# IVW - Schriftenreihe Band 169

Leibniz-Institut für Verbundwerkstoffe GmbH Kaiserslautern

# Jan Philipp Janzen

Prozesskette zur Herstellung epoxidbasierter Feststoffharzprepregs und deren Verarbeitung zu Faser-Kunststoff-Verbunden Bibliografische Information Der Deutschen Bibliothek

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

Bibliographic information published by Die Deutsche Bibliothek

Die Deutsche Bibliothek lists this publication in the Deutsche Nationalbibliografie; detailed bibliographic data is available in the Internet at <a href="http://dnb.dnb.de">http://dnb.dnb.de</a>>.

Herausgeber: Leibniz-Institut für Verbundwerkstoffe GmbH

Prof. Dr.-Ing. Ulf Breuer

Erwin-Schrödinger-Straße 58

67663 Kaiserslautern http://www.leibniz-ivw.de

Verlag: Leibniz-Institut für Verbundwerkstoffe GmbH

Druck: pri-me Printservice & Medienservice

Eisenbahnstraße 55 67655 Kaiserslautern

D-386

© Leibniz-Institut für Verbundwerkstoffe GmbH, Kaiserslautern 2025

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

Als Manuskript gedruckt. Printed in Germany. ISSN 1615-021X

ISBN: 978-3-944440-66-8

# Prozesskette zur Herstellung epoxidbasierter Feststoffharzprepregs und deren Verarbeitung zu Faser-Kunststoff-Verbunden

Vom Fachbereich Maschinenbau und Verfahrenstechnik
der Rheinland-Pfälzischen Technischen Universität Kaiserslautern-Landau
zur Verleihung des akademischen Grades

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

genehmigte

Dissertation

von

Herrn

Jan Philipp Janzen, M.Sc.

aus Kaiserslautern

Tag der mündlichen Prüfung: 25. März 2025

Dekan Prof. Dr. rer. nat. Roland Ulber

Prüfungsvorsitzender: Prof. Dr.-Ing. Tilmann Beck

1. Berichterstatter: Prof. Dr.-Ing. Thomas Neumeyer

2. Berichterstatter: Prof. Dr.-Ing. habil. David May

3. Berichterstatter: Prof. Dr.-Ing. habil. Bodo Fiedler

#### Vorwort

Diese Arbeit entstand in den Jahren 2020 bis 2024 im Rahmen meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter in den Programmbereichen Verarbeitungstechnik und Digitalisierung am Leibniz-Institut für Verbundwerkstoffe (IVW).

Besonderer Dank gilt zunächst meinem Doktorvater Prof. Dr.-Ing. habil. David May für die exzellente Betreuung, für das mir entgegengebrachte Vertrauen sowie für die Möglichkeit mich in einem hervorragenden wissenschaftlichen Umfeld weiterentwickeln zu können. Ebenso gilt dieser Dank Prof. Dr.-Ing. Thomas Neumeyer für die Übernahme des Erstgutachtens und den wertvollen wissenschaftlichen Input. Weiterhin bedanke ich mich bei Prof. Dr.-Ing. habil. Bodo Fiedler für die Tätigkeit als Gutachter und bei Prof. Dr.-Ing. Tilmann Beck für die Übernahme des Prüfungsvorsitzes.

Ich danke auch Prof. Conchúr Ó Brádaigh FREng FRSE, Dr. Colin Robert und Ass.-Prof. Murat Çelik für den internationalen Austausch im Bereich der Feststoffharze und für die Möglichkeit eines Forschungsaufenthalts an der University of Sheffield. Ebenso danke ich Marcel Schubiger für die langjährige Unterstützung und für die zahlreichen Tipps und Hilfestellungen zu den Feststoffharzen und deren Verarbeitung.

Ich möchte mich auch herzlich bei meinen Kolleginnen und Kollegen bedanken, ohne deren Hilfe das Vollenden dieser Arbeit nicht möglich und die Zeit am IVW nicht so besonders gewesen wäre. Dazu gehören vor allem die aktuellen und ehemaligen Kolleginnen und Kollegen aus den Programmbereichen Verarbeitungstechnik und Digitalisierung: Alexander Nuhn, Anna Dlugaj, Benedikt Bergmann, Dr.-Ing. Dominic Schommer, Dr.-Ing. Florian Gortner, Dr.-Ing. Julian Weber, Karin Assahli, Martin Detzel, Martin Müller, Maximilian Eckrich, Dr.-Ing. Maximilian Salmins, Megha Rani, Dr. Miro Duhovic, Dr.-Ing. Peter Arrabiyeh, Robert Köhler, Stefan Buchalik-Bopp, Dr.-Ing. Stefan Weidmann, Stefano Cassola und Valentine Domengie. Ebenfalls bedanken möchte ich mich bei Petra Volk und Pia Eichert für die Unterstützung bei der Materialanalytik sowie bei Dr.-Ing. Stephan Becker, Dr.-Ing. Matthias Domm und Prof. Dr.-Ing. Peter Mitschang, die mir die ersten wissenschaftlichen Schritte am IVW ermöglichten.

Ein besonderer Dank gilt den aktuellen und ehemaligen D.A.Z.-Kollegen Alexander Faas, Dr.-Ing. Björn Willenbacher, Fabian Röder, Holger Franz, Dr.-Ing. Jan-Eric Semar, Kevin Chen, Lars Bolzer, Roman Schüler, Stefan Giehl, Tim Schmidt und Volker Disandt für die wissenschaftlichen, kulinarischen und sonstigen Experimente.

Für den sportlichen Ausgleich danke ich außerdem der Trainingsgruppe um Andreas Krämer und Thomas Hoffmann sowie dem inoffiziellen PB3-FCK-Fanclub um Andreas Krämer und Marvin Wolf für unvergessliche Momente uffm Betze und beim DFB-Pokalfinale in Berlin.

Auch bei den von mir betreuten Studenten und Technikerschülern möchte ich mich bedanken, ohne deren Hilfe, Mitarbeit und Fleiß eine Arbeit in diesem Umfang nicht möglich gewesen wäre: Devin Neufeld, Hendrik Schäfer, Lars Auras, Robin Gremm, Rudolf Blatz und Willi Wätzold. Vor allem aber danke ich meinem ehemaligen HiWi Maik Meier für das unermüdliche Herstellen von Prepregs und Laminaten und das Anfertigen von unzähligen Schliffbildern.

Der größte Dank gilt meinen Freunden und meiner Familie für ihre Unterstützung in allen Lebenslagen und den Ausgleich zum Arbeitsalltag. Insbesondere danke ich meiner Mutter, die mir meinen akademischen und beruflichen Werdegang durch privaten Verzicht überhaupt erst ermöglicht hat. Zuletzt danke ich von Herzen meiner Freundin Viola für ihre bedingungslose Unterstützung, ihre Geduld in herausfordernden Phasen und ihre Liebe, die mir in all den Jahren stets Halt und Motivation gegeben hat.

Weilerbach, April 2025

Jan Janzen

Inhaltsverzeichnis

# Inhaltsverzeichnis

Verzeichnis verwendeter AbkürzungenV				
V	erzei	chnis verwendeter Formelzeichen	VI	
K	urzfa	ssung	VIII	
Α	bstra	ct	IX	
1	Eir	nleitung und Zielsetzung	1	
	1.1	Motivation der Arbeit	1	
	1.2	Zielsetzung, allgemeine Fragestellung und Aufbau der Arbeit	3	
2	Sta	and der Technik	5	
	2.1	Duroplastische Prepregtechnologien	5	
		2.1.1 Grundlagen und Herausforderungen	5	
		2.1.2 Prepregtechnologien für Vacuum-Bag-Only Anwendungen	13	
	2.2	Epoxid-Feststoffharze	23	
		2.2.1 Chemisch-physikalische Stoffeigenschaften	24	
		2.2.2 Einsatzbereiche und Verarbeitungsmethoden	33	
		2.2.3 Einsatz im Bereich der Faser-Kunststoff-Verbunde	34	
3	Ko	nzeptionierung einer Prozesskette für Feststoffharzprepregs	37	
	3.1	Theoretische Vorbetrachtung und Forschungsfragen	37	
	3.2	Herleitung von Anforderungen an die Prozesskette	40	
		3.2.1 Anforderungen an das Feststoffharz	40	
		3.2.2 Anforderungen an die Herstellung der Feststoffharzprepregs	40	
		3.2.3 Anforderungen an die Feststoffharzprepregs	41	
		3.2.4 Anforderungen an die Laminatfertigung und -qualität	42	
	3.3	Prozess-Struktur-Eigenschafts-Beziehungen entlang der Prozesskette	43	
4	An	alyse der Feststoffharzsysteme	45	
	4.1	Materialien und Methoden zur Analyse der Feststoffharzsysteme	45	

II Inhaltsverzeichnis

		4.1.1 Verwendete Materialien	45
		4.1.2 Glasübergangs-, Schmelztemperatur und Reaktionskinetik	46
		4.1.3 Chemorheologie	46
		4.1.4 Tack	47
		4.1.5 Feuchtigkeitsgehalt	48
	4.2	Ergebnisse der Analysen	48
		4.2.1 Glasübergangs-, Schmelztemperatur und Reaktionskinetik	48
		4.2.2 Chemorheologie	53
		4.2.3 Tack	55
		4.2.4 Feuchtigkeitsgehalt	56
	4.3	Erfüllungsgrad der Anforderungsliste und abgeleitete Richtlinien	56
5	Не	rstellung und Analyse von Feststoffharzprepregs mit	
	Mu	sterimprägnierung	57
	5.1	Evaluierung geeigneter Technologien zur Prepreg-Herstellung	57
	5.2	Herstellung mittels Siebdruckverfahren	59
	5.3	Herstellung mittels 3D-Druck	60
	5.4	Materialien und Methoden zur Analyse der hergestellten	
		Feststoffharzprepregs	61
		5.4.1 Verwendete Materialien und SRP-Parameter	61
		5.4.2 Musterelementgeometrie	63
		5.4.3 Bedeckungsgrad	63
		5.4.4 Fasermassengehalt	63
		5.4.5 Flächengewicht	63
		5.4.6 Bulk Factor	63
	5.5	Ergebnisse der Analysen	64
		5.5.1 Musterelementgeometrie	65
		5.5.2 Bedeckungsgrad	66

Inhaltsverzeichnis III

		5.5.3 Fasermassengehalt	67
		5.5.4 Flächengewicht	68
		5.5.5 Bulk Factor	70
	5.6	Erfüllungsgrad der Anforderungsliste und abgeleitete Prozessrichtlinien	70
6	Eir	nfluss der Prepregstruktur auf die Drapiereigenschaften	72
	6.1	Materialien und Methoden zur Analyse der Drapiereigenschaften	72
		6.1.1 Verwendete Materialien	72
		6.1.2 Cantilever-Tests	72
		6.1.3 Minimal abformbare Radien	73
		6.1.4 Scherrahmenversuche	74
	6.2	Ergebnisse der Analysen	76
		6.2.1 Vorversuche Cantilever-Tests	76
		6.2.2 Minimal abformbare Radien	76
		6.2.3 Scherrahmenversuche	80
	6.3	Erfüllungsgrad der Anforderungsliste und abgeleitete Drapierrichtlinien	86
7	Eir	nflüsse auf die Laminatqualität	87
	7.1	Materialien und Methoden zur Bestimmung der Laminatqualität	87
		7.1.1 Verwendete Materialien	87
		7.1.2 Faservolumengehalt	88
		7.1.1 Porenvolumengehalt	88
		7.1.2 Faserondulation	89
		7.1.3 Scheinbare interlaminare Scherfestigkeit	90
	7.2	Vorversuche	91
	7.3	Einfluss der Prepreg- und Prozessparameter auf die Laminatqualität	93
		7.3.1 Bedeckungsgrad und Musterelementgeometrie	93
		7.3.2 Trocknungszyklus	.100
		7.3.3 Heizrate	.103

IV Inhaltsverzeichnis

Δr	ıhan	a	.141
10	Lite	eratur	.121
9	Zu	sammenfassung	.119
	8.2	Beantwortung der allgemeinen Fragestellung und der Forschungsfragen.	.117
	8.1	Validierung der Prozesskette und der Richtlinien	.116
8	Va	lidierung der Prozesskette und Beantwortung der Fragestellungen	.116
	7.4	Erfüllungsgrad der Anforderungslisten und abgeleitete Richtlinien	.114
		7.3.6 Textil	.110
		7.3.5 Randabdichtung	.108
		7.3.4 Fasermassengehalt	.105

# Verzeichnis verwendeter Abkürzungen

Kurzform	Beschreibung
BADGE	Bisphenol-A-diglycidylether
BG	Bedeckungsgrad
bspw.	beispielsweise
CF1	CF-Gewebe KDK8045 von Sigratex
CF2	CF-Gewebe G-Weave von Lange und Ritter
DICY	Dicyandiamid
DSC	Differential Scanning Calorimetry, engl. für Dynamische Differenzkalorimetrie
FKV	Faser-Kunststoff-Verbunde
FMG	Fasermassengehalt
FVG	Faservolumengehalt
h	Stunden
i. d. R.	In der Regel
ILSS	Interlaminar shear strength, engl. für scheinbare interlaminare Scherfestigkeit
min	Minuten
OoA	Out-of-Autoclave
p.p.	Prozentpunkte
PVG	Porenvolumengehalt
QXX	Quadratisches Muster mit XX % Bedeckungsgrad
RTM	Resin Transfer Molding
RXX	Rechteckiges Muster mit XX % Bedeckungsgrad
SR	Solid Resin, engl. für Feststoffharz
SRP	Solid Resin Prepreg, engl. für Feststoffharzprepreg
TGA	Thermogravimetrische Analyse
V100	Vollflächig imprägniertes Textil mit 100 % Bedeckungsgrad
VARI	Vacuum Assisted Resin Infusion, engl. für Vakuuminfusion
VBO	Vacuum-Bag-Only
vgl.	vergleiche
ZTU-Diagramm	Zeit-Temperatur-Umsatz-Diagramm

# Verzeichnis verwendeter Formelzeichen

Lateinische Zeichen	Einheit	Beschreibung
AEinheitszelle	mm²	Fläche der Einheitszelle
$A_K$	mm²	Oberfläche des betrachteten Körpers
<b>A</b> Laminat	mm²	Fläche des Laminats
A <sub>Musterelement</sub>	mm²	Fläche des Musterelements
<b>A</b> Stack	mm²	Fläche des SRP-Stacks
BF	-	Bulk Factor
Bi	-	Biot-Zahl
<b>b</b> Musterelement	mm	Breite eines rechteckigen Musterele- ments
<b>d</b> <sub>max</sub>	mm	Maximaler Abstand zwischen zwei Musterelementkanten
е	-	Relativer Fehler zwischen $r$ und $r_{max}$
F	1/cm	Fadendichte
L <sub>C</sub>	mm <sup>-1</sup>	Charakteristische Länge
le	mm	Euklidische Länge zwischen Anfangs- und Endpunkt eines Rovings
LMusterelement	mm	Länge eines rechteckigen Musterele- ments
<i>L</i> Musterkante	mm	Kantenlänge eines Musterelements
Is	mm	Gestreckte Rovinglänge
<i>m</i> <sub>Laminat</sub>	kg	Masse des Laminats
<i>m</i> Stack	kg	Masse des SRP-Stacks
<i>n</i> <sub>M</sub>	-	Anzahl an Musterelementen
<i>n</i> min	-	Minimale Anzahl an Musterelementen
r	mm	Abzuformender Radius
r <sub>max</sub>	mm	Radius in der Mitte des Drehgelenks
$r_{ m min,\ theoretisch}$	mm	Theoretisch minimal abformbarer Radius
T	tex	Titer
$T_{g}$	°C	Glasübergangstemperatur eines ausge- härteten Duroplasten
$T_{g,\infty}$	°C	Maximal erreichbare Glasübergangstem- peratur eines ausgehärteten Duroplasten

$T_{ m g0}$	°C	Glasübergangstemperatur des unausge- härteten Feststoffharzes
<i>t</i> Laminat	mm	Dicke des Laminats
<i>t</i> srp	mm	Dicke des SRP-Stacks
$V_K$	mm³	Volumen des betrachteten Körpers

Griechische Zeichen	Einheit	Beschreibung
η	Pa*s	Viskosität
α	W/(m²*K)	Wärmeübergangskoeffizient
λs	W/(m*K)	Spezifische Wärmeleitfähigkeit

VIII Kurzfassung

## Kurzfassung

In dieser Arbeit wurde eine Prozesskette zur Herstellung epoxidbasierter Feststoffharzprepregs und deren Verarbeitung zu Faser-Kunststoff-Verbunden entwickelt und umgesetzt. Das Ziel war hierbei insbesondere die Kompensation bestehender Herausforderungen bei der Verwendung bisheriger Prepregsysteme auf Feststoffharzbasis, wie eine robuste Verarbeitung im Vacuum-Bag-Only (VBO)-Verfahren sowie Einschränkungen durch eine limitierte Drapierbarkeit bei Raumtemperatur. Zur Lösung beider Herausforderungen wurde die Textiloberfläche nicht länger vollflächig, sondern partiell in Musterform imprägniert. Die zwischen den Musterelementen verbleibenden trockenen Textilstellen ermöglichen sowohl eine Drapierung als auch eine effizientere Evakuierung von Gasen und Feuchtigkeit aus dem Vakuumaufbau, wodurch die Prozessrobustheit erhöht wird. Die Herstellung der Prepregs erfolgte mittels einem Siebdruck- sowie einem 3D-Druck-Verfahren. Im Rahmen der Arbeit wurden zwei Forschungsfragen beantwortet. Bei der ersten Frage wurde betrachtet, inwiefern die Musterimprägnierung das Biege- und Scherungsverhalten der Prepregs beeinflusst. Bei der zweiten Frage wurde der Einfluss von Prepreg- und Prozessparametern auf die Laminatqualität bei der VBO-Verarbeitung untersucht. Bei den Drapierversuchen zeigte sich, dass das Biegeverhalten durch Anpassen der Musterkantenlänge in Biegerichtung beeinflusst wird. Je niedriger die Musterkantenlänge, desto geringere Radien können abgeformt werden. Im Kontrast hierzu beeinflusst der Bedeckungsgrad (BG) des Musters die Biegeeigenschaften nicht. Das Scherverhalten wird, gegensätzlich zum Biegeverhalten, primär vom BG beeinflusst. Die Musterelemente blockieren lokal die Scherung. Bei hinreichend hohem BG (ab 60 %) wird die Scherung im bedeckten Bereich großflächig blockiert, auch zwischen den Musterelementen, und in unbedeckte Bereiche verlagert. Die Laminatqualität wird ebenfalls von dem BG und der Musterelementgeometrie beeinflusst. Bei ungeeigneter Auslegung des Musters entstehen Faserondulationen in den Laminaten. Im Hinblick auf den Porenvolumengehalt ist eine ausreichend lange Trocknung der Prepregs von zentraler Bedeutung. Die benötigte Trocknungsdauer hängt von der Musterelementgeometrie und den verwendeten Textilien ab. Aufbauend auf den Untersuchungen wurden Richtlinien entlang der Prozesskette abgeleitet und durch die Fertigung von Demonstratorbauteilen in Form von Omega-Profilen validiert.

Abstract

#### **Abstract**

In the scope of this work, a process chain for the manufacturing of epoxy-based solid resin prepregs and their processing into fibre reinforced polymer composites was developed and successfully tested. The aim was to compensate existing challenges in the use of state of the art solid resin prepregs in the form of a limited drapeability at room temperature and a robust processing via a vacuum-bag-only (VBO)-process. To overcome both challenges, the textile surface is no longer fully, but partially impregnated in a pattern form. The dry textile areas created by the pattern impregnation enable draping at room temperature as well as a more efficient evacuation of gases and moisture from the vacuum build up, resulting in an increase of process robustness. The prepregs were manufactured using a screen printing and a 3D printing process.

Within the scope of this work, two research questions were answered. The first question addressed the extent to which pattern impregnation influences the bending and shearing behavior of the prepregs. The second question analyzed the influence of prepreg and process parameters on laminate quality during VBO processing. The draping tests showed that the bending behavior is influenced by the pattern edge length in the bending direction. The smaller the pattern edge length, the smaller the radii that can be formed. In contrast to this, the coverage of the pattern does not influence the bending properties. Contrary to the bending behavior, the shearing is primarily influenced by the coverage. The pattern elements block the shearing locally. If the coverage is sufficiently high (above 60 %), the shearing in the covered area is blocked over a wide area, including in between the pattern elements, and shifted to uncovered areas. The laminate quality is also influenced by the coverage and the pattern element geometry. If the pattern design is not suitable, fibre undulations can occur in the laminates. With regard to the pore volume content, sufficiently long drying times of the prepregs are crucial. The required drying time depends on the pattern element geometry and the textiles used. Based on the investigations, guidelines were derived along the process chain and validated through the production of demonstrator components in the form of omega profiles.

## 1 Einleitung und Zielsetzung

#### 1.1 Motivation der Arbeit

Faser-Kunststoff-Verbunde (FKV) sind aufgrund ihrer hohen spezifischen Festig- und Steifigkeiten ideale Leichtbauwerkstoffe, die eine Schlüsselrolle in vielen gesellschaftsrelevanten Bereichen wie der Mobilität der Zukunft, dem Energiesektor oder dem Gesundheitswesen einnehmen können. Insbesondere bei Hochleistungsanwendungen dominieren duroplastische Prepregs (von engl. pre-impregnated) den FKV-Markt. Prepregs sind Halbzeuge, bei denen die Faserstruktur in der Regel mit flüssigen Harzsystemen vorimprägniert ist. Diese Harzsysteme bestehen aus einem Gemisch aus Harz- und Härterkomponenten, welche in einer chemischen Reaktion vernetzen und solidifizieren. Um eine höchstmögliche Qualität der finalen Bauteile zu erzielen, erfolgt die Verarbeitung und chemische Aushärtung der Prepregs meist bei erhöhter Temperatur und hohen Drücken in einem Autoklav. Hierfür werden die Prepregs schichtweise in ein Werkzeug eingelegt, mit einer Vakuumfolie abgedichtet und evakuiert. Durch die Kombination aus Vakuumerzeugung und hohem Druck innerhalb des Autoklaven, können Bauteile mit hohen Faservolumengehalten und niedriger Porosität gefertigt werden. [1, 2] Der durch den Autoklavprozess erreichbaren hohen Bauteilqualität stehen jedoch hohe Kosten, Limitationen in der Bauteilgröße und lange Zykluszeiten sowie eine begrenzte Haltbarkeit der Prepregs entgegen [3]. Aus einer stetigen Verschärfung des Kostendrucks resultiert ein Interesse an kostengünstigen Fertigungsmöglichkeiten ohne Autoklav, die eine Bauteilfertigung in gleichwertiger Qualität ermöglichen. Fertigungsmethoden außerhalb des Autoklavs lassen sich unter dem Begriff der Out-of-Autoclave-Verfahren (OoA-Verfahren) subsumieren. Eines dieser OoA-Verfahren ist das Vacuum-Bag-Only-Verfahren (VBO-Verfahren), bei dem Prepregs in einem Vakuumaufbau ohne zusätzlichen Überdruck verarbeitet und durch Öfen oder beheizte Werkzeuge ausgehärtet werden. Aufgrund des geringeren Kompaktierungsdrucks sind Bauteile aus VBO-Verfahren jedoch anfällig für die Entstehung von Poren, die die mechanischen Eigenschaften signifikant reduzieren. Diese Poren resultieren infolge von Luft- und Feuchtigkeitseinschlüssen zwischen oder in den Prepreglagen, die weder evakuiert, noch durch den Kompaktierungsdruck kollabiert werden können. [3–8] Zur Steigerung der Robustheit des VBO-Verfahrens wurden spezielle Prepregs entwickelt, bei denen die Faserstruktur in Dickenrichtung nur teilweise imprägniert ist.

Bei diesen sogenannten Semipregs können Luft- und Feuchtigkeitseinschlüsse über die trockenen Bereiche der Faserstruktur evakuiert und dadurch der Porenvolumengehalt (PVG) innerhalb der Bauteile verringert werden. [9–15] Obwohl die Verwendung von Semipregs die Robustheit des VBO-Verfahren erhöhen kann, bleibt das Verfahren anfällig für suboptimale Verarbeitungsbedingungen, wie bspw. eine geringe Vakuumqualität oder der Verwendung gealterter Semipregs. Die Alterung der Prepregs tritt aufgrund der fortlaufenden chemischen Reaktion zwischen Harz- und Härterkomponente auf und findet in der Regel während der Lagerung oder der Werkzeugbestückung, insbesondere bei sehr großen Bauteilgeometrien, statt. Die Alterung führt zu einer Erhöhung der Harzviskosität, wodurch die Imprägnierung der noch trockenen Textilbereiche erschwert wird. [3-5, 16-18] Ein Forschungsansatz sieht deshalb die Substitution der flüssigen Harzsysteme durch Feststoffharze (SR, von engl. Solid Resin) auf Epoxidbasis vor, wodurch bei Raumtemperatur lagerstabile und haltbare SR-Prepregs (SRP, Solid Resin Prepregs) hergestellt werden können. [19-21] Aufgrund dieser Haltbarkeit tritt zum einen keine relevante Alterung der SRPs während der Lagerung und Verarbeitung auf, wodurch die Robustheit der Imprägnierung während des VBO-Prozesses erhöht werden kann. Zum anderen können Lager- und Transportkosten durch den Wegfall von Kühlketten eingespart werden, die derzeit bei Flüssigharzprepregs notwendig sind. SR sind im unvernetzten Zustand bei Raumtemperatur fest und kombinieren Verarbeitungsvorteile von Thermoplasten und Duroplasten. Sie können ohne relevante Aushärtereaktion quasi beliebig oft aufgeschmolzen und solidifiziert werden, solange eine kritische Temperatur nicht überschritten wird, ab der die chemische Vernetzung startet. Bei Überschreiten dieser kritischen Temperatur sinkt die Viskosität auf das Niveau von etablierten flüssigen Harzsystemen ab, wodurch eine Imprägnierung der Faserstrukturen auch bei niedrigen Verarbeitungsdrücken realisierbar ist. [22-25] Die Verwendung von SRPs birgt somit nicht nur das Potential einer kühlungsfreien und kostengünstigeren Lieferkette, sondern auch die Möglichkeit einer robusteren Fertigung von FKV-Strukturen aufgrund der alterungsfreien SRPs. Hierdurch ist auch nach längerer Lagerung oder Werkzeugbestückung eine Imprägnierung trockener Textilbereiche möglich.

Das Ausschöpfen dieses Potentials erfordert jedoch die Bewältigung bestehender Herausforderungen bei der Anwendung von SRPs. Die erste der beiden zentralen Herausforderungen ist die Entwicklung einer robusten Verarbeitungsstrategie der SRP.

Der Fokus liegt hierbei u. a. auf der bestmöglichen Trennung von Schmelz- und Aushärtephase des SR sowie dessen Feuchtigkeitsaufnahme, infolge derer es bei aktuellen SRP-Systemen insbesondere bei Verwendung in VBO-Verfahren zu Bauteilen mit erhöhten Porenvolumengehältern kommen kann. Die zweite zentrale Herausforderung besteht in der Bewältigung der limitierten Drapiereigenschaften der SRPs, die eine Abformung von dreidimensionalen Bauteilen durch die flächigen Halbzeuge nur durch Aufschmelzen des SRs ermöglichen. [19, 20, 26–28] Zur Bewältigung dieser Herausforderungen ist eine Revision der gesamten Prozesskette erforderlich, angefangen bei Design und Herstellung der SRPs bis hin zur Anpassung des verwendeten Aushärtezyklus.

#### 1.2 Zielsetzung, allgemeine Fragestellung und Aufbau der Arbeit

Ziel dieser Arbeit ist die Entwicklung einer auf SRP basierenden Prozesskette, welche die Limitationen im Hinblick auf die Drapierbarkeit überwindet und gleichzeitig die Robustheit bei der Verarbeitung im VBO-Verfahren erhöht. Aus dieser Zielsetzung ergibt sich eine allgemeine Fragestellung dieser Arbeit wie folgt:

"Wie kann eine Verbesserung der Drapiereigenschaften von SRPs bei Raumtemperatur erreicht sowie die Prozessrobustheit bei deren Verarbeitung zu FKV-Bauteilen im VBO-Verfahren erhöht werden?"

Zur Beantwortung dieser Fragestellung wird zunächst ein Überblick über den Stand der Technik zu aktuellen duroplastischen Prepregsystemen, Forschungsansätzen zur Verbesserung der Prozessrobustheit bei deren Verarbeitung im VBO-Verfahren sowie zu SR und deren Anwendung im FKV-Bereich gegeben. Aufbauend auf dem Stand der Technik erfolgt in Kapitel 3 eine theoretische Vorbetrachtung zur möglichen Lösung der allgemeinen Fragestellung und daran angelehnt die Entwicklung der neuen Prozesskette. Zur Umsetzung der Prozesskette werden die Prozess-Struktur-Eigenschafts-Beziehungen der einzelnen Prozessschritte untersucht. Hierfür werden zunächst relevante Parameter identifiziert, Forschungsfragen gestellt sowie Anforderungen definiert. Der weitere Aufbau der Arbeit orientiert sich an der Prozesskette (siehe Abbildung 1.1). In Kapitel 4 werden die ausgewählten SR-Systeme analysiert und geeignete Parameterräume zur SRP-Herstellung und FKV-Fertigung abgeleitet. In Kapitel 5 folgt die Herstellung und Analyse der SRPs. In Kapitel 6 wird der Einfluss der

SRP-Struktur auf die Drapiereigenschaften untersucht und in Kapitel 7 die Einflüsse auf die Laminatqualität. Die Ergebnisse der Untersuchungen dienen der Beantwortung der Forschungsfragen und sollen die entwickelte Prozesskette durch Erreichen der Anforderungen validieren. Abschließend werden aus den Ergebnissen Richtlinien für die einzelnen Prozessschritte abgeleitet, die in Kapitel 8 anhand der Fertigung von Demonstratorbauteilen bestätigt werden.

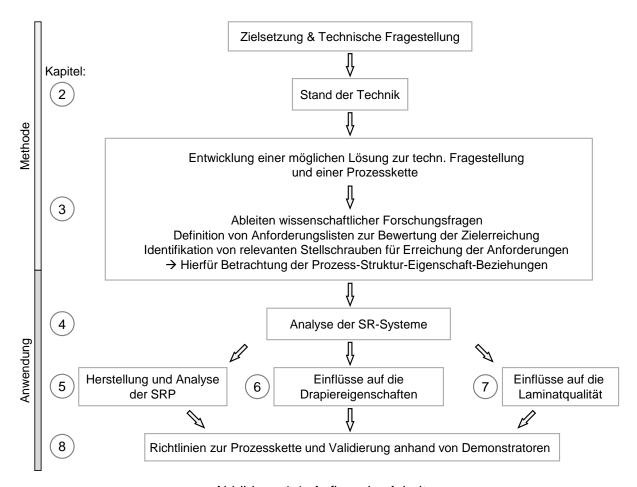


Abbildung 1.1: Aufbau der Arbeit

#### 2 Stand der Technik

Im Folgenden wird der Stand der Technik für relevante Themenbereiche dieser Arbeit dargestellt. Dies umfasst zunächst die zurzeit kommerziell verfügbaren duroplastischen Prepregtechnologien, insbesondere für VBO-Anwendungen sowie aktuelle Forschungsthemen. Weiterhin werden die grundlegenden chemisch-physikalischen Stoffeigenschaften von epoxidbasierten SR, deren Verarbeitungsmöglichkeiten sowie deren bisheriger Einsatz im Bereich der FKV betrachtet. Die gewonnenen Erkenntnisse sollen die Relevanz der allgemeinen Fragestellung darstellen und nachfolgend die Grundlage zu deren Lösung und zur Entwicklung der Prozesskette bilden.

#### 2.1 Duroplastische Prepregtechnologien

In diesem Kapitel wird zunächst auf die Grundlagen und generellen Herausforderungen von duroplastischen Prepregsystemen eingegangen. Im Anschluss werden die für diese Arbeit relevanten Verarbeitungsmethoden sowie Eigenschaften beleuchtet. Abschließend werden Prepregtechnologien für VBO-Anwendungen betrachtet.

## 2.1.1 Grundlagen und Herausforderungen

Duroplastische Prepregs sind textile Halbzeuge, die i. d. R. mit einem flüssigen duroplastischen Matrixsystem vorimprägniert sind. Sie lassen sich in fließfähige und nichtfließfähige Prepregs einteilen. [1] Bei fließfähigen Prepregs kann die Füllung der Werkzeugform durch ein Fließen des Verbundmaterials während der Verarbeitung erreicht werden, bei nicht-fließfähigen Prepregs erfolgt kein Fließen während des Verarbeitens. Der Fokus dieser Arbeit liegt auf den nicht-fließfähigen Prepregs, weshalb nachfolgend ausschließlich diese betrachtet werden. Bei nicht-fließfähigen duroplastischen Prepregs besteht das textile Halbzeug meist aus unidirektional orientierten Fasern oder einem Gewebe. Die Vorteile dieser Prepregs liegen vor allem in hohen erreichbaren Fasermassengehalten, einer genauen Faserorientierung, hohen mechanischen Eigenschaften sowie einer einfachen Verarbeitbarkeit. Aufgrund dieser Eigenschaften werden sie primär für Strukturbauteile mit hohen Anforderungen verwendet, bspw. in der Luftfahrt, dem Motorsport oder bei Sportartikeln. Die Nachteile der Prepregs sind u. a. die hohen Kosten und die begrenzte Haltbarkeit. Die begrenzte Haltbarkeit ist auf das duroplastische Matrixsystem der Prepregs zurückzuführen. Dieses besteht aus Harz-

und einer Härterkomponenten, die in einer stetig fortlaufenden Reaktion chemisch zu einem Feststoff vernetzen, sowie Additiven. Um die Reaktion zwischen Harz und Härter zu verlangsamen und die Prepregs länger haltbar zu machen, werden diese bei Temperaturen von ca. - 18 °C gelagert. [1, 2, 29]

## Herstellung nicht-fließfähiger, duroplastischer Prepregs

Die Herstellung nicht-fließfähiger, duroplastischer Prepregs erfolgt für flüssige Harzsystem industriell hauptsächlich im Hot-Melt-Verfahren oder dem Lösemittelverfahren. Im Hot-Melt-Verfahren sind die Ausgangsmaterialien ein textiles Halbzeug sowie ein auf einer Trägerfolie aufgetragener Harzfilm. Das Textil wird beim Hot-Melt-Verfahren mit jeweils ein oder zwei Harz-Trägerfolien zunächst durch eine Heizung gezogen, um die Harzviskosität zu verringern und die Imprägnierung des Textils zu verbessern. Die Imprägnierung sowie Konsolidierung erfolgt bei erhöhten Temperaturen meist durch Walzen oder Doppelbandpressen (Abbildung 2.1). Anschließend erfolgt die Kühlung des Prepregs und das Entfernen der Trägerfolien. Da das flüssige Harz bei Raumtemperatur eine Klebrigkeit, auch Tack genannt, besitzt, muss zur Aufwicklung des Prepregs ein Trennpapier mit aufgewickelt werden. Dieses Trennpapier ermöglicht ein nachträgliches Trennen der Lagen. [1, 2, 29, 30]

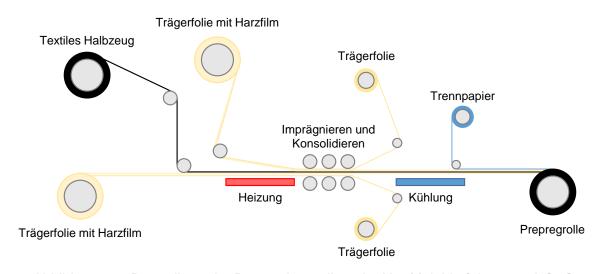


Abbildung 2.1: Darstellung der Prepregherstellung im Hot-Melt-Verfahren nach [29]

Beim Lösemittelverfahren wird ebenfalls ein textiles Halbzeug verwendet. Anders als beim Hot-Melt-Verfahren liegt das flüssige Harzsystem jedoch als Gemisch mit Lösemittel in einem Harzbad vor. Das Lösemittel dient dabei zur Reduzierung der Viskosität des Gemischs, wodurch die Imprägnierung des textilen Halbzeugs verbessert wird.

Die Imprägnierung durch das Gemisch findet direkt im Harzbad statt (siehe Abbildung 2.2). Um das Lösemittel aus dem Prepreg zu entfernen, wird das Prepreg bei erhöhten Temperaturen durch einen Verdampfungsofen gezogen, wodurch das Lösemittel verdampft und aus dem Prepreg gezogen wird. Anschließend erfolgt analog zum Hot-Melt-Verfahren ein Konsolidierungsschritt sowie das Auftragen des Trennpapiers. Abschließend kann das Prepreg aufgewickelt und als Rollenmaterial vertrieben werden. Für die Weiterverarbeitung der Prepregs zu FKV-Bauteilen existieren verschiedene Möglichkeiten, die im Folgenden dargestellt werden. [1, 2, 29, 30]

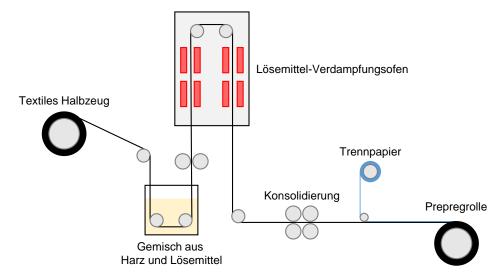


Abbildung 2.2: Darstellung der Prepregherstellung im Lösemittelverfahren nach [29]

#### Verarbeitung duroplastischer Prepregs

Die Verarbeitung der Prepregs zu FKV-Bauteilen erfolgt meist in zwei Verarbeitungsschritten. Im ersten Schritt erfolgt das Drapieren, Stapeln und Preformen der Prepregs und im zweiten Schritt die Imprägnierung, Konsolidierung und das Vernetzen. In beiden Schritten treten Herausforderungen auf, welche ebenso für die in dieser Arbeit zu entwickelnde Prozesskette bewältigt werden müssen. Aus diesem Grund wird nachfolgend genauer auf die einzelnen Verarbeitungsschritte eingegangen.

## Drapieren, Stapeln und Preformen

Zu Beginn des ersten Verarbeitungsschritts müssen die Prepregs in ein dreidimensionales Werkzeug drapiert werden. Bei der Drapierung durchlaufen die Prepregs eine Verformung, i. d. R. durch Biegung und Scherung. Während des Drapiervorgangs kann es infolge von Prozessführungsfehlern zu Fehlstellen wie bspw. Faserondulatio-

nen, Falten oder falsch orientierten Fasern kommen [31]. Um diese Prozessführungsfehler zu minimieren, müssen die zugrundeliegenden Drapiereigenschaften der Prepregs bekannt sein. Zur Ermittlung der Biegeeigenschaften bzw. auch der Biegesteifigkeit der Prepregs, die u. a. für Verformungssimulationen relevant ist, hat sich vor allem der Cantilever-Test etabliert. [31-34] Hierbei werden ein- oder mehrlagige Probekörper auf einer waagerechten Auflagefläche platziert und mit einem Schieber beschwert. Mit Hilfe des Schiebers wird der Probekörper innerhalb von zehn Sekunden gleichmäßig über die Auflagefläche geschoben, bis dieser über sie hinausragt und einen vordefinierten Winkel erreicht (Abbildung 2.3). Durch den Schieber kann anschließend die Überhanglänge ermittelt und die Biegesteifigkeit berechnet werden. Hierüber kann das Biegeverhalten quantifiziert und simulativ vorausgesagt werden. Beim Cantilever-Test wird vereinfachend ein linearer Zusammenhang zwischen dem Biegemoment und der Krümmung des Textils angenommen. Weiterentwicklungen des Cantilever-Tests nutzen oftmals eine freihängende Probe, ohne das Erreichen eines vordefinierten Winkels und nähern die Biegung mittels Polynome höherer Ordnung oder Splines an. [31, 35] Broberg et al. entwickelten diesbezüglich eine Methode bei der zunächst Bilder der freihängenden Probe gemacht werden. Anhand dieser Bilder wird anschließend die Biegelinie des Probekörpers mit Hilfe einer Bildverarbeitungssoftware extrahiert. Auf Basis der Biegelinie können dann Krümmung, Biegemoment und Biegesteifigkeit des Materials berechnet werden [35].

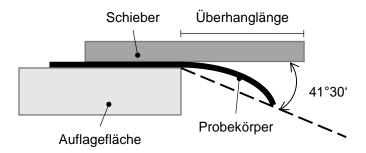


Abbildung 2.3: Schematischer Aufbau des Cantilever-Tests nach [32]

Neben dem Biegeverhalten ist das Scherverhalten der Prepregs von entscheidender Bedeutung während des Drapierens. Vor allem beim Abformen doppelt gekrümmter Geometrien müssen die Prepregs eine Scherung durchlaufen, bei der eine Winkeländerung zwischen den Faserorientierungen erfolgt. Neben der benötigten Kraft zur Erzeugung einer bestimmten Scherung sowie der resultierenden Faserverläufe, ist der sogenannte "locking angle" ein Bewertungskriterium des Scherverhaltens. Der "locking

angle" beschreibt den Winkel, ab dem die Rovings des Textils infolge der Scherung so stark aneinandergeschoben werden, dass sich das Textil wölbt und Falten wirft. Er ist als Scheitelpunkt der Kraft-Scherwinkel-Kurve definiert und wird durch zwei sich schneidende Tangenten bestimmt, die von den linearen Kurvenanteilen ausgehen. Eine Scherung des Textils über den "locking angle" hinaus ist aufgrund der mit der Faltenbildung einhergehenden Abnahme der Festigkeit nicht sinnvoll. Zur Untersuchung des Scherverhaltens haben sich zwei Versuchsmethoden etabliert, der Bias-Extention-Test sowie der Picture-Frame-Test. [33, 34, 36–39] Für ausgeglichene Gewebe sind die Ergebnisse aus beiden Versuchsmethoden vergleichbar, weshalb weiterführend nur der für diese Arbeit relevante Picture-Frame-Test, auch Scherrahmenversuch genannt, betrachtet wird. [39] Bei dem Picture-Frame-Test wird ein quadratischer Probekörper mit Eckaussparungen in einen Scherrahmen eingespannt (Abbildung 2.4). Der Scherrahmen ist in eine Universalprüfmaschine integriert und ermöglicht den Eintrag einer reinen Schubspannung in der Lagenebene des Probekörpers. Mit Hilfe der aufgezeichneten Kraft-Weg-Kurve können anschließend der "locking angle" sowie die Kraft-Scherwinkel-Kurve bestimmt werden. Die Faserverläufe und -winkel werden meist über den Maschinenweg oder bildgebende Verfahren berechnet.

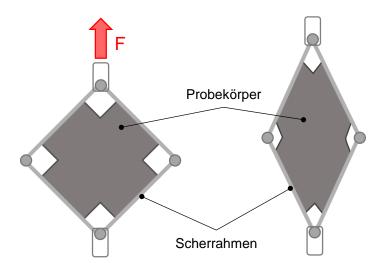


Abbildung 2.4: Schematische Darstellung des Scherrahmenversuchs; links: Beginn der Prüfung; rechts: Ende der Prüfung

Aufgrund ihres signifikanten Einflusses auf die mechanischen Eigenschaften von FKV-Bauteilen, sind die resultierenden Faserverläufe vor allem bei der Abformung komplexer, mehrfach gekrümmter Strukturen von besonderem Interesse. Hier ist das Risiko für Fehlstellen in Form von abweichenden Faserwinkeln, Welligkeiten und Falten am

größten. Vor allem in der Forschung gibt es deshalb Bestrebungen die Drapiereigenschaften von textilen Halbzeugen oder Prepregs lokal zu beeinflussen und hierdurch bspw. die Halbzeugscherung aus kritischen Bauteilbereichen in unkritische umzuleiten. Die Beeinflussung der Drapiereigenschaften erfolgt dabei hauptsächlich durch das Einbringen von Näh-, Tuft- oder Bindermustern. [40–46] Shen et al. konnten durch das Tuften textiler Halbzeuge die Faltenbildung bei der Abformung quader- und halbkugelförmiger Werkzeuge maßgeblich reduzieren oder in mechanische unkritische Randbereiche verlagern [41]. Turk et al. versuchten Fehlstellen bei der Drapierung durch das Aufbringen eines flüssigen Epoxid-Bindermusters in verschiedenen Aushärtegraden zu verhindern [43]. Durch das Einbringen des Bindermusters konnten Turk et al. zeigen, dass das Verlagern der Gewebescherung in unkritische Bauteilbereiche sowie das Verringern von Faltenbildungen und Faserdesorientierungen möglich ist. Die Bindermuster wurden hierfür gezielt in Bereichen aufgebracht, in denen ein hoher Scherungswinkel erwartet wird. Das Bindermuster führte zu einer Versteifung dieser Gewebebereiche, woraus eine Verlagerung der Scherung in trockene Textilbereiche resultierte. Eine Herausforderung stellte jedoch der Einfluss der Bindermuster auf die Biegeeigenschaften des Gewebes dar. Infolge einer zu starken Erhöhung der Biegesteifigkeit, kann das Abformen von engen Radien nicht mehr erfolgen. Turk et al. schlussfolgerten deshalb, dass die Bindermuster idealerweise eine Scherung verhindern, jedoch einen möglichst geringen Einfluss auf die Biegeeigenschaften nehmen sollten. Zudem muss der lokale Einfluss der Bindermuster auf die Drapiereigenschaften bekannt sein, um deren Potential vollständig ausschöpfen zu können. Turk et al. untersuchten deshalb das Scherverhalten von Geweben mit Bindermuster mittels Bias-Extension-Tests und verwendeten die Ergebnisse als Parameterinput für eine Drapiersimulation [47]. Die Ergebnisse sowie der Versuchsumfang erwiesen sich jedoch als zu ungenau, um aussagekräftige Simulationen durchführen zu können. Auch eine Vorhersage der Faserverläufe in Abhängigkeit des Musters war nicht möglich. Hier und auch im Hinblick auf die sich ergebenden Biegeeigenschaften der Halbzeuge besteht weiterhin Forschungsbedarf.

Beim Preformen werden die Prepreglagen zu einer endkonturnahen Preform gefügt. Um hierbei das Risiko von Lufteinschlüssen zu verringern, wird nach dem Ablegen von ca. zwei bis drei Prepreglagen jeweils ein Vakuum gezogen. Insgesamt lässt sich zu-

sammenfassen, dass das Stapeln, Drapieren und Preformen der Prepregs qualitätskritische Prozessschritte bei der Fertigung von FKV-Bauteilen sind. Vor allem bei der
Verwendung neuer Halbzeugsysteme ist deshalb die Untersuchung dieser Prozessschritte von zentraler Bedeutung. Im Anschluss an diese Prozesse erfolgt der zweite
Verarbeitungsschritt, bei dem das Imprägnieren, Konsolidieren und Vernetzen der Prepregs erfolgt. Diese drei Mechanismen erfolgen teilweise parallel zueinander und werden im Folgenden genauer betrachtet.

#### Imprägnieren, Konsolidieren und Vernetzen

Die Imprägnierung wird als das Benetzen der Einzelfilamente der Rovings sowie das Füllen der Filamentzwischenräume definiert. Als Konsolidierung bezeichnet man die Kompaktierung des Prepregaufbaus durch Druck auf die Zieldicke sowie die Verdrängung von Lufteinschlüssen aus dem Aufbau und die Verhinderung einer Neubildung ebendieser. Das Vernetzen, also das irreversible Solidifizieren des Harzsystems infolge einer chemischen Reaktion, erfolgt in geringem Maße bereits während des Imprägnierens und Konsolidierens. Die vollständige Solidifizierung muss jedoch zwingend nach Abschluss der Imprägnierungs- und Konsolidierungsvorgänge erfolgen, um eine Porenentstehung innerhalb der FKV-Bauteile zu verhindern. [2]

Zum Imprägnieren, Konsolidieren und Vernetzen der drapierten Prepregs gibt es zahlreiche Verarbeitungsmethoden. Die für diese Arbeit relevanten Verarbeitungsprozesse sind der Autoklavprozess sowie der VBO-Prozess. Beim Autoklavprozess werden die auf einem Werkzeug drapierten Prepreglagen zunächst mit verschiedenen Hilfsmaterialien bedeckt und anschließend mit einer Vakuumfolie und Dichtbändern gegen das Werkzeug abgedichtet. Dieser sogenannte Vakuumaufbau besteht meistens aus Trennfolien, die die spätere Entformung erleichtern, Abreißgeweben zur Entfernung der Hilfsmaterialien vom FKV-Bauteil, einem "Bleeder" zur Aufnahme von überschüssigem Harz und der Vakuumfolie (Abbildung 2.5). Nachdem der Vakuumaufbau fertiggestellt wurde, kommt das bestückte Werkzeug in den Autoklaven, einen temperierbaren Druckbehälter. Mit Hilfe von Vakuumpumpen wird der Vakuumaufbau evakuiert, wodurch bereits eine geringfügige Imprägnierung und Konsolidierung des Aufbaus erfolgt. Im nächsten Schritt wird der Autoklav mit Druck beaufschlagt und die Temperatur erhöht, um die Imprägnierung und Konsolidierung abzuschließen und die großflächige Vernetzung des Harzsystems zu initiieren. Typische Verarbeitungstemperaturen bei

der Verwendung von duroplastischen Prepregs liegen zwischen 80 bis 200 °C, der Verarbeitungsdruck liegt bei 6 bis 7 bar. Durch die Kombination aus Vakuumerzeugung und hohen realisierbaren Drücken ist die im Autoklavprozess erreichbare Laminatqualität meist der Maßstab für andere Prozesse. Dementgegen stehen jedoch hohe Kosten, Limitationen in der Bauteilgröße und lange Zykluszeiten sowie die begrenzte Haltbarkeit der Prepregs. Aufgrund dieser Nachteile gibt es ein Bestreben an der Umsetzung kostengünstigerer Fertigungsverfahren, die vergleichbare Bauteilqualitäten erzielen. Eines dieser Verfahren ist das VBO-Verfahren. [1–3]

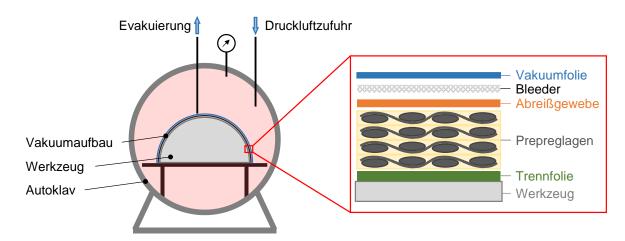


Abbildung 2.5: Schematische Darstellung des Autoklavprozesses

Analog zum Autoklavprozess wird beim VBO-Verfahren zunächst ein Werkzeug mit einem Vakuumaufbau bestückt. Die weiteren Verarbeitungsschritte finden beim VBO-Verfahren nicht in einem Autoklav statt, sondern in Öfen oder beheizbaren Werkzeugen. Aus diesem Grund findet die Kompaktierung des Aufbaus ausschließlich durch das Evakuieren des Vakuumaufbaus statt, wodurch ein Verarbeitungsdruck von maximal einem Atmosphärendruck möglich ist. Infolge des geringeren Verarbeitungsdruck sind FKV-Bauteile, die im VBO-Verfahren gefertigt werden, anfällig für die Entstehung von Poren, die die mechanischen Eigenschaften signifikant reduzieren können. Diese Poren resultieren infolge von Luft- und Feuchtigkeitseinschlüssen zwischen oder in den Prepreglagen, die weder evakuiert, noch durch den Kompaktierungsdruck kollabiert werden können. [3–8, 48, 49] Ein weiterer Grund für die Porenentstehung liegt in der Alterung der Prepregs während der Lagerung oder des Ablegeprozesses von großen Bauteilen, wodurch die Viskosität des Harzsystems so stark ansteigt, dass eine vollständige Imprägnierung nicht mehr möglich ist [3, 5, 6, 50]. Um die Robustheit des VBO-Verfahrens zu erhöhen gibt es mehrere Ansätze. Ein Ansatz ist die Anpassung

des Vakuumaufbaus. Um die Evakuierung des Aufbaus zu verbessern, werden im VBO-Verfahren sogenannte "Breather" und "Edge breathing dams" verwendet. Die Breather-Lagen werden zwischen dem Abreißgewebe und der Vakuumfolie eingesetzt. Sie bestehen aus grobmaschigen Textilien, die aufgrund ihrer hohen Permeabilität eine verbesserte Evakuierung der Gase aus dem Aufbau ermöglichen. Die "Edge breathing dams" werden um den Rand des Prepregstacks gelegt. Sie bestehen meist aus einem Dichtband, das mit einem Glasfasertextil umwickelt ist. Durch die Verwendung dieser Halbzeuge soll ein Verschließen der Randbereiche bspw. durch die Vakuumfolie verhindert werden, wodurch die Evakuierung von Gaseinschlüssen verbessert wird. [3-8] Neben den bereits beschriebenen Hilfsmitteln, kommen auch semipermeable Membranen zum Einsatz. Diese Membranen sind für Gase durchlässig, nicht aber für Flüssigkeiten, wodurch sie eine vollflächige Evakuierung des Prepregstacks ohne Bleed-Out und verringerte Porenvolumengehälter ermöglichen. [51] Ein weiterer Ansatz sieht nicht das Anpassen des Vakuumaufbaus vor, sondern die Weiterentwicklung der Prepregs an sich sowie das Anpassen der Prozessführung. Hierauf wird im folgenden Kapitel näher eingegangen.

## 2.1.2 Prepregtechnologien für Vacuum-Bag-Only Anwendungen

Die Entwicklung von Prepregs für VBO-Anwendungen basierte auf vollständig imprägnierten Textilstrukturen, deren Verwendung jedoch eine hohe Anfälligkeit für Porenbildung in den hergestellten Bauteilen zur Folge hat. Diese Anfälligkeit resultiert i. d. R. aus einer unzureichenden Evakuierung von Luft- und Feuchtigkeitseinschlüssen zwischen den einzelnen Lagen [3–8]. Bereits in den 2000er Jahren gab es deshalb Bestrebungen von Halbzeugherstellern die Evakuierungseigenschaften der VBO-Prepregs zu verbessern und hierdurch den VBO-Prozess robuster zu gestalten. Neben Harzmodifikationen bestand die Strategie der Halbzeughersteller hauptsächlich darin, die Textilstruktur während der Prepreg-Herstellung nicht mehr vollständig zu imprägnieren, sondern bewusst Prepregs mit trockenen Textilbereichen herzustellen. Über diese trockenen Textilbereiche können Luft- und Feuchtigkeitseinschlüsse, die sich innerhalb des Vakuumaufbaus befinden, auch bei niedrigen Verarbeitungsdrücken effizienter evakuiert werden. Bei den meisten dieser sogenannten Semipregs erfolgt eine vollflächige Imprägnierung der Textillien, jedoch nur eine partielle Imprägnierung über deren Dicke. Der Aufbau der Semipregs ist je nach Hersteller unterschiedlich. Bei dem

Semipreg-System "HexPly SuperFIT" (früher auch HexFIT) von der Hexcel Corporation (Stamford, USA) wird eine Lage eines vollimprägnierten Prepregs mit einer Lage trockenem Textil zu einem Halbzeug kombiniert [10, 52, 53]. Hexcel bietet darüber hinaus auch einzelne Textillagen mit unterschiedlichen Imprägnierungsgraden in Dickenrichtung an. Auch Cytec, heute Teil von Solvay (Brüssel, Belgien), entwickelte Semipregs unter dem Namen "Carboform". "Carboform"-Semipregs bestehen aus einer vollständig imprägnierten Wirrfasermatte, bei der auf beiden Seiten eine trockene Textillage aufgebracht wird [11]. Auch der Halbzeughersteller Gurrit (Wattwil, Schweiz) entwickelte Semipregs, die unter dem Markennamen "SPRINT" vertrieben werden. Bei "SPRINT" wird ein vorkatalysierter Harzfilm extrudiert, auf dessen Ober- und Unterseite jeweils eine Textillage gepresst wird. Das "SPRINT"-System ist in verschiedenen Konfigurationen erhältlich, die sich durch den Imprägnierungsgrad in Dickenrichtung der beiden Textillagen unterscheiden [9, 15]. Weiterhin entwickelten sie SparPregs bei denen es sich um vollständig imprägnierte Textilien handelt, welche jedoch ein texturiertes Coating aufweisen, das eine Evakuierung zwischen den Prepreglagen erlaubt [15]. Zur Verdeutlichung des Aufbaus der Semipreg-Systeme, sind diese in Abbildung 2.6 schematisch dargestellt.

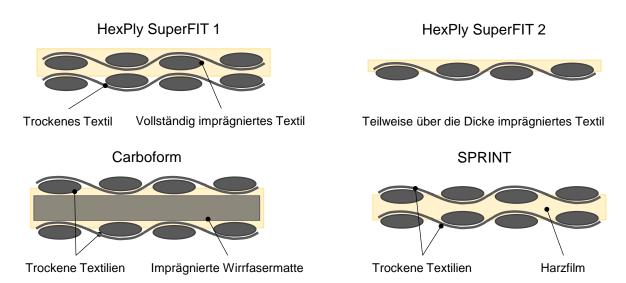


Abbildung 2.6: Schematische Darstellung kommerziell erhältlicher Semipreg-Systeme verschiedener Halbzeughersteller

In der Forschung sind Semipregs ebenfalls von Relevanz. Frost et al. verwendeten Semipreg-Systeme zur kostengünstigen Fertigung von Automobilpanelen außerhalb des Autoklaven [14]. Auch Turner et al. nutzten Semipregs zur Fertigung von Kotflü-

geln für Automobile [54]. Sie bewerteten die Drapiereigenschaften der Semipregs teilweise besser als die herkömmlicher Prepregs und errechneten niedrigere Gesamtkosten bei der Verwendung von Semipregs im Vergleich zu RTM-Prozessen. Ein Vergleich von Laminaten, die aus dem System "HexPly SuperFIT 1" im Autoklaven und im VBO-Verfahren gefertigt wurden, erfolgte in mehreren Studien [52, 53, 55]. In diesen Studien zeigte sich, dass die Laminate aus den VBO-Verfahren trotz der Semipregtechnologie weiterhin anfällig für die Entstehung von Poren sind. In allen Studien wiesen die VBO-Laminate höhere Porenvolumengehälter auf und infolgedessen niedrigere mechanische Eigenschaften. Hierzu analoge Ergebnisse wurden von Young et al. ermittelt [56, 57]. Für die Fertigung von Laminaten stapelten sie alternierend VBO-Prepregs mit trockenen Textilien, wodurch sie einen ähnlichen Aufbau erzielten, wie bei der Verwendung des "HexPly SuperFIT 1". Die VBO-Laminate wiesen auch hier höhere Porenvolumengehälter als die Autoklavlaminate auf, weshalb ihre mechanischen Eigenschaften ca. 20 % niedriger waren.

Eine weitere Möglichkeit die Porenbildung zu beeinflussen, bietet das Anpassen des Aushärtezyklus sowie des Vakuumaufbaus. Hierzu verarbeiteten Farhang et al. OoA-Semipregs mit verschiedenen Feuchtigkeitsgehalten, Heizraten und Vakuumaufbauten und betrachteten anschließend die Porenentstehung [58, 59]. Ein niedrigerer Feuchtigkeitsgehalt sowie verwendete Halte- und Trocknungszeiten im Aushärtezyklus verringerten den PVG. Die Studien zeigten zudem, dass die Evakuierungskanäle innerhalb der trockenen Textilbereiche von zentraler Bedeutung für die Verringerung des PVGs sind. Die Evakuierung von Gasen findet hauptsächlich über diese Bereiche statt und kommt fast vollständig zum Erliegen, sobald diese Bereiche imprägniert sind. Ab diesem Zeitpunkt erfolgt nur noch eine geringfügige Evakuierung mittels Diffusion durch Harz und die Faserstruktur, auch in Dickenrichtung des Stacks. Garschke betrachtete ebenfalls den Einfluss von Vakuumaufbau, Heizrate und Haltezeiten auf die Laminatqualität [60]. Mit höheren Heizraten konnten die benötigten Haltezeiten verringert werden, da die Fließeigenschaften des Harzes hierdurch verbessert und der PVG verringert wurden. Durch den zusätzlichen Einsatz von Breathermaterialien innerhalb des Vakuumaufbaus konnte der PVG auf das Niveau von Autoklavlaminaten reduziert werden. Die Erreichung der verwendeten Heizrate von > 10 K/min war jedoch nur durch die Verwendung der Quickstep-Technologie möglich, bei der zur Erwärmung und Druckaufbringung ein flüssiges Medium verwendet wird. Für diese Technologie

ergeben sich folglich ähnliche Herausforderung in Form von Kosten und Energiebedarf wie bei der Verwendung eines Autoklaven. Zusammenfassend lässt sich für Semipregs, die eine partielle Imprägnierung in Dickenrichtung aufweisen, zwar die Möglichkeit einer kostengünstigen Laminatfertigung in hoher Qualität zeigen, jedoch sind die Prozesse weiterhin anfällig für die Entstehung von Poren infolge suboptimaler Verarbeitungsbedingungen.

Ein weiterer Ansatz zur Verbesserung der Evakuierbarkeit und hierdurch robusteren Laminatfertigung stellt die Kombination aus partieller Dickenimprägnierung und der Abkehr von einer vollflächigen Imprägnierung der Textiloberfläche dar. Hierdurch entstehen zusätzliche Evakuierungskanäle in Dickenrichtung des Prepregstacks (Abbildung 2.7). Durch diese Kanäle kann die Länge der Evakuierungspfade drastisch verkürzt werden, was insbesondere bei der Herstellung von Bauteilen mit großen Abmessungen in der Ebene, wie Bootsrümpfen, Payload Fairings oder Windkraftflügeln, eine robustere Evakuierung verspricht.

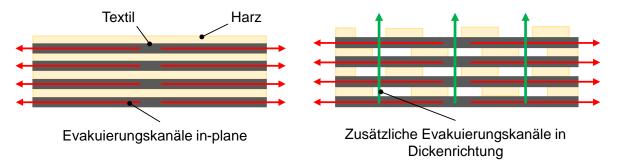


Abbildung 2.7: Vergleich der Evakuierungskanäle zwischen Semipreg (links) und Prepreg mit partieller Imprägnierung der Textiloberfläche (rechts)

NEXX Technologies, Teil der Mitsubishi Gas Chemical (Tokio, Japan), entwickelte kürzlich ein Cyanat-Prepreg mit Evakuierungskanälen in Dickenrichtung, dessen Datenblatt eine vereinfachte Verarbeitung sowie mittels VBO-Verfahren gefertigte Laminate in Autoklavqualität verspricht [61, 62]. Auch Cytec hält ein Patent für Prepregs mit Oberflächenöffnungen in der Imprägnierung [63]. Als Textilstruktur werden hierbei Gewebe verwendet, an deren Rovingkreuzungspunkten die Oberflächenöffnungen vorgesehen sind. Die Advanced Composite Group, heute ebenfalls Teil der Solvay Gruppe, entwickelte die ZPreg-Technologie, bei der die Textilien in Streifenform imprägniert werden [11, 12, 64]. Das ZPreg-System ist hierbei das einzige System, das

eine gezielte Form der Oberflächenöffnungen anstrebt. Der Hersteller gibt im Datenblatt einen 16-stündigen Aushärtezyklus mit einer empfohlenen Heizrate von 2 K/min vor, um strukturelle Bauteile mittels VBO-Verfahren herzustellen [65]. Die ZPregs liegen üblicherweise in zwei verschiedenen Varianten vor. Bei der ersten Variante besitzen die Streifen eine Breite von 50 mm und einen Abstand von 10 mm [66]. Bei der zweiten Variante sind die Streifen 13 mm breit, der Abstand beträgt 7 mm. Tavares verwendete die zweite ZPreg-Variante, um Sandwichstrukturen mit Honigwaben-Kernen herzustellen [12, 13, 67]. Der Vorteil bei der Verwendung der ZPregs lag darin, dass der Wabenkern durch die Evakuierungskanäle in Dickenrichtung effizient evakuiert werden konnte. Die zur Evaluierung der Evakuierungseigenschaften gemessene Dickenpermeabilität der ZPregs ist drei Größenordnungen größer, als bei vollflächig imprägnierten Prepregs. Auch Clifford und Long verwendeten ZPregs zur Fertigung von Laminaten außerhalb des Autoklaven [64]. Neben der Prozessführung, variierten sie bei der Stapelung der ZPregs die Orientierung des Streifenmusters. Drei verschiedene Aufbauten wurden untersucht. Bei dem ersten Aufbau waren die Streifen in gleicher Richtung orientiert und überdeckten sich. Bei dem zweiten Aufbau waren sie ebenfalls in gleicher Richtung orientiert, wurden jedoch in der Ebene versetzt zueinander gestapelt und beim dritten Aufbau wurden die Streifen von Lage zu Lage jeweils alternierend in 0°- und 90°-Richtung ausgerichtet. Der Lagenaufbau hatte keinen Einfluss auf den resultierenden PVG. Neben dem Aufbau untersuchten sie weiterhin den Einfluss der Aushärtetemperatur sowie des Drucks innerhalb des Vakuumaufbaus auf die Laminatqualität. Mit höheren Aushärtetemperaturen konnte die Imprägnierzeit reduziert werden, jedoch führten zu hohe Aushärtungstemperaturen zu einem vorzeitigen Aushärten des Harzes, weshalb eine vollständige Imprägnierung der trockenen Textilbereiche nicht mehr möglich war.

Preau und Hubert stellten im Labormaßstab ebenfalls Prepregs mit Oberflächenöffnungen her, indem sie flüssige Epoxidharztropfen randomisiert auf trockene Textilien aufgetragen haben [68]. In Kombination mit perforierten Klebefilmen, die als Trägermaterial ein Polyestervlies aufweisen, führten sie Reparaturen von Flugzeugstrukturen durch und verglichen sie mit herkömmlichen Reparaturmethoden auf Basis von Semipregs und vollflächigen Klebefilmen. Durch die verbesserte Evakuierbarkeit der Prepregs mit Oberflächenöffnungen und des perforierten Klebefilms, konnten sie den PVG sowohl im Laminat, als auch in der Klebenaht reduzieren. Die Herausforderung ihrer

Methode lag jedoch im Scale-Up auf den Industriemaßstab, weshalb sie in weiterführenden Studien auf die Semipregs mit Oberflächenöffnungen von Cytec umstiegen. [69, 70] Die Cytec-Semipregs in Kombination mit den perforierten Klebefilmen resultierten auch in diesen Studien in den niedrigsten PVG, was Preau und Hubert ebenfalls auf die verbesserte Evakuierung von Lufteinschlüssen zurückführten.

Auch Nutt et al. entwickelten Prepregs mit Oberflächenöffnungen im Labormaßstab für die Verarbeitung im VBO-Verfahren. In ihrer Forschung untersuchten sie zunächst, wie sich verschiedene Verarbeitungsparameter auf die Laminatqualität bei der Verarbeitung herkömmlicher Semipregs auswirken. Zusätzlich zur robusten Evakuierung von Luft- und Feuchtigkeitseinschlüssen betrachten sie die Alterung der Prepregs als einen maßgeblichen Einflussfaktor für die Qualität des Laminats. Die Haupttreiber für VBO-Verfahren stellen nach Nutt et al. zukünftig große Strukturen dar, deren Lagenaufbau bis zu mehrere Wochen in Anspruch nehmen kann. Während dieser Zeit altern die Prepregs, wodurch der Tack, die Kompaktierungseigenschaften sowie Viskosität und Aushärteverhalten negativ beeinflusst werden. Hieraus resultierte in den Studien von Nutt et al. schließlich eine geringere Laminatqualität, hauptsächlich in Form einer schlechten Mikroimprägnierung. [17, 71, 72] Auch zur Bewältigung der Herausforderung einer robusten Evakuierung von Luft- und Feuchtigkeitseinschlüssen aus dem Lagenaufbau, führten Nutt et al. Studien durch. Hierzu betrachteten sie zunächst die Entstehung von Makroporen genauer und postulieren, dass nicht der niedrige Kompaktierungsdruck im VBO-Verfahren für die Porenentstehung verantwortlich ist, sondern diese hauptsächlich auf eine unzureichende Evakuierung der Luft- und Feuchtigkeitseinschlüsse zurückzuführen sei. Besonders für große und komplexe Bauteile sehen sie deshalb Herausforderungen, da die Evakuierung fast ausschließlich in der Ebene und über die Randbereiche der Lagenaufbauten stattfinden kann. Je größer und komplexer die zu fertigenden Strukturen sind, desto wahrscheinlicher sind verbleibende Luft- und Feuchtigkeitseinschlüsse. [6, 73-77] Um die Evakuierungseigenschaften der Prepregs zu verbessern und die Bauteilfertigung robuster und effizienter zu gestalten, sehen auch Nutt et al. Prepregs mit Oberflächenöffnungen als möglichen Lösungsschritt an. Zur Herstellung dieser Prepregs verwendeten sie drei verschiedene Verfahren. Bei dem ersten Verfahren, dem sogenannten "Polymer Film Dewetting", wird ein Harzfilm auf eine Trägerfolie aufgebracht und gezielt mittels Stachelrollern punktiert (Abbildung 2.8) [78]. Im nächsten Schritt wird das Material auf ca. 104 °C

erwärmt, wobei die Punktierungen des Stachelrollers als Keimstellen dienen, von denen sich das Harz zurückzieht. Hierdurch entsteht ein Muster auf der Trägerfolie, welches durch einen Pressprozess auf trockene Textilien aufgebracht werden kann. Durch das Verfahren können zwar Prepregs mit Oberflächenöffnungen hergestellt, jedoch kann keine reproduzierbare Mustergeometrie erzielt werden. Zudem ist die Herstellung nicht automatisierbar und zeitintensiv.

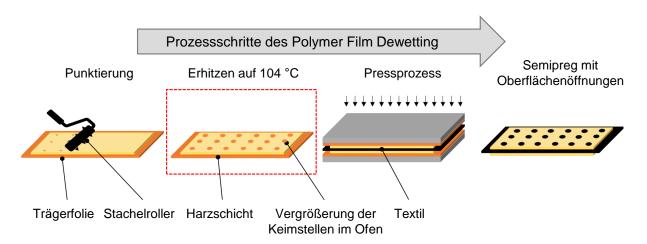


Abbildung 2.8: Herstellung von Semipregs mit Oberflächenöffnungen mittels "Polymer Film Dewetting" nach [78]

Bei dem zweiten Verfahren verwendeten Nutt et al. einen ähnlichen Ansatz, den sie "Mask and Press" nennen. Auch hier wird das Harz zunächst als Film auf eine Trägerfolie aufgebracht. Anschließend wird der Harzfilm vollflächig mit einem Abreißgewebe bedeckt, welches im nächsten Schritt mit einem Cutter in Musterform zugeschnitten wird. Durch händisches Entfernen der ausgeschnittenen Bereiche des Abreißgewebes wird der Harzfilm in Musterform freigelegt und kann ebenfalls mittels eines Pressprozesses auf trockene Textilien aufgebracht werden. [79] Das Verfahren kann genauere Muster erzeugen als das "Polymer Film Dewetting"-Verfahren, jedoch sind auch hier die Herstellungsdauer mit mehreren Stunden pro Prepreglage sowie der Bedarf an Einwegmaterialien sehr hoch.

Das dritte verwendete Verfahren von Nutt et al. ist das "Roller Coating"-Verfahren. Hierbei wird ein trockenes Textil zwischen zwei mit Harz beschichteten Walzen hindurchgezogen. Durch die unregelmäßige Dicke der verwendeten Textilien ergibt sich kein vollständiger Harzfilm, sondern ein Harzmuster auf der Textiloberfläche. Die Geometrie des Musters ist dabei von der Beschaffenheit des Textils abhängig. Die Methode erlaubt ein Scale-Up der Produktion, jedoch ist eine gezielte Mustererzeugung

nicht möglich. [66, 80] Zudem neigen die Muster aufgrund des flüssigen Harzsystems bei allen Verfahren zum Zerfließen, was hauptsächlich auf Benetzungs- und Kapillarkrafteffekte zurückzuführen ist [81, 82]. Die drei Verfahren sowie zwei Rotationssiebdruckverfahren und ein Aufsprühverfahren sind in einem US-Patent beschrieben. [83] Die Umsetzung der drei letztgenannten Verfahren wurde jedoch noch nicht durch Veröffentlichungen gezeigt.

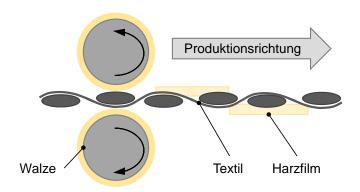


Abbildung 2.9: "Roller Coating" eines Textils zur Herstellung von Prepregs mit Oberflächenöffnungen nach [66, 80, 83]

Neben der Herstellung dieser Semipregs, beschäftigten sich Nutt et al. auch mit deren Verarbeitung zu Laminaten und den Einflüssen von Mustergeometrie, Prozessparametern und -bedingungen auf die Laminatqualität. Die Mustergeometrie bzw. die daraus resultierende Größe der trockenen Textilbereiche identifizierten sie als wichtigen Parameter für die Evakuierung des Lagenaufbaus. Je größer die trockenen Textilbereiche sind, desto schneller und robuster kann evakuiert werden. Bei einem Bedeckungsgrad (der Anteil der vom Muster bedeckten Textiloberfläche im Verhältnis zur Gesamttextiloberfläche; BG) von 99,5 % betrug die Evakuierungsdauer ca. 50 Minuten, bei 92 % BG noch 9 Minuten und bei einem BG von 68 % lediglich noch 26 Sekunden. Die Signifikanz des BGs nimmt hierbei mit steigender Lagenanzahl zu [84]. Auch die Musterelementgeometrie hat einen Einfluss auf die Evakuierung. Bei mehrlagigen Aufbauten kann es bspw. bei Streifenmustern zu einem Verschluss der Evakuierungskanäle in Dickenrichtung kommen, während dies bspw. bei Punktmustern nicht auftritt. In der Folge ist die Evakuierungsdauer bei Streifenmustern länger und der Einfluss des BGs größer. [84, 85] Die von Nutt et al. untersuchten Prozessparameter und -bedingungen sind die verwendete Heizrate, die Haltetemperatur zur Imprägnierung, der Kompaktierungsdruck sowie die Alterung der Prepregs. Zur Evaluierung des Einflusses der Parameter maßen sie unter anderem die zurückgelegte

Fließdistanz des Harzes auf einem UD-CF-Textil mit einem Flächengewicht von 305 g/m². Das Flächengewicht des aufgebrachten Musters betrug 75 g/m², verwendet wurde ein Epoxidharz der Firma Patz Materials & Technologies (PMT-F4). Während die Haltetemperatur zur Imprägnierung (111 bis 131 °C in 10 °C Schritten, je niedriger desto schlechter) sowie der Kompaktierungsdruck (0,8 bar bis 1 bar, je geringer desto schlechter) nur einen geringen Einfluss auf die Fließdistanz hatten, wirkte sich die Anpassung der Heizrate sowie die Alterung der Prepregs deutlich auf die Fließdistanz aus. Durch eine Reduzierung der Heizrate von 3 K/min auf 0,75 K/min nahm die Fließdistanz von 1,85 mm auf ca. 1,3 mm ab. Bei einer Alterung der Prepregs von 49 Tagen reduzierte sich die Fließdistanz auf 1,1 mm. Bei der Auslegung des Harzmusters nach optimalen Parametern könnte der Abstand der Musterelemente 3,7 mm betragen. Bei einer Abweichung der Parameter von den Optimalbedingungen würde dieser Elementabstand zu groß werden, um die trockenen Textilbereiche zu imprägnieren. [84, 86] Weiterhin evaluierten sie den Parametereinfluss anhand der Laminatqualität, indem sie den PVG mittels Schliffbildanalyse bestimmten. Hier konnten sie zeigen, dass durch die Musterimprägnierung Laminate robuster sowie mit kürzeren Prozesszeiten gefertigt werden können, vor allem wenn die Randbereiche der Lagenaufbauten abgedichtet sind [79, 87]. Durch das Abdichten der Randbereiche simulierten Nutt et al. die Fertigung von Laminaten mit großen Maßen in der Ebene. Eine Kombination von Prepregs mit Oberflächenöffnungen und einer semipermeablen Membran, die für Gase durchlässig und für Flüssigkeiten undurchlässig ist, steigerte die Robustheit bei der Fertigung von Laminaten mit Randabdichtung weiter [51]. Einen weiteren Einfluss auf den PVG der gefertigten Laminate hatte zudem der Feuchtigkeitsgehalt der verarbeiteten Prepregs. Nutt et al. fertigten Laminate aus Prepregs mit unterschiedlichen Feuchtigkeitsgehalten und leiteten einen linearen Zusammenhang zwischen PVG und Feuchtigkeitsgehalt ab, wobei ein Feuchtigkeitsgehalt von 0,4 Gew.-% in ca. 3,75 % PVG resultiert, ein Feuchtigkeitsgehalt von 0,05 Gew.-% lediglich in einem PVG von 0,25 % [88]. Aus diesem Grund untersuchten sie verschiedene Trocknungsdauern und Temperaturen, um den Feuchtigkeitsgehalt der Prepregs vor ihrer Verarbeitung zu reduzieren. Eine Trocknung der Prepregs innerhalb des Vakuumaufbaus bei einer Temperatur von 50 °C für vier Stunden, reduzierte den Feuchtigkeitsgehalt der Prepregs und folglich den PVG der Laminate effizienter, als eine 24stündige Vakuumtrocknung bei Raumtemperatur [7, 88]. Im Rahmen dieser Studien

wurde ebenfalls der Einfluss des Kompaktierungsdrucks auf die Laminatqualität untersucht. Die Ergebnisse sind hierbei kongruent mit denen der Fließdistanzmessung und deuten darauf hin, dass der Kompaktierungsdruck im untersuchten Bereich (ca. 0,8 bis 1 bar) nur einen geringen Einfluss auf den PVG hat. Dies stützt die Hypothese von Nutt et al., dass eine effiziente Evakuierung von Luft- und Feuchtigkeitseinflüssen relevanter für die Verringerung des PVGs ist, als ein niedriger Kompaktierungsdruck [88].

Eine Herausforderung bei der Verarbeitung von Semipregs und insbesondere von denen mit Oberflächenöffnungen im VBO-Verfahren ist jedoch die Entstehung von Faserwelligkeiten während der Kompaktierung. Dies wird in der Literatur auf den erhöhten Bulk Factor von Semipregs (2,0 bis 2,3) im Vergleich zu vollständig imprägnierten OoA-Prepregs (1,1 bis 1,6) zurückgeführt. [3, 50, 80, 85, 89, 90] Der Bulk Factor (BF) beschreibt das Verhältnis zwischen Stackdicke vor der Aushärtung und der Laminatdicke nach der Aushärtung und ist somit ein Indikator für die Dickenänderung während der Verarbeitung. Vor allem bei der Verarbeitung gekrümmter Bauteile mit engen Radien kann dies zu erhöhten Faserwelligkeiten führen, welche die mechanischen Eigenschaften signifikant verringern [50, 89]. In Abbildung 2.10 ist beispielhaft die Entstehung von Faserwelligkeiten an gekrümmten Bauteilen dargestellt.

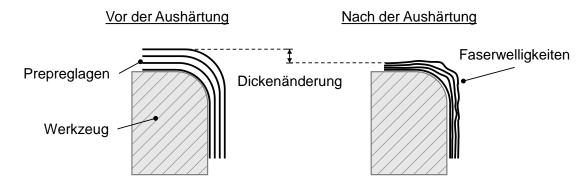


Abbildung 2.10: Entstehung von Faserwelligkeiten infolge der Kompaktierung und der Verhindungen des Abgleitens von Prepreglagen während der VBO-Verarbeitung

Infolge der Dickenreduzierung während des Verarbeitungsprozesses, verändert sich der Radius der einzelnen Prepreglagen. Um den Zielradius ohne ein Wellen der Fasern abbilden zu können, muss während der Konsolidierung ein Abgleiten der Prepreglagen voneinander stattfinden. Aufgrund des Kompaktierungsdrucks ist ein Abgleiten der Prepreglagen jedoch nur sehr begrenzt möglich, weshalb es zur Stauchung der Lagen und letztendlich einer Wellung ebendieser kommt. Je höher die Stackdicke

und hiermit der BF ist, desto länger sind die Strecken, die die Prepreglagen voneinander abgleiten müssen und desto größere Faserwelligkeiten entstehen.

Zusammenfassen lassen sich die Herausforderungen bei der Verwendung von Prepregs mit Oberflächenöffnungen wie folgt:

- Lange Herstellungszeiten für Prepregs und Scale-up Probleme
- Herstellung genauer Musterelemente und Zerfließen ebendieser bei der Verwendung flüssiger Harzsysteme
- Alterung der Prepregs während Lagerung und Werkzeugbestückung
- Ermittlung geeigneter Prozessparameter (Trocknungsdauer und -temperatur, Haltezeiten und -temperaturen, Heizraten) und Vakuumaufbauten für robuste Bauteilfertigung und -qualität
- Herausforderung durch hohen Bulk Factor und daraus resultierenden Faserwelligkeiten bzw. -ondulationen

Eine Möglichkeit die Herausforderungen in Form der Prepregalterung und dem Zerfließen der Muster zu überwinden, ist die Verwendung von sogenannten Epoxid-Feststoffharzen. Im folgenden Kapitel wird näher darauf eingegangen, was epoxidbasierte Feststoffharze sind, wodurch sie sich auszeichnen sowie auf ihre bisherige Verwendung im FKV-Bereich. Ebenso werden die Nachteile der Feststoffharze betrachtet und die hieraus entstehenden Herausforderungen erläutert.

### 2.2 Epoxid-Feststoffharze

SR sind vollständige Harzsysteme (Harz und Härter), die unvernetzt bei Raumtemperatur als spröder, tack-freier Feststoff vorliegen und sich bei Erreichen einer Schmelztemperatur verflüssigen. Die Vernetzungsreaktion ist auch im schmelzflüssigen Zustand vernachlässigbar, solange eine Grenztemperatur nicht erreicht wird, ab der eine relevante Vernetzungsaktivität stattfindet. Solange diese Vernetzungstemperatur nicht erreicht ist, können SR mehrmals aufgeschmolzen, in Form gebracht und wieder solidifiziert werden. Eine Prozessoption, die sonst nur den thermoplastischen Kunststoffen vorbehalten ist, deren Nachteile sehr hohe Schmelzeviskositäten (oft >> 10.000 Pa\*s) und eng begrenzte Fließstrecken sind. Bei höheren Temperaturen werden SR, äquivalent zu Flüssigharzen, niedrigviskos (ca. 1 bis 10 Pa\*s), wodurch eine Imprägnierung von Faserstrukturen auch bei niedrigen Verarbeitungsdrücken (bis 1 bar) und

größeren Fließstrecken realisierbar ist. Für die Produktion der SR wird ein Gemisch aus einer oder mehreren Harz-Härter-Kombinationen und Additiven mittels Extrusion geschmolzen, homogenisiert und dispergiert. Für das Extrudat folgen je nach Anwendungsfall verschiedene Verarbeitungsschritte zur Erzeugung unterschiedlicher Partikelformen und -größen. In der Regel liegen die SR als Pulver oder Granulat vor. Für die Fertigung von pulverförmigem SR wird das Extrudat zunächst gewalzt und maschinell gebrochen. Die hieraus entstandenen Chips werden abschließend in einer Rotor-Sichtermühle auf die gewünschte Partikelgröße vermahlen. Zur Fertigung von granulatförmigem SR wird das Extrudat bereits in den geforderten Durchmessern extrudiert, anschließend abgekühlt und mittels rotierender Granulatoren auf die Ziellänge geschnitten. Für die Weiterverarbeitung zu Bauteilen muss, aufgrund der hydrophilen Eigenschaften des SR und der damit verbundenen Feuchtigkeitsaufnahme, meist eine Trocknung stattfinden, um Fehlstellen in Form von Poren zu minimieren. Der hierzu verwendete Trocknungszyklus kann jedoch zu einer geringfügigen Vernetzung und somit zu einer Beeinflussung der Harzviskosität führen. Insbesondere bei der Anwendung von SR im FKV-Bereich kann diese Viskositätserhöhung in einer unvollständigen Imprägnierung der Faserstrukturen resultieren, wodurch es zu einer signifikanten Reduzierung der mechanischen Bauteileigenschaften kommt. Zudem werden die Verarbeitungseigenschaften und somit auch die finale Bauteilqualität maßgeblich von der Aushärtestrategie (Heizraten, Haltetemperaturen und Haltezeiten) beeinflusst. Zur Ermittlung einer geeigneten Aushärtestrategie muss der Ablauf der Vernetzungs- bzw. Aushärtungsreaktion und der Einfluss dieser auf die Chemorheologie der SR bekannt sein. In den folgenden Kapiteln wird der Zusammenhang zwischen Aushärtereaktion und Chemorheologie sowie die Feuchtigkeitsaufnahme der SR betrachtet. [91–93]

### 2.2.1 Chemisch-physikalische Stoffeigenschaften

Die chemischen und physikalischen Stoffeigenschaften von epoxid-basierten SR hängen, neben den herrschenden Randbedingungen, maßgeblich von den chemischen Grundkomponenten sowie dem vorliegenden Grad der Vernetzung ab. Bei der Vernetzungsreaktion der SR reagieren zwei chemische Grundkomponenten, die Harz- und die Härterkomponente. Die am weitesten verbreitete Harzkomponente stellt dabei Bisphenol-A-diglycidylether (BADGE) dar. BADGE wird aus den Ausgangssubstanzen

Bisphenol-A und Epichlorhydrin hergestellt. Das Epichlorhydrin weist eine Epoxidgruppe auf, ein Drei-Ring, bei dem ein Sauerstoffatom eine Brücke zwischen zwei Kohlenstoffatomen bildet. Die polaren Verbindungen der Epoxidgruppe werden durch Zugabe des Bisphenol-A in einer Ringöffnungsreaktion, der nucleophilen Substitution, aufgebrochen (Abbildung 2.11). Das entstehende Zwischenprodukt reagiert in Anwesenheit von Natriumhydroxid (NaOH) zum BADGE-Monomer.

Abbildung 2.11: Herstellung von BADGE-Monomeren (oben) und Oligomeren (unten) [22–25, 94–97]

Niedermolekulares BADGE ist bei Raumtemperatur flüssig. Für die Herstellung hochmolekularer bzw. langkettiger BADGE-Monomere, sogenannter BADGE-Oligomere, wird der Epichlorhydrinüberschuss verringert. Mit steigendem Molekulargewicht liegt das BADGE als Feststoff vor, d. h. der Speichermodul ist größer als der Verlustmodul, und kann zur Produktion von SR-Systemen verwendet werden. Neben dem Aggregatzustand und den mechanischen Eigenschaften beeinflusst das Molekulargewicht entscheidend die Viskosität und somit auch die Verarbeitungseigenschaften des BADGE und letztendlich des SR. [22–25, 94–97] Als Härterkomponente wird in SR-Systemen hauptsächlich der latente Härter Dicyandiamid (DICY, Abbildung 2.12) verwendet. Es

liegt bei Raumtemperatur als weißer, kristalliner Feststoff vor und besitzt eine Schmelztemperatur von ca. 210 °C. Da DICY selbst in flüssigen Epoxidsystemen nur schwer löslich ist, wird es als sehr feines Pulver mit Partikelgrößen von meist unter 10 μm vertrieben. Die Aushärtereaktion mit BADGE findet erst oberhalb der Schmelztemperatur des DICY statt. Hier zerfällt das DICY und diffundiert in das BADGE, wodurch die dreidimensionale Vernetzung zum ausgehärteten Epoxid in einer Stufenreaktion erfolgt. Um die Löslichkeit und die Reaktivität des DICY zu erhöhen sowie die benötigte Aushärtetemperatur und -zeit zu verringern, werden Epoxidsystemen Additive in Form von Beschleunigern hinzugefügt. Die am häufigsten verwendeten Beschleuniger sind Imidazole und Ureone in verschiedenen chemischen Strukturen, die meist der Geheimhaltung der Hersteller unterliegen. Diese Beschleuniger reagieren in komplexen, mehrstufigen Reaktionen mit DICY, wodurch eine Diffusion in das BADGE auch bei niedrigen Temperaturen erfolgen kann. Bei flüssigen Epoxidsystemen findet dies bereits bei Raumtemperatur statt, weshalb eine die Lagerung solcher Einkomponentensysteme ohne Reaktionsfortschritt nur bei Temperaturen von -18°C stattfinden kann. [22, 23, 91, 94, 97–105]

Abbildung 2.12: Strukturformel des Dicyandiamid

Da das BADGE bei SR ebenfalls als Feststoff vorliegt, wird die Diffusion und somit auch die Aushärtungsreaktion bei Raumtemperatur minimiert. Hierdurch kann letztendlich eine Lagerstabilität erreicht werden. Während der Verarbeitung zu SRPs oder während der Trocknungsphase kann es zu einer Vorhärtung des SR kommen, wobei die Viskosität des SR derart verringert wird, dass eine ausreichende Molekülbeweglichkeit erreicht und eine Diffusion ermöglicht wird. Die morphologischen Phasen und somit die Vernetzung die das SR während der Verarbeitung durchläuft, können anhand eines Zeit-Temperatur-Umsatz-Diagramms (ZTU-Diagramm) visualisiert werden. Im ZTU-Diagramm sind die Harztemperatur über dem Logarithmus der Zeit sowie charakteristische Phasen und Übergangslinien aufgetragen (Abbildung 2.13). Die relevantesten Linien sind die Gelierungslinie, welche den Übergang zwischen flüssigem Aggregatzustand und gelartigem Zustand beschreibt, sowie die Glasübergangslinie, die den

Übergang zwischen gelartigem und glasartigem Zustandsbereich aufzeigt. Die Bezeichnung Sol beschreibt hierbei einen Zustand, in dem die Aushärtereaktion des Harzsystems nur in so geringem Maße vorangeschritten ist, dass es sich noch vollständig in Lösemitteln lösen lässt. Solange die Harztemperatur unter der Glasübergangstemperatur des nicht ausgehärteten SR (Tg0) ist, liegt das System als glasartiges Sol vor. Je höher das Molekulargewicht des Systems ist, desto höher ist Tg0. Bei SR-Systemen liegt T<sub>g0</sub> oberhalb der Raumtemperatur und beschreibt die Grenz- bzw. Glasübergangstemperatur, ab der das SR in den flüssigen Solzustand übergeht und infolge von Diffusion beginnt zu vernetzen. Eine flächendeckende Vernetzung erfolgt jedoch erst, wenn die Harztemperatur größer als die Temperatur Tg,gel ist und die Gelierungslinie nach ausreichender Haltezeit überschritten wird. Hier ist das SR, infolge der Stufenreaktion zwischen Harz und Härter, ein glasartiges Sol-Gel und nicht mehr fließfähig. Der Umsatz des Systems liegt dabei meist zwischen 50 und 60 %. Der maximale Aushärtungsgrad und der hiermit verbundene Übergang zum glasartigen Gel ist in der Praxis in der Regel nicht erreichbar, da nicht alle Reaktionspartner für eine Vernetzung zueinander finden. T<sub>q,∞</sub> ist die maximal erreichbare Glasübergangstemperatur des ausgehärteten Systems. [1, 92, 93, 106–110]

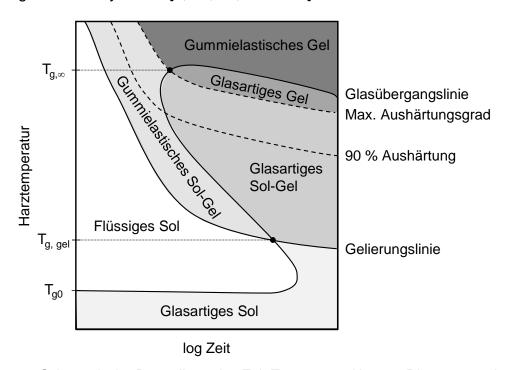


Abbildung 2.13: Schematische Darstellung des Zeit-Temperatur-Umsatz-Diagramms eines Duroplast-Systems [1, 106, 111]

Die Eigenschaften des ausgehärteten SR zeichnen sich primär durch hohe mechanische Kennwerte, Temperatur- und Chemikalienbeständigkeit aus, weshalb sie insbesondere für die Anwendung im FKV-Bereich interessant sind. Für die Fertigung von FKV-Bauteilen spielt die Chemorheologie der SR eine entscheidende Rolle für das Imprägnieren der Faserstrukturen. Deshalb wird das chemorheologische Verhalten der SR im nachfolgenden Unterkapitel genauer betrachtet.

# **Chemorheologie**

Die Chemorheologie ist definiert als die Wissenschaft der rheologischen Eigenschaften viskoelastischer, reaktiver Polymersysteme. Dabei werden die Auswirkungen der chemischen Reaktion und der Verarbeitungsbedingungen auf die Chemoviskosität sowie die Gelierung und Verglasung der Polymere untersucht. [93, 112] In die Kategorie der viskoelastischen und reaktiven Polymersysteme fallen auch die bereits vorgestellten SR-Systeme, die sich wie newtonsche Fluide verhalten. Bei diesen Systemen führt eine Temperaturerhöhung zu zwei gegenläufigen Effekten, die Einfluss auf die Viskosität nehmen. Der erste Effekt führt, analog zu nicht reaktiven Polymersystemen, zu einer Verringerung der Viskosität mit steigender Temperatur (Abbildung 2.14, Linie a). Aufgrund des Temperaturanstiegs kommt es zu einer Zunahme der Brownschen Molekularbewegungen in Form von Platzwechselvorgängen gesamter Makromoleküle sowie Bewegungen einzelner Netzwerksegmente. Die erhöhte Beweglichkeit spiegelt sich in einer niedrigeren Viskosität wider. [113, 114] Die erhöhten Brownschen Molekularbewegungen führen jedoch gleichzeitig zu einer verbesserten Diffusion der Harzund Härterkomponente, wodurch der zweite, gegenläufige Effekt beschleunigt wird. Die schnellere Diffusion führt dabei zu einer höheren Reaktionskinetik, also einer höheren Geschwindigkeit der Vernetzungsreaktion und einem schnelleren Anwachsen der Makromoleküle. Mit der steigender Größe der Makromoleküle nimmt deren Beweglichkeit ab und die Viskosität steigt (Abbildung 2.14, Linie b). Im weiteren Verlauf der Reaktion kommt es zu Quervernetzungen der Makromoleküle und damit verbunden zu einer weiteren Erhöhung der Viskosität bis hin zur Aushärtung (Abbildung 2.14, Bilder 1 bis 4). Ab einem Umsatz von ca. 50 bis 60 % ist die Viskosität so hoch, dass kein Fließen mehr möglich ist. Der Zeitpunkt zu dem dies eintritt, wird als Gelpunkt bezeichnet. Er ist definiert als Schnittpunkt von Speicher- und Verlustmodul und kann bspw. durch rheologische Messungen bestimmt werden. Aus der Überlagerung der

beiden Effekte ergibt sich ein parabolischer Viskositätsverlauf des Systems (Abbildung 2.14, Linie c). [1, 91, 93, 107, 112, 115–118]

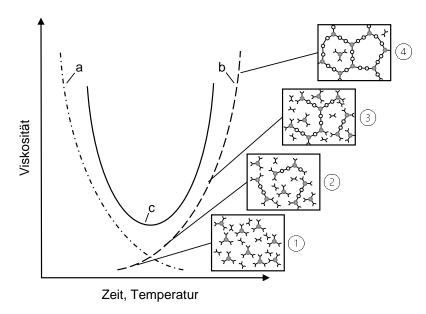


Abbildung 2.14: Viskositäts-Zeit-Verlauf eines reaktiven Polymersystems bei Temperaturen größer T<sub>g0</sub> des unausgehärteten Systems [1, 93, 107, 112, 115, 116]

Der Viskositätsverlauf sowie die erreichbaren minimalen Viskositätswerte von SR-Systemen resultieren, neben der Schmelzviskosität und dem Viskositätsanstieg durch einsetzende Vernetzungsreaktionen, ebenfalls aus der verwendeten Heizrate. Mit steigender Heizrate ist die sich ergebende Parabelform des Viskositäts-Zeit-Verlaufs steiler und schmaler (Abbildung 2.15).

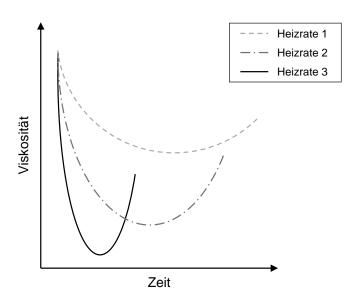


Abbildung 2.15: Einfluss der Heizrate auf den Viskositätsverlauf; mit Heizrate 1 < Heizrate 2 < Heizrate 3 in Anlehnung an [8, 20, 29, 60, 108, 117, 119, 120]

Ebenso nimmt die minimal erreichbare Viskosität ab. Beides ist auf die zunehmenden Steigungen des rheologischen (Abbildung 2.14, Linie a) und reaktionskinetischen (Abbildung 2.14, Linie b) Anteils des Viskositätsverlaufs zurückzuführen. [20, 29, 60, 91, 108, 112, 117–120] Einen maßgeblichen Einfluss auf die minimal erreichbare Viskosität, also dem Scheitelpunkt der Viskositätskurve, nimmt auch die Vorhärtung des SR-Systems während vorangegangener Verarbeitungsschritte. Solche Verarbeitungsschritte können im FKV-Bereich beispielsweise die SRP-Herstellung, Preformingschritte oder ein Trocknungszyklus sein. Je höher die hierbei verwendete Temperatur und je länger die Haltezeit, desto größer ist die resultierende Vorhärtung [121]. Mit der Vorhärtung steigt die Länge der Makromoleküle und hiermit auch die minimal erreichbare Viskosität. Maguire et al. zeigten den Einfluss vorangegangener Verarbeitungsschritte auf die Viskosität eines SR unter Verwendung eines für den FKV-Bereich typischen Temperaturprofils [20]. In Abbildung 2.16 ist das Temperaturprofil sowie der Viskositätsverlauf über der Zeit schematisch dargestellt.

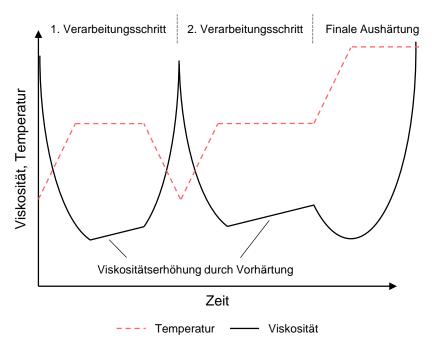


Abbildung 2.16: Darstellung des Einflusses vorausgehender Verarbeitungsschritte auf die minimale Viskosität bei der finalen Aushärtung eines SR in Anlehnung an [20, 118]

Dargestellt sind dabei die Temperatur- und Viskositätskurve des SR während zwei Verarbeitungsschritten sowie der finalen Aushärtung. Im ersten Verarbeitungsschritt wurde das SR aufgeschmolzen, isotherm bei 120 °C für eine Stunde gehalten und anschließend so stark abgekühlt, dass es resolidifiziert. Unmittelbar nach dem Solidi-

fizieren folgte der zweite Verarbeitungsschritt. Hier wurde das SR erneut aufgeschmolzen und bei 120 °C isotherm für eine Stunde gehalten. Anschließend wurde das SR weiter erwärmt und final ausgehärtet. Während der isothermen Haltezeiten tritt ein Viskositätsanstieg infolge einer Vorhärtung ein, welcher ebenfalls die minimal erreichbare Viskosität erhöht. Bei der Verarbeitung von SRPs und insbesondere von Semipregs auf SR-Basis zu FKV-Bauteilen wird die folgende Abfolge angestrebt: Schmelzen des SR, vollständige Imprägnierung der Faserstruktur und anschließende Vernetzung. Im Hinblick auf die Chemorheologie ergeben sich für Maguire et al. dadurch zwei Grundsätze für die Verarbeitung: Die Vorhärtung des SR während vorangehender Verarbeitungsschritte sollte so gering wie möglich und die Heizrate während der finalen Aushärtung so groß wie möglich sein. Die Kombination dieser beiden Grundsätze führt zu einer bestmöglichen Trennung der Schmelz- und Aushärtephase des SR und minimiert die Viskosität bei der finalen Aushärtung. Eine Verringerung der Topfzeit durch die Erhöhung der Heizrate wurde jedoch nicht betrachtet und könnte zu einer unvollständigen Imprägnierung bei Semipregs führen.

# Feuchtigkeitsaufnahme und Trocknung

Eine Herausforderung bei der Verarbeitung von SR ist deren Feuchtigkeitsaufnahme während der Lagerung und die daraus resultierende Porenbildung [122]. Maguire et al. untersuchten die Hygroskopizität des SR PE6405 der Swiss CMT AG und ermittelten bei einer trockenen und dunklen Lagerung bei Raumtemperatur einen Feuchtigkeitsgehalt zwischen 0,4 bis 0,5 Gew.-% [122]. Weiterhin untersuchten sie den Einfluss von Temperatur und relativer Luftfeuchtigkeit auf die Adsoprtionszeit des SRs bis zu dessen Sättigung. Die Feuchtigkeitsadsorption erfolgt durch elektrostatische Wechselwirkung an funktionellen Gruppen der Makromoleküle. Die Adsorption beginnt an der SR-Oberfläche und diffundiert von dort ins Innere der SR-Partikel. Der Adsorptionsprozess wird durch die Zeit, Temperatur, relative Luftfeuchtigkeit und die chemische Struktur des SRs beeinflusst. In ihrer Studie fanden Maguire et al. einen signifikanten Einfluss von Temperatur und relativer Luftfeuchtigkeit auf die Adsorptionszeit und den Feuchtigkeitsgehalt des SRs. Bei höheren Temperaturen erfolgt die Adsorption schneller, bei 35 °C wurde ein Gleichgewicht des Feuchtigkeitsgehalts nach 30 bis 60 Minuten erreicht, bei 45 °C erfolgte die Erreichung des Gleichgewichts bereits nach weniger als zehn Minuten. Mit steigender Luftfeuchtigkeit nimmt zudem der

Feuchtigkeitsgehalt des SRs zu, wodurch eine Verringerung der Tg und damit ein früheres Eintreten von Sinter- und Schmelzvorgängen resultiert. Diese Verringerung kann in Verarbeitungsprozessen zu Problemen der Prozessrobustheit führen. Der von Maguire et al. maximal gemessene Feuchtigkeitsgehalt des SR-Pulvers, ohne dass dieses sintert oder schmilzt, betrug ca. 1,35 %, bei einer Temperatur von 35 °C und einer relativen Luftfeuchtigkeit von 60 % [122]. Neben den bereits genannten Einflussfaktoren, identifizierten Maquire et al. die Geometrie der SR-Partikel bzw. -Proben als Einfluss auf die Adsorptionszeiten. Sie verglichen hierbei Pulverproben mit gesinterten Proben und stellten eine schnellere Adsorption bei den Pulverproben fest. Dies führten sie auf das größere Verhältnis zwischen Oberfläche und Volumen der Pulverproben zurück [122]. Auch Padaki und Drzal simulierten den Einfluss der Partikelgröße von Polymerpulvern auf die Adsorptions- und Trocknungseigenschaften. Sie ermittelten geringere Trocknungszeiten für kleinere Partikelgrößen [123]. Die thermische Trocknung von Feststoffen ist eine Kopplung aus temperaturinduzierten und von Stoffeigenschaften abhängigen Wärme- und Feuchtigkeitstransporten, die sich gegenseitig beeinflussen und nur durch komplexe Modelle iterativ beschrieben werden können. Hierbei führt der zugeführte Wärmestrom zunächst zu einer Verdampfung der oberflächennahen Feuchtigkeit der Festkörper, wodurch die im Inneren liegende Feuchtigkeit beginnt an die Oberfläche zu diffundieren. An der Oberfläche erfolgt anschließend die erneute Verdampfung der Feuchtigkeit, bis der Umgebungsdruck dem Dampfdruck entspricht oder die gesamte Feuchtigkeit entfernt wurde. Die Trocknung des Festkörpers wird somit maßgeblich durch dessen Erwärmung vorangetrieben. [124–128] Zur Beschreibung des Erwärmungsvorgangs kann die dimensionslose Biot-Zahl Bi verwendet werden. Bi kann mit Hilfe des Wärmeübergangskoeffizienten α, der spezifischen Wärmeleitfähigkeit  $\lambda_S$  und der charakteristischen Länge  $L_C$  mit der Formel (1) berechnet werden:

$$Bi = \frac{\alpha * L_C}{\lambda_S} \tag{1}$$

Bi ist somit, neben dem Wärmeübergangskoeffizient und der spezifischen Wärmekapazität des Festkörpers, maßgeblich von der charakteristischen Länge abhängig, die für ebene Geometrien als Verhältnis zwischen der Oberfläche des betrachteten Körpers  $A_K$  und dessen Volumen  $V_K$  definiert ist (siehe Formel ( 2 )).

$$L_C = \frac{A_K}{V_K} \tag{2}$$

Geht man nun von identischen Materialien und Umgebungsbedingungen aus, ist die Trocknung ausschließlich vom Oberflächen-Volumen-Verhältnis abhängig. Dies erklärt letztendlich auch die von Maguire et al. sowie Padaki und Drzal ermittelten kürzeren Trocknungszeiten für kleine Partikelgrößen. [122, 123]

# 2.2.2 Einsatzbereiche und Verarbeitungsmethoden

SR auf Epoxidbasis finden in der Industrie hauptsächlich Anwendung in den Bereichen der Pulverbeschichtung sowie der Bauteilherstellung ohne Faserverstärkung mittels Spritzguss, Pressen oder im Transferpressen [91, 129]. Der bekannteste Anwendungsfall für SR stellt die elektrostatische Pulverbeschichtung von Bauteilen dar. Hierbei wird mit einer Sprühpistole eine geladene Pulverwolke erzeugt. Die aufgeladenen Pulverpartikel werden von dem geerdeten Bauteil angezogen. Abschließend erfolgt das Einbrennen bzw. Aushärten des SR. Bei der kontinuierlichen Pulverbeschichtung von textilen Substraten wird das SR entweder mit Hilfe von Rüttelsiebkästen oder über Nadelwalzen gleichmäßig auf das Substrat gestreut. Primär hat sich hier das Beschichten mittels Nadelwalzen durchgesetzt, bei dem das Pulver über einen Fülltrichter der rotierenden Walze zugeführt wird. Die aufgenommene Pulvermenge wird über die Spaltmaße der Walze gesteuert. Das Pulver wird anschließend mittels einer sich axial zur Walze bewegenden Bürste ausgebürstet, wodurch die Aufstreuung auf das Substrat erfolgt. In einem nachfolgenden Schritt erfolgt durch einen Wärmeeintrag das Schmelzen und ggf. Aushärten des SR. Um nur eine teilweise Beschichtung von Substraten zu erzielen, wird bspw. der Rotationssiebdruck verwendet (Abbildung 2.17).

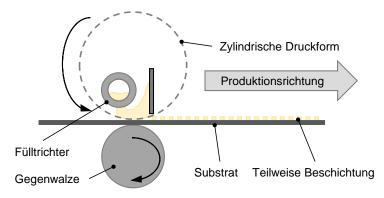


Abbildung 2.17: Schematische Darstellung des Rotationssiebdruckverfahrens

Hier wird das SR über einen Fülltrichter in das Innere einer zylindrischen Druckform gegeben und mittels eines Rakels durch die Öffnungen der Druckform auf das darunter verlaufende Substrat aufgerakelt. Durch einen Wärmeeintrag kann das SR aufgeschmolzen oder ausgehärtet werden. [30]

Neben der Verarbeitung im industriellen Maßstab, werden SR im Forschungsbereich der additiven Fertigung verwendet. Drücker et al. stellten zunächst Filamente aus SR her und verarbeiteten sie in einem Filamentdrucker [130]. Ein Problem stellte jedoch die Sprödigkeit des SR dar, durch welche das Filament während der Förderung zum Brechen neigt. Aus diesem Grund musste das SR-Filament mit Hilfe eines thermoplastischen Filaments durch einen Schlauch zur Extrudereinheit gefördert werden. Aufgrund des hohen Aufwands bei der Filamentherstellung und des limitierten Druckvolumens, wird das Verfahren außerhalb des Forschungsbereichs nicht angewendet. Einen alternativen Ansatz verfolgten Shen et al., die das SR mit beheizten Spritzenpumpen extrudieren, auch Direct-ink writing genannt [131]. Auch Wimmer et al. verwendeten das Direct-ink writing, jedoch mit sogenannten "semi-solid resins", einem Blend aus SR und flüssigen Epoxidharzen [132]. Durch das Direct-ink Writing kann das Druckvolumen im Vergleich zu [130] erhöht werden, ist jedoch weiterhin durch das Spritzenpumpenvolumen limitiert. Jiang et al. verwendeten zum einen ebenfalls einen Spritzenpumpenextruder zur Verarbeitung von SR mit Carbonnanotubes, zum anderen einen Pellet-3D-Drucker [133]. Der Vorteil des Pellet-3D-Druckers liegt vor allem in der Möglichkeit kontinuierlich SR zuzuführen und mit einer Extruderschnecke zu fördern. Neben der Verarbeitung der SR ohne Faserverstärkung, kommen diese auch im FKV-Bereich zum Einsatz, worauf im nachfolgenden Kapitel eingegangen wird.

#### 2.2.3 Einsatz im Bereich der Faser-Kunststoff-Verbunde

Im FKV-Bereich sind SR in Industrie und Forschung zunehmend relevant. Neben dem Einsatz als Bindermaterial für die Preformherstellung, z. B. durch das Dry Fiber Placement [134–136], oder als Formmasse zur integrativen Kombination mit Prepregs im Spritzgussverfahren [92, 107, 109, 110], kommen SR auch als Matrixwerkstoff zum Einsatz. Die Anwendung von SR als Matrixwerkstoff untersuchte die NASA bereits 1990. Sie entwickelte hierfür eine Anlage mit deren Hilfe Faserbündel, sog. Rovings, mit Epoxidharzpulver vorimprägniert werden konnten. Diese vorimprägnierten Rovings wurden in einem nachfolgenden Schritt durch Weben, Flechten oder Tapelegen zu

Preforms weiterverarbeitet und abschließend in einem vakuumbasierten Verfahren vollständig imprägniert und ausgehärtet [26-28]. Die Herstellung und Weiterverarbeitung der Preforms erwies sich jedoch aufgrund des spröden Materialverhaltens und der begrenzten Drapierbarkeit als herausfordernd. Die untersuchten Strategien zur Verbesserung der Verarbeitbarkeit bspw. durch Aufschmelzen während der Verarbeitung oder durch die Applikation eines wasserbasierten Gels zur Erhöhung der Duktilität waren entweder impraktikabel, unwirtschaftlich oder resultierten in einer unzureichenden Bauteilqualität [26]. Das Verfahren hat sich daher bei der NASA nicht durchgesetzt. Auch Celik et al. entwickelten eine Anlage zur Herstellung von Tapes bzw. Tow Pregs mit SR als Matrixwerkstoff [137–139]. Diese Halbzeuge werden primär mittels Tapelegen verarbeitet und anschließend in VBO-Verfahren ausgehärtet. Darüber hinaus verwendeten Zhang et al. diese Halbzeuge, um faserverstärkte SR-Filamente herzustellen und diese mit Hilfe eines Filament-3D-Druckers zu verarbeiten [140]. Auch Ming et al. stellten faserverstärkte SR-Filamente her und verarbeiteten sie mittels 3D-Druck [141]. Die Aushärtung der 3D-gedruckten Bauteile muss bei beiden Verfahren jedoch aufgrund der damit verbundenen starken Viskositätsabnahme weiterhin im VBO-Verfahren stattfinden.

Tarantili und Andreopoulos untersuchten einen alternativen Ansatz, bei dem sie großflächige, epoxidbasierte SRPs herstellten und verarbeiteten. Sie verwendeten die
SRPs aufgrund ihrer Verarbeitbarkeit ohne frühzeitiges Aushärten und untersuchten
den Einfluss verschiedener Härterkomponenten auf die mechanischen Eigenschaften
gefertigter Laminate. [142] Auch hier lagen die Herausforderungen in der Verarbeitbarkeit sowie der Erreichung einer hinreichenden Bauteilqualität. Auch Maguire et al.
verwendeten ein Verfahren, bei dem ein SR-Pulver vollflächig entweder ein- oder beidseitig auf textile Halbzeuge (Gewebe und Gelege) aufgetragen und geschmolzen wird.
Hierfür wurde ein SR mit relativ niedriger Schmelzeviskosität (ca. 1 Pa\*s) und Aushärteenthalpie (ca. 180 J/g) verwendet [19, 20, 143]. Mit diesen SRPs wurde die Herstellung großer, dickwandiger Bauteile in einem VBO-Prozess, als Alternative zur Autoklavfertigung, untersucht. O'Braidaigh et al. [144] fertigten so einen 12,6 m großen
Prototypen eines Rotorblattes einer Windkraftanlage. Hierbei wurden die beiden Rotorblatthälften zunächst getrennt imprägniert und konsolidiert und in einem nachfolgenden Schritt durch erneutes Aufschmelzen unter Druck gefügt und gemeinsam aus-

gehärtet. Hierbei wurde der Einfluss von Wärmeeinwirkung, bspw. durch die SRP-Herstellung oder durch Preformingschritte, auf den Aushärtegrad untersucht. Dieser steigt, korrespondierend zu den Erkenntnissen aus Kapitel 2.2.1, sobald der Tg0 des unausgehärteten SRs überschritten wird. Die Nachteile des von Maguire und O'Braidaigh entwickelten Prozesses sind zum einen weiterhin die begrenzte Drapierbarkeit und zum anderen die im VBO-Verfahren übliche Anfälligkeit für Porenbildung. Diese resultiert im Falle der SRPs laut Maguire et al. aufgrund einer unzureichenden Trocknung und Evakuierung der eingeschlossenen Feuchtigkeit im SR. Sie zeigten dies, indem sie Laminate aus SRPs mit und ohne Trocknung herstellten. Die Laminate aus ungetrockneten SRPs wiesen einen PVG von 4,8 % auf, getrocknete einen von 0,91 % [122]. Neben der Trocknung besteht, wie bereits von konventionellen Flüssigharzen bekannt, auch bei SRPs die Herausforderung einer robusten Evakuierung der Feuchtigkeit, vor allem in VBO-Verfahren. Dies führte auch bei den SRPS zu der Entwicklung und Verwendung von Semipregs [3, 5, 6, 75, 145-147]. Kommerzialisiert wurden solche SRPs bspw. von der Swiss CMT AG (Galgenen, Schweiz) oder von NewEra Materials Sp. z o.o. (Krakau, Polen), deren pulverförmiges SR auf Epoxidharzbasis ebenfalls in der Forschung zur Herstellung von flammgeschützten SRPs verwendet wurde [148–152]. Auch Yousefi untersuchte die Verwendung von pulverförmigem Epoxid-SR für die Herstellung von SRPs und deren automatisierten Weiterverarbeitung zu kostengünstigen FKV-Bauteilen [153, 154]. Für die Herstellung der SRPs wurde ein Pulver-3D-Drucker verwendet, dessen Funktionsprinzip dem einer Pulversprühpistole entspricht. Hierauf aufbauend wurde das SR in Kombination mit Carbonnanotubes zur Fertigung von Gradientenwerkstoffen verwendet [155]. Zur Umformung der SRPs ist jedoch auch bei den Ansätzen von Yousefi ein Schmelzen des SRs notwendig. Eine Möglichkeit zur Verbesserung der Drapierbarkeit untersuchten Kim [118] sowie Yao [156] indem sie flüssiges Epoxidharz mit SR mischten, was jedoch zu einer Verschlechterung der Lagerstabilität bei Raumtemperatur führte.

Zusammenfassend bestehen die primären Herausforderungen flächiger SRPs trotz andauernder Forschung weiterhin in deren limitierter Drapierbarkeit bei Raumtemperatur sowie in der Fertigung porenfreier FKV-Bauteile außerhalb des Autoklavs. Die Zielsetzung dieser Arbeit besteht deshalb darin, die Herausforderungen bestehender SRP-Systeme zu kompensieren und gleichzeitig deren Vorteile gegenüber Prepregs auf Basis flüssiger Epoxidharze beizubehalten.

# 3 Konzeptionierung einer Prozesskette für Feststoffharzprepregs

In diesem Kapitel erfolgt zunächst die theoretische Vorbetrachtung zur Lösung der allgemeinen Fragestellung der Arbeit (vgl. Kapitel 1.2), auf der aufbauend die Konzeptionierung einer Prozesskette für die zu entwickelnden SRPs folgt. Aus der möglichen Lösung und der Prozesskette ergeben sich zwei Forschungsfragen, die im Rahmen dieser Arbeit beantwortet werden. Um die Zielerreichung bewerten zu können, werden zudem Anforderungslisten entlang der Prozesskette definiert. Weiterhin werden die Stellschrauben zur Erfüllung der Anforderungen durch Betrachtung der Prozess-Struktur-Eigenschafts-Beziehungen der einzelnen Prozessschritte identifiziert.

# 3.1 Theoretische Vorbetrachtung und Forschungsfragen

Zur Lösung der in Kapitel 1.2 gestellten allgemeinen Fragestellung wurden verschiedene Ansätze zur Verbesserung von Prepregeigenschaften aus dem Stand der Technik kombiniert. Um die begrenzte Drapierbarkeit der SRPs bei Raumtemperatur zu verbessern und gleichzeitig die Robustheit der Bauteilfertigung im VBO-Verfahren zu erhöhen, wurde als möglicher Lösungsansatz eine partielle Imprägnierung der Textiloberfläche in Musterform angesehen (Abbildung 3.1).

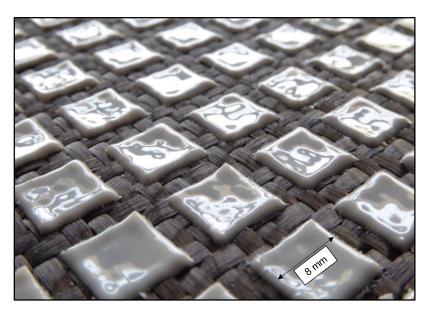


Abbildung 3.1: Feststoffharzprepreg mit partieller Imprägnierung in Musterform

Durch die entstehenden trockenen Textilbereiche wird eine Drapierung der SRPs bei Raumtemperatur ermöglicht, vergleichbar mit geschlitzten Sandwichkernen oder Holzplatten. Weiterhin werden durch diese Bereiche die Evakuierungseigenschaften der SRP-Stacks verbessert, indem sowohl in der Ebene als auch in der Dickenrichtung zusätzliche Evakuierungspfade zwischen den einzelnen Musterelementen entstehen. Durch die verbesserte Evakuierung ist in VBO-Anwendungen eine robustere FKV-Fertigung erwartbar, ähnlich wie sie bei teilimprägnierten Flüssigharzprepregs erfolgt (vgl. Kapitel 2.1.2). Die Muster bei flüssigharzbasierten Prepregs neigen jedoch sowohl bei der Mustererzeugung, als auch bei nachgelagerten Verarbeitungsschritten zum Zerfließen. Da die SR bei Raumtemperatur fest sind und nach der Mustererzeugung schnell resolidifiziert werden können, sind sie für eine geometrisch reproduzierbare und stabile Vorimprägnierung in Musterform prädestiniert. Durch ein Anpassen dieser Muster kann zudem die Drapierbarkeit nicht nur global verbessert, sondern möglicherweise lokal gezielt eingestellt werden (vgl. Kapitel 2.1.1). Diese Stellschrauben sind allerdings gleichermaßen Chance wie Risiko. Das Risiko besteht primär darin, dass auf SRP basierende Prozesse aufgrund ungeeigneter SR-Muster technisch wie wirtschaftlich suboptimal oder gar unmöglich sein könnten. Aktuell kann weder das Potential gehoben, noch das Risiko abgeschätzt werden, da die Zusammenhänge zwischen den charakteristischen Parametern der SRPs und den Verarbeitungseigenschaften unbekannt sind. Um Potenzial und Risiko abschätzen zu können, muss eine Prozesskette zur Herstellung der neuartigen SRPs sowie deren Verarbeitung zu FKV-Bauteilen konzipiert und erprobt werden. Abbildung 3.2 zeigt die entwickelte Prozesskette, die sich an den in Kapitel 2.1.1 beschriebenen Verarbeitungsschritten orientiert.

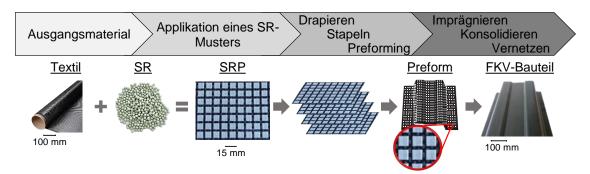


Abbildung 3.2: Prozesskette zur Herstellung von FKV-Bauteilen aus SRP mit oberflächlich applizierten SR-Mustern

Die Prozesskette beginnt mit der Applikation des SRs auf dem Textil in Musterform bei einer Temperatur über der Schmelztemperatur, jedoch unterhalb der Temperatur, ab der die Vernetzungsreaktion einsetzt. Die hergestellten SRPs werden anschließend drapiert, gestapelt und ggf. unter Temperatureinwirkung, bei der das SR einen Tack aufweist, zu einer Preform weiterverarbeitet. Im letzten Schritt der Prozesskette wird

der Aufbau final imprägniert, konsolidiert und das SR bei hohen Temperaturen vernetzt. Aus dieser Prozesskette können zwei Forschungsfragen abgeleitet werden, die im Rahmen dieser Arbeit beantwortet werden sollen:

### 1. Forschungsfrage:

"Wie kann eine Musterimprägnierung das Biege- und Scherungsverhalten von SRPs bei Raumtemperatur beeinflussen?"

## 2. Forschungsfrage:

"Wie können Prepreg- und Prozessparameter die Laminatqualität bei der VBO-Verarbeitung von SRPs mit Musterimprägnierung beeinflussen?"

Um diese Forschungsfragen beantworten zu können, muss zunächst die Prozesskette erfolgreich umgesetzt werden. Zur Bewertung der erfolgreichen Umsetzung, werden zu erfüllende Anforderungen an die einzelnen Prozessschritte gestellt. Weiterhin wird ein Demonstrator in Form eines Omega-Profils gefertigt, das bspw. als Stringer in der Luftfahrt verwendet wird (Abbildung 3.3). Es wurde sich für das Omega-Profil entschieden, da es sowohl enge Innen- als auch Außenradien aufweist. Diese Radien stellen eine besondere Herausforderung im Hinblick auf die Drapierbarkeit als auch auf entstehende Faserondulationen infolge des erhöhten BFs der SRPs dar. In dem folgenden Kapitel erfolgt die Herleitung der Anforderungen anhand des Demonstrators, des dargelegten Standes der Technik, anlagentechnischer Limitationen sowie in Form von Normen und Industriestandards. Die Anforderungen orientieren sich hierbei an einer Umsetzung im Labormaßstab. Zusammengefasst werden die Anforderungen in Anforderungslisten, die abschließend mit den erreichten Ergebnissen abgeglichen werden.

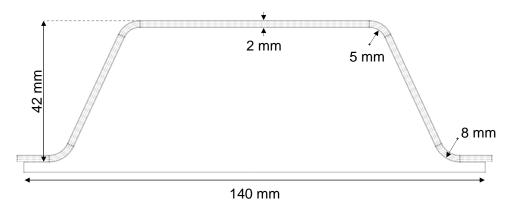


Abbildung 3.3: Geometrie des zu fertigenden Omega-Profils

### 3.2 Herleitung von Anforderungen an die Prozesskette

Entlang der Prozesskette ergeben sich insgesamt vier Anforderungslisten. Es werden Anforderungen an das SR, die Herstellung der SRPs, an die SRPs an sich sowie die Laminatfertigung und –qualität gestellt.

### 3.2.1 Anforderungen an das Feststoffharz

In Tabelle 3.1 sind die Anforderungen an die SR aufgelistet. Die Anforderungen belaufen sich auf eine Aushärtetemperatur kleiner 200 °C, sodass die verfügbaren Standardmaterialien im Vakuumaufbau verwendet werden können. Weiterhin wird eine kurze Aushärtezeit sowie geringe Viskosität angestrebt, um eine Mikroimprägnierung zu ermöglichen. Bei der Viskosität wurde sich an der minimalen Viskosität kommerzieller VBO-Prepregs orientiert. Sie liegt für epoxidbasierte Prepregs i. d. R. zwischen 1 und 20 Pa\*s [9, 17, 29]. Die verwendeten SR sollen zudem kommerziell kurzfristig verfügbar und ein Jahr bei Raumtemperatur lagerbar sein.

Tabelle 3.1: Anforderungsliste an das Feststoffharz

Kategorie	Anforderung qualitativ	Anforderung detailliert / quantitativ	F/W
Aushärtetemperatur	Niedrige Temperatur	< 200 °C	F
Aushärtezeit	Geringe Viskosität für robuste		F
Minimale Viskosität			F
			W
Kommerzielle Verfügbarkeit	Kommerziell und kurzfristig verfügbares SR	-	W

### 3.2.2 Anforderungen an die Herstellung der Feststoffharzprepregs

Die Anforderungen an die Herstellung der SRP sind nachfolgend in Tabelle 3.2 dargestellt. Die quantitativen Toleranzwerte für das Flächengewicht und den Fasermassengehalt (FMG) entsprechen den Standardwerten für industriell hergestellte Halbzeuge im FKV-Bereich. Die musterspezifischen Kategorien bzw. Parameter (Musterelementgeometrie, BG, minimale Kantenlänge) sind so gewählt, dass der Einfluss des BGs in 5 %-Schritten und der Musterkantenlänge in 2 mm-Schritten trennscharf untersucht werden kann.

Tabelle 3.2: Anforderungsliste an die Herstellung der Feststoffharzprepregs

Kategorie	gorie Anforderung qualitativ dei		F/W
Flächengewicht	vicht Hohe Reproduzierbarkeit ± 5 %		F
Fasermassengehalt	Hohe Reproduzierbarkeit	± 3 p.p.	F
Musterelementgeometrie	Niedrige Toleranz	± 1 mm	F
Bedeckungsgrad	Erzielbarer 20 bis 80 %		F
Minimal realisierbare Kantenlänge	Niedrige Kantenlängen	8 mm	F
Austragsmenge	Hohe Austragsmenge	30 g/h	F
Flexibilität im Musterdesign	Hohe Flexibilität	-	W

Weiterhin sollen die Kosten und die benötigte Zeit zur Umsetzung des Herstellungsverfahrens möglichst gering sein. Die Anforderung an die Austragsmenge resultiert aus der gesetzten Zielzeit von 30 Minuten zur Herstellung einer 250 x 200 mm² großen SRP-Lage mit einer Textilverstärkung, die ein Flächengewicht von 400 g/m² aufweist. Die Zielzeit stellt einen hinnehmbaren Kompromiss im Hinblick auf den Herstellungsaufwand und der benötigten Anzahl an SRP-Lagen dar. Weiterhin soll die Designfreiheit bei der Mustererzeugung möglichst hoch sein.

## 3.2.3 Anforderungen an die Feststoffharzprepregs

Eine Auflistung der Anforderungen an die SRPs erfolgt in Tabelle 3.3.

Tabelle 3.3: Anfoderungsliste an die Feststoffharzprepregs

Kategorie	Anforderung Anforderung qualitativ detailliert / quantitativ		F/W
Flächengewicht	Hohe Reproduzierbarkeit	± 5 %	F
Fasermassengehalt	assengehalt Hohe Reproduzierbarkeit ± 3 p.p.		F
Musterelementgeometrie	Niedrige Toleranz	± 1 mm	F
Bedeckungsgrad	Niedrige Toleranz	± 5 p.p.	F
Drapiereigenschaften	Drapierung in Form von Biegung und Scherung bei Raumtemperatur möglich	Biegung: formbarer Biegera- dius von 5 mm	F
Bulk Factor	Bulk Factor im Bereich kommerzieller Semipregs	2,0 bis 2,3	F

Die Anforderungen an das Flächengewicht, den FMG und die Musterelementgeometrie entsprechen denen aus dem vorherigen Kapitel. Weiterhin wird die Toleranz des

BGs auf ± 5 p.p. festgelegt, sodass dessen Einfluss auf die Verarbeitungseigenschaften und die Laminatqualität hinreichend genau bestimmt werden kann. Hinsichtlich der Drapiereigenschaften bei Raumtemperatur wurde der formbare Biegeradius im Hinblick auf den Demonstrator festgelegt. Zudem soll die Möglichkeit einer Scherung bei Raumtemperatur gegeben sein. Der Bulk Factor der SRPs soll sich im Bereich kommerzieller Semipregs bewegen und somit zwischen 2,0 und 2,3 liegen [3, 80, 85].

# 3.2.4 Anforderungen an die Laminatfertigung und -qualität

Die vierte Anforderungsliste, die die Anforderungen an die Laminatfertigung mit Hilfe des VBO-Verfahrens sowie an die resultierende Laminatqualität zusammenfasst, ist in Tabelle 3.4 abgebildet.

Tabelle 3.4: Anforderungsliste an die Laminatfertigung

Kategorie	Anforderung Anforderung qualitativ detailliert / quantitativ		F/W	
Porosität	Geringer Porenvolumengehalt	< 2 %	F	
Faserondulation	Faserondulationsindex ver- gleichbar zu Laminaten aus vollflächig imprägnierten SRP	gleichbar zu Laminaten aus -		
Mechanische Eigenschaften	l aus volltlachig impragnierten I scheinhare interlami-		F	
Zykluszeit	Geringere Zykluszeit als bei Laminaten aus vollflächig im- prägnierten SRP	-	W	
Dickentoleranz	Hohe Reproduzierbarkeit der Dicke ± 0,2 mm		F	
Gravimetrische Toleranz	Hohe Reproduzierbarkeit des Laminatgewichts und des Fa- servolumengehalts	Gewicht: ± 50 g/m² Faservolumengehalt: ± 2 p.p.	W	

Der Porenvolumengehalt der Laminate soll unterhalb von 2 % liegen. Die Faserondulationen innerhalb der Laminate sowie die mechanischen, geometrischen und gravimetrischen Eigenschaften sollen im Bereich von vollflächig imprägnierten SRPs liegen, die als Benchmark-Werte dienen und in dieser Arbeit ebenfalls ermittelt werden. Zudem wird eine Verkürzung der Zykluszeit infolge der verbesserten Evakuierungseigenschaften der Muster-SRPs angestrebt.

Zur Erfüllung der genannten Anforderungslisten müssen relevante Einflussfaktoren auf die Anforderungen identifiziert und untersucht werden. Hierfür werden die Prozess-Struktur-Eigenschafts-Beziehungen der einzelnen Prozessschritte betrachtet und relevante Eigenschaften, Struktur- und Prozessparameter abgeleitet.

### 3.3 Prozess-Struktur-Eigenschafts-Beziehungen entlang der Prozesskette

In Abbildung 3.4 ist dargestellt, wie sich Prozess, Struktur und Eigenschaften allgemein beeinflussen sowie in welcher hierarchischen Struktur sie entlang der entwickelten Prozesskette stehen.

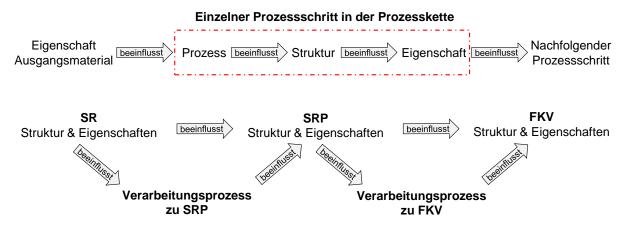


Abbildung 3.4: Prozess-Strukur-Eigenschafts-Beziehungen allgemein (oben) und entlang der entwickelten Prozesskette (unten)

Die chemische und makroskopische Struktur eines Materials beeinflusst unmittelbar dessen Eigenschaften, wie bspw. die Schmelztemperatur. Diese beeinflussen weiterhin den Prozess in dem das Material verarbeitet werden kann. Infolge des Prozessierens verändern sich ggf. Struktur und Eigenschaften des Materials und hiermit die Anforderungen an nachfolgende Prozessschritte. Bei der entwickelten Prozesskette beeinflussen die Eigenschaften des SR zunächst grundlegend den Verarbeitungsprozess zu SRPs. Dieser wiederum beeinflusst die resultierende Struktur der SRPs und damit ihre Eigenschaften. Analog beeinflussen die Eigenschaften des SRs und der SRPs den Verarbeitungsprozess zu FKV-Bauteilen und folglich deren Struktur und letztendlich deren Eigenschaften. In Tabelle 3.5 sind die als relevant identifizierten Eigenschaften, Struktur- und Prozessparameter entlang der Prozesskette aufgelistet. Zudem erfolgt eine Begründung für deren Relevanz. Die untersuchten Parameterstufen wurden anhand des Standes der Technik, Industriestandards sowie der vorhandenen Anlagentechnik bestimmt. Sie werden in den jeweiligen Kapiteln näher erläutert.

Tabelle 3.5: Relevante Eigenschaften, Struktur- und Prozessparameter

	Eigenschaft / Parameter	Relevanz der Untersuchung
d es SR	Glasübergangs-, Schmelztemperatur und Reaktionskinetik	Bestimmung von Verarbeitungstemperaturen bspw. bei SRP-Herstellung oder Preforming. Aushärtetemperaturen und -zeiten
Struktur und Eigenschaften des	Chemorheologie	Relevant für SRP-Herstellung und Auslegung des Aushärtezyklus im Hinblick auf Viskosität und Topfzeit
Stru Jensch	Tack	Temperaturbereich für das Preforming
Eig -	Feuchtigkeitsgehalt	Relevant um abzuschätzen, ob Trocknung der SR vor Verarbeitung notwendig ist
lungs- s SRP	Verarbeitungstemperatur	Kann Struktur und Eigenschaften des SR infolge einer Vorhärtung beeinflussen
Herstellungs- prozess SRP	Applikationsmethode	Kann Struktur und somit Eigenschaften der SRPs beeinflussen
Eigen- r SRPs	Musterelementgeometrie, Bedeckungsgrad	Relevant, da es Einfluss auf die Verarbeitungseigen- schaften und die Laminatqualität haben kann
und Eig n der SF	Fasermassengehalt, Flächengewicht	Beeinflusst FVG und Qualität des Laminats
Struktur und schaften der	Bulk Factor	Kann Qualität des Laminats beeinflussen
S S	Drapiereigenschaften	Charakterisierung der Verformbarkeit der SRP
gs- FKV	Trocknungszyklus	Relevant, da er Einfluss auf die Laminatqualität haben kann und Fertigungszeit beeinflusst
Fertigungs- prozess FKV	Heizrate	Beeinflusst Viskosität und Topfzeit
Fe	Textil	Kann Trocknungs- und Aushärtezyklus beeinflussen
-c >	Faservolumengehalt	Beeinflusst mechanische Eigenschaften des FKV
nd Eig des FK	Faserondulation	Beeinflusst mechanische Eigenschaften des FKV
Struktur und Eigen- schaften des FKV	Porenvolumengehalt	Beeinflusst mechanische Eigenschaften des FKV
Struk	Scheinbare interlaminare Scherfestigkeit	Mechanische Eigenschaft des FKV

Die Ergebnisse der durchgeführten Untersuchungen werden zur Ableitung von Richtlinien verwendet, die die Erfüllung der Anforderungslisten sicherstellen sollen. Die Reihenfolge der durchgeführten Untersuchungen basiert auf den hierarchischen Prozess-Struktur-Eigenschafts-Beziehungen der Prozesskette (siehe Abbildung 3.4). Im nächsten Kapitel erfolgt deshalb zunächst die Analyse der SR-Systeme.

# 4 Analyse der Feststoffharzsysteme

Die Analyse der Feststoffharzsysteme ist für die Auslegung der einzelnen Verarbeitungsschritte zwingend notwendig. Neben der Ermittlung charakteristischer Zustandsänderungstemperaturen und dem Umsatz der Vernetzungsreaktion, werden Informationen zur Chemorheologie und der Feuchtigkeitsaufnahme der SR benötigt. Aus den Analysen werden Verarbeitungstemperaturen bspw. zur Herstellung der SRPs oder für das Preforming abgeleitet sowie der Aushärtezyklus ausgelegt.

## 4.1 Materialien und Methoden zur Analyse der Feststoffharzsysteme

Die verwendeten Materialien und Methoden sowie der Umfang der Untersuchungen werden in den folgenden Unterkapiteln erläutert.

### 4.1.1 Verwendete Materialien

Es wurden zwei epoxidbasierte SR für die Untersuchungen ausgewählt. Beide SR werden von der Firma Swiss CMT vertrieben. Das erste SR ist das pulverförmige PE6405, das zweite das granulatförmige E1040. Das PE6405 ist ein kommerziell erhältliches System, welches bereits in mehreren Forschungsarbeiten verwendet wurde (vgl. Kapitel 2.2.3), wodurch eine Vergleichbarkeit gegeben ist. Das E1040 ist eine Weiterentwicklung des PE6405 und weist einen Bio-Anteil von ca. 25 % auf. Es ist zurzeit noch nicht kommerziell verfügbar, besitzt laut Hersteller jedoch ähnliche Eigenschaften wie das PE6405. Beide SR weisen eine Dichte im ausgehärten Zustand von 1,2 g/cm³ auf. In Tabelle 4.1 sind die mechanischen Eigenschaften des PE6405 aufgelistet.

Tabelle 4.1: Eigenschaften des PE6405 (vgl. Anhang A)

T <sub>g</sub> (unausgehärtet)	T <sub>g</sub> (ausgehärtet)	Zugfestigkeit	Zug-E-modul	Dehngrenze
42 – 46 °C	106 °C	78 MPa	3,2 GPa	5,2 %

Beide Systeme werden im Folgenden hinsichtlich ihrer chemisch-physikalischen Stoffeigenschaften untersucht. Es werden zunächst die verwendeten Methoden und Untersuchungsumfänge beschrieben und anschließend die Ergebnisse diskutiert.

### 4.1.2 Glasübergangs-, Schmelztemperatur und Reaktionskinetik

Zur Ermittlung der Glasübergangs-, der Schmelztemperatur sowie der Reaktionskinetik der SR wurde die dynamische Differenzkalorimetrie (DSC, von engl. Differential Scanning Calorimetry) verwendet. Zur Analyse wurden jeweils ca. 5 mg des SR in einen Aluminiumtiegel gegeben, der anschließend in einem Mettler Toledo TGA/DSC3+ getestet wurde. Zunächst wurden jeweils drei Proben pro SR unter Stickstoffatmosphäre von -5 °C auf 250 °C mit einer Heizrate von 10 K/min erwärmt. Während der Erwärmung der SR, wurde fortlaufend der Wärmestrom gemessen. Durch das Schmelzen des SR oder dem Start dessen exothermer Vernetzungsreaktionen kommt es zu Änderungen des Wärmestroms, wodurch die charakteristischen Zustandsänderungstemperaturen ermittelt werden können. Die Ermittlung erfolgte mit der Auswertesoftware von Mettler Toledo nach ISO 11359-2. Neben diesen Temperaturen kann weiterhin auf den Umsatz der Vernetzungsreaktion geschlossen und hieraus Aushärtetemperaturen und -zeiten abgeleitet werden. Hierfür wurde eine modellfreie Kinetikanalyse durchgeführt, bei der zunächst jeweils eine DSC-Kurve mit einer Heizrate von 5, 7, 10 und 20 K/min aufgezeichnet wurde. Für diese Kurven wurden anschließend mit Hilfe des Auswerteprogramms der DSC die Umsatz-Zeit-Kurven sowie die Aktivierungsenergie über dem Umsatz abgeleitet. Aufbauend hierauf kann die benötigte Aushärtezeit für beliebige Isotherme modelliert werden. Zur Validierung der modellierten Isotherme und der vollständigen Aushärtung wurden die SR zunächst mit 10 K/min auf 180 °C erwärmt und für ca. 30 Minuten isotherm gehalten. Danach wurden sie zwei weitere Male von -5 °C auf 250 °C mit einer Heizrate von 10 K/min erwärmt, um deren Restreaktivität zu untersuchen. Anhand dieser Kurven wurden zudem die Glasübergangstemperaturen der ausgehärteten SRs ermittelt.

### 4.1.3 Chemorheologie

Die chemorheologischen Eigenschaften der SR in Abhängigkeit von Temperatur und Zeit wurden mit Hilfe eines Plattenrheometers des Typs ARES von TA Instruments untersucht. Die runden Probekörper hatten einen Durchmesser von 45 mm und eine Dicke von 1,5 mm. Um eine Zerstörung der sich bildenden Vernetzungen während der Messungen zu verhindern, wurden alle Messungen im oszillierenden Modus mit vorgegebener Deformation aufgenommen. Die Frequenz mit der die parallelen Platten oszillierten betrug für alle Messungen 6,283 rad/s, die benötigten Deformationen der

Probe wurden am Plattenrheometer in Vorversuchen generiert und bewegten sich in einem Bereich von 5 bis 120 %. Die Änderung der Deformation verläuft während des Versuchs in Abhängigkeit der Temperatur bzw. der sich einstellenden Viskosität automatisch. Sie muss stets so groß sein, dass das erzeugte Drehmoment im erfassbaren Messbereich des Rheometers liegt. Aus diesen erfassten Werten wurde ebenfalls automatisiert der Speicher-, der Verlustmodul sowie die komplexe Viskosität des SR bestimmt. Bei allen Messungen wurden die Proben von 80 auf mindestens 180 °C erwärmt und ausgehärtet. Untersucht wurde der Einfluss einer Temperatureinwirkungsdauer bei 60 °C auf das PE6405, wie sie bspw. bei der Herstellung der SRPs auftritt. Die Proben wurden hierfür jeweils für fünf und 15 h in einen Ofen gelegt. Ebenso wurde der Einfluss der Heizrate auf die Viskosität beider SR untersucht. Die verwendeten Heizraten entsprechen den realisierbaren Heizraten während der Laminatfertigung. Sie betrugen 1 K/min, 2,5 K/min und 8 K/min. Alle Versuche wurden drei Mal wiederholt.

### 4.1.4 Tack

Der Tack wurde in Anlehnung an [157-160] mit Hilfe eines Plattenrheometers des Typs Rheonaut von der Firma Thermo Fisher bestimmt. Hierzu wurden runde Probekörper mit einem Durchmesser von 45 mm und einer Dicke von 1,5 mm hergestellt und in das Plattenrheometer eingelegt. Die untere Platte des Rheometers hat einen Durchmesser von 60 mm, die obere Platte einen von 20 mm. Alle verwendeten Platten bestanden aus Aluminium. Nach Erreichen der Versuchstemperatur und einer Haltezeit von fünf Minuten wurden die Proben zunächst für 60 Sekunden mit einer Kraft von 5 N kompaktiert, um einen vollflächigen Kontakt zwischen Probe und den Platten zu erzielen. Anschließend erfolgte die Relaxation der Probe durch ein Auseinanderfahren der Platten, bis die Kraftmessdose den Wert von 0 N erreichte. Nach einer 30 sekündigen Haltezeit bei 0 N, wurden die Platten zur Tackmessung mit 5 mm/s auseinandergefahren. Der Versuchsablauf ist in Abbildung 4.1 schematisch dargestellt. Der Tack wurde für beide SR an Reinharzproben bestimmt und nicht an SRP-Proben, da infolge der niedrigen Imprägniertiefe des SR der Einfluss des Textils als vernachlässigbar angesehen wird. Die Versuche wurden bei 50, 70, 90 und 110 °C durchgeführt und der Tack anhand der maximal erreichten Kraft während der Messung quantifiziert. Pro SR und Temperatur wurden drei Probekörper untersucht.

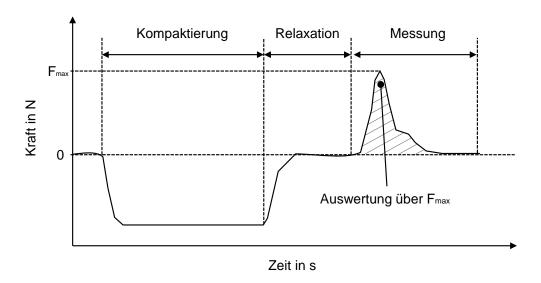


Abbildung 4.1: Schematischer Ablauf der durchgeführten Tackmessungen

# 4.1.5 Feuchtigkeitsgehalt

Der Feuchtigkeitsgehalt wurde mit einem Feuchtebestimmer vom Typ MLS\_D der Firma Kern & Sohn GmbH bestimmt. Der Feuchtebestimmer besteht aus einer Feinwaage mit einer Genauigkeit von 0,001 g und einem Infrarotstrahler, über den der Wärmeeintrag in das Substrat erfolgt. Der Feuchtigkeitsgehalt wird bestimmt, indem die SR unter fortlaufender Wägung, so lange bei 80 °C getrocknet werden, bis über einen Zeitraum von fünf Minuten keine Masseveränderung mehr gemessen wird. Über die gewogene Masse vor und nach der Trocknung wird der Feuchtigkeitsgehalt berechnet. Für beide SR wurde der Feuchtigkeitsgehalt jeweils drei Mal gemessen.

### 4.2 Ergebnisse der Analysen

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse der Analysen diskutiert und Wertebereiche für die in Kapitel 3.3 als relevant identifizierten Prozessparameter abgeleitet. Diese Wertebereiche fließen dann in die Erstellung der Richtlinien zur Prozesskette ein.

### 4.2.1 Glasübergangs-, Schmelztemperatur und Reaktionskinetik

In Abbildung 4.2 sind exemplarisch die DSC-Kurven des PE6405 und des E1040 dargestellt. Der Verlauf der Kurven ist für beide Systeme quasi identisch, mit einem endothermen Peak bei ca. 48 °C und einem exothermen Peak bei ca. 195. Der endotherme Ausschlag deutet bei beiden Systemen auf die Glasübergangs- bzw.

Schmelztemperatur hin, zwischen denen es einen fließenden Übergang gibt. Die Glasübergangs- bzw. Schmelztemperatur der unausgehärteten SR beträgt für das PE6405  $45,5\pm0,7\,^{\circ}$ C und für das E1040  $41,4\pm0,4\,^{\circ}$ C. Die Messungen an zwei Jahre gealterten E1040, das lichtgeschützt bei 20  $^{\circ}$ C gelagert wurde, ergaben keine Verschiebung der Glasübergangstemperatur und somit keine feststellbare Alterung (siehe Anhang B). Der exotherme Ausschlag der Kurven zeigt den Bereich der Vernetzungsreaktion an. Bei beiden Systemen startet die Vernetzungsreaktion bei einer Temperatur zwischen 140 und 150  $^{\circ}$ C. [161]

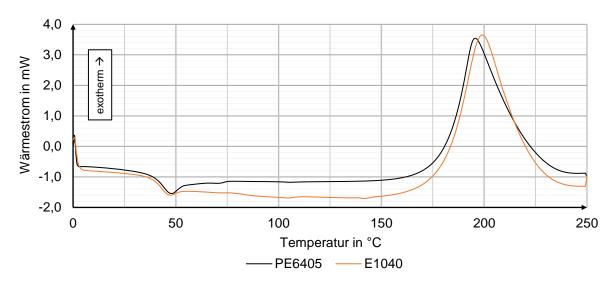


Abbildung 4.2: DSC-Kurven des PE6405 und E1040 unter Stickstoffatmosphäre mit einer Heizrate von 10 K/min

## Ermittlung eines geeigneten Aushärtezyklus

Zur Ermittlung der Aushärtezeit für eine isotherme Aushärtung wurde eine modellfreie Kinetikauswertung durchgeführt. Da die DSC-Kurven und charakteristischen Temperaturen für beide Materialien quasi identisch sind, wird angenommen, dass auch der Aushärtezyklus für beide Materialien ähnlich ist. Aus diesem Grund wurde die modellfreie Kinetikauswertung zunächst nur für das E1040 durchgeführt und der ermittelte Aushärtezyklus anschließend für beide Materialien validiert. In Abbildung 4.3 sind die DSC-Kurven des E1040 für verschiedene Heizraten sowie die korrespondierenden Umsatz-Temperatur-Kurven abgebildet.

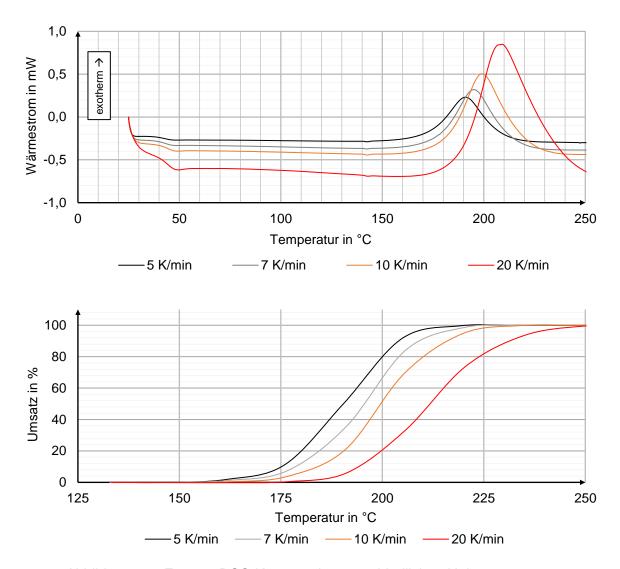


Abbildung 4.3: E1040 - DSC-Kurven mit unterschiedlichen Heizraten unter Stickstoffatmosphäre (oben) und dazugehörige Umsatz-Temperatur-Kurven (unten)

Aufbauend auf diesen Kurven wurden die Umsatz-Zeit-Kurven für verschiedene Isothermen ermittelt (Abbildung 4.4). Die minimal modellierbare Umsatz-Zeit-Kurve konnte für eine Isotherme von 150 °C erstellt werden, da es unterhalb dieser Temperatur keinen auswertbaren exothermen Peak in den DSC-Kurven gibt. Zur Minimierung der Aushärtezeit sollte eine möglichst hohe Aushärtetemperatur gewählt werden, bei der die vorhandenen Hilfsmaterialien noch eingesetzt werden können. Die Hilfsmaterialien weisen eine Einsatztemperatur von maximal 200 °C auf. Die verwendete Ofentemperatur muss meist höher sein als die angestrebte Aushärtetemperatur, um diese in möglichst kurzer Zeit über die gesamte Laminatdicke erreichen zu können. Aus diesem Grund wurde die maximal verwendbare Aushärtetemperatur auf 180 °C festgelegt.

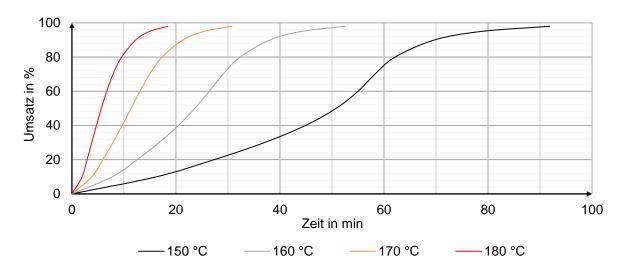


Abbildung 4.4: E1040 - modellierte Umsatz-Zeit-Kurven für verschiedene Isotherme

Bei einer Isothermen von 180 °C beträgt die modellierte Aushärtezeit ca. 20 Minuten. Zur Validierung der Aushärtezeit von 20 Minuten bei 180 °C wurde die DSC-Kurve des E1040 für die entsprechende Isotherme für 30 Minuten aufgenommen (siehe Abbildung 4.5). Da nach einer Haltezeit von 20 Minuten die Reaktion noch nicht vollständig abgeschlossen ist, wurde die Aushärtezeit für die Laminatfertigung auf 30 Minuten festgelegt.

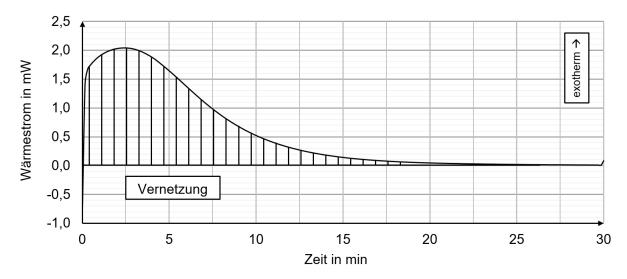


Abbildung 4.5: Isotherme DSC-Kurve des PE6405 bei 180 °C, Aufheizung mit einer Heizrate von 10 K/min unter Stickstoffatmosphäre

Die zur Ermittlung des Aushärtezyklus für das PE6405 aufgenommene Isotherme bei 180 °C ist in Abbildung 4.6 dargestellt. Es ist zu erkennen, dass nach einer Haltezeit von ca. 27 Minuten keine exotherme Reaktion mehr messbar ist.

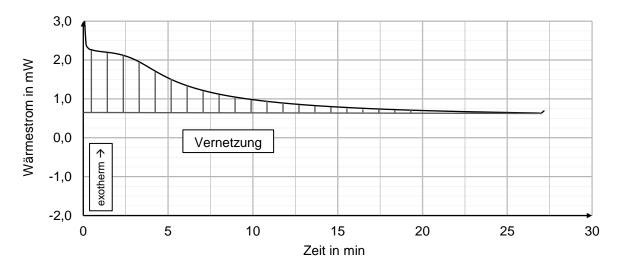


Abbildung 4.6: Isotherme DSC-Kurve des PE6405 bei 180 °C, Aufheizung mit einer Heizrate von 10 K/min unter Stickstoffatmosphäre

Die zur Validierung der vollständigen Aushärtung durchgeführten DSC-Messungen in Form einer 2. und 3. Aufheizkurve sind in Abbildung 4.7 abgebildet.

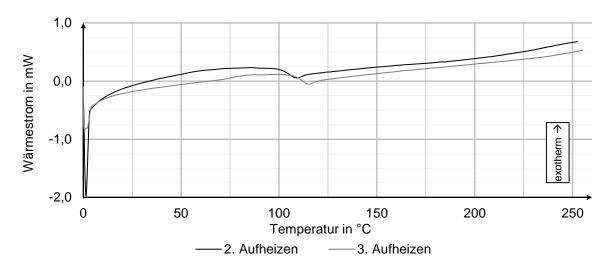


Abbildung 4.7: 2. und 3. Aufheizkurve von -5 bis 250 °C des PE6405, Heizrate 10 K/min

Zwischen 2. und 3. Aufheizkurve ist eine Verschiebung des endothermen Peaks, der auf die  $T_g$  des ausgehärteten SRs hinweist, erkennbar. I. d. R. deutet eine Verschiebung der  $T_g$  auf eine Restreaktivität und somit eine unvollständige Aushärtung des Systems hin. Allerdings ist bei Epoxidsystemen in Verbindung mit DICY oft eine Restreaktivität erwartbar (vgl. Kapitel 2.2.1). Die Restreaktivität des PE6405 nach dem verwendeten Aushärtezyklus wird als gering eingeschätzt, da die ermittelte  $T_g$  im Bereich der Datenblattangabe von ca. 106 °C liegt (vgl. Anhang A). Der Aushärtezyklus für die Laminatfertigung wird deshalb ebenfalls auf 30 Minuten bei 180 °C festgelegt.

### 4.2.2 Chemorheologie

In Abbildung 4.8 sind die Viskositäts-Temperatur-Kurven der untersuchten SR für eine Heizrate von 2,5 K/min dargestellt. Das PE6405 weist hierbei eine leicht geringere Viskosität über den gesamten Temperaturbereich auf. Die minimal erreichte Viskosität liegt bei beiden SR zwischen 2 und 3 Pa\*s und für die gewählte Heizrate somit unter der Anforderung von 10 Pa\*s.

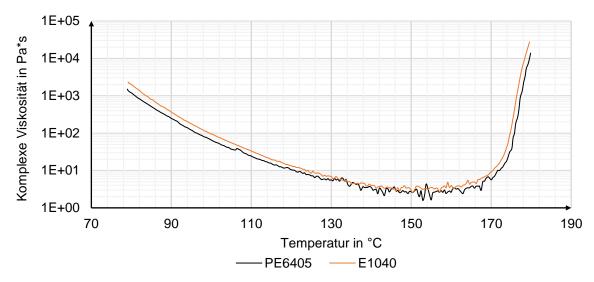


Abbildung 4.8: Viskositäts-Temperatur-Kurve der SR bei einer Heizrate von 2,5 K/min

Eine Möglichkeit zur Senkung der minimalen Viskosität besteht in der Erhöhung der Heizrate (vgl. Kapitel 2.2.1, Abbildung 2.15). Der Einfluss der Heizrate auf das PE6405 ist in Abbildung 4.9, der Einfluss auf das E1040 in Abbildung 4.10 dargestellt. Bei dem PE6405 führt die Erhöhung der Heizrate erwartungsgemäß zu einer Verringerung der minimalen Viskosität. Bei der Verwendung einer Heizrate von 8 K/min kann der Wert von 1 Pa\*s erreicht werden. Die Verwendung höherer Heizraten führt jedoch auch zu einer Reduzierung der Topfzeit der SR, infolge einer Beschleunigung der Vernetzungsreaktion. Eine zu starke Reduzierung der Topfzeit kann bei der Laminatfertigung aufgrund eines unzureichenden Harzflusses zu einer unvollständigen Imprägnierung der Textilien führen. Betrachtet man für die verschiedenen Heizraten die Zeit in der die Viskosität des PE6405 unter der Grenzviskosität von 10 Pa\*s liegt, ergibt sich für eine Heizrate von 1 K/min eine Topfzeit von ca. 35 Minuten, für 2,5 K/min von 20 Minuten und für 8 K/min von 9 Minuten. Die Auswirkungen dieser Topfzeitreduzierung auf die Laminatqualität werden in Kapitel 7.3.3 diskutiert.

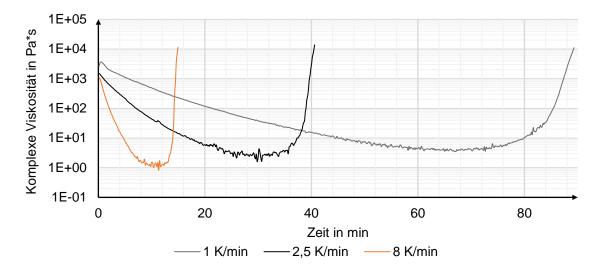


Abbildung 4.9: Einfluss der Heizrate auf die Viskosität des PE6405

Die minimal erreichbare Viskosität des E1040 nimmt ebenfalls mit steigender Heizrate ab. Sie liegt bei einer Heizrate von 8 K/min bei ca. 2 Pa\*s. Die sich ergebenden Topfzeiten sind, aufgrund der im Vergleich insgesamt höheren Viskosität, kürzer als die des PE6405. Für eine Heizrate von 1 K/min beträgt die Topfzeit des E1040 ca. 34 Minuten, für 2,5 K/min ca. 18 Minuten und für 8 K/min ca. 7 Minuten.

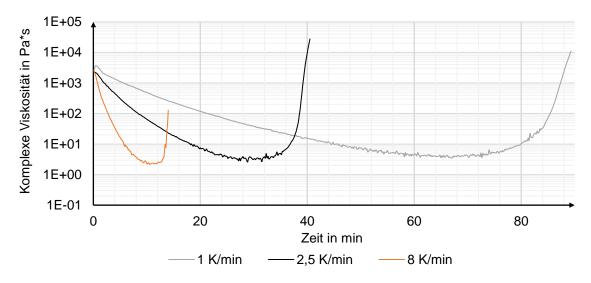


Abbildung 4.10: Einfluss der Heizrate auf die Viskosität des E1040

Neben der Heizrate kann auch eine Temperaturexposition vor der finalen Aushärtung die minimal erreichbare Viskosität der SR beeinflussen (vgl. Kapitel 2.2.1, Abbildung 2.16). In Abbildung 4.11 ist die Auswirkung einer Temperaturexposition bei 60 °C für eine Dauer von fünf und 15 Stunden auf die Viskosität des PE6405 dargestellt.

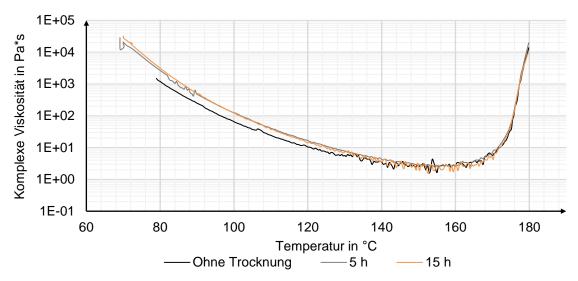


Abbildung 4.11: Einfluss der Temperatureinwirkungsdauer bei 60 °C auf die Viskosität des PE6405

Die Temperatureinwirkung erhöht die Viskosität des PE6405 im Temperaturbereich von 70 bis ca. 135 °C leicht. Die Einwirkungsdauer hat jedoch keinen relevanten Einfluss auf den Viskositätsverlauf und die minimal erreichbare Viskosität. Dies korreliert mit den DSC-Messungen, die in diesem Bereich keinen exothermen Peak aufweisen.

### 4.2.3 Tack

Die Ergebnisse der Tackmessungen sind in Abbildung 4.12 für beide SR dargestellt.

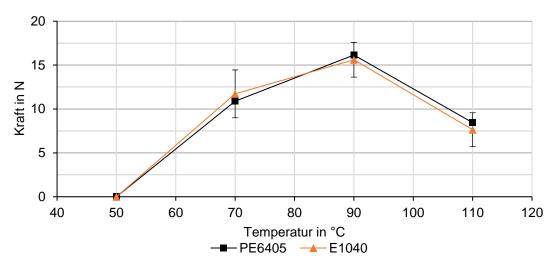


Abbildung 4.12: Tack der untersuchten SR über der Temperatur

Für beide SR ergeben sich quasi identische Verläufe, jeweils mit den aus der Literatur bekannten "glockenförmigen" Verläufen [160]. Bei einer Temperatur von 50 °C und darunter sind beide SR tackfrei. Mit steigender Temperatur nimmt der Tack der Systeme bis zu einer Temperatur von 90 °C zu, bei dem der Tack seinen Peak erreicht.

Bei weiter steigenden Temperaturen nimmt der Tack wieder ab. Für die Richtlinien zum Preforming der SRPs wird deshalb eine Temperatur zwischen 70 und 90 °C angestrebt.

## 4.2.4 Feuchtigkeitsgehalt

Am Tag der Messungen bewegte sich die Temperatur zwischen 20 bis 23 °C, die relative Luftfeuchtigkeit lag bei 30 %. Das PE6405 weist mit 0,41 Massen-%  $\pm$  0,02 p.p. einen höheren Feuchtigkeitsgehalt auf, als das E1040 mit 0,16 Massen-%  $\pm$  0,01 p.p. Dies ist vermutlich auf die kleinere Partikelgröße des pulverförmigen PE6405 zurückzuführen. Der ermittelte Wert für das PE6405 entspricht mit 0,41 % den Literaturwerten bei einer lichtgeschützten Lagerung bei Raumtemperatur. [122]

### 4.3 Erfüllungsgrad der Anforderungsliste und abgeleitete Richtlinien

In Tabelle 4.2 erfolgt der Abgleich zwischen Anforderungen und deren Erfüllungsgrad. Bis auf die kommerzielle Verfügbarkeit des E1040, können beide untersuchten SR alle Anforderungen erfüllen. Aus den Untersuchungen lassen sich Richtlinien zur SRP-Herstellung und FKV-Fertigung ableiten. Die Temperaturen bei der SRP-Herstellung sollten 140 °C nicht überschreiten, um eine Vorhärtung der SR zu vermeiden. Das Preforming sollte bei einer Temperatur von 90 °C erfolgen, bei der der Tack am höchsten ist. Die Aushärtung der SR sollte bei 180 °C für 30 Minuten erfolgen. Vorausgehend kann infolge der Feuchtigkeitsaufnahme der SR ein Trocknungszyklus notwendig sein. Die Notwendigkeit hierfür wird in Kapitel 7 betrachtet.

Tabelle 4.2: Erfüllungsgrad der Anforderungsliste

Kategorie	Anforderung qualitativ	Anforderung detailliert / quantitativ	F/ W	PE6405	E1040
Aushärtetemperatur	Niedrige Temperatur	< 200 °C	F	<b>&gt;</b>	<b>✓</b>
Aushärtezeit	Kurze Aushärtezeiten	< 1 h	F	<b>✓</b>	<b>✓</b>
Minimale Viskosität	Geringe Viskosität für robuste Mikroimprägnierung bei max. 1 bar Verarbeitungsdruck	< 10 Pa*s	F	<b>✓</b>	<b>✓</b>
Lagerbarkeit bei Raumtemperatur	Deutlich längere Haltbarkeit als Flüssigharzprepregs	> 1 Jahre	W	<b>&gt;</b>	<b>✓</b>
Kommerzielle Ver- fügbarkeit	Kommerziell und kurzfristig verfügbares SR	-	W	<b>✓</b>	~

# 5 Herstellung und Analyse von Feststoffharzprepregs mit Musterimprägnierung

In diesem Kapitel werden zunächst Technologien zur Herstellung epoxidbasierter SRPs mit Musterimprägnierung im Labormaßstab evaluiert. Anschließend werden zwei der evaluierten Technologien umgesetzt und mit deren Hilfe SRPs hergestellt. Schließlich werden die hergestellten SRPs analysiert und die Herstellungsmethoden anhand der Anforderungslisten aus Kapitel 3.2.2 bewertet sowie Herstellungsrichtlinien abgeleitet. Die entwickelten Herstellungsmethoden dienen der Beantwortung der Forschungsfragen und sollen nicht die Anforderungen einer Herstellung im Industriemaßstab erfüllen.

# 5.1 Evaluierung geeigneter Technologien zur Prepreg-Herstellung

Zur Evaluierung geeigneter Technologien für die Applikation von SR auf textilbasierte Substrate wurden im Stand der Technik bereits etablierte Technologien erfasst. In diesem Kapitel wird deren Potential für die Herstellung von SRPs mit Musterimprägnierung betrachtet. Die ausgewählten Technologien sowie deren Beschreibung und Evaluierung der Vor- und Nachteile sind in Tabelle 5.1 dargestellt.

Tabelle 5.1: Evaluierung geeigneter Technologien zur Herstellung bemusterter SRPs

Technologie	Beschreibung der Technologie	Vor- und Nachteile
Pulversprühen	Bei dem Beschichten von Substraten durch Pulversprühen wird ein Pulver-Luftgemisch mittels Sprühpistolen elektrostatisch aufgeladen und auf ein geerdetes Substrat aufgebracht. In einem nachfolgenden Schritt wird das Pulver durch Temperatureinwirkung geschmolzen und ggf. ausgehärtet.	<ul> <li>Investitionskosten</li> <li>Genauigkeit der Muster, da keine Maske verwendet wer- den kann (Hinterschnitte)</li> </ul>
FDM-3D-Druck	Beim FDM-3D-Druck wird strangförmiges Material durch eine beheizte Düse gedrückt. Währenddessen wird das Material aufgeschmolzen und mittels Portalsystem auf das Substrat aufgetragen. Durch die kühlere Raumtemperatur erstarrt das gedruckte Material.	<ul> <li>stellung</li> <li>Sprödigkeit des SR führt zu Zerbröckeln des Strangs wäh- rend der Förderung</li> </ul>

3D-Druck mit Extruder- schnecke	Beim 3D-Druck mit Extruderschnecke wird pellet- oder granulatförmiges Material, ähnlich dem Spritzguss, durch eine beheizte Düse gedrückt und aufgeschmolzen. Das aufgeschmolzene Material wird äquivalent zum FDM-3D-Druck mittels Portalsystem aufgetragen und erstarrt infolge der einwirkenden Raumtemperatur.	+ +	Sprödigkeit stellt kein Problem dar Designfreiheit bei Mustererstellung Gefahr einer Aushärtung des SR in der Förderzone Pulverförmiges Material schlecht verarbeitbar Lange Zykluszeit
3D-Druck mit Spritzenpumpen	Das Material wird beim 3D-Druck mit Spritzenpumpen in einer beheizten Spritzenpumpe gespeichert. Das hierin vollständig aufgeschmolzene Material verweilt in der Spritzenpumpe und wird durch eine beheizte Düse auf das Substrat aufgetragen. Äquivalent zu den bereits vorgestellten 3D-Druck-Verfahren erfolgt die Applikation des Materials mit Hilfe eines Portalsystems mit anschließender Erstarrung.	+	Sprödigkeit stellt kein Problem dar Designfreiheit bei Mustererstellung Gefahr einer Aushärtung des SR in der Förderzone Viskositätserhöhung des SR durch lange Verweildauer im aufgeschmolzenen Zustand Nur batchweise Verarbeitung Lange Zykluszeit
Siebdruck	Beim Siebdruck wird eine vorgefertigte Maske auf das Substrat gelegt und mit Hilfe eines Rakels die ausgeschnittenen Bereiche der Maske mit einem pulverförmigen Material gefüllt. Durch einen Wärmeeintrag erfolgt das Sintern und Schmelzen des Materials. Im Anschluss wird die Maske entfernt und das erstarrte Material verbleibt als Negativ der verwendeten Maske auf dem Substrat.	+ + + +	Niedrige Investitionskosten Etablierte und einfache Technologie Gute Skalierungsmöglichkeiten Hohe Genauigkeit Kurze Zykluszeiten  Geringere Flexibilität als 3D-Druck-Verfahren Hoher Invest für Automatisierung

Es wurde sich für die Umsetzung von zwei Technologien entschieden, die jeweils die Nachteile der anderen ausgleichen. Die Auswahl zielt zum einen darauf ab eine schnell umsetzbare Technologie zu entwickeln, mit der größere Mengen SRPs für die Laminatfertigung im Labormaßstab effizient hergestellt werden können. Zum anderen soll eine Technologie mit hoher Flexibilität im Musterdesign umgesetzt werden, um die Drapiereigenschaften in Abhängigkeit der Musterform zu untersuchen. Das Siebdruckverfahren wurde für die Herstellung der SRPs zur Laminatfertigung ausgewählt, da die Investitionskosten und die Zykluszeit niedrig sind sowie die Möglichkeit einer schnellen Umsetzung gegeben ist. Der 3D-Druck mit Extruderschnecke wurde für die Herstellung

der SRPs zur Untersuchung des Verarbeitungsverhaltens ausgewählt. Die Technologie bietet eine hohe Flexibilität im Musterdesign und kann granulatförmiges SR verarbeiten. Die erhöhte Zykluszeit zur Herstellung der SRP-Lagen ist aufgrund der einlagigen Probekörper bei Drapierversuchen und den hierdurch reduzierten Bedarf an SRPs hinnehmbar.

In den nachfolgenden Kapiteln werden die beiden entwickelten Herstellungsverfahren beschrieben, mit ihnen hergestellte SRPs analysiert sowie abschließend beide Herstellungsmethoden anhand der Anforderungsliste aus Kapitel 3.2.2 bewertet.

# 5.2 Herstellung mittels Siebdruckverfahren

Bei dem entwickelten Siebdruckverfahren werden die Muster durch Auflegen von Masken auf die Gewebelagen und anschließendem Aufbringen des Pulverharzes erzeugt. Zur Herstellung der Musterprepregs wird als Maske ein lasergeschnittenes Lochblech verwendet. Das SR-Pulver wird dabei mit Hilfe eines Rakels über das Lochblech gezogen und füllt dessen freien Stellen. Durch einen ausreichenden Wärmeeintrag wird das Pulver in der gewünschten Musterform, die dem Negativ der Maske entspricht, auf die Gewebelage aufgeschmolzen und das SRP hergestellt. Als Wärmequelle wird eine Heizplatte verwendet, auf die sowohl die Textillage als auch das Lochblech gelegt werden. Der entwickelte Herstellprozess ist in Abbildung 5.1 schematisch dargestellt.

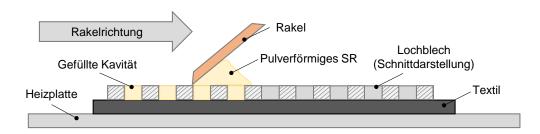


Abbildung 5.1: Schematische Darstellung des entwickelten Siebdruckprozesses zur Herstellung bemusterter SRPs

Das Aufrakeln des Pulvers erfolgt bei einer Temperatur von 55 °C. Die während des Prozesses auf das Textil aufgebrachte Pulverharzmenge hängt von der Schüttdichte des Pulvers sowie dem ausgewählten BG und der Dicke des Lochbleches ab. Nach dem Aufrakeln und ersten Sintern des Pulvers wird das Lochblech von der Textillage abgehoben und die Temperatur der Heizplatte auf 70 °C erhöht, wodurch das Pulver

komplett aufgeschmolzen und mit der Textillage verbunden wird. Zur Bewertung der Herstellungsmethode erfolgt eine Analyse der hergestellten SRP.

# 5.3 Herstellung mittels 3D-Druck

Für die Herstellung mittels 3D-Druck wurde ein Ender 5 Pro FDM-Drucker des Herstellers Creality umgebaut. Dabei wurde die vorhandene Filamentextrudereinheit durch eine Extrudereinheit mit Extruderschnecke (Abbildung 5.2) ersetzt, die mit Hilfe der VDI-Richtlinie 2221 entwickelt wurde.

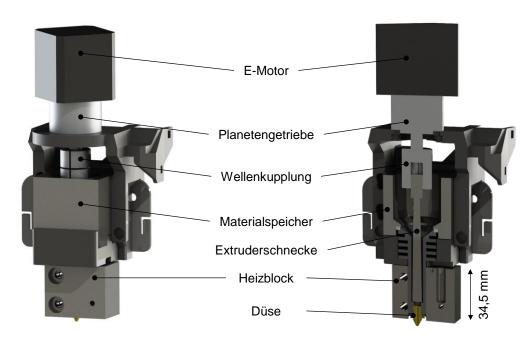


Abbildung 5.2: Extrudiereinheit mit Extruderschnecke (links) und Schnittdarstellung (rechts)

Zur Förderung des Granulats wird eine Extruderschnecke aus Edelstahl mit einem Durchmesser von acht und einer Länge von 82 Millimetern verwendet. Sie ist über eine Wellenkupplung mit einem NEMA17-Schrittmotor mit 5:1 Planetengetriebe verbunden. Aufgrund der geringen Wellenlänge wurde sich für die Umsetzung eines sogenannten "Hot Barrel"-Designs entschieden, bei dem das komplette Material in einem Materialspeicher aus Aluminium aufgeschmolzen wird [162]. Hierdurch kann ein Verstopfen des Förderbereichs aufgrund von agglomeriertem Granulat verhindert werden, das infolge eines zu geringen Temperaturgradientens zwischen Heizzone und Materialspeicher entstehen kann. Das Aufschmelzen des Granulats erfolgt mit einem Heizblock, in den eine Heizpatrone eingesetzt wurde. Der maximale Druckbereich beträgt

200 x 200 mm². In Tabelle 5.2 sind die für die SRP-Herstellung verwendeten Parameter aufgelistet. Die mit diesen Druckparametern hergestellten SRPs wurden zur Bewertung der Herstellungsmethode ebenfalls analysiert.

Tabelle 5.2: Verwendete Druckparameter zur SRP-Herstellung

Parameter	Wert
Düsendurchmesser	0,50 mm
Schichthöhe	0,32 mm
Druckgeschwindigkeit	30 mm/s
Düsentemperatur	105 °C
Druckbetttemperatur	50 °C

# 5.4 Materialien und Methoden zur Analyse der hergestellten Feststoffharzprepregs

Im Folgenden werden die verwendeten Materialien und Methoden zur Ermittlung der geometrischen sowie gravimetrischen Eigenschaften der hergestellten Feststoffharzprepregs erläutert. Neben der Analyse etablierter Kennwerte wie dem Flächengewicht, dem Fasermassengehalt oder des Bulk Factors, werden auch musterspezifische Kennwerte ermittelt, wie die Musterelementgeometrie und der BG des Musters.

# 5.4.1 Verwendete Materialien und SRP-Parameter

# **Siebdruck**

Für die Herstellung der SPRs im Siebdruckverfahren wurde das pulverbasierte SR PE6405 sowie das Kohlenstofffasergewebe KDK 8045 der Firma Sigratex verwendet. Das Gewebe weist eine Köper 2/2 Bindung sowie ein Flächengewicht von 400 g/m² auf. Die verwendeten 6k Rovings haben 400 tex und eine Dichte von 1,77 g/cm³ (vgl. Anhang A). Der Zielwert für den FMG der SRPs wurde auf 55 % festgelegt, wodurch sich ein Zielflächengewicht von 727,27 g/m² ergibt. Für die Analysen wurden SRPs mit quadratischen und rechteckigen Mustern mit einem BG von jeweils 60 und 75 % hergestellt (Abbildung 5.3). Zur Erhöhung der Übersichtlichkeit werden die Bezeichnungen der SRPs mittels eines Buchstabens und einer nachfolgenden Zahl abgekürzt; der vorgestellte Buchstabe bezieht sich auf die Musterelementgeometrie (Q für Quadrate; R für Rechtecke), die nachfolgende Zahl beschreibt den BG in Prozent.

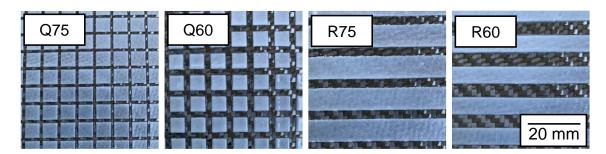


Abbildung 5.3: Für die Analyse hergestellte SRP-Typen

In Tabelle 5.3 sind die Maße der Musterelemente, die Elementanordnung sowie die verwendeten Abkürzungen angegeben.

Tabelle 5.3: Detaillierte Beschreibung der untersuchten SRP-Typen

Musterelementgeometrie	BG	Elementanordnung	Abkürzung
Quadrate, 10x10x0.4 mm³	75 %	Äquidistant, quadratisch gepackt	Q75
Quadrate, 8x8x0.5 mm³	60 %	Äquidistant, quadratisch gepackt	Q60
Rechtecke, 200x10x0.4 mm³	75 %	Äquidistant, parallel zueinander und zur Schussfadenrichtung	R75
Rechtecke, 200x8x0.5 mm³	60 %	Äquidistant, parallel zueinander und zur Schussfadenrichtung	R60

# 3D-Druck

Zur Herstellung der SRPs mittels 3D-Druck wurde das granulatförmige E1040 und das Glasfasergewebe HexForce 01102 100 TF970 der Firma Hexcel verwendet (vgl. Anhang A). Das ausgeglichene Köper 2/2 Gewebe weist ein Flächengewicht von 290 g/m² und eine Fadendichte von 7 Fäden/cm auf, mit jeweils 68 tex. Hergestellt und untersucht wurden quadratische Muster mit den Kantenlängen 4, 6, 8 und 10 mm und jeweils einem BG von 60 und 80 %. Alle Musterelemente wurden mit einer Zieldicke von 0,64 mm gedruckt. Der Zielwert des FMG betrug für einen BG von 60% somit 37,66 % und für einen BG von 80 % jeweils 31,18 %. Hieraus ergibt sich ein Zielflächengewicht von 770,05 g/m² für einen BG von 60 % und 930,08 g/m² für einen BG von 80 %. In den nachfolgenden Kapiteln wird auf die verwendeten Analysemethoden zur Evaluierung der hergestellten SRPs sowie den Umfang der Analysen eingegangen.

# 5.4.2 Musterelementgeometrie

Die Länge, Breite und Höhe der Musterelemente wurde durch 3D-Scannen mit Hilfe eines Zeiss Smartzoom 5 Digitalmikroskops ermittelt. Hierfür wurden pro Musterelementgeometrie jeweils fünf Musterelemente vermessen und der Mittelwert gebildet.

# 5.4.3 Bedeckungsgrad

Der BG wurde äquivalent zur Bestimmung der Musterelementgeometrie mit Hilfe der 3D-Scan-Funktion des Zeiss Smartzoom 5 Digitalmikroskops bestimmt. Hierfür wurden zunächst die Abstände zwischen einzelnen Musterelementen in Kett- und Schussfadenrichtung der SRPs gemessen. Anschließend wurde der BG mit Hilfe der ermittelten Musterelementgrößen berechnet. Für den Siebdruck wurden die SRP-Typen aus Tabelle 5.3 untersucht und für den 3D-Druck Q60-SRPs.

# 5.4.4 Fasermassengehalt

Der FMG der SRPs wurde durch Wägung des verwendeten Textils vor und nach der SR-Applikation und anschließender Subtraktion dieser Werte ermittelt. Für jede SRP-Konfiguration wurden zwölf SRPs hergestellt und der FMG bestimmt. Die Größe der SRPs betrug für die Siebdruck-SRPs jeweils 250 x 200 mm², für die 3D-gedruckten 100 x 100 mm².

# 5.4.5 Flächengewicht

Das Flächengewicht der hergestellten SRPs ist ein wichtiger Kennwert zur Kontrolle der Robustheit des Herstellungsprozesses. Zur Ermittlung wurden SRPs mit einer Größe von  $250 \times 200 \text{ mm}^2$  für siebgedruckte SRPs und  $100 \times 100 \text{ mm}^2$  für 3D-gedruckte SRPs hergestellt und mit einer Sartorius-Waage LP 6200 mit einer Genauigkeit von  $\pm 0,01$  g gewogen. Zur Ermittlung des Flächengewichts wurden je SRP-Konfiguration zwölf SRPs jeweils drei Mal gewogen und der Mittelwert gebildet.

#### 5.4.6 Bulk Factor

Zur Ermittlung des BFs wurde jeweils die Dicke eines Stacks bestehend aus vier SRP Lagen an den in Abbildung 5.4 gekennzeichneten Stellen drei Mal gemessen. Nachdem der Stack mittels VBO-Verfahren (Aufbau und Methode siehe Kapitel 7.3.1) zu

einem Laminat verarbeitet wurde, wurden die Messungen an den gleichen Stellen mit Hilfe eines Höhenmessers wiederholt.

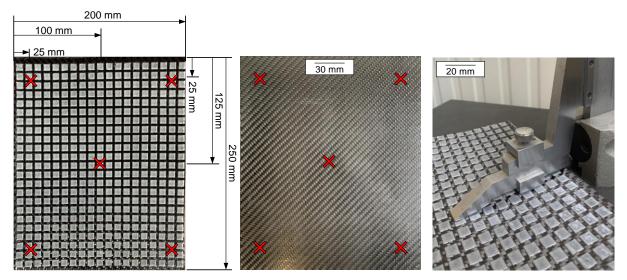


Abbildung 5.4: Dickenmessung des SRP-Stacks (links) und gefertigter Laminate (Mitte) mit einem Höhenmesser (rechts)

Mit Hilfe der gemittelten Stackdicke  $t_{SRP}$  und der gemittelten Laminatdicke  $t_{Laminat}$  konnte anschließend der Bulk Factor BF nach Formel (3) berechnet werden:

$$BF = \frac{t_{SRP}}{t_{Laminat}} \tag{3}$$

Pro SRP-Typ wurden drei Laminate untersucht und der BF der verwendeten SRPs berechnet. Der Wert des BF ist hierbei hauptsächlich von der Dicke der SRP-Lagen abhängig, die primär von der Musterelementdicke abhängt. Da die Herstellungsmethode bei hinreichender Herstellungsgenauigkeit die resultierende Dicke der SRP-Lagen nicht signifikant beeinflusst, werden für die Analyse des BFs ausschließlich siebgedruckte SRPs verwendet.

#### 5.5 Ergebnisse der Analysen

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse der in Kapitel 5.4 vorgestellten Analysen diskutiert. Aufbauend auf diesen Ergebnissen erfolgt die Bewertung der Herstellungsmethoden. Die Ergebnisse der einzelnen Methoden werden nach der Herstellungsmethode aufgeschlüsselt, wobei jeweils zunächst auf das Siebdruckverfahren und anschließend auf das 3D-Druck-Verfahren eingegangen wird.

# 5.5.1 Musterelementgeometrie

# **Siebdruck**

In Abbildung 5.5 ist die Analyse eines Q60 Elements sowie des BGs eines Q75-SRPs dargestellt. Deutlich zu erkennen ist die Abrundung der oberen Musterelementkanten und somit eine leichte Abweichung von der perfekten Quaderform. Diese Abrundung entsteht aufgrund von Oberflächenspannungs- und Benetzungseffekten die aus dem Aufschmelzen des SR resultieren. Die Abrundungen sind bei SRPs mit niedrigeren BG ausgeprägter, da hier der Einfluss dieser Effekte signifikanter und der Einfluss einer Schwankung der Partikelgrößen auf die Sinterung größer ist. Dennoch zeigen die Musterelemente eine hohe geometrische Reproduzierbarkeit, deren maximale Abweichungen von Länge, Breite und Höhe kleiner gleich ± 0,25 mm liegen. Somit wurde die Anforderung von einer maximalen Abweichung von ± 1 mm erreicht.

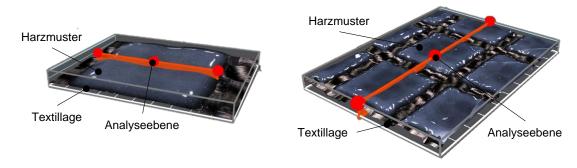


Abbildung 5.5: 3D-Analyse eines Q60-Musterelements (links) und eines Q75-SRPs (rechts)

#### 3D-Druck

Die 3D-gedruckten SRPs wurden direkt nach dem Drucken vermessen, ohne einen zusätzlichen Aufschmelzschritt. Aus diesem Grund weisen die Musterelemente eine für 3D-gedruckte Strukturen charakteristische, rauere Oberfläche auf, als die Siebdruckelemente. Infolgedessen sind die aufgrund von Benetzungseffekten entstehenden Abrundungen der Musterelemente geringer. Die Genauigkeit der 3D-gedruckten SRPs liegt bei  $\pm 0,3$  mm für Kantenlängen von 6 und 8 mm. Bei einer Kantenlänge von 10 mm liegt die Genauigkeit bei  $\pm 0,2$  mm. Bei einer Kantenlänge von 4 mm nimmt die Genauigkeit aufgrund von Oozing, also einem unkontrollierten Materialfluss aus der Düse, ab. Sie liegt hier bei  $\pm 0,8$  mm. Eine genauere Fertigung von kleinen Mustern könnte ggf. mit geringeren Düsendurchmessern erreicht werden.

## 5.5.2 Bedeckungsgrad

# **Siebdruck**

Bei den siebgedruckten SRPs muss aufgrund des Lochblechdesgins zwischen dem lokalen BG bei Betrachtung einer Einheitszelle und dem globalen BG der zugeschnittenen SRP-Lage unterschieden werden. Die Lochbleche wurden für die Herstellung aller verwendeter SRP-Typen derart designt, dass nur komplette Musterelemente auf den Lagen erzeugt werden. Dies führte zu einer Veränderung des tatsächlichen BGs der SRP-Lagen, woraus eine Anpassung der erwarteten Größen für den Fasermassengehalt, das Flächengewicht sowie der aufzubringenden Pulvermasse resultierte. Betrachtet man beispielhaft ein R60-SRP führt die Wahl der Lagengröße von 250 x 200 mm² dazu, dass eine Rechteckreihe des Musters gerade nicht mehr in den Ausschnittbereich passt. Durch den Wegfall dieser Musterreihe kommt es zu einer Abweichung des BGs der ausgeschnittenen SRP-Lage. Dieser Effekt wird für kleine SRP-Lagen sowie für niedrige BG signifikanter, da hier die abgeschnittene Masse an SR pro Musterelement sowie das Verhältnis zwischen abgeschnittener SR-Masse zur Gesamtmasse des SR auf den Lagen größer ist. Die angepassten Werte sind in Tabelle 5.4 aufgelistet und dienen als neue Zielwerte für die Siebdruckherstellung.

Tabelle 5.4: Tatsächlicher globaler BG der Mustertypen sowie die erwarteten Größen für die Pulverauftragsmasse, den Fasermassengehalt und das Flächengewicht

Mustertyp	Tatsächlicher globaler BG	Erwartete Pulverauf- tragsmasse		
Q75	71,40 %	15,58 g	57,15 %	711,56 g/m <sup>2</sup>
R75	73,89 %	16,12 g	55,66 %	722,43 g/m <sup>2</sup>
Q60	55,94 %	15,26 g	58,04 %	705,13 g/m <sup>2</sup>
R60	53,31 %	14,54 g	60,01 %	690,78 g/m²

Die ermittelten lokalen BG weisen geringer Abweichungen zu den Zielwerten auf. Für Q75-SRPs beträgt der BG 73,67 %  $\pm$  1,25 p.p., für R75-SRPs 73,78 %  $\pm$  1,47 p.p., für Q60-SRPs 59,51 %  $\pm$  1,30 p.p. und für R60-SRPs 57,73 %  $\pm$  0,43 p.p., der geforderte Toleranzbereich von  $\pm$  5 p.p. kann somit für alle SRP-Typen erreicht werden.

# 3D-Druck

Bei 3D-gedruckten SRPs muss nicht nach globalem und lokalem BG unterschieden werden, da hier die Musterelemente am Rand partiell gedruckt wurden. Der BG für Q60-SRPs beträgt  $64,30 \% \pm 3,00 \text{ p.p.}$  und liegt somit im Toleranzbereich.

# 5.5.3 Fasermassengehalt

#### <u>Siebdruck</u>

In Tabelle 5.5 sind die Ergebnisse der FMG-Analyse nach Mustertyp dargestellt. Die hergestellten SRPs weisen für alle Mustertypen einen reproduzierbar fertigbaren FMG auf, mit einer maximalen Schwankung von 1,07 p.p. für R60 Muster. Die Abweichungen resultieren aus Toleranzen in der Schüttdichte des Pulvers, der Dicken- und Fertigungstoleranzen der Lochbleche sowie aus den Schwankungen des Textilflächengewichts. Die Abweichungen von den in Tabelle 5.4 aufgelisteten Ziel-FMGs sind für niedrige BG mit 1,62 p.p. für Q60 und mit 1,20 p.p. für R60 leicht höher als für die höheren BGs mit 0,95 p.p. für Q75 und 0,15 p.p. für R75. Ein möglicher Grund hierfür stellt die höhere Anfälligkeit der dickeren Musterelemente im Hinblick auf die Toleranz der Pulverschüttdichte dar. Sowohl die Abweichungen zu den Ziel-FMGs, als auch die Standardabweichung der ermittelten FMGs liegen in den Anforderungen von ± 3 p.p. aus Tabelle 3.2, wodurch diese Anforderungen erfüllt sind.

Tabelle 5.5: Analyse des Fasermassengehalts der siebgedruckten SRPs

Mustertyp	Pulvermasse	SRP-Masse	FMG
Q75	15,61 g ± 0,39 g	35,68 g ± 0,41 g	56,20 % ± 0,90 p.p.
R75	15,95 g ± 0,12 g	36,11 g ± 0,78 g	55,81 % ± 1,04 p.p.
Q60	15,40 g ± 0,35 g	35,34 g ± 0,54 g	56,42 % ± 0,55 p.p.
R60	13,88 g ± 0,54 g	33,69 g ± 0,70 g	58,81 % ± 1,07 p.p.

# 3D-Druck

Abbildung 5.6 zeigt die FMGs mit Standardabweichung der 3D-gedruckten SRPs über den Kantenlängen als Balkendiagramme mit Fehlerbalken. Weiterhin ist der jeweilige Ziel-FMG als rote Linie und dessen Toleranzbereich von ± 3 p.p. als gestrichelte rote Linien dargestellt (für tabellarische Werte siehe Anhang C). Die Mittelwerte der tatsächlichen FMG liegen für Kantenlängen größer vier Millimeter im Toleranzbereich des

Ziel-FMGs, jedoch überschreiten die Standardabweichungen für alle Kantenlängen ebendiesen. Die Abweichungen sind auf Schwankungen der extrudieren SR-Menge während des Druckprozesses sowie das bereits angesprochene Oozing zurückzuführen. Da die SR-Menge für den bedruckten Bereich von 100 x 100 mm² nur ca. vier Gramm beträgt, wirken sich selbst kleine Schwankungen deutlich auf den FMG aus. Die Verwendung kleinerer Düsendurchmesser sowie eine Reduktion der Druckgeschwindigkeit könnten die Genauigkeit erhöhen. Da die Genauigkeit jedoch als ausreichend für die Drapierversuche angesehen wird, wurde die Erhöhung Austragsmenge und somit die Verringerung der Herstellungszeit pro SRP höher priorisiert und die Druckparameter beibehalten.

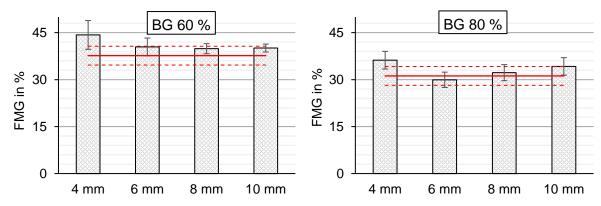


Abbildung 5.6: FMG der 3D-gedruckten SRPs für 60 % BG (links) und 80 % BG (rechts)

#### 5.5.4 Flächengewicht

#### **Siebdruck**

Das Flächengewicht der siebgedruckten SRPs in Abhängigkeit des Mustertyps wurde anhand der in Tabelle 5.5 gelisteten SRP-Massen berechnet. Die ermittelten Flächengewichte sowie die erwarteten Flächengewichte sind in Tabelle 5.6 dargestellt. Die Standardabweichung der tatsächlichen Flächengewichte aller Mustertypen liegen im Bereich der Anforderung von maximal ± 5 %. Die erwarteten Flächengewichte der SRP werden für alle Mustertypen außer den R60-SRPs mit sehr hoher Genauigkeit erreicht (Abweichungen < 0,3 %). Für die R60-SRPs liegt die Abweichung zum erwarteten Flächengewicht bei 2,49 %. Ein möglicher Grund für die vergleichsweise hohe Abweichung kann in dem hohen Volumen der einzelnen R60-Elemente liegen. Wird bei der

händischen Applikation des Pulverharzes eines dieser Musterelemente nicht hinreichend mit Pulver gefüllt, so ist die resultierende Abweichung größer, als bei Musterelementgeometrien mit niedrigerem Volumen.

Tabelle 5.6: Vergleich	zwischen tatsächlichem	und erwartetem	Flächengewicht

Mustertyp	Tatsächliches Flächengewicht	Erwartetes Flächengewicht	Abweichung
Q75	713,60 g/m <sup>2</sup> ± 1,15 %	711,56 g/m²	0,29 %
R75	722,20 g/m <sup>2</sup> ± 2,16 %	722,43 g/m <sup>2</sup>	0,03 %
Q60	706,80 g/m <sup>2</sup> ± 1,53 %	705,13 g/m <sup>2</sup>	0,24 %
R60	673,80 g/m <sup>2</sup> ± 2,07 %	690,78 g/m²	2,49 %

# 3D-Druck

In Abbildung 5.7 ist das Flächengewicht der 3D-gedruckten SRPs über den Kantenlängen als Balkendiagramme mit Fehlerbalken dargestellt. Auch hier ist das jeweilige Zielflächengewicht als rote Linie und dessen Toleranzbereich von ± 5 p.p. mit gestrichelten roten Linien abgebildet (für tabellarische Werte siehe Anhang C).

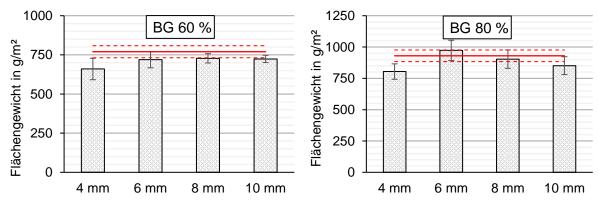


Abbildung 5.7: Flächengewicht der SRPs für 60 % BG (links) und 80 % BG (rechts)

Ausschließlich die Flächengewichte der Q80-SRPs mit sechs und acht Millimeter Kantenlänge liegen im Zielbereich. Analog zum FMG überschreiten die Standardabweichungen des Flächengewichts für alle SRP-Typen den Toleranzbereich des Zielwerts. Das Flächengewicht für SRPs mit Musterkantenlängen von vier Millimetern liegt unabhängig vom BG außerhalb des Zielbereichs. Auch hier sind die Abweichungen auf Schwankungen der extrudieren SR-Menge während des Druckprozesses sowie das bereits angesprochene Oozing zurückzuführen. Zudem wird das Flächengewicht der

SRPs durch Schwankungen des trockenen Textilflächengewichts beeinflusst. Die Anforderung an das Flächengewicht kann bei dem 3D-Druck somit nur teilweise erreicht werden. Der Einfluss der leicht erhöhten Schwankungen auf die Drapiereigenschaften wird jedoch als vernachlässigbar eingeschätzt.

#### 5.5.5 Bulk Factor

In Abbildung 5.8 sind die arithmetischen Mittelwerte der Stackdicke, der Laminatdicke sowie des berechneten BFs der untersuchten SRP-Typen dargestellt. Die Reproduzierbarkeit der Stack- und Laminatdicke ist sehr hoch, was durch die niedrigen Fehlerbalken erkennbar ist, die die Standardabweichung darstellen. Die Standardabweichung für 60 %-SRPs sind höher als für 75 %-SRPs. Dies ist wahrscheinlich auf die größeren Musterelementdicken zurückzuführen, die anfälliger für Schwankungen in der Pulverschüttdichte sind. Die berechneten BFs sind für die 60 %-SRPs höher, da sich aus der größeren Musterelementdicke eine größere Stackdicke bei gleicher Laminatzieldicke, im Vergleich zu 75 %-SRPs, ergibt.

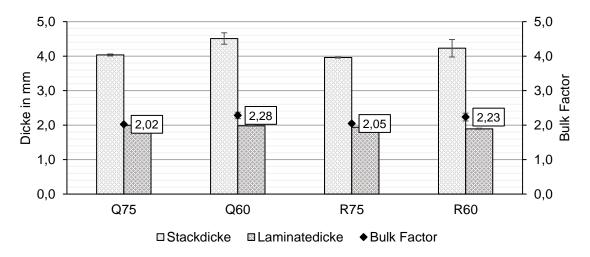


Abbildung 5.8: Stackdicke, Laminatdicke und resultierender Bulk Factor nach Mustertyp Die berechneten BFs liegen im Bereich kommerziell erhältlicher Semipregs mit vollflächiger Imprägnierung (2,0 bis 2,3), jedoch über dem vollständig imprägnierter OoA-Prepregs (1,0 bis 1,6) [80, 85].

#### 5.6 Erfüllungsgrad der Anforderungsliste und abgeleitete Prozessrichtlinien

In Tabelle 5.7 erfolgt der Abgleich der Anforderungsliste an die SRP-Herstellung mit den entwickelten Technologien. Wie erwartet, ergänzen sich die Vor- und Nachteile der beiden Technologien. Der Siebdruck kann alle Anforderungen, bis auf die Realisierung von Kantenlängen kleiner 8 mm bei BGs größer 75 % erfüllen. Ebenso weist der Siebdruck eine geringere Flexibilität als der 3D-Druck auf. Die Vorteile liegen in der schnellen und sehr genauen Herstellung der SRPs. Die Herstellung der SRPs mittels des entwickelten 3D-Druckers kann sehr flexibel gestaltet werden. Jedoch musste ein Kompromiss aus Austragsmenge und Genauigkeit im Hinblick auf Musterelementgeometrie, Flächengewicht und FMG getroffen werden. Die Toleranzen für die genannten Parameter können für Kantenlängen der Musterelemente kleiner vier Millimeter nicht reproduzierbar erreicht werden. Eine Möglichkeit zur Genauigkeitserhöhung kann die Reduzierung der Druckgeschwindigkeit bzw. die Verwendung kleinerer Düsendurchmesser sein. Dem entgegen steht jedoch die Verringerung der Austragsmenge, die mit bisher verwendeten Parametern ca. 25,45 g/h beträgt.

Tabelle 5.7: Erfüllungsgrad der Anforderungsliste

Kategorie	Anforderung qualitativ	Anforderung detailliert / quantitativ	F/W	Sieb- druck	3D- Druck
Flächengewicht	Hohe Reproduzierbarkeit	± 5 %	F	>	~
Fasermassengehalt	Hohe Reproduzierbarkeit	± 3 p.p.	F	<b>&gt;</b>	<b>'</b>
Musterelementgeometrie	Niedrige Toleranz	± 1 mm	F	<b>/</b>	<b>✓</b>
Bedeckungsgrad	Erzielbarer Parameterbereich	20 bis 80 %	F	<b>&gt;</b>	<b>✓</b>
Minimal realisierbare Kantenlänge	Niedrige Kantenlängen	8 mm	F	?	<b>✓</b>
Austragsmenge	Hohe Austragsmenge	30 g/h	F	<b>✓</b>	~
Flexibilität im Musterdesign	Hohe Flexibilität	-	W	~	<b>✓</b>

Als Richtlinie für die Herstellung der SRPs mittels Siebdruck wird im Sinterschritt eine Temperatur von 55 °C für eine Haltezeit von zwei Minuten und im Schmelzschritt von 70 °C für fünf Minuten empfohlen. Die Richtlinien für den 3D-Druck können Tabelle 5.2 entnommen werden. Zum Drucken von Musterelementen mit Kantenlängen kleiner als vier Millimeter sowie hohen BGs von über 80 % wird ein kleinerer Düsendurchmesser sowie die Reduzierung der Druckgeschwindigkeit empfohlen.

# 6 Einfluss der Prepregstruktur auf die Drapiereigenschaften

In diesem Kapitel wird der Einfluss der makroskopischen SRP-Struktur in Form des Textils und des Mustertyps auf die Drapiereigenschaften betrachtet. Zunächst werden die verwendeten Materialien und Methoden erläutert und anschließend die Ergebnisse vorgestellt und diskutiert.

# 6.1 Materialien und Methoden zur Analyse der Drapiereigenschaften

Die in diesem Kapitel verwendeten SRPs wurden alle mittels 3D-Druck hergestellt.

#### 6.1.1 Verwendete Materialien

Als Matrixmaterial wurde das E1040 verwendet, als Textilien das bereits in Kapitel 5.4.1 verwendete GF-Gewebe Hexcel 01102 sowie das Köper 2/2 CF-Gewebe namens G-Weave von Lange und Ritter. Das G-Weave hat ein Flächengewicht von 200 g/m² und ist ein ausgeglichenes Köper 2/2 Gewebe mit jeweils 5 Fäden/cm in Kettund Schussfadenrichtung. Bei den verwendeten Rovings handelt es sich um 3K Rovings mit 198 tex.

#### 6.1.2 Cantilever-Tests

Zur Charakterisierung der Biegeeigenschaften wurden Cantilever-Tests (Kategorie 1) nach der DIN 53362:2003-10 durchgeführt [32]. Hierfür wurden einlagige Probekörper mit den Maßen 250 x 20 mm² auf einer waagerechten Auflagefläche platziert und mit einem Schieber beschwert. Die Versuchsdurchführung ist in Kapitel 2.1.1 beschrieben. Mit Hilfe der bestimmten Überhanglänge L0 konnten nachfolgend die Längengewichtskraft F1 sowie die Biegesteifigkeit B des Probekörpers mit Hilfe der Fallbeschleunigung g, der Probenkörpermasse m und -länge L anhand folgender Formeln berechnet werden:

$$F_L = g * \frac{m}{I} \tag{4}$$

$$B = F_L * \left(\frac{L_{\ddot{U}}}{2}\right)^3 \tag{5}$$

Diese Formeln basieren auf der Annahme eines homogenen Probekörpers. Die Übertragbarkeit auf die inhomogenen SRPs wird anhand von Vorversuchen kritisch hinterfragt. Für die Versuche wurden Q60-SRPs mit dem GF-Gewebe verwendet.

#### 6.1.3 Minimal abformbare Radien

Zur Ermittlung der minimal abformbaren Radien bei Raumtemperatur wurden zunächst Werkzeuge mit der in Abbildung 6.1 dargestellten Geometrie mittels 3D-Druck gefertigt. Es wurden vier verschiedene Werkzeuge gedruckt, deren Halbkreisradien 10 mm, 14 mm, 18 mm und 22 mm betragen. Die SRPs wurden händisch auf diese Radien gezogen, jeweils mit der bedruckten Seite nach oben und nach unten, um sowohl die Abformung von Innen- als auch von Außenradien abzubilden.

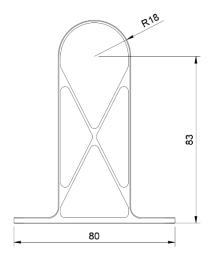


Abbildung 6.1: Werkzeug mit einem Radius von 18 mm (alle Angaben in Millimeter)

Das Werkzeug sowie die drapierte Probe wurden auf einem Leuchtpanel platziert und fotografiert. Die Aufnahmen wurden anschließend qualitativ bewertet und in die Kategorien "in Ordnung" und "nicht in Ordnung" eingeteilt. In Abbildung 6.2 sind exemplarisch Drapierfälle dargestellt die zu einer Einordnung in die Kategorie "nicht in Ordnung" (Fall "a" oder "b") führen sowie eine Probe mit der Kategorie "in Ordnung" (Fall "1"). Eine Einordnung in die Kategorie "nicht in Ordnung" erfolgte entweder aufgrund der Entstehung eines Polygoneffekts (a) oder aufgrund eines Ablösens der Musterelemente (b). Eine Probe ist gültig, wenn sie am Werkzeug anliegt sowie kein Musterablösen und kein Lichtspalt zwischen Werkzeug und Probe erkennbar ist. Untersucht wurden SRPs mit quadratischen Mustern mit einem BG von 20 %, 40 %, 60 % und 80 % sowie Kantenlängen von 4 mm, 6 mm, 8 mm und 10 mm. Die Länge der Probekörper betrug 110 mm, die Breite 20 mm. In der Mitte der Probekörper wurde jeweils

eine Reihe aus kompletten Musterelementen gedruckt, die benachbarten Musterelemente wurden jeweils nur teilweise gedruckt, wenn diese nicht komplett in den 20 mm breiten Ausschnitt passten. Das verwendete Textil war das GF-Gewebe von Hexcel.

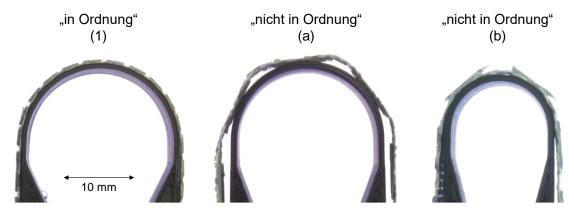


Abbildung 6.2: Darstellung der Bewertungskategorien

#### 6.1.4 Scherrahmenversuche

Die Scherrahmenversuche wurden in Anlehnung an die DIN EN ISO 20337:2020-01 durchgeführt [37]. Der Versuchsablauf ist in Kapitel 2.1.1 erläutert. Die verwendete Probengeometrie ist in Abbildung 6.3 dargestellt.

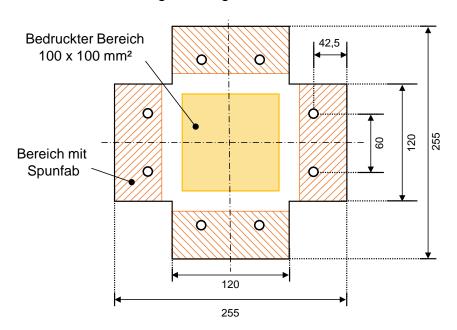


Abbildung 6.3: Geometrie einer Scherrahmenprobe (alle Angaben in Millimeter)

Die Bohrungen zur Einspannung der Proben in den Scherrahmen haben einen Durchmesser von 10 mm. Die Prüfgeschwindigkeit betrug immer 50 mm/min. Die Muster wurden zentral auf der Probe aufgebracht (Größe des bedruckten Bereichs: 100 x 100 mm²). Die Klemmbereiche der SRPs wurden mit einem thermoplastischen

Binder (Spunfab PA1541 mit 12 g/m²) stabilisiert, um ein Ausfransen zu verhindern. Um eine gleichmäßige Klemmung zu erreichen, wurden Dichtschnüre mit einem Durchmesser von zwei Millimetern in die Klemmbereiche eingelegt. Analog zum vorherigen Kapitel wurden SRPs mit quadratischen Mustern, jeweils mit einem BG von 20 %, 40 %, 60 % und 80 % sowie Kantenlängen von 4 mm, 6 mm, 8 mm und 10 mm untersucht. Für die Versuche wurde das Hexcel GF-Gewebe verwendet, welches ebenso im nicht-imprägnierten Zustand untersucht wurde. Zusätzlich wurden die resultierenden Faserorientierungen bei verschiedenen Auslenkungen bzw. Scherwinkeln betrachtet (siehe Tabelle 6.1).

Tabelle 6.1: Verwendete Auslenkungen und korrespondierende Scherwinkel

Auslenkung in mm	0	10	20	30	40	50	60	70
Scherwinkel in °	0	5,2	10,6	16,4	22,6	29,4	36,9	45,6

Zur Analyse der Faserorientierung wurde eine Polarisationskamera senkrecht über der Probe angebracht und die trockene Rückseite der SRPs analysiert. Das Ergebnis umfasst ein Falschfarbenbild, aus dem die Faserwinkel abgelesen werden können, sowie ein Histogramm, das die resultierenden Faserwinkel abbildet (Abbildung 6.4). Als Textil wurde das CF-Gewebe G-Weave verwendet. Die Musterelemente waren für alle Versuche quadratisch mit einer Kantenlänge von 8 mm. Die untersuchten BGs betrugen 20 %, 40 %, 60 % und 80 %. Zudem wurde das nicht-imprägnierte Gewebe als Referenz getestet.

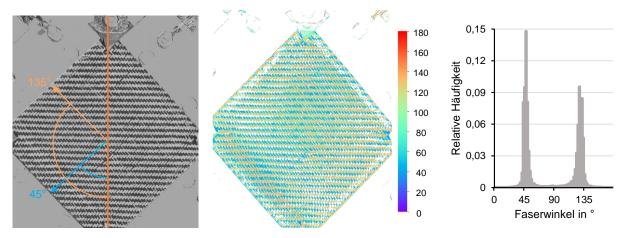


Abbildung 6.4: Aufgenommenes Bild der Polarisationskamera und Definition der Faserwinkel (links), erstelltes Falschfarbenbild (Mitte), resultierendes Faserwinkel-Histogramm (rechts)

# 6.2 Ergebnisse der Analysen

Im Folgenden werden die Ergebnisse diskutiert und Auslegungsrichtlinien abgeleitet.

#### 6.2.1 Vorversuche Cantilever-Tests

Eine sinnvolle Ermittlung der Biegesteifigkeit infolge einer Auswertung der Cantilever-Tests erwies sich aufgrund der Musterimprägnierung der SRPs als nicht sinnvoll. Durch die Musterimprägnierung ist das Probengewicht stark von dem Probenzuschnitt abhängig, da hierbei der Zuschnitt so gewählt werden kann, dass die Anzahl der Musterelemente auf den Probenzuschnitten unterschiedlich ist. Analog zur Veränderung des resultierenden BGs der Probe, die bereits in Kapitel 5.5.2 erläutert wurde, kommt es zu einer Veränderung der Probenmasse und damit letztendlich zu einer Abweichung der damit berechneten Biegesteifigkeit. Ein weiteres Problem stellt die genaue Erreichung des Zielwinkels von 41° 33' dar. Auch hier ist die Ursache die Inhomogenität der Musterimprägnierung, infolge derer die trockenen Textilbereiche durch die Masse vorausgeschobener Musterelemente nicht nur stärker, sondern auch ungleichmäßig gebogen werden. Als Resultat werden große Durchbiegewinkel innerhalb kürzester Zeit durchlaufen, sobald ein Musterelement die Ablagefläche vollständig überschritten hat. Ein exaktes Einstellen des Zielwinkels wird so unmöglich. Eine aussagekräftige Quantifizierung des Biegeverhaltens der bemusterten SRPs kann aus diesen Gründen nicht erfolgen, auch nicht durch die in Kapitel 2.1.1 beschriebene optische Messmethode, da auch hier von einem homogenen Materialverhalten ausgegangen wird. Dennoch konnte gezeigt werden, dass durch die Musterimprägnierung eine Biegung der SRPs bei Raumtemperatur ermöglicht werden kann.

#### 6.2.2 Minimal abformbare Radien

Die Ergebnisse der Untersuchungen sind in Tabelle 6.2 dargestellt. Horizontal ist die Tabelle nach der Art des abgeformten Radius, Innen- oder Außenradius, eingeteilt, vertikal nach dem Betrag des abgeformten Radius. Die Ergebnisdarstellung erfolgt in der Form einer Matrix, bei der auf der Horizontalen der BG und auf der Vertikalen die Kantenlänge der Musterelemente aufgetragen sind. Kombinationen bei denen die Abformung mit der Kategorie "in Ordnung" bewertet wurden, sind als "1" eingetragen und grün hinterlegt. Kombinationen die als "nicht in Ordnung" bewertet wurden, sind nach dem jeweiligen Ausschlusskriterium als "a" oder "b" eingetragen und orange hinterlegt.

Tabelle 6.2: Ergebnismatrix zur Analyse der abformbaren Radien

		Innenradius					Außer	radius	
Radius	BG Kantenlänge	20 %	40 %	60 %	80 %	20 %	40 %	60 %	80 %
	4 mm	1	1	1	1	1	1	1	1
22 mm	6 mm	1	1	1	1	1	1	1	1
22 mm	8 mm	1	1	1	1	1	1	1	1
	10 mm	1	1	1	1	1	1	1	1
	4 mm	1	1	1	1	1	1	1	1
40	6 mm	1	1	1	1	1	1	1	1
18 mm	8 mm	1	1	1	1	1	1	1	1
	10 mm	а	а	а	а	а	а	а	а
	4 mm	1	1	1	1	1	1	1	1
44	6 mm	1	1	1	1	1	1	1	1
14 mm	8 mm	а	а	а	а	b	b	b	а
	10 mm	а	а	а	а	b	b	а	а
	4 mm	1	1	1	1	1	1	1	1
40	6 mm	а	а	а	а	b	b	b	b
10 mm	8 mm	а	а	а	а	b	b	b	b
	10 mm	а	а	а	а	b	b	а	а

Aus Tabelle 6.2 wird ersichtlich, dass mit niedrigeren Musterelementkantenlängen kleinere Radien abgeformt werden können. Weiterhin scheint der BG keinen Einfluss auf die Abformbarkeit der Radien zu nehmen. Sobald die Kantenlänge der Musterelemente zu groß ist, kann der Radius unabhängig vom BG nicht mehr abgeformt werden. Eine Ausnahme hierfür würde eine Kantenlängen-BG-Radius-Kombination darstellen, bei der die Abstände zwischen den einzelnen Musterelementen so groß ist, dass der abzuformende Radius komplett von den trockenen Textilbereichen zwischen den Elementen abgeformt werden kann. Die Unabhängigkeit der Ergebnisse vom BG kann anhand einer Analogie zu Kettenantrieben erklärt werden. In der Analogie entsprechen die SRPs Antriebsketten, wobei die Musterelemente die unbeweglichen Kettenglieder und die trockenen Textilbereiche die Kettengelenke abbilden. Der BG beträgt bei dieser Betrachtung nahezu 100 %, da bei Ketten nur minimale Abstände zwischen den Kettengliedern vorliegen. Der abzuformende Radius entspricht den verwendeten Kettenrädern (Abbildung 6.5). Durch die starren Bereiche der Kette bzw. des SRPs entsteht beim Abformen eines Radius stets ein Polygon. In der Mitte der starren Elemente

wird meist der abzuformende Radius r erreicht, während die Mitte des Drehgelenks einen Radius  $r_{\text{max}}$  des Polygons mit maximaler Abweichung zu r abbildet.

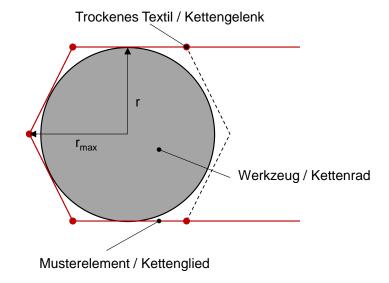


Abbildung 6.5: Darstellung der Analogie zwischen SRPs und Kettenantrieben

Je größer die Differenz zwischen r und  $r_{\text{max}}$  ist, desto ausgeprägter ist der resultierende Polygoneffekt und desto schlechter wird der Zielradius abgeformt. Bei Kettenantrieben führt dies zu einem unruhigen Lauf, bei SRPs resultieren daraus im gefertigten Bauteil hohe Faserondulationen und Faltenbildungen. Der Polygoneffekt wird bei Kettenantrieben über den sogenannten Ungleichförmigkeitsgrad quantifiziert [163]. Analog zum Ungleichförmigkeitsgrad wird hier für die SRPs ein relativer Fehler e als Differenz zwischen r und  $r_{\text{max}}$  bezogen auf r definiert:

$$e = \frac{r_{max} - r}{r} \tag{6}$$

Wobei sich  $r_{\text{max}}$  mit Hilfe der Anzahl an Musterelementen  $n_{\text{M}}$  mit Formel (7) berechnen lässt, die sich aus den trigonometrischen Beziehungen zwischen r und  $r_{\text{max}}$  ergibt:

$$r_{max} = \frac{r}{\cos(\frac{\pi}{n_M})} \tag{7}$$

Durch Einsetzen der Gleichung (7) in Gleichung (6) wird erkennbar, dass *e* unabhängig vom abzuformenden Radius *r* ist. Trägt man *e* über der Anzahl der Musterelemente in einem Kreis auf, erhält man den Graphen aus Abbildung 6.6.

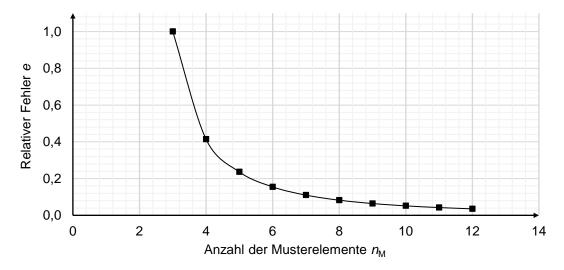


Abbildung 6.6: Relativer Fehler *e* infolge des Polygoneffekts über der Anzahl der Musterelemente bei der Abformung eines Kreises

Anhand von Abbildung 6.6 wird die minimale Anzahl an Musterelementen  $n_{\min}$  für eine hinreichend genaue Abformung eines Kreises auf 12 festgelegt. Bei der Drapierung des SRPs um einen Kreis entspricht das Produkt aus  $n_{\min}$  und der Kantenlänge des Musterelements  $L_{\text{Musterkante}}$  dem Umfang des Kreises. Über diese Beziehung kann für eine gegebene Kantenlänge des Musterelements  $L_{\text{Musterkante}}$  der theoretisch minimal abformbare Radius  $r_{\min}$ , theoretisch nach Gleichung (8) berechnet werden.

$$r_{min,theoretisch} = \frac{L_{Musterkante} * n_{min}}{2 * \pi}$$
 (8)

Das dazugehörige Modell für die theoretisch minimal abformbaren Radien ist in Abbildung 6.7 abgebildet. Weiterhin sind die Ergebnisse aus Tabelle 6.2 als Punktewolke eingetragen. Werte für Radien, die auf oder über der modellierten Linie liegen, können laut dem Modell abgeformt werden. Anhand der durchgeführten Drapierergebnisse konnte das Modell erfolgreich validiert werden. Alle Abformungen die als "in Ordnung" eingestuft wurden, liegen oberhalb der modellierten Linie, die die als "nicht in Ordnung" eingestuft wurden liegen darunter. Gleichung (8) kann somit als Auslegungsrichtlinie genutzt werden, mit deren Hilfe für abzuformende Radien eine geeignete Musterkantenlänge ausgewählt, bzw. für eine gegebene Musterkantenlänge der minimal abformbare Radius berechnet werden kann.

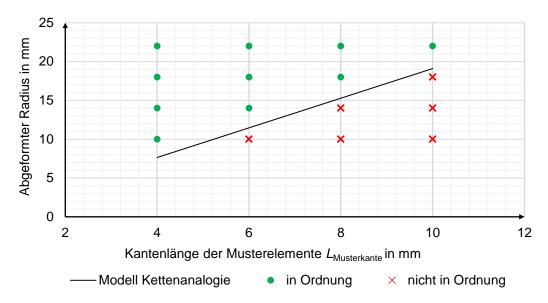


Abbildung 6.7: Validierung des Modells der Kettenanalogie durch die ermittelten Ergebnisse der Drapierversuche

#### 6.2.3 Scherrahmenversuche

In Abbildung 6.8 sind die Durchschnittskurven der Kraft-Scherwinkel-Kurven sowie deren Standardabweichung als transparente Fläche dargestellt. Jedes der vier Diagramme zeigt jeweils die Kurven für das trockene Textil und SRPs mit gleichem BG, jedoch unterschiedlichen Kantenlängen. Das trockene Textil weist hierbei die geringsten benötigten Kräfte sowie die geringste Standardabweichung auf. Der "locking angle" des trockenen Textils liegt bei ca. 45°. Weiterhin ist zu erkennen, dass die Musterelementgröße keinen signifikanten Einfluss auf den Verlauf der Kraft-Scherwinkel-Kurve hat und sich die Standardabweichungen aller Kurven mit gleichem BG überschneiden. Bei BGs von 20 und 40 % kommt es zu keinen oder nur geringen Musterablösungen während des Scherens, wohingegen sich das Muster bei SRPs mit BGs von 60 und 80 % bei hohen Scherwinkeln großflächig ablöst. Dies ist ebenfalls an den Verläufen der Kraft-Scherwinkelkurven zu erkennen. Während die Kräfte bei den 20 und 40 %-SRPs größer sind als bei dem trockenen Textil, sind die Kurvenverläufe ähnlich. Es erfolgt hierbei zunächst ein geringer Kraftanstieg bis der Scherwinkel in den Bereich des "locking angles" kommt, in dem die Scherkräfte stark ansteigen. Betrachtet man jedoch die SRPs mit 60 und 80 % BGs, erfolgt bereits bei geringen Scherwinkeln ein deutlicher Kraftanstieg. Dieser ist darauf zurückzuführen, dass die Musterelemente die Scherung des Textils blockieren und die Scherkräfte aufnehmen. Bei einem Scherwinkel von ca. 30° erreicht die Scherkraft ein lokales Maximum, bei dem die Spannung in den Musterelementen so groß wird, dass sie brechen und sich vom Textil ablösen. Infolgedessen kommt es zunächst zu einem Kraftabfall und einem Scheren des Textils in den Bereichen, in denen das Muster gebrochen ist. Bei weiter steigendem Scherwinkel nimmt die Kraft erneut zu. Aus den Kraft-Scherwinkel-Kurven kann somit der maximale Scherwinkel abgeleitet werden, ab dem es zu einem großflächigen Ablösen des Musters kommt. Dieser liegt bei SRPs mit BGs größer 60 % bei ca. 30°.

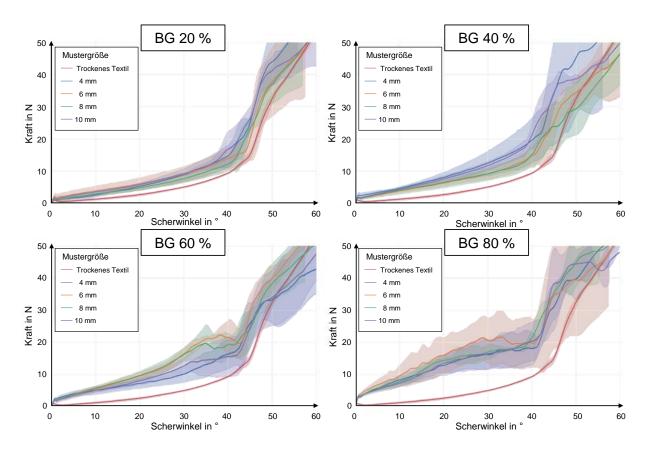


Abbildung 6.8: Einfluss des BGs und der Kantenlänge auf die Kraft-Scherwinkel-Kurven

Neben dem Kraft-Scherwinkel-Verlauf ist bei der Scherung vor allem die resultierende Faserorientierung relevant. Bei dem trockenen Textil ist während der Scherversuche ein homogener Faserverlauf mit zwei Hauptrichtungen über der Scherfläche erkennbar. Zu Beginn des Versuchs liegen die Hauptrichtungen der Faserwinkel bei ca. 45° und 135°, zum Ende bei ca. 25° und 155°. Dies wird ebenfalls an den Faserwinkel-Histogrammen deutlich, in denen zwei ausgeprägte Peaks mit steigendem Scherwinkel auseinanderwandern. In Abbildung 6.9 sind die Falschfarbenbilder sowie Histogramme für ein BG 20 %-SRP für die untersuchten Scherwinkel dargestellt. Zu Beginn des Versuchs und bis zu einem Scherwinkel von 5,2° ergeben sich hier ebenfalls homogene Faserverläufe mit zwei ausgeprägten Peaks.

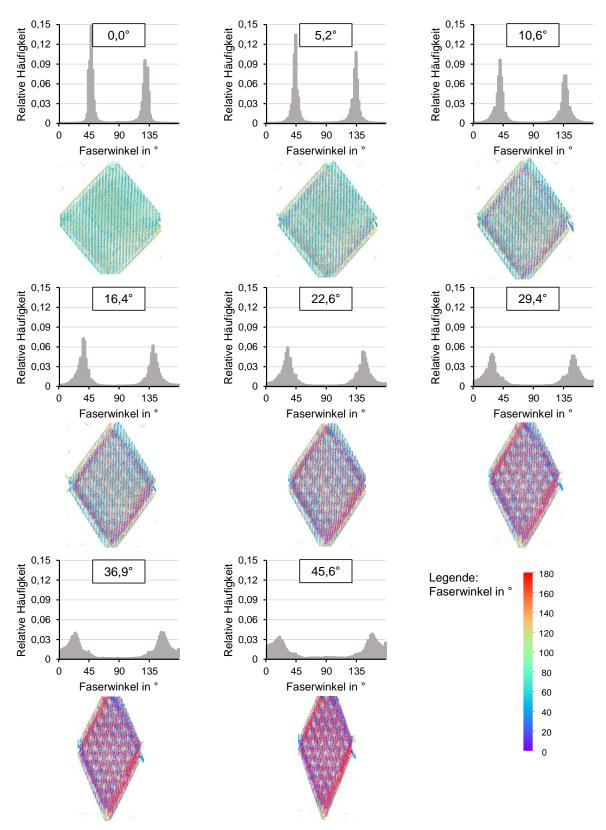


Abbildung 6.9: Falschfarbenbilder und Faserwinkel-Histogramme eines Q20-SRPs für verschiedene Scherwinkel

Bei weiter steigendem Scherwinkel wird der Faserverlauf insbesondere im bedruckten Bereich inhomogener, da hier die Musterelemente eine Scherung des Textil blockieren und die Fasern lokal fixieren. In den Falschfarbenbildern ist dies an der deutlichen Abzeichnung der Musterelemente zu erkennen, in den Histogrammen an einer Abnahme sowie Verbreiterung der Peaks. Die Verbreiterung der Peaks ist letztendlich darauf zurückzuführen, dass die Peaks eigentlich aus zwei sich überschneidenden Peaks bestehen. Einer dieser Peaks stellt die trockenen, stärker gescherten Bereiche des SRPs dar, der andere die durch das Muster fixierten Bereiche. An den Falschfarbenbildern ist ebenfalls zu erkennen, dass das Muster während des Versuchs nicht bricht. Die hiermit einhergehende lokale Inhomogenität würde in einem FKV-Bauteil zu einer signifikanten Verringerung der mechanischen Eigenschaften führen und ist deshalb nicht zielführend. Im Vergleich hierzu bilden sich bei SRPs mit einem BG von 80 % zwei Bereiche aus in denen die Scherung jeweils homogen ist (siehe Abbildung 6.10). Diese zwei Bereiche lassen sich in den bedruckten Bereich in der Mitte der Probe sowie dem unbedruckten Randbereich unterteilen. Im bedruckten Bereich blockiert das Muster aufgrund der geringen Abstände der Musterelemente die Scherung großflächig, auch zwischen einzelnen Musterelementen. Die Scherung des SRPs wird deshalb fast ausschließlich im Randbereich realisiert, weshalb sich dort eine größere Anderung der Faserwinkel ergibt. In den Falschfarbenbildern ist analog zu den Kraft-Scherwinkel-Diagrammen zu erkennen, dass das Muster ab einem Scherwinkel von ca. 30° beginnt zu brechen. In den Bereichen in denen das Muster bricht werden die Fasern nicht länger fixiert und scheren sich infolgedessen. In den Histogrammen führt dies zu einem weiteren Abflachen der Peaks.

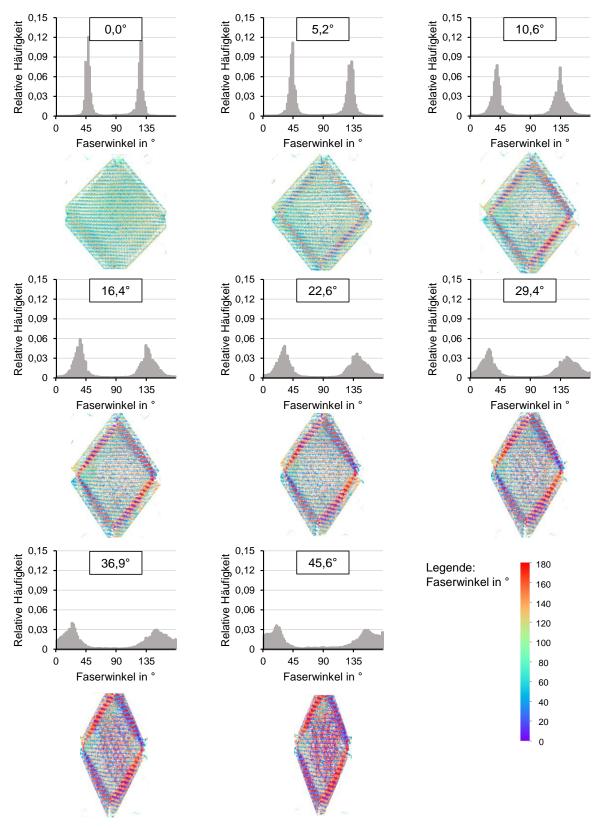


Abbildung 6.10: Falschfarbenbilder und Faserwinkel-Histogramme eines Q80-SRPs für verschiedene Scherwinkel

Zur Verdeutlichung der Scherungsverlagerung in den unbedruckten Randbereich des Q80-SRPs sind in Abbildung 6.11 die Faserwinkel-Histogramme des bedruckten Bereichs, des Randbereichs sowie als Referenz die eines trockenen Textils dargestellt.

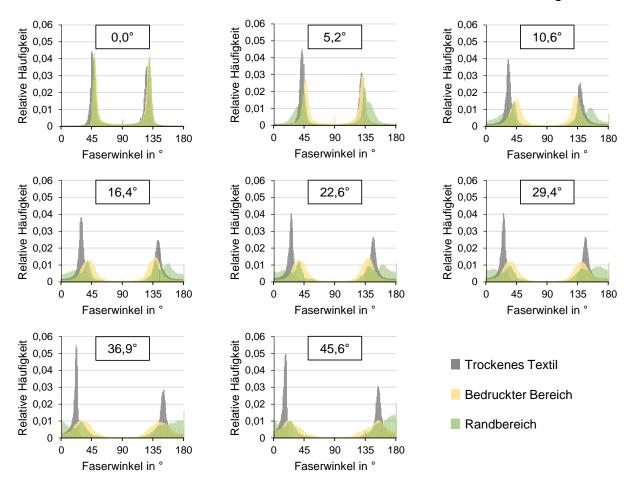


Abbildung 6.11: Vergleich der Faserwinkel-Histogramme eines trockenen Textils mit dem bedruckten Bereich sowie dem Randbereich eines Q80 SRPs

Im Vergleich zu den Peaks des trockenen Textils, weisen beide Bereiche des SRPs bereits bei einem Scherwinkel von 5,2° geringere und abgeflachtere Peaks auf. Mit steigendem Scherwinkel wird die Scherungsverlagerung in den Faserwinkel-Histogrammen des Q80-SRP deutlich. Während der bedruckte Bereich bis zum Bruch des Musters nur geringfügig von den Startorientierungen von 45° und 135° abweicht, wandern die Peaks des Randbereiches weiter und früher auseinander als die des trockenen Textils. Durch das Aufbringen eines Musters mit hohem BG bzw. geringem Abstand zwischen den Musterelementen kann somit die Scherung gezielt in unbedruckte Bereiche gelenkt werden. Bei der Fertigung von FKV-Bauteilen kann dies genutzt werden, um die Scherung in lastunkritische Bauteilregionen zu lenken, analog zu den vorgestellten Methoden in Kapitel 2.1.1.

# 6.3 Erfüllungsgrad der Anforderungsliste und abgeleitete Drapierrichtlinien

In Tabelle 6.3 erfolgt der Abgleich der Anforderungsliste mit den erreichten Drapiereigenschaften der SRPs. Insgesamt konnte gezeigt werden, dass durch die partielle Imprägnierung in Musterform eine Drapierbarkeit bei Raumtemperatur erreicht und die Anforderungen erfüllt werden können. Die Biegeeigenschaften werden dabei primär durch die Musterkantenlänge in Biegerichtung beeinflusst. Der BG spielt bei der Biegung eine untergeordnete Rolle. Jedoch kann bei kleinen Biegeradien eine Verringerung des BGs in derart ausgenutzt werden, dass die trockenen Bereiche zwischen den Musterelementen den kompletten Radius abformen. Über Formel (8) kann für einen abzuformenden Radius die Musterkantenlänge berechnet werden, sie dient somit als Auslegungsrichtlinie für das Musterdesign. Umgekehrt wird die Scherung primär vom BG beeinflusst, während die Musterelementgeometrie keinen signifikanten Einfluss auf benötigte Scherkräfte hat. Für geringe Scherwinkel von unter 10° kann eine beliebige Musterimprägnierung verwendet werden. Bei größeren Scherwinkeln sollte die Auslegung des Musters so erfolgen, dass in Bereichen, in denen keine Scherung auftreten soll, ein BG von mindestens 80 % verwendet werden sollte. So kann die Scherung gezielt in lastunkritische Regionen gelenkt werden. Um die Scherung in diesen Regionen zu ermöglichen und eine homogene Faserorientierung zu erzielen, sollten diese unbedruckt sein. Die maximale Größe der unbedruckten Bereiche, die im VBO-Verfahren noch imprägniert werden kann, ist von verschiedenen Prepreg- und Prozessparametern abhängig. Hierzu zählen u. a. die Permeabilität des Textils, der FMG der SRPs, die Musterform sowie die verwendeten Heizraten und Haltezeiten. Da in dem zu fertigenden Demonstrator keine Scherung auftritt, sind die Untersuchungen dieser Einflüsse nicht Gegenstand dieser Arbeit.

Tabelle 6.3: Erfüllungsgrad der Anforderungsliste

Kategorie	Anforderung qualitativ	Anforderung detailliert / quantitativ	F/W	Erfüllt?
Drapiereigenschaften	Drapierung in Form von Biegung und Scherung bei Raumtemperatur möglich	Biegung: formbarer Biegeradius von 5 mm	F	<b>\</b>

# 7 Einflüsse auf die Laminatqualität

In diesem Kapitel werden die Einflüsse von Prepreg- und Prozessparametern auf die Laminatqualität diskutiert. Untersucht werden Parameter, die im Stand der Technik und Kapitel 3.3 als relevant identifiziert wurden. Der Einfluss der Parameter wird in jeweils eigenen Unterkapiteln diskutiert. In jedem Unterkapitel wird dabei zunächst auf die Laminatfertigung, die ausgewählten Parameterbereiche und anschließend auf die Ergebnisse der Analysen eingegangen. Die verwendeten Materialien und Methoden zur Evaluierung der Laminatqualität werden im folgenden Kapitel beschrieben. Auf Basis der Ergebnisse sollen abschließend Richtlinien für Prepreg- und Prozessparameter abgeleitet werden, um eine möglichst effiziente und robuste Laminatfertigung mittels VBO-Verfahren zu erzielen. Als Benchmark zählt die in Kapitel 3.2.4 erstellte Anforderungsliste.

# 7.1 Materialien und Methoden zur Bestimmung der Laminatqualität

Alle verwendeten SRPs wurden mit Hilfe des entwickelten Siebdruckverfahrens hergestellt. Zur Evaluierung der Laminatqualität wurden Analysen des Faservolumengehalts (FVG), des PVGs, der Faserondulationen sowie der scheinbaren interlaminaren Scherfestigkeit durchgeführt. Die Methoden zur Ermittlung dieser Werte sowie der Umfang der Analysen werden nachfolgend in einzelnen Unterkapiteln erläutert.

### 7.1.1 Verwendete Materialien

Als SR wurde in allen Versuchen das PE6405 verwendet sowie die drei bereits vorgestellten Köper 2/2 Gewebe verwendet (vgl. Kapitel 5.4.1 und 6.1.1). In Tabelle 7.1 erfolgt eine Zusammenfassung und Gegenüberstellung der Gewebe. Zur Erhöhung der Übersichtlichkeit wird das CF-Gewebe von Sigratex fortlaufend als CF1 bezeichnet, das G-Weave als CF2.

Tabelle 7.1: Gegenüberstellung der verwendeten Gewebe (vgl. Anhang A)

Gewebe	Flächengewicht	Fadendichte	Titer
CF1 – KDK 8045	400 g/m²	5 cm <sup>-1</sup>	6K Roving mit 400 tex
CF2 – G-Weave	200 g/m²	5 cm <sup>-1</sup>	3K Roving mit 198 tex
GF – Hexcel 01102	290 g/m²	7 cm <sup>-1</sup>	1K Roving mit 68 tex

# 7.1.2 Faservolumengehalt

Der FVG beeinflusst maßgeblich die Eigenschaften des Verbundes und ist ein wichtiger Auslegungsfaktor für FKV-Bauteile. Um eine Vergleichbarkeit bei der Untersuchung der mechanischen Eigenschaften gewährleisten zu können, sollten die gefertigten Laminate ähnliche FVG (± 2 p.p.) aufweisen. Aus diesem Grund wurden die FVG der gefertigten Laminate ermittelt. Für kohlenstofffaserverstärkte Proben wurde der FVG mittels Thermogravimetrischer Analyse (TGA) mit Korrekturfaktor nach DIN 16459:2021-06 bestimmt [164]. Bei der TGA wird eine Probe unter fortlaufender Wägung verbrannt. Hierbei verbrennen zunächst alle organischen Verbindungen der Probe, sodass lediglich die Fasern zurückbleiben. Durch die ständige Wägung der Probe können die Massenanteile der einzelnen Komponenten bestimmt und der FVG berechnet werden. Die Probekörper mit den Maßen 7 x 7 x 2 m³ wurden zunächst in einer Stickstoffatmosphäre mit 10 K/min von 25 °C auf 700 °C erwärmt und für zehn Minuten auf dieser Temperatur gehalten, um das SR zu verbrennen. Anschließend wurden die Proben auf 200 °C abgekühlt und danach in einer Sauerstoffatmosphäre auf 900 °C erwärmt (beides mit 10 K/min), um die Kohlenstofffasern zu verbrennen. Die Haltezeit auf 900 °C betrug 40 Minuten. Da es bei der Verbrennung des SR zu Aschereststoffanteilen kommen kann, werden Korrekturfaktoren zur Berechnung des FVG bestimmt. Hierfür wurden Reinharzproben des SR sowie das trockene Textil unter den gleichen Versuchsbedingungen getestet und die Reststoffanteile bestimmt. Für alle Analysen wurde ein Mettler Toledo TGA/DSC3+ verwendet und jede Analyse drei Mal wiederholt. Der FVG der glasfaserverstärkten Proben wurde durch Wägung und Veraschung bei 700 °C ermittelt und je drei Mal wiederholt.

#### 7.1.1 Porenvolumengehalt

Der PVG der Laminate stellt eine wichtige Einflussgröße auf die mechanischen Eigenschaften des Verbunds dar. Poren verringern zum einen die Querschnittsgröße des Laminats, zum anderen dienen sie als Rissinitiatoren, wodurch die Festigkeit der Laminate signifikant reduziert werden kann. Neben der direkten Untersuchung der mechanischen Eigenschaften der Laminate, ermöglicht die Ermittlung des PVG eine Überprüfung der Versuchsergebnisse. Zudem ermöglicht die Analyse des PVGs den Vergleich unterschiedlicher Textilien, bei denen ein Vergleich anhand mechanischer Eigenschaften nicht sinnvoll ist (bspw. Vergleich zwischen CF- und GF-Laminaten).

Der PVG der Laminate wurde mittels Grauwertanalyse anhand von Schliffbildern bestimmt. Als Analysesoftware wurde die ImageJ verwendet. Pro Laminat wurden jeweils vier Proben entnommen, zwei aus der Mitte des Laminats und zwei aus dem Randbereich. Die Entnahmestellen waren für alle Laminate gleich. Für die Aufnahme der Schliffbilder wurden die Proben in einer Epoxidmatrix eingebettet, geschliffen und poliert. Die Einbettung erfolgte dabei derart, dass jeweils ein Schliffbild in Schuss- und eins in Kettrichtung der Textilien aufgenommen werden konnte. Die Schliffbilder wurden mit einem Leica DM6000M Mikroskop aufgenommen. Für jeden Laminattyp wurden drei Laminate gefertigt und der mittlere PVG mit folgender Formel berechnet:

$$PVG = \frac{1}{3} \sum_{i=1}^{3} \left[ \frac{1}{4} \sum_{j=1}^{4} PVG(Laminat_i, Schliffbild_j) \right]$$
 (9)

#### 7.1.2 Faserondulation

Ebenso wie der PVG, sind auch Faserondulationen ein Einflussfaktor auf die mechanischen Eigenschaften der gefertigten Laminate. Besonders bei Prepregs mit hohem Bulk Factor können Probleme mit hohen Faserondulationen auftreten, die die mechanischen Eigenschaften reduzieren. Um mögliche Beeinflussungen auf die mechanischen Eigenschaften erklären zu können, muss die auftretende Faserondulation bei der Verarbeitung der SRPs ebenfalls ermittelt werden. Zur Bestimmung der Faserondulation wurde eine auf DIN 53852:1991-09 basierende Auswertungsmethode verwendet [165]. Die Norm beschreibt ein Verfahren zur Berechnung des Faserondulationsindex trockener Gewebe, welcher die Faserondulation quantifiziert. Der Faserondulationsindex ist definiert als die Differenz zwischen der gestreckten Rovinglänge  $I_S$  und dem euklidischen Abstand in Faserrichtung zwischen Anfangs- und Endpunkt eines Rovings  $I_E$ , geteilt durch  $I_S$ :

$$Faser ondulations index = \frac{l_S - l_E}{l_S}$$
 (10)

Bei trockenen Geweben wird zur Bestimmung dieser Längen zunächst ein Roving innerhalb des Gewebes mit zwei Punkten markiert. Der Abstand dieser beiden Punkte in Faserrichtung wird gemessen und entspricht dem euklidischen Abstand  $I_E$ . Anschließend wird der markierte Roving aus dem Gewebe entnommen und gestreckt. Der Ab-

stand zwischen den Markierungen wird in diesem Zustand erneut gemessen und entspricht der gestreckten Länge *I*<sub>S</sub> (Abbildung 7.1, links). Die Berechnung des Faserondulationsindex erfolgt abschließend nach Formel (10). Je höher der berechnete Wert, desto höher ist die Faserondulation, wobei ein berechneter Faserondulationsindex von 0 eine perfekt gerade Faser beschreibt.

Da eine Rovingentnahme bei ausgehärteten Laminaten nicht möglich ist, wurden die benötigten Längenwerte anhand der in Kapitel 7.1.1 aufgenommenen Schliffbilder ermittelt. Hierzu wurde erneut die Software ImageJ in Anlehnung an [166] verwendet, um zunächst einzelne Rovings zu segmentieren und auszuschneiden (Abbildung 7.1, rechts). Die ausgeschnittenen Rovings wurden dann auf ihre Mittellinien reduziert (ImageJ Funktion "Skeletonize") und die Längen  $I_E$  und  $I_S$  mit der Funktion "Analyze Skeletton" ermittelt. Pro gefertigtem Laminat wurden jeweils vier Rovings in Schussund in Kettrichtung analysiert. Die Länge der analysierten Rovings betrug bei jeder Messung mindestens 15 mm, was die nach [165] geforderte Mindestanalyselänge von einem Webmuster für alle Textilien überschreitet (größte Webmusterlänge bei CF1-Gewebe mit 8 mm).

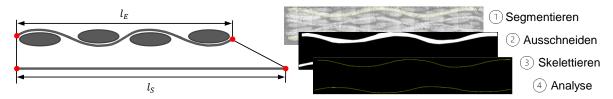


Abbildung 7.1: Darstellung der euklidischen Länge  $I_E$  und der gestreckten Länge  $I_S$  (links); Ermittlung des Faserondulationsindex mittels ImageJ (rechts)

# 7.1.3 Scheinbare interlaminare Scherfestigkeit

Für die mechanische Analyse wurde die scheinbare interlaminare Scherfestigkeit (ILSS, von engl. interlaminar shear strength) nach DIN EN ISO 14130:1998-02 mit kurzem Balken ermittelt [167]. Die Untersuchung der ILSS wurde aufgrund ihrer nachgewiesenen Sensibilität gegenüber dem PVG ausgewählt, wodurch eine Querkontrolle zu den Ergebnissen der PVG- und Faserondulations-Bestimmung möglich ist [5, 168–171]. Die Maße der Probekörper betrugen 20 x 10 x 2 mm³ und lagen innerhalb der vorgeschriebenen Toleranzen. Die ILSS wurde jeweils in Kett- und Schussfadenrichtung ermittelt. Die Versuche wurden an einer Universalprüfmaschine vom Typ Zwick 1445 durchgeführt. Es wurden je fünf Probekörper pro Serie geprüft.

#### 7.2 Vorversuche

Zur Identifizierung geeigneter Parameterräume für die Prepregs- und Prozessparameter, wurden zunächst Vorversuche durchgeführt. Aufbauend auf deren Ergebnissen wurden die zu untersuchenden Parameterräume definiert und die nachfolgenden Versuchspläne erstellt. In diesem Kapitel wird zunächst auf die Vorversuche eingegangen, diese bewertet und anschließend die hieraus gewonnenen Erkenntnisse für die weiterführenden Versuchspläne erläutert.

# Ergebnisse der Vorversuche

In einer ersten Versuchsreihe zur Ermittlung des Einflusses des Aushärtezyklus, des Vakuumaufbaus und der Mustergeometrie auf die Laminatqualität wurden SRPs mit quadratischem und rechteckigem Muster mit jeweils 20 und 60 % BG hergestellt. Die verwendeten Materialien waren das CF1-Gewebe und das SR PE6405, der FMG betrug für alle SRPs ca. 56 %. Für die Laminatfertigung wurden jeweils acht SRP-Lagen in einem VBO-Verfahren zunächst konsolidiert und imprägniert sowie anschließend ausgehärtet. Der Vakuumaufbau bestand aus dem SRP-Stack, einem Abreißgewebe und der Vakuumfolie. Die Temperierung erfolgte in einem Heraeus NTU 100/150 Ofen. Zur Fertigung der Laminate wurde der Druck im Vakuumaufbau auf unter 100 Pa gesenkt und während des kompletten Prozesses gehalten. Nach einer 16-stündigen Vakuumhaltedauer bei Raumtemperatur erfolgte der Schmelz- und Aushärteprozess. Hierfür wurden die SRP-Stacks zunächst mit einer Heizrate von 2,5 K/min auf 105 °C erwärmt. Diese Temperatur wurde anschließend für 150 Minuten gehalten, um das Harz vollständig aufzuschmelzen sowie die Textilien zu imprägnieren. Nach der Schmelzphase wurde die Temperatur auf 180 °C erhöht, wodurch die Aushärtereaktion initiiert wurde. Nach einer Haltedauer von 30 Minuten wurde der Ofen abgeschaltet und die Laminate kühlten auf Raumtemperatur ab.

Im beobachteten Parameterbereich erwiesen sich SRPs mit einem BG von 20 % als ungeeignet, unabhängig vom Mustertyp. Die entsprechenden Laminate weisen alle hohe Faserondulationen sowie einerseits sehr harzreiche und andererseits trockene Stellen in anderen Laminatbereichen auf, die aufgrund eines unzureichenden Harzflusses resultierten. Laminate, die mit 60 %-SRPs hergestellt wurden, weisen hingegen deutlich geringere Faserondulationen auf. Ebenso fand eine homogene Imprägnierung der Textilien statt. Eine Betrachtung der Laminatquerschnitte zeigt bei 20 %-SRPs

deutliche Rückstände der Musterelemente. Diese Harzansammlungen resultieren aus einem Überspannen der Musterelemente durch die Vakuumfolie sowie der darüberliegenden SRP-Lagen. Ist der Abstand zwischen zwei Musterelementen zu groß, kommt es zu einem sogenannten "Bridging"-Effekt, wodurch die überspannenden Lagen auf Zug belastet werden und hierdurch den Großteil des Konsolidierungsdrucks aufnehmen. Der auf den Musterelementen der darunterliegenden SRP-Lagen herrschende Druck reicht infolgedessen nicht aus, um die Textilien zu imprägnieren. Zudem erzeugt das Überspannen der Vakuumfolie in den höher liegenden SRP-Lagen Hohlräume zwischen den Musterelementen. In diesen Hohlräumen herrscht ein niedrigeres Druckniveau, aufgrund dessen es zu Harzsammlungen in diesen Bereichen kommt.

Insgesamt lag der PVG aller gefertigten Laminate zwischen 5 und 10 % und somit oberhalb des Zielwertes von 2 %. Als Ursachen wurden für die Makroporen die Feuchtigkeit innerhalb der SR-Elemente, die während der Aushärtung ausgasen, und für die Mikroporen eine zu hohe SR-Viskosität vermutet. Bei dem hier verwendeten Vakuumaufbau erfolgte die Evakuierung der Ausgasungen über das Abreißgewebe zu den Absaugungsleitungen. Durch ein vorzeitiges Imprägnieren des Abreißgewebes kam es jedoch zu einem Verschluss dieses Evakuierungsweges, sodass die Ausgasungen nicht evakuiert werden konnten.

#### Fazit für nachfolgende Versuche

Um dem Verschluss der Evakuierungswege entgegenzuwirken, wird in den folgenden Versuchen der Vakuumaufbau um eine gaspermeable VAP-Membran und eine Breather-Lage ergänzt (siehe Abbildung 7.2). Weiterhin wird zur Entfernung der Feuchtigkeit ein Trocknungszyklus bei einer Temperatur von 60 °C durchgeführt. Die Trocknung findet dabei im weiterentwickelten Vakuumaufbau statt mit direkt folgender Aushärtung. Die Haltezeit bei 105 °C wird nicht mehr verwendet. Die Viskosität des SRs ist bei dieser Temperatur mit ca. 105 Pa\*s nicht niedrig genug, um eine Mikroimprägnierung der Rovings zu erreichen (siehe Abbildung 4.8). Der minimale BG der hergestellten SRPs wurde für die nachfolgenden Versuche zudem auf 60 % festgelegt, um ein Überspannen der Musterzwischenräume zu verhindern.

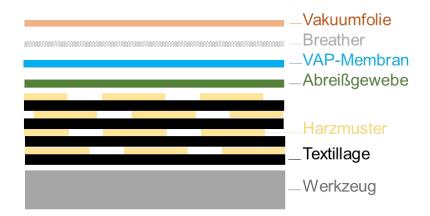


Abbildung 7.2: Weiterentwickelter Vakuumaufbau mit VAP-Membran und Breather-Lage

# 7.3 Einfluss der Prepreg- und Prozessparameter auf die Laminatqualität

In den nachfolgenden Kapiteln wird der Einfluss verschiedener Prepreg- und Prozessparameter auf die Laminatqualität untersucht und hieraus Parameterbereiche für die Richtlinien zur SRP-Verarbeitung abgeleitet. Die Gründe für die Auswahl der Parameter wurden in Kapitel 3.3 erläutert. Die Festlegung der Parameterbereiche erfolgte im Hinblick auf den Stand der Technik sowie auf die aus den Vorversuchen gezogenen Schlussfolgerungen. Die genauen Parameterbereiche werden in den jeweiligen Unterkapiteln diskutiert. Der Aufbau der Unterkapitel ist stets identisch. Es wird zunächst auf die Laminatfertigung und die hierfür verwendeten Parameter eingegangen. Anschließend erfolgt die Diskussion der Ergebnisse.

### 7.3.1 Bedeckungsgrad und Musterelementgeometrie

In diesem Kapitel wird der Einfluss des BGs sowie der Musterelementgeometrie auf die Laminatqualität diskutiert.

## **Laminatfertigung**

Insgesamt wurden vier verschiedene Mustertypen mit dem CF1 als Verstärkungstextil untersucht: Q75, Q60, R75 sowie R60 (weitere Informationen vgl. Tabelle 5.3). Weiterhin wurden als Benchmark vollflächig imprägnierte SRPs verwendet (Abkürzung: "V100"). Der FMG lag für alle SRPs im Bereich der in Tabelle 5.5 ermittelten Werte (zwischen 56 und 59 %), die Größe der Lagen betrug 250 x 200 mm². Der Vakuumaufbau entsprach für alle gefertigten Laminate dem aus Abbildung 7.2. Pro Vakuumaufbau wurden jeweils vier Laminate gefertigt. Um mögliche prozessbedingte Schwankungen auszugleichen, wurden in jedem Vakuumaufbau jeweils vier verschiedene

Mustertypen verarbeitet. Die Dauer der Trocknungsphase betrug fünf Stunden. Nach der Trocknungsphase wurde die Temperatur mit einer durchschnittlichen Aufheizrate von 2,5 K/min auf 180 °C erhöht und das Laminat 30 Minuten lang ausgehärtet. Pro Mustertyp wurden drei Laminate gefertigt und analysiert.

# Ergebnisse der Analysen

Die FVG der gefertigten Laminate sind in Abbildung 7.3 dargestellt. Alle untersuchten Laminate weisen einen FVG von ca. 49 % auf. Aufgrund der geringen Unterschiede der FVG ist die Vergleichbarkeit der durchgeführten ILSS-Versuche gegeben.

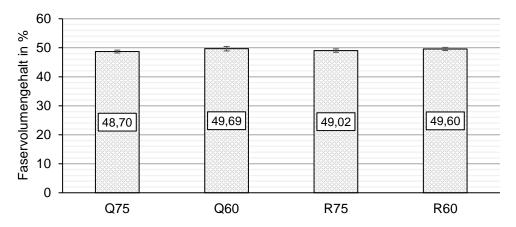


Abbildung 7.3: Faservolumengehalte der gefertigten Laminate nach Mustertyp

Bei der folgenden Diskussion der Ergebnisse wird zunächst auf die Faserondulation und anschließend auf den PVG sowie die ILSS der Laminate eingegangen.

#### <u>Faserondulation</u>

In Abbildung 7.4 sind die Faserondulationsindizes des trockenen Textils sowie der gefertigten Laminate aufgetragen. Zusätzlich wurden als Referenzwert Laminate mittels Vakuuminfusion (VARI von engl. Vacuum Assisted Resin Infusion) gefertigt. Der Wert des trockenen Textils ist der niedrigste der ermittelten Werte, da es im Vergleich zu den mehrlagigen Aufbauten zu keinen Nesting- und Kompaktierungseffekten kommt, welche in einer erhöhten Faserondulation resultieren. Im BG-Bereich von 60 bis 100 % bei einem FMG von ca. 56 bis 59 % hat weder der BG, noch die Musterelementgeometrie einen signifikanten Einfluss auf die Faserondulation. Dies ist hauptsächlich darauf zurückzuführen, dass während der Kompaktierung keine in-plane Bewegung zwischen den SRP-Lagen auftritt. Die resultierenden Faserondulationen liegen im Bereich der VARI-Laminate. Um einen Vergleich zu Laminaten mit stark ondulierten Fasern zu

erhalten, wurden die Faserondulationsindizes der Q20 und R20-Laminate in Kettfadenrichtung aus den Vorversuchen hinzugefügt. Beide Laminate zeigen deutlich erhöhte Faserondulationsindizes, weshalb die verwendete Analysemethode als geeignet bewertet wird.

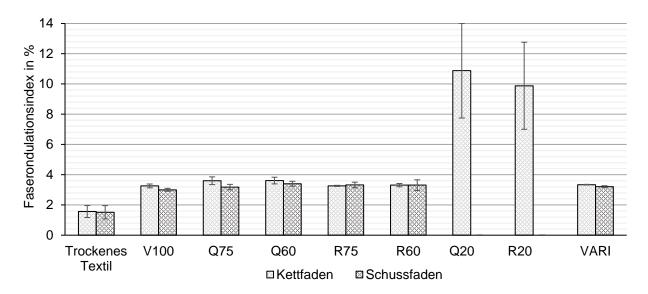


Abbildung 7.4: Einfluss der Musterelementgeometrie und des Bedeckungsgrads auf den Faserondulationsindex der gefertigten Laminate

Zusammenfassend lässt sich feststellen, dass es einen Schwellenwert für den BG gibt, unterhalb dessen die Faserondulation zu hoch und die mechanischen Eigenschaften der Laminate stark reduziert werden. Dieser Wert ist jedoch von der verwendeten Musterelementgröße und den sich daraus ergebenden Abstand der Musterelemente abhängig. Bei einem zu großen Abstand zwischen den Musterelementen kann es bei niedrigen BGs zu den in Kapitel 7.2 erklärten Bridging Effekten kommen. Zudem besteht das Risiko, dass bei zu großen Abständen der Musterelemente die Textilien in die Zwischenräume gedrückt werden. Die hierdurch entstehenden Faserondulationen können während der nachfolgenden Verarbeitungsschritte nicht mehr ausgeglichen werden. In den durchgeführten Versuchen wiesen die R60-SRPs mit 5,3 mm den größten Abstand zwischen den Musterelementkanten auf, bei vergleichbaren Faserondulationen wie die anderen Laminate. Bestimmt man diesen Abstand konservativ als maximalen Abstand d<sub>max</sub> zwischen zwei rechteckigen Musterelementen mit einer Länge L<sub>Musterelement</sub> und einer Breite b<sub>Musterelement</sub>, kann der minimal verwendbare BG über Formel (11) berechnet werden. Hierbei entspricht A<sub>Musterelement</sub> der Fläche des Musterelements und AEinheitszelle die der Einheitszelle.

$$BG_{min} = \frac{A_{Musterelement}}{A_{Einheitszelle}} = \frac{L_{Musterelement} * b_{Musterelement}}{(L_{Musterelement} + d_{max}) * (b_{Musterelement} + d_{max})}$$
 (11)

# Porenvolumengehalt und scheinbare interlaminare Scherfestigkeit

Der Einfluss des BGs auf den PVG und die ILSS der Laminate aus Q-SRPs ist in Abbildung 7.5, der von Laminaten aus R-SRPs in Abbildung 7.6 dargestellt. Insgesamt konnten mit allen Mustertypen Laminate mit einem PVG < 2 % hergestellt und somit der Zielwert für alle Typen erreicht werden.

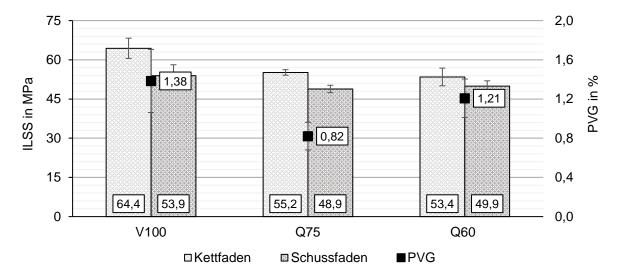


Abbildung 7.5: Einfluss des Bedeckungsgrads von SRPs mit quadratischem Muster auf die Laminatqualität

Beide betrachteten quadratischen Muster weisen tendenziell niedrigere PVG auf, als die Referenzlaminate aus den vollflächig imprägnierten V100-SRPs. Die Q75-Laminate weisen zudem einen niedrigeren PVG auf, als die Q60-Laminate. Dies widerspricht der ursprünglichen Erwartung, dass Laminate aus SRPs mit niedrigerem BG einen niedrigeren PVG aufweisen sollten, da sie aufgrund ihrer größeren Evakuierungskanäle eine verbesserte Evakuierung der SRP-Stacks ermöglichen. Der höhere PVG bei niedrigerem BG ist auch bei den Laminaten aus R-SRPs zu erkennen. Insgesamt liegen die PVG der R-Laminate im Bereich der Referenzlaminate, wobei die R60-Laminate mit einem durchschnittlichen PVG von 1,69 % den höchsten Wert aufweisen. Der erhöhte PVG in Laminaten aus SRPs mit niedrigerem BG bei gleichem FMG ist wahrscheinlich auf die geometriebedingt schlechteren Trocknungseigenschaften der 60 %-Musterelemente zurückzuführen.

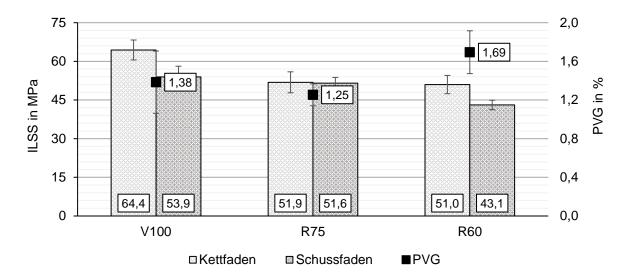


Abbildung 7.6: Einfluss des Bedeckungsgrads von SRPs mit rechteckigem Muster auf die Laminatqualität

Die thermische Trocknung der Musterelemente ist eine komplexe Kopplung aus temperaturinduzierten und von Stoffeigenschaften abhängigen Wärme- und Feuchtigkeitstransporten, die sich gegenseitig beeinflussen (vgl. Kapitel 2.2.1). Nimmt man zur Vereinfachung an, dass die Umgebungsbedingungen und Stoffeigenschaften für ähnliche Musterelemente gleich sind, so hängt die Trocknung ausschließlich von der Erwärmung des Musterelements ab. Durch die getroffenen Vereinfachungen ist die Erwärmung ausschließlich von der charakteristischen Länge Lc der Musterelemente abhängig, welche als Verhältnis zwischen deren Oberfläche und Volumen definiert ist (vgl. Herleitung in Kapitel 2.2.1). In Tabelle 7.2 sind die Werte der charakteristischen Längen nach Mustertyp aufgelistet. Je höher der Wert der charakteristischen Länge, desto höher ist die Biot-Zahl und desto schneller erfolgt die Trocknung.

Tabelle 7.2: Charakteristische Längen der untersuchten Mustertypen

Mustertyp	$A_K$	$V_{K}$	Lc
Q75	216 mm²	40 mm³	5,40 mm <sup>-1</sup>
Q60	144 mm²	32 mm³	4,50 mm <sup>-1</sup>
R75	4.168 mm <sup>2</sup>	800 mm <sup>3</sup>	5,21 mm <sup>-1</sup>
R60	3.408 mm <sup>2</sup>	800 mm <sup>3</sup>	4,26 mm <sup>-1</sup>

Betrachtet man die charakteristischen Längen von ähnlichen Musterelementen, bei denen die Evakuierungseigenschaften ebenfalls vergleichbar sind, so zeigt sich, dass

75 %-Elemente jeweils eine größere charakteristische Länge aufweisen, als ihre korrespondierenden 60 %-Elemente. Hierdurch weisen sie ein besseres Trocknungsverhalten auf, woraus ein niedriger PVG resultiert. Vergleicht man die PVG von Q- und R-Laminaten mit gleichem BG miteinander, so ist zu erkennen, dass Q-Laminate stets den niedrigeren PVG aufweisen (Abbildung 7.7). Dies ist wahrscheinlich auf deren verbesserten Trocknungseigenschaften infolge höherer charakteristischer Längen sowie deren verbesserten Evakuierungseigenschaften zurückzuführen. Bei Stacks aus Q-SRPs erfolgt die Evakuierung in-plane, anders als bei R-SRPs, in mehrere Richtungen. Zudem kommt es bei Q-SRPS in Dickenrichtung nicht zu einem Verschluss der Evakuierungspfade zwischen zwei Lagen.

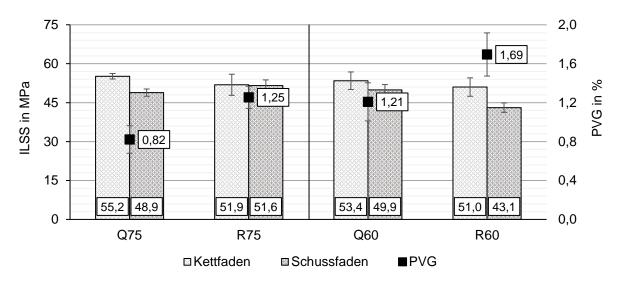
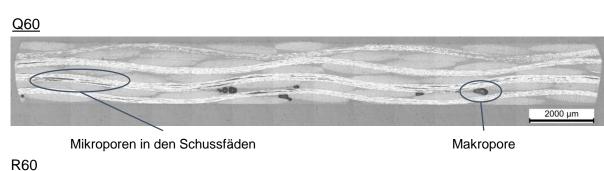


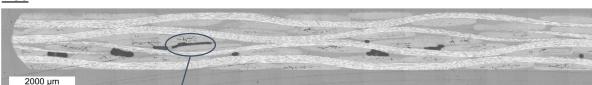
Abbildung 7.7: Einfluss der Musterelementgeometrie auf die Laminatqualität bei vergleichbaren Bedeckungsgraden; links: bei 75 %, rechts bei 60 %

Es lässt sich die Hypothese aufstellen, dass durch eine Erhöhung der Trocknungsdauer der PVG für alle Mustertypen auf ein ähnliches Niveau reduziert werden kann. Der BG sowie die Musterelementgeometrie beeinflussen somit nicht den minimal erreichbaren PVG, sondern lediglich die benötigte Trocknungsdauer. Zur Validierung der Hypothese wird im nächsten Kapitel die Trocknungsdauer auf 15 Stunden erhöht und der Einfluss auf den PVG der Laminate untersucht.

Die ILSS-Werte der gefertigten Laminate liegen innerhalb der Standardabweichung bei Beachtung der Testrichtung (Kett- und Schussfaden), mit Ausnahme der Schussfadenrichtung der R60-Laminate, die eine deutlich verringerte ILSS aufweisen sowie der V100-Laminate in Kettfadenrichtung, mit einer höheren ILSS. Die Unterschiede im

PVG sind zwischen den Q-Laminaten und den R75-Laminaten im betrachteten Parameterbereich somit zu gering, um eine signifikante Reduzierung der ILSS hervorzurufen. Für die R60-Laminate führte der erhöhte PVG zu einer Verringerung der ILSS. Dies ist auf die Verringerung der Probenquerschnittfläche durch die Poren sowie auf Spannungsüberhöhungen an deren Kanten zurückzuführen. Die Geometrie und Größe der Poren spielt hierbei eine entscheidende Rolle. Vor allem Poren mit großen Aspektverhältnissen von Länge zu Breite resultieren in einer signifikanten Reduzierung der ILSS, aufgrund ihrer Anfälligkeit für eine Rissentstehung [5, 168–170, 172]. In Abbildung 7.8 sind beispielhaft die Schliffbilder eines Q60- und R60-Laminats dargestellt. Zu erkennen sind in beiden Laminaten sowohl Mikroporen, die vermutlich auf einen unzureichenden Harzfluss oder eingeschlossene Feuchtigkeit hindeuten, als auch Makroporen, die ebenfalls infolge eingeschlossener Feuchtigkeit entstehen. [6, 76, 147, 173] Die am häufigsten vorkommenden Poren liegen als Ellipsoid oder kugelförmig vor. Weiterhin sind größere Poren zu erkennen, die aus einer Agglomeration mehrerer Blasen entstanden sind. Die Makroporen der R60-Laminate sind im Vergleich zu Q60-Laminaten flächenmäßig größer und weisen ein größeres Aspektverhältnis von Länge zu Breite auf.





Makropore mit großem Aspektverhältnis

Abbildung 7.8: Schliffbilder eines Q60- und eines R60-Laminats mit 5 h Trocknungsdauer In Kombination mit dem insgesamt höheren PVG der R60-Laminate ergibt sich deren verringerte ILSS. Die höheren ILSS-Werte der V100-Laminate stehen im Widerspruch zu den ermittelten PVG. Ein Grund für die erhöhten Werte können lokal niedrigere PVG in den entnommenen ILSS-Proben, im Vergleich zu den Proben für die PVG-

Bestimmung, sein. Für alle gefertigten Laminate ist die ILSS in Schussfadenrichtung tendenziell geringer als in Kettfadenrichtung. Dies ist voraussichtlich auf die schlechtere Mikroimprägnierung der Schussfäden zurückzuführen, die in allen gefertigten Laminaten gleichermaßen auftritt (siehe, Abbildung 7.9). Ein Grund für die schlechtere Mikroimprägnierung in Schussfadenrichtung kann die niedrigere Permeabilität des Gewebes in dieser Richtung sein. Die Bestimmung der in-plane Permeabilität des Gewebes zeigte eine um 35 % geringere Permeabilität in Schussfadenrichtung (Bestimmung erfolgte nach Methode und mit System aus [174]).

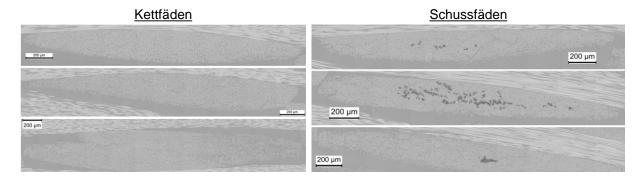


Abbildung 7.9: Mikroimprägnierung der Kettfäden (links) und Schussfäden (rechts) eines Q60-Laminats

# 7.3.2 Trocknungszyklus

In diesem Kapitel wird der Einfluss des Trocknungszyklus auf die Laminatqualität untersucht und die in Kapitel 7.3.1 aufgestellte Hypothese überprüft. Zunächst wird die Laminatfertigung erläutert und anschließend die Ergebnisse der Analysen.

## **Laminatfertigung**

Es wurden drei verschiedene SRP-Typen verwendet: V100, Q75 und Q60, alle mit dem CF1 als Verstärkungstextil. Größe der Lagen, deren FMG sowie der Vakuumaufbau entsprechen den Werten aus 7.3.1. Pro Vakuumaufbau wurden jeweils vier Laminate gefertigt. Um mögliche prozessbedingte Schwankungen auszugleichen, wurden in jedem Vakuumaufbau jeweils alle SRP-Typen verarbeitet. Untersucht wurden zwei Trocknungszyklen mit einer Dauer von 5 und 15 h bei jeweils 60 °C. Zur Temperaturüberwachung während des Prozesses wurden zwei Thermoelemente angebracht, eines auf der Werkzeugplatte und eines auf dem Vakuumsack, etwa in der Mitte des

Q75 Laminats. Nach dem Trocknungszyklus wurde die Temperatur mit einer durchschnittlichen Heizrate von 2,5 K/min auf 180 °C erhöht und das Laminat 30 Minuten lang ausgehärtet. Pro SRP-Typ wurden drei Laminate gefertigt.

## Ergebnisse der Analysen

## **Faserondulation**

Äquivalent zur Musterelementgeometrie hat auch die Trocknungsdauer keinen Einfluss auf den BF oder die Faserondulation in dem betrachteten Parameterbereich (BG 60 bis 75 %; FMG 56 %, siehe Abbildung 7.4). Relevante Einflussparameter wurden in Kapitel 7.3.1 diskutiert.

# Porenvolumengehalt und scheinbare interlaminare Scherfestigkeit

In Abbildung 7.10 sind die Werte der PVG und der ILSS für eine 5 h und 15 h Trocknungsdauer nach SRP-Typ dargestellt. Bei allen Laminaten führte die erhöhte Trocknungsdauer zu einer deutlichen Reduzierung des PVGs und einer Erhöhung der ILSS für die Q-Laminate. Dies bestätigt die im Stand der Technik erwähnte Reduzierung des PVG in Laminaten aus SRPs infolge einer Trocknung (siehe Kapitel 2.2.3).

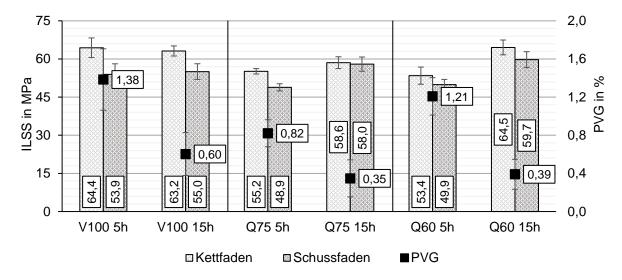
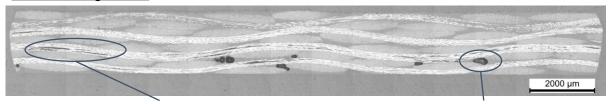


Abbildung 7.10: Einfluss der Trocknungsdauer auf die Laminatqualität von V100 (links), Q75 (Mitte) und Q60 (rechts) SRPs

In den Q-Laminaten mit 15-stündiger Trocknung treten so gut wie keine Makroporen mehr auf (Abbildung 7.11). In den V100-Laminaten mit 15 h Trocknung ist der Anteil an Makroporen größer, worauf deren höherer PVG zurückzuführen ist.

# 5 h Trocknungsdauer:



Mikroporen in den Schussfäden

Makropore

#### 15 h Trocknungsdauer:

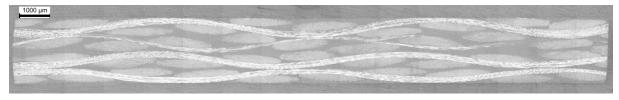


Abbildung 7.11: Schliffbilder von Q60-Laminaten mit 5 h Trocknungsdauer (oben) und 15 h Trocknungsdauer (unten)

Die postulierte Hypothese, dass eine erhöhte Trocknungsdauer den PVG für unterschiedliche Muster auf das gleiche Niveau reduziert, hat sich für die Q-Laminate bestätigt (siehe Abbildung 7.12). Auffällig ist jedoch, dass der PVG der V100-Laminate immer noch über dem der Q-Laminate liegt. Eine mögliche Ursache hierfür könnten die verbesserten Evakuierungseigenschaften der bemusterten SRP-Stacks sein, infolge derer die Feuchtigkeit zuverlässiger evakuiert werden kann.

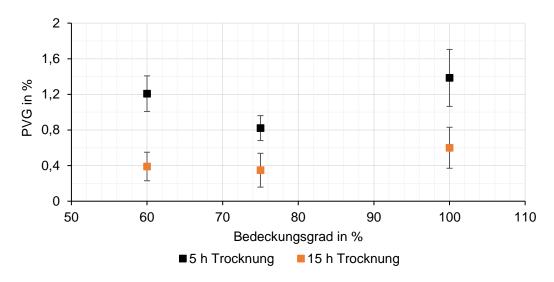


Abbildung 7.12: Porenvolumengehalt-Bedeckungsgrad-Diagramm für eine Trocknungsdauer von 5 und 15 h

Aufgrund der verringerten PVG, stieg die ILSS bei allen SRP-Typen auf ca. 60 MPa an. Die ILSS-Werte aller untersuchten SRP-Typen liegen bei einer 15 h Trocknung innerhalb der Standardabweichungen. Die V100-5 h Laminate weisen trotz höherem

PVG auch hier mit die höchsten ILSS-Werte auf, auch im Vergleich zu V100-15 h Laminaten. Die ILSS in Schussfadenrichtung war auch hier aufgrund einer schlechteren Mikroimprägnierung tendenziell geringer, als in Kettfadenrichtung. Eine Verbesserung der Mikroimprägnierung kann ggf. durch eine Verringerung der Viskosität während der Verarbeitung erreicht werden. Um dies zu überprüfen, wird im folgenden Kapitel die Viskosität durch ein Anpassen der Heizrate beeinflusst.

#### 7.3.3 Heizrate

In diesem Kapitel wird der Einfluss der Heizrate auf die Laminatqualität betrachtet.

## Laminatfertigung

Für alle Versuche wurden Q75-SRPs auf Basis des CF1-Gewebes verwendet. Die SRP-Größe für die Laminatfertigung betrug 120 x 95 mm², der Vakuumaufbau entspricht dem aus Kapitel 7.3.1. Die Trocknungsdauer betrug 15 h bei 60 °C. Zur Ermittlung der Heizrate wurden Thermoelemente auf einem der SRP-Stacks aufgebracht. Die untersuchten Heizraten betragen im Durchschnitt 1 K/min, 2,5 K/min (bei Verwendung der maximal möglichen Heizrate des Ofens) und 8 K/min. Zur Erreichung der 8 K/min wurde der Ofen auf 180 °C vorgeheizt und anschließend der Vakuumaufbau eingelegt. Die angegebenen Heizraten sind die durchschnittlich erreichten Werte. Pro Heizrate wurden drei Laminate gefertigt und untersucht.

### Ergebnisse der Analysen

### <u>Faserondulation</u>

Die Heizrate hat keinen Einfluss auf die Faserondulation der untersuchten Laminate.

# Porenvolumengehalt und ILSS

In Abbildung 7.13 sind der PVG sowie die Werte der ILSS abgebildet. Für die Heizarten von 1 K/min und 2,5 K/min sind nur geringe Unterschiede im PVG festzustellen, während der PVG bei einer Heizrate von 8 K/min am höchsten ist.

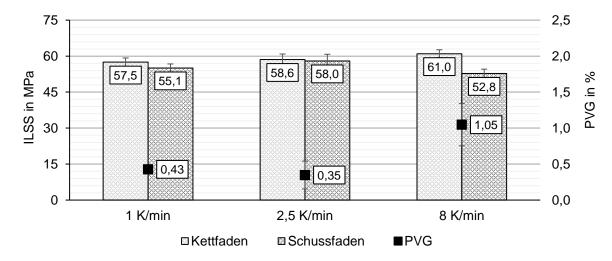


Abbildung 7.13: Einfluss der Heizrate auf die Laminatqualität

In Abbildung 7.14 sind beispielhaft Laminate dargestellt, die mit den unterschiedlichen Heizraten gefertigt wurden. In den Schliffbildern wird ersichtlich, dass die Laminate mit einer Heizrate von 8 K/min sowohl mehr Makro- als auch, entgegen der Annahmen, mehr Mikroporen aufweisen.

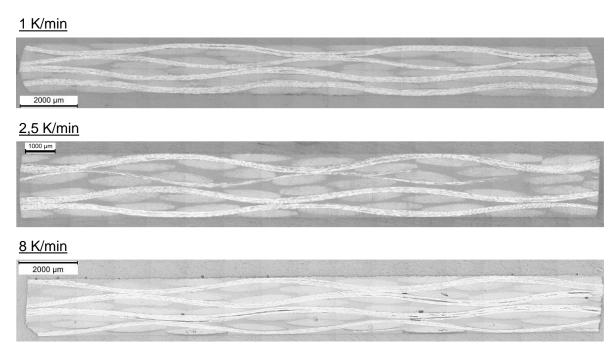


Abbildung 7.14: Schliffbilder von Laminaten, die mit unterschiedlichen Heizraten gefertigt wurden

Die Ergebnisse legen nahe, dass es nicht ausschließlich das Ziel sein sollte eine möglichst niedrige minimale Viskosität zu erreichen. Wichtiger ist die Unterschreitung einer Grenzviskosität für eine ausreichend lange Zeitspanne, sodass eine vollständige

Mikroimprägnierung möglich ist. Ist die Heizrate zu hoch, nimmt zwar die minimal erreichbare Viskosität ab, jedoch nimmt sie infolge einer erhöhten Reaktionskinetik auch schneller zu, wodurch sich die Topfzeit verringert (siehe Abbildung 2.15 und Abbildung 4.9). Wird die Topfzeit hinreichend kurz, kommt die Imprägnierung der Rovings vorzeitig zum Erliegen und Mikroporen verbleiben. Dieses Phänomen scheint bei der Verarbeitung von SRPs mit dem CF1-Gewebe bereits bei einer Heizrate von 8 K/min aufzutreten. Auch bei Laminaten, die mit einer Heizrate von 1 K/min gefertigt wurden, sind Mikroporen in den Schussfäden erkennbar. Dies ist vermutlich auf die erhöhte Viskosität zurückzuführen. Für die nachfolgenden Versuche und die Richtlinien wird deshalb eine Heizrate von 2,5 K/min empfohlen.

# 7.3.4 Fasermassengehalt

Zur Untersuchung des Einflusses des FMG auf die Laminatqualität wurden Q75-SRPs mit drei unterschiedlichen FMG hergestellt. Für die Herstellung wurde das in Kapitel 5.2 entwickelte Siebdruckverfahren sowie das CF1-Gewebe verwendet. Um einen höheren SR-Auftrag zu erreichen und hierdurch den FMG zu variieren, wurden die SRPs mehrfach bepulvert. Nachdem das pulverförmige SR im ersten Schritt aufgebracht und gesintert wurde, wurde mit demselben Lochblech eine weitere Schicht Pulver aufgetragen und gesintert. Durch ein Wiederholen dieser Schritte kann der FMG iterativ verringert werden. Die FMG der hergestellten SRPs betrugen  $56,2\% \pm 0,9$  p.p.,  $44,4\% \pm 3,2$  p.p. sowie  $34,1\% \pm 1,5$  p.p.

#### Laminatfertigung

Die Größe der SRP-Lagen betrug 120 x 95 mm², der Vakuumaufbau entspricht dem aus Kapitel 7.3.1. Um mögliche prozessbedingte Schwankungen auszugleichen, wurden in jedem Vakuumaufbau jeweils alle drei FMG verarbeitet. Die Trocknungsdauer betrug 15 h bei 60 °C. Zur Temperaturmessung wurden zwei Thermoelemente angebracht, eines an der Werkzeugplatte und eines auf dem Vakuumsack. Nach der Trocknungsphase wurde die Temperatur mit einer durchschnittlichen Aufheizrate von 2,5 K/min auf 180 °C erhöht und das Laminat 30 Minuten lang ausgehärtet. Pro FMG wurden drei Laminate gefertigt und analysiert.

# Ergebnisse der Analysen

Aufgrund des variierenden FMGs der SRPs weisen die gefertigten Laminaten unterschiedliche FVG auf (56,2 % FMG: 48,7 %  $\pm$  0,5 p.p; 44,4 % FMG: 38,7 %  $\pm$  1,0 p.p.; 34,1 % FMG: 34,01 %  $\pm$  1,6 p.p FVG). Da dies die Vergleichbarkeit der mechanischen Eigenschaften signifikant beeinflusst, werden die ILSS-Werte nicht verglichen.

#### Faserondulation

Abbildung 7.15 zeigt den Einfluss des FMG auf den BF sowie den Faserondulationsindex. Die BF der SRPs mit einem FMG von 44,4 % und 34,1 % liegen innerhalb der Standardabweichungen und betragen ca. 3,9. Jedoch resultierte bei beiden SRP-Typen, aufgrund eines unzureichenden Bleed-Outs in die Hilfsmaterialien, eine größere Laminatdicke. Die Laminatdicke der 44,4 %-SRPs beträgt 2,49  $\pm$  0,15 mm, die der 34,1 %-SRPs beträgt 3,12  $\pm$  0,15 mm. Durch die Dickenunterschiede und die Überschreitung der Ziellaminatdicke von 2 mm, sind die berechneten BF niedriger als wenn die Ziellaminatdicke erreicht worden wäre. Wäre die Ziellaminatdicke erreicht worden, bspw. durch die Verwendung von Bleedern mit hoher Harzaufnahmefähigkeit, würde der BF für die 44,4 %-SRPs 4,91 und der für die 34,1 %-SRPs 5,76 betragen (ausgehend von den gemessenen Stackdicken von 9,82  $\pm$  0,05 mm für 44,4 %-SRPs, bzw. 11,52  $\pm$  0,05 mm für 34,1 %-SRPs). In Abbildung 7.15 sind die mit den tatsächlich Dicken berechneten BF der SRPs angegeben.

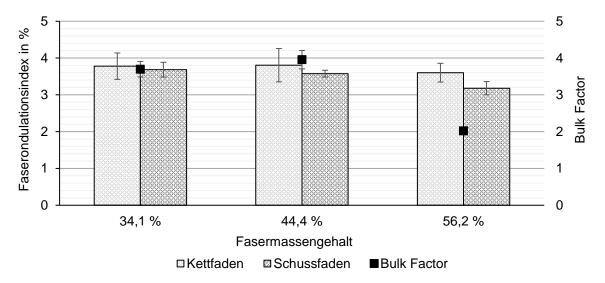


Abbildung 7.15: Einfluss des Fasermassengehalts auf den Faserondulationsindex und den Bulk Factor

Trotz des niedrigeren BFs der 56,2 %-SRPs von 2,02, liegt deren Faserondulationsindex in der Standardabweichung der SRPs mit niedrigerem FMG. Der BF hat somit im betrachteten Bereich keinen signifikanten Einfluss auf den Faserondulationsindex bei der Fertigung ebener Laminate.

## Porenvolumengehalt

In Abbildung 7.16 ist der Einfluss des FMG auf den PVG dargestellt. Der PVG beträgt für die FMG von 44,4 % und 34,1 % weniger als 0,1 % und ist niedriger als bei einem FMG von 56,2 %.

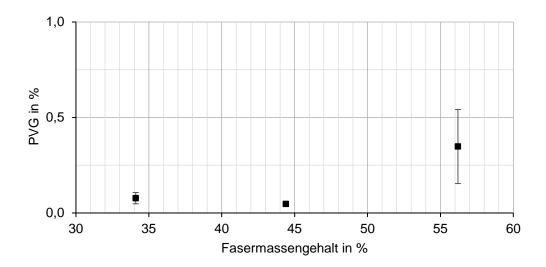


Abbildung 7.16: Einfluss des Fasermassengehalts der SRPs auf den Porenvolumengehalt

Betrachtet man Schliffbilder der gefertigten Laminate wird deutlich, dass die erhöhte SR-Menge in den SRPs mit niedrigerem FMG zu einer verbesserten Mikroimprägnierung führte (siehe Abbildung 7.17). Durch den limitierten Bleed-Out in Hilfsmaterialien sowie infolge deren Sättigung mit SR, wurde das restliche SR effizienter in die Mikrostrukturen der Rovings gedrückt. Aufgrund des niedrigen Bleed-Outs resultierten jedoch auch größere Laminatdicken für niedrige FMG und harzreiche Zonen innerhalb der Laminate sowie an deren Oberflächen. Die Ergebnisse lassen darauf schließen, dass die Mikroporen in den Laminaten aus SRPs mit einem FMG von 56,2 % nicht nur auf eine zu hohe Viskosität oder eingeschlossene Feuchtigkeit zurückzuführen sind, sondern hauptsächlich auf eine zu geringe SR-Menge. Ein FMG von ca. 50 % könnte in der Lage sein sowohl die Ziellaminatdicke von 2 mm zu erreichen als auch die Mikroimprägnierung der Rovings zu verbessern.

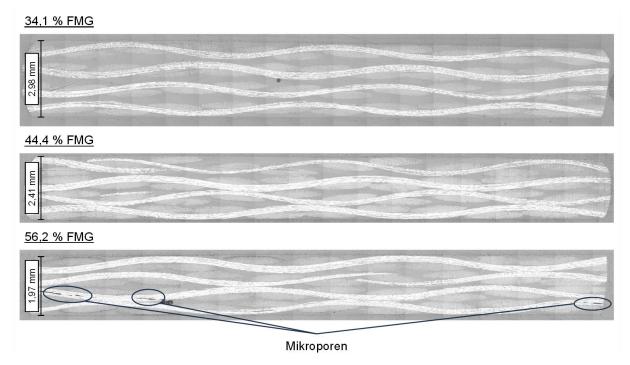


Abbildung 7.17: Schliffbilder von Laminaten gefertigt aus SRPs mit unterschiedlichen Fasermassengehalten

# 7.3.5 Randabdichtung

Die zusätzlichen Evakuierungskanäle in Dickenrichtung der SRPs mit Musterimprägnierung kommen vor allem bei großflächigen Bauteilen zum Tragen (Seitenlängen > 3 m), bei denen die Evakuierung von Luft- und Feuchtigkeitseinschlüssen inplane nicht robust stattfinden kann. Um Bauteile dieser Größenordnung im Labormaßstab simulieren zu können, wurden Laminate gefertigt, bei denen die Ränder mit Kaptonklebeband abgedichtet wurden. Hierdurch erfolgte die Evakuierung hauptsächlich in Dickenrichtung der SRP-Stacks.

## **Laminatfertigung**

Es wurden Laminate aus Q60, Q75 sowie V100-SRPs mit dem CF1-Gewebe gefertigt. SRP-Größe sowie Aushärtezyklus entsprechen denen aus Kapitel 7.3.4.

#### **Ergebnisse der Analysen**

# <u>Faserondulation</u>

Analog zu vorherigen Ergebnissen (vgl. Kapitel 7.3.2), hatte die Randabdichtung weder einen Einfluss auf den BF der SRPs noch auf die Faserondulationen.

# Porenvolumengehalt und scheinbare interlaminare Scherfestigkeit

In Abbildung 7.18 sind der PVG sowie die ILSS-Werte der gefertigten Laminate dargestellt. Infolge der Randabdichtung weisen alle Laminate höhere PVG auf, als korrespondierende Laminate, die ohne Randabdichtung gefertigt wurden. Die V100-Laminate weisen mit einem PVG von 1,73 % den höchsten Wert auf.

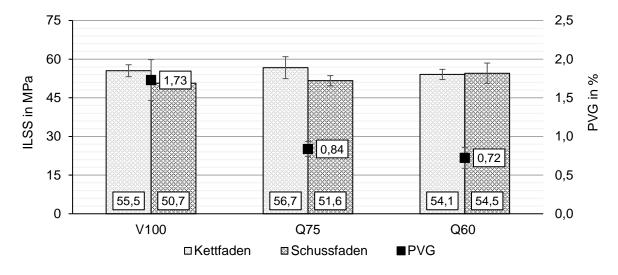


Abbildung 7.18: Einfluss der Musterimprägnierung auf die Laminatqualität bei der Fertigung von Laminaten mit Randabdichtung

In Abbildung 7.19 sind exemplarisch Schliffbilder der gefertigten Laminate abgebildet. Der Großteil des PVG ist bei allen Laminattypen auf Makroporen zurückzuführen, die infolge der Randabdichtung nicht evakuiert werden konnten. Sowohl die Größe als auch der Volumenanteil der Poren sind bei Laminaten aus SRPs mit Musterimprägnierung geringer. Dies ist wahrscheinlich auf die zusätzlichen Evakuierungskanäle in Dickenrichtung der bemusterten SRPs zurückzuführen und stützt die Annahme der verbesserten Evakuierungseigenschaften gegenüber den V100-Stacks. Für großflächige FKV-Bauteile kann eine Musterimprägnierung somit zu einer Reduzierung des PVG und einer Erhöhung der Prozessrobustheit führen. Trotz der größeren Poren liegen die ILSS-Werte der V100-Laminate im Bereich der Q75- und Q60-Laminate. Auch das größere Aspektverhältnis der Makroporen innerhalb der V100-Laminate führte nicht zu einer vergleichbaren Reduktion der ILSS-Werte, wie sie bei den R60-Laminaten mit 5-stündiger Trocknung auftritt (vgl. Kapitel 7.3.1). Die ILSS-Werte der Laminate mit Randabdichtung sind tendenziell etwas geringer als die ohne Randabdichtung, jedoch liegen die Werte noch innerhalb der Standardabweichung.

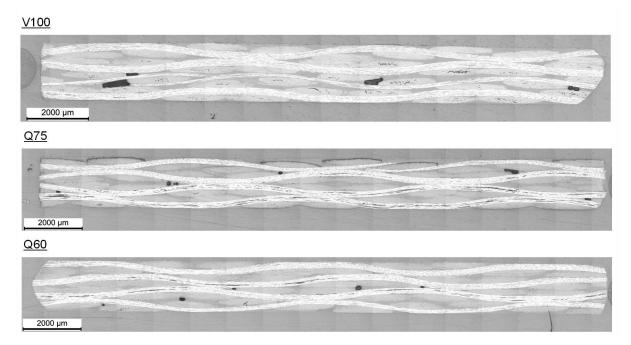


Abbildung 7.19: Schliffbilder der gefertigten Laminate mit Randabdichtung nach SRP-Typ

#### 7.3.6 Textil

In diesem Kapitel wird der Einfluss der Textilverstärkung auf die Laminatqualität untersucht. Als Textilien wurden die in Kapitel 7.1.1 beschriebenen Gewebe verwendet.

#### **Laminatfertigung**

Für die Laminatfertigung wurde auf allen Textilien ein Q75-Muster aufgetragen. Größe der Lagen sowie der Vakuumaufbau entsprechen den Werten aus 7.3.1. Der FMG der GF-SRPs liegt mit 48,6 % unter dem der CF1-SRPs (56,2 %), was auf das niedrigere Flächengewicht des GF-Textils zurückzuführen ist. Um vergleichbare Laminate mit den CF2-Textilien zu fertigen, wurden vier Lagen des CF2 mit den vorhandenen Lochblechen zu SRPs verarbeitet und diese dann für die Laminatfertigung alternierend mit vier trockenen CF2 Lagen kombiniert. Die Trocknungsdauer betrug jeweils 5 h und 15 h bei 60 °C. Zur Temperaturüberwachung während des Prozesses wurden zwei Thermoelemente angebracht, eines an der Werkzeugplatte und eines auf dem Vakuumsack, etwa in der Mitte des Q75-CF1 Laminats. Nach der Trocknungsphase wurde die Temperatur mit einer durchschnittlichen Heizrate von 2,5 K/min auf 180 °C erhöht und die Laminate 30 Minuten lang ausgehärtet. Pro Textil und Trocknungsdauer wurden drei Laminate gefertigt (Ausnahme: CF2 15 h).

# Ergebnisse der Analysen

Im Folgenden sind die Ergebnisse der Analysen aufgeführt. Aufgrund der unterschiedlichen mechanischen Eigenschaften der CF- und GF-Gewebe wurden die ILSS der gefertigten Laminate nicht miteinander verglichen.

# **Faserondulation**

In Abbildung 7.20 sind die Faserondulationsindizes der CF- und GF-Textilien aufgetragen. Für alle Textilien sind die Werte in Kettfadenrichtung höher als in Schussfadenrichtung. Das trockene GF-Textil weist eine deutlich geringere Faserondulation auf als die trockenen CF-Gewebe. Die Faserondulationsindizes der gefertigten Laminate liegen im Vergleich zu den Werten der trockenen Textilien näher beieinander, wobei die CF2-Laminate die geringsten Faserondulationen aufweisen. Die Faserondulationen liegen für alle SRP-Laminate im Bereich von korrespondierenden Laminaten, die mittels VARI bzw. Resin Transfer Molding (RTM) gefertigt wurden.

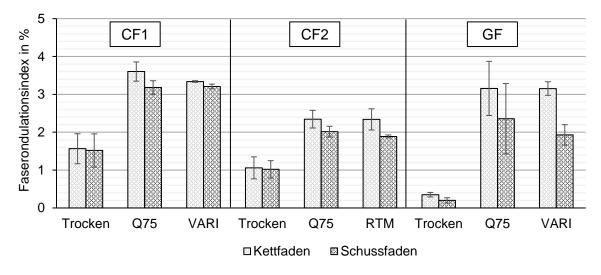


Abbildung 7.20: Vergleich der Faserondulationindizes von trockenen Textilien und gefertigten Laminaten

#### <u>Porenvolumengehalt</u>

Der PVG der gefertigten Laminate ist in Abbildung 7.21 nach Textil und Trocknungsdauer aufgetragen. Während die Trocknungsdauer einen signifikanten Einfluss auf den PVG der CF1-Laminate hat, haben die gewählten Trocknungszeiten keinen Einfluss auf den PVG der GF- und CF2-Laminate. Der PVG der GF-Laminate ist mit ca. 0,3 % ähnlich hoch wie der der CF1-Laminate mit einer 15 h Trocknung. Die CF2-Laminate

weisen bei einer 5 h Trocknung bereits einen sehr niedrigen PVG von 0,02 % auf, weshalb eine Fertigung mit einer 15 h Trocknung nicht notwendig war.

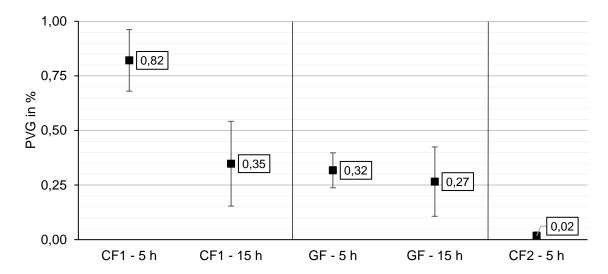


Abbildung 7.21: Einfluss des Textils und der Trocknungsdauer auf den Porenvolumengehalt der gefertigten Laminate

In Abbildung 7.22 sind Schliffbilder der gefertigten Laminate aus den betrachteten Geweben mit einer Trocknungsdauer von 5 h gegenübergestellt. Der Großteil des PVG in den CF1-Laminaten ist auf große Makroporen zurückzuführen, die infolge von Feuchtigkeitseinschlüssen resultieren.



Abbildung 7.22: Schliffbilder von Laminaten gefertigt aus verschiedenen Textilien mit einer Trocknungsdauer von 5 h

Bei den Laminaten aus den GF- und CF2-Geweben treten fast keine Makroporen auf, was auf eine ausreichend lange Trocknung hinweist. Weiterhin ist der FMG von ca. 56 % für die CF2-Laminate ausreichend, um eine vollständige Mikroimprägnierung zu erreichen. Die Auswahl des FMG ist somit ebenso vom Textil abhängig, wie die benötigte Trocknungsdauer.

Ein Grund für die Beeinflussung der Trocknungsdauer kann ein verbessertes Evakuierungsverhalten der GF- und CF2-Textilien im Vergleich zum CF1 sein, wodurch Feuchtigkeit schneller aus dem Stack evakuiert werden kann. Ein Vergleich der Gewebe zeigt zwar die höchsten Ebenenpermeabilitäten für das CF1 (vgl. Anhang D), jedoch wird die gemessene Permeabilität maßgeblich von Nesting- und Kompaktierungseffekten zwischen den trockenen Textillagen des Stacks beeinflusst. Ein Nesting zwischen trockenen Textillagen findet bei den SRPs durch die Musterimprägnierung nicht statt, ebenso wird die Garndeformationen aufgrund deren Fixierung durch die Musterelemente verringert. Da deshalb die verdampfte Feuchtigkeit ausschließlich durch einzelne Lagen des Gewebes strömt, ist ein Vergleich der Einzellagenparameter sinnvoller, als die Betrachtung von Permeabilitäten, die an trockenen Textilstacks gemessen wurden. Neben der Webart, dem Flächengewicht, der Dicke, dem Faserdurchmesser sowie der Faserondulation, spielt vor allem die Fadendichte im Zusammenspiel mit dem Titer eine entscheidende Rolle. Das Verhältnis von Fadendichte zu Titer bestimmt, ob das Gewebe offen oder geschlossen vorliegt und somit wie permeabel das Gewebe ist [175-178]. Die Einteilung erfolgt nach [177, 178] durch Betrachtung der Fadendichte F und des Titers T der Gewebe anhand einer Trennlinie, ab der sich die Rovings des Gewebes gerade so berühren. Ihre Funktion ist definiert als:

$$F = 110.5 * T^{-0.5} \tag{12}$$

Die Trennlinie sowie die Lage der verwendeten Gewebe im Fadendichte-Titer-Diagramm sind in Abbildung 7.23 dargestellt. Alle verwendeten Gewebe liegen im Bereich der offenen Gewebe. Jedoch liegt das CF1-Gewebe im Fadendichte-Titer-Diagramm am nächsten an der Trennlinie und ist somit dichter als das GF- und das CF2-Gewebe. Infolgedessen ist die Permeabilität der CF1-Einzellagen geringer, wodurch Feuchtigkeit schlechter evakuiert werden kann und die benötigte Zykluszeit zunimmt. Ebenso sind alle anderen Textilparameter des CF1-Gewebes nachteiliger für die Evakuierung.

So weist das CF1-Gewebe das höchste Flächengewicht, die größte Dicke sowie die höchsten Faserondulationen auf [175–178]. Als Textilverstärkung eignen sich für eine schnelle und robuste Verarbeitung von SRPs somit primär offene Textilien mit geringen Flächengewichten.

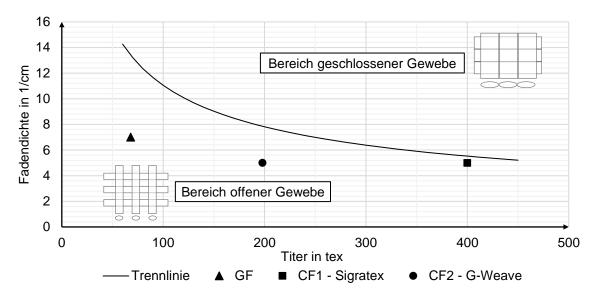


Abbildung 7.23: Kategorisierung der verwendeten Gewebe in offen und geschlossen nach [177, 178]

# 7.4 Erfüllungsgrad der Anforderungslisten und abgeleitete Richtlinien

In Tabelle 7.3 erfolgt der Abgleich der erzielten Ergebnisse mit der Anforderungsliste.

Tabelle 7.3: Erfüllungsgrad der Anforderungslisten zur Laminatfertigung und -qualität

Kategorie	Anforderung qualitativ	Anforderung detailliert / quantitativ	F/W	Erfüllt?
Porosität	Geringer Porenvolumengehalt	< 2 %	F	<b>✓</b>
Faserondulation	Faserondulationsindex vergleichbar zu Laminaten aus vollflächig im- prägnierten SRP	-	F	<b>✓</b>
Mechanische Eigenschaften	Vergleichbar zu Laminaten aus vollflächig imprägnierten SRP	Referenzwert: scheinbare interlami- nare Scherfestigkeit	F	<b>✓</b>
Zykluszeit	Geringere Zykluszeit als bei Lami- naten aus vollflächig imprägnierten SRP	-	W	<b>&gt;</b>
Dickentoleranz	Hohe Reproduzierbarkeit der Dicke	± 0,2 mm	F	<b>✓</b>
Gravimetrische Toleranz	Hohe Reproduzierbarkeit des Lami- natgewichts und des Faservolu- mengehalts	Gewicht: ± 50 g/m² Faservolumengehalt: ± 2 p.p.	W	<b>✓</b>

Da alle Anforderungen mit den verwendeten Materialien erfüllt wurden, kann der letzte Prozess innerhalb der Prozesskette als erfolgreich umgesetzt angesehen werden. Die aus den Ergebnissen abgeleiteten Ergebnisse sind in folgender Tabelle beschrieben. Die Richtlinien werden im nächsten Kapitel anhand eines Demonstrators überprüft und nach Bedarf angepasst.

Tabelle 7.4: Richtlinien für die Laminatfertigung

Parameter	Richtlinienempfehlung	
Musterelementgeometrie	Beliebig auf Drapierbedingungen anpassbar, kann in höherer Trocknungsdauer resultieren	
Bedeckungsgrad	Der minimal mögliche BG kann für gegebene Musterelementgeometrie mit Formel (11) berechnet werden	
Trocknungszyklus	Unter Vakuum mind. 15 h bei 60 °C für geschlossene Gewebe mit einem Flächengewicht > 300 g/m²; 5 h bei offenen Geweben mit einem Flächengewicht < 300 g/m²	
FMG	Zwischen 50 und 56 %	
Heizrate	2,5 K/min	

# 8 Validierung der Prozesskette und Beantwortung der Fragestellungen

In diesem Kapitel erfolgt die Validierung der Prozesskette sowie der dazugehörigen Richtlinien anhand der Fertigung des Omega-Profils. Abschließend werden die allgemeine Fragestellung und die Forschungsfragen diskutiert.

# 8.1 Validierung der Prozesskette und der Richtlinien

Zur Fertigung des in Kapitel 3.1 vorgestellten Omega-Profils, wurde das in Abbildung 8.1 dargestellte Musterdesign ausgewählt. Das Muster setzt sich aus Rechtecken zusammen, die gezielt eine Biegung des SRPs ermöglichen bzw. verhindern. Im Bereich der Stege des Omega-Profils verhindern die Rechtecke in Längsrichtung gezielt eine Biegung, während die orthogonal dazu orientierten Rechtecke eine Biegung und somit die Abformung der Radien ermöglichen. Abbildung 8.1 verdeutlicht dies durch die schematische Darstellung des zum Omega-Profil drapierten SRPs. Die 220 x 80 mm² großen SRPs wurden mit dem entwickelten 3D-Druck-Verfahren hergestellt.

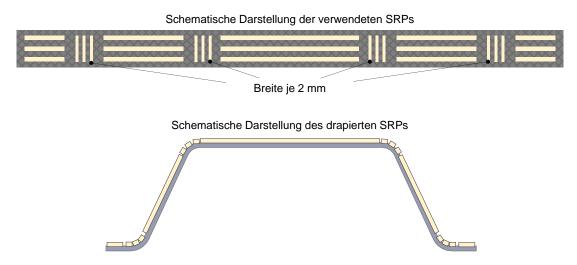


Abbildung 8.1: Verwendetes Musterdesign (oben) und drapiertes SRP (unten)

Um mit den SRPs die Außenradien von 5 mm und Innenradien von 8 mm realisieren zu können, erfolgte die Auslegung des Musters anhand von Formel (8). Für die Abformung eines 5 mm Radius muss die Musterkantenlänge in Biegerichtung hiernach kleiner als 2,6 mm sein. In den Bereichen der Radien wurde deshalb die Kantenlänge in Biegerichtung auf 2 mm festgelegt. Die Lagengröße der SRPs betrug 220 x 30 mm². Der BG wurde nach den Richtlinien auf 70 % und der FMG auf 50 % festgelegt. Als

Textil wurde das CF2-Gewebe verwendet. Die SRP-Lagen wurden mit Hilfe eines Modellbügeleisens bei einer Temperatur von 90 °C auf dem Werkzeug zu einer Preform gefügt. Der Vakuumaufbau entspricht dem in Kapitel 7.2, an den Innenradien wurden zusätzlich Elastomereinleger platziert, um ein Überspannen der Vakuumfolie zu verhindern. Der Aushärtezyklus wurde ebenfalls nach den Richtlinien ausgelegt. Hierbei erfolgte zunächst eine Trocknung für fünf Stunden unter Vakuum bei 60 °C, danach wurde das Laminat mit 2,5 K/min auf 180 °C erwärmt und für 30 Minuten ausgehärtet. Auf diese Weise wurden fünf Omega-Profile gefertigt. Der PVG und die Faserondulationen der Profile wurden mittels Schliffbilder analysiert (Abbildung 8.2).

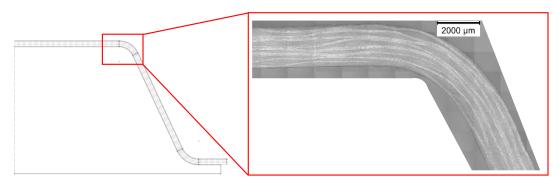


Abbildung 8.2: Schliffbildanalyse eines gefertigten CF2-Omgea-Profils

Der FVG der gefertigten Profile beträgt 52,85 %  $\pm$  0,1 p.p., der PVG liegt unter 0,2 %. An den Außenradien von zwei Profilen kam es teilweise zu deutlichen Faserondulation, welche wahrscheinlich aufgrund eines ungenauen Preformings bzw. Vakuumaufbaus resultierten. Der erhöhte BF führte entgegen der Erwartung nicht zu einem Anstieg des Faserondulationsindex in den Stegen des Profils, der 2,32 %  $\pm$  0,24 p.p. beträgt. Insgesamt konnte mit den bemusterten SRPs sowie der entwickelten Prozesskette und Richtlinien erfolgreich Omega-Profile gefertigt und die Lösung der allgemeinen Fragestellung validiert werden.

#### 8.2 Beantwortung der allgemeinen Fragestellung und der Forschungsfragen

Im Folgenden wird zunächst die Lösung der Fragestellung diskutiert und anschließend die Forschungsfragen beantwortet.

# Beantwortung der allgemeinen Fragestellung:

"Wie kann eine Verbesserung der Drapiereigenschaften von SRPs bei Raumtemperatur erreicht sowie die Prozessrobustheit bei deren Verarbeitung zu FKV-Bauteilen im VBO-Verfahren erhöht werden?" Durch die Verwendung einer partiellen Imprägnierung der Textiloberfläche in Musterform, kann sowohl eine Verbesserung der Drapiereigenschaften der SRPs erzielt, als auch die Prozessrobustheit bei der VBO-Verarbeitung erhöht werden. Die durch die Musterimprägnierung entstehenden trockenen Textilstellen ermöglichen sowohl eine Drapierung, als auch eine effizientere Evakuierung von Gasen und Feuchtigkeit aus dem Vakuumaufbau, wodurch die Prozessrobustheit erhöht wird.

# Beantwortung der 1. Forschungsfrage:

"Wie kann eine Musterimprägnierung das Biege- und Scherungsverhalten von SRPs bei Raumtemperatur beeinflussen?"

Das Biegeverhalten kann durch Anpassen der Musterkantenlänge in Biegerichtung signifikant beeinflusst werden. Für die erfolgreiche Abformung von Radien ist die Musterkantenlänge von entscheidender Bedeutung. Im Kontrast hierzu beeinflusst der BG die Biegeeigenschaften nicht, solange er unter 100 % liegt. Das Scherverhalten wird, gegensätzlich zum Biegeverhalten, primär vom BG beeinflusst. Die Musterelementgröße beeinflusst das Scherverhalten nicht. Die Musterelemente blockieren lokal die Scherung, bei hinreichend hohem BG (ab 60 %) wird die Scherung im bedeckten Bereich großflächig blockiert und in trockene Bereiche verlagert.

# Beantwortung der 2. Forschungsfrage:

"Wie können Prepreg- und Prozessparameter die Laminatqualität bei der VBO-Verarbeitung von SRPs mit Musterimprägnierung beeinflussen?"

Die Laminatqualität wird u. a. von den in Kapitel 7.3 betrachteten Parametern beeinflusst. Der BG und die Musterelementgeometrie beeinflussen die Faserondulationen des Laminats. Beide Parameter müssen so ausgelegt werden, dass der maximal zulässige Abstand zwischen Musterelementkanten von 5 mm nicht überschritten wird. Hierfür kann Formel (11) verwendet werden. Zudem resultieren Musterelemente mit einem niedrigen Verhältnis von Oberfläche zu Volumen in einer längeren Trocknungsdauer, ebenso wie die Verwendung geschlossener Textilien mit hohen Flächengewichten. Bei unzureichender Trocknung entstehen sowohl Makro- als auch Mikroporen. Die Mikroimprägnierung wird zudem von der Heizrate beeinflusst. Hier muss ein Mittelweg gefunden werden zwischen hinreichend niedriger Viskosität sowie ausreichend langer Topfzeit.

# 9 Zusammenfassung

In dieser Arbeit wurde eine Prozesskette zur Herstellung epoxidbasierter SRPs und deren Verarbeitung zu FKV entwickelt. Das Ziel war hierbei die Kompensation bestehender Herausforderungen bei der Verwendung bisheriger SRP-Systeme in Form einer limitierten Drapierbarkeit bei Raumtemperatur sowie einer robusten Verarbeitung im VBO-Verfahren.

Zur Lösung beider Herausforderungen wurde die Textiloberfläche nicht länger vollflächig, sondern partiell in Musterform imprägniert. Die, durch die Musterimprägnierung entstehenden, trockenen Textilstellen ermöglichen sowohl eine Drapierung, als auch eine effizientere Evakuierung von Gasen und Feuchtigkeit aus dem Vakuumaufbau, wodurch die Prozessrobustheit erhöht wird. Für diese neuartigen SRPs wurde eine Prozesskette konzeptioniert und umgesetzt. Hierfür erfolgte die Untersuchung der Prozess-Struktur-Eigenschafts-Beziehungen in den einzelnen Prozessschritten, aus denen Richtlinien für die Verarbeitung abgeleitet wurden. Im ersten Schritt wurden die verwendeten SR-Systeme analysiert. Im Rahmen der Analyse wurden Glasübergangs-, Schmelztemperaturen, die Reaktionskinetik sowie die Chemorheologie, Tackeigenschaften und der Feuchtigkeitsgehalt untersucht. Aufbauend auf den Ergebnissen wurden Parameterbereiche für die Herstellung der SRPs sowie den Aushärtezyklus festgelegt.

Die Herstellung der SRPs erfolgte mittels zweier entwickelter Technologien, einem Siebdruck- sowie einem 3D-Druck-Verfahren. Die Drapiereigenschaften der SRPs bei Raumtemperatur wurden durch Untersuchung des Biege- und Scherungsverhaltens in Abhängigkeit des Musterdesigns bestimmt. Das Biegeverhalten kann durch Anpassen der Musterkantenlänge in Biegerichtung signifikant beeinflusst werden. Je niedriger die Musterkantenlänge, desto geringere Radien können abgeformt werden. Im Kontrast hierzu beeinflusst der BG des Musters die Biegeeigenschaften nicht, solange er unter 100 % liegt. Das Scherverhalten wird, gegensätzlich zum Biegeverhalten, primär vom BG beeinflusst. Die Musterelementgröße beeinflusst das Scherverhalten im Hinblick auf die Kraft-Scherwinkel-Kurven nicht. Die Musterelemente blockieren lokal die

Scherung. Bei hinreichend hohem BG (ab 60 %) wird die Scherung im bedeckten Bereich großflächig, auch zwischen einzelnen Musterelementen, blockiert und in unbedeckte Bereiche verlagert.

Die Laminatqualität wird ebenfalls von dem BG und der Musterelementgeometrie beeinflusst. Bei ungeeigneter Auslegung des Musterdesigns entstehen Faserondulationen in den Laminaten. Beide Parameter müssen so ausgelegt werden, dass der maximal zulässige Abstand zwischen Musterelementkanten von 5 mm nicht überschritten wird. Im Hinblick auf den PVG ist die Trocknung der SRPs von zentraler Bedeutung. Bei unzureichender Trocknung entstehen sowohl Makro- als auch Mikroporen in den FKV-Strukturen. Die benötigte Trocknungsdauer hängt zum einen von der Musterelementgeometrie und zum anderen von den verwendeten Textilien ab. Musterelemente mit einem niedrigen Verhältnis von Oberfläche zu Volumen resultieren in einer längeren Trocknungsdauer. Ebenso wie Muster, bei denen die Evakuierungskanäle zwischen zwei SRP-Lagen in Dickenrichtung durch das Musterdesign verschlossen werden können. Eine Verwendung von geschlossenen Textilien mit hohen Flächengewichten führt ebenfalls zu einer Erhöhung der benötigten Trocknungsdauer. Ein weiterer Einfluss auf Mikroporen stellt die verwendete Heizrate dar. Hier muss ein Mittelweg gefunden werden zwischen dem Erreichen einer hinreichend niedrigen Viskosität sowie einer ausreichend langen Topfzeit. Die Heizrate darf hierfür weder zu hoch, noch zu gering sein.

Zur Validierung der entwickelten Prozesskette und der abgeleiteten Richtlinien wurden Demonstratoren in Form von Omega-Profilen gefertigt.

Zusammenfassend gibt diese Arbeit dem Leser Richtlinien für die Herstellung und Auslegung neuartiger SRPs an die Hand, die die Nachteile bestehender SRP-Systeme kompensieren können. Weiterhin gibt diese Arbeit Parameterräume für eine robuste Verarbeitung dieser SRPs zu FKV-Strukturen im VBO-Verfahren vor.

# 10 Literatur

[1] M. Neitzel, P. Mitschang und U. P. Breuer, Hg. *Handbuch Verbundwerkstoffe:* Werkstoffe, Verarbeitung, Anwendung, 2. Aufl. München: Hanser, 2014.

- [2] D. May, *Integrierte Produktentwicklung mit Faser-Kunststoff-Verbunden*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2020.
- [3] T. Centea, L. K. Grunenfelder und S. R. Nutt, "A review of out-of-autoclave prepregs Material properties, process phenomena, and manufacturing considerations," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Jg. 70, S. 132–154, 2015, doi: 10.1016/j.compositesa.2014.09.029.
- [4] M. H. Hassan, "A mini review on manufacturing defects and performance assessments of complex shape prepreg-based composites," Int J Adv Manuf Technol, Jg. 115, 11-12, S. 3393–3408, 2021, doi: 10.1007/s00170-021-07421-8.
- [5] M. Mehdikhani, L. Gorbatikh, I. Verpoest und S. V. Lomov, "Voids in fiber-reinforced polymer composites: A review on their formation, characteristics, and effects on mechanical performance," *Journal of Composite Materials*, Jg. 53, Nr. 12, S. 1579–1669, 2019, doi: 10.1177/0021998318772152.
- [6] W. Hu, T. Centea und S. Nutt, "Mechanisms of inter-ply void formation during vacuum bag-only cure of woven prepregs," *Polym. Compos.*, Jg. 41, Nr. 5, S. 1785–1795, 2020, doi: 10.1002/pc.25497.
- [7] W. Hu und S. Nutt, "Effects of debulk temperature on air evacuation during vacuum bag-only prepreg processing," *Advanced Manufacturing: Polymer & Composites Science*, Jg. 6, Nr. 1, S. 38–47, 2020, doi: 10.1080/20550340.2020.1728476.
- [8] S. L. Agius, K.J.C. Magniez und B. L. Fox, "Cure behaviour and void development within rapidly cured out-of-autoclave composites," *Composites Part B: Engineering*, Jg. 47, S. 230–237, 2013. doi: 10.1016/j.compositesb.2012.11.020. [Online]. Verfügbar unter: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359836812007627
- [9] Gurit. "Gurits SPRINT Data Sheet and Product Processing Guide." Zugriff am: 27. November 2024. [Online.] Verfügbar: https://www.gurit.com/wp-content/up-loads/2022/12/SPRINT-PROCESSING-Guide.pdf

[10] J. Radanitsch. "Multi-layer carbon stacks for large wind turbine rotor blades." Zugriff am: 9. Februar 2023. [Online.] Verfügbar: https://www.hexcel.com/inno-vation/Documents/Multi-layer%20car-bon%20stacks%20for%20large%20wind%20turbine%20blades\_ CAMX%202014.pdf

- [11] J. Summerscales und T. J. Searle, "Low-pressure (vacuum infusion) techniques for moulding large composite structures," *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part L: Journal of Materials: Design and Applications*, Jg. 219, Nr. 1, S. 45–58, 2005, doi: 10.1243/146442005X10238.
- [12] S. S. Tavares, V. Michaud und J.-A.E. Månson, "Assessment of semi-impregnated fabrics in honeycomb sandwich structures," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Jg. 41, Nr. 1, S. 8–15, 2010, doi: 10.1016/j.compositesa.2009.09.005.
- [13] S. S. Tavares, Y. Roulin, V. Michaud und J.-A.E. Månson, "Hybrid processing of thick skins for honeycomb sandwich structures," *Composites Science and Technology*, Jg. 71, Nr. 2, S. 183–189, 2011, doi: 10.1016/j.compscitech.2010.11.001.
- [14] Frost, M., Solanki, D., Mills, A., Resin film infusion process of carbon fibre composite automotive body panels, 39. Aufl.
- [15] Gurit. "Guide to Composites." Zugriff am: 13. November 2023. [Online.] Verfügbar: https://www.gurit.com/wp-content/uploads/2022/12/guide-to-composites-1.pdf
- [16] J. Sutter *et al.*, "Comparison of Autoclave and Out-of-Autoclave Composites," *Proceedings of SAMPE 2010*, Jg. 2010, 2010. [Online]. Verfügbar unter: https://ntrs.nasa.gov/api/citations/20110016095/downloads/20110016095.pdf
- [17] L. K. Grunenfelder, T. Centea, P. Hubert und S. R. Nutt, "Effect of room-temperature out-time on tow impregnation in an out-of-autoclave prepreg," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Jg. 45, S. 119–126, 2013, doi: 10.1016/j.compositesa.2012.10.001.
- [18] Y. Yu, H. Su und W. Gan, "Effects of Storage Aging on the Properties of Epoxy Prepregs," *Ind. Eng. Chem. Res.*, Jg. 48, Nr. 9, S. 4340–4345, 2009, doi: 10.1021/ie8018005.

[19] J. M. Maguire, K. Nayak und C. M. Ó Brádaigh, "Novel epoxy powder for manufacturing thick-section composite parts under vacuum-bag-only conditions. Part II: Experimental validation and process investigations," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Jg. 136, S. 105970, 2020, doi: 10.1016/j.compositesa.2020.105970.

- [20] J. M. Maguire, K. Nayak und C. M. Ó Brádaigh, "Characterisation of epoxy powders for processing thick-section composite structures," *Materials & Design*, Jg. 139, S. 112–121, 2018, doi: 10.1016/j.matdes.2017.10.068.
- [21] J. M. Maguire, N. D. Sharp, R. B. Pipes und C. M. Ó Brádaigh, "Advanced process simulations for thick-section epoxy powder composite structures," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Jg. 161, S. 107073, 2022, doi: 10.1016/j.compositesa.2022.107073.
- [22] N. Amdouni, H. Sautereau, J.-F. Gérard und J.-P. Pascault, "Epoxy networks based on dicyandiamide: effect of the cure cycle on viscoelastic and mechanical properties," *Polymer*, Jg. 31, Nr. 7, S. 1245–1253, 1990, doi: 10.1016/0032-3861(90)90215-K.
- [23] J. C. Gaukler, "Lagerungsstabilität, Netzwerkbildung und Eigenschaften von Epoxid-Dicyandiamid-Systemen für Nanoverbundwerkstoffe," 2011, doi: 10.22028/D291-22780.
- [24] J. K. Felixberger, *Chemie für Einsteiger*, 1. Aufl. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2017. [Online]. Verfügbar unter: http://nbn-resolving.org/urn: nbn:de:bsz:31-epflicht-1600418
- [25] H. Domininghaus, *DOMININGHAUS Kunststoffe: Eigenschaften und Anwendungen*, 7. Aufl. (VDI-Buch). Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2008. [Online]. Verfügbar unter: http://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:bsz:31-e-pflicht-1512782
- [26] N. J. Johnston, Cano, R. J., Marchello, J. M. und D. A. Sandusky, *Powder-Coated Towpreg: Avenues to Near Net Shape Fabrication of High Perfor-mance Composites.* Zugriff am: 27. Januar 2022. [Online]. Verfügbar unter: https://ntrs.nasa.gov/citations/19960023881

[27] T. D. Bayha et al., Processing, Properties and Applications of Composites using Powder-Coated Epoxy Towpreg Technology, Advanced Composites Technology Conference. Zugriff am: 27. Januar 2022. [Online]. Verfügbar unter: https://ntrs.nasa.gov/citations/19940010804

- [28] R. M. Baucom und J. M. Marchello, *LaRC Dry Powder Towpreg System.* Zugriff am: 27. Januar 2022. [Online]. Verfügbar unter: https://ntrs.nasa.gov/citations/19920013396
- [29] Faserverbundwerkstoffe: Prepregs und ihre Verarbeitung (Hanser eLibrary). München: Hanser, 2015. [Online]. Verfügbar unter: http://www.hanser-elibrary.com/doi/book/10.3139/9783446440807
- [30] A. Giessmann, *Substrat- und Textilbeschichtung*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2019.
- [31] P. Boisse, J. Colmars, N. Hamila, N. Naouar und Q. Steer, "Bending and wrinkling of composite fiber preforms and prepregs. A review and new developments in the draping simulations," *Composites Part B: Engineering*, Jg. 141, S. 234–249, 2018, doi: 10.1016/j.compositesb.2017.12.061.
- [32] DIN 53362:2003-10, Prüfung von Kunststoff-Folien und von textilen Flächengebilden (außer Vliesstoffe), mit oder ohne Deckschicht aus Kunststoff\_- Bestimmung der Biegesteifigkeit\_- Verfahren nach Cantilever, Berlin.
- [33] T. Gereke, O. Döbrich, M. Hübner und C. Cherif, "Experimental and computational composite textile reinforcement forming: A review," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Jg. 46, S. 1–10, 2013. doi: 10.1016/j.compositesa.2012.10.004. [Online]. Verfügbar unter: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359835X12003211
- [34] J. Xie *et al.*, "Mechanics of textiles used as composite preforms: A review," *Composite Structures*, Jg. 304, S. 116401, 2023, doi: 10.1016/j.compstruct.2022.116401.
- [35] P. H. Broberg *et al.*, "One-click bending stiffness: Robust and reliable automatic calculation of moment–curvature relation in a cantilever bending test," *Composites Part B: Engineering*, Jg. 260, S. 110763, 2023, doi: 10.1016/j.compositesb.2023.110763.
- [36] C. Krogh, K. D. White, A. Sabato und J. A. Sherwood, "Picture-frame testing of woven prepreg fabric: An investigation of sample geometry and shear angle

- acquisition," *Int J Mater Form*, Jg. 13, Nr. 3, S. 341–353, 2020, doi: 10.1007/s12289-019-01499-y.
- [37] DIN EN ISO 20337:2020-01, Faserverstärkte Kunststoffe\_- Schubversuch mittels Schubrahmen zur Ermittlung der Schubspannungs-/Schubverformungs-kurve und des Schubmoduls in der Lagenebene (ISO\_20337:2018); Deutsche Fassung EN\_ISO\_20337:2019, Berlin.
- [38] I. Taha, Y. Abdin und S. Ebeid, "Comparison of picture frame and Bias-Extension tests for the characterization of shear behaviour in natural fibre woven fabrics," *Fibers Polym*, Jg. 14, Nr. 2, S. 338–344, 2013, doi: 10.1007/s12221-013-0338-6.
- [39] J. Cao et al., "Characterization of mechanical behavior of woven fabrics: Experimental methods and benchmark results," Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Jg. 39, Nr. 6, S. 1037–1053, 2008. doi: 10.1016/j.compositesa.2008.02.016. [Online]. Verfügbar unter: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359835X08000572
- [40] P. Molnár, A. Ogale, R. Lahr und P. Mitschang, "Influence of drapability by using stitching technology to reduce fabric deformation and shear during thermoforming," *Composites Science and Technology*, Jg. 67, 15-16, S. 3386–3393, 2007, doi: 10.1016/j.compscitech.2007.03.022.
- [41] H. Shen, P. Wang, X. Legrand und L. Liu, "Characterisation and optimisation of wrinkling during the forming of tufted three-dimensional composite preforms," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Jg. 127, S. 105651, 2019, doi: 10.1016/j.compositesa.2019.105651.
- [42] M. A. Abtew *et al.*, "Experimental investigation of effects of stitching orientation on forming behaviors of 2D P-aramid multilayer woven preform," in Palermo, Italy, 2018, S. 20001, doi: 10.1063/1.5034802.
- [43] M. A. Turk, B. Vermes, A. J. Thompson, J. P.-H. Belnoue, S. R. Hallett und D. S. Ivanov, "Mitigating forming defects by local modification of dry preforms," Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Jg. 128, S. 105643, 2020, doi: 10.1016/j.compositesa.2019.105643.
- [44] I. Gnaba, D. Soulat, X. Legrand und P. Wang, "Investigation of the formability behaviour during stamping of tufted and un-tufted carbon preforms: towards

- localized reinforcement technologies," *Int J Mater Form*, Jg. 14, Nr. 6, S. 1337–1354, 2021, doi: 10.1007/s12289-020-01606-4.
- [45] P. Matthäi, O. Döbrich und C. Cherif, "Development of a Novel Technology for New Generation of Non-Crimp Fabrics Manufacturing and Simulation," *AMR*, Jg. 936, S. 1821–1824, 2014, doi: 10.4028/www.scientific.net/AMR.936.1821.
- [46] M. Duhovic, P. Mitschang und D. Bhattacharyya, "Modelling approach for the prediction of stitch influence during woven fabric draping," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Jg. 42, Nr. 8, S. 968–978, 2011, doi: 10.1016/j.compositesa.2011.03.025.
- [47] M. A. Turk, H. Cao, A. J. Thompson, J. P.-H. Belnoue, S. R. Hallett und D. S. Ivanov, "A New Approach to Measuring Local Properties of Preforms Enhanced for Formability," *Front. Mater.*, Jg. 9, 2022, Art. Nr. 867591, doi: 10.3389/fmats.2022.867591.
- [48] J. R. Wood und M. G. Bader, "Void control for polymer-matrix composites (1): Theoretical and experimental methods for determining the growth and collapse of gas bubbles," *Composites Manufacturing*, Jg. 5, Nr. 3, S. 139–147, 1994, doi: 10.1016/0956-7143(94)90023-X.
- [49] J. R. Wood und M. G. Bader, "Void control for polymer-matrix composites (2): Experimental evaluation of a diffusion model for the growth and collapse of gas bubbles," *Composites Manufacturing*, Jg. 5, Nr. 3, S. 149–158, 1994, doi: 10.1016/0956-7143(94)90024-8.
- [50] M. Thor, M. G. R. Sause und R. M. Hinterhölzl, "Mechanisms of Origin and Classification of Out-of-Plane Fiber Waviness in Composite Materials—A Review," *J. Compos. Sci.*, Jg. 4, Nr. 3, S. 130, 2020, doi: 10.3390/jcs4030130.
- [51] D. Zebrine, M. Anders und S. Nutt, "Mitigating void growth in out-of-autoclave prepreg processing using a semi-permeable membrane to maintain resin pressure," *Advanced Manufacturing: Polymer & Composites Science*, Jg. 8, Nr. 4, S. 156–167, 2022, doi: 10.1080/20550340.2022.2143105.
- [52] P. Margueres, J. Lopez Torres, J.-N. Perie, K. S. Muhammad und F. Collombet, "Combined Approach for the Characterization of Composites Manufactured by RFI and Industrial Application," *Journal of Composite Materials*, Jg. 42, Nr. 2, S. 189–209, 2008, doi: 10.1177/0021998307086200.

[53] P. Marguerès, J.-N. Périé, J. G. Perez, F. Collombet und Y.-H. Grunevald, "Characterization of a composite structure obtained by RFI using HexFIT® semi-products," *Composites Science and Technology*, Jg. 69, Nr. 1, S. 117–124, 2009, doi: 10.1016/j.compscitech.2007.10.059.

- [54] T. A. Turner, L. T. Harper, N. A. Warrior und C. D. Rudd, "Low-cost carbon-fibre-based automotive body panel systems: A performance and manufacturing cost comparison," *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part D: Journal of Automobile Engineering*, Jg. 222, Nr. 1, S. 53–63, 2008, doi: 10.1243/09544070JAUTO406.
- [55] R. Zitoune, F. Collombet und G. H. Lopez, "Experimental and analytical study of the influence of HexFit® glass fibre composite manufacturing process on delamination during drilling," *IJMMM*, Jg. 3, 3/4, 2008, Art. Nr. 20967, doi: 10.1504/IJMMM.2008.020967.
- [56] Y.-Y. Chang und W.-B. Young, "Study on the Characteristics of Vacuum-Bag-Only Processed Composites by Prepreg/Fiber Interleaved Layup," *Fibers Polym*, Jg. 24, Nr. 2, S. 653–670, 2023, doi: 10.1007/s12221-023-00026-w.
- [57] K.-J. Wu und W.-B. Young, "Complex angle part fabricated by vacuum bag only process with interleaved dry fiber and prepreg," *Journal of Composite Materials*, Jg. 57, Nr. 2, S. 199–211, 2023, doi: 10.1177/00219983221143229.
- [58] L. Farhang, "Void evolution during processing of out-of-autoclave prepreg laminates," Dissertation, University of British Columbia, 2014, doi: 10.14288/1.0166064.
- [59] L. Farhang, M. Mohseni, N. Zobeiry und G. Fernlund, "Experimental study of void evolution in partially impregnated prepregs," *Journal of Composite Materials*, Jg. 54, Nr. 11, S. 1511–1523, 2020, doi: 10.1177/0021998319883934.
- [60] C. Garschke, C. Weimer, P. P. Parlevliet und B. L. Fox, "Out-of-autoclave cure cycle study of a resin film infusion process using in situ process monitoring," Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Jg. 43, Nr. 6, S. 935–944, 2012. doi: 10.1016/j.compositesa.2012.01.003. [Online]. Verfügbar unter: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359835X12000097
- [61] NEXX Technologies. "Datasheet NTC-425 Cyanate Ester Prepreg." Zugriff am: 14. November 2023. [Online.] Verfügbar: https://img1.wsimg.com/blobby/

- go/acb02ff0-7593-4e2f-b4bf-f93c5484f461/downloads/NTC425\_DA-TASHEET%2009-06-2023.pdf?ver=1698778660083
- [62] M. Richardson. "NEXX Technologies unveils vertically integrated cyanate ester prepreg system." Zugriff am: 9. Februar 2023. [Online.] Verfügbar: https://www.composites.media/nexx-technologies-unveils-vertically-integrated-cyanate-ester-prepreg-system
- [63] M. Roman, S. J. Howard und J. D. Boyd, "Curable prepregs with surface openings,". [Online]. Verfügbar unter: https://patents.google.com/patent/us10329696b2/en
- [64] M. Clifford und A. Long, "Flow Characterisation for Partially Impregnated Prepregs," *Proceedings of ECCM11*, 2004. [Online]. Verfügbar unter: http:// www.escm.eu.org/docs/eccm/B027.pdf
- [65] Solvay, "Technical Data Sheet VTM 260 Series Prepreg (ZPreg)," Zugriff am: 19. März 2024. [Online]. Verfügbar unter: www.solvay.com
- [66] L. K. Grunenfelder, A. Dills, T. Centea und S. Nutt, "Effect of prepreg format on defect control in out-of-autoclave processing," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Jg. 93, S. 88–99, 2017. doi: 10.1016/j.compositesa.2016.10.027. [Online]. Verfügbar unter: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359835X16303542
- [67] S. S. Tavares, V. Michaud und J.-A.E. Månson, "Through thickness air permeability of prepregs during cure," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Jg. 40, Nr. 10, S. 1587–1596, 2009, doi: 10.1016/j.compositesa.2009.07.004.
- [68] P. Hubert, A. MacLean und M. Preau, "Development of robust repair protocols for composite aircraft structures," *Proceedings of ICCM 21*, 2017.
- [69] M. Préau und P. Hubert, "Processing of co-bonded scarf repairs: Void reduction strategies and influence on strength recovery," Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Jg. 84, S. 236–245, 2016. doi: 10.1016/j.compositesa.2016.01.016. [Online]. Verfügbar unter: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359835X16000312
- [70] M. Préau, "Defect management in vacuum bag only semipreg processing of co-bonded composite repairs," Dissertation. [Online]. Verfügbar unter: https://escholarship.mcgill.ca/concern/theses/pc289m59q

[71] L. K. Grunenfelder und S. R. Nutt, "Prepreg age monitoring via differential scanning calorimetry," *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, Jg. 31, Nr. 5, S. 295–302, 2012, doi: 10.1177/0731684411431020.

- [72] D. Kim, T. Centea und S. R. Nutt, "Out-time effects on cure kinetics and viscosity for an out-of-autoclave (OOA) prepreg: Modelling and monitoring," *Composites Science and Technology*, Jg. 100, S. 63–69, 2014, doi: 10.1016/j.compscitech.2014.05.027.
- [73] L. Hamill, T. Centea und S. Nutt, "Surface porosity during vacuum bag-only prepreg processing: Causes and mitigation strategies," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Jg. 75, S. 1–10, 2015. doi: 10.1016/j.compositesa.2015.04.009. [Online]. Verfügbar unter: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359835X15001347
- [74] Y. Ma, T. Centea und S. R. Nutt, "Defect reduction strategies for the manufacture of contoured laminates using vacuum BAG-only prepregs," *Polym. Compos.*, Jg. 38, Nr. 9, S. 2016–2025, 2017, doi: 10.1002/pc.23773.
- [75] L. K. Grunenfelder und S. R. Nutt, "Void formation in composite prepregs Effect of dissolved moisture," *Composites Science and Technology*, Jg. 70, Nr. 16, S. 2304–2309, 2010, doi: 10.1016/j.compscitech.2010.09.009.
- [76] W. Hu, L. K. Grunenfelder, T. Centea und S. Nutt, "In situ monitoring and analysis of void evolution in unidirectional prepreg," *Journal of Composite Materials*, Jg. 52, Nr. 21, S. 2847–2858, 2018, doi: 10.1177/0021998318759183.
- [77] T. Centea, G. Peters, K. Hendrie und Nutt, SR, "Effects of thermal gradients on defect formation during the consolidation of partially impregnated prepregs," *Journal of Composite Materials*, Jg. 51, Nr. 28, S. 3987–4003, 2017, doi: 10.1177/0021998317733317.
- [78] S. G.K. Schechter, T. Centea und S. R. Nutt, "Polymer film dewetting for fabrication of out-of-autoclave prepreg with high through-thickness permeability," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Jg. 114, S. 86–96, 2018, doi: 10.1016/j.compositesa.2018.08.002.
- [79] W. T. Edwards, P. Martinez und S. R. Nutt, "Process robustness and defect formation mechanisms in unidirectional semipreg," *Advanced Manufacturing: Polymer & Composites Science*, Jg. 6, Nr. 4, S. 198–211, 2020, doi: 10.1080/20550340.2020.1834789.

[80] P. Hubert, T. Centea, L. Grunefelder, S. Nutt, J. Kratz und A. Levy, "2.4 Outof-Autoclave Prepreg Processing," in *Comprehensive Composite Materials II*, Elsevier, 2018, S. 63–94.

- [81] M. F. Pucci, P.-J. Liotier und S. Drapier, "Capillary wicking in a fibrous reinforcement Orthotropic issues to determine the capillary pressure components," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Jg. 77, S. 133–141, 2015, doi: 10.1016/j.compositesa.2015.05.031.
- [82] B. Willenbacher, D. May und P. Mitschang, "Out–of–plane capillary pressure of technical textiles," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Jg. 124, S. 105495, 2019, doi: 10.1016/j.compositesa.2019.105495.
- [83] S. Nutt, L. Grunenfelder, T. Centea, M. Anders, W. T. Edwards und S. G. K. Schechter, "HIGH-PERMEABILITY COMPOSITE PREPREG CONSTRUCTIONS AND METHODS FOR MAKING THE SAME," US2022203576 (A1), US202217568664 20220104, Jun 30, 2022.
- [84] S. G. K. Schechter, L. K. Grunenfelder und S. R. Nutt, "Air evacuation and resin impregnation in semi-pregs: effects of feature dimensions," *Advanced Manufacturing: Polymer & Composites Science*, Jg. 6, Nr. 2, S. 101–114, 2020, doi: 10.1080/20550340.2020.1768348.
- [85] S. G. K. Schechter, L. K. Grunenfelder und S. R. Nutt, "Design and application of discontinuous resin distribution patterns for semi-pregs," *Advanced Manufacturing: Polymer & Composites Science*, Jg. 6, Nr. 2, S. 72–85, 2020, doi: 10.1080/20550340.2020.1736864.
- [86] P. Martinez, B. C. Jin und S. Nutt, "Droplet Spreading on Unidirectional Fiber Beds," *J. Compos. Sci.*, Jg. 5, Nr. 1, S. 13, 2021, doi: 10.3390/jcs5010013.
- [87] D. B. Bender, T. Centea und S. Nutt, "Fast cure of stable semi-pregs via VBO cure," Advanced Manufacturing: Polymer & Composites Science, Jg. 6, Nr. 4, S. 245–255, 2020, doi: 10.1080/20550340.2020.1869891.
- [88] W. Hu, T. Centea und S. Nutt, "Effects of material and process parameters on void evolution in unidirectional prepreg during vacuum bag-only cure," *Journal* of Composite Materials, Jg. 54, Nr. 5, S. 633–645, 2020, doi: 10.1177/0021998319864420.

[89] H. Schürmann, *Konstruieren mit Faser-Kunststoff-Verbunden*, 2. Aufl. (VDI-Buch). Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2007. [Online]. Verfügbar unter: http://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:bsz:31-epflicht-1576478

- [90] J. P.-H. Belnoue, O. J. Nixon-Pearson, A. J. Thompson, D. S. Ivanov, K. D. Potter und S. R. Hallett, "Consolidation-Driven Defect Generation in Thick Composite Parts," *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, Jg. 140, Nr. 7, 2018, Art. Nr. 071006, doi: 10.1115/1.4039555.
- [91] J. Pietschmann, Industrielle Pulverbeschichtung: Grundlagen, Verfahren, Praxiseinsatz, 4. Aufl. (JOT-Fachbuch Ser). Wiesbaden: Springer Fachmedien Wiesbaden GmbH, 2013. [Online]. Verfügbar unter: https://ebookcentral.proquest.com/lib/kxp/detail.action?docID=1636779
- [92] T. Deringer, "Integrative manufacturing of thermoset injection molding components with continuous fiber-reinforcement," *Zeitschrift Kunststofftechnik*, Jg. 1, S. 169–187, 2019, doi: 10.3139/O999.03022019.
- [93] P. J. Halley und M. E. Mackay, "Chemorheology of thermosets an overview," *Polym. Eng. Sci.*, Jg. 36, Nr. 5, S. 593–609, 1996.
- [94] Federation of Societies for Coatings Technology, Hg., *Resin and Cross-linker Chemistry for Powder Coatings*, 2004.
- [95] D. Wang, H. Zhao, X. Fei, S. A. Synder, M. Fang und M. Liu, "A comprehensive review on the analytical method, occurrence, transformation and toxicity of a reactive pollutant: BADGE," *Environment international*, Early Access. doi: 10.1016/j.envint.2021.106701.
- [96] J. Xue *et al.*, "A review of properties, production, human exposure, biomonitoring, toxicity, and regulation of bisphenol A diglycidyl ethers and novolac glycidyl ethers," *Environmental Chemistry and Ecotoxicology*, Jg. 4, S. 216–230, 2022, doi: 10.1016/j.enceco.2022.11.002.
- [97] S. Koltzenburg, *Polymere: Synthese, Eigenschaften und Anwendungen* (SpringerLink Bücher). Berlin, Heidelberg: Springer Spektrum, 2014.
- [98] T. Güthner und B. Hammer, "Curing of epoxy resins with dicyandiamide and urones," *J. Appl. Polym. Sci.*, Jg. 50, Nr. 8, S. 1453–1459, 1993, doi: 10.1002/app.1993.070500817.

[99] H. Jamshidi, R. Akbari und M. H. Beheshty, "Toughening of dicyandiamide-cured DGEBA-based epoxy resins using flexible diamine," *Iran Polym J*, Jg. 24, Nr. 5, S. 399–410, 2015, doi: 10.1007/s13726-015-0332-5.

- [100] M. Hayaty, H. Honarkar und M. H. Beheshty, "Curing behavior of dicyandiamide/epoxy resin system using different accelerators," *Iran Polym J*, Jg. 22, Nr. 8, S. 591–598, 2013, doi: 10.1007/s13726-013-0158-y.
- [101] J. C. Gaukler, "Oligomer Formation in Epoxy-Dicyandiamide Systems," *The Journal of Adhesion*, Jg. 88, Nr. 8, S. 720–750, 2012, doi: 10.1080/00218464.2012.682939.
- [102] J. C. Gaukler, U. Müller, J. K. Krüger und W. Possart, "Functional nano fillers in epoxy-dicyandiamide adhesives for prolonged shelf life and efficient cure," e-Polymers, Jg. 11, Nr. 1, 2011, doi: 10.1515/epoly.2011.11.1.100.
- [103] U. Müller, M. Philipp, J. C. Gaukler, W. Possart, R. Sanctuary und J. K. Krüger, "Dissolution, Transport and Reaction at a DICY/DGEBA Interface," The Journal of Adhesion, Jg. 88, Nr. 3, S. 253–276, 2012, doi: 10.1080/00218464.2012.655183.
- [104] M. D. Lechner, K. Gehrke und E. H. Nordmeier, Makromolekulare Chemie: Ein Lehrbuch für Chemiker, Physiker, Materialwissenschaftler und Verfahrenstechniker, 5. Aufl. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2014. [Online]. Verfügbar unter: http://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:bsz:31-epflicht-1574612
- [105] G. L. Hagnauer und D. A. Dunn, "Dicyandiamide analysis and solubility in epoxy resins," *J. Appl. Polym. Sci.*, Jg. 26, Nr. 6, S. 1837–1846, 1981, doi: 10.1002/app.1981.070260609.
- [106] M. Wacker, P. Trawiel und G. W. Ehrenstein, *Härtung von Reaktionsharzen Time-Temperature-Transition-Diagramm*, Sonderdrucke.
- [107] Tim Deringer, "Methodik zur integrativen Kombination duroplastischer Formmassen und Prepregs im Spritzgießverfahren," Doctoralthesis, Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg (FAU), 2022.
- [108] N. Jost, Vernetzung und Chemorheologie von Duromeren mit hybrider und interpenetrierender Struktur (Zugl.: Kaiserslautern, Techn. Univ., Diss., 2004)
  (IVW-Schriftenreihe 43). Kaiserslautern: Institut f. Verbundwerkstoffe, 2004.

[109] T. Deringer und D. Drummer, "In situ curing and bonding of epoxy prepregs in epoxy thermoset injection molding," *Int J Adv Manuf Technol*, Jg. 117, 9-10, S. 2667–2677, 2021, doi: 10.1007/s00170-021-07838-1.

- [110] T. Deringer, C. Gröschel und D. Drummer, "Influence of mold temperature and process time on the degree of cure of epoxy-based materials for thermoset injection molding and prepreg compression molding," *Journal of Polymer Engineering*, Jg. 38, Nr. 1, S. 73–81, 2018, doi: 10.1515/polyeng-2016-0409.
- [111] G. W. Ehrenstein, Faserverbund-Kunststoffe: Werkstoffe Verarbeitung Eigenschaften, 2. Aufl. (Hanser eLibrary). München: Hanser, 2006. [Online]. Verfügbar unter: https://www.hanser-elibrary.com/doi/book/10.3139/9783446457546
- [112] P. J. Halley und G. A. George, *Chemorheology of Polymers*. Cambridge University Press, 2009.
- [113] R. Brown, "XXVII. A brief account of microscopical observations made in the months of June, July and August 1827, on the particles contained in the pollen of plants; and on the general existence of active molecules in organic and inorganic bodies," *The Philosophical Magazine*, Jg. 4, Nr. 21, S. 161–173, 1828, doi: 10.1080/14786442808674769.
- [114] P. G. de Gennes, "Reptation of a Polymer Chain in the Presence of Fixed Obstacles," *The Journal of Chemical Physics*, Jg. 55, Nr. 2, S. 572–579, 1971, doi: 10.1063/1.1675789.
- [115] F. Pracht, "Processing of duroplastics," *Technological and Economic Development of Economy*, Jg. 11, Nr. 2, S. 115–122, 2005, doi: 10.3846/13928619.2005.9637690.
- [116] E. Baur, G. Harsch und M. Moneke, Hg. Werkstoff-Führer Kunststoffe. München: Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG, 2019.
- [117] "Resins and Curatives: The Binder System for Thermosetting Powder Coatings," *Finishing Today Magazine*, Vol. 2, No. 1, 2000. [Online]. Verfügbar unter: https://www.pcimag.com/articles/93858-resins-and-curatives-the-binder-system-for-thermosetting-powder-coatings
- [118] Y. J. Kim, S. H. Choi, S. J. Lee und K.-S. Jang, "Latent Curing, Chemorheological, Kinetic, and Thermal Behaviors of Epoxy Resin Matrix for Prepregs,"

- *Ind. Eng. Chem. Res.*, Jg. 60, Nr. 17, S. 6153–6161, 2021, doi: 10.1021/acs.iecr.1c00576.
- [119] J. Maguire, A. S. Roy, D. Doyle, M. Logan und C. O Brádaigh, Resin Characterisation for Numerical Modelling of Through-Thickness Resin Flow During
  OOA Processing of Thick-Section Wind or Tidal Turbine Blades: 20th International Conference on Composite Materials.
- [120] S.-S. Hwang, S. Y. Park, G.-C. Kwon und W. J. Choi, "Cure kinetics and viscosity modeling for the optimization of cure cycles in a vacuum-bag-only prepreg process," *Int J Adv Manuf Technol*, Jg. 99, 9-12, S. 2743–2753, 2018, doi: 10.1007/s00170-018-2467-y.
- [121] R. e. a. Stanik, "Influence of heat pretreatment on cross-linking behavior and thermal properties of thermoset semi-finished products with powder resin systems," *Composites Theory and Practice*, Nr. 2, S. 114–118, 2017. [Online]. Verfügbar unter: https://www.kompozyty.ptmk.net/pliczki/pliki/10\_2017\_t2\_staniklukas.pdf
- [122] J. M. Maguire, J.-Y. Wang und C. M. Ó Brádaigh, "Hygroscopicity in Epoxy Powder Composites," *Powders*, Jg. 3, Nr. 2, S. 168–189, 2024, doi: 10.3390/powders3020011.
- [123] S. Padaki und L. T. Drzal, "A simulation study on the effects of particle size on the consolidation of polymer powder impregnated tapes," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Jg. 30, Nr. 3, S. 325–337, 1999, doi: 10.1016/S1359-835X(98)00115-8.
- [124] B. Prakash und Z. Pan, "Effect of Geometry of Rice Kernels on Drying Modeling Results," *Drying Technology*, Jg. 30, Nr. 8, S. 801–807, 2012, doi: 10.1080/07373937.2012.665112.
- [125] A. Z. Sahin und I. Dincer, "Prediction of drying times for irregular shaped multi-dimensional moist solids," *Journal of Food Engineering*, Jg. 71, Nr. 1, S. 119–126, 2005, doi: 10.1016/j.jfoodeng.2004.10.024.
- [126] A. Z. Sahin, I. Dincer, B. S. Yilbas und M. M. Hussain, "Determination of drying times for regular multi-dimensional objects," *International Journal of Heat and Mass Transfer*, Jg. 45, Nr. 8, S. 1757–1766, 2002. doi: 10.1016/S0017-9310(01)00273-3. [Online]. Verfügbar unter: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0017931001002733

[127] Verein Deutscher Ingenieure, *VDI-Wärmeatlas*, 11. Aufl. (SpringerLink Bücher). Berlin, Heidelberg: Springer Vieweg, 2013.

- [128] M. Kraume, *Transportvorgänge in der Verfahrenstechnik: Grundlagen und apparative Umsetzungen*, 2. Aufl. (VDI-Buch). Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2012. [Online]. Verfügbar unter: http://nbn-resolving.org/urn:nbn: de:bsz:31-epflicht-1546882
- [129] M. L. Berins, *SPI Plastics Engineering Handbook of the Society of the Plastics Industry, Inc.* Boston, MA: Springer US, 1991.
- [130] S. Drücker *et al.*, "Solid epoxy for functional 3D printing with isotropic mechanical properties by material extrusion," *Additive Manufacturing*, Jg. 55, S. 102797, 2022, doi: 10.1016/j.addma.2022.102797.
- [131] L. Shen et al., "3D Printable All-Polymer Epoxy Composites," ACS Appl. Polym. Mater., Jg. 3, Nr. 11, S. 5559–5567, 2021, doi: 10.1021/acsapm.1c00889&ref=pdf.
- [132] M. G. Wimmer und B. G. Compton, "Semi-solid epoxy feedstocks with high glass transition temperature for material extrusion additive manufacturing," *Additive Manufacturing*, Jg. 54, S. 102725, 2022, doi: 10.1016/j.addma.2022.102725.
- [133] Q. Jiang, H. Zhang, D. Rusakov, N. Yousefi und A. Bismarck, "Additive Manufactured Carbon Nanotube/Epoxy Nanocomposites for Heavy-Duty Applications," *ACS Appl. Polym. Mater.*, Early Access. doi: 10.1021/acsapm.0c01011.
- [134] M. Dickert und G. Ziegmann, *Influence of Binder on the Mechanical Properties* and the Permeability of a Non-Crimp Carbon Fabric Preform.
- [135] O. Rimmel, D. Becker und P. Mitschang, "Maximizing the out-of-plane-permeability of preforms manufactured by dry fiber placement," *Advanced Manufacturing: Polymer & Composites Science*, Jg. 2, 3-4, S. 93–102, 2016, doi: 10.1080/20550340.2016.1260900.
- [136] O. Rimmel, D. May und P. Mitschang, "Impact of stitching on permeability and mechanical properties of preforms manufactured by dry fiber placement," *Polym. Compos.*, Jg. 40, Nr. 4, S. 1631–1642, 2019, doi: 10.1002/pc.24911.
- [137] M. Çelik, J. M. Maguire, T. Noble, C. Robert und C. M. Ó Brádaigh, "Numerical and experimental investigation of Joule heating in a carbon fibre powder epoxy

towpregging line," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Jg. 164, S. 107285, 2023, doi: 10.1016/j.compositesa.2022.107285.

- [138] M. Çelik, T. Noble, A. Haseeb, J. Maguire, C. Robert und C. M. Ó Brádaigh, "Contact resistance heating of unidirectional carbon fibre tows in a powderepoxy towpregging line," *Plastics, Rubber and Composites*, Jg. 51, Nr. 8, S. 383–392, 2022, doi: 10.1080/14658011.2022.2108982.
- [139] M. Çelik, T. Noble, F. Jorge, R. Jian, C. M. Ó Brádaigh und C. Robert, "Influence of Line Processing Parameters on Properties of Carbon Fibre Epoxy Towpreg," *J. Compos. Sci.*, Jg. 6, Nr. 3, S. 75, 2022, doi: 10.3390/jcs6030075.
- [140] H. Zhang *et al.*, "3D printing of continuous carbon fibre reinforced powder-based epoxy composites," *Composites Communications*, Jg. 33, S. 101239, 2022, doi: 10.1016/j.coco.2022.101239.
- [141] Y. Ming, S. Zhang, W. Han, B. Wang, Y. Duan und H. Xiao, "Investigation on process parameters of 3D printed continuous carbon fiber-reinforced thermosetting epoxy composites," *Additive Manufacturing*, Jg. 33, S. 101184, 2020, doi: 10.1016/j.addma.2020.101184.
- [142] A. G. Andreopoulos und P. Tarantili, "Preparation and study of aramid/epoxy prepregs," *JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE*, Jg. 30, Nr. 8, S. 2159–2162, 1995, doi: 10.1007/BF00353049.
- [143] J. M. Maguire, P. Simacek, S. G. Advani und C. M. Ó Brádaigh, "Novel epoxy powder for manufacturing thick-section composite parts under vacuum-bag-only conditions. Part I: Through-thickness process modelling," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Jg. 136, S. 105969, 2020, doi: 10.1016/j.compositesa.2020.105969.
- [144] C. M. Ó Brádaigh, A. Doyle und D. Doyle, "Electrically-Heated Ceramic Composite Tooling for Out-of-Autoclave Manufacturing of Large Composite Structures," *Proceedings of SAMPE 2011*, 2011.
- [145] T. Centea und P. Hubert, "Out-of-autoclave prepreg consolidation under deficient pressure conditions," *Journal of Composite Materials*, Jg. 48, Nr. 16, S. 2033–2045, 2014, doi: 10.1177/0021998313494101.
- [146] J. J. Torres, M. Simmons, F. Sket und C. González, "An analysis of void formation mechanisms in out-of-autoclave prepregs by means of X-ray computed

- tomography," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Jg. 117, S. 230–242, 2019, doi: 10.1016/j.compositesa.2018.11.010.
- [147] Y. Mujahid, N. Sallih, M. Z. Abdullah und M. Mustapha, "Effects of processing parameters for vacuum-bag-only method on void content and mechanical properties of laminated composites," *Polym. Compos.*, Jg. 42, Nr. 2, S. 567–582, 2021, doi: 10.1002/pc.25848.
- [148] R. Oliwa, M. Oleksy, J. Czech-Polak, M. Płocińska, S. Krauze und M. Kowalski, "Powder-epoxy resin/glass fabric composites with reduced flammability," *Journal of Fire Sciences*, Jg. 37, Nr. 2, S. 155–175, 2019, doi: 10.1177/0734904119831211.
- [149] D. Matykiewicz, B. Przybyszewski, R. Stanik und A. Czulak, "Modification of glass reinforced epoxy composites by ammonium polyphosphate (APP) and melamine polyphosphate (PNA) during the resin powder molding process," Composites Part B: Engineering, Jg. 108, S. 224–231, 2017. doi: 10.1016/j.compositesb.2016.10.003. [Online]. Verfügbar unter: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359836816308204
- [150] R. Oliwa, M. Oleksy, J. Oliwa, A. Wegier, S. Krauze und M. Kowalski, "Fire resistant glass fabric-epoxy composites with reduced smoke emission," *Polimery*, Jg. 64, Nr. 04, S. 290–293, 2019, doi: 10.14314/polimery.2019.4.7.
- [151] R. Oliwa *et al.*, "Fire resistance and mechanical properties of powder-epoxy composites reinforced with recycled glass fiber laminate," *Polimery*, Jg. 65, Nr. 04, S. 280–288, 2020, doi: 10.14314/polimery.2020.4.4.
- [152] A. Masek et al., "Epoxy Resin-Based Materials Containing Natural Additives of Plant Origin Dedicated to Rail Transport," *Materials*, Early Access. doi: 10.3390/ma16227080.
- [153] N. Yousefi, H. A. Maples, J. Thomas und A. Bismarck, *Manufacturing afforda-ble composites using solid epoxy resins*. ECCM18 18th European Conference on Composite Materials, Athen, Griechenland.
- [154] N. Yousefi, A. D. Evans, L. T. Harper, H. A. Maples, T. James und A. Bismarck, "Solid epoxy resin systems for automated composite manufacturing," Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Jg. 142, S. 106205, 2021, doi: 10.1016/j.compositesa.2020.106205.

[155] N. Yousefi, S. J. Fisher, C. Burgstaller, M. S.P. Shaffer und A. Bismarck, "Hierarchical carbon fibre composites incorporating high loadings of carbon nanotubes," *Composites Science and Technology*, Jg. 222, S. 109369, 2022, doi: 10.1016/j.compscitech.2022.109369.

- [156] J. Yao, H. Zhan und Z. Zou, "Preparation and Curing Behaviour of Epoxy Based Film for Moderate Temperature Prepreg," *Polymers and Polymer Composites*, Jg. 25, Nr. 8, S. 621–626, 2017, doi: 10.1177/096739111702500807.
- [157] D. Budelmann, C. Schmidt und D. Meiners, "Adhesion-cohesion balance of prepreg tack in thermoset automated fiber placement. Part 1: Adhesion and surface wetting," *Composites Part C: Open Access*, Jg. 6, S. 100204, 2021. doi: 10.1016/j.jcomc.2021.100204. [Online]. Verfügbar unter: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2666682021000979
- [158] D. Budelmann, C. Schmidt, L. Steuernagel und D. Meiners, "Adhesion-cohesion balance of prepreg tack in thermoset automated fiber placement. Part 2: Ply-ply cohesion through contact formation and autohesion," *Composites Part C: Open Access*, Jg. 12, S. 100396, 2023. doi: 10.1016/j.jcomc.2023.100396. [Online]. Verfügbar unter: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S266668202300052X
- [159] D. Budelmann, C. Schmidt und D. Meiners, "Prepreg tack: A review of mechanisms, measurement, and manufacturing implication," *Polym. Compos.*, Jg. 41, Nr. 9, S. 3440–3458, 2020, doi: 10.1002/pc.25642.
- [160] D. Budelmann, H. Detampel, C. Schmidt und D. Meiners, "Interaction of process parameters and material properties with regard to prepreg tack in automated lay-up and draping processes," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Jg. 117, S. 308–316, 2019, doi: 10.1016/j.compositesa.2018.12.001.
- [161] J. P. Janzen und D. May, "Solid epoxy prepregs with patterned resin distribution: Influence of pattern and process parameters on part quality in vacuum-bag-only processing," *Polym. Compos.*, 2023, Art. Nr. pc.27696, doi: 10.1002/pc.27696.
- [162] T. K. Nguyen *et al.*, "Development of a novel direct powder screw extruder for 3D scaffold printing of PCL-based composites," *Int J Adv Manuf Technol*, Jg. 128, 7-8, S. 3161–3182, 2023, doi: 10.1007/s00170-023-12076-8.

[163] A. Albers et al., Konstruktionselemente des Maschinenbaus 2: Grundlagen von Maschinenelementen für Antriebsaufgaben, 8. Aufl. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2018. [Online]. Verfügbar unter: http://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:bsz:31-epflicht-1531132

- [164] DIN 16459:2021-06, Bestimmung des Faservolumengehaltes\_(FVG) von faserverstärkten Kunststoffen mittels Thermogravimetrischer Analyse\_(TGA), Berlin.
- [165] DIN 53852:1991-09, Testing of textiles; determination of yarn length ratios in woven and knitted fabrics, Berlin.
- [166] C. Metzner, "Studie der Einflussparameter an mit unidirektional geflochtener Carbonfaser verstärkten Kunststoffen," *Zeitschrift Kunststofftechnik*, Jg. 1, S. 239–258, 2016, doi: 10.3139/O999.01042016.
- [167] DIN EN ISO 14130:1998-02, Faserverstärkte Kunststoffe\_- Bestimmung der scheinbaren interlaminaren Scherfestigkeit nach dem Dreipunktverfahren mit kurzem Balken (ISO\_14130:1997); Deutsche Fassung EN\_ISO\_14130:1997, Berlin.
- [168] X. Yang, L. Zhan, C. Jiang, X. Zhao und C. Guan, "Effect of random vibration processing on void content in composite laminates," *Polym. Compos.*, Jg. 40, Nr. 8, S. 3122–3130, 2019, doi: 10.1002/pc.25156.
- [169] A. A. Goodwin, C. A. Howe und R. J. Paton, Hg., THE ROLE OF VOIDS IN REDUCING THE INTERLAMINAR SHEAR STRENGTH IN RTM LAMINATES. Australia: Proceedings of ICCM-11, 1997.
- [170] H.-y. ZHU, D.-h. LI, D.-x. ZHANG, B.-c. WU und Y.-y. CHEN, "Influence of voids on interlaminar shear strength of carbon/epoxy fabric laminates," *Trans*actions of Nonferrous Metals Society of China, Jg. 19, s470-s475, 2009, doi: 10.1016/S1003-6326(10)60091-X.
- [171] I. Tretiak, L. F. Kawashita und S. R. Hallett, "Predicting short beam shear strength reduction in carbon/epoxy laminates containing voids," *Composite Structures*, Jg. 290, S. 115472, 2022, doi: 10.1016/j.compstruct.2022.115472.
- [172] L. Luo *et al.*, "Identification of voids and interlaminar shear strengths of polymer-matrix composites by optical microscopy experiment and deep learning methodology," *Polym Adv Technol*, Jg. 32, Nr. 4, S. 1853–1865, 2021, doi: 10.1002/pat.5226.

[173] J. P. Anderson und M. C. Altan, "Formation of voids in composite laminates: Coupled effect of moisture content and processing pressure," *Polym. Compos.*, Jg. 36, Nr. 2, S. 376–384, 2015, doi: 10.1002/pc.22952.

- [174] H. Groessing, D. Becker, S. Kaufmann, R. Schledjewski und P. Mitschang, "An evaluation of the reproducibility of capacitive sensor based in-plane permeability measurements: A benchmarking study," *Express Polym. Lett.*, Jg. 9, Nr. 2, S. 129–142, 2015, doi: 10.3144/expresspolymlett.2015.14.
- [175] D. Becker, "Transversales Imprägnierverhalten textiler Verstärkungsstrukturen für Faser-Kunststoff-Verbunde," Dissertation, Institut für Verbundwerkstoffe GmbH, Technische Universität Kaiserslautern, 2015.
- [176] S. A. Malik et al., "Analysis and prediction of air permeability of woven barrier fabrics with respect to material, fabric construction and process parameters," Fibers Polym, Jg. 18, Nr. 10, S. 2005–2017, 2017, doi: 10.1007/s12221-017-7241-5.
- [177] G. Rieber, Einfluss von textilen Parametern auf die Permeabilität von Multifilamentgeweben für Faserverbundkunststoffe (Zugl.: Kaiserslautern, Techn. Univ., Diss., 2011) (IVW-Schriftenreihe 96). Kaiserslautern: Inst. für Verbundwerkstoffe, 2011.
- [178] G. Rieber, J. Jiang, C. Deter, N. Chen und P. Mitschang, "Influence of textile parameters on the in-plane Permeability," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Jg. 52, S. 89–98, 2013, doi: 10.1016/j.compositesa.2013.05.009.

# **Anhang**

## Anhang A – Datenblätter der verwendeten Materialien

Harz-Eigenschaften						
System	PE6105	PE6205	PE6405			
Dichte	1,2	1,2	1,2	[g/cm3]		
Tg (Pulver)	42 – 46 <sub>a</sub>	42 – 46 <sub>a</sub>	42 – 46 <sub>a</sub>	[°C]		
Tg (ausgehärtet)	106 – 113 <sub>a</sub>	106 – 113 <sub>a</sub>	106 – 113 <sub>a</sub>	[°C]		
Gel-Zeit @ 180°C	75 – 100	180 - 220	400 - 460	[sec]		
Max. Partikel Grösse	400	400	400	[µm]		
Zugfestigkeit	75 <sub>b</sub>	76 <sub>b</sub>	78 <sub>b</sub>	[MPa]		
Zug-Modul	3,10 <sub>b</sub>	3,15 <sub>b</sub>	3,20 b	[GPa]		
Dehngrenze (Zug-)	4,9 <sub>b</sub>	5,0 b	5,2 <sub>b</sub>	[%]		
Biegefestigkeit	-	-	125 b	[MPa]		
Biege-Modus	-	-	3 <sub>b</sub>	[GPa]		
Izod Impact (gekerbt)	-	-	35	J/m		
Typische Verwen- dungen	press-molding	press-molding     conti. lamination     vacuum-bagging	vacuum-bagging			
Typische Heizrate	>30	>20	>10	°C/min		
Typische Aushär- tung @ 180°C	10 c	12 。	17 <sub>c</sub>	[min]		
Typischer Aushärte-Zyklus		Schritt 1) 1 min @ 140°C				
		Schritt 2) 12 min @ 180°C				

a) abhängig von DSC Methode | b) vorläufige Werte | c) abhängig von Heiz- und Kühl-Rate, Faser, Füllstoffe, Hitze-Quelle, Werkzeug

SIGRATEX® woven fabrics and tapes									
Туре	Weave	Weight	Width	Thread cou	unt [per cm]	Fineness o	f yarn [tex]	Thickne	ss [mm]
		[g/m²]	[cm]	Warp	Weft	Warp	Weft	Fabric	Laminate
KDL 8023	Plain	95	120	7	7	70	70	0.15	0.12
KDL 8048	Plain	160	100/120	4	4	200	200	0.25	0.20
KDK 8058	Twill 2/2	160	100/120	4	4	200	200	0.25	0.20
KDL 8003	Plain	200	100/120	5	5	200	200	0.30	0.25
KDK 8042	Twill 2/2	200	100/120	5	5	200	200	0.30	0.25
KDL 8049	Plain	240	120	6	6	200	200	0.35	0.38
KDK 8043	Twill 2/2	240	100/120	6	6	200	200	0.35	0.38
KDK 8054	Twill 4/4	280	120	7	7	200	200	0.40	0.32
KDL 8051	Plain	300	100/120	3.7	3.7	400	400	0.50	0.40
KDK 8052	Twill 2/2	300	120	3.7	3.7	400	400	0.50	0.40
KDK 8045	Twill 2/2	400	120	5	5	400	400	0.50	0.45
KDL 8050	Plain	300	120	3	3	800	200	0.50	0.40
KDL 8057	Plain	400	120	4	4	800	200	0.60	0.45
KDK 8002	Twill	420	120	2.6	2.6	800	800	0.65	0.55
KDL 8001	Plain	480	120	3	3	800	800	0.80	0.65
KDK 8004	Twill	650	120	4	4	800	800	0.90	0.75
MDL 9001	Plain	135	120	6	5	200	34G	0.15	0.12
MDL 9020	Plain	175	120	6	4	200	136G	0.20	0.15
MDL 9050	Plain	315	120	3	4	800	136G	0.50	0.40
PDL 9018	Plain	165	85	5	4	200C/160A	160A/200C	0.25	0.20
PDK 9004	Twill 2/2	200	120	5.7	5.7	200C/160A	200C/160A	0.30	0.25
KDL 5002	Plain	200	5, 7, 10, 12	5	5	200	200	0.30	0.25
PDL 6045	Plain	180	3, 5, 8	5	6.6	160A	160A	0.30	0.25
MDL 6007	Plain	240	15	2.5	6	800C	68G	0.35	0.28

Other types available on request. Material length of 50 or 100 m per roll. Abbreviations used: C = Carbon, A = Aramid, G = Glass 70 tex = 1k carbon fiber | 200 tex = 3k carbon fiber | 400 tex = 6k carbon fiber | 800 tex = 12k carbon fiber | 1600 tex = 24k carbon fiber | 3300 tex = 50 k carbon fiber | 3400 tex = 12k carbon fiber | 3400 tex = 3400 tex = 12k carbon fiber | 3400 tex = 3400 tex =



**Product Data** 

## **Textile Reinforcement for High Performance Composite**

HexForce® reinforcements are available in a range of weave styles – from woven fabrics to multiaxials and specialties that offers a range of globally certified aerospace / industrial products in carbon, glass and aramid and specialty fibers that we sell under the HexForce® trademark.

DESCRIPTION February / 2015

Type of yarns	Warp : [EC9 68] Weft : [EC9 68]		
Nominal weight	290 g/m²	8.55 oz/sqy²	
Weave style	TWILL 2/2		
Width	1000 mm	39.4 in	
Finish type	TF970		
Finish type Finish description	TF970		

#### CHARACTERISTICS

Nominal construction	Warp : 7 yarn/cm Weft : 7 picks/cm	17.9 yarn/in 17.9 picks/in	
Weight distribution	Warp : 50 % Weft : 50 %		
Thickness (*)	0.23 mm	0.009 in	

\*NB : The above average values are obtained with epoxy laminate at 55% of fibres in volume.

## IMPORTANT

All information is believed to be accurate but is given without acceptance of liability. Users should make their own assessment of the suitability of any product for the purpose required. All sales are made subject to our standard terms of sales which include limitations on liability and other important terms.

@ Copyright Hexcel



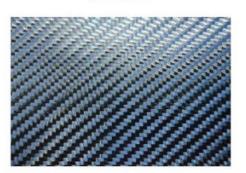
For European sales office telephone numbers and a full address list, please go to : http://www.hexcel.com/contact/salesoffices

# **Technisches Datenblatt**



## Kohlefasergewebe

## G-weave



#### **GEWEBEKONSTRUKTION**

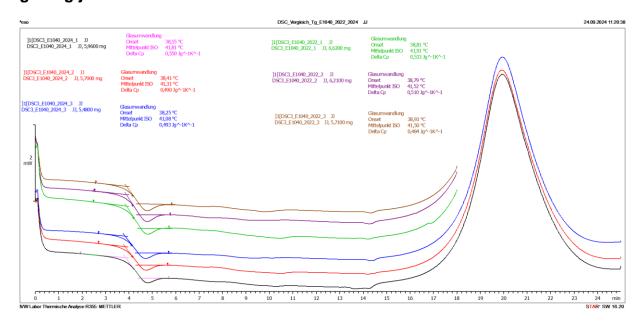
Gewicht	200* gsm
Bindung	Köper 2/2
Kette	HT- 3K
Schuss	HT- 3K
Kette/Schuss (Faden/cm)	5.0 x 5.0
Harzkompatibilität	Epoxid

#### VERPACKUNG

Parameter	Wert
Rollenlänge (m)	50
Gewebebreite (mm)	1000
Hülsendurchmesser	152,8

Die Angaben auf diesem Merkblatt entsprechen dem heutigen Stand unserer Kenntnisse und sollen über die Produkte und deren Anwendungsmöglichkeiten informieren. Sie haben nicht die Bedeutung, bestimmte Eigenschaften oder deren Eignung für einen konkreten Einsatzzweck zuzusichern.

Anhang B – DSC-Kurven des E1040 nach Anlieferung und nach zwei Jahren Lagerung jeweils mit einer Heizrate von 10 K/min

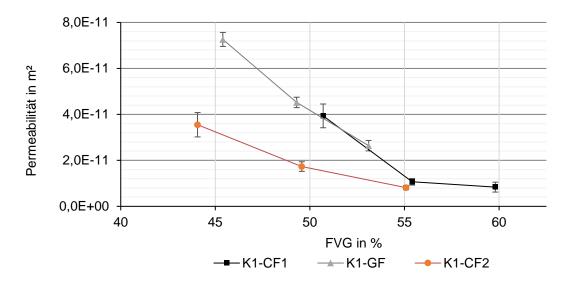


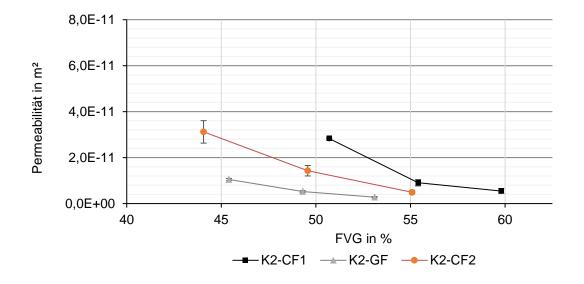
Anhang C – Analyse des Fasermassengehalts und des Flächengewichts der 3Dgedruckten SRPs

BG	Ziel-FMG	Kantenlänge	Tatsächlicher FMG	Abweichung
		4 mm	44,26 % ± 4,59 p.p.	6,59 p.p.
60 %	27.66.0/	6 mm	40,45 % ± 2,82 p.p.	2,79 p.p.
60 %	37,66 %	8 mm	39,88 % ± 1,61 p.p.	2,22 p.p.
	•	10 mm	40,08 % ± 1,26 p.p.	2,42 p.p.
80 %	31,18 % - -	4 mm	36,20 % ± 2,81 p.p.	5,02 p.p.
		6 mm	29,94 % ± 2,45 p.p.	1,24 p.p.
		8 mm	32,23 % ± 2,56 p.p.	1,05 p.p.
		10 mm	34,22 % ± 2,79 p.p.	3,04 p.p.

BG	Ziel-Flächenge- wicht	Kantenlänge	Tatsächliches Flächengewicht	Abweichung
60 %	770,05 g/m²	4 mm	660,00 g/m <sup>2</sup> ± 10,39 %	14,29 %
		6 mm	719,33 g/m <sup>2</sup> ± 7,20 %	6,59 %
		8 mm	$728,00 \text{ g/m}^2 \pm 4,10 \%$	5,46 %
		10 mm	$724,00 \text{ g/m}^2 \pm 3,19 \%$	5,98 %
80 %	930,08 g/m²	4 mm	$804,33 \text{ g/m}^2 \pm 7,67 \%$	13,52 %
		6 mm	973,00 g/m <sup>2</sup> ± 8,32 %	4,61 %
		8 mm	903,67 g/m <sup>2</sup> ± 8,13 %	2,84 %
		10 mm	851,33 g/m <sup>2</sup> ± 8,37 %	8,47 %

# Anhang D – Vergleich der Ebenenpermeabilität der verwendeten Gewebe





## **Betreute studentische Arbeiten**

L. Auras, "Untersuchung des Einflusses von Harzverteilungsmustern auf die Laminatqualität bei einer vakuumbasierten Verarbeitung von Pulver-Prepregs", IVW-Bericht 22-003, 2022

- D. Neufeld, "Entwicklung eines Prüfstandes zur Untersuchung des Aufschmelz- und Fließverhaltens von Feststoffharzprepregs", IVW-Bericht, 2023
- W. Wätzold, "Weiterentwicklung eines Prüfstandes zur Untersuchung des Scherverhaltens von technischen Textilien und Halbzeugen", IVW-Bericht, 2023
- M. Meier, "Einfluss von Harzverteilungsmustern auf die Laminatqualität bei der Verarbeitung von Feststoffharzprepregs", IVW-Bericht 24-004, 2024
- R. Gremm, "Untersuchung der Dickenpermeabilität und des Kompaktierungsverhaltens eines Glasfasergeleges", IVW-Bericht 24-005, 2024
- H. Schäfer, "Additive Herstellung reaktiver Feststoffharzprepregs und Untersuchung ihrer Verarbeitungseigenschaften", IVW-Bericht 24-027, 2024
- R. Blatz, "Modifikation eines 3D-Druckers zur Applikation von Mustern reaktiver Feststoffharze auf Textilien", IVW-Bericht 24-034, 2024

## Konferenzen, Poster & Vorträge

- J. P. Janzen, D. May; Online Forum "Composites and Sustainability"; Composites United; 29 June 2021 1 July 2021; MarineCare Sustainable boats and water sports equipment
- J. P. Janzen, D. May, P. Mitschang; "Sustainable Composites for Marine Applications"; Poster, 30 Jahre-IVW Kolloquium: 08 und 09.09.2021, Kaiserslautern
- A. Faas, J. Böcking, J. Janzen, H.-P. Hartmann, D. May; Textile reinforcements for variable curved thermoplastic composite profiles; ADD International Textile Conference, Digital Conference 09.11-10.11.2021
- N. Wurm, P. Frohn-Sörensen, J. Böcking, A. Faas, J. P. Janzen, H. P. Hartmann, D. May, B. Engel; Umformverhalten faserverstärkter Thermoplasthalbzeuge beim ebenen Schwenkbiegen; XLI. Verformungskundliches Kolloquium Advanced Manufacturing and Materials; A-5541 Altenmarkt; 18.03.2023 22.03.2023

J. P. Janzen, D. May; "Solid Epoxy Prepregs with Patterned Resin Distribution for Out-of-Autoclave Processing"; SAMPE Madrid 2023

- J. P. Janzen; "Feststoffharzprepregs für Out-of-Autoclave Anwendungen"; 25. Jour Fixe von CU, Ceracmic Composites & CU West, "Prepreganwendungen: CFK & CMC"; 15.04.2024
- K. Chen, J. Janzen, D. May, A. Gebhard: "Materialsimulationen für die Wasserstoffpermeabilität von Drucktankwerkstoffen"; Deutscher Luft- und Raumfahrtkongress 2024; Universität Hamburg; 30.09. 02.10.2024

## <u>Veröffentlichungen</u>

CU reports 01\_2021: Saubere Meere / Unsoiled seas <a href="https://digitalmaga-zin.b4bschwaben.de/de/profiles/610b21560ff9/editions/d7b866df035bfeaabba9/pa-ges/page/36">https://digitalmaga-zin.b4bschwaben.de/de/profiles/610b21560ff9/editions/d7b866df035bfeaabba9/pa-ges/page/36</a>

Zukunftsregion Westpfalz: 03\_2021 jedoch nur Link zur IVW-Seite → ggf. eher raus <a href="https://www.zukunftsregion-westpfalz.de/sites/default/files/zrw-newsletter\_03-2021.pdf">https://www.zukunftsregion-westpfalz.de/sites/default/files/zrw-newsletter\_03-2021.pdf</a>

AVK Composites report 04 2021: MARINECARE Sustainable boats and water sports https://www.avk-tv.de/files/publications/files/avk\_compositesreport4\_gb\_kom-primiert.pdf

Leibniz-Magazin, No. 16 "Wasser"; Frischer Wind: 25.10.2021 <a href="https://www.leibniz-magazin.de/alle-artikel/magazindetail/newsdetails/frischer-wind">https://www.leibniz-magazin.de/alle-artikel/magazindetail/newsdetails/frischer-wind</a>

- J. P. Janzen, D. May; "Solid Epoxy Prepregs with Patterned Resin Distribution for Out-of-Autoclave Processing"; Proceedings of SAMPE Madrid 2023
- K. Chen, J. Janzen, D. May, A. Gebhard: "Materialsimulationen für die Wasserstoffpermeabilität von Drucktankwerkstoffen"; Proceedings des Deutschen Luft- und Raumfahrtkongress 2024

## Publikation in Fachjournalen

A.X.H. Yong *et al.*, "Towards standardisation of the out-of-plane permeability measurement for reinforcement textiles," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, S. 108630, 2024, doi: 10.1016/j.compositesa.2024.108630.

J. P. Janzen, D. May, "Solid epoxy prepregs with patterned resin distribution: Influence of pattern and process parameters on part quality in vacuum-bag-only processing", Polym. Compos., 2023, pc.27696, doi: 10.1002/pc.27696

## **Lebenslauf**

## Persönliche Daten

Name Jan Philipp Janzen

Nationalität Deutsch

## **Beruflicher Werdegang**

Seit 07/2020 Wissenschaftlicher Mitarbeiter, Leibniz-Institut für Verbund-

werkstoffe GmbH, Kaiserslautern

Ausbildung

10/2017 - 06/2020 Master of Science Maschinenbau, Technische Universität

Kaiserslautern

10/2012 - 10/2017 Bachelor of Science Maschinenbau, Technische Universität

Kaiserslautern

2011 Allgemeine Hochschulreife, Albert-Schweitzer-Gymnasium

Kaiserslautern