

IVW - Schriftenreihe Band 150

Leibniz-Institut für Verbundwerkstoffe GmbH
Kaiserslautern

Kerstin Steidle

**Bewertungsmethode von Füllstoffen für
elektromagnetische Anwendungen in
thermoplastischen Verbundwerkstoffen**

Bibliografische Information Der Deutschen Bibliothek

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

Herausgeber: Leibniz-Institut für Verbundwerkstoffe GmbH
Prof. Dr.-Ing. Ulf Breuer
Erwin-Schrödinger-Straße 58
Technische Universität Kaiserslautern
67663 Kaiserslautern
<http://www.ivw.uni-kl.de>

Verlag: Leibniz-Institut für Verbundwerkstoffe GmbH

Druck: pri-me Printservice & Medienservice
Barbarossastraße 1
67655 Kaiserslautern
D-386

© Leibniz-Institut für Verbundwerkstoffe GmbH, Kaiserslautern 2022

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: 978-3-944440-47-7

Bewertungsmethode von Füllstoffen für elektromagnetische Anwendungen in thermoplastischen Verbundwerkstoffen

Vom Fachbereich Maschinenbau und Verfahrenstechnik
der Technischen Universität Kaiserslautern
zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor-Ingenieur (Dr.-Ing.)

genehmigte

Dissertation

von

Frau

M. Sc. Kerstin Steidle

aus Donauwörth

Tag der mündlichen Prüfung: 04. Oktober 2021

Prüfungsvorsitzender Prof. Dr.-Ing. Joachim Hausmann

1. Berichterstatter Prof. Dr.-Ing. Ulf Breuer

2. Berichterstatter Prof. Dr.-Ing. Tilmann Beck

Vorwort

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftliche Mitarbeiterin in der Abteilung Werkstoffwissenschaften der Institut für Verbundwerkstoffe GmbH (bzw. seit 01.01.2021 Leibniz-Institut für Verbundwerkstoffe GmbH) (IVW).

An erster Stelle gilt meinem Doktorvater, Herrn Prof. Dr.-Ing. Ulf Breuer, herzlichster Dank sowohl für die Betreuung und Förderung meiner Arbeit als auch für die allzeit konstruktive sowie wissenschaftliche Diskussions- und Hilfsbereitschaft. Ebenso danke ich insbesondere Herrn Prof. Dr.-Ing. Tilmann Beck für die Diskussionen und die Übernahme des Zweitgutachtens sowie Herrn Prof. Dr.-Ing. Joachim Hausmann für die Übernahme des Prüfungsvorsitzes.

Desweiteren bedanke ich mich bei der Firma Lehmann & Voss für die Bereitstellung verschiedener Compoundmaterialien sowie der Firma Math2Market für ihre Unterstützung im Rahmen der Software GeoDict.

Für ihr Engagement sowie ihre Hilfs- und Diskussionsbereitschaft danke ich Dr.-Ing. Lucía Morales-Rivas und Philipp Lion vom Fachbereich Maschinenbau und Verfahrenstechnik ebenso wie Jennifer Koch und Tobias Böttcher vom Fachbereich Physik sehr herzlich.

Allen Kolleginnen und Kollegen des IVW, insbesondere der Abteilung Werkstoffwissenschaften, danke ich für die gute Zusammenarbeit, ihre Unterstützung und die kollegiale und freundschaftliche Arbeitsatmosphäre. Mein Dank gilt hier unter anderem Dr. Barbara Güttler, Dr.-Ing. Moritz Hübler, Andreas Gebhard, Dr. Liuba Sorochynska, und Matthias Bandler, ebenso meinen wissenschaftlichen Kollegen/-innen Stephan Becker, Maurice Gilberg, Bai-Cheng Jim, Dr.-Ing. Benjamin Kelkel, Max Kaiser, Dr.-Ing. Andreas Klingler, Dr.-Ing. Tim Krooß, Dr.-Ing. Sebastian Nissle, Vitalij Popow, Jahn Rehra und Thomas Rief. Für analytische und technische Unterstützung danke ich insbesondere Thorsten Becker, Pia Eichert, Hermann Giertzsch, Markus Hentzel, Stefan Schmitt und Julia Vogtmann. Ebenso danke ich meinen Studenten, unter anderem Arno Hornberg, Jeevana Marri und Süleyman Özen.

Schließlich danke ich meiner Familie, allen voran meinen Eltern Konrad und Irmgard sowie meiner Schwester Susanne, die mir diesen Lebensweg ermöglicht und mich allzeit unterstützt haben. Besonderer Dank gilt auch meinem Freund Silverio für seinen Zuspruch und Rückhalt.

Terrassa, November 2021

Inhaltsverzeichnis

Kurzfassung	III
Abstract	IV
Abkürzungsverzeichnis	V
1 Einleitung und Motivation	1
1.1 Einleitung	1
1.2 Ziel der Arbeit und Vorgehensweise	2
2 Stand der Technik	4
2.1 Extrinsisch modifizierte Thermoplastmatrizes	4
2.2 Elektromagnetische Eigenschaften: Perkolation	6
2.3 Induktive Erwärmung	10
2.3.1 Theorie der Induktion	10
2.3.2 Induktion in füllstoffverstärkten Systemen mit Anwendungen	14
2.4 Thermische Eigenschaften	17
2.5 Ansätze für die Bewertungsmethode	18
3 Materialien und Methoden	24
3.1 Materialien	24
3.1.1 Thermoplastmatrix	24
3.1.2 Funktionsfüllstoffe	24
3.2 Probenherstellung	24
3.3 Probenpräparation	26
3.4 Materialcharakterisierung	27
3.4.1 Charakterisierung der elektrischen Eigenschaften	27
3.4.2 Charakterisierung der Morphologie	35
3.4.3 Charakterisierung der physikalischen Eigenschaften	36
3.5 Induktionsversuche	38
3.5.1 Magnetfeldmessung	38
3.5.2 Messung der induktiven Erwärmung	39
4 Ergebnisse und Diskussion	42
4.1 Morphologie im Verbundwerkstoff	42
4.1.1 Füllstoffverteilung	42
4.1.2 Geometrische Füllstoffcharakterisierung	47
4.2 Physikalische Eigenschaften der Verbundwerkstoffe	51
4.2.1 Wärmekapazität c_p	51
4.2.2 Dichte	51

4.2.3	Feuchtegehalt	55
4.3	Elektromagnetische Eigenschaften der Verbundwerkstoffe	55
4.3.1	Spezifischer Durchgangswiderstand unter Gleichstrom	55
4.3.2	Durchgangswiderstand unter Wechselstrom	65
4.3.3	Charakteristika des Magnetfelds	69
4.3.4	Erwärmung im Magnetfeld	70
5	Bewertungsmethode	78
5.1	Hypothetische Erwartungen	78
5.2	Vergleich der hypothetischen Erwartungen mit den experimentellen Daten	79
5.3	Diskussion der Bewertungsmethode	83
6	Zusammenfassung und Ausblick	85
	Literaturverzeichnis	87
	Abbildungsverzeichnis	96
	Tabellenverzeichnis	98
	Betreute studentische Arbeiten	100
	Lebenslauf	101

Kurzfassung

Globale Entwicklungen haben zu einer neuen Ausrichtung in der produzierenden Industrie geführt. Ressourceneffizienz hinsichtlich Werkstoff und Energie sowie die Ausnutzung von Multifunktionalitäten eines Werkstoffs und/oder Produkts sind mögliche Schlagwörter in diesem Zusammenhang. Bezogen auf Werkstoffe führt dies zu neuen Entwicklungen, die oft auf der Kombination eines oder mehrerer Einzelkomponenten zu einem Verbundwerkstoff basieren. Im Fokus stehen hierbei nicht nur die finale Anwendung des Produkts, sondern auch Aspekte wie Produktionskosten, -zeiten oder Wiederverwertbarkeit.

Induktive Heizverfahren erlauben hohe Heizraten, somit kurze Prozesszeiten und eine vergleichsweise hohe Energieeffizienz. Ihre Anwendung bei der Verarbeitung von insbesondere ungerichtet verstärkten Verbundwerkstoffen setzt voraus, dass Suszeptoren zur Umwandlung der elektromagnetischen in Wärmeenergie vorhanden sind. Die Auswahl entsprechender Suszeptoren ist eine wichtige Fragestellung, die in dieser Arbeit vor dem Hintergrund der Multifunktionalität untersucht wird. Oft beinhalten industriell verfügbare thermoplastische Compounds bereits Verstärkungsstoffe, die für die induktive Heizbarkeit geeignet sein können. In der vorliegenden Arbeit wurde deshalb basierend auf entsprechend kommerziell verfügbaren Compoundsystemen eine Bewertungsmethode entwickelt, die anhand von industriell relevanten und standardisiert messbaren Materialkennwerten – beispielsweise dem spezifischen Durchgangswiderstand – eine Aussage zur induktiven Heizbarkeit ermöglicht. Zum Einsatz kamen Kurzkohlenstoff- und Stahlfasern sowie Eisen- und Graphitpartikel in unterschiedlichen Konzentrationen und Kombinationen. Mit dem Durchgangswiderstand, der Dichte und der Wärmekapazität des Verbundwerkstoffs wurde ein Faktor ermittelt, der eine Korrelation mit der Heizrate aufweist, die mit einem industrierelevanten Induktionssystem experimentell gemessen wurde. Als eine wichtige Voraussetzung hat sich hierbei die Ausbildung eines perkolierenden Netzwerks, das sich aus den Verstärkungsstoffen zusammensetzt, gezeigt. Da dieses Netzwerk für eine Reihe von Anwendungsfällen relevant ist, leistet diese Arbeit einen Beitrag zur multifunktionellen Verwendung thermoplastischer Verbundwerkstoffe.

Abstract

Global developments have led to new points of views and strategies in the producing industry. Resource efficiency concerning materials and energy as well as utilization of multifunctionalities of a composite or a product are possible keywords in this context. Regarding materials this causes new developments which often base upon the combination of different materials to one composite. This aims not only for the final application of the product but also for aspects like production costs, production times and recyclability.

Inductive heating techniques allow high heating rates, thus short process times and a comparable high energy efficiency. The application of this technique especially to the treatment of non-directional reinforced thermoplastic composites requires the presence of susceptors which transform the electromagnetic to heat energy. The selection of appropriate susceptors is an important question which is investigated in this work in relation to multifunctionality. Industrially available thermoplastic compounds often contain already reinforcing materials (fillers) which can be adequate for inductive heating. In the present work a method for evaluation has therefore been developed which allows a proposition about the ability of inductive heating by means of industrially relevant material properties. Aside from the specific volume resistivity the density and the heat capacity of a composite have been identified as proper characteristics. Commercially available thermoplastic compounds with different combinations and concentrations of reinforcements have been used as a basis, in case of this work short carbon fibers and steel fibers as well as iron and graphite particles. By use of the specific volume resistivity, the density and the heat capacity a factor was calculated which showed a correlation with the heating rate which was experimentally measured with an industry relevant induction system. It was shown that the formation of a percolating network consisting of fillers respectively combination of fillers is an important requirement. As the percolation network is relevant for a series of applications, too, this work yields a contribution to the multifunctional application of thermoplastic composites.

Abkürzungsverzeichnis

Abkürzungen

Abkürzung	Bedeutung
AC	Wechselstrom (englisch alternating current)
BNC	Koaxiale Bayonettsteckverbindung (entwickelt von P. Neill und C. Concelman)
CNT	Kohlenstoffnanoröhrchen (englisch Carbon nanotubes)
DC	Gleichstrom (englisch direct current)
DIN	Deutsches Institut für Normung
EN	Europäische Norm
Fe	Eisenpartikel
FEM	Finite-Elemente-Methode
GP	Graphitpartikel
HDPE	Polyethylen hoher Dichte (englisch High Density Polyethylene)
IEC	Internationale Elektrotechnische Kommission (englisch International Electrotechnical Commission)
ISO	Internationale Organisation für Standardisierung (englisch International Organization for Standardization)
LAS	Leica Application Suite
LIR	Left Identity Right, Solver in der Software GeoDict®
OLS	Ordinary Least Square
PA	Polyamid
PA6	Polyamid 6
PC	Polycarbonat
SAR	Spezifische Absorptionsrate
SCF	Kurzkohlenstofffasern
Stf, StF	Stahlfasern
VDE	Verband der Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik (e. V.)

Lateinische Symbole

Symbol	Einheit	Bedeutung
a	[m]	Durchmesser
A	[m ²]	Fläche

B	[Vs/m ²]	Magnetisches Feld
c _{F1} , c _{F2} , . . .	[J/(g K)]	Spezifische Wärmekapazität von Füllstoff 1, Füllstoff 2 etc.
c _M	[J/(g K)]	Spezifische Wärmekapazität der Matrix
c _P	[J/(g K)]	Spezifische Wärmekapazität
d	[m]	Geometrische Distanz, über die eine Spannung angelegt wird
D	[As/m ²]	Elektrische Erregung
E	[V/m]	Elektrisches Feld
f	[Hz]	Frequenz eines Magnetfelds
f _{F1} , f _{F2} , . . .	[%]	Gewichtsanteil von Füllstoff 1, Füllstoff 2 etc.
f _M	[%]	Gewichtsanteil der Matrix
gew%	[%]	Gewichtsprozent (Konzentration, bezogen auf das anteilige Gewicht)
H	[A/m]	Magnetische Erregung
I	[A]	Stromstärke
J	[A/m ²]	Stromdichte
J*	[A/m ²]	Komplexe Stromdichte
J ₀ , J ₁	[-]	Besselfunktionen
k	[1/m]	Komplexe Wellenzahl
m	[g]	Masse bzw. Gewicht
n	[-]	Exponent in der modifizierten Mischungsregel nach Noll
N	[-]	Anzahl der Windungen eines Induktors/einer Leiter-schleife
P	[W]	Leistung
P _e	[W/m ⁻³]	Wirbelstromverlust
Q	[J]	Wärmeenergie
Q _{konduktiv}	[W/m ²]	Wärmestrom durch Konduktion
Q _{konvektiv}	[W/m ²]	Wärmestrom durch Konvektion
Q _{Rate}	[W/m ²]	Wärmestrom durch Strahlung
r	[mm]	Radius
r _a	[m]	Zylinderradius
r _{Induktor}	[m]	Radius der Induktorspule
R	[Ω]	Elektrischer bzw. Ohmscher Widerstand
R ²	[-]	Bestimmtheitsmaß
t	[s]	Zeit
t _{PK}	[-]	Kritischer Exponent in der Perkolationstheorie
T	[K]	Temperatur
Δt	[s]	Zeitintervall

ΔT	[K]	Temperaturdifferenz
$\frac{dT(t)}{dt}$	bzw. [K/s]	Heizrate
$\Delta T(t)/t$		
T_{Ob}	[K]	Oberflächentemperatur
T_{Um}	[K]	Umgebungstemperatur
u	[m]	Länge bzw. Dicke
U	[V]	Spannung
U_{ind}	[V]	Durch ein elektromagnetisches Feld induzierte Spannung
V	[m ³]	Volumen eines Werkstoffstücks
V_{Konz}	[gew%]	Füllstoffkonzentration
V_{th}	[gew%] bzw. [vol%]	Theoretische Perkolationskonzentration
vol%	[%]	Volumenprozent (Konzentration, bezogen auf das anteilige Volumen)
x	[m]	Abstand zwischen dem Induktor und einem Messpunkt, der sich auf der senkrechten Achse durch den Mittelpunkt der betrachteten Leiterschleife befindet
Z^*	[Ω]	Komplexe Impedanz

Griechische Symbole

Symbol	Einheit	Bedeutung
α	[W/(m ² K)]	Konvektiver Wärmeübergangskoeffizient
δ	[m]	Eindringtiefe eines Magnetfelds in einen Werkstoff, bei der das Magnetfeld 37 % seiner Ausgangsstärke beträgt (Skineneffekt)
ϵ	[-]	Effektiver Emissionskoeffizient
$\lambda(T)$	[W/(m ² K)]	Thermische Leitfähigkeit des Mediums
μ_0	[Vs/Am]	Permeabilität des Vakuums, Konstante (1,26 · 10 ⁻⁶ Vs/Am)
ϕ	[Wb]	Magnetischer Fluss
ρ	[Ω m]	Spezifischer (Gleichstrom-) Widerstand
ρ_{AC}	[Ω m]	Spezifischer Wechselstromwiderstand
ρ^*	[Ω m]	Komplexer Widerstand
ρ_D	[g/m ³]	Dichte

σ	[S/m]	Leitfähigkeit
σ_0	[S/m]	Leitfähigkeit eines ungefüllten Werkstoffs
σ_{AC}	[S/m]	Wechselstromleitfähigkeit
σ_{SB}	[W/(m ² K ⁴)]	Stefan-Boltzmann-Konstante
ω	[Hz]	Kreisfrequenz
$\zeta, \psi, \hat{\mathbf{z}}$	[°], [m]	Zylinderkoordinaten

1 Einleitung und Motivation

1.1 Einleitung

Seit einigen Jahren beschreiben Schlagwörter wie Energie, Mobilität und die begrenzte Verfügbarkeit von Ressourcen einige der aktuellen Themen, die in Politik, Gesellschaft und Wirtschaft behandelt werden [1]. Insbesondere in der produzierenden Industrie hat dies zu einem Umdenken geführt. Gesichtspunkte wie Umweltschutz, Nutzen von Einsparpotentialen hinsichtlich Energie und Rohstoffen werden neben üblichen Faktoren wie Wirtschaftlichkeit berücksichtigt. Gleichzeitig werden mit zunehmend höherem Zeitdruck Neu- und Weiterentwicklungen von Produkten verlangt, was zu Innovationen entlang der gesamten Wertschöpfungskette führt. Dies beinhaltet auch die Entwicklung neuer Werkstoffe, insbesondere von Verbundwerkstoffen. Eine mögliche Definition dieser Werkstoffklasse grenzt sie von Metallen und Legierungen ab, indem auf die explizite Kombination von zwei unterschiedlichen Werkstoffen hingewiesen wird:

"[...] Verbundwerkstoffe sind mehrphasige Werkstoffe, die durch die künstliche Kombination von verschiedenen Materialien erzielt werden, um Eigenschaften zu erreichen, die die einzelnen Komponenten allein nicht erzielen können. Sie sind keine mehrphasigen Werkstoffe, in denen die verschiedenen Phasen auf natürliche Weise durch Reaktionen, Phasenumwandlungen oder andere Phänomene entstehen. [...]"

(übersetzt aus [2], S. 1)

Abhängig von der Art und Weise der Einzelkomponenten des Verbundwerkstoffs sowie den zu erfüllenden Anforderungen ist die Herstellung und Bearbeitung mit einem entsprechenden wirtschaftlichen Aufwand verbunden. Dies bedeutet im Hinblick auf die eingangs erwähnten globalen Themen Energie, Mobilität und Ressourcenknappheit zusätzliche Faktoren, die im Kosten-Nutzen-Verhältnis berücksichtigt werden müssen:

- Entwicklung von neuen Verbundwerkstoffen mit anwendungsspezifischen Eigenschaften
- Wirtschaftlich effiziente Herstellung und Verarbeitung von Verbundwerkstoffen in Bezug auf die Ressourcen Energie und Rohstoffe
- Umsetzung und Überprüfung von Qualitätsanforderungen an den Verbundwerkstoff (Defekte)
- Identifikation und Umsetzung von Einsparmöglichkeiten entlang der gesamten Wertschöpfungskette

Historisch gesehen wurden Werkstoffe vor allem hinsichtlich ihres Verwendungszwecks entwickelt und optimiert. Durch die genannten Faktoren verschiebt sich dieser Fokus,

sodass die Herstellungs- und Verarbeitungsprozesse in der Werkstoffentwicklung stärker berücksichtigt werden. Insbesondere vor dem Hintergrund von Kosten- und Energieeinsparungen werden diese Prozesse unter Gesichtspunkten wie Geschwindigkeit, Anzahl an Prozessschritten, Energie- und Materialverbrauch sowie Umweltaspekten ausgewählt. Bei Heizprozessen werden etwa bevorzugt Methoden verwendet, die hohe Heizraten bei geringem Energieverlust erlauben. Ein Beispiel hierfür ist die Erwärmung mittels Induktion. Durch elektromagnetische Strahlung wird elektrische Energie in den Werkstoff übertragen und dort lokal und zielgerichtet in Wärmeenergie umgewandelt, falls der Werkstoff entsprechende elektromagnetische Eigenschaften besitzt. Dieser Effekt wird insbesondere bei der Produktion und Verarbeitung von Stählen genutzt. Polymere benötigen hierfür entsprechende Zusätze, sogenannte Füllstoffe, anhand derer die Energieumwandlung stattfinden kann. Meist werden Füllstoffe aus anderen Gründen eingebracht, beispielsweise zur gezielten Beeinflussung der mechanischen Eigenschaften. Die elektromagnetischen Eigenschaften spielen in solchen Fällen oft eine untergeordnete Rolle, könnten aber – ohne die Verwendung weiterer Zusätze oder Prozessschritte – für die Verarbeitung mit Induktion genutzt werden.

1.2 Ziel der Arbeit und Vorgehensweise

An diesem Punkt setzt diese Arbeit an. Ziel war es, eine Bewertungsmethode von Füllstoffen für thermoplastische Verbundwerkstoffe zur induktiven Erwärmung mit folgenden Kriterien zu entwickeln:

- Verwendung von Kennwerten, die kostengünstig und schnell mit industriell etablierten Standardverfahren messbar sind
- Verwendung von industriell verfügbaren Füllstoffen
- Keine Variation des Induktionssystems
- Abschätzung des Einflusses von Füllstoffart, Füllgrad und Kombination von Füllstoffen

Als Verbundwerkstoffe wurden in dieser Arbeit kommerziell verfügbare thermoplastische Compounds verwendet, die diskontinuierlich mit exemplarisch ausgewählten Füllstoffen, Füllgraden und Kombinationen von Füllstoffen verstärkt wurden. Die Verarbeitung erfolgte mit industriell etablierten Verfahren – hier Spritzguss –, um die Übertragbarkeit der gewonnenen grundlegenden wissenschaftlichen Erkenntnisse in die Anwendung zu verbessern. Mit dieser Arbeit soll ein Beitrag zur energie- und rohstoffeffizienten Verarbeitung von diskontinuierlich verstärkten Thermoplasten unter Ausnutzung der Multifunktionalität geleistet werden.

Zu diesem Zweck wurde in drei Schritten vorgegangen. Durch theoretische Betrachtungen und Literaturrecherchen wurden potentielle Ansätze identifiziert, die eine werkstoffbasierte Bewertung erlauben (Kapitel 2). Hierbei wurden Materialkennwerte identifiziert, die im Rahmen eines für kommerziell erhältliche Werkstoffe vorhandenen Materialsicherheitsdatenblatts zugänglich sind oder mit standardisierten Verfahren schnell und kostengünstig gemessen werden können. Im zweiten Schritt wurde ein Ansatz basierend auf den oben genannten Kriterien ausgewählt und die erforderlichen Kennwerte sowie die erzielbaren Heizraten wurden experimentell ermittelt. Es erfolgte der Vergleich zwischen den basierend auf dem Ansatz aufgestellten hypothetischen Erwartungen und den gemessenen Ergebnissen (Kapitel 3 und 4). Abschließend wurde die Eignung des Ansatzes als Bewertungsmethode anhand der Übereinstimmung mit den Messdaten sowie deren Interpretation basierend auf dem Ansatz evaluiert.

2 Stand der Technik

2.1 Extrinsisch modifizierte Thermoplastmatrizes

Thermoplaste sind aus elektromagnetischer Sicht typische Isolatoren. Um sie für elektromagnetische Anwendungen nutzbar zu machen, werden sie entweder extrinsisch mit zusätzlichen Füllstoffen versehen oder speziell auf molekularer Ebene für den Elektronentransport entwickelt. Dies nennt man intrinsisch leitfähige Polymere, die beispielsweise für Solarkollektoren oder Leuchtdioden verwendet werden [3]. Hinsichtlich industrieller Anwendbarkeit liegen ihre Nachteile in der eingeschränkten Verarbeitbarkeit (nicht schmelzbar) sowie in der Empfindlichkeit gegen Sauerstoff, die zu einer signifikanten Leistungsabnahme bis hin zum Verlust der elektrischen Eigenschaften führen kann [4, 5]. Dem gegenüber stehen die extrinsisch verstärkten Thermoplaste, die einerseits die typischen Aspekte dieser Werkstoffklasse – geringes Eigengewicht, chemische Beständigkeit, industrielle Verarbeitbarkeit etc. – sowie durch Füllstoffe einstellbare elektromagnetische Eigenschaften kombinieren [3].

Durch diese Vielseitigkeit eröffnen extrinsisch modifizierte Thermoplaste ein sehr weites Feld mit vielen Anwendungsbereichen. In der aktuellen Forschung zu Brennstoffzellen werden sie als Elektrolytmembrane, die sowohl den Ionentransport effizient ermöglichen als auch im großindustriellen Maßstab herstellbar sind, untersucht [6]. Weitere Anwendungsbeispiele, die nicht nur im Automobilbereich zu finden sind, sind die Abschirmung elektromagnetischer Strahlung und die Ableitung von Wärme [7, 8]. Zu den Anwendungsbereichen zählt nicht nur der finale Einsatz der Werkstoffe, sondern auch die Herstellung des jeweiligen Bauteils. Durch eine gezielte Optimierung des Werkstoffs können sowohl Produktionskosten als auch -zeit eingespart werden, da beispielsweise effizientere Heizprozesse verwendet werden können. Auch die Integration verschiedener Funktionen ist möglich, sodass etwa die Möglichkeit zur Abschirmung mit der induktiven Schweißbarkeit kombiniert wird. Ein besonderer Vorteil der extrinsisch modifizierten Thermoplaste hierbei ist die lediglich geringe Zunahme der Werkstoffdichte, sodass leichtbaubedingte Anforderungen ebenfalls berücksichtigt werden können [9, 10].

Die extrinsische Modifikation erfolgt durch Füllstoffe in mikro- oder nanoskaligen Größenordnungen. Im Folgenden wird in Tabelle 2.1 ein kurzer Überblick über die gängigsten kommerziell erhältlichen Arten gegeben, wobei der Fokus auf Füllstoffe zur Beeinflussung der elektrischen Eigenschaften gelegt wird.

Neben der Verwendung eines einzigen Füllstofftyps sind auch Kombinationen möglich. Solche binär oder ternär verstärkten thermoplastischen Komposite ermöglichen einerseits die Umsetzung mehrerer unterschiedlicher Anforderungen, andererseits können

Füllstoff	Form und typische Größe	Herstellungsverfahren	Elektrische Leitfähigkeit
Kurzkohlenstofffasern (SCF)	Faser [μm -mm]	Pyrolyse von PAN- oder pechbasierten Precursorfasern	$10^5 - 10^6 \text{ S/m}$
Metallfasern	Faser [μm]	Drahtziehen, Span-/Fräsprozesse	Stahl: 10^6 S/m ; Kupfer: 10^7 S/m
Metallisch beschichtete Fasern/ Kugeln	Faser/ Kugel [μm]	Bedampfung von Glaskugeln, Glas-, Kohlenstofffasern	(keine Angabe)
Carbon Nanotubes (CNT)	Faser [nm]	Gasphasenabscheidung	$10^2 - 10^3 \text{ S/m}$
Graphit, Graphen	Plättchen/ Unregelmäßig [nm- μm]	Natürliches Vorkommen/ synthetisch durch Pyrolyse/expandiert, exfoliert (verschiedene Verfahren)	Graphit: $10^6 - 10^7 \text{ S/m}$
Ruß	Partikel, agglomeriert [nm- μm]	Oil-Furnace-Prozess	10^4 S/m
Metallpulver	Partikel/ Plättchen/ Unregelmäßig [nm- μm]	Mahlprozesse; Eisen: Direktreduktion aus Eisenerz, Verdünnen eine Eisenschmelze	Kupfer, Aluminium, Nickel: 10^8 S/m ; Eisen: 10^6 S/m

Tab. 2.1: Allgemeine Übersicht zu den gängigsten Füllstoffen zur Modifikation der elektromagnetischen Eigenschaften von Thermoplasten [3, 4, 11–16]

durch die gezielte Kombination von Füllstoffen unterschiedliche Netzwerke mit spezifischen Wechselwirkungen und Eigenschaften erzeugt werden.

In der vorliegenden Arbeit wurden als weit verbreitete Füllstoffe Kurzkohlenstofffasern und Graphitpartikel untersucht. Erstere werden meist aufgrund ihrer Fähigkeit, die mechanischen Eigenschaften von Thermoplasten bei geringer Gewichtszunahme positiv zu verändern, angewandt. Graphitpartikel werden in der Regel weniger wegen ihrer elektrischen als wegen ihrer thermischen Möglichkeiten verwendet – sie können die thermische Leitfähigkeit eines Komposits erhöhen. Vor dem Hintergrund ihrer magnetischen wie elektrischen Eigenschaften wurden Stahlfasern und Eisenpartikel ebenfalls untersucht. Kombiniert wurden Stahl- und Kurzkohlenstofffasern zu einem binären bzw. mit Graphitpartikeln zu einem ternären Komposit. Tabelle 2.2 zeigt eine Übersicht.

Komposit	Kurzkohlenstofffaser	Stahlfaser	Graphitpartikel	Eisenpartikel
Einfach	–	–	–	•
Einfach	•	–	–	–
Binär	•	•	–	–
Ternär	•	•	•	–

Tab. 2.2: Schematische Übersicht über die untersuchten Füllstoffe und Füllstoffkombinationen (•)

2.2 Elektromagnetische Eigenschaften: Perkolation

Füllstoffe verändern die Eigenschaften eines Komposits unter Anderem abhängig von ihrer Konzentration. Ab einer charakteristischen Konzentration, der Perkulationsgrenze, kommt es zu einer Netzwerkbildung der Füllstoffe (siehe Abbildung 2.1). In diesem Netzwerk gibt es geschlossene Leitfähigkeitspfade, die aus Füllstoffen bestehen und einen Stromfluss ermöglichen. Sobald ein bzw. einige wenige Pfade existieren, nimmt die elektrische Leitfähigkeit des Komposits sprunghaft um mindestens fünf Größenordnungen zu [17]. Eine weitere Erhöhung der Konzentration führt zu weiteren Pfaden, was sich hinsichtlich elektrischer Leitfähigkeit in einer weiteren, aber deutlich geringeren Zunahme, die in einem Plateaubereich endet, äußert. Ideal gesehen handelt es sich bei der Perkulationsgrenze um einen konkreten Wert, in der Realität liegt ein Konzentrationsbereich vor. Neben der Konzentration beeinflussen die Größe, das Aspektverhältnis (Länge zu Durchmesser) und die Anordnung des Füllstoffs bzw. der Füllstoffe, die Herstellung des Komposits, mögliche Wechselwirkungen zwischen Kompositmatrix und Füllstoff(en) sowie die Leitfähigkeit der Füllstoffe und der Matrix die Ausbildung des Netzwerks und die Lage des Perkulationsbereichs. Zur Illustration der Auswirkungen der genannten Faktoren sind in Abbildung 2.2 Literaturdaten zu Polyamid (PA),

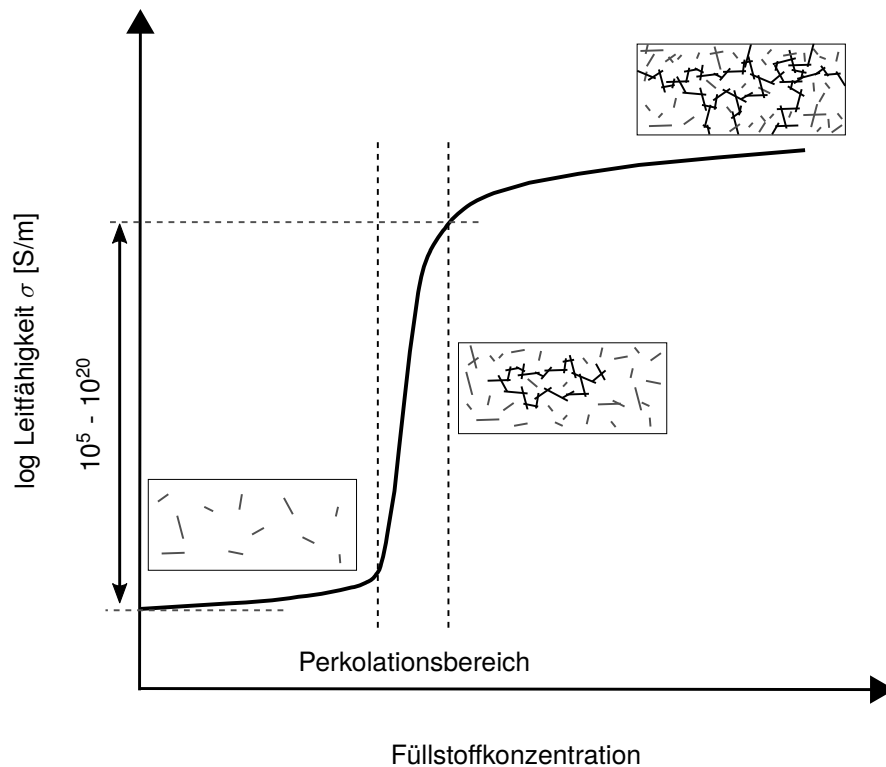


Abb. 2.1: Schematische Darstellung des Perkolationsverhaltens abhängig vom Füllstoffgehalt (in Anlehnung an Noll [18] und Mamunya et al. [17])

Polycarbonat (PC) und Polyethylen hoher Dichte (HDPE) dargestellt, deren Leitfähigkeit durch Zugabe von Kurzkohlenstofffasern modifiziert wurde.

In den hier dargestellten Arbeiten wurden Kurzkohlenstofffasern unterschiedlicher Ausgangslänge verwendet und in Probengeometrien von einigen μm bis mehreren Millimeter dicken Proben untersucht. Für die Dünnschichtproben wurden 1,5 mm lange Kohlenstofffasern auf eine angeschmolzene Thermoplastschicht aufgebracht [19]. PA und PC wurden mit 200 μm langen Kohlenstofffasern mittels Extrusion und Spritzguss verarbeitet und in Plattenform gebracht [13]. Die unterschiedliche Herstellung sowie Probendicke resultiert in unterschiedlich ausgebildeten Netzwerken mit entsprechenden Perkolationsbereichen. Hinzu kommt die unterschiedliche Länge der Kohlenstofffasern, die durch den Herstellungsprozess zusätzlich beeinflusst werden kann. Spröde Kohlenstofffasern brechen unter der Scherbelastung bei der Verarbeitung in einer Thermoplastschmelze (Extrusion, Spritzguss) üblicherweise, sodass sich die Faserlänge zusätzlich reduziert [21, 22].

Die Beschreibung des Perkolationsverhaltens war und ist Gegenstand der Forschung. Aufgrund der unterschiedlichen Einflussfaktoren und deren komplexen Zusammenhängen ist eine Modellbeschreibung oft für das in der jeweiligen Arbeit untersuchte System aus Polymermatrix und Füllstoff(en) geeignet, aber kaum bzw. nur eingeschränkt

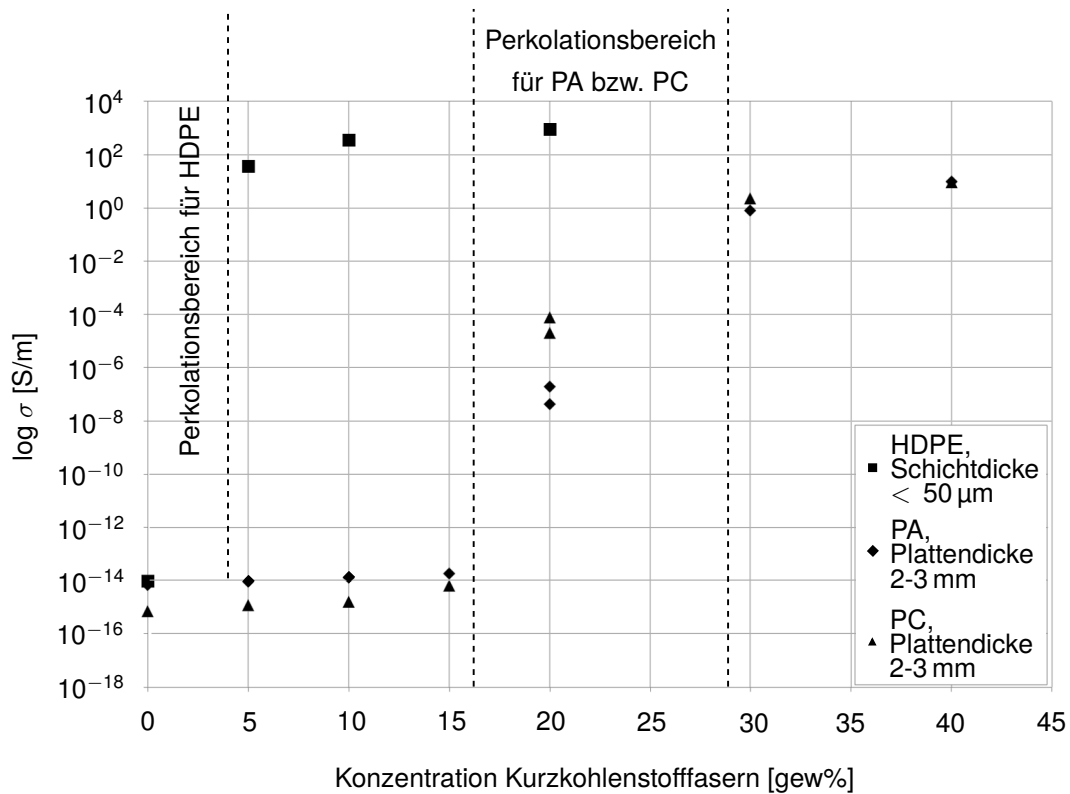


Abb. 2.2: In der Literatur mit Kurzkohlenstofffasern in Polymerkompositen erzielte elektrische Leitfähigkeiten (exemplarisch) [13, 19, 20]

auf andere Füllstoffe bzw. -kombinationen mit ausreichender experimenteller Übereinstimmung anwendbar. Prinzipiell gibt es nach Lux [21] vier im Folgenden genannte Kategorien bzw. Herangehensweisen, die verfolgt werden können. Aus statistischer Sicht wird die Wahrscheinlichkeit, ob sich Füllstoffe in Kontakt zueinander befinden, betrachtet. Füllstoffcharakteristika, Wechselwirkungen sowie Informationen zum gebildeten Netzwerk werden nicht einbezogen. Diese Faktoren werden in der thermodynamischen (Wechselwirkungen zwischen Matrix und Füllstoff) bzw. der geometrischen Herangehensweise (Betrachtung der Netzwerkform als eine Art Gitter) in den Fokus gestellt. Eine strukturorientierte Betrachtungsweise geht vom Aspektverhältnis und der Orientierung der Füllstoffe in der Matrix aus [13, 21].

Innerhalb dieser Kategorien gibt es verschiedene Ansätze bzw. Modelle zur Beschreibung des Perkolationsverhaltens. In Tabelle 2.3 ist eine Übersicht über die gängigsten Modelle gegeben.

Für eine genaue mathematische Beschreibung der teilweise sehr komplexen Modelle sei hier auf Taherian [23] verwiesen. Clingerman [13] hat in seiner Dissertation unter anderem die Modelle von Weber und Kamal sowie McLachlan näher betrachtet und auf seine experimentellen Daten angewandt. Er zeigte, dass mit dem Modell von McLachlan bei gleicher Füllstoffart kein Übertrag des berechneten Faktors t_{PK} von ei-

Modell mit Grundprinzip/Annahmen	Eingangsgrößen	Geeignet für
Allgemeine Perkolationstheorie: Potenzgesetz	Füllstoff: Konzentration, Leitfähigkeit, Konzentration bei Perkolation, iterative Näherung zur Berechnung des kritischen Exponenten t_{PK}	Beispiel: Nanokomposite mit CNT
General Effective Media-Theorie (McLachlan): Gefüge aus zwei Phasen (leitend/nicht leitend)	Füllstoff: Konzentration, Leitfähigkeit, Unterscheidung sphärischer/faser-/schichtartiger Partikel, iterative Näherung zur Berechnung des Faktors t_{PK}	Matrix mit einer Füllstoffart, anwendbar für mehrere Füllstoffarten
Faserkontaktmodell (Weber und Kamal): Faserkontakt	Matrix- und Füllstoffleitfähigkeit, Konzentration bei Perkolation, Kontaktdurchmesser und -anzahl der Fasern, Faserorientierungsfaktor, mittlere Faserlänge, beitragender Faseranteil	Matrix mit Kurzfasern, zum Beispiel Kurzkohlenstofffasern
Sigmoidal Curve (Taherian): Sigmoidfunktion	Matrix- und Füllstoffleitfähigkeit, Füllstoffkonzentration, Aspektverhältnis, Formfaktor, Benetzbarkeit Füllstoff-Matrix	Matrix mit einer Füllstoffart, Beispiel: Phenolharz mit Kohlenstofffasern oder Graphit
Modifizierte Mischungsregel (Noll): Gefüge aus zwei Phasen (leitend/nicht leitend)	Füllstoff: Konzentration, Leitfähigkeit, Konzentration bei Perkolation, iterative Näherung zur Berechnung des Faktors n	Matrix mit zwei verschiedenen Füllstoffarten

Tab. 2.3: Übersicht über verschiedene Modellbeschreibungen des Perkulationsverhaltens [18, 23, 24]

ner Thermoplast- auf eine andere Thermoplastmatrix zulässig ist. Bei dem Abgleich seiner experimentellen Daten mit dem Faserkontaktmodell (Weber und Kamal) wies er bei Konzentrationen unter dem Perkulationsbereich auf die schlechte Übereinstimmung zwischen berechneten und experimentellen Daten hin. Darüber hinaus merkte er an, dass Eingangsgrößen wie Anzahl der Faserkontakte und Faserorientierung aufwändig experimentell ermittelt bzw. abgeschätzt werden müssen, was die Qualität der Näherungen beeinträchtigt. Ein weiterer Aspekt ist die Größe der verwendeten Füllstoffe. Modellbetrachtungen, die für mikroskalige Füllstoffe eine gute Übereinstimmung mit experimentellen Daten liefern, sind oft nicht auf nanoskalige Füllstoffe übertragbar [23]. Ein weiterer Punkt ist die Betrachtung von Füllstoffkombinationen, was nur sehr wenige Modellvorstellungen ermöglichen. Verschiedene Füllstoffe unterscheiden sich sowohl untereinander in Form, Größe und chemisch-physikalischen Eigenschaften als auch teilweise durch verschiedene Hersteller des gleichen Füllstoffs. Dies führt zu einer sehr hohen Komplexität und illustriert, warum die Übertragbarkeit berechneter Daten von einem Kompositsystem auf ein anderes sehr schwierig ist. Fragner bringt es in seiner Dissertation auf den Punkt, wenn er es in der aktuellen Situation als "zielführender" bezeichnet, das Perkulationsverhalten eines Systems experimentell zu bestimmen ([12], S. 21).

2.3 Induktive Erwärmung

2.3.1 Theorie der Induktion

Durch eine wechselfrequente Spannung wird in einem Leiter ein wechselfrequenter Stromfluss hervorgerufen. Dieser erzeugt ein elektromagnetisches Feld mit identischer Frequenz in seiner Umgebung. Faraday fand 1831 heraus, dass in einem zweiten Leiter, der in das elektromagnetische Feld des ersten gebracht wird, eine Spannung U_{ind} induziert wird [25]. Diese Spannung entspricht der negativen zeitlichen Änderung des magnetischen Flusses ϕ , der im elektromagnetischen Feld des ersten Leiters herrscht (siehe Gleichung 2.1). Die Frequenz von ϕ – und damit von U_{ind} – ist identisch zur Frequenz im ersten Leiter.

$$U_{\text{ind}} = - \frac{d\phi}{dt} \quad (2.1)$$

U_{ind} [V]:	Induzierte Spannung
ϕ [Wb]:	Magnetischer Fluss
t [s]:	Zeit

Mit dieser induzierten Spannung geht im zweiten Leiter entsprechend ein Stromfluss einher, der vom Widerstand des zweiten Leiters abhängt. Auch dieser Stromfluss weist ein elektromagnetisches Feld auf, das – wie am negativen Vorzeichen der induzierten Spannung sichtbar – dem Feld des ersten Leiters entgegengesetzt gerichtet ist (Lenzsche Regel). Dies führt zu einer Verdrängung des ersten elektromagnetischen Feldes durch das induzierte Feld, sodass im zweiten Leiter kein über den Querschnitt homogener Stromfluss stattfindet. Durch die Verdrängung wird der Stromfluss im zweiten Leiter radial gesehen nach außen gedrückt, sodass der Strom hauptsächlich entlang bzw. nahe der Oberfläche des Leiters fließt. Dieser Effekt wird Haut- bzw. Skineneffekt genannt und beschreibt die von der Oberfläche ausgehend gemessene Eindringtiefe δ , bei der das Magnetfeld lokal auf 37 % des Wertes an der Oberfläche ($1/e$) abgenommen hat [26,27]. Abhängig vom Widerstand des Leitermaterials ist der induzierte Stromfluss für die Erwärmung des Leiters nach Joule verantwortlich. Durch den Ladungstransport (Stromfluss) kommt es zu einer entgegengesetzt gerichteten Reibkraft, die die elektrische in Wärmeenergie umwandelt. Man spricht von Wirbelstrom-, Widerstands- oder Jouleschen Verlusten. Die Verlustleistung P hängt vom Widerstand R bzw. der Leitfähigkeit σ des Werkstoffs und dem Strom I bzw. der Stromdichteverteilung J ab (siehe Gleichungen 2.2 [25] und 2.3 [28]).

$$P = U \cdot I = I^2 \cdot R = \frac{U^2}{R} \quad (2.2)$$

$$P = \int \frac{1}{\sigma} \mathbf{J} \cdot \mathbf{J}^* dV \quad (2.3)$$

P [W]:	Leistung
U [V]:	Spannung
I [A]:	Stromstärke
R [Ω]:	Widerstand
σ [S/mm]:	Leitfähigkeit
J [A/m ²]:	Stromdichte (hier Wirbelstromdichte)
J^* [A/m ²]:	Komplexe Stromdichte (hier komplexe Wirbelstromdichte)
V [m ³]:	Volumen

Der Zusammenhang zwischen der induzierten Stromdichte und dem elektromagnetischen Feld wird durch das Ampèresche Gesetz beschrieben (siehe Gleichung 2.4 [25]). Die Kenntnis des magnetischen Feldes B erlaubt die Berechnung der induzierten Stromdichte. Dementsprechend verhält sich die induzierte Stromdichte ähnlich wie das magnetische Feld in Abhängigkeit von den Kenngrößen, die das magnetische Feld

hervorrufen. Wählt man beispielsweise einen kosinusförmigen Verlauf für den magnetischen Fluss ϕ , resultiert dies entsprechend Gleichung 2.1 in einer sinusförmigen induzierten Spannung, die sowohl von der Frequenz als auch dem Maximum der Schwingung abhängt, und von einem entsprechenden induzierten Strom bzw. Stromdichte begleitet wird (siehe hierzu auch Kapitel 3.5.1).

$$\text{rot } \mathbf{B} = \mu_0 \cdot \mathbf{J} \quad (2.4)$$

\mathbf{B} [Vs/m ²]:	Magnetisches Feld
μ_0 [Vs/Am]:	Permeabilität des Vakuums, Konstante
\mathbf{J} [A/m ²]:	Stromdichte

Das Ampèresche Gesetz ist Teil der vier Maxwell-Gleichungen (siehe Gleichungen 2.5, 2.6, 2.7 und 2.8 [25, 29]), die wechselfrequente elektromagnetische Felder beschreiben. Situations- bzw. anwendungsspezifisch muss untersucht werden, ob die vier Gleichungen unter den jeweils gegebenen Bedingungen mathematisch gelöst werden können und so eine mathematisch-physikalische Beschreibung der betrachteten Anwendung existiert. Diese Berechnungen sind sehr aufwändig und komplex zu realisieren [26, 29–31].

$$\text{rot } \mathbf{E} = - \frac{\partial \mathbf{B}}{\partial t} \quad (2.5)$$

$$\text{rot } \mathbf{H} = \mathbf{J} + \frac{\partial \mathbf{D}}{\partial t} \quad (2.6)$$

$$\text{div } \mathbf{D} = \rho \quad (2.7)$$

$$\text{div } \mathbf{B} = 0 \quad (2.8)$$

\mathbf{B} [Vs/m ²]:	Magnetisches Feld
\mathbf{D} [As/m ²]:	Elektrische Erregung
\mathbf{E} [V/m]:	Elektrisches Feld
\mathbf{H} [A/m]:	Magnetische Erregung
\mathbf{J} [A/m ²]:	Stromdichte
ρ [Ω m]:	Spezifischer Widerstand
t [s]:	Zeit

Im Fall der induktiven Erwärmung wird durch den ersten Leiter ("Induktor") ein entsprechendes Magnetfeld erzeugt, das durch räumliche Nähe in das Werkstück (zweiter

Leiter) zur Erwärmung eingebracht wird. Die Form und die räumliche Verteilung des Magnetfelds hängt von der angelegten Wechselspannung bzw. dem elektrischen Schwingkreis [30], dem Leitermaterial sowie der Geometrie des Induktors ab. Die im Werkstück generierte Stromdichte folgt entsprechend dem Skineneffekt einer magnetfeld- und geometrieabhängigen Verteilung, die indirekt im Erwärmungsverhalten sichtbar wird. Diese Zusammenhänge sind für zeitlich veränderliche elektromagnetische Felder mathematisch sehr komplex. Nagel et al. [28] und Bidinosti et al. [32] haben für einige Geometrien, unter anderem Kugel und Zylinder, entsprechende simulative und analytische Berechnungen durchgeführt. Da sie von Größenordnungen im Bereich einiger Zentimeter sowie einem homogenen Magnetfeld ausgehen, ist eine Übertragbarkeit auf mikroskalige Füllstoffe fraglich.

Induktoren bzw. Induktorspulen werden anwendungsspezifisch geformt und benötigen aufgrund der meist hohen Ströme im Amperebereich ein Kühlsystem. Vor diesem Hintergrund bestehen sie meist aus dünnen Kupferrohren, die in Form gebogen werden. Die Ortsabhängigkeit des elektromagnetischen Feldes eines solchen Leiterstücks wird durch das Biot-Savart-Gesetz beschrieben (siehe Gleichung 2.9 [33]). Übertragen auf eine generische Form – hier eine Leiterschleife – ergibt sich die in Gleichung 2.10 dargestellte Zusammenhang [33]. Man erkennt deutlich die starke r^{-3} -Abhängigkeit des Abstands zur Leiterschleife. Für eine effiziente induktive Erwärmung bedeutet dies einen möglichst geringen Abstand zwischen Induktorspule und Werkstück.

$$d\mathbf{H} = \frac{I d\mathbf{l} \times \mathbf{r}}{4\pi r^3} \quad (2.9)$$

$$H = \frac{N}{\mu_0} \frac{2\pi I r_{\text{Induktor}}^2}{4\pi (r_{\text{Induktor}}^2 + x^2)^{\frac{3}{2}}} \quad (2.10)$$

H [A/m]:	Magnetische Erregung
I [A]:	Stromstärke
\mathbf{l} [m]:	Längen- und Richtungsvektor des betrachteten Leiterstücks
\mathbf{r} [m]:	Radialer Richtungsvektor des magnetischen Feldes
r [m]:	Radius der Leiterschleife
N [-]:	Anzahl der Windungen der Leiterschleife
μ_0 [Vs/Am]:	Permeabilität des Vakuums, Konstante ($1,26 \cdot 10^{-6}$ Vs/Am)
r_{Induktor} [mm]:	Radius der Induktorspule
x [m]:	Abstand zwischen dem Mittelpunkt der Leiterschleife und dem betrachteten Messpunkt

Das Beispiel der einfachen Leiterschleife (Gleichung 2.10) illustriert die generell inhomogene Verteilung des elektromagnetischen Feldes um einen Induktor. Mit zunehmenden

der geometrischer Komplexität des Induktors steigt entsprechend auch die Inhomogenität des Feldes. Durch das Einbringen eines zweiten Leiters bzw. eines Werkstücks wird infolge der Lenzschen Regel das elektromagnetische Feld des Induktors zusätzlich beeinflusst und deformiert. Dies resultiert in einer Änderung der räumlichen Feldverteilung, sodass die Inhomogenität des Feldes weiter zunimmt.

2.3.2 Induktion in füllstoffverstärkten Systemen mit Anwendungen

Bei füllstoffverstärkten Polymeren erfolgt der durch das elektromagnetische Wechselfeld induzierte Stromfluss entsprechend dem Perkollationsverhalten entlang des Füllstoffnetzwerks. Neben dem Widerstand des Füllstoffs selbst kommen Beiträge zur Jouleschen Erwärmung von Kontaktwiderständen an Berührungspunkten zwischen einzelnen Füllstoffteilchen und von dielektrischer Hysterese an Stellen, an denen Füllstoffteilchen einen charakteristischen Abstand zueinander unterschreiten.

Das elektromagnetische Wechselfeld weist – wie im vorangegangenen Kapitel 2.3.1 erläutert – eine räumlich inhomogene Feldverteilung auf. Diese wird durch das induzierte Feld, das ein eingebrachtes leitfähiges Werkstück erzeugt, weiter deformiert. Im Falle von füllstoffverstärkten Polymeren besteht das Werkstück (bzw. der zweite Leiter) aus einem Werkstoff mit einer inneren Struktur – der Füllstoffverteilung. Wie bereits erwähnt hängt sie von der Konzentration, der Art und Form des Füllstoffs sowie von der Herstellung und Bearbeitung des Werkstücks ab. Handelt es sich um ein perkollierendes Füllstoffnetzwerk, fließt der induzierte Strom entlang der Leitfähigkeitspfade, die in der Probe mikroskopisch gesehen unregelmäßig verteilt sind. Zusammen mit dem Skineffekt erhöht dies die Inhomogenität des induzierten Feldes, das dem Feld des Induktors bzw. des ersten Leiters entgegengesetzt ist und dieses deformiert.

Industriell erhältliche Induktionsanlagen erlauben als Einstellungsgröße meist eine prozentuale Leistungsangabe. Der Stromstärke- und der Frequenzbereich, in dem die jeweiligen Anlage arbeitet, wird meist auf Basis der spezifischen Anwendung (Größe des Induktors und des entsprechenden Werkstücks sowie dem Werkstoff) und der Erfahrung des Herstellers festgelegt. Wan et al. [30] geben einen Einblick in eine Induktionsanlage, die für das induktive Fügen von langkohlenstofffaserverstärkten Thermoplasten verwendet wird. Die maximale Stromstärke wird mit 100 A und der Frequenzbereich von 100 kHz bis 1 MHz angegeben. Für partikelförmige Füllstoffe verwendete Bayerl ein elektromagnetisches Feld bei unter anderem 2,5 MHz und 280 A [9]. Die Messung von Stromstärken dieser Größenordnung in einem starken elektromagnetischen Feld bedeutet einen hohen Aufwand, der bei Industrieanlagen in der Regel gescheut wird. Die Steuerung erfolgt unter anderem durch das Pulsen – regelmäßiges An- und Abschalten – des elektromagnetischen Feldes.

Außer den elektrischen können auch – bei entsprechenden Füllstoffen – die ferromagnetischen Eigenschaften für die induktive Heizung verwendet werden. In diesem Fall erzeugt eine Bewegung der magnetischen Domänen bzw. Momente, die durch das äußere wechselfrequente Magnetfeld erzwungen wird, eine Reibkraft, die in Wärme umgewandelt wird. Dieser Mechanismus ermöglicht laut Rudnev et al. [26] und Rapoport et al. [29] einen geringeren Verlust als durch Wirbelströme. Bei Partikelgrößen über 100 nm spricht man von Hystereseverlusten, die von der Frequenz des elektromagnetischen Feldes und der Fläche der Hysteresekurve der Partikel abhängen [34]. Als Kenngröße wird meist die spezifische Absorptionsrate (SAR) angegeben bzw. berechnet. Nanoskalige magnetische Partikel (Durchmesser unter 100 nm), die meist nur eine magnetische Domäne enthalten, erfahren in einem wechselfrequenten Magnetfeld Relaxationsprozesse. Entweder bewegt sich der gesamte Partikel (Brownsche Relaxation), oder das magnetische Moment des Partikels folgt dem äußeren Magnetfeld (Néelsche Relaxation) [35, 36]. Beides führt zur Umwandlung der jeweiligen Energie in Wärme [37].

Dieses Phänomen wird in der Medizin für Hyperthermie, bei der Tumorzellen gezielt durch erhöhte Temperaturen (41 bis 46 °C) abgetötet werden, verwendet und intensiv erforscht [38]. Da sich diese Forschungsarbeiten auf Temperaturbereiche unter 50 °C konzentrieren und die Herstellung der entsprechenden nanoskaligen Partikel sowohl teuer als auch mengentechnisch im Bereich weniger Gramm erfolgt, sind sie für die technische Erwärmung von füllstoffverstärkten Polymeren im Industriemaßstab nicht relevant.

Einige klassische Anwendungsbereiche induktiver Erwärmung sind die Metallverarbeitung und die Waferherstellung aus Silizium. Darüber hinaus ermöglicht die induktive Erwärmung Umform- und Fügeprozesse zwischen Werkstücken aus Metall, aus Metall und Polymeren und – durch entsprechende Verstärkung – aus Polymeren mit Polymeren. Als Verstärkung sind hierbei die bereits genannten Füllstoffe, aber auch zusätzliche metallische Einleger wie Metallgitter oder Kohlenstofffaservliese möglich [39, 40]. Nachteile dieser Einleger können lokale Überhitzungen, zusätzliche Produktionsschritte, erhöhtes Bauteilgewicht und zusätzliche Materialkosten sein. Beide Themenbereiche – Füllstoffverstärkung und zusätzliche Einlagen – werden anwendungsspezifisch für induktive Umform- und Fügeprozesse untersucht. Der Flugzeughersteller Boeing meldete beispielsweise vor einigen Jahren ein Patent für ein "susceptor welding tape" für induktive Schweißprozesse an, das als Füllstoffe Metallpartikel und -drähte aus Kupfer oder Nickel vorsah und lokal durch unterschiedliche Füllstoffkonzentrationen sowie Ausstanzungen strukturiert sein sollte [41]. Toho Tenax, Hersteller von Kohlenstofffasern, hält ein Patent über die Herstellung beschichteter Kohlenstofffasern zur Verbesserung der Leitfähigkeit von Verbundwerkstoffen [42]. Auch andere Unternehmen, etwa der

Konzern Airbus, zeigen durch Patente Aktivitäten auf dem Gebiet induktiver Schweiß- und Klebprozesse [43]. Die Verwendung von Partikelfüllstoffen findet im EMABOND®-System der Firma Emabond Solutions™ Anwendung, allerdings werden hier weder genaue Angaben zur Füllstoffart noch zur Konzentration des Füllstoffs gegeben. Es werden verstärkte Thermoplaste angeboten, die zusätzlich an der Fugestelle eingelegt und aufgeschmolzen werden. Laut Hersteller sind Heizraten von knapp 10 K/s möglich [44–48]. Suwanwatana et al. [15, 49, 50] untersuchten in ihren Arbeiten magnetische Nickelpartikel als Füllstoffe von Polysulfonfolien. Durch ihre Curie-Temperatur von 623 K, bei der sich die magnetischen Eigenschaften von Nickel von ferro- zu paramagnetisch ändern, erfolgt eine temperaturabhängige Selbstregulierung der induktiven Heizung. Suwanwatana et al. maßen bei Verwendung von Frequenzen im Bereich einiger MHz partikelgrößenabhängig Heizraten im Bereich von 5-60 K/s.

Langfaserverstärkte Faserverbundkunststoffe können – bei entsprechenden Eigenschaften der Fasern (Kohlenstofffasern, Metallfasern, beschichtete Glasfasern) – ebenfalls durch Induktion für verschiedene Anwendungen erwärmt werden. Untersucht werden hierbei unter anderem Fügeprozesse mit thermoplastischen Matrices, Aushärtungsprozesse mit duroplastischen Matrices sowie Fixierungsprozesse während der Produktion [51, 52]. Außer duroplastischen Werkstoffen können auch Klebstoffe thermisch unterstützt ausgehärtet werden. Dies wird ebenso wie die thermisch induzierte Trennung von geklebten Verbindungen untersucht. Meist werden für diese Anwendungen partikelartige Füllstoffe verwendet, die explizit für diese Anwendung entwickelt und optimiert werden [53, 54].

Ein weiterer Anwendungsbereich für induktive Erwärmung besteht im Feld der zerstörungsfreien Prüfung. Da durch Induktion berührungslos und gezielt auch geringe Erwärmungen erzielt werden können, sind entsprechende Untersuchungen mittels Thermographie möglich. Durch den Wärmefluss können verschiedene Unregelmäßigkeiten im Werkstoff sicht- und detektierbar gemacht werden [31]. Einem ähnlichen Prinzip folgt die Messung der induzierten Wirbelströme (anstatt der Erwärmung). Hierbei wird die Tatsache ausgenutzt, dass jeder Stromfluss ein elektromagnetisches Feld erzeugt. Dieses elektromagnetische Feld der Wirbelströme wird durch eine zweite Induktionsspule gemessen und erlaubt Rückschlüsse auf die stromführenden Füllstoffe. Diese Methode findet beispielsweise Anwendung in der Untersuchung von klassischen mit Kohlenstofffasern kontinuierlich verstärkten Faserverbundwerkstoffen [31, 55–57]. Da sie auf Stromfluss beruht, ist sie auf entsprechend wirbelstromfähige Werkstoffe begrenzt.

2.4 Thermische Eigenschaften

Der Transport von Wärme aufgrund eines Temperaturgradienten kann durch Konduktion, Konvektion und Strahlung erfolgen. Konduktion erfolgt innerhalb eines Mediums und folgt dem Fourierschen Gesetz (siehe Gleichung 2.11). An Grenzen mit unterschiedlichem Aggregatzustand – beispielsweise von einem Feststoff zu einer Flüssigkeit – wird Wärme durch Konvektion transportiert, was dem Newtonschen Gesetz (siehe Gleichung 2.12) folgt. Thermische Strahlung bezeichnet die Abstrahlung von Wärmeenergie in Form einer elektromagnetischen Welle, die sich unabhängig vom umgebenden Medium – auch in Vakuum – ausbreitet, und wird durch das Stefan-Boltzmann-Gesetz (siehe Gleichung 2.13) beschrieben [11, 29].

$$\dot{Q}_{\text{konduktiv}} = -\lambda(T) \text{ grad } T \quad (2.11)$$

$$\dot{Q}_{\text{konvektiv}} = \alpha (T_{\text{Ob}} - T_{\text{Um}}) \quad (2.12)$$

$$\dot{Q}_{\text{Rate}} = \sigma_{\text{SB}} \epsilon (T_{\text{Ob}}^4 - T_{\text{Um}}^4) \quad (2.13)$$

$\dot{Q}_{\text{konduktiv}}$ [W/(m ²):	Wärmestrom durch Konduktion
$\lambda(T)$ [W/(m ² K):	Thermische Leitfähigkeit des Mediums
grad T :	Temperaturgradient
$\dot{Q}_{\text{konvektiv}}$ [W/(m ²):	Wärmestrom durch Konvektion
α [W/(m ² K):	Konvektiver Wärmeübergangskoeffizient
T_{Ob} [K]:	Oberflächentemperatur
T_{Um} [K]:	Umgebungstemperatur
\dot{Q}_{Rate} [W/(m ²):	Wärmestrom durch Strahlung
σ_{SB} [W/(m ² K ⁴):	Stefan-Boltzmann-Konstante
ϵ [-]:	Effektiver Emissionskoeffizient

In dieser Arbeit wird induktiv eingebrachte Wärme von den Füllstoffen an die umgebende Matrix abgegeben. Bayerl bezeichnet diesen Vorgang als eine Verbindung von Strahlung und Konduktion [9]. Auf molekularer Ebene wird Wärmeenergie hauptsächlich durch Elektronen und Gitterschwingungen, so genannten Phononen, weitergegeben. Die Eigenschaft eines Materials, Wärme zu leiten, besitzt bezogen auf die Bewegung von Elektronen eine Analogie zum Stromfluss. Die Wärmeleitfähigkeit eines füllstoffverstärkten Thermoplasten folgt wie die elektrische Leitfähigkeit einem Perkolationsverhalten, wenn auch nicht so ausgeprägt. Während bei der elektrischen Leitfähigkeit Änderungen im Bereich von mindestens fünf Größenordnung zu erwarten

sind, betragen diese bei thermischen Leitfähigkeit etwa eine bis zwei Größenordnungen [17, 58]. Eine andere Möglichkeit, die thermischen Eigenschaften eines Werkstoffs zu beschreiben, ist die spezifische Wärmekapazität c_p . Sie wird als die Wärmemenge definiert, die zur Erwärmung einer Masse von einem Kilogramm eines Materials um ein Grad benötigt wird [59, 60]. Entsprechend besitzt sie die Einheit $\text{J}/(\text{g K})$. Die spezifische Wärmekapazität wird mittels dynamischer Differenzkalorimetrie gemessen, indem der Wärmestrom durch den zu untersuchenden Werkstoff mit dem Wärmestrom durch eine Referenzprobe (beispielsweise Saphir) verglichen wird [60]. Bei Proben, die aus mehr als einem Material bestehen, dominiert üblicherweise der Materialanteil mit dem höchsten Mengenanteil. Die spezifische Wärmekapazität von verstärkten Thermoplasten folgt damit der Mischungsregel (siehe Gleichung 2.14 [2]) und beinhaltet entsprechend die Beiträge aller Komponenten. Weidenfeller et al. zeigten, dass mit zunehmendem Magnetitgehalt die spezifische Wärmekapazität abnimmt [61, 62]. Wärmekapazitätsdaten zu einzelnen Materialien sind in Tabelle 2.4 aufgelistet.

$$c_{\text{Komposit}} = c_{F1} f_{F1} + c_{F2} f_{F2} + \dots + c_M f_M \quad (2.14)$$

$c_{F1}, c_{F2}, \dots [\text{J}/(\text{g K})]$:	Spezifische Wärmekapazität von Füllstoff 1, Füllstoff 2 etc.
$f_{F1}, f_{F2}, \dots [\%]$:	Gewichtsanteil von Füllstoff 1, Füllstoff 2 etc.
$c_M [\text{J}/(\text{g K})]$:	Spezifische Wärmekapazität der Matrix
$f_M [\%]$:	Gewichtsanteil der Matrix

Material	Wärmekapazität $[\text{J}/(\text{g K})]$ (bei 20°C)
PA6	1,9 [63]
Eisen	0,465 [63]
Stahl (V2A)	0,5 [63]
Graphit	0,715 [64–66]
Kohlenstofffaser	0,71 [67]

Tab. 2.4: Wärmekapazitäten ausgewählter Stoffe

2.5 Ansätze für die Bewertungsmethode

Im Folgenden werden mögliche Ansätze für eine Bewertungsmethode von Füllstoffen für die induktive Erwärmung thermoplastischer Verbundwerkstoffe vorgestellt und die

Auswahl begründet.

Ansatz basierend auf Werkstoffkennwerten

Ausgehend von grundlegenden physikalischen Betrachtungen kann eine Wärmemenge Q einerseits mithilfe einer Temperaturdifferenz ΔT bzw. $\frac{dT(t)}{dt}$, die zeitabhängig in einem Medium bzw. einem Werkstoff auftritt, definiert werden (siehe Gleichung 2.15). Andererseits kann sie auch mithilfe einer bestimmten Leistung, die über eine bestimmte Zeitdauer t erbracht wird, beschrieben werden. Geht man von einer vollständig in Wärme überführten elektrischen Leistung aus, lässt sich die Wärmemenge $Q(t)$ in Abhängigkeit vom elektrischen Widerstand des Mediums formulieren (siehe Gleichung 2.16).

$$\frac{dQ(t)}{dt} = c_p \cdot m \cdot \frac{dT(t)}{dt} \quad (2.15)$$

$$\frac{dQ(t)}{dt} = \frac{d}{dt} P \cdot t = P = I^2 \cdot R \quad (2.16)$$

$Q(t)$ [J]:	Zeitabhängige Wärmeenergie
c_p [J/(g K)]:	Wärmekapazität
m [g]:	Masse des Mediums bzw. Werkstoffs
$T(t)$ [K]:	Zeitabhängiger Temperaturverlauf
t [s]:	Zeit
P [W]:	Leistung
I [A]:	Stromstärke
R [Ω]:	Elektrischer Widerstand

In der vorliegenden Arbeit wird von einer Erwärmung ausgegangen, die auf einem verlustbehafteten Stromfluss durch einen Werkstoff basiert. Damit können 2.15 und 2.16 gleichgesetzt sowie mithilfe der Stromdichte J und der Dichte ρ_D umgeformt werden.

$$c_p \cdot m \cdot \frac{dT(t)}{dt} = \frac{d}{dt} I^2 \cdot R \cdot t \Rightarrow (J \cdot A)^2 \cdot \rho \cdot \frac{u}{A} = c_p \cdot \rho_D \cdot V \cdot \frac{dT(t)}{dt} \quad (2.17)$$

$$\frac{dT(t)}{dt} = J^2 \frac{\rho}{c_p \cdot \rho_D} \quad (2.18)$$

$J = I/A$ [A/m ²]:	Stromdichte durch die Querschnittsfläche A
A [m ²]:	Querschnittsfläche
ρ [Ω mm]:	Spezifischer Durchgangswiderstand
V [mm ³]:	Volumen des Werkstoffstücks
u [mm]:	Länge des Werkstoffstücks
ρ_D [g/m ³]:	Dichte des Werkstoffs

Die zeitabhängige Temperaturänderung (Heizrate) hängt entsprechend Gleichung 2.18 von der Stromdichte und den Werkstoffkennwerten Dichte, Wärmekapazität und elektrischem Widerstand ab. Zusammen mit unter anderem der Annahme, dass die elektrische vollständig in thermische Energie überführt wird, ist ein analoges Verhalten von Heizrate und Stromdichte zu erwarten. Einer hohen Stromdichte entspricht materialtechnisch ein geringer elektrischer Widerstand. Dies bedeutet, dass sich der Faktor $\frac{\rho}{c_p \cdot \rho_D}$, der die spezifischen Werkstoffkennwerte enthält, entsprechend invers zur Stromdichte bzw. zur Temperaturänderung verhält.

Für diesen Ansatz wird von einem homogenen elektromagnetischen Feld, einem homogenen Probenvolumen sowie einer räumlich konstanten Stromdichte in der Probe ausgegangen. Dies stellt eine starke Vereinfachung dar, da der induzierte Stromfluss lokal über ein potentiell Füllstoffnetzwerk erfolgt und zusätzlich unter anderem durch den Skineneffekt nicht räumlich konstant ist. Das elektromagnetische Feld, das die Probe durchdringt, wird hierdurch ebenfalls beeinflusst und weist entgegen der Annahme keine homogene Ausbreitung auf. Die thermische Energie, die durch den Stromfluss eingebracht wird, ist damit ebenfalls nicht homogen über das Probenvolumen verteilt. Die Erwärmung erfolgt lokal entlang der Leitfähigkeitspfade und breitet sich entsprechend in alle Raumrichtungen – auch außerhalb der Probe – aus. Diese Wärmeabstrahlung wird durch die Annahmen ebenfalls nicht berücksichtigt.

Damit ist dieser Ansatz nur qualitativ anwendbar und auf Joulesche Erwärmung beschränkt, wie man an der Abhängigkeit von der Stromdichte sehen kann. Er berücksichtigt darüber hinaus weder die Stärke des elektromagnetischen Feldes noch dessen Frequenz. Aus wissenschaftlicher Sicht ist dies als Nachteil, aus technologisch-anwendungsorientierter Sicht als Vorteil zu sehen. Die hierfür nötigen Werkstoffkennwerte sind in den meisten Fällen Teil des Materialsicherheitsdatenblatts, das zu jedem kommerziell erhältlichen Werkstoff vom Hersteller bereitgestellt werden muss. Sind die Kennwerte nicht bekannt, können sie vergleichsweise schnell und kostengünstig bestimmt werden. Auf diese Weise können unterschiedliche Werkstoffe hinsichtlich ihrer Eignung für die induktive Erwärmung qualitativ miteinander verglichen werden.

Ansatz basierend auf Leistungseintrag (Arbeiten von Nagel et al. und Bidinosti et al. bzw. Suwanwatana)

Nagel et al. [28] und Bidinosti et al. [32] haben in ihren Arbeiten die durch ein homogenes elektromagnetisches Feld hervorgerufene Stromdichteverteilung in verschiedene Geometrien, unter anderem Kugel und Zylinder, hergeleitet. Sie gingen hierbei von nichtmagnetischem Material, einem homogenen Magnetfeld und Größen im Bereich Millimeter bis Zentimeter aus. Exemplarisch ist der berechnete Leistungseintrag für die Kugelgeometrie in Gleichung 2.19 genannt ([32], Gleichung 27).

$$P = \frac{\pi \sigma \omega^2 a^5 B_1^2}{15} \left[1 - \frac{4 a^4}{105 \delta^4} \right] \quad \text{mit } a \leq \delta \quad (2.19)$$

σ [S/mm]:	Leitfähigkeit
$\omega = 2\pi f$ [Hz]:	Kreisfrequenz ω , Frequenz des Magnetfeldes f
a [mm]:	Kugeldurchmesser
B_1 [Vs/mm ²]:	Betrag des magnetischen Feldes
δ [mm]:	Eindringtiefe des Skin-Effekts, $\delta = \sqrt{\frac{2}{\mu_0 \sigma \omega}}$ (μ_0 : Permeabilität des Vakuums, Konstante)

Basierend auf der Stromdichteverteilung ist gemäß Gleichung 2.3 die Berechnung des Leistungseintrags in die Geometrien möglich. In den Gleichungen 2.20 und 2.21 sind die Stromdichteverteilungen für einen Zylinder parallel und senkrecht zum Magnetfeld ausgerichtet exemplarisch dargestellt. Als Eingangsgrößen werden hier die Stärke des elektromagnetischen Feldes und die Frequenz sowie Füllstoffkennwerte wie Leitfähigkeit und Partikelgröße benötigt. Dies kann vorteilhaft sein, da mehr konkrete Informationen bzw. Randbedingungen in die Berechnung eingehen.

$$\mathbf{J}(\zeta) = -\frac{k B_0}{\mu_0} \frac{J_0'(k\zeta)}{J_0(kr_a)} \hat{\psi} \quad \text{mit } \zeta \leq r_a \quad (2.20)$$

$$\mathbf{J}(\zeta, \psi) = \hat{\mathbf{z}} \left[\frac{-2i\omega\sigma B_0 r_a}{k r_a J_1'(kr_a) + J_1(kr_a)} \right] J_1(k\zeta) \sin(\psi) \quad \text{mit } \zeta \leq r_a \quad (2.21)$$

\mathbf{J} [A/m ²]:	Verteilung der Wirbelstromdichte
$\zeta, \psi, \hat{\mathbf{z}}$:	Zylinderkoordinaten
J_0, J_1 [-]:	Besselfunktionen
$k = \sqrt{-i\omega\sigma\mu_0}$ [1/m]:	Komplexe Wellenzahl
r_a [mm]:	Zylinderradius
B_0 [Vs/mm ²]:	Betrag des magnetischen Feldes

Suwanwatana gibt in ihrer Dissertation [15] die in Gleichung 2.22 dargestellte Form für den Leistungseintrag durch Wirbelstromverluste an. Hierbei wird von einer Platte mit bestimmter Dicke als Geometrie ausgegangen [15, 27].

$$P_e = \frac{10^{-10} (\pi \omega B_m u)^2}{20 \rho} \quad (2.22)$$

P_e [W/m^{-3}]:	Wirbelstromverlust
$\omega = 2\pi f$ [Hz]:	Kreisfrequenz ω , Frequenz des Magnetfelds f
B_m [Vs/mm^2]:	Betrag des magnetischen Feldes
u [mm]:	Dicke der Platte
ρ [$\Omega \text{ mm}$]:	Spezifischer Widerstand

Wie auch bei anderen Herangehensweisen wird hier von einem homogenen Magnetfeld sowie einer konstanten Permeabilität ausgegangen. Suwanwatana stellt diesen Beitrag dem durch Hystereseerwärmung zu erwartenden Verlust im Falle von Nickelpartikeln gegenüber.

Ansatz basierend auf der Spezifischen Absorptionsrate (SAR)

In der Hyperthermie wird vielfach die experimentell gemessene spezifische Absorptions- bzw. Verlustrate (siehe Gleichung 2.23) angegeben [34–37].

$$\text{SAR} = c_p \frac{\Delta T}{\Delta t} \quad (2.23)$$

c_p [$\text{J}/(\text{g K})$]:	Spezifische Wärmekapazität
ΔT [K]:	Temperaturanstieg
Δt [s]:	Zeitintervall

Neben der experimentell gemessenen Heizrate $\frac{\Delta T}{\Delta t}$ geht hier nur die spezifische Wärmekapazität des Verbunds ein [68–70]. Um eine Aussage zu Füllstoffen machen zu können, sind bei diesem Ansatz entsprechende experimentelle Messungen nötig. In der Hyperthermie werden in der Regel nanoskalige Partikel untersucht, sodass die Übertragbarkeit auf mikroskalige Füllstoffe mit anderer Morphologie fraglich ist.

Ausgewählte Herangehensweise: Ansatz basierend auf Werkstoffkennwerten

Im Kapitel 1.2 wurden die Kriterien für die zu entwickelnde Bewertungsmethode vorgestellt. Es sollen grundlegende Werkstoffkennwerte basierend auf der Füllstoffart, dem

Füllgrad sowie der Kombination von Füllstoffen verwendet werden. Eine Betrachtung verschiedener Induktionssysteme soll nicht vorgenommen werden. Im Fokus steht die technologisch-wirtschaftliche Anwendbarkeit der Methode, wobei Aufwände wie zusätzliche Charakterisierungen vermieden werden sollen.

Der Ansatz basierend auf der SAR benötigt neben der spezifischen Wärmekapazität die Heizrate $\frac{\Delta T}{\Delta t}$. Bei der spezifischen Wärmekapazität handelt es sich um einen Werkstoffkennwert, der von der Zusammensetzung des Werkstoffs abhängt, mit industriell etablierten Standardverfahren messbar und somit geeignet ist. Dies trifft für die Heizrate nicht zu – sie muss werkstoff- und magnetfeldspezifisch in jedem Fall experimentell gemessen werden. Dies bedeutet aus wirtschaftlicher Sicht einen zusätzlichen Aufwand, mit dem dieser Ansatz nicht allen genannten Kriterien entspricht.

Der Ansatz basierend auf dem Leistungseintrag (Arbeiten von Nagel et al. und Bidinosti et al. bzw. Suwanwatana) erfordert die Kenntnis des Magnetfelds (Frequenz und Betrag), des spezifischen Widerstands (bzw. Leitfähigkeit) des Werkstoffs sowie der geometrischen Größe des Füllstoffs. Nagel et al. und Bidinosti et al. betrachteten unter anderem eine kugel- und eine zylinderförmige Geometrie mit den Maßen im Bereich einiger Millimeter, Suwanwatana ging von einer Platte mit bestimmter Dicke in der gleichen Größenordnung aus. An diesem Punkt ist fraglich, ob diese Betrachtungen auf mikrometergroße Füllstoffe übertragen werden können. Hinzu kommt die notwendige Charakterisierung des Magnetfelds, was mit entsprechendem Aufwand verbunden ist. Obwohl mit dem spezifischen Widerstand ein Werkstoffkennwert gemäß den Kriterien verwendet wird, stehen die fragliche Übertragbarkeit der Berechnungen von Nagel et al. und Bidinosti et al. bzw. Suwanwatana sowie die Charakterisierung eines bzw. mehrerer Magnetfelder den Kriterien entgegen. Damit erfüllt dieser Ansatz die gestellten Kriterien nicht vollständig.

Der Ansatz basierend auf Werkstoffkennwerten geht von standardisiert messbaren Eigenschaften eines Werkstoffs – spezifischer Durchgangswiderstand, spezifische Wärmekapazität und Dichte – aus. Der Einfluss von Füllstoffart, -grad und -kombination wird indirekt durch diese Werkstoffkennwerte sichergestellt. Eine Charakterisierung des Magnetfelds ist für diesen Ansatz nicht notwendig, sodass hier kein zusätzlicher Aufwand entsteht und eine schnelle und wirtschaftliche Anwendbarkeit gewährleistet ist. Damit erfüllt dieser Ansatz die gestellten Kriterien vollständig und wurde in dieser Arbeit verfolgt.

3 Materialien und Methoden

3.1 Materialien

3.1.1 Thermoplastmatrix

Polyamide zählen zu den teilkristallinen Thermoplasten. Ihre technische Bedeutung liegt unter anderem in ihrer hohen Festigkeit und Steifigkeit sowie ihrer elektrischen Isolation und Wärmeformbeständigkeit begründet. Diese Eigenschaften machen sie zusammen mit ihrer Vielseitigkeit zu einem sehr attraktiven und in vielen Branchen eingesetzten Werkstoff, beispielsweise in der Automobil-, Elektro- und Maschinenbauindustrie. [12, 20, 71]

Vor diesem Hintergrund wurde für diese Arbeit als Matrixmaterial PA6 ausgewählt, konkret wurde ein für Spritzguss optimiertes PA6 des Herstellers Lanxess (Typ B30 S), das weder Füll- noch Farbstoffe enthält, verwendet. Laut Datenblatt liegt der Schmelzpunkt bei 222 ° C und die Zersetzung erfolgt bei Temperaturen über 350 ° C. Die Dichte ist mit 1,14 kg/l (bei 20 ° C) angegeben. [72, 73]

3.1.2 Funktionsfüllstoffe

Im Kapitel 2.1 wurden verschiedene Füllstoffe, wie sie in Industrie und Forschung verwendet werden, vorgestellt. In dieser Arbeit werden technisch relevante Füllstoffe betrachtet, die industriell genutzt werden und eine vergleichsweise hohe Leitfähigkeit von mindestens 10^{-5} S/m aufweisen. Vor dem Hintergrund der Netzwerkbildung wurde ebenfalls auf die geometrische Form geachtet sowie Kombinationen verschiedener Füllstoffe untersucht. Die ausgewählten Füllstoffe sind in Tabelle 3.1 aufgelistet.

3.2 Probenherstellung

Vor dem Hintergrund des Anwendungsbezugs wurden industriell verfügbare Compounds auf Basis von PA6 mit den ausgewählten Füllstoffen in hoher Konzentration (maximal 60 gew%) als Ausgangsmaterialien verwendet, die von der Firma Lehmann & Voss bezogen wurden (Herstellerbezeichnung siehe Tabelle 3.2). Diese Compounds wurden auf Granulatbasis mittels Taumelmischer (Eigenbau) verdünnt, um unterschiedliche Konzentrationen zu realisieren. Die Verdünnung erfolgte mit PA6, Typ B30 S, von der Firma Lanxess. Die Bezeichnung der Proben erfolgt anhand der Füllstoffkonzentration, -kombination und -abkürzung(en) (Beispiel: "PA6 + 10SCF + 20Stf + 20GP" bedeutet PA6 mit 10 gew% Kurzkohlenstofffasern, 20 gew% Stahlfasern und 20 gew% Graphitpartikel).

Füllstoff	Form	Durchmesser [µm]	Länge [µm]	Bezugsquelle
Kurzkohlenstofffasern (SCF)	Fasern	$6,0 \pm 0,9$	100-200	Kapitel 4.1.2 (Seiten 47 und 50)
Kurzstahlfasern (Stf)	Fasern	$37,3 \pm 9,2$	600 ± 400	Kapitel 4.1.2 (Seiten 47 und 49)
Graphitpartikel (GP)	unspezifisch	–	–	Kapitel 4.1.2 (Seite 47)
Eisenpartikel (Fe)	überwiegend sphärisch	$11,4 \pm 3,7$	–	Kapitel 4.1.2 (Seite 48)

Tab. 3.1: In dieser Arbeit untersuchte Füllstoffe

Die Maße der Füllstoffe waren vorab nicht bekannt und wurden im Verlauf dieser Arbeit gemessen. Im Kapitel 4.1.2 werden die Messergebnisse vorgestellt und näher erläutert.

Füllstoff 1	[gew%]	Füllstoff 2	[gew%]	Füllstoff 3	[gew%]	Verdünnung
Fe	15	–	–	–	–	1 : 3
Fe	30	–	–	–	–	1 : 1
Fe	60	–	–	–	–	– (3-9733/BK)
SCF	5	–	–	–	–	1 : 5
SCF	10	–	–	–	–	1 : 2
SCF	15	–	–	–	–	1 : 1
SCF	30	–	–	–	–	– (3/CF30)
SCF	2,5	Stf	5	–	–	1 : 3
SCF	5	Stf	10	–	–	1 : 1
SCF	10	Stf	20	–	–	– (3-8960/EF)
SCF	2,5	Stf	5	GP	5	1 : 3
SCF	5	Stf	10	GP	10	1 : 1
SCF	10	Stf	20	GP	20	– (3-9738)

Tab. 3.2: In dieser Arbeit untersuchte Füllstoffkonzentrationen (in gew%) und -kombinationen in PA6 (Bei den unverdünnten Konzentrationen handelt es sich um das jeweilige Ausgangsmaterial, in Klammern wird die Bezeichnung des Herstellers genannt.)

Herstellung

Bei der Wahl des Herstellungsverfahrens wurden sowohl die industrielle Anwendbarkeit als auch der Einfluss auf die Morphologie der Füllstoffe berücksichtigt. Besondere Bedeutung kommt der Erzeugung einer reproduzierbaren Morphologie zu, da sie direkten Einfluss auf die Ausbildung eines Netzwerks hat (siehe Kapitel 2.2). Basierend auf diesen Anforderungen wurde das Spritzgussverfahren als geeignete Methode ausgewählt. Zum Einsatz kam eine Spritzgussmaschine Allrounder 320S der Firma Arburg GmbH (Loßburg, Deutschland). Die grundlegenden Parameter sind in Tabelle 3.3 aufgelistet. Um die Vergleichbarkeit zu erhöhen, wurden die genannten Parameter für alle Werkstoffzusammensetzungen möglichst konstant gehalten. Die Granulate und -mischungen wurden in Anlehnung an die Herstellerangaben mit Trockenluft bei 70 °C mindestens 18 Stunden vorgetrocknet [73].

Parameter	Wert
Werkzeugtemperatur	90 °C
Einspritzgeschwindigkeit	12 mm/s
Schmelzetemperatur	max. 290 °C
Abkühlzeit	20 s

Tab. 3.3: Spritzgussparameter für die Herstellung der Probenplatten

Die Compounds wurden in 3 mm dicke Platten mit den Maßen 88 mm · 80 mm spritzgegossen. Diese Form stellt eine geeignete Ausgangsgeometrie für die notwendigen Analysen und Untersuchungen dar. Die weitere Präparation der Proben wird im folgenden Kapitel beschrieben.

Ab der Herstellung wurden die Proben unter Luftabschluss in Exsikkatoren mit Trockensilikat (Hersteller Carl Roth GmbH & Co. KG, Karlsruhe, Deutschland) gelagert, die regelmäßig evakuiert wurden. Der direkte Kontakt mit Trockensilikat wurde hierbei vermieden. Ziel war die Vermeidung von Feuchtigkeitsaufnahme durch das hygroskopische PA6. Für die Charakterisierung der elektrischen Eigenschaften und für die Induktionsversuche (siehe nachfolgende Kapitel 3.4.1 und 3.5.2) wurden die Proben lediglich für die Dauer der jeweiligen Messungen entnommen und anschließend sofort wieder in den Exsikkatoren eingeschlossen und diese evakuiert.

3.3 Probenpräparation

Für die elektrischen sowie induktiven Messungen (siehe nachfolgende Kapitel 3.4 und 3.5) wurden beide Plattenoberflächen der Proben jeweils um mindestens 0,2 mm in Dickenrichtung abgefräst (beschichteter scharfkantiger Hartmetallfräser mit vier Schnei-

den, Durchmesser 12 mm, Bohrfräsmaschine BF46 Vario der Firma Optimum, Hallstadt, Deutschland), um die Spritzgußhaut zu entfernen und einen direkten Kontakt mit den Füllstoffen bzw. dem Füllstoffnetzwerk zu ermöglichen. Unmittelbar nach der mechanischen Bearbeitung und vor den jeweiligen elektrischen Messungen wurden die Proben mit Isopropanol gereinigt.

Für die weiteren Untersuchungen (siehe Kapitel 3.4) wurden Proben aus je einer Platte einer Füllstoffkonzentration hergestellt. Da der Anguss mittig an der oberen Kante erfolgte, ist eine zur Plattenmitte längssymmetrische Füllstoffverteilung zu erwarten. Aus diesem Grund wurden die Proben für die Charakterisierung der Morphologie sowie der Wärmekapazität aus einer Hälfte der Platte entnommen, während die andere Hälfte Proben für die Messung der Dichte und für die chemische Extraktion der Füllstoffe lieferte. Bei der Probennahme für die lichtmikroskopischen Untersuchungen wurde darauf geachtet, Proben aus allen Bereichen der Spritzgußplatte – oben, mittig, unten – zu erhalten, um ggf. Abweichungen im lokalen Füllstoffgehalt bzw. in der lokalen Verteilung der Füllstoffe aufzudecken. Ein entsprechendes Schema der Probennahme ist in Abbildung 3.1 dargestellt.

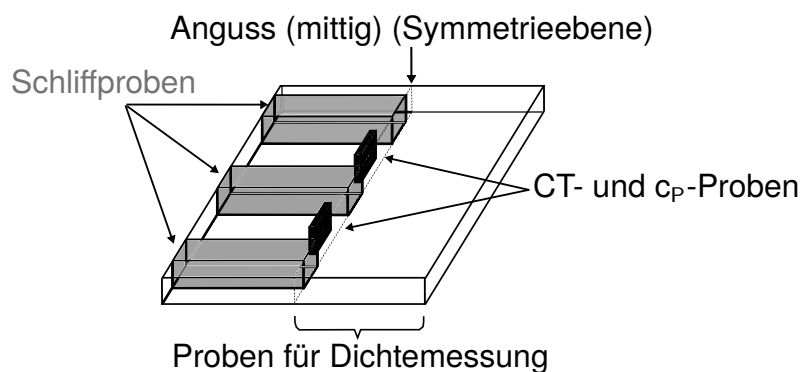


Abb. 3.1: Schematische Darstellung der Probennahme

3.4 Materialcharakterisierung

3.4.1 Charakterisierung der elektrischen Eigenschaften

Abhängig von der Fragestellung bzw. dem Anwendungsfall gibt es verschiedene Kennwerte zur Beschreibung des elektrischen Verhaltens von Kunststoffen (siehe beispielsweise [3, 74]). Für die Untersuchungen in dieser Arbeit wurden der mit Gleichstrom gemessene spezifische Durchgangswiderstand und der mit Wechselstrom gemessene komplexe Widerstand bzw. die Impedanz verwendet. Die jeweiligen Messverfahren werden im Folgenden näher erläutert.

Messung des spezifischen Durchgangswiderstands ρ

Der spezifische Durchgangswiderstand ist definiert als der Widerstand, den ein Probenvolumen unter einer angelegten Gleichspannung zeigt. Die Elektroden müssen so angeordnet werden, dass der Stromfluss durch das Probenvolumen erfolgt bzw. dass nur dieser Stromfluss in die Widerstandsbestimmung eingeht. Abhängig von der Größenordnung des Widerstands des zu prüfenden Werkstoffs muss das Messverfahren entsprechend gewählt werden. Isolatoren wie PA6 benötigen Spannungen im Bereich 100-1000 Volt, um einen messbaren Stromfluss aufzuweisen, während für halb- bzw. leitende Materialien Spannungen im Bereich weniger Millivolt bis Volt ausreichen. Abhängig von der Intensität des Stromflusses und den physikalischen Eigenschaften des Materials kann es zu einer Erwärmung des Werkstoffs kommen, was den elektrischen Widerstand beeinflusst. Die Kontaktierung des Werkstoffs spielt ebenfalls eine wichtige Rolle, da hier zusätzliche Widerstände aus dem Messsystem selbst (etwa Material und Länge der Zuleitungen) und aus dem Übergang Probe-Elektrode (Anpressdruck der Elektroden etc.) das Messergebnis verfälschen können. Die Messzeit kann sich ebenfalls auf das Ergebnis auswirken, da Isolatoren (im Gegensatz zu Leitern) auf mikroskopischer Ebene durch eine anliegende Gleichspannung unterschiedlich schnell polarisiert werden und sich der Widerstand mit der Zeit ändert. [12, 18, 74]

Vor diesem Hintergrund wurden zwei Messsysteme verwendet. Für Widerstände im Bereich $10^4 \Omega$ und höher wurde die Messkammer 8009 der Firma Keithley (Resistivity Test Chamber 8009, Keithley Instruments GmbH, Germering, Deutschland) zusammen mit einem Elektrometer der gleichen Firma (Elektrometer 6517A, Keithley Instruments GmbH, Germering Deutschland) eingesetzt. Die geschlossene und entsprechend gesicherte Kammer ermöglicht in Kombination mit dem Elektrometer 6517A das Anlegen von Spannungen bis zu 2000 V bei gleichzeitiger Messung von elektrischen Strömen im Bereich von 10^{-12} bis 10^{-3} A. Die Kontaktierung der Probe erfolgt mit einer Ringelektrode (siehe Abbildung 3.2). Die ringförmige Außenelektrode wirkt als Schutz für die innenliegende kreisförmige Elektrode. Elektrische Ströme folgen energetisch bedingt dem Pfad mit geringerem Widerstand in einem Medium, d. h. sie breiten sich nicht in alle Raumrichtungen gleich aus. Für Widerstandsmessungen ist dies problematisch, da der geometrisch zurückgelegte Weg berücksichtigt werden muss. Hinzu kommt, dass der elektrische Widerstand eines Werkstoffs an der Oberfläche von dem im Volumen abweicht. Entsprechend dem Kennwert, der gemessen werden soll, werden entweder Ströme entlang der Oberfläche oder durch das Volumen gemessen. Um den Durchgangswiderstand – den Widerstand des Volumens – zu messen, werden Ströme entlang der Probenoberfläche über die ringförmige Außenelektrode abgeleitet und tragen so nicht zum Messergebnis bei. An der innenliegenden Elektrode wird nur der entsprechende Stromfluss durch das Volumen der Probe abgegriffen. Durch die Auflageflächen

der Elektroden in Kombination mit dem Druck, der beim Schließen der Messkammer mittels der Elektroden auf die Probe entsteht, sowie der zuvor beschriebenen Probenpräparation (siehe Kapitel 3.3) ist eine adäquate und reproduzierbare Kontaktierung sichergestellt.

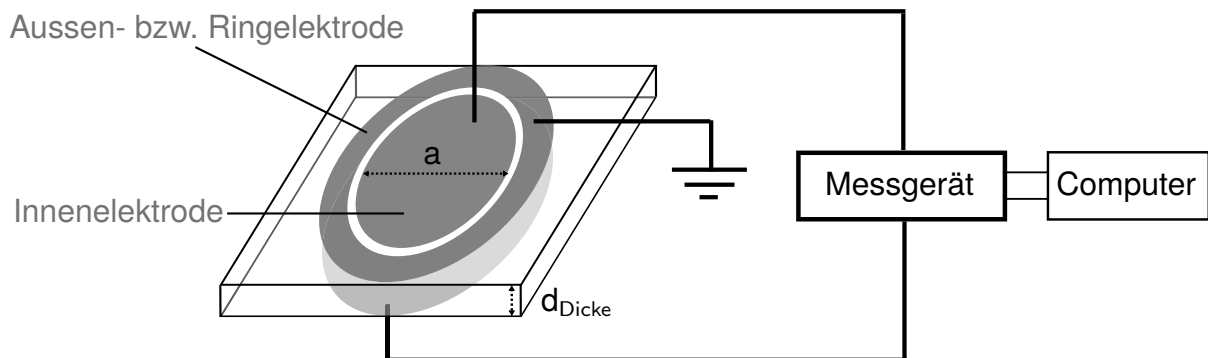


Abb. 3.2: Schematische Darstellung der Ringelektrode

Bei Widerständen unter $10^4 \Omega$ erfolgte die Messung mit dem Elektrometer 2461 der Firma Keithley (2461, Keithley Instruments GmbH, Germering Deutschland) in Kombination mit einer Vier-Punkt-Kontaktierung. Das Elektrometer 2461 ermöglicht Spannungen bis zu 100 V und Ströme bis zu 7 A. Die Kontaktierung erfolgte mittels coaxialen Bayonett- (BNC-) Steckverbindungen über vier etwa 5 mm dicke Kupferplättchen, die auf die Probe gepresst wurden. Die Auflageflächen der Kupferelektroden wurden einmal täglich fein abgeschliffen und mit Isopropanol gereinigt, um Einflüsse durch die sich bildende Oxidschicht sowie Staub zu vermeiden. Ein entsprechendes Schema der Kontaktierung ist in Abbildung 3.3 gezeigt.

Um unerwünschte Effekte durch eine Probenerwärmung zu minimieren, wurde bei beiden Messsystemen die eingebrachte Leistung entsprechend DIN EN ISO 3915 (1999) unter 0,1 W gehalten [75]. Anhand dieses Leistungskriteriums wurden je Füllstoffkon-

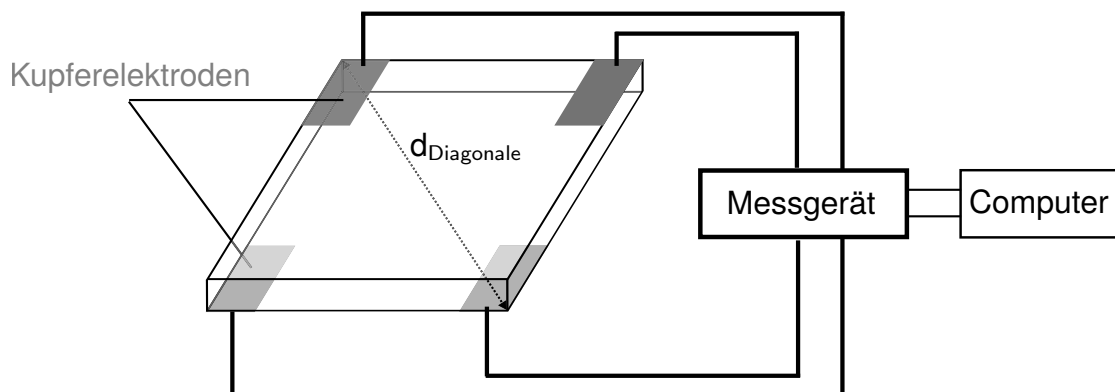


Abb. 3.3: Schematische Darstellung der Vier-Punkt-Kontaktierung

zentration und -kombination drei Spannungen für die Widerstandsmessungen identifiziert. Für die statistische Absicherung wurden jeweils fünf identisch präparierte Proben gemessen, wobei jede Probe mindestens sechs Messungen (drei verschiedene Spannungen jeweils zweimal gemessen) unterlag. Die Messzeit jeder Messung betrug in Anlehnung an die Norm DIN IEC 60093 (VDE 030 Teil 30, 1993) [76] 70 Sekunden, wovon die Messdaten im Zeitfenster 60. bis 65. Sekunde für die Berechnung des spezifischen Durchgangswiderstands verwendet wurden. Die Auswertung im gleichen Zeitfenster stellt die Vergleichbarkeit der verschiedenen Werkstoffe untereinander her. Zusammen mit den geometrischen Maßen der Proben (Kontaktflächen der Elektroden und Weg des Stromflusses) und des jeweiligen Versuchsaufbaus wurde der spezifische Durchgangswiderstand berechnet (siehe Gleichungen 3.1 und 3.2). Die im genannten Zeitfenster berechneten Einzelwerte wurden gemittelt. Da für die hochgefüllten Proben (Ausgangsmaterial, siehe Tabelle 3.2) die Einhaltung des Leistungskriteriums nicht möglich war, wurden für diese Proben die Daten der Wechselstrommessung im Bereich 1-2 Hz auf 0 Hz genähert. Dies wird im folgenden Absatz näher erläutert.

$$\rho_{\text{Ringelektrode}} = R \frac{\pi a^2}{4 d_{\text{Dicke}}} \quad (3.1)$$

$$\rho_{\text{Vierpunkt}} = R \frac{A}{d_{\text{Diagonale}}} \quad (3.2)$$

$\rho_{\text{Ringelektrode}}$ [Ω mm]:	Spezifischer Durchgangswiderstand, ermittelt mit der Ringelektrodenmessgeometrie
$\rho_{\text{Vierpunkt}}$ [Ω mm]:	Spezifischer Durchgangswiderstand, ermittelt mit der Vierpunktmessgeometrie
R [Ω]:	Gemessener Durchgangswiderstand
a [mm]:	Durchmesser der Ringelektrode
A [mm ²]:	Kontaktfläche der Kupferelektroden (gemittelt)
d_{Dicke} [mm]:	Probendicke
$d_{\text{Diagonale}}$ [mm]:	Diagonale durch das Probenvolumen

Messung des komplexen frequenzabhängigen Widerstands

Neben Gleichstrom wurden auch die elektrischen Eigenschaften unter Wechselstrom im Frequenzbereich von 1 Hz bis 1 MHz gemessen. Dies erfolgte durch die Messung des komplexen Widerstandes bzw. der komplexen Impedanz. Die Messungen wurden analog zur Gleichstrommessung durchgeführt. Je Konzentration wurden fünf Proben gemessen, wobei auch hier eine mögliche Probenerwärmung minimiert wurde (Leistungseintrag unter 0,1 W [75]). Die Kontaktierung für Proben mit Widerständen kleiner als $10^4 \Omega$ wurde identisch zur Vier-Punkt-Kontaktierung bei der Gleichstrommessung umgesetzt (siehe Abbildung 3.3). Für Widerstände im Bereich über $10^4 \Omega$ wurde

die Zwei-Punkt-Kontaktierung angewandt, wobei hier zwei Kupferelektroden verwendet wurden. Die Zwei-Punkt-Messung erfolgte aus technischen Gründen über die Proben Dicke, d. h. die Elektroden wurden gegenüberliegend auf der Probenober- bzw. -unterseite positioniert (siehe Abbildung 3.4). Zur Fixierung und Verbesserung der Kontaktierung wurden die Elektroden analog zur Gleichstrommessung auf die Probe gepresst.

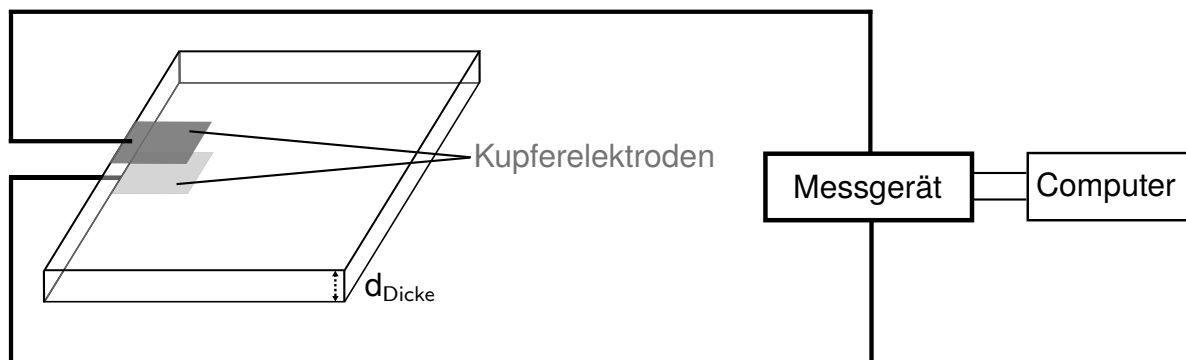


Abb. 3.4: Schematische Darstellung der Zwei-Punkt-Kontaktierung

Aus den Messdaten wurde aus der komplexen Impedanz entsprechend Gleichung 3.3 der Betrag des komplexen Widerstands unter Berücksichtigung der Messgeometrie berechnet. Anschließend wurde entsprechend dem Frequenzbereich des Induktionssystems die entsprechenden Werte ausgewählt. Da für die hochgefüllten Proben (Ausgangsmaterial, siehe Tabelle 3.2) die Messung des Widerstands mittels Gleichstrom unter Berücksichtigung des geringen Leistungseintrags von unter 0,1 W aus technischen Gründen nicht möglich war, wurden für diese Proben die Widerstandswerte der Wechselstrommessung im Bereich 1-2 Hz linear genähert und auf 0 Hz extrapoliert.

$$\text{abs}(\rho^*) = \text{abs}\left(Z^* \frac{A}{d_{\text{Diagonale}}}\right) \quad (3.3)$$

- abs(ρ^*) [Ω mm]: Betrag des komplexen Widerstands ρ^*
 Z^* [Ω]: Komplexe Impedanz
 A [mm^2]: Kontaktfläche der Kupferelektroden (gemittelt)
 $d_{\text{Diagonale}}$ [mm]: Diagonale durch das Probenvolumen

Auswertung der Messdaten mithilfe der Software Python

Die für die Charakterisierung der elektrischen Eigenschaften aufgenommenen Messdaten wurden mit der frei verfügbaren Software Python (Version 3.7) verarbeitet. Da Datenstruktur und -typ vom jeweiligen Messaufbau abhängen sowie unterschiedliche Berechnungen nötig waren, wurde je Aufbau ein entsprechendes Skript für die automati-

sierte Auswertung geschrieben. Hierbei wurden die Daten mit ihrer Zeit- bzw. Frequenzabhängigkeit eingelesen, entsprechend dem jeweils beschriebenen Vorgehen ausgewertet und grafisch dargestellt. Für lineare Näherungen wurde eine lineare Regression nach dem Ordinary Least Squares (OLS)-Prinzip des Python-Moduls "statsmodels" verwendet. Die berechneten Daten wurden im pythonspezifischen Pickle-Format, das eine schnelle und unkomplizierte Weitergabe von Datencontainern zwischen Python-Skripten erlaubt, gespeichert und im weiteren Verlauf verwendet.

Anwendung der allgemeinen Perkolationsstheorie

Wie in Kapitel 2.2 vorgestellt existieren diverse mathematische Modellbetrachtungen zur Beschreibung des Perkolationsverhaltens. Obwohl die allgemeine Perkolationsstheorie wichtige Faktoren wie beispielsweise die Füllstoffgeometrie nicht berücksichtigt, entsprechen die berechneten Ergebnisse in der Regel den experimentellen Verläufen. Dies ist auch bei der Betrachtung verschiedener Füllstoffe der Fall – hier versagen einige andere Modelle –, weshalb die allgemeine Perkolationsstheorie entsprechend Gleichung 3.4 hier Anwendung findet.

$$\sigma = \sigma_0(V_{\text{Konz}} - V_{\text{th}})^{t_{\text{PK}}} \quad (3.4)$$

σ [S/mm]:	Leitfähigkeit
σ_0 [S/mm]:	Leitfähigkeit der (ungefüllten) Thermoplastmatrix
V_{Konz} [gew%]:	Füllstoffkonzentration
V_{th} [gew%]:	Theoretische Perkolationsgrenze bzw. -konzentration
t_{PK} [-]:	Kritischer Exponent der allgemeinen Perkolationsstheorie

Die Beschreibung der Perkolationsstheorie ist oberhalb der theoretischen Perkolationskonzentration V_{th} gültig und mathematisch möglich. Für entsprechende Berechnungen – ebenfalls mit der Software Python durchgeführt – wurden deshalb die Messdaten der Konzentrationen im bereits perkolierten Zustand verwendet. In dieser Arbeit wurde die Leitfähigkeit, die dem Kehrwert des gemessenen spezifischen Widerstands entspricht, logarithmisch gegen die ebenfalls logarithmisch skalierte Differenz der Konzentrationen $V_{\text{Konz}} - V_{\text{th}}$ (siehe Gleichung 3.4) aufgetragen. Diese Daten wurden linear genähert, wobei auf ein möglichst hohes Bestimmtheitsmaß (R^2) geachtet wurde, und die entsprechenden Kenngrößen der Perkolationsstheorie ermittelt. Bei den Kombinationen verschiedener Füllstoffe wurde der Gesamtfüllstoffgehalt für die Berechnungen verwendet, sodass hier von einer Homogenisierung der Füllstoffe gesprochen werden kann.

Simulation der elektrischen Leitfähigkeit

Die Software GeoDict®, Version 2019, der Firma Math2Market (Kaiserslautern, Deutschland) wurde für exemplarische Simulationen der Proben mit Kurzkohlenstofffasern als Füllstoff benutzt. Der Füllstoff wird hierbei als eigene Phase entsprechend seiner geometrischen Maße dargestellt, es erfolgt keine Homogenisierung. GeoDict setzt die Finite-Elemente-Methode auf Basis von Voxeln – ähnlich nach dem Prinzip eines Computertomographen – um. Da sie unter anderem die Möglichkeit bietet, reale gemessene Datensätze von Computertomographen für Simulationen, aber auch Analysen zu verwenden (siehe nachfolgendes Kapitel 3.4.2), wurde sie für diese Arbeit ausgewählt. Für die hier durchgeführten Simulationen kamen die Module "FiberGeo" und "ConductoDict" mit dem LIR-Solver zum Einsatz. Die Simulationen wurden ausnahmslos auf einem Computer der Firma Dell (Dell Technologies Inc., Round Rock, USA), Modell Precision 7920T mit 64-bit-System, 40 Prozessorkernen (Intel® Xeon® Silver 4114 (2.20 GHz)) und 192 GB Arbeitsspeicher (RAM) unter dem Betriebssystem Windows 7 Professional durchgeführt.

Zur simulativen Abbildung der Faserverteilung bzw. des Füllstoffnetzwerks, was wie in Kapitel 2.2 beschrieben eine wichtige Rolle spielt, wurden vorab computertomographische Aufnahmen an realen Proben mit 15 gew% Kurzkohlenstofffasern durchgeführt. Diese wurden wie im folgenden Kapitel 3.4.2 auf Seite 36 erläutert hinsichtlich der Orientierung der Kohlenstofffasern ausgewertet. Basierend darauf wurde ein anisotroper Orientierungsvektor für die Faserverteilung gemittelt, der der Modellerzeugung für die Simulation der elektrischen Leitfähigkeit zugrunde gelegt wurde. Als Potentialunterschied wurden 1 bzw. 10 V senkrecht zur Vorzugsrichtung der Fasern simulativ angelegt. Eine Übersicht der verwendeten Werkstoff- und Modellierungsdaten ist in Tabelle 3.4 gegeben.

Bei finiten-Elementen-Methoden ist es prinzipiell ratsam, die kleinste geometrische Phase – in diesem Fall eine Füllstofffaser (bzw. -partikel) – aus mindestens drei Einzel-elementen entlang dem Querschnitt aufzubauen. Dennoch ist es unerlässlich, vorab simulationsbedingte Einflüsse durch die Vernetzung bzw. Auflösung im Sinne von Voxelanzahl pro μm zu untersuchen (Parameterstudie). Auf diese Weise werden Berechnungsfehler, die durch die Vernetzung der untersuchten Geometrie – hier durch Voxel – bedingt sind, aufgezeigt. Ein direkter Abgleich der berechneten mit an realen Proben gemessenen Leitfähigkeitswerten erfolgte bei dieser Parameterstudie nicht, da das Ziel die Identifikation möglicher Berechnungsfehler durch Änderung von Simulationsparametern war. Drei verschiedene Auflösungen wurden getestet und deren Simulationsergebnisse bei ansonsten konstanten Parametern (Füllstoff: 5 gew% ungerichtete Kurzkohlenstofffasern, Solver: LIR, Potentialunterschied: 1 V, senkrecht zur Vorzugsrichtung der Fasern) miteinander verglichen (siehe Tabelle 3.5). In Anlehnung an mögliche Schwankungen experimenteller Daten, die bei Leitfähigkeitsmessungen im Bereich

Kenngroße	Wert
Anisotropie 1	0,7
Anisotropie 2	1,1
Eulerscher Winkel: Phi [°]	21,0
Eulerscher Winkel: Theta [°]	4,8
Eulerscher Winkel: Psi [°]	-50,0
Durchmesser der Kohlenstofffasern:	6 µm
Länge der Kohlenstofffasern:	150 µm
Dichte der Kohlenstofffasern:	1,80 g/m ³
Leitfähigkeit der Kohlenstofffasern:	0,2 · 10 ⁶ S/m
Leitfähigkeit der Matrix PA6:	1,0 · 10 ⁻¹³ S/m

Tab. 3.4: Modellierungs- und Werkstoffdaten für die Simulation basierend auf computertomographischen Aufnahmen an realen Proben mit 15 gew% Kurzkohlenstofffasern (siehe Kapitel 3.4.2 auf Seite 36) bzw. im Falle der Dichte- und Leitfähigkeitswerte basierend auf den in der Simulationssoftware hinterlegten Daten (in Übereinstimmung mit [13, 73, 86])

von ein bis zwei Dekaden liegen [12, 13], werden hier Variationen bei den Simulationsergebnissen von weniger als einer Dekade als tolerierbar angesehen.

Tabelle 3.5 zeigt die verwendeten Parameter, die Rechenzeit der Modelle und die Ergebnisse. Die simulativ berechneten Werte für die elektrische Leitfähigkeit befinden sich innerhalb einer Dekade, sodass prinzipiell alle drei Auflösungen geeignet sind. Wie eingangs erwähnt sind drei Einzelelemente über dem Querschnitt der kleinsten geometrischen Phase ein guter Anhaltspunkt für den Modellaufbau. Bei computertomographischen Aufnahmen zur Darstellung und Analyse von Füllstoffen (siehe folgendes Kapitel), die die Daten ebenfalls in Voxel unterteilen, wird die Auflösung nach dem gleichen Prinzip gewählt, um eine ausreichende Menge an Daten im Volumen der Füllstoffe zu generieren. Im Fall von Kohlenstofffasern entspricht dies einer Auflösung von etwa drei Voxel pro µm bzw. 1,5 µm/Voxel. Vor diesem Hintergrund wurde die Auflösung von 1,5 µm/Voxel für die exemplarischen Simulationen festgelegt.

Auflösung (µm/Voxel)	Modellgröße (Voxel ³ bzw. mm ³)	Rechenzeit (Stunden)	Elektrische Leitfähigkeit [S/m]
1,0	(500) ³ / (500) ³	12,8	76,4
1,5	(334) ³ / (500) ³	5,3	34,9
2,0	(250) ³ / (500) ³	1,4	66,2

Tab. 3.5: Parameterstudie zur Identifikation der Auflösung für die Simulation

3.4.2 Charakterisierung der Morphologie

Die Anordnung und geometrische Form der Füllstoffe im Compound ist ein für die Leitfähigkeit maßgebender Faktor, der hauptsächlich von der Beschaffenheit der Füllstoffe selbst (Form, Duktilität etc.) und vom Herstellungsprozess beeinflusst wird. Die Ermittlung der Füllstoffanordnung in der Thermoplastmatrix und der geometrischen Form der Füllstoffe erfolgte in dieser Arbeit über optische Aufnahmen an Querschnitten aus den Proben und an chemisch herausgelösten Füllstoffen sowie anhand von computertomographischen Aufnahmen an ausgewählten Proben. Die Probennahme wurde in Kapitel 3.3 beschrieben.

Präparation und Analyse der Schliifproben

Es wurden Schnitte durch den jeweiligen Werkstoff quer zur Spritzgußrichtung in unterschiedlichen Abständen zur Angussseite vorgenommen. Betrachtet wurden jeweils die Richtung Anguss orientierten Schnittflächen. Die Fixierung für die Schliifpräparation wurde mit der Einbettmasse Epofix des Herstellers Struers GmbH (Willich, Deutschland) vorgenommen. Anschließend wurden die zu betrachtenden Schnittflächen der Proben mit zunehmender Körnung mehrfach geschliiften und anschließend poliert (letzte Stufe mit einer Diamantsuspension mit Partikelgröße 1 μm) (Geräte und Ausrüstung der Firmen Buehler (Lake Bluff, USA) und ATM (Mammelzen, Deutschland)). Die Aufnahme von lichtmikroskopischen Bildern wurde mit dem Lichtmikroskop DM6000M der Firma Leica (Heerbrugg, Schweiz) bei 200facher Vergrößerung, einer Belichtungszeit von 27,3ms und einem Gammawert von 0,8 durchgeführt. Die Auswertung hinsichtlich der Konzentration der Füllstoffe erfolgte über die unterschiedlichen Grauwerte je Füllstoffart mithilfe der mitgelieferten Software Leica Application Suite (LAS) V4.5. Untersucht wurden Positionen am Rand der Probenplatte mit unterschiedlichem Abstand zum Angusspunkt und in der Mitte entlang der Symmetrieachse der Probenplatte bezogen auf den Anguss. An jeder Position wurden mindestens 25 Aufnahmen erstellt, analysiert und über die relative Position – Probenrand und Probenmitte – gemittelt. Die Auswertung erfolgt in Flächenprozent mit dem Ziel, Variationen im Füllstoffgehalt zu detektieren.

Präparation und Analyse der Faserlängen

Mittels Methansäure wurde die thermoplastische Matrix von Proben ausgewählter Konzentrationen chemisch entfernt und die zurückgebliebenen Füllstoffe gewaschen und getrocknet. Die Füllstoffe wurden zwischen zwei zuvor gereinigte Objektträger gelegt und mit dem gleichen Lichtmikroskop wie die Schliifproben (DM6000M der Firma Leica (Heerbrugg, Schweiz)) untersucht. Hierbei wurde für die Kohlenstofffasern eine 200fache und für die Stahlfasern eine 50fache Vergrößerung verwendet. Die Faserlängen wurden manuell mithilfe der gleichen Software (LAS V4.5) ausgemessen. An Kohlen-

stofffasern wurden je Probe mindestens 100 Fasern vermessen, für die Stahlfasern wurden basierend auf einer Probenkonzentration über 200 Fasern untersucht.

Durchführung und Analyse der computertomographischen Aufnahmen

Es kamen der Mikro-Computertomograf nanotom des Herstellers Phoenix x-ray systems + services GmbH (Wunstorf, Deutschland) und das Röntgenmikroskop Xradia 520 Versa der Firma Zeiss (Pleasanton, USA) zum Einsatz [33, 77]. Da Kohlenstofffasern in einer Thermoplastmatrix mit einem Mikro-Computertomograf kaum detektiert werden können, erfolgte deren Analyse im Röntgenmikroskop. Ein weiterer Aspekt, der mithilfe des Röntgenmikroskops qualitativ umgesetzt werden konnte, ist die gemeinsame Darstellung von Stahl- und Kohlenstofffasern in einer Probe. Für diese Untersuchungen wurden die entsprechenden Probenstücke ausgewählter Konzentrationen (siehe Kapitel 3.3 und Abbildung 3.1) direkt verwendet bzw. für das Röntgenmikroskop eine etwa 1 mm dicke Scheibe abgeschnitten. Die Auflösung der Scans betrug $2,0 \mu\text{m}/\text{Voxel}$ bei den faserförmigen Füllstoffen und $3,0 \mu\text{m}/\text{Voxel}$ bzw. $4,8 \mu\text{m}/\text{Voxel}$ bei den Eisenpartikeln.

Die erzeugten Aufnahmen wurden mit der Software GeoDict analysiert. Die Datensätze beider Computertomografen können eingelesen und hinsichtlich Füllstoffcharakteristika – in dieser Arbeit Faser- und Partikeldurchmesser – untersucht werden. Hierfür wurden die Module "ImportVol", "FiberFind" und "GrainFind" verwendet. Der Import der Datensätze erfolgt anhand eines Histogramms, um die einzelnen Phasen (Matrix, Füllstoff) korrekt zuzuordnen. Für die hier durchgeführten Analysen wurde je Füllstoffart die Grenze ("Threshold") manuell eingestellt und je Füllstoffart konstant gehalten. Die Analyseberechnungen erfolgten mit dem in Kapitel 3.4.1 genannten PC-System. Aufgrund des Rechen- und Zeitaufwands wurden aus den gemessenen Scanvolumen jeweils drei kubische Volumen mit Kantenlänge 300 (Stahl- und Kohlenstofffasern) bzw. 500 Voxel (Eisenpartikel) (ohne Überlappungen) herausgeschnitten.

3.4.3 Charakterisierung der physikalischen Eigenschaften

Messung der Wärmekapazität c_p

Von dem in Abbildung 3.1 dargestellten Probenstück wurden für die Ermittlung der Wärmekapazität 1 mm dicke Scheiben abgenommen, die vorab analog zum Granulat (siehe Kapitel 3.2) getrocknet wurden. Für einen gleichmäßigen Wärmeeintrag in die Probe wurde darauf geachtet, ebene Oberflächen für einen flächigen Kontakt zwischen Probe und Tiegelboden zu erzeugen. Ein schlechter Kontakt zwischen Tiegelboden und Probe beeinträchtigt den Wärmestrom, der für die Berechnung der Wärmekapazität gemessen wird. Dies kann beispielsweise durch Schneidkanten an den Proben hervorgerufen werden. Je Konzentration wurden drei Proben geprüft. Die Messungen wurden mit dem

Gerät DSC3+ STAR^e System der Firma Mettler-Toledo (Greifensee, Schweiz) durchgeführt. Als Referenz wurde eine Saphirprobe (Reinheit 99,99%, Schmelztemperatur 2320 K) verwendet und eine entsprechende Anzahl an Blindkurven (je Füllstoffart bzw. -kombination und Konzentration mindestens eine) aufgenommen. Der Temperaturbereich betrug von Raumtemperatur bis 250 °C, wobei zweistufig mit jeweils einer isothermen Stufe bei 125 °C und 250 °C mit einer Verweildauer von jeweils 5 Minuten gearbeitet wurde. Die Heizraten betragen in beiden Temperaturbereichen 10 K/min. Die Auswertung erfolgte entsprechend ebenfalls zweistufig in den genannten Bereichen. Alle Messungen wurden unter konstantem Stickstoffdurchfluss (10 ml/min) durchgeführt. [60]

Messung der Dichte

Eine Hälfte der Probenplatte (siehe Abbildung 3.1, gelagert wie in Kapitel 3.2 beschrieben) wurde in zehn Einzelproben zerschnitten und damit die Dichte des Compounds entsprechend der Norm ISO 1183-1 nach dem Archimedesprinzip bestimmt [78]. Zum Einsatz kam eine Waage des Typs DV214C der Firma Ohaus (Nänikon, Schweiz) mit dazugehörigem Dichte-Messset (00223015), als Eintauchflüssigkeit wurde vollentsalztes bzw. deionisiertes Wasser (Leitfähigkeit < 10 µS/cm, pH-Wert > 9,2) verwendet. Luftbläschen wurden vorab mithilfe von Unterdruck entfernt. Die Ergebnisse der zehn Einzelproben wurden anschließend gemittelt.

Mithilfe der so ermittelten Dichte jedes Compounds erfolgte gemäß der Definition von Dichte die Umrechnung der Konzentrationsangaben von Gewichts- in Volumenprozent. Auf diese Weise vermeidet man eine Verfälschung der Ergebnisse insbesondere bei der Verwendung von mehr als einem Füllstoff.

Bestimmung des Feuchtegehalts

Aus einer wie in Kapitel 3.2 beschrieben gelagerten PA6-Probenplatte wurden fünf 4 mm große Stücke aus der Mitte herausgenommen. Da alle Compounds identisch gelagert wurden (siehe Kapitel 3.2), erfolgte die Bestimmung des Feuchtegehalts exemplarisch an PA6-Proben im Anschluss an die übrigen hier geschilderten Messungen. Auf diese Weise wurde eine mögliche Feuchteaufnahme während der Probenentnahmen berücksichtigt. Die PA6-Proben wurden direkt nach der Entnahme einzeln eingeschweißt, um Änderungen am Feuchtegehalt bis zur Untersuchung zu vermeiden. Mittels thermogravimetrischer Messung wurde der Anteil an enthaltenem Wasser mit dem Gerät TGA / DSC3+ STAR^e System der Firma Mettler-Toledo (Greifensee, Schweiz) bestimmt, indem von Raumtemperatur bis 150 °C mit 10 K/min erhitzt und anschließend 150 °C für eine Stunde isotherm gehalten wurde. Additive, die im gemessenen Temperaturbereich (neben Wasser) freigesetzt werden könnten, wurden soweit bekannt weder bei der Compoundherstellung noch bei der Herstellung des verwendeten Polyamids eingesetzt. Zur Ermittlung des Feuchtegehalts wurde jeweils die gesamte Messkurve

ausgewertet. Jede Messung wurde unter konstantem Stickstoffdurchfluss (30 ml/min) durchgeführt. [60]

3.5 Induktionsversuche

3.5.1 Magnetfeldmessung

In dieser Arbeit war der Induktor eine zweiwindige flache Kupferspule mit Durchmesser 15,7 mm (innen) bzw. 29,2 mm (außen), die an einen Generator Power Cube 32/400 der Firma Costruzioni Elettroniche Industriali Automatismi C.E.I.A. SpA (Viciomaggio, Italien) angeschlossen und wassergekühlt war. Das damit erzeugte Magnetfeld kann durch die von ihm induzierten Spannung U_{ind} charakterisiert werden. Die Messung der Induktionsspannung erfolgte durch eine Spule aus isoliertem Kupferdraht mit 50 Windungen und einem Durchmesser von 5 mm, die an ein Oszilloskop angeschlossen war. Das so aufgenommene Signal wurde entsprechend Gleichung 3.5 durch ein Pythonskript gefittet und das maximal wirkende Magnetfeld B_0 aus der Amplitude des Fits ($\sin(\omega t) = 1$) ermittelt (Gleichung 3.6). Es wurden Messungen in unterschiedlichem Abstand parallel und senkrecht zum Induktor orientiert durchgeführt, wobei auf einen ausreichenden Abstand zwischen Spule und Induktor geachtet wurde, um eine Erwärmung der Spule durch den induzierten Stromfluss und die Strahlungswärme des Induktors gering zu halten. Der Aufbau ist schematisch in Abbildung 3.5 dargestellt. Die rechnerische Umsetzung erfolgte mit einem Pythonskript unter Verwendung der "curve_fit()" -Methode. [33]

$$U_{\text{ind}} = -N \frac{d\phi}{dt} = N B_0 A \omega \sin(\omega t) \quad (3.5)$$

$$\Rightarrow B_0 = \frac{U_{\text{ind}}}{N A \omega} \quad (3.6)$$

U_{ind} [V]:	Durch ein elektromagnetisches Feld induzierte Spannung
$N = 50$ [-]:	Windungszahl der Messspule
ϕ [Wb]:	Magnetfluss
A [mm ²]:	Querschnittsfläche der Messspule (Durchmesser 5 mm)
$\omega = 2\pi f$ [Hz]:	Kreisfrequenz ω , Frequenz des Magnetfelds f
B_0 [Vs/m ²]:	Maximal wirkendes Magnetfeld
t [s]:	Zeit

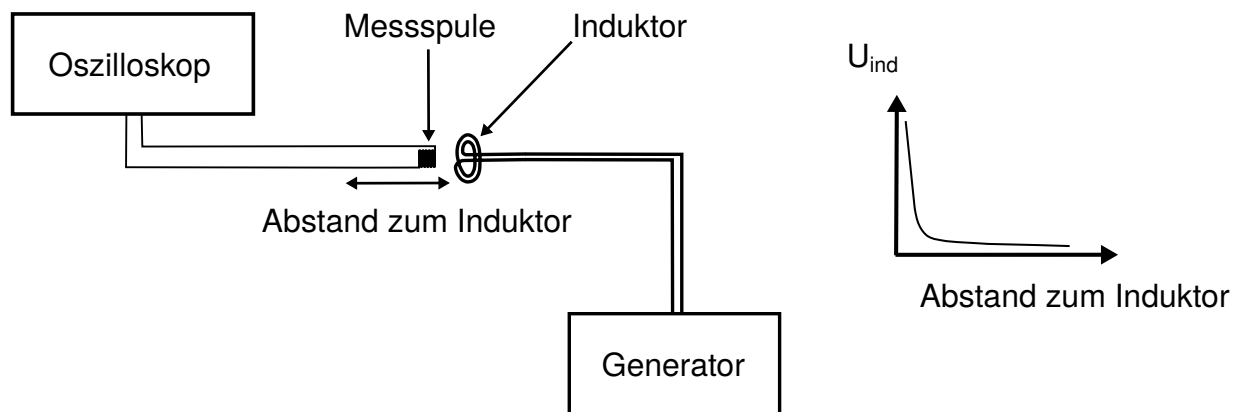


Abb. 3.5: Schematische Darstellung des Aufbaus zur Magnetfeldmessung

3.5.2 Messung der induktiven Erwärmung

Das Magnetfeld wurde durch den in Kapitel 3.5.1 beschriebenen Induktor erzeugt. Der Abstand zwischen diesem Induktor und der Probenplatte betrug 1 mm. Die Probe wurde so angeordnet, dass die Seite des Angusses oben orientiert ist (siehe Abbildung 3.6). Die Steuerung des Generators erlaubt die Einstellung der Leistung in %. Für die hier durchgeführten Versuche wird eine Leistung von 70 % eingestellt, da das Magnetfeld hier kontinuierlich erzeugt (nicht gepulst) wird, aber noch nicht der maximalen Leistung entspricht. Sowohl die Erwärmung als auch die Abkühlung der Probe wurde auf der dem Induktor zugewandten und auf der abgewandten Seite (Vorder- und Rückseite) von jeweils einer Thermokamera (TIM 160 der Firma MICRO-EPSILON Messtechnik GmbH & Co. KG, Ortenburg, Deutschland) aufgezeichnet (siehe Abbildung 3.6). Es erfolgte keine aktive Kühlung der Probe. Um die Emissivität zu verbessern und die Temperaturerfassung vergleichbar zu halten, wurden die Proben beidseitig flächig mit Emissionsklebeband der Firma Testo (Lenzkirch, Deutschland) beklebt. Die Erwärmung wurde manuell gestartet und gestoppt, sobald die Probentemperatur an einer Stelle auf der Vorderseite der Probe mindestens $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ (Anfang des Glasübergangs von PA6) überstieg. Auf diese Weise wurde eine signifikante Änderung der temperaturabhängigen Eigenschaften, insbesondere der Morphologie der Probe bzw. des Füllstoffnetzwerks, vermieden. Falls diese Temperatur nicht erreicht wurde, wurde das Magnetfeld nach zwei Minuten abgeschaltet. Je Füllstoffkonzentration wurden drei Probenplatten jeweils zweimal gemessen.

Für die Auswertung wurden in den thermographischen Aufzeichnungen jeweils fünf Messpunkte auf der Probenvorder- und der Probenrückseite definiert. Ihre Anordnung erfolgte radial vom Spulenzentrum Richtung Probenkante quer zur Spritzgussrichtung (siehe Abbildung 3.7), wobei der Induktor jeweils einen eigenen Messpunkt erhielt. Aus dem Temperaturverlauf abhängig von der Messzeit wurde sowohl die Erwärmung als auch die Abkühlung jedes Messpunkts mithilfe der Software TIM Connect der Fir-

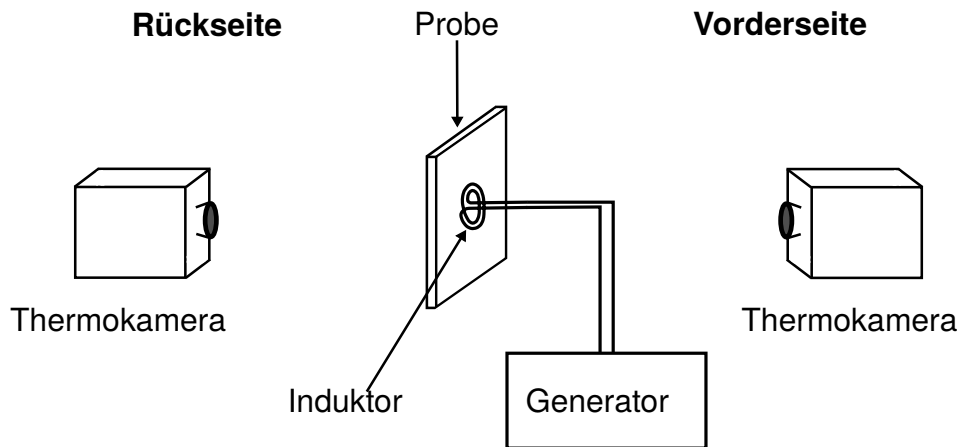


Abb. 3.6: Schematische Darstellung des Induktionsaufbaus mit Probenplatte

ma MICRO-EPSILON Messtechnik GmbH & Co. KG (Ortenburg, Deutschland) aufgezichnet. Die so gewonnenen Datensätze wurden mit einem dafür entwickelten Pythonskript eingelesen und wie folgt ausgewertet. Die Temperaturdaten wurden mit dem Savitzky-Golay-Filter geglättet. Die Temperaturverläufe der Messpunkte auf dem Induktor bzw. induktornah auf der Rückseite wurden benutzt, um den Start- und Endzeitpunkt der Aufheizphase zu bestimmen. Zu diesem Zweck wurde die Ableitung der Induktor-Temperaturkurven gebildet. Eine sprunghafte Änderung der Temperatur – wie beim Einschalten des Induktors – führt zu einem kurzfristig starken Anstieg in der Ableitung, der mit der Funktion "find_peaks()" in Python detektiert werden kann. Auf diesem Weg wurden Anfangs- und Endzeitpunkt der Aufheizphase bestimmt. Da die Aufnahmen von Vorder- und Rückseite technisch bedingt getrennt gestartet und beendet wurden, musste die Bestimmung von Start- und Endzeitpunkt für jede Seite getrennt anhand des Messpunkts auf bzw. gegenüber dem Induktor durchgeführt werden. Falls mit dieser Methode kein eindeutiger Zeitpunkt bestimmt werden konnte, wurde die Maximaltemperatur, die mittels der Funktion "np.amax()" bestimmt wurde, als Endzeitpunkt der Aufheizphase definiert. Der entsprechende Temperaturverlauf, der die Erwärmung der jeweiligen Probe zeigt, wurde mittels linearer Regression (Funktion "stats.linregress()") genähert. Die Steigung dieser Geraden entspricht der erreichten Heizrate. Die so ermittelten Werte wurden wie bereits erwähnt im pythonspezifischen Pickle-Format für die weitere Auswertung abgelegt. Anschließend wurden je Füllstoffkonzentration die Werte der im Spulenzentrum gemessenen Heizraten und die Werte der neben der Induktionsspule gemessenen Heizraten gemittelt.

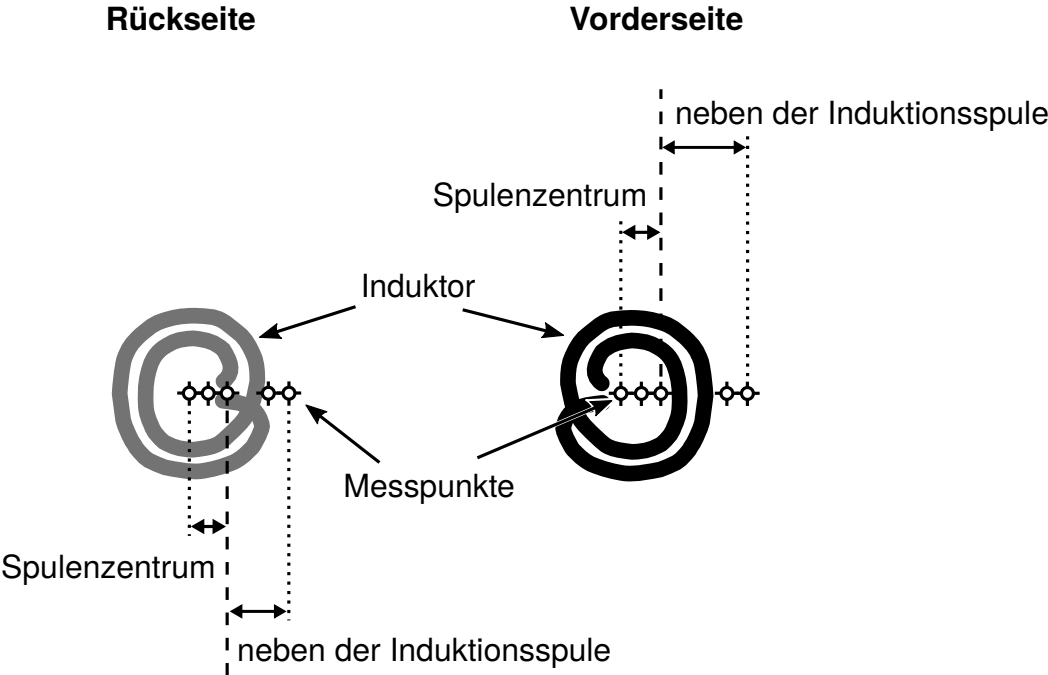


Abb. 3.7: Schematische Darstellung der Messpunkte auf der Vorder- bzw. Rückseite der Probenplatte

4 Ergebnisse und Diskussion

4.1 Morphologie im Verbundwerkstoff

4.1.1 Füllstoffverteilung

Die Verteilung und Ausrichtung der Füllstoffe im Komposit ist maßgeblich für die Netzwerkbildung. Durch den Spritzgussprozess wird insbesondere bei faserförmigen Füllstoffen eine charakteristische, unter anderem von der Fließfront abhängige Anordnung erzielt. Dies wurde bereits in der Literatur ausführlich dokumentiert [7, 79–81].

Lokale Konzentrationsschwankungen innerhalb einer Probe beeinflussen die Ergebnisse der durchgeführten Untersuchungen und müssen für eine adäquate Interpretation der Messergebnisse entsprechend bekannt sein. Deshalb wurden für die qualitative Identifikation von Konzentrationsschwankungen innerhalb einer spritzgegossenen Probenplatte lichtmikroskopische Analysen an Schnittflächen senkrecht zur Spritzgussrichtung durchgeführt. Da der Spritzgussprozess vergleichbare Füllstoffverteilungen je Probenplatte liefert, wurden ausgewählte hohe und niedrige Füllstoffkonzentrationen und -kombinationen untersucht. Hierbei wurde wie im Kapitel 3.4.2 beschrieben über die drei Positionen am Probenrand und in der Probenmitte (Symmetrieachse der Probenplatte bezogen auf den Anguss, siehe Abbildung 3.1) gemittelt. Die entsprechenden Werte werden in den Abbildungen 4.1, 4.2, 4.3, 4.4, 4.5 und 4.6 dargestellt. Zur Illustration werden exemplarisch bei den hochgefüllten Proben lichtmikroskopische Aufnahmen gezeigt.

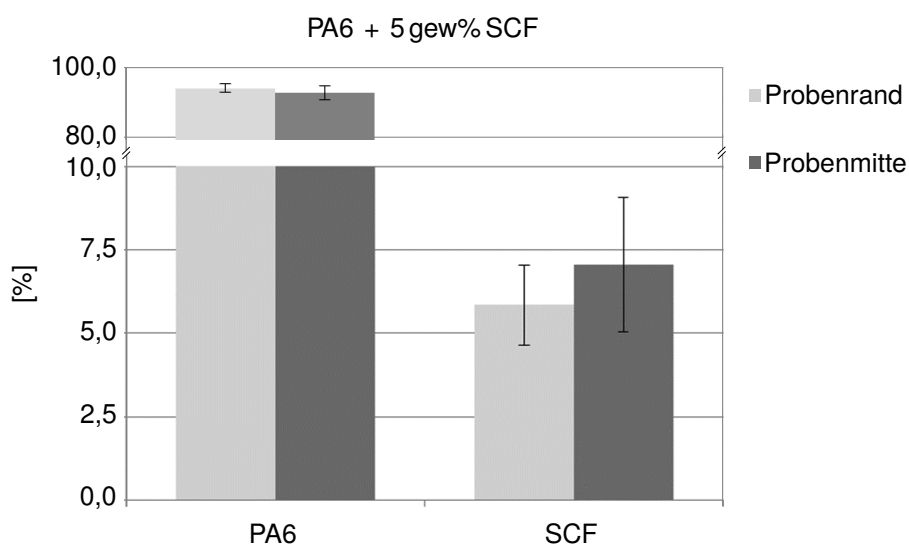


Abb. 4.1: Konzentration der Füllstoffe entsprechend der lichtmikroskopischen Analyse in Flächenprozent für PA6 mit 5 gew% Kurzkohlenstofffasern

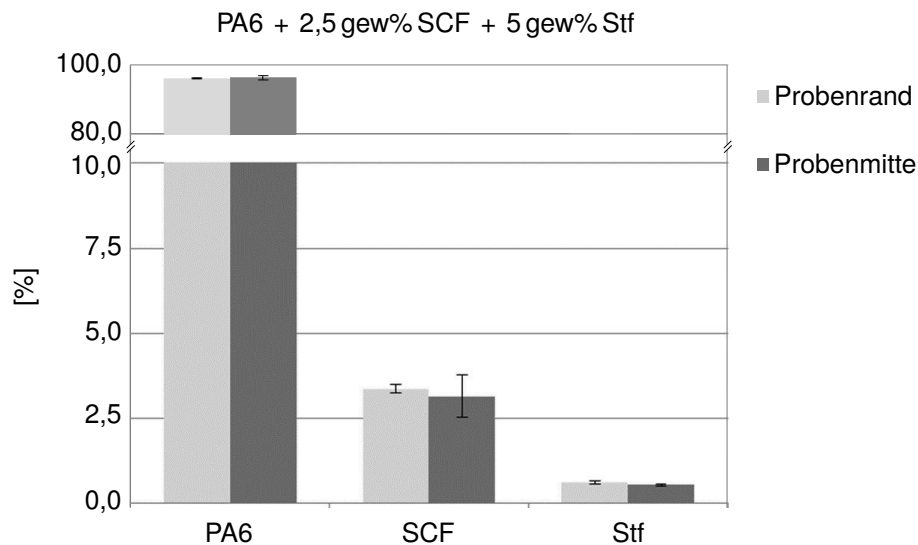


Abb. 4.2: Konzentration der Füllstoffe entsprechend der lichtmikroskopischen Analyse in Flächenprozent für PA6 mit 2,5 gew% Kurzkohlenstofffasern und 5 gew% Stahlfasern

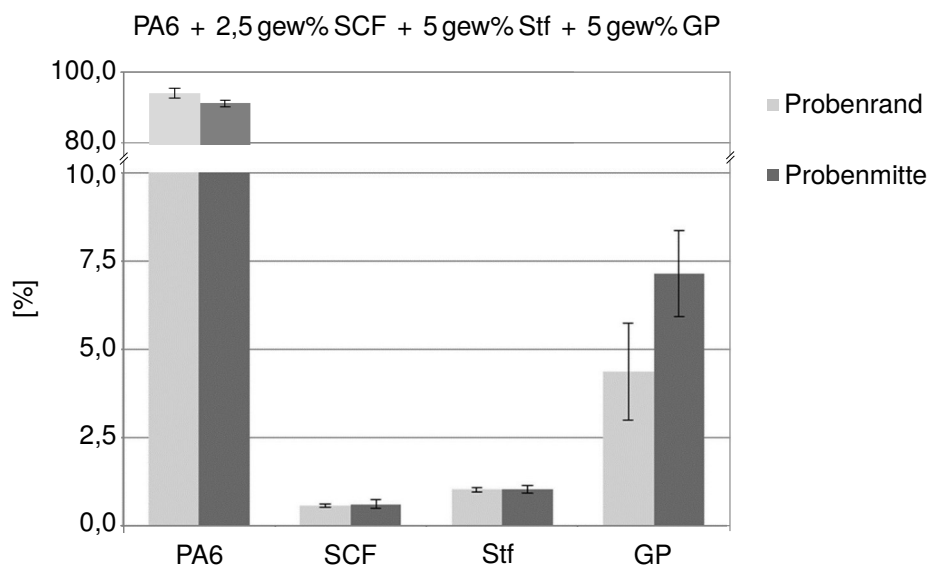


Abb. 4.3: Konzentration der Füllstoffe entsprechend der lichtmikroskopischen Analyse in Flächenprozent für PA6 mit 2,5 gew% Kurzkohlenstofffasern, 5 gew% Stahlfasern und 5 gew% Graphitpartikel

Die Gegenüberstellung der Flächenanteile von Füllstoffen und Matrix anhand von Schnittflächen kann nicht direkt mit der Konzentrationsangabe verglichen werden. Sie liefert eine qualitative Aussage, die für den Zweck an dieser Stelle – die Detektion möglicher Konzentrationsschwankungen innerhalb einer Probenplatte – geeignet ist. Da die Füllstoffe nicht exakt zur Schnittfläche ausgerichtet vorliegen – beispielsweise 90 ° zu-

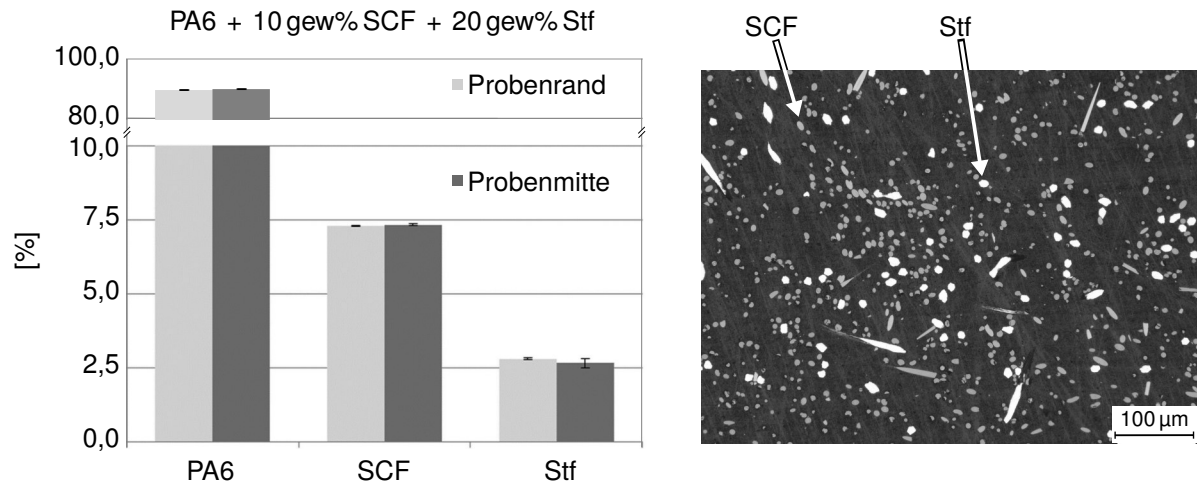


Abb. 4.4: Konzentration der Füllstoffe entsprechend der lichtmikroskopischen Analyse in Flächenprozent für PA6 mit 10 gew% Kurzkohlenstofffasern und 20 gew% Stahlfasern mit Schlibfbild (200fache Auflösung, Position: Probenrand)

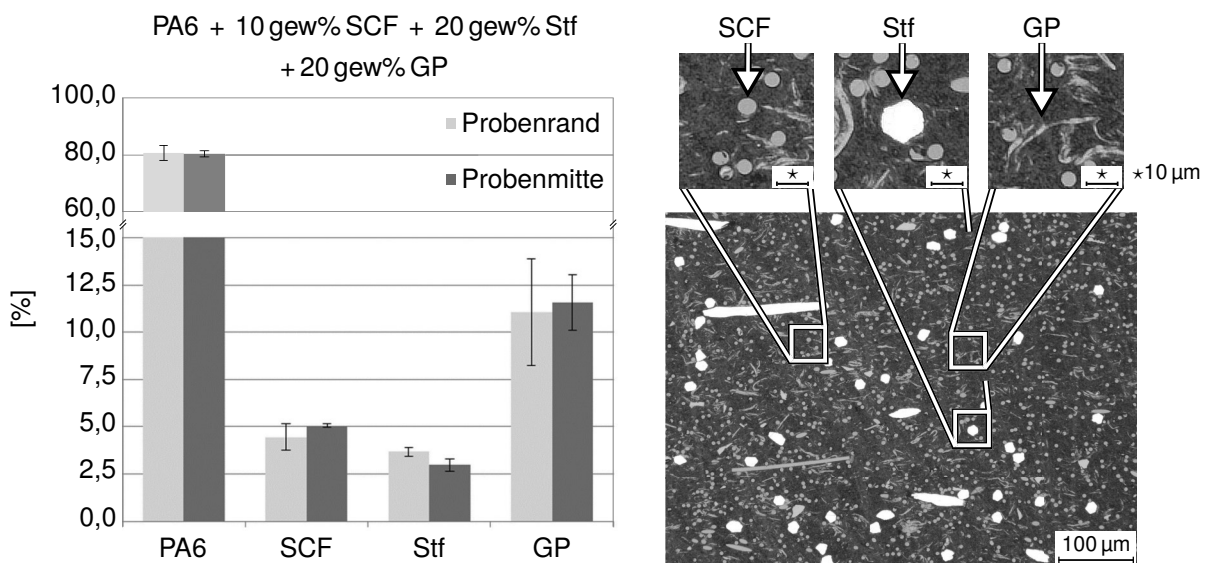


Abb. 4.5: Konzentration der Füllstoffe entsprechend der lichtmikroskopischen Analyse in Flächenprozent für PA6 mit 10 gew% Kurzkohlenstofffasern, 20 gew% Stahlfasern und 20 gew% Graphitpartikel mit Schlibfbild (200fache Auflösung, Position: Probenrand) und vergrößerter Darstellung der einzelnen Füllstoffarten

einander – , werden durch den Schnitt unterschiedlich große Querschnitte der Füllstoffe erzeugt. Bei faserförmigen Füllstoffen bedeutet dies elliptische Formen, deren Fläche vom Winkel zwischen Schnittfläche und Faserrichtung abhängt. Je kleiner der Winkel ist, desto größer ist die Fläche der entsprechenden Ellipse. Bei sphärischen Füllstoffen

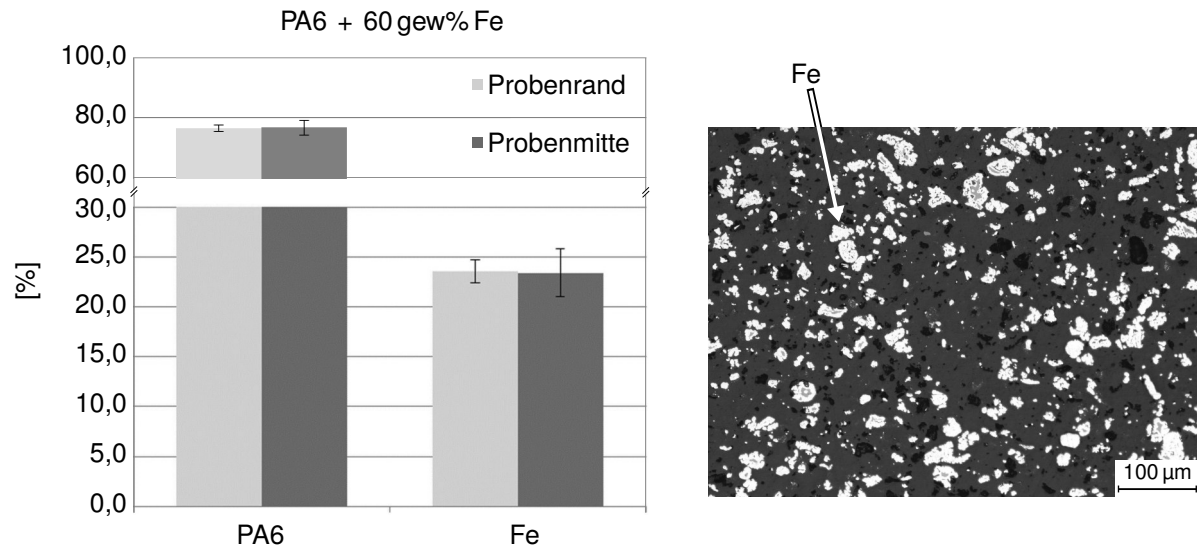


Abb. 4.6: Konzentration der Füllstoffe entsprechend der lichtmikroskopischen Analyse in Flächenprozent für PA6 mit 60 gew% Eisenpartikel mit Schlibfbild (200fache Auflösung, Position: Probenrand)

wird die durch den Schnitt sichtbare Fläche nicht vom Winkel, sondern vom Abstand der Schnittfläche zum Mittelpunkt der Sphäre bestimmt – je weiter vom Mittelpunkt entfernt, desto kleiner ist die sichtbare Fläche. Füllstoffe mit unspezifischer Form weisen ebenfalls eine Schnittfläche auf, deren Größe von der Ausrichtung zur Ebene des Schnittes abhängt. Dies führt zu einer Verfälschung des Flächenanteils, da eine größere bzw. kleinere Fläche gemessen wird, die aber nur einem einzelnen Füllstoffteilchen entspricht. Dieser Fehler wird bei allen Füllstoffarten und -kombinationen entsprechend eingetragen, sodass ein Vergleich qualitativ erfolgen kann.

Ein weiterer Punkt ist die Anzahl einzelner Füllstoffe in einem Probenvolumen, die von der Konzentration und der charakteristischen Dichte des Füllstoffmaterials abhängt. So entspricht eine bestimmte Konzentration an Stahlfasern aufgrund des Dichteunterschieds einer geringeren Zahl an Einzelfasern als beispielsweise Kohlenstofffasern im gleichen Probenvolumen bei identischer Konzentration. Je geringer die Dichte des Füllstoffs ist, desto mehr Einzelfasern bzw. -partikel sind zur Umsetzung der gleichen Konzentration notwendig. Für die Untersuchung der Flächenanteile bedeutet dies einen umso geringeren Flächenanteil, je größer die Dichte des Füllstoffs selbst ist. Den hier verfolgten Zweck, lokale Schwankungen in der Füllstoffverteilung einer Probenplatte qualitativ zu identifizieren, beeinträchtigt dies nicht.

In den Balkendiagrammen werden jeweils die Flächenanteile von Matrix und Füllstoff(en) am Probenrand (hellgrau) und in der Probenmitte (dunkelgrau) inklusive Standardabweichungen gegenübergestellt. Innerhalb einer Probe gibt es je Füllstoffart zwischen den

beiden unterschiedlichen Positionen keine signifikanten Schwankungen, die ermittelten Werte bewegen sich innerhalb der entsprechenden Standardabweichungen. Die Dichteunterschiede der einzelnen Füllstoffarten spiegeln sich indirekt in den Flächenanteilen wider, beispielsweise bei der Kombination von Kurzkohlenstoff- und Stahlfasern (siehe hierzu auch Tabelle 4.4). In Abbildung 4.2 bzw. 4.4 ist der Flächenanteil der Stahlfasern deutlich geringer als der der Kohlenstofffasern, was der Konzentrationsangabe zunächst zu widersprechen scheint. Der Dichteunterschied zwischen Kohlenstoff- und Stahlfasern resultiert in einer höheren Anzahl an Kohlenstoff- gegenüber Stahlfasern, was auch im jeweiligen Flächenanteil entsprechend sichtbar ist. In diesem Beispiel ist der Dichteunterschied so groß, dass selbst ein Konzentrationsverhältnis von 1 : 2 einen höheren Flächenanteil der Kohlenstofffasern bedeutet. Diese Tendenz ist bei der Zugabe von Graphitpartikeln ebenfalls vorhanden, wie in Abbildung 4.5 zu sehen. Die Detektion und die Zuordnung der Füllstoffe wurde durch die entsprechenden Grauwerte sowie deren Form – rund oder elliptisch für Fasern, unspezifisch für Graphitpartikel – vorgenommen. Kohlenstofffasern und Graphitpartikel zeigen einen sehr ähnlichen Grauwert, was die Zuordnung bei den entsprechenden Proben erschwert und den prozentualen Flächenanteil beeinflussen kann. Da dieser Fehlerbeitrag systematisch bei allen Proben mit dieser Füllstoffkombination eingebracht wird, bleibt die qualitative Vergleichbarkeit zwischen den Füllstoffkonzentrationen an den Positionen Probenrand und -mitte erhalten. Bei der geringsten Konzentration an Kurzkohlenstoff-, Stahlfasern und Graphitpartikeln traten zudem technische Probleme bei der Schliﬀpräparation auf, die in sehr dunklen Ablagerungen auf den Schnittflächen der Kohlenstofffasern resultierten. Dies reduzierte die detektierbare Fläche der Kohlenstofffasern, was den geringen prozentualen Flächenanteil in Abbildung 4.3 erklärt. Die gemessenen Flächenanteile der Graphitpartikel, bezogen auf die Positionen Probenrand und -mitte, weisen bei dieser Konzentration einen möglichen Unterschied (innerhalb der jeweiligen Standardabweichung) auf. Wie eingangs erwähnt, richten sich die Füllstoffe abhängig von der Fließfront und ihrer geometrischen Form während des Spritzgussprozesses aus. Bei geringen Füllstoffkonzentrationen – wie in diesem Fall – kommt hinzu, dass sich die Füllstoffe aufgrund ihrer geringen Anzahl im Volumen gegenseitig kaum in ihrer Ausrichtung beeinflussen können. Es ist denkbar, dass sich die Graphitpartikel entsprechend der Fließfront am Probenrand leicht anders ausrichten als in der Probenmitte, sodass durch die Ebene des Schnittes eine im Mittel größere Schnittfläche der Graphitpartikel in der Probenmitte entsteht als am Probenrand. Bei höheren Füllstoffkonzentrationen beeinflussen sich die unterschiedlichen Füllstoffarten gegenseitig, was zu einer anderen Ausrichtung führt [81]. Dies zeigt sich in Abbildung 4.5, wo keine (im Rahmen der Standardabweichung) deutlichen Unterschiede zwischen den Positionen Probenrand und -mitte sichtbar sind.

Füllstoff	Faserdurchmesser	Auflösung des Scans
Kurzkohlenstofffasern (SCF)	5,97 $\mu\text{m} \pm 0,95 \mu\text{m}$	2,0 $\mu\text{m}/\text{Voxel}$
	5,97 $\mu\text{m} \pm 0,94 \mu\text{m}$	
	6,06 $\mu\text{m} \pm 0,97 \mu\text{m}$	
Kurzstahlfasern (Stf)	37,22 $\mu\text{m} \pm 10,13 \mu\text{m}$	2,0 $\mu\text{m}/\text{Voxel}$
	37,33 $\mu\text{m} \pm 8,50 \mu\text{m}$	
	37,30 $\mu\text{m} \pm 8,81 \mu\text{m}$	

Tab. 4.1: Faserdurchmesser der Kohlenstoff- und Stahlfasern

Für die in der vorliegenden Arbeit hergestellten Proben bedeuten diese Beobachtungen insgesamt, dass keine signifikanten makroskopischen Konzentrationsschwankungen innerhalb einer Probenplatte zu erwarten sind. Es ist nicht mit einem Einfluss auf die Ergebnisse der weiteren durchgeführten Untersuchungen zu rechnen.

4.1.2 Geometrische Füllstoffcharakterisierung

Außer der Menge an Füllstoffen beeinflusst unter anderem auch deren geometrische Form die elektromagnetischen Eigenschaften des Verbundwerkstoffs.

Faser- bzw. Partikeldurchmesser

Mithilfe der Software GeoDict wurden aus den computertomographischen Aufnahmen die Faser- und Partikeldurchmesser der Kohlenstoff- und Stahlfasern sowie der Eisenpartikel ermittelt. Die Graphitpartikel wurden bei der Spritzgussverarbeitung stark deformiert (siehe lichtmikroskopische Aufnahme in Abbildung 4.5) und wiesen keine spezifische Geometrie auf, anhand derer sie mit den hier verfügbaren Mitteln charakterisiert werden können. In Tabelle 4.1 befinden sich die Ergebnisse der jeweils drei Auswertevolumina der faserförmigen, in Tabelle 4.2 die Ergebnisse der sphärischen Füllstoffe. Die Kurzkohlenstofffasern weisen im Mittel einen Durchmesser von etwa $6,0 \mu\text{m} \pm 0,9 \mu\text{m}$ auf, was konventionellen Kohlenstofffasern entspricht. Die drei Werte wurden aus drei verschiedenen Volumina berechnet, die aus einem Gesamtscan ohne Überschneidungen der einzelnen Volumina herausgenommen wurden. Dadurch sind Einflüsse basierend auf unterschiedlichen Histogrammen, Schwankungen in der Probe oder messspezifische Variationen ausgeschlossen. Dieses Vorgehen wurde auch für die Untersuchung der Stahlfasern angewandt. Diese besitzen einen Durchmesser von etwa $37,3 \mu\text{m} \pm 9,2 \mu\text{m}$. Sie sind deutlich dicker als die Kohlenstofffasern und zeigen eine höhere Variation in der Durchmesser-Verteilung. Bei beiden Fasertypen gibt es keine starken Abweichungen zwischen den drei Einzelwerten.

Die Eisenpartikel zeigen im Mittel einen Durchmesser von $11,4 \mu\text{m} \pm 3,7 \mu\text{m}$ (bezogen

Probe	Füllstoff	Partikeldurchmesser	Auflösung der Scans
Probe 1	Eisenpartikel (Fe)	11,43 $\mu\text{m} \pm 3,71 \mu\text{m}$	4,8 $\mu\text{m}/\text{Voxel}$
		11,13 $\mu\text{m} \pm 3,64 \mu\text{m}$	
		11,50 $\mu\text{m} \pm 3,64 \mu\text{m}$	
Probe 2	Eisenpartikel (Fe)	23,28 $\mu\text{m} \pm 7,59 \mu\text{m}$	4,8 $\mu\text{m}/\text{Voxel}$
Probe 2	Eisenpartikel (Fe)	21,36 $\mu\text{m} \pm 6,97 \mu\text{m}$	3,0 $\mu\text{m}/\text{Voxel}$

Tab. 4.2: Durchmesser der Eisenpartikel

auf die erste Probe). Um festzustellen, ob die Durchmesser der Eisenpartikel innerhalb einer Probenplatte variieren, wurde zusätzlich eine zweite Probe (aus der gleichen Probenplatte) hergestellt und untersucht (siehe Abbildung 3.1, angussfernere Position). Die hier berechneten Werte – $23,3 \mu\text{m} \pm 7,6 \mu\text{m}$ bzw. $21,4 \mu\text{m} \pm 7,0 \mu\text{m}$ – sind im Mittel größer als die bei der ersten Probe ermittelten Größen. Gründe hierfür können in der Nachbearbeitung der Scandaten oder beim Import in GeoDict liegen. Möglicherweise waren die Histogrammeinstellungen ungünstig gewählt bzw. können nicht von einer auf eine andere Messung übertragen werden. Da die Werte beider Proben innerhalb der jeweiligen Standardabweichungen liegen, ist hier kein eindeutiger Unterschied festzustellen.

Mithilfe des Röntgenmikroskops wurden außerdem Kurzkohlenstoff- und Stahlfasern zusammen in einer Probe qualitativ sichtbar gemacht. Exemplarisch ist in Abbildung 4.7 ein dreidimensionaler Ausschnitt zu sehen. Es ist gut zu erkennen, dass die Kohlenstofffasern entsprechend ihrer mechanischen Steifigkeit ohne Krümmung in der Thermoplastmatrix vorliegen. Die Stahlfasern zeigen ihre Duktilität durch die entsprechend gekrümmte Form. Nahe den Stahlfasern sind messbedingte Artefakte zu sehen. Dies entspricht den Erwartungen bezogen auf den Verarbeitungsprozess der Proben. Kohlenstofffasern werden bei Extrusion und Spritzguss gekürzt, während Stahlfasern ihre Länge beibehalten können [80, 82].

Faserlängen

Die Faserlängen wurden lichtmikroskopisch bestimmt. Problematisch bei der Präparation war die Fokussierung, da durch die Füllstoffe zwischen beiden Objektträgern ein Hohlraum entstand, in dem die Fasern teilweise nicht exakt waagrecht in der Betrachtungsebene lagen (siehe hierzu Seite 35 in Kapitel 3.4.2). Dies war insbesondere bei den Stahlfasern der Fall, was zu Verfälschungen der gemessenen Länge und zu entsprechend erhöhten Standardabweichungen führt. Weitere Faktoren, die die Standardabweichung erhöhen, sind die herstellungsbedingte Verteilung der Faserlängen sowie die Anzahl an untersuchten Einzelfasern. Vor diesem Hintergrund liefern die Ergebnis-

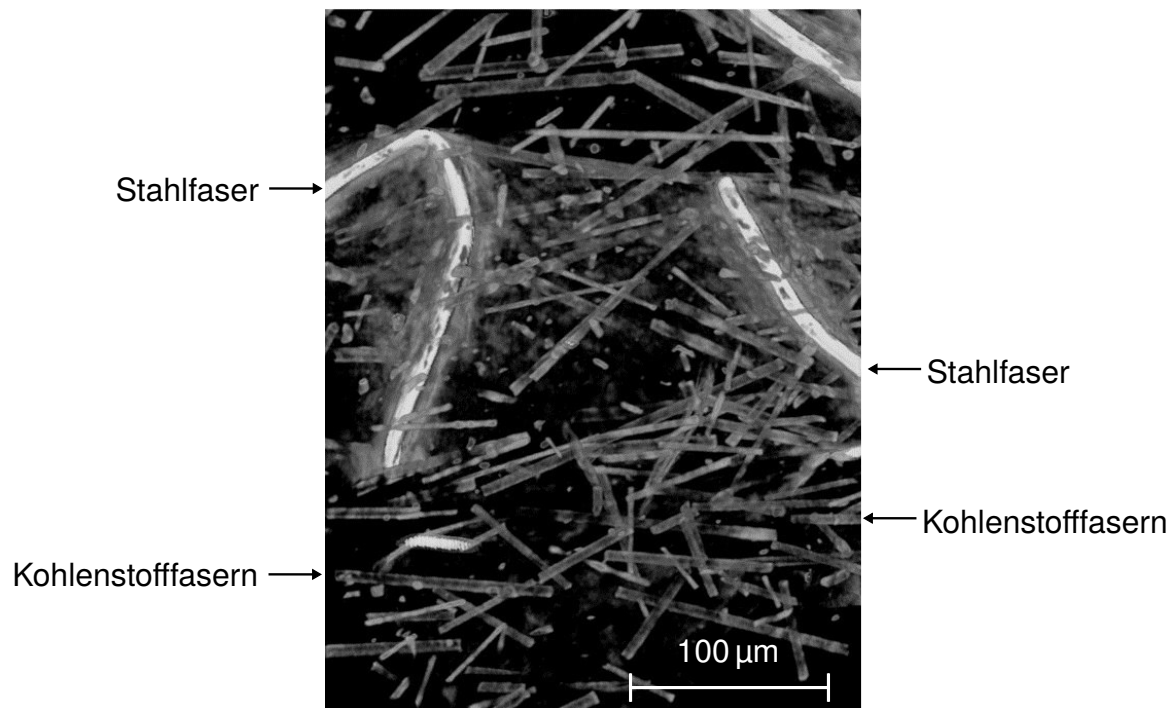


Abb. 4.7: Röntgenmikroskopische dreidimensionale Aufnahme von Kurzkohlenstofffasern (grau) und Stahlfasern (weiß) in einer Probe

Parameter	Gemessene Länge	Distanz der Faserenden
Mittelwert der Faserlänge	$612,5 \pm 403,5 \mu\text{m}$	$342,4 \pm 247,9 \mu\text{m}$
Kleinste gemessene Faserlänge	162 μm	35 μm
Größte gemessene Faserlänge	2750 μm	1735 μm

Tab. 4.3: Faserlängen und Distanz der Faserenden der Stahlfasern (220 Einzelfasern aus PA6 mit 10 gew% Kurzkohlenstofffasern und 20 gew% Stahlfasern)

se dieser Untersuchung eher eine Größenordnung als eine reale Länge der Kurzfasern. Da die Faserlänge in dieser Arbeit nicht für quantitative Berechnungen verwendet wird, ist dieses Vorgehen hier geeignet. Die entsprechenden Ergebnisse sind in Abbildung 4.8 (Kohlenstofffasern) und in Tabelle 4.3 (Stahlfasern) dargestellt.

Wie erwartet zeigen die Werte eine vergleichsweise hohe Standardabweichung. Bei den Kurzkohlenstofffasern ist damit kein quantitativer Unterschied zwischen den untersuchten Füllstoffkonzentrationen und -kombinationen erkennbar. Die Faserlängen befinden sich im Bereich 100-200 μm . Auch die untersuchte Länge der Stahlfasern weist eine hohe Standardabweichung auf (siehe Tabelle 4.3). Die Faserlänge bewegt sich im Bereich $600 \pm 400 \mu\text{m}$. Tendenziell sind die Stahlfasern damit länger als die Kohlenstofffasern. Zur Illustration der breiten Verteilung der Stahlfaserlängen wurde die kleinste und die größte gemessene Faserlänge gegenübergestellt, die sich um mehr als eine Größenordnung unterscheiden. Zusätzlich wurde hier die Distanz zwischen den Faser-

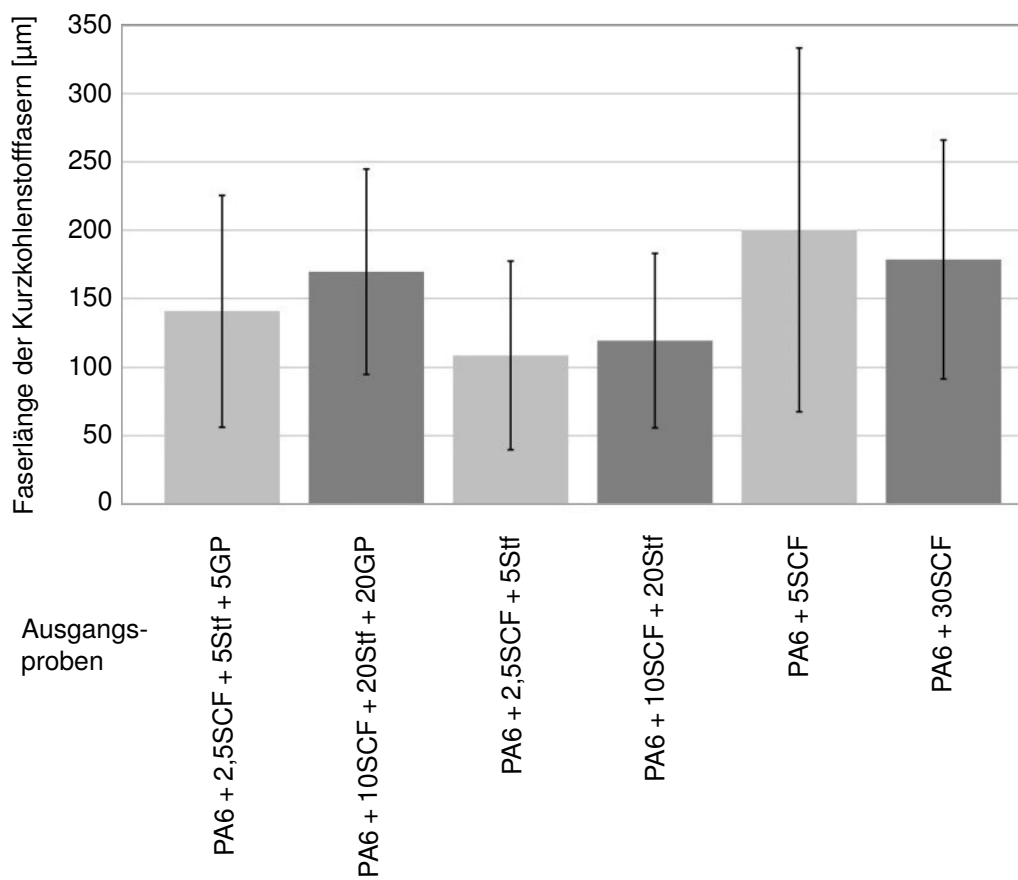


Abb. 4.8: Faserlängen der Kurzkohlenstofffasern je untersuchter Füllstoffkonzentration und -kombination (jeweils mindestens 100 Einzelfasern)

rendpunkten jeder Einzelfaser erfasst, um das Krümmungsverhalten der Stahlfasern zu dokumentieren. Im Vergleich zur Faserlänge beträgt diese Distanz fast die Hälfte der Faserlänge, was für eine deutliche Krümmung der Stahlfasern spricht. Besonders illustriert wird dies durch die Beispiele der kleinsten bzw. größten gemessenen Faser (bezogen auf die Distanz der Faserenden).

4.2 Physikalische Eigenschaften der Verbundwerkstoffe

Die Wärmekapazität, die Dichte und der Feuchtegehalt wurden entsprechend den Beschreibungen in Kapitel 3.4.3 ermittelt.

4.2.1 Wärmekapazität c_p

Die aus den Messdaten gemittelten Wärmekapazitäten der Compounds sind für zwei verschiedene Temperaturen – 20 und 70 °C – in Abbildung 4.9 aufgetragen. Die Temperaturen wurden basierend auf den Induktionsversuchen ausgewählt, wobei der Bereich des Glasübergangs nicht untersucht wurde. Zusätzlich wurden die entsprechend der Mischungsregel (Gleichung 2.14) mit c_p -Werten aus Tabelle 2.4 berechneten theoretischen Werte ebenfalls dargestellt.

Es zeigt sich ein Verhalten, das dem theoretisch gemäß der Mischungsregel zu erwartenden Verlauf entspricht: Mit zunehmendem Füllstoffgehalt nimmt die Wärmekapazität kontinuierlich ab. Dies ist für alle untersuchten Füllstoffarten bzw. -kombinationen der Fall und entspricht damit auch der Herangehensweise der Mischungsregel. Bei PA6 und den niedrig konzentrierten Compounds sowie den mit Eisenpartikeln gefüllten Proben weisen die Standardabweichungen geringe Werte auf. Bei faserförmigen Füllstoffen sind die Abweichungen etwas höher. Mögliche Gründe hierfür können ein schlechter Kontakt zwischen Tiegelboden und Probe aufgrund der Probenpräparation oder mikroskalige Konzentrationsvariationen in den 1 mm dicken Probenscheiben sein. Die Differenzen zwischen Messdaten und berechneten Werten sind möglicherweise durch die Verwendung von generischen Literaturwerten bedingt.

4.2.2 Dichte

Die gemessenen Dichtewerte sind inklusive Standardabweichung in Abbildung 4.10 dargestellt. Entsprechend wurden die Konzentrationsangaben hiermit in Volumenprozent (siehe Tabelle 4.5) umgerechnet.

Die theoretisch entsprechend der Mischungsregel (Gleichung 2.14) zu erwartenden Dichtewerte wurden mithilfe der in Tabelle 4.4 genannten Literaturwerte sowie den Konzentrationsangaben in Volumenprozent (siehe Tabelle 4.5) berechnet und sind in Abbildung 4.10 den Messdaten gegenübergestellt.

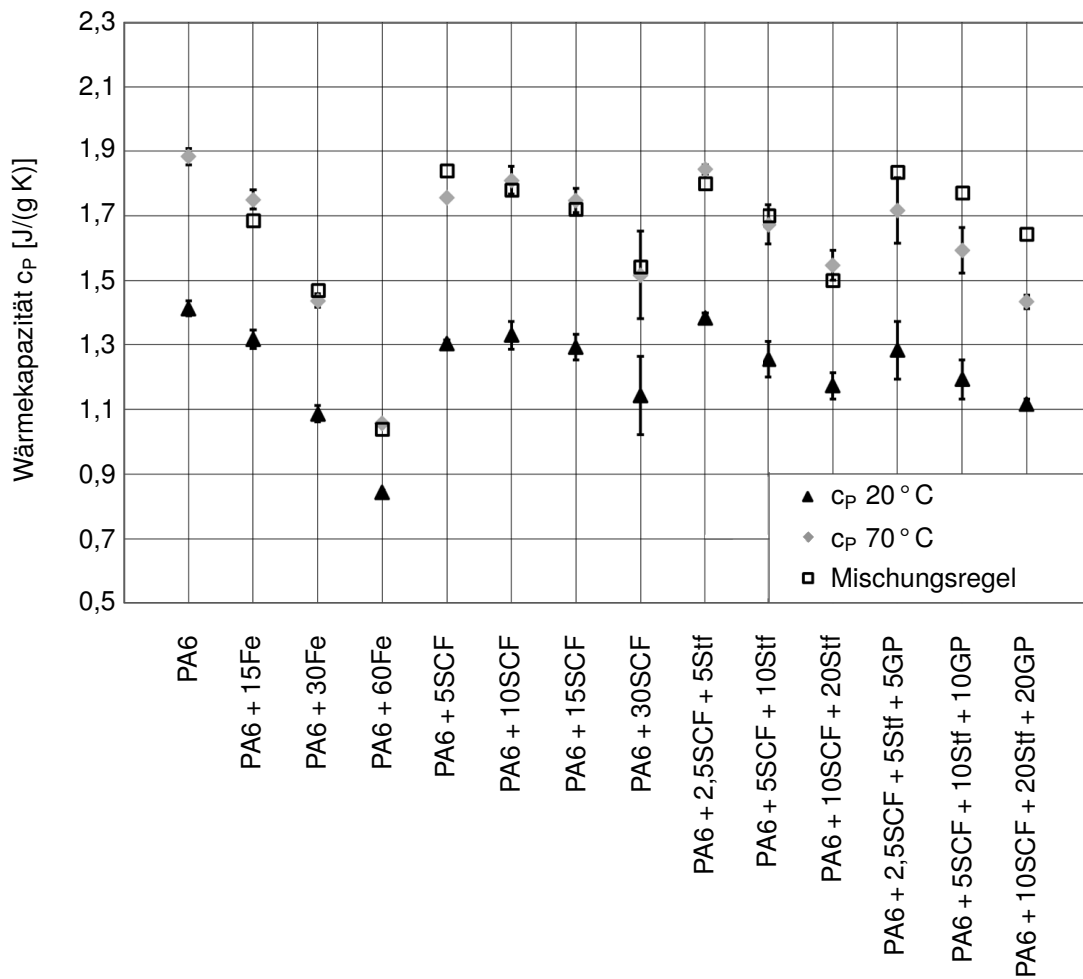


Abb. 4.9: Theoretisch berechnete und gemessene Wärmekapazitäten der Füllstoffkonzentrationen und -kombinationen bei verschiedenen Temperaturen mit Standardabweichungen (teilweise sind die Standardabweichungen geringer als die Symbolgröße)

Material	Dichte ρ_D [g/cm^3]
PA6	1,14 [72]
Eisenpartikel	7,87 [83]
Stahlfaser	7,95 [84]
Graphit	2,10 [85]
Kohlenstofffaser	1,80 [86]

Tab. 4.4: Dichtewerte ausgewählter Stoffe

Unter Zugabe von Füllstoffen, die eine höhere Dichte als das Matrixmaterial besitzen, nimmt die Gesamtdichte des Compounds mit zunehmender Konzentration wie zu erwarten ebenfalls zu. Die Standardabweichungen der experimentell gemessenen und gemittelten Dichtewerte sind vergleichsweise niedrig, was auf geringe Dichteschwankungen in den Proben als auch geringe messbedingte Fehlereinträge schließen lässt. Im Vergleich zu den mithilfe der Mischungsregel berechneten Werten zeigen sich – insbesondere mit zunehmender Konzentration – innerhalb einer Füllstoffart bzw. -kombination leichte Unterschiede. Ein möglicher Grund hierfür ist die Verwendung von Literaturdaten für die jeweilige Füllstoffdichte. Es ist denkbar, dass diese Daten beispielsweise aufgrund unterschiedlicher Herstellungsprozesse zu unspezifisch für die hier verwendeten Füllstoffe sind. Bei Eisen- und Graphitpartikeln sind Porositäten innerhalb der Partikel möglich, die für eine geringere Dichte sorgen [17, 83]. Auch können chemische Reaktionen, die die physikalischen Eigenschaften eines Werkstoffs beeinflussen, während des Herstellungsprozesses der Proben nicht vollständig ausgeschlossen werden. Der entsprechende Fehlereintrag bei der Berechnung der Dichte wirkt sich umso stärker aus, je höher die jeweiligen Füllstoffkonzentrationen sind.

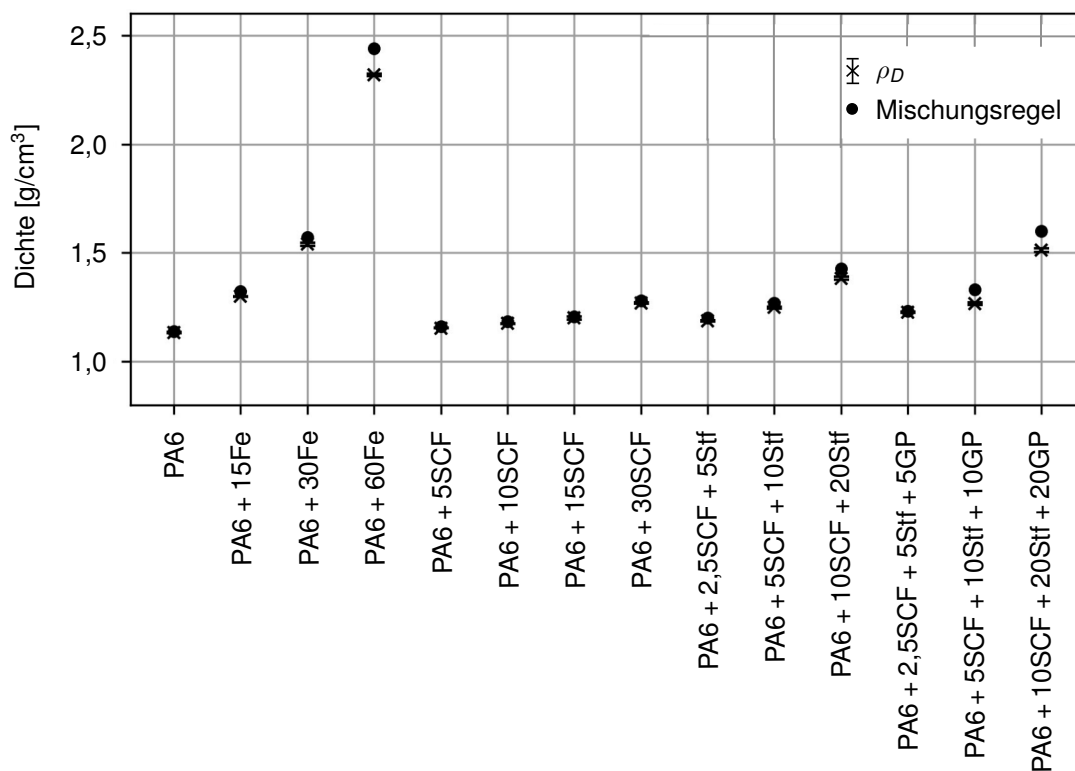


Abb. 4.10: Theoretisch berechnete und gemessene Dichtewerte der Füllstoffkonzentrationen und -kombinationen mit Standardabweichungen

Füllstoffkonzentration in gew%	Füllstoffkonzentration in vol%
15 gew% Fe	2,7 vol% Fe
30 gew% Fe	6,4 vol% Fe
60 gew% Fe	19,3 vol% Fe
5 gew% SCF	3,2 vol% SCF
10 gew% SCF	6,5 vol% SCF
15 gew% SCF	10,0 vol% SCF
30 gew% SCF	21,2 vol% SCF
2,5 gew% SCF + 5 gew% Stf	1,7 vol% SCF + 0,7 vol% Stf
5 gew% SCF + 10 gew% Stf	3,5 vol% SCF + 1,6 vol% Stf
10 gew% SCF + 20 gew% Stf	7,7 vol% SCF + 3,5 vol% Stf
2,5 gew% SCF + 5 gew% Stf + 5 gew% GP	1,7 vol% SCF + 0,8 vol% Stf + 3,1 vol% GP
5 gew% SCF + 10 gew% Stf + 10 gew% GP	3,5 vol% SCF + 1,6 vol% Stf + 6,3 vol% GP
10 gew% SCF + 20 gew% Stf + 20 gew% GP	8,4 vol% SCF + 3,8 vol% Stf + 15,1 vol% GP

Tab. 4.5: Konzentrationsangaben der untersuchten Proben in gew% und vol%
 (Die Umrechnung von gew% in vol% erfolgte mit den experimentell gemessenen Dichtewerten.)

4.2.3 Feuchtegehalt

Alle Probenplatten wurden identisch gelagert, sodass die Bestimmung des Feuchtegehalts exemplarisch an PA6 durchgeführt wurde. Basierend auf fünf Messungen wurde der Feuchtegehalt zu $1,41 \pm 0,04 \%$ gemittelt. Dies ist um etwa die Hälfte geringer als der Gleichgewichtswert, den PA6 bei 23°C und 50% relativer Feuchte erreicht, und ebenfalls deutlich kleiner als der Sättigungswert (10%) [73]. Die Proben sind damit nicht vollständig trocken, können aber als annähernd trocken bezeichnet werden.

4.3 Elektromagnetische Eigenschaften der Verbundwerkstoffe

4.3.1 Spezifischer Durchgangswiderstand unter Gleichstrom

Für einen kompakten Überblick werden die wie in Kapitel 3.4.1 gemessenen Werte grafisch und tabellarisch dargestellt (siehe Abbildungen 4.11, 4.12, 4.13, 4.14 und Tabelle 4.6). Unterschiede zwischen einzelnen Messwerten von ein bis zwei Dekaden sind möglich und in der Literatur oft zu finden [12, 13]. Sie spiegeln Einflüsse der jeweiligen Messaufbauten und der Schwankungen im Probenmaterial wider.

Füllstoffkonzentration	Widerstand [Ω mm]
PA6 (ohne Füllstoff)	$9,6 \cdot 10^{16} \pm 4,4 \cdot 10^{16}$
15 gew% Fe	$7,7 \cdot 10^{16} \pm 4,0 \cdot 10^{16}$
30 gew% Fe	$3,7 \cdot 10^{16} \pm 3,0 \cdot 10^{16}$
60 gew% Fe	$5,7 \cdot 10^{11} \pm 2,8 \cdot 10^{11}$
5 gew% SCF	$4,8 \cdot 10^{16} \pm 2,6 \cdot 10^{16}$
10 gew% SCF	$2,4 \cdot 10^7 \pm 1,9 \cdot 10^7$
15 gew% SCF	$2,4 \pm 1,3$
30 gew% SCF	$0,8 \pm 0,2$
2,5 gew% SCF+ 5 gew% Stf	$8,6 \cdot 10^6 \pm 7,8 \cdot 10^6$
5 gew% SCF+ 10 gew% Stf	$2,2 \pm 1,4$
10 gew% SCF+ 20 gew% Stf	$1,7 \pm 0,5$
2,5 gew% SCF+ 5 gew% Stf+ 5 gew% GP	$97,3 \pm 135,8$
5 gew% SCF+ 10 gew% Stf+ 10 gew% GP	$12,2 \pm 8,1$
10 gew% SCF+ 20 gew% Stf+ 20 gew% GP	$2,1 \pm 0,5$

Tab. 4.6: Spezifischer Durchgangswiderstand unter Gleichstrom je Füllstoffkonzentration und -kombination

PA6 mit Eisenpartikeln

Die logarithmische Auftragung in Abbildung 4.11 zeigt die Abhängigkeit zwischen spezifischem Widerstand und der Konzentration an Eisenpartikeln. Bis zu einer Konzentration von 30 gew% erfolgt keine deutliche Änderung des spezifischen Widerstands. Zwischen 30 und 60 gew% tritt eine Widerstandsänderung um etwa 10^4 ein, was auf ein perkolierendes Verhalten hinweisen kann. Wie in Kapitel 2.2 erwähnt, wird eine Änderung um Faktor 10^5 und höher als Perkolationsverhalten bezeichnet. Dies ist hier nicht vollständig sichtbar, da offenbar eine höhere Konzentration als 60 gew% nötig ist. Durch die sphärische Form der Eisenpartikel werden für die Ausbildung eines Netzwerks aus Füllstoffen aus Gründen der Packungsdichte vergleichsweise hohe Konzentrationen benötigt.

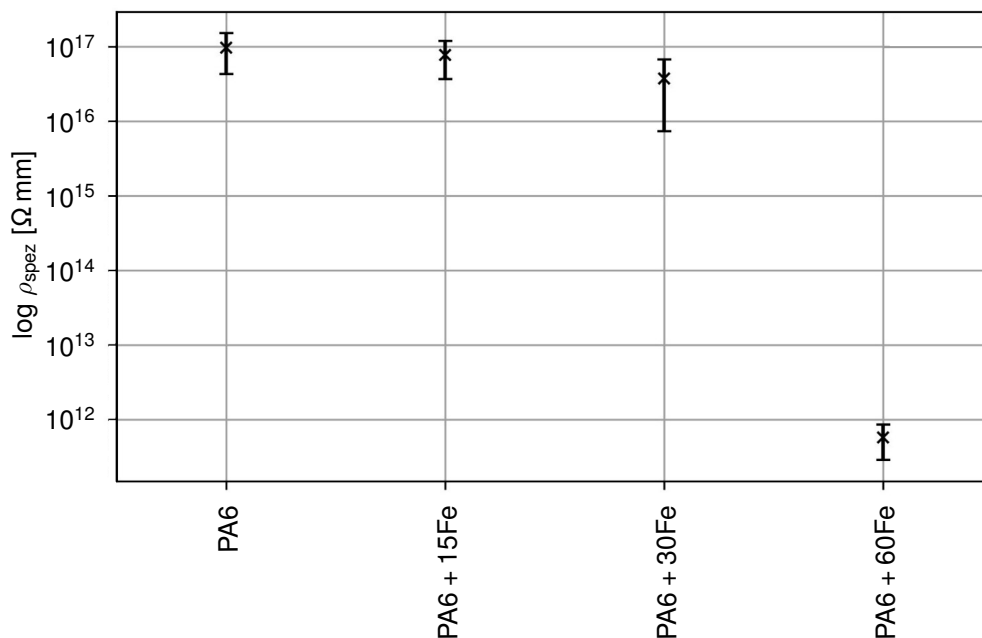


Abb. 4.11: Spezifischer Durchgangswiderstand unter Gleichstrom der PA6-Compounds mit Eisenpartikeln (Konzentrationsangaben in gew%)

In der Literatur finden sich verschiedene Angaben zum Perkolationsbereich von Eisenpartikeln. Partikelgröße, Matrixmaterial und Verarbeitungsprozesse der Compounds sind einige Faktoren, die hier eine Rolle spielen. Zois et al. untersuchten verschiedene mit Eisenpartikeln gefüllte Thermoplastmatrizes, deren Perkolationen im Bereich von 22 vol% (mit Polyethylen) bis 30 vol% (mit Polyamid) auftraten [87]. Dies passt gut zu den in dieser Arbeit erzielten Ergebnissen, da bei 60 gew% Eisen – was 19,3 vol% entspricht (siehe Tabelle 4.5) – noch keine vollständige Perkolationsverhalten erkennbar ist. Auch die Beobachtungen, die Psarras bei seinen Arbeiten mit eisenpartikelgefülltem Epoxidharz gemacht hat, weisen in diese Richtung: Bei Konzentrationen bis 17 vol% (maximale Konzentration in seiner Arbeit) zeigte sich kein Perkolationsverhalten [88]. In anderen

Arbeiten trat der Perkulationsbereich bei geringeren Konzentrationen auf. Acosta et al. haben bei 30 gew% Eisenpartikel in thermoplastischen Matrices Durchgangswiderstände im Bereich von $100 \Omega \text{ mm}$ gemessen, sodass hier bereits von perkulierendem Verhalten auszugehen ist [89]. Ähnliches berichten Kale et al. in ihren Arbeiten [90]. Göktürk et al. beobachteten bei Kompositen mit thermoplastischem Elastomer eine Änderung des Durchgangswiderstands um elf Größenordnungen bei der Erhöhung der Füllstoffkonzentration von 0,3 auf 0,5 vol%, was deutlich geringer ist [91]. Diese Unterschiede zwischen den einzelnen Arbeiten können verschiedene Ursachen haben, die durch die eingangs genannten Faktoren bedingt sein können: Eisenpartikel selbst unterscheiden sich je Hersteller in der Regel in ihrer Größenverteilung, ihrer genauen chemischen Zusammensetzung sowie möglicherweise in ihrer Partikelform, was eine direkte Vergleichbarkeit erschwert. Hinzu kommen die unterschiedlichen Verarbeitungsprozesse bzw. Prozessparameter bei der Herstellung der jeweiligen Proben, was die Netzwerkbildung beeinflusst. Göktürk et al. gehen beispielsweise nicht näher auf die Morphologie der Eisenpartikel in den gemessenen Proben ein.

PA6 mit Kurzkohlenstofffasern

Kurzkohlenstofffasern ermöglichen aufgrund ihres Aspektverhältnisses eine Netzwerkbildung bei deutlich geringeren Konzentrationen als die Eisenpartikel. Die entsprechenden Widerstandswerte sind in Abbildung 4.12 logarithmisch aufgetragen. Die Perkolation setzt im Bereich zwischen 5 und 10 gew% mit einem Faktor von etwa 10^9 ein und zeigt eine weitere Reduktion im Bereich von 10 bis 15 gew% um etwa 10^6 . Eine weitere Erhöhung der Konzentration führt zu keiner deutlichen Änderung des spezifischen Widerstands, weshalb man davon ausgehen kann, dass das System bei Konzentrationen von 15 gew% und mehr definitiv perkoliert vorliegt. Bei 10 gew% befindet man sich anscheinend im Übergang zur Perkolation, sodass Teile des Werkstoffs bereits entsprechende Netzwerkpfade aufweisen, während an anderen Stellen noch kein entsprechendes Netzwerk existiert. Hierfür sprechen die Unterschiede in den Größenordnungen bei den spezifischen Widerständen von 5 gew%, 10 gew% und 15 gew% Kurzkohlenstofffasern.

Noll [18] untersuchte in seiner Arbeit unter anderem Kurzkohlenstofffasern in einer Polyphenylensulfidmatrix. Er stellte fest, dass die Perkolation aufgrund stark variierender Widerstandswerte bei 5 gew% Kurzkohlenstofffasern beginnt und bei 15 gew% Kurzkohlenstofffasern und einem Widerstand von $1,1 \cdot 10^3 \Omega \text{ mm}$ nahezu abgeschlossen ist. Mit zunehmender Konzentration reduzierte sich der Widerstand lediglich leicht ($130 \Omega \text{ mm}$ bei 30 gew% Kurzkohlenstofffasern). Dieses Verhalten zeigt sich qualitativ auch bei den in dieser Arbeit durchgeführten Messungen (wie bereits erläutert).

Die erzielten Widerstandswerte unterscheiden sich teilweise um einige Größenordnungen.

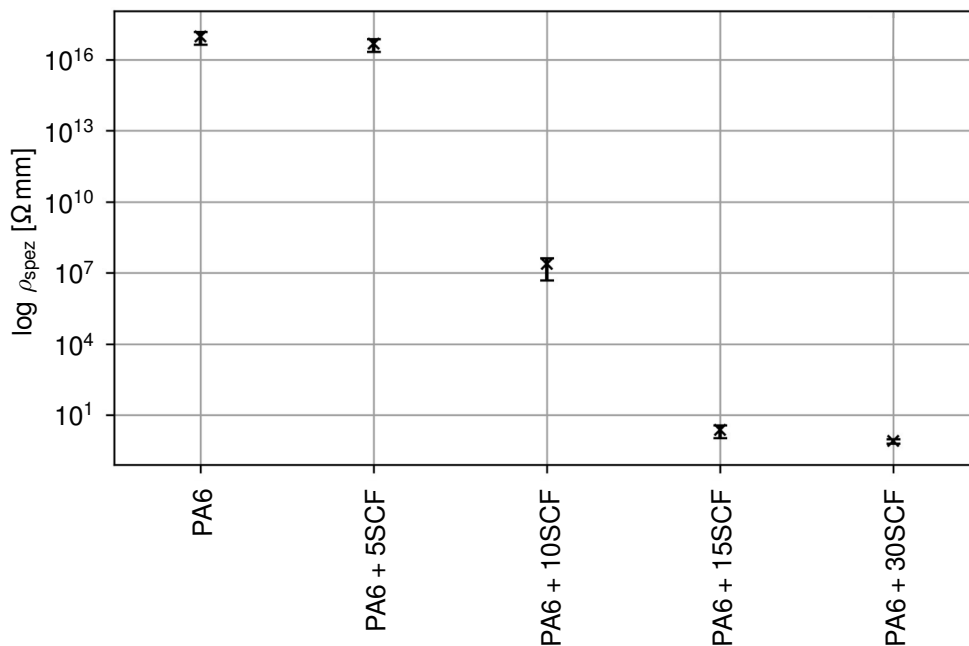


Abb. 4.12: Spezifischer Durchgangswiderstand unter Gleichstrom der PA6-Compounds mit Kurzkohlenstofffasern (Konzentrationsangaben in gew%)

gen. Während 5 gew% Kurzkohlenstofffasern bei Noll für Widerstandswerte im Bereich von 10^6 bis $10^{12} \Omega \text{ mm}$ sorgen, befinden sie sich in dieser Arbeit im Bereich $10^{16} \Omega \text{ mm}$ (siehe Tabelle 4.6). 10 gew% Kurzkohlenstofffasern erzielen bei Noll Widerstände im Bereich von $10^4 \Omega \text{ mm}$ und in der vorliegenden Arbeit im Bereich von $10^7 \Omega \text{ mm}$. Eine weitere Erhöhung der Konzentration ergibt bei Noll die bereits genannten Werte für 15 gew% bzw. 30 gew% Kurzkohlenstofffasern, während in dieser Arbeit Widerstandswerte im Bereich von 1-3 $\Omega \text{ mm}$ für diese Konzentrationen gemessen wurden. Dies bedeutet einen geringeren Widerstand von zwei bis drei Größenordnungen.

Mögliche Ursachen können unterschiedliche Leitfähigkeiten der verwendeten Kohlenstofffasertypen sowie unterschiedliche Faserlängen sein, Unterschiede im Messaufbau, der -durchführung und der Probengeometrie sowie der Probenherstellung und -präparation. Barton et al. [92] zeigten, dass füllstoffspezifische Unterschiede bei Kohlenstofffasern lediglich zu Werteunterschieden von weniger als einer Größenordnung führen (siehe hierzu auch den folgenden Absatz). Die gemessene Länge der Kohlenstofffasern befindet sich für beide Arbeiten im Mittel im Bereich von 150 bis 250 μm . Die Probenherstellung, die -präparation und die Durchführung der Messungen wurden ebenfalls sehr ähnlich vorgenommen, lediglich das Probenvolumen und die Kontaktierung zur Messung des Widerstands waren unterschiedlich. Noll verwendete Silberleitlack zur Kontaktierung, während in dieser Arbeit Kupferplättchen auf die Probe gepresst wurden (siehe Kapitel 3.4.1). Das untersuchte Probenvolumen betrug bei Noll 30 mm · 10 mm · 4 mm, während in dieser Arbeit Platten der Größe 88 mm · 80 mm · 3 mm

verwendet wurden (siehe Kapitel 3.2)). Die beiden letztgenannten Faktoren können zu unterschiedlich ausgebildeten und kontaktierten Füllstoffnetzwerken führen, was wiederum den Widerstand des Komposits beeinflusst und für die genannten Unterschiede in den Messdaten verantwortlich sein kann.

In seinen Untersuchungen mit Nylon 6,6 und Polycarbonat als Matrixwerkstoffe fand Clingerman die Perkolation im Bereich zwischen 15 und 30 gew% Kurzkohlenstofffasern, wo der Widerstand um die Größenordnung 14 auf $1,2 \cdot 10^3 \Omega \text{ mm}$ (bei 30 gew% Kurzkohlenstofffasern) abnahm [13]. King et al. zeigten ebenfalls, dass sich der Widerstand von kohlenstofffasergefüllten Thermoplasten bei Konzentrationen unter 20 gew% im Bereich von $10^{15} \Omega \text{ mm}$ befindet [14]. Sehr hohe Konzentrationen an Kurzkohlenstofffasern führen zu Durchgangswiderständen im Bereich von wenigen $\Omega \text{ mm}$, wie Barton et al. vorstellten [92]. Darüber hinaus verwendeten sie in ihrer Arbeit Kohlenstofffasern von verschiedenen Herstellern, sodass faserspezifische Unterschiede bei sonst identischer Probenherstellung illustriert wurden. Dies resultierte bei 44 vol% Faserkonzentration in Durchgangswiderständen von 2,1 und 5,3 $\Omega \text{ mm}$. Heiser et al. maßen bei ihren Versuchen mit 29,5 vol% Kurzkohlenstofffasern in Nylon 6,6 einen Durchgangswiderstand von 0,93 $\Omega \text{ mm}$ [81]. Ihre Untersuchungen ergaben als Perkulationskonzentration 0,034 vol%, was deutlich geringer ist als bei Clingerman und der hier vorliegenden Arbeit. Ebenfalls in einem vergleichsweise niedrigen Konzentrationsbereich von unter 5 gew% perkolierten die von Mironov et al. hergestellten Systeme [19]. Inhalt dieser Arbeit war die Untersuchung von Schichten aus Polyethylenkompositen mit Dicken unter 50 μm . Da die Kurzkohlenstofffasern, die Mironov et al. verwendeten, eine Ausgangslänge von 1,5 mm hatten, ist es möglich, dass in den dünnen Schichten bereits einige wenige Kohlenstofffasern für eine Perkolation sorgen. Dies demonstriert indirekt den Einfluss von Faserlänge, Probengeometrie und -herstellung.

PA6 mit Kurzkohlenstoff- und Stahlfasern

Stahlfasern, die aufgrund ihrer Duktilität eine größere Faserlänge als Kurzkohlenstofffasern im Spritzguss erlauben, beeinflussen die Netzwerkbildung im thermoplastischen Compound ebenfalls positiv. Die Kombination beider Faserfüllstoffe führt zu dem in Abbildung 4.13 gezeigten Perkulationsverhalten. Bereits bei 2,5 gew% Kohlenstoff- mit 5 gew% Stahlfasern beträgt der Unterschied zum ungefüllten PA6 eine Größenordnung von 10^9 , der sich bei der Verdopplung des Füllstoffgehalts um einen weiteren Faktor von 10^6 erhöht. Mit einer zweiten Verdopplung auf 10 gew% Kohlenstoff- mit 20 gew% Stahlfasern ändert sich der spezifische Widerstand im Rahmen der Standardabweichung nicht mehr, sodass die Perkolation bei 5 gew% Kohlenstoff- mit 10 gew% Stahlfasern als abgeschlossen angesehen werden kann.

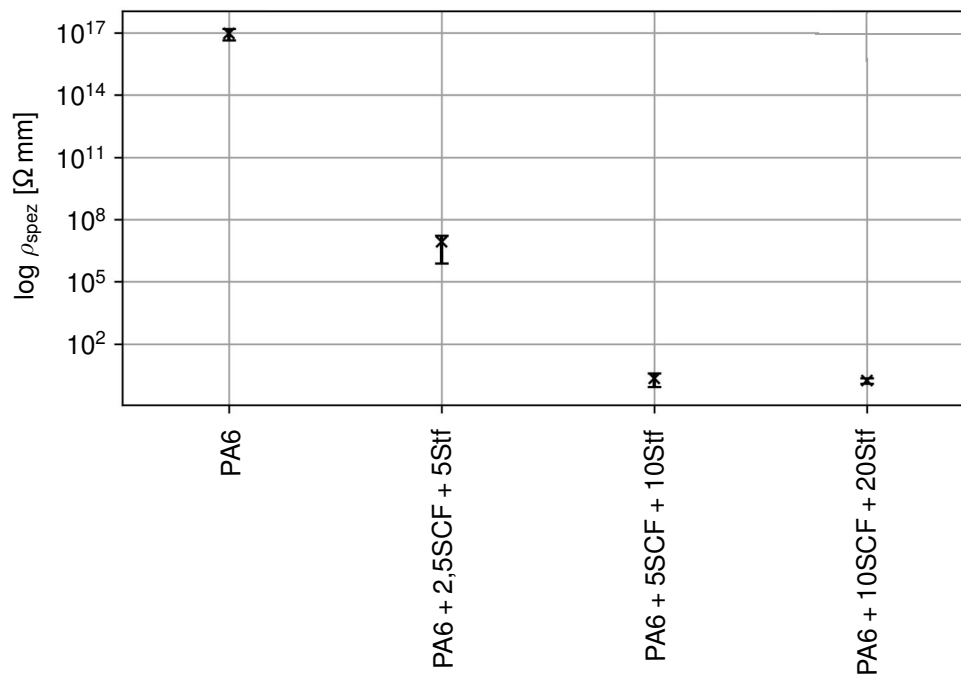


Abb. 4.13: Spezifischer Durchgangswiderstand unter Gleichstrom der PA6-Compounds mit Kurzkohlenstoff- und Stahlfasern (Konzentrationsangaben in gew%)

Die experimentelle Betrachtung von Stahlfasern als Füllstoff zeigt in der Literatur ähnliche Unterschiede wie Kurzkohlenstofffasern. Fragner stellte in seiner Arbeit als Perkolationsbereich für Stahlfasern eine Konzentration von 0,5 vol% fest [12], während Roth 2 gew% nannte [7]. Sun et al. maßen bei 2 vol% Stahlfasern Durchgangswiderstände im Bereich $10^8 \Omega \cdot \text{mm}$, was sich bei einer weiteren Erhöhung der Stahlfaserkonzentration lediglich um zwei Größenordnungen reduzierte [93]. Damit kann man davon ausgehen, dass sich Sun et al. bei den betrachteten Konzentrationen bereits im perkolierten Zustand befanden. Eine andere Untersuchung von Bridge et al. zeigte bei 1 vol% bereits einen Durchgangswiderstand im Bereich von $10^2 \Omega \cdot \text{mm}$, der sich bei weiterer Erhöhung der Stahlfaserkonzentration ebenfalls um zwei Größenordnungen verringerte. Dieses Verhalten spiegelt sich im hier untersuchten System wider.

PA6 mit Kurzkohlenstoff-, Stahlfasern und Graphitpartikeln

Graphitpartikel verformen sich in der Regel bei der Spritzgussverarbeitung und nehmen eine elliptische, dem Schmelzfluss des Thermoplasten entsprechende unregelmäßige Form an (siehe hierzu die lichtmikroskopischen Aufnahmen in den Abbildungen 4.5 und 4.3 sowie [6, 94, 95]). Auf diese Weise können sie bei entsprechender Konzentration die Netzwerkbildung der faserförmigen Füllstoffe unterstützen. Ihr Effekt bezogen auf den spezifischen Widerstand ist in Abbildung 4.14 zu sehen. Die Perkolation tritt hier in sehr ähnlichen Konzentrationsbereichen wie bei der Füllstoffkombination von

Kohlenstoff- und Stahlfasern ein. Bei der Konzentration von 2,5 gew% Kohlenstoff- mit 5 gew% Stahlfasern und 5 gew% Graphitpartikel beträgt der Unterschied zur ungefüllten Matrix in der Größenordnung bereits 10^{15} . Bei einer Erhöhung der Füllstoffe ändert sich die Größenordnung des spezifischen Widerstandes im Rahmen der Standardabweichung nicht, sodass hier bereits bei dieser vergleichsweise geringen Konzentration von einem perkolierten System auszugehen ist.

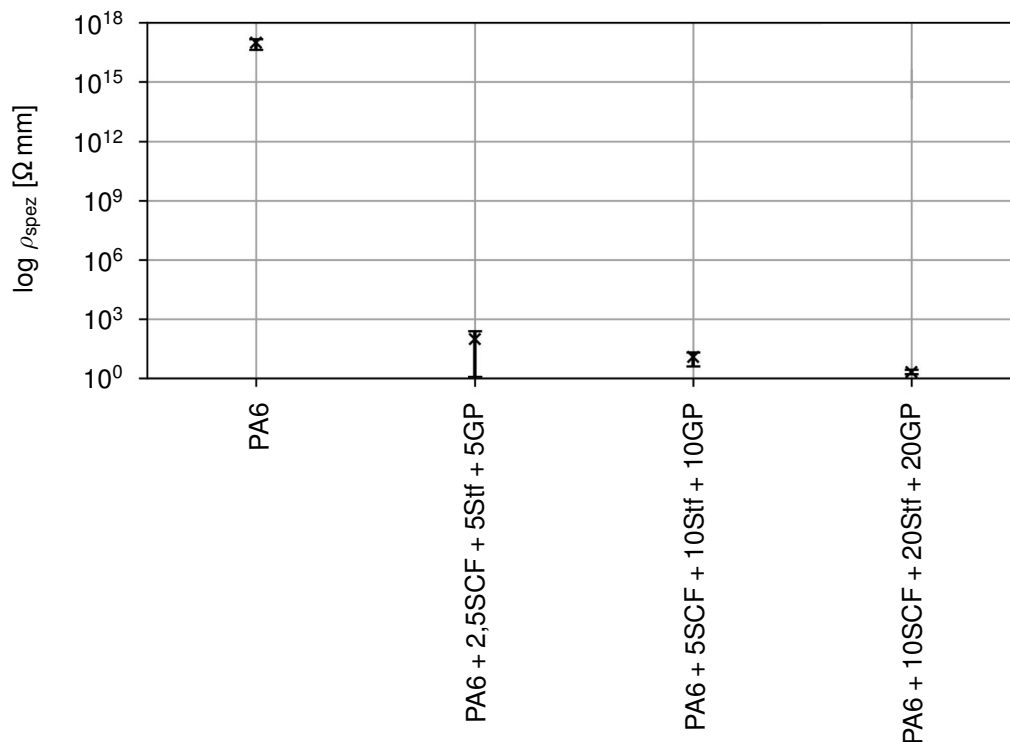


Abb. 4.14: Spezifischer Durchgangswiderstand unter Gleichstrom der PA6-Compounds mit Kurzkohlenstofffasern, Stahlfasern und Graphitpartikel (Konzentrationsangaben in gew%)

Graphitpartikel gibt es in verschiedenen Ausführungen, die unterschiedliche elektromagnetische Eigenschaften besitzen. Dementsprechend tritt die Perkolation bei unterschiedlichen Konzentrationen auf. Zheng et al. ermittelten für Graphitpartikel eine Perkulationsgrenze von 3,5 gew%, die sie durch die Verwendung von expandiertem Graphit deutlich auf unter 2 gew% senken konnten [96]. Zhao et al. zeigten, dass eine Ultraschallbehandlung von expandiertem Graphit den Perkulationsbereich von 2 auf 1 gew% senken kann [97]. Heiser et al. stellten in ihren Untersuchungen von synthetisch hergestelltem Graphit in Nylon 6,6 fest, dass bereits 0,11 vol% zu einem perkolierenden Verhalten führen [81]. In ihrer Arbeit gingen sie auch auf höhere Füllgrade ein – für eine Konzentration von 25,3 vol% ergab sich ein Widerstand von $43 \Omega \text{ mm}$. Debelak et al. unterboten diesen Wert, indem sie exfolierten Graphit in Expoxidharz untersuchten und bei 20 gew% einen spezifischen Durchgangswiderstand von $5 \cdot 10^{-2} \Omega \text{ mm}$ erhiel-

ten [98].

Clingerman verwendete in seiner Arbeit ein kommerziell erhältliches Graphit, das in einer Polyamidmatrix bei Konzentrationen im Bereich 20-30 gew% perkolierte und bei 30 gew% einen Widerstandswert von $9,5 \cdot 10^7 \Omega \text{ mm}$ aufwies. Die Kombination dieser Graphitpartikel mit Kurzkohlenstofffasern lieferte bei 20 gew% Fasern und 30 gew% Graphit einen Widerstandswert in der Größenordnung $10^2 \Omega \text{ mm}$ [13].

Der Zustand des in dieser Arbeit verwendeten Graphits ist nicht näher bekannt (kommerzielles Compound). Der Vergleich zwischen den hier erzielten Messdaten aus Kurzkohlenstoff- und Stahlfaser mit der Füllstoffkombination Kurzkohlenstoff-, Stahlfaser und Graphitpartikel zeigt, dass das hier verwendete Graphit bei Fasergesamtkonzentrationen unter 8 gew% den Widerstand um mehrere Größenordnungen verringern kann. Bei höheren Konzentrationen dominieren offenbar bereits die Netzwerke der faserförmigen Füllstoffe, sodass durch die Zugabe von Graphit in dieser Arbeit bezogen auf den spezifischen Durchgangswiderstand kein weiterer Effekt sichtbar ist.

Tabelle 4.7 liefert eine kurze Übersicht über die Perkulationsbereiche der betrachteten Füllstoffe bzw. -kombinationen.

Füllstoff bzw. -kombination	Mindestkonzentration(en) für Perkolation
Eisenpartikel	mehr als 60 gew% Fe
Kurzkohlenstofffasern	(10) 15 gew% SCF
Kurzkohlenstoff- und Stahlfasern	5 gew% SCF+ 10 gew% Stf
Kurzkohlenstoff-, Stahlfasern und Graphitpartikel	2,5 gew% SCF + 5 gew% Stf + 5 gew% GP

Tab. 4.7: Für die Perkolation notwendige Mindestkonzentrationen der betrachteten Füllstoffe bzw. -kombinationen in PA6

Wie bereits erwähnt wirkt sich die Zugabe von Graphit auf die Kombination von Kurzkohlenstoff- und Stahlfaser in Form einer Perkolation bei niedrigeren Konzentrationen aus. Ohne Graphit ist eine fast doppelt so hohe Konzentration an Kurzkohlenstoff- und Stahlfasern nötig, um ein perkolierendes Verhalten zu erzeugen. Bei Kurzkohlenstofffasern allein tritt die Perkolation ab der gleichen Konzentration wie die Gesamtkonzentration bei Kurzkohlenstoff- und Stahlfaser gemischt auf, allerdings ist hier das größere Volumen der Stahlfasern zu beachten. Bezogen auf die Anzahl an Fasern sind im Komposit mit 15 gew% Kurzkohlenstofffasern somit mehr Fasern vorhanden als in Summe im Komposit mit 5 gew% Kurzkohlenstofffasern und 10 gew% Stahlfasern. Die Zugabe von Graphitpartikel als drittem Füllstoff ermöglicht die Netzwerkbildung in dieser Arbeit bereits bei noch geringeren Füllstoffkonzentrationen, da die Graphitpartikel durch ihre

unregelmäßige bzw. unspezifische Form (siehe vergrößerte Darstellung in Abbildung 4.5 auf Seite 44), die sie durch den Schmelzfluss im Spritzguss erhalten, die Bildung eines leitfähigen Netzwerks unterstützen können. Damit wurde gezeigt, dass mit den hier ausgewählten faserförmigen Füllstoffen Netzwerke mit Leitfähigkeitspfaden gebildet werden können. Bei der Verwendung von Eisenpartikel zeigt sich dagegen, dass bei sphärischen Füllstoffen höhere Füllgrade – in diesem Fall über 60 gew% – für ein perkolierendes Verhalten nötig sind [99]. Diese Beobachtungen wurden mit in der Literatur publizierten Werten und Betrachtungen verglichen und entsprechend eingeordnet.

Anwendung der allgemeinen Perkolationstheorie

Tabelle 4.8 beinhaltet die ermittelten Kennwerte der linearen Näherungen, die entsprechend Gleichung 3.4 an den logarithmisch aufgetragenen Messdaten vorgenommen wurden. Wie bereits erwähnt und in Tabelle 4.7 zu sehen, wurden für die Compounds mit Eisenpartikeln als Füllstoff kein vollständig perkoliertes System erzielt. Hierfür sind Konzentrationen über 60 gew% nötig, sodass in dieser Arbeit keine Berechnungen entsprechend der allgemeinen Perkolationstheorie für Eisenpartikel vorgenommen werden konnten. Bei der gleichzeitigen Verwendung der drei Füllstoffe Kurzkohlenstoff-, Stahlfaser und Graphitpartikel ist das Gegenteil der Fall: Da mit den hier betrachteten Konzentrationen deutlich perkolierende Systeme erzielt wurden, liefern lineare Näherungen nach der allgemeinen Perkolationstheorie ein sehr geringes Bestimmtheitsmaß sowie keine eindeutige Perkolkonzentration V_{th} (im Rahmen der Genauigkeit). In diesem Fall müssen geringere Konzentrationen betrachtet werden. Für die mit Kurzkohlenstofffasern verstärkten Compounds wurden die Daten bei 10 gew% berücksichtigt, da dieses System bereits teilweise eine Perkolation aufweist.

Füllstoff bzw. -kombination	Kurzkohlenstofffasern	Kurzkohlenstoff- und Stahlfasern
Theoretische Perkulationsgrenze bzw. -konzentration V_{th}	9,99	7,49
Exponent t_{PK}	$1,465 \pm 0,013$	$1,289 \pm 0,021$
$\log \sigma_0$	$-3,225 \pm 0,076$	$-3,696 \pm 0,138$
σ_0	$5,957 \cdot 10^{-4}$	$2,014 \cdot 10^{-4}$
R^2 des linearen Fits	0,9936	0,9780

Tab. 4.8: Daten der linearen Näherungen entsprechend der allgemeinen Perkolationstheorie nach Gleichung 3.4

Die linearen Näherungen liefern jeweils ein Bestimmtheitsmaß von über 95%. Für die Beurteilung der Perkulationsbereiche wurde eine Widerstandsänderung von mindes-

tens fünf Größenordnungen vorausgesetzt. Diese Änderung trat in den meisten Fällen zwischen zwei der in dieser Arbeit untersuchten Füllstoffkonzentrationen ein, sodass der Perkulationsbereich lediglich durch diese zwei Konzentrationen bestimmt wurde. Die Ausnahme bilden hier die Komposite mit Kurzkohlenstofffasern als Füllstoff. Hier erfolgte diese Änderung im Bereich zwischen 5 und 15 gew% mit 10 gew% in der Mitte, sodass der Perkulationsbereich hier genauer aufgelöst werden konnte. Bei einer Konzentration von 10 gew% befindet sich dieses System am Übergang zur Perkulation, was gut mit der Perkulationskonzentration von 9,99 gew%, die mit der allgemeinen Perkulationstheorie berechnet wurde, übereinstimmt. Bei den übrigen Füllstoffen bzw. -kombinationen ist eine Aussage über das Verhalten der Widerstandswerte innerhalb des experimentell bestimmten Perkulationsbereichs mit den in dieser Arbeit erzielten Ergebnissen nicht möglich. Vor diesem Hintergrund ist zu erwarten, dass die mittels der allgemeinen Perkulationstheorie berechneten Perkulationskonzentrationen innerhalb dieses experimentell bestimmten Konzentrationsbereichs liegen. Dies zeigt sich bei der nach der allgemeinen Perkulationstheorie berechneten Perkulationskonzentration von 7,49 gew% für Komposite mit Kurzkohlenstoff- und Stahlfasern als Füllstoffkombination.

Die allgemeine Perkulationstheorie erlaubt damit prinzipiell die Vorhersage des Perkulationsbereichs basierend auf den in dieser Arbeit experimentell ermittelten Daten.

Simulation der elektrischen Leitfähigkeit

Exemplarisch wurde die Leitfähigkeit in Dickenrichtung für Kurzkohlenstofffasern als Füllstoff wie in Kapitel 3.4.1 geschildert simulativ berechnet. Die Ergebnisse sind den experimentell gemessenen Widerstandswerte in Tabelle 4.9 gegenübergestellt.

Füllstoffkonzentration	Experimentell gemessener Widerstand [Ω mm]	Simulativ berechneter Widerstand [Ω mm]
5 gew% SCF	$4,8 \cdot 10^{16} \pm 2,6 \cdot 10^{16}$	–
10 gew% SCF	$2,4 \cdot 10^7 \pm 1,9 \cdot 10^7$	53,10
15 gew% SCF	$2,4 \pm 1,3$	1,40
20 gew% SCF	–	0,49
25 gew% SCF	–	0,25
30 gew% SCF	$0,8 \pm 0,2$	0,15

Tab. 4.9: Gegenüberstellung der experimentell und simulativ bestimmten Durchgangswiderstände für den Füllstoff Kurzkohlenstofffaser

Eine direkte Vergleichbarkeit der Werte ist nicht möglich. Die Modellgröße der simulierten Werte betrug aus Gründen der Auflösung und Rechenzeit 500 μ m, während die real gemessenen Proben eine Messlänge im Bereich einiger Millimeter bis Zentimeter

aufwiesen. Neben der Probengeometrie variierten bei den experimentellen Messungen auch die angelegten Spannungen. Die Verwendung von unterschiedlichen Spannungen führte bei der Simulation berechnungsbedingt zu identischen Widerstandswerten. Ziel dieser Untersuchung war die Identifikation des Perkolationsbereichs mithilfe der Simulation. Das Kriterium hierfür ist eine Änderung des Widerstands bzw. der Leitfähigkeit um mindestens fünf Größenordnungen, was für den Übergang zwischen PA6 und 10 gew% Kurzkohlenstofffasern gegeben ist. Die Durchführung der Simulation von 5 gew% Kurzkohlenstofffasern überstieg die Möglichkeiten des verwendeten Computersystems. Experimentell befinden sich Systeme mit 10 gew% Kurzkohlenstofffasern in dieser Arbeit im Perkolationsbereich, der bei 15 gew% abgeschlossen ist. Dieses Verhalten spiegelt sich in der simulativen Betrachtung nicht wider, da sich die Größenordnung des Widerstands bei 10 gew% bereits um 15 geändert hat und sich gegenüber 15 gew% lediglich um eine weitere Größenordnung ändert. Die Simulation bildet mit der hier durchgeführten Methodik weder den Perkolationsbereich noch die Größenordnung des materialtypischen Widerstands ab.

4.3.2 Durchgangswiderstand unter Wechselstrom

Vor dem Hintergrund der elektromagnetischen Induktion wurde der Wechselstromwiderstand gemessen. Messbedingt wurden die Frequenzen 499 und 535 kHz, die für die Frequenz des Induktionsfeldes relevant sind, ausgewertet (siehe nachfolgendes Kapitel 4.3.3). Die entsprechenden Mittelwerte und Standardabweichungen sind in Tabelle 4.10 und Abbildung 4.15 dargestellt.

Als Wechselstromwiderstand wird hier der Betrag des komplexen Widerstands ρ^* , der unter Berücksichtigung der Probengeometrie entsprechend Gleichung 3.3 aus der komplexen Impedanz berechnet wird, bezeichnet. Durch das Anlegen eines frequenzabhängigen Potentials entsteht – neben dem gleichstrombedingten Anteil – ein zusätzlicher Beitrag zur komplexen Leitfähigkeit [88, 100]. Dies ist der Fall bei ungeordneten Festkörpern wie hier mit dem partikel- und fasergefüllten teilkristallinen Thermoplast PA6. Abhängig vom jeweiligen Leitfähigkeitsmechanismus kommt es mit zunehmender Frequenz zu einer Abnahme des elektrischen Widerstandes um mehrere Größenordnungen. Die Änderung des Widerstands bzw. der Leitfähigkeit weist eine Potenzabhängigkeit von der Frequenz auf (Gleichung 4 in [101]: $\sigma_{AC}'(\omega) \propto \omega^s$ mit frequenzabhängiger Wechselstromleitfähigkeit σ_{AC} bzw. $\sigma_{AC}(\omega)$ der Frequenz $\omega = 2\pi f$ und Exponent s). Dyre et al. nennen als Mechanismen hier Ionen- und Elektronenleitfähigkeit, wobei sie im Rahmen ihrer Arbeit aufzeigen, dass sich dieses Verhalten unter Wechselstrom identisch beschreiben lässt [101].

Isolatoren wie Thermoplaste weisen in der Regel bei ausreichend hohen Frequenzen eine Leitfähigkeit basierend auf der Bewegung von Ionen auf, was unter Gleichstrom

Füllstoffkonzentration	Widerstand [Ω mm] bei 499 kHz	Widerstand [Ω mm] bei 535 kHz
PA6 (ohne Füllstoff)	$8,80 \cdot 10^6 \pm 0,15 \cdot 10^6$	$8,22 \cdot 10^6 \pm 0,14 \cdot 10^6$
15 gew% Fe	$7,78 \cdot 10^6 \pm 0,09 \cdot 10^6$	$7,27 \cdot 10^6 \pm 0,09 \cdot 10^6$
30 gew% Fe	$6,42 \cdot 10^6 \pm 0,13 \cdot 10^6$	$5,99 \cdot 10^6 \pm 0,12 \cdot 10^6$
60 gew% Fe	$1,32 \cdot 10^6 \pm 0,06 \cdot 10^6$	$1,24 \cdot 10^6 \pm 0,05 \cdot 10^6$
5 gew% SCF	$6,96 \cdot 10^6 \pm 0,09 \cdot 10^6$	$6,50 \cdot 10^6 \pm 0,08 \cdot 10^6$
10 gew% SCF	$5,80 \cdot 10^3 \pm 3,5 \cdot 10^3$	$5,51 \cdot 10^3 \pm 3,2 \cdot 10^3$
15 gew% SCF	$3,28 \pm 1,01$	$3,30 \pm 1,01$
30 gew% SCF	$2,99 \pm 0,30$	$3,19 \pm 0,32$
2,5 gew% SCF + 5 gew% Stf	$12,55 \cdot 10^3 \pm 10,86 \cdot 10^3$	$12,11 \cdot 10^3 \pm 10,35 \cdot 10^3$
5 gew% SCF + 10 gew% Stf	$62,24 \pm 40,36$	$62,28 \pm 40,35$
10 gew% SCF + 20 gew% Stf	$3,54 \pm 0,44$	$3,73 \pm 0,46$
2,5 gew% SCF + 5 gew% Stf + 5 gew% GP	$518,99 \pm 536,39$	$516,37 \pm 529,63$
5 gew% SCF + 10 gew% Stf + 10 gew% GP	$82,76 \pm 25,49$	$82,77 \pm 25,43$
10 gew% SCF + 20 gew% Stf + 20 gew% GP	$3,96 \pm 0,37$	$4,16 \pm 0,37$

Tab. 4.10: Spezifischer Durchgangswiderstand unter Wechselstrom bei 499 und 535 kHz je Füllstoffkonzentration und -kombination

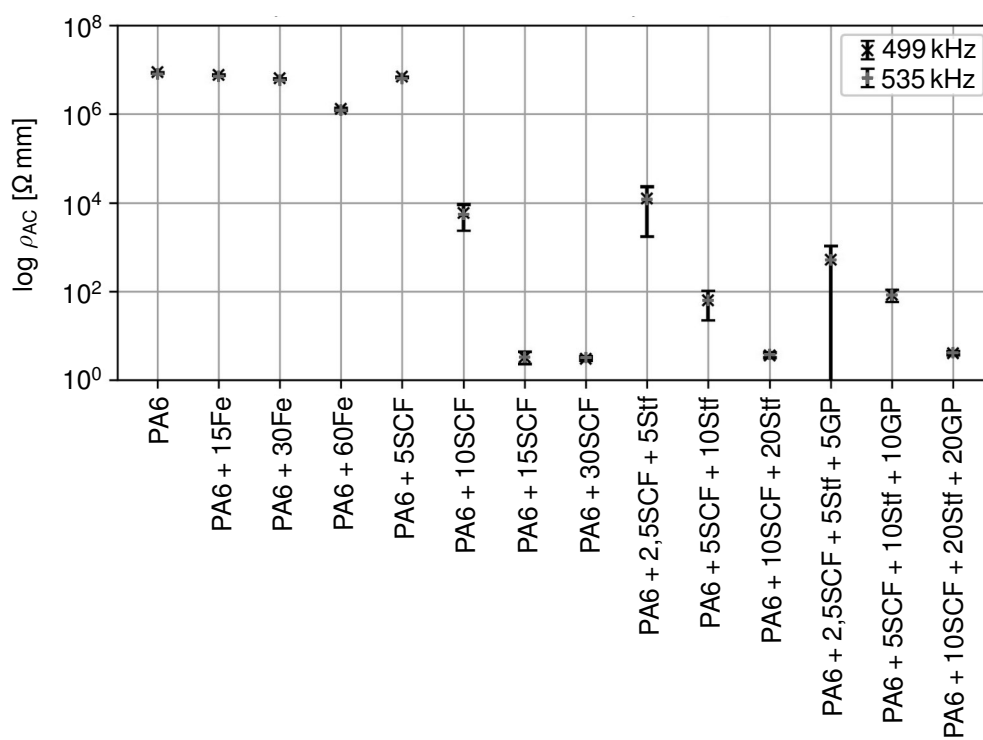


Abb. 4.15: Durchgangswiderstand unter Wechselstrom der Füllstoffkonzentrationen und -kombinationen mit Standardabweichungen (Konzentrationsangaben in gew%)

nicht möglich ist. Im Fall eines perkolierenden Netzwerks übernehmen – wie auch unter Gleichstrom – Elektronen die Leitung des Stroms. Verglichen mit dem Gleichstromwiderstand sorgt die einsetzende Ionenleitung bei den nicht perkolierten Systemen für eine deutliche Abnahme des Widerstands, während die perkolierten Systeme Werte in der gleichen Größenordnung liefern wie unter Gleichstrom.

Im Rahmen der Standardabweichungen sind kaum bzw. keine signifikanten Unterschiede zwischen den bei den jeweiligen Frequenzen ermittelten Widerständen festzustellen. Die Standardabweichungen selbst sind teilweise um bis zu einer Größenordnung geringer als die Mittelwerte mit Ausnahme der am geringsten konzentrierten Kombination von Kurzkohlenstoff- und Stahlfasern sowie Kurzkohlenstoff-, Stahlfasern und Graphitpartikeln. Die Standardabweichungen für 2,5 gew% Kurzkohlenstoff- mit 5 gew% Stahlfasern betragen $10,86 \cdot 10^3 \Omega \text{ mm}$ bzw. $10,35 \cdot 10^3 \Omega \text{ mm}$, was fast den Mittelwerten ($12,55 \cdot 10^3 \Omega \text{ mm}$ bzw. $12,11 \cdot 10^3 \Omega \text{ mm}$) entspricht. Bei der Konzentration von 2,5 gew% Kurzkohlenstoff- mit 5 gew% Stahlfasern und 5 gew% Graphitpartikeln sind die Standardabweichungen höher als die Mittelwerte ($518,99 \pm 536,39 \Omega \text{ mm}$ bzw. $516,37 \pm 529,63 \Omega \text{ mm}$). Die Messwerte der einzelnen Proben weisen bei diesen Füllstoffkombinationen und -konzentrationen eine starke Streuung auf. Durch die Messungen mit Gleichstrom (siehe Kapitel 4.3.1 und Tabelle 4.7) ist bekannt, dass die Komposite mit 2,5 gew% Kurzkohlenstoff- und 5 gew% Stahlfasern noch kein perkolierendes Füllstoffnetzwerk ausgebildet haben. Die Zugabe von Graphitpartikeln resultiert dagegen in einem unter Gleichstrom perkolierenden Netzwerk, sodass die Komposite mit 2,5 gew% Kurzkohlenstoff-, 5 gew% Stahlfasern und 5 gew% Graphitpartikeln ein entsprechendes Verhalten bei den Gleichstrommessungen zeigen. Aufgrund der geringen Konzentration ist anzunehmen, dass das leitfähige Netzwerk aus einer vergleichsweise geringen Anzahl an Netzwerkpfaden besteht, die lokal und innerhalb der einzelnen Probenplatten variieren. Möglicherweise sind aus diesem Grund beide Mechanismen – sowohl die Elektronen- als auch die Ionenleitung – lokal in den Proben aktiv. Diese Effekte können sich gegenseitig beeinflussen und dadurch für die sehr große Streuung sorgen.

Im Kapitel 4.3.1 wurde das Perkolationsverhalten unter Gleichstrom für jede Füllstoffkombination ausführlich erläutert. Eine entsprechende Gegenüberstellung der unter Gleich- und unter Wechselstrom erzielten Ergebnisse zeigt ein analoges, von den jeweiligen Konzentrationen abhängiges Perkolationsverhalten unter Wechselstrom. Bei den Messungen mit Wechselstrom zeigt eine Änderung des Widerstands um fünf oder mehr Größenordnungen ebenfalls den Übergang zu einem perkolierten System der jeweiligen Füllstoffart bzw. -kombination in Abhängigkeit von der Konzentration an. Die mittels Wechselstrom erzielten Ergebnisse liefern damit die gleichen Mindestkonzentration(en) für die Perkolationsbereiche wie unter Gleichstrom (siehe Tabelle 4.7) mit Ausnahme der Kombination von Kurzkohlenstoff- mit Stahlfasern und Graphitpartikeln. Wie im vor-

angegangenen Absatz ausführlich erläutert kann bei den Kompositen mit 2,5 gew% Kurzkohlenstoff-, 5 gew% Stahlfasern und 5 gew% Graphitpartikeln unter Wechselstrom nicht von einem vollständig perkolierten System ausgegangen werden. Auch unterscheidet sich der gemittelte Widerstandswert unter Wechselstrom dieser Komposite (etwa $0,5 \cdot 10^3 \Omega \text{ mm}$) nur um drei bis vier Größenordnungen von dem Wert für PA6 (etwa $8 \cdot 10^6 \Omega \text{ mm}$ unter Wechselstrom), was nicht dem Kriterium von fünf oder mehr Größenordnungen entspricht. Komposite mit doppelter Konzentration (PA6 mit 5 gew% Kurzkohlenstoff-, 10 gew% Stahlfasern und 10 gew% Graphitpartikeln) weisen unter Wechselstrom einen Widerstand von etwa $82 \Omega \text{ mm}$ auf und erfüllen damit das Kriterium.

4.3.3 Charakteristika des Magnetfelds

Zur Ermittlung der Frequenz, der induzierten Spannung und damit der abstandsabhängigen Intensität des elektromagnetischen Wechselfeldes wurden wie in Kapitel 3.5.1 beschriebene Versuche durchgeführt. Die Messspule wurde hierbei sowohl parallel als auch senkrecht zur Induktionsspule angeordnet.

Das elektromagnetische Wechselfeld breitet sich senkrecht zur Richtung des Stromflusses und kreisförmig um den stromführenden Leiter aus. Betrachtet man den in dieser Arbeit verwendeten Induktor ideal als eine kreisförmige Leiterschleife, so führt dies bei paralleler Anordnung von Mess- und Induktionsspule zu einer Durchdringung der Messspule entlang der Längsachse. Dies resultiert in der Induktion einer Spannung – U_{ind} – in die Messspule. Bei einer senkrechten Anordnung von Mess- zu Induktionsspule kann keine Induktion in die Messspule erfolgen. Die Tatsache, dass hier in senkrechter Anordnung eine induzierte Spannung gemessen wird (siehe Abbildung 4.16), zeigt die begrenzte Gültigkeit der Annahme einer kreisförmigen Leiterschleife.

Zur qualitativen Illustration des Biot-Savart-Gesetzes (siehe Gleichung 2.9 auf Seite 13 bzw. im Fall einer idealen kreisförmigen Leiterschleife Gleichung 2.10 auf Seite 13) werden die experimentell ermittelten Werte für B_0 , das proportional zur magnetischen Erregung H ist, in Abhängigkeit vom Abstand zwischen Induktions- und Messspule in Abbildung 4.16 dargestellt. Die Abhängigkeit der Intensität des elektromagnetischen Wechselfeldes vom Abstand zur Induktionsspule ist deutlich zu erkennen. Aus den durchgeführten Versuchen wurde ebenfalls die Frequenz des elektromagnetischen Wechselfeldes in paralleler Anordnung der Spulen zu $523,59 \pm 4,20 \text{ kHz}$ und senkrecht zu $525,79 \pm 0,41 \text{ kHz}$ berechnet. Im Rahmen der Standardabweichung unterscheiden sich diese Werte kaum. Messtechnisch gesehen sind sowohl die Positionierung als auch die Anordnung der Messspule fehlerbehaftet. Eine signifikante Erwärmung der Messspule wurde verhindert, aber eine geringe Temperaturzunahme konnte nicht vermieden werden. Diese Ursachen können zu den gemessenen Frequenzwerten und Standard-

abweichungen führen. Darüber hinaus wurde für die Berechnung der Frequenzen von einer idealen kreisförmigen Leiterschleife ausgegangen, was wie bereits erwähnt eine nur begrenzt gültige Annahme ist. Für die weiteren Untersuchungen wird basierend auf diesen Betrachtungen der Frequenzbereich, in dem sich die beiden experimentell ermittelten Frequenzen befinden, zugrunde gelegt.

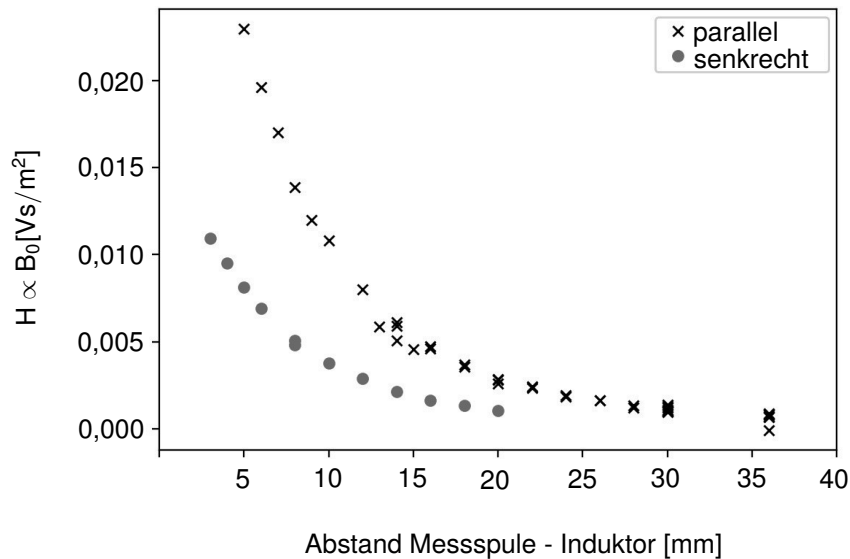


Abb. 4.16: Für B_0 experimentell aus der Induktionsspannung U_{ind} ermittelte Messdaten entsprechend Gleichung 3.6 (mit Windungszahl $N = 50$, Querschnittsfläche der Messspule $A = 19,6 \text{ mm}^2$ und Kreisfrequenz $\omega = 2\pi f$ mit $f_{\text{parallel}} = 523,59 \pm 4,20 \text{ kHz}$ und $f_{\text{senkrecht}} = 525,79 \pm 0,41 \text{ kHz}$)

4.3.4 Erwärmung im Magnetfeld

Die induktive Erwärmung der Probenplatten wurde wie in Kapitel 3.5 beschrieben mit einem Abstand von 1 mm zwischen Induktor und Probenplatte durchgeführt. Zur besseren Übersicht und Vergleichbarkeit wurden die erzielten Heizraten inner- und außerhalb der Induktionsspule getrennt in Tabelle 4.11 und den Abbildungen 4.17 und 4.18 dargestellt.

Eine messbare induktive Erwärmung tritt bei ausreichendem Füllstoffgehalt auf, was im Folgenden je Füllstoffart und -kombination näher erläutert wird. Zwischen den Messergebnissen auf der Vorder- und auf der Rückseite gibt es im Rahmen der Standardabweichungen keinen eindeutigen Unterschied mit Ausnahme der Füllstoffkonzentration von 10 gew% Kurzkohlenstoff- mit 20 gew% Stahlfasern (Dies wird im weiteren Verlauf

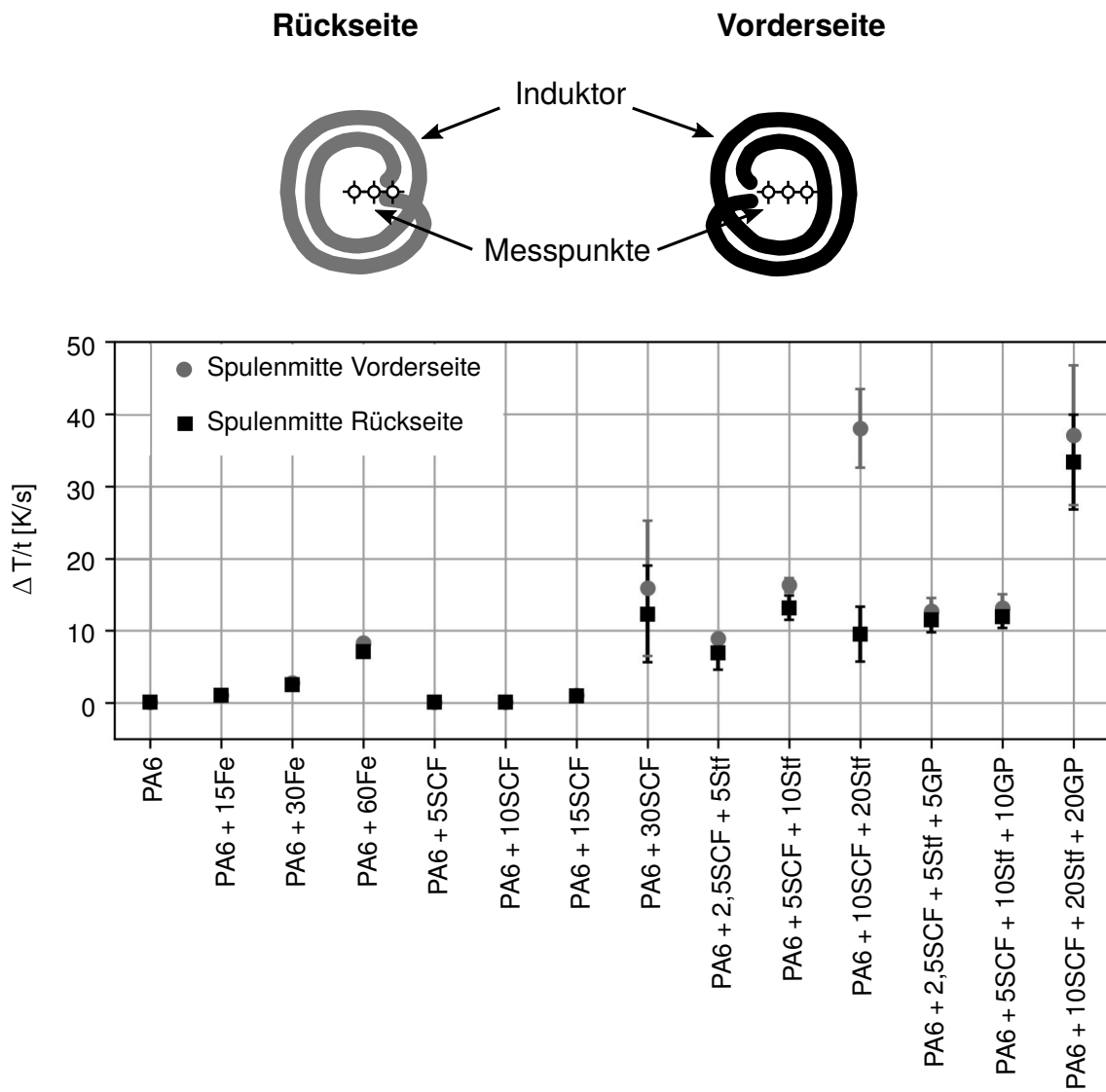


Abb. 4.17: Heizraten im Spulenzentrum (Konzentrationsangaben in gew% , Abstand Induktor-Probenplatte: 1 mm)

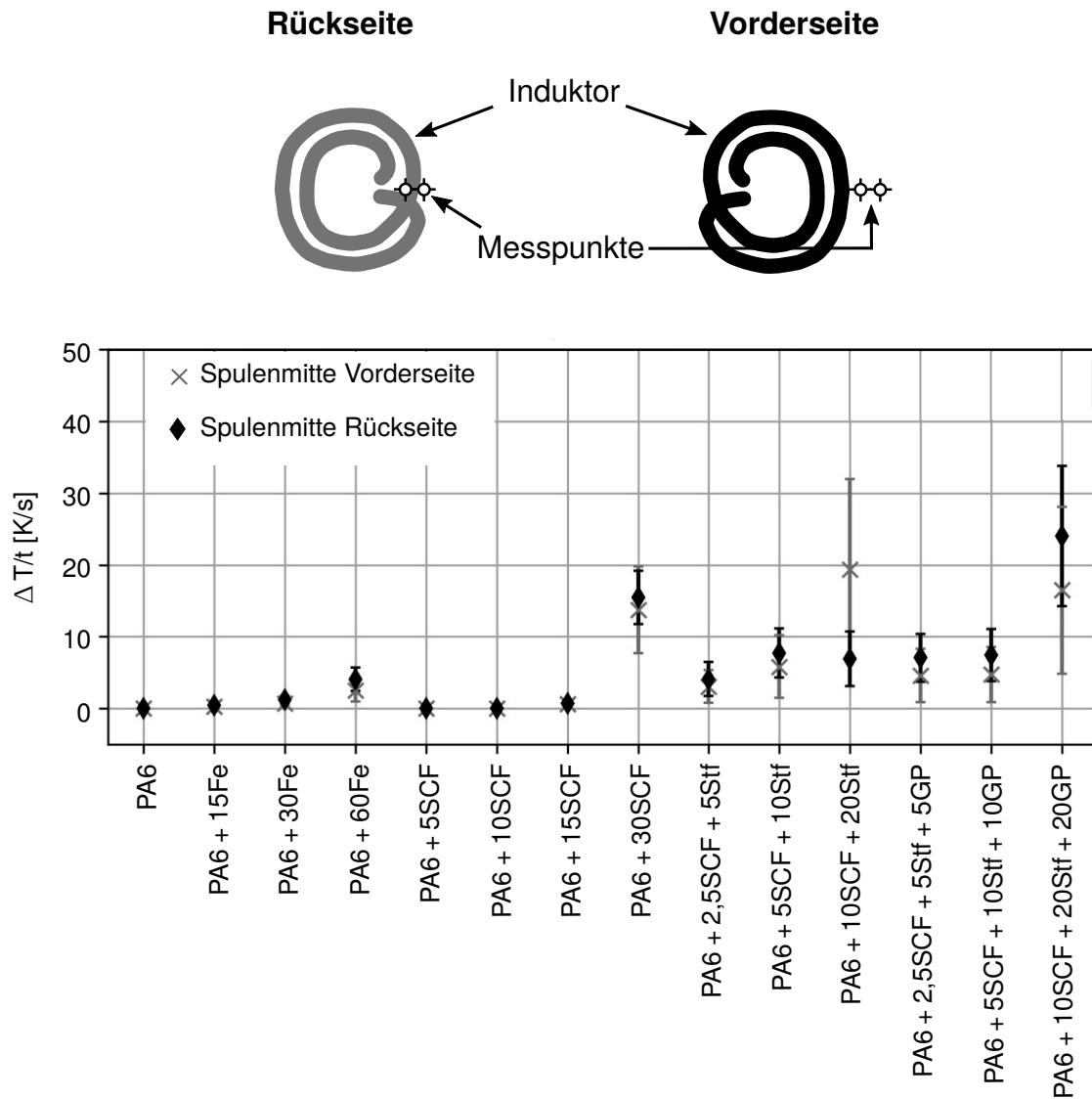


Abb. 4.18: Heizraten neben der Induktionsspule (Konzentrationsangaben in gew% , Abstand Induktor-Probenplatte: 1 mm)

näher erläutert.). Betrachtet man die Mittelwerte allein, so ist die Heizrate auf der Vorderseite höher als auf der Rückseite. Auf der Vorderseite ist die Heizrate in der Spulenmitte in der Regel ebenfalls höher als außerhalb der Spule. Beides entspricht qualitativ den Erwartungen, da die Wärmeerzeugung auf der der Spule zugewandten Seite erfolgt bzw. im Spulenzentrum entsprechend dem elektromagnetischen Feld am höchsten ist (siehe hierzu auch Abbildung 4.19, die den Verlauf der Feldlinien des elektromagnetischen Feldes skizziert, und Abbildung 4.16, die die Intensität des elektromagnetischen Feldes abhängig vom Abstand der Messspule zum Mittelpunkt der Induktorspule zeigt). Qualitativ spiegelt dies den Wärmefluss von der Vorderseite zur Rückseite wider. Zwischen den im Spulenzentrum und neben der Spule erreichten Heizraten ist ebenfalls ein qualitativer Unterschied sichtbar. Indirekt zeigt dies die Intensität des elektromagnetischen Feldes sowie den inversen Einfluss des Abstands zwischen Probe und elektromagnetischem Wechselfeld – die Feldintensität nimmt mit zunehmendem Abstand von der Induktionsspule deutlich ab (siehe Abbildung 4.16).

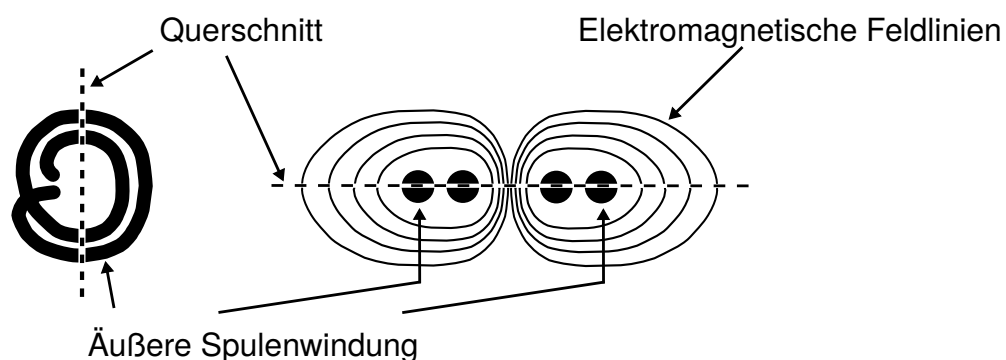


Abb. 4.19: Qualitative Darstellung der Ausbreitung der Magnetfeldlinien des elektromagnetischen Feldes einer mehrwändigen flachen Induktionsspule (in Anlehnung an Bayerl [9], Bayerl et al. [102], Rudnev et al. [26] und Rapoport et al. [29])

PA6 mit Eisenpartikeln

Bei der Verwendung der Eisenpartikel zeigt sich im Spulenzentrum eine maximale Heizrate von etwa 9 K/s bei einer Füllstoffkonzentration von 60 gew% (siehe Abbildung 4.17). Außerhalb der Spule (siehe Abbildung 4.18) beträgt die maximale Heizrate etwa 3 K/s. Bezogen auf den Füllstoffgehalt verringert sich die Heizrate mit abnehmender Konzentration in beiden Fällen. Wie man in Abbildung 4.11 im vorangegangenen Kapitel (4.3.1) sieht, befindet man sich bei den hier untersuchten Konzentrationen am Anfang der elektrischen Perkolation. Ein leitfähiges Netzwerk ist nicht ausgebildet, weshalb die Erwärmung nicht auf Wirbelstromverluste zurückgeführt werden kann. Bayerl zeigte, dass abhängig von der Herstellung bzw. Zusammensetzung sowie der Partikelgröße bereits 5 gew% Eisenpartikel zu einer Erwärmung führen können [9]. Diese basiert auf

Füllstoffkonzentration	Heizrate [K/s] innerhalb der Induktionsspule	Heizrate [K/s] außerhalb der Induktionsspule
PA6 (ohne Füllstoff)	0,06 ± 0,01	0,03 ± 0,11
15 gew% Fe	1,03 ± 0,06	0,29 ± 0,15
30 gew% Fe	2,80 ± 0,12	0,69 ± 0,43
60 gew% Fe	8,32 ± 0,55	2,50 ± 1,56
5 gew% SCF	0,06 ± 0,02	0,02 ± 0,02
10 gew% SCF	0,07 ± 0,01	0,03 ± 0,01
15 gew% SCF	1,07 ± 0,16	0,62 ± 0,21
30 gew% SCF	15,88 ± 9,37	13,76 ± 6,06
2,5 gew% SCF + 5 gew% Stf	8,90 ± 0,56	3,06 ± 2,32
5 gew% SCF + 10 gew% Stf	16,29 ± 1,01	5,82 ± 4,36
10 gew% SCF + 20 gew% Stf	38,03 ± 5,43	19,35 ± 12,61
2,5 gew% SCF + 5 gew% Stf + 5 gew% GP	12,74 ± 1,74	4,61 ± 3,71
5 gew% SCF + 10 gew% Stf + 10 gew% GP	13,10 ± 1,94	4,73 ± 3,83
10 gew% SCF + 20 gew% Stf + 20 gew% GP	37,06 ± 9,64	16,46 ± 11,63

Tab. 4.11: Heizraten inner- und außerhalb der Induktionsspule auf der Probenvorderseite je Füllstoffkonzentration und -kombination (Abstand Induktor-Probenplatte: 1 mm)

den dem äußeren elektromagnetischen Feld entsprechenden Ummagnetisierungen der magnetischen Momente in den Eisenpartikeln. Da sich die Durchgangswiderstände der hier untersuchten Konzentrationen im Bereich von Isolatoren befinden, ist hier von einer hysteresebedingten Erwärmung auszugehen.

PA6 mit Kurzkohlenstofffasern

Bayerl nennt als Kriterium für eine auf Wirbelstromverlusten basierende Erwärmung bei Kohlenstofffasern einen Widerstand von $1 \Omega \text{ mm}$ oder weniger ([9], S. 50). Bei der Verwendung von Kurzkohlenstofffasern erfüllen in der vorliegenden Arbeit nur Proben mit 30 gew% Kurzkohlenstofffasern dieses Kriterium. Composite aus PA6 mit 15 gew% Kurzkohlenstofffasern weisen einen Widerstand von $2,4 \Omega \text{ mm}$ auf (siehe Tabelle 4.6). Im elektromagnetischen Feld zeigt nur die Konzentration von 30 gew% eine eindeutige Erwärmung, die im Mittel im Spulenzentrum etwa 16 K/s und neben der Spule 14 K/s beträgt. Obwohl es sich bei der Konzentration von 15 gew% Kurzkohlenstofffasern bereits um ein elektrisch perkolierendes System handelt, wird keine signifikante Erwärmung gemessen. Für die mittels Durchgangswiderstand bestimmte elektrische Perkolation genügt prinzipiell bereits ein durchgängiger Leitfähigkeitspfad, der den Stromfluss ermöglicht. Bezogen auf die Heizwirkung durch Widerstandsverluste bedeutet dies eine lokale Erwärmung entlang dieses einen bzw. der wenigen existierenden Leitfähigkeitspfade. Eine deutliche Erwärmung des gesamten Probenvolumens ist mit dieser kleinen Anzahl an Leitfähigkeitspfaden – deren Durchmesser zudem nur einige wenige Mikrometer im Gegensatz zu den Abmessungen der Probe (Millimeter bzw. Zentimeter) betragen – in der Thermoplastmatrix kaum möglich. Hinzu kommt die starke Abnahme der Feldintensität mit zunehmendem Abstand zur Induktionsspule. Zusätzlich zum experimentellen Abstand zwischen Probenplatte und Spule (1 mm) wirkt sich die Lage der Leitfähigkeitspfade im Probenvolumen bei einer Dicke der Probenplatten im Bereich von 2-3 mm auf die Feldintensität – und damit den induzierten Stromfluss – aus. Die so entstehende Erwärmung ist auf das gesamte Probenvolumen gesehen entsprechend gering bzw. makroskopisch nicht feststellbar. Dieses Verhalten zeigt die für Kohlenstofffasern übliche Erwärmung durch Wirbelstromverluste.

PA6 mit Kurzkohlenstoff- und Stahlfasern

Die Kombination von Kurzkohlenstoff- mit Stahlfasern im Verhältnis 1 : 2 führt bereits bei geringen Konzentrationen – hier 2,5 gew% Kurzkohlenstoff- mit 5 gew% Stahlfasern – zu einer deutlichen Erwärmung. Der spezifische Durchgangswiderstand dieser Konzentration befindet sich in der Größenordnung $10^6 \Omega \text{ mm}$ und damit deutlich über dem von Bayerl genannten Kriterium ($1 \Omega \text{ mm}$). Bayerl traf diese Aussage in Bezug auf Kohlenstofffasern als alleinigem Füllstoff, die bei Zugabe von Stahlfasern nicht zutrifft. Bei der genannten geringen Konzentration befindet sich das System hier bereits

im Perkolationsbereich, der bei doppelter Konzentration (5 gew% Kurzkohlenstoff- mit 10 gew% Stahlfasern) abgeschlossen ist. Im Vergleich zu den Kohlenstofffasern besitzen die Stahlfasern einen größeren Faserdurchmesser sowie -länge und liegen gekrümmt vor (siehe Tabelle 4.3 und Abbildung 4.7), was die Netzwerkbildung und den Stromfluss deutlich erleichtert. Bei der Konzentration von 10 gew% Kurzkohlenstoff- mit 20 gew% Stahlfasern tritt als einziger Füllstoffkombination eine zwischen der Vorder- und der Rückseite im Rahmen der Standardabweichung verschiedene Heizrate auf: Im Spulenzentrum beträgt die Heizrate hier auf der Vorderseite 38 K/s und auf der Rückseite etwa 10 K/s (siehe Abbildung 4.17 und Tabelle 4.11). Dieses Verhalten zeigt einerseits die starke Erwärmbarkeit der Füllstoffe durch das elektromagnetische Feld, das umso stärker ist, je näher man sich an der Induktionsspule befindet. Ein größerer Abstand von wenigen Millimetern – die Probendicke beträgt etwa 2-3 mm – resultiert in einer deutlich geringeren Feldintensität (siehe Abbildung 4.16) als im Vergleich zu einem Millimeter (experimenteller Abstand zwischen Induktionsspule und Probenplatte, siehe Kapitel 3.5.2), sodass die Stärke des auf der Rückseite der Probe wirkenden elektromagnetischen Feldes geringer ist als auf der Vorderseite. Dies ist ein möglicher Grund für die unterschiedlichen Heizraten bei dieser Füllstoffkonzentration. Hinzu kommt, dass auf der Vorderseite bei einer Erwärmung um 38 K/s eine große Wärmemenge in vergleichsweise kurzer Zeit generiert wird, die sich im Compound mit dieser Füllstoffkombination und -konzentration nur vergleichsweise langsam ausbreiten kann.

Um einen durch die Stahlfasern möglichen hysteresebedingten Erwärmungsbeitrag zu untersuchen, wurden Versuche bei geringerer Frequenz (162 kHz) mit ähnlichem Versuchsaufbau exemplarisch für die Konzentrationskombination 10 gew% Kurzkohlenstoff- mit 20 gew% Stahlfasern durchgeführt. Die gemessenen Heizraten sind in Tabelle 4.12 gezeigt. Eine lineare Abhängigkeit zwischen Heizrate und Frequenz spricht für einen hysteresebedingten, eine quadratische Abhängigkeit für einen Jouleschen Beitrag [9, 27, 52]. Ausgehend von der bei 524 kHz erzielten Heizrate von 38 K/s (Spulenzentrum) (siehe Tabelle 4.11) führt die lineare Annahme zu einem Wert von etwa 12 K/s, die quadratische zu knapp 4 K/s. Die Versuche bei 162 kHz ergaben in der Spulenzentrum eine Heizrate von im Mittel $2,40 \pm 0,66$ K/s, was eher für eine quadratische Abhängigkeit spricht. Vor diesem Hintergrund ist davon auszugehen, dass die Erwärmung hauptsächlich über ohmsche Widerstandsverluste durch einen fließenden elektrischen Strom zustande kommt.

Position	Heizrate [K/s] innerhalb der Induktorspule	Heizrate [K/s] außerhalb der Induktorspule
Vorderseite	2,40 ± 0,66	4,18 ± 1,53

Tab. 4.12: Heizraten inner- und ausserhalb der Induktionsspule auf der Induktionsseite (Vorderseite) bei Induktionsversuchen mit 162 kHz für PA6 mit 10 gew% Kurzkohlenstofffasern und 20 gew% Stahlfasern (Abstand Induktor-Probenplatte: 1 mm)

PA6 mit Kurzkohlenstoff-, Stahlfasern und Graphitpartikel

Die Zugabe von Graphitpartikeln zum System aus Kurzkohlenstoff- und Stahlfasern im Verhältnis 1 : 2 : 2 (Kurzkohlenstofffasern : Stahlfasern : Graphitpartikel) verbessert die Heizrate (ebenso wie den spezifischen Durchgangswiderstand, siehe Tabelle 4.6) kaum. Ihr Effekt zeigt sich beim Vergleich zwischen der Heizrate auf der Vorder- und der Rückseite (siehe Abbildungen 4.17 und 4.18): Ohne Graphitpartikel gibt es einen deutlichen Unterschied in den Heizraten, der bei der Verwendung von Graphitpartikeln reduziert wird. Die Graphitpartikel sorgen für eine bessere Verteilung der entstehenden Wärme, was sich sowohl in einer geringeren Wärmekapazität (siehe Diagramm 4.9) als auch im direkten Vergleich mit dem System aus 10 gew% Kurzkohlenstoff- mit 20 gew% Stahlfasern zeigt: Wie im vorangegangenen Absatz bereits erläutert weist diese Füllstoffkombination und -konzentration einen deutlichen Unterschied zwischen den Heizraten auf der Vorder- und der Rückseite auf.

5 Bewertungsmethode

Wie im Kapitel 2.5 dargestellt wurde der Ansatz basierend auf Werkstoffkennwerten als Bewertungsmethode ausgewählt, da dieser die Kriterien (siehe Kapitel 1.2) vollständig erfüllt. Als materialtypische Eingangsgrößen werden der spezifische Durchgangswiderstand, die Wärmekapazität sowie die Dichte des Werkstoffs zur Berechnung des Faktors $\frac{\rho}{c_P \cdot \rho_D}$ benötigt. Der Ansatz stellt als Hypothese einen Zusammenhang zwischen diesem Faktor und der Heizrate in Abhängigkeit von der Füllstoffart, -konzentration und -kombination her und ist – wie an der Abhängigkeit von der Stromdichte sichtbar – auf das Prinzip der Jouleschen Erwärmung beschränkt (siehe Gleichung 2.18 bzw. hier wiederholt in Gleichung 5.1). Im Folgenden werden die hypothetischen Erwartungen den experimentellen Ergebnissen gegenübergestellt und eine Diskussion der Bewertungsmethode vorgenommen.

$$\frac{dT(t)}{dt} = J^2 \frac{\rho}{c_P \cdot \rho_D} \quad (5.1)$$

T(t) [K]:	Zeitabhängiger Temperaturverlauf
t [s]:	Zeit
J = I/A [A/m ²]:	Stromdichte durch die Querschnittsfläche A
ρ [Ω mm]:	Spezifischer Durchgangswiderstand
c_P [J/(g K)]:	Wärmekapazität
ρ_D [g/m ³]:	Dichte des Werkstoffs

5.1 Hypothetische Erwartungen

Die Stromdichte geht in die Gleichung 2.18 (bzw. 5.1) quadratisch ein, der Durchgangswiderstand einfach. Im Falle von hohen Durchgangswiderständen wie beispielsweise einem Isolator wie PA6 dominiert der Durchgangswiderstand den Faktor $\frac{\rho}{c_P \cdot \rho_D}$ und führt zu hohen Werten. Dem gegenüber steht eine sehr geringe Stromdichte, deren Wert entsprechend quadriert eingeht und insgesamt zu einer Heizrate gegen Null führt. Abhängig von Füllstoffart, -kombination und -konzentration ändert sich sowohl der Durchgangswiderstand als auch die Stromdichte, sodass der gesamte Wert mit zunehmender Füllstoffkonzentration größer als Null wird – es kommt zu einer Erwärmung. Für den Faktor $\frac{\rho}{c_P \cdot \rho_D}$ bedeutet dies ein vom Durchgangswiderstand dominiertes Verhalten, sodass der Faktor für Isolatoren sehr hoch und für (Halb-) Leiter klein wird. Entsprechend invers ist das zu erwartende Verhalten: Geringe Heizraten gegen Null für Komposite mit hohem Durchgangswiderstand, hohe Heizraten für Komposite mit vergleichsweise

kleinem Durchgangswiderstand. Anders ausgedrückt sind für Komposite mit perkolierendem System hohe Heizraten und im nicht perkolierten Zustand sehr geringe bis keine Heizraten zu erwarten (Hypothese).

Durch den hohen Einfluss des Durchgangswiderstands in der Hypothese stellt sich auch die Frage, ob der unter Gleichstrom gemessene Wert oder der der Frequenz des Induktionsfelds entsprechende Wechselstromwiderstand verwendet werden sollte. Vor diesem Hintergrund werden beide Möglichkeiten untersucht. Für den Wechselstromwiderstand werden Daten im Bereich der 524 kHz des Induktionsfeldes verwendet. Da sich die Frequenz des Magnetfeldes probenabhängig um einige kHz ändern kann, werden jeweils eine Frequenz unter- und oberhalb (499 und 535 kHz) betrachtet.

5.2 Vergleich der hypothetischen Erwartungen mit den experimentellen Daten

Die oben erläuterte Hypothese wurde mit den experimentell ermittelten Werten validiert. In den Diagrammen 5.1 und 5.2 werden die im Spulenzentrum erzielten Heizraten mit dem jeweiligen materialspezifischen Faktor $\frac{\rho}{c_P \cdot \rho_D}$ aus den Materialkennwerten gegenübergestellt. Verwendet werden die experimentell gemessenen Materialkennwerte, im Falle der spezifischen Wärmekapazität die bei 20 °C erhaltenen Daten. Komposite, die ein perkolierendes Verhalten zeigen (siehe Kapitel 4.3 und Tabelle 4.7), wurden mit einem schwarzen Rechteck markiert.

PA6 mit Eisenpartikeln

In dieser Arbeit wurden Eisenpartikel als Füllstoff mit Konzentrationen bis zu 60 gew% untersucht. Eine elektrische Perkolation konnte nicht festgestellt werden (siehe Kapitel 4.3.1). Entsprechend zeigen die berechneten Faktoren $\frac{\rho}{c_P \cdot \rho_D}$ je Konzentration ein vom hohen Durchgangswiderstand dominiertes Verhalten, das mit zunehmender Konzentration um knapp drei Größenordnungen bei der Betrachtung unter Gleichstrom und um eine Größenordnung bei der Betrachtung unter Wechselstrom abnimmt. Trotzdem zeigen die entsprechenden Komposite ab einer Konzentration von etwa 30 gew% eine leichte Erwärmung. Diese ist wie in Kapitel 4.3.4 näher erläutert eine hysteresebedingte Erwärmung, die auf die magnetischen Eigenschaften der Eisenpartikel zurückzuführen ist. Dieser Mechanismus wird in der hier vorgestellten Hypothese nicht berücksichtigt. Die Kernaussage besteht an dieser Stelle darin, dass ein für die Erwärmung zu geringer Strom fließt und damit keine Joulesche Erwärmung möglich ist. Dies wird durch die experimentellen Beobachtungen bestätigt.

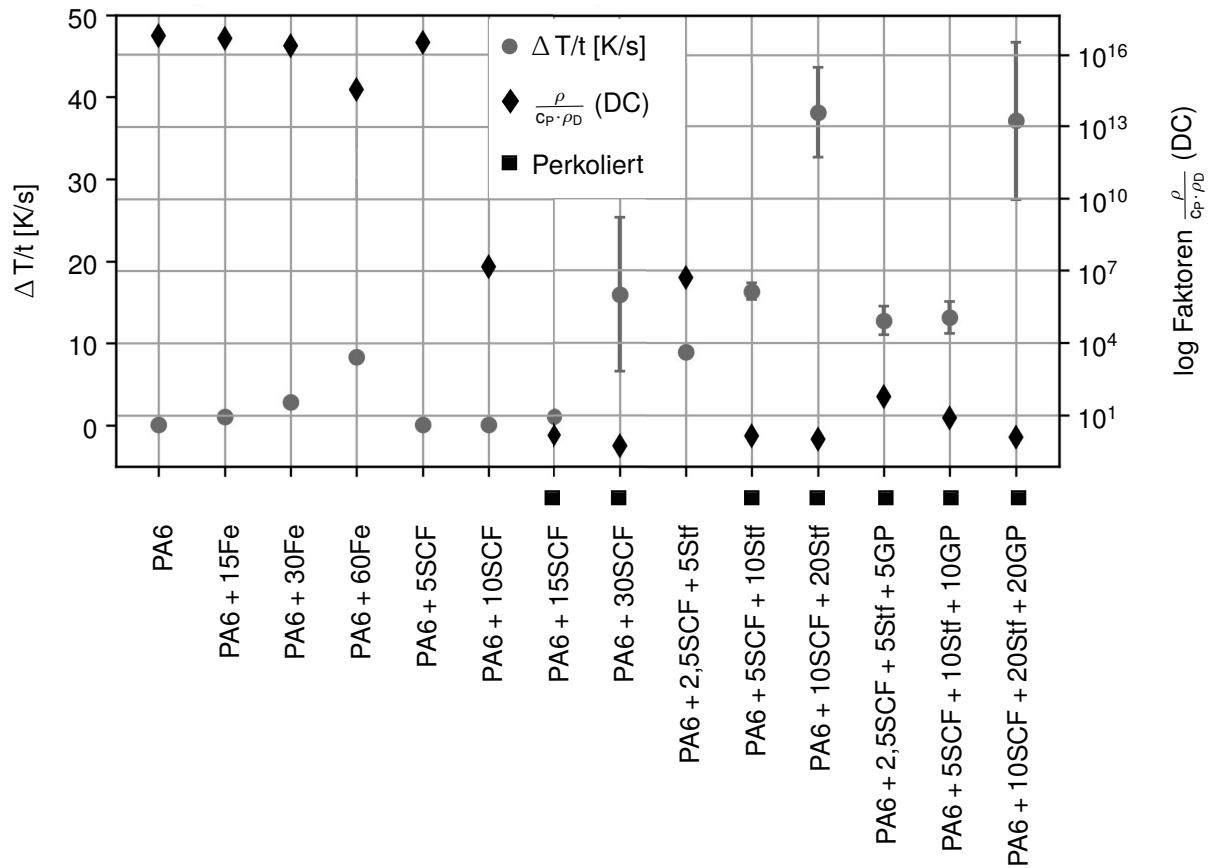


Abb. 5.1: Heizraten $\Delta T(t)/t$ (Spulenzentrum) und Faktoren $\frac{\rho}{c_p \cdot \rho_D}$ (logarithmisch) je Füllstoffkonzentration und -kombination aus den Materialkennwerten (Durchgangswiderstand unter Gleichstrom, Wärmekapazität bei 20 °C), Konzentrationsangaben in gew%

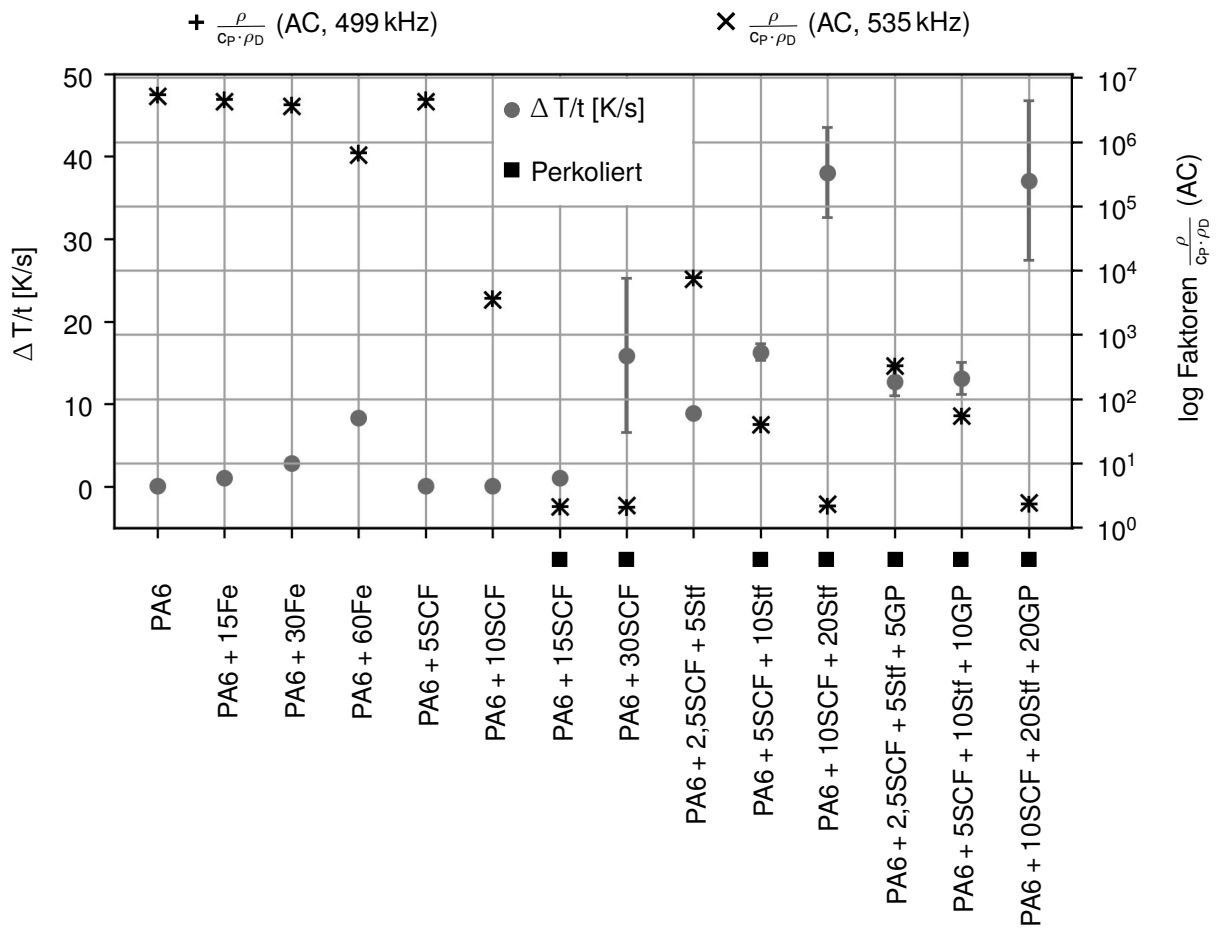


Abb. 5.2: Heizraten $\Delta T(t)/t$ (Spulenzentrum) und Faktoren $\frac{\rho}{c_p \cdot \rho_D}$ (logarithmisch) je Füllstoffkonzentration und -kombination aus den Materialkennwerten (Durchgangswiderstand unter Wechselstrom bei 499 (Symbol "+") und 535 kHz (Symbol "x")), Wärmekapazität bei 20 °C), Konzentrationsangaben in gew%

PA6 mit Kurzkohlenstofffasern

Bei Kurzkohlenstofffasern wurde in dieser Arbeit die Perkolation bei 15 gew% festgestellt (siehe Kapitel 4.3.1). Eine entsprechend starke Abnahme ist in den jeweils berechneten Faktoren $\frac{\rho}{c_P \cdot \rho_D}$ sowohl unter Gleichstrom als auch Wechselstrom zu sehen, sodass ab dieser Konzentration mit einer Jouleschen Erwärmung zu rechnen wäre. Experimentell tritt diese Erwärmung bei 30 gew% Kurzkohlenstofffasern auf, jedoch noch nicht bei 15 gew%. Eine mögliche Ursache für dieses Verhalten kann die vergleichsweise geringe Anzahl an existierenden Leitfähigkeitspfaden sein, sodass makroskopisch keine Erwärmung gemessen werden kann. Diese Beobachtung wurde in Kapitel 4.3.1 näher erläutert: Im Bereich von 5 bis 15 gew% Kurzkohlenstofffasern ändert sich der spezifische Durchgangswiderstand um 15 Größenordnungen, sodass ab 15 gew% Kurzkohlenstofffasern ein perkolierendes Netzwerk vorliegt. Durch eine Erhöhung der Füllstoffkonzentration nehmen die spezifischen Widerstände lediglich in vergleichsweise geringem Maße ab, da sich die Anzahl an Leitfähigkeitspfaden, aber nicht die elektrischen Eigenschaften des Füllstoffs selbst ändern. Um makroskopisch eine Erwärmung messen zu können, muss die in der Probe entstehende Wärme zur Probenoberfläche gelangen, wo sie durch die Thermokamera detektiert werden kann. Die Zunahme an Leitfähigkeitspfaden ab einer Konzentration von 15 gew% Kurzkohlenstofffasern, entlang denen der Stromfluss durch Joulesche Verluste für eine Erwärmung sorgt, bedeutet eine Zunahme an Wärmequellen in der Probe. Wahrscheinlich ist die Anzahl an Leitfähigkeitspfaden bei 15 gew% Kurzkohlenstofffasern zu gering, um eine Erwärmung an der Probenoberfläche messen zu können.

PA6 mit Kurzkohlenstoff- und Stahlfasern

Die Verwendung von Stahl- und Kohlenstofffasern ermöglicht eine Netzwerkbildung sowie signifikanten Stromfluss bereits ab vergleichsweise geringen Konzentrationen. So weist die geringste untersuchte Konzentration von 2,5 gew% Kurzkohlenstoff- mit 5 gew% Stahlfaser bereits eine deutliche Erwärmung auf, obwohl sich das System noch nicht im voll perkolierten Zustand befindet. Anders als die Kohlenstofffasern weisen die Stahlfasern einen größeren Durchmesser sowie eine höhere mittlere Faserlänge auf. Dadurch ist eine geringere Anzahl an Stahlfasern für ein leitfähiges Netzwerk bezogen auf die hier verwendete Plattengeometrie nötig und aufgrund der höheren Querschnittsfläche der Fasern kann auch ein höherer Stromfluss erfolgen. Vor diesem Hintergrund ist die beobachtete Erwärmung des noch nicht vollständig perkolierten Systems plausibel. Die Hypothese kann dieses Verhalten nur bedingt abbilden, wie am Verlauf der Faktoren $\frac{\rho}{c_P \cdot \rho_D}$ sowohl unter Gleich- als auch Wechselstrom zu sehen ist. Bei vollständiger Perkolation weisen die Faktoren einen entsprechend niedrigen Wert von unter 10^1 (Gleichstrom) bzw. 10^2 (Wechselstrom) auf. Die jeweils erzielten Heizraten steigen mit zunehmender Konzentration deutlich an. Diese Tendenz ist bei Verwendung der

Gleichstromdaten in den berechneten Faktoren kaum zu erkennen. Bei der Verwendung der Wechselstromdaten erfolgt bei Verdopplung der Konzentration eine weitere Reduktion in den Faktoren um eine Größenordnung, während sich die Heizrate (siehe Tabelle 4.11) etwa verdoppelt. Möglicherweise wird durch die Betrachtung des Wechselstromwiderstands der Einfluss der Frequenz, die während der Induktion herrscht, deutlicher abgebildet.

PA6 mit Kurzkohlenstoff-, Stahlfasern und Graphitpartikel

Die Zugabe von Graphitpartikeln ändert die elektrischen Eigenschaften kaum (siehe Kapitel 4.3.1), sodass die Komposite mit Kurzkohlenstoff-, Stahlfasern und Graphitpartikel hinsichtlich der Faktoren $\frac{\rho}{c_P \cdot \rho_D}$ sowie der Gleich- und Wechselstromdaten ein sehr ähnliches Verhalten wie die Werkstoffe mit Kurzkohlenstoff- und Stahlfasern zeigen. Die elektrische Perkolation ist bereits bei geringen Konzentrationen von 2,5 gew% Kurzkohlenstoff- mit 5 gew% Stahlfasern und 5 gew% Graphitpartikeln gegeben, entsprechend weisen die Komposite eine deutliche Heizrate auf. Im direkten Vergleich der kurzkohlenstoff- und stahlfasergefüllten Komposite mit und ohne Graphitpartikel zeigt sich bei den Maximalkonzentrationen weder in den gemessenen Heizraten noch in den berechneten Faktoren (Gleich- und Wechselstromdaten) ein signifikanter Unterschied. Dies zeigt den geringen Einfluss der Graphitpartikel gegenüber den faserförmigen Füllstoffen. Die berechneten Faktoren $\frac{\rho}{c_P \cdot \rho_D}$ nehmen mit zunehmender Konzentration entsprechend ab. Diese Verringerung ist in den Wechselstromdaten deutlich als Reduktion des Faktors von über 10^2 auf unter 10^1 zu sehen. Die bereits geäußerte Vermutung, dass die Verwendung des Wechselstromwiderstands hier mehr Informationen über das Werkstoffverhalten im Magnetfeld liefert, wird hierdurch gestützt.

5.3 Diskussion der Bewertungsmethode

Die berechneten Faktoren $\frac{\rho}{c_P \cdot \rho_D}$ zeigen für perkolierende Systeme überwiegend die erwartungsgemäße Korrelation mit den experimentell gemessenen Heizraten. Die starke Dominanz des Durchgangswiderstands, der sowohl für Gleich- als auch für Wechselstrom je Füllstoffkonzentration und -kombination gemessen wurde, konnte ebenso demonstriert werden wie die Eignung der unter Gleich- und unter Wechselstrom gemessenen Daten. Neben der prinzipiellen Notwendigkeit eines Leitfähigkeitspfads für die Joulesche Erwärmung spielt bei Füllstoffkonzentrationen im Perkulationsbereich auch die Anzahl an Leitfähigkeitspfaden sowie der Querschnitt des stromleitenden Mediums (hier Füllstoff) eine Rolle für die makroskopische Erwärmung des Werkstoffs. Dies erklärt das unterschiedliche Verhalten bei Kurzkohlenstoff- und Stahlfasern als Füllstoff. Die Faktoren $\frac{\rho}{c_P \cdot \rho_D}$ folgen dem Perkulationsverhalten des spezifischen Durchgangswiderstands, sodass hier bezogen auf die unter Gleichstrom gemessenen Daten das Kri-

terium der Perkolation – Änderung des Wertes um mindestens fünf Größenordnungen – angewandt werden kann. Alternativ kann für die hier betrachteten Füllstoffe beschränkt auf das verwendete Induktionssystem von einem Wert des Faktors $\frac{\rho}{c_P \cdot \rho_D}$ von unter 10^3 für eine deutliche induktive Erwärmung ausgegangen werden.

Die Daten, die unter Wechselstrom ermittelt wurden, zeigen eine weniger starke Veränderung der Faktoren von einigen wenigen Größenordnungen, was aber ähnlich wie unter Gleichstrom zu interpretieren ist. Die Berechnung der Faktoren mit den Wechselstromwiderständen erlaubt eine der Induktion physikalisch ähnlichere Messsituation. Die Faktoren unter Wechselstrom können damit mehr Informationen liefern als die Faktoren unter Gleichstrom. Sie bilden das Werkstoffverhalten im Frequenzbereich des elektromagnetischen Feldes ab. Anhand der deutlicheren Änderungen der Wechselstrom-Faktoren bei Kompositen im vollständig perkolierten Zustand kann auf eine Erhöhung der Heizrate geschlossen werden, was anhand der Gleichstrom-Faktoren nicht ersichtlich wäre.

Die Gültigkeit der in dieser Arbeit aufgestellten Hypothese – der direkte Zusammenhang zwischen dem materialspezifischen Faktor $\frac{\rho}{c_P \cdot \rho_D}$ und der induktiv erzeugten Heizrate basierend auf Jouleschen Verlusten – konnte somit für perkolierende Werkstoffsysteme aufgezeigt werden. Mithilfe von vergleichsweise einfach zu ermittelnden Materialkennwerten (ρ , c_P , ρ_D) sind damit Voraussagen über Heizraten mit induktiver Wärmeerzeugung in diskontinuierlich mit Kurzkohlenstoff-, Stahlfasern, Eisen- und Graphitpartikeln verstärkten Thermoplasten möglich. Da die Bildung des Füllstoffnetzwerks bzw. der Leitfähigkeitspfade stark vom Herstellungs- bzw. Verarbeitungsprozess abhängt, muss dies anwendungsspezifisch berücksichtigt werden. Für hohe Heizraten sind elektrisch leitfähige und faserförmige Füllstoffe wie Kurzkohlenstoff- und Stahlfasern, am besten in Kombination und im perkolierten Zustand, zu bevorzugen.

6 Zusammenfassung und Ausblick

Ziel dieser Arbeit war die Identifikation einer Bewertungsmethode für Füllstoffe und Füllstoffkombinationen, mit denen thermoplastische Verbundwerkstoffe induktiv geheizt werden können. Kriterien waren hierbei:

- Verwendung von Kennwerten, die kostengünstig und schnell mit industriell etablierten Standardverfahren messbar sind
- Verwendung von industriell verfügbaren Füllstoffen
- Keine Variation des Induktionssystems
- Abschätzung des Einflusses von Füllstoffart, Füllgrad und Kombination an Füllstoffen

Zu diesem Zweck wurde bezogen auf kommerziell erhältliche Füllstoffe die Joulesche Erwärmung als Heizmechanismus mit den höchsten Verlusten identifiziert. Verschiedene Herangehensweisen, um diesen Mechanismus anhand von effizient messbaren Werkstoffkennwerten zu beschreiben, wurden recherchiert und beschrieben. Basierend auf den oben genannten Kriterien wurde die Berechnung des Faktors $\frac{\rho}{c_p \cdot \rho_D}$ als Bewertungsgrundlage gewählt.

Diese Werkstoffkennwerte – spezifische Durchgangsfähigkeit, spezifische Wärmekapazität und Dichte – erfüllen die oben genannten Kriterien. Sie wurden in dieser Arbeit für die ausgewählten Werkstoffkombinationen gemessen und weisen ein den beschriebenen Erwartungen entsprechendes Verhalten auf. Neben diesen Kennwerten war die Netzwerkbildung der Füllstoffe für die Joulesche Erwärmung maßgeblich, sodass sie ebenfalls untersucht wurde. Hierfür wurden neben lichtmikroskopischen Untersuchungen auch computertomographische Verfahren eingesetzt, die mit der Software GeoDict® der Firma Math2Market ausgewertet wurden. Für die Probenherstellung wurde der Spritzgussprozess gewählt, da er reproduzierbare Füllstoffverteilungen in den Probenplatten erlaubt und in der Industrie ein Standardverfahren zur Verarbeitung von thermoplastischen ungerichtet verstärkten Verbundwerkstoffen ist.

Entsprechend dem Kriterium wurden kommerziell verfügbare Compounds, die mit industrierelevanten Füllstoffen hochgefüllt wurden, als Ausgangsmaterial genommen und im Spritzgussprozess zu geringeren Konzentrationen verdünnt. Füllstoffe waren Eisenpartikel, Kurzkohlenstofffasern, Stahlfasern und Graphitpartikel, die einzeln oder in den Kombinationen Kurzkohlenstoff- und Stahlfaser bzw. Kurzkohlenstoff-, Stahlfaser und Graphitpartikel untersucht wurden.

Für diese Zusammensetzungen wurde der Faktor $\frac{\rho}{c_p \cdot \rho_D}$ ermittelt und mit den experimentell ermittelten Heizraten verglichen. Die Frequenz des verwendeten Magnetfelds war

gemessen worden, um neben dem Gleichstromwiderstand auch den entsprechenden Wechselstromwiderstand zu berechnen. Die Ergebnisse zeigen, dass die Joulesche Erwärmung von der Ausbildung von Leitfähigkeitspfaden, die sich entlang dem Füllstoffnetzwerk bilden, abhängt. Dies äußert sich im konzentrationsabhängigen Perkulationsverhalten der Werkstoffe, das mit der Widerstandsmessung untersucht wurde. Dieser Kennwert dominiert den Faktor $\frac{\rho}{c_P \cdot \rho_D}$, sodass eine Analogie zwischen induktiver Heizbarkeit (beschränkt auf Joulesche Erwärmung) und Perkolation qualitativ sichtbar wurde. Für nicht perkolierende Füllstoffkonzentrationen und -kombinationen ist damit mit der vorgeschlagenen Methode keine Bewertung möglich. Weitere Grenzen der Bewertungsmethode bzw. der zugrunde gelegten Annahmen müssen ebenfalls berücksichtigt werden und wurden ausführlich in Kapitel 2.5 erläutert.

Diese vereinfachenden Annahmen, die für den Ansatz der Bewertungsmethode getroffen wurden (unter anderem vollständige Umwandlung der eingebrachten elektrischen in thermische Energie durch Joulesche Verluste, homogenes Probenvolumen und homogene Ausbreitung des elektromagnetischen Feldes in der Probe, konstante Stromdichte- und damit Energieverteilung in der Probe, keine Abstrahlung von Wärmeenergie von der Probe), stellen gleichzeitig den engen Rahmen der Anwendbarkeit der Bewertungsmethode dar. Sie erlaubt lediglich eine qualitative Auswahlmöglichkeit für Füllstoffe, die eine induktive Erwärmung einer elektrisch isolierenden Matrix ermöglichen. Da hierfür bislang keine industriell anwendbare qualitative Vorhersage basierend auf Werkstoffkennwerten verfügbar war, erweitert die in dieser Arbeit entwickelte Methode den Stand der Technik im Bereich der extrinsisch modifizierten Thermoplaste.

Weiterführend kann die Ausbildung des Füllstoffnetzwerks untersucht werden, um systematisch Leitfähigkeitspfade zu generieren und das Perkulationsverhalten im Bereich des Übergangs noch besser zu verstehen. Dies kann beispielsweise für die räumlich begrenzte und gezielt angewandte Wärmeerzeugung vor dem Hintergrund der Effizienz von Material und Energie von Vorteil sein. Dadurch ist ein weiterer Beitrag sowohl zu Leichtbau als auch Ressourceneffizienz möglich.

Literaturverzeichnis

- [1] Dietrich Imkamp, Robert Schmitt, and Jürgen Berthold. Blick in die Zukunft der Fertigungsmesstechnik. *tm - Technisches Messen*, 79(10):433–439, October 2012.
- [2] Deborah D.L. Chung. *Composite Materials*. Engineering Materials and Processes. Springer London, London, 2010.
- [3] Ulrich Leute. *Kunststoffe und EMV*. Hanser Fachbuch, August 1997.
- [4] Jens Dörner. *Spritzgießen elektrisch leitfähiger Thermoplaste : Prozesstechnik und Modellbildung*. Dissertation, Universität Duisburg-Essen, Duisburg-Essen, 2012.
- [5] György Inzelt. *Conducting polymers: a new era in electrochemistry*. Monographs in electrochemistry. Springer, Berlin, 2008.
- [6] Renato A. Antunes, Mara C.L. de Oliveira, Gerhard Ett, and Volkmar Ett. Carbon materials in composite bipolar plates for polymer electrolyte membrane fuel cells: A review of the main challenges to improve electrical performance. *Journal of Power Sources*, 196(6):2945–2961, March 2011.
- [7] Stefan Roth. *Spritzgegossene Abschirmgehäuse aus stahlfasergefüllten Thermoplasten - Materialeigenschaften, Verarbeitung und Gestaltung* -. Dissertation, Technische Universität Chemnitz, Chemnitz, 2006.
- [8] Matthias Scheibitz, Rie Kaneko, and Patrick Spies. Polyamid 6 und 66. *Kunststoffe*, October 2016.
- [9] Thomas Bayerl. *Application of particulate susceptors for the inductive heating of temperature sensitive polymer-polymer composites*. PhD thesis, TU Kaiserslautern, Institut für Verbundwerkstoffe, Kaiserslautern, 2012. OCLC: 802614565.
- [10] Anahi Pereira da Costa, Edson Cocchieri Botelho, Michelle Leali Costa, Nilson Eiji Narita, and José Ricardo Tarpani. A Review of Welding Technologies for Thermoplastic Composites in Aerospace Applications. *Journal of Aerospace Technology and Management*, 4(3):255 – 265, September 2012.
- [11] Manfred Neitzel, Peter Mitschang, and Ulf Breuer, editors. *Handbuch Verbundwerkstoffe: Werkstoffe, Verarbeitung, Anwendung*. Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG, München, 2 edition, July 2014.
- [12] Jan Frederic Fragner. *Elektrisch leitfähige Kunststoffcompounds auf Basis von Füllstoffkombinationen*. Dissertation, Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen, Aachen, 2014.

- [13] Matthew Lee Clingerman. *Development and Modelling of Electrically Conductive Composite Materials*. Dissertation, Michigan Technological University, Michigan, 2001.
- [14] Julia A. King, Kenneth W. Tucker, Jeffrey D. Meyers, Erik H. Weber, Matthew L. Clingerman, and Kip R. Ambrosius. Factorial design approach applied to electrically and thermally conductive nylon 6,6. *Polymer Composites*, 22(1):142–154, February 2001.
- [15] W. Suwanwatana. *Hysteresis Heating Based Induction Bonding of Composite Materials*. PhD thesis, University of Delaware, Delaware, 2004. UMI Number: 3144818.
- [16] R Taipalus, T Harmia, M.Q Zhang, and K Friedrich. The electrical conductivity of carbon-fibre-reinforced polypropylene/polyaniline complex-blends: experimental characterisation and modelling. *Composites Science and Technology*, 61(6):801–814, May 2001.
- [17] Ye.P. Mamunya, V.V. Davydenko, P. Pissis, and E.V. Lebedev. Electrical and thermal conductivity of polymers filled with metal powders. *European Polymer Journal*, 38(9):1887–1897, September 2002.
- [18] Andreas Noll. *Effektive Multifunktionalität von monomodal, bimodal und multimodal mit Kohlenstoff-Nanoröhren, Graphit und kurzen Kohlenstofffasern gefülltem Polyphenylensulfid*. Dissertation, TU Kaiserslautern, Institut für Verbundwerkstoffe, Kaiserslautern, 2012.
- [19] V.S. Mironov, Seong Yun Kim, and Min Park. Electrical properties of polyethylene composite films filled with nickel powder and short carbon fiber hybrid filler. *Carbon letters*, 14(2):105–109, April 2013.
- [20] Hans Domininghaus, Peter Elsner, Peter Eyerer, and Thomas Hirth. *Kunststoffe: Eigenschaften und Anwendungen ; mit 275 Tabellen*. VDI-Buch. Springer, Heidelberg [u.a], 8., neu bearb. und erw. aufl edition, 2012.
- [21] F. Lux. Models proposed to explain the electrical conductivity of mixtures made of conductive and insulating materials. *Journal of Materials Science*, 28(2):285–301, 1993.
- [22] Wiriya Thongruang, Richard J. Spontak, and C.Maurice Balik. Correlated electrical conductivity and mechanical property analysis of high-density polyethylene filled with graphite and carbon fiber. *Polymer*, 43(8):2279–2286, April 2002.

- [23] Reza Taherian. Experimental and analytical model for the electrical conductivity of polymer-based nanocomposites. *Composites Science and Technology*, 123:17–31, February 2016.
- [24] Nabilah Afiqah Mohd Radzuan, Abu Bakar Sulong, and Jaafar Sahari. A review of electrical conductivity models for conductive polymer composite. *International Journal of Hydrogen Energy*, 42(14):9262–9273, April 2017.
- [25] Wolfgang Demtröder. *Experimentalphysik. 2: Elektrizität und Optik*. Springer Spektrum, Berlin Heidelberg, 6., überarbeitete und aktualisierte auflage edition, 2013. OCLC: 840599854.
- [26] Valery Rudnev, editor. *Handbook of induction heating*. Number 61 in Manufacturing engineering and materials processing. Dekker, New York, NY, 2003. OCLC: 834326976.
- [27] B. D. Cullity and C. D. Graham. *Introduction to magnetic materials*. IEEE/Wiley, Hoboken, N.J, 2nd ed edition, 2009.
- [28] James R. Nagel. Induced Eddy Currents in Simple Conductive Geometries: Mathematical Formalism Describes the Excitation of Electrical Eddy Currents in a Time-Varying Magnetic Field. *IEEE Antennas and Propagation Magazine*, 60(1):81–88, February 2018.
- [29] Edgar Rapoport and Julia Plešivceva. *Optimal control of induction heating processes*. Number 201 in Mechanical engineering. CRC/Taylor & Francis, Boca Raton, Fla., 2007. OCLC: 636898695.
- [30] Yun Wan, Steven Liu, Martina Hümbert, Miro Duhovic, and Peter Mitschang. Advanced Measurement, Characterization and Simulation of Thermoplastic Composite Induction Welding. *King Mongkut's University of Technology North Bangkok International Journal of Applied Science and Technology*, 7(4), 2014.
- [31] Johannes Vrana. *Grundlagen und Anwendungen der aktiven Thermographie mit elektromagnetischer Anregung - Induktions- und Konduktionsthermographie*. Dissertation, Universität des Saarlandes, Saarbrücken, February 2008.
- [32] C.P. Bidinosti, E.M. Chapple, and M.E. Hayden. The sphere in a uniform RF field—Revisited. *Concepts in Magnetic Resonance Part B: Magnetic Resonance Engineering*, 31B(3):191–202, August 2007.
- [33] Christian Gerthsen and Dieter Meschede, editors. *Gerthsen Physik*. Springer, Berlin, 23., überarb. aufl edition, 2006.

- [34] R. Hergt, W. Andra, C.G. d'Ambly, I. Hilger, W.A. Kaiser, U. Richter, and H.-G. Schmidt. Physical limits of hyperthermia using magnetite fine particles. *IEEE Transactions on Magnetism*, 34(5):3745–3754, September 1998.
- [35] R.E. Rosensweig. Heating magnetic fluid with alternating magnetic field. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 252:370–374, November 2002.
- [36] J. Carrey, B. Mehdaoui, and M. Respaud. Simple models for dynamic hysteresis loop calculations of magnetic single-domain nanoparticles: Application to magnetic hyperthermia optimization. *Journal of Applied Physics*, 109(8):083921, April 2011.
- [37] Alison E. Deatsch and Benjamin A. Evans. Heating efficiency in magnetic nanoparticle hyperthermia. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 354:163–172, March 2014.
- [38] Zhixia Li, Masakazu Kawashita, Norio Araki, Michihide Mitsumori, Masahiro Hiraoaka, and Masaaki Doi. Magnetite nanoparticles with high heating efficiencies for application in the hyperthermia of cancer. *Materials Science and Engineering: C*, 30(7):990–996, August 2010.
- [39] Danilo Mattheß, Dirk Landgrebe, and Welf-Guntram Drossel. Inductive heating of glass fibre-reinforced thermoplastics using fibre- and wire-shaped stainless steel susceptors. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 30(1):67–87, January 2017.
- [40] Lars Moser. *Experimental analysis and modeling of susceptorless induction welding of high performance thermoplastic polymer composites*. Dissertation, TU Kaiserslautern, Institut für Verbundwerkstoffe, Kaiserslautern, 2012. OCLC: 930829273.
- [41] M. R. Matsen, R. J. Miller, and D. K. Dabelstein. Susceptor Welding Tape.
- [42] Silke Witzel, Bernd Wohlmann, and Silke Stüsgen. Kohlenstofffaser für Verbundwerkstoffe mit verbesserter Leitfähigkeit.
- [43] Florian Chotard and Cyrille Collart. Induction welding process and device for parts made of composite materials.
- [44] Val A. Kagan and Russell J. Nichols. Benefits of Induction Welding of Reinforced Thermoplastics in High Performance Applications. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 24(13):1345–1352, September 2005.

- [45] Val A. Kagan and Russell J. Nichols. Recent Advances and Challenges in Induction Welding of Reinforced Nylon in Automotive Applications. pages 2004–01–0733, March 2004.
- [46] Hartwig Lohse. Elektromagnetisches Kleben von Thermoplasten - wenn Ästhetik und Dichtheit gefordert werden (Ashland-Drew Ameroid Deutschland GmbH), June 2016.
- [47] Russell J. Nichols. Advances in the Emabond(TM) Induction Welding Process for High-Performance Assembly of Demanding Thermoplastics (Ashland Specialty Chemical Co.).
- [48] Homepage der Firma Emabond Solutions (TM), February 2020.
- [49] W. Suwanwatana, S. Yarlagadda, and J.W. Gillespie. Influence of particle size on hysteresis heating behavior of nickel particulate polymer films. *Composites Science and Technology*, 66(15):2825–2836, December 2006.
- [50] W. Suwanwatana, S. Yarlagadda, and J. W. Gillespie. Hysteresis heating based induction bonding of thermoplastic composites. *Composites Science and Technology*, 66(11-12):1713–1723, September 2006.
- [51] T.J. Ahmed, D. Stavrov, H.E.N. Bersee, and A. Beukers. Induction welding of thermoplastic composites - an overview. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 37(10):1638–1651, October 2006.
- [52] R Rudolf, P Mitschang, and M Neitzel. Induction heating of continuous carbon-fibre-reinforced thermoplastics. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 31(11):1191–1202, November 2000.
- [53] T. E. Tay, B. K. Fink, S. H. McKnight, S. Yarlagadda, and J. W. Gillespie. Accelerated Curing of Adhesives in Bonded Joints by Induction Heating. *Journal of Composite Materials*, 33(17):1643–1664, September 1999.
- [54] Iryna Patsora, Henning Heuer, Susanne Hillmann, and Dmytro Tatarchuk. Study of a Particle Based Films Cure Process by High-Frequency Eddy Current Spectroscopy. *Coatings*, 7(1):3, December 2016.
- [55] Martin H. Schulze, Henning Heuer, Martin Küttner, and Norbert Meyendorf. High-resolution eddy current sensor system for quality assessment of carbon fiber materials. *Microsystem Technologies*, 16(5):791–797, May 2010.
- [56] Henning Heuer and Martin H. Schulze. Eddy Current Testing of Carbon Fiber Materials by High Resolution Directional Sensors. Montreal, Quebec, Canada, November 2011.

- [57] Simone Gabler, Henning Heuer, and Gert Heinrich. Measuring and Imaging Permittivity of Insulators Using High-Frequency Eddy-Current Devices. *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, 64(8):2227–2238, August 2015.
- [58] Wolfgang Übler. *Erhöhung der thermischen Leitfähigkeit elektrisch isolierender Polymerwerkstoffe*. PhD thesis, Erlangen-Nürnberg, Erlangen, 2002.
- [59] Wolfgang Demtröder. *Experimentalphysik 1*. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2013.
- [60] Gottfried W. Ehrenstein, Gabriela Riedel, and Pia Trawiel. *Thermal analysis of plastics: theory and practice*. Hanser ; Hanser Gardner Publications [distributor], Munich : Cincinnati, 2004.
- [61] Bernd Weidenfeller, Michael Höfer, and Frank R Schilling. Thermal conductivity, thermal diffusivity, and specific heat capacity of particle filled polypropylene. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 35(4):423–429, April 2004.
- [62] Bernd Weidenfeller, Michael Höfer, and Frank Schilling. Thermal and electrical properties of magnetite filled polymers. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 33(8):1041–1053, August 2002.
- [63] Klaus Langeheinecke, Peter Jany, Gerd Thieleke, Kay Langeheinecke, and Andre Kaufmann. *Thermodynamik für Ingenieure*. Springer Fachmedien Wiesbaden, Wiesbaden, 2013.
- [64] Robert C. Weast. *CRC Handbook of Chemistry and Physics, 59th edition*. CRC Press Inc., West Palm Beach, Florida, USA, 1978.
- [65] Walter John Moore and Dieter O. Hummel. *Physikalische Chemie*. De Gruyter, Berlin, New York, 1973.
- [66] Gustav Kortüm. *Einführung in die chemische Thermodynamik*. v. Vandenhoeck u. Ruprecht, Göttingen, 1949.
- [67] Z L Wang, D W Tang, and W G Zhang. Simultaneous measurements of the thermal conductivity, thermal capacity and thermal diffusivity of an individual carbon fibre. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 40(15):4686–4690, August 2007.
- [68] K. Simeonidis, C. Martinez-Boubeta, Ll. Balcells, C. Monty, G. Stavropoulos, M. Mitrakas, A. Matsakidou, G. Vourlias, and M. Angelakeris. Fe-based nanoparticles as tunable magnetic particle hyperthermia agents. *Journal of Applied Physics*, 114(10):103904, September 2013.

- [69] Nikolai A. Brusentsov, V.V. Gogosov, T.N. Brusentsova, A.V. Sergeev, N.Y. Jurchenko, Anatoly A. Kuznetsov, Oleg A. Kuznetsov, and L.I. Shumakov. Evaluation of ferromagnetic fluids and suspensions for the site-specific radiofrequency-induced hyperthermia of MX11 sarcoma cells in vitro. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 225(1-2):113–117, January 2001.
- [70] Shih-Chi Lee, Chao-Ming Fu, and Fu-Hsiung Chang. Effects of core/shell structure on magnetic induction heating promotion in Fe_3O_4 /- Fe_2O_3 magnetic nanoparticles for hyperthermia. *Applied Physics Letters*, 103(16):163104, October 2013.
- [71] Rüdiger Bluhm, Reinhard Stransky, Volker Rauschenberger, Matthias Scheibitz, Martin Baumert, and Simon Kniesel. Dynamic Development: Polyamides (PA). *Kunststoffe International*, pages 27–32, October 2011.
- [72] Sicherheitsdatenblatt DURETHAN B30S, March 2013.
- [73] Technisches Datenblatt DURETHAN B30S, June 2014.
- [74] Wolfgang Grellmann, Sabine Seidler, and Volker Altstädt, editors. *Kunststoffprüfung*. Hanser, München, [aktualisierte] 3. edition, 2015.
- [75] DIN EN ISO 3915. Norm, Deutsches Institut für Normung e. V., Berlin, October 1999.
- [76] DIN IEC 93 VDE 0303 Teil 30. Norm, Deutsches Institut für Normung e. V., Berlin, December 1993.
- [77] S.C. Garcea, Y. Wang, and P.J. Withers. X-ray computed tomography of polymer composites. *Composites Science and Technology*, 156:305–319, March 2018.
- [78] DIN EN ISO 1183-1. Norm, Deutsches Institut für Normung e. V., Berlin, April 2013.
- [79] A Dani and A. A. Ogale. Electrical percolation behavior of short-fiber composites: Experimental characterization and modeling. *Composites Science and Technology*, 56(8):911–920, 1996.
- [80] S. Toll and P.-O. Andersson. Microstructure of long- and short-fiber reinforced injection molded polyamide. *Polymer Composites*, 14(2):116–125, April 1993.
- [81] Jessica A. Heiser, Julia A. King, Jeremiah P. Konell, and Lawrence L. Sutter. Electrical conductivity of carbon filled nylon 6,6. *Advances in Polymer Technology*, 23(2):135–146, 2004.

- [82] B. Bridge, M. J. Folkes, and H. Jahankhani. Low voltage electrical properties of polypropylene filled with stainless steel fibres and a model of sample conductivity based on fibre geometry. *Journal of Materials Science*, 24(4):1479–1485, April 1989.
- [83] Bo Hu. Roles of Iron Metal Powders in Semi-Metallic Friction Materials. Wuhan, China, 2005.
- [84] Benedikt Hannemann. *Multifunctional metal-carbon-fibre composites for damage tolerant and electrically conductive lightweight structures*. Number Band 128 in IVW-Schriftenreihe. Institut für Verbundwerkstoffe GmbH, Kaiserslautern, als manuskript gedruckt edition, 2018. OCLC: 1031417146.
- [85] Simon Bard. Kohlenstofffaser-Epoxydharz-Verbunde mit erhöhter Wärmeleitfähigkeit. pages VI, 131 pages, 2021. Artwork Size: VI, 131 pages Medium: application/pdf Publisher: University of Bayreuth.
- [86] Alexander Hemmen. *Direktbestromung von Kohlenstofffasern zur Minimierung von Zykluszeit und Energieaufwand bei der Herstellung von Karbonbauteilen*. PhD thesis, Universität Augsburg, Augsburg, 2016.
- [87] Haralampos Zois, Lazaros Apekis, and Yevgen P. Mamunya. Dielectric properties and morphology of polymer composites filled with dispersed iron. *Journal of Applied Polymer Science*, 88(13):3013–3020, June 2003.
- [88] G.C. Psarras. Hopping conductivity in polymer matrix–metal particles composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 37(10):1545–1553, October 2006.
- [89] J.L. Acosta, M.C. Ojeda, and C. del Río. Effect of conducting fillers on the microstructure and electrical conductivity of thermoplastic polymer composites. *Polymer Bulletin*, 57(2):199–206, June 2006.
- [90] C. Kale, P. Dhoka, and R. K. Goyal. Effect of Processing Routes on Electrical Properties of Polymer/Iron Composites. *Journal of Electronic Materials*, 45(8):4148–4153, August 2016.
- [91] H.S. Göktürk, T.J. Fiske, and D.M. Kalyon. Electric and magnetic properties of a thermoplastic elastomer incorporated with ferromagnetic powders. *IEEE Transactions on Magnetics*, 29(6):4170–4176, November 1993.
- [92] Rodwick L. Barton, Jason M. Keith, and Julia A. King. Electrical conductivity model evaluation of carbon fiber filled liquid crystal polymer composites. *Journal of Applied Polymer Science*, 106(4):2456–2462, November 2007.

- [93] Joo Sang Sun, H. S. Gokturk, and D. M. Kalyon. Volume and surface resistivity of low-density polyethylene filled with stainless steel fibres. *Journal of Materials Science*, 28(2):364–366, 1993.
- [94] B.K. Kakati, V.K. Yamsani, K.S. Dhathathreyan, D. Sathiyamoorthy, and A. Verma. The electrical conductivity of a composite bipolar plate for fuel cell applications. *Carbon*, 47(10):2413–2418, August 2009.
- [95] Mohd Yusuf Zakaria, Abu Bakar Sulong, Jaafar Sahari, and Hendra Suherman. Effect of the addition of milled carbon fiber as a secondary filler on the electrical conductivity of graphite/epoxy composites for electrical conductive material. *Composites Part B: Engineering*, 83:75–80, December 2015.
- [96] Wenge Zheng and Shing-Chung Wong. Electrical conductivity and dielectric properties of PMMA/expanded graphite composites. *Composites Science and Technology*, 63(2):225–235, February 2003.
- [97] Y.F. Zhao, M. Xiao, S.J. Wang, X.C. Ge, and Y.Z. Meng. Preparation and properties of electrically conductive PPS/expanded graphite nanocomposites. *Composites Science and Technology*, 67(11-12):2528–2534, September 2007.
- [98] Bryan Debelak and Khalid Lafdi. Use of exfoliated graphite filler to enhance polymer physical properties. *Carbon*, 45(9):1727–1734, August 2007.
- [99] Mathias Anhalt. *Magnetische Eigenschaften weichmagnetischer Composite*. Dissertation, TU Clausthal, Clausthal, 2008.
- [100] Evgenij Barsoukov and J. Ross Macdonald. *Impedance spectroscopy: theory, experiment, and applications*. Wiley-Interscience, Hoboken, N.J, 2nd ed edition, 2005.
- [101] Jeppe C. Dyre and Thomas B. Schröder. Universality of ac conduction in disordered solids. *Reviews of Modern Physics*, 72(3):873–892, July 2000.
- [102] Thomas Bayerl, Miro Duhovic, Peter Mitschang, and Debes Bhattacharyya. The heating of polymer composites by electromagnetic induction—A review. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 57:27–40, 2014.

Abbildungsverzeichnis

2.1	Schematische Darstellung des Perkolationsverhaltens abhängig vom Füllstoffgehalt (in Anlehnung an Noll [18] und Mamunya et al. [17])	7
2.2	In der Literatur mit Kurzkohlenstofffasern in Polymerkompositen erzielte elektrische Leitfähigkeiten (exemplarisch) [13, 19, 20]	8
3.1	Schematische Darstellung der Probennahme	27
3.2	Schematische Darstellung der Ringelektrode	29
3.3	Schematische Darstellung der Vier-Punkt-Kontaktierung	29
3.4	Schematische Darstellung der Zwei-Punkt-Kontaktierung	31
3.5	Schematische Darstellung des Aufbaus zur Magnetfeldmessung	39
3.6	Schematische Darstellung des Induktionsaufbaus mit Probenplatte	40
3.7	Schematische Darstellung der Messpunkte auf der Vorder- bzw. Rückseite der Probenplatte	41
4.1	Konzentration der Füllstoffe entsprechend der lichtmikroskopischen Analyse in Flächenprozent für PA6 mit 5 gew% Kurzkohlenstofffasern	42
4.2	Konzentration der Füllstoffe entsprechend der lichtmikroskopischen Analyse in Flächenprozent für PA6 mit 2,5 gew% Kurzkohlenstofffasern und 5 gew% Stahlfasern	43
4.3	Konzentration der Füllstoffe entsprechend der lichtmikroskopischen Analyse in Flächenprozent für PA6 mit 2,5 gew% Kurzkohlenstofffasern, 5 gew% Stahlfasern und 5 gew% Graphitpartikel	43
4.4	Konzentration der Füllstoffe entsprechend der lichtmikroskopischen Analyse in Flächenprozent für PA6 mit 10 gew% Kurzkohlenstofffasern und 20 gew% Stahlfasern mit Schlibfbild (200fache Auflösung, Position: Probenrand)	44
4.5	Konzentration der Füllstoffe entsprechend der lichtmikroskopischen Analyse in Flächenprozent für PA6 mit 10 gew% Kurzkohlenstofffasern, 20 gew% Stahlfasern und 20 gew% Graphitpartikel mit Schlibfbild (200fache Auflösung, Position: Probenrand) und vergrößerter Darstellung der einzelnen Füllstoffarten	44
4.6	Konzentration der Füllstoffe entsprechend der lichtmikroskopischen Analyse in Flächenprozent für PA6 mit 60 gew% Eisenpartikel mit Schlibfbild (200fache Auflösung, Position: Probenrand)	45
4.7	Röntgenmikroskopische dreidimensionale Aufnahme von Kurzkohlenstofffasern (grau) und Stahlfasern (weiß) in einer Probe	49
4.8	Faserlängen der Kurzkohlenstofffasern je untersuchter Füllstoffkonzentration und -kombination (jeweils mindestens 100 Einzelfasern)	50

4.9	Theoretisch berechnete und gemessene Wärmekapazitäten der Füllstoffkonzentrationen und -kombinationen bei verschiedenen Temperaturen mit Standardabweichungen (teilweise sind die Standardabweichungen geringer als die Symbolgröße)	52
4.10	Theoretisch berechnete und gemessene Dichtewerte der Füllstoffkonzentrationen und -kombinationen mit Standardabweichungen	53
4.11	Spezifischer Durchgangswiderstand unter Gleichstrom der PA6-Compounds mit Eisenpartikeln (Konzentrationsangaben in gew%)	56
4.12	Spezifischer Durchgangswiderstand unter Gleichstrom der PA6-Compounds mit Kurzkohlenstofffasern (Konzentrationsangaben in gew%)	58
4.13	Spezifischer Durchgangswiderstand unter Gleichstrom der PA6-Compounds mit Kurzkohlenstoff- und Stahlfasern (Konzentrationsangaben in gew%)	60
4.14	Spezifischer Durchgangswiderstand unter Gleichstrom der PA6-Compounds mit Kurzkohlenstofffasern, Stahlfasern und Graphitpartikel (Konzentrationsangaben in gew%)	61
4.15	Durchgangswiderstand unter Wechselstrom der Füllstoffkonzentrationen und -kombinationen mit Standardabweichungen (Konzentrationsangaben in gew%)	67
4.16	Für B_0 experimentell aus der Induktionsspannung U_{ind} ermittelte Messdaten entsprechend Gleichung 3.6 (mit Windungszahl $N = 50$, Querschnittsfläche der Messspule $A = 19,6 \text{ mm}^2$ und Kreisfrequenz $\omega = 2\pi f$ mit $f_{\text{parallel}} = 523,59 \pm 4,20 \text{ kHz}$ und $f_{\text{senkrecht}} = 525,79 \pm 0,41 \text{ kHz}$)	70
4.17	Heizraten im Spulenzentrum (Konzentrationsangaben in gew% , Abstand Induktor-Probenplatte: 1 mm)	71
4.18	Heizraten neben der Induktionsspule (Konzentrationsangaben in gew% , Abstand Induktor-Probenplatte: 1 mm)	72
4.19	Qualitative Darstellung der Ausbreitung der Magnetfeldlinien des elektromagnetischen Feldes einer mehrwindigen flachen Induktionsspule (in Anlehnung an Bayerl [9], Bayerl et al. [102], Rudnev et al. [26] und Rapoport et al. [29])	73
5.1	Heizraten $\Delta T(t)/t$ (Spulenzentrum) und Faktoren $\frac{\rho}{c_p \cdot \rho_D}$ (logarithmisch) je Füllstoffkonzentration und -kombination aus den Materialkennwerten (Durchgangswiderstand unter Gleichstrom, Wärmekapazität bei 20°C), Konzentrationsangaben in gew%	80
5.2	Heizraten $\Delta T(t)/t$ (Spulenzentrum) und Faktoren $\frac{\rho}{c_p \cdot \rho_D}$ (logarithmisch) je Füllstoffkonzentration und -kombination aus den Materialkennwerten (Durchgangswiderstand unter Wechselstrom bei 499 (Symbol "+") und 535 kHz (Symbol "x")), Wärmekapazität bei 20°C , Konzentrationsangaben in gew%	81

Tabellenverzeichnis

2.1	Allgemeine Übersicht zu den gängigsten Füllstoffen zur Modifikation der elektromagnetischen Eigenschaften von Thermoplasten [3, 4, 11–16] . . .	5
2.2	Schematische Übersicht über die untersuchten Füllstoffe und Füllstoffkombinationen (●)	6
2.3	Übersicht über verschiedene Modellbeschreibungen des Perkulationsverhaltens [18, 23, 24]	9
2.4	Wärmekapazitäten ausgewählter Stoffe	18
3.1	In dieser Arbeit untersuchte Füllstoffe Die Maße der Füllstoffe waren vorab nicht bekannt und wurden im Verlauf dieser Arbeit gemessen. Im Kapitel 4.1.2 werden die Messergebnisse vorgestellt und näher erläutert. . .	25
3.2	In dieser Arbeit untersuchte Füllstoffkonzentrationen (in gew%) und -kombinationen in PA6 (Bei den unverdünnten Konzentrationen handelt es sich um das jeweilige Ausgangsmaterial, in Klammern wird die Bezeichnung des Herstellers genannt.)	25
3.3	Spritzgussparameter für die Herstellung der Probenplatten	26
3.4	Modellierungs- und Werkstoffdaten für die Simulation basierend auf computertomographischen Aufnahmen an realen Proben mit 15 gew% Kurzkohlenstofffasern (siehe Kapitel 3.4.2 auf Seite 36) bzw. im Falle der Dichte- und Leitfähigkeitswerte basierend auf den in der Simulationssoftware hinterlegten Daten (in Übereinstimmung mit [13, 73, 86])	34
3.5	Parameterstudie zur Identifikation der Auflösung für die Simulation . . .	34
4.1	Faserdurchmesser der Kohlenstoff- und Stahlfasern	47
4.2	Durchmesser der Eisenpartikel	48
4.3	Faserlängen und Distanz der Faserenden der Stahlfasern (220 Einzelfasern aus PA6 mit 10 gew% Kurzkohlenstofffasern und 20 gew% Stahlfasern)	49
4.4	Dichtewerte ausgewählter Stoffe	52
4.5	Konzentrationsangaben der untersuchten Proben in gew% und vol% (Die Umrechnung von gew% in vol% erfolgte mit den experimentell gemessenen Dichtewerten.)	54
4.6	Spezifischer Durchgangswiderstand unter Gleichstrom je Füllstoffkonzentration und -kombination	55
4.7	Für die Perkolation notwendige Mindestkonzentrationen der betrachteten Füllstoffe bzw. -kombinationen in PA6	62
4.8	Daten der linearen Näherungen entsprechend der allgemeinen Perkolationstheorie nach Gleichung 3.4	63
4.9	Gegenüberstellung der experimentell und simulativ bestimmten Durchgangswiderstände für den Füllstoff Kurzkohlenstofffaser	64

4.10 Spezifischer Durchgangswiderstand unter Wechselstrom bei 499 und 535 kHz je Füllstoffkonzentration und -kombination	66
4.11 Heizraten inner- und außerhalb der Induktionsspule auf der Probenvor- derseite je Füllstoffkonzentration und -kombination (Abstand Induktor- Probenplatte: 1 mm)	74
4.12 Heizraten inner- und ausserhalb der Induktionsspule auf der Induktions- seite (Vorderseite) bei Induktionsversuchen mit 162 kHz für PA6 mit 10 gew% Kurzkohlenstofffasern und 20 gew% Stahlfasern (Abstand Induktor-Probenplatte: 1 mm)	77

Betreute studentische Arbeiten

Hornberg, A.: Experimentelle Bestimmung der optimalen Prozessparameter für die Rückgewinnung von Carbonfasern sowie die Verwertung der Nebenprodukte, IVW-Bericht Nr. 18-053, Institut für Verbundwerkstoffe GmbH, Kaiserslautern, Forschungsarbeit, 2018

Hottum, P.: Dispersion von nanoskaligem Eisenoxid in Polyethylenglykol, IVW-Bericht Nr. 18-040, Institut für Verbundwerkstoffe GmbH, Kaiserslautern, Studienarbeit, 2018

Marri, J.: Characterization of Electrical Conductivity of Filler-based Polymer Composite, IVW-Bericht Nr. 19-004, Institut für Verbundwerkstoffe GmbH, Kaiserslautern, Studienarbeit, 2019

Özen, S.: Simulation der elektrischen Leitfähigkeit füllstoffbasierter polymerer Verbundwerkstoffe, IVW-Bericht Nr. 19-003, Institut für Verbundwerkstoffe GmbH, Kaiserslautern, Masterarbeit, 2019

Schellenberger, D.: Einfluss verschiedener Füllstoffe auf das thermische Verhalten polymerer Verbundwerkstoffe, IVW-Bericht Nr. 19-008, Institut für Verbundwerkstoffe GmbH, Kaiserslautern, Projektarbeit, 2019

