# Abschlussbericht

des

# Faserinstituts Bremen e.V.

im Rahmen des Verbundprojektes

# **TP-Closed-Box**



Weiterentwicklung neuartiger Werkstoffkombinationen und der Herstellung von thermoplastischen Verstärkungsstrukturen zum Endkonturbauteil im Thermoformprozess

Gefördert durch:



Bundesministerium für Wirtschaft und Energie

aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages







## **Unterschrift Projektleiter**

ZE:		Förderkennzeichen:	
Faserinstitut Brei	men e.V.		
FASERINSTITUT FIBRE B R E M E N		20W1104B	
Vorhabenbezeichnung:	Weiterentwickl und der H Verstärkung	TP-Closed-Box ung neuartiger Werkstoffkombinationen lerstellung von thermoplastischen sstrukturen zum Endkonturbauteil im Thermoformprozess	
Laufzeit des Vorhabens:	01.08.2012 bis 30.09.2015		
Technischer Projektleiter:	Patrick Schiebel		
Autoren:	Patrick Schiebel, Robert Gaitzsch, Marc Effenberger		

Das diesem Schlussbericht zugrundeliegende Forschungsvorhaben wurde mit Mitteln des Bundesministeriums für Wirtschaft und Energie (BMWI) unter den Förderkennzeichen 20W1104B aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages im Rahmen des IV. Luftfahrtforschungsprogrammes des Bundes gefördert. Die Verantwortung für den technischen Inhalt dieser Veröffentlichung liegt beim technischen Projektleiter.

Patrick Schiebel Technischer Projektleiter





## Inhaltsverzeichnis

Unters	schrift Projektleiter	I
Kurzfa	assung	
Danks	sagung	IV
Absch	nnitt I: Kurze Darstellung des Projektes	_1
1	Aufgabenstellung	. 2
2	Voraussetzungen, unter denen das Vorhaben durchgeführt wurde	. 3
3	Planung und Ablauf des Vorhabens	.4
4	Wissenschaftlicher und technischer Stand zu Beginn	. 5
4.1	Verwendete Fachliteratur	. 6
5	Zusammenarbeit mit anderen Stellen	. 6
Absch	nnitt 2: Erweiterter Projektbericht	_8
6	Verwendung der Zuwendung und des erzielten Ergebnisses	.9
Zusam	menstellung der verwendeten Fachliteratur	94
7	Wichtigste Positionen des zahlenmäßigen Nachweises	95
8	Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit	95
9	Voraussichtlicher Nutzen und Verwertbarkeit der Ergebnisse	95
10	Fortschritt auf dem Gebiet des Vorhabens bei anderen Stellen	96
11	Erfolgte oder geplante Veröffentlichungen des Ergebnisses	96
Absch	nnitt 3: Anlage Erfolgskontrollbericht	97





## Kurzfassung

Komplexe Boxstrukturen aus Faserverbundwerkstoffen werden im Flugzeugbau in differenzialer Bauweise gefertigt. Durch die Bauweise kann derzeit das hohe Leichtbaupotenzial der Werkstoffe vor allem bei der Großserienfertigung nur unvollständig genutzt werden. Insbesondere die Vielzahl der benötigten Bauteile und der notwendigen Fertigungs- und Montageprozesse führen zu Gewichtseinbußen und langen Prozesszeiten.

Ziel des geplanten Vorhabens war die Entwicklung und Bewertung einer Prozesskette zur Fertigung einer integralen Boxstruktur aus thermoplastischen Faserverbundwerkstoffen. Durch die Verwendung von thermoplastischen Materialien ergaben sich in den verschiedenen Fertigungsschritten die Gelegenheit, eine optimierte Fertigungstechnologie zu entwickeln, die eine signifikante Reduzierung der Prozesszeit und Fertigungskosten ermöglicht. Darüber hinaus weist die thermoplastische Boxstruktur gegenüber der heutigen duromeren Bauweise eine verbesserte Impacttoleranz auf, wodurch die Gesamtstruktur leichter als bisher ausgelegt werden kann und damit effizientere Flugeigenschaften aufweist.

Angelehnt an ein existierendes Bauteil wurde eine Referenzstruktur entwickelt, die als Thermoplastbauteil umgesetzt wurde. Unterschiedliche Designkonzepte wurden entwickelt und hinsichtlich der notwendigen Fertigungsverfahren bewertet.

Bei der Fertigung großer, flächiger Bauteile in einem Thermoformprozess liegt die Herausforderung darin, dass diese Bauteile lokal unterschiedliche Dicken aufweisen. Das Faserinstitut arbeitete zusammen mit der Firma Siempelkamp daran, den Einfluss der Dickenvariationen zu untersuchen und aus den Erkenntnissen einen optimierten Fertigungsprozess zu entwickeln.

Für kleinere Bauteile, z.B. Holme, wurden durch die Firma xperion Fertigungsverfahren untersucht, die weitestgehend eine kontinuierliche Herstellung dieser Bauteile ermöglicht.

Eine deutliche Einsparung der Prozesszeiten wurde dadurch erreicht, dass das Verschließen der Box ohne eine Vernietung der einzelnen Bauteile erfolgt. Hier untersuchte das Institut für Füge- und Schweißtechnik einen Montageprozess, bei dem die thermoplastische Matrix lokal durch Induktion bis zum Erreichen des schmelzflüssigen Bereichs erhitzt wird. Dies ermöglicht ein Verschweißen der einzelnen Bauteile.

Parallel zu diesen Untersuchungen führte das Faserinstitut Bremen e. V. Charakterisierungen des gewählten Materials und des Thermoprozesses durch. Diese dienten als Grundlage für die Entwicklung eines Material- und eines Prozessmodells. Die Modelle wurden im Verlauf des Projektes in eine Prozesssimulation überführt. Diese ermöglicht z.B. eine Aussage darüber, wie sich eine Änderung der Parameter des Thermoformprozesses auf den Verzug eines Bauteils auswirken.

Durch hohe Anzahl von Boxstrukturen bei Flugzeugen lassen sich die Erkenntnisse aus dem Projekt auf die verschiedensten Bauteile eines Flugzeuges übertragen. Zu derartigen Strukturen zählen unter anderem Spoiler, Landeklappen, Höhen- und Seitenleitwerk sowie die Flügelkästen.





## Danksagung

Das LuFo IV-2-Vorhaben TP Closed Box wurde durch das Bundesministerium für Wirtschaft und Energie aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert. Dafür möchten wir uns bedanken.

Darüber hinaus gilt der Dank den beteiligten Projektpartnern für die gute und erfolgreiche Zusammenarbeit und die Unterstützung bei den Forschungsarbeiten.

Der Schlussbericht ist in der Technischen Informationsbibliothek (TIB) - Hannover veröffentlicht.





# Abschnitt I: Kurze Darstellung des Projektes





## 1 Aufgabenstellung

Ziel des geplanten Teilvorhabens am FIBRE war die Entwicklung einer neuen thermoplastischen Bauweise und Produktionstechnik für eine integrale, geschlossene Boxstruktur. Die bei Airbus in Serie befindliche differenzielle Bauweise soll durch eine integrale, thermoplastische CFK Bauweise ersetzt werden. Dabei wurden im Wesentlichen folgende Kernziele verfolgt:

- Signifikante Einsparung der Herstellkosten von CFK Strukturbauteilen und
- eine deutliche Reduzierung der Produktionszeiten durch die Verwendung thermoplastischer Elemente.

Der experimentelle Anteil war die Entwicklung, Erprobung und Bewertung neuer Werkstoffkombinationen für eine integrale CFK-Boxstruktur mit erhöhter Materialeffizienz. Die Beherrschung des Gesamtprozesses durch gezieltes Einlegen des thermoplastischen Lagenaufbaus in das Werkzeug, die Ermittlung des Umformverhaltens von Lagenpaketen und die Regelbarkeit des Umformprozesses war ein weiterer Schwerpunkt des Vorhabens. Im Projektvorhaben wurde des Weiteren ein Thermoformwerkzeug konzipiert und ausgelegt, das es ermöglicht, lokal unterschiedliche Temperaturen zu erreichen, um das Umformverhalten unterschiedlicher Lagenpakete und Schalen zu untersuchen, deren Umformeigenschaften und deren Bauteilqualität in Abhängigkeit von Geometrie und Lagenstärke zu analysieren.

In Bezug auf den Lagenaufbau und das Drapierverhalten im Prozess wurde damit das Prozessfenster in Bezug auf Winkelabweichungen der Faserorientierung untersucht. Die Ergebnisse dienen zur Festlegung von Grenzwerten im Prozess, um damit eine Prozessrobustheit zu gewährleisten. In diesem Zusammenhang wurde untersucht, inwieweit Schwankungen in der Prozessführung, z. B eine Temperaturvariation im Pressprozess auf das Verzugsverhalten auswirken. Die beschriebene Sensitivitätsanalyse in Bezug auf den Effekt der prozessbedingten Verformung im Pressprozess zielte darauf ab, die Prozessführung im Thermoformprozess auf deren Prozessrobustheit zu überprüfen und darüber hinaus kritische Parameter zu identifizieren. Die Variation der Prozessparameter Temperatur, Temperaturverteilung, Presszeit und Pressdruck führte zu einem Konzept zur Vermeidung von Bauteilfehlern.

Die Strukturvariabilität gegenüber der Formgebung sowie die Integration von Fügetechnologien in enger Zusammenarbeit mit dem IFS und die volle Ausnutzung von thermoplastischen Faser-Matrix-Halbzeugen stellten die wesentlichen Eckpunkte da. Für thermoplastische faserverstärkte große Strukturbauteile existiert anhand des Stands der Technik nur ein geringer Wissensstand für eine prozesssichere Beherrschung für Mittel- und Großserien. Durch die Erarbeitung von wissenschaftlichen Grundlagen und anwendungsorientierten Methoden sowie Technologien zur effektiven Nutzung von neuartigen thermoplastischen Halbzeugen und deren Herstellungsmethoden werden neue komplexe Strukturanwendungen für unterschiedliche Anwendungen erst möglich.

Zum Abschluss wurde zusammen mit den Projektpartnern ein Konzept für eine Gesamtprozessbetrachtung im Thermoformen entwickelt. Damit wurde der Gesamtprozess zur Herstellung einer thermoplastischen Boxstruktur bis hin zu einem industriell





einsetzbaren Verfahren für die Serienfertigung von hochwertigen CFK Großbauteilen für die Luftfahrt ausgelegt, wie er bislang noch nicht verfügbar war.

Die Realisierung und Beherrschung der aufgeführten Ziele ist die Voraussetzung für eine wirtschaftliche Massenfertigung von hochwertigen CFK Großbauteilen.

Die wissenschaftlichen Ziele waren:

- Entwicklung und Auslegung von angepassten thermoplastischen Funktionsbauteilen mit lokal stark variierenden Laminataufbau
- Struktur- und Werkzeugmodellierung durch drapier- und computergestützte Optimierung
- Faserimprägnierung, hinsichtlich der Imprägnierparameter (Druck, Temperatur und Zeit) im Konsolidierungs- bzw. Thermoformprozess.
- Beherrschung des Thermoformprozesses durch gezieltes Einlegen des Halbzeugs in das Werkzeug und die Regelbarkeit des Pressprozesses. Dabei ist die gezielte textile Ablage, die Temperaturführung im Werkzeug und die Wechselwirkungen von Pressdruck, Temperatur (-verteilung) und Presszeit auf Bauteilqualität zu untersuchen.
- Konzeptentwicklung für eine Gesamtprozesskette einer voll automatisierten Prozesskette für eine thermoplastische faserverstärkte Boxstruktur. Die erarbeiteten Ergebnisse aller Projektpartner werden zusammengetragen und bewertet.

Das hohe Potenzial von Faserverbundwerkstoffen konnte bislang vor allem bei der Großserienfertigung nur unvollständig genutzt werden. Der Einsatz von thermoplastischen, faserverstärkten Halbzeugen als Teil eines Materialverbundes erlaubt die wirtschaftliche Volumenfertigung von Strukturen mit optimierter Faserorientierung.

## 2 Voraussetzungen, unter denen das Vorhaben durchgeführt wurde

In dem LuFo-Vorhaben konnte in enger Zusammenarbeit mit den Projektpartnern Siempelkamp, Airbus Operations, Xperion und dem IFS in Braunschweig einer Bauweise zur Fertigung für eine thermoplastische Boxstruktur entwickelt werden. Die Partnerzusammensetzung umfasste dabei die erforderlichen Expertisen im Bereich der Gestaltung und Auslegung, der Formgebung und Konsolidierung sowie dem Füge und der Materialcharakterisierung thermoplastischer Boxstrukturen, so dass der Stand der Technik in diesem Bereich angehoben werden konnte.





## 3 Planung und Ablauf des Vorhabens

Durch -vor Projektbeginn- nicht absehbare technische Risiken kam es zu Verzögerungen im Projektverlauf. Um die Projektziele dennoch erfolgreich zu erreichen, wurde eine kostenneutrale Verlängerung der Projektlaufzeit notwendig, welche im September 2014 beantragt wurde.



Die Arbeiten in TP 5 lagen hinter dem Zeitplan. Grund hierfür war die späte Materialauswahl und der damit verbundene späte Beschaffungstermin. Es wurde versucht, dies durch eine vorbereitende Materialcharakterisierung zu kompensieren. Da hier jedoch noch nicht das gewählte Material verwendet wurde, konnten die Ergebnisse nur begrenzt übertragen werden. Im weiteren Verlauf mussten zwischenzeitlich die Durchführung der Materialcharakteristik teilweise gestoppt werden. Hintergrund waren Schwankungen in der Qualität des Halbzeuges. Vor einer Wiederaufnahme der Charakterisierungsversuche wurde eine umfangreiche Wareneingangskontrolle eingeführt.

Das Deliverable 8 (Verzugsverhalten) mit dem Lieferzeitpunkt Q1/2014 konnte nicht eingehalten werden. Es wurden Maßnahmen eingeleitet, um die Auswirkungen der Verspätung auf den weiteren Projektverlauf zu reduzieren.

Auch die Arbeiten in TP3 lagen teilweise hinter dem Zeitplan. Hier hat sich herausgestellt, dass die Beantwortung einiger Fragestellungen bzw. die Beschaffung erforderlicher Informationen zeitintensiver waren als gedacht. Als Beispiele sind die Beschaffung von Auslegungskriterien sowie die Konstruktion von Testbauteilen, die die erforderlichen Features abbilden, zu nennen. Hinzu kamen ungeplante Ausfallzeiten der erforderlichen Presse aufgrund von Reparaturen, die eine Anpassung der Versuchsplanung erforderlich gemacht haben. Hierdurch ergaben sich Verzögerungen in den TP3.1 und 3.2. Der Zieltermin für TP3.1 wurde um 6 Monate verschoben. Auch für TP3.2 erfolgte eine geringe Verschiebung. Die Auswirkungen auf den weiteren Verlauf des Vorhabens wurden als gering erachtet. Es wurden Maßnahmen eingeleitet (Vorversuche, Verwendung einer alternativen Presse, Verwendung von Prüfergebnissen in mehreren TP), die die Auswirkungen auf andere Arbeiten des Projektes minimierten und den zeitlichen Verzug reduzieren konnten.

Durch den Verlauf des Projektes war es nicht Möglich die Teilpakete 5.1 – 5.3, trotz zusätzlicher Ressourcen fristgerecht im vollen Umfang abzuschließen, so dass eine kostenneutrale Verlängerung des Projektes erfolgte.





## 4 Wissenschaftlicher und technischer Stand zu Beginn

Der ansteigende Bedarf von Hochleistungs-Systemkomponenten in der Maschinen-, Fahrzeug- sowie in der Luftfahrtindustrie erhöht die Nachfrage nach von thermoplastischen kohlenstofffaserverstärkten Bauteilen. Bei bewegten Massen ist die fasergerechte Strukturauslegung eine effiziente Methode, um die Leistungsfähigkeit des Produktes zu erhöhen, gleichzeitig die erforderliche Energie bei höherer Effizienz im Betrieb und somit die laufenden Kosten durch ein geringeres Gewicht einzusparen. Thermoplastische kohlenstofffaserverstärkte Kunststoffe besitzen im Vergleich zu Leichtmetallen einen hohen Gewichtsvorteil, da sie bei einer geringen Dichte eine hohe spezifische Festigkeit und Steifigkeit aufweisen. Aufgrund der kurzen Zykluszeit zur Bauteilherstellung nehmen sie nach [1-6] eine zunehmend wichtige Rolle ein. Eine reine Reduzierung des Bauteilgewichts durch Faserverbundbauteile ohne Berücksichtigung einer strukturgerechten Auslegung ist in diesem Zusammenhang nicht zielführend. Der Einsatz von Großkomponentenstrukturen aus CFK in Großserien scheitert jedoch häufig an ihren Herstell- und Materialkosten. Um Bauteile aus diesem Werkstoff zu konkurrenzfähigen Kosten fertigen zu können, muss der Herstellprozess weitgehend automatisiert sein und eine geringe Zykluszeit aufweisen [vgl. [7], [8] und [9]].

Das Thermoformen von faserverstärkten thermoplastischen Halbzeugen in diesem Zusammenhang ein manuell geprägtes Verfahren. Es liefert in kurzen Prozesszeiten Kleinbauteile mit ausgezeichneter Laminatqualität und hat sich in seinen Abläufen als Stand der Technik etabliert. Aufgrund der bisher geforderten niedrigen Stückzahlen gibt es keine Vollautomatisierung der einzelnen Teilbereiche. Für eine Großserienfertigung für thermoplastische Kleinbauteile wurden erste Ansätze für eine Automatisierung des Prozesses bereits untersucht [1-6,8].

Der Ablege- und Umformprozess ist stark vom individuellen Wissen des Bedieners abhängig. Daraus und aus nur einfach temperierten Werkzeugen resultieren hohe Qualitätsschwankungen und entsprechend hohe Ausschussraten in Bezug auf Spring-In/-Back Effekte sowie lange Zykluszeiten [10,11]. Die angestrebte Qualität wird durch ein entsprechendes Verständnis des Umformvorganges erreicht, dass insbesondere in eine innovative Werkzeugauslegung und -temperierung im Forschungsvorhaben umgesetzt wird. Derzeit fehlt eine gezielte Temperierung von Thermoformwerkzeugen, wie sie bereits für Spritzgusswerkzeuge Stand der Technik ist.

die Bauteilqualität beim Thermoformen hat Entscheidenden Einfluss auf die Temperaturführung. So führt beispielsweise der Kontakt mit dem kühlen Werkzeug zum unmittelbaren Erstarren der schmelzförmigen Matrix. Damit ändert sich schlagartig die Matrixwerkstoffes und Formbarkeit des somit des Gesamtverbundes. Lokale Eigenspannungen und Formabweichungen im Bauteil sind die Folge. Überlagert werden die Formabweichungen durch lokale Kristallinitätsunterschiede mit verschiedener Materialdichte bei Unterschieden in der Abkühlgeschwindigkeit. Diese Empfindlichkeit und die Interaktionen dieser Phänomene führen schon bei kleinen Prozessschwankungen zum Bauteilausschuss. Da die Phänomene weitgehend temperaturinduziert sind, verlangt eine reproduzierbare Fertigung von Serienbauteilen eine definierte Temperaturführung bzw. der Temperaturregelung von Halbzeug und Werkzeug. Bei einem vollständig automatisierten Prozess stellt dies zudem eine bedeutende Herausforderung an das Handlingsystem. Insbesondere vor dem Hintergrund der geforderten Materialreduzierung und der





Konkurrenzfähigkeit zu bisherigen Bauweisen besteht die Forderung nach einer Prozessoptimierung bzw. -anpassung.

### 4.1 Verwendete Fachliteratur

- JörO4 Jörn, P.: Entwicklung eines Produktionskonzeptes für rahmenförmige CFK-Strukturen im Flugzeugbau, Dissertation, Lagos Verlag 2004, Berlin ISBN 3-8325-0477-X
- Wij05 Wijskamp, S.: "Shape distortions in composites forming", PhD thesis, University of Twente, Enschede, 2005
- Wij06 Wijskamp, S; Lamers, E.A.D.; Akkerman, R.: "Effects of out-of-plane properties on distortions of composite panels"; Cetex®-Thermoplastic Composites, proceeding of the first Cetex conference; Technische Universität Delft, 2006
- Ber06 Berthold U.: "Beitrag zur Thermoformung gewebeverstärkter Thermoplaste mittels elastischer Stempel", Dissertation, Technische Universität Chemnitz, 2001
- Col03 Cole, K.C. et al: "Crystallinity in PPS-Carbon Composites a Study Using Diffuse Reflection FT-IR Spectroscopy and Differential Scanning Calorimetry"; Journal of Applied Polymer Science Published Online: 10 Mar 2003, John Wiley & Sons, Inc.
- Wei02 Weimer, C., Mitschang, P., Neitzel, M.: Continuous Manufacturing of Tailored Reinforcements for Liquid Infusion Processes Based on Stitching Technologies, Kaiserslautern 2002.
- Mat00 Mattheij, P., Gliesche, K., Feltin D.: 3D reinforced stitched carbon/epoxy laminates made by tailored fibre placement, Composites: Part A 31 (2000) 571– 581
- Gli04 Gliesche, K, Orawetz, H.: "Nutzung des Tailored Fibre Placement Verfahrens zur Low-cost-Herstellung von beanspruchungsgerechten Spantstrukturen", Critical Design Review des Verbundprojektes EMIR CFK-Rumpf, Bremen 2004.
- Kat09 Katsiropoulos, C. V., Pantelakis, S. G., Meyer, B. C.: Mechanical behavior of noncrimp fabric PEEK/C thermoplastic composites, Theoretical and Applied Fracture Mechanics 52 (2009)

## 5 Zusammenarbeit mit anderen Stellen

Die Projektkoordination wurde durch Airbus als Projektleiter war genommen. Die Abstimmung der Fertigungsversuche erfolgte zwischen Siempelkamp, experion und dem Faserinstitut. Auch nach dem Ausscheiden von xperion erfolgte weiterhin ein Austausch über Fertigungsthemen. Mit dem ifs erfolgte ein regelmäßiger Informationsaustausch bezüglich der Materialprüfungen.

Aufgrund der während der Fertigungsversuche festgestellten Dickenschwankungen im Material wurde der Hersteller des Materials, Toho Tenax in Wuppertal, kontaktiert. Es wurden mehrere Gespräche, sowohl telefonisch als auch persönlich geführt, um den





Hintergrund der Schwankungen nachzuvollziehen und um mitzuteilen, welche AuswirkungendieSchwankungenaufdengeplantenFertigungsprozesshaben.





# Abschnitt 2: Erweiterter Projektbericht





## 6 Verwendung der Zuwendung und des erzielten Ergebnisses

#### <u>Teilprojekt 1 – Design und Auslegung: Strukturoptimierung infolge der</u> <u>Prozesskettenoptimierung</u>

Partner im Projekt: Faserinstitut Bremen e. V., Siempelkamp, AIRBUS

In diesem Arbeitspaket wurde das Fertigungskonzept für die ausgewählten Strukturen entwickelt. Die thermoplastischen Halbzeuge wurden beanspruchungsgerecht abgelegt. Die Konsolidierung erfolgte im Thermoformprozess. Des Weiteren wurden die einzelnen Fertigungsschritte innerhalb der genannten Prozessketten aufeinander abgestimmt. Unter Berücksichtigung dieser Konzepte konnten nach Entwurf und Design der Einzelkomponenten als auch erste Vorversuche im Laborstadium (Thermoformen), teilweise noch manuell, durchgeführt werden. Die innere Bauteilqualität (Gefüge, Faser-Matrix-Haftung und lokale Faservolumengehalte) wurden im Anschluss analysiert und flossen in die Weiterentwicklung der Prozesse und in die Optimierung der Verfahrensparameter des Thermoformens ein.

Technische Ziele	Ergebnisse
Erste Versuchsbauteile	Konzeption und
<ul> <li>optimale Anpassung der</li> </ul>	Konstruktion von
Werkstoffeigenschaften	Struktur-System-
in Bezug auf die	Konfigurationen
Bauteilbelastung	<ul> <li>Herstellung</li> </ul>
<ul> <li>Ableitung von</li> </ul>	Versteifungsstrukturen
Anforderungen und	Zusätzliche
Gestaltungsrichtlinien für	Automatisierungsideen
eine komplexe	
Fertigungsanlage für	
Siempelkamp	

Von Airbus wurden 12 unterschiedliche Bauweisenkonzepte vorgestellt. Diese unterscheiden sich im Aufbau bzw. Anzahl der Komponenten. Diese Konzepte wurden verschiedene Cluster einsortiert, um den im folgenden Schritt anstehenden Bewertungsprozess zu vereinfachen.



#### Faserinstitut Bremen e.V. Zwischenbericht 1. Halbjahr 2015 20W1104B (LuFoIV-4)





Abbildung 1: Beispiel von geclusterten Konzepten

Für die Bewertung wurden von den Projektpartnern entsprechende Kriterien definiert. Dabei konzentrierte sich jeder Projektpartner auf dem Bereich, in dem seine Kompetenzen liegen. Um die Bewertung handhabbar zu halten, wurde die Anzahl der Kriterien für jeden Fachbereich auf 3 begrenzt. Das Faserinstitut hat in enger Absprache mit der Fa. Siempelkamp die Kriterien für aus den Thermoform-Prozess definiert. Die Kriterien wurden wie folgt gewählt:

- 1. Qualität der konsolidierten Haut
- 2. Komplexität des erforderlichen Presswerkzeugs
- 3. Grad der erforderlichen Umformung

Bei der Qualität der konsolidierten Haut wurde bewertet, ob eine gute Druckverteilung zu erwarten ist. Die beste Druckverteilung wird bei flachen Blechen (oder bei leicht gekrümmten Flächen) erreicht. Diese Bauteile werden daher auch mit der besten Bewertung versehen. Die Bewertung wird dann stufenweise reduziert für Bauteile mit unterschiedlichen Dicken (Rampen) und Bauteile mit Rampen und Durchsetzungen. Die schlechteste Bewertung erhalten Bauteile, die Hinterschnitte erfordern oder Geometrien aufweisen, die eine Umlenkung der Presskraft um 90° erfordern.

Die Komplexität des Presswerkezugs wird anhand des Aufwandes bewertet, der zur Herstellung und Betrieb des Werkzeuges notwendig ist. Folglich erhalten Werkzeuge, die aus einem Stück Metall gefräst werden können und keine weiteren "Features" aufweisen, die beste Bewertung. Die Bewertung wird reduziert, sobald zusätzliche Funktionen wie Kühlund Heizkanäle als erforderlich angesehen werden. Die schlechteste Bewertung erhalten Werkzeuge, die zusätzlich Aktuatoren benötigen, um z.B. Hinterschnitte zu fertigen oder zusätzlichen Druck auszuüben.

Die Bewertung des Grades der Umformung erfolgt anhand eines Vergleiches zwischen der Endkontur und dem (angenommenen) ebenen Ausgangsmaterial. Leichte Krümmungen, die wie zum Beispiel eine Flügelkontur nur geringe Winkel bei großen Radien aufweisen, erhalten die höchste Bewertung. Größe Winkel mit großen Radien, wie sie zum Beispiel bei Flügelkanten auftreten, werden abgewertet. Große Winkel und kleine Radien, zum Beispiel bei L-Profilen, erhalten die schlechteste Bewertung.

Weitere Bewertungskriterien waren das erwartete Gewicht, der Fügeaufwand, Länge und Komplexität der (aufzuschweißenden) Versteifungsprofile, Anzahl der Einzelteile, Komplexität der erforderlichen (Montage-) Vorrichtungen, Reparierbarkeit nach einer Schlagbeschädigung sowie der Reifegrad der Montagetechnologie.





Die Bewertungskriterien wurden mit allen Projektpartnern abgestimmt. Auch die Bewertung der Konzepte erfolgte im Konsens.

Als Resultat wurde das Konzept A2 priorisiert. Dieses Konzept ist ein Multisparkonzept, bestehend aus Ober-, Unterschale, Nase und Z-Holmen. Die Unterschale wird mit den Holmen verschweißt. Das Schließen der Box erfolgt auf konventionellen Art und Weise.

Für die ausgewählten Bauweisenkonzepte wurden die möglichen Fertigungsabläufe entwickelt. Hierzu wurden für die jeweilige Boxstruktur die einzelnen Komponenten, wie z.B. Haut, Stringer, Holme, ..., identifiziert. Für jede Komponente wurden die möglichen Fertigungskonzepte aufgelistet. Anschließend erfolgte die Auflistung der möglichen Montage bzw. Schweißkonzepte. Das Ergebnis dieses Vorgehens ist beispielhaft in Abbildung 2 dargestellt.



Abbildung 2: Darstellung der Fertigungs- und Montagevarianten am Beispiel eines Designkonzeptes

Eine detaillierte Beschreibung des Vorgehens und der Ergebnisse kann dem Bericht von Siempelkamp bzw. CTC entnommen werden.

Ergebnis:

- Verschiedene Bauweisen wurden konzeptioniert
- Es wurden Bewertungskriterien für eine ganzheitliche Bewertung der Konzepte entwickelt
- Die Bauweisenkonzepte wurden bewertet und priorisiert
- Fertigungsabläufe für verschiedene Bauweisen wurden konzeptioniert und im Detail entwickelt
- Generische Charakteristiken wurden analysiert und in einen Probebauteil umgesetzt.





#### Teilprojekt 3: Entwicklung Umformprozess

Das Coupon Werkzeugkonzept für Umformversuche nahm im Forschungsvorhaben eine entscheidende Rolle ein. Die Konstruktion der Werkzeuggeometrie erfolgte nach Auswahl der Bauteilgeometrien in Zusammenarbeit mit AIRBUS, CTC und Siempelkamp. Dabei wurde die gezielte Ablage, die Temperaturführung im Werkzeug, die Wechselwirkungen von Pressdruck, Temperatur (-verteilung) und Presszeit auf die Bauteilqualität untersucht, um den Spring-In/-Back Effekt und eine gleichmäßige Kristallisation zu beherrschen. Ziel war es Regelungsparameter für eine gezielte Temperierung zu definieren, die eine hohe Teilequalität bei möglichst kurzen Zykluszeiten realisieren können. Innerhalb dieses Pakets wurden die erforderlichen Anlagen entworfen, konstruiert, gefertigt, aufgebaut, in Betrieb genommen und unter realistischen Prozessszenarien getestet.

Es erfolgt die Validierung der definierten Geometrien (aus AP 1.3) durch Fertigungsversuche am FIBRE. Die Komponenten werden auf den im AP 3 entwickelten Einrichtungen, Formwerkzeugen hergestellt und mechanisch durch das FIBRE untersucht. Nach Abstimmung im Projektkonsortium wurden hierfür am FIBRE thermoplastische Prepregs eingesetzt.

Die Fertigung der Probekörper erfolgte bei Siempelkamp und beim FIBRE. Das Faserinstitut untersuchte die Probekörper mit unstetiger Laminatdicke und wertete die Ergebnisse aus, um so Vorgaben für das finale Bauteil Entwicklung zu Entwickeln.

Technische Ziele	Ergebnisse
Auslegung und Konstruktion	Entwickeltes Werkzeug
eines temperierten	Optimierung der
Umformwerkzeuges	Prozessparameter
<ul> <li>Durchführung von</li> </ul>	Bestimmung der
Thermoform-Versuchen	Materialcharakteristiken
Coupontest von Prüfkörpern	Entwicklung von
mit unsteter (variabler)	Fertigungsvorgaben
Laminatdicke	
<ul> <li>Konzeptentwicklung einer</li> </ul>	
Prozesskette	
Kennwerteermittlung	

Das Ziel bestand in der Analyse und Optimierung der relevanten Fertigungsparameter in einem Thermopressprozess. Hierfür wurden faserverstärkte Bauteile (Organobleche) mit einer thermoplastischen Matrix hergestellt und anschließen bezüglich ihrer Qualität untersucht werden. Die Struktur des Vorgehens ist in Abbildung 3 dargestellt.



#### Faserinstitut Bremen e.V. Zwischenbericht 1. Halbjahr 2015 20W1104B (LuFoIV-4)



Ziel	Analyse und O die F	ptimierung der Fe Fertigung von the	ertigungsparamet rmoplastischen B	ter eines Thermopress Bauteilen (Organoblech	prozesses für en)
Aufgabe	Stand der Erkenntnisse analysieren	Vorversuche: Planung und Durchführung	Analyse der ersten Ergebnisse	Hauptversuche: Planung und Durchführung	Bewertung der Fertigungs- parameter
Inhalte	Identifikation: <ul> <li>relevanter</li> <li>retrigungs-</li> <li>parameter</li> <li>Zielgrößen</li> <li>möglicher</li> <li>Störgrößen</li> <li>Parameter-</li> <li>grenzen</li> </ul>	Planung der E Vorversuche Übersichts- versuche (Screening) Unterschiedliche Dicken und Fertigungsparameter (möglichst großes Parameterfenster)	irste Erkenntnisse : Verhalten des Materials Prozessablauf Qualität der Bauteil	<ul> <li>Planung der Hauptversuche</li> <li>Tendenzen aus Vorversuchen verifizieren</li> <li>Weitere Fertigungsparameter (evtl. Parameter- fenster verkleinern)</li> </ul>	gebnisse: Mechanische und thermische Eigenschaften des Materials Auswirkung der Prozessparameter auf die Bauteilqualität
Methode	Literatur- recherche	Statistische Versuchsplanung Thermopressen	Prüfversuche nach DIN	Statistische Versuchsplanung Thermopressen	Prüfversuche nach DIN Bewertungs- methoden
Ergebnis	Basiswissen	Versuchsplan Proben	Erste Abschätzung	Versuchsplan Proben	Optimale Prozessparameter

Abbildung 3: Aufgabenstellung und Zielsetzung

Ausgangspunkt war ein Versuchsbauteil, das von Airbus in Abstimmung mit den Projektpartnern konstruiert wurde. Es wurde versucht, möglichst viele auftretende Charakteristika des Referenzbauteils in diesen Probekörper – im folgenden Rampenplatte genannt – zu integrieren. Gleichzeitig soll er – neben Erkenntnissen zum Material und der Prozessführung – auch den Montageprozess durch Induktion ermögliche.



Abbildung 4: 3D Modell mit nummerierten Abschnitten des Probekörpers "ebene Platte mit variabler Dicke"

Wie in Abbildung 4 zu sehen, kann das Bauteil in 7 Abschnitte eingeteilt werden, die je eine Charakteristik des Referenzbauteiles beschreiben.

- Abschnitt 1: Dieser Abschnitt besteht aus 16 Lagen und ist ungefähr 2,18mm dick.
- Abschnitt 2: Diese Rampe weist eine Steigung von 1:40 auf
- Abschnitt 3: Der Abschnitt repräsentiert die maximale Dicke des Referenzbauteils. Die 38 Einzellagen ergeben eine Gesamtdicke von ca. 5,13mm.
- Abschnitt 4: Diese Rampe ist steiler als die Rampe in Abschnitt 2 und weist eine Steigung von 1:20 auf.
- Abschnitt 5: Hier ist die Platte ungefähr 3,78mm dick und besteht aus 28 Lagen





- Abschnitt 6: Hier ist eine Durchsetzung der Platte vorgesehen. Das heißt, bei gleichbleibender Laminatstärke wird die Platte um ca. 2,1mm parallel zur Ebene verschoben. Dies ermöglicht auch, das zwei Platten dergestalt nebeneinander gelegt werden, dass sich die Abschnitte 6 & 7 einer Platte über den Abschnitt 1 der anderen Platte befinden und diese miteinander verschweißt werden können.
- Abschnitt 7: Diese Rampe mit der Steigung 1:10 läuft aus. Die dünnste Stelle der Rampe besteht nur noch aus zwei Einzellagen.

Die Durchsetzung ist so gestaltet, dass der Abschnitt 7 über den Abschnitt 1 einer zweiten Platte gelegt werden kann. An dieser Überlappung konnten beim Projektpartner IFS Untersuchungen zur Schweißbarkeit vorgenommen werden.

Von Airbus wurden entsprechende Zeichnungsunterlagen für die Rampenplatte zur Verfügung gestellt (siehe Abbildung 5).



Abbildung 5: Zeichnungsunterlagen der Rampenplatte

Auf Basis dieses Modells wurde seitens des Faserinstituts eine Konstruktion des Thermoform-Werkzeugs vorgenommen, dargestellt in Abbildung 6). Das Werkzeug ist als Tauchkantenwerkzeug mit Einlegern konzipiert. In der Matrize und der Patrize befinden sich Bohrungen für den Anschluss an einen Kühlkreislauf und den Einbau von Heizpatronen. Die Geometrie des Bauteils wird durch die Einleger abgebildet. Die Trennung der Geometrie von dem eigentlichen Werkzeug hat den Vorteil, dass zum einen ein anderes Material für den Einleger verwendet werden kann, zum anderen bei Geometrieänderungen nicht das gesamte Werkzeug bearbeitet werden muss, sondern nur der Einleger.







Abbildung 6: Werkzeug zur Herstellung der Rampenplatte

In Vorbereitung auf die Fertigungsversuche der Rampenplatte sind Vorversuche aufgeplant und durchgeführt worden. Diese Versuche hatten den Zweck, sich einen Überblick über das Materialverhalten und den Einfluss der Prozessparameter zu verschaffen.

Als Ergebnis einer Recherche wurden für die Versuche folgende Parameter definiert:

- Werkzeugtemperatur in den Stufen 370°C, 395°C und 410°C
- Haltezeit in den Stufen 5, 15 und 30 Minuten
- Spezifischer Druck in den Stufen 10, 20 und 30 bar

Für alle Versuche wurde eine konstante Bauteildicke von 10 Lagen (ca. 1,37mm) verwendet. Das verwendete Werkzeug ist ein Plattenwerkzeug mit integrierter Heizung. Die Kühlung erfolgte über Kühlkanäle mit Druckluft als Kühlmedium. Aufgrund der Werkzeugabmessungen besitzen die Platten die Dimensionen 215 x 315. Neben den definierten Parametern sind weitere Parameter während der Versuchsdurchführung aufgenommen worden (siehe Abbildung 7=.

	SOLL Werkzeug-		IST-V Tł	Verkzeugtemp nermologger (°	eratur C)			Druck	(bar)
Nr:	temperatur (°C)	T1	T2	T3	T4	Mittelwert	Haltezeit (min)	Presse	Baute drucl
1	270	374,1	362,3	363,8	378,1	369,6	15	43	20
2	370	375,2	364,1	364	379,5	370,7	30	65	30
3		398,2	374,5	376,1	402,8	387,9	15	30	14
4	395	397,7	380,7	379,5	400	389,5	30	05	

Abbildung 7: Ausschnitt aus der Versuchsdokumentation der Vorversuche

Es erfolgte zunächst eine qualitative Bewertung der erreichten Oberflächenqualität ist bereits abgeschlossen (Abbildung 8).





		Bewertung		
			Verzug durch	
Proben Nr.:	Bemerkung	Oberflächen Qualität	Eigenspannungen	
1		1-2	1-2	
2		2	2	
3		4	2	
4		3	2	

Abbildung 8: Ausschnitt aus der qualitativen Bewertung der Probenoberfläche

Desweiteren wurden die Probendicke gemessen. Hierzu wurde an 6 definierten Punkten die Dicke ermittelt (siehe auch Abbildung 9).



Abbildung 9: Position der Messpunkte zur Dickenmessung

Aus den Ergebnissen der Dickenmessung (Abbildung 10) ließ sich bereits feststellen, dass der Mittelwert der gemessen Dicken etwas über der nominalen Dicke (1,37mm) liegt.

Proben Nr.:	MP 1	MP 2	MP 3	MP 4	MP 5	MP 6	Mittelwert
	(mm)						
1	1,38	1,4	1,41	1,4	1,41	1,45	1,41
2	1,32	1,41	1,39	1,39	1,4	1,3	1,37
3	1,35	1,37	1,4	1,35	1,45	1,48	1,4
4	1,45	1,35	1,38	1,4	1,32	1,37	1,38

Abbildung 10: Ausschnitt	aus den Ergebnissen	der Dickenmessung
--------------------------	---------------------	-------------------

Für die Bewertung der inneren Bauteilqualität wurden verschiedene Prüfkörper aus den Platten extrahiert. Als Verfahren wurden eingesetzt:

- Zugversuch: zur Bestimmung der Zugfestigkeit
- 3-Punkt-Biegeversuch:zur Ermittlung der interlaminaren Scherfestigkeit
- DSC: zur Bestimmung des Kristallisationsgrades
- Schliffbilder: zur optischen Bestimmungen der Qualität (qualitative Bewertung) und zur bildanalytische Ermittlung des Faservolumengehaltes

Die Fa. Siempelkamp hat in enger Abstimmung ähnliche Platten gefertigt, jedoch bei gleich bleibenden Prozessparametern die Dicke variiert. Diese Platte wurden mit den beschrieben Prüfverfahren am Faserinstitut geprüft. Die Ergebnisse flossen in eine gemeinsame Auswertung mit ein, die einige Punkte des Versuchsplans für die ebene Platte mit variabler





Dicke vorgaben. Gleichzeitig wurden die Ergebnisse dergestalt aufbereitet, dass sie für die Modellbildung im AP5 verwendet werden konnten.

#### **Tenax Prepreg**

Tenax<sup>®</sup> Thermoplast UniDirektional (TPUD) ist ein thermoplastischer Verbundwerkstoff aus einer Kohlenstofffaser und einer thermoplastischen PEEK Matrix von der Firma TohoTenax Europe GmbH mit dem Hauptsitz in Wuppertal. Dabei sind die Fasern des Halbzeugs bereits vollständig mit der Matrix imprägniert und konsolidiert. Die verwendete PEEK Matrix ist luftfahrtzertifiziert und stammt vom deutschem Chemiekonzern Evonik Industries AG.

Bei der Kohlenstofffaser handelt es sich um HTS45 12K Rovings. Diese Rovingart besteht aus Multifilamenten, die sich wiederum aus 12.000 Kohlenstofffilamenten (1K = 1.000 Filamente) zusammensetzen. Die Bezeichnung HTS (High Tenacity Strain) beschreibt die erhöhten mechanischen Eigenschaften der Kohlenstofffaser und ist eine von Toho Tenax verwendete Bezeichnung.

Einige Materialeckdaten des verwendeten Prepregs können der folgenden Tabelle 1 entnommen werden.

Eigenschaft	Größe
Prepreg Flächengewicht	220 g/m <sup>2</sup>
Faser Flächengewicht	145 g/m <sup>2</sup>
Dichte der Faser	1,77 g/cm <sup>3</sup>
Dichte der Matrix	1,30 g/ cm <sup>3</sup>
Matrixgehalt	34 %
Nominale Dicke	0,134 mm
Konsolidierungstemperatur	360 °C
Konsolidierungsdruck	10 – 40 bar
Konsolidierungszeit	10 – 30 min
Glasübergangstemperatur	143°C

#### Tabelle 1: Materialeckdaten von Tenax<sup>®</sup> TPUD PEEK HTS45

#### Dickenmessung des Halbzeugs

Die Dickenmessung des Halbzeugs erfolgte mittels einer digitalen Bügelmessschraube mit einer Angabegenauigkeit von 0,001 mm. Dabei wurden 100 definierte Messpunkte auf einem Prepreg-Zuschnitt von 300 x 300 mm untersucht. Für eine statistische Absicherung erfolgte jede Messung dreimal.

Die Flächendiagramme in der Abbildung 11 stellen die gemessenen Dicken des Prepregs aus der alten (a) und neuen (b) Charge dar. Werden die Diagramme hinsichtlich der Homogenität der Dicken vergleichen, so erweist sich das Prepreg aus der neuen Charge in der Mitte der Prüffläche als minimal homogener. Dabei variieren die Dicken der alten Charge von 0,171 bis 0,229 mm und der neuen von 0,174 bis 0,240 mm. Die vom Hersteller angegebene Dicke nach der Verarbeitung beträgt 0,134 mm.

Die starken Dickenschwankungen des Halbzeugs werden als kritisch bewertet. Dabei können diese die Prüfergebnisse beeinflussen sowie die Einflüsse der Prozessparameter überlagern.



Abbildung 11: Dickenmessung des Halbzeugs

Die Ergebnisse der mechanischen Dickenmessung sind in der Abbildung 12 zusammenfassend dargestellt. Die Proben sind aufsteigend nach Prozessdruck sortiert. Allgemein weisen die hergestellten Organobleche höhere Dicken auf als die aus dem Datenblatt ermittelte theoretische Dicke. Dies kann zum Einen durch die ungleichmäßigen Ist-Dicken des Halbzeugs erklärt werden. Zum Anderen haben Parallaxefehler sowie Messungenauigkeiten einen Einfluss auf das Messergebnis. Bei der Betrachtung der Dicke in Abhängigkeit von dem Prozessdruck ist festzustellen, dass die Dicke mit aufsteigendem Druck abnimmt. Dies verdeutlicht die aus den Mittelwerten gebildete Trendlinie in der Abbildung 12.



Abbildung 12: Dickenmessung der Versuchsproben aus Vorversuchen

#### Viskositätsmessung der Matrix

Für die Herstellung des thermoplastischen Prepregs TPUD-PEEK-HTS45 verwendet der Hersteller TohoTenax als Matrix das luftfahrtzertifizierte, mittelviskose Polyetheretherketon der Firma Evonik mit der Bezeichnung Vestakeep 2000 G. Aus vorhergegangener Zusammenarbeit von Evonik und dem Faserinstitut steht diese Matrix in Form von Granulat für diese Untersuchung zur Verfügung.



#### Faserinstitut Bremen e.V. Zwischenbericht 1. Halbjahr 2015 20W1104B (LuFoIV-4)



Abbildung 13 zeigt den Viskositätsverlauf des Vestakeep 2000 G. Zur statistischen Absicherung wurden drei Messungen mit gleichen Parametern durchgeführt. Der Stufensprung des Graphen stellt den Schmelzpunkt, der im Bereich von ca. 340 °C liegt, dar. Ab dieser Temperatur bis ca. 350 °C fällt die Viskosität stark bis auf 800 Pa•s ab. Bei Temperaturen über 350 °C fällt die Viskosität weiterhin geringfügig bis auf 500 Pa•s ab. Aus dem Verlauf des Graphen lässt sich für den Fertigungsprozess ableiten, dass auf Grund der höheren Viskosität bei niedrigen Temperaturen (ca. 370 °C) ein höherer Pressdruck bzw. eine längere Zykluszeit zu empfehlen ist. Werden höhere Prozesstemperaturen (ca. 395 °C) gewählt, so verhält sich die Matrix fließfähiger, und es können niedrigere Pressdrücke bzw. kürzere Zykluszeiten bei gleichbleibendem Druck im Fertigungsprozess realisiert werden. Weil sich das Material in dem Temperaturfenster zwischen 370 °C und 400 °C um lediglich 300 Pa•s fließfähiger verhält, kann sich ein Prozess mit niedrigen Temperaturen und höheren Drücken als wirtschaftlicher erweisen.



Abbildung 13: Viskositätsverlauf von Vestakeep 2000G

#### DSC Untersuchung der Matrix

Innerhalb der DSC Untersuchungen der Matrix Vestakeep 2000G wurde zum Einen das allgemeine thermische Verhalten des Halbzeugs untersucht. Zum Anderen wurde der Einfluss des Probengewichtes sowie der Kontaktfläche der Probe untersucht.

Abbildung 14 stellt beispielhaft einen Thermoverlauf von einer Vestakeep 2000G Probe in Form von Granulat (10,09 mg) dar. Um die Fertigungseinflüsse bei der Herstellung des Granulates zu vernachlässigen und die reinen werkstoffspezifischen Eigenschaften der Matrix betrachten zu können, wird der erste Aufheizlauf nicht berücksichtigt. Dargestellt ist der erste Kühlverlauf, der mit einer Abkühlrate von 10 K/min durchgeführt wurde, und der zweite Heizverlauf mit einer Aufheizrate von 10 K/min. Relevant für die späteren Betrachtungen ist dabei die, aus der gewählten Abkühlrate, resultierende mögliche Schmelzenthalpie  $\Delta$ H von 32 J/g, aus der später der Kristallisationsgrad berechnet werden kann. Der Schmelzpunkt bei 333,03 °C stimmt in etwa mit dem Schmelzpunkt aus der Viskositätsmessung (vgl. Abbildung 13) überein. Die Temperatur von 303,65 °C in der Abkühlkurve stellt den Übergang des PEEK vom flüssigen zum festen Zustand dar.



Probengewicht von 10,06 mg

Da es sich bei den späteren DSC Untersuchungen um Proben aus einem Verbund aus Faser und Matrix handelt und somit die Fasern ebenfalls zum Gesamtgewicht der DSC-Probe beitragen, wurde des Weiteren der mögliche Einfluss des Fasergewichtsanteils untersucht. Hierfür wurden fünf Vestakeep 2000G Proben mit unterschiedlichen Gewichten (ideal: 2,5, 5, 10 und 20 mg) ebenfalls der thermischen Analyse unterzogen. Dabei wurde für alle Messungen die gleiche Heiz- und Kühlrate von 10 K/min gewählt, um die Schmelzenthalpien untereinander zu vergleichen.

Abbildung 15 stellt die fünf gemessenen Schmelzenthalpien  $\Delta H$  mit den jeweiligen Probeneinwaagen dar. Dabei wird  $\Delta H$  des zweiten Aufheizlaufs betrachtet, um die Fertigungseinflüsse bei der Granulatherstellung auszufiltern. Werden die Werte untereinander verglichen, kann ein klarer Einfluss des Probengewichtes auf die gemessene Schmelzenthalpie festgestellt werden. So herrscht zwischen der leichtesten Probe (M3-1 = 2,37 mg) und der schwersten Probe (M3-5 = 20,36 mg) eine Differenz der Schmelzenthalpie von plus 6,15 %.



Abbildung 15: Proben Vestakeep 2000G, Probengewichte mit den jeweiligen Schmelzenthalpien

Die Kontaktfläche zwischen dem Probekörper und dem Tiegelboden kann ebenfalls einen Einfluss auf die Schmelzenthalpie haben. Werden Faserverbundwerkstoffe einer DSC Untersuchung unterzogen, so können Fasern die Kontaktfläche minimieren. Um Erkenntnisse über diese möglichen Einflüsse zu gewinnen, wurden weitere DSC Messungen an Proben in Form von Granulat und Pulver durchgeführt. Dabei wurde für die Untersuchung





das Vestakeep 1000G eingesetzt. Für alle Messungen wurde eine Heiz- und Kühlrate von 10 K/min gewählt, um die Schmelzenthalpien ebenfalls untereinander vergleichen zu können.

Abbildung 16 führt die Schmelzenthalpien  $\Delta$ H der Probenarten (Pulver und Granulat) sowie den jeweiligen Gewichten auf. Dabei wird  $\Delta$ H des ersten Aufheizlaufs betrachtet, um die Granulat- bzw. Pulverform und den jeweiligen Einfluss der Kontaktfläche zu betrachten. Der Vergleich zeigt, dass ein Einfluss der Probenart vorhanden ist. Dabei sind die Schmelzenthalpien des Pulvers höher als die des Granulats. Dies lässt sich auf die bessere Kontaktfähigkeit des Pulvers zurückführen. Die höheren Schmelzenthalpien der Granulatproben - verglichen mit den Proben aus Abbildung 15 - sind voraussichtlich auf die Fertigungseinflüsse zurück zu führen, wobei Probe M2-3 einen Ausreißer darstellt.



Abbildung 16: Schmelzenthalpien von Proben Vestakeep 1000G in Pulver- und Granulatform

#### Vorversuche - Versuchsplan

Die Rucks Presse KV 214 kann eine maximale Temperatur von 330 °C erreichen. Weil beim Thermopressen von PEEK eine Prozesstemperatur von ca. 400 °C erreicht werden muss, kann das Werkzeug nicht über die Pressengrundplatte erwärmt werden. Hierfür wurde ein Werkzeug mit integrierten Heizpatronen eingesetzt, das die Anforderung an die maximal geforderte Temperatur erfüllt.

Das primäre Ziel der Vorversuche lag, neben der Gewinnung von ersten Erkenntnissen über das Materialverhalten des im Prozess verwendeten Halbzeugs, in der Minimierung der Störgrößen. Durch die im Inneren des Werkzeugs eingebrachten Thermoelemente konnte die Soll-Temperatur des Werkzeugs mit der Ist-Temperatur des Prozesses verglichen werden. Auf diese Weise können Temperaturabweichungen, bedingt durch die interne Reglungstechnik des Werkzeuges sowie möglichen Temperaturverlusten durch Wärmestrahlung, kompensiert werden.

Die folgende Tabelle gibt eine Übersicht der festgelegten Steuerfaktoren des Thermopressprozesses sowie die jeweiligen relevanten Faktorstufen, welche es zu untersuchen galt.**Fehler! Verweisquelle konnte nicht gefunden werden.** 

Eine experimentelle Durchführung aller Kombinationsmöglichkeiten hätte den wirtschaftlichen sowie den zeitlichen Rahmen der Versuche gesprengt. Auf Grund dessen wird der Umfang der Vorversuche auf acht Proben beschränkt, vgl. Tabelle 2.

#### Tabelle 2: Versuchsumfang der Vorversuche



#### Faserinstitut Bremen e.V. Zwischenbericht 1. Halbjahr 2015 20W1104B (LuFoIV-4)



Nr:	SOLL Werkzeugtemperatur (°C)	Haltezeit (min)	Druck (bar)	Aufheizrate (K/min)	Abkühlrate (K/min)
1	270	15	20		
2	370	30	30		
3		15	14	Max.	An der Luft
4	205	30	30		
5	395	15			
6		30	20		
7	410	15	30		
8	410	5	14		

#### Durchführung der Vorversuche

Der Versuchsaufbau der Vorversuche ist in der Abbildung 17 dargestellt.



Abbildung 17: Versuchsumfeld

Die Aufzeichnung des Temperaturverlaufs durch die Thermologger sowie des Druckverlaufs durch die Presse ist in der Abbildung 18 beispielhaft für die Herstellung des ersten Organoblechs aufgeführt.



Abbildung 18: Zeit- und Druckverlauf bei der Herstellung der ersten Probe

Mittels der Heizpatronen sowie des Mehrzonen-Reglers wird das Werkzeug zunächst auf 200 °C aufgeheizt, vgl. Abbildung 18. Anschließend wird das Werkzeug mit einem Trennmittel eingetrennt, worauf die Haltezeit von ca. 15 min. der Temperaturgrafen zurückzuführen ist. Zum Eintrennen des Werkzeugs steht ein hochtemperaturbeständige Trennmittel zur Verfügung. Dieses Trennmittel wird unter Druck (ca. 2 bar) und mittels einer Sprühpistole auf das warme Werkzeug (180 -200 °C) aufgebracht und bildet dabei einen Film auf der Oberfläche. Dieser Film hilft bei der Entformung des Organoblechs und verhindert die starken Adhäsionskräfte zwischen Werkzeug und Bauteil. Um diesen Effekt zu verstärken sowie ein Eindringen der Matrix in die Spalten der Auswerfer zu vermeiden, wird des Weiteren eine Trennfolie mit einer Stärke von 0,05 mm eingesetzt. Diese wird ebenfalls zuvor mit dem Trennmittel behandelt. Nach einer Einwirkzeit von 10 min werden die einzelnen Laminatlagen anhand des zuvor festgelegten Lagenaufbaus in das Werkzeug eingelegt. Anschließend wird mit Hilfe der Presse das Werkzeug geschlossen und ein Pressdruck von 43 bar aufgebaut, vgl. Abbildung 18. Darauf folgend wird das Werkzeug auf eine Temperatur von 300 °C erwärmt und für 10 min. gehalten, um eine homogene Temperaturverteilung sowohl im Werkzeug als auch im Laminat zu gewährleisten. Bei bleibendem Pressdruck wird anschließend das Werkzeug auf die Prozesstemperatur von 370 °C gebracht und das Laminat bei einer Haltezeit von 15 min. aufgeschmolzen. Aufgrund des Schmelzvorgangs im Laminat muss die Presse den erforderlichen Druck immer wieder nachregeln. Das erklärt den häufigen Abfall des Druckgrafen. Dabei setzt die Drucknachreglung ab einem p von 10 bar ein. Schaut man sich den Gra phenverlauf der Thermologger 2 und 3 an, so muss man feststellen, dass diese etwas nachlaufen. Hier liegt die Vermutung nahe, dass die Position der Thermofühler im Werkzeug) und die Bauart der Heizpatronen einen Einfluss auf die Temperaturmessung haben. Abschließend erfolgte im Prozessablauf die Abkühlphase, die auf Grund von fehlender Kühlmöglichkeit im Werkzeug 80 min. andauerte.





#### Auswertung der Vorversuche

Um eine Vergleichbarkeit der Messergebnisse zu gewährleisten, wurde bei der Präparation der Proben darauf geachtet, dass die zu untersuchenden Proben stets aus reproduzierbaren Entnahmestellen der zu analysierenden Pressplatten entnommen wurden, vgl. Abbildung 19. Weil die Proben damit eine weitgehend ähnliche thermische Vorgeschichte aufweisen, kann auf diese Weise sichergestellt werden, dass diese reproduzierbare Prüfergebnisse liefern oder repräsentative Unterschiede aufweisen.



Abbildung 19: Schablone für die Probenentnahme - Vorversuche

Im Rahmen der Vorversuche sind acht Organobleche herstellt worden, die bezüglich ihrer Qualität untersucht wurden. Die folgenden Auswertungen der Proben aus den Vorversuchen basieren auf dem in der Tabelle 3 dargestellten Messplan.

Nr.:	Messobjekt	Messinstrument	Messfrequenz
1	Sichtprüfung	Kontrollperson, Bewertung: anhand festgelegter Kriterien	Nach Herstellung jeder Platte
2	Mechanische	Analoger Aussentaster	Nach Herstellung jeder Platte
	Dickenmessung	Messposition: definierte Stellen	
3	Schliffbildanalyse	Farblichtmikroskop	Nach Präparation der Proben
4	Zugprüfung	Zwick Z 250 der Firma Roell	Nach Präparation der Proben
5	3P Biegeprüfung	Zwick Z 250 der Firma Roell	Nach Präparation der Proben
6	Faservolumengehalt	Durch chemischen Extraktion	Nach Präparation der Proben

#### Tabelle 3: Messplan für Vorversuche

#### Sichtprüfung der Vorversuche

Die Sichtkontrolle der Prüfkörper erfolgt ohne Hilfsmittel (Betrachtung der Prüffläche mit dem bloßen Auge) nach jeder Probenherstellung. Dabei werden in der Sichtkontrolle die Oberflächenqualität sowie der Verzug durch Eigenspannungen am Bauteil geprüft. Abbildung 20 zeigt zwei hergestellte Organobleche mit unterschiedlicher Qualität. Im Gegensatz zu der links dargestellten Oberfläche mit hoher Qualität weist die rechte Oberfläche starke Unregelmäßigkeiten auf.





Fläche hoher Qualität

Fläche geringer Qualität



Abbildung 20: Oberlächenaufnahmen verschiedener Qualitäten

Zur Bewertung der Organobleche wurden folgende Anforderungen definiert. Das Bauteil soll:

- gleichmäßige Farbe aufweisen (nicht gelblich oder bräunlich)
- eine ebenmäßige Verteilung des Matrixmaterials (hier des Thermoplasten)
- gleichmäßige Oberflächenstruktur (matt / glänzend)
- gerade Faserausrichtung vorweisen
- keine Verschiebung der Lagen
- riss- und bruchfreie Oberflächenstruktur aufweisen
- keine Fremdeinschlüsse, unlösliche Stoffe oder ähnliches

Die folgende Tabelle 4 fast die Ergebnisse der Sichtprüfung zusammen.

		Bewertung			
Proben ID:	Bemerkung	Oberflächen Qualität	Bauteilgeometrie		
VV T370-P20-t15		++	++		
VV T370-P30-t30		+	+		
VV T395-P14-t15	Starke Unregelmäßigkeiten auf der Rückseite	-	+		
VV T395-P30-t30		0	+		
VV T395-P30-t15		+	0		
VV T395-P20-t30	Herstellung ohne Trennfolie => matte Oberfläche	++	++		
VV T410-P30-t15	Druckabfall beim Abkühlen => starke Unregelmäßigkeiten				
VV T410-P14-t5		++	++		

Tabelle 4: Sichtbare Bauteilschädigung der acht Proben aus den Vorversuchen

Legende: ++ sehr gut, + gut, o neutral, - schlecht, -- sehr schlecht

Die aufgeführten Ergebnisse zeigen, dass während der Probenherstellung ein Ausschussteil (vgl. Bauteil VV T410-P30-t15 in der anschließenden Tabelle) produziert wurde. Der Grund hierfür liegt in der Störung der Pressensteuerung, die in der Kühlphase einen Druckabfall verursachte. Aus diesem Grund wird dieses Organoblech nicht bei den weiteren Prüfverfahren berücksichtigt. Tabelle 4

Allgemein weisen die Organobleche nur einen geringen Verzug auf. Allerdings werden auf der Oberfläche beulenartige Unebenheiten festgestellt. Hier liegt die Vermutung nah, dass diese aufgrund der unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten der Trennfolie und des Laminats hervorgerufen werden. Basierend auf diesen Vermutungen wurde Probe VV T395-P20-t30 ohne Trennfolie hergestellt, die deshalb eine matte Oberfläche aufweist. Dieser Verdacht konnte durch die vergleichbar guten Oberflächen der Proben VV T370-P20-t15 und





VV T410-P14-t5 jedoch nicht bestätigt werden. Folglich wurden die vorgerufenen Beulen an der Oberfläche der Organobleche durch die unterschiedlichen Schrumpfungseigenschaften der Faser und Matrix erklärt.

#### Schliffbildanalyse der Vorversuche

Die Schliffbildanalyse wurde an sieben Bauteilen durchgeführt, wobei aus jedem Bauteil zwei Probestücke (10 x 30 mm, vgl. Abbildung 19) entnommen und in die Bettungsmasse integriert wurden.

Abbildung 21 stellt die Positionierung sowie die jeweilige Bezeichnung der Schliffproben dar.



Abbildung 21: Positionierung der Schliffproben in Einbettungsmasse

Begonnen wurde die Analyse mit der Untersuchung der Faser-Matrix-Verteilung. Hier konnte bei allen Proben eine ausgewogene Verteilung festgestellt werden. Weder trockene Stellen noch größere Harzansammlungen (Harznester) wurden im Laminat vorgefunden.

Abbildung 22 stellt, exemplarisch für alle Versuchskörper, das Schliffbild der Probe VV T370-P20-t15\_1 dar. Anhand der Schliffbilder wurde des Weiteren die Lagenanzahl des Laminats überprüft vgl.

Abbildung 22 links: Bis auf Probe VV T370-P30-t30\_1 sind hier keine Besonderheiten zu verzeichnen.



Abbildung 22: Schliffbild Probe 1-1 mit Lagenzahl des Laminats und Detailvergrößerung

Wird die 20-fache Vergrößerung der Abbildung 22 rechts betrachtet kann festgestellt werden, dass die Lagendicken sehr stark untereinander variieren. Vergleicht man beispielsweise Lage 2 mit 3 in der Abbildung 22 links, so kann eine deutliche Abweichung der Lagendicken von der im Datenblatt angegebenen Soll-Dicke (0,134 mm) festgestellt werden.





Um eine Bewertung der Abweichungen der Lagendicken abgeben zu können, wurde die Toleranz-Legende aufgestellt, vgl. Tabelle 5 unten. Es wurde hierfür die Annahme getroffen, dass eine Abweichung um +/-0,01 mm von der Soll-Dicke auffallend und eine Abweichung um +/- 0,02 mm als kritisch anzusehen ist. Dabei kann festgestellt werden, dass 30 % der gemessenen Punkte um +/- 0,02 mm oder mehr von der im Datenblatt genannten Nenndicke abweichen. Werden die Gesamtdicken, die in den Schliffbildern gemessen wurden, mit den aus der mechanischen Messung verglichen, so weichen diese voneinander ab. Diese Abweichung ist sowohl auf die Einbettungsmasse, die die erste und letzte Lage teilweise überdecken, als auch auf die Ungenauigkeit beim Ablesen des Außentasters zurück zu führen.

Lage	Lagendicken der Proben (mm)												
	VV T370-	VV T370-	VV T370-	VV T395-	VV T410-	VV T410-							
Nr.:	P20-t15_1	P20-t15_2	P30-t30_2	P14-t15_1	P14-t15_2	P30-t30_1	P30-t30_2	P30-t15_1	P30-t15_2	P20-t30_1	P20-t30_2	P14-t5_1	P14-t5_2
1	0,147	0,131	0,114	0,15	0,121	0,136	0,119	0,137	0,092	0,153	0,122	0,136	0,119
2	0,104	0,113	0,142	0,114	0,129	0,173	0,143	0,121	0,108	0,136	0,123	0,13	0,114
3	0,159	0,144	0,141	0,115	0,134	0,167	0,136	0,146	0,132	0,14	0,143	0,125	0,109
4	0,139	0,112	0,12	0,106	0,136	0,128	0,123	0,088	0,105	0,166	0,147	0,101	0,194
5	0,142	0,139	0,162	0,149	0,15	0,123	0,123	0,115	0,127	0,149	0,128	0,13	0,112
6	0,142	0,139	0,162	0,149	0,15	0,123	0,123	0,115	0,127	0,149	0,128	0,13	0,112
7	0,137	0,163	0,091	0,115	0,128	0,128	0,12	0,134	0,178	0,112	0,129	0,147	0,118
8	0,137	0,131	0,117	0,131	0,128	0,162	0,17	0,134	0,126	0,127	0,151	0,126	0,157
9	0,127	0,136	0,108	0,103	0,141	0,155	0,152	0,14	0,147	0,141	0,158	0,136	0,187
10	0,147	0,112	0,176	0,107	0,144	0,104	0,134	0,157	0,172	0,111	0,121	0,135	0,131
Median	0,141	0,134	0,131	0,115	0,135	0,132	0,129	0,134	0,127	0,141	0,129	0,13	0,119
Mittelwert	0,138	0,132	0,133	0,124	0,136	0,14	0,134	0,129	0,131	0,138	0,135	0,13	0,135
Standardab weichung	0,015	0,016	0,028	0,019	0,01	0,023	0,017	0,02	0,028	0,018	0,013	0,012	0,032
Gesamt-													
dicke Σ	1,382	1,319	1,333	1,238	1,36	1,399	1,342	1,286	1,313	1,383	1,35	1,296	1,353
mechanisc he Messung	1,41	1,41	1,37	1,4	1,4	1,38	1,38	1,4	1,4	1,38	1,38	1,37	1,37
	Та	leranzleg	ende:	- 0,0	2 mm	- 0,01 mm	0,	134 mm	+ 0,01	Imm +(	0,02 mm		

Tabelle 5: Dicken der einzelnen Lagen in mm aus Schliffbildanalyse der Vorversuche

#### Zugfestigkeit der Vorversuche

Für die Zugprüfung wurden zur Verifizierung drei Proben (25 x 250 mm) aus jeweils sieben Organoblechen entnommen und wie bereits beschrieben nach DIN EN ISO 527-4 geprüft. Zur Auswertung werden dabei die Mittelwerte jeder Probengruppe herangezogen. Geprüft werden die Zugfestigkeit und der E-Modul.

Die maximale Zugfestigkeit gibt die höchste Zugkraft an, die während des Versuchs auf den Probekörper bis zum Versagen einwirkt, bezogen auf die Querschnittsfläche.

Abbildung 23 stellt beispielhaft das Spannungs-Dehnungs-Diagramm der Probe VV T370-P20-t15 dar.



Faserinstitut Bremen e.V. Zwischenbericht 1. Halbjahr 2015 20W1104B (LuFoIV-4)





Abbildung 23: Spannungs-Dehnungs-Diagramm der Probe VV T370-P20-t15

Abbildung 24 zeigt die Auswertung der Zugfestigkeiten der Proben, sortiert nach Zunahme der Prozesstemperatur. Mit der Steigerung der Prozesstemperatur konnte hierbei keine eindeutige Tendenz zu der Steigerung der Zugfestigkeit festgestellt werden. Mit Ausnahme VV T395- P30-t15 und VV T410-P14-t5 weisen die restlichen Proben ähnliche Festigkeitswerte in einem Bereich von ca. 930 MPa bis ca. 1000 MPa auf. Eine Erklärung für die Ausreißer liegt evtl. in der nicht konstanten Dicke des Halbzeugs.



Abbildung 24: Zugfestigkeit (in MPa) der Probekörper aus den Vorversuchen sortiert nach Zunahme der Temperatur



Abbildung 25: E-Modul (in MPa) der Probekörper aus den Vorversuchen sortiert nach Zunahme der Prozesstemperatur





Abbildung 25 zeigt die Auswertung des E-Moduls der Zugproben, sortiert nach Zunahme der Prozesstemperatur. Bezüglich des Einflusses der Prozesstemperatur auf den E-Modul und somit die Steifigkeit der Proben konnte keine eindeutige Tendenz festgestellt werden.

Abbildung 26 stellt die Abhängigkeit der Zugfestigkeit vom Prozessdruck dar. Hier kann ein geringer Einfluss der Druckerhöhung von 14 auf 20 bar auf die Erhöhung der Zugfestigkeit verzeichnet werden.



Abbildung 26: Zugfestigkeit (in MPa) der Probekörper aus den Vorversuchen sortiert nach Zunahme des Pressdruckes

Hinsichtlich der Haltezeit kann eine gewisse Tendenz der Steigerung der Zugfestigkeit mit der Steigerung der Haltezeit festgestellt werden, vgl. Abbildung 27.



Abbildung 27: Zugfestigkeit (in MPa) der Probekörper aus den Vorversuchen sortiert nach Zunahme der Haltezeit

#### Biegefestigkeit der Vorversuche

Es wurden für die Biegeprüfung drei Proben (15 x 68,5 mm) aus jeweils sieben Organoblechen entnommen und nach DIN EN ISO 14125 geprüft. Zur Auswertung wurden dabei die Mittelwerte jeder Probengruppe herangezogen. Geprüft wurde die Biegefestigkeit und der Biegemodul. Akzeptierbare Versagensarten der Probe sind dabei durch Zug- oder Druckspannungen ausgelöste Brüche. Ein Versagen der Probe durch interlaminare Scherung wird nicht akzeptiert.

Bei der Biegefestigkeit handelt es sich um die maximale Biegespannung, die von einem Probekörper während des Biegeversuchs bei zulässiger Versagensart ertragen wird.

Abbildung 28 stellt beispielhaft das Kraft-Weg-Diagramm dar, wobei der Weg die Durchbiegung beim Bruch des Probekörpers darstellt.



Abbildung 28: Kraft-Weg-Diagramm der Probe VV T370-P20-t15

In der Abbildung 29 ist die Auswertung der Biegefestigkeit in MPa geordnet nach einer Zunahme der Prozesstemperatur dargestellt. Die beiden ersten Proben, die mit einer Prozesstemperatur von 370 °C hergestellt wurden, weisen hier die höchsten Biegefestigkeiten von über 1000 MPa auf. Mit ansteigender Prozesstemperatur ist ein Trend der Biegefestigkeitsabnahme zu verzeichnen. Ebenso wie bei den Ergebnissen der Zugfestigkeit befinden sich auch die Werte der Biegefestigkeit in einem ähnlichen Wertebereich.



Abbildung 29: Biegefestigkeit (in MPa) der Proben aus den Vorversuchen sortiert nach Zunahme der Prozesstemperatur

#### Bestimmung des Faservolumengehalts

Die Bestimmung des Faservolumen- und des Harzmassenanteils wurde nach DIN EN ISO 1172 durchgeführt. Tabelle 6 stellt die Ergebnisse dieser Untersuchung dar. Werden die untersuchten Harzmassenanteile der Proben mit der Herstellerangabe von 34 % verglichen, so stimmen diese überein. Basierend auf diese Werte kann der Kristallisationsgehalt der hergestellten Organobleche mit Hilfe der DSC Analyse bestimmt werden.

Tabelle 6: Harzmassenanteil und	Faservolumengehalt der Proben
---------------------------------	-------------------------------

Probenidentifikation:	Harzmassenanteil (%)	Fasermassenanteil (%)
VV T370-P20-t15	33,9	66,1
VV T370-P30-t30	33,5	66,5
VV T395-P14-t15	33,4	66,6



Faserinstitut Bremen e.V. Zwischenbericht 1. Halbjahr 2015 20W1104B (LuFoIV-4)



VV T395-P30-t30	33,6	66,4
VV T395-P30-t15	33,9	66,1
VV T395-P20-t30	33,7	66,3
VV T410-P14-t5	34,2	65,8

#### Zusätzliche Proben von der Firma Siempelkamp GmbH

Um weitere Erkenntnisse über das Material und die optimalen Verarbeitungsparameter im Rahmen der Vorversuche zu gewinnen, wurden von Siempelkamp weitere Proben zur Verfügung gestellt.

Für die Herstellung der Siempelkamp-Proben wurde das gleiche Halbzeug TPUD PEEK – HTS45 der ersten Charge verwendet.

Probenidentifikatio n.:	Lagenaufbau	Lagenanza hl	Druc k (bar)	Temperat ur (°C)	Halteze it (min)	Abkühlrat e (K/min)
VV S1	+45/-45/- 45/90/+45/0/+45/9 0/-45/+45/90/-45/- 45/0/+45/+45/- 45/90/-45/+45/ <sub>s</sub>	41	38	390	15	17
VV S2						
VV S3						
VV S4	+45/-45/90/- 45/0/+45/90/+45/0/	13				
VV S5						
VV S6	-45/50/-45/745					

#### Tabelle 7: Prozessparameter der Siempelkamp-Proben

Die Tabelle stellt die Prozessparameter sowie den Lagenaufbau dar. Die Proben wurden ebenfalls hinsichtlich der Zugfestigkeit und des E-Moduls sowie Biegefestigkeit und Biegemoduls untersucht und im folgenden vorgestellt.

Die Herstellung aller Siempelkamp-Proben erfolgte mit den gleichen Prozessparametern. Somit werden nur die Einflüsse des Lagenaufbaus und der Lagenzahl hinsichtlich der Festigkeits- und Steifigkeitswerte betrachtet.

Für die Untersuchung wurden aus jedem Organoblech drei Proben entnommen und ein Mittelwert gebildet. Abbildung 30 stellt die Auswertung der Zugfestigkeit der Siempelkamp-Proben dar. Sowohl bei der Betrachtung der Proben mit 41 Lagen, als auch der Proben mit 13 Lagen wird sichtbar, dass die Werte sich im relativ ähnlichen Bereich der Zugfestigkeit befinden.

Auf Grund der unterschiedlichen Lagenanzahl und -aufbaus der Proben, lässt sich ein Vergleich der Festigkeitswerte zwischen den 41-lagigen Proben und den 13-lagigen Proben nicht realisieren. Anhand der Ergebnisse wird aber sehr deutlich welchen Einfluss der Lagenaufbau auf die Zugfestigkeit hat. Dies wird besonders deutlich, wenn die zuvor beschriebenen Proben aus Abbildung 24 herangezogen werden, die lediglich über 10 Lagen verfügen Dieser Aufbau weist eine 90 ° Lage (= Richtung der Zugprüfung) zusätzlich auf, als beispielsweise die Proben VV S4-S6 und bewirkt dadurch eine Zunahme von über 250 MPa. Ein weiterer Grund für die Zunahme der Zugfestigkeit kann in der Abkühlrate liegen. So wurde in den Vorversuchen mit einer Abkühlrate von 2 K/min abgekühlt, während bei den




Siempelkamp-Proben eine Abkühlrate von 17 K/min gewählt wurde. Der dazugehörige E-Modul der Siempelkamp-Proben ist in der Abbildung 31 dargestellt.



#### Faserinstitut Bremen e.V. Zwischenbericht 1. Halbjahr 2015 20W1104B (LuFoIV-4)



Tabelle 7: Prozess	parameter der S	iempelkamp	-Proben
1000110 / 11102000	parameter act o	.cpeap	

Probenidentifikatio n.:	Lagenaufbau	Lagenanza hl	Druc k (bar)	Temperat ur (°C)	Halteze it (min)	Abkühlrat e (K/min)
VV S1	+45/-45/-					
VV S2	0/-45/+45/90/-45/-	41				
VV S3	45/0/+45/+45/- 45/90/-45/+45/ <sub>s</sub>		38	390	15	17
VV S4	+45/-45/90/-	13				
VV S5	45/0/+45/90/+45/0/					
VV S6	-45/90/-45/+45					







Abbildung 30: Zugfestigkeit (in MPa) der Siempelkamp-Proben



# Siempelkamp 13 Lagen



Abbildung 31: E-Modul (in MPa) der Siempelkamp-Proben



Abbildung 32: Biegefestigkeit (in MPa) der Siempelkamp-Proben



#### Faserinstitut Bremen e.V. Zwischenbericht 1. Halbjahr 2015 20W1104B (LuFoIV-4)







Die Biegefestigkeit sowie der Biegemodul der Siempelkamp-Proben sind in Abbildung 32 und Abbildung 33 dargestellt. Innerhalb der beiden Aufbauarten weisen die Ergebnisse ähnliche Werte auf. Auch hier kann anhand der untersuchten Festigkeiten die Relevanz des Lagenaufbaus verdeutlicht werden. So weist der Lagenaufbau mit 13 Lagen ähnlich hohe bis höhere Festigkeitswerte bei geringerem Materialbedarf sowie damit verbunden geringeren Probenmassen auf.

# Diskussion der Auswertung der Vorversuche

Die Betrachtung der Vorversuche ermöglichte einen Überblick über das Materialverhalten des Prepregs TPUD PEEK HTS45 der Firma Toho Tenax. Des Weiteren konnten ein Optimum sowie Ausreißer bei gewissen Parametern festgestellt werden. Hierfür wurde ein Prozessfenster für die Herstellung der Proben (Organobleche) festgelegt und anhand dessen experimentelle Vorversuche durchgeführt. Nach der Präparation der Proben wurden diese hinsichtlich ihrer optischen, geometrischen, sowie der Zug- und Biegeeigenschaften geprüft.

Die Ergebnisse der Vorversuche zeigen, dass das Material keine großen Festigkeitsunterschiede innerhalb des gewählten Prozessparameterfensters aufweist. Allerdings haben die Schliffproben gezeigt, dass das Material große Schwankungen hinsichtlich der Dicken aufweist. Somit erfordert diese Feststellung eine Einschätzung darüber, wie groß die Einflüsse des Materials auf die Ergebnisse sind und wie stark sie die Ergebnisse überlagern. Die Standardabweichungen der Festigkeitsergebnisse zeigen, dass die gemessenen Werte repräsentativ sind. Allerdings ist im Rahmen der Vorversuche je Prozessparameter nur ein Organoblech hergestellt worden. Dies bietet keine statistische Absicherung, die erst bei sechs Wiederholungen der Organoblechherstellung je Prozessparameterwahl gegeben wäre. Aufgrund der sehr langwierigen Abkühlung im Herstellprozess, lag die Fertigungszeit für ein Organoblech bei vier Stunden exklusive Vorbereitungen wie Zuschnitt, Verlöten und Säubern des Werkzeugs. Auf Grund dieses Aufwandes konnte die statistische Absicherung nicht realisiert werden. Dennoch wurden im Rahmen der Hauptversuche Parameter mit den höchsten Festigkeitswerten (VV T370-P30t30 und VV T395-P30-t30) wiederholt, um auf diese Weise teilweise eine Verifizierung der Ergebnisse zu ermöglichen. Eine gewisse Steigerung der Festigkeitswerte konnte bei der Steigerung der Haltezeit festgestellt werden.

Der Vergleich der Festigkeitswerte der Siempelkamp-Proben mit den hergestellten Proben zeigt, dass die Wahl des Lagenaufbaus der Faserinstitutsproben bessere Ergebnisse bietet. Dieser Aufbau wurde in den Hauptversuchen realisiert.





Abkühl-rate (K/min)

2

2

2

Lagen-anzahl

13

10

Haltezeit (min)

15

15

30

10

spez. Druck (bar)

38

38

30

30

50

50

50

50

30

30

# **Experimentelle Hauptversuche**

Bei dem für die Hauptversuche eingesetzten Halbzeug handelt es sich um das Material TPUD-PEEK-HTS45 aus der neuen Charge.

# **Planung der Hauptversuche**

Basierend auf die Erkenntnisse aus den Vorversuchen, wurde für die Durchführung der Hauptversuche der Versuchsplan, der in Abbildung 34 abgebildet ist, aufgestellt.



Hauptversuche

Abbildung 34: Versuchsplan für die Hauptversuche verknüpft mit den Vorversuchen

Im Rahmen der Vorversuche wurde ein teilfaktorieller Versuchsplan realisiert. Auf Grund von eventuellen Materialeinflüssen (insbesondere Dickenschwankungen des Halbzeugs) konnten keine eindeutigen Aussagen bezüglich des Einflusses oder gewissen Tendenzen der Prozessparameterwahl getroffen werden. Somit wurde im Rahmen der Hauptversuche ein vollfaktorieller Versuchsplan mit einer einfachen Wiederholung der Prozessparameter erstellt. Dabei wurden die zwei Faktorstufen (Temperatur mit 370 und 395 °C sowie Druck mit 30 und 50 bar) so miteinander kombiniert, dass alle Kombinationsmöglichkeiten enthalten sind. Damit können die Wechselwirkungen der Prozessparameter getrennt erfasst werden.

Zu Beginn wurden die Proben HV1 und HV2 mit den gleichen Prozessparametern hergestellt wie die Proben VV2 und VV4 aus den Vorversuchen, um so eine einfache Wiederholung und somit eine Verifizierung der Ergebnisse zu realisieren. Anschließend erfolgte die Herstellung der Proben HV3 bis HV 6.

Weil mit der Steigerung der Haltezeit eine gewisse Tendenz der Steigerung der Zugfestigkeit in den Vorversuchen festgestellt werden konnte, wurde die Haltezeit in den Hauptversuchen genauer betrachtet. Die besten mechanischen Eigenschaften konnten bei den Vorversuchen bei einer Haltezeit von 30 min erreicht werden. Basierend darauf wurde für die Proben HV1 bis HV6 eine Haltezeit von 30 min festgelegt. Des Weiteren wurden die Proben HV7 und HV8 mit einer Haltezeit von 10 min hergestellt, um so eine klare Aussage über den Einfluss geben zu können.





Abschließend wurden zwei Organobleche (HV S1 und HV S2) mit identischem Lagenaufbau und Lagenanzahl wie die Simpelkamp-Proben VV S4 bis VV S6 hergestellt. Dabei wurden bis auf die Abkühlrate (anstatt 17 K/min nur 2 K/min) die gleichen Prozessparameter gewählt. Diese Proben (Organobleche) konnten einen unmittelbaren Vergleich mit den bereits erwähnten Siempelkamp-Proben gewährleisten, um so Rückschlüsse auf den Einfluss der Abkühlrate zu geben. Um diese Vergleichbarkeit zu realisieren, wurde hierfür das Halbzeug aus der alten Charge verwendet.

# Auswertung der Hauptversuche

Ebenso wie im Rahmen der Vorversuche, muss für die Hauptversuche eine reproduzierbare Probenentnahme gewährleistet werden. Weil die Organobleche S1 und S2 durch ihre 13 Lagen über eine andere Dicke verfügen, als die Proben HV1 bis HV8 (10 Lagen), weisen die Biege- und ILS-Proben unterschiedliche Längen auf.

Die folgenden Auswertungen der Proben aus den Hauptversuchen basieren auf den in der Tabelle 8 dargestellten Messplan. Weil die Messung des Faservolumengehaltes im Rahmen der Vorversuche keine große Abweichung zu der Angabe im Datenblatt ergab und bei den Ergebnissen keine Schwankungen zu verzeichnen waren, wurden im Rahmen der Hauptversuche keine Bestimmung des Faservolumengehalts durchgeführt. Stattdessen wurden die Proben einer Prüfung der interlaminaren Scherfestigkeit (ILS) und einer Materialanalyse mittels dynamischer Differenzkalorimetrie (DSC) unterzogen.

Nr.:	Messobjekt	Messinsturment	Messfrequenz		
1	Sichtprüfung	Kontrollperson, Bewertung: anhand festgelegter Kriterien	Nach Herstellung jeder Platte		
2	Mechanische	Analoger Aussentaster	Nach Herstellung jeder Platte		
	Dickenmessung	Messposition: definierte Stellen			
3	Schliffbildanalyse	Farblichtmikroskop	Nach Präparation der Proben		
4	Zugprüfung	Zwick Z 250 der Firma Roell	Nach Präparation der Proben		
5	3P Biegeprüfung	Zwick Z 250 der Firma Roell	Nach Präparation der Proben		
6	ILS	Zwick Z 250 der Firma Roell	Nach Präparation der Proben		
7	DSC	DSC Q2000	Nach Präparation der Proben		

#### Tabelle 8: Messplan für Hauptversuche

## Sichtprüfung der Hauptversuche

Weil im Rahmen der Vorversuche eine Sichtprüfung bereits erfolgte und sowohl die Durchführung der Prüfung als auch die zur Bewertung der Organobleche definierten Anforderungen dort beschrieben wurden, werden an dieser Stelle nur die Ergebnisse der Sichtprüfung der Hauptversuche vorgestellt.

Die Ergebnisse zeigen auf, dass die im Rahmen der Hauptversuche hergestellten Organobleche keinen deutlich sichtbaren Verzug aufweisen. Allerdings weist die Oberfläche gewisse Unebenheiten und Faserwelligkeiten auf.

Das Auftreten von Faserwelligkeiten kann durch die unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten der Matrix und der Faser bedingt sein. Beim Abkühlen des Prepregs aus der Schmelze schrumpft die thermoplastische Matrix zusammen, während die Kohlenstofffaser praktisch keine Längenänderung vollführt. Somit kann es bei dem im





Rahmen dieser Untersuchungen eingesetzten Halbzeug (insbesondere der PEEK Matrix) vermehrt zu Faserwelligkeiten und damit auch zu einem negativen Einfluss der mechanischen Kennwerte kommen.

## Mechanische Dickenprüfung der Hauptversuche

Die Messung der Bauteildicken wird ebenfalls mit Hilfe eines analogen Aussentasters durchgeführt. Dabei werden die Dicken basierend auf die bereits in den Vorversuchen definierte Messpunkte (MP) gemessen, vgl. Abbildung 35. Die nominale Dicke des Halbzeugs beträgt laut Datenblatt 0,134 mm. Damit ergibt sich eine theoretische Dicke von 1,34 mm. bei einer Probe mit 10 Lagen und 1,743 mm für die Proben mit 13 Lagen. Abbildung 35 führt die gemessenen Dicken der hergestellten 10-lagigen Organbleche auf. Dabei sind die Proben nach ansteigendem Prozessdruck geordnet.



Abbildung 35: Dickenmessung der 10 lagigen Organobleche aus Hauptversuchen

Bei der Betrachtung der Organoblechdicken in Abhängigkeit von dem Prozessdruck konnte festgestellt werden, dass die Dicke mit aufsteigendem Druck abnimmt. Dies verdeutlicht die aus den Mittelwerten gebildete Trendlinie in Abbildung 35.

Abbildung 36 stellt die gemessenen Dicken der 13-lagigen Organobleche dar. Ebenso wie in den Vorversuchen weisen die hergestellten Organobleche in Abbildung 35 und Abbildung 36 allgemein höhere Dicken auf als die theoretisch ermittelten Dicken.



Abbildung 36: Dickenmessung der 13 lagigen Organobleche aus Hauptversuchen

Werden die Dicken (Mittelwerte) der 10- lagigen Organobleche aus den Hauptversuchen mit den Dickenmessungen (ebenfalls Mittelwerte) aus den Vorversuchen miteinander verglichen, so weisen die Proben aus dem Material der neuen Charge (Hauptversuche) generell etwas höhere Dicken auf, vgl. Abbildung 37.



Abbildung 37: Vergleich der Dickenmessung aus Vorversuchen und Hauptversuchen

# Schliffbildanalyse der Hauptversuche

Die Schliffbildanalyse wurde an allen zehn Bauteilen durchgeführt, wobei aus jedem Bauteil zwei Probestücke (10 x 30 mm) entnommen werden und wie in

Abbildung 21 dargestellt, in eine Bettungsmasse integriert werden. Begonnen wurde die Analyse auch hier mit der Untersuchung der Faser-Matrix-Verteilung. Dabei konnte bei allen Proben eine ausgewogene Verteilung festgestellt werden.

Basierend auf die bereits erwähnte Problematik der eventuellen Überlagerung der Ergebnisse durch die starke Dickenschwankungen des Halbzeugs stellt die Messung der einzelnen Lagendicken in den Schliffbildern eine entscheidende Untersuchung dar. In der Abbildung 38 können die einzelnen Lagendicken der 10 lagigen Organobleche entnommen werden. Werden beispielsweise die Schwankungen der Lagendicken der Probe HV T395-P30t30\_1 (Punkte durch graue Linie verbunden) betrachtet, so besteht zwischen der niedrigsten (0,140 mm) und der höchsten Dicke (0,199 mm) eine Spannweite von ca. 0,06 mm.



#### Faserinstitut Bremen e.V. Zwischenbericht 1. Halbjahr 2015 20W1104B (LuFoIV-4)





Abbildung 38: Dicken der einzelnen Lagen in mm aus Schliffbildanalyse der Hauptversuche

Um eine Bewertung der Abweichungen zu ermöglichen werden, wurde die Überschreitung der Toleranz von +/- 0,01 mm als auffallend und die Überschreitung von +/- 0,02 mm als kritisch definiert. Tabelle 9 stellt die gemessen Lagendicken der Organobleche dar.

Lage	Lagendicken der Proben (mm)																			
	HV T370-	HV T370-	HV T395-	HV T395-	VV T370-	VV T370-	VV T370-	VV T370-	HV T395-	HV S T390-	HV S T390-	HV S T390-	HV S T390-							
Nr.:	P30-t30_1	P30-t30_2	P30-t30_1	P30-t30_2	P50-t30_1.1	P50-t30_1.2	P50-t30_2.1	P50-t30_2.2	P50-t30_1.1	P50-t30_1.2	P50-t30_2.1	P50-t30_2.2	P30-t10_1.1	P30-t10_1.2	P30-t10_2.1	P30-t10_2.2	P38-t15_1.1	P38-t15_1.2	P38-t15_2.1	P38-t15_2.2
1		0,139		0,143	0,156	0,123	0,155	0,127	0,124	0,128	0,135	0,12	0,125	0,11	0,129	0,154	0,15	0,144		0,109
2	0,15	0,14	0,175	0,133	0,14	0,147	0,15		0,123	0,138	0,124	0,131	0,165	0,126	0,125	0,126	0,142	0,118	0,087	0,106
3	0,155	0,14	0,18	0,149	0,143	0,152	0,137		0,133	0,113	0,127	0,165	0,141	0,14	0,137	0,134	0,143	0,171	0,14	0,119
4	0,095	0,16		0,122	0,152	0,178	0,116	0,138	0,135		0,134	0,134	0,165	0,173	0,161	0,123	0,135	0,143	0,16	0,162
5	0,144,	0,135	0,199	0,146	0,135	0,147	0,147	0,132	0,143	0,132	0,132	0,127	0,151	0,138	0,145	0,134	0,133	0,125	0,156	0,128
6	0,143	0,136	0,199	0,147	0,136	0,147	0,147	0,132	0,142	0,131	0,133	0,128	0,151	0,139	0,146	0,135	0,112	0,138	0,115	0,136
7	0,134	0,162	0,183	0,169	0,096	0,137	0,112	0,131	0,14	0,15	0,12	0,121	0,135	0,158	0,182	0,152	0,136	0,135	0,147	0,149
8		0,169	0,14	0,128	0,137	0,15	0,149	0,133	0,14	0,181	0,128	0,152	0,143	0,133	0,125	0,128	0,123	0,115	0,134	0,165
9	0,15	0,205	0,156	0,133	0,132	0,134	0,12	0,149	0,147	0,158	0,14	0,141	0,169	0,113		0,138	0,165	0,117		0,138
10	0,125	0,172		0,124	0,134	0,132	0,139		0,133	0,121	0,149		0,117	0,13	0,131	0,135	0,14	0,109	0,14	0,123
11														-	-	-	0,144	0,145	0,133	0,15
12														-	-	-	0,141	0,15	0,149	0,17
13														-	-	-	0,138	0,133	0,122	0,106
Median	0,147	0,15	0,173	0,138	0,137	0,147	0,143	0,133	0,138	0,135	0,133	0,133	0,147	0,136	0,141	0,135	0,14	0,135	0,14	0,138
Mittelwert	0,141	0,156	0,173	0,139	0,136	0,145	0,137	0,14	0,136	0,142	0,132	0,14	0,146	0,136	0,144	0,136	0,14	0,134	0,136	0,144
Standardabw	0.010	0.022	0.019	0.014	0.016	0.015	0.016	0.02	0.009	0.022	0.008	0.010	0.017	0.010	0.019	0.01	0.012	0.017	0.021	0.024
eichung	0,015	0,0LL	0,010	0,014	0,010	0,010	0,010	0,02	0,000	0,011	0,000	0,015	0,011	0,010	0,010	0,01	0,010	0,011	0,021	0,004
Gesamt- dicke Σ	1,41	1,56	1,73	1,39	1,36	1,45	1,37	1,4	1,36	1,42	1,32	1,4	1,46	1,36	1,44	1,36	1,8	1,74	1,8	1,87
mechanische Messung	1,48	1,48	1,47	1,47	1,44	1,44	1,44	1,44	1,43	1,43	1,43	1,43	1,45	1,45	1,45	1,45	1,82	1,82	1,82	1,82

Tabelle 9: Dicken der einzelnen Lagen in mm aus Schliffbildanalyse der Hauptversuche

Werden die einzelnen Lagendicken in der Tabelle 9 betrachtet, so kann festgestellt werden, dass diese sehr stark voneinander abweichen. Dabei weisen 28 % der gemessen Werte eine Abweichung von +/- 0,02 mm oder mehr von der im Datenblatt genannten Nenndicke.

Werden die Mittelwerte der Lagendicken aus den Hauptversuchen mit den aus den Vorversuchen verglichen, so weisen die Dicken der Hauptversuche eine größere Streuung auf. Dies verdeutlichen die beiden Trendlinien aus Abbildung 39. Dabei ist insbesondere der Ausreißer der Probe HV T395-T30-t30\_1 (Proben Nr. 3) dafür verantwortlich. Grundsätzlich liegen die Werte der Lagendicken aus den Hauptversuchen geringfügig höher als die gemessen Lagendicken aus den Vorversuchen.



Abbildung 39: Gegenüberstellung der Mittelwerte der Lagendicken aus Vor- und Hauptversuchen

In Abbildung 40 werden die Gesamtdicken der Schliffbilder mit den Gesamtdicken aus der mechanischen Messung miteinander verglichen. Dabei liegen die Dicken, die aus den Schliffbildern entnommen wurden, geringfügig unter den mechanisch gemessenen Dicken. Dies kann auf die Einbettungsmasse, die die erste und letzte Lage teilweise überdecken kann zurückgeführt geführt werden. Die Probe HV T395-T30-t30 1 in der Abbildung 40, die die größte Abweichung aufweist, stellt hier einen Ausreißer dar.



Abbildung 40: Vergleich der Dickenmessungen mechanisch und aus Schliffbildern

# Zugfestigkeit der Hauptversuche

Im Rahmen der Hauptversuche wurden für die Zugprüfung zur Verifizierung fünf Proben (25 x 250 mm) aus jedem Organoblechen entnommen und nach DIN EN ISO 527-4 geprüft. Zur Auswertung wurden dabei die Mittelwerte jeder Probengruppe (Prozessparameter mit einmaliger Wiederholung) herangezogen. Ermittelt wurden die Zugfestigkeit und der E-Modul.

Abbildung 41 stellt die Auswertung der Zugfestigkeiten und des E-Moduls der hergestellten Proben dar. Die höchsten Werte weist die Probe T395-P30-t30 mit einer Zugfestigkeit von 964,8 MPa und einem E-Modul von 70877,4 MPa auf. Die Probe T395-P50-t30 weist die geringsten Ergebnisse auf. Dies kann zum einen auf die bereits erwähnten Dickenschwankungen des Halbzeugs zurückgeführt werden. Zum anderen ist die statistische Absicherung bei einer einfachen Wiederholung der Prozessparameter nicht gewährleistet. Generell ist bei einer Steigerung der Temperatur eine Tendenz der Festigkeitssteigerung zu verzeichnen (vgl. Probe T370-P30-t30 mit T395-P30-t30).



Abbildung 41: links) Zugfestigkeit (in MPa), rechts) E-Modul (in MPa) der Proben aus Hauptversuchen

Hinsichtlich der Haltezeit als Prozessparameter wurde bereits im Rahmen der Vorversuche die Tendenz beobachtet, dass mit einer höheren Haltezeit die Festigkeitswerte gesteigert werden. Im Rahmen der Hauptversuche wurde diese Tendenz, wie in Abbildung 42 dargestellt, bestätigt.



Abbildung 42: Zugfestigkeit (in MPa) in Abhängigkeit von der Haltezeit bei einer Prozesstemperatur von 395 °C und einem Pressdruck von 30 bar

Des Weiteren wurden im Rahmen der Hauptversuche Organobleche mit identischem Lagenaufbau und Lagenanzahl wie die Siempelkamp-Proben VV S4 bis VV S6 hergestellt. Dabei wurden bis auf die Abkühlrate (anstatt 17 K/min nur 2 K/min) die gleichen Prozessparameter gewählt. Diese Proben (Organobleche) sollten einen unmittelbaren Vergleich mit den bereits erwähnten Siempelkamp-Proben ermöglichen. Um diese Vergleichbarkeit zu realisieren, wurde hierfür das Halbzeug aus der alten Charge verwendet.

Abbildung 43 stellt die Zugfestigkeiten der Original Siempelkamp-Proben mit den im Rahmen der Hauptversuche nachgestellten Probekörpern im Vergleich gegenüber. Die Festigkeitswerte der nachgestellten Proben befinden sich im ähnlichen Wertebereich von ca. 600 bis 700 MPa. Die Vermutung, dass die Zugfestigkeit der nachgestellten Proben auf Grund der geringeren Abkühlrate von 2 K/min anstatt 17 K/min zunehmen würde, bestätigt sich in diesem Diagramm nicht. Der Grund dafür kann in dem nicht steuerbaren und eventuell nicht homogenen Kühlprozess durch Druckluft liegen. Allerdings wird darauf hingewiesen, dass bei einer einfachen Wiederholung der Prozessparameter, keine statistische Absicherung gewährleistet ist.









Abbildung 43: Vergleich der Zugfestigkeit (in MPa)der nachgestellten Siempelkamp-Proben im Rahmen der Hauptversuche mit den originalen Siempelkamp-Proben

# Biegefestigkeit der Hauptversuche

Im Rahmen der Hauptversuche wurde für die Biegeprüfung fünf Proben (15 x 68,5 mm) aus jedem Organoblech entnommen und nach DIN EN ISO 14125 geprüft. Zur Auswertung wurden dabei die Mittelwerte jeder Probengruppe (Prozessparameter mit einmaliger Wiederholung) herangezogen. Ermittelt wurde die Biegefestigkeit und der Biegemodul. Akzeptierbare Versagensarten der Probe sind dabei durch Zug- oder Druckspannungen ausgelöste Brüche. Ein Versagen der Probe durch interlaminare Scherung wird nicht akzeptiert und fließt somit nicht in die Betrachtung ein.

Abbildung 44 stellt die Auswertung der Biegefestigkeiten der Proben dar. Die höchsten Werte weist die Probe T395-P50-t30 mit 1064,67 MPa auf. Allgemein kann festgestellt werden, dass sowohl eine Erhöhung der Prozesstemperatur als auch des Druckes zu einer geringfügigen Erhöhung der Biegefestigkeit beitragen. Zu einem Anstieg des Biegemoduls trägt vor allem die Erhöhung der Prozesstemperatur bei.



Abbildung 44: links) Biegefestigkeit (in MPa), rechts) Biegemodul (in MPa) aus Hauptversuchen

Bezüglich der Haltezeit als Prozessparameter wurde im Hinblick auf die Zugfestigkeit die Tendenz beobachtet, dass mit einer höheren Haltezeit die Festigkeitswerte gesteigert werden konnten. Bezogen auf die Biegefestigkeit und Biegemodul kann diese Tendenz nicht





festgestellt werden, vgl. Abbildung 45. Hier befinden sich die Ergebnisse in einem engen Wertebereich und zeigen keine Unterschiede bezüglich der Prozessparameterwahl auf.



Abbildung 45: Biegefestigkeit (in MPa) in Abhängigkeit von der Haltezeit bei einer Prozesstemperatur von 395 °C und einem Pressdruck von 30 bar

Wie bereits in der Auswertung der Zugversuche erwähnt, wurden auch im Rahmen der Biegeversuche Proben mit identischem Lagenaufbau und Lagenanzahl wie die Simpelkamp-Proben VV S4 bis VV S6 hergestellt. Dabei wurden bis auf die Abkühlrate (anstatt 17 K/min nur 2 K/min) die gleichen Prozessparameter gewählt werden.

Abbildung 46 stellt die Biegefestigkeiten der Original Siempelkamp-Proben den im Rahmen der Hauptversuche nachgestellten Probekörpern im Vergleich gegenüber.

Werden die Festigkeitswerte aus den Hauptversuchen mit denjenigen aus den Vorversuchen verglichen, so wiesen diese eine geringere Streuung der Ergebnisse auf. Die gewünschte Steigerung der Festigkeitswerte auf Grund der geringeren Abkühlrate von 2 K/min anstatt 17 K/min konnte nicht verzeichnet werden. Allerdings wird an dieser Stelle darauf verwiesen, dass eine einfache Wiederholung der Prozessparameter keine statistische Absicherung der Ergebnisse gewährleistet.



13 Lagen - Aufbau nach Siempelkamp Proben

Proben hergestellt von Siempelkamp







## Interlaminare Scherfestigkeit (ILS) der Hauptversuche

Im Rahmen der Hauptversuche wurden für die Prüfung der scheinbaren interlaminaren Scherfestigkeit fünf Proben aus jedem Organoblech mittels 3-Punkt-Biegeversuch nach DIN EN ISO 14130 geprüft. Zur Auswertung werden dabei die Mittelwerte jeder Probengruppe (Prozessparameter mit einmaliger Wiederholung) herangezogen. Hinsichtlich der Prüfrichtung wird nur eine Richtung, bei der die Außenlagen des Prüfkörpers eine Orientierung von +/- 45° aufwiesen, geprüft.

Alle Probekörper haben die akzeptierte Art des Versagens (Schubversagen) aufgezeigt.

Abbildung 47 stellt beispielhaft das Schubversagen eines Probekörpers dar.



Abbildung 47: Beispielhafte Darstellung des Schubversagens einer Probe aus den Hauptversuchen

Die interlaminare Scherfestigkeit gibt die maximale Schubspannung innerhalb der neutralen Faser im Moment des ersten Versagens des Prüfkörpers an. Abbildung 48 stellt beispielhaft das Kraft-Weg-Diagramm der Probe HV T370-P30-t30 in der ILS Prüfung dar.



Abbildung 48: Kraft-Weg-Diagramm der Probe HV T370-P30-t30

Die Auswertung der ILS Untersuchung stellt die

Abbildung 49 dar. Hierfür wird die Formel zur Berechnung der scheinbaren interlaminaren Scherfestigkeit  $\tau$  nach DIN EN ISO 14130 eingesetzt. Das beste Ergebnis weist die Probe T395-P30-t30 mit 93,45 N/mm<sup>2</sup> auf. Dabei ist ein Einfluss der Prozesstemperatur auf die





scheinbare interlaminare Scherfestigkeit zu verzeichnen. So zeigen die Ergebnisse die höchsten Werte bei einer Prozesstemperatur von 395 °C.



Abbildung 49: Interlaminare Scherfestigkeit (in N/mm<sup>2</sup>) der Proben aus den Hauptversuchen

## Der Einfluss der Haltezeit ist in der

Abbildung 50 dargestellt. Dabei kann festgestellt werden, dass mit der Steigerung der Haltezeit eine Steigerung der scheinbaren interlaminaren Scherfestigkeit zu verzeichnen ist.



Abbildung 50: Einfluss der Haltezeit auf ILS

## DSC Analyse der Hauptversuche

Im Rahmen der DSC Untersuchung wurden je Organoblech an zwei Stellen (am Rand und im Inneren des Organoblechs) drei Proben entnommen und anschließend ausgewertet. Zur Auswertung wurden dabei die Mittelwerte jeder Probengruppe herangezogen. Geprüft wurden die Schmelzenthalpie  $\Delta H$  zur Bestimmung des Kristallisationsgrades, sowie die Glasübergangstemperatur T<sub>g</sub>. und die Kristallitschmelztemperatur T<sub>M</sub>. Des Weiteren wurde die eventuell mögliche thermische Beschädigung der Matrix durch die Prozesstemperatur betrachtet.

Abbildung 51 stellt beispielhaft ein DSC-Thermogramm der Probe HV S T390-P38-t15\_1.2 aus den Hauptversuchen dar. Dabei wird, für die Betrachtung möglicher Einflüsse durch die Parameterwahl, der erste Heizlauf untersucht. Wird der zweite Heizlauf in

Abbildung 51 mit dem Thermolauf aus der reinen Matrix-Untersuchung in Abbildung 14 verglichen, so befinden sich sowohl die Glasübergangstemperatur TG als auch die Kristallitschmelztemperatur TM im ähnlichen Temperaturbereich. Bezüglich der Schmelzenthalpie  $\Delta$ H weist die Faserverbundwerkstoff-Probe in der





Abbildung 51 nur ein Drittel der reinen Matrix-Probe aus Abbildung 14. Dieses Verhalten ist auf den Fasermassenanteil zurückzuführen, der bei dem eingesetzten Halbzeug bei ca. 34 % liegt. Damit bilden nur 34 % des Probengewichtes die Matrix. Wird die Schmelzenthalpie um den Gewichtsanteil nach oben korrigiert, so nähern sich die Werte ebenso an.



Abbildung 51: Auswertung eines DSC-Thermogramms der Probe HV S T390-P38-t15\_1.2

Alle Proben, die einer DSC Untersuchung unterzogen wurden, weisen keine thermische Schädigung der Matrix auf. Damit wurde die Prozesstemperatur als nicht zu hoch gewählt.

Für alle Proben wurde die Glasübergangstemperatur  $T_G$  sowie die Kristallitschmelztemperatur  $T_M$  ermittelt. Nahezu alle Werte befinden in einem ähnlichen Temperaturbereich. Somit können keine signifikanten Auswirkungen zwischen der gewählten Prozessparametern und  $T_G$  bzw.  $T_M$  festgestellt werden.

Werden die Kristallisationsgrade hinsichtlich der Prozessparameter miteinander verglichen, so kann festgestellt werden, dass die Proben der Firma Siempelkamp (VV S4 T390-P38-t15 bis VV S6 T390-P38-t15), die mit einer Abkühlrate von 17 K/min abgekühlt wurden ähnliche Kristallisationsgrade aufweisen, wie die bei einer Abkühlrate von 2 K/min hergestellte Proben. Da die Abkühlrate laut Literatur einen enormen Einfluss auf den Kristallisationsgrad hat und dieser Einfluss nicht deutlich wird, muss darauf geführt werden, dass die Kühlung im Fertigungsprozess sehr inhomogen stattgefunden haben muss.

Hinsichtlich der Haltezeit kann ein gewisser Einfluss auf den Kristallisationsgrad festgestellt werden. So weisen die Proben HV T395-P30-t10, die mit einer Haltezeit von 10 min. hergestellt wurden, geringere Kristallisationsgrade auf als die Proben mit 30 min. Haltezeit. So kann die Haltezeit sowohl einen Einfluss auf Faser-Matrix-Anbindung als auch auf den Kristallisationsgrad aufweisen.

Werden die Kristallisationsgrade mit den maximal möglichen Herstellerangaben von 48 % verglichen, so erreichen die untersuchten Proben diese Angaben nicht. Dies kann eventuell an der nicht homogenen Kühlung mittels Druckluft liegen.

Bei allen Proben konnte keine Nachkristallisation beobachtet werden. Dieses Verhalten zeigt, dass die Matrix Vestakeep des Herstellers Evonic keine Möglichkeit der Nachkristallisation bietet. Dies bedeutet, dass der Kristallisationsgrad weder durch ein anschließende Wärmebehandlung (Tempern) noch durch das Lagern über eine längere Zeitdauer erhöht werden kann.





## Statistische Auswertung der Ergebnisse

In der Betrachtungen der Ergebnisse konnte die Wirkung einer Ursache analysiert werden. Abbildung 52 stellt die mechanische Bauteildicke in Abhängigkeit von den Prozessparametern Temperatur und Druck dar. Hier ist, wie bereits zuvor vermutet, der Trend einer Dickenabnahme bei Zunahme der Temperatur und des Druckes deutlich zu erkennen.



Abbildung 52: Mechanische Bauteildicke in Abhängigkeit von Temperatur und Druck

Abbildung 53 stellt das Konturdiagramm der Zugfestigkeit a) und des E-Moduls b) in Abhängigkeit von der Temperatur und des spezifischen Druckes dar. Dabei zeigen die Ergebnisse, dass die Zugfestigkeit bei steigendem Druck abnimmt. Dieses Verhalten ist auf den Ausreißer der Probe T395-T50-t30 in der Abbildung 41 zurückzuführen. Es liegt die Vermutung nahe, dass hier die bereits erwähnten Dickenschwankungen des Halbzeugs für diesen Ausreißer verantwortlich sind. Die Ergebnisse der Auswertung des E-Moduls zeigen, dass die höhere Temperatur von 395 °C und der Druck von 30 bar zu Erhöhung des E-Moduls beitragen.



Abbildung 53: Konturdiagramm Abhängigkeiten von Temperatur - Druck a) Zugfestigkeit, b) E-Modul

Abbildung 54 und Abbildung 55 stellen noch mal die Haupteffekte der drei Prozessparameter Temperatur, Druck und Haltezeit sowie ihre Auswirkungen auf die Zugfestigkeit und den E-Modul dar. Beide Effektdiagramme zeigen deutlich den positiven Einfluss der Haltezeit auf die Ergebnisse auf.



Abbildung 54: Auswirkende Haupteffekte auf die Zugfestigkeit



Abbildung 55: Auswirkende Haupteffekte auf den E-Modul

Abbildung 56 stellt das Konturdiagramm der Biegefestigkeit a) und des Biegemoduls b) in Abhängigkeit von der Temperatur und des spezifischen Druckes dar. Dabei zeigen die Ergebnisse, dass sowohl die Biegefestigkeit als auch der Biegemodul bei steigender Temperatur und steigendem Druck zunehmen.



Abbildung 56: Konturdiagramm a) Biegefestigkeit und b) Biegemodul





Abbildung 57 und

Abbildung 58 stellen noch mal die Haupteffekte der drei Prozessparameter Temperatur, Druck und Haltezeit sowie ihre Auswirkungen auf die Biegefestigkeit und den Biegemodul dar. Im Gegensatz zu der Zugfestigkeit stellen hier beide Effektdiagramme einen minimal negativen Einfluss der Haltezeiterhöhung auf die Ergebnisse dar.



Abbildung 57: Auswirkende Haupteffekte auf die Biegefestigkeit



Abbildung 58Auswirkende Haupteffekte auf den Biegemodul

Abbildung 59 stellt das Konturdiagramm der scheinbaren interlaminaren Scherfestigkeit in Abhängigkeit von der Temperatur und des spezifischen Druckes dar. Hier zeigen die Ergebnisse, dass eine erhöhte Temperatur und niedrigere Drück die Ergebnisse positiv beeinflussen.



Abbildung 59: Konturdiagramm der scheinbaren interlaminaren Scherfestigkeit





Abbildung 60 stellt die Auswirkung der Haupteffekte der Prozessparameter Temperatur, spezifischer Druck und Haltezeit auf die scheinbare interlaminare Scherfestigkeit dar. Dabei beeinflussen die Temperatur und die Haltezeit die Ergebnisse am stärksten. Der spezifische Druck hingegen weist nur einen geringen Einfluss auf die ILS-Ergebnisse auf.



Abbildung 60: Auswirkungen der Haupteffekte auf die scheinbare interlaminare Scherfestigkeit

# Diskussion der Ergebnisse

Hinsichtlich der optischen Qualität konnte bei der Sichtprüfung aller untersuchten Organobleche eine gute Oberfläche verzeichnet werden. Es waren weder gelbliche Verfärbungen durch zu hohe Temperaturen noch Risse, Brüche oder Fremdeinschlüsse festgestellt worden. Auch die gerade Faserausrichtung der obersten Lagen und eine ebenmäßige Verteilung der Matrix lassen nicht auf zu hoch angesetzten Pressdrücke schließen. Allerdings sind an der Oberfläche gewisse Unebenheiten und Faserwelligkeiten festgestellt worden. Die Vermutung liegt hier in den stark unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten der C-Faser (negativ) und der PEEK-Matrix. Bezüglich des Einflusses der unterschiedlichen Chargen des Halbzeugs, kann festgestellt werden, dass das Halbzeug aus der neuen Charge etwas bessere Qualität aufweist. Dies ist insbesondere an der glänzenden Oberfläche der Orgabnobleche sichtbar.

Bei der mechanischen Dickenprüfung liegen die Gesamtdicken der Organobleche deutlich über das im Datenblatt angegebene Maß. Diese Abweichungen sind auf das Halbzeug zurückzuführen. Werden die Gesamtdicken hinsichtlich der Halbzeug-Charge miteinander verglichen, so weisen die gemessenen Dicken aus der neuen Charge um ca. 0,07 mm höhere Gesamtdicken auf, als aus der alten Charge. Der Grund hierfür liegt an dem Herstellungsprozess des Halbzeugs durch den Hersteller.

In der Schliffbildanalyse ist bei allen Proben eine ausgewogene Faser-Matrix-Verteilung festgestellt worden. Weder trockene Stellen noch größere Harzansammlungen (Harznester) sind im Laminat vorgefunden worden. Des Weiteren wurden in den Schliffbildern die Dicken einzelner Lagen gemessen. Hierbei ist deutlich geworden, dass bei dem Halbzeug aus beiden Chargen die Lagendicken sehr stark untereinander variieren. Werden die Mittelwerte der Lagendicken aus der alten Charge mit den aus der neuen Charge verglichen, so weisen beide Dicken ähnlich große Schwankungen auf. So liegen die einzelnen Dicken zwischen 0,11 und 0,175 mm.

Hinsichtlich der mechanischen Festigkeitswerte kann festgehalten werden, dass die Werte nur sehr geringe sichtbare Einflüsse der gewählten Prozessparameter erkennen lassen. Dies kann an der eben erwähnten Problematik der Dickenschwankungen in den einzelnen Lagen liegen. Des Weiteren basieren die Ergebnisse auf eine einfache Wiederholung der





Prozessparameter und bieten damit keine statistische Absicherung, die erst bei sechs Wiederholungen der Organoblechherstellung je Prozessparameterwahl gegeben wäre. Es konnte dennoch eine minimale Steigerung der Zugfestigkeit im Zusammenhang mit der Steigerung der Haltezeit verzeichnet werden. Hinsichtlich der Haltezeit konnte des Weiteren auch ein Einfluss auf die Faser-Matrix-Anbindung in der ILS-Untersuchung und den Kristallisationsgrad festgestellt werden. Dieses Verhalten kann eventuell an der nicht homogenen Wärmeverteilung im Werkzeug liegen. So können die Kristallbindungen der Matrix bei einer Haltezeit von 10 Minuten nicht komplett gelöst werden.

Bezüglich des Einflusses der Prozesstemperatur auf die Zugfestigkeit der Proben konnte festgestellt werden, dass bei einem Pressdruck von 30 bar eine Temperatur von 395 °C bessere Festigkeitswerte liefert. Wird der Pressdruck auf 50 bar erhöht so wirkt sich eine Temperatur von 370 °C vorteilhafter auf die Festigkeitswerte aus. Diese Beobachtung kann auf die Viskositätseigenschaften der Matrix zurückgeführt werden. So weist die Matrix bei höheren Temperaturen eine höhere Viskosität auf und wird durch einen höheren Pressdruck aus dem Tauchkantenwerkzeug hochgedrückt.

Im Vergleich der Festigkeitswerte der 41-lagigen, 13-lagigen und 10-lagigen Organobleche, kann deutlich der Einfluss des Lagenaufbaus auf die Zugfestigkeit verdeutlicht werden. Dabei weisen die Organobleche mit 10 Lagen, auf Grund ihres Lagenaufbaus, 250 MPa höhere Zugfestigkeit auf, als die restlichen Organobleche. Dieses Verhalten konnte ebenso bei den Biegefestigkeiten festgestellt werden.

Eine Abhängigkeit der Kristallisationsgrade von der Abkühlgeschwindigkeit konnte den Ergebnissen nicht entnommen werden. So weisen die Proben, die mit 2 K/min abgekühlt wurden ähnliche Kristallisationsgrade auf, wie die mit 17 K/min abgekühlten Proben. Da die Abkühlrate laut Literatur einen enormen Einfluss auf den Kristallisationsgrad haben muss, muss daraus gefolgert werden, dass die Kühlung im Fertigungsprozess sehr inhomogen stattgefunden haben muss. Auf Grund der nicht vorhandenen steuerbaren Kühlmöglichkeit im Werkzeug musste im Prozess mit Druckluft abgekühlt werden. Diese konnte bezüglich der Abkühlrate im Prozess nicht genau gesteuert werden. Dabei wurde die Abkühlrate ermittelt, indem die gemessene Temperaturdifferenz durch die dafür benötigtem Zeitraum dividiert wurde.

Basierend auf der Vermutung einer Inhomogenität im Fertigungsprozess, insbesondere in der Abkühlphase, ist eine weitere Probe (mit drei Wiederholungen für eine Verifizierung) der DSC Analyse unterzogen worden. Dabei wurde nach dem ersten Heizlauf eine Abkühlrate von 2 K/min gewählt und somit die Kühlbedingungen, die während des Fertigungsprozesses herrschen sollten, nachsimuliert. Abbildung 61 stellt das Thermogramm des Kühllaufs mit 2 K/min und des zweiten Heizlaufs der Probe dar. Hier konnte eine Schmelzenthalpie  $\Delta H =$ 19,07 J/g festgestellt werden. Es wurde ein Kristallisationsgrad von  $\alpha$ =43,13 % berechnet. Damit konnte annähernd der maximale Kristallisationsgrad von 48 % bei PEEK, der sowohl in der Literatur als auch in den Herstellerangaben angegeben wird, erreicht werden. Dieses Ergebnis verstärkt die Vermutung der sehr inhomogenen sowie nicht genau steuerbaren Kühlung durch Druckluft.



Abbildung 61: Thermogramm der Probe HV S T390-P38-t15\_1.2 mit einer Kühlrate von 2 K/min

Weil in den mechanischen Festigkeiten aller bisher untersuchten Proben keine starken Ausschläge bezüglich der Prozessparameterwahl zu verzeichnen waren, konnten nur gewisse Tendenzen zu optimalen Prozessparametern genannt werden.

Die ersten Ergebnisse aus den Vorversuchen ergaben, dass bei der Sichtprüfung kein deutlich sichtbarer Verzug aufgetreten ist. An der Oberfläche konnten gewisse Unebenheiten und Faserwelligkeiten festgestellt werden. Dabei kann das Auftreten von Faserwelligkeiten auf die unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten der Matrix und der Faser zurückgeführt werden. Bei der mechanischen Dickenprüfung lagen die Gesamtdicken der Organobleche deutlich über das im Datenblatt angegebene Maß. Diese Abweichungen wurden durch das Halbzeug hervorgerufen.

In der Schliffbildanalyse konnte bei allen Proben eine ausgewogene Faser-Matrix-Verteilung festgestellt werden. Weder trockene Stellen noch größere Harzansammlungen (Harznester) konnten im Laminat vorgefunden werden. Des Weiteren wurden in den Schliffbildern die Dicken einzelner Lagen gemessen. Hier konnte festgestellt werden, dass die Lagendicken sehr stark untereinander variieren und eventuell die mechanischen Ergebnisse überlagern. Hinsichtlich der mechanischen Festigkeitswerte konnten keine sichtbaren Einflüsse der gewählten Prozessparameter vernommen werden. Lediglich bei der Haltezeit konnten eine minimale Steigerung der Zugfestigkeit festgestellt werden. Der Vergleich der Festigkeitswerte der Siempelkamp-Proben mit den vom Faserinstitut hergestellten Proben zeigt, wie stark der Lagenaufbau die Festigkeitsergebnisse beeinflusst.

Basierend auf den Erkenntnissen aus den Vorversuchen wurden im Rahmen der Hauptversuche zehn Organobleche aus dem gleichen Material, allerdings der neuen Charge hergestellt. Da durch die genannten Dickenschwankungen die Vermutung aufkam, dass die mechanischen Ergebnisse eventuell überlagert werden, wurde der Hersteller mit dieser Problematik konfrontiert. Daraufhin wurde die neue Charge, die laut Hersteller eine bessere Qualität hinsichtlich der Dickenschwankungen aufzeigen sollte, beschafft. Mit Hilfe eines vollfaktoriellen Versuchsplanes wurden die Organobleche im Thermopressprozess hergestellt. Dabei wurden einige Prozessparameter aus den Vorversuchen zur Verifizierung wiederholt und neue Prozessparameter zur genaueren Untersuchung festgestellter Tendenzen aufgestellt.





Die im Rahmen der Hauptversuche hergestellten Organobleche wurden ebenfalls zunächst für die gewünschten Prüfungen präpariert und anschließend den gleichen Untersuchungen wie im Rahmen der Vorversuche unterzogen. Dabei wurden zusätzlich DSC Analysen und Prüfungen zu der scheinbaren interlaminare Scherfestigkeit durchgeführt.

Abbildung 62 stellt die optimalen Prozessparameter basierend auf den Ergebnissen dar. Dabei wird darauf verwiesen, dass keine statistische Absicherung der Prozessparameter vorliegt, da nur eine einfache Wiederholung der Prozessparameter durchgeführt werden konnte. Des Weiteren können die Schwankungen innerhalb der einzelnen Lagendicken die Ergebnisse stark beeinflussen. Zur Verifizierung der Ergebnisse werden weitere Versuche empfohlen.



Abbildung 62: Optimale Prozessparameter basierend auf die Ergebnisse der Versuche

Die Ergebnisse haben gezeigt, dass die Steigerung Haltezeit einen großen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften der Organobleche hat. So ist die positive Auswirkung der kürzeren Haltezeit auf die Biegefestigkeit fragwürdig und müsste ebenfalls durch weitere Versuche verifiziert werden.

Die Betrachtung des Einflusses der unterschiedlichen Abkühlgeschwindigkeiten (2 K/min und 17 K/min) konnte auf Grund der nicht idealen Prozessbedingungen, insbesondere der Kühlmöglichkeiten, nicht realisiert werden. Allerdings hat die DSC Analyse gezeigt, dass bei 2 K/min Abkühlrate höhere Kristallisationsgrade erreicht werden können.





# Teilprojekt 5: Qualitätssicherung:

Ziel war es, das thermoplastische Material zu charakterisieren. Mit den so gewonnen Kennwerten wurde ein Materialmodell aufgebaut, mit dem sich die Einflusse des Fertigungsprozesses auf die Geometrie und die mechanischen Eigenschaften simulieren lassen.

Technische Ziele	Ergebnisse
Ermittlung einer	Zusammenhang
Temperierungsstrategie	zwischen
während des	Prozessparametern und
Umformprozesses	Materialverhalten
<ul> <li>Erarbeitung von</li> </ul>	Kennwerte für die
Regelungskonzepten	Umformsimulation
(Temperierung)	Zusammenhang
<ul> <li>Vorauslegung des</li> </ul>	zwischen Lagenaufbau
Werkzeugkonzeptes	und Verzug
Vertiefendes	Daten zur Validierung
Prozessverständnis durch	der Verzugssimulation
virtuelle	Simulation zur
Versuchsdurchführung	Vorhersage des
Charakterisierung des	Bauteilverzuges
Materialverhaltens unter	Parameterset zur
Umformbedingungen	Herstellung von
<ul> <li>Analyse des Verzugs</li> </ul>	Bauteilen ohne Verzug
anhand von Coupons mit	
variablen Dicken und	
Durchsetzungen	
("Rampenplatten")	

# Identifizierung relevanter Material- und Prozessparameter

Zur Bauteilqualität zählen neben dem Verzug auch die mechanischen Eigenschaften, welche unter anderem vom Faservolumengehalt, der Faserorientierung und der Kristallinität des Matrixmaterials abhängen. Dass diese durch die Prozessführung wesentlich beeinflusst werden, ist die Arbeitshypothese. Um die Bauteilqualität mit ausreichender Genauigkeit vorherzusagen, müssen also die relevanten Prozessparameter identifiziert und ihre Auswirkungen in der Prozesssimulation berücksichtigt werden.

Dabei hilft die Rekapitulation der vorgesehenen Prozessschritte zur Herstellung einer thermo-plastischen Boxstruktur:

- 1. Zuschnitt und Positionierung von Einzellagen
- 2. Konsolidieren der Einzellagen zu ebenen Platten oder Profilen
- 3. Ggf. Umformen der vorkonsolidierten Platten zu Einzelteilen; dabei:
  - a. Aufheizen im IR-Strahlerfeld





- b. Transfer in das Formwerkzeug
- c. Umformen unter Druck
- d. Abkühlen
- 4. Fügen der Einzelteile und Profile durch Induktionsschweißen nach ggf. notwendiger Umriss-bearbeitung

Beim Zuschnitt und Positionieren der Einzellagen (1.) wird die Größe, Form der Lagen und Ausrichtung der Fasern bestimmt. Verzug und mechanische Eigenschaften sind davon direkt abhängig und müssen daher in die Prozesssimulation als Eingangsgrößen einfließen (Brauner, 2013).

Beim Konsolidieren (2.) werden durch den wirkenden Druck und das gefahrene Temperaturregime vor allem der Faservolumengehalt, die Porosität und die Kristallinität des "Identifizierung Materials beeinflusst. Im Abschnitt relevanter Materialund Prozessparameter" sind die durchgeführten Vorversuche zum Einfluss der Abkühlbedingungen auf die mechanischen Eigenschaften zusammen-gefasst.

Der Umformschritt (3.) erzeugt schließlich die endgültige Geometrie der Einzelteile einschließlich Verzug und beeinflusst die mechanischen Eigenschaften am stärksten. Deshalb wird dieser Schritt in der Prozesssimulation umgesetzt.

Beim Aufheizen schmilzt die thermoplastische Matrix, wobei sich kristalline Bereiche auflösen. Die Zeitabhängigkeit der Kristallauflösung bestimmt zum Teil die Dauer, die das Laminat im IR-Strahlerfeld verweilen muss. Wie Abbildung 63zeigt, hat die Kristallinität einen signifikanten Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften teilkristalliner Thermoplaste. Es ist daher notwendig, die Mechanismen der Kristallisation zu kennen, zu quantifizieren und durch eine geeignete Modellierung in der Simulation zu berücksichtigen. In Abschnitt "Literaturrecherche zur Kristallisation" wird die dazu durchgeführte Literaturrecherche zusammengefasst.



Abbildung 63: Deformationsverhalten an der Bindenaht eines Formteils aus nukleiertem und nicht nukleiertem Polypropylen (PP), (Achim Frick, 2006)

Beim Transfer in das Formwerkzeug und das darauffolgende Umformen durch Schließen des Werkzeuges kühlt das Material ab. Mit zunehmender Verfestigung steigt der Formänderungswiderstand. Somit bauen sich im Faserverbund Eigenspannungen auf, die zum Verzug führen. Erste Ansätze zur Modellierung des vom Temperaturregime abhängigen Verzugs sind beispielsweise aus (Brauner, et al., 2014) bekannt. Dabei wurden jedoch die thermodynamische und mechanische Rechnung sequentiell gekoppelt. Da beim Thermoformen jedoch das aufgeschmolzene Laminat das sehr viel kältere Werkzeug nicht zu





einem einzigen Zeitpunkt vollflächig berührt, darf die Berechnung des Temperaturfeldes nicht von der Mechanik der Umformsimulation getrennt sein.

Beim Umformvorgang wirken außerdem die in Abbildung 64 dargestellten Umformmechanismen im Laminat. Die einzelnen Lagen werden transversal oder longitudinal geschert, in und quer zur Faserrichtung unter Zugbelastung gedehnt oder bei Druckbelastung gestaucht, wobei Falten entstehen können. Zwischen den Lagen findet ein Abgleitvorgang statt bei gleichzeitig vorhandener Adhäsion. Auch gegenüber der Werkzeugoberfläche findet Abgleiten der Lagen statt. Diese Effekte müssen charakterisiert werden, da die resultierende Deformation des Laminats in hohem Maße von der Balance der verschiedenen Mechanismen abhängt (Haanappel, 2013). Für die Prozesssimulation bedeutet dies, dass die Modellierung diese Effekte abbilden muss, um realistische Verformungsbilder zu erhalten.



Abbildung 64: Mechanismen bei Umformen von UD-Laminaten (Haanappel, 2013)

Im Prozessschritt (4.) werden die zu fügenden Einzelteile positioniert, ggf. unter Aufbringen von zusätzlichen Haltekräften verformt, und in diesem Zustand verschweißt. Dabei wird Matrixmaterial in der Fügezone für kurze Zeit aufgeschmolzen. In Abhängigkeit des Temperaturfeldes und seines zeitlichen Verlaufs können Spannungen in der Fügezone zunächst relaxieren und durch die nach-folgende relativ schnelle Abkühlung wieder entstehen. Die Simulation des Fügevorgangs war nicht Inhalt dieses Projekts und wurde daher nicht betrachtet.

## Literaturrecherche zur Kristallisation

Der Kristallisationsvorgang lässt sich in 3 Teilevorgänge zerlegen: Keimbildung, Kristallwachstum (primäre Kristallisation) und Nachkristallisation (sekundäre Kristallisation & Perfektionierung).





Bei der Keimbildung wird zwischen 3 Mechanismen unterschieden:

- Athermische Keimbildung: Kristallisationskeime sind in der Schmelze bereits als "Embryonen" vorhanden und werden nur durch Temperaturerniedrigung wachstumsfähig. Embryonen bilden sich aus der Schmelze, zerfallen und entstehen neu. Verunreinigungen oder Reste aufgeschmolzener Kristallite können auch solche Keime sein. (Dietz, 1981)
- Homogene "thermische Keimbildung": Beim Abkühlen sind zunächst keine Keime vorhanden. Diese bilden sich erst nach einer "Inkubationszeit" und müssen eine Mindestgröße erreichen. Nach einer gewissen Übergangszeit stellt sich ein stationärer Zustand mit konstanter Keimbildungsgeschwindigkeit ein. (Dietz, 1981)
- Heterogene Keimbildung: als Keime wirken Oberflächen fremder Stoffe, z.B. Verstärkungs-fasern, Nukleierungsmittel wie Ruß und Werkzeugoberflächen

Beim Kristallwachstum wachsen kristalline Strukturen in die umgebende Schmelze hinein, wobei im Gegensatz zu niedermolekularen Stoffen der Zeiteinfluss auf die Perfektion der Strukturen sehr viel bedeutender ist. Die Nachkristallisation beinhaltet die Perfektion der kristallinen Strukturen und die sekundäre Kristallisation amorpher Bereiche innerhalb eines Kristallits.

In der Literatur sind einige Beispiele für Auswirkungen der Kristallinität auf andere Materialeigenschaften zu finden. So wird zum Beispiel die Dichte in (Harris, et al., 1987 S. 314) für PEEK mit 1,265 g/cm<sup>3</sup> (amorph) und 1,40 g/cm<sup>3</sup> (kristallin) angegeben. In (Zhu, et al., 2003) wurde eine signifikante Steigerung des E-Moduls von isotherm kristallisierten gegenüber amorph abgeschreckten Proben festgestellt. Hohe Zugspannungen an Sphärolithgrenzen setzen aber besonders die Schlagzähigkeit und Bruchdehnung herab und begünstigen die Spannungsrissbildung (Achim Frick, 2006 S. 83).

Es ist somit eine hohe Relevanz der Kristallinität anzunehmen. Zahlreiche Forscher haben bisher versucht, Modelle zur Beschreibung der Kristallisation zu entwickeln. Einfachere Ansätze wie das von Avrami sind für die sehr zeitabhängigen Prozesse ungeeignet, weshalb oft versucht wurde, dieses Modell zu verfeinern. Dabei stehen immer Komplexität und experimenteller Aufwand zur Bestimmung der Kennwerte im Gegensatz zur Aussagekraft. Eine detaillierte Untersuchung der einzelnen Modelle ist im Rahmen des Projekts nicht mehr zu leisten. Für die Modellierung wird sich daher auf das Differentielle Nakamura-Modell (Nakamura, et al., 1972) beschränkt, wobei die Gültigkeit bei höheren Abkühlraten äußerst fraglich ist.

# Experimentelle Untersuchung zum Einfluss der Abkühlbedingungen auf mechanische Eigenschaften

Ziel der durchgeführten Vorversuche war es, den Einfluss der Konsolidierungsbedingungen auf die mechanischen Eigenschaften zu untersuchen. In TP3 wurden bereits Platten gefertigt, allerdings konnten die im Zugversuch ermittelten E-Moduln nicht auf variierte Konsolidierungsbedingungen zurückgeführt werden. Eine Ursache ist im multiaxialen Lagenaufbau zu finden, bei dem der variierte E-Modul nur einen geringen Anteil am Laminat-E-Modul hat. Daher wurden für die durchgeführte Versuchsreihe 10 unidirektionale Laminate mit den in Abbildung 65 gezeigten Abmessungen hergestellt.



Abbildung 65: Abmessungen der konsolidierten UD-Platten

Die Herstellung erfolgte in der vorhandenen Heizpresse Rucks 228 mit einem elektrisch beheizten und ölgekühlten Tauchkantenwerkzeug. Da in der ,Lauda'-Ölkühlanlage keine Kühlrate, sondern nur die Rücklauftemperatur geregelt werden kann, wurden 3 verschiedene Ölsolltemperaturen - wie in Tabelle 10 dargestellt - vorgegeben, um unterschiedliche Abkühlbedingungen zu erzeugen. Niedrigere Ölsolltemperatur bedeutet schnellere Abkühlung und zielt auf einen geringeren Kristallisationsgrad ab. Um die Kristallisationsbedingungen noch stärker zu variieren, wurde auch die Haltezeit zwischen Aufheizen und Abkühlen zwischen 5 min und 20 min variiert. Eine längere Haltezeit bewirkt eine Reduktion der athermischen Keimbildung.

#### Tabelle 10: Versuchsmatrix

		Haltezeit					
		5min	10min	20min			
	150°C		4310201_1407_03				
			4310201_1407_04				
Öl-Soll-	220°C	4310201_1407_01	4310201_1407_05	4310201_1407_07			
Temperatur		4310201_1407_02	4310201_1407_06	4310201_1407_08			
	275°C		4310201_1407_09				
			4310201_1407_10				

Der schematische zeitliche Verlauf von Kavitätsdruck und Temperatur ist in Abbildung 66 dargestellt.



#### Faserinstitut Bremen e.V. Zwischenbericht 1. Halbjahr 2015 20W1104B (LuFoIV-4)





Abbildung 66: Schematischer Ablauf der Konsolidierung mit 10 min Haltezeit und 275°C Ölsolltemperatur

Mit jedem Parameterset wurden zwei 15-lagige Platten hergestellt. Aus diesen wurden nach dem in Abbildung 67 dargestellten Probenentnahmeplan Probekörper für die Zugversuche quer zur Faserrichtung zur Bestimmung des E-Moduls und DSC-Proben zur Bestimmung der Kristallinität hergestellt. An den Platten mit den Nummern 4310201\_1407\_02 bis 4310201\_1407\_09 wurde zudem der Faservolumengehalt an den gekennzeichneten Stellen gemessen.



Abbildung 67: Zwei der 10 hergestellten UD-Platten



#### Faserinstitut Bremen e.V. Zwischenbericht 1. Halbjahr 2015 20W1104B (LuFoIV-4)





Abbildung 68: Probenentnahmeplan

## Ergebnisse

Der Faservolumengehalt betrug durchschnittlich 57,7% bei einer Standardabweichung von 0,29. Die Ergebnisse der Zugprüfungen quer zur Faserrichtung sind in Abbildung 69 dargestellt. Qualitativ wurde ein höherer Modul bei höheren Ölsolltemperaturen und geringeren Haltezeiten erwartet. Diese Erwartungen konnten nicht bestätigt werden. Vielmehr wird angenommen, dass die Unterschiede zwischen den Platten auf andere Einflüsse wie Messungenauigkeiten und die in vor-herigen Untersuchungen festgestellten Schwankungen des Halbzeugs zurückzuführen sind. Die nicht ermittelbaren Abhängigkeiten des Kristallisationsgrades von den Konsolidierungsbedingungen bestärkt diese Annahme.



Abbildung 69: Ergebnisse der Zugprüfung quer zur Faserrichtung

Die Ergebnisse der DSC-Messungen sind in Abbildung 70 dargestellt. Entgegen der Erwartung ist keine klare Tendenz der Kristallisationsgrade in Abhängigkeit der Konsolidierungsbedingungen erkennbar. Die Streuung der Messwerte ist sehr viel größer als die der Mittelwerte je Platte. Um unterschiedliche Kristallisationsgrade zu erreichen, sind folgerichtig stärker variierende Konsolidierungsbedingungen notwendig. Für die Betrachtung des Prozessschritts (1.) lässt sich schlussfolgern, dass die dabei erzeugten Unterschiede in der Kristallinität zu gering sind, als dass sie nachfolgende Schritte signifikant beeinflussen.



Abbildung 70: Kristallisationsgrad in Abhängigkeit der Abkühlbedingungen

# Fazit

Bei der Konsolidierung auftretende Schwankungen der Temperatur und Haltezeit haben scheinbar keinen signifikanten Einfluss auf den Kristallisationsgrad. Somit geht hinsichtlich der Kristallinität für diesen Prozessschritt keine Relevanz für folgende Schritte aus.





Auch die Ableitung einer Abhängigkeit des E-Moduls quer zur Faser vom Kristallisationsgrad gelang nicht wie erwartet, da einerseits keine klare Tendenz des Kristallisationsgrades erkennbar war und andererseits sehr hohe Schwankungen im E-Modul auftraten. Von einer hohen Relevanz der Kristallisation für die aus dem Umformschritt resultierende Qualität wurde jedoch weiterhin ausgegangen. Zur Charakterisierung des Kristallisationsverhaltens bei den prozesstypischen sehr schnellen Abkühlraten fehlten allerdings geeignete Methoden. Daher wurden Verzugssimulationen ohne Berücksichtigung der Kristallisation durchgeführt und die Arbeit an der Umformsimulation zunächst für den isothermen Fall priorisiert. Die Erweiterung der Simulation um Temperatur- und kristallisationsabhängige Effekte war bis Projektende nicht mehr zu realisieren. In späteren Arbeiten könnten die Ergebnisse der isothermen Simulation mit einer vollständig gekoppelten Simulation verglichen und so die Relevanz der temperaturabhängigen Mechanismen beim Thermoformen untersucht werden.

# Umformsimulation und Materialcharakterisierung

## Einleitung

Das im Projektverlauf gewählte Konzept für die Fertigung der Komponenten der Evaluations-Box sieht eine Umformung des aufgeschmolzenen Laminats in einer Membranpresse vor. Beim Umformvorgang ändern sich die Faserorientierungen und Lagen werden gegeneinander verschoben. Auf den Aufbau der internen Spannungen haben unter anderem Lagenaufbau, Faserorientierungen und Faservolumengehalt einen signifikanten Einfluss (Brauner, 2013). Für eine aussagekräftige Verzugssimulation der Komponenten ist daher die Kenntnis der tatsächlich vorliegenden Faserorientierungen und Lagenverschiebungen essentiell. Diese sollen aus einer entsprechenden Umformsimulation gewonnen werden.

## Literaturrecherche zur Umformsimulation

Umformsimulation Zunächst wurde eine Literaturrecherche zur von Faserverbundmaterialien durchgeführt. Dabei fanden sich verschiedene Ansätze. Es gibt zum kinematische Ansätze, die aus dem Bereich der Drapiersimulation für trockene einen Textilien stammen. Diese sind für die Beschreibung der Umformung von Faserverbundwerkstoffen jedoch nur begrenzt geeignet, da beispielsweise die Entstehung von Falten nicht simuliert werden kann (On the formability of multi-layered fabric composites, 2009), (Haanappel, 2013). Andererseits wurden in der Vergangen-heit verschiedene Ansätze zur FEM-basierten Modellierung untersucht. Eines der ersten FE-Modelle wurde von Chen und Govindaraj in den 1990er Jahren entwickelt. Dabei wurden Gewebe in einer Drapiersimulation als kontinuierliches orthotropes Medium mit Kontinuumelementen modelliert. Dabei sollte darauf geachtet werden, dass Faserorientierung sich beim Formen ändert und dies in der Elementformulierung zu berücksichtigen ist. Ein weiterer Ansatz, der das meist isotrope Matrixmaterial mit Kontinuumelementen und die Faserverstärkung mit eindimensionalen Elementen abbildet, ist in zwar als Standardoption in einigen kommerziellen FE-Codes implementiert, eignet sich aufgrund des sehr hohen Rechenaufwands eher für Modellierung aber auf Mikroskalenebene. Weitere Komplexität wird den Modellen durch die Ply-Ply- und Ply-Tool-Interaktionen hinzugefügt, wenn die Kontaktlogik mit zusätzlichen Elementen umgesetzt wird.





Die Herausforderung besteht daher in der genauen, aber zugleich effizienten Modellierung. Die ausgeprägte Anisotropie kann zu numerischen Problemen führen, wie Locking-Phänomenen und Konvergenzproblemen. Ten Thije entwickelte einen Ansatz, der speziell diese Probleme behandelt (ten Thije, 2007). Dieser basiert auf entkoppelten dreiseitigen Schalenelementen, mit denen wie in Abbildung 71 gezeigt, die in-plane- und out-of-plane-Deformationen innerhalb einer Lage getrennt modelliert werden können. Dazu werden zwei Netze auf denselben Knoten erzeugt. Um dem numerischen Problem des sogenannten "Shear-Locking" (Yu, et al., 2005) zu begegnen, müssen die Elementkanten entlang der Faserrichtungen orientiert sein.



Abbildung 71: Modellierungsansatz mit entkoppelter Modellierung von in-plane- und out-of-plane Deformationen einer Lage durch Schalenelemente (Haanappel, 2013)

Dieser Ansatz mündete in dem speziell für das Composite-Umformen entwickelten, impliziten FE-Code *AniForm Forming Solutions* der niederländischen Firma *AniForm Engineering*. Um die Materialkennwerte sowohl für die Materialmodelle als auch die Interface-Modelle zur Abbildung der interlaminaren Mechanismen zu gewinnen, sind zum Teil noch nicht standardisierte Prüfverfahren notwendig. Insbesondere die in-plane-Schub und Biegeeigenschaften sowie das Abgleitverhalten zwischen den Lagen und zwischen Lagen und Werkzeugoberfläche müssen sorgfältig charakterisiert werden, da die Balance zwischen den damit modellierten Deformationsmechanismen großen Einfluss beispielsweise auf die Entstehung von Falten hat. Da dafür keine standardisierten Charakterisierungsmethoden existieren, müssen entsprechende Prüfmethoden entwickelt werden. Die in der Literatur als wesentlich identifizierten Deformationsmechanismen sind in-plane Scherung, Abgleiten und die Biegesteifigkeit der Lagen/Lagenpakete.



Faserinstitut Bremen e.V. Zwischenbericht 1. Halbjahr 2015 20W1104B (LuFoIV-4)



#### Charakterisierung der Biegeeigenschaften

Zur Bestimmung der Biegeeigenschaften von Festkörpern ist die Dynamisch-Mechanische-Analyse (DMA) ein etabliertes Verfahren. Für sehr biegeweiche Proben, wie z.B. aufgeschmolzene UD-Lagen, eignet sich das Verfahren allerdings kaum. Der Cantilever-Beam-Test wurde für die Bestimmung der Biegesteifigkeit von Geweben bereits 1930 vorgeschlagen. Dabei wird ein Streifen des zu testenden Materials einseitig fest eingespannt und die Länge des freien Endes erhöht, bis das freie Ende unter dem Eigengewicht des Streifens eine geneigte Ebene berührt. Daraus wird dann die Biegesteifigkeit berechnet. Mit dieser Methode kann allerdings keine Ratenabhängigkeit der Biegesteifigkeit berücksichtigt werden. Um auch die Ratenabhängigkeit untersuchen zu können, wurde am Faserinstitut eine neuartige Prüfmethode untersucht, die es erlauben könnte, in einem konventionellen Rheometer die Biegeeigenschaften von Prepregs zu untersuchen. Angelehnt an eine ähnliche Methode aus (Sachs, 2014) wird dabei eine Probe auf beiden Seiten in einen zweiteiligen Probehalter eingespannt, wobei einer der Probenhalter fest steht und der andere an der Rheometerachse befestigt ist. Durch Auslenkung der Rheometerachse kann die Probe definiert ausgelenkt werden. Aus dem gemessenen Drehmoment wird dann die Biegesteifigkeit berechnet und das FE-Modell der Umformsimulation kalibriert. Die hohe Auflösung des messbaren Drehmoments und Drehwinkels sowie die integrierte Regelung der Temperatur in der Prüfkammer versprachen aussagekräftige Messergebnisse. Zudem wird der Durchhang der Probe aufgrund der Gewichtskraft durch die vertikale Lage reduziert. Aus dem gemessenen Drehmoment kann anschließend die Biegesteifigkeit mittels Bernoulli-Balkentheorie berechnet und ein FE-Modell kalibriert werden.



Abbildung 72: Biegetest im Rheometer

Die Vorrichtung zum Einbau im Rheometer wurde gefertigt und Vorversuche mit Einzellagen aus PEEK-CF-UD und PA66-GF-UD durchgeführt. Abbildung 72 zeigt den die Vorrichtung mit einer eingespannten Einzellage im Rheometer. Dabei wurden die Proben isotherm in 10°C-Schritten von Raumtemperatur bis 350°C oszillierend mit Frequenzen von 0,1 Hz bis 10 Hz ausgelenkt. Es musste festgestellt werden, dass Einzellagen aus beiden Materialien im aufgeschmolzenen Zustand keine ausreichende strukturelle Integrität aufweisen und als Folge der Einspannkräfte und Biegung quer zur Faserrichtung sehr stark verformt werden. Abbildung 73 zeigt die Probe nach einem Messzyklus bis in den Schmelzebereich. Auch die Biegung von 90°-Proben offenbarte die zu geringe Stabilität der Proben.



#### Faserinstitut Bremen e.V. Zwischenbericht 1. Halbjahr 2015 20W1104B (LuFoIV-4)





Abbildung 73: Deformation von Einzellagen nach der Messung

Aufgrund der zu diesem Zeitpunkt noch nicht vorhandenen Probekörper aus PEEK-CF-UD-Laminaten wurden erste Vorversuche mit PA6-GF-UD-Lamianten durchgeführt. Der für kleine Auslenkungen ermittelte scheinbare Biege-E-Modul zeigte mit 28025 MPa sehr gute Übereinstimmung mit dem im Zugversuch ermittelten E-Modul von 28919 MPa.

Im weiteren Verlauf wurden verschiedene PEEK-CF-Laminate von Siempelkamp gefertigt und daraus 15 mm breite und 40 mm lange Proben angefertigt. Die getesteten Lagenaufbauten waren:

- 0°|<sub>8</sub> (unidirektional 8-lagig "UD 0-8")
- 0°|<sub>4</sub> (unidirektional 4-lagig "UD 0-4")
- +45/-45/+45/-45|<sub>s</sub> (Ausgeglichener Winkelverbund "AWV 45")
- 0/90/0/90|<sub>s</sub> (Kreuzverbund "KV 0/90")
- 0/+45/-45/90|<sub>s</sub> (quasiisotrop "QI")

Es wurde in den Versuchen der scheinbare Biege-E-Modul für 0,5° Auslenkung und bei 30°C-400°C in 5°C-Schritten bestimmt. Die Ergebnisse sind in Abbildung 74 linear und in Abbildung 75 logarithmisch über der Temperatur aufgetragen. Das gemessene Moment eilt der sinusförmigen Auslenkung mit einem Phasenwinkel  $\delta$  vor. Der Phasenwinkel ist in Abbildung 76 dargestellt. Es ist deutlich erkennbar, dass das viskose Verhalten mit steigender Temperatur zunimmt. Der ermittelte Biegemodul ist daher als ein komplexer Biegemodul zu verstehen, welcher sich aus einem elastischen und einem viskosen Anteil zusammensetzt.

Dieser bleibt weitestgehend konstant, solange die Temperatur unterhalb des Glasübergangs bleibt. Erwartungsgemäß weisen die UD-0°-Laminate die größte Biegesteifigkeit auf. Der  $\pm 45^{\circ}$ -Aufbau verfügt nur über etwa 21% der UD-Biegesteifigkeit des gleich starken UD-Laminats.

Mit Erreichen der Glasübergangstemperatur beginnt der Biegemodul abzunehmen. Bei weiterer Erhöhung der Temperatur über die Schmelztemperatur fällt die Biegesteifigkeit rapide ab. In der logarithmisch aufgetragenen Darstellung wird deutlich, dass die Biegesteifigkeit sich selbst im aufgeschmolzenen Zustand noch signifikant zwischen den Lagenaufbauten unterscheidet. Daraus wird für die Umformsimulation abgeleitet, dass auch





das Biegeverhalten nicht als unabhängig vom Lagenaufbau und isotrop modelliert werden darf.

Im Schmelzbereich erreicht der Biegemodul jeweils ein Minimum bei ca. 370°C. Danach steigt er bei allen Lagenaufbauten wieder an. Als Ursache werden zum einen durch den Luftsauerstoff auf der Probe ausgelöste Oxidationsprozesse sowie zum anderen die Formänderung der Probe durch die andauernde Oszillation und thermische Ausdehnung vermutet. Da das verwendete Rheometer noch nicht in der Lage ist, die Kammer mit Stickstoff zu spülen, wurden diese Effekte noch nicht weiter untersucht.



Abbildung 74: Scheinbarer Biege-E-Modul (linear aufgetragen) vs. Temperatur für verschiedene Lagenaufbauten



Abbildung 75: Scheinbarer Biege-E-Modul (logarithmisch aufgetragen) vs. Temperatur für verschiedene Lagenaufbauten



Abbildung 76: Phasenwinkel  $\delta$  des gemessenen Drehmoments vs. Temperatur

Um aus den Versuchsergebnissen Kennwerte für die Simulation zu erhalten, war geplant, viskoelastische Materialmodelle zu fitten. Dazu sollte ein parametrisches FE-Modell genutzt werden. Eine Fitting-Prozedur könnte in weiterführenden Arbeiten iterativ die Parameter geeigneter Modelle ermitteln.




#### Charakterisierung der intralaminaren Schubeigenschaften

Zur Charakterisierung der intralaminaren Schubeigenschaften von unidirektionalen Lagen im Schmelztemperaturbereich eignet sich der für Gewebe übliche sogenannte Bias-Extension Test nicht, bei dem in einer Probe mit Verstärkungsfasern in +45°- und -45°-Richtung durch Zugbelastung Bereiche mit reinem Schub erzeugt werden. Ebenfalls ungeeignet ist der sogenannte Fensterrahmen-Test, bei dem eine quadratische biaxiale Probe allseitig in zueinander gelenkig gelagerte Klemmen eingespannt und durch Zug in zwei gegenüberliegenden Gelenken einer Schubdeformation unterworfen wird. Bei beiden Schubtests treten out-of-plane-Deformationen wie Falten und Beulen sowie Lücken zwischen den Fasersträngen auf. Abbildung 77 zeigt Ergebnisse dieser Tests an UD-Halbzeugen aus der Literatur.



Abbildung 77: Unzulässige Deformationen von UD-Halbzeugen im Fensterrahmen-Test und Bias-Extension-Test (Haanappel, 2013)

In (Haanappel, 2013) wurde daher ein Torsionstest vorgeschlagen, bei dem ein Stab mit rechteckigem Querschnitt und Fasern entlang der Stabachse um diese Stabachse tordiert wird. Eine ähnliche Methode soll für die Bestimmung der Schubeigenschaften erprobt werden, da die rechteckige Querschnittsfläche des Stabs die Gefahr unerwünschter Deformation, wie in Abbildung 78 gezeigt, minimiert. Notwendig für diesen Test sind ein Rheometer und angepasste Probenhalter, mit denen der Stab an beiden Enden fest eingespannt und definiert tordiert wird. Dynamische Tests sollten es erlauben, das angenommen viskoelastische Schubverhalten von unidirektionalen Halbzeugen zu charakterisieren und für die Umformsimulation zu modellieren.

Für das am Faserinstitut vorhandene Rheometer TA Instruments AR2000 wurden spezielle Probenhalter konstruiert und gefertigt, wie in Abbildung 78 gezeigt. Die zunächst 2-seitige Einspannung erwies sich als ungeeignet für aufgeschmolzene unidirektionale Proben, da diese sich zwischen den Klemmbacken zu stark verformen. Daher wurde ein zweiter Satz Klemmen gefertigt, der eine vierseitige Einspannung erlaubt. In einem ersten Versuch mit einem PEEK-CF-UD-Rechteckstab wurde deutlich, dass so der Querschnitt sehr viel besser beibehalten werden kann. Allerdings wurde damit Material in die Spalten zwischen den Klemmen gedrückt, wie in Abbildung 78 gezeigt.







Abbildung 78: Probenhalter für den Schubtest im Rheometer

#### Reibprüfstand

Es wurde ein Prüfstand entwickelt, mit dem das Abgleitverhalten der Lagen aufeinander und auf einer metallischen Oberfläche untersucht werden kann. Der wesentliche Unterschied zu bestehenden Reibprüfverfahren nach ASTM D 1894 war die Anforderung, die Prüfung unter Prozessbedingungen durchführen zu können. Es sollten Drücke normal zur Probenfläche von bis zu 5 MPa bei Temperaturen bis 400 °C erreicht werden.

Der Reibprüfstand zur Charakterisierung des interlaminaren Abgleitverhaltens ist zum Einbau in einer Zugprüfmaschine vorgesehen. Er besteht, wie in Abbildung 79 gezeigt, aus zwei durch beheizter Probenhalterplatten, welche Kraft Paaren die zweier Pneumatikzylinder aufeinander gepresst werden. Die Kraft der Zylinder soll über ein Hebelsystem mit verschiedenen Stufen im Bereich von 0,1 bis 50 bar variiert werden können. Die Konstruktion ist auf eine maximale Betriebstemperatur von 400°C ausgelegt. Zum Wechseln der Probenhalterplatten muss der Aufbau nach einem Versuch wieder herunter gekühlt werden. Zur schnelleren Kühlung wird die vorhandene Temperierkammer der Zugprüfmaschine verwendet. Um die für die Pneumatik zulässige Umgebungstemperatur von 80°C nicht zu überschreiten, wird die Kraft der Zylinder über ein Hebelsystem in die Prüfkammer übertragen. Das Hebelsystem bietet zudem die Möglichkeit, durch verschiedene Hebelarmlängen die Druckbereiche zu verändern.

Zur Reibprüfung wird bei aufeinander gefahrenen Probenhaltern der bewegliche Teil durch die Zugprüfmaschine mit eine Geschwindigkeit von 0,001-600mm/min bewegt. Aus den aufgezeichneten Kraft-Weg-Daten kann dann über die aus Hebelverhältnis und Pneumatikdruck berechnete Normalkraft der Reibkoeffizient berechnet werden. Anhand von Messungen bei unterschiedlichen Drücken, Abgleitgeschwindigkeiten und Temperaturen soll anschließend das Abgleitverhalten charakterisiert und entsprechend modelliert werden.



Abbildung 79: Aufbau des Reibprüfstandes schematisch (links) und in die Zugprüfmaschine eingebaut (rechts)

Die mechanischen Teile des Reibprüfstandes wurden gefertigt und bereits testweise in die Zwick Z250 Universalprüfmaschine eingebaut, wie in Abbildung 79 dargestellt ist. Anschließend wurde die Druckverteilung in den Probenflächen mittels Druckmessfolien der Firma Tekscan für verschiedene Drücke vermessen. Es wurden geringe Inhomogenitäten des gemessenen Druckes in den Probenflächen festgestellt, die sehr wahrscheinlich auf Ungenauigkeiten der Messtechnik zurückzuführen waren. Zusätzliche Messungen mit Druckmessfolien der Fima Fujifilm zeigten ein etwas besseres Ergebnis, wie in Abbildung 80 gezeigt. Eine systematische Absicherung der Ergebnisse konnte mit dem zur Verfügung stehenden Projektbudget nicht vorgenommen werden.



Abbildung 80: Untersuchung der Druckverteilung zwischen den Probehalterplaten des Reibprüfstandes

Die elektrische Heizung des Reibprüfstandes war bis Projektende noch nicht einsatzbereit, weshalb Versuche mit dem PEEK-CF-Material noch nicht durchführbar waren. Um die grundsätzliche Funktionsfähigkeit zu testen, wurden erste Reibtests mit Polyamid-Folien bei Raumtemperatur durchgeführt, siehe Abbildung 81. Die ermittelten Reibkoeffizienten zeigten gute Übereinstimmung mit den Werten, die mit dem vorhandenen Versuchsaufbau nach DIN EN ISO 8295 ermittelt wurden. Während unterschiedliche Vorklimatisierung der Proben deutliche Unterschiede zeigte, wiesen Versuche bei gleicher Vorklimatisierung eine gute Reproduzierbarkeit auf.







Abbildung 81: Erste Reibtests mit Polyamid-Folien bei Raumtemperatur

#### Beurteilung des materialspezifischen Verzugsverhaltens

Zur Beurteilung des materialspezifischen Verzugsverhaltens wurden vier der von Siempelkamp gefertigten Rampenplatten vermessen. Dazu wurden die Platten auf einen ebenen Untergrund gelegt und die Höhe des Randes gegenüber der Unterlage mittels Messschieber vermessen. Die Messpositionen sind der Abbildung 82 zu entnehmen.



Abbildung 82: Messpositionen des Verzugs an den Rampenplatten

Abbildung 83 zeigt die Abweichung gegenüber dem CAD-Modell an den betreffenden Messpositionen. In besonders dünnen Randbereichen war der Rand beschädigt, weshalb bei den Rampenplatten RF010 und RF013 nicht alle Positionen vermessen werden konnten. Das Verformungsbild entlang des Randes ist dennoch bei allen Platten vergleichbar. Der stärkste





Verzug wurde am Auslauf der linken unteren Ecke gemessen. Dort betrug die Soll-Ist-Abweichung bis zu 4,19 mm.



Abbildung 83: Verzugsmessung an Rampenplatten

In einem ersten Schritt wurde mit der Verzugssimulation die Verformung nur aufgrund Lagenaufbaubedingter, anisotroper thermischer Ausdehnung abgebildet. Abbildung 84 zeigt einen Vergleich des Verzugs entlang der Ränder der Rampenplatte mit diesem idealisierten Fall.



Abbildung 84:Vergleich von Verzugssimulation und gemessenem Verzug der Rampenplatten

Sowohl qualitativ als auch quantitativ gute Übereinstimmung war ersichtlich, außer im Bereich der vorderen linken Kante der Platte.





Es wurden daher numerische Studien zum Einfluss der folgenden fertigungsbedingten Abweichungen durchgeführt:

- Faserwinkel
- Lagenposition
- Lagendicken
- Faservolumengehalt

Als Szenarien für Faserwinkelabweichungen wurden die beiden folgenden Fälle mit unterschiedlichen Winkelabweichungen simuliert:

- Fall 1: kompletter Lagenaufbau ist schief in Werkzeug eingelegt
  - Alle Lagen um -3°, -2°, -1°, +1°, +2°, +3° gedreht
- Fall 2: größte Asymmetrie innerhalb ±3°-Toleranz (Worst Case)
  - o In CS.1, CS.2, CS.3, CS.4: Ply 1-19: +3°, Ply 20-38: -3°



Abbildung 85: Simulierter Verzug für verschiedene Faserwinkelabweichungen aller Lagen (Fall1)



Abbildung 86: Simulierter Verzug für die maximale Asymmetrie innerhalb der ±3°-Toleranz (Fall 2)

Erwartungsgemäß führte die größtmögliche Asymmetrie zur maximalen Abweichung vom Idealfall. Während der Bereich mit konstanter dicke von 2,16 mm weniger Verzug aufwies, wurde der Verzug am Auslauf der Rampe auf der gegenüberliegenden Seite signifikant verstärkt.





Schliffbilder aus den Rampenplatten offenbarten große Schwankungen der Positionen von auslaufenden Lagen, wie in Abbildung 87 dargestellt ist. Diese Schwankungen können die Folge möglicher Stacking-Fehler oder von Lagenverschiebungen während der Konsolidierung sein. Bereiche mit unsymmetrischem Lagenaufbau können damit Verzug verringern oder verstärken.



Abbildung 87: Große Schwankungen der Positionen von Lagenenden in den Rampenplatten

Als Szenarien für die Abweichungen von Lagenpositionen wurden daher folgende festgelegt:

Für die Simulation wurden daher in Rampenbereichen des Modells die 90° und 135°-Lagen oberhalb der Symmetrieebene um 1mm verlängert, die anderen um 1mm verkürzt. Bei Lagen unterhalb der Symmetrieebene wurde entsprechend umgekehrt verfahren, um einen Worst Case abzubilden, bei dem jede Lagenverschiebung den Verzug verstärkt. Abbildung 88 zeigt die resultierenden Lagenenden im Modell.



Abbildung 88: Simulationsmodell mit veränderten Positionen der Lagenenden

Die Simulation ergab nur sehr geringe Unterschiede zwischen Idealfall und modifiziertem Modell mit verschobenen Lagenenden. Während die linke hintere Ecke etwas mehr nach oben gewölbt ist, ist die rechte vordere Ecke weniger nach oben verzogen.



Abbildung 89: Simulierter Verzug für um ± 1mm verschobenen Lagenenden





Signifikante Schwankungen der Lagendicken wurden aus den Schliffbildern ebenfalls ersichtlich. Die Ergebnisse einer Stichprobenmessung sind in Abbildung 90 dargestellt.



Abbildung 90: Schwankung der Lagendicken bei den Rampenplatten

Entsprechend der gemessenen Schwankungen wurde das Simulationsmodell modifiziert und einzelne Lagendicken um bis zu 0,02 mm variiert. Die Ergebnisse sind in Abbildung 91 dargestellt. Das Verformungsbild ändert sich signifikant gegenüber der Referenz. Die hintere linke Ecke wölbt sich nun nach unten. Der Höhenverlauf der linken Kante gleicht qualitativ stärker dem gemessenen Verformungsbild. Dies zeigt, dass der Verzug auch qualitativ durch Material- und prozessbedingte Qualitätsschwankungen verändert werden kann.



Abbildung 91: Simulierter Verzug bei variierten Lagendicken

Wie in Abbildung 92 gezeigt, variierte der Faservolumengehalt in den Rampenplatten zwischen 57,9 % und 59,3 %. Die Ergebnisse der beiden beprobten Platten lassen einen Trend zu höheren Faservolumengehalten im dicken Bereich der Platten erkennen. Für diesen Bereich wurden die homogenisierten Materialeigenschaften für 59 % neuberechnet, während die anderen Bereiche mit 58% berechnet wurden. Die Ergebnisse der Verzugssimulation sind in Abbildung 93 dargestellt. Die Unterschiede der Verformung sind gering.



Abbildung 92:Faservolumengehalt an verschiedenen Positionen auf den Rampenplatten



Abbildung 93: Simulierter Verzug für erhöhten Faservolumengehalt im dicksten Bereich der Platte

Die Numerischen Studien haben gezeigt, dass sich prozess- und materialbedingte Qualitätsschwankungen sehr unterschiedlich auf den Verzug auswirken können. Die starke Schwankung der Lagendicken zeigte den größten Effekt. Zwischen gemessenem Verzug der Rampenplatten und dem für den Idealfall simulierten Verzug sind einige lokale Abweichungen in Betrag und Richtung der Verformung festzustellen. Diese liegen aber in dem Rahmen der Unterschiede, die die einzelnen Simulationen für verschiedene Parametervariationen ergeben. Es wird daher davon ausgegangen, dass die Simulation in der Lage sein wird, eine gute Vorhersage des Verzugs von Bauteilen aus PEEK-CF-UD-Laminaten zu treffen.

#### Teilprojekt 6: Experimenteller Nachweis der Funktion der Teilprozesse

#### Partner im Projekt: alle

Im AP 6 wurde auf Basis der Arbeiten der vorherigen Arbeitspakete die Funktionalität der automatisierten Abläufe experimentell nachgewiesen. Grundlage ist die Airbus Fertigungsvorschrift in Bezug auf die Herstellung thermoplastischer Strukturen und deren Qualitätssicherung. Eine thermisch gefügte Sheet Demonstrator Struktur konnte innerhalb der Projektlaufzeit von den Projektpartnern dem FIBRE nicht für Versuchszwecke zur





Verfügung gestellt werden, so dass diese Analysen auf Basis einer weiteren Reihe der gestuften Rampenplatte des sogenannten Sheet Demonstrators erfolgten.

Technische Ziele	Ergebnisse
<ul> <li>Qualitätssicherung am Demonstrator</li> </ul>	<ul> <li>Bauteilanalyse mittels</li> <li>Mechanischer und thermische Analysen, Schliffbilder und μ-CT Analyse</li> </ul>

Für die Untersuchung des Sheet Demonstrators wurden dabei folgende Untersuchungen umgesetzt:

1. Zugprüfungen

Die Zugeigenschaften des Materials werden im Wesentlichen von der Faserrichtung und damit vom Laminataufbau bestimmt. Der Einfluss des Fertigungsprozesses wirkt hauptsächlich auf das Matrixmaterial, daher sollten keine Unterschiede zwischen unterschiedlichen Entnahmestellen festgestellt werden. Die Zugprüfung dient daher hauptsächlich zur Absicherung der anderen Prüfmethoden.

2. Interlaminare Scherfestigkeit

Die Scherfestigkeit ist ein Maß für die maximal zulässige Schubspannung innerhalb der neutralen Faser im Moment des ersten Versagens des Prüfkörpers. Dies ermöglicht eine Aussage über die Qualität der Verbindung der einzelnen Lagen zueinander.

3. Dynamische Differenzkalometrie (DSC)

Bei der Dynamischen Differenzkalometrie wird eine kleine Materialprobe parallel mit einer Referenzprobe aufgeheizt. Etwaige Phasenumwandlungen wie z.B. Kristallisation machen sich durch Abweichungen im Wärmestrom bemerkbar. Aufgrund der unterschiedlichen Dicken werden bei diesem Prüfverfahren je nach Probenposition unterschiedliche Ergebnisse erwartet. Aufgrund der geringen Probengröße (und da die Proben keine geometrischen Anforderungen aufweisen) erfolgt eine Entnahme auch im Bereich der Rampen. Ziel ist es, mit Hilfe dieser Proben festzustellen, ob bzw. ab welchen Dicken sich signifikante Unterschiede im Material einstellen.

4. Faservolumengehalt

Hierbei wird der Volumenanteil von Fasern zu Matrix geprüft. Neben einer Aussage über die allgemeine Bauteilqualität können Rückschlüsse auf die Kompaktierung während des Fertigungsprozesses gezogen werden.

5. Schliffbilder

Die Schliffbilder wiederum dienen der optischen Analyse der Bauteilqualität. Mit Hilfe der Bilder werden die Bauteile auf Poren und andere Fehler untersucht. Auch die





Position der Einzellagen im Bereich der Rampen wird geprüft, um festzustellen, ob es zu einem Verschwimmen der Lagen während des Prozesses gekommen ist. Auch die bereits mehrfach thematisierten Dickenunterschiede der Lagen werden optisch geprüft.

#### Probenentnahmeplan

Für die einzelnen Prüfungen wurden die Prüfkörper erneut aus verschiedenen Bereichen der Platte Platte entnommen. Die Zug- und ILSS-Proben wurden in den ebenen Bereichen der Platte positioniert, so dass hier Ergebnisse für die unterschiedlichen Dicken (und Laminataufbauten) generiert werden. Die Schliffbilder sind entlang der Dickenvariationen positioniert, so dass hier sowohl Schliffe von ungestörten, ebenen Bereichen vorliegen (z.B. Schliff A-B, Schliff K-M) als auch Schliffe, die die Rampen bzw. die Übergänge darstellen. Für die DSC-Untersuchungen wurden die Entnahmestellen wie die Schliffproben entlang der Dickenänderungen festgelegt. Somit können hier sowohl ungestörte Bereiche verschiedener Dicke miteinander verglichen werden als auch Änderungen in den Rampen identifiziert werden. Zusätzlich wurden in den Rampen weitere Entnahmestellen entlang der 0°-Richtung definiert.

Der Probenentnahmeplan ist in Abbildung 94 dargestellt.



Abbildung 94: Probenentnahmeplan

#### Zugprüfung

Die Zugprüfungen erfolgten nach der Norm DIN EN ISO 527-1/4. Aufgrund der Geometrie der Rampe war eine Abweichung von der Norm erforderlich. Die Norm fordert fünf Prüfkörper,





die beim gewählten Typ 3 eine Breite von 25mm aufweisen müssen. Damit lassen sich jedoch in den ebenen Bereichen nur zwei bzw. drei Prüfkörper pro Bereich realisieren.

Bei den Prüfungen kam es zu Abweichungen in der Vorbereitung bzw. Durchführung. Die Prüfkörper werden während der Vorbereitung mit sogenannten Aufleimern versehen. Dies sind dünne Platten aus GFK, die an die Enden der Prüfkörper geklebt werden, um den eigentlichen Prüfkörper vor Beschädigungen durch die Einspannung in der Zugprüfmaschine und einer damit einhergehenden Verfälschung der Ergebnisse zu schützen. Die Klebung einiger Aufleimer hat während der Prüfung versagt. Die genaue Ursache hierfür und die Auswirkungen auf die Prüfung werden noch analysiert. Möglicherweise lag ein Problem mit dem verwendeten Harzfilm vor.

Die Zugfestigkeit der Proben führte dazu, dass die Breite der Prüfkörper reduziert werden musste, um eine zerstörende Prüfung zu ermöglichen.



Die Ergebnisse der Zugprüfung sind in Abbildung 95 dargestellt

Abbildung 95: Ermittelte Zugfestigkeit (links) und E-Modul aus dem Zugversuchen

Es fällt auf, dass die Proben mittlerer Dicke eine höhere Zugfestigkeit aufweisen als die Proben mit einer Dicke von >5 mm. Eine mögliche Ursache kann der unterschiedliche Lagenaufbau in den Bereichen unterschiedlicher Dicke sein.

#### Interlaminare Scherfestigkeit

Die interlaminare Scherfestigkeit wurde nach der Norm DIN EN ISO 14130 geprüft. Hierfür wurden aus den ebenen Bereichen der Rampenplatte insgesamt 15 Prüfkörper entnommen. Da die Prüfkörperdimensionen sich nach der Bauteildicke richten, haben die Prüfkörper in den jeweiligen Bereichen unterschiedliche Abmessungen.

Für die Proben der Gruppe IA mit einer nominellen Dicke von 2,16 mm ergaben die Prüfungen ein maximale Kraft von 2.654,68 N und eine Scherfestigkeit von 82,29 MPa.

Für die Proben der Gruppe IC mit einer nominellen Dicke von 3,78 mm ergaben die Prüfungen eine maximale Kraft von 8.008,48N und eine Scherfestigkeit von 83,07 MPa.

Die Proben der Gruppe IB konnten im ersten Anlauf nicht geprüft werden, da die auftretenden Kräfte über die zulässigen Belastungen der Prüfmaschine hinausgingen. Mit Hilfe einer einfachen Interpolation wurde festgestellt, dass die maximale Kraft bei ca. 120% der zulässigen Belastung liegt.



Abbildung 96: Interpolation erwarteten Kraft für die Prüfkörper IB

Das Prüfen dieser Proben wurde im Rahmen der guten Zusammenarbeit zwischen den Projektpartnern durch das ifs übernommen. Für die Proben der Gruppe IB mit einer nominellen Dicke von 5,13 mm ergaben die Prüfungen eine maximale Kraft von 14.225,95N und eine Scherfestigkeit von 88,25 MPa.



Abbildung 97: Darstellung der maximalen Kraft der Proben aus Platte SICO RF 2







Abbildung 98: Darstellung der Scherfestigkeit der Prüfkörper aus Platte SICO RF 2

Diese Ergebnisse zeigen eine Abweichung der Proben IB von den anderen beiden Gruppen. Hierfür gibt es zum aktuellen Zeitpunkt zwei Erklärungen:

- 1. Die Proben IB sind in einem anderen Labor geprüft worden. Unterschiedliche Prüfbedingungen (z.B. Prüfmaschine, Bedienungspersonal) führen zu einer Abweichung der Ergebnisse
- 2. Prepreg-Material weist Dickenschwankungen in den Einzellagen auf. Daher weichen Dicken, die aus wenigen Lagen bestehen, stark voneinander ab. Bei großen Dicken mit entsprechend vielen Lagen gleichen sich die Schwankungen aus, so dass hier die Dicken deutlich geringer voneinander abweichen.

#### DSC

Die Ergebnisse einer DSC-Untersuchung liefern eine Vielzahl von verschiedenen, charakteristischen Materialparametern. Bei dem gewählten Matrixmaterial PEEK können folgende Parameter bestimmt werden:

- Glasübergangstemperatur T<sub>g</sub>
- Beginn und Ende des Schmelzbereichs
- Erweichungstemperatur
- Schmelzpeak
- Schmelzenthalpie
- Kristallinität





Der typische Verlauf einer DSC-Kurve ist in



Abbildung 99 dargestellt.



Abbildung 99: Beispielhafte Darstellung einer DSC-Analyse

Als relevante Eigenschaft wird in dieser Auswertung nur die Schmelzenthalpie bzw. die Kristallinität betrachtet. Die Kristallinität wird durch Prozessparameter wie z.B. Abkühlgeschwindigkeiten beeinflusst und hat eine direkte Auswirkung auf die mechanischen Eigenschaften der Matrix. Bei der Berechnung der Kristallinität wird das Verhältnis gebildet zwischen der Schmelzenthalpie einer Probe mit 100% Kristallinität und der gemessenen Schmelzenthalpie. Da es sich bei den untersuchten Proben nicht um reine PEEK-Proben, sondern um ein Kohlenstofffaser–PEEK-Gemisch handelt, muss das Verhältnis Kohlenstofffaser / Matrix berücksichtigt werden. Hierzu wird der vom Hersteller des Materials angegebene Massenanteil der einzelnen Bestandteile verwendet.





An jeder markierten Position wurden drei Proben entnommen und analysiert. Im Durchschnitt weist die Platte bzw. die Matrix eine Kristallinität von ca. 33,7 % auf. Eine Übersicht der Verteilung ist in Abbildung 100 zu finden.

Zur Verdeutlichung sind die Verteilungen entlang Position 4 in die 90°-Richtung und entlang der Position J in die 0°-Richtung als Diagramme dargestellt Abbildung 101 und Abbildung 102. Aus den Darstellungen lässt sich kein Trend erkennen. Lediglich die großen Schwankungen, insbesondere in der Messreihe "O", fallen auf.

Eine Ursache hierfür kann eine inhomogene Verteilung von Matrix und Fasern sein.



Abbildung 100: Übersicht der Kristallinität







Abbildung 101: Kristallinität entlang der 90°-Richtung an Position 4



Abbildung 102: Kristallinität entlang der 0°-Richtung an Position J

#### Schliffbilder

Für die im Probenentnahmeplan vermerkten Bereiche wurden Schliffproben entnommen, präpariert und unter dem Lichtmikroskop untersucht. Abbildung 103 zeigt beispielhaft eine Schliffbildaufnahme. In dieser Aufnahme sind zusätzlich die einzelnen Lagen mit ihrer Richtung identifiziert. Diese Aufnahme, wie auch die anderen untersuchten Schliffbilder, zeigen keine Auffälligkeiten.







Abbildung 103: Beispiel Schliff A-B

Aufgrund der Rampen und der damit verbunden "ply drops" lag ein besonderes Augenmerk auf den Bereichen, in denen Lagen aufhören bzw. beginnen. Ein derartiger Bereich ist in Abbildung 104 dargestellt. Am Beginn der neuen Lage (Pfeil) zeigt sich ein kleines Gebiet, in dem sich nahezu ausschließlich Matrixmaterial befindet. Gleichzeitig wird die darüber liegende, durchgehende Lage lokal leicht gestaucht. Insgesamt entspricht dies jedoch dem erwarteten Bild innerhalb einer Rampe.



Abbildung 104: Schliff B-C

An anderen Stellen kommt es zu leicht anderen Effekten. So hört im Schliffbild I-K eine Lage auf. Durch die Dickenänderung kommt es zu einer leichten Wellenbildung, die einen Großteil der Lagen betrifft.



Abbildung 105: Schliff I-K

Ein ähnliches Bild, wenn auch nicht so stark ausgeprägt, zeigt sich in Schliff M-O. Insbesondere im Endbereich des Bauteils (in Abbildung 105 auf der linken Bildseite) enden viele Lagen. Je nach Orientierung kommt es hier zu einem spitzen Auslaufen der Lagen, einem Lagenende mit einem harzreichen Gebiet oder zu einem abrupten Lagenende, bei dem die Fasern der umliegenden Lagen die endende Lage umschließen.

Da in der Vergangenheit die variierende Dicke der Einzellagen als Problem identifiziert wurde, wurden in ausgewählten Schliffen die Lagen vermessen. Wie in Abbildung 107 zu sehen, gibt es auch hier noch deutliche Unterschiede zwischen der geringsten (ca. 114  $\mu$ m) und der größten Lagendicke (ca. 172  $\mu$ m). Für die in Abbildung 107 ermittelten Dicken ergibt sich ein Mittelwert von 148  $\mu$ m bei einer Standardabweichung von ca. 15  $\mu$ m. Ein Vergleich mit der Auswertung der Dicken in den vorherigen Fertigungsversuchen zeigt, dass die durchschnittliche Lagendicke in diesem Schliff leicht dicker ist, aber auch eine geringere Standardabweichung aufweist. Eine endgültige Bewertung kann jedoch erst dann erfolgen, wenn zusätzliche Messungen durchgeführt worden sind.



Abbildung 106: Schliff M-O







Abbildung 107: Messung der Einzellagendicke

#### μ-CT Analyse

Die Computertomographie dient der zerstörungsfreien Prüfung der Bauteilqualität. Mit ihr lassen sich Informationen über Fehlstellen (Delaminationen, Fremdkörper), aber auch über den Faserverlauf erhalten.

Der Sheet Demonstrators mit der Bezeichnung SICO RF 2 wurde im institutseigenen Computertomographen auf Fertigungsfehler geprüft. Die Auswertung der CT-Aufnahmen erfolgte an einem virtuellen Volumenkörper. In der Benutzeroberfläche der zugehörigen Software wird der Körper in vier unterschiedlichen Fenstern dargestellt. Drei Fenster zeigen dabei den Schnitt durch jeweils eine der drei Ebenen im Raum, während im vierten Fenster der Volumenkörper dargestellt wird (Abbildung 108).



Abbildung 108: 4-Fenster Darstellung in der CT-Aufnahmenauswertung

Aus den Bildern lassen sich zwei wichtige Informationen gewinnen. Zum einen können Inhomogenitäten, z.B. Poren, Delaminationen, Fremdkörper, gefunden werden. Zum anderen ist der Faserverlauf sichtbar, so dass eine Einschätzung über eine Richtungsabweichungen gegeben werden kann. Beispiele von typischen Fehlern sind in Tabelle 11 dargestellt.



#### Tabelle 11: Beispiele für Abweichungen im CT-Bild

Die untersuchte Probe ZA weist in der CT-Aufnahme keine Auffälligkeiten auf. Wie bei den anderen Proben auch, zeigen sich einige Faserwelligkeiten (Abbildung 109). Zusätzlich finden sich auf den Aufnahmen Artefakte, die durch den Scan der Probe und die Nacharbeit entstanden sind (Abbildung 110)



Abbildung 109: Prüfkörper ZA - Faserwelligkeiten



Abbildung 110: Prüfkörper ZA - Artefakte

Der Prüfkörper ZB weist dagegen an verschiedenen Stellen Poren auf. Diese liegen sowohl nahe der Oberfläche (Abbildung 111) als im Bauteil (Abbildung 112). Zudem ist in diesem Bauteil ein Fremdkörper mit einem ungefähren Durchmesser von 0,3mm zu finden (Abbildung 113).







Abbildung 111: Prüfkörper ZB - Inhomogenität an der Oberfläche



Abbildung 112: Prüfkörper ZB - Inhomogenität im Bauteil



Abbildung 113: Prüfkörper ZB - Fremdkörper im Bauteil

Ein ähnliches Bild zeigt sich auch in den Proben aus den anderen Dickenbereichen. Exemplarisch sind hier die Prüfkörper ZG und ZL dargestellt. Abbildung 114 zeigt die typischen Fehler, wie sie in dem Bereich mit einer nominellen Dicke von 5,13 mm gefunden werden. Auch werden hier Fremdkörper in den untersuchten Bereichen gefunden (Abbildung 115). Ein identisches Bild zeigt sich für die Prüfkörper, die dem Bereich mit der Dicke 3,78 mm entnommen wurden. Als Beispiel wurde für diese Prüfkörper eine Fehlstelle vermessen. Sie weist laut Messung eine Länge von ca. 3,5 mm auf (Abbildung 116). Auch hier werden Fremdkörper in den geprüften Bereichen gefunden (Abbildung 117).

In einem zweiten Schritt sind die gefundenen Abweichungen zu identifizieren. So ist aus den CT-Aufnahmen nicht ohne weitere Analyse ersichtlich, ob es sich bei den benannten Stellen um Poren, Delaminationen oder um harzreiche Gebiete handelt. Auch die Fremdkörper können nicht allein aus den CT-Aufnahmen identifiziert werden. Aufgrund der Helligkeit wird angenommen, dass es sich hierbei um metallische Einschlüsse handelt. Eine Besichtigung bei Siempelkamp lässt den Schluss zu, dass es sich bei den Fremdkörpern um kleinste Metallspäne handelt, die in der Versuchshalle von Siempelkamp trotz entsprechender Schutzmaßnahmen ihren Weg in den Laminataufbau gefunden haben.



Abbildung 114: Prüfkörper ZG - Beispiele für Abweichungen



Abbildung 115: Prüfkörper ZG - Fremdkörper



Abbildung 116: Prüfkörper ZL - Inhomogenität



Abbildung 117: Prüfkörper ZL - Fremdkörper





### Zusammenstellung der verwendeten Fachliteratur

Achim Frick, Claudia Stern. 2006. DSC-Prüfung in der Anwendung. München Wien : Carl Hanser Verlag, 2006.

**Brauner, Christian. 2013.** *Analysis of process-induced distorsions and resivual stresses of composite structures.* Berlin : Logos Verlag Berlin GmbH, 2013. Dissertation.

**Brauner, Christian, et al. 2014.** Analysis of process-induced deformations in thermoplastic composite materials. *Journal of Composite Materials.* 2014, Vol. 48(22), S. 2779–2791.

Dietz, W. 1981. Sphäirolithwachstum in Polymeren. Colloid & Polymer Science. 1981, 295.

**Focke, Oliver. 2014.** Zerstörungsfreie Qualitätsprüfungsmethoden für die vollständige Wertschöpfungskette von Faserverbundbauteilen und Schweißverbindungen am Luft- und Raumfahrtstandort Bremen (QS-CFK) - 2. Meilensteinbericht. Bremen : Faserinstitut Bremen e.V., 2014.

**Haanappel, Sebastiaan Pieter. 2013.** *Forming of Fibre Reinforced Thermoplastics.* University of Twente. Enschede, the Netherlands : University of Twente, 2013. PhD Thesis.

Harris, James E. und Robeson, Lloyd M. 1987. Isomorphic Behavior of Poly(aryl ether ketone) Blends. *Journal of Polymer Science: Part B: Polymer Physics.* 1987, Volume 25, S. 311-323.

**Nakamura, K., et al. 1972.** Some Aspects of Nonisothermal Crystallization of Polymers - I - Relationship Between Crystallization Temperature, Crystallinity, and Cooling Conditions. *Journal of Applied Polymer Science*. 1972, Volume 16, S. 1077-1091.

*On the formability of multi-layered fabric composites.* **Vanclooster, K., Lomov, S. V. und Verpoest, I. 2009.** 2009. In ICCM International Conferences on Composite Materials, 2009.

**Sachs, Urlich. 2014.** *Friction and Bending in Thermoplastic Composites Forming Processes.* Enschede : University of Twente, 2014. Dissertation. 978-94-6259-483-8.

ten Thije, Renè H. W. 2007. Finite element simulations of laminated composite forming processes. 2007. Dissertation.

Timoshenko, Stepan P. und Goodier, J. N. 1970. Theory of Elasticity. s.l. : McGraw-Hill, 1970.

**Yu, X., Ye, L. und Mai, Y. 2005.** Spurious Wrinkles in Forming Simulations of Woven Fabric. *International Journal of Forming Processes.* 2005, S. 1292-7775.

**Zhu, Li-Lan, Wegner, Gerhard und Upali, Bandara. 2003.** The Crystallization Behavior and the Mechanical Properties of Segmented Poly(ether ester) Thermoplastic Polymers. *Die Makromolekulare Chemie.* 2003, Bd. Volume 182, Issue 12.





## 7 Wichtigste Positionen des zahlenmäßigen Nachweises

Das Budget wurde um 13.665,52 EUR überschritten, was auf einen höheren Personalbedarf und einen höheren Reisebedarf zur Projektkoordination zurückzuführen ist.

Bezeichnung	Ausgaben in Euro
Wissenschaftliche Mitarbeiter	170.563,75
Technische Mitarbeiter	85469,53
Studentische Mitarbeiter	11.062,45
Verbrauchsmaterial	19.996,73
Dienstreisen	6.573.09

## 8 Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit

Die Hauptaufgaben des FIBRE bestanden in der Beschreibung des Materialverhaltens beim Thermoformen komplexer Thermoplaststrukturen und Unterstützung bei der Prozessentwicklung. Die Arbeiten sind in angemessener und notwendiger Weise verrichtet worden. Ohne Zuwendung des Förderträgers hätten diese Arbeiten nicht durchgeführt werden können.

## 9 Voraussichtlicher Nutzen und Verwertbarkeit der Ergebnisse

Die Forschungsergebnisse des Vorhabens bringen den Nachweis der prinzipiellen Umsetzbarkeit einer großen komplexen Thermoplaststruktur in Luftfahrtqualität. Die Relevanz dieser Bauweise wurde bei den Industriepartnern innerhalb der Projektlaufzeit wiederholte eruiert und für hoch bewertet. Insbesondere für Impact-gefährdete Strukturen lassen sich mit der entwickelten Technologie effizient Strukturen fertigen.

Der Wissenstransfer aus den Projektergebnissen wird durch Lehre am FIBRE im Rahmen von Vorlesungen an der Universität Bremen sichergestellt. Darüber hinaus werden die Ergebnisse aller Teilprojekte des Projektes TP-Closed Box in geeigneter Weise zusammengefasst, gebündelt und veröffentlicht.

Die Firma Siempelkamp konnte durch dieses Projekt bedeutende Erkenntnisse zur Fertigung von hochbeanspruchbaren CFK-Strukturen im Luftfahrtbereich erarbeiten, so dass nun Pressen der Firma Siempelkamp in einer neuen Branche angeboten werden kann. Für Airbus sind die Erkenntnisse besonders für die sogenannte Single-Aisle Familie von großer Bedeutung, da sich mit den verkürzten Fertigungszeiten deutliche Kosteneinsparungen abzeichnen.





# 10 Fortschritt auf dem Gebiet des Vorhabens bei anderen Stellen

Auf dem Gebiet der Fertigung komplexer thermoplastischen Boxstrukturen liegen zurzeit keine Erkenntnisse zu Fortschritten bei anderen Stellen vor.

## 11 Erfolgte oder geplante Veröffentlichungen des Ergebnisses

Die auf Basis dieses Projektes erzielten und veröffentlichbaren Teilergebnisse wurden anlässlich nachfolgender Veranstaltungen öffentlich präsentiert:

- FIBRE Messestand auf der 2nd International Conference and Exhibition on Thermoplastic Composites 11/2014
- FIBRE Projektflyer seit 09/2014
- FIBRE Jahresbericht 3/2014
- Geplante Veröffentlichung zum Gesamtprojekt in einer Fachzeitschrift in Kooperation mit allen Projektpartnern





## Abschnitt 3: Anlage Erfolgskontrollbericht