

Gefördert durch:

Bundesministerium
für Wirtschaft
und Energieaufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages**BMW – Luftfahrtforschungsprogramm****Vorhaben:**„Thermisch und elektrisch optimierte
Luftfahrtantriebssysteme“Die Verantwortung für den
Inhalt dieser Veröffentlichung
liegt beim Autor**Schlussbericht 2020****Zuwendungsempfänger:****Neue Materialien Bayreuth GmbH**
Herr Prof. Dr.-Ing. Volker Altstädt
Gottlieb-Keim-Str. 60
95447 Bayreuth
e-Mail: volker.altstaedt@nmbgmbh.de**Förderkennzeichen:****FKZ 20Y1516D****Vorhabensbezeichnung:**Entwicklung von Komponenten hybridelektrischer
Luftfahrtantriebssysteme**Akronym:****TELOS****Projektlaufzeit:****01.01.2016 bis 31.03.2019****Berichtszeitraum:****01.01.2016 bis 31.03.2019**

Inhaltsverzeichnis

1	Kurzdarstellung	3
1.1	Aufgabenstellung	3
1.2	Voraussetzungen	4
1.3	Stand der Wissenschaft und Technik	8
1.4	Zusammenarbeit mit anderen Stellen.....	20
2	Eingehende Darstellung.....	21
2.1	Verwendung der Zuwendung, erzielte Ergebnisse im Einzelnen mit Gegenüberstellung der vorgegebenen Ziele	21
2.1.1	AP 3.a Identifikation & Charakterisierung eines Referenzsystems und Basisharzsystems.....	21
2.1.2	AP 3.b Identifikation geeigneter Basistextilien und Imprägnierung des Basis- Prepreg	22
2.1.3	AP 3.c: Referenz & Basisprepreg: Laminatherstellung und Coupon- Charakterisierung	26
2.1.4	AP 3.e Herstellung & Charakterisierung additiver Harzformulierungen	31
2.1.5	AP 3.f Prepreg-Imprägnierung mit ausgewählten Harzformulierungen	37
2.1.6	AP 3.h: Additiv-Komposite: Laminatherstellung und Coupon-Charakterisierung 40	
2.1.7	AP 3.i: Kombination Best-candidate Additivierungen – Herstellung und Charakterisierung	52
2.2	Wichtigste Positionen des zahlenmäßigen Nachweises	55
2.3	Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit.....	55
2.4	Voraussichtlicher Nutzen, Verwertbarkeit der Ergebnisse	55
2.5	Bekannt gewordene Fortschritte auf dem Gebiet an anderen Stellen.....	56
2.6	Erfolgte oder geplante Veröffentlichungen	57

1 Kurzdarstellung

1.1 Aufgabenstellung

Die Neue Materialien Bayreuth GmbH (NMB) entwickelt im Rahmen dieses Vorhabens maßgeschneiderte, neue duroplastische Matrixsysteme für Faserverbundkunststoffe zum Einsatz in Elektromaschinen. Für einen Einsatz in diesem Bereich müssen Faserverbundmaterialien neben den strukturellen mechanischen Eigenschaften auch eine erhöhte thermische Beständigkeit und Wärmeleitfähigkeit sowie ein geeignetes elektromagnetisches Abschirmverhalten und elektrisches Ableitvermögen aufweisen. Das detaillierte Anforderungsprofil wird zu Beginn des Vorhabens mit den Partnern abgestimmt.

Es werden folgende konkrete Innovationsziele auf Materialebene angestrebt:

- a) Multifunktionale Materialien:
 - a. Zielwerte Wärmeleitfähigkeit in UD-Richtung ca. 100 W/m K und in Dickenrichtung ca. 3 W/m K
 - b. Zielwerte elektrische Leitfähigkeit ca. 40 S/m in Dickenrichtung
- b) Dauereinsatztemperaturen bis 150°C
- c) Berücksichtigung des Ökofootprints: REACH-sichere Werkstoffsysteme, Höhere Systemeffizienz

Die Materialentwicklung bei der Neue Materialien Bayreuth GmbH ist als Basis zur Erzielung dieser Innovationsziele unabdingbar. Aktuell am Markt verfügbare Luftfahrt-Prepreg-Systeme weisen unzureichende elektrische und thermische Eigenschaften auf. In der wissenschaftlichen Literatur fehlen derzeit systematische Untersuchungen zu innovativen Additivkombinationen, welche sowohl elektrische und thermische Leitfähigkeiten adressieren und gleichzeitig auf Materialien zurückgreifen, die hinsichtlich Materialkosten und -dichte vertretbare Lösungen erlauben. Die geplanten systematischen Untersuchungen der Wirkungsweisen Kohlenstoff-basierter (Ruß, CNTs), keramischer (Aluminium-Nitrid, Bor-Nitrid, Zink-Oxid) und metallischer (Kupfer, Nickel, Aluminium) Additive auf das thermische, elektrische und mechanische Eigenschaftsprofil zielen auf die Etablierung von Struktur-Eigenschaftsbeziehungen ab und erlauben anschließend die zielgerichtete Entwicklung von Faserverbunden mit maßgeschneidertem Eigenschaftsprofil.

1.2 Voraussetzungen

Das Konsortium bestand aus den Anwendern der zu entwickelnden Technologie (Airbus, Siemens) sowie drei Forschungspartnern, die auf dem jeweiligen Entwicklungsgebiet führend sind.

Am Projekt beteiligte Firmen:

Airbus Group Innovations: wird zunächst einmal für Projektleitung und technische Koordination der Forschungsarbeiten zuständig sein. Zudem wird es die Hauptarbeitspunkte 2 und 4 leiten. Innerhalb HAP 2 wird AGI die Anforderungen an das hybridelektrische Antriebssystem formulieren und die Integration des Netzwerks definieren. In Zusammenarbeit mit KIT wird ein für das Netzwerk vorgesehener Leiter in Hochtemperatur-Supraleitung entwickelt werden. Schließlich wird AGI nach einer entsprechenden Vorbereitung der Testplattform diese für Tests von Schnittstellen zwischen den Hauptkomponenten nutzen. Innerhalb HAP 3 wird AGI die benötigten E-Maschinen spezifizieren und die einschlägigen Schnittstellen definieren. Mindestens ein Bauteil wird selektiert und von TUM und NMB in Faserverbundbauweise entwickelt und gemeinsam mit AGI auf der Testplattform verifiziert werden. In HAP 4 wird AGI die Architektur eines Hochspannungsbatteriesystems entwickeln und das zugehörige Batterie-Managementsystem definieren und schließlich in HAP 5 Anforderungen an die Schnittstelle zum Wellenleistungstriebwerk erarbeiten.

TU München, Lehrstuhl für Carbon Composites: Innerhalb des geplanten Verbundprojekts TELOS arbeitet die TUM im Bereich der Prozessentwicklung für Faserverbundbauteile. Ziel ist, für die mögliche zukünftige Fertigung verschiedener Komponenten des geplanten Leichtbau-Elektro-Hybrid-Antriebssystems in innovativer Faserverbundbauweise den Partnern geeignete Prozesse zur Verfügung zu stellen. Generell soll ein ressourcenschonender, automatisierter Fertigungsprozess zum Einsatz kommen, um die angestrebten, speziellen Bauteileigenschaften im Umfeld der Elektromaschinen umsetzen zu können und mit geringstmöglichem Materialeinsatz und zu vertretbaren Kosten die geforderte Bauteilperformance zu erreichen. Um dies zu erreichen, soll ein auf dem bekannten Automated Fiber Placement (AFP) Verfahren basierendes, produktiveres und trotzdem hochgenaues Ablagesystem („Advanced

Winding“) betrachtet werden, mit dem die wirtschaftliche Fertigung der angestrebten Teile möglich werden soll. Der Nachweis des projektierten Systems soll mit dem am Institut vorhandenen AFP-Ablagesystem der Firma Coriolis geführt werden.

Es ist zu erforschen, ob sich die im Projekt entwickelten Materialien mit dem derzeit eingesetzten Fertigungsverfahren für die automatisierte Herstellung von Faserverbundbauteilen (AFP) verarbeitet werden können bzw. welchen Einfluss die notwendige Anpassung der Verarbeitungsparameter auf die Herstellbarkeit bestimmter Strukturen und damit den Designraum für die geplanten Bauteile hat. Im geplanten Projekt wird die TUM daher genau diese Interaktion zwischen Material und Fertigungsverfahren sowie deren Auswirkungen auf die Gestaltung zukünftiger Bauteile untersuchen. Am Ende sollen Bauweisenprinzipien abgeleitet werden, auf deren Basis die Gestaltung von Elektromaschinenkomponenten aus Faserverbundwerkstoffen unter Berücksichtigung der Herstellbarkeit (in der gewünschten Stückzahl) möglich wird.

Der Nachweis der Anwendbarkeit dieses „Gestaltungsbaukastens“ für die geplanten Strukturen soll dabei anhand eines Probebauteils erfolgen, das basierend auf den Anforderungen der Projektpartner SAG und AGI definiert und bei TUM aus dem von NMB hergestellten Material gefertigt wird.

Neue Materialien Bayreuth GmbH: Der Kunststoffbereich der Neue Materialien Bayreuth GmbH (NMB) beschäftigt sich mit der Entwicklung neuer Polymerwerkstoffe. Die Kernkompetenzen liegen in den Bereichen Faserverbundkunststoffe, Nanokomposite, Polymerblends und Polymerschäume. Der Aufbau des Verständnisses der Zusammenhänge zwischen chemischer Struktur, Verarbeitung und Morphologie, sowie rheologischen, (bruch-)mechanischen und Ermüdungseigenschaften ermöglicht die zielgerichtete Werkstoffentwicklung und deren praktischen Einsatz.

Die NMB beschäftigt sich im Verbundvorhaben „Thermisch-elektrisch optimierte Luftfahrtantriebssysteme“ mit Ihrem Teilvorhaben „Maßgeschneiderte Verbundwerkstoffe für Elektromaschinen“ mit der Entwicklung von duromeren Faserverbundkunststoffen mit erhöhten thermischen und elektrischen Leitfähigkeiten für den Einsatz in elektrischen bzw. hybriden Luftfahrtantrieben mit Dauereinsatztemperaturen von 150 °C. Die spezifischen Anforderungen an die

Komponenten einer Leichtbauelektromaschine in Bezug auf die thermische und elektrische Leitfähigkeit, Barriereigenschaften und Mechanik können mit aktuell verfügbaren Materialsystemen nicht abgebildet werden. Seitens NMB wird die materialeitige Voraussetzung zur Gewichtsreduktion von Strukturbauteilen in Elektromaschinen erarbeitet. Die Entwicklung der maßgeschneiderten Faserverbundsysteme erfolgt durch die Additivierung des Matrixwerkstoffes in Kombination mit dem Einsatz spezifischer Verstärkungsfasern (z.B. Glasfasern für Isolationslagen und Kohlenstofffasern für strukturelle Anforderungen). Der Fokus liegt auf der Entwicklung von additiven Harzsystemen durch systematische Untersuchungen zur Wirkungsweise der Partikel bzw. Füllstoffkombinationen auf das Eigenschaftsprofil der Harzsysteme und der Ableitung von Struktur-Eigenschaftsbeziehungen. Vielversprechende Harzmodifikationen werden zu Prepreg-Halbzeugen weiterverarbeitet. Die entwickelten Halbzeuge werden anschließend vom Kooperationspartner Technische Universität München (TUM) automatisiert abgelegt.

Airbus Operations: Für die Steuerung des Vorhabens werden in HAP1 die Anforderungen des Gesamtflugzeuges bereitgestellt, um so die Verwertung der Ergebnisse im Produkt zu gewährleisten. Die Erkenntnisse aus dem Vorhaben (z. B. erzielte Leistungsparameter elektrischer Maschinen) werden wiederum dem Gesamtentwurf zugeführt.

WP5100 befasst sich mit dem Thermalmanagement, dabei werden speziell die Schnittstellen zu den elektrischen Maschinen betrachtet. Das Thermalmanagement wird zur Erreichung hoher Systemleistungen und Wirkungsgrade und für die sichere Funktion des System benötigt. Dabei wird das Thermalmanagement als eine integrative Aufgabe auf Flugzeugsystemseite gesehen, bei der durch die sinnvolle Einbindung aller Systeme (Antrieb, Kabinenluft, Galleys (Heizung/Kühlung), Enteisung) der Gesamtwirkungsgrad gesteigert werden kann. In diesem Vorhaben soll speziell auch auf Erkenntnisse aus der Kabinenventilierung zurückgegriffen werden. Weitere Integrationsaufgaben (Struktur, weitere Systeme) sind für eventuelle Fortsetzungsprojekte von TELOS vorgesehen.

KIT: Im Rahmen des Projektes TELOS wird in HAP2 erstmals ein Hochtemperatursupraleiter-konzept entwickelt, das die Anforderungen in der Luftfahrt erfüllen kann und das in einer Testplattform zur Verfügung steht. Der zu entwickelnde Leiterdemonstrator wird in einer Dimension (Querschnitt) konzipiert, die für reale Anwendungen relevant ist.

Ausgehend von einer Unterteilung in 5 Hauptarbeitspunkte (HAP) liegt der Schwerpunkt des KIT im Hauptarbeitspunkt 2 bei der Entwicklung einer leistungsstarken und gewichtsarmen Leiter-technologie für die zu entstehende Testplattform. Insgesamt sind die folgenden Teilschritte vorgesehen:

Ausgehend von den Anforderungen aus dem Verbundvorhaben TELOS (HAP 1), werden zunächst Konzeptstudien für vielversprechende Leiterkonzepte auf der Basis von Hochtemperatur-Supraleitern (HTS) durchgeführt. Diese werden technisch und wirtschaftlich mit konventionellen Leiterkonzepten verglichen und bewertet und die Schnittstellen zu anderen HAP definiert. Aktuell verfügbare HTS und Kunststoffe für kryogene Anwendungen werden entsprechend den Anforderungen charakterisiert und es erfolgt eine Priorisierung für die im vorigen Schritt als attraktiv beurteilten Konzepte. Ein ca. 2 m langer Leiterdemonstrator wird ausgelegt, konstruiert und aufgebaut sowie auf die Anforderungen bzgl. elektrischer Isolation, Schirmung, Wärmeverhalten, elektrische Impedanz und Spannungsfestigkeit hin getestet. Simulationswerkzeuge für die Untersuchung des elektromagnetischen Verhaltens und der thermischen und mechanischen Leiter-stabilität werden entwickelt und der Einfluss eines supraleitenden Leichtbaukabels auf die Energiekette wird untersucht.

Die Tests des Leiterdemonstrators auf der entstehenden Testplattform für hybrid-elektrische Technologien und Systeme werden vom KIT wissenschaftlich begleitet.

Siemens ist bereits seit ungefähr vier Jahren mit der Airbus Group in Kooperation, mit dem Ziel in der Luftfahrt Emissionen zu reduzieren und Ressourcen durch effiziente hybrid-elektrische Antriebssysteme zu schonen. Als Spezialist für Elektrik und Elektronik stellt Siemens sein umfangreiches Know-How für alle Kooperationspartner in TELOS bezüglich elektrischer Antriebssysteme zur Verfügung. Siemens bringt seine Kompetenzen zu den weiteren Entwicklungen der elektrischen Komponenten sowie zur Auslegung und -optimierung des Referenzsystems in das Projekt ein. Aufbauend auf dem bisher erreichten technischen Stand erforscht

Siemens insbesondere die Technologie für Hochtemperatur-supraleitende elektrische Maschinen, welche ein signifikantes Potenzial für Leichtbau in der erforderlich hohen Leistungsklasse bietet.

1.3 Stand der Wissenschaft und Technik

Der Einsatz von Faserverbundkunststoffen für Leichtbau-Elektromaschinen für Luftfahrtanwendungen erfordert das Maßschneiden des Eigenschaftsprofils der Komposite in Bezug auf deren thermisches und elektrisches Verhalten. Zur Erhöhung der thermischen und elektrischen Leitfähigkeiten duroplastischer Faserverbundmaterialien können unterschiedliche Strategien eingeschlagen werden, z.B. die Additivierung der Polymermatrix mit leitfähigen, insbesondere metallischen Partikeln, die Oberflächenbeschichtung von nicht leitfähigen Fasern mit metallischen Coatings bzw. die leitfähige Beschichtung thermoplastischer Modifier im Interleave [1]–[3]. Die partikuläre Additivierung des Matrixmaterials in Kombination mit geeigneten Fasern bzw. Faserkombinationen (z.B. Glasfasern zur elektrischen Isolation, HM-Kohlenstofffasern für hohe thermische Leitfähigkeiten) stellt einen vielversprechenden Ansatz zur gezielten Einstellung der thermischen und elektrischen Leitfähigkeiten der Faserverbunde dar, ohne deren thermomechanisches Verhalten bzw. Dauereinsatztemperaturen herabzusetzen. Im Folgenden wird der Stand der Forschung partikulär modifizierter Duroplaste in Bezug auf deren thermische und elektrische Leitfähigkeiten dargestellt. Der Großteil der veröffentlichten Studien wurde auf Harzebene durchgeführt. Die Prozessierung der additivierten Matrixsysteme zu faserverstärkten Kunststoffen ist bisher nicht hinreichend untersucht. Untersuchungen mit Additivkombinationen zur Erzielung kombinatorischer oder synergistischer Effekte sind ebenfalls auf Matrixebene nur in sehr begrenztem Umfang und auf Hybrid-Faserverbundebene praktisch nicht vorhanden.

In Tabelle 1 sind thermische, elektrische und strukturelle Eigenschaften verschiedener Partikel dargestellt. Es wird deutlich, dass insbesondere keramische Additive trotz ähnlicher chemischer Grundstruktur in ihrem Eigenschaftsprofil massive Unterschiede aufweisen. Die gezielte Auswahl spezifischer Materialien stellt demnach den ersten wichtigen Schritt zur Entwicklung maßgeschneiderter Matrixmaterialien für Komposite mit spezifischem thermischen und elektrischen Eigenschaften dar.

Für eine Verteilung der Wärme im Material und der damit verbundenen Vermeidung von Hot Spots, die zu Materialschädigung bzw. -degradation führen können, ist eine ausreichend hohe Wärmeleitfähigkeit des Basismaterials notwendig [4]. Da die meisten Polymere eine schlechte Wärmeleitfähigkeit im Bereich von 0,2 bis 0,54 W/mK besitzen [5]–[8], ist die Verwendung von Additiven zur Erhöhung der Kompositleitfähigkeit erforderlich. Untersuchungen von Hill et al. [9] zeigen, dass die Wärmeleitfähigkeit der Partikel signifikanten Einfluss auf die Wärmeleitfähigkeit des additivierten Polymers hat. Dies spiegelt sich auch in zahlreichen analytischen Modellen zur Berechnung der Wärmeleitfähigkeit von partikulär gefüllten Kompositen wieder [7], [10]. Bisher gibt es jedoch kein Modell, dessen Vorhersagen exakt genug sind, als dass es die Forschungsarbeit ersetzen könnte. Viele liefern in bestimmten Bereichen gute Näherungen, jedoch fehlen Modelle dessen Vorhersagen unabhängig vom Additiv über den gesamten Volumenbereich zuverlässige Aussagen treffen [6], [11].

Tabelle 1: Eigenschaftsübersicht ausgewählter keramischer und metallischer und Kohlenstoff-basierter Partikel

Additiv	Wärmeleitfähigkeit λ [W/mK]	Dichte ρ [g/cm ³]	Elektrische Leitfähigkeit σ [S/m]	E-Modul E [GPa]
SiC (SSiC) [12]	110 – 130	3,0 – 3,2	$10^{-3} - 10^3$	330 – 400
AlN [12]	180	3,31	10^{-12}	310
BN [12]	25	1,9	10^{-10}	15
BN (hexgonal) [13]	400 (); 2 (\perp)	2,25		$90 \cdot 10^{-3}$
Si ₃ N ₄ (CeSinit) [12]	25 – 45	3,2 – 4,0	$10^{-10} - 10^5$	310 – 340
Kupfer [7]	395	8,96	10^8	130
Nickel	91	8,908	10^6	205
CNTs [14], [15]	6000	1,6 – 2	3000 – 4000	1000

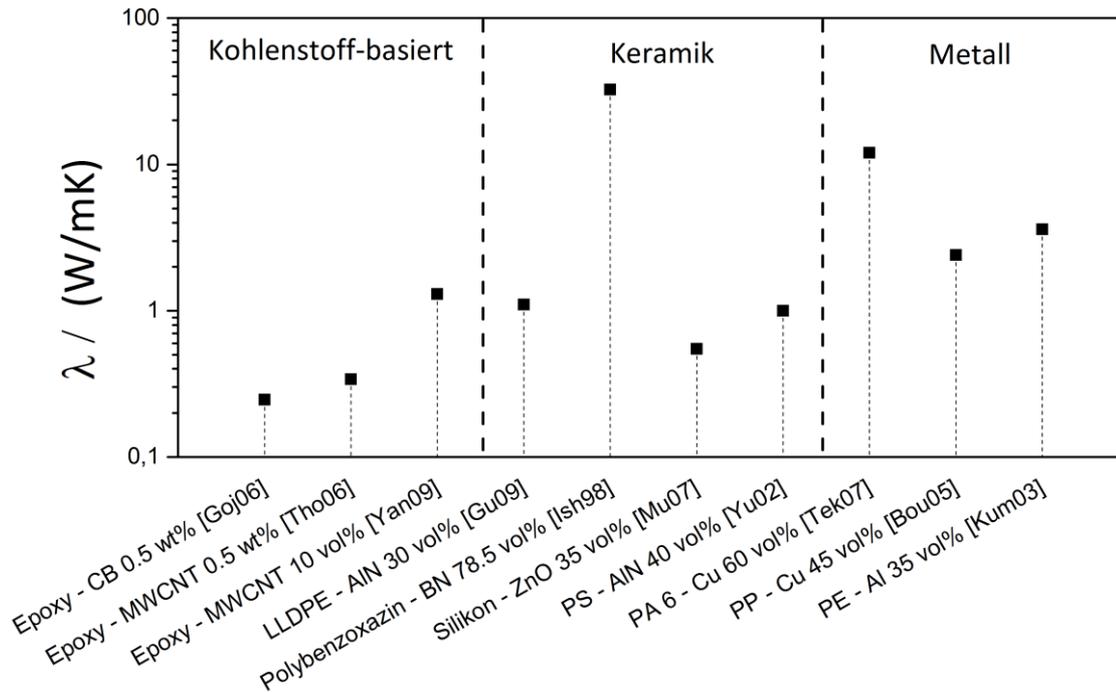


Abbildung 1: Wärmeleitfähigkeiten verschiedener Kompositmaterialien [6], [16]–[23], [25]

Die in der Literatur beschriebenen, vielversprechenden Additive lassen sich in drei Werkstoffgruppen klassieren: metallische, Kohlenstoff-basierte und keramische Additive. Neben den Eigenschaften der Additive selbst, zählen u.a. die Form und die Größe der Partikel, sowie die Additiv-Matrix-Anbindung bzw. die Oberflächenbehandlung der Partikel zu den, die Wärmeleitfähigkeit beeinflussenden Faktoren.

Die drei Additivgruppen unterscheiden sich hinsichtlich der bisher erzielten möglichen Wärmeleitfähigkeiten, der realisierbaren Volumenanteile und dem Verhalten der Wärmeleitfähigkeit in Abhängigkeit von der Konzentration in der Matrix. Mit Bornitrid (BN) in einer Polybenzoxazin-Matrix wurde bisher die höchste Wärmeleitfähigkeit mit 32 W/mK erzielt [16]. Ein qualitativer Vergleich gemessener Wärmeleitfähigkeiten ist allerdings schwierig, da verschiedene Messmethoden eingesetzt werden. So geben Gojny et. al. [17] für Epoxyd/CNT-Nanokomposite mit einem CNT-Volumenanteil von 0,5 % eine Wärmeleitfähigkeit von etwa 0,25 W/mK während Yang et.al. für das gleiche System 0,8 W/mK angeben [18]. In Abbildung 1 sind die von diversen Autoren jeweils maximal erreichten Wärmeleitfähigkeiten abgebildet. Mit Kohlenstoff-basierten Additiven und insbesondere mit CNTs, welche üblicherweise hohe Aspektverhältnisse aufweisen, werden schon bei sehr geringen Anteilen Zunahmen der Wärmeleitfähigkeit erzielt [17]–[19]. Metallische [6], [20], [21] und keramische [16],

[22], [23] Additive benötigen deutlich höhere Anteile um eine Steigerung zu erzielen. Die erzielten Wärmeleitfähigkeiten liegen dann allerdings auch deutlich höher als bei Kohlenstoff-basierten Additiven.

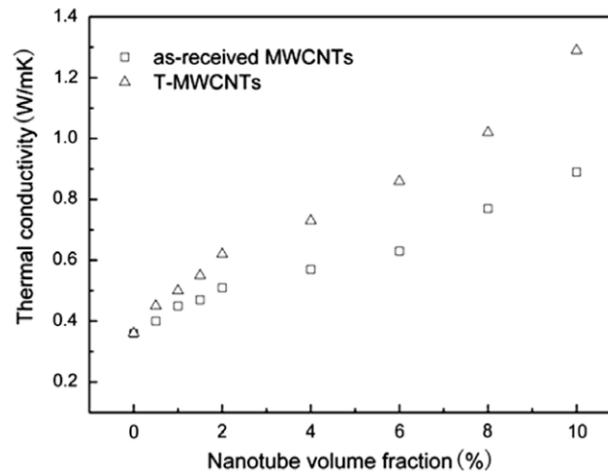


Abbildung 2: Annähernd linear Zunahme der Wärmeleitfähigkeit bei mehrwandigen CNTs (l.o.) [18].

Je nach Additivklasse wirkt sich die Konzentration unterschiedlich auf die Wärmeleitfähigkeit im Komposit aus. In Abbildung 3 ist der Einfluss der Konzentration auf die Wärmeleitfähigkeit im Komposit anhand ausgewählter Kohlenstoff-basierter, keramischer und metallischer Additive dargestellt. Bei CNTs steigt die Wärmeleitfähigkeit praktisch linear mit dem Additivanteil [18] und bei metallischen Partikeln zeigt sie einen logarithmischen Anstieg [21]. Bei den meisten keramischen Additiven [24] steigt die Wärmeleitfähigkeit bis zu einem bestimmten Volumenanteil recht langsam, fast linear an, höhere Volumenanteile führen dann zu einer deutlich erhöhten Wärmeleitfähigkeit.

Mit Keramiken konnten bisher die höchsten Wärmeleitfähigkeiten in polymeren Kompositen von bis zu 32 W/mK (80 Vol% BN) erreicht werden [16]. Durch den hohen BN-Anteil wird auch der E-Modul des Komposites weiter verbessert [26]. Neben BN wird vor allem AlN verwendet um die Wärmeleitfähigkeit zu erhöhen. Diese konnte damit bereits bei einem Volumenanteil von 30 % verdreifacht werden [22], mit 57 Vol% konnte die Wärmeleitfähigkeit bereits um das 15-fache gegenüber der bloßen Matrix gesteigert werden [24], [27]. Da die Wärmeleitfähigkeit mit steigendem Füllstoffgehalt keramischen Ursprungs nicht linear steigt, werden hohe Füllstoffgehalte benötigt um die gewünschten thermischen Eigenschaften zu erhalten.

Neben der Wärmeleitfähigkeit der Additive selbst ist deren Partikelgröße von entscheidender Bedeutung. Mit steigender Partikelgröße wird bei gleichbleibendem

Volumenanteil die Wärmeleitfähigkeit verbessert. So steigt die Wärmeleitfähigkeit eines Komposites mit Kupferpartikeln mit einem Durchmesser von 1,65 μm bzw. 2,08 μm bei 35 vol% von 1,75 W/mK bei den kleineren Partikeln auf 2,25 W/mK bei den größeren Partikeln [21]. Auch für keramische Additive konnte dieses Verhalten gezeigt werden. BN-Partikel der Größe 70 nm bzw. 7 μm führten bei einem Partikelgehalt von 22,5 vol% zu einer Differenz von 0,5 W/mK zu Gunsten der größeren Partikel [28].

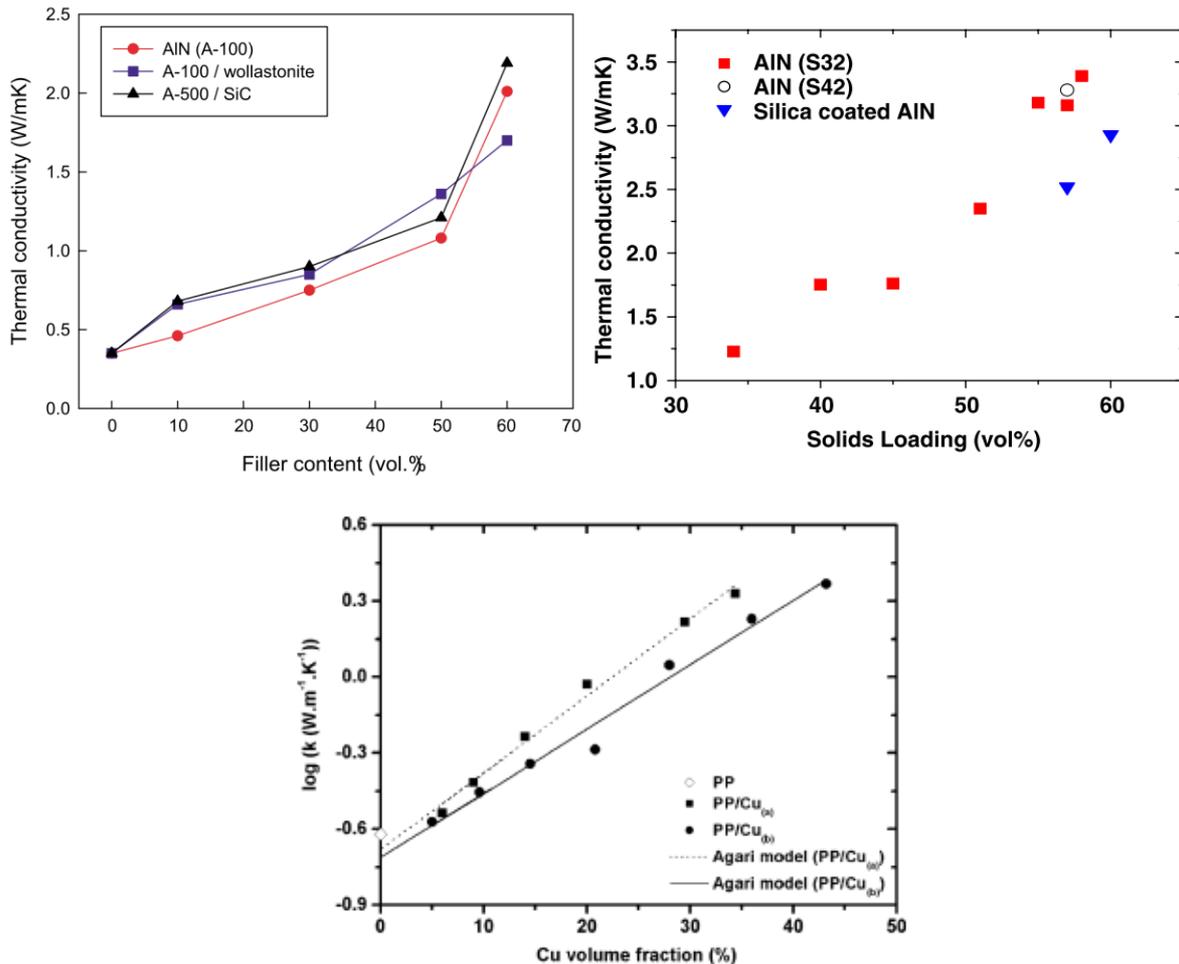


Abbildung 3: Typische Verläufe der Wärmeleitfähigkeit in Abhängigkeit vom Volumenanteil: Verlauf der Wärmeleitfähigkeit bei keramischen Additiven (l.o.) [27] bzw. Additivkombinationen mit ausgeprägter Zunahme ab 50 vol% (r.o.) [24]. Logarithmischer Anstieg der Wärmeleitfähigkeit bei Zugabe von Metallen (unten) [21].

In Bezug auf die Partikelgröße spielt die Größenverteilung der Partikel eine wichtige Rolle [16], [23], [29]. Mit einer bimodalen Verteilung konnten Ishida et. al. [16] die Wärmeleitfähigkeit von Polybenzoxazin/BN steigern und so eine Wärmeleitfähigkeit von 32 W/mK erreichen. Die bimodale Verteilung ermöglicht dabei eine höhere

Partikeldichte im Komposit und ermöglicht die Ausbildung eines wärmeleitenden Netzwerks. Untersuchungen von Mu et.al. [23] beleuchten den Einfluss einer bimodalen Partikelverteilung von ZnO in Silikon. Es kamen ZnO-Partikel mit einem Durchmesser von 77 μm bzw. 38 μm zum Einsatz. Die besten Wärmeleitfähigkeiten werden bei diesem System mit Verhältnissen von 2:1 bzw. 1:2 erreicht [23]. In Bezug auf die Verarbeitbarkeit der gefüllten Systeme (d.h. Viskositätsanstieg) erweisen sich bimodale Partikelverteilungen ebenfalls als vorteilhaft [30]–[33]

Neben dem Einsatz einer bimodalen Verteilung einer Partikelart erweist sich der kombinatorische Einsatz verschiedener Additive als ein vielversprechender Weg [24], [34], [35]. Durch die unterschiedlichen Partikelgeometrien kann einerseits eine höhere Additivdichte erreicht werden und es können andererseits synergistische Effekte hervortreten, welche einen ökonomischeren Ansatz zur Erzielung hoher Wärmeleitfähigkeiten in Kompositen ebnet.

Die Form der Partikel bzw. deren Aspektverhältnis weist einen nicht zu unterschätzenden Einfluss auf die Wärmeleitfähigkeit auf [7], [9], [20], [36]. Tekce et.al. [20] zeigen anhand von Cu-Partikeln unterschiedlicher Form in einer PA-Matrix den Einfluss unterschiedlicher Partikelformen auf die Wärmeleitfähigkeit (s. Abbildung 4). Bei niedrigen Volumenanteilen ist zunächst kaum ein Unterschied erkennbar. Erst ab etwa 10 vol% zeichnet sich ein deutlicher Unterschied der Wärmeleitfähigkeiten der Komposite ab. Das Komposit mit faserförmigen Partikeln hat dabei die beste Leitfähigkeit. Um die Wärmeleitfähigkeit der faserförmigen Partikel zu übertreffen ist ein doppelt so großer Volumenanteil kugelförmiger Partikel notwendig. Ein höheres Aspektverhältnis führt zu gesteigerten Wärmeleitfähigkeitswerten, wobei in diesem Fall ggf. auch die Richtungsabhängigkeit der Leitfähigkeit berücksichtigt werden muss [7], [20]. Nach Yen Ng et al. [36] und Tekce et al. [20] tritt der Einfluss des Aspektverhältnisses mit zunehmendem Füllstoffgehalt stärker zu Tage.

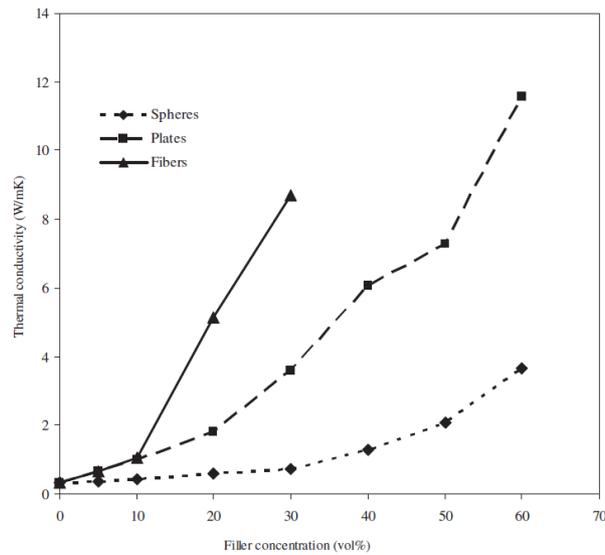


Abbildung 4: Wärmeleitfähigkeiten eines PA-Composites in Abhängigkeit des Volumenanteils unterschiedlicher Cu-Partikel [20]. Der Einsatz faserförmiger Partikel hat eine effektivere Zunahme der Wärmeleitfähigkeit im Komposit zur Folge.

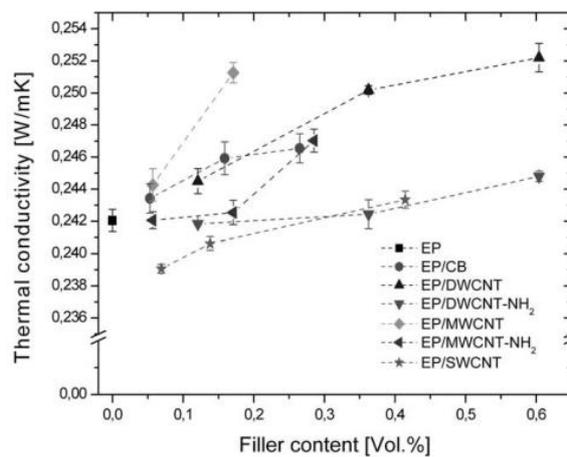
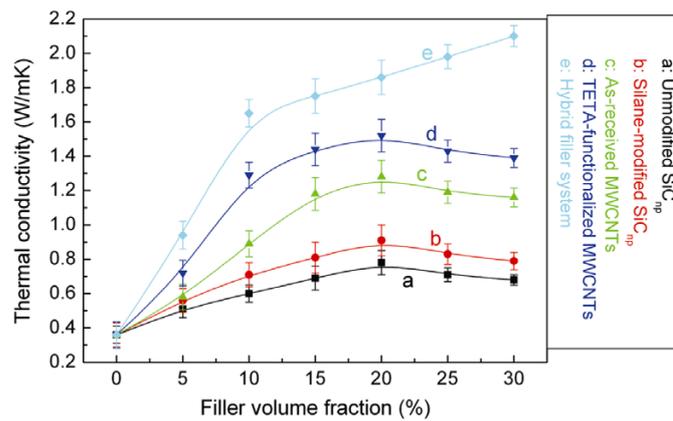


Abbildung 5: Einfluss funktionalisierter Oberflächen von Additiven in einer Epoxid-Matrix [17], [35], [37].

Die Oberflächenbehandlung der eingesetzten Additive wirkt sich auf die Füllstoff-Matrix-Anbindung aus und zeigt ebenfalls eine Wirkung auf die im Komposit

resultierende Wärmeleitfähigkeit. Yang et al. [35] untersuchten an zwei Systemen (SiC und MWCNTs) den Einfluss der Oberflächenfunktionalisierung der Additive auf die Wärmeleitfähigkeit der keramischen und Kohlenstoff-basierten Komposite (vgl. Abbildung 5). Beide Additive zeigten durch die Funktionalisierung verbesserte Wärmeleitfähigkeiten. Die Wärmeleitfähigkeit nahm durch die kombinatorische Verwendung beider funktionalisierten Additive (Verhältnis 1:1) weiter zu und konnte insbesondere im Bereich sehr hoher Beladungen verbessert werden. Yang et al. [35] brachten an der Oberfläche von MWCNTs Triethyltetraamin an, was die Wärmeleitfähigkeit und mechanischen Eigenschaften gegenüber nicht funktionalisierter MWCNTs weiter steigerte. Andererseits zeigten Untersuchungen von Schulte et al. [17], [37] an Ruß- und CNT-Epoxyd-Kompositen einen anderen Trend: Die Oberflächenfunktionalisierung der CNTs führt zu einer Streuung der Phononen an der Additiv-Matrix-Grenzfläche, so dass die Komposite mit oberflächenbehandelten CNTs im Vergleich zu Kompositen mit CNTs ohne Funktionalisierung geringere Wärmeleitfähigkeiten aufweisen. Außerdem gilt es zu erwähnen, dass sich die eingesetzten Additivkonzentrationen in den hier genannten Studien um mehr als eine Größenordnung unterscheiden und die Dispergierung hoher Füllgrade an CNTs als äußerst schwierig einzuschätzen ist.

Trotz der herausragenden Wärmeleitfähigkeit von CNTs von bis zu 6000 W/mK [14], [38]–[40] gelang es bisher nicht mit verarbeitungstechnisch und ökonomisch vertretbaren Füllstoffgehalten (max. ~3 vol.-%) die Wärmeleitfähigkeit der CNT-Komposite [8], [17], [19], [37], [41] auf die mit (deutlich höher beladenen) keramischen oder metallischen Additiven versetzten Komposite zu erhöhen (vgl. Abbildung 1).

Nach derzeitigem Kenntnisstand können mit partikulär gefüllten Harzsystemen Wärmeleitfähigkeiten im Bereich von 1 bis 32 W/mK erreicht werden, jedoch setzt dies sehr hohe Füllgrade voraus. Die Ausführungen zeigen, dass neben der Art des Füllstoffs auch insbesondere dessen Geometrie und dessen Partikelgrößenverteilung ausschlaggebend für die resultierende Wärmeleitfähigkeit sind. So können durch innovative Kombinationen unterschiedlicher Füllstofftypen und -geometrien Wirkeffekte kombiniert werden. Dies eröffnet die Möglichkeit effektive, aber zugleich teure Additive (wie z. B. Bornitrid) nur in geringen Anteilen einzusetzen.

Die dreidimensionale Verteilung von Mikro- und Nanopartikeln in einem Referenzvolumen ist stark abhängig von deren Geometrie (Größe, Aspektverhältnis). Insbesondere CNTs, welche intrinsisch hohe elektrische Leitfähigkeiten, äußerst

geringe Durchmesser und hohe Aspektverhältnisse aufweisen, eignen sich zur Additivierung in isolierenden Matrices zur Erlangung elektrisch leitfähiger Komposite. Bereits bei geringen Beladungen bilden sich elektrische Perkolationsnetzwerke aus, vgl. Abbildung 6. Der Perkolations-schwellwert, d.h. die Additivkonzentration, bei der die elektrische Leitfähigkeit um mehrere Größenordnungen zunimmt, ist abhängig von der Polydispersität der Tubes, dem Grad der attraktiven Wechselwirkungen und der Ladungsübertragung zwischen den Röhren [42]–[48]. Einen umfassenden Überblick sowohl über mechanische Eigenschaften als auch elektrische Charakteristika der CNT-Polymer-Nanokomposite für verschiedene Matrixpolymere, Typen und Funktionalisierungen von CNTs bieten die Review-Artikel von Bauhofer und Kovacz [49] sowie Spitalsky et al. [50].

Kohlenstoff-basierte Additive (Ruß, CNTs, Graphene) werden vielfach zur Erhöhung der elektrischen Leitfähigkeit in duroplastischen, bzw. Epoxidharz-basierten (Nano-) Kompositen eingesetzt. Eine detaillierte Übersicht über die in der Fachliteratur beschriebenen, maximal erreichten elektrischen Leitfähigkeiten von Epoxidharz-basierten (Nano-) Kompositen und hybriden Faserverbunden mit Kohlenstoff-basierter Additivierung ist in Abbildung 7 dargestellt. Die höchsten erzielten elektrischen Leitfähigkeiten werden mit CNTs erreicht und liegen in der Größenordnung von bis zu 10^1 S/m [51]. Zur Erzielung vergleichbar hoher elektrischer Leitfähigkeit mit deutlich preisgünstigerem Ruß ist zwar eine höhere Beladung mit Additiv im Komposit erforderlich [52], jedoch sind auch mit geringeren Gehalten (0,6 Gew.-%) bereits Werte $>10^{-3}$ S/m erzielbar [53]. Die Verwendung von Graphen bzw. GNPs ist zwar in der Literatur beschrieben, stellt jedoch aufgrund des aktuell sehr hohen Preises, der den anderen Kohlenstoff-basierten Additiven vergleichbaren elektrischen Leitfähigkeiten im Komposit und der geringen Verfügbarkeit dieser Additive bisher keine zielführende Strategie für den Einsatz in industriellen Anwendungen dar [54], [55]. Ein Großteil der Studien verwendet das bifunktionelle Standardharz DGEBA als Matrix. Bisher wenig Beachtung gilt der Verwendung von tetrafunktionellen Epoxidharzen (z.B. TGMDA) als Matrixmaterial, welche insbesondere im Luftfahrtbereich Anwendung finden [56], [57]. Ebenfalls bisher nur in geringem Umfang veröffentlicht, sind Studien zur elektrischen Leitfähigkeit in hybriden Faserverbundkunststoffen. Lonjon et al [58] additivierten die CFK-Matrix mit doppelwandigen CNTs und erzielten Leitfähigkeiten in der Größenordnung von 10^{-1} S/m. Zhang et al. [59] verfolgten eine kombinatorische Matrixadditivierung mit Ruß und oberflächenbehandeltem Kupfer und konnten die

elektrische Leitfähigkeit in die Größenordnung von 10^1 S/m erhöhen. Diese Studie verdeutlicht das Potenzial der kombinatorischen Additivierung von Faserverbunden.

Die Partikeldichten der zum Einsatz kommenden Additivierungen bestimmen im Zusammenhang mit deren Konzentrationen den Leichtbaucharakter von Kompositen mit erweitertem thermischem und elektrischem Eigenschaftsprofil und sind für den Einsatz in Luftfahrtanwendungen von hoher Priorität. Demnach sind Kohlenstoff-basierte Füllstoffe im Vergleich zu keramischen und insbesondere metallischen Additiven bei gleicher Beladung als vorteilhafter einzustufen.

Mittels der Matrixadditivierung mit metallischen Partikeln können bereits mit geringen Beladungen (<1 Vol.-%) elektrische Leitfähigkeiten im Komposit in der Größenordnung von 10^0 S/m bis 10^3 S/m erreicht werden [65], [66]. Beladungen in dieser Größenordnung sind sowohl in Bezug auf die Dichte der Partikel bzw. den damit einhergehenden Einfluss auf den Leichtbaucharakter der Komposite als auch in Bezug auf ökonomische Aspekte als vertretbar einzuschätzen. Auch im Bereich der metallischen Additive sind die Einflüsse der Partikelgeometrie, Oberflächenmodifikation und Verteilungsgüte in der Matrix augenscheinlich [67], [68].

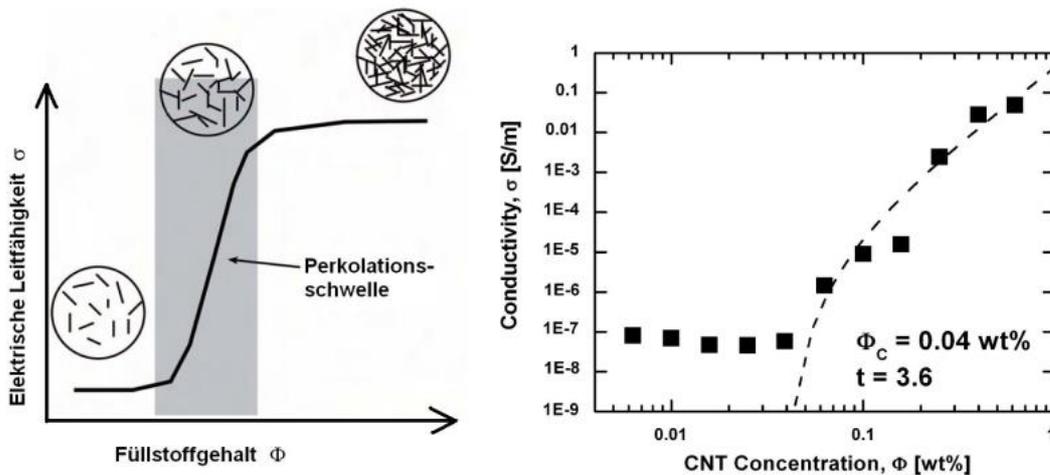


Abbildung 6: Verlauf der elektrischen Leitfähigkeit über dem Füllstoffgehalt am Beispiel CNTs: Schematische Illustration des elektrischen Perkolations-schwellwertes (links) und Veranschaulichung des Potenzgesetzes am Beispiel eines MWCNT/Epoxyd-Komposites (rechts) [49]

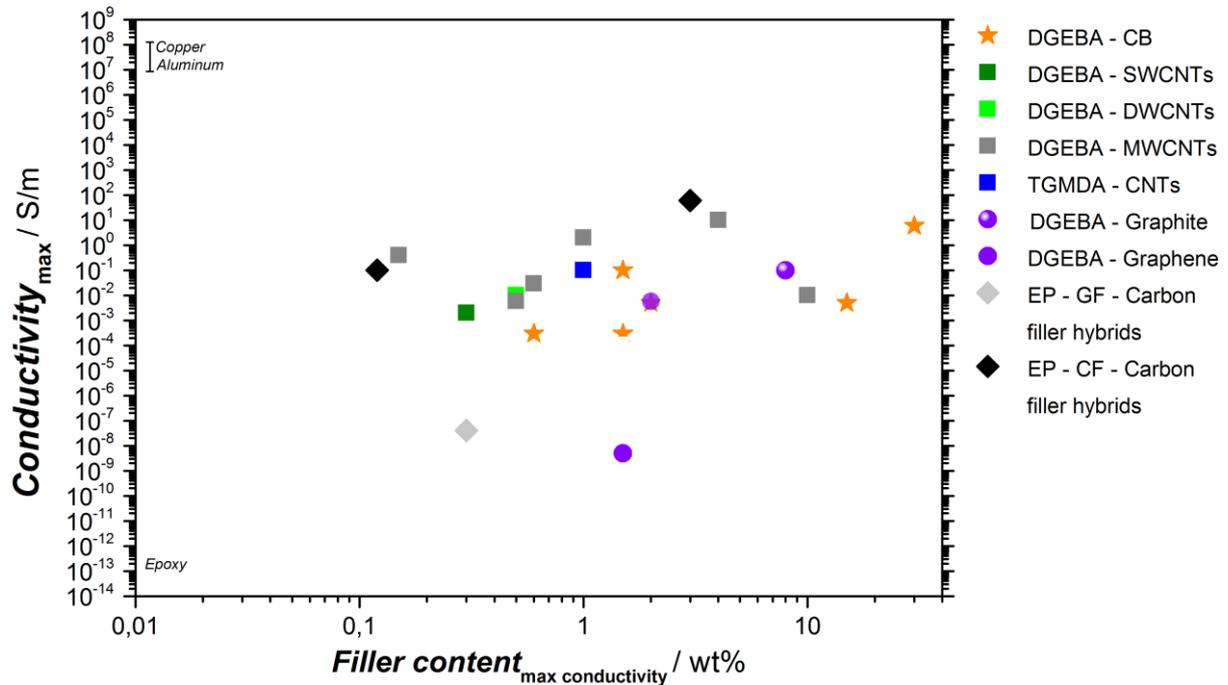


Abbildung 7: Übersicht der Literaturwerte zu den maximal erzielten elektrischen Leitfähigkeiten in Kohlenstoff-basierten Epoxydharzkompositen [17], [51]–[55], [57], [58], [60]–[64]

Die hier aufgeführte Literaturübersicht in Bezug auf die thermischen und elektrischen Leitfähigkeiten Polymer-basierter Komposite verdeutlicht das Potenzial zur Erzielung hybrider Faserverbundstrukturen mit maßgeschneidertem Eigenschaftsprofil.

Andererseits sind die sich wechselseitig beeinflussenden Parameter vielfältig, wie die

- thermischen und elektrischen Eigenschaften der Partikel,
- Partikelgröße,
- Partikelform,
- Partikelverteilung,
- Oberflächenmodifikation und
- Verteilungsgüte.

Zur gezielten Entwicklung von Faserverbundmaterialien mit angepassten thermischen und elektrischen Eigenschaften für den Einsatz in strukturellen Anwendungen in der Luftfahrt ist demnach die ganzheitliche Betrachtung der Wirkungsweisen und Interaktionen von Materialien und Prozessen notwendig. Dieses Verständnis lässt sich bisher nicht aus der Literatur ableiten und erfordert die zielgerichtete, systematische Betrachtung der Zusammenhänge zwischen Matrix, Additiven, Verstärkungsfasern

Kurzdarstellung

und Verarbeitung (sowohl im Bereich der Harzformulierung als auch der Faserverbund-Prozessierung).

1.4 *Zusammenarbeit mit anderen Stellen*

Eine zu erwähnende Zusammenarbeit mit anderen Stellen als den Projektpartnern fand nicht statt.

2 Eingehende Darstellung

2.1 Verwendung der Zuwendung, erzielte Ergebnisse im Einzelnen mit Gegenüberstellung der vorgegebenen Ziele

Alle hier beschriebenen Arbeitsinhalte wurden in Absprache mit der Projektleitung und den beteiligten Projektpartnern durchgeführt.

2.1.1 AP 3.a Identifikation & Charakterisierung eines Referenzsystems und Basisharzsystems

Als Referenzharzsystem wurde Tetraglycidylmethylenedianilin (TGMDA) mit dem Härter Diaminodiphenylsulfon (DDS) ausgewählt, was in der Luftfahrtbranche etabliert ist. Als Basisharzsystem wurde anhand der Anforderungen niedrige Viskosität, hohe Servicetemperatur und Lagerstabilität TGMDA mit einem Härtergemisch aus Diethylmethylbenzenediamin und Cyclohex-1,2-ylenediamin (XB3473) festgelegt.

Zunächst wurde ein Härtingszyklus für das Basisharzsystem bestimmt. Basisharzsystem und Referenzharzsystem wurden dann anhand der Glasübergangstemperatur, der mechanischen Kennwerte und des Alterungsverhaltens analysiert. Des Weiteren erfolgten rheologische Untersuchungen. Die Viskosität des Harzsystems ist dabei entscheidend für den Füllgrad mit leitfähigen Additiven und die Verarbeitung des Harzsystems zu Prepregs.

Der Hersteller der beiden Härter empfiehlt den in Tabelle 2 zu findenden Härtingszyklus. Dieser ist mit einer Gesamtdauer von 10 Stunden jedoch sehr zeit- und energieintensiv. Deshalb wurde mit Hilfe der Dynamischen Differenz-Kalorimetrie (DSC) ein alternativer Härtingszyklus ermittelt, der ebenfalls in der Tabelle dargestellt ist. Wie Tabelle 1 zu entnehmen ist, liegt der Aushärtegrad des neu untersuchten Härtingszyklus bei 94,4 %. Eine Steigerung des Aushärtegrades führt zu einer vernachlässigenden Verbesserung der mechanischen Eigenschaften, wie mit Hilfe der Dynamisch-Mechanischen Analyse (DMA) gezeigt werden konnte.

Vom Hersteller empfohlener Zyklus		Untersuchter Härtingszyklus	
Dauer	Temperatur	Dauer	Temperatur
2 h	120 °C	1 h	120 °C
2 h	160 °C	1 h	160 °C
2 h	200 °C	1 h	200 °C
4 h	220 °C	2 h	220 °C

Tabelle 2: Vom Hersteller empfohlener und entwickelter Härtingszyklus im Vergleich

In der Dynamisch-Mechanischen Analyse liegt das Maximum von $\tan(\delta)$ für das Referenzharzsystem TGDMA/DDS bei 266,5 °C, der Onset von G' bei 235 °C. Für TGMDA/XB3473 ergibt sich ein $\max(\tan(\delta))$ von 249,9 °C, die Differenz zum Referenzsystem liegt damit bei 16,6 °C. Der Onset von G' liegt bei 223 °C und damit 12,2 °C unter dem Wert des Referenzsystems. Für den mikropelletierten Härter Aradur 9719-1 liegt $\max(\tan(\delta))$ bei 242,5 °C, der Onset von G' bei 217 °C. Die Werte liegen damit weit über der Servicetemperatur von 150 °C, die im Projekt definiert wurde.

2.1.2 AP 3.b Identifikation geeigneter Basistextilien und Imprägnierung des Basis-Prepreg

Für den Einsatz in Strukturbauteilen von Verkehrsflugzeugen kommen lediglich Carbonfasern in Frage. Dabei werden aktuell vor allem Fasern aus Polyacrylnitril (PAN) eingesetzt, Pech-basierte Fasern erreichen lediglich einen Marktanteil im einstelligen Prozentbereich. Für die ersten Versuche wurden Toho Tenax HTS40 E13 12K 800tex Rovings ausgewählt. Die wichtigsten Werte dieser Fasern sind in Tabelle 3 dargestellt.

Pech-basierte Fasern bieten gegenüber den konventionellen PAN-Fasern wesentliche höhere Wärmeleitfähigkeiten, die allerdings auch mit einem hohen Preisniveau einhergehen. Die Preise für die meisten PAN-Fasern liegen im Bereich von 15-80 €/kg, während Pechfasern zwischen 80 und 2000 €/kg kosten. Einen guten Kompromiss zwischen hoher Wärmeleitfähigkeit und geringem Preis liefern die unter der Produktbezeichnung K13 916 von Mitsubishi Rayon Co. Ltd verkauften Fasern. Die Werte der Faser sind in Tabelle 3 dargestellt. Der Preis der oben genannten Pechfasern liegt lt. Hersteller bei 80 €/kg.

Toho Tenax HTS40 E13 12K 800tex	
Zugfestigkeit	4345 MPa
Zugmodul	237 GPa
Bruchdehnung	1,8 %
Dichte	1,76 g/cm ³
Faserdurchmesser	7 µm

Tabelle 3: Kennwerte der PAN-basierten Carbonfaser (Referenz-Textil)

Mitsubishi Dialead K13 916	
Zugfestigkeit	3000 MPa
Zugmodul	760 GPa
Bruchdehnung	0,7 %
Dichte	2,15 g/cm ³
Wärmeleitfähigkeit	200 W / (m K)

Tabelle 4: Kennwerte der Pechbasierten Carbonfaser (Basis-Textil)

3.c Referenz & Basisprepreg: Laminatherstellung & Coupon-Charakterisierung

Abbildung 22 zeigt die hergestellten Coupons zur Messung der Wärmeleitfähigkeit. Die gemessenen Wärmeleitfähigkeiten sind in Abbildung 14 dargestellt. Es ist deutlich zu erkennen, dass die Wärmeleitfähigkeit mit steigendem Füllstoffgehalt exponentiell wächst. Ziel der Untersuchungen auf Harzebene ist es, eine Wärmeleitfähigkeit von 1 W/(mK) zu generieren, um im Faserverbundwerkstoff eine Leitfähigkeit von 3 W/(mK) zu erzielen. Der Zielwert wurde im Fall von Graphit bereits bei einem Füllstoffgehalt von 45 Gew. % erzielt. Wie in der Abbildung zu sehen lassen sich die Leitfähigkeiten sehr gut mit dem Lewis-Nielsen Modell bestimmen, wobei für das Reinharz eine Wärmeleitfähigkeit von 0,2 W/(mK), für Aluminium 204 W/(mK) und für Graphit 140 W/(mK) angesetzt wurden.

Im nächsten Schritt wurde das mit Graphit bzw. Aluminium modifizierte Harzsystem zur Prepreg-Herstellung verwendet (siehe Abbildung 14). Diese wurden anschließend zu Laminaten weiterverarbeitet.

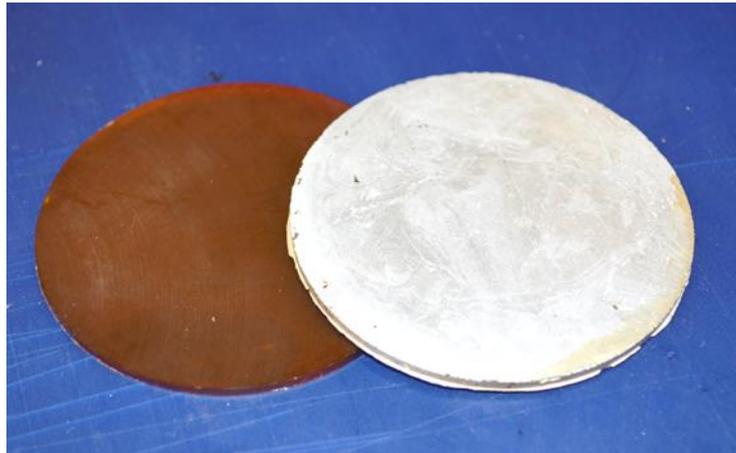


Abbildung 8: Probekörper zur Leitfähigkeitsmessung. Links: Ungefülltes Harzsystem, Rechts: Gefüllt mit 45 gew % Aluminiumpulver

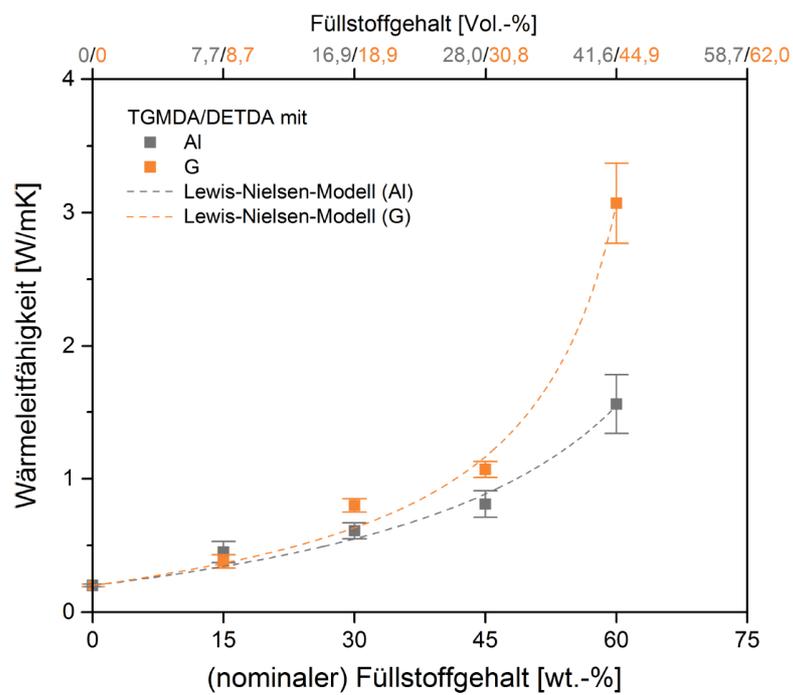


Abbildung 9: Wärmeleitfähigkeit von mit Graphit bzw. Alu additvierten Proben



Abbildung 10: Prepreg-Herstellung mit Graphit-modifiziertem Harzsystem

3.d Recherche und Auswahl geeigneter Additive / 3.e Herstellung & Charakterisierung additiver Harzformulierungen

Bei der Auswahl der leitfähigen Füllstoffe wurden zunächst Füllstoffe mit hoher thermischer und elektrischer Leitfähigkeit ausgewählt. Einen Überblick bietet Abbildung 5, in dem die thermische Leitfähigkeit und der elektrische Widerstand verschiedener Materialien abgetragen ist. Demnach bieten Metalle die höchsten Leitfähigkeiten, während technische Keramiken hohe Wärmeleitfähigkeiten, aber nur geringe elektrische Leitfähigkeiten aufweisen.

Bei der Auswahl der Füllstoffe spielt außerdem deren Partikelgröße eine entscheidende Rolle. Zu große Partikel lagern sich wie in Abbildung 11 zu sehen auf den Fasern ab. Das leitfähige Netzwerk aus Partikeln wird damit durch die Fasern unterbrochen, was geringere Leitfähigkeiten zur Folge hat. Sind die Partikel jedoch so klein, dass diese sich zwischen den Fasern anlagern können, so entsteht ein leitfähiges Netzwerk.

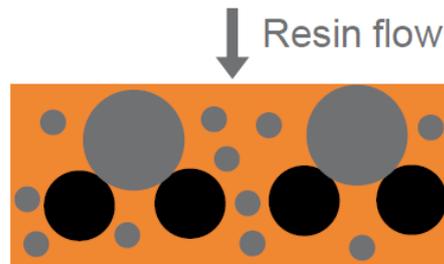


Abbildung 11: Schemazeichnung zur Verdeutlichung der Faser- (schwarz)- und Füllstoff- (grau) Größe

=

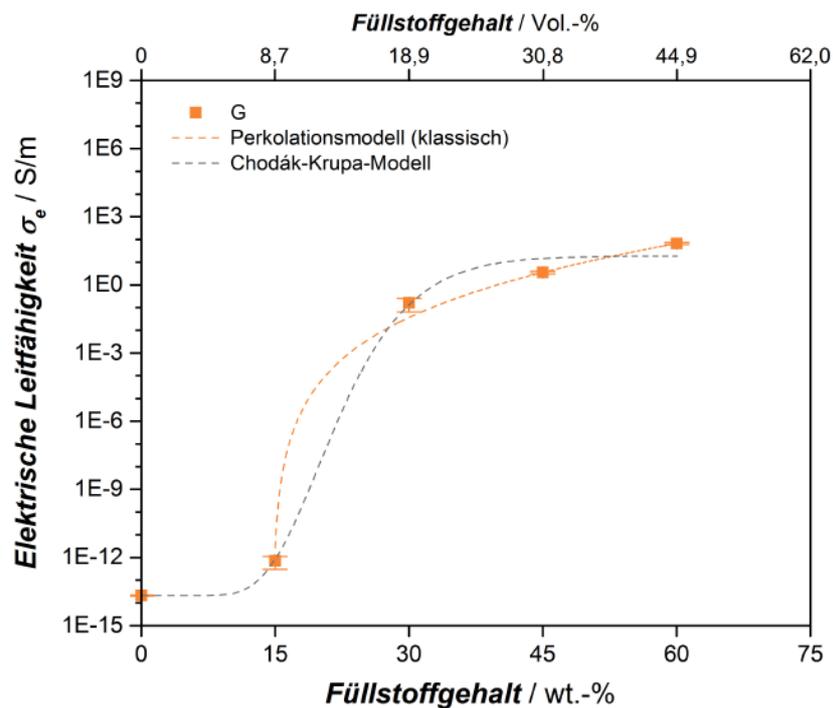


Abbildung 12: Elektrische Leitfähigkeit der untersuchten Proben

2.1.3 AP 3.c: Referenz & Basispreg: Laminatherstellung und Coupon-Charakterisierung

Die Herstellung und Charakterisierung des Referenzpregs entfällt, da das Referenzmaterial (Hexcel 8552) nicht auf der Prepreg-Anlage der Uni Bayreuth hergestellt werden kann. Stattdessen sollen die von der TU München / LCC hergestellten und mit der TapeLaying Anlage abgelegten Prüfkörper untersucht werden.

Das Basispreg aus TGMDA/DETDA wurde hergestellt und bzgl. thermischer und elektrischer sowie mechanische Eigenschaften charakterisiert. Als Fasern wurden

Eingehende Darstellung

HTS40 F13 12k gespreizte Standard Modulus-Fasern verwendet. Diese wurden von der Firma Toho Tenax beschafft.

Abbildung 13 zeigt den schematischen Aufbau der Prepreg-Anlage des Lehrstuhls für Polymere Werkstoffe. Zunächst wird ein Harzfilm auf Silikonpapier aufgetragen, dann werden Kohlenstofffasern über einzelne Spulen oder Textilien zugeführt und mit Hilfe des Kalenders mit dem Harzfilm verpresst. Abbildung 14 zeigt den Harzfilm und im rechten Teil des Bildes die Zuführung der Fasern.

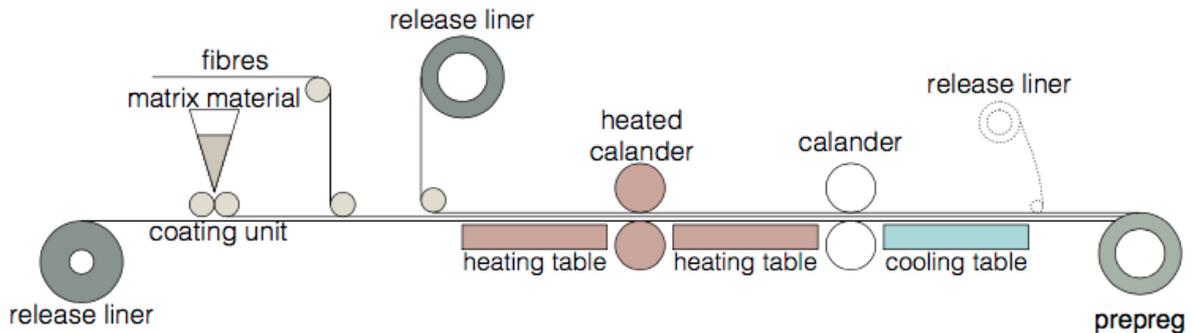


Abbildung 13: Direkt in-line impregnation



Abbildung 14: Prepreg-Herstellung mit Graphit-modifiziertem Harzsystem

Die so hergestellten Prepregs werden auf Länge geschnitten und anschließend im Handlaminierverfahren zu Laminaten verarbeitet. Es wurden sowohl UD-Prepregs als auch Textilien verarbeitet. Das Verfahren zur Ablage ist schematisch in Abbildung 15 dargestellt. Die Prepreg-Schichten werden anschließend im Autoklaven ausgehärtet. Dabei wird ein Vakuumaufbau gewählt, so dass Lufteinschlüsse im Laminat mit Hilfe des Vakuums beseitigt werden können. Außerdem herrscht im Autoklaven ein Druck

Eingehende Darstellung

von ca. 10 bar, welcher zu einer Verpressung der Prepreg-Schichten führt. Abbildung 16 und 5 zeigen den Aufbau im Autoklaven. Abbildung 18 zeigt den gewählten Druck- und Härtingsverlauf im Autoklaven.

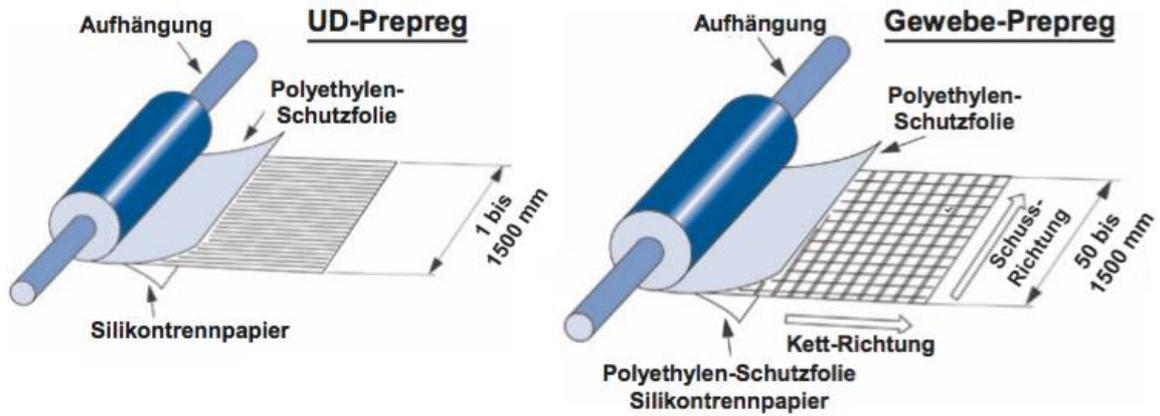


Abbildung 15: Prepregrolle mit UD-Schicht oder Gewebe

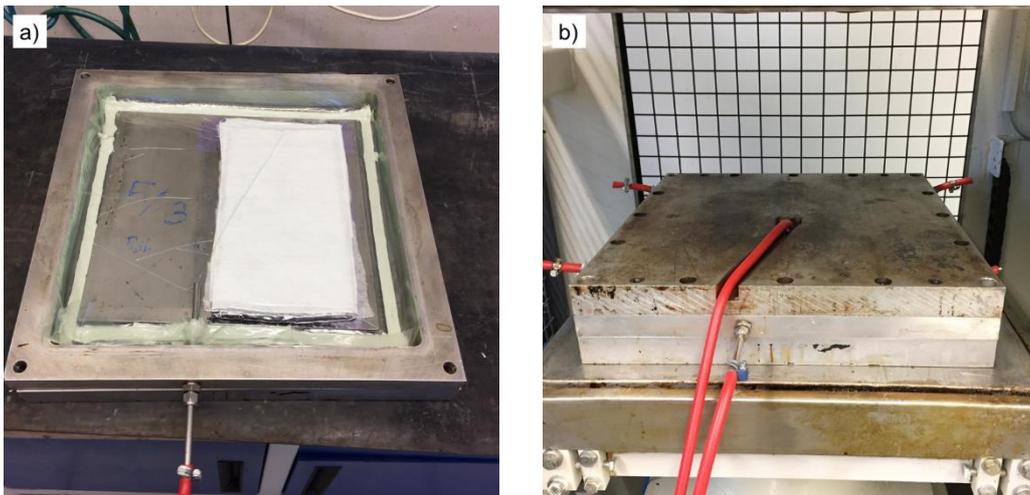


Abbildung 16: Vakuumaufbau im Autoklavrahmen (a), Autoklav in der Heizpresse (b)

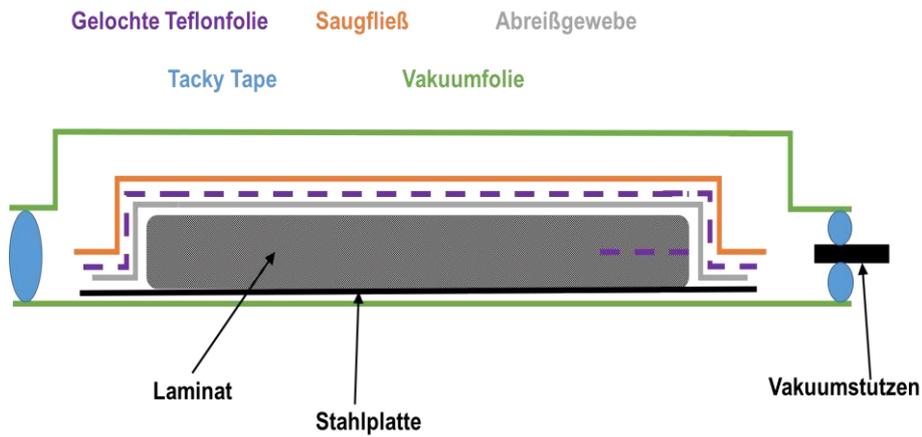


Abbildung 17: Vakuumaufbau im Autoklaven

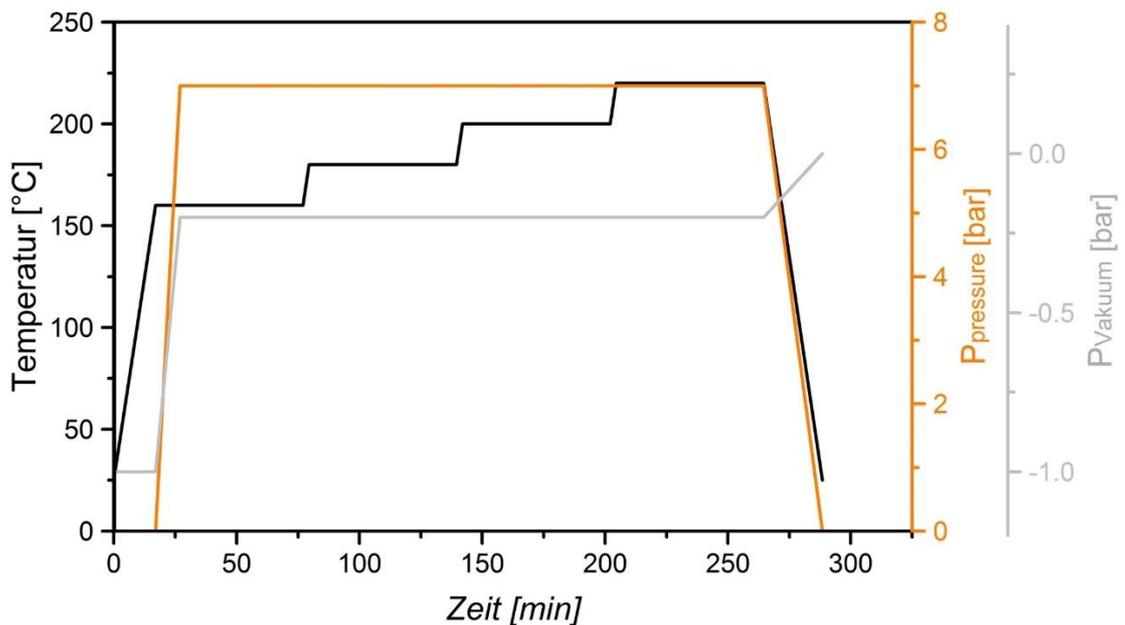


Abbildung 18: Autoklav-Prozess (Zeit-Temperatur/Innendruck/Vakuumdruck)

Nach der Prepreg-Herstellung erfolgt eine Qualitätskontrolle mittels Ultraschall. Abbildung 19 zeigt das Ergebnis des Ultraschall-Scans für G_{IC} Probekörper. Bei den ersten Probekörpern zeigt sich noch eine unzureichende Laminatqualität, die sich jedoch mit steigender Erfahrung verbessert hat.

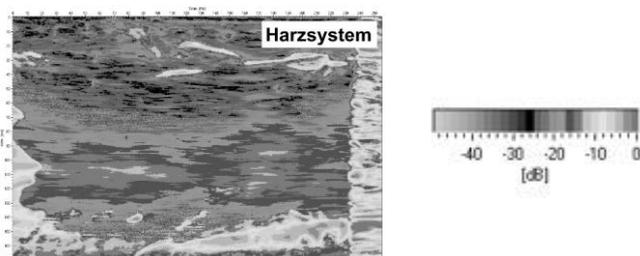


Abbildung 19: Ergebnisse der Ultraschall-Scans von Laminaten aus UD-Fasern.

Eingehende Darstellung

Mit Hilfe von Dichte- und TGA Untersuchungen wurde ein Faservolumengehalt von 62,8 % in den Laminaten ermittelt, welcher sehr nahe am angestrebten Faservolumengehalt von 60 % liegt. Die in der DMA über das Maximum von $\tan(\delta)$ ermittelte Glasübergangstemperatur der Probe ohne Füllstoff liegt, bei $242,1 \pm 0,3 \text{ }^\circ\text{C}$. Die Energiefreisetzungsrate (Mode I) G_{Ic} beträgt $412,5 \pm 167,8 \text{ J/m}^2$ und liegt damit im Bereich unmodifizierter Kohlenstoff-Faserverbundwerkstoffe auf Basis von Epoxidharz. Abbildung 20 zeigt REM-Aufnahmen der Probekörper. Dabei sieht man viele freiliegende Fasern (vgl. a)). Die Matrix hat sich, wie in c) zu sehen von der Faser gelöst. Zusätzlich wurden Matrixstücke herausgebrochen und liegen als kleine Stückchen auf Faser und Matrix (vgl. b)).

Die Energiefreisetzungsrate (Mode II) liegt bei $859,1 \pm 124,6 \text{ J/m}^2$. Bei G_{IIc} Schubbelastung (Mode II) kommt es zu einer wesentlich unruhigeren Oberfläche, außerdem entstehen hier mehr Deformationen. Zusätzlich gibt es viele herausgerissene Fasern sowie Matrixstücke. Durch diese Materialbelastung kommt es in Verbundwerkstoffen zum sogenannten Hackling. Unter Hackles werden die entstandenen Matrixstrukturen der getesteten Proben verstanden.

Durch Aufnahme a) der Harzsystemprobe sind viele freiliegende Fasern zu sehen. Durch den Vergleich dieser Aufnahme mit ihrem Pendant der G_{Ic} -Aufnahmen ist zu erkennen, dass die Oberfläche wesentlich unruhiger ist. Fasern und Faserkrater wechseln sich ab. Es gibt ausgerissene und querstehende Fasern. Das ausgebildete Hackling ist in b) zu sehen. Die Pfeile in dieser Aufnahme zeigen auf diese Bereiche. Die Hackles zeigen die typische und charakteristische Hacklesform der Harzsystem-Composite. In Aufnahme c) ist wiederum die Ablösung der Matrix von der Faser festzustellen.

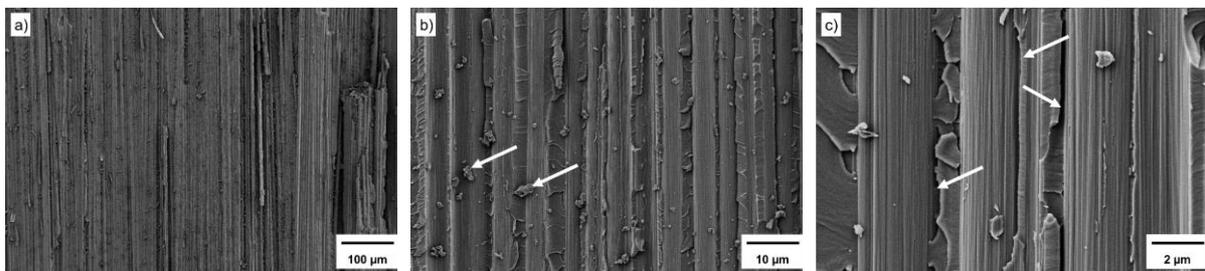


Abbildung 20: REM-Aufnahmen der Mode I Probekörper

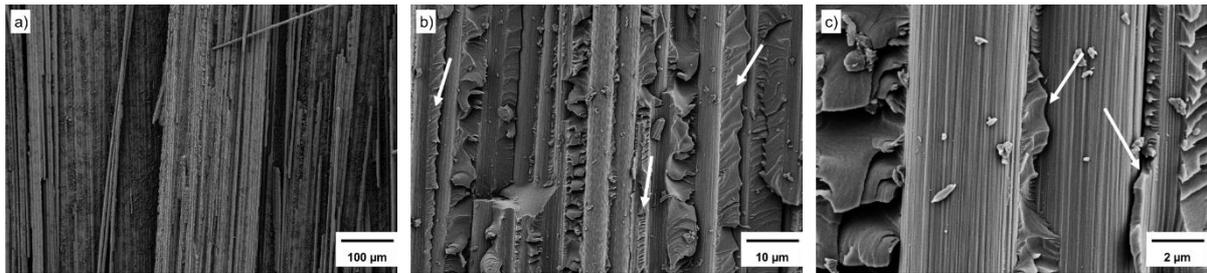


Abbildung 21: REM-Aufnahmen der Mode II Probekörper

2.1.4 AP 3.e Herstellung & Charakterisierung additiver Harzformulierungen

Wie in den vorangegangenen Abschnitten beschrieben wurden bereits verschiedene Füllstoffe untersucht. An dieser Stelle näher auf den Einfluss der Partikelgröße auf die Leitfähigkeit eingegangen.

Die Wärmeleitfähigkeit wurde über die Laser-Flash-Analyse ermittelt. Dazu sind zwei Kennwerte zu ermitteln: Die Wärmekapazität und die Temperaturleitfähigkeit.

Der Zusammenhang zwischen Wärmeleitfähigkeit (λ) und Temperaturleitfähigkeit (a) ist im Wesentlichen durch die Dichte (ρ) und die spezifische Wärmekapazität (c_p) bestimmt.

$$\lambda = a * \rho * c_p \quad (1)$$

Die Temperaturleitfähigkeit wird mittels der Laser – Flash – Analyse (LFA) ermittelt. Durch Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) Messungen erhält man die spezifische Wärmekapazität (c_p) der jeweiligen Probe. Mit der Dichte kann man nach Formel 1 die Wärmeleitfähigkeit errechnen. Abbildung 22 zeigt exemplarisch die verwendeten Probekörper. Als Füllstoffe zum Einsatz kommen die Graphitsorten KS6 und KS44 der Firma Imerys Graphite & Carbon (Tessin, Schweiz) (Vgl. Abbildung 23). Abbildung 24 zeigt die Partikelgrößenverteilung der genutzten Systeme.

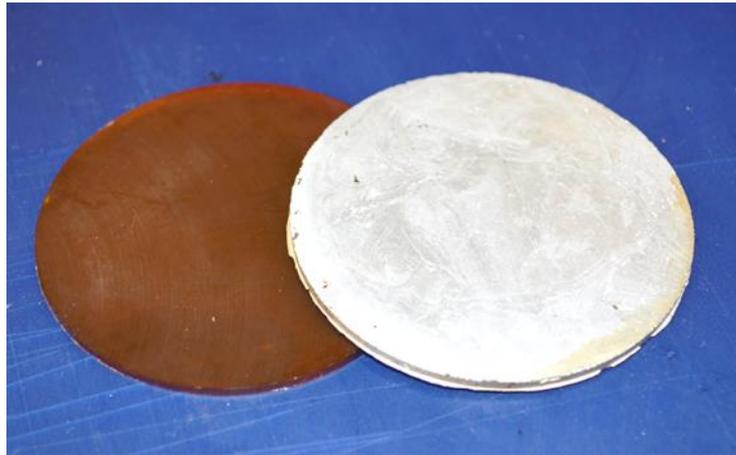


Abbildung 22: Probekörper zur Leitfähigkeitsmessung. Links: Ungefülltes Harzsystem, Rechts: Gefüllt mit 45 gew % Aluminiumpulver



Abbildung 23: Graphitpulver KS44

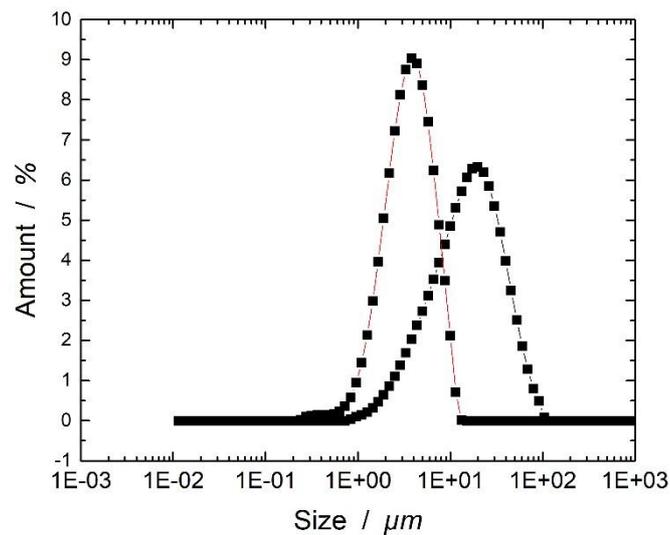


Abbildung 24: Partikelgrößenverteilung der genutzten Graphitarten

Abbildung 25 zeigt die Ergebnisse der Wärmeleitfähigkeit bei 25 °C und 75 °C über den ansteigenden KS44 Graphitgehalt der monomodal gefüllten Proben.

Da die Wärmeleitfähigkeit nach Gleichung 1 unter anderem von der spezifischen Wärmekapazität abhängt, sind die folgenden Ergebnisse nur innerhalb dieser Messreihen aussagekräftig.

Mit steigendem Graphitanteil und steigender Temperatur nimmt die Wärmeleitfähigkeit zu. Graphit besitzt mit 120 – 180 W/mK eine signifikant höhere Wärmeleitfähigkeit als die TGMDA Matrix, wodurch auch die Wärmeleitfähigkeit des Gesamtsystems zunimmt.

Die Proben mit 30 Gew.-% Graphit weisen bei 25 °C eine Wärmeleitfähigkeit von 1,58 W/mK auf. Es erfolgt ein starker Anstieg auf 3,55 W/mK bei einer Erhöhung um 10 Gew.-%. Die maximale Wärmeleitfähigkeit bei 25 °C von 4,86 W/mK erreichen die Proben mit 50 Gew.-% Graphit. Der Anstieg der Wärmeleitfähigkeit mit steigendem Graphitgehalt ist durch folgende Überlegung zu erklären.

Betrachtet man den Querschnitt einer Probe und erwärmt diese an einer Stelle, breitet sich die Wärme radial aus. An Stellen, an denen sie die Graphitpartikel erreicht, wird diese aufgrund der höheren Wärmeleitfähigkeit von Graphit schneller übertragen. Je mehr Füllstoff in der Probe ist, desto höher ist die Wahrscheinlichkeit, dass sich Partikel gegenseitig punktuell berühren und die Wärme schneller durch die Probe transportiert werden kann. Daraus resultiert eine höhere Wärmeleitfähigkeit.

Die Systeme bei 75 °C weisen eine höhere Wärmeleitfähigkeit als bei 25 °C auf. Dies ist maßgeblich durch die gesteigerte Wärmekapazität bei höheren Temperaturen beeinflusst.

Der Verlauf der Kurve bei 75 °C ist stetig steigend. Der Tiefstwert bei 75 °C liegt bei 2,86 W/mK, während der Maximalwert bei 5,23 W/mK liegt. Auffällig ist die annähernd gleiche Wärmeleitfähigkeit trotz unterschiedlicher Temperaturen bei 40 Gew.-%.

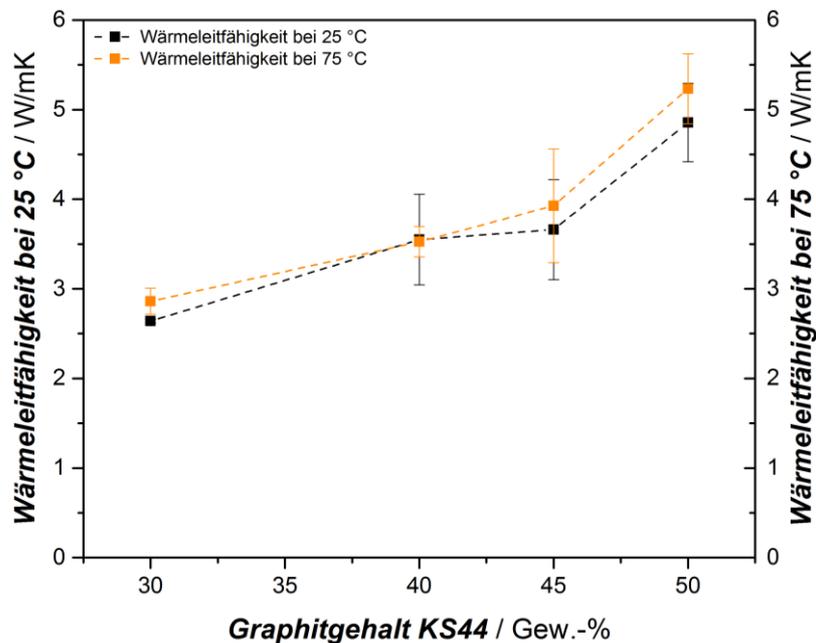


Abbildung 25: Wärmeleitfähigkeit bei 25 °C und 75 °C - monomodal gefüllte Systeme mit Graphitpartikel, D50 = 18,6 µm

Die Wärmeleitung und damit der Energietransport ist bei TGMDA aufgrund der hohen Vernetzungsdichte des Harzes stark eingeschränkt.

Die Graphitpartikel sind zunächst inhomogene Störungen im Material. Durch deren geordnete Molekularstruktur tragen sie jedoch partiell wesentlich zur Verbesserung der Wärmeleitfähigkeit bei. Dort ist die Streuung der Phononen an Störstellen wesentlich geringer. {#41} Sie bilden damit Bereiche, in denen der Energietransport besser funktioniert. Die Wärmeleitfähigkeit des Gesamtsystems wird dadurch signifikant erhöht.

Abbildung 26 zeigt die Wärmeleitfähigkeit von mit kleineren und größeren Partikel modifizierten Harzsystemen. Es zeigt sich deutlich, dass die größeren Partikel zu einer höheren Leitfähigkeit führen als kleinere Partikel. Dieser Umstand ist damit zu erklären, dass größere Partikel bei gleichem Füllstoffvolumengehalt zu weniger Übergängen zwischen Harz und Füllstoff führen. Die Übergänge sind jedoch für eine Phononenstreuung verantwortlich, die zu geringeren Leitfähigkeiten führt.

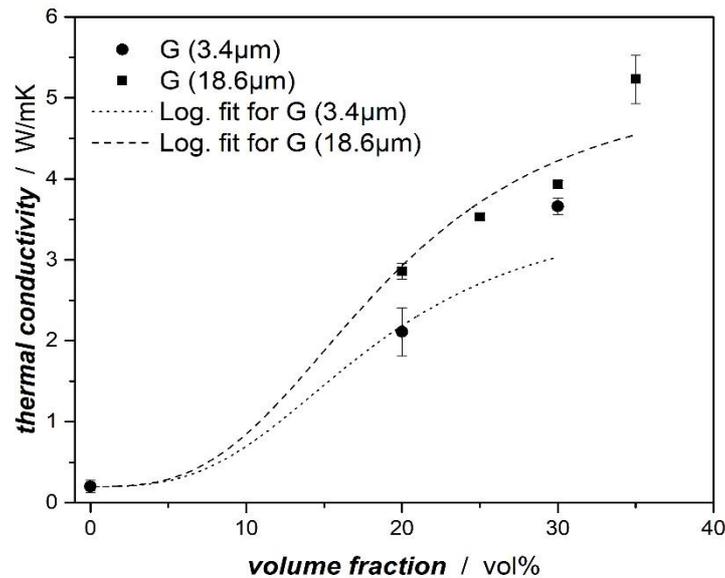


Abbildung 26: Wärmeleitfähigkeit der mit Graphit gefüllten Proben

Interessant ist nun noch zu untersuchen, ob eine Mischung aus großen und kleinen Partikeln zu erhöhter Leitfähigkeit führt. In der Literatur gibt es dazu kontroverse Ergebnisse. Die Unterschiedlichkeit der gewonnenen Erkenntnisse ist auf die Morphologie und die Partikelverteilung im Material zurück zu führen. Kleinere Partikel neigen eher zu Agglomeration und führen damit zu erhöhten Leitfähigkeiten. Wie bereits erläutert sollten nach der Theorie jedoch größere Partikel bessere Leitfähigkeiten aufweisen.

Abbildung 27 zeigt die Leitfähigkeiten der Proben mit bimodaler Partikelgrößenverteilung. Es zeigt sich deutlich, dass größere Partikel zu besseren Leitfähigkeiten führen. Es bestätigt sich damit die Theorie, dass bei gleichmäßiger Partikelverteilung im Material die größeren Partikel aufgrund geringerer Phasenübergänge zu höheren Leitfähigkeiten führen.

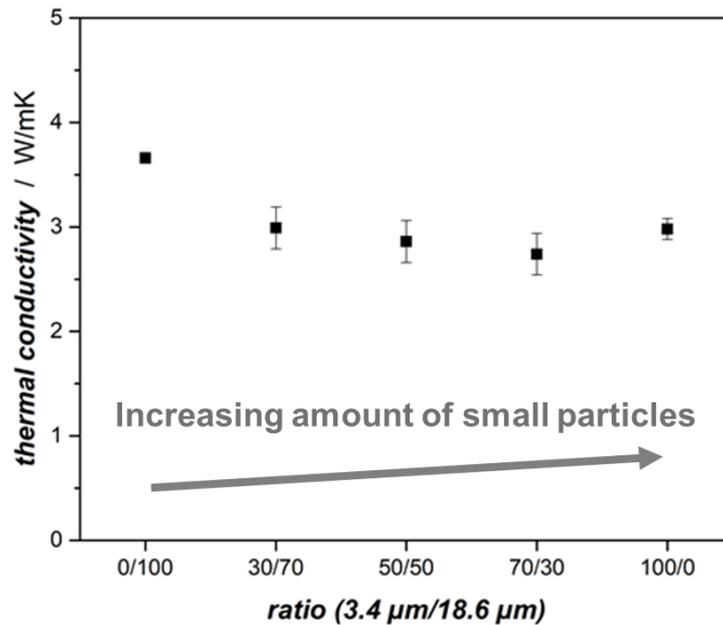


Abbildung 27: Thermal conductivity of samples with bimodal particle size distribution of particles

Interessant ist nun noch die Betrachtung der elektrischen Leitfähigkeit. Wie Abbildung 28 zu entnehmen ist, weisen die Proben mit kleinerer Partikelgröße einen geringeren percolation threshold auf, bei dem durch die Bildung eines elektrisch leitfähigen Netzwerks die Leitfähigkeit stark ansteigt. Ist dieser erreicht, scheint die Partikelgröße jedoch keinen signifikanten Einfluss auf die Leitfähigkeit mehr zu haben.

Zusammenfassend lässt sich damit sagen, dass größere Partikel zu einer höheren thermischen Leitfähigkeit führt. Das Verhalten ist auf die geringere Anzahl von Schnittstellen zwischen Füllstoff und Partikel zurückzuführen. Kleinere Partikel wiederum bilden effizienter ein elektrisch leitfähiges Netzwerk aus, womit der percolation threshold bereits bei kleineren Füllgraden erreicht wird.

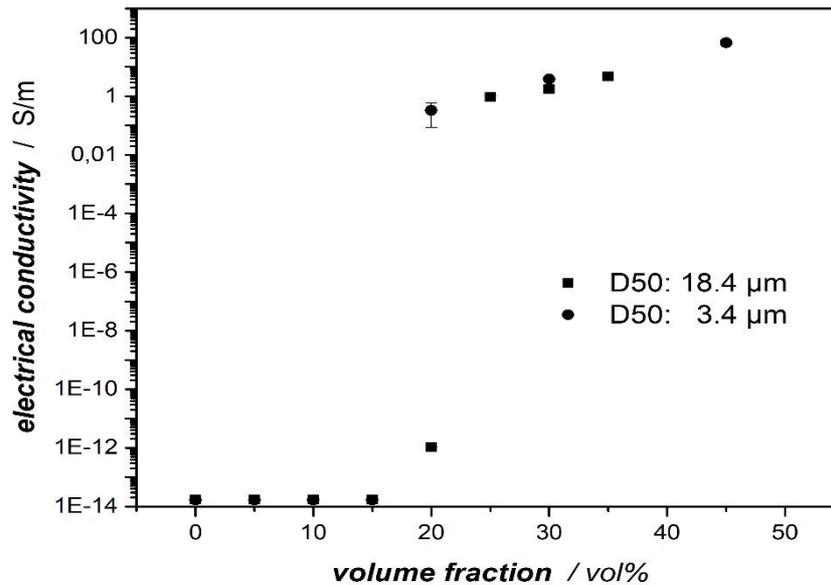


Abbildung 28: Elektrische Leitfähigkeit additiver Harzformulierungen

2.1.5 AP 3.f Prepreg-Imprägnierung mit ausgewählten Harzformulierungen

Wie bereits diskutiert wurde Graphit als vielversprechender Füllstoff identifiziert. Hierbei wurden zwei verschiedene Partikelgrößen gewählt (s. Abbildung 29), um den Filterungseffekt der Carbonfasern genauer zu untersuchen (vgl. Abbildung 30). Die größeren Partikel weisen eine durchschnittliche Partikelgröße von 18 μm auf, die kleineren von 3 μm. Die Carbonfasern haben einen Durchmesser von 7 μm. Es zeigte sich bereits auf Harzebene, dass größere Partikel aufgrund geringerer Oberfläche und damit einhergehend geringeren Schnittstellen zu einer höheren Wärmeleitfähigkeit führten. Auf Prepreg-Ebene könnten größere Partikel jedoch gefiltert werden. Diese Effekte sollen genauer untersucht werden.

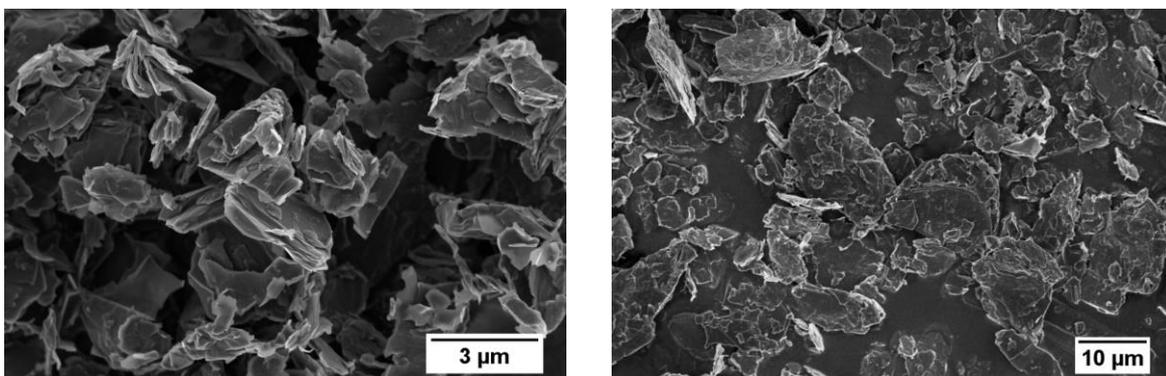


Abbildung 29: REM-Aufnahmen der untersuchten Graphit-Füllstoffe

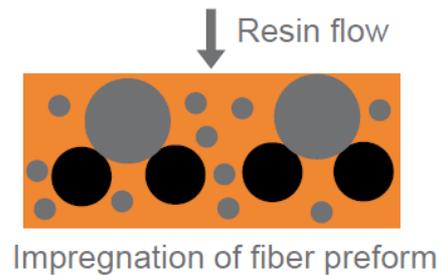


Abbildung 30: Filter-Effekt bei Graphit-Partikel (grau) zwischen Carbonfasern (schwarz)

Prepreg-Herstellung

Wie den vorangegangenen Berichten zu entnehmen ist, wurde Hexcel 8552 als Referenzmaterial für die TapeLaying Anlage festgelegt, da dieses System vom Hersteller zertifiziert und zugelassen wurde. Die Herstellung und Charakterisierung des Referenzprepregs entfällt demnach, da das Harzsystem des Referenzsystems vom Hersteller nicht bezogen werden kann. Der Hersteller liefert lediglich das Prepreg-Material aus. Stattdessen sollen die von der TU München / LCC hergestellten und mit der TapeLaying Anlage abgelegten Prüfkörper aus dem Referenzsystem mechanisch untersucht werden. Die wesentlichen Eigenschaften des herzustellenden Harzsystems sollen an die des Referenzsystems angepasst werden, um eine Verarbeitbarkeit zu gewährleisten.

Das Basisprepreg aus TGMDA/DETDA wurde hergestellt und bzgl. thermischer und elektrischer Leitfähigkeit sowie mechanischer Eigenschaften charakterisiert. Als Fasern wurden HTS40 F13 12k gespreizte HT-Fasern (Toho-Tenax) verwendet. Wie Abbildung 31 zu entnehmen ist, weisen die Fasern eine durchschnittliche Zugfestigkeit und ein etwas geringeres Zugmodul als andere Fasern auf, bieten jedoch ein sehr gutes Preis-Leistungsverhältnis.

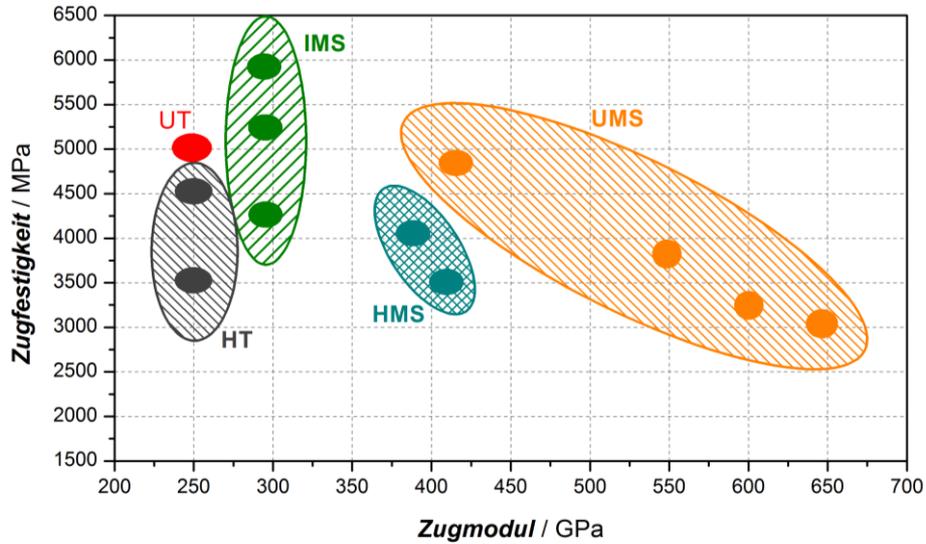


Abbildung 31: Mechanische Eigenschaften ausgewählter Carbonfasern

Abbildung 32 zeigt den Aufbau der Prepreg Anlage des Lehrstuhls für Polymere Werkstoffe. Zunächst wird ein Harzfilm auf Silikonpapier aufgetragen, dann werden Kohlenstofffasern über einzelne Spulen oder Textilien zugeführt und mit Hilfe des Kalenders mit dem Harzfilm verpresst. Abbildung 32 zeigt den Harzfilm und im rechten Teil des Bildes die Zuführung der Fasern.



Abbildung 32: Prepreg-Anlage des Lehrstuhls für Polymere Werkstoffe

2.1.6 AP 3.h: Additiv-Komposite: Laminatherstellung und Coupon-Charakterisierung

Die so hergestellten Prepregs werden auf Länge geschnitten und anschließend im Handlaminierverfahren zu Laminaten verarbeitet. Die Prepreg-Schichten werden anschließend im Autoklaven ausgehärtet. Dabei wird ein Vakuumaufbau gewählt, so dass Lufteinschlüsse im Laminat mit Hilfe des Vakuums beseitigt werden können. Außerdem herrscht im Autoklaven ein atmosphärischer Druck von ca. 10 bar, welcher zu einer Verpressung der Prepreg-Schichten führt.

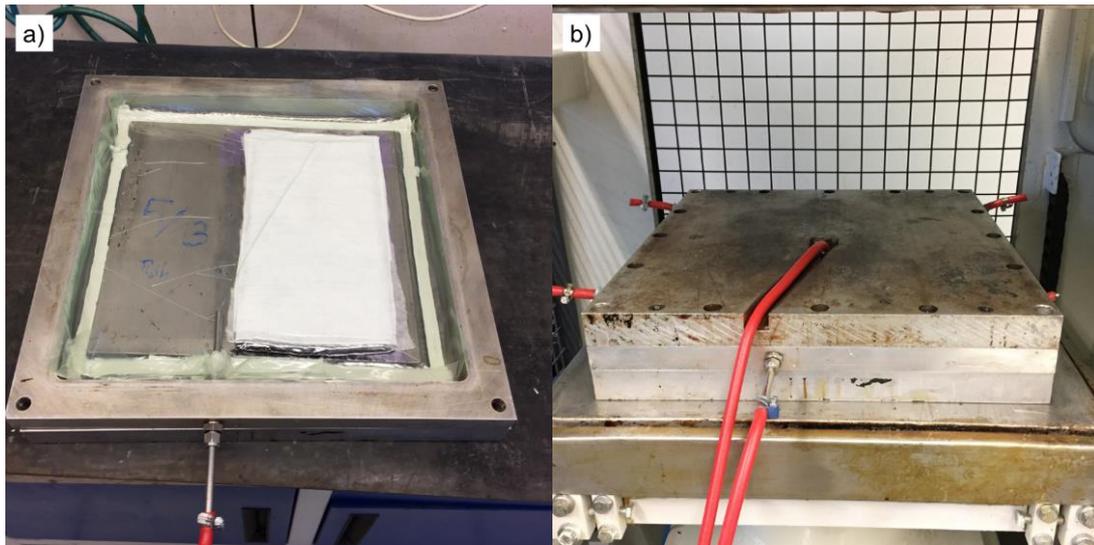


Abbildung 33: Vakuumaufbau im Autoklavrahmen (a), Autoklav in der Heizpresse (b)

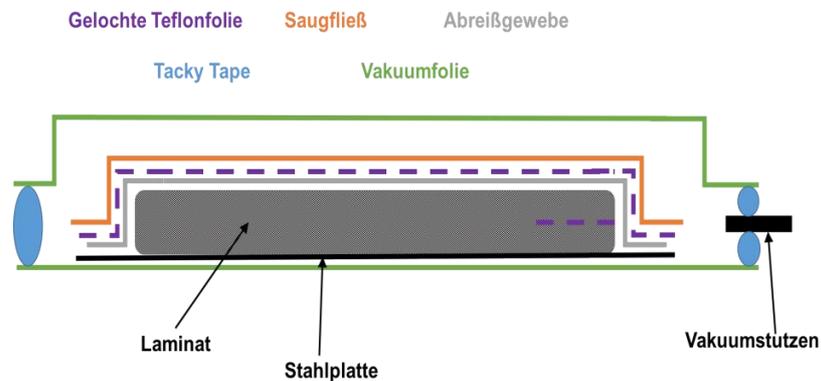


Abbildung 34: Autoklav-Prozess (Zeit-Temperatur/Innendruck/Vakuumpdruck)

Abbildung 33 zeigt den Aufbau des am Lehrstuhl entwickelten Autoklaven. Die roten Schläuche dienen dazu, atmosphärischen Druck bzw. Vakuum anzulegen. Das Prepreg wurde mit einem weißen Abreißgewebe bedeckt und in einen Vakuumsack gepackt. Abbildung 34 zeigt den schematischen Aufbau im Autoklaven. Der Aufbau eignet sich sehr gut zur Herstellung zweidimensionaler Probekörper.

Laminatqualität und Morphologie

Nach der Prepreg-Herstellung erfolgt eine Qualitätskontrolle mittels Ultraschall. Abbildung 35 zeigt eine Auswahl der Ultraschallaufnahmen der Lamine: Links ungefüllt, in der Mitte mit 15 vol% Graphitpartikel der kleineren Sorte und rechts der größeren Sorte. Das ungefüllte Laminat weist am unteren Rand eine eher inhomogene Struktur auf, weshalb für die Charakterisierung Proben aus der oberen Hälfte entnommen wurden. Die beiden anderen Lamine zeigen hervorragende Qualität.

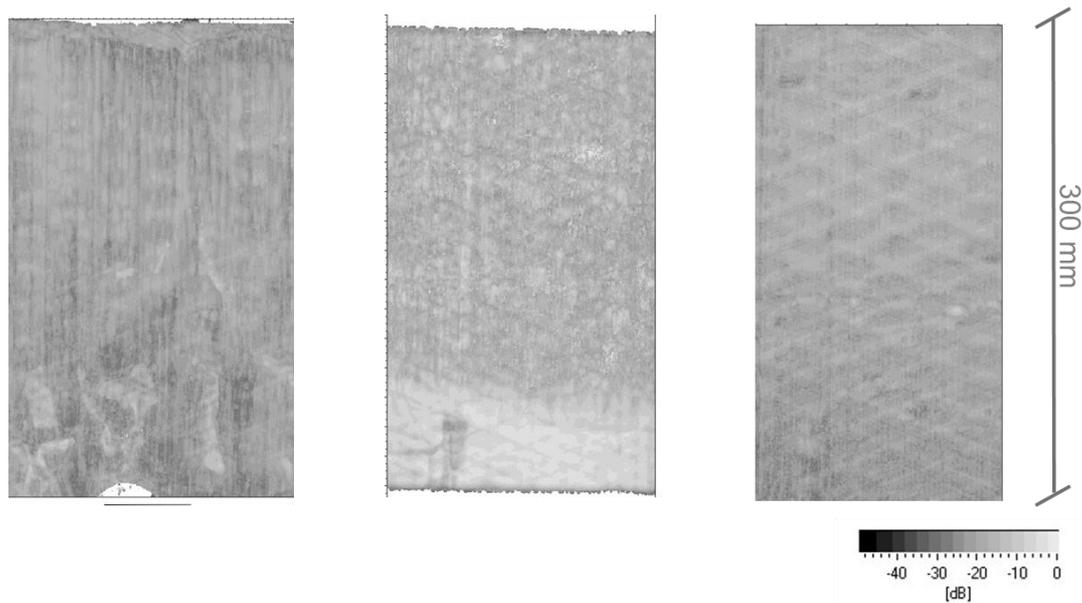


Abbildung 35: Ultraschallbilder der hergestellten Lamine (links: ungefüllte Referenz, Mitte: gefüllt mit 15 vol% Partikel von 3 µm, rechts: mit 15 vol% Partikel von 18 µm).

Abbildung 36 zeigt die Lichtmikroskopie-Aufnahmen der gleichen Lamine, Abbildung 37 vergrößerte Ausschnitte. Auch hier zeigt sich eine hervorragende Laminatqualität ohne Lufteinschlüsse. Die linke Aufnahme der ungefüllten Probe zeigt nur sehr kleine Interleave-Bereiche, die aus reinem Harz bestehen. Bei den gefüllten Laminaten sind deutliche Interleave-Bereiche zu sehen (bis zu 200 µm dick), die aus graphitreichen Schichten bestehen. Hier zeigt sich, dass die Partikel von den Fasern herausgefiltert werden.

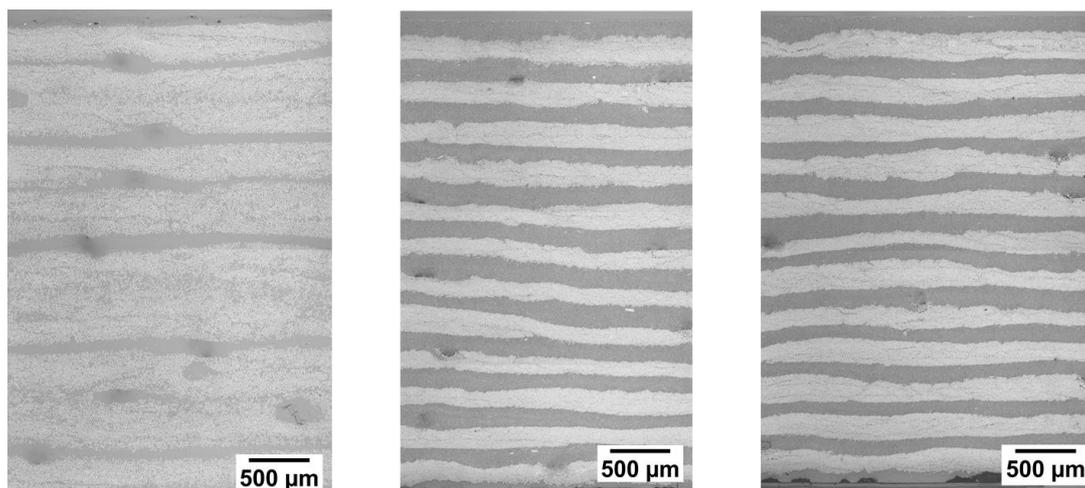


Abbildung 36: Mikroskopieaufnahmen der hergestellten Lamine (links: ungefüllte Referenz, Mitte: gefüllt mit 15 vol% Partikel von 3 µm, rechts: mit 15 vol% Partikel von 18 µm).

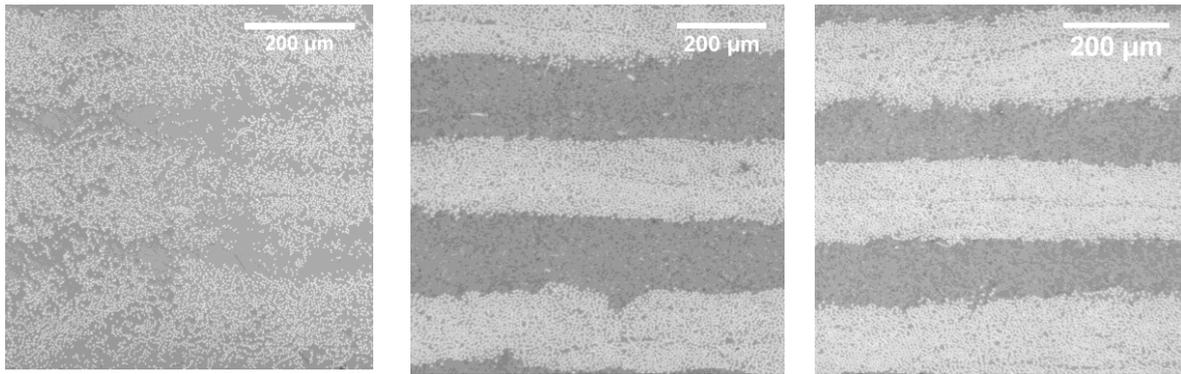


Abbildung 37: Mikroskopieaufnahmen der hergestellten Laminats (links: ungefüllte Referenz, Mitte: gefüllt mit 15 vol% Partikel von 3 µm, rechts: mit 15 vol% Partikel von 18 µm).

Abbildung 38 zeigt Nahaufnahmen der Interleave-Bereiche, die die Bildung der Zwischenschicht verdeutlichen sollen. Es ist deutlich zu erkennen, dass der matrixreiche Bereich bei dem ungefüllten Prepreg im linken Bild eher klein ausgebildet ist (ca. 100 µm). Hier konnte das Harz ungehindert zwischen die Fasern fließen. Im rechten Bild ist die Zwischenschicht weitaus dicker ausgebildet (ca. 180-200 µm). Hier haben sich außerdem die Graphitpartikel zwischen den Fasern angelagert. Diese werden demnach durch die Fasern gefiltert und können nicht oder nur in geringem Maße zwischen die Faserbündel gelangen.

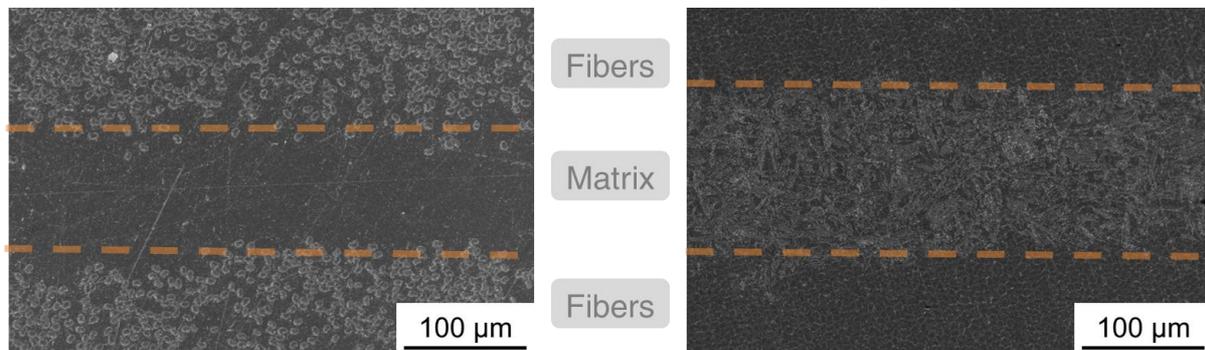


Abbildung 38: Interleave Bereiche eines ungefüllten (links) und gefüllten Laminats mit großen Partikeln von 18 µm (rechts)

Wärmeleitfähigkeit und elektrische Leitfähigkeit der additivierten Harzsysteme

Die Wärmeleitfähigkeit wurde über das Laser-Flash-Verfahren ermittelt. Diese Methode bietet den Vorteil, dass dabei im Gegensatz zur Hot-Plate Methode keine Kontaktwiderstände zwischen Messgerät und Probenkörper beachtet werden müssen.

Eingehende Darstellung

Dazu sind zwei Kennwerte zu ermitteln: Die Wärmekapazität und die Temperaturleitfähigkeit.

Der Zusammenhang zwischen Wärmeleitfähigkeit (λ) und Temperaturleitfähigkeit (a) ist im Wesentlichen durch die Dichte (ρ) und die spezifische Wärmekapazität (c_p) bestimmt.

$$\lambda = a * \rho * c_p \quad (2)$$

Die Temperaturleitfähigkeit wird mittels der Laser – Flash – Analyse (LFA) ermittelt. Durch Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) Messungen erhält man die spezifische Wärmekapazität (c_p) der jeweiligen Probe. Mit der Dichte kann man nach Formel 1 die Wärmeleitfähigkeit errechnen.

Abbildung 39 zeigt die Wärmeleitfähigkeit der Lamine. Zum Vergleich wurden auch die Wärmeleitfähigkeiten der Harzsysteme mit aufgenommen. Wie bereits im letzten Bericht diskutiert beträgt die Leitfähigkeit im ungefüllten Harzsystem 0,2 W/mK. Wird das Harz zu Prepregs verarbeitet, so steigt die Leitfähigkeit auf 0,3 W/mK an. Der absolute Anstieg fällt somit gering aus und ist mit der geringen Leitfähigkeit der Faser von ca. 2 W/mK zu begründen. Der Faservolumengehalt der Lamine beträgt ca. 55 %. Das mit 15 vol% gefüllte Harzsystem weist eine Leitfähigkeit von 0,68 W/mK (mit kleinen Partikeln) bzw. 0,79 W/mK (größere Partikel auf). Hier ist der Effekt der Graphitpartikel, die eine sehr hohe Leitfähigkeit von ca. 140 W/mK besitzen, deutlich auszumachen. Größere Partikel weisen eine höhere Leitfähigkeit auf, da diese geringere Oberfläche besitzen und somit weniger Phononenstreuung auslösen [1-4]. Werden diese gefüllten Harzformulierungen zu Prepregs verarbeitet, so steigt die Leitfähigkeit der Lamine auf 0,91 W/mK bzw. 0,92 W/mK. Auch hier zeigt sich eine erhöhte Leitfähigkeit durch die Fasern. Interessant ist, dass die Leitfähigkeit der gefüllten Prepreg-Lamine nahezu identisch ist. Der Standardfehler ist jeweils geringer als 0,06 W/mK und deshalb im Diagramm kaum zu erkennen.

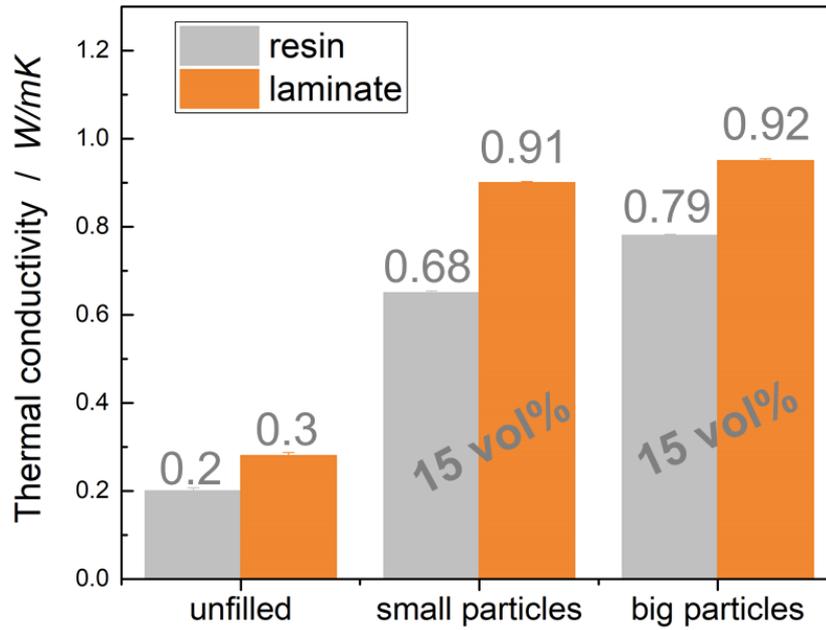


Abbildung 39: Wärmeleitfähigkeiten der ungefüllten Referenz und der additivierten Harzformulierungen mit kleinen (3 μm) und großen (18 μm) Partikeln.

Eingehende Darstellung

Die nahezu identische Leitfähigkeit der gefüllten Prepregs ist möglicherweise darauf zurückzuführen, dass die kleineren hochleitfähigen Graphitpartikel zwischen die Faserschichten gelangen und somit zu einer erhöhten Leitfähigkeit führen. Die größeren Partikel werden jedoch herausgefiltert und bleiben nahezu vollständig im interlaminaren Bereich. Abbildung 40 verdeutlicht diesen Umstand. Hier werden die Lamine mit kleinen (links) und großen (rechts) Partikeln verglichen.

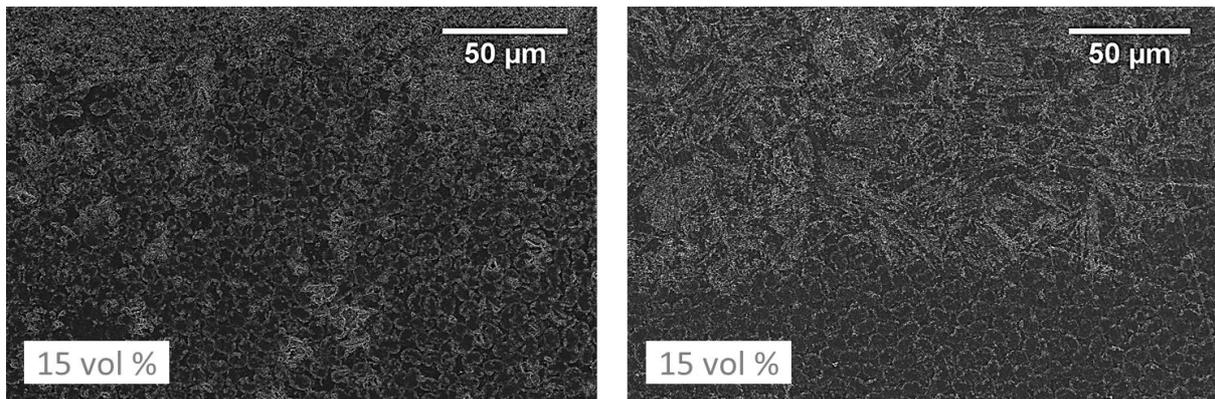


Abbildung 40: REM Aufnahmen der hergestellten Lamine, links: gefüllt mit kleinen Partikeln (3 µm), rechts: große Partikel (18 µm)

Eingehende Darstellung

Abbildung 41 zeigt die elektrische Leitfähigkeit der Harzsysteme und Lamine. Sowohl das ungefüllte Harzsystem als auch die gefüllten Systeme weisen einen hohen elektrischen Widerstand auf. Wie im letzten Bericht diskutiert liegt die elektrische Perkolationsgrenze bei ca. 17 vol% Graphit. Jedoch weist das ungefüllte Laminat eine elektrische Leitfähigkeit auf, die durch die Füllung mit Graphitpartikeln weiter erhöht wird. So liegt die Leitfähigkeit des ungefüllten Laminats bei $0,02 \text{ S/m}$, die des mit kleinen Partikeln gefüllten bei $0,8 \pm 0,2 \text{ S/m}$. Das mit großen Partikeln gefüllte Laminat weist eine elektrische Leitfähigkeit von $1,4 \pm 0,3 \text{ S/m}$ auf.

Für gewöhnlich führen kleinere Partikel zu höheren Leitfähigkeiten, da diese schneller elektrisch leitfähige Netzwerke ausbilden können. So werden meist Nanopartikel wie CNT oder Carbon Black eingesetzt, um die elektrische Leitfähigkeit zu erhöhen [5]. Hier weist jedoch das Laminat mit größeren Partikeln leicht höhere Leitfähigkeiten auf. Die Unterschiede zwischen beiden Laminaten sind jedoch sehr gering, so dass keine tiefere Interpretation der Ergebnisse aufgrund morphologischer Unterschiede möglich ist.

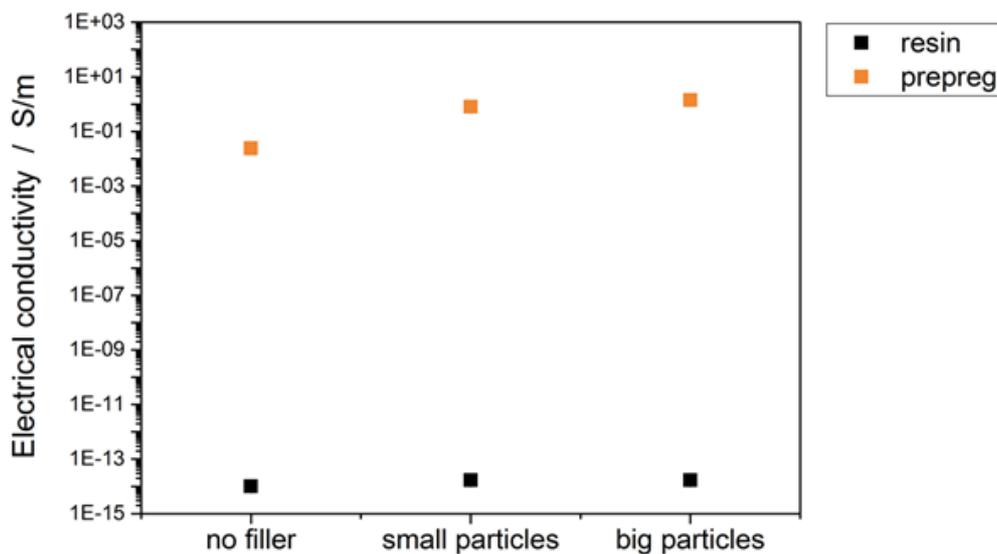


Abbildung 41: Elektrische Leitfähigkeit der hergestellten Harzformulierungen und Lamine mit kleinen ($3 \mu\text{m}$) und großen ($18 \mu\text{m}$) Partikeln

Mechanische Eigenschaften der additivierten Lamine

Von besonderer Wichtigkeit ist natürlich auch der Einfluss des Füllstoffs auf die mechanischen Eigenschaften der hergestellten Lamine. Hier spielt insbesondere die interlaminare Risszähigkeit G_{IC} eine entscheidende Rolle. Die Kennzahl drückt aus, welchen Widerstand das Material einer Rissausbreitung entgegensetzt. Abbildung 42 zeigt die interlaminare Risszähigkeit ermittelt nach DIN EN 6033. Die Energiefreisetzungsrate G_{IC} des ungefüllten Harzsystems beträgt $95 \pm 8 \text{ J/m}^2$. Die Zugabe der kleinen Graphitpartikel führt zu einer Erhöhung auf $340 \pm 50 \text{ J/m}^2$. Die Erhöhung ist auf die Rissumlenkung durch die Partikel zurück zu führen. Die mit großen Partikeln gefüllten Proben weisen G_{IC} Werte von $420 \pm 56 \text{ J/m}^2$ auf, da hier die Rissumlenkung aufgrund größerer Partikel noch weiter steigt. Die ungefüllten Lamine weisen eine interlaminare Bruchzähigkeit von $231 \pm 21 \text{ J/m}^2$ auf, die mit kleinen Partikeln gefüllten $320 \pm 27 \text{ J/m}^2$. Größere Partikel führten im Laminat zu einer Bruchzähigkeit von $252 \pm 11 \text{ J/m}^2$. Der Effekt auf Harzebene ist erwartbar aufgrund der Ergebnisse auf Harzebene. Auffallend ist jedoch, dass die Bruchzähigkeit der Lamine mit kleinen Partikeln größer ist als die mit großen Partikeln, während auf Harzebene ein umgekehrter Effekt eintrat. Dies ist jedoch mit der im vorangegangenen Abschnitt diskutierten Filtereffekten zu erklären.

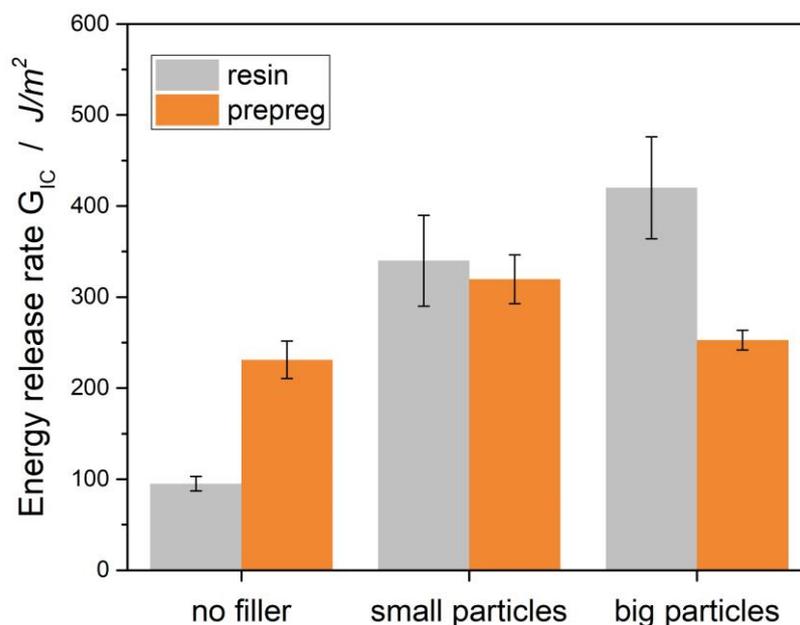


Abbildung 42: Interlaminare Risszähigkeit G_{IC} der Harzsysteme und Lamine mit kleinen ($3 \mu\text{m}$) und großen ($18 \mu\text{m}$) Partikeln

Die Mode II Bruchzähigkeit zeigt einen deutlichen Abfall von der Zähigkeit der ungefüllten Lamine ($865 \pm 64 \text{ J/m}^2$) auf $491 \pm 49 \text{ J/m}^2$ für die mit kleinen Partikeln

gefüllten bzw. $427 \pm 40 \text{ J/m}^2$ für die mit großen Partikeln gefüllten Lamine. Der Abfall ist damit zu erklären, dass mit den Partikeln bereits kleine Fehlstellen im Material vorliegen, die im Mode II (Biegemode) zu einer Schwächung des Materials führen. Der Abfall ist bei großen Partikeln größer, da hier größere Fehlstellen vorliegen.

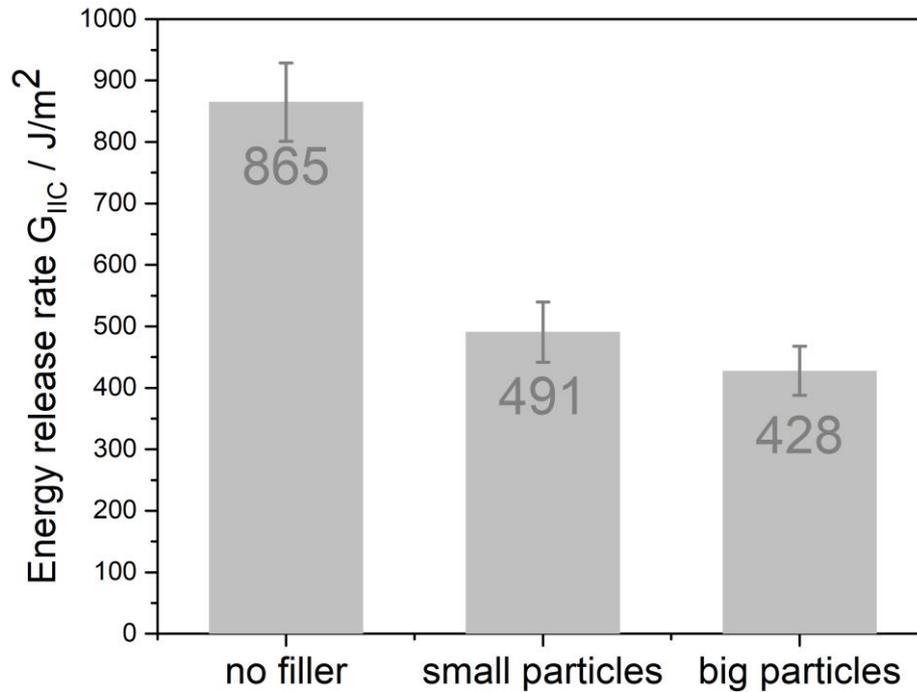


Abbildung 43: : Mode II Bruchzähigkeit der untersuchten Lamine mit kleinen ($3 \mu\text{m}$) und großen ($18 \mu\text{m}$) Partikeln

Eingehende Darstellung

Die REM-Aufnahmen des Laminats ohne Partikel (Abbildung 44) zeigt deutliche Hackling-Strukturen. Diese sprechen für eine hohe Energieaufnahme des Laminats während der mechanischen Prüfung. Die Lamine mit kleinen Partikeln (Abbildung 45) und mit großen Partikeln (Abbildung 46) können nur unzureichend Aufschluss über das Bruchverhalten liefern. Es sind insgesamt keine Hackling-Strukturen zu erkennen, was das Absinken der Bruchzähigkeit im Mode II erklärt. Die Fasern sind jedoch mit Partikeln bedeckt, was prinzipiell für eine gute Faser-Matrix Anhaftung spricht. Es ist jedoch davon auszugehen, dass die Partikel-Partikel Adhesion und Matrix-Partikel Adhesion aufgrund der Oberflächenchemie sehr gering ausfällt und deshalb der Rissausbreitung im Laminat nur ein sehr geringer Widerstand entgegengesetzt wird.

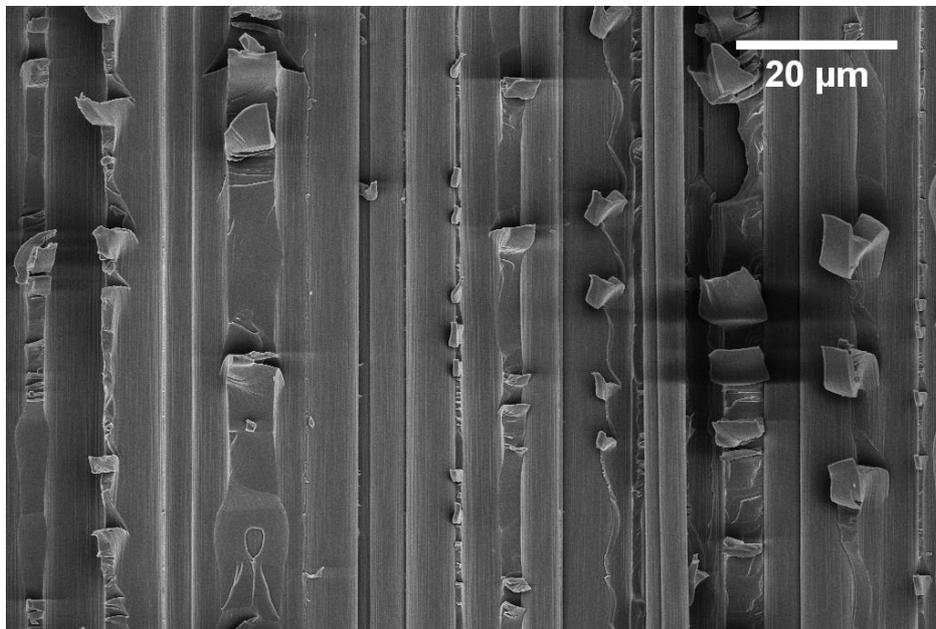


Abbildung 44: G_{IIc} Probe des ungefüllten Laminats

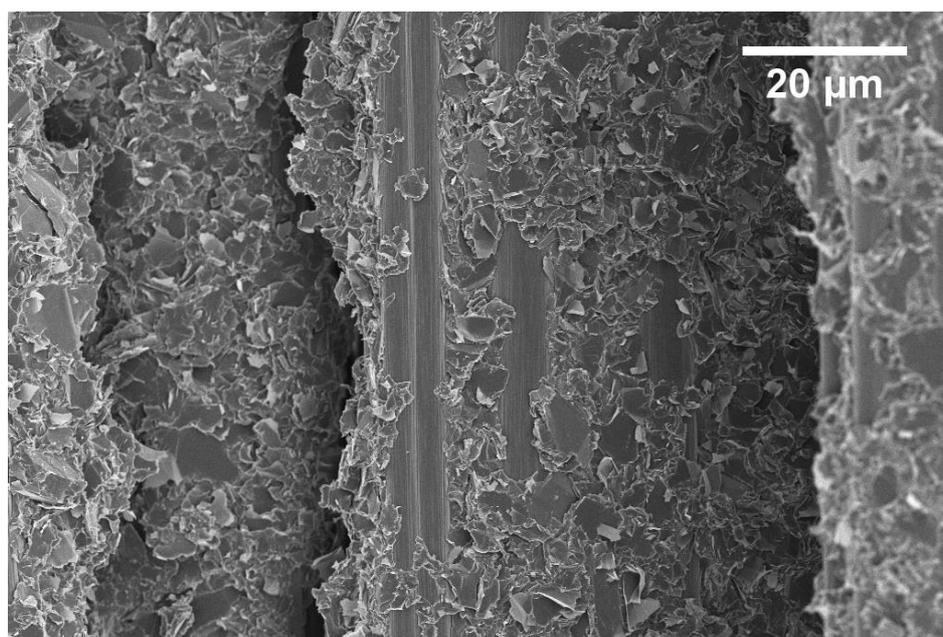


Abbildung 45: G_{IIc} Probe des Laminats mit kleinen Partikeln (3 μm)

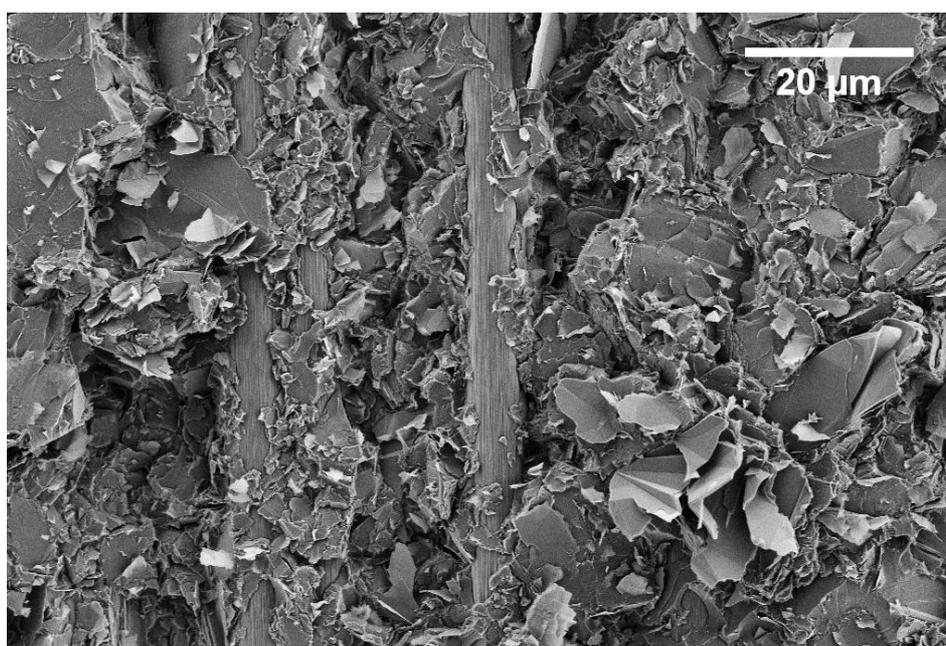


Abbildung 46: G_{IIc} Probe des Laminats mit großen Partikeln (18 μm)

2.1.7 AP 3.i: Kombination Best-candidate Additivierungen – Herstellung und Charakterisierung

Zur Verbesserung der Leitfähigkeit wurden Fasern mit verbesserter Wärmeleitfähigkeit und elektrischer Leitfähigkeit untersucht. Dazu wurden zunächst Lamine mit unterschiedlichem Faservolumengehalt hergestellt. Anschließend wurden Prepregs mit Graphit-modifizierter Matrix hergestellt.

In Abbildung 19 ist der Einfluss des Faservolumengehalts auf die Wärmeleitfähigkeit dargestellt. Es ist prinzipiell ein exponentieller Anstieg der Wärmeleitfähigkeit zu erwarten, welcher sich auch im Diagramm widerspiegelt. Die Wärmeleitfähigkeit verdoppelt sich in etwa mit einer Erhöhung des Faservolumengehalts um 18%, es ist demnach ein starker Einfluss der Fasern auf die Leitfähigkeit im Verbundmaterial festzustellen.

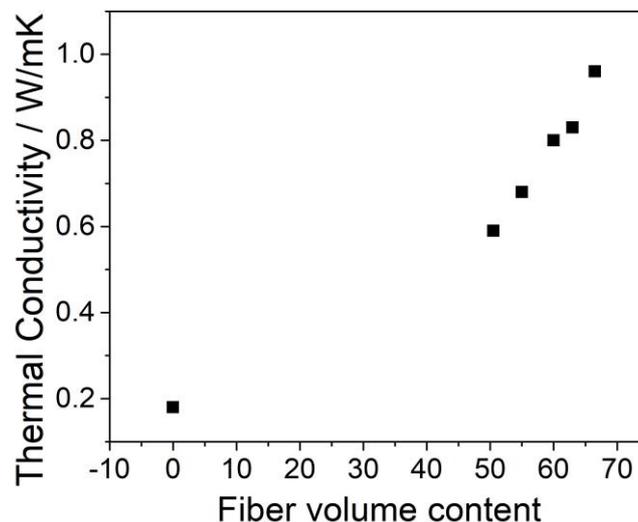


Abbildung 47: Einfluss des Faservolumengehalts auf die Wärmeleitfähigkeit

Die Einfluss des Faservolumengehalts auf die Scherfestigkeit kann Abbildung 48 entnommen werden. Hier zeigt sich, dass der Einfluss sehr schwach ausgeprägt ist.

Bei der Probe mit 61% Faservolumengehalt handelt es sich um einen Ausreiser, der morphologisch näher zu untersuchen wäre.

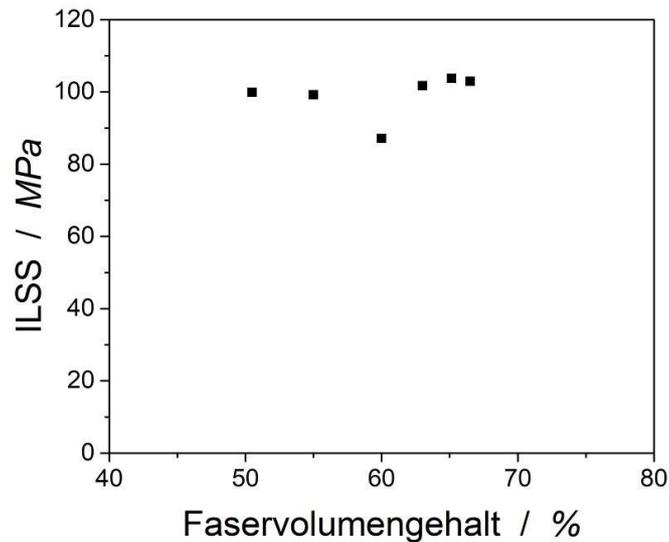


Abbildung 48: Einfluss des Faservolumengehalts auf die Scherfestigkeit der hergestellten Lamine

Abbildung 49 zeigt den Einfluss des Faservolumengehalts auf das Biegemodul der hergestellten Lamine. Nach der Mischungsregel ist bereits eine Zunahme des E-Moduls zu erwarten.

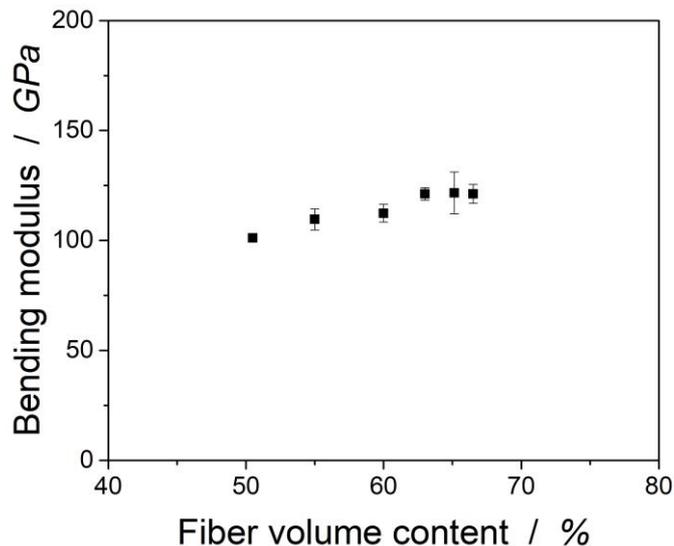


Abbildung 50: Einfluss des Faservolumengehalts auf das Biegemodul der hergestellten Lamine

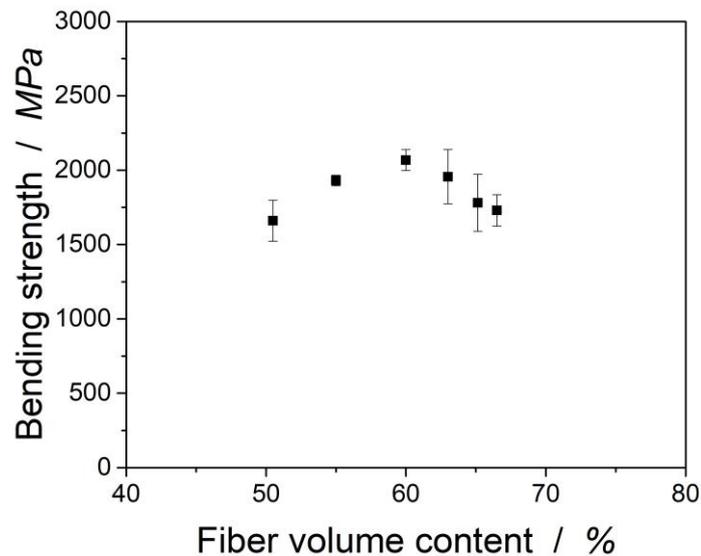


Abbildung 51: Einfluss des Faservolumengehalts auf die Biegefestigkeit der hergestellten Lamine

Abbildung 51 zeigt den Einfluss des Faservolumengehalts auf die Biegefestigkeit der Lamine. Es ist zunächst eine Zunahme bis ca. 61% Faservolumengehalt festzustellen. Diese kann damit begründet werden, dass die Fasern eine höhere Festigkeit aufweisen als die Matrix. Die anschließende Abnahme ist auf einen reduzierten Zusammenhalt des Verbundwerkstoffs zurückzuführen: Die Fasern sind vermutlich nicht vollkommen mit Harz benetzt und können die Fasern deshalb nicht mehr zusammenhalten.

Die hergestellten Prepregs werden vor der Verarbeitung auf der Anlage des LCC geslitten. Dabei sind enge Toleranzen einzuhalten. Bisher konnte lediglich webindustries als Dienstleister für das Slitten der Prepregs identifiziert werden. Die Prepregs müssen zum Slitten nach Atlanta in den USA geschickt werden. Die Eigenschaften (beispielsweise der Tack) muss dabei bestimmte Eigenschaften aufweisen, für die Bestimmung dieser Eigenschaften existieren jedoch keine genormten Prüfverfahren. Mit webindustries besteht seit Ende 2017 sehr enger Kontakt, ein Vertreter der Firma besuchte bereits im letzten unsere Prepreg-Anlage. Es wurden auch bereits Prepregs in die USA geschickt, die sich jedoch als nicht geeignet erwiesen. Das Slitten der Prepregs und die Verarbeitung an der ATL Anlage des LCC verzögerte sich deshalb.

2.2 Wichtigste Positionen des zahlenmäßigen Nachweises

Die Ausgaben erfolgten im Wesentlichen für Personalausgaben zur Durchführung der Entwicklungsarbeiten.

2.3 Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit

Die Arbeiten erfolgten im Rahmen des Projekts inhaltlich, zeitlich und finanziell stets entsprechend den Planungen und Zielstellungen. Alle Arbeiten wurden, wie in den Zwischenberichten und dem Abschlussbericht dargestellt, termingerecht bearbeitet und mit der Projektkonsortiums, federführend der Airbus AG im Hinblick auf das Ziel des Förderprojektes abgestimmt. Die Mittel sind ordnungsgemäß abgeflossen (siehe Verwendungsnachweise bzw. Sachbericht, finanzieller Teil).

2.4 Voraussichtlicher Nutzen, Verwertbarkeit der Ergebnisse

Mit dem Projekt wurden die Grundlagen für eine spätere industrielle Verwertbarkeit gelegt. Aufgrund des langen Planungshorizonts bei der Entwicklung von Flugzeugen kann der spätere Nutzen und die Weiterentwicklung noch nicht genau abgeschätzt werden. Insbesondere der Projektpartner Airbus investiert jedoch erhebliche Mittel in die Weiterentwicklung der Technologie.

Die Ergebnisse aus diesem Projekt haben des Weiteren zu einem vertieften Verständnis der Wirkungsweise von Graphitpartikeln und Faserbeschichtungen zur Veränderung der thermischen Leitfähigkeit geführt. Außerdem wurden die mechanischen Eigenschaften eingehend untersucht. Es konnte eine deutliche Steigerung der Wärmeleitfähigkeit erzielt werden.

Eine Verwertung der Ergebnisse in der Lehre ist vorgesehen und wird bereits umgesetzt. Es erfolgte eine gründliche und umfangreiche Publikation der Ergebnisse in zahlreichen Fachzeitschriften.

2.5 Bekannt gewordene Fortschritte auf dem Gebiet an anderen Stellen

Es wurden keine wesentlichen Veröffentlichungen auf dem Gebiet gefunden. Erwähnenswert ist lediglich folgende Veröffentlichung, bei der eine Matrix mit Partikeln gefüllt wurde, um die Leitfähigkeit zu beeinflussen:

- Fan, B., Liu, Y., He, D. u. Bai, J.: Enhanced thermal conductivity for mesophase pitch based carbon fiber/modified boron nitride/epoxy composites. *Polymer* 122 (2017), S. 71–76

2.6 Erfolgte oder geplante Veröffentlichungen

Vorträge auf nationalen und internationalen Tagungen und Konferenzen

- *S. Bard, G. Bakis, V. Altstädt*
Thermal, electrical and mechanical behaviour of highly filled epoxy resins with graphitic platelets
SAMPE Europe 2017, Stuttgart
- *S. Bard, M. Demleitner, M. Radtke, V. Altstädt*
Thermal and electrical conductivity of epoxy carbon fiber prepreg laminates filled with different sizes of graphite particles
European Conference on Composite Materials (ECCM) 2018, Athen
- *S. Bard, M. Demleitner, V. Altstädt*
Fracture behaviour of prepreg laminates studied by in-Situ SEM mechanical tests
European Conference of Fracture (ECF) 2018, Belgrad
- *S. Bard, V. Altstädt*
New Materials for electrically driven Aircrafts: Thermally conductive carbon fiber reinforced composites
Electric and hybrid aerospace symposium 2018, Köln
- *S. Bard, V. Altstädt*
Einfluss von Kohlenstofffaser und Epoxidharzmatrix auf die Wärmeleitfähigkeit von Faserverbundwerkstoffen
Wärmeleitfähige Kunststoffe für das Thermomanagement 2019, Lüdenscheid

Begutachtete Publikationen

- *S. Bard, M. Demleitner, M. Häublein, V. Altstädt*
Fracture behaviour of prepreg laminates studied by in-situ SEM mechanical tests
Procedia Structural Integrity, 2018, Volume 13, Pages 1442-1446
- *S. Bard, F. Schönl, M. Demleitner, V. Altstädt*
Influence of fiber volume content on thermal conductivity in transverse and fiber direction of carbon fiber reinforced epoxy laminates
Materials, 2019, Volume 12(7), 1084

- *S. Bard, M. Demleitner, S. Matejka, V. Altstädt*
Effect of particle size on thermal, electrical and mechanical properties of graphite epoxy composites
Journal of Thermal Engineering, in press

- *S. Bard, M. Demleitner, M. Radtke, V. Altstädt*
Transverse thermal conductivity of epoxy carbon fiber prepreg laminates with graphite filled matrix
Journal of Composites Science, 2019, Volume 3(2), 44

- *S. Bard, M. Demleitner, F. Schön, V. Altstädt*
Influence of copper and nickel coating of carbon fiber on thermal and electrical conductivity of fiber reinforced composites
Polymers, 2019, Volume 11(5), 823

Ort

Datum

Unterschrift