

Prozess-Struktur-Eigenschafts- Beziehung integral im Hochdruckver- fahren gefertigter, langglasfaserver- stärkter Polymerschaumsandwich- bauteile

zur Erlangung des akademischen Grades eines

Doktors der Ingenieurwissenschaften

von der Fakultät für Maschinenbau
des Karlsruher Instituts für Technologie (KIT)

genehmigte

Dissertation

von

Dipl.-Ing. Christoph Lohr

aus Mainburg

Tag der mündlichen Prüfung: 20.12.2018

Hauptreferent: Prof. (apl.) Dr.-Ing. habil. Kay André Weidenmann

Korreferenten: Prof. Dr.-Ing. Peter Elsner und

Prof. Dr.-Ing. Michael Gehde

Kurzfassung

Im Rahmen dieser wissenschaftlichen Arbeit wird das Themenfeld der (langglasfaserverstärkten), thermoplastischen Integralsandwichbauteile betrachtet, die durch Schaumspritzgießen mit Präzisionsöffnungshub („De-kompressionshub“) hergestellt werden. Neben den unverstärkt geschäumten Polymersandwichbauteilen werden das erzielbare Leichtbaupotential der beiden Prozessvarianten „MuCell“ und „D-LFT-TSG“ zur Fertigung von langglasfaserverstärkten Integralschaumbauteilen aus PP und PA6 untersucht.

Das „MuCell“ Verfahren basiert dabei auf kommerziell verfügbaren, langglasfaserverstärkten Stäbchengranulaten, die plastifiziert und mit Gas beladen werden. Bei dem Direkt-Langglasfaser-Thermoplastschaumspritzgießen (D-LFT-TSG) werden im Gegensatz dazu Endlosglasfasern, Polymer und Gas in einem Extruder compounding und direkt an eine Spritzeinheit überführt. So kann die Zusammensetzung individuell eingestellt werden und es kann so auch auf weniger kommerziell übliche Polymersysteme (rPP/GF und PPS/GF) zur Betrachtung des Leichtbaupotential zurückgegriffen werden.

Durch diesen Prozessvergleich, die Variation der Prozessparameter in einem weiten Prozessfenster für PA6 und PP und einer Untersuchung der rheologischen Eigenschaften von PP/LGF gewährt diese Arbeit einen umfangreichen wissenschaftlichen Einblick in die unterschiedlichen Prozesstechniken. Mittels intensiver Strukturanalyse durch REM-/Schliffaufnahmen, Faserlängenanalyse und CT Bildern werden für die Materialklasse der integral gefertigten, langglasfaserverstärkten Polymersandwichbauteil ein tiefgehendes Verständnis der Auswirkungen der Prozessführung auf die Strukturausbildung erarbeitet.

Abschließend werden mechanische Untersuchungen gezeigt, um ein komplettes, durchgehendes und tiefgreifendes Verständnis vom Prozess - über die Struktur - hin zu den Eigenschaften von langglasfaserverstärkter, thermoplastischen Integralschaumbauteilen zu erhalten.

Abstract

Within this scientific study, the field of (long glass fiber reinforced), thermoplastic integral sandwich structures manufactured via foam injection molding using a precision opening stroke (“decompression molding”) is examined. Together with neat polymer as reference material, the lightweight design potential of two process variations (“MuCell” and “D-LFT-FIM”) for manufacturing long glass fiber reinforced sandwich structures (PP and PA6) is investigated and compared.

The “MuCell” process is based on commercial grade long glass fiber reinforced rod shaped granules which are plasticized and laden with a physical blowing agent. In contrast, the “D-LFT-FIM” (“direct long glass fiber reinforced thermoplastic foam injection molding”) utilizes a combination of continuous fibers, neat polymer and supercritical gas compound within a twin screw extruder. After the compounding step, the mixture is transferred directly to the injection unit and processed. Hereby material systems and combinations can be individual adjusted and less commercially used combinations like PPS/GF and rPP/GF can be foamed and manufactured within the FIM process.

Realizing a comparison of both these processes in a wide process range for PA6 and PP and investigations on the rheological properties of PP/LGF this study allows a deep understanding of the scientific questions regarding long glass fiber reinforced foamed sandwich structures. Using methods such as SEM-, Cross-section-, CT- and fiber length analysis the influence of the processing parameters on the microstructure of this material class can be observed.

In addition, the studies on the resulting mechanical properties generate a complete, continuous correlation beginning with the process, to the microstructure to the mechanical properties for long glass fiber reinforced thermoplastic integral foamed sandwich structures.

Inhaltsverzeichnis

Kurzfassung	i
Abstract	iii
Inhaltsverzeichnis	v
Abbildungsverzeichnis	ix
Tabellenverzeichnis	xix
Abkürzungsverzeichnis	xxi
Vorwort	xxiv
1 Einleitung	1
1.1 Motivation und Zielsetzung	1
1.2 Strategie und Aufbau der Arbeit	4
2 Kenntnisstand	5
2.1 Materialsysteme	5
2.1.1 Polymere	5
2.1.2 Faser-/Matrix Verbunde	12
2.1.3 Langglasfaserverstärkte Polymere	14
2.2 Thermoplast-Schaumspritzgießen	19
2.2.1 MuCell Prozess	23
2.2.2 D-LFT(-TSG) Prozesse	25
2.3 Rheologie gasbeladener und faserverstärkter Polymerschmelzen ..	31
2.3.1 Grundlagen der Rheologie	31
2.3.2 (Inline-) Hochdruckkapillarrheometer	36
2.4 Strukturanalyse von Integralschaumbauteilen im TSG	47
2.5 Mechanische Eigenschaften von Integralschaumbauteilen	56
2.6 Bewertung des Kenntnisstands	63
3 Experimentelles	67
3.1 Materialsysteme	67
3.1.1 Probenbezeichnung	68

3.1.2	Polypropylen	69
3.1.3	Polyamid 6.....	69
3.1.4	Random Polypropylen.....	70
3.1.5	Polyphenylensulfid.....	70
3.1.6	Übersicht Materialzusammensetzung.....	71
3.2	Prozesse	73
3.2.1	MuCell Prozess.....	73
3.2.2	D-LFT-TSG Prozess.....	74
3.2.3	Werkzeugtechnik.....	76
3.2.4	Prozessparameter und Probekörperentnahme.....	81
3.2.5	Bauweisen	88
3.2.6	(Inline) Hochdruckkapillarrheologie	93
3.3	Struktur der Integralschaumbauteile.....	96
3.3.1	Schliffbilder/Querschnittsaufnahmen.....	96
3.3.2	Faserlängenanalyse (FASEP).....	97
3.3.3	CT Aufnahmen und Auswertung.....	99
3.4	Mechanische Eigenschaften.....	101
3.4.1	4-Punkt-Biegung	101
3.4.2	Charpy-Schlagzähigkeit	103
3.4.3	Druckversuche.....	104
4	Ergebnisse	105
4.1	Prozessuntersuchungen und Rheologie	105
4.1.1	Werkzeuginnendrucke.....	105
4.1.2	Inline Hochdruckkapillarrheologie.....	118
4.2	Struktur der Integralschäume.....	121
4.2.1	Schliffbilder und REM Aufnahmen	121
4.2.2	Faserlängenanalyse.....	146
4.2.3	Faserorientierung und Faserlage (CT).....	160
4.3	Mechanische Eigenschaften.....	172
4.3.1	4-Punkt Biegung.....	172
4.3.2	Charpy Schlagzähigkeit.....	201
4.4	Abgleich mit Differentialbauweise.....	211
5	Diskussion.....	216
5.1	Prozessuntersuchungen und Rheologie	216

5.2	Struktur der Integralschäume	224
5.3	Mechanische Eigenschaften.....	237
5.4	Abgleich mit Differentialbauweise	246
6	Zusammenfassung und Gesamtfazit	249
7	Literaturverzeichnis	254

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Unterbodenstruktur Mercedes C-Klasse aus PP/LGF30 im Niederdruckverfahren geschäumt [3]	3
Abbildung 2: Werkstoffpyramide/Einteilung für thermoplastische Polymere (nach [4]).....	6
Abbildung 3: Verschiedene Granulattypen (kurz-, und langfaserverstärkt) (nach [26, 35]).....	15
Abbildung 4: Vereinfachte Darstellung der Faserorientierung für kurzfaserverstärkte (links) und langfaserverstärkte (rechts) Spritzgießbauteile (nach [48]).....	18
Abbildung 5: Prinzip des Nieder- und Hochdruckverfahren beim Schaumspritzgießen	22
Abbildung 6: Prinzip des MuCell Prozess mit angepasster Langglasfaserschnecke zur LFT Verarbeitung (nach [39])	24
Abbildung 7: Prinzip einer Einschnecken-SGM mit Faserdirekteinzug (nach [48]).....	26
Abbildung 8: Prinzip des D-LFT-TSG Prozess (nach [39]).....	30
Abbildung 9: Fließgeschwindigkeit eines Fluids im Spalt des Zwei-Platten-Modells für Scherversuche (nach [83]).....	31
Abbildung 10: Schematische Fließkurve (links) und Viskositätskurve (rechts) für ein newtonsches (1), strukturviskoses (2) und dilatantes (3) Verhalten (nach [83]).....	33
Abbildung 11: Schematische Darstellung der Viskosität eines thermoplastischen Polymers über der Scherrate (nach [83])	34
Abbildung 12: Scherratenbereiche versch. Verarbeitungsprozesse und Rheometer (nach [87])	35
Abbildung 13: Prinzipieller Aufbau eines Kapillarrheometers (nach [86] und [87]).....	37

Abbildung 14: Schematische Darstellung der Eingangseffekte in einem Kapillarrheometer (links); Schematische Bagley-Kurven für zwei Scherraten (rechts) (nach [87])	38
Abbildung 15: Prinzipieller Aufbau des optimierten Inline-Hochdruckkapillarrheometer (nach [118]).....	45
Abbildung 16: Schematischer Aufbau einer dreiteiligen Sandwichstruktur [120].....	47
Abbildung 17: Schematische (links) und reale (rechts) Dichte- und Elastizitätsmodul-Verteilung über den Integralschaumquerschnitt (nach [39, 121]).....	48
Abbildung 18: Schlibfbilder zu PP mit 30 Gew.% Glasfaseranteil aus dem MuCell Prozess (links) und dem D-LFT-TSG Prozess (rechts) (nach [39]).....	54
Abbildung 19: Schlibfbilder zu PA6 unverstärkt (links) und PA6 mit 50% LGF (rechts), je mit Dichterreduktion von 30 % [152].....	55
Abbildung 20: Modellvorstellung Integralschaum [39]	56
Abbildung 21: Biegemodul über Dichte von kompakten (und verstärkten) Polymeren (hPP – orange, rPP – gelb, PA6 – grün, PPS – blau) aus dem CES EduPack.....	60
Abbildung 22: Spritzgießmaschine ENGEL duo 700 pico combi M compounder ([158]); linke Seite: MuCell Aggregat, rechte Seite: D-LFT-TSG Prozesseinheiten.....	73
Abbildung 23: Schneckenkonfiguration des DSE mit Elementen am Gasinjektor (unten links) und Fasereinzug (unten rechts). 75	
Abbildung 24: CAD Darstellung Spritzgießwerkzeugform (links: Auswerferseite, rechts: Düsen­seite)	77
Abbildung 25: Positionen und Bezeichnungen der Druck- und Temperatur Sensoren auf der Düsen­seite im Spritzgießwerkzeug.....	78
Abbildung 26: Geometrie der Rippen und Dome (siehe auch [166]).....	79
Abbildung 27: Querschnitt der Rheologiedüse zur Inline Viskositätsbestimmung (siehe auch [163])	80
Abbildung 28: Position Probekörperentnahme.....	88

Abbildung 29: Herstellungsprinzip der Sandwichstrukturen in Differentialbauweise mittels SGM.....	90
Abbildung 30: Herstellungsprinzip der Sandwichstrukturen in Differentialbauweise mittels Heißpressen (HP)	90
Abbildung 31: Herstellungsprinzip der Sandwichstrukturen in Differentialbauweise mittels SVK (nach [171]).....	91
Abbildung 32: Schematischer Querschnitt Heißkanal mit Anspritzpunkt (1), geöffneter Nadelverschlussdüse (2), Druck-/Temperatursensoren P1 (3) und P2 (4), Umgebungswürfel (5).....	94
Abbildung 33: Schliffbild der Probe PA6_M_HD_300/80_0_0 mit eingezeichnetem Übergang Kern-/Deckschichten (aus [164]).....	97
Abbildung 34: Prinzipieller Versuchsaufbau zur 4-Punkt Biegung	102
Abbildung 35: Prinzipieller Versuchsaufbau zum Charpy Schlagzähigkeitsversuch (Schmalseitiger Schlag – links und Breitseitiger Schlag – rechts) nach EN ISO 179	103
Abbildung 36: Werkzeuginnendruckkurven PP (MuCell, kein Glasfaseranteil)	108
Abbildung 37: Werkzeuginnendruckkurven PP (MuCell, 40 Gew.% Glasfaseranteil)	109
Abbildung 38: Werkzeuginnendruckkurven PP (D-LFT-TSG, 40 Gew.% Glasfaseranteil)	110
Abbildung 39: Werkzeuginnendruckkurven PA6 (MuCell kein Glasfaseranteil)	112
Abbildung 40: Werkzeuginnendruckkurven PA6 (MuCell, 40 Gew.% Glasfaseranteil)	113
Abbildung 41: Werkzeuginnendruckkurven PA6 (D-LFT-TSG, 40 Gew.% Glasfaseranteil)	114
Abbildung 42: Werkzeuginnendruckkurven rPP (D-LFT-TSG, 40 Gew.% Glasfaseranteil)	115

Abbildung 43: Werkzeuginnendruckkurven PPS (D-LFT-TSG, kein Glasfaseranteil) 116

Abbildung 44: Werkzeuginnendruckkurven PPS (D-LFT-TSG, 20 Gew.% Glasfaseranteil) 117

Abbildung 45: Wahre Viskosität über wahrer Scherrate von PP unverstärkt bei 220 °C Masstemperatur (siehe auch [163]) 118

Abbildung 46: Scheinbare Viskosität über scheinbarer Scherrate (Daten aus IHKR) für PP bei verschiedenen Masstemperaturen und PP/LGF40 (siehe auch [163])..... 120

Abbildung 47: Wahre Viskosität über wahrer Scherrate von PP und PP mit 0,3 Gew.% N2 bei 240 °C (Daten aus HKR und IHKR) (siehe auch [163])..... 121

Abbildung 48: Schlibfbilder vom Querschnitt der PP Proben im MuCell Verfahren ohne und mit 40 Gew.% Glasfaseranteil 122

Abbildung 49: k-Verhältnis für PP im MuCell (kein, 30 Gew.% und 40 Gew.% Faseranteil) 123

Abbildung 50: REM Aufnahmen von Bruchflächen von 30 Gew.% faserverstärktem PP (MuCell)..... 124

Abbildung 51: REM Aufnahmen von Bruchflächen von 40 Gew.% faserverstärktem PP (MuCell)..... 125

Abbildung 52: Schlibfbilder vom Querschnitt der PP Proben im D-LFT-TSG mit 30 Gew.% und 40 Gew.% 127

Abbildung 53: k-Verhältnis für PP im D-LFT-TSG (30 Gew.% und 40 Gew.% Faseranteil) 128

Abbildung 54: REM Aufnahmen von Bruchflächen von 30 Gew.% faserverstärktem PP (D-LFT-TSG)..... 129

Abbildung 55: REM Aufnahmen von Bruchflächen von 40 Gew.% faserverstärktem PP (D-LFT-TSG)..... 130

Abbildung 56: Schlibfbilder vom Querschnitt der PA6 Proben mit 0 Gew.% Glasfasern..... 131

Abbildung 57: Schlibfbilder vom Querschnitt der PA6 Proben mit 30 bzw. 40 Gew.% Glasfasern..... 132

Abbildung 58: k-Verhältnis für PA6 im MuCell (kein, 30 Gew.% und 40 Gew.% Faseranteil)	133
Abbildung 59: REM Aufnahmen von Bruchflächen von 30 Gew.% faserverstärktem PA6 (MuCell)	134
Abbildung 60: REM Aufnahmen von Bruchflächen von 40 Gew.% faserverstärktem PA6 (MuCell)	135
Abbildung 61: Schlibbilder vom Querschnitt der PA6 Proben im D-LFT-TSG mit 30 Gew.% und 40 Gew.% Glasfaseranteil	136
Abbildung 62: k-Verhältnis für PA6 im D-LFT-TSG (30 Gew.% und 40 Gew.% Faseranteil)	137
Abbildung 63: REM Aufnahmen von Bruchflächen von 30 Gew.% faserverstärktem PA6 (D-LFT-TSG)	138
Abbildung 64: REM Aufnahmen von Bruchflächen von 40 Gew.% faserverstärktem PA6 (D-LFT-TSG)	139
Abbildung 65: REM Aufnahmen von Bruchflächen von 30 Gew.% glasfaserverstärktem rPP (D-LFT-TSG; rPP_D_HD_200/40_30_X_p (oben) und rPP_D_HD_240/60_30_X_p (unten)).....	140
Abbildung 66: REM Aufnahmen von Bruchflächen von 40 Gew.% glasfaserverstärktem rPP (D-LFT-TSG; rPP_D_HD_200/40_40_X_p (oben) und rPP_D_HD_240/60_40_X_p (unten)).....	141
Abbildung 67: k-Verhältnis für rPP im D-LFT-TSG (30 Gew.% Glasfaseranteil)	142
Abbildung 68: k-Verhältnis für rPP im D-LFT-TSG (40 Gew.% Glasfaseranteil)	143
Abbildung 69: REM Aufnahmen von unverstärktem PPS (D-LFT-TSG) ..	144
Abbildung 70: REM Aufnahmen von 20 Gew.% glasfaserverstärktem PPS (D-LFT-TSG).....	145
Abbildung 71: k-Verhältnis für PPS im D-LFT-TSG (ohne und mit 20 Gew.% Faseranteil)	146

Abbildung 72: Vergleich Faserlängenhistogramme MuCell und D-LFT-TSG für PP (PP_HD_220/50_30_1,5_p (oben); PP_HD_200/40_40_3_p (Mitte); PP_HD_240/60_40_0_p (unten); 150

Abbildung 73: Vergleich Faserlängenhistogramme MuCell und D-LFT-TSG für PA6 (PA6_HD_290/90_30_1_p (oben); PA6_HD_280/80_40_2_p (Mitte); PA6_HD_300/100_40_0_p (unten)) 153

Abbildung 74: Faserlängenhistogramme (Vgl. CT und FASEP) zu PP_M_HD_220/50_30_1,5 (oben), PP_M_HD_200/40_40_3 (Mitte), PP_M_HD_240/60_40_0 (unten) 158

Abbildung 75: Faserlängenhistogramme (Vgl. CT und FASEP) zu PP_D_HD_220/50_30_1,5 (oben), PP_D_HD_200/40_40_3 (Mitte), PP_D_HD_240/60_40_0 (unten) 159

Abbildung 76: Faserorientierung zu den Proben PP_M_HD_220/50_30_1,5 (oben), PP_M_HD_200/40_40_3 (Mitte) und PP_M_HD_240/60_40_0 (unten) 163

Abbildung 77: Quantitative Faserorientierungstensoren und Faservolumengehalte zu den Proben PP_M_HD_220/50_30_1,5 (oben), PP_M_HD_200/40_40_3 (Mitte) und PP_M_HD_240/60_40_0 (unten) 164

Abbildung 78: Faserorientierung zu den Proben PP_D_HD_220/50_30_1,5 (oben), PP_D_HD_200/40_40_3 (Mitte) und PP_D_HD_240/60_40_0 (unten) 166

Abbildung 79: Quantitative Faserorientierungstensoren und Faservolumengehalte zu den Proben PP_D_HD_220/50_30_1,5 (oben), PP_D_HD_200/40_40_3 (Mitte) und PP_D_HD_240/60_40_0 (unten) 167

Abbildung 80: Faserorientierung und -lage der Proben PP_M_HD_220/50_30_1,5 (oben), PP_M_HD_200/40_40_3 (Mitte) und PP_M_HD_240/60_40_0 (unten)	169
Abbildung 81: Faserorientierung und -lage zu den Proben PP_D_HD_220/50_30_1,5 (oben), PP_D_HD_200/40_40_3 (Mitte) und PP_D_HD_240/60_40_0 (unten)	171
Abbildung 82: M_{BEM} für PP im MuCell Verfahren (kein Glasfaseranteil) ..	173
Abbildung 83: M_{BEM} für PP im MuCell Verfahren (30 Gew.% Glasfaseranteil)	174
Abbildung 84: M_{BEM} für PP im MuCell Verfahren (40 Gew.% Glasfaseranteil)	175
Abbildung 85: M_{kDb} für PP MuCell im MuCell Verfahren (kein Glasfaseranteil)	176
Abbildung 86: M_{MF} für PP im MuCell Verfahren (30 Gew.% Glasfaseranteil)	177
Abbildung 87: M_{MF} für PP im MuCell Verfahren (40 Gew.% Glasfaseranteil)	178
Abbildung 88: M_{BEM} für PP im D-LFT-TSG Verfahren (30 Gew.% Glasfaseranteil)	179
Abbildung 89: M_{BEM} für PP im D-LFT-TSG Verfahren (40 Gew.% Glasfaseranteil)	180
Abbildung 90: M_{MF} für PP im D-LFT-TSG Verfahren (30 Gew.% Glasfaseranteil)	181
Abbildung 91: M_{MF} für PP im D-LFT-TSG Verfahren (40 Gew.% Glasfaseranteil)	182
Abbildung 92: M_{BEM} für PA6 im MuCell Verfahren (keine Glasfaseranteil)	183
Abbildung 93: M_{BEM} für PA6 im MuCell Verfahren (30 Gew.% Glasfaseranteil)	184
Abbildung 94: M_{BEM} für PA6 im MuCell Verfahren (40 Gew.% Glasfaseranteil)	185
Abbildung 95: M_{kDb} für PA6 im MuCell Verfahren (kein Glasfaseranteil)	186

Abbildung 96: M_{MF}/M_{kDb} für PA6 im MuCell (30 Gew.% Glasfaseranteil) 187

Abbildung 97: M_{MF}/M_{kDb} für PA6 im MuCell (40 Gew.% Glasfaseranteil) 188

Abbildung 98: M_{BEM} für PA6 im D-LFT-TSG (30 Gew.% bzw. 40 Gew.% Glasfaseranteil) 189

Abbildung 99: M_{MF}/M_{kDb} für PA6 im D-LFT-TSG (30 Gew.% bzw. 40 Gew.% Glasfaseranteil)..... 190

Abbildung 100: M_{BEM} für rPP im D-LFT-TSG Verfahren (30 Gew.% Glasfaseranteil und Ref.)..... 192

Abbildung 101: M_{BEM} für rPP im D-LFT-TSG Verfahren (40 Gew.% Glasfaseranteil und Ref.)..... 193

Abbildung 102: M_{MF} bzw. M_{kDb} für rPP im D-LFT-TSG Verfahren (30 Gew.% Glasfaseranteil)..... 195

Abbildung 103: M_{MF} bzw. M_{kDb} für rPP im D-LFT-TSG Verfahren (40 Gew.% Glasfaseranteil)..... 196

Abbildung 104: M_{BEM} für PPS im D-LFT(-TSG) Verfahren (kein Glasfaseranteil) 197

Abbildung 105: M_{BEM} für PPS im D-LFT(-TSG) Verfahren (20 Gew.% Glasfaseranteil) 198

Abbildung 106: M_{kDb} für PPS im D-LFT(-TSG) Verfahren (kein Glasfaseranteil) 199

Abbildung 107: M_{MF} / M_{kDb} für PPS im D-LFT(-TSG) Verfahren (20 Gew.% Glasfaseranteil) 200

Abbildung 108: M_C für PP im MuCell Verfahren (kein Glasfaseranteil).... 202

Abbildung 109: M_C für PP im MuCell Verfahren (30 Gew.% und 40 Gew.% Glasfaseranteil) 203

Abbildung 110: M_C für PP im D-LFT-TSG (30 Gew.% und 40 Gew.% Glasfaseranteil) 204

Abbildung 111: M_C für PA6 im MuCell (kein Glasfaseranteil) 205

Abbildung 112: M_C für PA6 im MuCell (30 Gew.% und 40 Gew.% Glasfaseranteil) 206

Abbildung 113: M_C für PA6 im D-LFT-TSG (30 Gew.% und 40 Gew.% Glasfaseranteil)	207
Abbildung 114: M_C für rPP im D-LFT-TSG Verfahren (30 Gew.% Glasfaseranteil)	208
Abbildung 115: M_C für rPP im D-LFT-TSG Verfahren (40 Gew.% Glasfaseranteil)	209
Abbildung 116: M_C für PPS im D-LFT-TSG Verfahren (kein und 20 Gew.% Glasfaseranteil)	210
Abbildung 117: Schliffbilder vom Querschnitt der PA6 Proben in Differentialbauweise	211
Abbildung 118: Schliffbilder vom Querschnitt der PP Proben in Differentialbauweise	213
Abbildung 119: Abgleich M_{BEM} für Proben in Differential-/Integralbauweisen	214
Abbildung 120: Abgleich M_{MF} bzw. M_{kDb} für Proben in Differential- /Integralbauweise	215
Abbildung 121: Werkzeuginnendruck PP im MuCell Prozess (ohne Glasfaserverstärkung)	218
Abbildung 122: Werkzeuginnendruck PP im MuCell und D-LFT-TSG Prozess (mit 40 Gew.% Glasfaserverstärkung)	218
Abbildung 123: Werkzeuginnendruck PA6 im MuCell Prozess (ohne Glasfaserverstärkung)	219
Abbildung 124: Werkzeuginnendruck PA6 im MuCell und D-LFT-TSG Prozess (mit 40 Gew.% Glasfaserverstärkung)	220
Abbildung 125: Werkzeuginnendruck rPP im D-LFT-TSG Prozess (mit 40 Gew.% Glasfaserverstärkung)	221
Abbildung 126: Werkzeuginnendruck PPS im D-LFT-TSG Prozess (mit 40 Gew.% Glasfaserverstärkung)	221
Abbildung 127: 4D Konturplot für PP MuCell (siehe auch [161])	225
Abbildung 128: 4D Konturplot für PA6 MuCell (siehe auch [164])	226
Abbildung 129: Vergleich k-Verhältnis PP MuCell und D-LFT-TSG	227
Abbildung 130: Mittlere Zellgröße PPS (D-LFT-TSG)	229

Abbildung 131: Mittlere Zellgröße PA6 (MuCell, D-LFT-TSG)..... 230

Abbildung 132: Gegenüberstellung Schlifffbilder, REM und CT Aufnahmen
zu den Proben PP_M_HD_200/40_40_3 (oben) und
PP_M_HD_200/40_40_3 (unten) 236

Abbildung 133: Gegenüberstellung Detailaufnahmen REM zu den Proben
rPP_D_HD_240/60_40_3 (links) und
PP_D_HD_240/60_40_3 (rechts) 245

Abbildung 134: Ashby Diagramm (Biegemodul über Dichte) für PP und PA6
(0 Gew.%, 30 Gew.% und 40 Gew.% je im Mucell und D-
LFT-TSG Verfahren hergestellt 251

Abbildung 135: Ashby Diagramm (Biegemodul über Dichte) für hPP, rPP,
PA6 (30 Gew.% und 40 Gew.%) und PPS (20 Gew.%) im
D-LFT Verfahren hergestellt..... 253

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1:	Übersicht Literaturquellen (Materialsystem, Verfahren, Eigenschaften).....	66
Tabelle 2:	Schema Probenbezeichnung und -beschriftung.....	68
Tabelle 3:	Materialzusammensetzung PP, PA6, rPP und PPS beim MuCell und D-LFT-TSG	72
Tabelle 4:	Prozessparameter für PP im MuCell Prozess	82
Tabelle 5:	Prozessparameter für PP im D-LFT-TSG Prozess	83
Tabelle 6:	Prozessparameter für PA6 im MuCell Prozess	84
Tabelle 7:	Prozessparameter für PA6 im D-LFT-TSG Prozess	85
Tabelle 8:	Prozessparameter für rPP im D-LFT-TSG Prozess.....	86
Tabelle 9:	Prozessparameter für PPS im D-LFT-TSG Prozess.....	87
Tabelle 10:	Prozessparameter Differentialverfahren.....	92
Tabelle 11:	Volumenstrom mit zugehörigen Scherraten.....	95
Tabelle 12:	Aufnahmeparameter Computertomographie.....	100
Tabelle 13:	Druckabfall bei verschiedenen Materialsystemen (PP und PP/LGF) bei verschiedenen Massetemperaturen.....	119
Tabelle 14:	Ergebnisse Faserlängenanalyse Polypropylen.....	148
Tabelle 15:	Faserpräservationsfaktor zwischen D-LFT und MuCell Prozess bei PP Proben.....	149
Tabelle 16:	Ergebnisse Faserlängenanalyse Polyamid 6.....	151
Tabelle 17:	Faserpräservationsfaktor zwischen D-LFT-TSG und MuCell Prozess bei PA6 Proben	152
Tabelle 18:	Ergebnisse Faserlängenanalyse random Polypropylen....	155
Tabelle 19:	Ergebnisse Faserlängenanalyse Polyphenylensulfid	156
Tabelle 20:	Proben zur Computertomographie	160
Tabelle 21:	Vergleich Modell zu experimentellen Daten.....	241

Tabelle 22: Qualitative Einflussparameter integral gefertigter,
 langglasfaserverstärkter Sandwichstrukturen..... 251

Abkürzungsverzeichnis

(h)PP	(homopolymer) Polypropylen
(I)HKR	(Inline) Hochdruckkapillarrheometer
ABS	Acrylnitril-Butadien-Styrol
CBA	Chemical blowing agent
CT	Computertomograph
D-LFT	Direkt langfaserverstärkter Thermoplast
DOE	Design of Experiments
DSC	dynamische Differenzkalorimetrie
DSE	Doppelschneckenextruder
Gew.%	Gewichtsprozent
GF	Glasfasern
IAM	Institut für Angewandte Materialien
ICT	Fraunhofer Institut für Chemische Technologie
IMC	Injection molding compounder
LDPE	low density Polyethylen
M_{BEM}	Materialindex für steife und leichte Platten
M_{kDb}	Materialindex für steife und leichte Platten (konv. Durchbiegung)
M_{MF}	Materialindex für feste und leichte Platten (Maximale Festigkeit)

MT	Massetemperatur
PA6	Polyamid 6
PBA	Physical blowing agent
PC	Polycarbonat
PP/LGF	PP mit Langglasfaserverstärkung
PPS	Polyphenylensulfid
PS	Polystyrol
PVC	Polyvinylchlorid
REM	Rasterelektronenmikroskop
rPP	random Polypropylen
SCF	super critical fluid
SG(M)	Spritzgießen (bzw. Spritzgießmaschine)
TPO/TPE	Thermoplastische Olefine/Elastomere
TSG	Thermoplast-Schaumspritzgießen
UD	Unidirektional
VZ	Verzögerungszeit
WT	Werkzeugtemperatur

Vorwort

Die vorliegende Arbeit ist während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Karlsruher Institut für Technologie (KIT) am Institut für angewandte Materialien – Werkstoffkunde (IAM-WK) in enger Zusammenarbeit mit dem Fraunhofer Institut für Chemische Technologie (ICT) in Pfinztal entstanden.

Zu allererst möchte ich mich bei Prof. Weidenmann für die Übernahme des Hauptreferats und als Gruppenleiter der Abteilung „Hybride Werkstoffe und Leichtbau“ (HWL) für das Interesse an meiner Arbeit, die fachliche Unterstützung und die angeregten Diskussionen zum Thema bedanken. Den Professoren Elsner und Gehde danke ich für die Übernahme des Korreferates. Die engagierte Unterstützung und Betreuung haben einen wesentlichen Teil zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen. Auch gilt mein Dank der Deutschen Forschungsgemeinschaft für die Finanzierung im Rahmen des Projekts EL 473/4-1.

Darüber hinaus danke ich der gesamten Fachgruppe „Thermoplastverarbeitung“ des Fraunhofer ICT, die mich in dieser Zeit aufgenommen und fachlich sowie fachübergreifend unterstützt und motiviert hat. Dabei sind Herr Christian Anselment und Herr Andreas Menrath besonders hervorzuheben, deren Fachwissen im Spritzgießen und der Direktverarbeitung vor allem für den praktischen Teil dieser Arbeit von unschätzbarem Wert waren. Herzlichen Dank auch an die Kolleginnen des TecService für die Unterstützung bei den Faserlängenuntersuchungen und REM Aufnahmen.

Den Kollegen und Kolleginnen der HWL und dem gesamten IAM-WK danke ich für die wissenschaftlichen Diskussionen während und außerhalb der Doktorandenkolloquien. Hervorheben möchte ich vor allem Dr. Pascal Pinter und Dr. Florentin Pottmeyer, die mir bei den CT Untersuchungen durch zahlreiche Ratschläge und wertvolle Impulse weitergeholfen haben. Bei Peter Rupp und Anna Trauth möchte ich mich für die Diskussionen bei Fragestel-

lungen zu Sandwichaufbauten und den zugehörigen quasistatischen Prüfungen bedanken.

Auch wäre das Projekt ohne die Unterstützung bei den Beschaffungsvorgängen durch Thomas Börsig und Ralf Rößler bzw. dem gesamten IAM-WK-Sekretariat nicht machbar gewesen. Gleiches gilt für die IAM-WK-Werkstatt, die bei der Fertigung von Anbauteilen/Zusatzvorrichtungen am Spritzgießwerkzeug maßgeblich beteiligt war.

Mein herzlicher Dank gilt auch den Studentinnen und Studenten, die mich durch ihr engagiertes Arbeiten und im Rahmen Ihrer Diplom-, Bachelor- und Masterarbeiten stetig weiter bei meinen Untersuchungen vorangebracht haben.

Meinen Bürokollegen am ICT Dr. David Bücheler und später Benedikt Bitzer und allen Kollegen aus Geb. 99 danke ich für den konstruktiven Austausch und das angenehme Arbeitsumfeld.

Abschließend bedanke ich mich herzlich bei meiner ganzen Familie, ohne ihre moralische Unterstützung, ihre Geduld und den Zuspruch wäre dieses Vorhaben nicht möglich gewesen.

Karlsruhe, im Dezember 2018

Christoph Lohr

1 Einleitung

1.1 Motivation und Zielsetzung

Sandwichverbunde sind in der Luftfahrt und Fahrzeugindustrie heute bereits durch ihre hohe spezifische Steifigkeit und Festigkeit Stand der Technik. Im Rahmen der zunehmenden weltweiten Leichtbaubestrebungen in diesen Sektoren wächst jedoch der Bedarf diese Verbundwerkstoffgruppe weiterhin zu optimieren bzw. hinsichtlich ihres Leichtbaupotentials verbesserte Werkstoffklassen hervorzubringen. Sandwichverbunde bestehen generell aus einem (geschäumten) Kern, der mit zwei Deckschichten versehen ist. Der Kern dieser Strukturen gewährleistet durch seine hohe Schubsteifigkeit die Kraftübertragung der äußeren Belastungen auf die beiden Deckschichten, die z.B. die bei Biegebeanspruchungen auftretenden Zug und Drucklasten aufnehmen müssen.

Allgemein sind bei Sandwichverbunden verschiedenste Materialkombinationen denkbar. Häufig kommen Kerne aus Polymerschäumen, Papierwaben [1], Aluminiumwaben oder Kerne aus Aluminiumschäumen [2] zum Einsatz und sind bereits kommerziell verfügbar bzw. Gegenstand wissenschaftlicher Forschung. Als Deckschichten kommen z.B. Metallbleche oder (un)verstärkte Polymerplatten zur Anwendung.

Genereller Trend dieser Forschungsaktivitäten ist die Steigerung der Leistungsfähigkeit bei möglichst geringerem Flächengewicht durch beispielsweise spezifisch leistungsfähigere Deckschichten. Weiterhin ist es aus Sicht der Fertigungstechnik und kommerziellen Umsetzung solcher Sandwichstrukturen attraktiv, die Zahl der Fertigungsschritte zu reduzieren. Das kann durch direktes Aufsprühen der Deckschichten (wie in [2] für Aluminiumschaumkerne und glasfaserverstärktem PU Schaum beschrieben) geschehen, um den bisher nötigen Klebezwischenschritt wegfällen zu lassen oder durch eine Integralbauweise.

Als Beispiel für diese Integralbauweise wird das stark an Bedeutung gewinnenden Spritzgießsonderverfahren „Thermoplast-Schaumspritzgießen (TSG)“ herangezogen. Bei diesem großserienfähigen Spritzgießverfahren entsteht in nur einem Fertigungsschritt mit einem einzigen Materialsystem nach dem Einspritzen in die Spritzgießwerkzeugkavität eine Integralschaumstruktur mit einem geschäumten (faserverstärkten) Kern, während die Deckschichten prozessbedingt als (verstärktes) Polymervollmaterial an der kalten Werkzeugwand erstarren. Die hohe Gestaltungsfreiheit beim Spritzgießen erlaubt dabei komplexe, dreidimensionale Bauteilgeometrien mit einer Sandwichstruktur zu versehen, die beim konventionellen Fügen von Deckschichten auf einen Kern nicht umsetzbar wären. Das hochautomatisierte Fertigungsverfahren TSG macht somit das enorme Leichtbaupotential der Sandwichbauweise auch für Großserienanwendungen sowie komplexe 3D-Geometrien zugänglich. Bezogen auf den Leichtbau ist hier vor allem das sog. „Hochdruckverfahren“, bei dem die Spritzgießwerkzeugkavität vollständig gefüllt wird und anschließend durch Präzisionsöffnen geschäumt wird, von Interesse. Für die großserienmäßige Anwendung mit Hinblick auf Energieeffizienz und Ressourcenschonung ist dabei vor allem die Untersuchung verschiedener Prozessvarianten wie dem „MuCell“ Prozess basierend auf Langglasfaserstäbchengranulat und dem direkt Langfaserschaumspritzgießprozess von Interesse.

Aktuell werde dabei bereits im Niederdruckverfahren (Definition in Kapitel 2.2) geschäumte und im Direktverfahren verstärkte Bauteile für verschiedene Automobilhersteller hergestellt, wie am Beispiel einer Unterbodenstruktur aus PP/LGF30 für eine Mercedes C-Klasse (in Abbildung 1) zu sehen ist.



Abbildung 1: Unterbodenstruktur Mercedes C-Klasse aus PP/LGF30 im Niederdruckverfahren geschäumt [3]

Ein direkter, wissenschaftlicher Vergleich bei vergleichbaren Parametern/Endwanddicken zwischen einem langfaserverstärkenden Schäumprozess basierend auf Stäbchengranulaten und einem Prozess basierend auf der Direktverarbeitung von Halbzeugen (Endlosfasern, Polymeren) ist allerdings bisher nicht erfolgt.

Damit stellt sich als zentrale Fragestellung dieser Arbeit die Aufklärung der Prozess-Struktur-Eigenschafts-Beziehungen von integral im Spritzgießverfahren gefertigter Sandwichstrukturen auf Basis von langglasfaserverstärkten Thermoplasten (Polypropylen und Polyamid 6) heraus. Dabei steht der Vergleich der beiden genannten Prozessvarianten und den sich ableitenden Struktur-/Eigenschaftsunterschieden im Fokus. Ein weiteres Ziel dieser Arbeit ist auch, weniger konventionell verfügbare/untersuchte langglasfaserverstärkte Polymere wie Polyphenylensulfid oder random Polypropylen mittels Direktprozess zu verstärken/aufzuschäumen, um deren Leichtbaupotential aufzuzeigen.

1.2 Strategie und Aufbau der Arbeit

Um die Prozess-Struktur-Eigenschafts-Beziehung integral im Hochdruckverfahren gefertigter und langglasfaserverstärkter Polymerschaumsandwichbauteile zu ermitteln, werden mit Hilfe unterschiedlicher Verfahrensrouten unterschiedliche Sandwichstrukturen hergestellt und im Wesentlichen die Prozessparameter „Werkzeugtemperatur“, „Massetemperatur“, „Fasergehalt“ und „Verzögerungszeit“ an verschiedenen Polymersystemen variiert. Die Herstellung wird mit Hilfe von Werkzeuginnendruck und -temperatursensoren überwacht. Dabei wird auch am Beispiel von PP der Einfluss der Gasbeladung auf die Viskosität mittels Inline-Hochdruckkapillarrheometer gemessen. Die Sandwichstruktur, d.h. das Deckschicht/Kernschicht Verhältnis, die Faserlänge, -orientierung und -lage wird mit Hilfe von Schliiffbildern, REM- und CT Aufnahmen untersucht. Die mechanische Charakterisierung erfolgt an Biege-/Charpy Prüfkörpern, die mittels Wasserstahlschneidens aus den 500 mm x 250 mm Prüfplatten quer und parallel zur Fließrichtung am Ende des Fließweges herausgetrennt werden.

Die Arbeit zeigt in Kapitel 1 den aktuellen Kenntnisstand zum Thema langglasfaserverstärkte Integralschaumbauteile auf. Im darauf folgenden Kapitel 2 werden die verwendeten Materialsysteme, die verwendeten Prozesse und Werkzeugtechnik zur Probekörperherstellung sowie die Charakterisierungsmethoden genau beschrieben. Kapitel 3 folgt dieser thematischen Aufteilung in „Prozess“, „Struktur“, „Eigenschaften“. Dabei werden die erzielten Ergebnisse zu den Integralschaumbauteilen und für als Abgleich dazu mit der Differentialbauweise dargestellt. Abschließend werden die Ergebnisse in Kapitel 4 diskutiert und ein Gesamtfazit zu integral gefertigten und langglasfaserverstärkten Polymersandwichbauteilen gegeben. In Kapitel 5 wird die Arbeit zusammengefasst sowie ein kurzer Ausblick auf mögliche weitere Forschungsfelder/-ideen gegeben.

2 Kenntnisstand

Im folgenden Abschnitt wird der Kenntnisstand der Forschung und Technik im Bereich der Spritzgießverfahren integral geschäumter (langglasfaserverstärkter) Polymersandwichbauteile aufgezeigt. Ausgehend von (Stäbchen-) Granulaten bzw. den Halbzeugen in verschiedenen Direktprozessen wird die zugehörige Prozesstechnik, die daraus resultierende Sandwichstruktur sowie deren mechanischen Eigenschaften beleuchtet und bewertet.

2.1 Materialsysteme

Die im folgenden vorgestellten Materialsysteme (unverstärkt und glasfaserverstärkt) werden vor ihrem Hintergrund der Herstellung von Integralsandwichbauteile betrachtet. Das bedeutet, es wird im Speziellen auf die Grundlagen der schäumenden Verarbeitung verschiedener Polymere mit physikalischen Treibmitteln im Spritzgießverfahren und deren Auswirkungen auf die Sandwichstruktur und den erzielbaren Eigenschaften Bezug genommen.

2.1.1 Polymere

Eine Einteilung der wichtigsten Thermoplaste kann über ihre mechanischen und thermischen Eigenschaften nach der Werkstoffpyramide in Abbildung 2 vorgenommen werden.

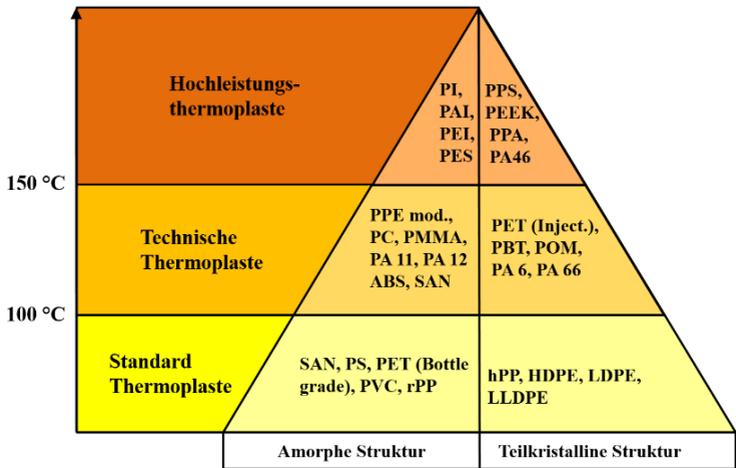


Abbildung 2: Werkstoffpyramide/Einteilung für thermoplastische Polymere (nach [4])

Die Vielzahl an vorhandenen und als Granulat kommerziell gängigen Polymeren für die Spritzgießverarbeitung lassen sich nach ihrer amorphen und teilkristallinen Struktur aufteilen. *Amorphe Thermoplaste* bestehen aus langen Molekülketten, die sich bei der Bildung verschlaufen bzw. verschlingen. Da sie durch ihren unsymmetrischen Aufbau und ihre meist großen Seitengruppen nicht kristallisieren sind sie transparent, weisen eine geringe Verarbeitungsschwindigkeit und gute optische Eigenschaften auf. Amorphe Thermoplaste sind hart, spröde und weisen im Vergleich zu den teilkristallinen Thermoplasten ein hoher Elastizitätsmodul auf. Das Temperaturfenster bei Bauteilen liegt unterhalb der Glasübergangstemperatur T_g , worunter sie sich energieelastisch verhalten. Sie besitzen keinen festen Schmelzpunkt, sondern einen Haupterweichungsbereich. [4] *Teilkristalline Thermoplaste* haben Bereiche, in denen die Molekülketten geordnet vorliegen und zwischen denen sich regellose, amorphe Bereiche befinden. Mit zunehmendem Kristallinitätsgrad nimmt die Transparenz der teilkristallinen Polymere ab und sie werden opak. Befinden sich die amorphen Anteile unterhalb der T_g , sind die Kunststoffe sprödhart und haben eine hohe Festigkeit, ein hoher Elastizitätsmodul und geringe Duktilität. Ist die amorphe Phase oberhalb der T_g , besitzt

der Kunststoff eine hohe Zähigkeit. Im Gegensatz zu amorphen Kunststoffen gibt es bei teilkristallinen Thermoplasten einen genau definierten Übergang zur Schmelze. Bei dieser Schmelztemperatur T_m schmelzen die Kristallite im Polymer auf und rekristallisieren beim Abkühlen wieder. Die Einsatztemperaturbereiche liegen zwischen T_g und T_m . [4, 5]

Für die thermoplastischen Polymere bildet Polypropylen (PP) ein Standardmaterial, das durch seinen günstigen Rohstoffpreis und seine einfache/prozesssichere Verarbeitbarkeit eine der meistverkauften Kunststoffsorten darstellt. So hatte PP 2016 einen Marktanteil von 23,4 % bei einer Absatzmenge von ~ 65 Mio. Tonnen pro Jahr von denen ~ 23 Mio. Tonnen mittels Spritzgießen weiterverarbeitet wurden. [6]

Für Polyamide (PA6 und PA66) sind nach Scheibitz [7] die aktuell treibenden Märkte in Asien und der Automobilindustrie zu finden. Weltweit erreichte 2015 der Verbrauch an PA6 und PA66 ~ 7,3 Tonnen, was einem Wachstum von 4,7% im Vergleich zu 2013 entspricht. Das Anwendungsspektrum von PA liegt bei Bauteilen im Motorraum über Konstruktions- und Dekorelemente hin zu strukturellen Karosserie- und Elektronikbauteilen, wobei allen Bauteilen der Leichtbauaspekt zugrunde liegt.

Polyphenylensulfid (PPS) als Vertreter der Hochtemperatur bzw. Hochleistungsthermoplaste zeichnet sich u.a. durch seine hohe Warmformbeständigkeit und die Unempfindlichkeit gegenüber Lösemitteln aus. Durch die hohen Herstellkosten und die anspruchsvollere Weiterverarbeitung ist das Materialsystem mit geringeren Mengen am Markt vertreten. Der Einsatz in der Elektronik- und Luftfahrtindustrie, wo hohe Anforderungen an die thermischen, elektrischen und sicherheitsrelevanten Aspekte gestellt werden, steigert die Nachfrage aktuell stetig. So soll der Marktwert von PPS aus 2014 von 0,8 Milliarden US\$ im Jahr 2022 bis zu 2 Milliarden US\$ erreichen. [8]

Für die meisten dieser unverstärkten Polymere sind in der wissenschaftlichen Literatur Quellen zu deren geschäumten Strukturen zu finden. Dabei wird für die Kernstrukturbeschreibung oft von „Zellen“ (engl. „(micro)cellular structures“), Blasen (engl. „bubbles“) oder Poren (engl. „voids“) gesprochen, die

dabei synonym verwendet werden. Im Rahmen dieser Arbeit wird die durchgängige Bezeichnung „Zellen“ verwendet.

Allgemein sind nach Colton [5] die drei grundlegenden Unterschiede bzw. Probleme beim Schäumen von teilkristallinen Thermoplasten 1) die niedrige Gaslöslichkeit in den kristallinen Bereichen, 2) der Temperaturbereich (das Schäumen ist nur in einem kleinen Bereich nahe der Schmelztemperatur und nicht der Glasübergangstemperatur möglich) und 3) die Größe und Struktur der kristallinen Struktur.

Für das Schäum- und Nukleierungsverhalten von mit Stickstoff im Batchverfahren geschäumtem Polypropylen gilt nach Colton [5], dass das Schäumen von teilkristallinen Thermoplasten nur oberhalb ihres Schmelzpunktes unter Zugabe eines Nukleierungsmittels (hier: 1 Gew.% Natriumbenzoat) möglich ist. Bei diesem Batch-Verfahren werden meist im Labormaßstab Granulatkörner oder plattenförmige Bauteile in einem Autoklav zuerst mit Gas bei Überdruck gesättigt und dann bei geeigneter Temperatur und bei Umgebungsdruck geschäumt [9]. Weiterhin zeigte Colton, dass die entwickelte Theorie zur analytischen Vorhersage der Anzahl der Zellen mit den Ergebnissen der hergestellten Proben gut übereinstimmt. Außerdem stellt die Temperatur den Haupteinflussfaktor auf die Schäumbarkeit – im speziellen auf das Zellwachstum bzw. die Zellagglomeration – dar. [5]

Weitere Untersuchungen derselben Forschergruppe mit dem gleichen Herstellverfahren zeigten an Polystyrol mit CO₂ bzw. N₂ vergleichbare Ergebnisse analog zu den Experimenten an PP. Das aufgestellte Modell zur Modellierung des Zellwachstums stimmte mit den experimentellen Daten zu amorphen Thermoplasten überein. Die besten Resultate was Schäumbarkeit/eine homogene, feinporige Zellverteilung betraf, wurden bei einer Gas-/Nukleierungsmittelmenge knapp unter der Löslichkeitsgrenze des Polymers erreicht. [10]

Für im Hochdruckverfahren geschäumtes Polycarbonat (PC) zeigten aktuelle Untersuchungen die Beziehungen zwischen Herstellungsprozess, der Sandwichstruktur und den mechanischen Eigenschaften. So stellte sich nach Bledzki et al. [11] das Charpy Impact-Versagensverhalten von PC Sandwich-

strukturen abhängig von der Versuchstemperatur, der Bauteildicke und der Kerbgeometrie dar. Für kompakte PC Proben wurde allgemein gezeigt, dass die Charpy Schlagzähigkeit bei duktilem Versagen um bis zu 500% höher als bei sprödem Versagen ist. Wurden diese duktilen Proben mit mikrozellulär geschäumten Proben, die ebenfalls duktil versagen, verglichen, ergaben sich bei den Sandwichproben niedrigere Werte als bei den kompakten Referenzen. [11] Diese Ergebnisse decken sich zu einem großen Teil mit den Resultaten aus Versuchen mit PC, das mittels CO₂ als Treibmittel im Niederdruckverfahren geschäumt wurde [12]. Auch zeigte sich, dass v.a. die Prozessparameter „Schmelzetemperatur“, „Einspritzgeschwindigkeit“ und der „Nukleierungsmittelanteil“ Einfluss auf die Struktur (Zellgröße, -dichte, -orientierung und Verteilung entlang des Fließweges) und mechanischen Eigenschaften haben. Der wichtigste Faktor ist hierbei die Schmelzetemperatur, deren Erhöhung zu einer verbesserten Zellnukleierung, und leichterem Zellwachstum führte. Auch führt bei PC die höhere Massetemperatur zu einer geringeren Scherviskosität. Bei Makrolon PC 2405 und Makrolon PC 2005 sinkt die Viskosität um 70% bei einer Erhöhung der Massetemperatur von 280 °C auf 330 °C bei einer Scherrate von 100 1/s. Diese Viskositätssenkung resultiert in einem geringeren Druckgradienten im Werkzeug beim Niederdruckverfahren, was die Homogenität des Schaumkerns verbesserte. Bei zu niedriger Schmelzfestigkeit durch die Temperaturerhöhung kam es allerdings v.a. bei dickwandigen Bauteilen zu Zellkoaleszenz durch aufreißende Zellwände. [12]

Für Polypropylen ist aus dem Bereich der Schaumextrusion bekannt, dass eine Zugabe von 1 bis 2 Gew.% Talkum eine Verringerung der Zellgröße und letztlich höhere Expansionsgrade zur Folge hat [13]. Für PP im Schaumspritzgießen führte die Zugabe von ähnlichen Mengen ebenfalls zu einer höheren Anzahl an Nukleierungskeimen und damit zu einer Verfeinerung der Kernstruktur des integralen Sandwichaufbaus [14]. Weiterhin konnte Spörrer et al. [15] zeigen, dass die Verzögerungszeit (= die Zeit bis der Spritzgießwerkzeugspalt von z.B. 2 mm auf 4 mm geöffnet wird) direkt für die Dicke der Deckschicht und damit – bei gleichbleibendem Ausgangseinspritzspalt – auch für die Morphologie des Kerns verantwortlich ist. Bei Bauteilen mit einer dickeren Deckschicht steht weniger schmelzflüssiges Material zur

Verfügung, welches aufschäumen kann, was zu größeren und weniger Zellen führt. [14]

Neben dem Standardpolymer PP gibt es auch Forschungsergebnisse für den Konstruktionskunststoff Polyamid 6 (PA6). Yuan et al. [16] verglichen in ihrer Studie die Prozess-/Materialeinflüsse von im Niederdruck und MuCell Verfahren (überkritisches Gas wird in die Plastifiziereinheit zudosiert – vgl. Details dazu in Kapitel 2.2.1) geschäumtem und teilweise mit Nanopartikeln verstärktem PA6. So hat das eingespritzte Schussvolumen bei allen Materialien den größten Einfluss auf die Zellgröße und Zelldichte. Bei unverstärktem PA6 stieg sowohl die Zellgröße und die Zelldichte mit einer ansteigenden Gewichtsreduktion von bis zu 8,8% bezogen auf ein kompaktes Bauteil.

Anstelle der überkritischen Gaszudosierung zeigte Yusa [17] in einer aktuellen Untersuchung auf, dass auch ohne aufwändige Gasdosierstation physikalische Treibmittel (N_2 und CO_2) eingebracht werden können. Hierzu ist allerdings eine spezielle und relativ aufwändige Spritzgießschneckenengeometrie mit verschiedenen Elementen zur Plastifizierung und Dekompression nötig. Für das Einbringen des Gases sind zusätzlich Einlass- und Auslassventilen sowie Rückstromsperrern nötig und ein spezieller Dosiervorgang mit vorwärts- und rückwärtsdrehenden Schneckenbewegungen muss eingehalten bzw. gesteuert werden. Für PP zeigte sich, dass mit dieser Prozessführung ohne überkritische Gasdosierung Zellgrößen von weniger als 25 μm bei einem zähen isotaktischen Polypropylen mit einer Schmelze-Massefließrate von 3 g/10 min (bei 230 °C) erreicht werden konnten.

Allgemein gilt für teilkristalline Polymere, dass durch eine schnellere Abkühlrate (z.B. durch eine Absenkung der Werkzeugtemperatur beim Spritzgießprozess) die Rekristallisationstemperatur zu niedrigeren Werten verschoben wird [18, 19]. Dieser Zusammenhang der Prozessführung bzw. Parameterwahl auf die entstehenden Kristallinitätsgrade wurde für Polyphenylensulfid (PPS) in wissenschaftlichen Studien (z.B. [20]) und Leitfäden zur anwendungsorientierten Verarbeitung von Hochtemperaturthermoplasten (z.B. [21]) untersucht.

Bei einer Spritzgießwerkzeugtemperatur unter 93 °C zeigte Brady et al. [20], dass der Kristallinitätsindex für unverstärktes PPS bei ~ 5 % liegt. Wie diese Studie bereits 1976 ergab, steigt dieser Wert durch eine Werkzeugtemperatur von ~ 150 °C auf ~ 80 %. Weiterhin zeigte sich durch Röntgendiffraktometrie, dass es möglich ist (außerhalb eines SG Werkzeug) durch sehr schnelles Abkühlen auf Raumtemperatur fast 100% amorphes PPS herzustellen. Diese (in [20]) gefundenen Werte für nahezu amorphe PPS Proben bilden oftmals die Basis der heutigen Kristallinitätsgradbestimmung mittels DSC („differential scanning calorimetry“; deutsch: „Differenzkalorimetrie“) bezogen auf die amorphe Referenzprobe.

Diese DSC Messung stellt die heute am weitest verbreitetete Methode zur Bestimmung des Kristallisationsgrades von teilkristallinen Polymeren dar. Dabei werden, wie in [18] und [19] beschrieben, Proben mit bekannter Einwaage in einem geregelten Zyklus aufgeheizt. Über den Vergleich der Wärmeaufnahme/-abgabe beim Aufheizen/Abkühlen zu einer Referenzprobe können die spezifische Schmelzenthalpie ΔH_m , die spezifische Kristallisationsenthalpie ΔH_c und – über den Vergleich der spezifischen Schmelzenthalpie einer vollständig amorphen Probe (ΔH^0_c) – der Kristallisationsgrad X_R bestimmt werden [22]. Für PPS variieren diese ΔH^0_c Werte im Bereich von 50 J/g bis 150 J/g, wobei in der Regel der Wert 80 J/g aus [20] verwendet wird.

Die Kristallinität von PPS hat einen hohen – und zu anderen Polymeren sehr unterschiedlichen – Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften von PPS. So zeigte Spruiell und Janke in einer umfassenden Studie zur Entstehung und Ermittlung der Kristallinität von Polyphenylsulfid und dessen Auswirkung auf die Eigenschaften von unverstärktem und faserverstärktem PPS, dass bei einem Anstieg der Kristallinität die Zugfestigkeit sinkt. Das stellt das Gegenteil zu den meisten anderen teilkristallinen Polymeren dar, die mit steigender Kristallinität (d.h. Ausrichtung der Molekülketten) eine höhere Zugfestigkeit aufweisen. [22]

Bei unverstärktem PPS (im Batch-Verfahren geschäumt) mit einer Kristallinität von ~ 11% verändert sich über eine Temperaturvariation die Zellmorphologie [23]. Dabei wurden kompakte PPS Platten mit N₂ oder CO₂ im

Autoklav bei hohen Drücken gesättigt. Sobald der äußere Druck rapide gesenkt wurde, zeigte sich die Zellnukleierung, das Zellwachstum und die resultierende Zellstruktur. Mit diesem Prozess – der oft als Vorversuche für das Schaumspritzgießen verwendet wird – können für PPS so Zellgrößen von $\sim 10 \mu\text{m}$ im Durchmesser beobachtet werden. Weiterhin wurde in [23] das Schäumverhalten ober- und unterhalb der Kristallisationstemperatur untersucht und so gezeigt, dass der Kristallinitätsgrad eine wichtige Rolle bei der Nukleierung und damit der Zellgröße spielt.

Liu et al. [24] verwendete die Niederdruckvariante des Schaumspritzgießens um mikrozelluläre PPS Sandwichstrukturen herzustellen. Mittels Variation des Einspritzvolumens wurden Probekörper in Plattenform im MuCell Verfahren hergestellt. Anschließend wurde der Sandwichaufbau, die mechanischen Eigenschaften, der Kristallisationsgrad sowie die dielektrischen Eigenschaften (Permittivität und Durchgangswiderstand) untersucht. Wie bei anderen Polymeren im Niederdruckverfahren zeigte sich auch für PPS eine gröbere Zellstruktur am Fließwegende, wobei das Einspritzvolumen den größten Einfluss auf die relative Dichte besitzt. Die Kristallinität besagter PPS Sandwichstrukturen zeigte keinen signifikanten Unterschied zwischen Deck- und Kernschicht. Die Reduktion der relativen Dichte über die Reduktion des Einspritzvolumens führt dabei zu einer Verringerung der dielektrischen Konstante sowie einer Erhöhung des spezifischen elektrischen Widerstands. [24]

2.1.2 Faser-/Matrix Verbunde

Faser-Kunststoffverbunde (FKV) sind ein Verbund aus Fasern und einer umgebenden organischen Polymermatrix (Beispiele siehe Kapitel 2.1.1). Dabei können die Fasern in organisch (z.B. Kohlenstofffasern, Aramidfasern) und anorganisch (z.B. Glasfasern, Basaltfasern) bzw. in natürlich (z.B. Hanf, Baumwolle) und synthetisch (z.B. aus Polyamid 6) unterteilt werden. [25]

Innerhalb eines FVK Bauteils bildet die Matrix die äußere Geometrie des Teils und dient so zur Kraftübertragung äußerer Lasten auf die Fasern. Weiterhin überträgt das Polymer die inneren Kräfte zwischen den Fasern und

erfüllt durch verschiedene Additive (z.B. Masterbatches, Haftvermittler, Stabilisatoren) die bauteiltypischen Aspekte wie Haptik, Farbe und Faser-Matrix-Interaktion. [26, 27]

Die Aufgabe der Fasern ist die Verbesserung der mechanischen Eigenschaften wie z.B. Zugfestigkeit, Steifigkeit, Schlagzähigkeit, Kriechneigung, Wärmeformbeständigkeit (gezeigt durch die Ergebnisse der Forschergruppe um Thomason [28 bis 34]). Um diese mechanischen Eigenschaften positiv zu beeinflussen müssen nach Thomason folgende Kriterien erfüllt sein (nach [26, 30, 32]):

- Faser Elastizitätsmodul in Längsrichtung $>$ Elastizitätsmodul Matrix
- Matrixbruchdehnung $>$ Faserbruchdehnung
- Faserzugfestigkeit $>$ Matrixzugfestigkeit
- Vollständige Benetzung der Faser mit Matrix
- Hohe Faser/Matrix Haftung (v.a. für Steifigkeit und Festigkeit)
- Homogene Faserverteilung
- Hohes Aspektverhältnis (L/D) der Fasern

Die Fasern werden weiterhin anhand ihrer mittleren (Ausgangs-) Länge in die Kategorien Kurz-, Lang-, oder Endlosfasern eingeteilt [26, 35, 36].

Für unverstärktes und glasfaserverstärktes PPS, welches mithilfe des Batch Verfahrens und CO_2 geschäumt wurde, ergibt sich nach Ma et al. [37] ein Unterschied der Materialsysteme bei der Gaslöslichkeit. So wirken die Glasfasern als „Barriere“ bei der Diffusion der Gasmoleküle in das PPS Matrixmaterial und haben so einen signifikanten Einfluss auf die Gaseinbringung. Das gelöste CO_2 senkt die Viskosität, die Glasübergangstemperatur und die Rekristallisationstemperatur bei PPS und PPS/GF. Bei einem höheren Glasfaseranteil wird dieser Einfluss des Gasgehalts auf die Polymereigenschaften geringer, da weniger Gas im Verbund gelöst werden kann. Bei den

geschäumten Proben unterschiedlicher Dichten zeigte sich, dass eine Erhöhung des Glasfaseranteils die Zellgröße erhöhte und die Zelldichte senkte. Eine Erhöhung des Drucks bei der Sättigung der Proben im Autoklav hat dabei den umgekehrten Einfluss und führte zu einer geringeren Zellgröße bei einer größeren Zelldichte. Wurden die Proben unterhalb der Rekristallisationstemperatur geschäumt ergaben sich sowohl für unverstärktes als auch verstärktes PPS eine gleichmäßige Zellstruktur über den Querschnitt. Bei höheren Schäumtemperaturen induzierten die kristallinen Bereiche in den unverstärkten Proben eine zweite, heterogene Zellnukleierung, was zu einer bimodalen Zellgrößenverteilung führte. An den Glasfasern bildete sich zusätzlich dazu noch eine aus von Zhang [38] für PPS an beschriebene „transkristalline Struktur“ aus, die zu einem weiteren dritten Zellgrößenbereich bedingt durch eine weitere heterogene Nukleierung und einem signifikanten Anstieg der Zelldichte führte. Allgemein stieg auch die Temperaturbeständigkeit mit dem Glasfaseranteil bei PPS an.

2.1.3 Langglasfaserverstärkte Polymere

Die **langglasfaserverstärkten (LGF)** Polymere bieten im Vergleich zu den kurzglasfaserverstärkten (KGF) Polymeren einige Vorteile. So wies Thomason in seinen Studien nach, dass für Polypropylen und Glasfasern eine kritische Faserlänge existiert. Es existieren jeweils kritische Faserlänge für die verschiedenen mechanischen Eigenschaften. Ab dieser Länge steigen z.B. die Steifigkeit, Festigkeit bzw. Schlagzähigkeit stark an und erreichen ein Niveau, das im Bereich von 90% der theoretisch möglichen Werte liegt. Für den Elastizitätsmodul liegt bei dem genannten Materialsystem die kritische Faserlänge bei ca. 1 mm, bei der Festigkeit bei ca. 3 mm und für die Schlagzähigkeit bei ca. 12 mm. [32 bis 35, 39]

Da sich langfaserverstärkte Thermoplaste (LFT) mit verschiedenen Halbzeugen und Verarbeitungsprozessen herstellen lassen (v.a. Spritzgießen und Fließpressen) lassen sich oftmals völlig unterschiedliche Faserlängen im fertigen Bauteil erzielen. Daher ist es schwierig eine eindeutige Definition des im Zusammenhang mit LFT sehr relevanten Begriffs „lang“ bzw. „kurz“ zu geben. Beispielsweise ist eine mittlere Faserlänge von ~ 2 mm im konven-

tionellen Spritzgießprozess „relativ lang“, in einem Pressverarbeitungsprozess aber „relativ kurz“. Weder in der Fachliteratur (einige anfänglichen Bemühungen z.B. der EATC („European Alliance für Thermoplastic Composites“) zur Vereinheitlichung der Prüfmethodik/Nomenklatur von LFT Material sind in 2008 getätigt aber nicht weiter aktualisiert worden [40]), noch in Datenblättern und Prozessbeschreibungen der verschiedenen Rohstoff-/Maschinenhersteller hat sich eine durchgängig konsistente Beschreibung für „lang“ und „kurz“ bei der Faserlänge von LFT durchgesetzt. [41]

Daher wird hier auf die in Abbildung 3 dargestellte und für den Spritzgießprozess übliche Definition verwiesen. Es wird die Ausgangsfaserlänge im Granulat als Indikator für „Kurzfaserverstärkung“ (Ausgangsfaserlängen von $\sim 0,2 - 0,4$ mm) bzw. „Langfaserverstärkung“ (Ausgangsfaserlängen über ~ 5 mm) verwendet. Bei den Langfaserverstärkungen handelt es sich entweder um ummantelte oder im thermoplastischen Pultrusionsverfahren hergestellte Materialien. Die Fasern der „ummantelten“ Variante liegen dabei weitestgehend trocken im Kern des Stäbchengranulats vor, wohingegen bei der „pultrudierten“ Variante die Einzelfasern weitestgehend infiltriert bzw. imprägniert sind.

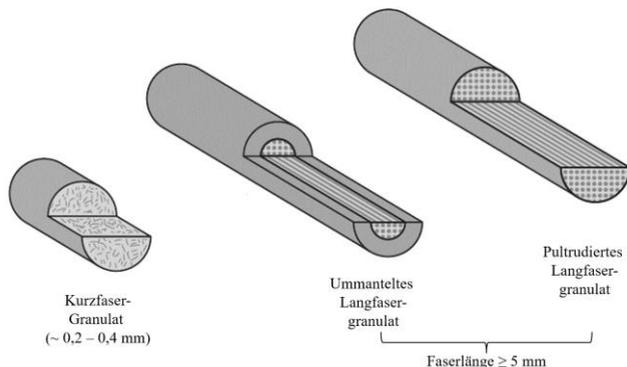


Abbildung 3: Verschiedene Granulattypen (kurz-, und langfaserverstärkt) (nach [26, 35])

Für die Direktverarbeitungsprozesse (Definition und prinzipieller Aufbau folgen in Kapitel 2.2.2) fehlt eine solche Nomenklatur ebenfalls, da als Ausgangsmaterial zum Großteil Endlosfasermaterial eingearbeitet wird. Da aber das gemeinsame Ziel all dieser Direktverfahren jeweils Faserlängen im Bauteil über denen von Prozessen zur Kurzglasfaserverstärkung und Langglasfaserverstärkung ist gilt im Rahmen dieser Arbeit folgenden Definition für die Faserlängennomenklatur bei Stäbchengranulatprozessen und den Direktprozessen: Als “langfaserverstärkt” werden diejenigen Polymere bezeichnet, die einerseits entweder aus langglasfaserverstärkten Stäbchengranulaten (Ausgangslänge der Fasern von 5 – 11 mm; Abkürzung: LFT-G) hergestellt werden oder andererseits in einem Direkt-Spritzgießverfahren (Endlosglasfaserrovings als Faserhalbzeug, Abkürzung: LFT-D) in einem Schritt compounding bzw. verspritzt werden.

Eine sehr hohe Anzahl an Studien und wissenschaftlichen Arbeiten beschäftigt sich seit Einführung des Spritzgießens mit Verstärkungsfasern (meist Glasfasern) mit deren prozessbedingten Faserorientierung. Da historisch die kurz(glas)faserverstärkten Polymere zuerst verfügbar waren, stammen viele der Erkenntnisse über den Zusammenhang zwischen der Matrix- und Faserart, den Verarbeitungstemperaturen und z.B. der Werkzeuggeometrie daher. Seitdem die Langfaserverstärkung vermehrt Inhalt wissenschaftlicher Untersuchungen ist, ist auch dort die Faserorientierung Gegenstand von Forschungsarbeiten.

Beim Einspritzen in eine Werkzeugkavität kommt es zu komplexen Formfüllvorgängen, deren Strömungsvorgänge in Scher- (wie bei einem Bandanguss) und Dehnströmung (wie bei einem Punktanguss) aufgeteilt werden können [42]. Diese überlagernden Strömungen richten die Fasern (und Makromolekülketten) in technischen Bauteilen in der Plattenebene aus und führen zu einem anisotropen Materialverhalten [39, 43 bis 45]. Der Dehnströmung wurde von Baraldi et al. [46] ein größerer Einfluss auf die Faserorientierung zugesprochen als der scherinduzierten Strömung. Karger-Kocsis et al. [47] relativierten für das Materialsystem PP und Glasfasern diesen Haupteinfluss, da durch die hohen Viskositätswerte der fasergefüllten

Schmelze bei längeren Fließwegen auch ein scherinduzierter Anteil erkennbar wurde.

Jede geometrische Veränderung des Strömungsprofils führt beim Einspritzvorgang zu einer Änderung der Faserorientierung, wobei hier hauptsächlich die Lage und Art des Anspritzpunktes, die Bauteildicke und große Dickenwandsprünge an z.B. Rippen als Faktoren zu nennen sind [48]. Hierbei werden v.a. lange Fasern in ihrer Bewegungsrichtung in Bauteildicke behindert, was durch die an der Werkzeugwand erstarrenden Ränder und dem somit verengten Strömungskanal verschärft wird. [42]

Truckenmüller [48] fasste die Unterschiede des strukturellen Aufbaus von kurzfaserverstärkten zu langfaserverstärkten Spritzgießbauteilen zusammen (wie in Abbildung 4 zu sehen). Demnach besteht der Querschnitt aus einem dünnen, faserarmen Polymerfilm (nicht dargestellt), der sich eine ebenfalls relativ dünne – je nach Spaltgeometrie – wenig orientierte, verstärkte Randschicht anschließt. Darauf folgt die wesentlich breitere Scherzone, in der die Fasern in Fließrichtung (positive x-Achse) ausgerichtet sind. Die Fasern der Kernzone können im Gegensatz dazu weitestgehend senkrecht zur Fließrichtung orientiert beobachtet werden. In dieser Zone stellt sich der größte Unterschied zwischen Kurz- und Langfaserverstärkung ein. Die langen Fasern (bzw. Faserbündel [47, 49]) werden durch die dynamischen Kräfte nicht nur in x-y Ebene sondern auch in x-z Ebene einem parabolischen Strömungsfeld unterworfen und so ausgerichtet [50].

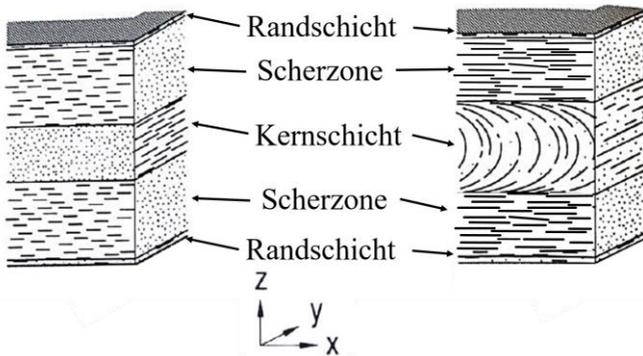


Abbildung 4: Vereinfachte Darstellung der Faserorientierung für kurzfaserverstärkte (links) und langfaserverstärkte (rechts) Spritzgießbauteile (nach [48])

In der Literatur werden weitere drei-, fünf- bis hin zu neunschichtige Modellsätze erwähnt [43, 51, 52], wobei sich die vereinfachte Betrachtung eines dreischichtigen Modells beruhend auf den Scherzonen und der Kernschicht aus Abbildung 4 ohne die dünne Randschichten bewährt hat. Der prinzipielle und grundsätzliche Schichtaufbau der Faserorientierung stellt sich dabei unabhängig von der Polymerart, der Geometrie (z.B. Dicke) und den Parametern ein. [48] Allerdings beeinflussen die Material-/Prozesstechnische Einflussgrößen wie Fasergehalt, Länge/Durchmesser (l/d) Verhältnis der Fasern, die Viskosität der Schmelze (und damit die Massetemperatur) oder die Einspritzgeschwindigkeit durchaus die Orientierung bzw. die Ausprägung dieser Schichten. Steigt der Fasergehalt oder das l/d Verhältnis haben die Fasern weniger Platz zu rotieren – was in einer annähernden Blockströmung resultiert – und die Kernschichtdicke steigt an, wie Bay et al. [53] für PA66 mit einem Fasergewichtsanteil von 43% herausgefunden hat. Hierbei wurde zur Orientierungsanalyse ein Verfahren verwendet, das über verschiedenen Schiffe Aussagen zur Lage der Fasern sowohl in Fließrichtung als auch über die Bauteildicke macht. Diese Analysemethode wurde von Hine et al. [54] für extrudierte, faserverstärkte POM Schäume verbessert und von Nguyen et al. [52] für spritzgegossenes PP und Langglasfasern zur Orientierungsanalyse verwendet.

Bei zunehmender Strukturviskosität (z.B. durch eine niedrige Massetemperatur) bildet sich ein flacheres Strömungsprofil und somit eine dickere Kernschicht [48, 53, 55]. Ist die Massetemperatur dagegen hoch, bildet sich die Randschicht weniger stark aus, was dazu führen kann, dass die Scherströmung die Orientierungseffekte der Quellströmung überdecken kann.

Wird die Einspritzgeschwindigkeit soweit gesenkt, dass sich die Schmelzefront nicht mehr wie ein strukturviskoses Fluid fortbewegt, sondern einer Newtonschen Flüssigkeit gleicht, steigt die Randschichtdicke an [55].

2.2 Thermoplast-Schaumspritzgießen

Das Thermoplast-Schaumspritzgießen (TSG) zählt zu den Sonderverfahren der Spritzgießtechnologie. Ziel ist die integrale Herstellung einer Sandwichstruktur mit kompakten Randschichten und einem möglichst feinporigen, geschäumten Kern. [56]

Im Wesentlichen kann das TSG in vier Prozessschritte unterteilt werden. Zunächst wird eine homogene Mischung aus Polymerschmelze (mit oder ohne Fasern) und Treibmittel gebildet. Beim Einspritzen in die Kavität (beim Niederdruckverfahren) bzw. zu Beginn des Präzisionshubes (beim Hochdruckverfahren) kommt es zu einem schlagartigen Druckabfall und die Nukleierung der Zellen beginnt. Anschließend setzt das Wachstum und die Stabilisierung der Schaumzellen ein [57].

Bei den üblicherweise verwendeten Treibmitteln im TSG wird zwischen chemischen (engl. „chemical blowing agents“ - CBA) und physikalischen (engl. „physical blowing agents“ - PBA) Treibmitteln unterschieden. Die chemischen Treibmittel bestehen aus organischen oder anorganischen Verbindungen, die unter Wärmeeinbringung durch eine chemische Reaktion Gase abspalten [58]. CBA wird dem Polymer vor der Verarbeitung pulverförmig oder in Granulatform beigemischt. Beides wird zusammen aufgeschmolzen und auf einer – bis auf eine aktive Staudruckreglung und Verschlussdüse – Standardspritzgießmaschine verarbeitet. Abhängig vom Polymermaterial werden CBAs verwendet, die entweder bei hohen oder

niedrigen Temperaturen reagieren. Diese Reaktion setzt ab einer bestimmten Temperatur durch den Zerfall des CBA die Treibgase (meist CO_2 , N_2 und H_2O) frei. Neben gasförmigen Substanzen bleiben im Prozess/Bauteil feste Rückstände übrig, die ggf. die mechanischen Eigenschaften verschlechtern können oder als zusätzliche Nukleierungskeime wirken können [58]. Für PP und CO_2 im Batch Verfahren wurden in [59] verschiedene endotherme – d.h. prozessenergieverbrauchende – chemische Treibmittel hinsichtlich der Gasausbringung untersucht. Dabei wurde auch ein Modell zum Zellwachstum verwendet, dass in guter Übereinstimmung mit den experimentellen Daten stand. Bei CBA, das auf Zitronensäure basiert, sind dabei kleinere und feiner verteilte Zellen zu beobachten als bei Natriumhydrogencarbonat basierten chemischen Treibmitteln.

Chang et al. [60] untersuchte für PP bei einer 20% unterfüllten Werkzeugform im Schaumspritzgießen die optimale CBA¹ Konzentration. Dabei wurde bei CBA Konzentrationen von 1 Gew.%, 3 Gew.%, 5 Gew.%, 7 Gew.% und 9 Gew.% die Zellstruktur und die mechanischen Eigenschaften (Zugversuche und Oberflächenrauheit) untersucht. Die kleinsten Zelldurchmesser entstanden bei 5 Gew.% CBA, und die höchste Zelldichte wurden bei 9 Gew.% beobachtet. Mit höherem Anteil an CBA sanken die mechanischen Zugeigenschaften und die Oberflächenrauheit nahm dabei zu. Weitere negative Punkte der CBA Verarbeitung sind der geringe Blähdruk unter 30 bar der mit der geringen Gasausbeute bei der Verwendung von CBAs einhergeht. So können geringe Gewichtsreduktionen beim TSG erzielt werden. Auch ergeben sich durch die hohen Verarbeitungstemperaturen Einschränkungen beim Einsatz der CBAs mit Hochtemperaturthermoplasten durch den Abbau des Trägermatrixmaterials [39, 58].

Im Gegensatz zu den CBA finden bei physikalischen Treibmitteln (PBA) keine Zersetzungsreaktionen mit Abbauprodukten statt. Die PBA bestehen aus Fluiden, d.h. Gasen oder leichtflüchtigen Flüssigkeiten, die dem Kunststoff in der Thermoplastschmelze direkt zugegeben werden. Oft wird daher von einer „Direktbegasung“ gesprochen. Aufgrund der einfachen und kosten-

¹ „Ecozell L“ der Firma Polyfill, mit CO_2 als Treibgas und Reaktionsbeginn ab 200 °C.

günstigen Bereitstellung werden beim TSG vornehmlich die beiden inerten Gase Stickstoff (N_2) bzw. in selteneren Fällen Kohlenstoffdioxid (CO_2) verwendet. [58] Diese Gase haben gegenüber z.B. den Fluorkohlenwasserstoffen den Vorteil der Umweltneutralität und bieten als inerte Stoffe einen Sicherheitsvorteil gegenüber brennbaren Gasen wie Butan oder Pentan. Die nötige Anlagentechnik stellt sich bei den PBA direktbegasteten Prozessen im Vergleich zur CBA Prozessführung als investitionsaufwändiger dar, was an der speziellen Anlagentechnik (Gasdosierstation, Gasinjektor, spezielle Schnecke und Zylinder) liegt. Diese PBA Prozesstechnik, die zu qualitativ deutlich höheren Gasausbeuten im Polymer führt, wird im folgenden (siehe Kapitel 2.2.1) noch genauer erläutert.

Auch die Kombination beider Treibmittelarten (physikalisch und chemisch) ist beim Schaumspritzgießen möglich. Ries et al. [61] untersuchte für thermoplastische Elastomerblends (TPE) verschiedene chemische Treibmittel in Kombination mit dem physikalischen MuCell Prozess auf die resultierende Schaumstruktur. Dabei wurden auch die relative Dichte, die Härte und Druckeigenschaften der im Hochdruckverfahren geschäumten Proben bestimmt. Für die Integralschaumstruktur zeigte sich, dass bei einer Verwendung von nur einem Schäumprozess durch die fehlenden Nukleierungskeime (bei MuCell) bzw. geringen Blähdruk (bei CBA) lediglich Zellgrößen oberhalb von $\sim 800 \mu m$ erzielt werden konnten. Wurden die beiden Prozesse kombiniert konnte diese Zellgröße bei vergleichbaren Prozessparametern auf $\sim 200 \mu m$ bis $500 \mu m$ reduziert werden. Ein Einfluss des verwendeten Treibmittels (je CBA oder PBA im Prozess) auf die Deckschichtdicke der Sandwichbauteile konnte in dieser Studie nicht erkannt werden. Die Kombination der beiden Treibmittelarten führte allerdings zu einer geringeren Deckschichtdicke. Dies wird mit der geringeren Viskosität durch die zweifache Gasbeladung erklärt und dem wesentlich signifikanteren Einfluss der anderen Prozessparameter (Verzögerungszeit, Massetemperatur, Werkzeugtemperatur, Einspritzgeschwindigkeit). [61]

Beim Schaumspritzgießen wird zwischen Niederdruck- und Hochdruckverfahren unterschieden. In Abbildung 5 kann der Unterschied zwischen den beiden Verfahrensvariationen prinzipiell abgelesen werden.

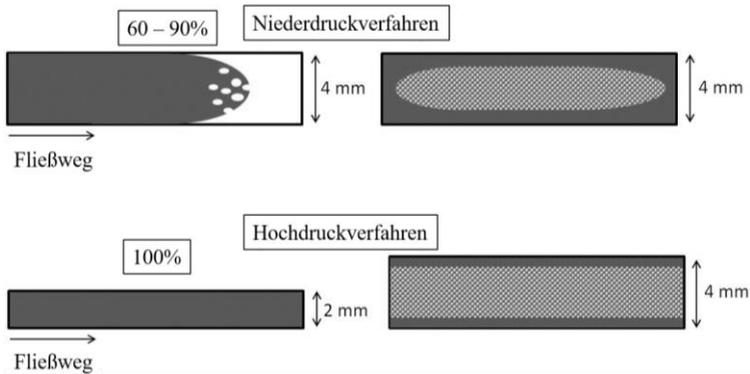


Abbildung 5: Prinzip des Nieder- und Hochdruckverfahren beim Schaumspritzgießen

Das Niederdruckverfahren beruht auf einer Unter-/Teilfüllung der Werkzeugkavität (meist 60 - 90% des Einspritzvolumens beim kompakten Bauteil) und resultiert in geringeren Forminnendrücken [62]. Aufgrund des Schäumens beim Druckabfall nach dem Einspritzvorgang füllt sich die Kavität vollständig und der sonst aufgewendete Nachdruck entfällt [63]. Der geringe Formteilinnendruck führt häufig zu inhomogenen Schaumsandwichstrukturen über die Fließweglänge [39].

Beim Hochdruckverfahren (auch als „atmendes Werkzeug“, „Schäumen mit Dekompressionshub“, „Präzisionsöffnen“ oder „Negativprägen“ bekannt [64]) wird die Kavität zunächst vollständig mit der Gas-Polymer-(Faser-) Mischung gefüllt, woraus ein hoher Forminnendruck resultiert. Durch den hohen Forminnendruck wird das erneute Lösen des bereits nukleierten Gases in der Polymerschmelze erzielt, sodass nach der Formfüllung eine einphasige Polymer-Gas-(Faser-)Schmelze in der Kavität vorliegt [65]. Die eigentliche Zellnukleierung beginnt durch die vorgegebene Volumenvergrößerung und dem damit einhergehenden Druckabfall in der Kavität. Diese Kavitätsvergrößerung kann z.B. durch Präzisionsöffnen der Formwerkzeughälften mithilfe der Spritzgießmaschine realisiert werden. Dieser Unterschied der Werkzeuginnendrücke der beiden Verfahrensvarianten zeigen eigene Vorarbeiten [66] am Beispiel von geschäumtem und 40 Gew.% kurzglasfaserverstärktem PPS.

Der Unterschied zwischen dem Niederdruckverfahren (4 mm Kavität, 10% Unterfüllung) und dem Hochdruckverfahren (3 mm Kavität einspritzen, auf 4 mm Präzisionsöffnen) beträgt hierbei ca. 120 bar beim Maximalwerkzeuginnendruck. Um die Form vollständig mit Schmelze zu füllen und ein frühzeitiges Aufschäumen zu verhindern, wird beim Hochdruckverfahren oft ein geringer und kurzer Nachdruck appliziert. Nach dem Füllvorgang wird die Kavität in ihrem Volumen in Richtung Kavitätsöffnung vergrößert und das Aufschäumen kann bedingt durch den Druckabfall beginnen. Durch die Kontrolle über Öffnungszeitpunkt, -geschwindigkeit und -weite kann der Druckabfall und damit die Schaumsandwichstruktur gezielt eingestellt werden. [67]

Mittels weiterer einstellbarer Prozessparameter wie die Massetemperatur oder die Werkzeugtemperatur wird der Sandwichaufbau und damit letztlich auch die resultierenden mechanischen Eigenschaften der Bauteile angepasst. [64]

2.2.1 MuCell Prozess

Ende der 1980iger Jahre wurde der sogenannte „MuCell“ Prozess zur Herstellung von mikrozellulären Schäumen am Massachusetts Institut of Technology (MIT) entwickelt. Nach der Übernahme der Patentrechte durch die Firma Trexel Inc. wurde dieses Verfahren zusammen mit der Firma Engel Austria GmbH weiterentwickelt und kommerzialisiert. [39, 68]

Der „MuCell“ Prozess zählt unter den thermoplastischen Schaumspritzverfahren zu denen mit Direktbegasung mittels physikalischer Treibmittel [69]. Typische inerte PBA wie z.B. Stickstoff (N_2) oder Kohlenstoffdioxid (CO_2) werden im überkritischen Zustand in die Plastifiziereinheit während des Dosiervorgangs injiziert und dort mit dem Polymer (+ Fasern) gemischt. Dieser überkritische Zustand liegt bei N_2 oberhalb von 34 bar und -147 °C bzw. bei CO_2 oberhalb von 71 bar und 31 °C . In diesem Zustand zeigen die Fluide ein Verhalten, das sowohl für Flüssigkeiten (hohe Dichte und hohe Löslichkeit) als auch Gase (niedrige Viskosität und hoher Diffusionskoeffizient) charakteristisch ist und ideale Voraussetzungen für das homogene Lösen des PBA in der Kunststoffschmelze liefert [70].

Inerte physikalische Treibmittel können anders als chemische Treibmittel uneingeschränkt bei allen Polymeren und deren Verarbeitungstemperaturen eingesetzt werden und ermöglichen so auch beispielsweise das Schäumen von Hochtemperaturthermoplasten wie Polyphenylensulfid. [58]

In Abbildung 6 ist der prinzipielle Aufbau einer MuCell Einheit dargestellt. Die Gasdosierstation ist an die Plastifiziereinheit einer Spritzgießmaschine angebunden. Über eine oder mehrere Bohrungen im Massezylinder der Spritzeinheit wird das überkritische PBA über einen oder mehrere Gasinjektoren zwischen zwei Ringrückstromsperrern eingespritzt [62]. Mit Hilfe von auf (Lang-)Glasfaserverarbeitung optimierten Mischelementen wird dort das Gas in das Polymer-/Fasergemisch homogen eingearbeitet.

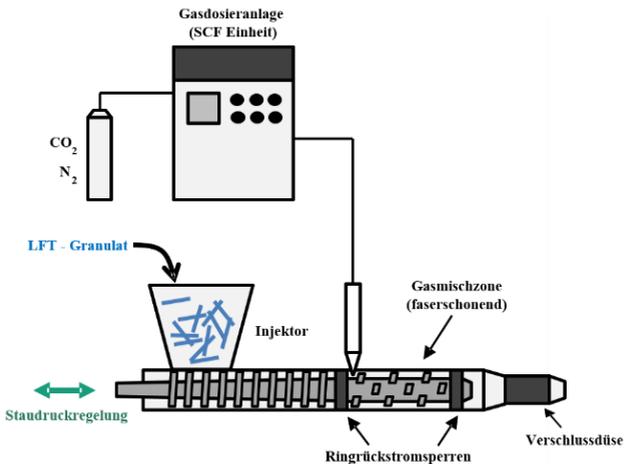


Abbildung 6: Prinzip des MuCell Prozess mit angepasster Langglasfaserschnecke zur LFT Verarbeitung (nach [39])

2.2.2 D-LFT(-TSG) Prozesse

Die **Direkt-Langfaserthermoplastverarbeitung** (D-LFT) verbindet die beiden Prozessschritte „Halbzeugherstellung“ mit dem der „Bauteilformgebung“ in der Wertschöpfungskette von den Ausgangsstoffen Polymer und Faserverstärkung zum fertigen Bauteil. [71] Für die industrielle und großserientaugliche Fertigung existieren derzeit Direkt-LFT Pressverfahren und Direkt-LFT Spritzgießverfahren [72].

Diese Direktverfahren bieten gegenüber den halbzeugbasierten Verfahren den Vorteil, dass Rohstoff- und Energiekosten gesenkt werden können. Ein weiterer Vorteil ergibt sich durch eine größere Flexibilität hinsichtlich Materialauswahl und Kombination der Verbundmaterialzusammensetzung, sowie der geringeren – da nur einmaligen – thermischen Belastung des Compounds bei der Verarbeitung.

Im Rahmen dieser Arbeit wird ausschließlich der D-LFT Prozess beim Spritzgießen betrachtet und an dieser Stelle daher nicht näher auf die Direktverarbeitung mittels der verschiedenen Pressprozesse eingegangen.

In den Untersuchungen zur Direktverarbeitung von Endlosfasern auf Spritzgießmaschinen (SGM) entwickelte Truckenmüller [48] bereits 1996 einen Prozess, der auf einer geänderten Variante der Einschnecken-Spritzgießmaschine Typ KM 150-620 B2 mit einer Schließkraft von 1500 kN, einem Dosiervolumen von 377 cm³ und einem Schneckendurchmesser von 50 mm basiert. Abbildung 7 zeigt den prinzipiellen Aufbau dieser Anlage, die als Ziel eine kostengünstigen Alternative zum Spritzgießprozess mit Langfaserstäbchengranulat hat. Als Referenzprozess wurde in dieser Studie eine konventionelle Plastifiziereinheit mit einstufiger Dreizonenschnecke und einer Ring-Rückstromsperre verwendet. Über die Entgasungsöffnung der SGM (b) werden – überwacht durch ein Fasereinzugslängenmesssystem (a) – bis zu 8 Rovingstränge eingezogen. Basierend auf einer handelsüblichen 2-stufigen Entgasungsschneckenengeometrie (c) wird eine neuartige Langfaser-Mischrückstromsperre (d) entwickelt. Eine Messdatenerfassungsanlage (e) kann den Plastifizierdruck (P_{PL}), den Schneckenweg (s_{PL}), die Plastifizierzeit

(t_{PL}), die Schmelzetemperatur ϑ_{IR} mittels IR-Temperaturfühler im Bereich der Rückstromsperre bzw. ϑ_M im Bereich der Meteringzone II, den Druck in der Meteringzone II (P_M) und die Schneckendrehzahl (n_s) messen. Den Abschluss der Anlage bilden die Düse (f) und das Spritzgießwerkzeug (g). [48]

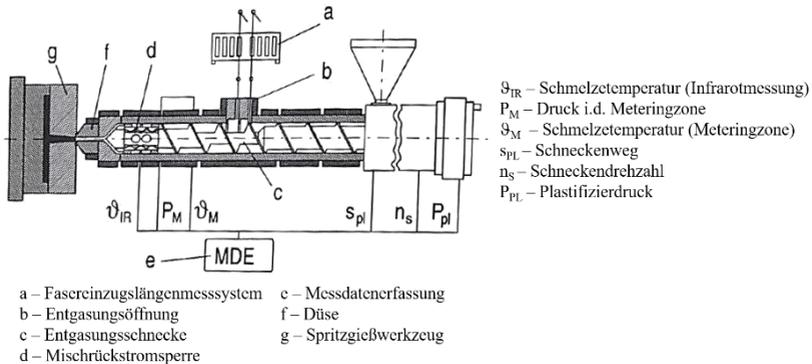


Abbildung 7: Prinzip einer Einschnecken-SGM mit Faserdirektinzug (nach [48])

Als weiteres Direktverfahren kam 2003 beim Automobilzulieferer Faurecia das XRI-Verfahren [73] zum Einsatz, das auf der Verwendung des vom Maschinenherstellers KraussMaffei vertriebenen IMC („injection molding compounder“) basiert [73]. Dabei wurde ein Doppelschneckenextruder mit einem Einspritzkolben kombiniert, sodass das compoundierte Material aufdosiert und eingespritzt werden kann. Während des Einspritzvorgangs wird die Polymer/Faser Mischung in einem Schmelzespeicher gepuffert. Ein Beispiel für ein Bauteil in Serie sind Frontend-Strukturträger des Peugeot 307, die bis dahin meist mit Glasmatten- oder hybrider Bauweise realisiert wurden [73].

Das sog. S-LFT Verfahren, ein intermittierendes Inline-Compoundierung Verfahren, das aus der Kooperation zwischen „Husky Injection Molding Systems“ und „Coperion Werner&Pfeidler GmbH“ entstand, arbeitet im

Vergleich zur IMC-Technik ohne Schmelzespeicher. Um den Prozess zu steuern wird dabei die (kontinuierliche) Materialaufbereitung mittels Extruder angehalten und wiederangefahren um den (diskontinuierlichen) Spritzgießprozess mit Material zu versorgen. [74]

Eine weitere Möglichkeit der Direktverarbeitung zeigt das Konzept des Pushtrusion-Prozesses auf. Dem Spritzgießprozess wird direkt ein Pultrusionsprozess mit Einschneckenextruder zur Faserimprägnierung vorgeschaltet. Diesem Einschneckenextruder werden unter Druck in der Imprägniereinheit Endlosfasern zugeführt. Das in Polymermatrix eingebettete Glasfaserbündel wird abschließend konfektioniert, wobei das noch im schmelzflüssigen Zustand befindliche Granulat direkt im Spritzgießprozess weiterverarbeitet wird. [75] [76]

Birr [26] untersuchte in seiner Arbeit eine alternative Verarbeitungsmethode von langfaserverstärkten Thermoplasten unter Verwendung eines Planetwalzenextruders als Ersatz für die konventionelle Plastifiziereinheit. Ein Planetwalzenextruder ist ein Mehrwellenextruder mit hoher Aufschmelz- und Homogenisierungsleistung, der v.a. für die PVC (Polyvinylchlorid) Verarbeitung vorgesehen ist und auch für die hochgefüllte WPC („Wood Polymer Compound“) Produktion anpassbar ist. Mit diesem Verfahren wurde – wie bei den meisten Direktverfahren – die Zielsetzung verfolgt, eine möglichst geringe Glasfaserschädigung während der Materialaufbereitung zu erzielen. Um dies zu erreichen, wurde ein für die Compoundierung und Materialaufbereitung vorgesehener Planetwalzenextruder mittels Schmelzespeichersystem an eine Spritzgießmaschine angebaut. [26]

Als weiterer Spritzgießmaschinenhersteller hat Arburg in Kooperation mit dem Süddeutschen Kunststoffzentrum ein Spritzgießverfahren entwickelt, bei dem unbenetzte Fasern direkt dem Spritzgießprozess zugeführt werden. Die Faserbündel werden in die Anlage eingezogen und mittels eines elektrischen Schneidwerks auf eine vorgegebene und variable Länge (bis 50 mm) geschnitten. Diese Faserstücke rieseln in einen unmittelbar darunterliegenden Sidefeed, der die Fasern über ein „Stopfaggregat“ dem Schmelzfluss am Ende der Plastifiziereinheit zuführt. Ziel ist dabei die Fasern aus den Berei-

chen mit hoher Scherbelastung (z.B. durch nicht vollständig aufgeschmolzenes Granulat oder hochviskose Schmelze) fernzuhalten. [77] [26]

Diese vorher genannten D-LFT Verfahren sind nicht ohne weiteres in der Lage (überkritisches) Gas im Direktcompoundierschritt einzuarbeiten und somit für das Schaumspritzgießen ungeeignet.

Einzig das D-LFT Schaumspritzgießen (beschrieben in [39, 78]) kombiniert den Prozessschritt des Compoundierens mit dem formgebenden Prozessschritt des Schaumspritzgießens. Dieses Verfahren ist eine Abwandlung des bereits bekannten Verfahrens des Direktspritzgießens mithilfe der Materialaufbereitung durch einen Extruder (vgl. „IMC“) und seit einiger Zeit auch Forschungsinhalt beim Spritzgießen [39]. In der Diplomarbeit von Jauch [79] wurde gezeigt, welchen Einfluss die Extruderschneckenengeometrie und die Extruderparameter wie Drehzahl, Fasergehalt und Polymermengendurchsatz auf die Prozessierbarkeit und mechanischen Eigenschaften im Direktprozess geschäumter Probekörper hat.

In Abbildung 8 ist der prinzipielle Aufbau und Ablauf des D-LFT Prozesses dargestellt. Über eine gravimetrische Dosierwaage wird das Polymergranulat in den Doppelschneckenextruder (DSE) eindosiert und durch die rotierenden Schnecken mittels Scherung und aktiven Heizelementen aufgeschmolzen und zum Extruderausgang gefördert. Auf diesem Weg wird das geschmolzene Polymer zunächst mit den Endlosfasern vermischt und abschließend mit dem überkritischen Treibmittel beladen. Die Endlosfasergarne (oder „Rovings“) werden durch eine Zylinderöffnung am DSE eingeführt, durch die Rotation der Schnecken eingezogen und statistisch an der Zylinderwand, den anderen Fasern oder durch Biegung gebrochen [39]. Wie von Turkovich et al. [80] beschrieben wurde, kann auch bei der Plastifizierung durch teilaufgeschmolzenes Granulat eine Faserschädigung hervorrufen werden. Daher werden beim hier betrachteten D-LFT Prozess die Fasern erst in einem Bereich von homogen geschmolzenem Polymer hinzugefügt. Außerdem kommen die Fasern so erst mit vollständig aufgeschmolzener und damit niedrigviskoser Polymermatrix in Berührung, was ebenfalls den Faserbruch reduziert [39]. Das physikalische Treibmittel wird über eine Gasdosierstation überkritisch in den Schmelzfluss des Extruders injiziert. Dieser Schmelzfluss bewirkt

hierbei durch seine kontinuierliche Förderung, dass eine „Schmelzedichtung“ den Extruder zum hinteren Bereich abdichtet. Um den kontinuierlichen Prozess des Extrudierens mit dem diskontinuierlichen Prozess des Spritzgießens zu verbinden, ist ein Schmelzepot in Form eines beheizten Zylinders mit Kolben vorhanden [39, 81]. Das Material (Glasfasern/Polymer/Gas) wird beim Anfahren der Anlage im Extruder aufbereitet und vermischt. Dabei ist die Anfahrweiche so gestellt, dass das Plastifikat in einen mit Wasser gefüllten Behälter am Ausgang des Extruders gefördert wird. Sobald die Anzahl der Glasfaserrovings, die Polymermenge und die Gasmenge aufeinander abgestimmt sind, wird diese Anfahrweiche (über die Steuerung der SGM) umgestellt und das Material wird über die Schmelzeleitung der Einspritzeinheit zugeführt. Ist das Dosiervolumen in der Plastifiziereinheit (ein Kolben- oder Kolbenschneckenaggregat) im Vollautomatikmodus der SGM erreicht, wird die Umschaltweiche hydraulische angesteuert. Dadurch wird das Material, das durch den DSE weiter kontinuierlich gefördert wird, in dem Schmelzepot zwischengespeichert. Die Umschaltweiche ist dann gleichzeitig in Einspritzposition und das Material wird durch eine Vorwärtsbewegung der Schnecke (in der Einspritzeinheit) in die Werkzeugkavität gespritzt. Der sich anschließende Schäum- und Abkühlvorgang beendet den Zyklus, sodass beim nächsten Dosierzyklus die im Schmelzspeicher zurückgehaltene Masse mit dem kontinuierlich nachgeförderten Compound aus dem Extruder in die Einspritzeinheit gefördert werden kann.

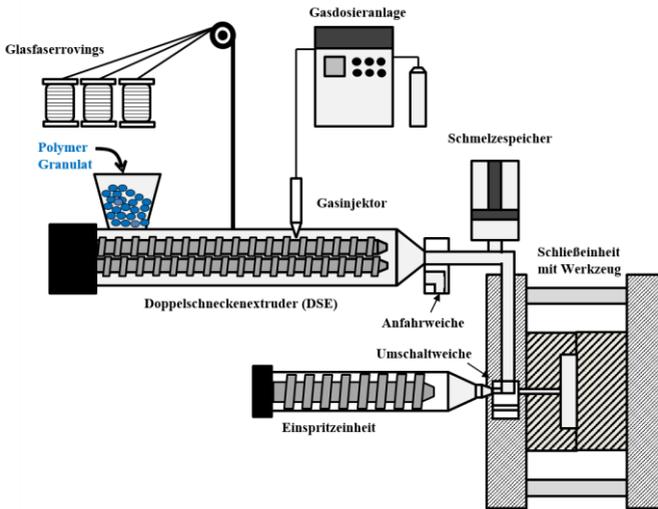


Abbildung 8: Prinzip des D-LFT-TSG Prozess (nach [39])

Wie die in Kapitel 2.2 gezeigten Verfahren bietet auch das D-LFT-TSG den Vorteil, dass der Prozessschritt der Halbzeugherstellung wegfällt und höhere Faserlängen erreicht werden [39]. Dadurch wird der logistische Aufwand reduziert und Energie eingespart, da die Energie für den Aufschmelzvorgang nur einmal benötigt wird. Weiterhin kann thermische Schädigung, welche mit diesem Wiedererhitzen einhergehen kann, minimiert werden [71]. Auch ermöglicht dieser Prozess den Bauteilhersteller ein direktes Arbeiten mit den Rohmaterialien, wodurch Änderungen und Anpassungen zur Optimierung der Bauteile Inline vorgenommen und gleichzeitig hohe Faserlängen beibehalten werden können. So kann die eine Auswahl des Matrixmaterials in Kombination mit jeder beliebigen Fasertypen bzw. Gasart und des Faser-/Gasgehalts unabhängig vom Halbzeughersteller getroffen werden, wodurch neue Materialkombinationen und Werkstoffkombinationen mit angepassten Eigenschaften schnell eingestellt werden können. [72, 82]

2.3 Rheologie gasbeladener und faserverstärkter Polymerschmelzen

Dieses Kapitel zeigt die Grundlagen der Rheologie im Allgemeinen sowie die Rheologie von Polymeren im Besonderen auf. Der aktuelle Kenntnisstand zur Viskosität von gasbeladenen und faserverstärkten Polymeren sowie die zugehörigen Messprinzipien wird dabei umfassend dargestellt.

2.3.1 Grundlagen der Rheologie

Rheologie bezeichnet (aus dem griechischen „rhei“/„rheo“ – „fließen, strömen“) dem Wortsinn nach die „Fließkunde“ und umfasst die Beschreibung aller Stoffe (z.B. auch Gase [83]) mit mehr oder weniger ausgeprägtem Fließvermögen.

Die Definition grundlegender rheologischer Parameter erfolgt mithilfe eines Zwei-Platten-Modells (siehe Abbildung 9). Dabei wird die obere Platte mit der Scherfläche A durch die Scherkraft F bewegt und die daraus resultierende Geschwindigkeit v gemessen, während die unbewegte Platte fest ist. Zwischen den beiden Platten mit dem Abstand h wird das zu messende Fluid geschert. Es wird angenommen, dass dieses Fluid an beiden Platten Wandhaftung besitzt und laminare Fließbedingungen herrschen [83].

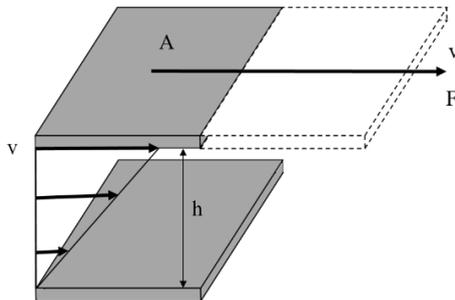


Abbildung 9: Fließgeschwindigkeit eines Fluids im Spalt des Zwei-Platten-Modells für Scherversuche (nach [83])

Die Schubspannung τ (engl.: „shear stress“) beschreibt die auf die Fläche A bezogene Kraft F , deren Richtung parallel zur Angriffsfläche liegt (in Pa [84]):

$$\tau = \frac{F}{A} \quad (2.1)$$

Die Schergeschwindigkeit $\dot{\gamma}$ (früher: „Scherrate“, engl.: „shear rate“) beschreibt die räumliche Veränderung der Fließgeschwindigkeit und ist definiert durch folgende Gleichung mit der Einheit s^{-1} [84]:

$$\dot{\gamma} = \frac{v}{h} \quad (2.2)$$

Der Faktor η in Pa·s wird als Viskosität bzw. Scherviskosität bezeichnet und ist bei newtonschen Flüssigkeiten konstant.

$$\tau = \eta \dot{\gamma} \quad (2.3)$$

Die Viskosität ist als Maß für den inneren Widerstand eines Fluides gegen eine stetig wirkende Kraft während des Fließens definiert. Dieser innere Widerstand entsteht durch Reibungskräfte der während des Fließens gegeneinander verschobenen Moleküle [85, 86].

Die Fließkurven (Schubspannung über Schergeschwindigkeit) zeigen die gegenseitige Abhängigkeiten bei drei verschiedenen Fließverhalten (Abbildung 10). Bei einem idealviskosen (newtonschen) Fluid (1) ist die Viskosität unabhängig von Höhe und Dauer der Scherbelastung, Beispiele hierfür sind z.B. Wasser oder Lösungsmittel. Scherverdickende (dilatante) Materialien wie z.B. Speisestärke, Naturgummi oder hochgefüllte Polymere zeigen eine Zunahme der Viskosität mit steigender Scherrate (2). Nimmt hingegen die Viskosität eines Fluides bei steigender Scherrate ab, wird von scherverdünnendem bzw. strukturviskosem Verhalten gesprochen (3). Dieses Verhalten ist typisch für Polymerlösungen und Polymerschmelzen. [83, 84]

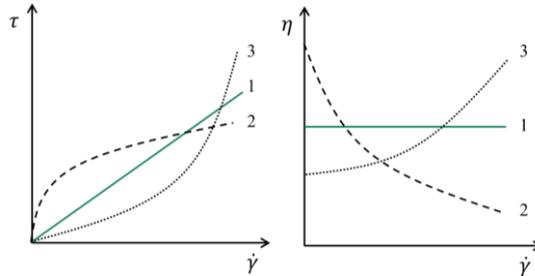


Abbildung 10: Schematische Fließkurve (links) und Viskositätskurve (rechts) für ein newtonsches (1), strukturviskoses (2) und dilatantes (3) Verhalten (nach [83])

Bei den strukturviskosen Polymeren ist die Viskosität abhängig von der Höhe der Scherrate. Bei steigenden Scherrate sinkt die Viskosität ab. Das lässt sich dadurch erklären, dass die Makromolekülketten der Polymere im Ruhezustand „verknäult“ sind und bei Scherung in Scherrichtung deformiert und entschlauft werden. Für unvernetzte, d.h. für die thermoplastischen Polymere gliedert sich die Viskositätsfunktion in drei Bereiche auf, dargestellt in einem doppellogarithmischen Diagramm (Abbildung 11). Im „Low-shear“ Bereich (1) – auch „1. Newtonsches Plateau“ genannt – verhalten sich Polymerschmelzen wie ein Newtonsches Fluid. Diese konstante Viskosität wird als Null-Viskosität η_0 bezeichnet und ist abhängig von der Molmasse M der Moleküle (je höher M , desto höher η_0). In diesem Scherratenbereich kleiner als 1 s^{-1} steht die Entschlafung der Molekülketten durch Scherbelastung und die Rückverknäulung durch viskoelastisches Verhalten im Gleichgewicht. Im Fließbereich (2) zeigt das Polymer das schon beschriebene strukturviskose Verhalten. Bei sehr hohen Scherraten erreicht die Viskosität wieder ein konstantes Niveau (2), welches auch als „2. Newtonsches Plateau“ oder „High-shear“ Bereich bezeichnet wird. Die Viskosität in diesem Teil wird als unendliche Viskosität η_∞ definiert und ist der Wert der Viskositätsfunktion bei „unendlich hohen“ Scherraten. Hier liegen die Makromoleküle des Polymers nahezu vollständig in Fließrichtung orientiert vor und sind vollständig „entschlauft“. So ist der zugehörige Fließwiderstand minimal und kann nicht weiter absinken, da lediglich die Reibung zwischen den aneinander abgleitenden Einzelmolekülketten vorliegt. [83, 87]

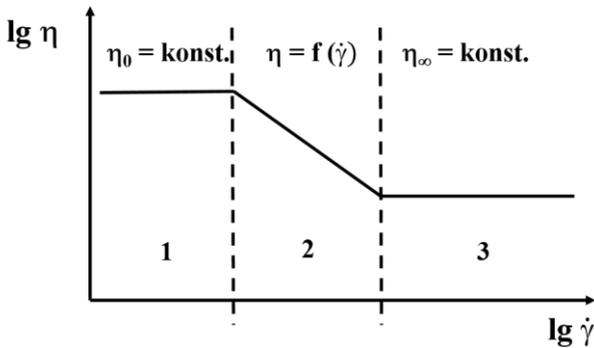


Abbildung 11: Schematische Darstellung der Viskosität eines thermoplastischen Polymers über der Scherrate (nach [83])

Die Ermittlung der Viskosität erfolgt mit sog. Rheometern. Abhängig von der Anwendung als Offline- oder Inline-Messsystem und dem interessierenden Scherratenbereich werden unterschiedliche Rheometer verwendet. [83]

In der Industrie wird häufig die Schmelze-Massefließrate (MFR, engl. „Melt/Mass Flow Rate“ oder „Melt Flow Index“ (MFI)) als einfacher und schneller Weg der Qualitätskontrolle verwendet. Hierbei wird ein Polymer in einem Zylinder auf eine Temperatur erwärmt und mit einem definierten Gewicht durch eine Kapillare festgelegter Länge und Durchmesser extrudiert. Der Strang wird nach 10 Minuten abgeschnitten und das Gewicht in Gramm ergibt den MFR. Die Schmelze-Volumenfließrate (MVR, engl. „Melt Volume Flow Rate“) verwendet zusätzlich das Volumen der analog zur MFR gewogenen Probe und bezieht so noch die Dichte des Materials mit ein. Da die Prüflast und die Prüftemperatur für jedes Polymer spezifisch sind, kann der MFR Wert nicht über verschiedene Polymerklassen hinaus verglichen werden [86]. Hinzu kommt, dass der Wert nur einen Punkt auf der Viskositätskurve bei einer bestimmten Scherrate abbildet, und somit keine allgemein gültigen Aussagen über die Viskosität eines Polymers gemacht werden können [42].

Beim Gleitplatten-Rheometer wird die Scherung zwischen zwei parallelen Platten (einer stehenden und einer bewegten) gemessen. Der Messbereich erstreckt sich über einen Scherratenbereich von $0,05 \text{ s}^{-1}$ bis 500 s^{-1} . Durch die einfache Geometrie werden nichtlineare Fließfelder vermieden, wodurch es für die Beobachtung von Orientierungseffekten in gefüllten Systemen wie z.B. faserverstärkten Polymeren verwendet werden kann. Außerdem kann zusätzlich die Scherspannung direkt mit einem geeigneten Messaufnehmer ermittelt werden.

Mit einem Kegel-Platte Rheometer kann eine große Vielzahl von rheologischen Tests durchgeführt werden. Kegel-Platte-Rheometer dürfen nur für Messproben eingesetzt werden, die feste Komponenten wie Partikel oder Fasern bis zu einer Größe von maximal $1/5$ des Kegelabstandes von der Platte beinhalten.

Das Platte-Platte-Rheometer, ist ähnlich wie das Kegel-Platte-Rheometer aufgebaut. Es besitzt den Nachteil, dass die Scherrate eine Funktion des Abstandes und des Plattenradius ist. Allerdings können damit auch Materialien mit vergleichsweise großen Partikeln gemessen werden.

Die Einsatz- bzw. Scherratenbereiche der unterschiedlichen Rheometer und den zugehörigen Verarbeitungsprozessen ist in Abbildung 2.11 dargestellt.

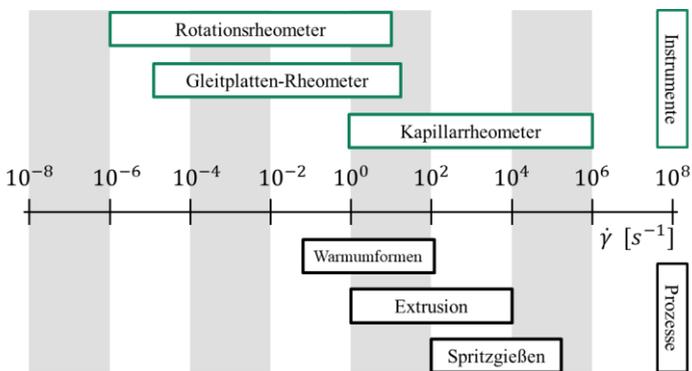


Abbildung 12: Scherratenbereiche versch. Verarbeitungsprozesse und Rheometer (nach [87])

Es lässt sich erkennen, dass im Bereich hoher Scherraten und über einen großen Scherratenbereich einzig das Kapillarrheometer als verlässliches Messinstrument genutzt werden kann. Dieses Messverfahren deckt gleichzeitig auch den für das Spritzgießen relevanten Scherratenbereich ab und wird im Folgenden genauer beschrieben.

2.3.2 (Inline-) Hochdruckkapillarrheometer

Das Kapillarrheometer besitzt eine Kapillare bzw. einen engen Schlitz als Kernbauteil und wurde erstmals von Hagen und Poiseuille im Jahre 1840 verwendet [88]. Im Inneren dieser Kapillare herrscht ein druckinduzierter Fluss mit einem inhomogenen Strömungsprofil. An der Kapillarwand ist die Scherrate maximal und die Fließgeschwindigkeit nahezu null, während in der Mitte der Kapillare die Fließgeschwindigkeit maximal ist. Aufgrund dessen kann mit dem Kapillarrheometer auch nur die scherratenabhängige Viskosität gemessen werden. Die Vorteile von Kapillarrheometern sind ihr einfacher, kostengünstiger Aufbau sowie der große messbare Scherratenbereich von ungefähr 1 s^{-1} (beschränkt durch die bei kleineren Scherraten wirkenden hohen Einflüsse von Oberflächenreibung, Gravität und die Reibung der Maschinenelemente) bis ca. 10^7 s^{-1} (begrenzt durch den auftretenden Schmelzedruck, der zu hoch für die Anlagentechnik wird). [86]

Der prinzipielle Aufbau eines Offline-Kapillarrheometers mit rundem Kanalquerschnitt ist in Abbildung 13 dargestellt. Die Kapillare (Durchmesser D und Länge L) sitzt am Ausgang eines beheizbaren Zylinders der mit Polymerschmelze gefüllt wird. Von oben drückt ein Stempel mit definierter Geschwindigkeit auf die Schmelze und gibt so den Volumenstrom vor. Der Drucksensor sitzt im Zylinder und vor der Kapillare misst den sich einstellenden Druck.

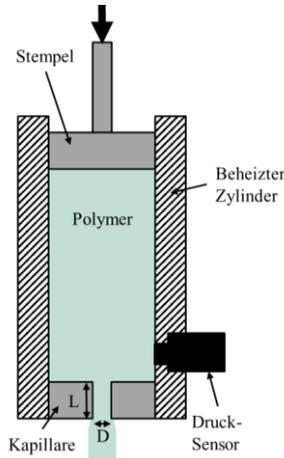


Abbildung 13: Prinzipieller Aufbau eines Kapillarrheometers (nach [86] und [87])

Aus dem Druckabfall Δp über die Kapillarlänge (Druck nach der Kapillare entspricht dem Umgebungsdruck) kann die Viskosität auf Grundlage der Gleichungen (2.1) bis (2.3) berechnet werden. Aufgrund von Eingangseffekten der Querschnittsveränderung im Kapillarrheometer und dem scherverdünnenden Verhalten von Polymeren werden für die so bestimmte Viskosität verschiedene Korrekturmethode angewendet um die wahre Viskosität zu erhalten. Die unkorrigierte (scheinbare) Scherrate (engl. „apparent shear rate“) berechnet sich aus dem Volumenstrom Q (in mm^3/s) und dem Durchmesser der Kapillare nach folgender Formel:

$$\dot{\gamma}_{ap} = \frac{32Q}{\pi D^3} \quad (2.4)$$

Aus den gemessenen Drücken und der Kapillargeometrie berechnet sich die scheinbare Scherspannung τ_{ap} :

$$\tau_{ap} = \frac{\Delta p D}{4L} \quad (2.5)$$

Die nach (2.6) aus (2.4) und (2.5) berechnete Viskosität wird nach ISO 11443 als scheinbare Viskosität η_{ap} bezeichnet [89]:

$$\eta_{ap} = \frac{\tau_{ap}}{\dot{\gamma}_{ap}} \quad (2.6)$$

Um die wahren rheologischen Werte zu erhalten sind verschiedene Korrekturen vorzunehmen. Die **Bagley-Korrektur** korrigiert Eingangseffekte der Messung am Hochdruckkapillarrheometer, die einen deutlich höheren Druckverlust vermuten lassen (Abbildung 14).

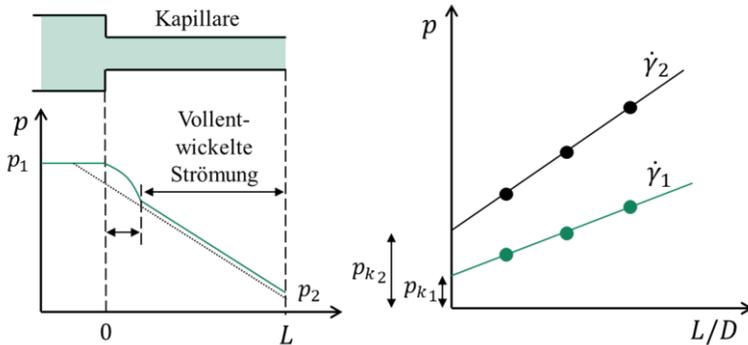


Abbildung 14: Schematische Darstellung der Eingangseffekte in einem Kapillarrheometer (links); Schematische Bagley-Kurven für zwei Scherraten (rechts) (nach [87])

Um diesen Fehler zu eliminieren, müssen Messungen mit Kapillaren mit mindestens zwei unterschiedlichen L/D -Verhältnissen durchgeführt werden. Im Rahmen dieser Arbeit wird dies durch die Variation der Länge L bei gleichem Durchmesser D realisiert um geänderte Schereinflüsse durch kleiner Kapillarquerschnitte auf die Fasern zu vermeiden. Der Korrekturdruck p_k wird durch Auftragen von Δp bei verschiedenen L/D -Verhältnissen für eine bestimmte Scherrate in einem so genannten Bagley-Diagramm (Abbildung 14, rechts) ermittelt. Bei mehr als zwei L/D -Verhältnissen kann für eine genauere Ermittlung von p_k ein sogenanntes Nichtlineares-Bagley-

Diagramm, mit einer polynomen anstatt einer linearen Anpassung der Messwerte, verwendet werden. Die wahre Schubspannung τ_w kann nun mithilfe der Gleichung (2.7) berechnet werden wobei $\Delta p = p_1 - p_2$ und $\Delta p_k = p_{k2} - p_{k1}$ (siehe Abbildung 14).

$$\tau_w = \frac{(\Delta p - \Delta p_k) D}{4 L} \quad (2.7)$$

Bei der Ermittlung rheologischer Daten von faserverstärkten Schmelzen führt die Ausrichtung von Fasern am Eingang der Kapillare zu einem Anstieg des Eingangsdruckverlustes im Vergleich zu unverstärktem Polymer. Dieser Einfluss kann auch über die Bagley-Korrektur ausgeglichen werden. [90]

Gleichung (2.4) gilt nur für Newtonsche Fluide und somit nicht für strukturviskose Polymerschmelzen. Um deren wahre Scherrate an der Rheometerwand zu berechnen, wird die Korrektur nach **Weißberg-Rabinowitsch** (W-R) durchgeführt [91]. Damit lässt sich die wahre Scherrate berechnen [92]:

$$\dot{\gamma}_w = \frac{1}{4} \dot{\gamma}_{ap} \left[3 + \frac{\log \dot{\gamma}_{ap}}{\log \tau_w} \right] \quad (2.8)$$

Um die Korrektur aus den Messdaten zu berechnen, wird $\log \dot{\gamma}_{ap}$ über $\log \tau_w$ aufgetragen und durch eine polynomische Funktion grafisch angenähert. Die Ableitung dieser Funktion entspricht dem gesuchten Term und die W-R-Korrektur kann für jeden Datenpunkt durchgeführt werden [93]. Damit ist die wahre Viskosität η_w definiert durch [92]:

$$\eta_w = \frac{\tau_w}{\dot{\gamma}_w} \quad (2.9)$$

Die Viskosität einer thermoplastischen Polymerschmelze hängt von vielen verschiedenen Parametern ab. Während eine größere Molmasse, ein steigender Verarbeitungsdruck und ein höherer Füllstoffanteil ein Ansteigen der

Viskosität bewirken, führen eine Erhöhung der Temperatur, die Zugabe von Weichmachern, größere Schergeschwindigkeiten und die Alterung (z.B. Kettenbrüche) der Polymere zu einer Senkung der Viskosität der Kunststoffschmelze [83]. Während die Molmasse und die Verzweigungen polymerspezifisch sind und eine Degradation während des Spritzgießprozesses unbedingt vermieden werden sollte, sind die verbliebenen Einflüsse prozessabhängig.

Im Folgenden wird nun genauer auf den Einfluss von Druck, Temperatur, Fasern als Füllstoff und einer Gasbeladung der Schmelze auf die Viskosität eingegangen.

Die Viskositätsfunktion bei verschiedenen Bedingungen kann mithilfe der Verschiebungsfaktoren für Druck α_p , Temperatur α_T und Gaskonzentration α_c zu einer Masterkurve verschoben werden. Der horizontale Verschiebungsfaktor $\alpha = \alpha_p \alpha_T \alpha_c$ wird folgendermaßen angewendet, wobei sich der Index Ref auf die Referenzwerte der Temperatur, des Drucks und des Gasgehalts der Masterkurve bezieht [83, 94]:

$$\eta(\dot{\gamma}) = \alpha \eta\left(\frac{\dot{\gamma}}{\alpha}, T_{Ref}, p_{Ref}, c_{Ref}\right) \quad (2.10)$$

Für die **Temperaturabhängigkeit** fanden Krebs et al. [94], dass aufgrund der molekularen Wechselwirkungen und der linearen Volumenzunahme die Viskosität bei steigender Temperatur exponentiell nach folgender Formel mit dem materialabhängigen Parameter B absinkt:

$$\eta(T) = \eta_0 e^{B/T} \quad (2.11)$$

Der Temperaturverschiebungsfaktor α_T kann für eine Referenztemperatur T_{ref} beschrieben und über die Arrhenius Gleichung mit der materialspezifischen Aktivierungsenergie E_a und der universellen Gaskonstante R dargestellt werden [94 bis 96]:

$$\ln(\alpha_T) = \frac{E_a}{R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{ref}} \right) \quad (2.12)$$

Die **Druckabhängigkeit** der Viskosität führt bei mehreren hundert bar – wie sie typischerweise beim Thermoplastspritzgießen auftreten können – zu einer je nach Polymertyp signifikanten Änderung des Fließverhaltens. Erste Erkenntnisse zur Druckabhängigkeit der Viskosität wurden von Jung et al. [97] aufgezeigt, die in ihrer Arbeit eine Steigerung der Viskosität von Polymerschmelzen von ein bis zwei Größenordnungen im Bereich von 0 bis 1500 bar beschreiben. Goubert et al. [98] zeigten die verschiedenen Messmethoden zur Bestimmung der Druckabhängigkeit der Viskosität und kommen zu dem Ergebnis, dass ein Hochdruckkapillarrheometer sehr gut geeignet ist, um Druckabhängigkeiten zu erfassen.

Die Erhöhung des Drucks hat den selben Effekt wie ein Absenken der Temperatur, nämlich eine Zunahme der Viskosität, da das freie Volumen abnimmt. Krebs [94] (für PP und PC), sowie Aho und Syrjälä [99] (für die Materialsysteme PC, ABS, PS, PP, LDPE) und Cogswell und McGowan [100] (für Polysulfone und Polysiloxane) wiesen nach, dass eine Druckerhöhung um 1000 bar bei Polymerschmelzen den selben Einfluss auf die Viskosität hat wie eine Temperaturverringerng um ca. 40 K. Weiter fanden diese Forschergruppen und die Gruppe um Li [101] für PP, LDPE, PA6 und PET heraus, dass Polymere mit steifen Hauptmolekülketten (wie PP und PET) eine höheren Druckabhängigkeit als Polymere mit beweglicheren Molekülketten (wie LDPE und PA6) besitzen. Ceccia et al. [102] zeigten für das polare PA 66, dass Polymere mit starken Wasserstoffbrückenbindungen bzw. Sekundärbindungen (und damit einer geringeren Molekülbeweglichkeit) mit steigender Temperatur auch eine steigende Druckabhängigkeit der Viskosität aufweisen.

Die Druckabhängigkeit wird mit dem Druckkoeffizienten β beschrieben, mit dem die Masterkurve „reduzierte Viskosität über reduzierte Scherraten“, erstellt werden kann. Der Druckverschiebungsfaktor α_p ist in der Barus-Gleichung (2.13) definiert mit p_{Ref} als Referenzdruck für die Masterkurve und mit p_m als Bagley-korrigierte mittlere Druck über die Kapillare [90, 99]:

$$\alpha_p = e^{\beta(p_m - p_{Ref})} \quad (2.13)$$

Der Druckkoeffizienten β wird in der Literatur als Maß für die Druckabhängigkeit verschiedener Polymere definiert. Absteigend von einer hohen Druckabhängigkeit bis zu einer geringen Druckabhängigkeit lassen sich so verschiedene Polymere aufreihen [87]:

PS > ABS > PC > PMMA > PP > PET > HDPE > LDPE > PA6 > PA66

Der Druckkoeffizient hängt außerdem stark von der Temperatur und der Scherrate ab. So ist aus verschiedenen Studien ([99, 103, 104]) bekannt, dass sich β bei sinkender Temperatur erhöht.

Für PS und mit steigender Scherrate sinkt die Druckabhängigkeit und nimmt bei vergleichsweise geringen Scherraten von 500 s^{-1} bereits einen geringen Wert von etwa 0,05 bis 0,06 1/MPa an [105]. Dies kann durch die geringere Polymerkettenorientierung bei geringen Scherraten erklärt werden, welche sensibler auf eine Druckänderung reagieren als eine hochorientierte Schmelze bei hohen Scherraten, wie sie zum Beispiel beim Spritzgießen bzw. bei Querschnittsveränderungen im Kapillarrheometer auftreten [95].

Wird speziell die Druckabhängigkeit der Scherviskosität von Polypropylen betrachtet, ermittelt sich nach Thomasset et al. [106] für PP der Wert β von 0,015 1/MPa und für PP/LGF30 ein geringerer Wert für β von 0,0045 1/MPa. Dabei wurden die rheologischen Eigenschaften von (langglasfaserverstärktem) PP im Bereich bis 150 bar und für den Spritzgießprozess relevante Scherrate von 5.000 s^{-1} bis 90.000 s^{-1} sowie bei Massetemperaturen über 200 °C untersucht. Diese Ergebnisse wurden durch Sedlacek et al. [103] und Son [107] bestätigt. Raps et al. [95] beschrieben eine Erhöhung der Viskosität von unter 13% bei einer Druckerhöhung um 50% in einem Temperaturbereich von 180 °C bis 220 °C . Zusätzlich wurde eine deutliche Temperaturabhängigkeit des Druckkoeffizienten von PP beschrieben, eine Steigerung der Temperatur von 190 °C auf 230 °C führte zu einer Senkung von β um fast 50% [103, 107]. Für Temperaturen von 180 °C – 200 °C stellte Krebs [94] bis 120 bar keine Druckabhängigkeit der Viskosität von PP fest.

Der Einfluss von überkritischem Gas auf die Viskosität ist auf das größer werdende freie Volumen und die Reduktion der Reibung zwischen den

Polymerketten zurückzuführen. Bei PP hat ein CO₂-Gehalt von 6 Gew.% bei einer Massetemperatur von 180 °C den selben Einfluss auf das Fließverhalten wie eine Steigerung der Temperatur bei reinem PP um 40 K. Der Einfluss hoher Temperaturen überlagert dabei den Einfluss der Gaskonzentration von CO₂. [95, 96]

Da das überkritische Gas nicht in den Füllstoff oder die Fasern diffundieren kann, ist der Effekt der Viskositätssenkung bei Polymeren mit Füllstoffen und/oder Fasern geringer ausgeprägt als bei entsprechenden reinen Polymeren. [63]

Der Einfluss von (Lang-)Glasfasern auf die Viskosität von Polymeren hängt von vielen Faktoren wie dem Faservolumenanteil, der Faserlänge und -ausrichtung ab. Bei niedrigen Scherraten steigt die Scherviskosität mit steigendem Faservolumengehalt an, während bei hohen Scherraten ein steigender Faservolumenanteil nur einen geringen Effekt auf die Viskosität hat und diese nur geringfügig höher ist als bei unverstärktem PP. Liegen die Fasern vor der Messstelle orientiert in Flussrichtung vor, so verringert sich der Einfluss auf die Viskosität noch weiter wie Crowson et al. [108] für kurzglasfaserverstärktes PP und Kim et al. [109] für langglasfaserverstärktes PP festgestellt haben. Allgemein wirkt sich ein höherer Faservolumenanteil bei LFT stärker auf die Viskosität aus als bei kurzfaserverstärkten Thermoplasten [109]. Thomason [110] stellte außerdem fest, dass die gemessene Viskosität bei einem Fasergehalt von 50 Gew.% niedriger ist als bei 40 Gew.% was damit erklärt wird, dass die Fasern ab einem gewissen Fasergehaltsanteil eine hochorientierte Lage in der engen Kapillare einnehmen. Die Faserlänge wirkt sich dagegen nur geringfügig auf die Scherviskosität aus, wie Thomasset [106] in Übereinstimmung mit Ericsson et al. [111] beim Vergleich von kurzglasfaserverstärkten und langglasfaserverstärktem PP (Ausgangslänge 10 – 20 mm Stäbchengranulat) mit 30 Gew. Glasfasern herausgefunden hat. Auch wird eine Reduktion der Faserlänge von Thomasset et al. [106] mit bis zu 60% innerhalb der Spritzgießereinheit und weiteren 50% innerhalb der Kapillare (Durchmesser 3 mm) angegeben, was aber aufgrund des gezeigten geringen Einflusses auf die Viskosität vernachlässigt werden kann.

Fernandez et al. [112] beschrieben in ihrer Studie ein Inline Hochdruckkapillarrheometer basierend auf dem Funktionsprinzip einer Schlitzdüse aus den Untersuchungen von Laun [113]. Aufbauend auf diese Schlitzdüse, die nach der Plastifiziereinheit einer SGM vor das Spritzgießwerkzeug gebaut ist, wurde hierbei über den Fließweg durch die Schlitzdüse der Druckabfall gemessen und daraus die rheologischen Kennwerte errechnet. Beim Vergleich der Viskosität von unverstärktem PP wurden bei der Bestimmung mittels Inline System um 10% niedrigere Werte gemessen als mit dem Standard Offline Rheometer. Weitere Untersuchungen mit dem Inline Rheometer zeigten, dass rezykliertes PP eine geringfügig niedrigere Viskosität als juveniles PP besitzt [112]. Diese Schlitzkapillarrheometer haben den Nachteil, dass die Strömungszustände im Messsystem komplexer als bei runden Querschnitten sind und die Scherrate (durch Reduktion der gesamten Schlitzdüsendicke) schlechter anpassbar sind.

Bei Versuchen zur Messung der Viskosität an gasbeladener und faserverstärkter PP Schmelze konnte gezeigt werden, dass durch die Gasbeladung der Faserbruch verringert werden kann. Hierzu entwickelte die Gruppe um Zhang, Thomason [114] und Qin [115] ein Inline-Kapillarrheometer, das auf ein Spritzgießaggregat gesetzt wird um die Viskosität gasbeladener Schmelze bei Scherraten bis 200.000 s^{-1} und Drücken bis 360 bar zu messen. In ersten Untersuchungen an CBA verglich Qin et al. [116] zwei CBA Treibmittel (exotherm und endotherm) miteinander und zeigte, dass exotherme CBAs eine größere Viskositätssenkung als endotherme CBAs bei thermoplastischen Olefinen (TPO) besitzen. In einer weiteren Studie konnte mithilfe des Inline-Kapillarrheometers nachgewiesen werden, dass die Viskosität von Zwei-Phasen Gas-Polymer-Schmelzen durch die Gasblasen in der Schmelze sinkt [117]. Um die rheologischen Daten des überkritischen Fluides messen zu können, muss also das Treibmittel zwischen den beiden Sensoren – vor und nach der Kapillare – in Lösung bleiben, weshalb der Druck hinter der Kapillare über dem Gaslösungsdruck gehalten werden muss [115].

Zhang [118] untersuchte in ihrer am Arbeit mit dem von Qin [119] entwickelten Inline-Hochdruckkapillarrheometer die rheologischen Eigenschaften von gasbeladener und faserverstärkter Thermoplastschmelze. Es wurde darin

noch einmal bestätigt, dass der gewählte Aufbau für die Messung von gasbeladener unverstärkter Polypropylenschmelze geeignet ist. Bei der Bestimmung der Viskosität von faserverstärktem Polypropylen wurde festgestellt, dass das Design der Kapillaren aufgrund der abrupten Querschnittübergänge zu einem Faserstau und somit zu einem erhöhten Druckverlust führt und damit keine verlässlichen Messungen der Viskosität möglich sind. Zhang [118] empfahl daher als Fazit und Abschluss ihrer Arbeit einen konischen Ein- und Auslass der Kapillare, um einen konstanten Fluss der glasfaserverstärkten Polypropylenschmelze zu gewährleisten. Auch Thomasset et al. [106] verwendeten für die genannten Messungen von PP/LGF ein Kapillarrheometer mit konischem Einlässen.

Eine Zusammenfassung der wichtigsten Eigenschaften zu dem von Zhang [118] erweiterten und mittels Simulationsmodellen optimierten Inline-Hochdruckkapillarrheometer zeigt Abbildung 15 und folgende Auflistung:

- jeweils Druck- und Temperatursensoren vor (1) und nach (2) der Kapillare
- konische Querschnittsübergänge (30°), um Faserstau zu vermeiden (3)
- veränderliches L/D -Verhältnis der Kapillare (4)
- Druckregulierung nach der Kapillare (5) durch einen veränderlichen Auslassquerschnitt (6)

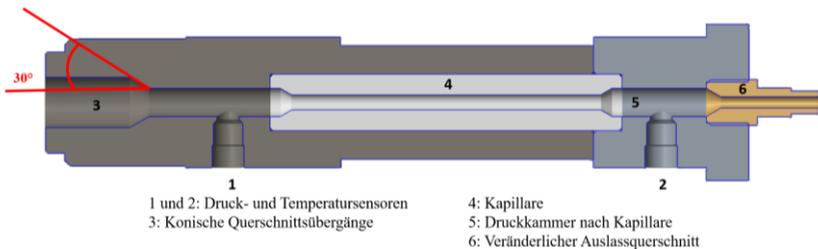


Abbildung 15: Prinzipieller Aufbau des optimierten Inline-Hochdruckkapillarrheometer (nach [118])

In der Literatur ist keine experimentelle Umsetzung der von Zhang simulativ gefunden Ansätze und Hinweise für die Messung rheologischer Daten von langglasfaserverstärkten Polymer publiziert.

2.4 Strukturanalyse von Integralschaumbauteilen im TSG

Beim Thermoplast-Schaumspritzgießen werden Strukturformteile aus Polymermatrix (und Faserverstärkung) mithilfe von Treibmitteln hergestellt. Diese Integralschäume werden oft als mehrteiliger (oft drei- aber auch fünfteiliger) Sandwichaufbau beschrieben (Abbildung 16). Durch das schnelle Auskühlen der Polymerschmelze an den kalten Werkzeugwänden bilden sich kompakte (faserverstärkte) Deckschichten, während die noch flüssige (faserverstärkte) Polymerschmelze aufschäumt und sich ein geschlossenzelliger Kern ausbildet [14, 15, 56].

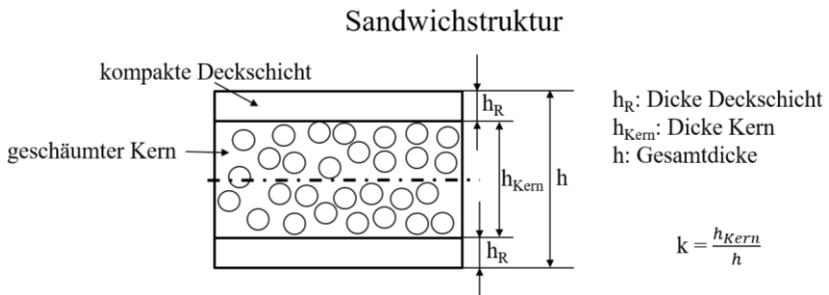


Abbildung 16: Schematischer Aufbau einer dreiteiligen Sandwichstruktur [120]

Bei der Strukturausbildung kann in Makro- und Mikrostruktur unterschieden werden. Unter der Makrostruktur werden die Rohdichte ρ_{Roh} mit der Gesamtintegralschaummasse m und dem zugehörigen Volumen V ohne Rücksicht auf die Dichteverteilung über das gesamte Formteil bzw. dem Probekörper verstanden:

$$\rho_{Roh} = \frac{m}{V} \quad (2.14)$$

Als Mikrostruktur werden unter anderen die mittlere Zellgröße, die Zellgröße

Benverteilung und die Zellorientierung analysiert [39, 121]. Zur Charakterisierung eines unverstärkten Integralschaums sind nach Müller [121] die Strukturparameter „Deckschichtdicke“, „Dichtereduzierung“ und „Zellgröße“ zu untersuchen.

Aus der Strukturausbildung ergeben sich die resultierenden mechanischen Eigenschaften des Integralschaums. In Abbildung 17 ist schematisch die Dichte- und Elastizitätsmodul-Verteilung über den Querschnitt einer Integralstruktur sowie die realen Querschnitte von PP und PP/LGF30 Proben dargestellt. Im geschäumten (und faserverstärkten), als homogen angenommenen Kern ist bei Biegelast die Spannung am geringsten und es kann im Bereich der neutralen Faser Material eingespart werden. Die als kompakt angenommenen Deckschichten weisen entsprechend höhere Elastizitätsmodule als der Kern auf. Die mechanischen Biegeeigenschaften der Deckschichten werden in der Literatur (z.B.: [39, 121]) mit den mechanischen Eigenschaften eines insgesamt kompakten Prüfkörper, d.h. nicht als Sandwich aufgebauten Querschnitts), gleichgesetzt.

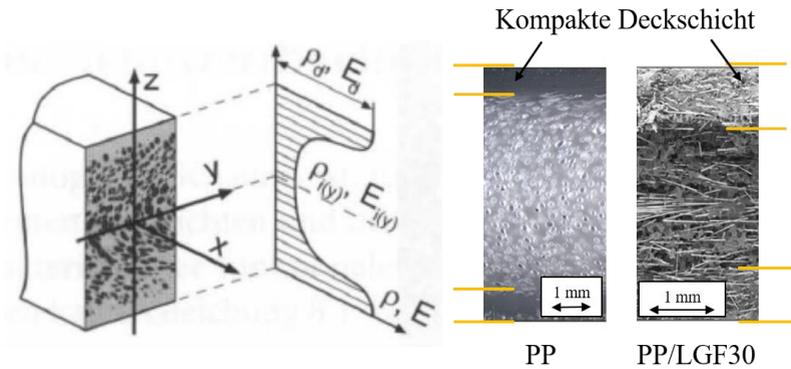


Abbildung 17: Schematische (links) und reale (rechts) Dichte- und Elastizitätsmodul-Verteilung über den Integralschaumquerschnitt (nach [39, 121])

Insgesamt kann der Strukturaufbau eines Integralschaums mit drei Parametern beschrieben werden. Der Kernschichtanteil k beschreibt das Verhältnis der Kerndicke zur Gesamtdicke des Strukturformteils:

$$k = \frac{K}{H} = \frac{H - 2D}{H} \quad (2.15)$$

Die Dichtereduktion sagt aus, um wie viel Prozent sich die Dichte eines Integralschaumes ρ_{Roh} im Vergleich zur Dichte des Kompaktbauteiles ρ_0 reduziert, wenn beide Bauteile die gleichen Geometrieabmessungen vorweisen:

$$\rho_{rel} = \frac{\rho_{Roh}}{\rho_0} \quad (2.16)$$

$$\Delta\rho = (1 - \rho_{rel}) * 100 \% \quad (2.17)$$

Als dritter Parameter wird die Gesamtdicke H des Integralschaumes berücksichtigt.

Seit das MuCell-Verfahren zum Schaumspritzgießen in der 80/90iger Jahren etabliert ist, gibt es wissenschaftliche Studien, die sich mit der Struktur der im Hoch- und Niederdruckverfahren geschäumten Integralbauteile beschäftigen. Dabei werden als wichtige Einflussfaktoren auf die Struktur bei Sandwichbauteilen die Polymerart, der Schäumprozess (Nieder- bzw. Hochdruckverfahren) sowie die Prozessparameter (z.B. „Werkzeug-/Massetemperatur“, „Verzögerungszeit“, „Treibmittelart/-gehalt“, „Fasergehalt“ etc.) erkannt.

Für ABS zeigten Rezavand et al. [122], dass die Zellmorphologie von im Niederdruckverfahren geschäumte Proben stark von der Lage im Bauteil abhängt. Diese Abhängigkeit wurde von Gómez-Gómez et al. [123] für PETG bestätigt. Wang et al. [124] wiesen bei ihren Studien zur inneren und äußeren Zellmorphologie nach, dass die mittlere Zellgröße am Anspritzpunkt beim Niederdruckverfahren wesentlich kleiner als in den restlichen Bereichen des Bauteils ist. Dabei konnte die Zellgröße weiter verkleinert werden, wenn – bei volumetrisch gerade vollständig gefülltem Bauteil – das zugehörige Einspritzvolumen weiter erhöht wurde. [124]

Für das Niederdruckverfahren sind als entscheidende Haupteinflussfaktoren auf die Zellstruktur das Einspritzvolumen bzw. der Füllgrad der Kavität bekannt. So zeigte sich für PS [125], dass bei einer Erhöhung der Einspritzgeschwindigkeit die Zellgröße sinkt, bei einer Erhöhung der Werkzeugtemperatur diese allerdings steigt. Leichter [126] kam zu demselben Ergebnis mit dem Zusatz, dass eine sinkende Schmelztemperatur zu geringeren Zellgrößen und eine Erhöhung der Gewichtsreduktion zu einer höheren Zellgröße führt.

Der Einspritzdruck und die Gaskonzentration haben bei LDPE, dass im Niederdruckverfahren geschäumt wird, einen großen Einfluss auf die Schaumstruktur, wie Barzegari [127] über einen „Design of Experiments“-Ansatz feststellte. Die ebenfalls untersuchte Werkzeugwandtemperatur hingegen beeinflusste dabei zwar die Dicke der Deckschicht, nicht aber die Morphologie der Kernstruktur.

Die Massetemperatur hat bei ABS im Temperaturbereich von 220 °C bis 245 °C keinen Einfluss auf die Dicke der Deckschicht. [128] Allerdings zeigte sich, dass die Struktur der Deckschicht optisch nicht mit jener von kompakten Referenzproben, die ohne Treibmittel konventionell gespritzt werden, übereinstimmte.

Durch die geringe Dichte, sein weites Anwendungsspektrum, z.B. in der Automobilindustrie, gilt PP als interessanter Werkstoff für den Leichtbau [129]. Die Zusammenhänge des Schäumverhaltens von PP sind in der Vergangenheit bereits intensiv für das Batch Verfahren ([130] – Untersuchungen zu PP und CO₂, mit und ohne Nanofüllstoffen), die Schaumextrusion ([131] – Schäumen mittels überkritischem CO₂ im Extrusionsprozess) und das Schaumspritzgießen (z.B. [132] – rheologische Eigenschaften und Schäumen von TPO auf PP Basis und [14] – Spritzgießen von PP im Hochdruckverfahren) untersucht worden. Dabei wirkten sich eine niedrige Schmelzfestigkeit und ein hoher Kristallinitätsgrad nachteilig auf die Zellstruktur aus [133]. Auch führte die geringe Gaslöslichkeit und Verteilung des Treibmittels bei PP zu einer inhomogenen Zellmorphologie entlang des Fließweges [134]. Außerdem führte die geringe Schmelzfestigkeit zu einem vereinfachten Aufbrechen der Zellwände, was die Zusammenlagerung – und damit das

Wachstum – der Zellen zur Folge hat [135]. Um diese Schwächen des Polypyrpylens bezogen auf das Schäumverhalten auszugleichen, kann die Schmelzfestigkeit mittels längerkettigen Verzweigungen [136], engmaschig verzweigter Ketten [137], oder Polymerblends wie z.B. PP/HDPE [138] erhöht werden.

Auch das Hinzufügen von weiteren Nukleierungsmitteln führt zu einer feinzelligeren Schaumstruktur. So zeigen Leun et al. [139], dass für die ideale Nukleierung ein keimbildendes Additiv viele spitze, kegelförmige Zacken als Oberfläche aufweisen sollte. Dies führte für PS zu einer guten Schaumqualität mit geringen Zellgrößen, einer hohen Zelldichte und engerer Zellzusammenlagerung. Übliche Nukleierungsmittel sind Talkum, Kalziumkarbonat [140], Silizium [141] oder Kaolin [142, 143]. Neben diesen Füllstoffen bieten die Kohlenstoff- und Glasfasern den Vorteil nicht nur die Nukleierung zu verbessern, sondern auch die mechanischen Eigenschaften signifikant zu erhöhen [144]. Dabei werden die Glasfasern wegen der leichten Prozessierbarkeit, der chemischen Beständigkeit und v.a. des günstigeren Preises pro Kilogramm, den Kohlenstofffasern oft vorgezogen.

Bei Integralschäumen, die im Hochdruckverfahren mit atmendem Werkzeug hergestellt werden, kann über das Bauteil positionsunabhängig von einer homogenen Dichteverteilung (mit kompakten Deckschichten und geschäumten Kern wie in Abbildung 17 dargestellt) über den Fließweg ausgegangen werden. Beim Niederdruckverfahren hingegen zeigte sich (z.B. in [145] für PP) ein Dichtgradient im Schaumkern abhängig von der Position im Bauteil. In [14] wurde gezeigt, dass bei im Hochdruckverfahren geschäumten, unverstärkten und mit 1 Gew.% Stickstoff beladenen PP bei einer Expansion von 2 mm auf 4 mm die Verzögerungszeit vor der Werkzeugtemperatur, der Masstemperatur und der Öffnungsgeschwindigkeit den größten Einfluss auf die Strukturausbildung hat.

Ishikava et al. [146] untersuchte PP Integralschäume, die basierend auf N₂ bzw. CO₂ mithilfe eines speziellen Spritzgießwerkzeugs im Hochdruckverfahren und vergleichend im Batch Verfahren geschäumt wurden, auf deren Zellwachstum. Das verwendete Spritzgießwerkzeug (180 mm x 100 mm x 1,5 mm) kann dabei um 1 mm mit unterschiedlichen Geschwindigkeiten

geöffnet und gleichzeitig das Zellwachstum über eine Hochgeschwindigkeitskamera beobachtet werden. Die beiden Herstellprozesse sowie eine numerische Simulation ergaben übereinstimmend für N_2 und CO_2 , dass mit steigender Öffnungsgeschwindigkeit die Anzahl der Zellen zunimmt und die Zellwachstumsgeschwindigkeit abnimmt. [146]

Aufgrund der in [147] nachgewiesenen niedrigeren Gaslöslichkeit von N_2 im Vergleich zu CO_2 in PP ergab sich eine höhere Zellenanzahl bei geringerer Zellgröße bei der Verwendung von Stickstoff als Treibmittel. Auch bei Reduktion der Stickstoffkonzentration auf 1/3 derer von CO_2 ergaben die Kernschichten der PP Integralschäume eine höhere Zellenanzahl mit kleineren Zelldurchmessern. [146] Diese Studie bestätigte auch, dass die klassischen Zellnukleierungs- und -wachstumsmodelle aus dem Batch Verfahren auf das Schäumverhalten beim Hochdruckverfahren im Spritzgießen angewendet werden können.

Weiterhin zeigte die Forschergruppe um Ishikava, dass mit steigender Gaskonzentration (CO_2) bei PP Integralschäumen die Anzahl der Zellen steigt, die Zellwachstumsrate sinkt und damit eine feinporige, mikrozelluläre Schaumkernstruktur entsteht [148]. Diese Ergebnisse wurden von Ruiz et al. [149] bestätigt, wobei hier im Hochdruckverfahren gearbeitet und mittels Gasgedrucktverfahren beim Einspritzen eine Oberflächenverbesserung angestrebt wurde. Die aufgestellten Modelle ([148, 149]) zur Abschätzung der Anzahl und Größe der Zellen wurden experimentell bestätigt, wobei die Deckschichtdicke von dem Modell von Ruiz et al. ([149]) dabei unterschätzt wurde.

Das Hinzufügen eines zusätzlichen Füll- oder Verstärkungsanteils führt bei Integralschaumbauteilen zu einer Verringerung der Zellgröße, da der Nukleierungsbeginn an mehr Keimen beginnen kann [133]. So zeigte auch Chandra et al. [150] bei Untersuchungen an PA6 (Niederdruckverfahren), dass die Zugabe von Nanocompositen zu einer Verringerung der Zellgröße und Erhöhung der Zellenanzahl führt. Derselbe Zusammenhang wurde von [137] für verschiedene PP und Maleinsäureanhydrid gepropftes PP in Kombination mit Nanocompositen bestätigt. Außerdem ergänzte Guo et al. [137], dass

die Sandwichstruktur durch Zugabe dieses zusätzlichen Nukleierungsmittels über den Querschnitt homogener verteilt ist.

In [151] wurde an 20 Gew.% glasfaserverstärkten PP Probekörpern – die im MuCell-Niederdruckverfahren geschäumt wurden – die Zellmorphologie, die Faserverteilung und -orientierung anhand von CT-Aufnahmen charakterisiert. Diese Proben zeigten den beschriebenen Aufbau mit zwei kompakten Deckschichten und einem geschäumten Kern. Als Schäummechanismen wurden die heterogene Nukleierung durch die Glasfasern als Haupteinflussfaktor ausgemacht. Es ist dadurch möglich die Nachteile der geringen Schmelzfestigkeit und durch die teilkristalline Struktur (geringe Gaslöslichkeit) auszugleichen und Sandwichbauteile mit einer homogenen Zellstruktur herzustellen. Durch die CT Analyse war es zudem möglich, die Faserorientierung (vorzugsweise in Fließrichtung in den Deckschichten bzw. quer dazu im Kern) zu bestimmen und einen Rückschluss auf die mechanischen Eigenschaften zu erhalten. [151]

Beim Vergleich der beiden Verfahren MuCell und D-LFT durch Roch [39] wurde am Beispiel von glasfaserverstärktem PP (30 Gew.%) im Hochdruckverfahren geschäumt festgestellt, dass deutliche Größenunterschiede bei den Schaumzellen zu finden sind (vgl. Abbildung 18). In den Abbildungen sind aufgrund von Präparationsschwierigkeiten und einem „verschmieren“ des PP durch die thermische Belastung beim Schleifen die Sandwichaufbauten schwer zu erkennen. Daher wurden Linien eingefügt, um die kompakten Deckschichten identifizieren zu können.

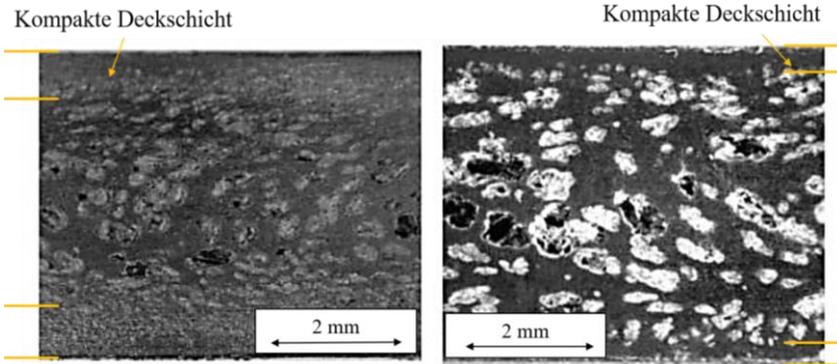


Abbildung 18: Schliffbilder zu PP mit 30 Gew.% Glasfaseranteil aus dem MuCell Prozess (links) und dem D-LFT-TSG Prozess (rechts) (nach [39])

Anstelle von eher kugelförmigen Zellen beim MuCell Prozess resultiert der D-LFT-TSG Prozess bei PP/LGF30 in größeren, geometrisch regellosen Hohlräumen.

Die Schaumstruktur von PA6 wurde in Verbindung mit dem MuCell Prozess unter Verwendung von Stickstoff als physikalischem Treibmittel bzw. chemischen Treibmitteln und LFT Granulat in [152] untersucht. Die Unterschiede in der Schaumstruktur zwischen unverstärktem und langglasfaserverstärktem PA6 Integralschaumbauteilquerschnitten bei vergleichbaren Prozessparametern (D.h. Hochdruckverfahren, Dichtereduktion, Einspritzspalt) sind in Abbildung 19 aufgezeigt. Der unverstärkte PA6 Integralschaum zeigt einen deutlichen 3-Schicht Sandwichaufbau mit zwei kompakten Deckschichten und dem geschäumten Kern. Beim langglasfaserverstärktem Schaum ist dagegen ein eher 5-Schicht Sandwichaufbau zu erkennen. Dort folgt den kompakten Deckschichten nach Roch [39] zunächst ein Bereich mit kleinen Schaumzellen (feinzellige Zwischenschicht) und in der Mitte des Querschnitts eine grobzellige Struktur (Kernschicht) [152]. Außerdem ist eine Abnahme der kompakten Deckschichtdicke beim faserverstärkten PA6 Integralschaum zu beobachten.

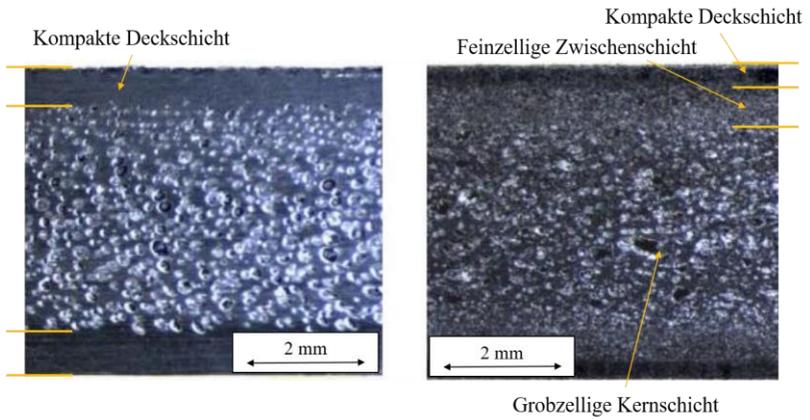


Abbildung 19: Schliffbilder zu PA6 unverstärkt (links) und PA6 mit 50% LGF (rechts), je mit Dichterreduktion von 30 % [152]

2.5 Mechanische Eigenschaften von Integralschaumbauteilen

Für geschäumte Polymere mit einer Sandwichstruktur gibt es passend zur Mikrostruktur (k -Verhältnis und ρ_{Roh}) einen makroskopischen Modellansatz zur theoretischen, mathematischen Berechnung der Integralschaumeigenschaften. Dabei wird der Integralschaumquerschnitt als dreischichtiger Sandwichaufbau mit kompakter Außenhaut und geschäumten Kern betrachtet. [120]

In [39] ist dieser Querschnitt wie in Abbildung 20 beschrieben. Dabei wird der Sandwichquerschnitt der Gesamthöhe h durch die Deckschicht – die durch die Dicke h_R , der Dichte ρ_R und dem zugehörigen Modul E_R beschrieben wird – und durch die Kernschicht – die mit der Dicke h_{Kern} , der Dichte ρ_K und dem zugehörigen Modul E_{Kern} beschrieben wird – abgebildet.

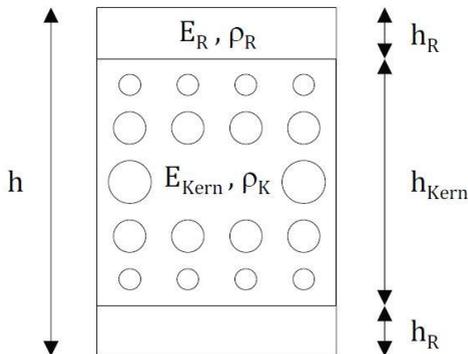


Abbildung 20: Modellvorstellung Integralschaum [39]

Für diese Modellbildung werden einige vereinfachende Annahmen getroffen [39, 120]:

- Dreischichtiger, symmetrischer Sandwichaufbau mit einheitlicher Dichte und homogenen Materialeigenschaften im Kern/den Deckschichten.
- Dichte und Elastizitätsmodul der ungeschäumten Außenhaut sind vereinfachend denen des Kompaktwerkstoffes gleichgesetzt.

Mittels für die Biegesteifigkeit aus der technischen Mechanik bekannten Formeln leitet sich – detaillierter beschrieben in [39] – für die Biegesteifigkeit S_B folgender Zusammenhang ab:

$$S_B = E_R b \left(\frac{h^3 - h_{Kern}^3}{12} \right) + E_{Kern} b \left(\frac{h_{Kern}^3}{12} \right) \quad (2.18)$$

Daraus ergibt sich mit dem Kernschichtanteil k und $S_B = E_B I_y$, für den Sandwichbiegemodul E_B :

$$E_B = E_R (1 - k^3) + E_{Kern} k^3 \quad (2.19)$$

Aufgrund der Faserorientierung in Spritzgießbauteilen ist bei dieser vereinfachten Modellvorstellung stets darauf zu achten, dass die Biegeeigenschaften für die Deckschichten auf Ergebnissen gleichsam orientierter kompakter Platten basieren.

Polypropylen mit 20 Gew.% Glasfaserverstärkung (im MuCell und Niederdruckverfahren geschäumt), wurde in einer Studie von Gómez-Monterde et al. [151] mithilfe von CT Aufnahmen auf die Faserorientierung und Faserverteilung, sowie deren Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften hin untersucht. Diese mechanischen Biege- und Schlagzähigkeitseigenschaften wurden mittels Dreipunktbiegeversuchen und ungekerbten, flachseitigen Charpy-Kerbschlagbiegeversuchen charakterisiert. Dabei zeigte sich ein anisotropes Verhalten, dass durch die Anordnung der Glasfasern begründet wird. Die Glasfasern in der Deckschicht sind dabei – ausgelöst durch Scherströmung –

in Fließrichtung und in der zellulären Kernschicht – aufgrund der auftretenden Dehnströmung – senkrecht zur Fließrichtung orientiert. Ausgehend von den veröffentlichten Daten lassen sich Dichten von $1,03 \pm 0,03 \text{ g/cm}^3$ für die kompakten Platten erschließen. Die Dichten an den ausgeschnittenen Probekörpern und damit Sandwichtaufbauten ergeben sich für die mit „10 % Gewichtsreduktion“ gekennzeichneten Proben zwischen $0,78 \text{ g/cm}^3$ bis $0,89 \text{ g/cm}^3$ für verschiedene Positionen auf der $100 \text{ mm} \times 100 \text{ mm}$ Platte und damit eigentlich einer Dichte-/Gewichtsreduktion von 13,6 % bis 25 %. Für die mit „20 % Gewichtsreduktion“ benannte Parametereinstellung ergibt sich für die ausgeschnittenen Proben eine Dichtereduktion von 22 % bis 35 %. Das Einspritzvolumen für die kompakten Referenzplatten ist mit 70 cm^3 angegeben, sowie für „10 % Gewichtsreduktion“ mit $51,2 \text{ cm}^3$ und für „20 % Gewichtsreduktion“ mit $45,3 \text{ cm}^3$. Wird diese Reduktionen der Schussvolumina verglichen (ohne die ebenfalls leicht unterschiedlichen Gasgehalte von 0,76 Gew.% und 0,86 Gew.% Stickstoff zu berücksichtigen) fällt auf, dass diese Werte ($\sim 25\%$ und $\sim 36\%$) den Maximalwerten der Dichtereduktion je Einstellung ähneln. In diesem Zusammenhang wird aufgrund der Bauteilgeometrie und der Angussituation vermutet, dass bei diesen Versuchen und Untersuchungen die Gewichtsreduktion über das Gewicht der gesamten Platten bei der Herstellung ermittelt wird und so ggf. durch die fehlerhafte Einbeziehung des Angussgewichts die erzielte Gewichtsreduktion unterschätzt wird. Die Gewichtseinsparnisse auf Probenebene liegen also eher bei (gemittelt) $\sim 18,9 \text{ Gew.}\%$ bzw. $27,8 \text{ Gew.}\%$ bezogen auf die kompakte Probendichten.

Die Werte der in [151] gezeigten, ungeschäumten PP Proben mit 20 Gew.% Glasfasern ergeben sich dabei für den Biegemodul zwischen 3,2 GPa bis 3,9 GPa parallel zur Fließrichtung und 3 GPa bis 3,2 GPa senkrecht dazu. Bei neu berechneten 18,9% Gewichtsreduktion im Niederdruckverfahren sind dabei die Werte zwischen 2,9 und 3,7 GPa (parallel) bzw. 2,3 und 2,6 GPa (quer) realisiert sowie für 27,8% Gewichtsreduktion Werte zwischen 2,5 und 3,3 GPa (parallel) bzw. 2,3 und 2,6 GPa (quer).

Ist das Gewicht der geschäumten Integralschaumbauteile im Vergleich zum Kompaktbauteil identisch, weist der Integralschaum aufgrund der größeren

Gesamtdicke und des damit einhergehenden höheren Flächenträgheitsmoments höhere Biegesteifigkeiten auf. Bleibt die Bauteilgeometrie unverändert, ergibt sich für den Integralschaum im Vergleich zum Kompaktformteil sowohl ein geringeres Gewicht als auch eine Materialeinsparung [153].

Bei unverstärktem PP ergibt sich nach Spörrer kein Zusammenhang zwischen den mechanischen Eigenschaften und der mittleren Zellgröße in der geschäumten Kernschicht. Beim Hochdruckverfahren und einer Verzögerungszeit von 6 Sekunden wurde eine plattenförmige Kavität von 2 mm bis auf 6 mm Bauteildicke mittels Präzisionsöffnung geöffnet und dabei für eine Biegesteifigkeit bei gleichem Probengewicht eine 12,6-fache Erhöhung erzielt. Die Untersuchung an glasfaserverstärkten Proben ergab eine Erhöhung des Biegemoduls und der Biegefestigkeit. [14]

Alle Werkstoffe können – nach Festlegung der (bauteil-)relevanten Anforderungen und deren Übersetzung in Werkstoffindizes – in einem Werkstoffauswahldiagramm nach Ashby abgebildet werden [154]. Diese Darstellungsart ermöglicht eine schnelle, umfassende und verständliche Übersicht über alle interessanten Werkstoffklassen. Für Leichtbaubezogenen Fragestellungen werden auf den zweiachsig doppel-logarithmischen Diagrammen üblicherweise entlang der X-Achse ein materialspezifischer Wert (z.B. die Dichte) und entlang der Y-Achse ein mechanischer Wert (z.B. der Elastizitätsmodul oder die mechanische Festigkeit) aufgetragen. Um die Werkstoffauswahl zu erleichtern bietet sich die Arbeit mit Materialindizes an, welche zu Geraden in den nach Ashby [155] benannten Werkstoffschaubildern führen und die optimalen Werkstoffe mit gleichwertigen Materiallösungen auffinden. In Abbildung 21 ist mit der Software „Cambridge Engineering Selector“ (CES) der Firma Granta und den dort hinterlegten Datensätze der Biegemodul über die Dichte verschiedener (verstärkter) Polymere dargestellt.

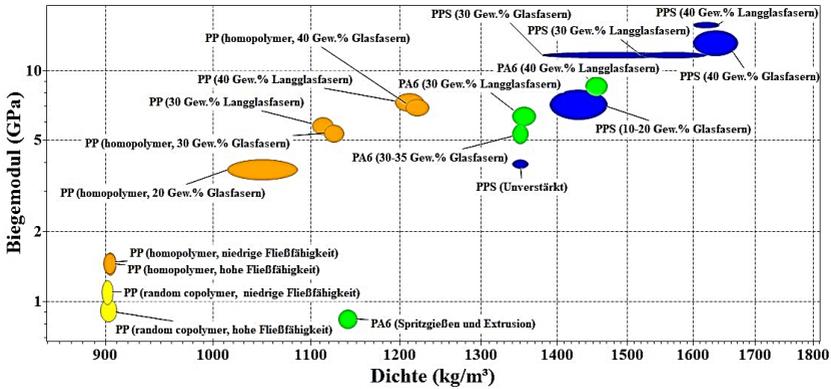


Abbildung 21: Biegemodul über Dichte von kompakten (und verstärkten) Polymeren (hPP – orange, rPP – gelb, PA6 – grün, PPS – blau) aus dem CES EduPack

Diese Materialindizes werden über ein werkstoffmechanischen/werkstoffphysikalischen Anforderungsprofil festgelegt, welches durch die Bauteilform und -funktion häufig vorgegeben ist. Über Randbedingungen sowie das Ziel der Materialauswahl wird je ein solcher Index abgeleitet.

Die Herleitung der Materialindizes für das Biegemodul und die Biegespannung bei konventioneller Durchbiegung soll anhand der im Vierpunktbiegeversuch geprüften Proben erläutert werden. Das Ziel soll die Minimierung des Bauteilgewichts sein, was die Gleichung (2.20) abhängig von der Masse m , Volumen V und Rohdichte ρ_{roh} zur Folge hat. Länge l , Breite b und Höhe h sind Konstanten (in diesem Fall 80 mm x 10 mm x 4 mm).

$$m = Al\rho_{roh} = bhl\rho_{roh} \tag{2.20}$$

Für den Biege-Elastizitätsmodul (BEM) – welches ein linear-elastisches Verformungsverhalten aufzeigt und ein Maß für die Steifigkeit des Bauteils ist – gilt als Randbedingung, dass eine bestimmte Biegesteifigkeit S_0 nicht unterschritten werden darf.

Mit diesem Ziel (einen Werkstoff für eine möglichst leichte und steife Platte zu finden) und oben genannter Randbedingung ergibt sich nach [155] und [154] der Zusammenhang in Formel (2.21).

$$S > S_0 = \frac{CEI}{l^3} \text{ mit } I = \frac{bh^3}{12}, C = \text{konst.} \quad (2.21)$$

Für Probekörper unter Biegebeanspruchung mit dem Ziel möglichst leichte und feste Platten auszuwählen muss bei der Minimierung der Masse durch die Probe mindestens eine Kraft F^* ausgehalten werden, ohne sich dabei zu stark zu verformen. Damit ergibt sich:

$$\frac{\sigma_f bh^2}{L} \geq F^* \quad (2.22)$$

Nach Eliminierung der Wandstärke h mit Gleichung (2.14) ergeben sich Gleichung (2.21) und Gleichung (2.22) zu

$$m \geq \sqrt[3]{\left(\frac{12 S_0 b^2 l^6}{C}\right)} \left(\frac{\rho}{E^{1/3}}\right) \quad (2.23)$$

und

$$m \geq \sqrt{F^* l^3 b} \left(\frac{\rho}{\sigma^{1/2}}\right) \quad (2.24)$$

Da b , l , S_0 , C und F^* konstant sind lassen sich aus dem Kehrwert des veränderlichen Teils die Materialindizes bilden. [154, 156]

So ergibt sich der Materialindex für leichte und steife Platten M_{BEM} zu:

$$M_{BEM} = \frac{E^{1/3}}{\rho} \quad (2.25)$$

Für den Materialindex für leichte und feste Platten M_{MF} bzw. dessen Ersatzwert nach DIN EN ISO 178 M_{kDb} [89] ergibt sich mit dem zugehörigen σ_f :

$$M_{MF} / M_{kDb} = \frac{\sigma_f^{1/2}}{\rho} \quad (2.26)$$

Für die Betrachtung des Materialindex für die Charpy Impact Eigenschaften lässt sich M_C (der Index für leichte und schlagzähe Platten) mit der Charpy Schlagzähigkeit a_{cU} für ungekerbte Proben in kJ/m^2 errechnen als:

$$M_C = \frac{a_{cU}}{\rho} \quad (2.27)$$

Da diese dargestellten Materialindizes mit der Randbedingung „beliebige Bauteildicke“ erstellt werden, ist an dieser Stelle wichtig darauf hinzuweisen, dass im Rahmen dieser Arbeit nur Sandwichbauteile mit einer Endwandstärke von 4 mm oder kompakte 4 mm Proben betrachtet werden. Diese Limitierung der Bauteildicke ist ein realistischer Fall in kommerziellen Anwendungen und wurde ausführlich von Wanner et al. in [157] diskutiert. Die gezeigten „Performance Indizes“ können von ihren Endmaßen nicht getrennt betrachtet werden und sind nicht universell für die Materialklasse „(langfaserverstärkte) Integralsandwichbauteile“ gültig. Durch die gleichbleibende Endwandstärke von 4 mm können allerdings Rückschlüsse über den Prozess auf die Struktur und daraus auf die mechanischen Eigenschaften geschlossen und in den bekannten Ashby log-log Diagrammen dargestellt werden.

Der Materialindex M_{MF} liegt in den Untersuchungen von Liu et al. [24] für unverstärktes im MuCell Niederdruckverfahren geschäumtes PPS dabei bei $\sim 7,1 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g/cm}^3)$ bis $8,2 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g/cm}^3)$ und der Materialindex M_{BEM} bei $\sim 1,13 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g/cm}^3)$ bis $\sim 1,8 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g/cm}^3)$.

Für die vorangegangenen diskutierten Daten aus [151] ergeben sich für PP mit 20 Gew.% Glasfasern ein M_{BEM} im Bereich von $\sim 1,6 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g/cm}^3)$ bis $\sim 1,9 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g/cm}^3)$ für die verschiedenen im Niederdruck geschäumten Integralschaumbauteile. Der Materialindex M_{MF} liegt hierbei zwischen 9,5 bis $12 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g/cm}^3)$. Die Dicke der Bauteile ist in dieser speziellen Unter-

suchung bei 5 mm, sodass bei dieser Betrachtung nochmal darauf hinzuweisen ist, dass es kein reiner Materialindex unabhängig von den Herstellbedingungen ist.

2.6 Bewertung des Kenntnisstands

Im Rahmen dieser Arbeit steht der Vergleich zweier Prozessvarianten im Fokus: Sowohl der Direktprozess mit einem „Injection Molding Compound“, welcher einen Doppelschneckenextruder als Plastifiziereinheit mit Gaseinbringung besitzt („D-LFT-TSG“ Prozess) als auch über die Verarbeitung von langfaserverstärktem Stäbchengranulat („MuCell“ Prozess). Beide Routen dienen der Herstellung von Schaumsandwichbauteilen mittels Schaumspritzgießen mit physikalischen Treibmitteln, bei denen sowohl die kompakte Deckschicht als auch der geschäumte Kern mit Langglasfasern verstärkt sind. Das Schaumspritzgießen auf solch einer komplexen Direktverarbeitungsanlage weist sowohl prozesstechnische Fragen zur Materialaufbereitung wie auch zur Kombination des kontinuierlichen Extrusionsprozess mit dem diskontinuierlichen Spritzgießprozess auf. Aus dem Kenntnisstand lässt sich dabei ableiten, dass diese neue Werkstoffklasse integral hergestellter, langglasfaserverstärkter Sandwichbauteile mit ihren mechanischen Eigenschaften von hoher technischer Relevanz grundlegend in ihren Charakteristika verstanden werden soll. Die langfaserverstärkten Prozesse zeigen in ersten Untersuchungen zu geschäumtem PP [39] ein hohes Leichtbaupotential durch längere im Bauteil realisierbare Faserlängen.

Dieses Leichtbaupotential mit den zugehörigen strukturellen und mechanischen Eigenschaften soll für weitere Materialsysteme (PA6, rPP und PPS) durch geeignete Prozessparameter und Langglasfaserverstärkung ermittelt und so die Werkstoffpalette erweitert werden. Insbesondere hinsichtlich der Schlagzähigkeitssteigerung durch die Langglasfasern ist eine Verbesserung des Eigenschaftsprofils gegenüber dem Kenntnisstand zu erwarten. Damit sind Anwendungen als leichte, biegesteife und gleichzeitig schlagzähe Plattenbauteile erzielbar, die im Sinne einer optimalen Werkstoffausnutzung durch eine Sandwichstruktur hohes Leichtbaupotential besitzen. Diese

Potentiale bei der Anwendung von TSG Prozessen und herausragende spezifische Eigenschaften werden vor allem durch das Hochdruckverfahren mittels Präzisionsöffnungshub (vergleiche hierzu [14, 39]) aufgezeigt.

Keine der bekannten Literaturquelle (vergleiche hierzu die Übersicht der wichtigsten Quellen in Tabelle 1) zeigt den kompletten Verarbeitungsprozess über die Werkzeuginnendaten, zur Strukturanalyse des Sandwichaufbaus bis hin zu den mechanischen Eigenschaften von langglasfaserverstärkten Polymermatrixsysteme. Um diese Fragestellungen für die beiden Herstellungsprozesse zu untersuchen, wird ein Werkzeugkonzept zur Herstellung von Prüfplatten entwickelt, das v.a. eine faserschonende Verarbeitung der unterschiedlichen Materialsysteme (vom Standardpolymer PP bis zum Hochtemperaturthermoplast PPS) ermöglicht. Auch stellt die Verwendung eines einzigen Spritzgießwerkzeuges für beiden Prozessen sicher, dass die Einflussgrößen auf die Faserlänge und Struktur des Bauteils durch die Prozesse induziert werden. Hierbei bietet, aus dem Kenntnisstand abgeleitet, der D-LFT-TSG Prozess hinsichtlich Faserschonung Vorteile die sich in der Struktur und den mechanischen Kennwerten wiederfinden, was im Rahmen dieser Arbeit herausgearbeitet und untersucht werden sollen.

Die zentrale Forschungsfrage dieser Arbeit ist daher die Aufklärung der Prozess-Struktur-Eigenschafts-Beziehungen von integral im Spritzgießverfahren (MuCell und D-LFT-TSG) gefertigter Sandwichstrukturen auf Basis von langglasfaserverstärkten Thermoplasten. Dabei bildet Polypropylen als wichtigster kommerzieller Polymermatrixwerkstoff die Basis dieses Vergleichs der Langglasfaserverarbeitungsprozesse. Mithilfe eines neuartigen, im Spritzgießwerkzeug integrierten Inline-Hochdruckkapillarrheometers soll dabei auch der Fragestellung der Viskositätsänderung durch Faserverstärkung bzw. Gasbeladung dieses Materialsystems nachgegangen werden. Die Viskosität stellt aus dem Kenntnisstand einen wichtigen Einflussfaktor auf die strukturellen und damit auch auf die mechanischen Eigenschaften der Integralschäume dar. Die Inline-Messung soll dabei die Viskosität unter realen Spritzgießbedingungen bei hohen Scherraten aufklären und so den aktuellen Kenntnisstand in Forschung und Technik erweitern.

Der ganzheitliche Prozessvergleich, der Vergleich der jeweils erzielten Strukturen und der mechanischen Kennwerte von Proben aus dem MuCell und D-LFT-TSG Prozess liefert auf Basis von PP ein grundlegendes Verständnis der Wirkzusammenhänge der unterschiedlichen Prozessansätze. Dabei ist das Matrixmaterial so gewählt, das kein Einfluss der Materialzusammensetzung (Polymer und Additive) auftritt. Diese Erkenntnisse werden mit Ergebnissen für PA6 als wichtigen Konstruktionswerkstoff ergänzt. Die beiden Materialsysteme PPS und rPP zeigen darüber hinaus die Leistungsfähigkeit des D-LFT-TSG Prozesses auf und bieten einen Einblick in Materialsysteme die bisher in der Literatur des LFT Schaumspritzgießen wenig/keine Beachtung gefunden haben. Dabei werden durch die Ermittlung geeigneter Prozessparameter und deren Variation beim D-LFT-TSG Schaumspritzgießprozess reproduzierbare Materialeigenschaften eingestellt, was eine wesentliche Erweiterung der Werkstoffpalette im Vergleich zum Kenntnisstand insbesondere unter Berücksichtigung von Hochleistungsthermoplasten darstellt.

Die Charakterisierung der langglasfaserverstärkten Sandwichverbunden unter quasistatischen und dynamischen Lasten mit Hilfe passender Prüfverfahren und der Vergleich dieser Eigenschaften mit unverstärkten bzw. differential hergestellten Sandwichverbunde ermöglicht die Ableitung der Vorteile einer integralen Langglasfaserverstärkung sowie der Ableitung von Prozess-Struktur-Eigenschaften durch Rückbeziehung auf die Prozessparameter und die sich einstellende Makro- und Mikrostruktur. Die Makrostrukturanalyse wird mittels Schliffbildern und REM Aufnahmen realisiert, um vornehmlich das Kernschicht/Deckschicht Verhältnis darzustellen, das, wie in der Literatur gezeigt, signifikanten Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften bei (unverstärkten) Sandwichbauteilen hat. Die Aufklärung der Mikrostruktur erfolgt im Wesentlichen dreidimensional mit Hilfe der Mikroröntgencomputertomographie (μ -CT). Von Interesse sind dabei insbesondere die Länge, Lage und lokale Verteilung bzw. Orientierung der Glasfasern in den Deckschichten und im Schaumkern. Diese Strukturkennwerte werden mit den Untersuchungen zu den mechanischen Eigenschaften, wie z.B. quasistatische Biegebeanspruchungen und das Charpy-Schlagzähigkeitsverhalten, korreliert.

Tabelle 1: Übersicht Literaturquellen (Materialsystem, Verfahren, Eigenschaften)

Quelle	Materialsystem	Verfahren	Plattendicke (mm)	Treibmittel	Mikrostruktur-analyse	Mech. Eigenschaften	Anmerkungen
[37]	PPS, PPS/GF20 und PPS/GF40	Batch	1,5	PBA (CO ₂)	REM	-	Rheologische Daten, Desorption, DSC
[5], [10]	PP, PS	Batch	-	PBA (N ₂)	REM	-	Nukleierungsmechanismen
[146]	PP	Batch, Hochdruck	2,5	PBA (CO ₂ , N ₂)	HS-Kamer	-	HS-Aufnahmen während dem Schäumen
[151]	PP/GF 20	Kompakt, Niederdruck	5	PBA (N ₂)	REM, CT	Charpy, Biegung, K _{1c}	-
[137]	PP mit Kaolin	Kompakt, Niederdruck	3	CBA (N ₂)	REM	DMA	XRD, Rheologische Daten
[24]	PPS	Niederdruck	4	PBA (N ₂)	REM	Zug, Biegung	Dielektrizitätskonstante, XRD
[12]	PC	Kompakt, Autoklav, Niederdruck	3	PBA (CO ₂)	Schliffbilder, Grauwert-analyse	Zug, Biegung, Durchstoß	-
[16]	PA6 und PA6 mit Nanopartikeln	Niederdruck	3,3	PBA (N ₂)	REM	Zug, Charpy, DMA	Nukleierungseinfluss
[39]	PP/LGF30	Kompakt, Hochdruck	3,6 bis 5,6	PBA (N ₂), CBA	REM, Schliff-bilder	Zug, Biegung, Charpy	-
[39]	PA6/LGF50	Kompakt, Hochdruck	2,4 bis 5,6	PBA (N ₂)	REM, Schliff-bilder	Zug, Biegung, Charpy	-
[14]	PP, PP/Talkum, PP/GF20	Kompakt, Hochdruck	bis 6	PBA (N ₂)	Schliffbilder	Biegung, Charpy	Variation Werkzeug
[17]	PP	Hochdruck, (ohne SCF)	-	PBA (CO ₂ , N ₂)	REM	-	Alternative Gasbelastung ohne SCF Dostering im SG

3 Experimentelles

Dieses Kapitel stellt die im Rahmen der Arbeit verwendeten Materialsysteme, die Prozesstechnik/-parameter dar und führt eine durchgängige Probenbezeichnung ein. Dabei wird auf die Werkzeugtechnik, die einen entscheidenden Einfluss auf die Materialverarbeitung hat und das Messsystem zur Hochdruckkapillarrheometrie beinhaltet, genauer eingegangen. Auch alternative, den Differentialbauweisen zugehörigen Prozessvarianten zur Bauteilherstellung von speziell nur in den Deckschichten unidirektional faserverstärkten Sandwichaufbauten werden vorgestellt.

3.1 Materialsysteme

Im Rahmen dieser Arbeit werden vier Polymertypen aus unterschiedlichen Bereichen der Werkstoffpyramide betrachtet:

- Homo-Polypropylen (PP) – Teilkristallines Standardpolymer mit hoher technischer und kommerzieller Bedeutung bei geringem Preis pro kg.
- Polyamid 6 (PA6) – Teilkristallines Konstruktionspolymer mit weitem Anwendungsfeld in der Automobilindustrie mit höherer Zugfestigkeit und höherer Steifigkeit als PP.
- Random Polypropylen (rPP) – Amorphes Polymer mit Potential zur guten Schäumbarkeit und hohe Eigenschaftssteigerung durch Faserverstärkung.
- Polyphenylensulfid (PPS) – Hochtemperaturthermoplast mit Potential zu mikrozellulärer Schaumstruktur und Eigenschaftssteigerung durch Faserverstärkung.

3.1.1 Probenbezeichnung

Die Probenbezeichnung im Rahmen dieser Arbeit folgen dem in Tabelle 2 angegebenen Bezeichnungsschema. Als erstes wird das Materialsystem benannt (PP, PA6, rPP oder PPS), dann das Aggregat (MuCell oder D-LFT-TSG – siehe dazu Kapitel 3.1.6) und der Prozess (Hochdruck, Niederdruck oder Kompakt) mit dem die Proben gefertigt wurden. Anschließend werden die Prozessparameter Masse- und Werkzeugtemperatur (in °C), der Fasergehalt (in Gew.%) sowie die Verzögerungszeit (in Sekunden) benannt.

Tabelle 2: Schema Probenbezeichnung und -beschriftung

Polymer	Aggregat	Prozess	Masse- /Werkzeug- temperatur	Faser- gehalt	Verzöge- rungszeit	Orientie- rung
<u>PP</u>	<u>MuCell</u>	<u>Kompakt</u>	<u>X</u> °C / <u>X</u> °C	<u>X</u> Gew.%	<u>X</u> s	<u>Parallel</u>
<u>rPP</u>	<u>D-LFT</u>	<u>Hoch- druck</u>				<u>Quer</u>
<u>PA6</u>		<u>Nieder- druck</u>				
<u>PPS</u>						

Als Beispiel besteht die Probe „PP_M_HD_200/40_30_2_p“ aus Polypropylen und wurde mit dem MuCell Aggregat im Hochdruckverfahren bei 200 °C Masstemperatur und 40 °C Werkzeugtemperatur und einem Faseranteil von 30 Gew.% sowie einer Verzögerungszeit von 2 Sekunden gefertigt. Die Entnahmerichtung ist dabei „parallel“, d.h. in Fließrichtung orientiert. Als weiteres Beispiel besteht die Probe „PPS_D_HD_300/130_0_4_q“ aus Polyphenylsulfid und wurde im D-LFT-TSG Prozess mittels Hochdruckverfahren bei 300 °C Masstemperatur und 130 °C Werkzeugtemperatur geschäumt. Der Verstärkungsanteil ist dabei 20 Gew.% Glasfasern, die Verzögerungszeit ist 4 Sekunden und die Probe wurde „quer“ aus der Prüfplatte mittels Wasserstrahlschneiden entnommen (Position siehe 3.2.4).

3.1.2 Polypropylen

Bei dem im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Polypropylen handelt es sich um ein Homopolymer der Firma Easicomp mit einem MFI von 120 g / 10 min. Das Material bildet dabei die Grundlage der Matrix sowohl für den MuCell als auch dem D-LFT-TSG Prozess.

Das pultrudierte LFT Stäbchengranulat (siehe Abbildung 3) für die MuCell Prozessroute wurde ebenfalls von der Firma Easicomp zu 11 mm langen Stäbchen mit einem Fasergewichtsanteil von 60 Gew.% compoundiert. Als Verstärkungsfasern wurde hierbei die Glasfaser des Typs TUFROV 4588 von PPG mit einer Tex Zahl je Roving von 2400 und einer speziell auf die Verarbeitung mit PP Matrix abgestimmte Schlichte verwendet. Für die Herstellung der geschäumten und Faserverstärkten Probeplatten wurde dieses Verhältnis auf 30 Gew.% resp. 40 Gew.% durch Zugabe von unverstärktem PP heruntergemischt. Diese Mischung wurde mithilfe eines Taumelmischers (min. 15 min Mischvorgang bei $\frac{3}{4}$ Füllung des Behälters eines Kannenberg MT 50) homogenisiert und der SGM zugeführt.

Um die Vergleichbarkeit der beiden Prozesse zu gewährleisten wurde der D-LFT-TSG Prozess mit demselben Polypropylen als Matrix und denselben Glasfasern als Verstärkung betrieben. Da für die Compoundierung zu Stäbchengranulat bei PP Prozessadditive (Stabilisatoren und Haftvermittler) verwendet wurden, wurden diese auch im D-LFT-TSG Prozess in selber Menge eingearbeitet.

3.1.3 Polyamid 6

Das für die Herstellung der Integralsandwichplatten verwendete PA6 basiert auf „Ultramid B3W“ in schwarz der Firma BASF. Es handelt sich bei dem B3W um ein niedrigviskoses Polyamid 6 mit hoher Wärmealterungsbeständigkeit.

Das für den MuCell Prozess nötige Halbzeug besteht hierbei aus einem Anteil an 7 mm langem pultrudiertem Stäbchengranulat und einem Anteil an

unverstärktem PA6 Granulat (B3W), die wie die PP Granulate in einem Taumelmischer (Kannenberg MT 50) mindestens 15 Minuten zu einer homogenen Mischung vermischt werden.

Als Verstärkungsfasern wurden beim D-LFT(-TSG) Fasern des Typs TUFROV 4510 mit einer auf Polyamid angepassten Schlichte verwendet und – analog zu den Versuchen mit PP – mit Stickstoff geschäumt.

3.1.4 Random Polypropylen

Um die Vorteile der Faserverstärkung und des Schäumens aufzuzeigen wurde im D-LFT-TSG Prozess ein weiteres Polypropylen verwendet. Das – mithilfe der gleichzeitigen Polymerisation von Polypropylen und Polyethylen hergestellte – random Polypropylen RJ901MO der Firma Borealis wurde mit der bzgl. Oberflächenbehandlung auf PP abgestimmten Glasfasertyp TUFROV 4588 von PPG im D-LFT-TSG Prozess verarbeitet. Die MFR (230 °C/2,16 kg) liegt bei 110 g/10 min.

Diese random Polypropylene besitzen im Allgemeinen eine höhere Schlagzähigkeit als Homopolypropylen, allerdings ein niedrigeres Biegemodul bzw. Biegefestigkeit. Die geringe Kristallinität (~ 2 bis 5%) [85] im Vergleich zu hPP (~ 30%) bietet beim Schäumverhalten Vorteile, da die Rekristallisationsenergie weitestgehend wegfällt und somit die Matrix homogener über den Querschnitt erstarrt.

Durch die Verstärkung mit Glasfasern und einem Sandwichaufbau soll untersucht werden, inwieweit der Leichtbaufaktor angepasst bzw. die mech. Eigenschaften verbessert werden können.

3.1.5 Polyphenylensulfid

Für den Bereich der Hochtemperaturthermoplaste wurde als Werkstoff das Polyphenylensulfid Xytron U3020E der Firma DSM verwendet. Das Material kommt vor allem in der Extrusion zum Einsatz und besitzt eine hohe Viskosität, verbesserte Impact Eigenschaften und ein Flammschutzmittel.

Anhand dieses Materials soll gezeigt werden, dass der D-LFT-TSG Prozess auch für die Verarbeitung von Hochtemperaturthermoplasten mit erhöhtem Schmelzpunkt und Polymeren höherer Viskosität geeignet ist. Die Faserverstärkung wurde mit den Glasfasern TUFROV 4588 verstärkt, die neben der Verarbeitung mit PP auch für PPS geeignet sind und kommerziell für die D-LFT-TSG Verarbeitung angeboten werden.

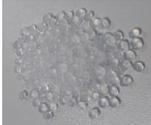
3.1.6 Übersicht Materialzusammensetzung

Tabelle 3 zeigt in einer Gesamtübersicht die Materialzusammensetzung der beiden Prozessrouten für Polypropylen und Polyamid 6, ausgehend von der Polymermatrix (mit Additiven) über die verwendeten Glasfasern und Stickstoff als physikalisches Treibmittel. Dort sind auch die Unterschiede der Matrixmaterialsysteme exemplarisch abgebildet.

Für die Matrixmaterialien rPP (amorphes, random PP) und PPS (Hochtemperaturthermoplast) sind die Materialzusammensetzungen bzw. Typenbezeichnung des Polymers und der Glasfaser für die direkte Verarbeitung im D-LFT-TSG Prozess dargestellt.

Die genauen Prozessparameter wie z.B. die verwendeten Fasergewichtsanteile sind im noch folgenden Kapitel 3.2.4 „Prozessparameter und Probekörperentnahme“ zu finden.

Tabelle 3: Materialzusammensetzung PP, PA6, rPP und PPS beim MuCell und D-LFT-TSG

Prozess	Polymer	Glasfasern	Prozessadditive	Treibmittel
MuCell	PP (Easicomp) 97 Gew. %	PPG TUFROV 4588	3 Gew. %	Stickstoff 
				
	PA6 (BASF B3W)	PPG TUFROV 4510	-	
				
D-LFT-TSG	PP (Easicomp) 97 Gew. %	PPG TUFROV 4588	Stabilisator & Haftvermittler 3 Gew. %	
				
	PA6 (BASF B3W)	PPG TUFROV 4510	-	
				
	rPP (Borealis RJ901MO)	PPG TUFROV 4588	-	
				
	PPS (DSM Xytron U3020E)	PPG TUFROV 4588	-	
				

3.2 Prozesse

Die in Kapitel 2.2.1 und 2.2.2 grundsätzlich beschriebenen Prozesse zur Langglasfaserverstärkung von Integralsandwichbauteilen MuCell und D-LFT-TSG sind auf einem Engel duo 700 pico combi M compounder integriert. Diese Anlagentechnik mit einer maximalen Schließkraft von 700 t steht in den Laboratorien des KIT Lehrstuhls „Polymerengineering“ am Fraunhofer ICT in Pfinztal und wurde für die Versuchsdurchführung im Rahmen dieser Arbeit genutzt (Abbildung 22).



Abbildung 22: Spritzgießmaschine ENGEL duo 700 pico combi M compounder ([158]);
linke Seite: MuCell Aggregat, rechte Seite: D-LFT-TSG Prozesseinheiten

3.2.1 MuCell Prozess

Die MuCell Prozesseinheit, deren grundlegendes Prinzip in Abbildung 6 dargestellt ist, befindet sich auf der beweglichen Seite (links) der in Abbildung 22 gezeigten Anlagentechnik. Über eine faserschonende Dreizonenschnecke (Durchmesser 80 mm) mit einem L/D Verhältnis von 22 wird das (LFT) Granulat aufbereitet und dosiert. Nach der Gasbeladung zwischen zwei Ringrückstromsperrern über eine SCF Gasdosierstation (Maximator DSD 500 der Firma Trexel) wird Stickstoff in die Plastifiziereinheit eingebracht. Als maximales Dosiervolumen stehen dabei 1192 cm^3 und ein maximaler Einspritzvolumenstrom von $443 \text{ cm}^3/\text{s}$ zur Verfügung. Im Verhältnis zu einer

Standard 3-Zonen MuCell Schnecke die für unverstärkte bzw. kurzglasfaser-verstärkte Polymere entwickelt wurde wird im Rahmen dieser Arbeit eine auf die Verarbeitung von langglasfaserverstärkten Thermoplasten angepasstes Schneckendesign verwendet. Ziel dieses Designs ist die Reduktion der Scherung auf die Fasern während der Verarbeitung und somit deren Verkürzung. Das wird mit Hilfe eines geringeren Kompressionsverhältnisses (2 anstatt 2,5), einer geringeren Anzahl an Schneckengängen (4 anstatt 6), größeren Aussparungen zwischen den Mischelementen und dem Einsatz von zwei – im Vergleich zu Kugel-Rückstromsperren faserschonenderen [26] – Ring-Rückstromsperren realisiert. [39, 159]

3.2.2 D-LFT-TSG Prozess

Der D-LFT-TSG Prozess (Prinzip siehe Abbildung 8) besteht aus einem gleichläufigen Doppelschneckenextruder (Leistritz ZSE 40 MAXX) mit einem L/D Verhältnis von 48 und einem Schneckendurchmesser von 30 mm. Das Granulat wird diesem Extruder, der über eine separate Steuereinheit verfügt, über eine gravimetrische Dosierung (Dosierwaage „Flexwall“ der Firma Brabender) zugeführt. Die Glasfasern werden in eine Öffnung im Extruderzylinder eingeführt und durch die Rotation der Schnecken eingezogen. Der Fasergehalt wird dabei über den Zusammenhang zwischen der Einzugs geschwindigkeit der Fasern und der zugeführten Polymermenge eingestellt. Die Schneckenelemente direkt am Einzug sind dabei mit einer größeren Gangtiefe ausgestattet, um die Fasern schonender zu verarbeiten (vgl. Abbildung 23). Diese Schneckenkonfiguration basiert auf den aus der Literatur bekannten Zusammenhänge [160] und Arbeiten von [79] und [39] und zeigt eine gute Gaseinbringung/Faserverarbeitung in allen bisher durchgeführten Arbeiten.

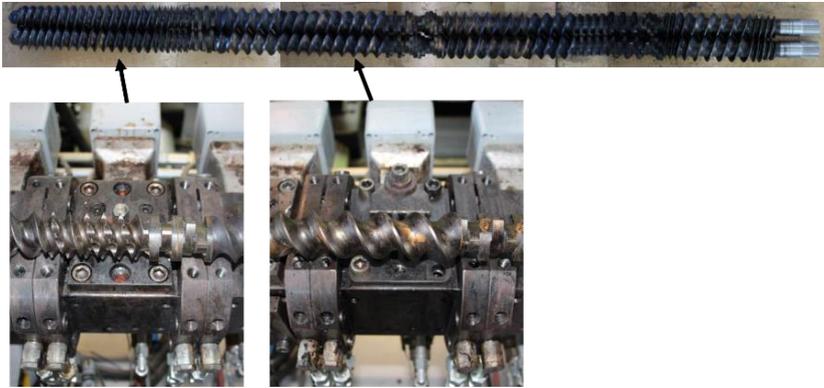


Abbildung 23: Schneckenkonfiguration des DSE mit Elementen am Gasinjektor (unten links) und Fasereinzug (unten rechts)

Die Glasfaser/Polymermischung wird mit Hilfe derselben Gasdosierstation wie beim MuCell Prozess (Maximator DSD 500) beladen, allerdings kontinuierlich mit Gas beaufschlagt. Die dann gasbeladene und faserverstärkte Schmelze verlässt den Extruder über eine sog. Anfahrweiche (siehe Abbildung 8) und wird über eine beheizte Schmelzeleitung dem Spritzgießaggregat auf der festen Maschinenseite zugeführt. (Abbildung 22, rechts) Um den kontinuierlichen Extrusionsprozess mit dem diskontinuierlichen Spritzgießprozess zu verbinden wird ein Schmelzepuffer eingesetzt. Ein hydraulisch angesteuerte Umschaltweiche (in Abbildung 8 dargestellt) stellt beim Einspritzvorgang einen Durchgang zwischen Einspritzeinheit und Werkzeug her. Die durch den Extruder in der Zeit des Einspritzens weiter geförderte Materialmenge wird im Schmelzespeicher gepuffert und beim nächsten Dosierzyklus mit aufdosiert.

In der Einspritzeinheit ist eine 105 mm Kolbenschnecke verbaut, die im D-LFT(-TSG) Betrieb beim Dosieren nicht rotiert, sondern ausschließlich als Kolben wirkt. Das maximale Dosiervolumen ist bei dieser Betriebsart 4160 cm^3 und der maximale Einspritzvolumenstrom liegt bei $945 \text{ cm}^3/\text{s}$.

3.2.3 Werkzeugtechnik

Die verwendete Werkzeugform wurde bereits in einigen eigenen Arbeiten sowie in studentischen Arbeiten veröffentlicht und beschrieben. [81, 87, 158, 161 bis 165]

Um die beiden in Kapitel 3.2.1 und Kapitel 3.2.2 beschriebenen Prozesse ohne Einflüsse der Werkzeuggeometrie (Heißkanal-, Nadelverschlussdüsengeometrie und Fließweglänge) vergleichen zu können, wird für beide Prozesse dasselbe Spritzgießwerkzeug mit vergleichbaren Parametern verwendet. Vorarbeiten durch [39] haben gezeigt, dass bei Nadelverschlussdüsen von 3,5 mm Durchmesser bei beiden Prozessen (LFT-MuCell und D-LFT-TSG) mit PP/LGF 30 gewichtsgemittelte Faserlängen von 1,2 mm (MuCell) bzw. 2,2 mm (D-LFT) zu erzielen sind. Untersuchungen von O'Regan et al. [51] haben gezeigt, dass die Verkleinerung der Angusskanal- sowie der Maschinenverschlussdüsendimensionen zu einer Verkürzung der Glasfaserlänge bei PA66/GF führt. Um die Fasern möglichst bis zum fertigen Bauteil schonend zu verarbeiten und Schädigung aufgrund von Scherung beim Einspritzen zu vermeiden wird ein Heißkanal mit einem minimalen Durchmesser von 16 mm und 4 Nadelverschlussdüsen mit einem min. Durchmesser von 8 mm verwendet. Somit ist gewährleistet, dass etwaige Faserschädigungen/-längenunterschiede aus dem jeweiligen Prozess/dessen Parameter stammen und nicht durch z.B. einen zu kleinen Angusskanal verursacht bzw. nicht vergleichbar gemacht werden.

Die Werkzeugform ist 500 mm x 250 mm und besitzt eine Tauchkante, die Plattendicken stufenlos von 1 mm bis 15 mm ermöglicht. Abbildung 24 zeigt die Auswerfer- (links) und Düsenseite (rechts) des ca. 5 Tonnen schweren Spritzgießwerkzeugs.

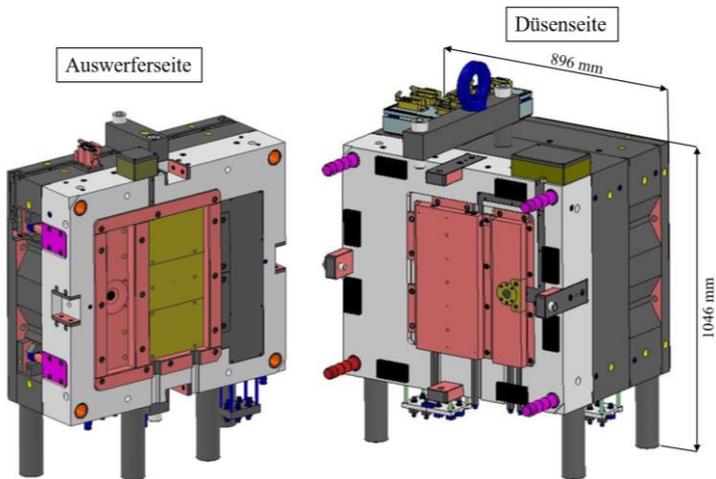


Abbildung 24: CAD Darstellung Spritzgießwerkzeugform (links: Auswerferseite, rechts: Düsen­seite)

Das Werkzeug besitzt eine Hauptkavität zur Fertigung ebener Prüfkörperplatten und eine Nebenkavität zur Abfuhr von Material im Direktprozess mit eingebauter Inline-Rheologiedüse (siehe Abbildung 27). Diese Nebenkavität unterstützt den in Kapitel 3.2.2 beschriebenen Schmelzespeicher im Spannungsfeld Extrusions- (kontinuierlicher Prozess) und Spritzgießprozess (diskontinuierlicher Prozess).

Um eine vollständige Prozessüberwachung bis zum fertigen Integralschaumbauteil zu erreichen, sind Werkzeuginnendruck und -temperatur Sensoren wie in Abbildung 25 dargestellt auf der Düsen­seite eingebaut. Diese 2D Draufsicht der Düsen­seite erweitert die in Abbildung 24 dargestellten 3D Ansicht der um die Position der Sensoren und stellt die Bezeichnung der Sensoren dar.

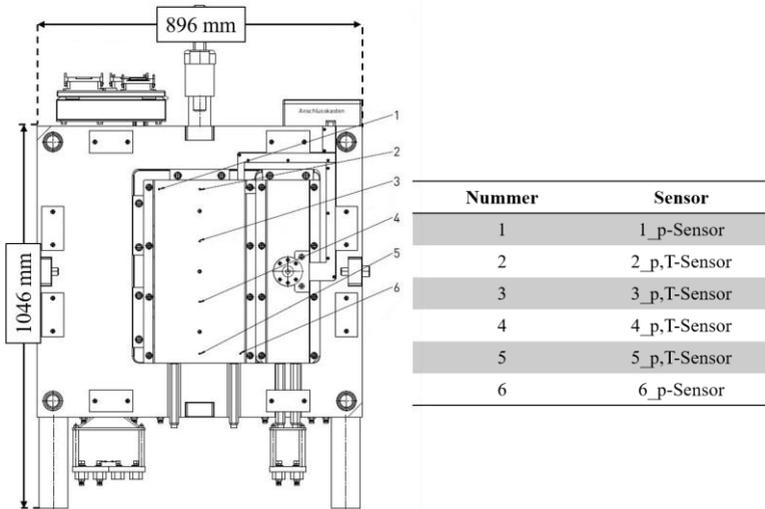


Abbildung 25: Positionen und Bezeichnungen der Druck- und Temperatur Sensoren auf der Düsenseite im Spritzgießwerkzeug

Die beiden Drucksensoren des Typs 6157 BD der Firma Kistler sind reine Drucksensoren am Fließwegende (p-Sensor 1 und 6) des Werkzeugs wohingegen die kombinierten Druck- und Temperatursensoren des Typs 6190CASP (p,T-Sensor 2 bis 5) sowohl ein Werkzeuginnendrucksignal als auch ein Temperatursignal ausgeben. Wichtig ist hierbei, dass bei dem hochdynamischen Spritzgießprozess (z.B. hohe Volumenstromgeschwindigkeiten beim Einspritzen) die Temperatursignale nicht als quantitativer Wert für die Massetemperatur verwendet werden kann. Beim Spritzgießen werden die Werkzeugtemperatursensoren aufgrund ihres sehr raschen Ansprechverhaltens als Positionsindikator der Schmelzefront eingesetzt und so z.B. für das gezielte Umschalten auf Nachdruck oder die Steuerung einer Kaskadenfüllung verwendet.

Das Werkzeug verfügt auf der Auswerferseite über drei austauschbaren, modularen Werkzeugeinsätze, sodass zum einen ebene Prüfkörperplatten zur Entnahme der Prüfkörper zur mechanischen Charakterisierung hergestellt

werden und zum anderen generische Strukturen zur Untersuchung des Formfüllverhaltens an Rippen, Domen und Kofferecken. Die Rippen der Einsätze sind so gewählt, dass verschiedene Rippenfußdicken und Höhen realisiert wurden (siehe Abbildung 26). Es befinden sich Angussnah bzw. Angussfern dieselbe Rippengeometrie (2 mm Rippenfußbreite) um das Füllverhalten dieser vergleichen zu können. Dadurch, dass drei Anspritzpunkte im Werkzeug vorhanden sind, kann dieser Einfluss und damit die Fließweglänge in großen Schritten variiert werden.

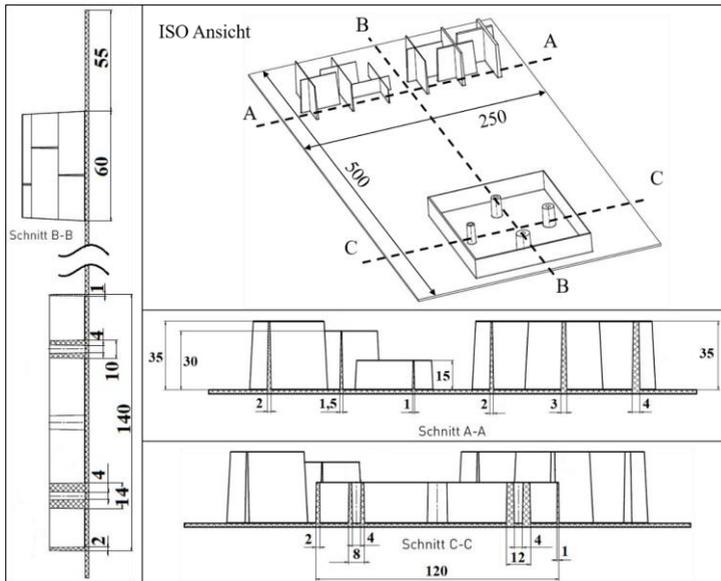


Abbildung 26: Geometrie der Rippen und Dome (siehe auch [166])

Beim D-LFT-TSG Prozess fällt wie in Kapitel 3.2.2 beschrieben überschüssiges Material an, dass in die Nebenkavität abgeführt werden muss um den Extrusions- mit dem Spritzgießprozess zu vereinen. Damit aus dieser abgeführte Materialmenge Informationen über den Prozess bzw. Eigenschaften des Polymer-Faser-Gas Gemischs gewonnen werden können, wurde an die Nadelverschlussdüse (1) der Nebenkavität (Durchmesser 10 mm) eine Rheo-

logiedüse in das Spritzgießwerkzeug eingebracht. Diese Rheologiedüse wurde im Rahmen dieser Arbeit entwickelt und es wurden Untersuchungen damit durchgeführt [163]. In Abbildung 27 ist der Querschnitt dieser Einheit gezeigt.

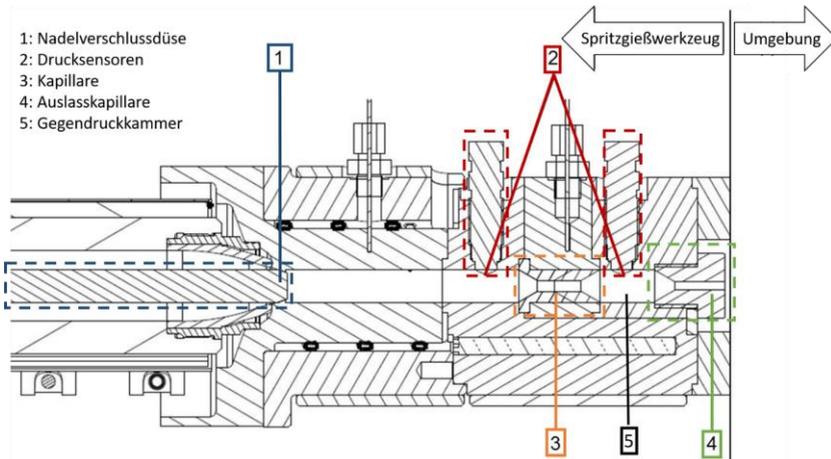


Abbildung 27: Querschnitt der Rheologiedüse zur Inline Viskositätsbestimmung (siehe auch [163])

Die beiden Kammern vor und nach der modularen und wechselbaren Kapillare (3) sind hierbei mit kombinierten Drucksensoren und Temperatursensoren (2) des Typs 4021B der Firma Kistler ausgestattet. Der Druck in der Gegendruckkammer (5) kann empirisch über die wechselbaren Auslasskapillaren (4) (mit unterschiedlichen Durchmessern der Bohrung) auf einen Wert oberhalb des Gaslöslichkeitsdrucks eingestellt werden. Somit ist gewährleistet, dass das Gas beim Durchgang durch die Kapillare bzw. an den Druck-/Temperatursensoren in überkritischer Lösung ist.

Über die Formeln (2.4) bzw. (2.5) und die Korrekturfaktoren (2.7) bzw. (2.8) lässt sich aus dem Druckunterschied die Viskosität ableiten. So ist es erstmals möglich die rheologischen Werte kurz vor dem Einspritzen (d.h. mit der

gleichen thermischen und mechanischen Historie wie das Material, dass das Formteil ausbildet) von langglasfaserverstärkten bzw. gasbeladenen Schmelzen messen. Dies liefert einen wichtigen Einblick auf die rheologischen Eigenschaften bei Variation verschiedener Einflussfaktoren (wie z.B. „Fasergehalt“ oder „Massetemperatur“) und kann so zur ganzheitlichen Aufklärung der Struktureigenschaften integral gefertigten Sandwichaufbauten beitragen.

3.2.4 Prozessparameter und Probekörperentnahme

Je Platte werden sechs Probekörper parallel und sechs quer zur Fließrichtung entnommen. Die Probekörper hatten die gleichen geometrischen Abmessungen (80 mm x 10 mm x 4 mm) und bildeten zwei Versuchsgruppen entsprechend der Ausrichtung zur Fließbewegung. Durch die Vielzahl an Einzelprüfkörper und zur Vermeidung von thermischer Schädigung der Schnittquerschnitte (wie beim Fräsen in eigenen Vorversuchen aufgezeigt) wurde auf Zuschnitte mittels Wasserstrahlschneiden zurückgegriffen.

Ein Fokus dieser Arbeit liegt hierbei auf der Untersuchung des Einflusses der „Verzögerungszeit“, „Massetemperatur“, „Werkzeugtemperatur“ und des „Fasergehaltes“ auf die Schaumstruktur, das Kernschicht/Deckschicht Verhältnisses und den resultierenden mechanischen Eigenschaften von langglasfaserverstärkten Polymeren.

Um die beiden Prozesse MuCell und D-LFT-TSG bestmöglich miteinander vergleichen zu können, werden die Prozessparameter für dieselben Materialsysteme, wo es möglich ist, konstant gehalten. Um die unterschiedlichen Matrixmaterialien (PP, rPP, PA 6 und PPS) miteinander auf ihre Schaumstruktur und mechanischen Eigenschaften hin untersuchen und vergleichen zu können, werden auch hier der Großteil der Prozesse bei gleichen Parametern durchgeführt. So wird immer bei 2 mm Werkzeugspalt eingespritzt und – nach Ablauf der Verzögerungszeit – mittels Präzisionsöffnungshub auf 4 mm aufgefahren. Die unvermeidlichen Anpassungen z.B. der Massetemperatur und Werkzeugtemperatur aufgrund der unterschiedlichen Verarbeitungsfenster der verschiedenen Polymertypen im Spritzgießprozess sowie z.B. der Dosierparameter werden im Folgenden dargestellt.

Polypropylen (PP)

Tabelle 4 zeigt den Bereich der Prozessparameter des MuCell Prozess für die Herstellung von Integralschaumbauteilen aus Polypropylen mit und ohne Glasfaserverstärkung. Mittels DOE wird für PP ein Versuchsplan erstellt, der systematisch die Parameter „Verzögerungszeit“, „Massetemperatur“, „Werkzeugtemperatur“ und „Fasergehalt“ variiert, um deren Einfluss auf die Strukturmerkmale (k-Verhältnis) und mechanischen Eigenschaften (Biegung, Charpy) auf integral gefertigte, langglasfaserverstärkte Sandwichstrukturen zu untersuchen. Durch Vorversuche ist hier bereits bekannt, dass ab ungefähr 4 Sekunden Verzögerungszeit bei niedrigen Werkzeug- und Massetemperatur die Proben nicht richtig aufschäumen und die Platten die geforderte Dicke von 4 mm nicht mehr erreichen. Daher wird als Maximalwert der Verzögerungszeit 3 Sekunden für das DOE verwendet, um alle daraus geforderten Platten prozesssicher herstellen zu können.

Zur Herstellung von unverstärktem PP ist aus der Literatur bekannt, dass die niedrige Schmelzefestigkeit zu Schwierigkeiten bei der homogenen Schaumbildung führt [14]. Daher wird ein Nukleierungsmittel (hier: Talkum „Mistocell L88“ mit 1 Gew.%) zugesetzt sowie die Gasbeladung in den von der Firma Trexel vorgeschlagenen Bereich für unverstärktes PP auf 0,8 Gew.% erhöht.

Tabelle 4: Prozessparameter für PP im MuCell Prozess

MuCell			
Parameter	PP/unv.	PP/LGF30	PP/LGF40
Schneckendurchmesser (mm)	80	80	80
Dosiergeschwindigkeit (m/s)	0,2	0,2	0,2
Gasgehalt N2 (Gew. %)	0,8	0,3	0,3
Nukleierungsmittel Talkum (Gew. %)	1	-	-
Einspritzvolumenstrom (cm ³ /s)	250	250	250
Anspritzsituation	Düse unten	Düse unten	Düse unten
Spezifischer Staudruck (bar)	40	40	40
Druck während Verzögerungszeit (bar)	220	150	150
Massetemperatur (°C)	200 - 220 - 240		
Werkzeugtemperatur (°C)	40 - 50 - 60		
Verzögerungszeit (s)	0 - 1,5 - 3		

Für den D-LFT-TSG Prozess ergeben sich die Parameter aus Tabelle 5. Die Werte sind an die Parametereinstellungen und Werte der MuCell Parametern angelehnt, um einen möglichst genauen Vergleich des Prozesseinflusses zu generieren. Im Rahmen dieser Arbeit wird als Extruderdrehzahl – die zusammen mit dem Durchsatz laut Literatur [167] einen Einfluss auf die Faserschädigung und damit die mechanischen Eigenschaften hat – 120 U/min verwendet. Dies wird mit eigenen Vorarbeiten [158] für PP im Direkt-LFT-TSG Prozess begründet. Hier zeigt sich für PP im Niederdruckverfahren (10% Gewichtsreduktion) keine signifikante Verkürzung der Faserlänge bei einer Erhöhung der Extruderdrehzahl und angepasster Polymermenge. Die Homogenität der Faserverteilung in den Platten wurde aber – durch optische Betrachtung – höher eingestuft.

Tabelle 5: Prozessparameter für PP im D-LFT-TSG Prozess

D-LFT-TSG		
Parameter	PP/LGF30	PP/LGF40
Schneckendurchmesser (mm)	105	105
Dosiergeschwindigkeit (m/s)	-	-
Extruderdrehzahl (U/min)	120	120
Anzahl Rovings	8	12
Polymermenge (kg/h)	31,5	30
Gasgehalt N ₂ (Gew. %)	0,3	0,3
Nukleierungsmittel Talkum (Gew. %)	-	-
Einspritzvolumenstrom (cm ³ /s)	250	250
Anspritzsituation	Düse unten	Düse unten
Spezifischer Staudruck (bar)	40	40
Druck während Verzögerungszeit (bar)	150	150
Massetemperatur (°C)	200 - 220 - 240	
Werkzeugtemperatur (°C)	40 - 50 - 60	
Verzögerungszeit (s)	0 - 1,5 - 3	

Polyamid 6 (PA6)

Die Parameter für den MuCell Prozess und PA6 als Matrixmaterial finden sich in Tabelle 6 wieder. Mittels DOE werden wie für PP die Parameter „Verzögerungszeit“, „Massetemperatur“, „Werkzeugtemperatur“ und „Fasergehalt“ variiert, um deren Einfluss auf integral gefertigte, langglasfaserverstärkte PA6 Sandwichstrukturen zu untersuchen. Durch Vorversuche ist bekannt, dass eine längere Verzögerungszeit als 2 Sekunden bei niedrigen Werkzeug und Massetemperaturen zu delaminierenden Deckschichten führt, sodass die mithilfe der Software Modde 9 und statistischer Versuchsplanung ermittelten Parameter dies die obere Grenze der Verzögerungszeit bildet.

Tabelle 6: Prozessparameter für PA6 im MuCell Prozess

MuCell			
Parameter	PA6/unv.	PA6/LGF30	PA6/LGF40
Schneckendurchmesser (mm)	80	80	80
Dosiergeschwindigkeit (m/s)	0,15	0,15	0,15
Gasgehalt N2 (Gew. %)	0,5	0,5	0,5
Nukleierungsmittel Talkum (Gew. %)	-	-	-
Einspritzvolumenstrom (cm ³ /s)	250	250	250
Anspritzsituation	Düse unten	Düse unten	Düse unten
Spezifischer Staudruck (bar)	180	40	40
Druck während Verzögerungszeit (bar)	300	300	300
Massetemperatur (°C)	280 - 290 - 300		
Werkzeugtemperatur (°C)	80 - 90 - 100		
Verzögerungszeit (s)	0 - 1 - 2		

Um auch bei PA6 die größtmögliche Vergleichbarkeit der Prozesse zu garantieren werden beim D-LFT-TSG Prozess ähnliche Parameter wie im MuCell Prozess verwendet. Die prozessbedingten Parameter (z.B. Extruderdrehzahl, Polymermenge oder Rovinganzahl) sind dabei dem Fasergehalt des Stäbchengranulats (30 Gew.% und 40 Gew.%) angepasst und in Tabelle 7 zusammengefasst.

Tabelle 7: Prozessparameter für PA6 im D-LFT-TSG Prozess

D-LFT-TSG		
Parameter	PA6/LGF30	PA6/LGF40
Schneckendurchmesser (mm)	105	105
Dosiergeschwindigkeit (m/s)	-	-
Extruderdrehzahl (U/min)	120	120
Anzahl Rovings	8	12
Polymermenge (kg/h)	31	30
Gasgehalt N ₂ (Gew. %)	0,5	0,5
Nukleierungsmittel Talkum (Gew. %)	-	-
Einspritzvolumenstrom (cm ³ /s)	250	250
Anspritzsituation	Düse unten	Düse unten
Spezifischer Staudruck (bar)	40	40
Druck während Verzögerungszeit (bar)	300	300
Massetemperatur (°C)	280 - 290 - 300	
Werkzeugtemperatur (°C)	80 - 90 - 100	
Verzögerungszeit (s)	0 - 1 - 2	

Random Polypropylen (rPP)

Da für rPP kein Vergleich der beiden Prozesse MuCell und D-LFT-TSG untersucht wird, gibt Tabelle 8 die Prozessparameter für rPP mit 30 Gew.% und 40 Gew.% Faserverstärkung im D-LFT-TSG an. Aufgrund der niedrigen Schmelzefestigkeit bei einer MFR von 110 g/10 min ist es nicht möglich, Gas durch den Injektor im Extruder in die Schmelze einzubringen, da dieses durch die Öffnungen (Faser/Granulatzufuhr) entweichen kann. Als Referenz werden daher unverstärkte, kompakte 4 mm rPP Proben konventionell auf einer Engel 60 t Spritzgießmaschine mit einer 30 mm Schnecken und Kaltkanalanguss und einem Zugstabwerkzeug bei Masse-/Werkzeugtemperaturen von 240 °C/60 °C und 200 °C/40 °C hergestellt.

Die übrigen Parameter der faserverstärkten und im D-LFGT-TSG Prozess geschäumten Proben sind an die der Verarbeitung von hPP der Firma Easi-comp angelehnt, um die Unterschiede beim Schäumen oder Prozessinduzierte Strukturänderungen begründet ggf. durch die geringe Kristallinität herauszuarbeiten.

Tabelle 8: Prozessparameter für rPP im D-LFT-TSG Prozess

D-LFT-TSG		
Parameter	rPP/LGF30	rPP/LGF40
Schneckendurchmesser (mm)	105	105
Dosiergeschwindigkeit (m/s)	-	-
Extruderdrehzahl (U/min)	120	120
Anzahl Rovings	8	12
Polymermenge (kg/h)	31,5	30
Gasgehalt N ₂ (Gew. %)	0,3	0,3
Nukleierungsmittel Talkum (Gew. %)	-	-
Einspritzvolumenstrom (cm ³ /s)	250	250
Anspritzsituation	Düse unten	Düse unten
Spezifischer Staudruck (bar)	40	40
Druck während Verzögerungszeit (bar)	150	150
Massetemperatur (°C)	200 - 220 - 240	
Werkzeugtemperatur (°C)	40 - 50 - 60	
Verzögerungszeit (s)	0 bis 6	

Polyphenylensulfid (PPS)

Die hohe Schmelzefestigkeit (35 g/10 min nach ISO 1133 bei 300°C und 2,16 kg) des verwendeten PPS Xytron U3020E erlauben die Verarbeitung des unverstärkten Polymers mit dem D-LFT-TSG Prozess. Die weiteren Prozessparameter auch für 20 Gew.% Faserverstärkung sind in Tabelle 9 dargestellt. Eine Umsetzung von höheren Fasergewichtsanteilen wie z.B. 30 Gew.% oder 40 Gew.% ist aufgrund der hohen Einspritzdrücke prozesstechnisch nicht möglich.

Tabelle 9: Prozessparameter für PPS im D-LFT-TSG Prozess

D-LFT-TSG		
Parameter	PPS	PPS/LGF20
Schneckendurchmesser (mm)	105	105
Dosiergeschwindigkeit (m/s)	-	-
Extruderdrehzahl (U/min)	120	120
Anzahl Rovings	-	4
Polymermenge (kg/h)	28	28
Gasgehalt N ₂ (Gew. %)	0,4	0,4
Nukleierungsmittel Talkum (Gew. %)	-	-
Einspritzvolumenstrom (cm ³ /s)	250	250
Anspritzsituation	Düse unten	Düse unten
Spezifischer Staudruck (bar)	40	40
Druck während Verzögerungszeit (bar)	300	200
Massetemperatur (°C)	300	
Werkzeugtemperatur (°C)	130	
Verzögerungszeit (s)	0 bis 8	

Probekörperentnahme

Die Entnahmeposition der Proben aller oben genannten Materialkombinationen (Matrix und Fasern) für die Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften (Biegung und Charpy) folgt dabei den Vorschlägen zur Präparation aus [40] und ist in Abbildung 28 gezeigt. Die Proben zur Erstellung von Schliffbildern und für die Faserlängenanalyse entstammen aus denselben Platten für die mechanische Analyse in einem Bereich, der die Struktur der Proben bzw. der Platte repräsentiert.

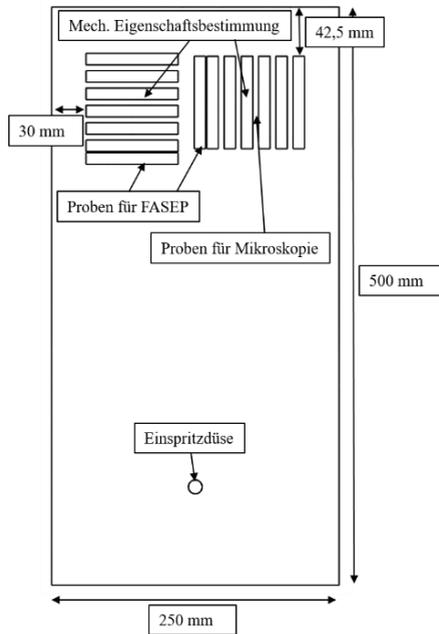


Abbildung 28: Position Probekörperentnahme

3.2.5 Bauweisen

Nach Hertel [168] beschreibt die **Integralbauweise** ein Grundprinzip der Fertigung möglichst „aus einem Stück“ zu fertigen. Im Gegensatz dazu bestehen in **Differentialbauweise** gefertigte Bauteile aus mehreren einzeln hergestellten und anschließend gefügten Teilen. Die Vorteile der Integralbauweise sind zum einen die geringere Anzahl an Bauteilen und damit der nötigen Fertigungsschritte, der damit einhergehende Wegfall von Fügstellen/-aufgaben wie Nieten/Schweißen/Stanzen und letztendlich der Reduktion der Kerb-/Störstellen im Bauteil. Weiterhin wirkt sich die Integralbauweise positiv auf das Bauteilgewicht, die Präzision und oft auch auf die Oberflächengüte aus. [168]

Bei den im Rahmen dieser Arbeit integral geschäumten und faserverstärkten Sandwichbauteilen liegt zwangsläufig im geschäumten Kern eine Faserverstärkung vor. Diese Verstärkung ist bei Biegebelastung nicht zwangsläufig notwendig, da dort die neutrale Faser durch die Mitte des Kerns verläuft und dort keine/wenige Spannungen auftreten bzw. nur geringe Kräfte übertragen werden müssen. Um einen Benchmark über die Leistungsfähigkeit dieses Integralschaums zu bekommen, werden vergleichend Proben in Differentialbauweise hergestellt. Diese Bauteile werden in verschiedenen Verfahren hergestellt:

- Beidseitiges Einkleben der Deckschicht aus UD-Tape in das Spritzgießwerkzeug und anschließendes „Hinterschäumen“ im Niederdruckschaumspritzgießverfahren (SGM)
- Heißpressen der UD-Tape Deckschicht mit einem Extrusionsschaumkern in einer konventionellen Presse (HP)
- Heißpressen der UD-Tape Deckschicht mit Extrusionsschaumkern in einer Strahlungsinduzierten Vakuumkonsolidieranlage (SVK)

Das Prinzip Sandwichstrukturen mittels Spritzgießen herzustellen, ist bereits in der Literatur [64, 169] bekannt und führt zu einem Bauteil, das in den Deckschichten durch UD verstärkte Tapes verstärkt ist und im Kern eine unverstärkte, geschäumte Struktur aufweist. Im Rahmen dieser Vergleichsuntersuchung wurden je Seite eine Lage UD Tape (PP GF70 und PA6 GF 70) mit doppelseitigem Klebeband in die Spritzgießform eingeklebt. Die Vorteile dieser UD-Tapes – z.B. das gute Kosten/mechanische Eigenschaften Verhältnis – sowie neuartige Möglichkeiten die Haftung PP/GF zu steigern werden für PP/GF auch in [170] diskutiert. Die gasbeladene Schmelze wurde dann im MuCell Aggregat dosiert und im Niederdruckverfahren eingespritzt. Über die Wärmeenergie der eingespritzten Masse schmilzt der Kunststoffteil des UD Tapes auf und es bildet sich eine Sandwichstruktur. Abbildung 29 zeigt diesen prinzipiellen Prozessablauf.

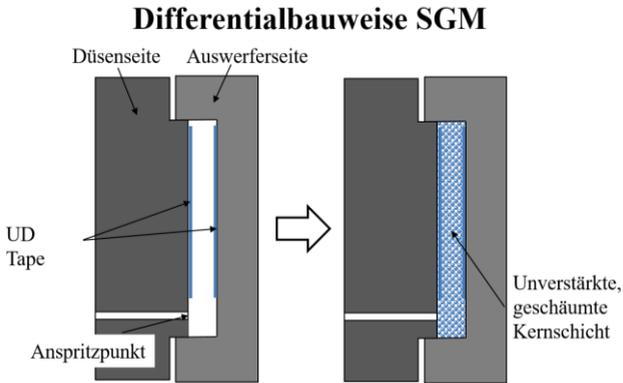


Abbildung 29: Herstellungsprinzip der Sandwichstrukturen in Differentialbauweise mittels SGM

In Abbildung 30 ist das Prinzip des Heißpressens (HP) dargestellt. Dabei wird zunächst auf einen Extrusionsschaum aus Polypropylen (Worldcell 29L-3) auf jeder Seite eine Lage UD Tape (Celstran CFR PP/GF70) gelegt und dieses Paket in das auf 240 °C vorgeheizte, ebene Plattenwerkzeug einer Heißpresse (Collin P200 P/M) eingelegt. Anschließend wird das Werkzeug geschlossen und mittels Abstandhaltern auf 4 mm Spalt gehalten und in geschlossenem Zustand nach einer Wartezeit von 30 Sekunden auf 80 °C abgekühlt. Die Zykluszeit beträgt dabei ~ 240 Sekunden.

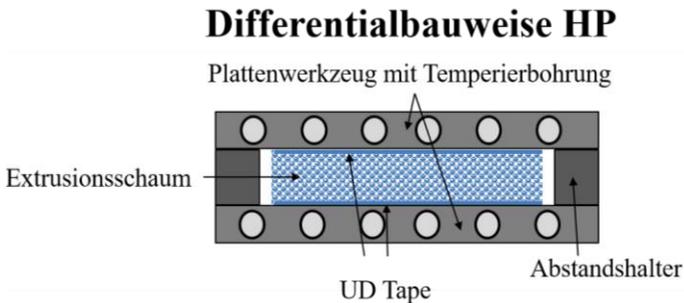


Abbildung 30: Herstellungsprinzip der Sandwichstrukturen in Differentialbauweise mittels Heißpressen (HP)

Eine weitere Möglichkeit in differenzieller Bauweise Sandwichstrukturen herzustellen ist mit Hilfe des am Fraunhofer ICT entwickelten Prozess des strahlungsinduzierten Vakuumkonsolidierens. Mittels dieses Verfahrens konnte von Baumgärtner [171] gezeigt werden, dass es durch einen speziellen Vakuumsaufbau möglich ist, durch infrarotdurchlässige Werkzeugplatten sogenannte Gelege oder Lagenaufbauten (lose mittels Ultraschall geheftete übereinander gestapelte UD Tapes) aus PA6, PP oder anderen Polymeren zu Platten zu konsolidieren. Dieses Verfahren bzw. diese Anlagentechnik wurde angepasst, um unter sehr geringem Druck die Sandwichaufbauten aus je einer Deckschicht UD Tapelage PPGF70 und einer Kernschicht aus unverstärktem, kommerziell verfügbarem und mittels Extrusionsverfahren geschäumtem PP (Worldcell 29L-3) zu verbinden, ohne den Schaumkern durch Druck plastisch zu verformen. Abbildung 31 zeigt den prinzipiellen Aufbau des Prozesses, der wie das HP auf Abstandhalter zur Dickenregulierung der Sandwichplatten zurückgreift und eine Zykluszeit von ~ 60 Sekunden besitzt.

Differentialbauweise SVK

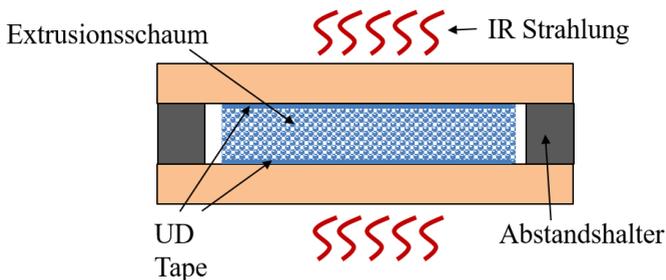


Abbildung 31: Herstellungsprinzip der Sandwichstrukturen in Differentialbauweise mittels SVK (nach [171])

In Tabelle 10 sind die Parameter zu den Prozessen der Sandwichherstellung in Differentialbauweise dargestellt. Als faserverstärkte Schicht wird jeweils eine ~ 0,16 mm dicke, unidirektional mit Glasfasern verstärkte Tapeschicht angepasst an das Kernmaterial aus PP oder PA6 als Matrixmaterial verwen-

det. Als Kernschichten kommen entweder dieselben Spritzgießmaterialien mit vergleichbaren Parametern (0,5 Gew.% Stickstoff bei PA6 und 0,8 Gew.% Stickstoff mit 1 Gew.% Talkum bei PP verarbeitet im MuCell Aggregat) oder ein geschlossenzelliger extrudierter PP Schaumkern der Firma „Worldcell“ zum Einsatz. Diese Extrusionschaumkerne (29L-3 bzw. 29L-4) sind jeweils um 50% geschäumt, was in einer Dichte von $\sim 460 \text{ kg/m}^3$ resultiert. Um bei der Differentialbauweise auf eine Bauteildicke von 4 mm zu kommen, werden dabei Kerne mit dem Ausgangsmaß 3 mm verwendet, was zusammen mit den Deckschichten und einem „Nachschäumen“ während des HP bzw. SVK Prozess zu Bauteilen von ca. 4 mm führt.

Tabelle 10: Prozessparameter Differentialverfahren

Probenbezeichnung	Prozess	Gasgehalt (Gew.%)	Dosier- volumen (cm ³)	Umschalt- punkt (cm ³)
PA6_M_ND_290/80_0_0_Tape_DV_470	Niederdruck	0,5	470	10
PA6_M_ND_290/80_0_0_Tape_DV_510	Niederdruck	0,5	510	10
PP_M_HD_240/70_0_0_Tape	Hochdruck (2 mm auf 4 mm)	0,8	390	10
PP_M_ND_240/70_0_0_Tape	Niederdruck	0,8	545	10
PP_HP_190_0_Tape	HP	-	-	-
PP_VAK_190_0_Tape	VAK	-	-	-
WC-29L-4-BU_unv.	Schaumextrusion	-	-	-

3.2.6 (Inline) Hochdruckkapillarrheologie

Zur Einordnung der rheologischen Änderungen durch Langglasfasern und gasbeladene Schmelzen wird das in Kapitel 3.2.3 beschriebene Inline-Hochdruckkapillarrheometer verwendet. Um aus den scheinbaren Viskositäten auf die wahren Viskositätswerte zu schließen werden die in Kapitel 2.3.2 aufgezeigten Formeln nach Weißenberg-Rabinowitsch und Bagley angewendet.

Um eine Validierung des Inline Systems durchführen zu können, werden die gewonnenen Daten einerseits mit einem **Offline Hochdruckkapillarrheometer** (Rheologische Daten gemessen mit einem Göttfert Rheograph 20) und andererseits mit Simulationsdaten (simuliert mit Autodesk Moldflow) verglichen. Die Versuche fanden bei geöffnetem Werkzeug statt und die Plastifizierung wurde aufgrund prozesstechnischer Randbedingungen auf dem MuCell Aggregat durchgeführt.

Für die Simulation der Zustände im Inline Hochdruckkapillarrheometer und um den Schmelzefluss im Heißkanal und der in Abbildung 13 dargestellten Kapillarkammer zu erhalten, wurde dieser Teil mittels CAD in der Software Autodesk Moldflow abgebildet. Für das Ausspritzen an die Umgebung wurde eine würfelförmige Kavität konstruiert.

Abbildung 32 zeigt dieses CAD Modell mit dem Anspritzpunkt (1), geöffneter Nadelverschlussdüse (2), Druck-/Temperatursensoren P1 (3) und P2 (4) und dem Umgebungswürfel (5).

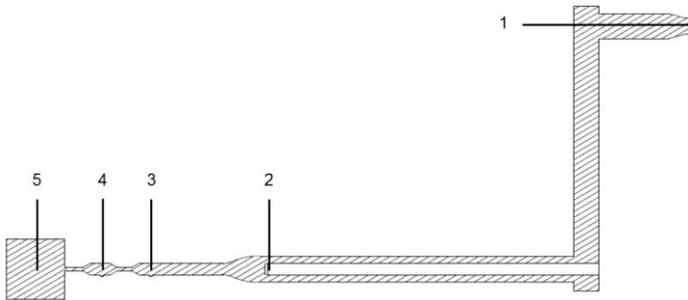


Abbildung 32: Schematischer Querschnitt Heißkanal mit Anspritzpunkt (1), geöffneter Nadelverschlussdüse (2), Druck-/Temperatursensoren P1 (3) und P2 (4), Umgebungswürfel (5)

Die Druckwerte während des Einspritzvorgangs wurden an Stellen des konstanten Materialvolumenstroms aufgenommen und ausgewertet. Da das bei den physisch durchgeführten Versuchen verwendete unverstärkte Polypolylen der Firma Easicomp mit einem MFI von 120 g/ 10 min nicht in der Software implementiert ist, wurde als Ersatz Borealis HK060AE mit einem MFI von 125 g/10 min für die Simulation verwendet. Als Massetemperatur wurde 220 °C gewählt und die fünf Einspritzvolumenströme 3 cm³/s, 6 cm³/s, 13 cm³/s, 141 cm³/s und 408 cm³/s wurden simuliert.

Mit dem in Abbildung 13 dargestellten Inline Hochdruckkapillarrheometer (IHKR) und als Vergleich mit dem Offline Hochdruckkapillarrheometer (HKR) wurden bei verschiedenen Massetemperaturen (200 °C, 220 °C, 240 °C) Messungen an unverstärktem PP durchgeführt.

Nach der grundsätzlichen Validierung der Eignung des IHKR zur Bestimmung rheologischer Kennwerte wurden bei 240 °C Massetemperatur zusätzlich Messungen an unverstärktem PP und 40 Gew.% langglasfaserverstärktem Stäbchengranulat bzw. ohne und mit 0,3 Gew.% Gasbeladung durchgeführt. Diese Messungen sind bei den gängigen Offline Systemen v.a. bei den hohen Scherraten, die beim Spritzgießen auftreten können, nicht ohne Weiteres möglich.

Um diese Scherraten zu bestimmen, wurde die Schmelze bei verschiedenen Volumenströmen durch den 4 mm Kapillardurchmesser gespritzt. Tabelle 11 zeigt den eingestellten Maschinenparameter „Volumenstrom“, den aus den p,T Daten ermittelten tatsächlichen, gemessenen Volumenstrom sowie die dazugehörige scheinbare Viskosität.

Tabelle 11: Volumenstrom mit zugehörigen Scherraten

Eingestellter Volumenstrom Q_{ein} [cm³/s]	Gemessener Volumenstrom Q_{gem} [cm³/s]	Scheinbare Scher- geschwindigkeit $\dot{\gamma}_{\text{ap}}$ [1/s]
13	18	2865
31	35	5570
63	67	10663
126	128	20372
251	252	40107

Jeder der gezeigten Versuche wurde drei Mal wiederholt und der Mittelwert der Drücke zur weiteren Berechnung der scheinbaren bzw. wahren Viskosität und scheinbaren bzw. wahren Scherrate verwendet.

3.3 Struktur der Integralschaumbauteile

3.3.1 Schliffbilder/Querschnittsaufnahmen

Für die Versuchsproben wurden die Kern- und Deckschichten der Probekörper vermessen und der Kernschichtanteil nach Gleichung (2.15) zur Schaumaufbaucharakterisierung bestimmt. Zur Vermessung wurde die Software „Olympus Stream Image Analysis“ mit Skalenteilungswert von $0,01 \mu\text{m}$ verwendet. Dabei wurde der Kernschichtanteil zwischen unterer und oberer Deckschicht – beginnend bei den ersten sichtbaren Zellen – vermessen.

Die zu untersuchenden Probekörper wurden der Platte (wie in Abbildung 28 dargestellt) händisch mit Hilfe eines Skalpells entnommen, sodass die Blickrichtung in Fließrichtung und die Makroskopieebene quer zur Fließrichtung liegt.

Zur Präparation wurden die $\sim 1,5$ cm langen Proben in eine Mischung aus Einbettmittel VariDur200 und Härter in einem Volumenverhältnis von 2:1 eingebettet. Hierbei wurden die Einbettformen bis zu einer Höhe von ~ 1 mm mit der Mischung gefüllt und die Proben mittels Pinzette darin platziert. Nach 15 Minuten Aushärtezeit wurde die Form vollständig gefüllt und ausgehärtet.

Diese Proben wurden zunächst mit 300 Mesh Körnung und danach mit 600 Mesh über 1200, 2500 bis 4000 Mesh Körnung geschliffen. Zur Betrachtung der Proben wurde ein Makroskop „Wild M420“ mit einer „Olympus UC30“ Kamera verwendet. Darüber sind Übersichtsbilder mit 12,5facher, 16facher und 32facher Vergrößerung möglich. Abbildung 33 zeigt beispielhaft die Probe PA6_M_HD_300/80_0_0 mit eingezeichnetem Übergang zwischen Kern- und Deckschichten.

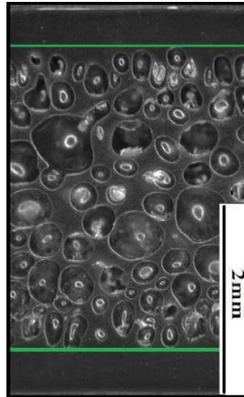


Abbildung 33: Schliffbild der Probe PA6_M_HD_300/80_0_0 mit eingeleitetem Übergang Kern-/Deckschichten (aus [164])

Der Großteil der Proben wurden bei 16facher Vergrößerung vermessen, für detailliertere Abbilder z.B. der Deckschichten wurden die Proben unter dem Mikroskop „Aristomet“ von Leitz mit 50facher bis 1000facher Vergrößerung aufgenommen und ausgewertet.

Zur Analyse der Faserorientierung und Untersuchung des Querschnitts wurden von den zerstörend geprüften Charpy-Probe REM Aufnahmen mit Hilfe eines SUPRA 55 VP der Firma Zeiss angefertigt.

3.3.2 Faserlängenanalyse (FASEP)

Die Faserlänge eines glasfaserverstärkten Spritzgießbauteils ist ein wichtiger struktureller Faktor in der Betrachtung der Prozess-Struktur-Eigenschaftsbeziehung. Um die verschiedenen Prozessrouten und -parameter miteinander vergleichen zu können ist es wichtig, eine verlässliche und in der Wissenschaft bzw. Industrie anerkannte Methode zu verwenden.

Das Vorgehen zur Faserlängenmessung bei dem FASEP Längenmesssystem ist laut der Firma „xyz high precision“ und verschiedenen wissenschaftlichen Studien [26, 36, 172] Folgendes:

1. Schritt: Probenpräparation

- Faserseparation von der Matrix (Pyrolyse oder chemisches Auflösen der Matrix)
- Verdünnung und Verteilung der Fasern auf eine Petrischale

2. Schritt: Halbautomatisierte Bildauswertung

3. Schritt: Statistische Auswertung

Die im Rahmen dieser Arbeit betrachteten Proben wurden mithilfe eines Muffelofens (Linn High Therm VMK-250-S) und den Polymeren angepassten Temperaturrampen verascht. [173] Dabei werden die Materialsysteme PP, PA6 und PPS sowie PPS von Umgebungstemperatur auf 250 °C in 2 Stunden mit einer Stunde Haltezeit erhitzt und danach auf 600 °C (700 °C bei PPS) in 6 Stunden für eine Stunde erhitzt, um die Matrix thermisch aufzulösen. Die Faserverteilung und -verdünnung der Glasfasern geschieht händisch in einer Glykol/Wasser Mischung. Nachdem diese Mischung auf die Petrischale aufgebracht wurde, werden aus statistischen Gründen mindestens 5.000 Einzelfasern gemessen und ausgewertet. Diese Fasern werden anschließend in verschiedene Faserlängenklassen (im Rahmen dieser Arbeit je 150 µm breit) aufgeteilt und diesen zugewiesen. Die Faserlängenverteilung kann entweder Anzahlgemittelt nach Formel (3.1)

$$L_N = \frac{\sum_{i=0}^n n_i \cdot L_i}{n} \quad (3.1)$$

oder Längen- (bzw. unter der Annahme gleichbleibender Faserdurchmesser und damit gleichbleibender Dichte) Gewichtsgemittelt nach Formel (3.2)

$$L_G = \frac{\sum_{i=0}^n n_i \cdot L_i^2}{\sum_{i=0}^n n_i \cdot L_i} \quad (3.2)$$

dargestellt werden.

Für langfaserverstärkte Polymerverbunde wird oft die gewichtsgemittelte Faserlänge angegeben, da die für die mechanischen Eigenschaften entscheidenden längeren Fasern eine höhere Gewichtung erhalten.

Weiterhin wird der von Truckenmüller [48] vorgeschlagene Faktor „FLD“, der die Breite der Faserlängenverteilung als Quotient aus gewichtsgemittelter Faserlänge zu anzahlgemittelten Faserlänge darstellt, angegeben.

Laut Truckenmüller [48] ist ein Faktor bis 1,6 – unabhängig vom Matrixmaterial – ein Zeichen für eine gute Faserdispersion. Bei Werten über 1,6 ist mit einem Auftreten einer multimodalen Faserverteilung zu rechnen wobei ein Peak bei $L_G/L_N=1$ auf nicht dispergierte Faserbündeln mit der Länge des Ausgangsstäbchengranulats hindeutet.

3.3.3 CT Aufnahmen und Auswertung

Da die mechanischen Eigenschaften bei Spritzgießbauteilen nicht nur vom Fasergehalt und der Faserlänge abhängen, sondern auch stark von der Orientierung der Fasern, hat sich als zerstörungsfreie Analyseverfahren die Auswertung von CT Aufnahmen etabliert.

Nguyen Thi et al. [174] zeigt mittels CT Messungen an kurzglasfaserverstärkten PA6 Proben, die im Spritzgießverfahren hergestellt wurden, dass die so ermittelte Faserorientierung in guter Übereinstimmung mit den simulativ und experimentell bestimmten Werten von Bay et al. [53, 175, 176] am Beispiel von PA6.6 mit 43 Gew.% Glasfaseranteil stehen. Die Fasern liegen dabei in einem fünfschichtigen Aufbau vor vergleichbar mit der Orientierung der Kurzglasfasern nach Abbildung 4.

Für die große Datenmengen bei der Verarbeitung von μ CT-Scans von langfaserverstärkten Polymeren hat Gandhi [177] eine Methode zur Datenaufbereitung entwickelt. Dabei werden diese Aufnahmen in finite Elemente geteilt, die Datenmenge reduziert und jeder Faser einer Mittellinie zugeordnet. Damit werden die Orientierungstensoren abgebildet und so die Orientierung der Fasern dargestellt.

Um die Orientierung und Länge der Fasern im integralen Sandwichverbund zu bestimmen, wurden mithilfe eines Computertomographen Aufnahmen von Proben mit verschiedenen Herstellparametern und -prozessen erstellt. Die Aufnahmen wurden mit Hilfe eines Präzisionscomputertomograph YXLON CT mit den in Tabelle 12 dargestellten Einstellparametern und den Probenabmessungen $3 \times 4 \times 5 \text{ mm}^3$ erzeugt.

Tabelle 12: Aufnahmeparameter Computertomographie

Röhrenkopf	Transmissionsröhre
Target	Wolfram
Beschleunigungsspannung	100 kV
Röhrenstrom	0,04 mA
Abstand Fokus-Objekt	10,78 mm
Abstand Fokus-Detektor	744,91 mm
Voxelgröße	3,32 μm
Integrationszeit /Pixelbinning	700 ms/1

Die Auswertung der so gewonnenen Bilder erfolgte für die Faserorientierungsanalyse mit der kommerziell verfügbaren Software „VG Studio“ und für die Faserlängenanalyse sowie die qualitative Lage der Fasern mit den von Pinter et al. in [178, 179] beschriebenen Methoden und Algorithmen. Ein sog. „Circular Voting Filter“ dünnt die Fasern in Dickenrichtung aus um Faserkreuzungspunkte, die durch Aufnahmeschatten entstehen, zu vermeiden. Über einen Threshold, der manuell in der Software ImageJ gesetzt wird, werden die Fasern von den Zellen und der Matrix anschließend optisch getrennt und „skelettonisiert“. Ein Matlab Programm wandelt diese Faserdaten dann in einzelne Vektoren um, die für die Faserlängenanalyse und die qualitative Darstellung der Faserlage verwendet werden.

3.4 Mechanische Eigenschaften

Alle Prüfkörper für die 4-Punkt Biegeprüfung sowie die Charpy Schlagzähigkeitsprüfung wurden nach dem Wasserstrahlschneiden und ggf. Entgraten der Schnittränder für mindestens 2 Tage bei Normklima nach DIN EN ISO 291 „Kunststoffe - Normalklimate für Konditionierung und Prüfung“ [180] bei 23 °C und 50% relativer Luftfeuchte gelagert und auch bei diesen Umgebungsbedingungen geprüft.

Da die mechanischen Eigenschaften von Polyamid 6 stark von dem Feuchtegehalt abhängig sind, werden diese bei einheitlichem Feuchtegehalt verglichen. Je nach Bauteilgeometrie kann es lange Zeit (teilweise mehrere Wochen oder Monate [171]) dauern bis ein Feuchtegleichgewichtszustand bei Normklima erreicht wird, sodass die Polyamid Proben nach DIN EN ISO 1110:1997 konditioniert werden [181].

Dazu werden die Probekörper auf einen Feuchtegehalt der mindestens 95% des Gleichgewichtsniveaus entspricht gebracht. In Abhängigkeit der Wanddicke ergibt sich die benötigte Zeit bei einer Temperatur von 70 ± 1 °C und einer relativen Luftfeuchtigkeit von 62 ± 1 % im Klimaschrank zu min. 5,5 Tagen. [181] Der Klimaschrank ist dabei auf diese Temperatur vorgeheizt und es ist gewährleistet, dass die Proben vollständig mit zirkulierender Luft in Verbindung stehen. Zur Kontrolle werden die Proben in Zeitintervallen aus dem Temperierschrank geholt, bei Normklima abgekühlt und auf eine 0,1%ige Toleranz bis zum Ende der Konditionierung gewogen. Im Anschluss der Konditionierung werden alle Proben luft-/wasserdicht verpackt und vor der eigentlichen Prüfung min. 1 Stunde bei Normklima gelagert, um ungewollte Feuchteveränderungen beim Transport/der Lagerung zu vermeiden.

3.4.1 4-Punkt-Biegung

Die Probekörper wurden auf 4-Punkt-Biegung in Anlehnung an DIN EN ISO 178:2011-04 und DIN EN ISO 14125:2011-05 geprüft. Die Biegeprüfung ist für Sandwichtaufbauten die relevanteste Prüfung, da (wie in Kapitel 2.4 und 2.5 ausführlich beschrieben) diese Belastungsart am Bauteil (z.B. Unterbo-

den) relevantesten ist. Ein weiterer Vorteil des quasistatischen 4-Punkt-Biegeversuchs gegenüber des 3-Punkt-Biegeversuchs ist das konstante Biegemoment, das zwischen den beiden Druckfinnen vorliegt [182]. So ist gewährleistet, dass die Probe nicht immer unter der oberen Druckfinne (beim 3-Punkt-Biegeversuche die Stelle des höchsten Biegemoments) versagt, sondern an der Stelle, an dem das Material/Bauteil am schwächsten ist. Der prinzipielle Versuchsaufbau mit einer eingebauten PA 6 Probe ist in Abbildung 34 dargestellt.

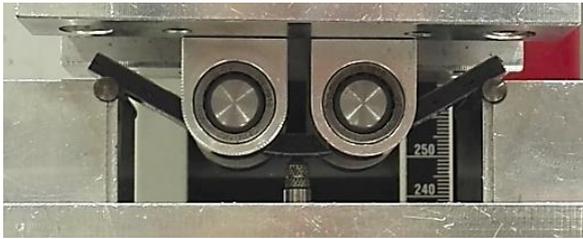


Abbildung 34: Prinzipieller Versuchsaufbau zur 4-Punkt Biegung

Die Prüfungen wurden auf einer Prüfmaschine vom Typ Zwick/Roell Z2.5 und einer Kraftmessdose mit einer Maximalkraft von 2,5 kN durchgeführt. Der induktive Wegaufnehmer liegt auf der Unterseite des Prüfkörpers in der Mitte an. Vor jeder Prüfung wurden die Probekörper auf einer Feinwaage auf 50 mg genau gewogen und an drei Stellen die Dicke, die Breite und die Länge der Proben mit einer Messschraube mit einer Genauigkeit von 10 μm gemessen. Dabei beträgt die maximale Grenzabweichung vom Mittelwert 2%. Aus diesen Werten zum Gewicht und den Abmessungen lässt sich die Sandwichdichte mit Gleichung (2.14) berechnen. Nach DIN EN ISO 178 [89] ist das Versagen durch Zug- oder Druckspannung ausgelöste Brüche entfernt von den Auflagerpunkten erlaubt, wohingegen ein Versagen durch interlaminae Scherung zum Ausschluss der Probe führt. [183]

Für den Abstand der unteren Auflage wurde 66 mm und für den Abstand der oberen Druckfinnen 22 mm gewählt. Die Prüfgeschwindigkeit ist jeweils an

die Dicke des Prüfkörpers angepasst sodass die konstante Dehnrage näherungsweise 1% pro Minute beträgt. Der maximale Verfahrweg beträgt dabei 13 mm.

3.4.2 Charpy-Schlagzähigkeit

Ergänzend zu den 4-Punkt-Biegeprüfungen wurden die Probekörper in Anlehnung an DIN EN ISO 179 [184] in der nicht instrumentierten Schlagzähigkeitsprüfung auf ihre Charpy-Schlageigenschaften überprüft. Diese Prüfung soll zeigen, ob die dynamische Beanspruchbarkeit durch Langglasfaserverstärkung bzw. Schäumen verändert wird.

Die Werte des breitseitigen Schlags sind zum Vergleich schlagartiger Beanspruchung verschiedenen Polymere (geschäumt und/oder langglasfaserverstärkt) auch für viele industrielle Einsatzgebiete der LFT-Integralschaumbauteile interessant (z.B. Unterboden). Abbildung 35 zeigt die Möglichkeiten der Prüfbeanspruchung aus DIN EN ISO 179.

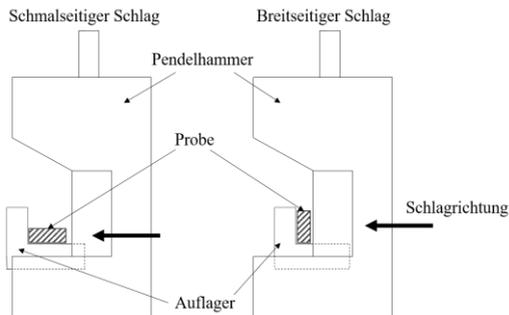


Abbildung 35: Prinzipieller Versuchsaufbau zum Charpy Schlagzähigkeitsversuch (Schmalseitiger Schlag – links und Breitseitiger Schlag – rechts) nach EN ISO 179

Die Proben im Rahmen dieser Arbeit werden ungekerbt und breitseitig auf einem Zwick Roell Charpy Schlagwerk mit 5J Pendelhammer belastet.

3.4.3 Druckversuche

Um das vereinfachte Modell der mechanischen Eigenschaftsbestimmung aus Kapitel 2.5 für unverstärkte Polymere auf für die im Direktverfahren faserverstärkten Integralschaumbauteile anzuwenden, werden für ausgewählte Proben die Elastizitätsmodule des Kerns bestimmt. Mit den Biege-Elastizitätsmodulen der zugehörigen, ungeschäumten Deckschichten lassen sich so „virtuelle“ Sandwichbauteile erstellen, die mit den Werten der realen Integralschaumbauteile verglichen werden.

Bei den Druckversuchen an den Sandwichstrukturen wirkt die Kraft auf die gesamte Oberfläche und senkrecht zu den Schichten wirkt. Das Modul des geschäumten Kerns ist wesentlich kleiner als das der kompakten Deckschichten. Somit wird angenommen, dass eine solche Prüfung im Bereich der elastischen Dehnung des Schaumkerns eine Bestimmung des Druckmoduls ausschließlich der Kernschicht liefert. Die Probekörper der Druckmodulprüfung wurden mit einer Lochsäge (Innendurchmesser 41 mm) ausgeschnitten und entgratet. Die Bestimmung des Druckmoduls wurde bei einer Geschwindigkeit von 0,3 mm/min auf einer 100 kN Zwick Universalprüfmaschine mit einer Kraftmessdose von 20 kN und einem induktiven Wegaufnehmer durchgeführt. Um Setz- oder Einfahreffekte zu vermeiden, wurde im elastischen Bereich ein Be- und Entlastungszyklus vor der eigentlichen Probenprüfung durchgeführt. Durch den linearen Bereich (zwischen 2% und 4% Dehnung) dieser so ermittelten Kraft-Weg Kurven wurde eine Ausgleichsgerade gelegt, deren Steigung dem Elastizitätsmodul des Kerns entspricht.

4 Ergebnisse

Im folgenden Kapitel werden die erzielten Ergebnisse zum Herstellungsprozess (Kapitel 4.1) der Integralschaumbauteile, deren Struktur (Kapitel 4.2) und mechanische Eigenschaften (Kapitel 4.3) dargestellt und in den jeweils darauf folgenden Abschnitten einzeln diskutiert. In Kapitel 4.4 werden die beiden Bauweise „differential“ und „integral“ auf erzielbare mechanische Eigenschaften wie auf deren Wirtschaftlichkeit (Kosten-Zeit) verglichen.

In diesen Kapiteln werden – wo anwendbar – die Ergebnisse und einzelnen Plots zu MuCell und D-LFT-TSG Prozess getrennt aufgezeigt und dann in den sich anschließenden Diskussionskapiteln miteinander verglichen.

4.1 Prozessuntersuchungen und Rheologie

In den folgenden Unterkapiteln werden für die in Kapitel 3.2.4 verwendeten Prozessparameter die unterschiedlichen Ergebnisse der Werkzeuginnen-drucksensorik dargestellt. Auch werden die mittels Inline-Hochdruckkapillarrheometer (IHKR) ermittelten Rheologiedaten dargestellt.

4.1.1 Werkzeuginnendrucke

Die Kurven der Werkzeuginnendruckensoren zeigen die Einflüsse von ausgewählte Prozessparameter, orientiert an den Randbedingungen des DOE, auf die resultierenden Werkzeuginnendrucke beim Einspritzen. Diese Daten bilden die Grundlage zum Verständnis der Prozess-Struktur-Eigenschaftsbeziehungen.

4.1.1.1 Polypropylen

Die nachfolgenden Abbildungen zeigen die Druckverläufe an den in Abbildung 25 dargestellten Werkzeuginnendrucksensoren für PP. Jede Kurve steht dabei für eine repräsentative Platte mit den Maschinen- und Prozessparametereinstellungen aus Kapitel 3.2.4.

MuCell

In Abbildung 36 sind die Werkzeuginnendruckverläufe der in Abbildung 25 gezeigten Sensoren für unverstärkte PP Proben (PP_M_HD_200/40_0_0; PP_M_HD_200/40_0_3; PP_M_HD_240/60_0_0; PP_M_HD_240/60_0_3) dargestellt. Diese Proben bilden dabei den äußeren Rahmen des DOE Versuchsbereichs und repräsentieren die minimalen und maximalen Einstellungen der Versuchsparameter „Massetemperatur“, „Werkzeugtemperatur“ und „Verzögerungszeit“.

Die Druckverläufe stellen sich als einheitlich und reproduzierbar dar. Die Standardabweichungen drei aufeinanderfolgender Versuche bei gleichen Einstellungen liegt für die Maximaldrücke der Drucksensoren aller Parameterkombinationen bei ungefähr 3% bis 7%. Zeitlich sprechen die Sensoren unabhängig von den Prozessparametern immer in der gleichen Reihenfolge an. Dabei bilden zeitlich gesehen die angussnahen Sensoren 4, 5 und 6 den Anfang, gefolgt von Sensor 3, der bei der Anspritzsituation von unten etwa auf $\frac{3}{4}$ der Plattenlänge liegt. Abschließend erhöht sich der Druck an den Sensoren 1 und 2 zeitgleich, was eine homogene und lineare Fließfront am Bauteilende bestätigt.

Bei unverstärktem PP als Matrixmaterial liegen bei niedriger Massetemperatur (200 °C) und niedriger Werkzeugtemperatur (40 °C) die Maximalwerte der angussnahen Sensoren bei ~ 370 bar und angussfern während der Verzögerungszeit bei ~ 250 bar. Bei erhöhten Werkzeug- und Massetemperaturen erhöht sich auch der maximale Werkzeuginnendruck um den Anguss auf ~ 500 bar, wobei der Druck während der Verzögerungszeit bei ~ 250 bar bleibt. In allen Fällen führt die Präzisionsöffnung nach der Verzögerungszeit von 0 bzw. 3 Sekunden zu einem raschen und starken Druckabfall auf Umgebungsdruck. Werden dem PP 40 Gew.% Glasfasern hinzugefügt, ergibt sich für die

Werkzeuginnendrucke das in Abbildung 37 gezeigte Kurvenbild. Die Maximaldrücke am Anguss steigen dabei bei den Proben PP_M_HD_200/40_40_0 und PP_M_HD_200/40_40_3 auf ~ 410 bar und sinken in der Verzögerungszeit angussfern auf ~ 150 bar ab. Werden die Massetemperatur und die Werkzeugtemperatur erhöht, so sinken die Maximalwerte um ~ 50 bar angussnah und steigen um ~ 50 bar angussfern.

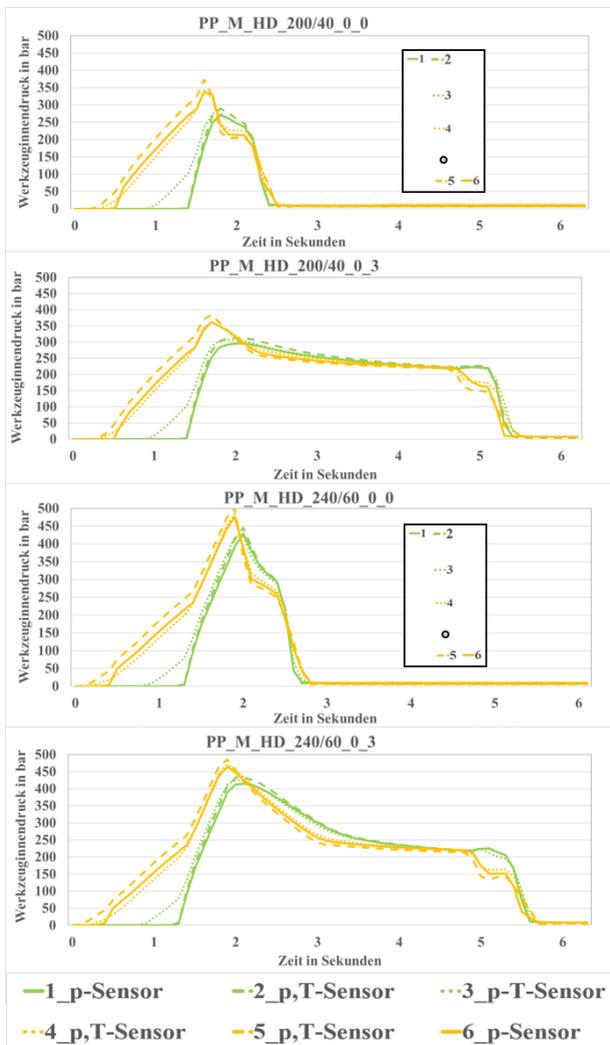


Abbildung 36: Werkzeuginnendruckkurven PP (MuCell, kein Glasfaseranteil)

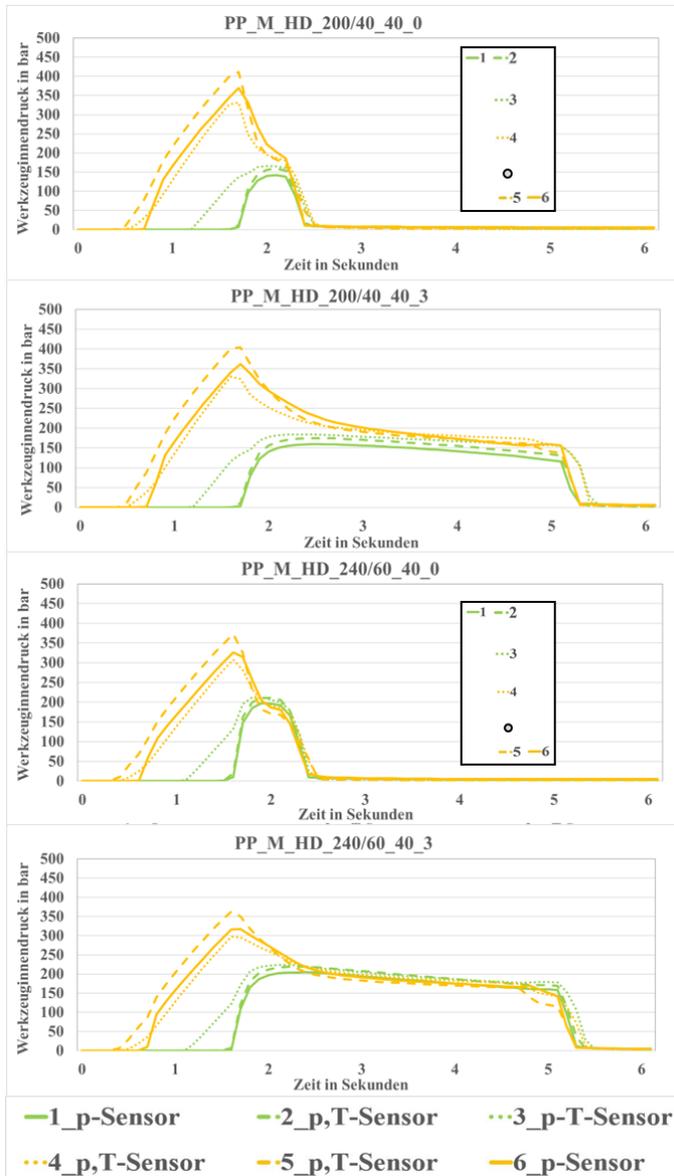


Abbildung 37: Werkzeuginnendruckkurven PP (MuCell, 40 Gew.% Glasfaseranteil)

D-LFT-TSG

Abbildung 38 zeigt die Maximalwerte der Werkzeuginnendrucksensoren für den D-LFT-TSG Prozess und 40 Gew.% Glasfaseranteil. Die Maximalwerte liegen bei allen gezeigten Proben bei ungefähr 450 bar für die Sensoren auf Position 5. Die Probe PP_D_HD_200/40_40_0 zeigt kein genaues Übereinanderliegen der Sensordaten 1 und 2. Das weist für das D-LFT-TSG Verfahren bei sofortigem Öffnen der Werkzeugkavität nach dem Einspritzen auf eine inhomogenere Fließfront als bei den restlichen Proben hin.

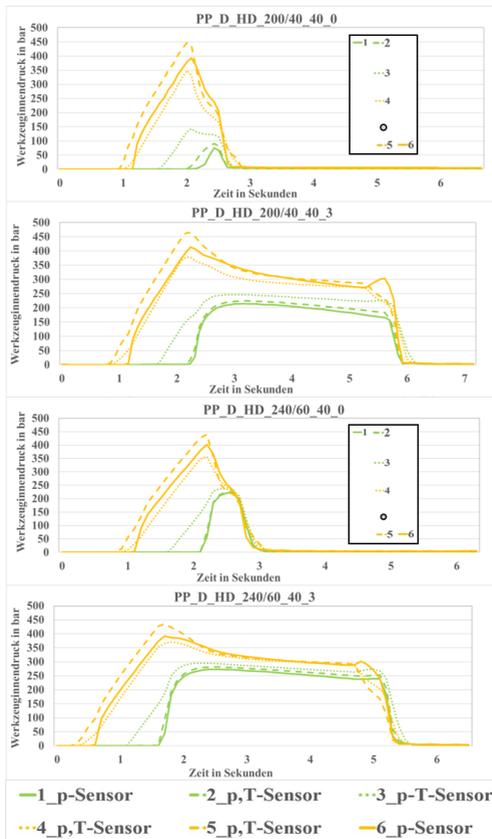


Abbildung 38: Werkzeuginnendruckkurven PP (D-LFT-TSG, 40 Gew.% Glasfaseranteil)

4.1.1.2 Polyamid 6

Analog zu den im vorangegangenen Kapitel bei PP beschrieben, sind in folgenden Abbildungen die Werkzeuginnendruckkurven der jeweiligen Sensoren für die Materialsysteme PA6 und PA6/GF40 aufgeführt. Dabei werden verschiedene Prozessparametereinstellungen (siehe Kapitel 3.2.4) für den MuCell und D-LFT-TSG Prozess dargestellt.

MuCell

In Abbildung 39 sind die Werkzeuginnendruckverläufe für die Proben aus PA6, die ohne Glasfaseranteil im MuCell Prozess hergestellt wurden, gezeigt. Unabhängig von den Prozessparametern zeigt sich ein vergleichbarer Verlauf zu den PP Proben. Die Überlagerung der Sensoren 1 und 2 zeigt abermals die lineare Fließfront am Ende des Fließweges. Bei Proben mit der Massetemperatur 280 °C und der Werkzeugtemperatur von 80 °C erreichen die Maximalwerte einen Druck von ~ 420 bis 450 bar bei Sensor 5 und sind damit ca. 50 bar höher als bei den Versuchen mit 300 °C MT und 100 °C WT. Bei den Sensoren am Fließwegende verursacht diese Temperaturerhöhung eine Erhöhung des Drucks um ca. 30 bar.

Werden der PA6 Matrix bei vergleichbaren Prozessparametern 40 Gew. % Langglasfasern hinzugefügt, steigen die maximalen Werkzeuginnendrucke auf ungefähr 600 bar (PA6_M_HD_280/80_40_X) bzw. ungefähr 500 bar (PA6_M_HD_300/100_40_X) (Abbildung 40). Die Drücke am Fließwegende sinken dabei gleichzeitig auf ~ 150 bar.

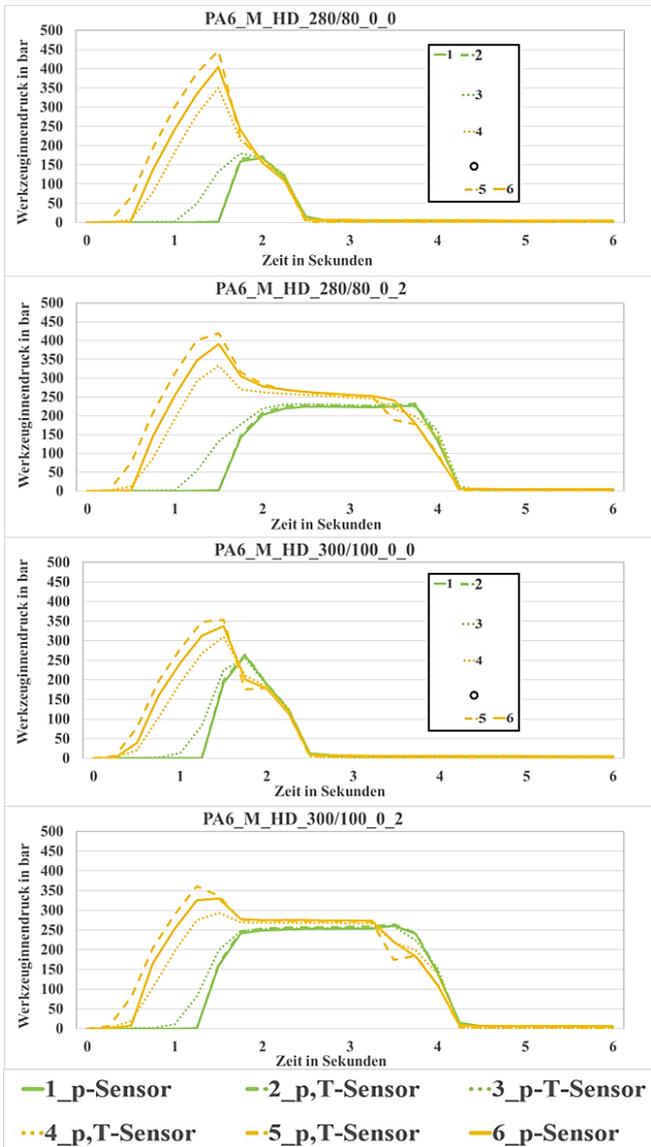


Abbildung 39: Werkzeuginnendruckkurven PA6 (MuCell kein Glasfaseranteil)

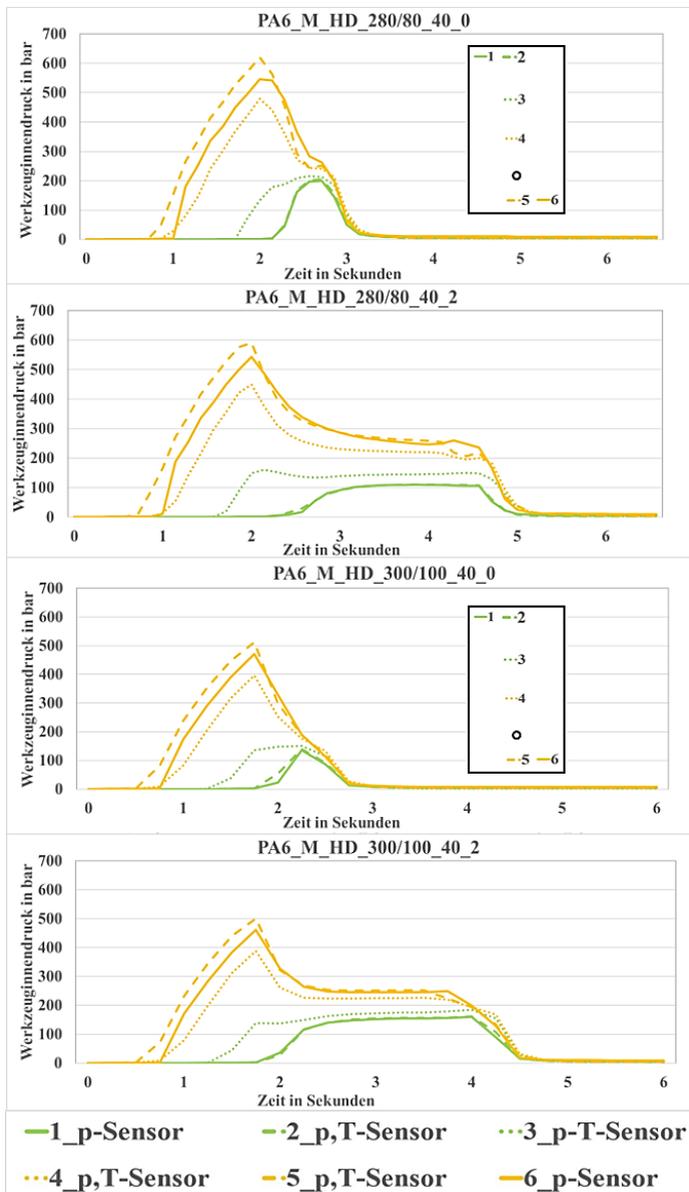


Abbildung 40: Werkzeuginnendruckkurven PA6 (MuCell, 40 Gew.% Glasfaseranteil)

D-LFT-TSG

Wird der D-LFT-TSG Prozess verwendet, ergeben sich die Werkzeuginnen- drücke nach Abbildung 41. Bei niedrigen Masse-/Werkzeugtemperaturen liegen die höchsten Innendrucke (am Anspritzpunkt) bei ~ 610 bar, die Erhöhung der Temperaturen verringert diese bei PA6_D_HD_300/100_X um ~ 30 bar. Am Fließwegende liegen die Drücke bei ca. 280 bar (PA6_D_HD_280/80_X) bzw. ~ 380 bar (PA6_D_HD_300/100_X).

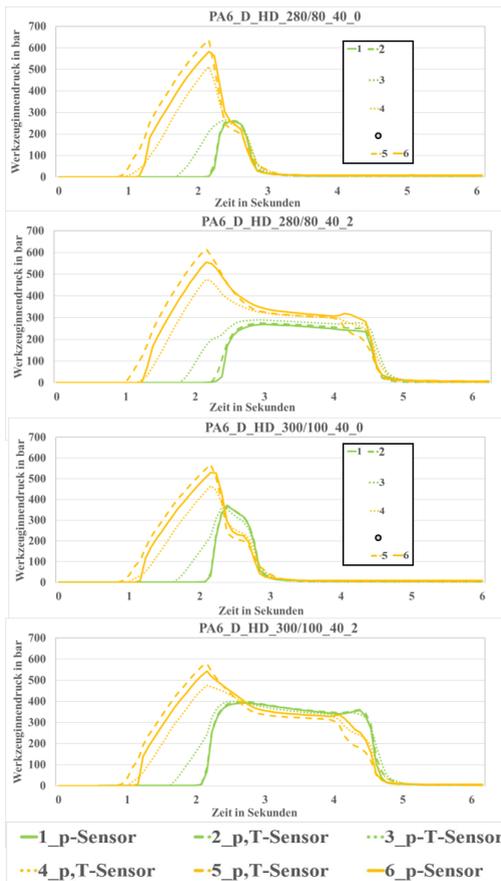


Abbildung 41: Werkzeuginnendruckkurven PA6 (D-LFT-TSG, 40 Gew.% Glasfaseranteil)

4.1.1.3 Random Polypropylen

Abbildung 42 zeigt die Werkzeuginnendrucke von rPP, dass im D-LFT-TSG Verfahren mit 40 Gew.% faserverstärkt wird. Abhängig von der Masse-/Werkzeugtemperatur stellen sich die Maximaldrücke angussnah bei ~ 400 bar (rPP_D_HD_200/40_40_X) bzw. ~ 370 bar (rPP_D_HD_240/60_40_X) ein. Eine Erhöhung der Temperaturen führt zu einem Anstieg der Drücke am Fließwegende von ~ 130 bar auf ~ 230 bar. Die Verzögerungszeit ist deutlich die mit dem Druckabfall bei der Präzisionsöffnung erkennbar.

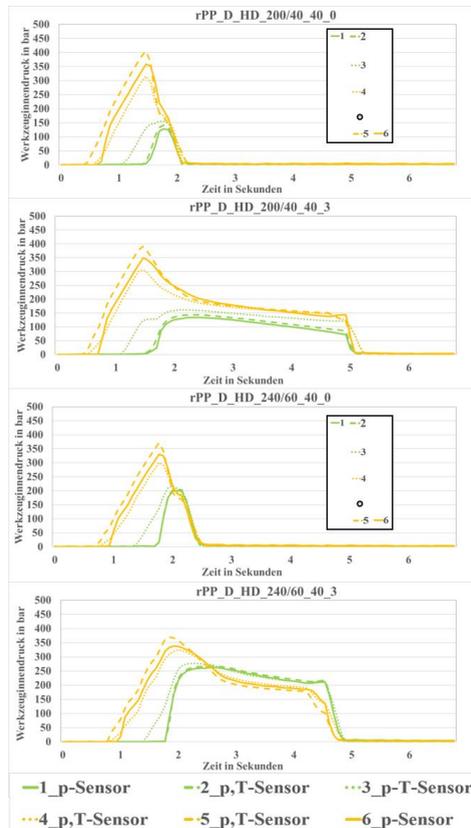


Abbildung 42: Werkzeuginnendruckkurven rPP (D-LFT-TSG, 40 Gew.% Glasfaseranteil)

4.1.1.4 Polyphenylensulfid

Abbildung 43 und Abbildung 44 zeigen die Werkzeuginnendrucke bei verschiedenen Prozessparametern für PPS ohne bzw. mit 20 Gew.% Glasfasern hergestellt im D-LFT-TSG Prozess. Ohne Glasfaseranteil liegen dabei die Maximaldrücke bei ~ 650 bar, wobei die Drücke am Fließwegende deutlich geringer (~ 200 bar) ausfallen. Auch ist erkennbar, dass bei 0 Sekunden Verzögerungszeit die Druckkurven der am Fließwegende liegenden Sensoren nicht vollständig ausgeprägt sind und erst bei 1 Sekunde Verzögerungszeit, in der ein Nachdruck von 300 bar anliegt, über 200 bar erreichen.

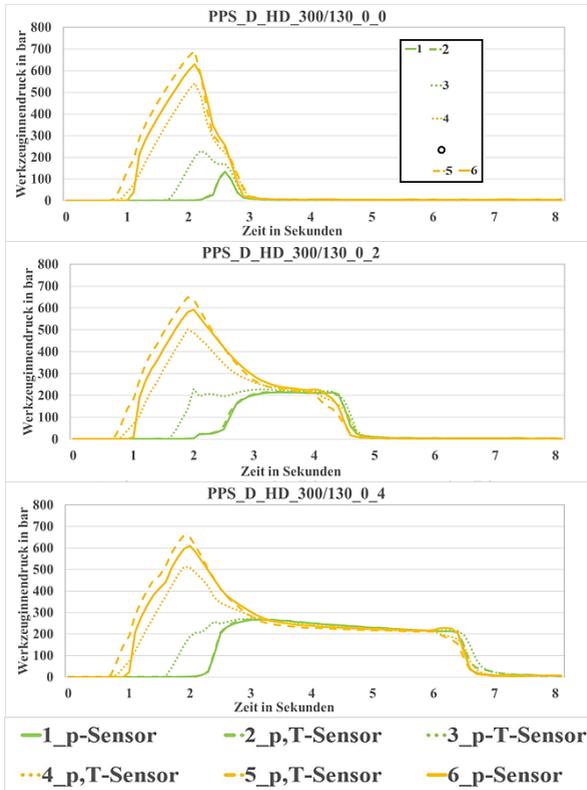


Abbildung 43: Werkzeuginnendruckkurven PPS (D-LFT-TSG, kein Glasfaseranteil)

Durch die Faserverstärkung mit 20 Gew.% Glasfasern steigt der Druck an den angussnahen Sensoren 5 auf über 700 bar an. Bei 0 Sekunden Verzögerungszeit ist die Platte gerade so vollständig gefüllt, was an den Druckkurven für Sensor 1 und 2 erkennbar ist. Ab 1 Sekunde Verzögerungszeit sind die Drücke der angussfernen Sensoren im Bereich von 200 bar, was auf eine Formfüllung mittels des Nachdrucks in der Verzögerungszeit hinweist.

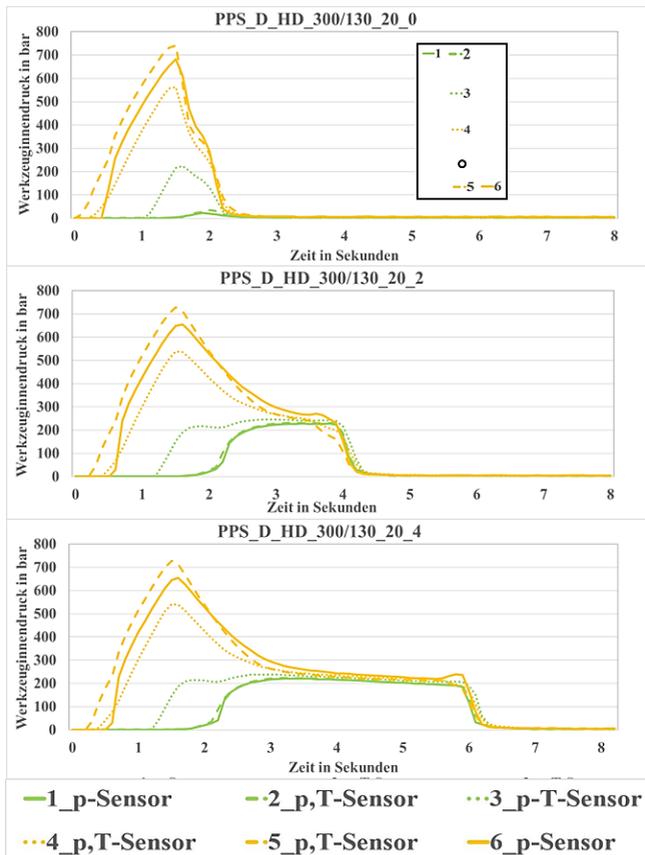


Abbildung 44: Werkzeuginnendruckkurven PPS (D-LFT-TSG, 20 Gew.% Glasfaseranteil)

4.1.2 Inline Hochdruckkapillarrheologie

Zunächst werden die Ergebnisse der Simulation mit denen des Offline Hochdruckkapillarrheometers (HKR) und des Inline Hochdruckkapillarrheometers (IHKR) an unverstärktem PP verglichen. Abbildung 45 zeigt die Ergebnisse für die simulierten Daten (Material: Borealis HK060AE mit einem MFI von 125 g/10 min), das HKR (Göttfert Rheograph) und das IHKR. Aus den gewonnen Druckdaten (an den Stellen aus Abbildung 27 gemessen) werden nach den Formeln in Kapitel 2.3.2 zunächst die scheinbare Viskosität und scheinbare Scherrate berechnet und dann mittels Weissenberg-Rabinowitsch Korrektur die wahre Viskosität und wahre Scherrate bestimmt.

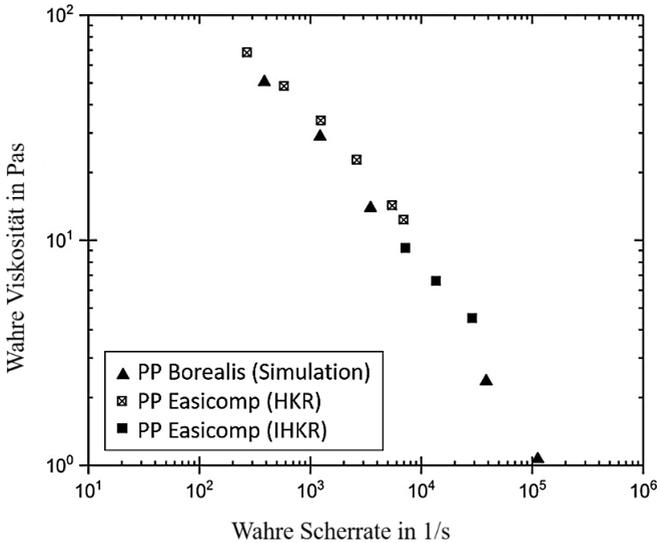


Abbildung 45: Wahre Viskosität über wahrer Scherrate von PP unverstärkt bei 220 °C Masse-temperatur (siehe auch [163])

Die so bestimmten wahren Viskositäten der Simulation liegen dabei um ungefähr 15% unter den Werten des HKR und IHKR, die jeweils in sehr guter Übereinstimmung sind.

Messungen am IHKR bei verschiedenen Temperaturen (200 °C und 240 °C) an unverstärktem PP und bei 240 °C mit PP LGF 40 Gew.% Fasergehalt führen zu den in Tabelle 13 angegebenen Druckabfällen für PP und PP/LGF40 bei verschiedenen Masstemperaturen.

Tabelle 13: Druckabfall bei verschiedenen Materialsystemen (PP und PP/LGF) bei verschiedenen Masstemperaturen

Material	Temperatur [°C]	Scheinbare Scherrate [1/s]	$\Delta p = P1 - P2$ [bar]	
			L/D = 1,54	L/D = 4,04
PP-Easicomp	200	2865	16,86	21,51
		5570	21,33	27,86
		10504	26,98	35,26
		20213	34,32	43,71
		39470	47,46	57,78
	240	2865	7,71	14,76
		5570	11,34	20,32
		10504	15,77	25,67
		20213	22,37	34,81
		39470	29,29	46,40
PP-LGF40	240	5411	37,09	49,89
		10265	45,28	60,44
		20054	64,45	79,06
		39470	79,11	95,43

Die Messungen zeigen, dass bei PP/LGF mit 40 Gew.% und 240 °C Masstemperatur der Druckabfall zwischen P1 und P2 wesentlich höher ist als bei unverstärktem PP. Da die Temperatur im IHKR bei Faserverstärkung stärker als bei unverstärktem PP schwankt, ist es nicht möglich die Weißenberg-Rabinowitsch Korrektur durchzuführen.

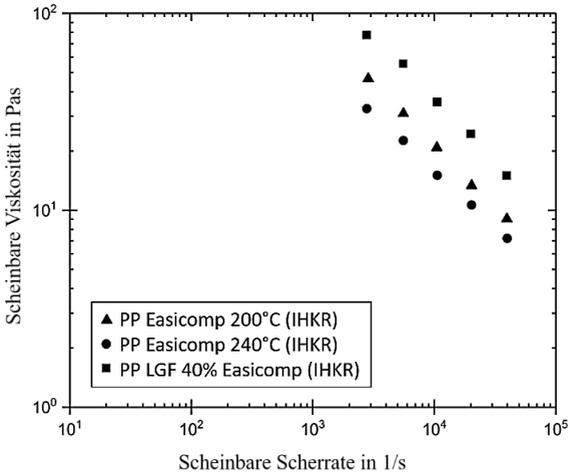


Abbildung 46: Scheinbare Viskosität über scheinbarer Scherrate (Daten aus IHKR) für PP bei verschiedenen Massetemperaturen und PP/LGF40 (siehe auch [163])

Die Werte für die wahre Viskosität über Scherrate von Offline und Inline bestimmten Werten von unverstärktem, PP ohne und mit 0,3 Gew.% Gasbeladung zeigen eine um ~ 20 % niedrigere Viskosität als ohne Gas (Abbildung 47). Auch bei einer Massetemperatur von 240°C liegen bei unverstärktem PP die Werte für die wahre Viskosität über der wahren Scherrate gemessen mit dem HKR in guter Näherung zu den Werten gemessen mittels IHKR.

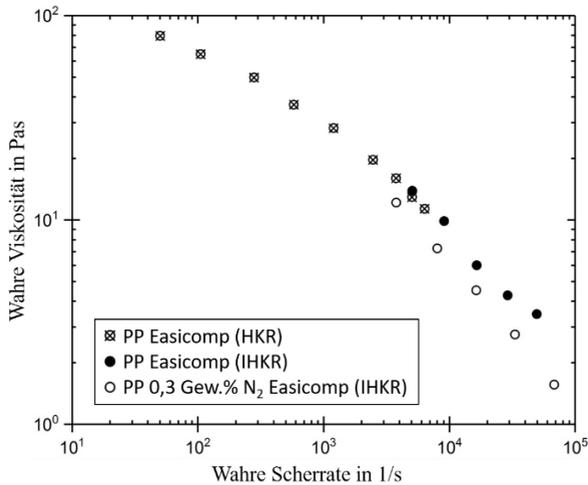


Abbildung 47: Wahre Viskosität über wahrer Scherrate von PP und PP mit 0,3 Gew.% N₂ bei 240 °C (Daten aus HKR und IHKR) (siehe auch [163])

4.2 Struktur der Integralschäume

In den nachfolgenden Kapiteln werden die unterschiedlichen Strukturen der Integralschaumbauteile anhand von REM Querschnittsaufnahmen, Schliffbildern (für den Vergleich MuCell und D-LFT-TSG Prozess anhand der Materialsysteme PP und PA6), FASEP Faserlängenanalyse und für ausgewählte Proben aus PP an CT Aufnahmen analysiert.

4.2.1 Schliffbilder und REM Aufnahmen

Zur Bestimmung des strukturellen Aufbaus – im Speziellen die Dicke der Deckschicht im Verhältnis zur Kernschicht und die Mikrostruktur – der Sandwichaufbauten werden Schliffbilder der Proben sowie REM Aufnahmen (nach Bruch durch dynamische Belastung im Charpy Schlagzähigkeitsversuch) zur Faserorientierungsanalyse herangezogen. Das im Grundlagenteil in Kapitel 2.4 beschriebene Verhältnis „ k “ wird als Maß für das Verhältnis Deckschichtdicke/Kernschichtdicke herangezogen.

4.2.1.1 Polypropylen (PP)

MuCell

Die Querschnitte der Sandwichstrukturen aus PP die mit den Parametern in Kapitel 3.2.4 des MuCell Prozess gefertigt werden sind in Abbildung 48 zu sehen. Es sind exemplarisch Proben mit den dicksten Deckschichten (PP_M_HD_200/40_0_3 bzw. PP_M_HD_200/40_40_3) und dünnsten Deckschichten (PP_M_HD_240/60_0_0 bzw. PP_M_HD_240/60_40_0) aus dem interessanten Probenbereich des DOE dargestellt.

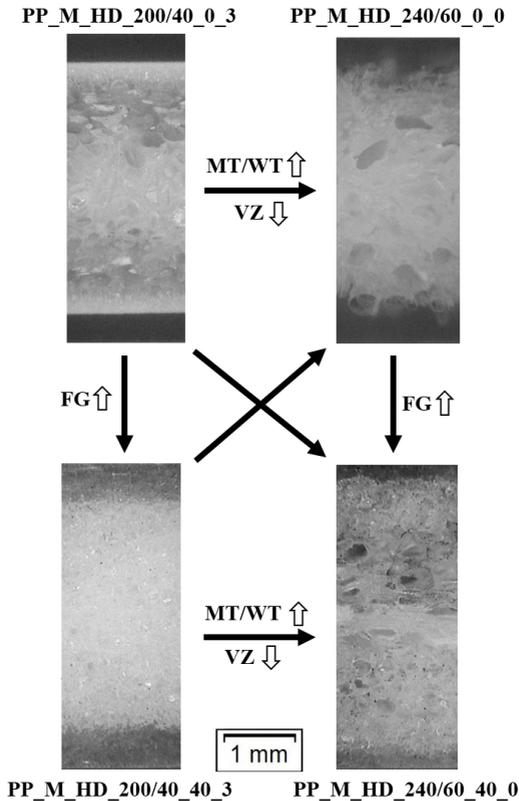


Abbildung 48: Schliffbilder vom Querschnitt der PP Proben im MuCell Verfahren ohne und mit 40 Gew.% Glasfaseranteil

Bei den unverstärkten Proben ist ein scharfer und klar getrennter Übergang bei Probe PP_M_HD_200/4_0_3 zu erkennen wohingegen bei höheren Werkzeug-/Massetemperaturen und einem Fehlen der Verzögerungszeit dieser Übergang „verschwimmt“ (vgl. Probe PP_M_HD_230/60_0).

Die zugehörigen Verhältnisse k sind in Abbildung 49 für die gesamten Prozessparameter (d.h. für unverstärkte, mit 30 Gew.% und 40 Gew.% verstärkten Proben) im MuCell Prozess für PP angegeben.

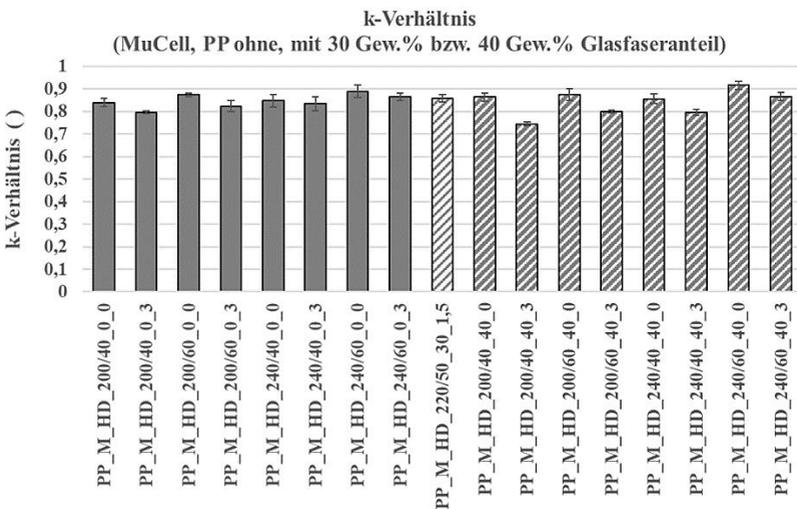


Abbildung 49: k-Verhältnis für PP im MuCell (kein, 30 Gew.% und 40 Gew.% Faseranteil)

Abbildung 50 zeigt die REM Aufnahmen der Querschnitte von 30 Gew.% faserverstärkten Proben quer und parallel zur Fließrichtung. Probe PP_M_HD_220/50_30_1,5_p (Abbildung 50 links) zeigt in der Detailvergrößerung dass die Fasern in der Deckschicht in Fließrichtung ausgerichtet sind, da die Querschnitte einzelner gebrochener Fasern erkennbar sind. Die „quer“ Probe PP_M_HD_220/50_30_1,5_q (Abbildung 50 rechts) zeigt im Gegensatz dazu die Seitenansicht der Fasern und so deren Ausrichtung.

Im Kern lässt sich nach der zerstörenden Prüfung keine genaue Orientierung erkennen, die Fasern liegen in der Mitte des Bauteils regelloser vor und sind großenteils nicht mehr mit Matrix bedeckt.

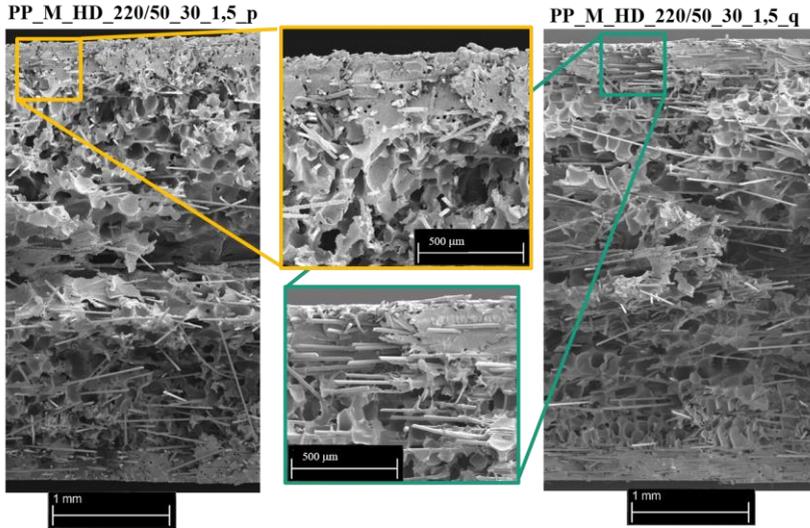


Abbildung 50: REM Aufnahmen von Bruchflächen von 30 Gew.% faserverstärktem PP (MuCell)

Für die REM Aufnahmen der 40 Gew.% verstärkten Proben zeigt sich anhand Abbildung 51 ein zu den 30 Gew.% faserverstärkten Proben vergleichbarer Aufbau. Die Fasern in den Deckschichten liegen dabei bei den gezeigten parallel angeordneten Probekörpern in Bildebene und damit in Fließrichtung. Die Deckschichtdicke – mit gelben Linien verdeutlicht – steigt dabei mit steigender Verzögerungszeit unabhängig von Kombination der Massetemperatur/Werkzeugtemperatur an. Diese Parameter beeinflussen allerdings das k -Verhältnis, das mit steigenden Temperaturen steigt.

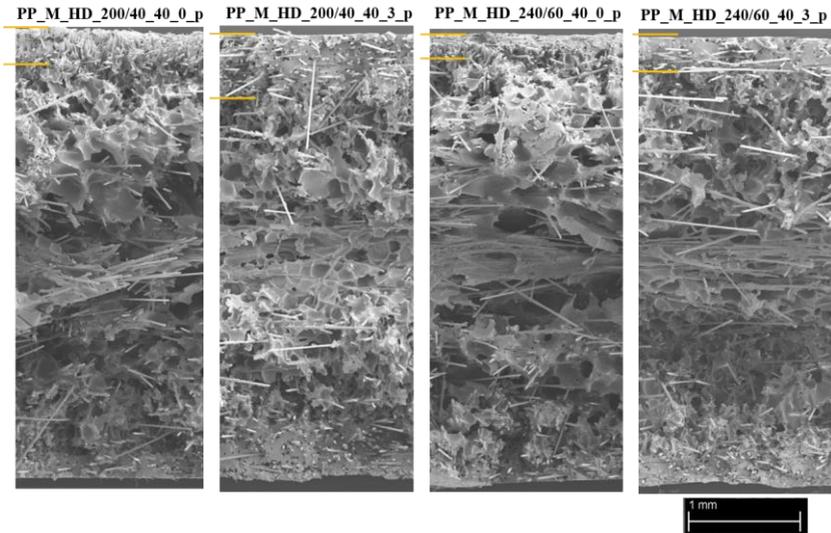


Abbildung 51: REM Aufnahmen von Bruchflächen von 40 Gew.% faserverstärktem PP (MuCell)

D-LFT-TSG

Prozesstechnisch sind beim D-LFT-TSG Verfahren (schnelle) Änderungen an z.B. Werkzeug- und Masstemperaturen schwierig, da dies eine Prozessunterbrechung mit dem Verlust der homogenen Gasdurchmischung im Gesamtsystem bedeutet. Dadurch wird ein Neuanfahren des D-LFT-TSG Prozess nötig. Um eine hohe Zahl an repräsentativen Probekörpern und einem hohen Maß an Informationen auf die Prozesseinflüsse bei integralen Schäumen im Direktprozess aus den dadurch begrenzten Parameterkombinationen zu ermöglichen, werden die Verzögerungszeiten in einem breiteren Rahmen als beim MuCell Prozess variiert.

Die erhöhte Anzahl der Variation der Verzögerungszeit beim D-LFT-TSG Verfahren führt zu den in Abbildung 52 gezeigten Querschnittsschliffbilder. Damit ist die Erfassung des Abkühlprozess der kompakten Deckschicht bei ausgewählten Masse-/Werkzeugtemperaturen für PP bei einer Faserverstärkung von 30 Gew.% (PP_D_HD_220/50_30) und 40 Gew.%

(PP_D_HD_200/40_40 bzw. PP_D_HD_240/60_40) möglich. Die Deckschichtdicke steigt dabei bei allen Proben kontinuierlich mit der Verzögerungszeit an. Durch die Prozessparameter Massetemperatur und Werkzeugtemperatur ist dabei die maximal mögliche Verzögerungszeit limitiert, wie z.B. bei der Probe PP_D_HD_200/40_40 ab 5 Sekunden zu erkennen ist. Dort ist in der Zeit bevor der Präzisionsöffnungshub stattfindet schon eine solche Menge an Polymer erstarrt, dass die noch plastische Seele nicht genügend Schäumdruck aufbringen kann, um die 4 mm Endwandstärke zu erreichen. Die Platte löst sich bereits bei diesem Präzisionshub von der Werkzeugwand der Düsenseite ab und hat deutlich unter 4 mm Plattendicke. Durch die Erhöhung der Massetemperatur in Kombination mit höherer Werkzeugtemperatur lassen sich bei den Proben der Parameter PP_D_HD_240/60_40 (vgl. Abbildung 52 unten) längerer Verzögerungszeiten umsetzen, ohne dass es zu diesem Erstarrungseffekt kommt.

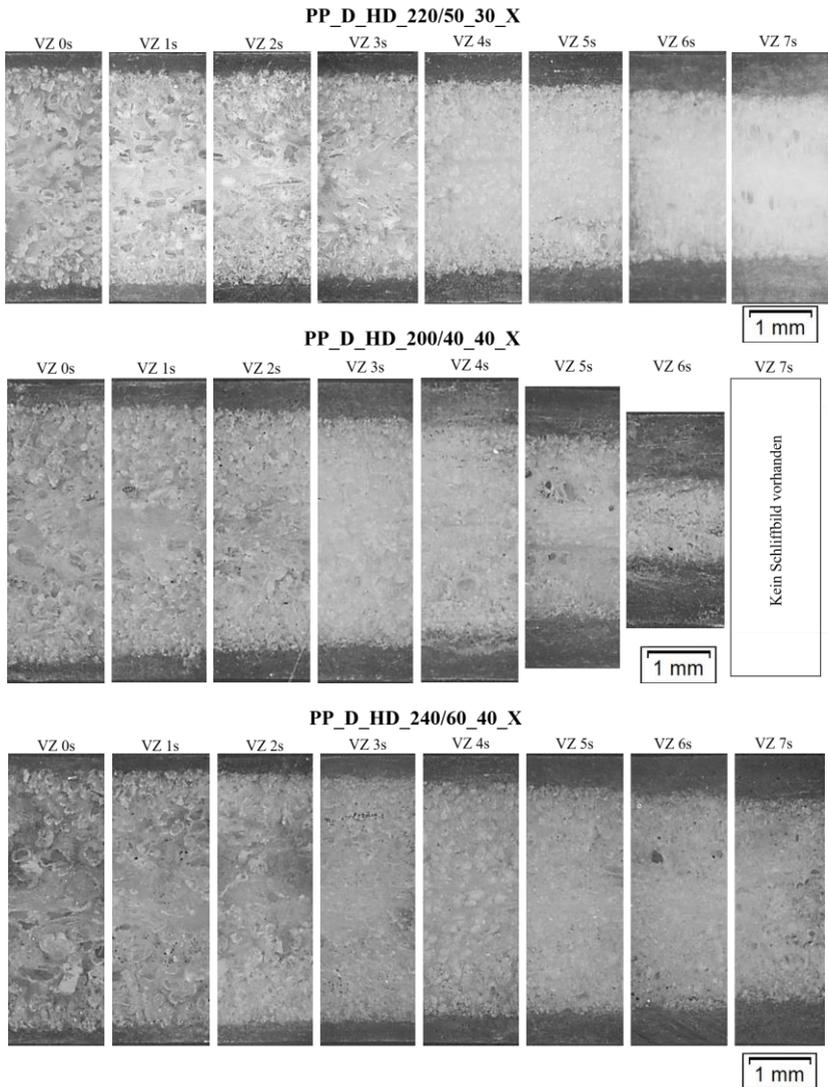


Abbildung 52: Schliffbilder vom Querschnitt der PP Proben im D-LFT-TSG mit 30 Gew.% und 40 Gew.%

In Abbildung 53 sind die k-Verhältnisse und deren Standardabweichung für die im D-LFT-TSG mit 30 Gew.% bzw. 40 Gew.% Faseranteil hergestellten PP Probekörper zusammengefasst.

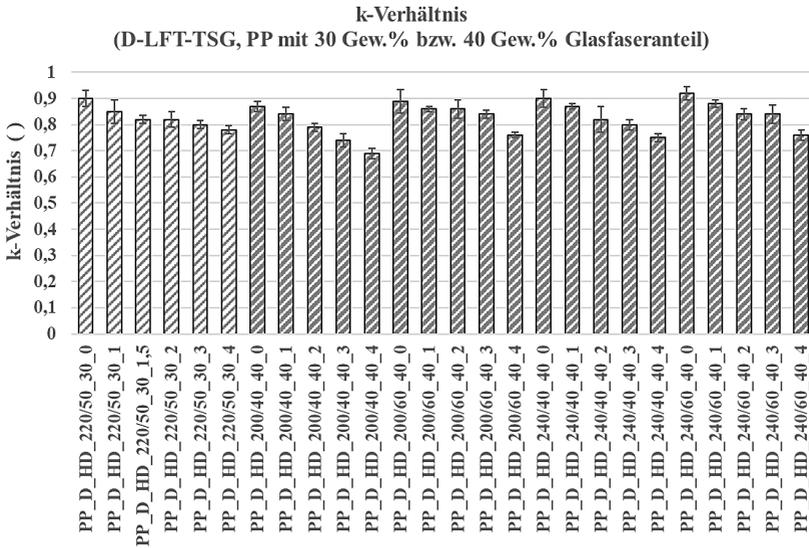


Abbildung 53: k-Verhältnis für PP im D-LFT-TSG (30 Gew.% und 40 Gew.% Faseranteil)

In Abbildung 54 ist für PP_D_HD_220/50_30 sowohl eine REM Aufnahme parallel als auch quer zur Fließrichtung dargestellt. Es zeigt sich ein vergleichbarer Aufbau zu den im MuCell Verfahren hergestellten Proben mit 30 Gew.%, da im Kern die Fasern tendenziell quer zur Fließrichtung und in den Deckschichten parallel dazu liegen. Die Detailaufnahmen der Deckschichten der Probe PPD_HD_220/50_30_1,5 zeigen für die Fasern eine Orientierung in Fließrichtung. Dabei sind in Abbildung 54 (gelber Rahmen) für die „parallel“ orientierte Probe in den der Deckschicht die Querschnitte der Fasern und für die „quer“ orientierte Probe (grüner Rahmen) die Seitenansicht der Fasern zu erkennen.

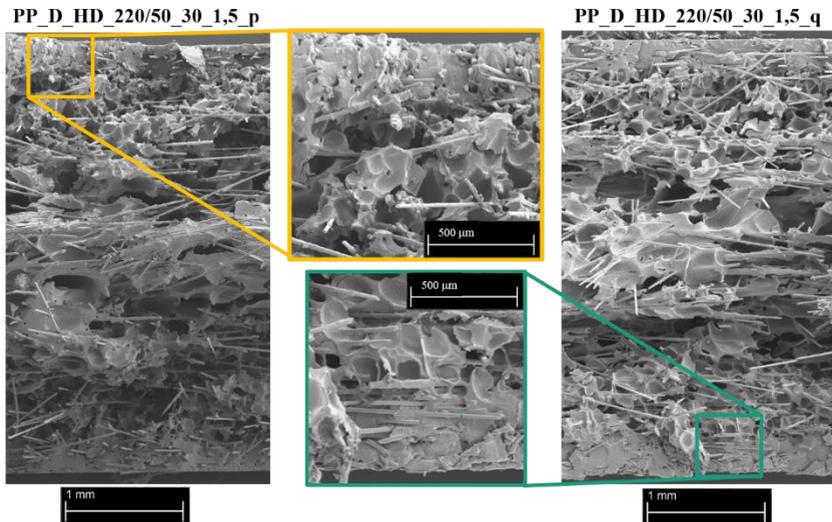


Abbildung 54: REM Aufnahmen von Bruchflächen von 30 Gew.% faserverstärktem PP (D-LFT-TSG)

In Abbildung 55 sind die REM Aufnahmen ausgewählter Proben (mit paralleler Orientierung, d.h. Blickrichtung ist in Fließrichtung) mit 40 Gew.% Glasfaserverstärkung dargestellt, die im D-LFT-TSG Verfahren hergestellt sind. Auch hier ist die zuvor beschriebene Faserorientierung in der Deckschicht in Fließrichtung und 90° dazu im Kern sichtbar sowie der positive Einfluss der Verzögerungszeit auf die Werte der absoluten Deckschichtdicke (gelb hervorgehoben), womit eine Verringerung des k -Verhältnisses einhergeht.

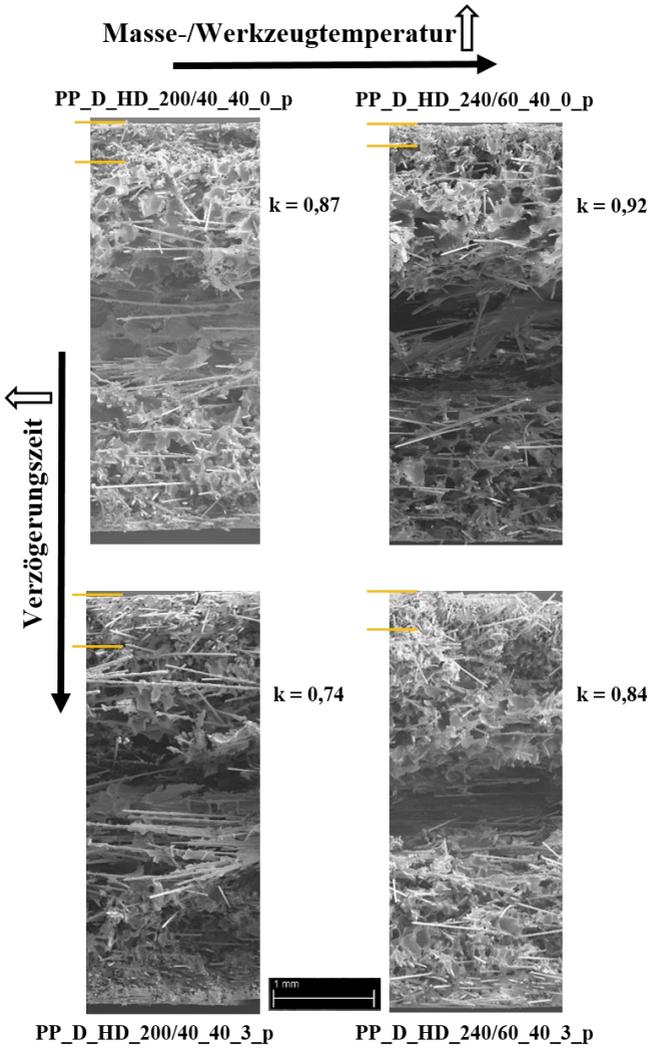


Abbildung 55: REM Aufnahmen von Bruchflächen von 40 Gew.% faserverstärktem PP (D-LFT-TSG)

4.2.1.2 Polyamid 6 (PA6)

MuCell

Abbildung 56 zeigt die Schliffe der Querschnitte von Sandwichstrukturen aus PA6 die mit den Parametern in Kapitel 3.2.4 im MuCell Prozess gefertigt werden. Bei der Kombination niedriger Werkzeugtemperatur (80 °C) und niedriger Massetemperatur (280 °C) zeigt sich ein regelloser Aufbau der Schaumstruktur mit großen, zusammenhängenden geometrisch unbestimmten Zellen (PA6_M_HD_280/80_0_0 bzw. PA6_M_HD_280/80_0_2). Eine Erhöhung der Verzögerungszeit führt bei den genannten PA6 Proben dabei zu einer dickeren Deckschicht. Bei den Proben PA6_M_HD_280/80_0_X und PA6_M_HD_300/100_0_X ist dieser Anstieg signifikant. Werden ausgehend von den niedrigsten Prozesstemperaturen (280°C und 80 °C) entweder die Massetemperatur oder die Werkzeugtemperatur erhöht, steigt die Deckschichtdicke mit der Verzögerungszeit weniger deutlich an, eine Tendenz ist aber zu erkennen.

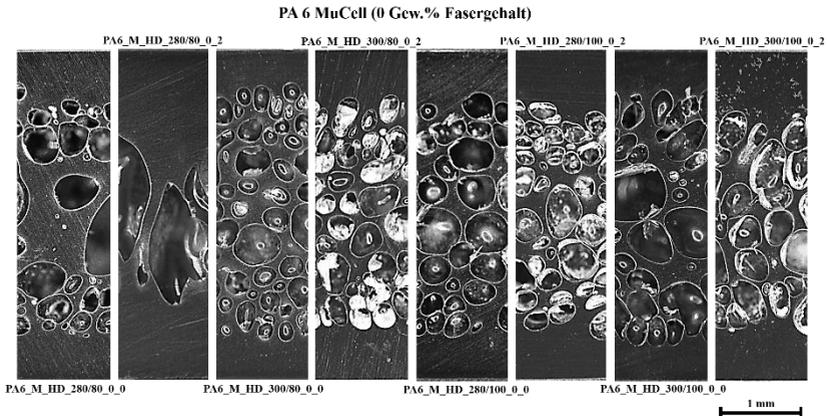


Abbildung 56: Schliffbilder vom Querschnitt der PA6 Proben mit 0 Gew.% Glasfasern

Schliffbilder der Querschnitte von 30 Gew.% bzw. 40 Gew.% Glasfaserverstärktem PA6 sind in Abbildung 57 zu sehen. Die Zellen werden kleiner und

regelmäßiger als bei den unverstärkten Proben. Auch hier bewirkt eine Erhöhung der Verzögerungszeit bei sonst gleichen Parametern einen Anstieg der Deckschichtdicke.

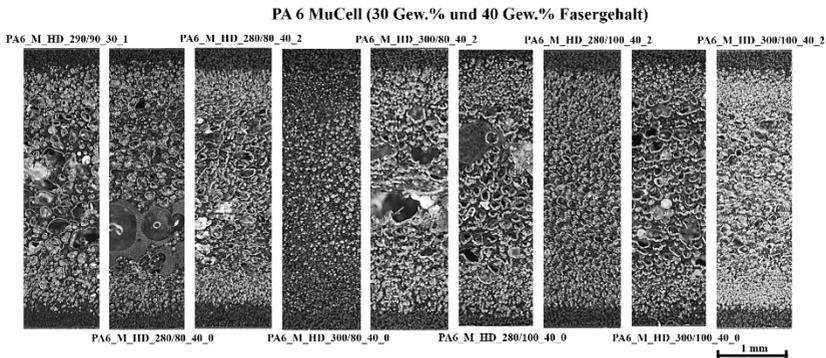


Abbildung 57: Schichtbilder vom Querschnitt der PA6 Proben mit 30 bzw. 40 Gew.% Glasfasern

Abbildung 58 zeigt die Übersicht der k -Verhältnisse der relevanten PA6 Proben bei den verschiedenen Prozessparametern. Die höchsten Werte (und damit die dünnsten Deckschichten) werden mit Prozessparametern von geringer Verzögerungszeit und einem Fasergewichtsanteil von 40% erreicht (bei den Proben PA6_M_HD_280/80_40_0 und PA6_M_HD_280/80_40_0 ist k gleich 0,94 und bei PA6_M_HD_280/80_40_0 ist k gleich 0,95).

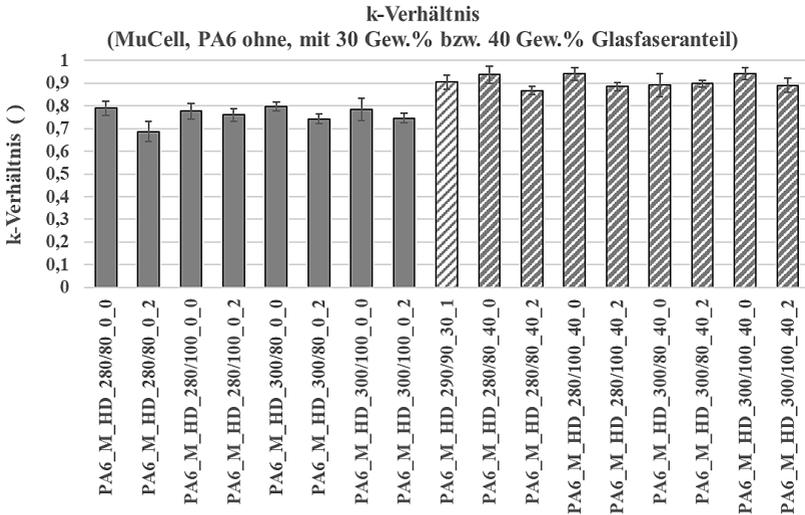


Abbildung 58: k-Verhältnis für PA6 im MuCell (kein, 30 Gew.% und 40 Gew.% Faseranteil)

Die Faserorientierung in der Deckschicht und die Zellstruktur im Kern von Probe PA6_M_HD_290/90_30_1 sind beispielhaft für PA6 mit einer Faserverstärkung von 30 Gew.% in Abbildung 59 gezeigt. Auch hier ist ein fünf-schichtiger Aufbau zu erkennen (Gesamtquerschnitt, links), mit den kompakten Deckschichten (Detailaufnahme rechts oben, gelber Rahmen), feinporigen Zwischenschichten (Detailaufnahme rechts unten, grüner Rahmen) und dem grobporigen Kern.

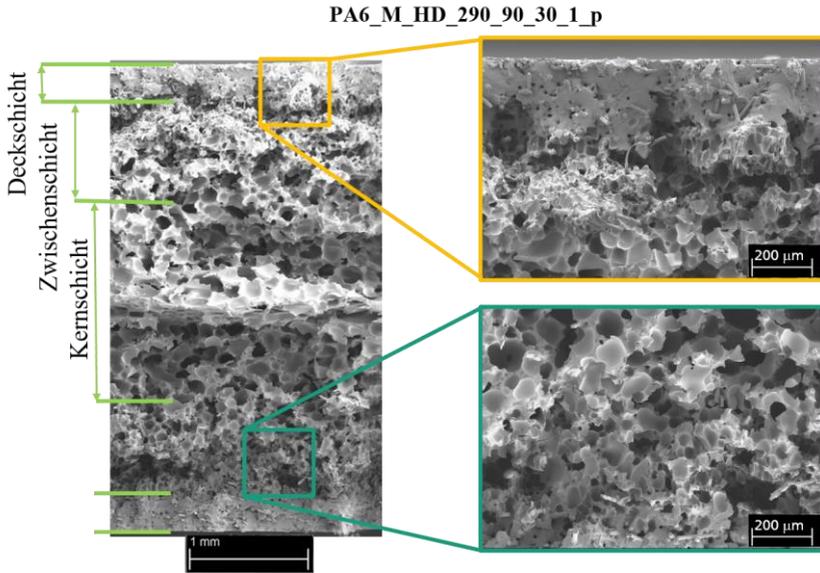


Abbildung 59: REM Aufnahmen von Bruchflächen von 30 Gew.% faserverstärktem PA6 (MuCell)

Der Unterschied zwischen den Proben mit höchster bzw. niedrigster Deckschichtdicke ist für PA6 und 40 Gew.% in Abbildung 60 dargestellt. Dabei ist zu erkennen, dass die Deckschicht bei Probe PA6_M_HD_280/80_40_2 (k-Verhältnis: 0,87) eine dicke kompakte Schicht besitzt, eine feinporige Zwischenschicht und eine gröbere Zellstruktur im Kern aufweist. Probe PA6_M_HD_300/100_40_0 (k-Verhältnis: 0,94) weist ebenfalls diesen fünfschichtigen Aufbau auf.

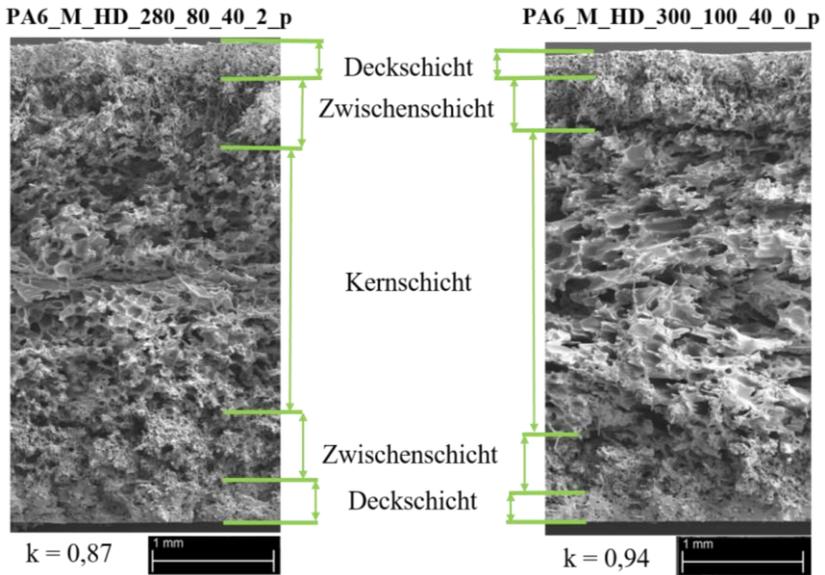


Abbildung 60: REM Aufnahmen von Bruchflächen von 40 Gew.% faserverstärktem PA6 (MuCell)

D-LFT-TSG

Für das D-LFT-TSG Verfahren zeigen die Schlifffbilder in Abbildung 61 den strukturellen Aufbau der Integralschaumbauteile aus PA6 mit 30 Gew.% und 40 Gew.% Faserverstärkung. Wieder ist der Einfluss der Verzögerungszeit entscheidend für das Kernschicht/Deckschicht-Verhältnis. Mit steigender Verzögerungszeit sinkt dieses Verhältnis, da bei gleichbleibender Endwandstärke die Deckschichtdicke steigt und damit die Dicke der Kernschicht sinkt.

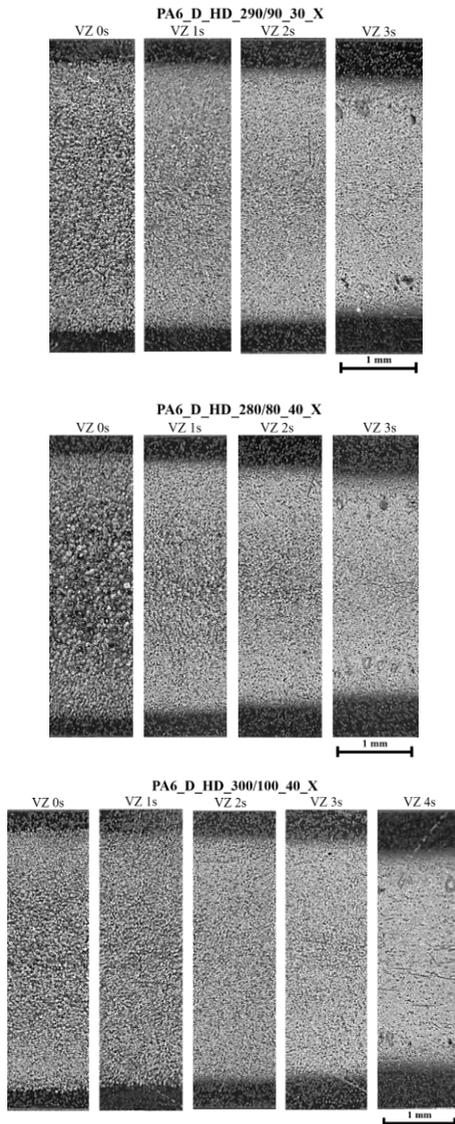


Abbildung 61: Schlibfbilder vom Querschnitt der PA6 Proben im D-LFT-TSG mit 30 Gew.% und 40 Gew.% Glasfaseranteil

Die Glasfasern führen dabei zu einer sehr feinen Schaumstruktur, die qualitativ mit höherer Verzögerungszeit mikrozellulärer wird (vgl. Abbildung 61 Mitte; Probe PA6_D_HD_280/80_4_X).

In Abbildung 62 sind die relevanten Kern/Deckschichtverhältnisse der PA6 Proben für den D-LFT-TSG Prozess dargestellt.

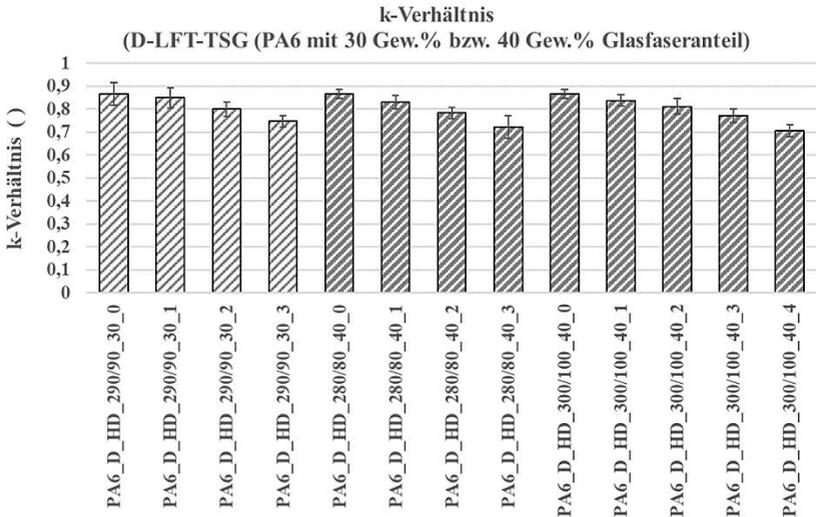


Abbildung 62: k-Verhältnis für PA6 im D-LFT-TSG (30 Gew.% und 40 Gew.% Faseranteil)

Der Eindruck der feinporigen Struktur aus den Schliffbildern der Querschnittsaufnahmen für glasfaserverstärkte Sandwichstrukturen zeigt sich auch bei Ansicht der REM Aufnahmen in Abbildung 63.

Für die Proben PA6_D_HD_290/90_30_1_p in Abbildung 63 (grüner Rahmen) sind in den Detailaufnahmen an einzelnen Fasern Zellgrößen unterhalb des Faserdurchmessers von $\sim 17 \mu\text{m}$ erkennbar.

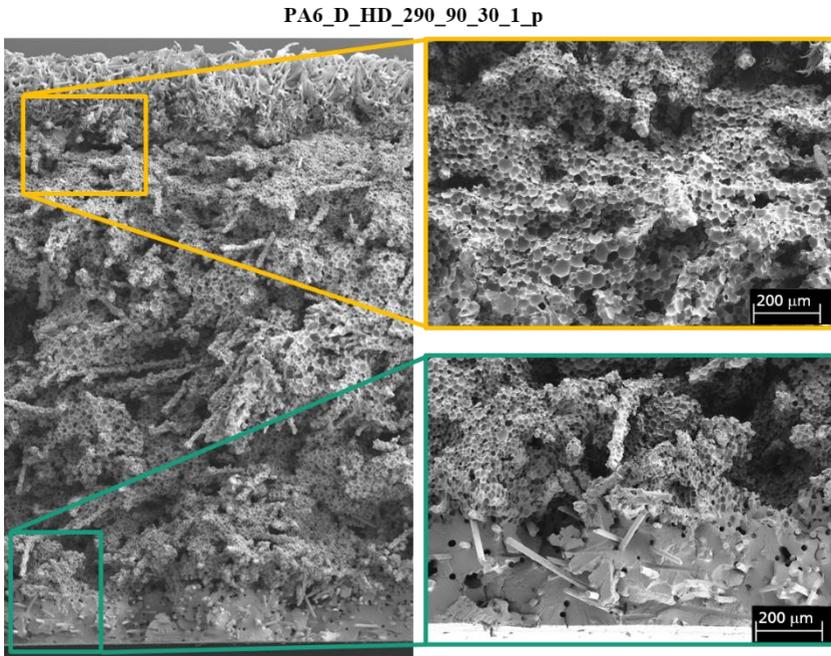


Abbildung 63: REM Aufnahmen von Bruchflächen von 30 Gew.% faserverstärktem PA6 (D-LFT-TSG)

Auch die Proben im D-LFT-TSG Verfahren zeigen eine Faserorientierung in den äußeren Schichten in Fließrichtung für die parallelen Proben und damit senkrecht dazu für die quer entnommenen Proben.

Abbildung 64 zeigt die Probe PA6_D_HD_280/80_40_2_p mit einem niedrigeren k -Verhältnis von 0,78 und Probe PA6_D_HD_300/100_0_p mit dem höchsten k -Verhältnis von 0,87 für die Proben aus dem Direkt-LFT Verarbeitungsprozess.

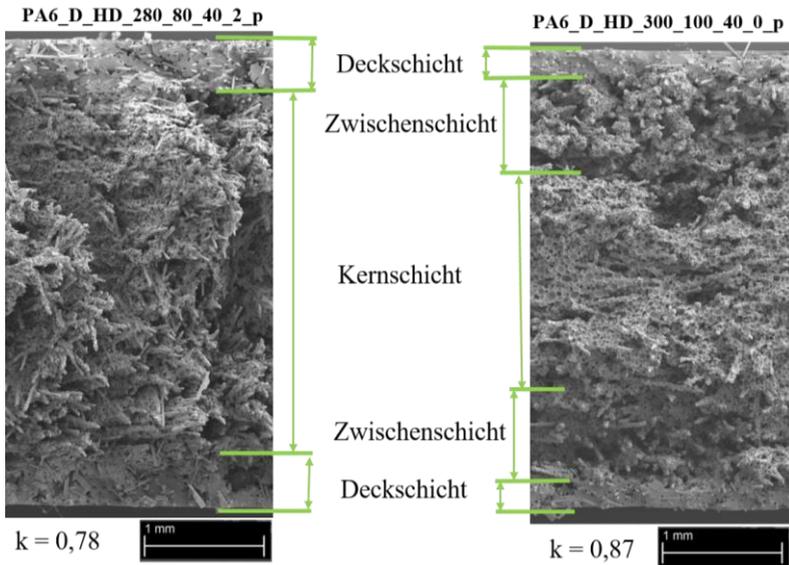


Abbildung 64: REM Aufnahmen von Bruchflächen von 40 Gew.% faserverstärktem PA6 (D-LFT-TSG)

4.2.1.3 Random Polypropylen (rPP)

Die REM Aufnahmen der Proben aus amorphem rPP mit einer Faserverstärkung von 30 Gew.% bei 200 °C bzw. 240 °C Masstemperatur und 40 °C bzw. 60 °C Werkzeugtemperatur bei verschiedenen Verzögerungszeiten sind in Abbildung 65 gezeigt. Diese Aufnahmen, die von zerstörend geprüften Charpy Schlagzähigkeitsproben stammen, zeigen die Faserorientierung in den Deckschichten (in Fließrichtung) und dem Kern (senkrecht dazu). Die Steigerung der Verzögerungszeit führt zu einer steigenden Deckschichtdicke.

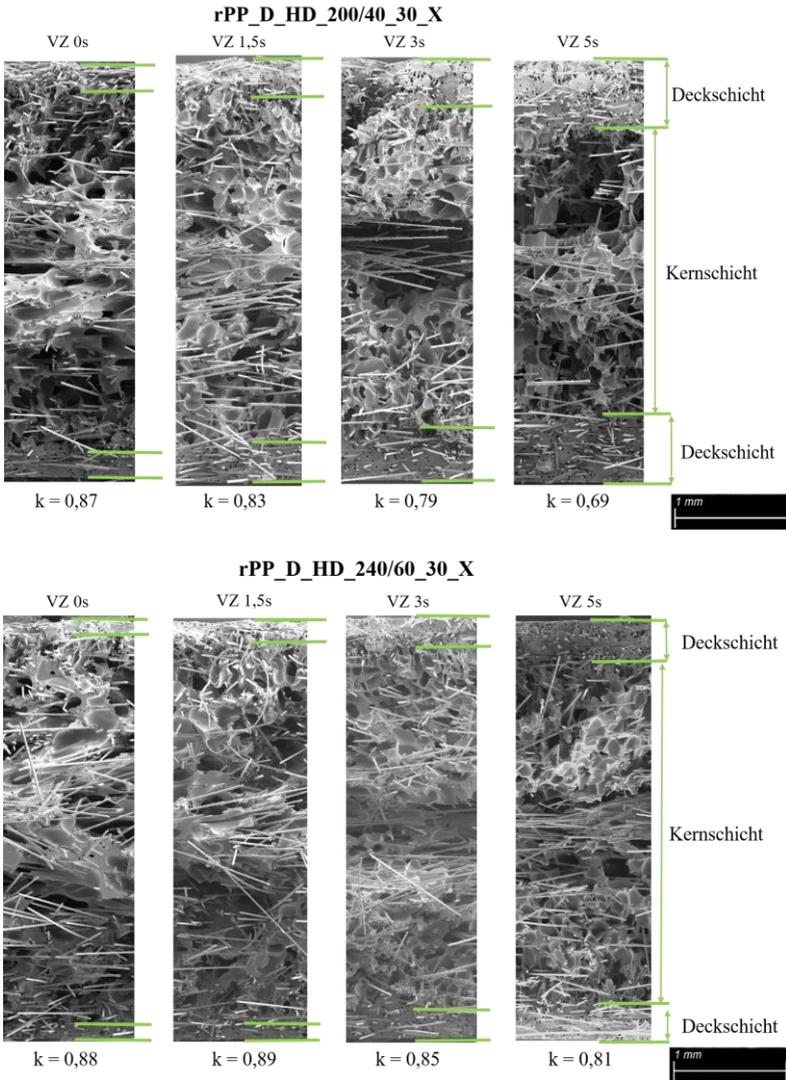


Abbildung 65: REM Aufnahmen von Bruchflächen von 30 Gew.% glasfaserverstärktem rPP (D-LFT-TSG; rPP_D_HD_200/40_30_X_p (oben) und rPP_D_HD_240/60_30_X_p (unten))

Die Querschnitte der 40 Gew.% verstärkten rPP Proben zeigen in Abbildung 66 den Einfluss der Verzögerungszeit auf die Deckschichtdicke.

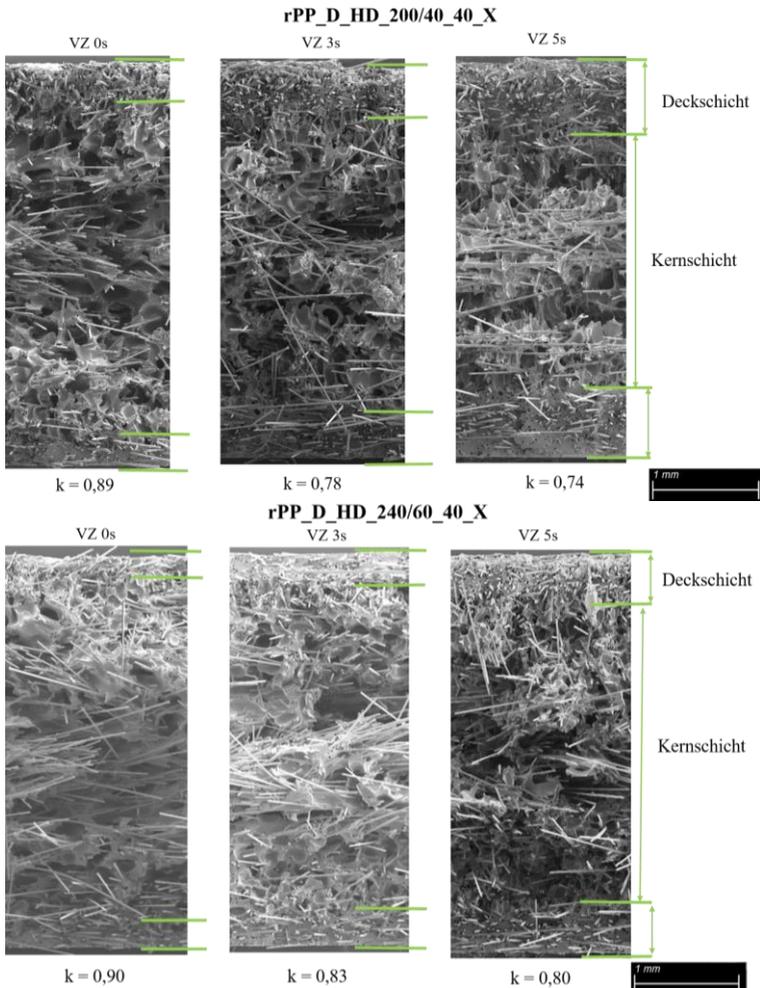


Abbildung 66: REM Aufnahmen von Bruchflächen von 40 Gew.% glasfaserverstärktem rPP (D-LFT-TSG; rPP_D_HD_200/40_40_X_p (oben) und rPP_D_HD_240/60_40_X_p (unten))

Am Beispiel der Proben aus Abbildung 66 rPP_D_HD_200/40_40_X_p (oben) und rPP_D_HD_240/60_40_X_p (unten) zeigt sich, dass mit kontinuierlicher Erhöhung der VZ von 1 s auf 5 s die Deckschichtdicke ansteigt. Mit steigender Masse-/Werkzeugtemperatur sinken diese Absolutwerte ab.

In Abbildung 67 sind als Übersicht die Zahlenwerte für die zugehörigen k-Verhältnisse der verschiedenen Parametereinstellungen der rPP Proben mit 30 Gew.% Glasfaseranteil gezeigt.

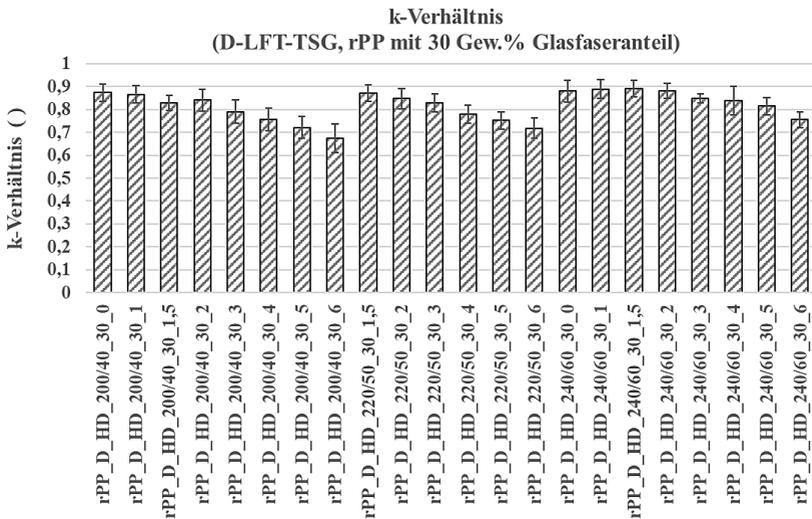


Abbildung 67: k-Verhältnis für rPP im D-LFT-TSG (30 Gew.% Glasfaseranteil)

Die Werte des k-Verhältnis mit zugehöriger Standardabweichung für rPP Proben mit 40 Gew.% Glasfaseranteil sind in Abbildung 68 dargestellt.

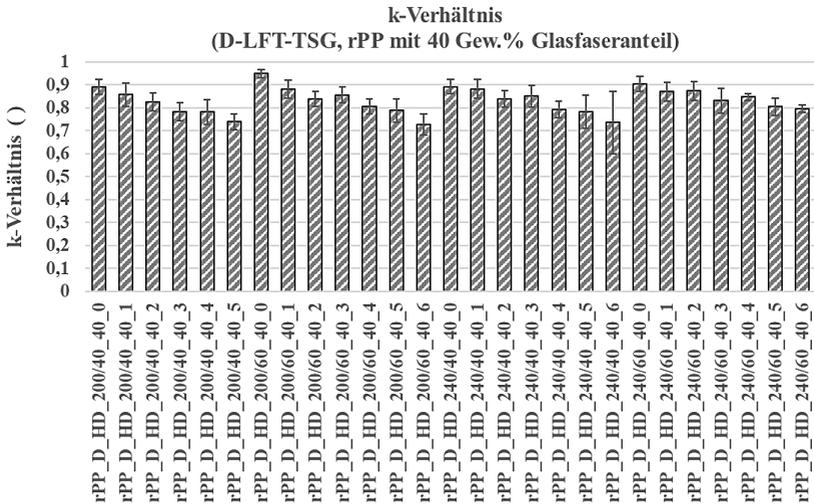


Abbildung 68: k-Verhältnis für rPP im D-LFT-TSG (40 Gew.% Glasfaseranteil)

Die Werte für rPP liegen abhängig von der Werkzeugtemperatur, Massetemperatur, Verzögerungszeit und dem Faseranteil zwischen 0,95 und 0,67, wobei eine längere Verzögerungszeit sich direkt und signifikant reduzierend auf dieses Verhältnis auswirkt.

4.2.1.4 Polyphenylensulfid (PPS)

Für das Materialsystem PPS (unverstärkt) zeigt Abbildung 69 die Querschnitte der Proben PPS_D_HD_300/130_0 bei verschiedenen Verzögerungszeiten (VZ). Es fällt auf, dass die Deckschichtdicken anders als bei den übrigen untersuchten und der Literatur bekannten Polymeren in einem engen Fenster bleibt, was ihre Maße betrifft. Die Zellstruktur (d.h. vor allem die Zellgröße) verändert sich durch die Erhöhung der Wartezeit bis zum Präzisionsöffnen. Bei einer Verzögerungszeit von 1 Sekunde sind die Zellen optisch am größten und unregelmäßigsten. Bei 6 Sekunden VZ wird durch die Beanspruchung bei der Charpy Schlagzähigkeitsprüfung die dem Hammerkopf abgewandte Deckschicht delaminiert, was in Abbildung 69 rechts dargestellt ist.

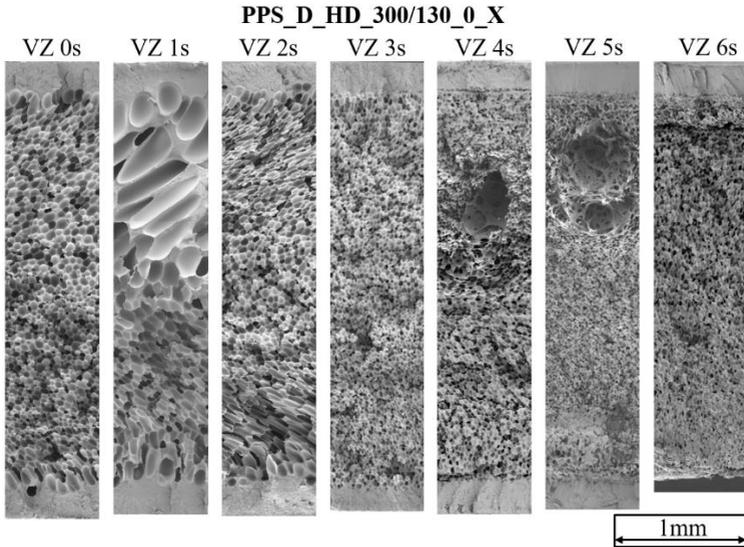


Abbildung 69: REM Aufnahmen von unverstärktem PPS (D-LFT-TSG)

Durch das Hinzufügen von 20 Gew.% Glasfasern im D-LFT-TSG Prozess verändert sich, wie in Abbildung 70 dargestellt, die absolute Deckschichtdicke nicht wesentlich im Vergleich zu den unverstärkten PPS Proben, so dass auch keine Abhängigkeit zur Verzögerungszeit erkennbar ist. Um die Deckschicht leichter zu erkennen wurde die obere Deckschicht von der Kernschicht mittels gelber Linie in Abbildung 70 optisch voneinander abgegrenzt.

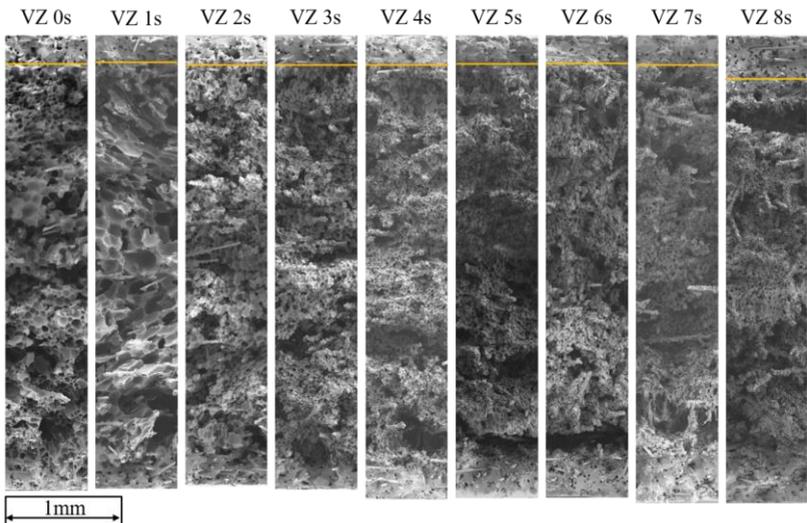


Abbildung 70: REM Aufnahmen von 20 Gew.% glasfaserverstärktem PPS (D-LFT-TSG)

In Abbildung 78 sind die Deckschichtdicken und das k -Verhältnis der aus dem D-LFT-TSG geschäumten Proben mit PPS als Matrix gezeigt. Da die Deckschichten bei steigender Verzögerungszeit in einem engen Fenster (bei unverstärkten sowie glasfaserverstärkten Proben im Bereich von $\sim 0,21$ bis $0,37$ mm) sind, ist auch das k -Verhältnis in einem schmalen Wertebereich von $0,81$ bis $0,9$.

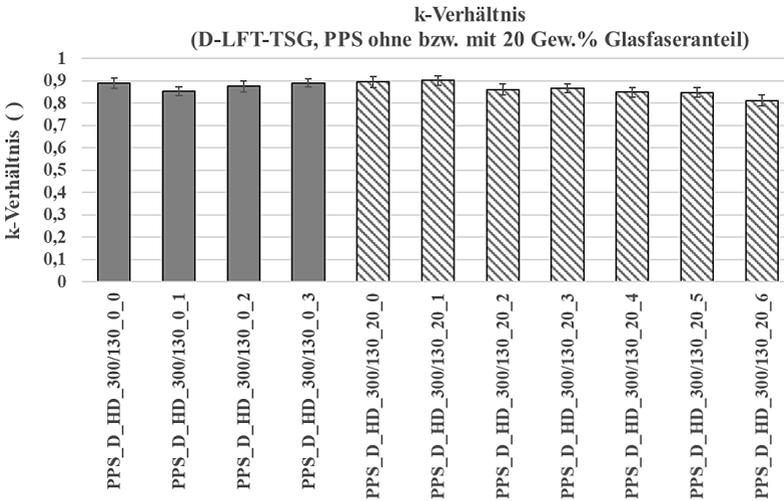


Abbildung 71: k-Verhältnis für PPS im D-LFT-TSG (ohne und mit 20 Gew.% Faseranteil)

4.2.2 Faserlängenanalyse

4.2.2.1 FASEP

Wie in Kapitel 3.3.2 beschrieben werden die Proben pyrolysiert, um mittels Scan die Fasern einzeln vermessen und statistisch ausgewertet zu können. Hier wird zwischen anzahlgemittelter und gewichtsgemittelter Faserlänge unterschieden. Für die Charakterisierung der Faserlänge von langglasfaserverstärkten Materialien wird in der Literatur vorwiegend die gewichtsgemittelte Darstellung gewählt, da lange Fasern einen höheren Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften besitzen als kurze [36].

Polypropylen (PP)

In Tabelle 14 sind die Mittelwerte der gemessenen Faserlängen von min. 5.000 Fasern aus PP Proben angegeben. Wie von Truckenmüller [48] vorgeschlagen, wird auch die Breite der Faserlängenverteilung (FLD) – als Quotient aus gewichtsgemittelter Faserlänge zu anzahlgemittelten Faserlänge –

angegeben. Durch die Probekörperform ($80 \times 10 \times 4 \text{ mm}^3$) bzw. die Probenorientierung (parallel und quer) und die Faserorientierung aus Kapitel 4.2.1.1 kann nicht ausgeschlossen werden, dass die Faserlänge zwischen „quer“ und „parallel“ zur Fließrichtung liegenden Proben unterschiedlich sind. Daher werden beide Probekörperorientierungen der FASEP Faserlängenanalyse unterzogen. Weiter ist als quantitativer Wert die Faserlängenklasse für den 95% Schwellwert des kumulierten Faserlängenanteils angegeben. Dabei sind 95% der aller Fasern kürzer als der eingetragene Faserlängenbereich. Überschreitet bei diesem Schwellwert die Faserlängenklasse einer Probe die Faserlängenklasse einer anderen Probe, besitzt die erstgenannte Probe einen gewissen Anteil an längeren Fasern.

Tabelle 14: Ergebnisse Faserlängenanalyse Polypropylen

	Gewichtsgemittelte Faserlänge in μm	Anzahl-gemittelte Faserlänge in μm	FLD (-)	95 % Schwellwert (Faserlängenklasse in μm)
PP 220/50_30_1,5				
PP_M_HD_220/50_30_1,5				
PP_M_220/50_30_1,5_q	1358	756	1,80	3351 - 3450
PP_M_220/50_30_1,5_p	1353	739	1,83	3451 - 3600
PP_D_HD_220/50_30_1,5				
PP_D_220/50_30_1,5_q	2064	950	2,17	8650 - 8700
PP_D_220/50_30_1,5_p	1232	753	1,64	3151 - 3300
PP 200/40_40_0				
PP_M_HD_200/40_40_0				
PP_M_HD_200/40_40_0_q	876	553	1,58	2051 - 2100
PP_M_HD_200/40_40_0_p	935	587	1,59	2101 - 2250
PP_D_HD_200/40_40_0				
PP_D_200/40_40_0_q	1257	668	1,88	3451 - 3600
PP_D_200/40_40_0_p	1259	644	1,96	4051 - 4200
PP 200/40_40_3				
PP_M_HD_200/40_40_3				
PP_M_200/40_40_3_q	908	389	2,33	2701 - 2850
PP_M_200/40_40_3_p	865	521	1,66	2851 - 3000
PP_D_HD_200/40_40_3				
PP_D_200/40_40_3_q	1580	570	2,77	5701 - 5850
PP_D_200/40_40_3_p	1950	662	2,82	9001 - 9150
PP 240/60_40_0				
PP_M_HD_240/60_40_0				
PP_M_240/60_40_0_q	1048	565	1,85	3001 - 3150
PP_M_240/60_40_0_p	1068	621	1,72	2701 - 2850
PP_D_HD_240/60_40_0				
PP_D_240/60_40_0_q	1401	655	2,14	4201 - 4350
PP_D_240/60_40_0_p	1681	777	2,16	5710 - 5850
PP 240/60_40_3				
PP_M_HD_240/60_40_3				
PP_M_240/60_40_3_q	1026	622	1,65	2551 - 2700
PP_M_240/60_40_3_p	1151	669	1,72	3151 - 3300
PP_D_HD_240/60_40_3				
PP_D_240/60_40_3_q	1462	574	2,54	4801 - 4950
PP_D_240/60_40_3_p	1326	529	2,51	4501 - 4650

Der Vergleich für PP zeigt, dass die gewichtsgemittelte Faserlänge bei allen mit 40 Gew.% Glasfasern verstärkten Proben beim D-LFT-TSG Prozess länger als beim MuCell Prozess sind. Auch die Faserlängenklassen des 95%

Schwellwerte liegen bei den D-LFT-TSG Proben stets über den der zugehörigen MuCell Proben. In Tabelle 15 wird als weiterer Vergleich der Faktor der Faserpräservierung in % angegeben. Dieser berechnet sich aus der gewichtsgemittelten Faserlänge des D-LFT-TSG Prozesses durch die gewichtsgemittelte Faserlänge des – über die vergleichbaren Prozessparameter zugehörigen – MuCell Prozesses. Abhängig von den Prozessparametern sind die Fasern beim D-LFT-TSG Prozess um bis zu ungefähr 149 % länger als beim zugehörigen MuCell Prozess.

Tabelle 15: Faserpräservationsfaktor zwischen D-LFT und MuCell Prozess bei PP Proben

Probenbezeichnung	Faktor Faserpräservierung in % D-LFT-TSG/MuCell
PP_220/50_30_1,5_q	52
PP_220/50_30_1,5_p	-9
PP_200/40_40_0_q	43
PP_200/40_40_0_p	35
PP_200/40_40_3_q	74
PP_200/40_40_3_p	149
PP_240/60_40_0_q	34
PP_240/60_40_0_p	57
PP_240/60_40_3_q	43
PP_240/60_40_3_p	15

Um einen genauen Vergleich zwischen MuCell und D-LFT-TSG Prozess bezogen auf die erzielten Faserlängen anzustellen, werden die Histogramme (d.h. die Faserlängen sortiert in Klassen) für verschiedenen Prozessparameter verglichen. Hierbei werden die Daten der parallelen Proben betrachtet und der Übersichtlichkeit halber Faserlängen bis zu einer Länge von 3000 μm dargestellt.

Abbildung 72 zeigt diese Vergleiche, wobei jeweils die linke y-Achse die „Gewichtsgemittelte Häufigkeit in %“ und die rechte y-Achse den „Kumulierten Faserlängenanteil in %“ angibt. Die gewichtsgemittelte Häufigkeit spiegelt zusammen mit den Faserlängenklassen (x-Achse) die Verteilung der Faserlängen im Bauteil wieder. Der kumulierte Faserlängenanteil in % zeigt die Häufigkeit der kumulierten Fasern je Klasse an.

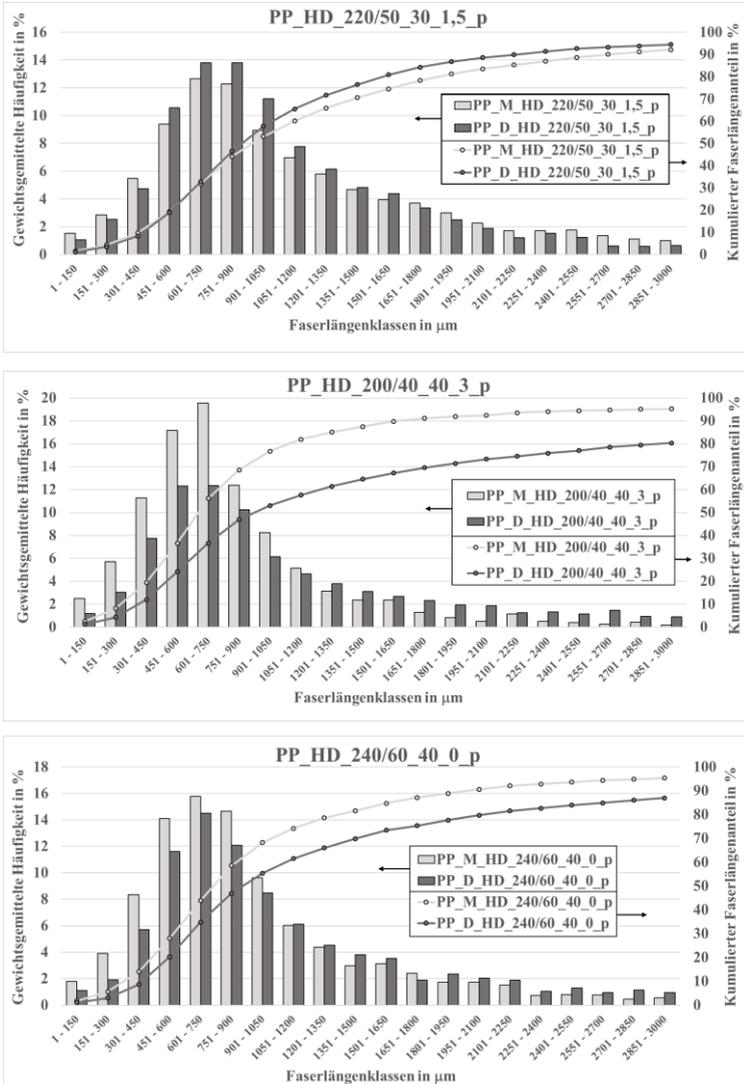


Abbildung 72: Vergleich Faserlängenhistogramme MuCell und D-LFT-TSG für PP (PP_HD_220/50_30_1,5_p (oben); PP_HD_200/40_40_3_p (Mitte); PP_HD_240/60_40_0_p (unten));

Ergänzend zu den Zahlenwerten aus Tabelle 14 bzw. Tabelle 15 liefert die Gegenüberstellung aus Abbildung 72 die Erkenntnis, dass die D-LFT-TSG Proben mit 40 Gew.% Glasfaserverstärkung und Polypropylen Matrix alleamt einen höheren Anteil an längeren Einzelfasern besitzen.

Polyamid 6 (PA6)

Analog zu den Proben mit PP Matrix werden Proben mit ausgewählten Prozessparametern (max. und min. Deckschichtdicke) aus Polyamid 6 der FASEP Faserlängenmessung unterzogen. In Tabelle 16 sind neben der gewichts- und anzahlgemittelten Faserlänge, als Maß für die Breite der Faserlängenverteilung der Kennwert „FLD“ und die Faserlängensklassen für den 95% Schwellwert des kumulierten Faserlängenanteils angegeben.

Tabelle 16: Ergebnisse Faserlängenanalyse Polyamid 6

	Gewichtsgemittelte Faserlänge in μm	Anzahl-gemittelte Faserlänge in μm	FLD (-)	95 % Schwellwert (Faserlängensklasse in μm)
PA6_280/80_40_2				
PA6_M_280/80_40_2				
PA6_M_280/80_40_2_q	494	353	1,40	1051 - 1200
PA6_M_280/80_40_2_p	539	371	1,45	1051 - 1200
PA6_D_280/80_40_2				
PA6_D_280/80_40_2_q	994	536	1,86	2701 - 2850
PA6_D_280/80_40_2_p	882	555	1,59	1951 - 2100
PA6_290/90_30_1				
PA6_M_290/90_30_1				
PA6_M_290/90_30_1_q	567	423	1,34	1051 - 1200
PA6_M_290/90_30_1_p	581	439	1,32	1051 - 1200
PA6_D_290/90_30_1				
PA6_D_290/90_30_1_q	921	610	1,51	1951 - 2100
PA6_D_290/90_30_1_p	880	579	1,52	1801 - 1950
PA6_300/100_40_2				
PA6_M_300/100_40_2				
PA6_M_300/100_40_2_q	522	371	1,41	1051 - 1200
PA6_M_300/100_40_2_p	499	374	1,34	1051 - 1200
PA6_D_300/100_40_2				
PA6_D_300/100_40_2_q	1213	562	2,16	3151 - 3300
PA6_D_300/100_40_2_p	1280	589	2,17	3001 - 3150

Der Vergleich für PA6 zeigt, dass die gewichtsgemittelte Faserlänge bei allen glasfaserverstärkten Proben beim D-LFT-TSG Prozess höher als beim MuCell Prozess ist. Die Werte für den 95% Schwellwert sind bei Proben aus dem D-LFT-TSG Prozess bei höheren Faserlängenbereichen als bei der zugehörigen MuCell Proben (bei PA6_D_HD_300/100_40_0_p etwa dreimal höher als bei PA6_M_HD_300/100_40_0_p). Das bedeutet, dass in den D-LFT-TSG Proben höhere Faserlängenklassen vorliegen, die bei den MuCell Proben fehlen.

Tabelle 17 zeigt, dass der Faktor der Faserpräservierung abhängig von den Prozessparametern zwischen ~ 50 % und ~ 156 % liegt.

Tabelle 17: Faserpräservationsfaktor zwischen D-LFT-TSG und MuCell Prozess bei PA6 Proben

Probenbezeichnung	Faktor Faserpräservierung in % D-LFT-TSG/MuCell
PA6_290/90_30_2_q	63
PA6_290/90_30_2_p	51
PA6_280/80_40_2_q	101
PA6_280/80_40_2_p	64
PA6_300/100_40_0_q	145
PA6_300/100_40_0_p	105
PA6_300/100_40_2_q	132
PA6_300/100_40_2_p	156

Anders als bei den Proben aus PP zeigt sich beim den PA6 Proben mit 30 Gew.% keine Verkürzung der Faserlänge in der parallelen Richtung. Allerdings ist auch hier erkennbar, dass die Faserpräservierung im Vergleich zu den Proben mit 40 Gew.% Glasfasern geringer ausfällt.

Abbildung 73 zeigt die Histogramme für PA6 für beide Prozesse (MuCell und D-LFT-TSG) als Vergleich bestimmter Prozessparameter (Maximale und minimale Deckschichtdicken, Werkzeug-/Massetemperaturen und verschiedene Fasergehalte). Analog zu den Proben aus PP sind auch bei den Proben aus PA6 Faserlängenklassen bis 3000 µm dargestellt.

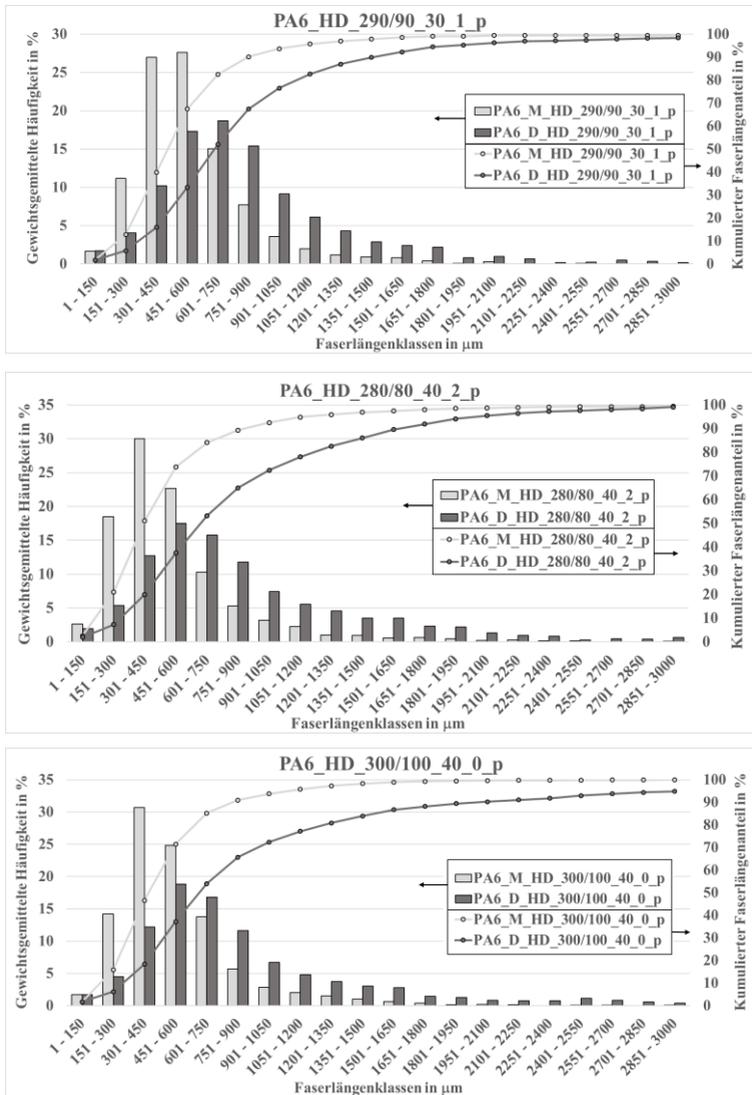


Abbildung 73: Vergleich Faserlängenhistogramme MuCell und D-LFT-TSG für PA6 (PA6_HD_290/90_30_1_p (oben); PA6_HD_280/80_40_2_p (Mitte); PA6_HD_300/100_40_0_p (unten))

Bei allen Proben/Parametern aus PA6 ist zu beobachten, dass die Faserlänge bei den MuCell Proben deutlich schneller (d.h. ein steilerer Kurvenanstieg der Kurven „Kumulierter Faserlängenanteil in %“) ansteigt.

Random Polypropylen (rPP)

Für die Sandwichstrukturen, die aus dem Materialsystem random Polypropylen (einem Polypropylen mit sehr geringen Kristallinität von ~ 5%) im Direkt-LFT Prozess hergestellt werden, sind die gemessenen Faserlängen in Tabelle 18 zu sehen. Bei vergleichbaren Prozessparametern wie beim hPP werden hier deutlich längerer gewichtsgemittelte Faserlängen erzielt. Auch ist ersichtlich, dass teilweise die gewichtsgemittelten Faserlängen der Proben quer zur Fließrichtung höher sind als die der entsprechenden parallelen.

Auch zeigt sich, dass die Faserlängen positiv von der Massetemperatur beeinflusst werden. Das bedeutet je höher die Massetemperatur, desto länger sind die gewichtsgemittelten Faserlängen. Auch wird ersichtlich, dass die Faserlänge bei rPP durch die Erhöhung des Fasergehalts bei hohen Massetemperaturen weniger beeinflusst wird als bei niedrigen Massetemperaturen.

Tabelle 18: Ergebnisse Faserlängenanalyse random Polypropylen

	Gewichts- gemittelte Faserlänge in μm	Anzahl- gemittelt Faserlänge in μm	FLD (-)	95 % Schwellwert (Faserlängenklasse in μm)
rPP_D_HD_200/40_30_0				
rPP_D_HD_200/40_30_0_q	2655	1041	2,55	9851 - 10000
rPP_D_HD_200/40_30_0_p	1789	865	2,07	5201 - 5350
rPP_D_HD_200/40_30_3				
rPP_D_HD_200/40_30_3_q	2988	1036	2,88	12151 - 12300
rPP_D_HD_200/40_30_3_p	2072	1000	2,07	6301 - 6450
rPP_D_HD_220/50_30_1,5				
rPP_D_HD_220/50_30_1,5_q	2730	1114	2,45	9301 - 9450
rPP_D_HD_220/50_30_1,5_p	2711	1185	2,29	9301 - 9450
rPP_D_HD_220/50_30_3				
rPP_D_HD_220/50_30_3_q	1999	996	2,01	5701 - 5850
rPP_D_HD_220/50_30_3_p	3059	1178	2,60	10801 - 10950
rPP_D_HD_240/60_30_0				
rPP_D_HD_240/60_30_0_q	3456	1173	2,95	11551 - 11700
rPP_D_HD_240/60_30_0_p	3158	1159	2,73	10501 - 10650
rPP_D_HD_240/60_30_3				
rPP_D_HD_240/60_30_3_q	4327	1296	3,34	14551 - 14700
rPP_D_HD_240/60_30_3_p	3520	1270	2,77	11551 - 11700
rPP_D_HD_200/40_40_0				
rPP_D_HD_200/40_40_0_q	1026	607	1,69	2701 - 2850
rPP_D_HD_200/40_40_0_p	1950	759	2,57	7950 - 8100
rPP_D_HD_200/40_40_3				
rPP_D_HD_200/40_40_3_q	1490	753	1,98	4851 - 5100
rPP_D_HD_200/40_40_3_p	2726	867	3,14	11551 - 11700
rPP_D_HD_240/60_40_0				
rPP_D_HD_240/60_40_0_q	3627	1101	3,29	13651 - 13800
rPP_D_HD_240/60_40_0_p	3560	1146	3,11	12851 - 13000
rPP_D_HD_240/60_40_3				
rPP_D_HD_240/60_40_3_q	3344	1057	3,16	11551 - 11700
rPP_D_HD_240/60_40_3_p	4028	1206	3,34	13500 - 13650

Polyphenylensulfid (PPS)

Tabelle 19 zeigt die statistisch ausgewerteten gewichts- und anzahlgemittelten Faserlängen für PPS verstärkt mit 20 Gew.% Glasfasern hergestellt im D-LFT-TSG Verfahren.

Tabelle 19: Ergebnisse Faserlängenanalyse Polyphenylensulfid

	Gewichtsgemittelte Faserlänge in μm	Anzahl-gemittelte Faserlänge in μm	FLD (-)	95 % Schwellwert (Faserlängenklasse in μm)
PPS_D_K_300/130_20_2mm				
PPS_D_K_300/130_20_2mm_q	711	489	1,46	1351 - 1500
PPS_D_K_300/130_20_2mm_p	728	548	1,33	1351 - 1500
PPS_D_K_300/130_20_4mm				
PPS_D_K_300/130_20_4mm_q	760	552	1,38	1351 - 1500
PPS_D_K_300/130_20_4mm_p	764	561	1,36	1351 - 1500
PPS_D_HD_300/130_20_0				
PPS_D_HD_300/130_20_0_q	805	549	1,47	1501 - 1650
PPS_D_HD_300/130_20_0_p	840	596	1,41	1651 - 1800
PPS_D_HD_300/130_20_3				
PPS_D_HD_300/130_20_3_q	733	519	1,41	1201 - 1350
PPS_D_HD_300/130_20_3_p	770	576	1,34	1351 - 1500
PPS_D_HD_300/130_20_6				
PPS_D_HD_300/130_20_6_q	763	560	1,36	1351 - 1500
PPS_D_HD_300/130_20_6_p	795	596	1,33	1351 - 1500

Um auch den Einfluss des Einspritzspalts auszugsweise zu betrachten werden Faserlängen aus kompakten Proben quer und parallel zur Fließrichtung bei 2 mm und 4 mm betrachtet. (Proben PPS_D_K_300/130_20_2mm und PPS_D_K_300/130_20_4mm)

Es zeigt sich, dass eine Vergrößerung des Einspritzspaltes von 2 mm auf 4 mm die Faserlängen um wenige (~ 50) μm in der gewichtsgemittelten Betrachtung erhöht.

4.2.2.2 Computertomographische Faserlängenanalyse

Die vorangegangenen Kapitel zeigen die Faserlängenanalyse mit dem FASEP System, das wie beschrieben auf der Pyrolyse der Matrix und dem manuellen Aufbereiten und Dispergieren einer repräsentativen Faseranzahl beruht. Bei dieser Methode werden die Strukturen der Proben somit zerstört und es können keine weiteren Untersuchungen (zur mechanischen Kennwertermittlung o.ä.) durchgeführt werden. Die Auswertung ist auf eine relativ geringe Anzahl an Fasern (~ 5.000 Einzelfasern) beschränkt. Mittels CT Analyse ist es hingegen möglich kleinere Proben mit wesentlich mehr Einzelfasern zu analysieren.

Die folgenden Darstellungen zeigen die Faserlängenhistogramme repräsentativer Proben aus PP, die mit dem MuCell bzw. D-LFT-TSG Verfahren hergestellt wurden. Es sind die Daten aus den FASEP Faserlängenmessungen mit denen aus den volumetrischen CT Daten (aufbereitet und ausgewertet nach den Methode aus Kapitel 3.3.3 bzw. detailliert beschrieben in [179]).

MuCell

Für ausgewählte Proben des MuCell Prozess mit PP sind die Faserlängenhistogramme (CT und FASEP) zu PP_M_HD_220/50_30_1,5 (oben), PP_M_HD_200/40_40_3 (Mitte) und PP_M_HD_240/60_40_0 (unten) in Abbildung 74 auf Seite 158 dargestellt. Die Faserlängenverteilung zeigt, obwohl die Probengeometrie und Analysemethoden unterschiedlich sind, einen vergleichbaren Verlauf und vergleichbare Absolutwerte für die Proben aus dem MuCell Prozess.

D-LFT-TSG

Die Faserlängenhistogramme der CT Aufnahmen und FASEP Messung der D-LFT-TSG Proben, die mit den Prozessparametern des MuCell Prozess vergleichbaren sind, werden in Abbildung 75 auf Seite 159 gezeigt. Auch hier sind die Ergebnisse in guter Näherung vergleichbar, allerdings mit einer größeren Abweichung als bei den MuCell Proben.

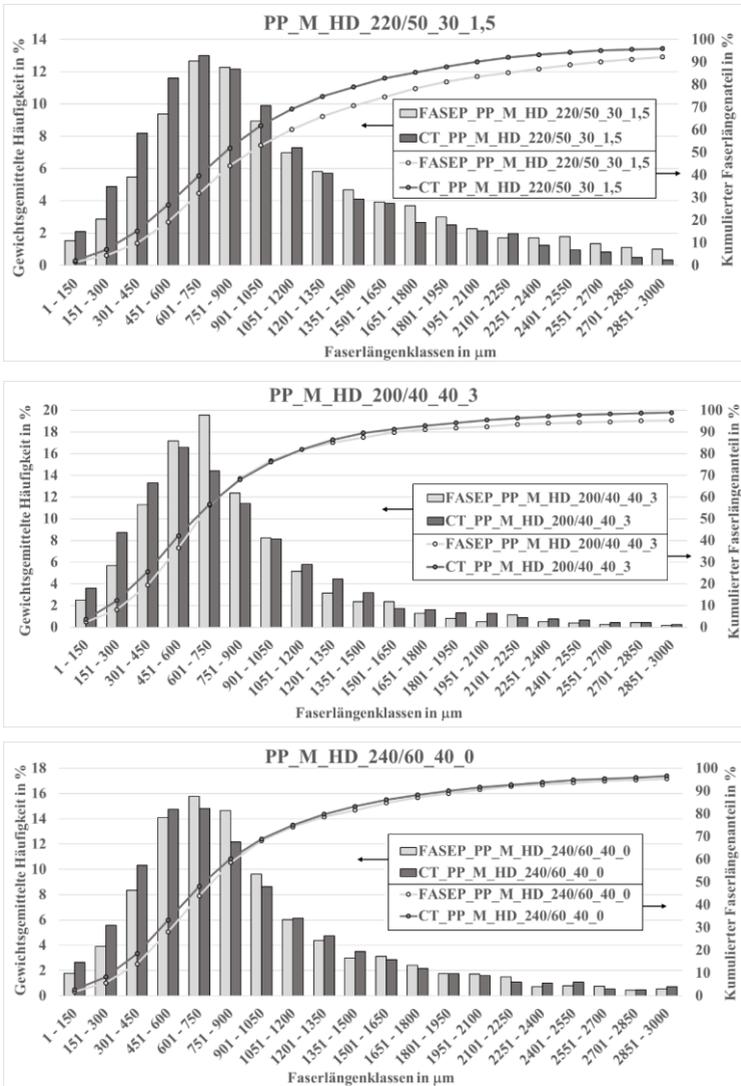


Abbildung 74: Faserlängenhistogramme (Vgl. CT und FASEP) zu PP_M_HD_220/50_30_1,5 (oben), PP_M_HD_200/40_40_3 (Mitte), PP_M_HD_240/60_40_0 (unten)

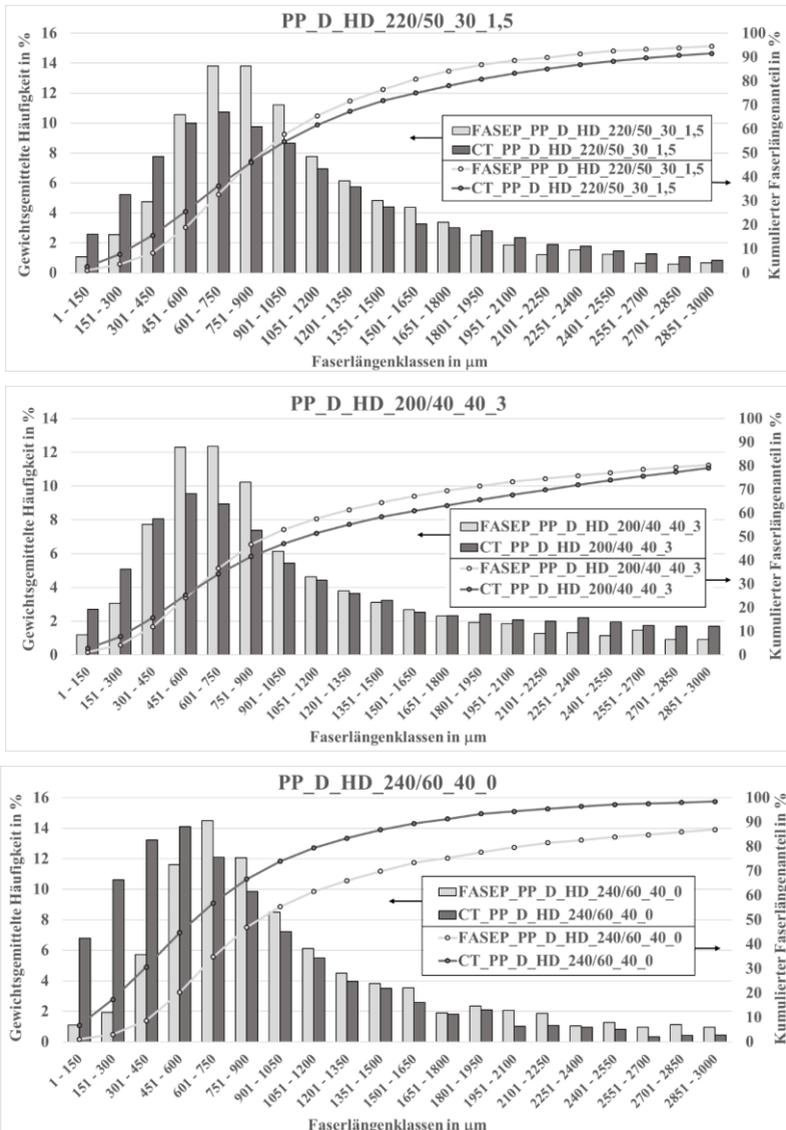


Abbildung 75: Faserlängenhistogramme (Vgl. CT und FASEP) zu PP_D_HD_220/50_30_1,5 (oben), PP_D_HD_200/40_40_3 (Mitte), PP_D_HD_240/60_40_0 (unten)

4.2.3 Faserorientierung und Faserlage (CT)

Über die FASEP Faserlängenanalysemethode ist keine genaue Aussage über die Lage oder Orientierung der Fasern möglich, da die Matrix pyrolysiert wird und so der Strukturelle Zusammenhalt der Probe verloren geht.

Um die Lage und Orientierung von Einzelfasern zu bestimmen werden die von Pinter [179] entwickelten Methoden zur Faserlängen- und Faserorientierungsanalyse im Rahmen dieser Arbeit angepasst und für die folgenden, repräsentativen Prozessparameter (die den Rahmen der statistischen Versuchsplanung darstellen was maximale und minimale Einstellparameter der Werkzeug-/Massetemperatur und der Verzögerungszeit angeht) angewendet:

Tabelle 20: Proben zur Computertomographie

MuCell	D-LFT-TSG
PP_M_HD_220/50_30_1,5	PP_D_HD_220/50_30_1,5
PP_M_HD_200/40_40_3	PP_D_HD_200/40_40_3
PP_M_HD_240/60_40_0	PP_D_HD_240/60_40_0

Die Parameter zur CT Analyse und Auswertung/Verarbeitung der entsprechenden Daten ist in Kapitel 3.3.3 angeführt, die Anzahl der Einzelfasern aus dieser Methode beträgt dabei über 50.000 (FASEP ~ 6.000).

4.2.3.1 Faserorientierung

Um den genauen Aufbau, die Lage/Orientierung und Länge der Fasern zu erhalten werden mithilfe der in 3.3.3 dargestellten Parameter CT Aufnahmen für ausgewählte Proben aus PP und Glasfasern angefertigt. Diese umfassen vergleichbare Proben für die beiden Herstellungsrouten „MuCell“ und „D-LFT-TSG“ und sind in Tabelle 20 gezeigt.

Die angezeigten Farbkreise gelten bei dieser Darstellungsart jeweils nur für die Draufsicht. Die Seitenansicht und die Ansicht in Fließrichtung stellen dreidimensionale Drehungen dar, die dieselbe Farbencodierung für die

Orientierung aus der Draufsicht haben. D.h. die „blauen“ Fasern aus der Seitenansicht sind in positive Z-Richtung (= Fließrichtung) orientiert. Weiterhin sind die Fasern aus den Abbildern der Seitenansicht und der Ansicht in Fließrichtung mit 90% Transparenz dargestellt, um einen besseren qualitativen Eindruck der Orientierung der gesamten Probe zu erhalten.

Die Orientierungstensoren „xx“, „yy“ und „zz“ sind in Abbildung 77 dargestellt und beschreiben quantitativ die normierte Komponente in die unterschiedlichen Richtungen. Dabei steht der „zz“-Tensor für die Orientierung in Fließrichtung, der „yy“-Tensor quer dazu und der „xx“-Tensor in eine Orientierung in die Sandwichdickenrichtung.

MuCell

In Abbildung 76 (qualitative Faserorientierung mittels Farbskalierung) und Abbildung 77 (quantitative Faserorientierungstensoren und der Faservolumengehalt) sind die Ergebnisse der Bildanalyse der im MuCell Verfahren gefertigten Proben bei unterschiedlichen Fasergehalten, Verzögerungszeiten und Werkzeug-/Massetemperaturen Proben dargestellt.

Alle Proben zeigen die selbe Orientierung: die Fasern in den Deckschichten sind in Fließrichtung (hohe Werte für den Tensor zz; Abbildung 77) orientiert, in Fasern des Kerns quer dazu (hohe Werte für den Tensor yy, Abbildung 77). Die Werte für die „xx“ Tensoren sind dagegen relativ gering (unter 0,08) was zeigt, dass in die Probendickenrichtung keine Orientierung der Glasfasern vorliegt.

Auch der lokale Faservolumengehalt ist dabei aufgetragen, welcher auf die gesamte gescannte Probe ($5 \times 4 \times 3 \text{ mm}^3$) bezogen wird.

Bei den gezeigten Proben mit unterschiedlichen Fasergewichtsanteil (30 Gew.% und 40 Gew%) ist jeweils ein fünfschichtiger Aufbau der Sandwichstruktur erkennbar:

1. Schicht: 80 – 90 % der Fasern sind in den Deckschichten in Fließrichtung orientiert (Werte der „zz“-Tensoren aus Abbildung 77) bei einem Faservolumengehalt von ungefähr 6 – 12% und einer Dicke von etwa 300 bis 500 μm je nach Parameter.
2. Schicht: Sinkende Faserorientierung in Fließrichtung („zz“-Tensor sinkt von etwa 0,8 auf 0,6 wobei die Werte des „yy“-Tensor auf etwa 0,4 steigen). Beim Faservolumengehalt stellt sich ein Plateau (2 bzw. 4% bei unterschiedlichen Prozessparametern) ein und die Dicke der Zwischenschicht ist etwa 1 mm.
3. Schicht: Hohe Faserorientierung quer zur Fließrichtung („zz“-Tensor sinkt weiter auf $\sim 0,3$ wobei die Werte des „yy“-Tensor auf über 0,7 steigen. Diese Kernschicht hier hierbei etwa 1 mm dick und zeigt Anstieg des Fasergehalts, der in der Mitte der Probe maximal ist und bei etwa 5% (bei Probe PP_M_HD_220/50_30_1,5) bzw. 8% (bei Probe PP_M_HD_200/40_40_3).
4. und 5. Schicht: Analog zur 2. und 1. Schicht.

Die beiden Proben PP_M_HD_200/40_40_3 und PP_M_HD_240/60_40_0 sind global mit jeweils 40 Gew.% Glasfaseranteil verstärkt. Abbildung 77 zeigt auch den Einfluss der Prozessparameter („Massetemperatur“, „Werkzeugtemperatur“ und „Verzögerungszeit“) auf die lokale Verteilung des Faservolumengehalts über den Querschnitt entlang der x-Achse. Die bei geringeren Prozesstemperaturen und höherer Verzögerungszeit gefertigte Probe besitzt höhere lokale Faservolumengehalte (FVG) (8-12%) in den Deckschichten als Probe PP_M_HD_240/60_40_0 (FVG von ~ 8 -10%). In der Zwischenschicht liegt dieser lokale Faservolumengehalt bei letztgenannter Probe bei ungefähr 4 – 6% und damit über den Werten von Probe PP_M_HD_200/40_40_3, die in dieser Schicht Faservolumengehalte von ungefähr 2 – 4 % aufweist. Für die Kernschicht zeigt sich (in Abbildung 76 und Abbildung 77), dass Probe PP_M_HD_200/40_40_3 (Mitte) einen Kernbereich mit höherem Faservolumenanteil als Probe PP_M_HD_240/60_40_0 (unten) sowie einen engeren Bereich der Orientierung in y-Richtung.

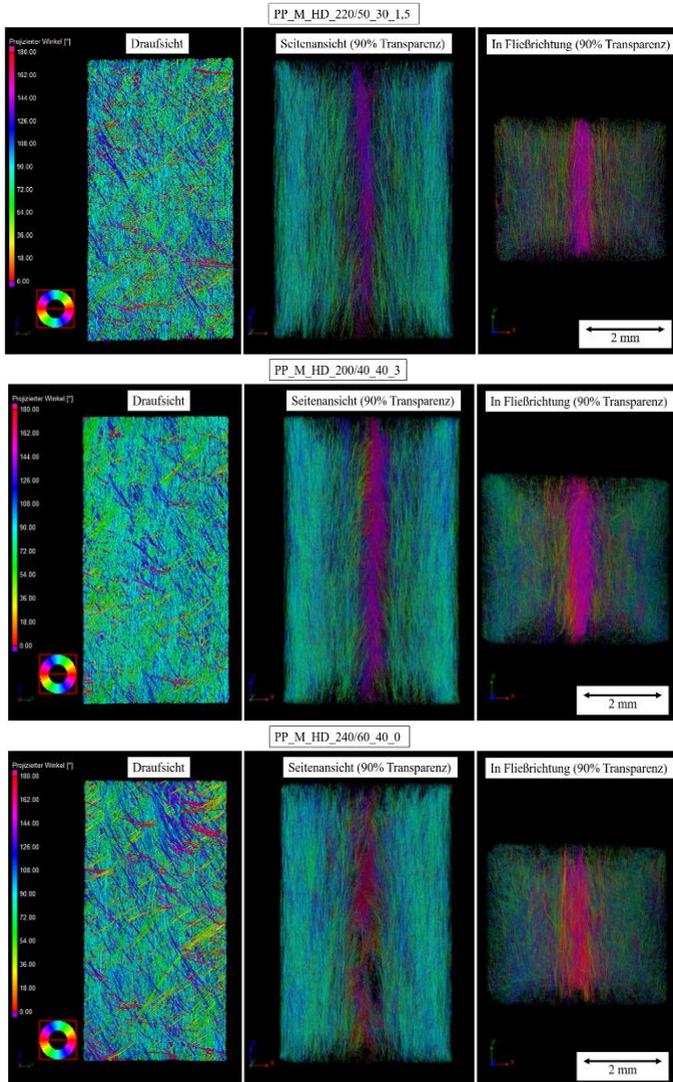


Abbildung 76: Faserorientierung zu den Proben PP_M_HD_220/50_30_1,5 (oben),
PP_M_HD_200/40_40_3 (Mitte) und PP_M_HD_240/60_40_0 (unten)

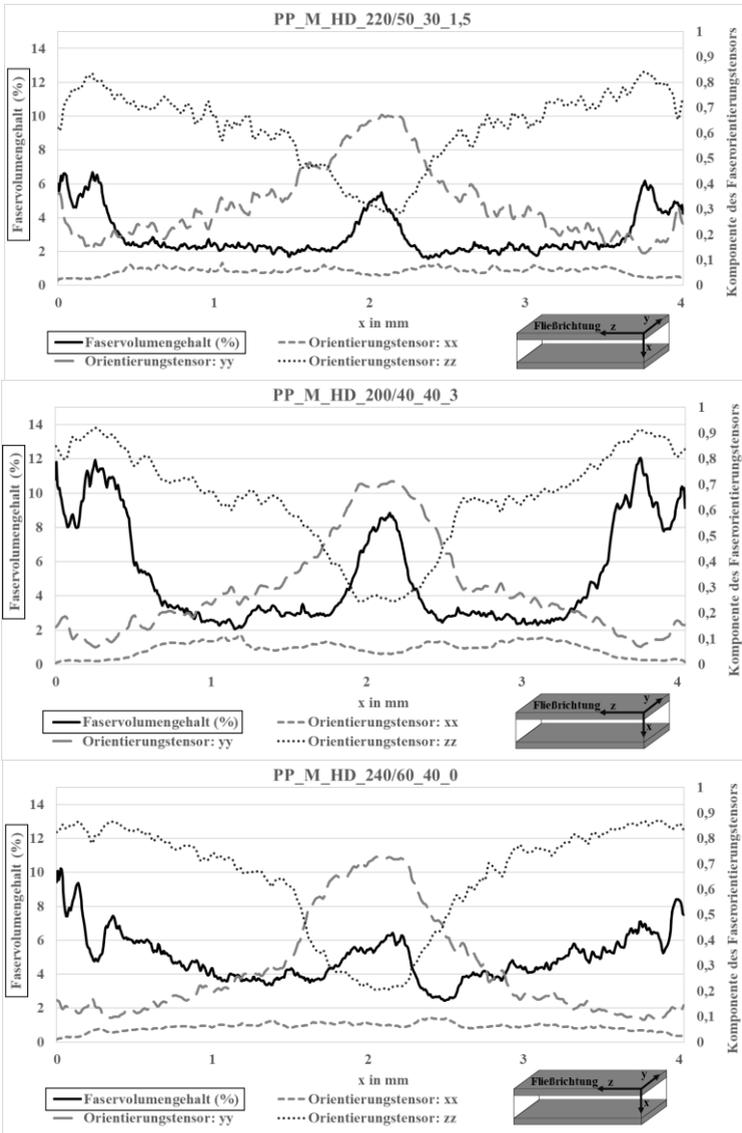


Abbildung 77: Quantitative Faserorientierungstensen und Faservolumengehalte zu den Proben PP_M_HD_220/50_30_1,5 (oben), PP_M_HD_200/40_40_3 (Mitte) und PP_M_HD_240/60_40_0 (unten)

D-LFT-TSG

Abbildung 78 zeigt die Ergebnisse der Proben aus dem Direkt-TSG Verfahren, die zu den Ergebnissen aus Abbildung 76 aus dem MuCell Prozess mit vergleichbaren Prozessparametern hergestellt sind.

Die Orientierung der Fasern ist mit denen aus dem MuCell Verfahren vergleichbar, so sind die Fasern auch hier wenig in x-Richtung (Probendickenrichtung) orientiert. Allerdings ist der oben beschriebene fünfschichtige Aufbau bei den Proben aus dem D-LFT-TSG Verfahren qualitativ weniger klar erkennbar (Abbildung 78) und die Orientierung der Fasern in Fließrichtung in den Deckschichten ist insgesamt weniger deutlich (Abbildung 79). Diese Orientierung in den Deckschichten ist mit einem Wert des „zz“-Tensors von maximal etwa 0,8 unter den Werten für die vergleichbaren Proben aus dem MuCell Prozess. Gleichzeitig ist der Wert für den Faservolumengehalt in den Deckschichten mit den vergleichbaren Prozessparametern des MuCell Prozess vergleichbar.

In der inneren Kernschicht liegen die Fasern vorwiegend quer zur Fließrichtung – charakterisiert durch hohe Werte des Orientierungstensors „yy“. Dieser Bereich wird bei Proben aus dem D-LFT-TSG Verfahren breiter.

Analog zu den MuCell Proben zeigt eine Erhöhung der Prozesstemperaturen und Verringerung der Verzögerungszeit zu höheren lokalen Faservolumenanteilen (10-14%) in den Deckschichten. In der Zwischenschicht liegt dieser lokale Faservolumenanteil bei Probe PP_D_HD_200/40_40_3 bei ungefähr 4 und damit unter den Werten von Probe PP_D_HD_240/60_40_0 (FVG: ~ 4-6%).

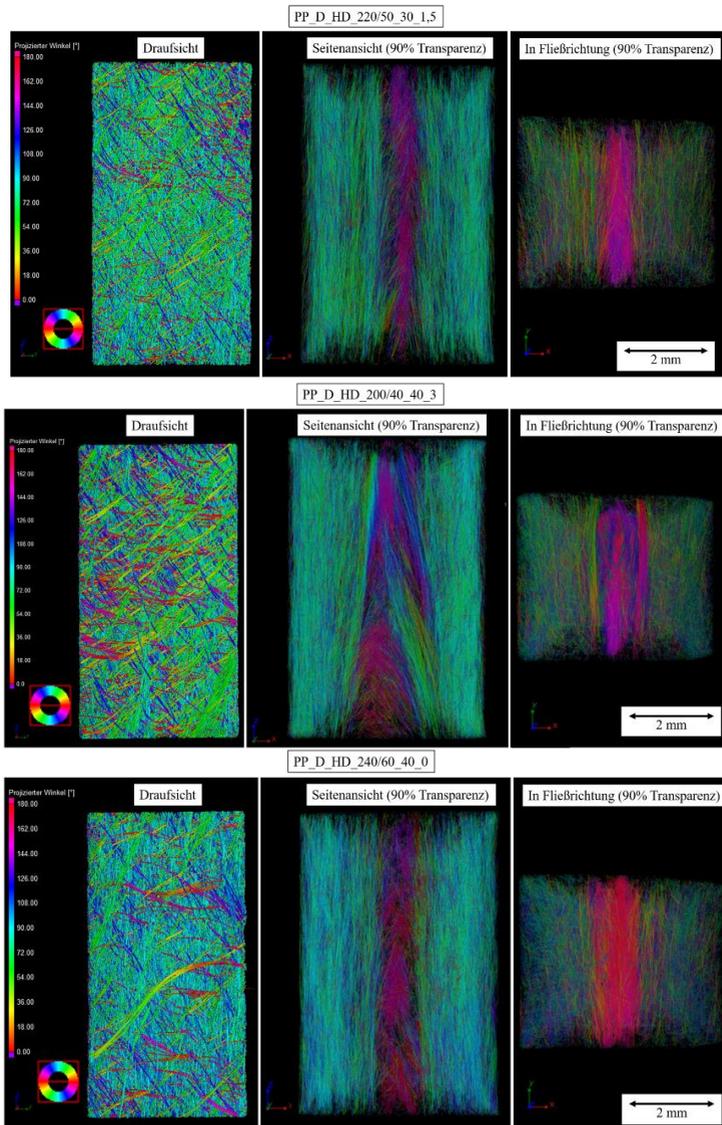


Abbildung 78: Faserorientierung zu den Proben PP_D_HD_220/50_30_1,5 (oben),
 PP_D_HD_200/40_40_3 (Mitte) und PP_D_HD_240/60_40_0 (unten)

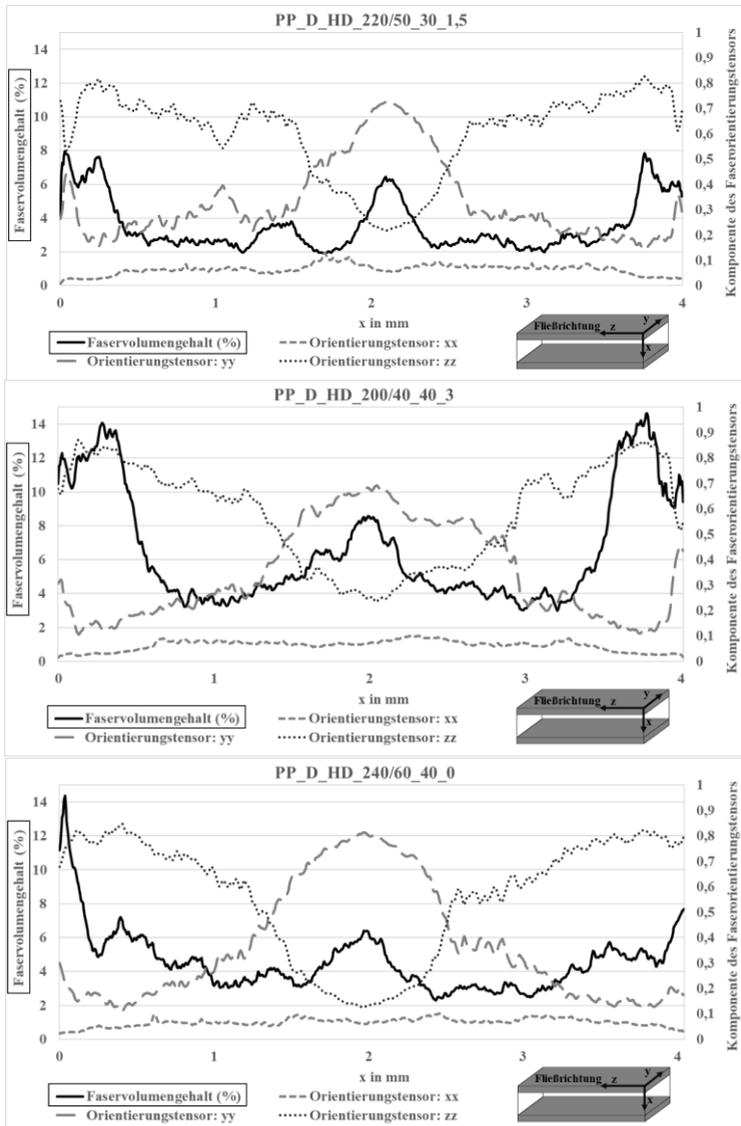


Abbildung 79: Quantitative Faserorientierungstensoren und Faservolumengehalte zu den Proben PP_D_HD_220/50_30_1,5 (oben), PP_D_HD_200/40_40_3 (Mitte) und PP_D_HD_240/60_40_0 (unten)

4.2.3.2 Faserlage

Die in Kapitel 3.3.2 gezeigten Ergebnisse zur Faserlängenanalyse decken nur den Teilaspekt der gewichtsgemittelten Faserlänge als einzelnen Zahlenwert sowie die Faserlängenverteilung über die Histogramme ab. Eine Zuordnung der Faserlänge zu ihrer Position im Bauteil ist nach der Pyrolyse (die der FASEP Faserlängenmessung vorangeht vgl. Kapitel 3.3.2) nicht mehr möglich. Auch die im vorangegangenen Kapitel durchgeführte Orientierungsanalyse bietet keine Möglichkeit qualitativ die Lage einzelner Fasern sortiert nach ihrer Länge darzustellen.

Dies ist allerdings mit der von Pinter [179] entwickelten Methode möglich, da dort aus den voxelbasierten Bildern der CT Analyse vektorbasierte Matlab Darstellungen abgeleitet werden können und die Fasern so ihrer Länge zugeordnet über eine Farbskalierung unterschieden und orts aufgelöst dargestellt werden können.

MuCell

Abbildung 80 zeigt die Auswertung dieser Methode für die Proben PP_M_HD_220/50_30_1,5 (oben), PP_M_HD_200/40_40_3 (Mitte) und PP_M_HD_240/60_40_0 (unten) in der Draufsicht, Seitenansicht und in Fließrichtung analog zu den Darstellungen aus Kapitel 4.2.3.1. Hierbei wird nach einem Zufallsmuster jede 50. Faser eingeblendet um eine erkennbare Struktur zu erzeugen.

Alle Proben des MuCell Prozess zeigen, dass die kürzeren Fasern (bis ~ 2 mm) in den Deckschichten der Sandwichbauteile sowohl bei 30 Gew.% als auch 40 Gew.% Glasfaserverstärkung zu finden sind. Weiterhin lassen sich in Abbildung 80 qualitativ die Faseranhäufungen in den Deckschichten der Proben PP_M_HD_200/40_40_3 (Mitte) und PP_M_HD_240/60_40_0 (unten) aus der quantitativen Faserorientierungsanalyse in Abbildung 79 wiederfinden. Bei allen drei Proben ist erkennbar, dass die längsten Fasern (bis ~ 4 mm) tendenziell in der Mitte der Kernschicht angeordnet sind.

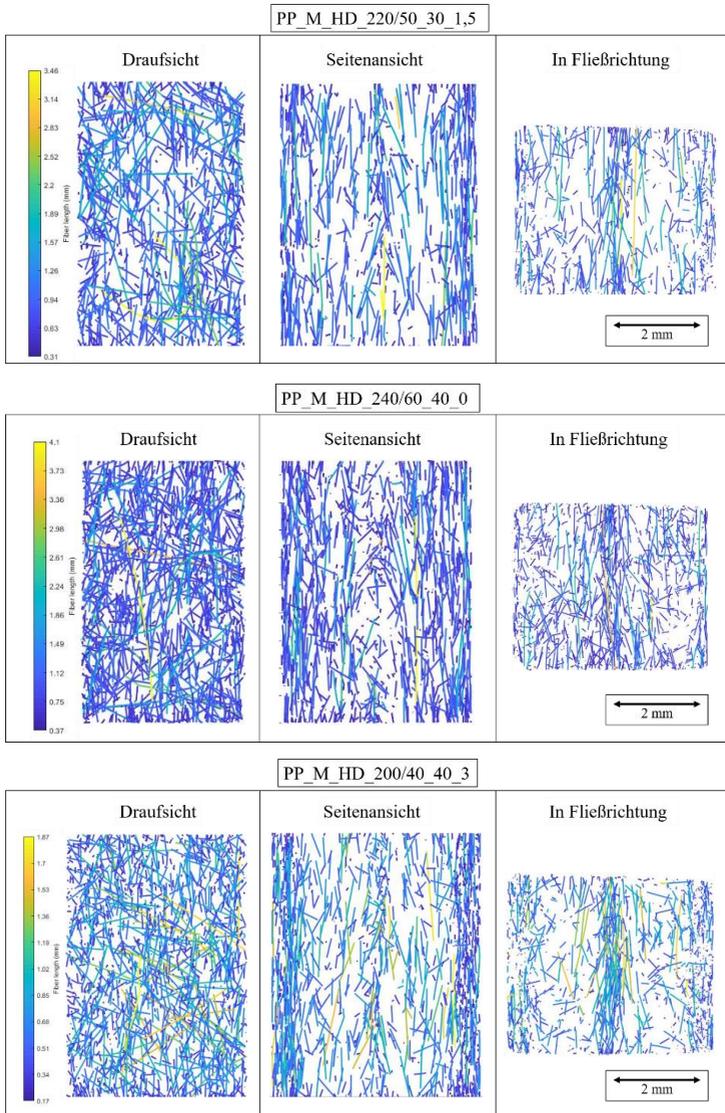


Abbildung 80: Faserorientierung und -lage der Proben PP_M_HD_220/50_30_1,5 (oben), PP_M_HD_200/40_40_3 (Mitte) und PP_M_HD_240/60_40_0 (unten)

D-LFT-TSG

Die im Direktverfahren hergestellten Proben zeigen vergleichbare Ergebnisse wie die Proben aus dem MuCell Prozess mit vergleichbaren Prozessparametern. Die kürzeren Fasern (bis ~ 2 mm) liegen tendenziell in den Deckschichten der Sandwichbauteile und die längsten Fasern (~ 3,8 mm) liegen im Kern. Die Probe PP_D_HD_200/40_40_3 (Mitte) zeigt eine größere Faseranhäufung in den Deckschichten als PP_D_HD_240/60_40_0 (unten).

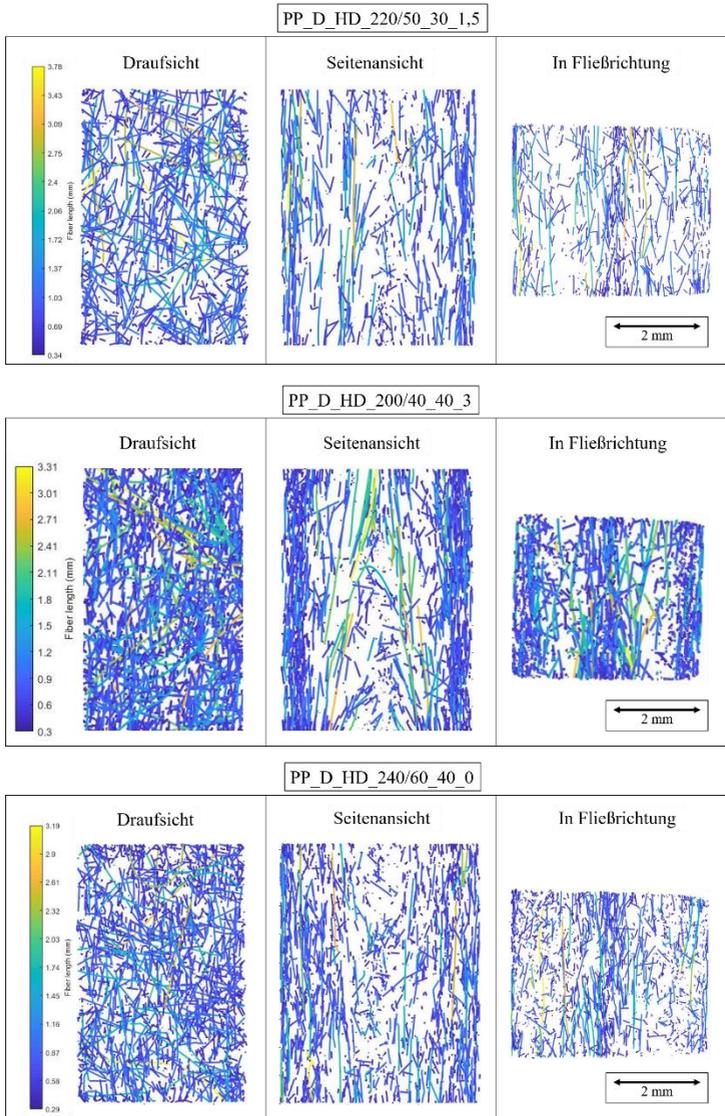


Abbildung 81: Faserorientierung und -lage zu den Proben PP_D_HD_220/50_30_1,5 (oben), PP_D_HD_200/40_40_3 (Mitte) und PP_D_HD_240/60_40_0 (unten)

4.3 Mechanische Eigenschaften

In den folgenden Kapiteln werden die Ergebnisse der mechanischen Untersuchungen (Kapitel 4.3.1: 4-Punkt Biegung und Kapitel 4.3.2: Charpy Schlagzähigkeit) dargestellt und mit den Materialindices nach Ashby aus Kapitel 2.5 visualisiert.

Die mechanischen Kennwerte im Rahmen dieser Arbeit wurden immer an 4 mm Proben ermittelt, da die neue Materialklasse „langglasfaserverstärkte Integralschaumbauteile“ durch ihre Bauweise stark abhängig von den Endwandstärken des Bauteils ist. So erhöht sich z.B. das Flächenträgheitsmoment bei einer Erhöhung der Gesamtdicke und ist damit v.a. bei Biegebelastung ein entscheidender Faktor.

4.3.1 4-Punkt Biegung

4.3.1.1 Polypropylen (PP)

Die Versuchsdurchführung und mechanische Prüfung der in diesem Kapitel dargestellten Kennwerte fand zu einem großen Teil im Rahmen der beiden studentischen Arbeiten [161] und [162] statt. Die Ergebnisse werden im Rahmen dieser Arbeit auf ein einheitliches Schema angepasst, sowie die Interpretation, Diskussion und Einordnung der Ergebnisse in den Gesamtzusammenhang durchgeführt.

MuCell

Abbildung 82 zeigt den Materialindex M_{BEM} (siehe Formel (2.25)) für leichte und steife Platten aus PP, das im MuCell Verfahren geschäumt ist und keine Glasfaserverstärkung besitzt. Dabei werden die „Masse-/Werkzeugtemperatur“ und die „Verzögerungszeit“ systematisch variiert. Es zeigt sich, dass M_{BEM} von unverstärktem PP wenig von der Probenentnahmerichtung (quer und parallel) abhängt. Weder für die Veränderung der Verzögerungszeit noch die Kombination Masse-/Werkzeugtemperatur ist ein eindeutiger Trend für den Materialindex erkennbar. Tendenziell steigt bei

hoher Massetemperatur (240 °C) mit steigender Verzögerungszeit der Index sowohl für die „quer“ als auch „parallel“ orientierten Proben.

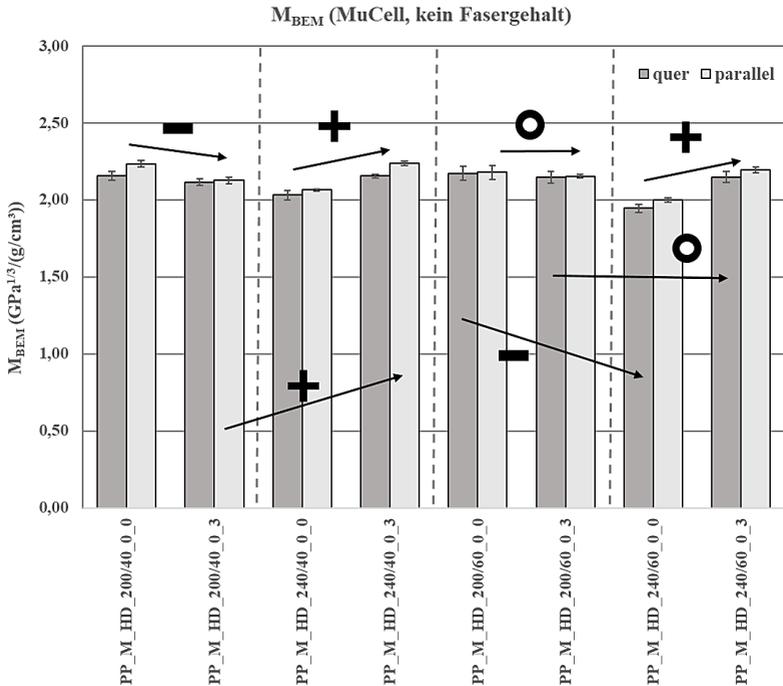


Abbildung 82: M_{BEM} für PP im MuCell Verfahren (kein Glasfaserteil)

Bei glasfaserverstärkten PP Proben zeigt sich für den Materialindex M_{BEM} , wie in Abbildung 83 dargestellt, eine deutliche Abhängigkeit für die Proben quer und parallel zum Fließweg. Die Proben parallel in Richtung des Schmelzeflusses zeigen dabei stets höhere Werte als die Proben, die quer dazu entnommen werden. Die Querproben zeigen Werte von $\sim 2 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ bis $2,2 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ für 30 Gew.% Faserverstärkung und erreichen damit vergleichbare Werte wie die unverstärkten Proben (quer) die bei $\sim 2 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ bis $2,2 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ liegen. Die Proben parallel zur

Fließrichtung liegen in einem Bereich von $\sim 2,6 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ bis $2,8 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$. Tendenziell ist auf die Proben „quer“ ein positiver Einfluss der Verzögerungszeit auf den Materialindex zu erkennen, für die Proben „parallel“ ist keine Tendenz (beim Vergleich der Werte von PP_M_HD_200/40_30_0 und PP_M_HD_200/40_30_3) auszumachen.

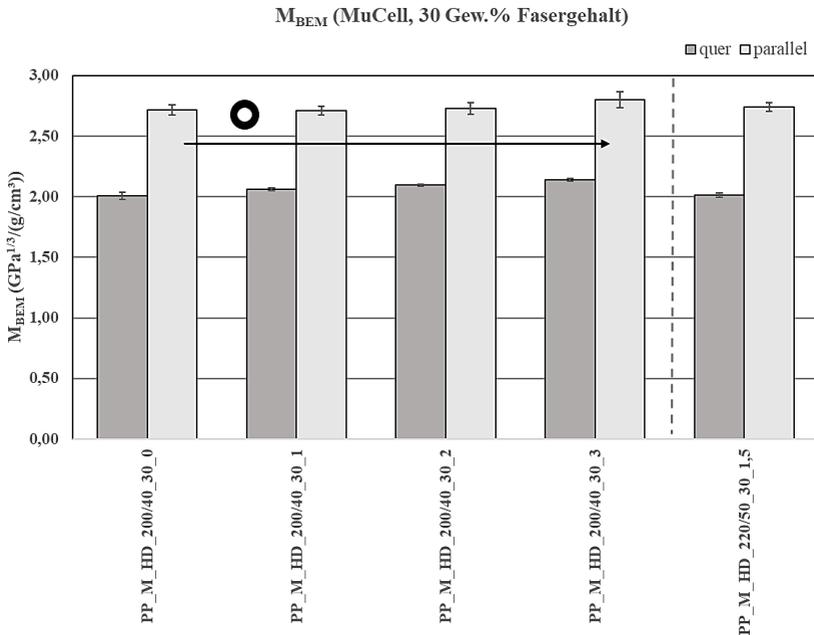
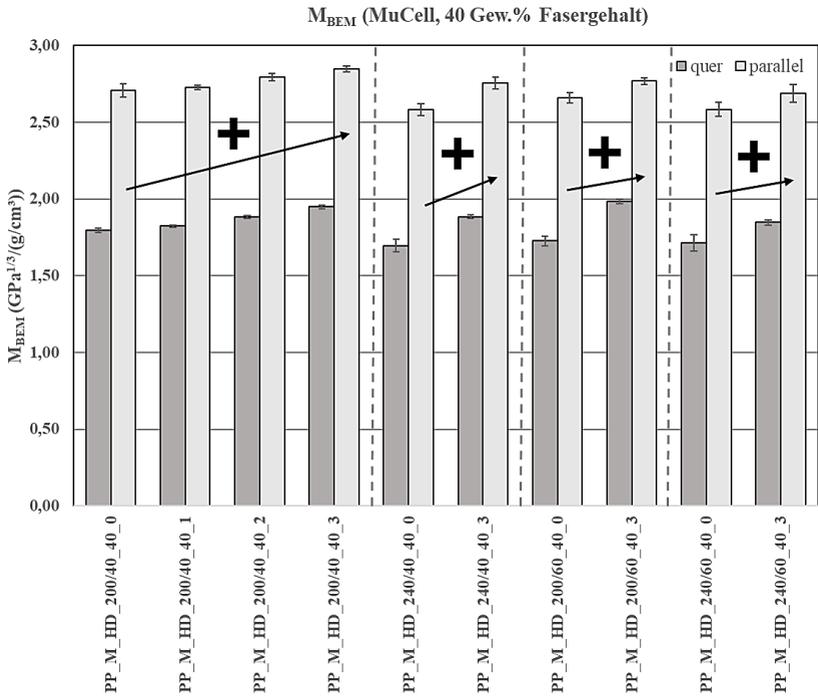


Abbildung 83: M_{BEM} für PP im MuCell Verfahren (30 Gew.% Glasfaseranteil)

Bei den mit 40 Gew.% glasfaserverstärkten Proben aus dem MuCell Prozess liegen die Werte für steife und leichte Platten bei $\sim 1,7 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ bis $2 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ (quer) und $\sim 2,6 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ bis $2,8 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ (parallel) (Abbildung 84).

Abbildung 84: M_{BEM} für PP im MuCell Verfahren (40 Gew.% Glasfaseranteil)

Der Materialindex M_{kDb} für leichte und feste Platten von PP (im MuCell Verfahren geschäumt) ohne Glasfaserverstärkung ist in Abbildung 85 dargestellt. Die unverstärkten Proben sind bei den 4-Punkt Biegeversuchen nicht versagt und werden daher mithilfe des Materialindex M_{kDb} bei konventioneller Durchbiegung (vgl. Kapitel 3.4.1) beschrieben.

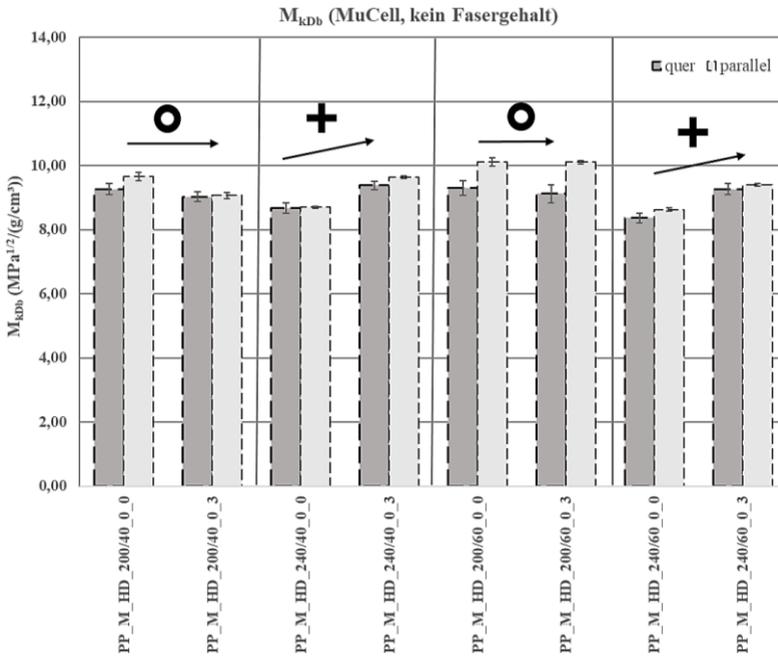


Abbildung 85: M_{kdb} für PP MuCell im MuCell Verfahren (kein Glasfaseranteil)

Durch die Faserverstärkung mit 30 Gew.% stellt sich ein signifikanter Unterschied der Biegeeigenschaften ein. Die Proben (quer und parallel) besitzen einen Maximalwert und somit einen Materialindex M_{MF} (wie in Abbildung 86 dargestellt). Diese Proben mit 30 Gew.% Faserverstärkung zeigen einen deutlichen Unterschied der Wertebereiche von $\sim 8,7 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ bis $\sim 10 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ (quer zur Fließrichtung) und von $\sim 12 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ bis ungefähr $13,8 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ (parallel zur Fließrichtung). Eine Erhöhung der Verzögerungszeit führt tendenziell zu einer Erhöhung des Kennwerts aller betrachteter Proben.

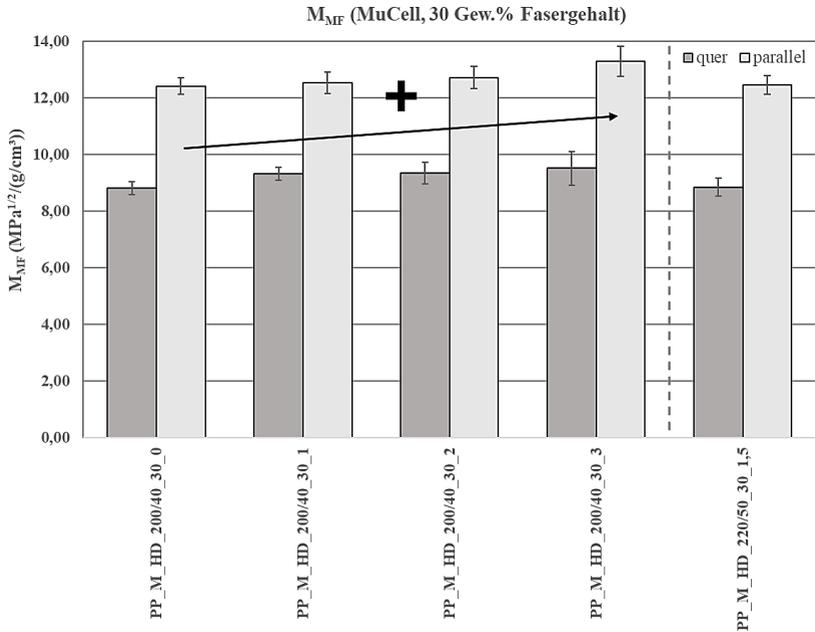


Abbildung 86: M_{MF} für PP im MuCell Verfahren (30 Gew.% Glasfaseranteil)

Auch bei den Proben mit einer Verstärkung von 40 Gew.% Glasfasern zeigt sich eine Abhängigkeit der Probekörperentnahmerichtung (siehe Abbildung 87). Für die Proben quer zur Fließrichtung liegen die Werte von M_{MF} zwischen ungefähr $7 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ und $8,2 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ und parallel zwischen ungefähr $11 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ und $12,8 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$. Eine Erhöhung der Verzögerungszeit wirkt sich dabei stets positiv auf die Werte aus, die Erhöhung der Massetemperatur bzw. der Werkzeugtemperatur hingegen lässt die Werte tendenziell sinken.

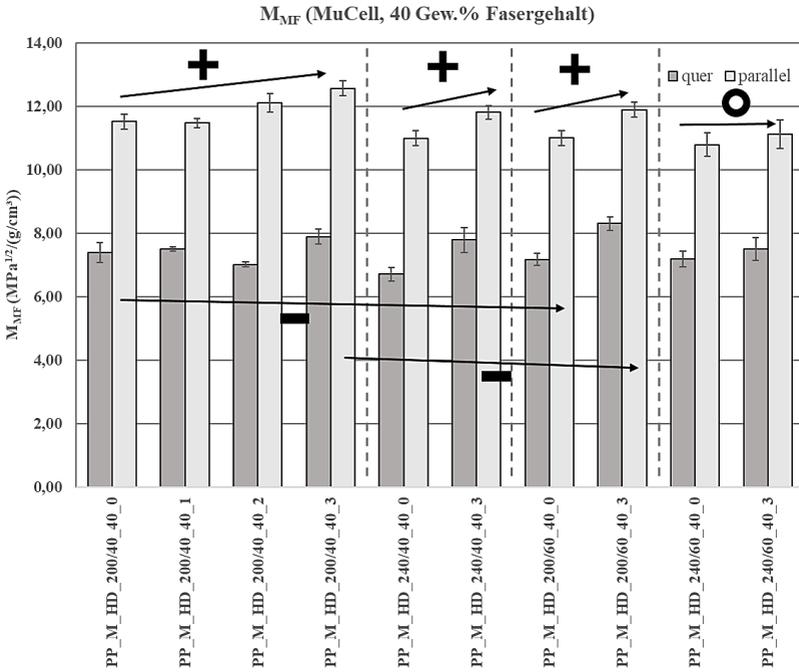


Abbildung 87: M_{MF} für PP im MuCell Verfahren (40 Gew.% Glasfaseranteil)

D-LFT-TSG

Die Werte für M_{BEM} (Materialindex für leichte und steife Platten) von PP im D-LFT-TSG Verfahren geschäumt und mit 30 Gew.% Glasfaseranteil sind in Abbildung 88 dargestellt.

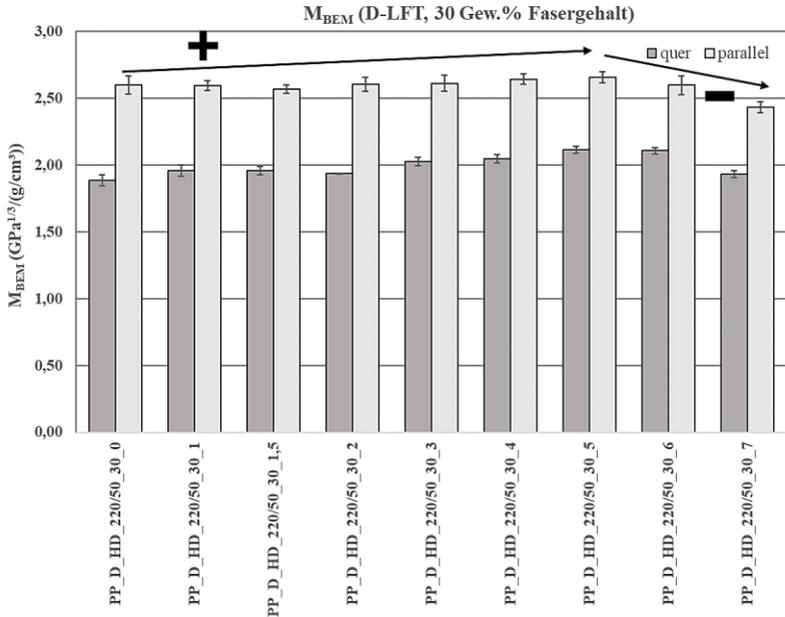


Abbildung 88: M_{BEM} für PP im D-LFT-TSG Verfahren (30 Gew.% Glasfaseranteil)

Bei den Proben mit 30 Gew.% Faserverstärkung ist ein deutlicher Unterschied der Wertebereiche von $\sim 2,5 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ bis $\sim 2,6 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$, bei Proben deren Fasern in die Fließrichtung ausgereichtet sind, und von $\sim 1,8 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ bis $\sim 2,2 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$, bei den Proben quer zur Fließrichtung, zu erkennen. Bis 5 s Verzögerungszeit ist für die Proben „quer“ und „parallel“ ein tendenzieller Anstieg von M_{BEM} zu erkennen, 6 und 7 Sekunden Verzögerungszeit lassen diese Werte dagegen sinken.

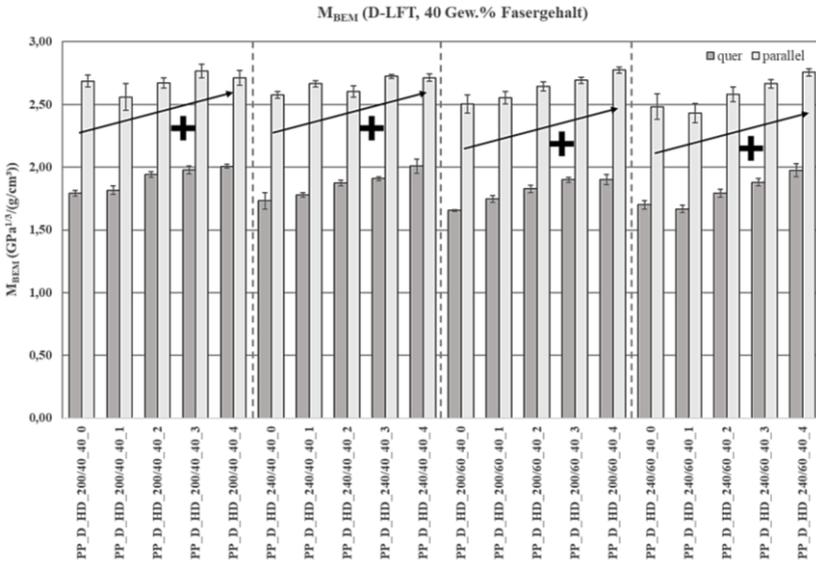


Abbildung 89: M_{BEM} für PP im D-LFT-TSG Verfahren (40 Gew.% Glasfaseranteil)

Eine Erhöhung des Faseranteils auf 40 Gew.% erhöht auch bei einer ausreichend hohen Verzögerungszeit (ab 2 Sekunden) den Wert von M_{BEM} auf etwa 2,7 bis 2,8 GPa^{1/3}/(g/cm³). Die Werte für die quer zur Fließfront ausgerichteten Proben sinkt allerdings auf unter ~ 2 GPa^{1/3}/(g/cm³) und hat seinen Minimalwert bei PP_D_HD_200/60_0 von ~ 1,65 2 GPa^{1/3}/(g/cm³).

Eine Erhöhung der Verzögerungszeit und damit der Deckschichtdicke führt dabei zu einer Erhöhung des Kennwerts aller betrachteter Proben.

Die mit dem D-LFT-TSG Verfahren hergestellten 30 Gew.% glasfaserverstärkten Sandwichstrukturen zeigen wie in Abbildung 90 dargestellt, die Werte des Materialindex für steife und feste Platten M_{MF} . Dabei ist ein deutlicher Unterschied zwischen parallel zur Fließrichtung orientierten (~ 13 MPa^{1/2}/(g/cm³) bis ~ 14,2 MPa^{1/2}/(g/cm³)) und quer dazu (~ 9 MPa^{1/2}/(g/cm³) bis ~ 10,4 MPa^{1/2}/(g/cm³)) erkennbar. Eine Erhöhung der Verzögerungszeit

führt zu einer Erhöhung des Kennwerts der betrachteten Proben mit 30 Gew.% Faserverstärkung bei 220 °C Masstemperatur und 50 °C Werkzeugtemperatur bis zu einer Verzögerungszeit von 5 Sekunden. Bei 7 Sekunden Verzögerungszeit sinken die Werte unter die derer von Proben mit 0 Sekunden sowohl der parallel als auch quer zur Fließrichtung.

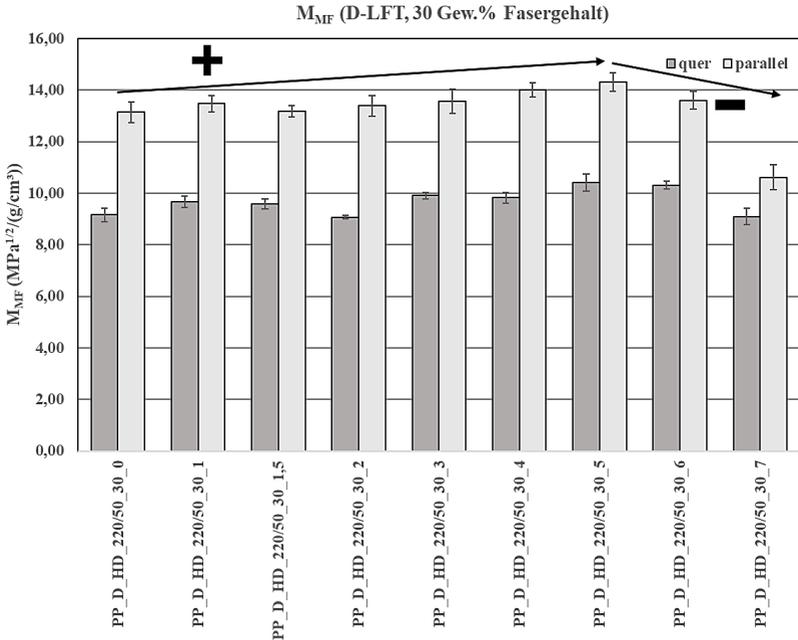
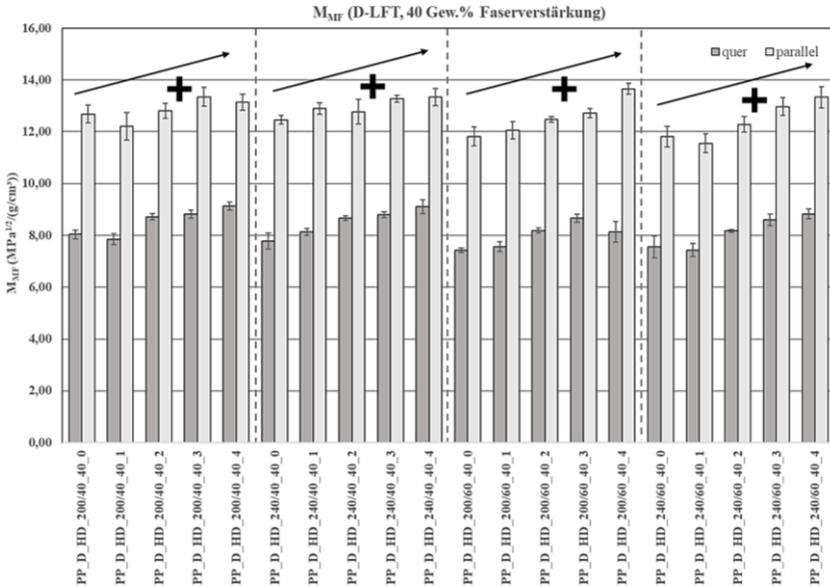


Abbildung 90: M_{MF} für PP im D-LFT-TSG Verfahren (30 Gew.% Glasfaseranteil)

Durch die Faserverstärkung mit 40 Gew.% werden für M_{MF} Werte bis ungefähr 13,8 $\text{MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ parallel zur Fließrichtung und etwa 9 $\text{MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ quer dazu erreicht (siehe Abbildung 91). Die Verzögerungszeit ist wieder der signifikanteste Einflussfaktor auf die Werte, die durch eine Erhöhung derselben deutlich gesteigert werden können.

Abbildung 91: M_{MF} für PP im D-LFT-TSG Verfahren (40 Gew.% Glasfaseranteil)

4.3.1.2 Polyamid 6 (PA6)

Die nachfolgenden gezeigten Ergebnisse zur 4-Punkt Biegeprüfung für PA6 Integralsandwichproben stammen zum Großteil aus den beiden Abschlussarbeiten [164] und [165] und sind für diese Arbeit – was die Darstellungsweise, Interpretation und Einordnung in den Gesamtzusammenhang angeht – angepasst worden.

MuCell

Die Ergebnisse für den Materialindex M_{BEM} teilen sich in unverstärkte (Abbildung 92) und verstärkte (Abbildung 93) Probekörper auf. Bei den unverstärkten Proben ist kein signifikanter Unterschied zwischen den Werten der parallel und quer zur Fließrichtung entnommenen Positionen erkennbar. Auch die Werkzeug- und Massetemperaturen haben keinen nennenswerten Einfluss auf den Materialindex, der bei ungefähr $1,5 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ liegt. Auch die Verzögerungszeit hat keinen signifikanten Einfluss auf M_{BEM} .

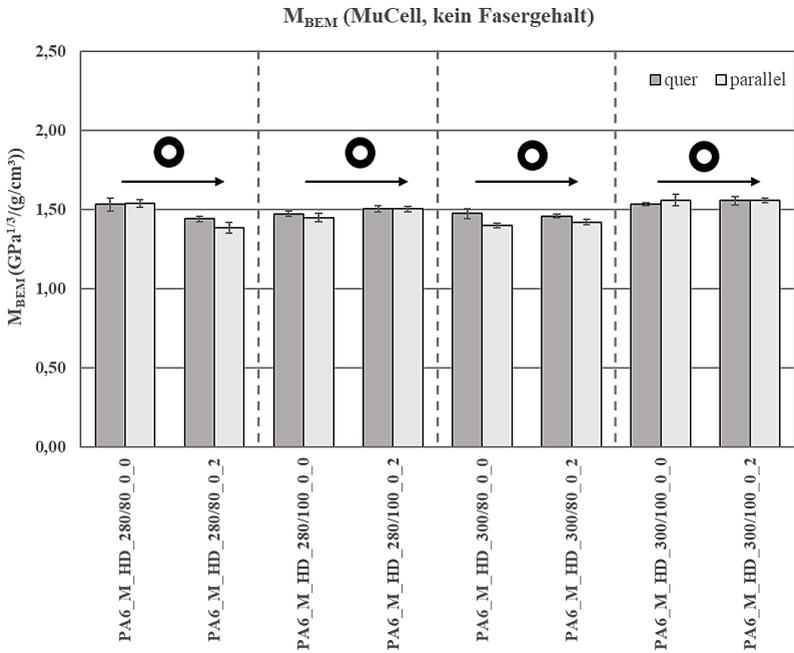


Abbildung 92: M_{BEM} für PA6 im MuCell Verfahren (keine Glasfaseranteil)

Die Sandwichtaufbauten mit PA6 Matrix und mindestens 30 Gew.% Faser-
verstärkung führen zu deutlich steigenden Werten von M_{BEM} für die Proben
in Fließrichtung (siehe Abbildung 93). Eine Erhöhung der Verzögerungszeit
führt zu keiner Erhöhung der spezifischen Biegeeigenschaften, die für alle
Proben mit 30 Gew.% Glasfaseranteil auf demselben Niveau von ~ 2,3 bis
2,4 $\text{GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ parallel zur Fließrichtung und bei etwa 1,6 bis 1,7
 $\text{GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ quer zur Fließrichtung liegen.

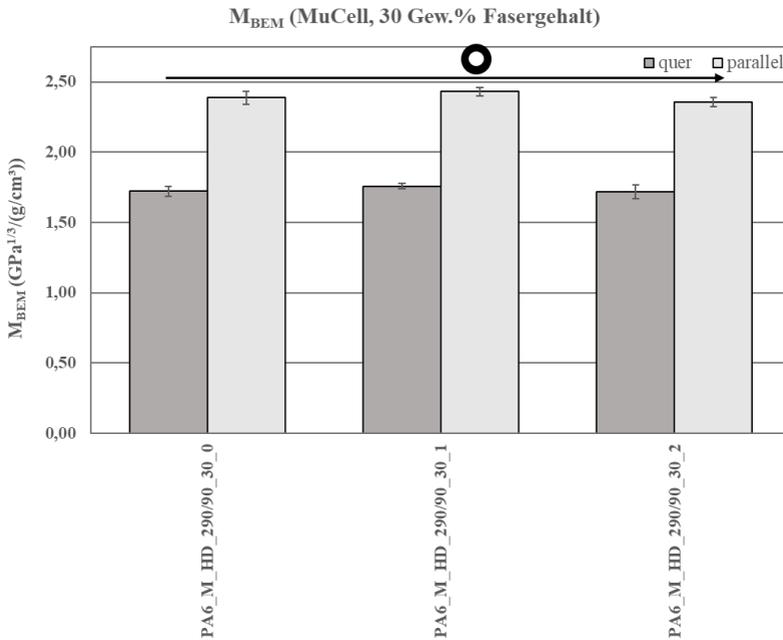


Abbildung 93: M_{BEM} für PA6 im MuCell Verfahren (30 Gew.% Glasfaserteil)

Bei den PA6 Proben mit 40 Gew.% ist im Vergleich zu den 30 Gew.% ein leichtes kein Anstieg der Werte zu verzeichnen (siehe Abbildung 93 und Abbildung 94). Die Werte für M_{BEM} für Proben mit 40 Gew.% Glasfasern liegen dabei bei ~ 1,5 GPa^{1/3}/(g/cm³) bis 1,7 GPa^{1/3}/(g/cm³) (quer) und etwa 2,3 GPa^{1/3}/(g/cm³) bis 2,4 GPa^{1/3}/(g/cm³) (parallel). Weder die Parameter „Massetemperatur“, „Werkzeugtemperatur“ noch die „Verzögerungszeit“ zeigen einen signifikanten Einfluss auf den Materialindex.

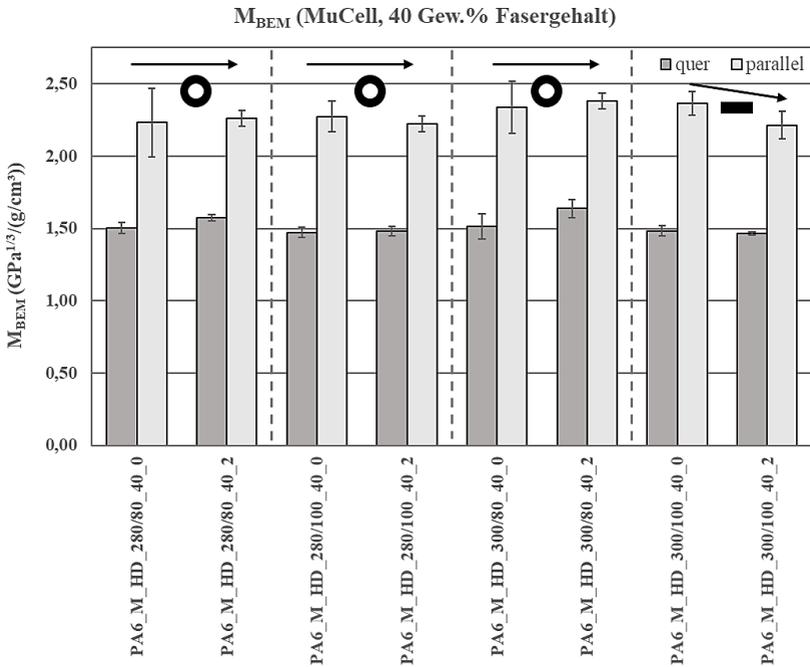


Abbildung 94: M_{BEM} für PA6 im MuCell Verfahren (40 Gew.% Glasfaseranteil)

Die Ergebnisse des Materialindex M_{kD_b} für feste und leichte Platten an unverstärkten PA6 Integralschaumbauteilen sind in Abbildung 95 dargestellt. Bei den Biegeprüfungen der konditionierten PA6 Integralschaumbauteilen wird bei der Spannungs-Dehnungskurve für die unverstärkten kein Maximalwert erreicht, sodass mit dem Ersatzwert bei konventioneller Durchbiegung der Ersatzmaterialindex M_{kD_d} verwendet wird (in den Balkendiagrammen als gestrichelte Linie gekennzeichnet). Diese unverstärkten Proben erreichen Werte von $\sim 6 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ bis $\sim 7 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ (quer und parallel) wobei die Prozessparameter „Massetemperatur“, „Werkzeugtemperatur“ und „Verzögerungszeit“ keinen signifikanten Einfluss haben.

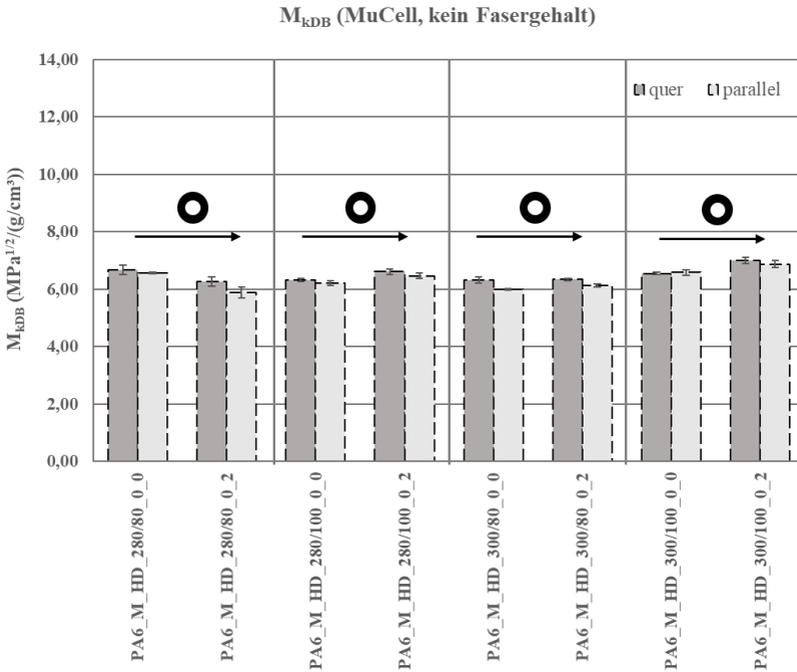


Abbildung 95: M_{kDB} für PA6 im MuCell Verfahren (kein Glasfaseranteil)

Die Materialindizes M_{MF} bzw. M_{kDB} für feste und leichte Platten von 30 Gew.%, konditionierten PA6 Integralschaumbauteilen sind in Abbildung 96 dargestellt. Wie bei den unverstärkten Proben wird bei den Biegeprüfungen der „quer“ orientierten Proben in den Spannungs-Dehnungskurven kein Maximalwert erreicht, sodass auch hier der Ersatzwert bei konventioneller Durchbiegung M_{kDD} verwendet wird. Bei den mit 30 Gew.% faserverstärkten Proben liegen diese Werte (quer) zwischen $\sim 7 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ bis $8 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ und (parallel) zwischen etwa $12,2 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ bis $13 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$. Eine Verzögerungszeiterhöhung von 0 auf 1 Sekunde bewirkt dabei einen Anstieg des Materialindex sowohl quer als auch parallel zur Fließrichtung. Bei 2 Sekunden Verzögerungszeit sinkt der Wert der parallel orientierten Probe auf einen mit der 0 Sekunden Verzögerungszeit hergestell-

ten Probe vergleichbaren Wert ab, wobei die Streuung ansteigt. Der Wert der quer orientierten Probe und 2 Sekunden Verzögerungszeit bleibt auf demselben Niveau wie die Probe mit 1 Sekunde Verzögerungszeit.

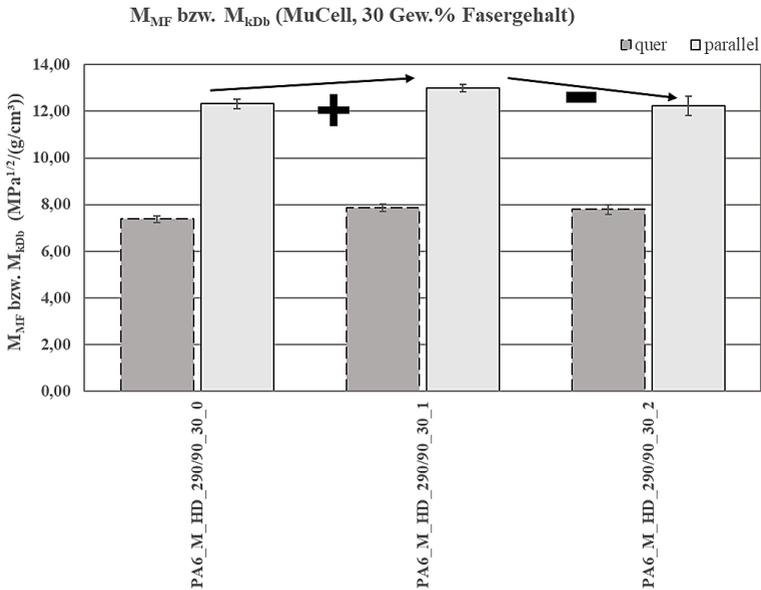


Abbildung 96: M_{MF}/M_{kDb} für PA6 im MuCell (30 Gew.% Glasfaseranteil)

Die mit 40 Gew.% faserverstärkten Proben weisen Werte für M_{MF}/M_{kDb} (quer) zwischen $\sim 6,5 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ bis $7,5 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ und (parallel) zwischen etwa $11,5 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ bis $12,5 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ auf. Die parallel orientierten Proben weisen eine höhere Streuung als die Proben mit 30 Gew.% Glasfaseranteil auf. Auch hier ist keine eindeutige Tendenz der Parameter auf die Werte zu erkennen.

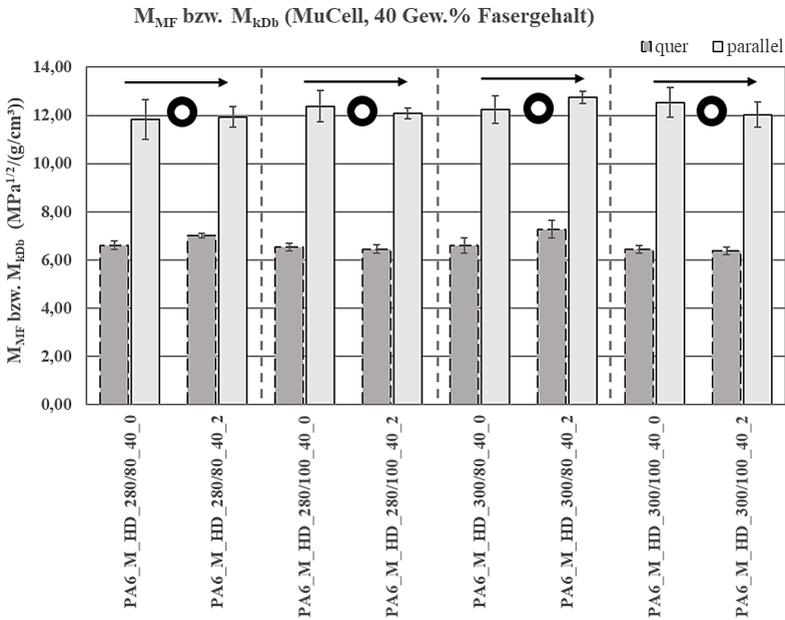


Abbildung 97: M_{MF}/M_{kDb} für PA6 im MuCell (40 Gew.% Glasfaseranteil)

Insgesamt zeigen die Werte für M_{MF}/M_{kDb} für PA6 im MuCell Prozess einen deutlichen Anstieg der Festigkeit durch Glasfaserverstärkung der parallel zur Fließrichtung orientierten Proben von knapp 50%.

D-LFT-TSG

Die Ergebnisse der Proben aus dem D-LFT Verfahren, die nach M_{BEM} für 30 Gew.% und 40 Gew.% Glasfaseranteil aufgetragen sind, stellt Abbildung 98 dar. Wird der Verlauf der Verzögerungszeiten betrachtet, zeigt sich bei niedrigen Massetemperatur und hohen Verzögerungszeiten (4 Sekunden) ein Einbruch des Materialindex in paralleler Probenrichtung. Quer dazu steigt dieser M_{BEM} bei 4 Sekunden Verzögerungszeit weiter an. Eine Erhöhung der Kombination Masse-/Werkzeugtemperatur auf 300 °C bzw. 100 °C zeigt, dass dieser Effekt bei 4 Sekunden Verzögerungszeit verschwindet. Bei Probe PA6_D_HD_300/100_40_4 steigen (in der Reihe mit gleichen Prozesstempe-

aturen) die Werte für M_{BEM} (quer und parallel) weiter an. Alle Werte liegen beim D-LFT-TSG Prozess und PA6 als Matrix unter den Werten von den Vergleichsproben aus dem MuCell Prozess.

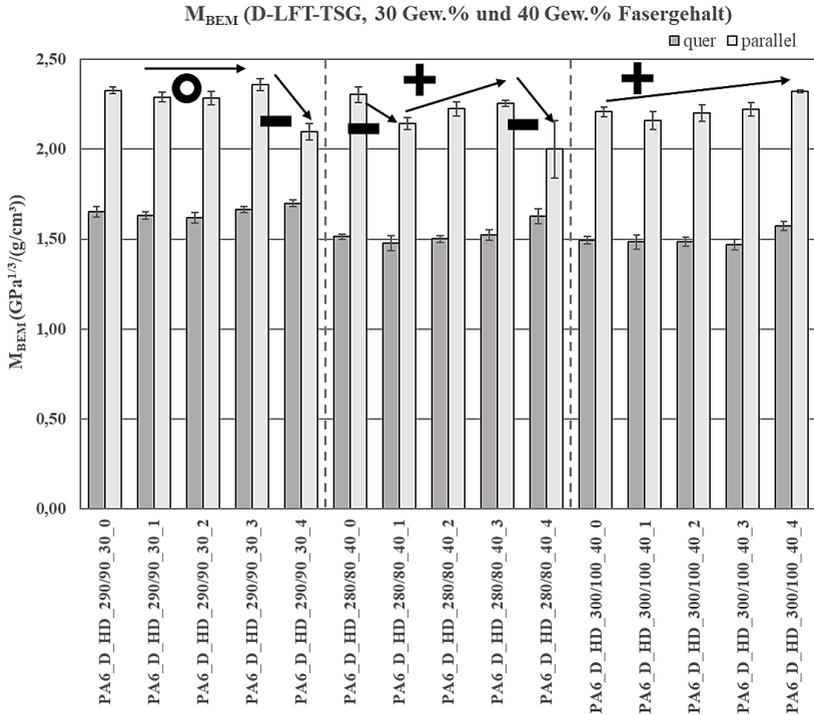


Abbildung 98: M_{BEM} für PA6 im D-LFT-TSG (30 Gew.% bzw. 40 Gew.% Glasfaseranteil)

Für den Materialindex M_{MF} bzw. M_{kDb} (Abbildung 99) zeigt sich ein zum MuCell Prozess vergleichbarer Verlauf. Die Werte der Proben, die quer zur Fließrichtung entnommen wurden, weisen alle kein Maximum der Spannungs-Dehnungskurve auf und sind daher mit dem Ersatzindex M_{kDb} aufgetragen. Durch die Steigerung der Verzögerungszeit ist ein positiver Einfluss auf den Materialindex für feste und leichte Platten zu erzielen. Dabei liegen

die Werte der 40 Gew.% verstärkten Proben im Bereich von ~ 4 $\text{MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ bis $\sim 4,7$ $\text{MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ (quer) und ~ 11 $\text{MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ bis $\sim 12,5$ $\text{MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ für die Proben bis 3 Sekunden Verzögerungszeit. Wie bei M_{BEM} ist bei den Proben niedriger Massetemperatur, 4 Sekunden Verzögerungszeit und parallel zur Fließrichtung orientiert bei beiden Fasergehalten ein Einbruch der Werte auf unter 7 $\text{MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ zu verzeichnen sowie ein Versagen durch interlaminare Scherung zwischen Kern und Deckschicht.

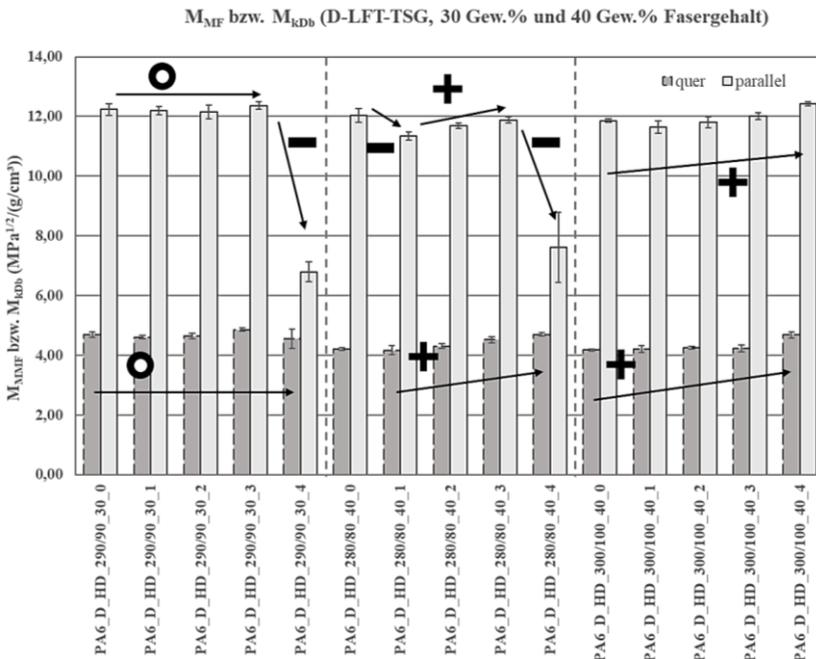


Abbildung 99: $M_{\text{MF}}/M_{\text{kdb}}$ für PA6 im D-LFT-TSG (30 Gew.% bzw. 40 Gew.% Glasfaseranteil)

4.3.1.3 Random Polypropylen (rPP)

Die Proben aus rPP sind mit den Parametern in Kapitel 3.2.4 im D-LFT-TSG Verfahren hergestellt und analog zu den homopolymer PP (hPP) Proben mit

30 Gew.% und 40 Gew.% Glasfaserverstärkt. Als Referenz werden unverstärkte, kompakte 4 mm rPP Proben, konventionell auf einer Engel 60t Spritzgießmaschine mit einer 30 mm Schnecken und Kaltkanalanguss und einem Zugstabwerkzeug verglichen. Bei Masse-/Werkzeugtemperaturen von 240 °C/60 °C und 200 °C/40 °C werden für M_{BEM} Werte¹ von $1,15 \pm 0,007 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ gemessen.

Abbildung 100 auf Seite 192 zeigt dabei alle ermittelten Werte für M_{BEM} der Proben mit 30 Gew.% Faserverstärkung. Dabei ist die Abhängigkeit der Werte von der Verzögerungszeit bei den unterschiedlichen Masse- und Werkzeugtemperaturen erkennbar. Die quer zur Fließrichtung orientierten Proben zeigen dabei Werte von $\sim 1,7 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ bis $2 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ und die parallel orientierten Proben Werte von $\sim 2,3 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ bis $2,6 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$. Damit werden höhere spezifische Werte als bei hPP erreicht.

Für den Materialindex M_{BEM} der 40 Gew.% faserverstärkten und geschäumten Proben sind die Werte mit den zugehörigen Prozessparametern in Abbildung 101 (die auf der übernächsten Seite 193 zu finden ist) dargestellt. Die Wertebereiche liegen dabei mit ungefähr $1,55 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ bis $1,9 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ (quer zur Fließrichtung) und etwa $2,3 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ bis $2,7 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ (parallel zur Fließrichtung) in einem vergleichbaren Bereich wie die rPP Proben mit 30 Gew.% Glasfaseranteil. Der verhältnismäßige Anstieg von M_{BEM} mit der Verzögerungszeit ist dabei ebenfalls tendenziell vergleichbar.

¹ Ermittelt mit denselben Methoden beschrieben in Kapitel 3.4.1.

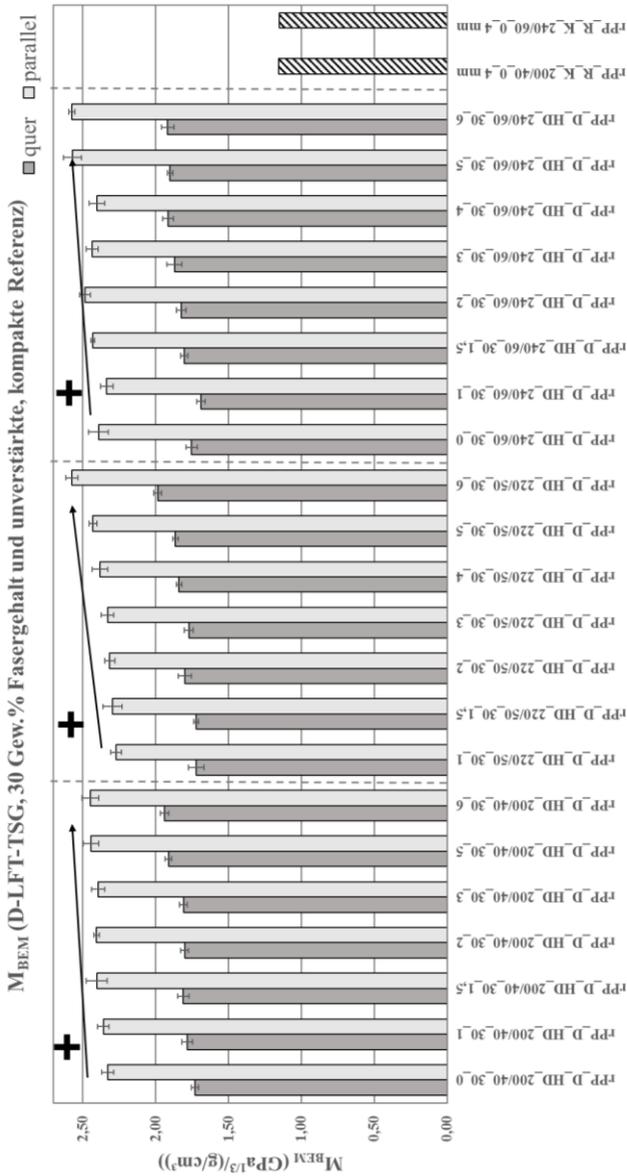
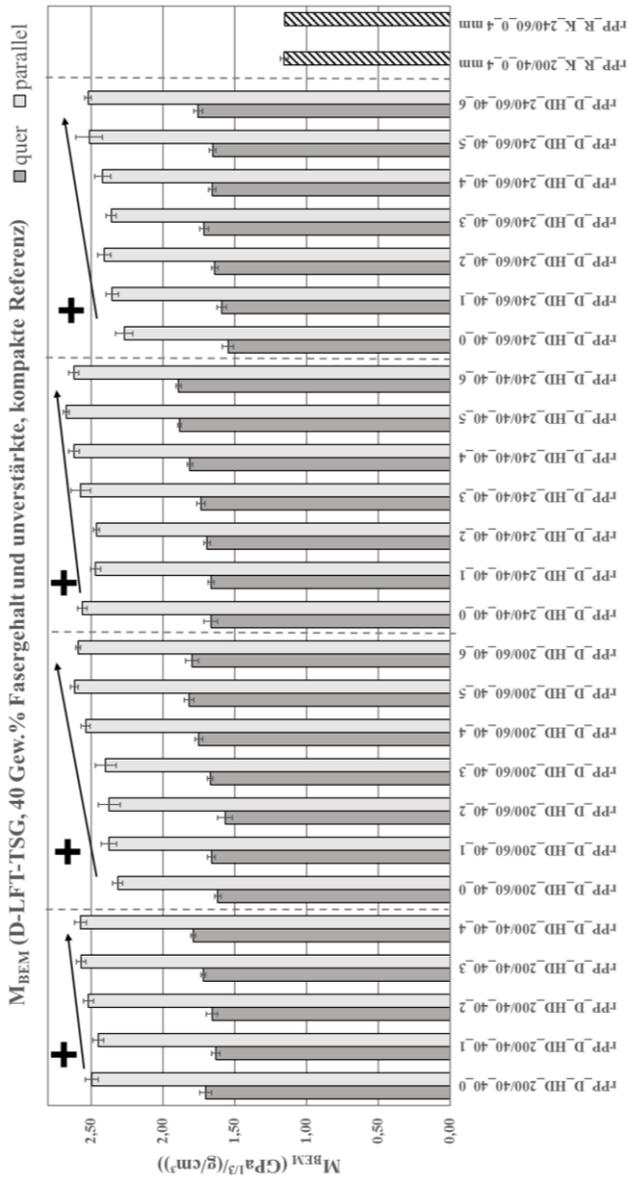


Abbildung 100: M_{BEM} für rPP im D-LFT-TSG Verfahren (30 Gew.% Glasfaseranteil und Ref.)

Abbildung 101: M_{BEM} für rPP im D-LFT-TSG Verfahren (40 Gew.% Glasfaseranteil und Ref.)

Die Ergebnisse der Materialindices M_{MF} bzw. M_{kDb} für feste und leichte Proben aus rPP mit 30 Gew.% Glasfasern sind in Abbildung 102 auf Seite 195 dargestellt. Bei diesen Biegeprüfungen werden bei der Spannungs-Dehnungskurve für alle Proben quer zur Fließrichtung keine Maximalwerte erreicht, sodass mit dem Ersatzwert bei konventioneller Durchbiegung der Ersatzmaterialindex M_{kDd} verwendet wird (in den Balkendiagrammen als gestrichelte Linie gekennzeichnet). Diese quer orientierten Proben erreichen Werte von ungefähr $7 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ bis etwa $8,2 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$. Die parallel orientierten Proben zeigen höhere Werte für M_{MF} von ungefähr $10 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ bis etwa $11,8 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$. Dabei haben die Prozessparameter wie Masse-/Werkzeugtemperatur keinen signifikanten Einfluss. Durch ansteigende Verzögerungszeiten allerdings steigen die Werte tendenziell an, sodass die Maximalwerte auch bei der maximalen Verzögerungszeit (hier: 6 Sekunden) erreicht werden.

Der Übersichtlichkeit halber werden die Ergebnisse der 40 Gew.% glasfaserverstärkten Proben hier beschrieben und auf Seite 196 in Abbildung 103 dargestellt. Auch bei den Querproben mit 40 Gew.% Faserverstärkung wird der Ersatzindex M_{kDb} verwendet und weist Werte von $\sim 6,5 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ bis $\sim 8 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ auf. Die Proben, die parallel zur Fließrichtung orientiert sind, zeigen dabei insgesamt niedrigere Werte für den Materialindex M_{MF} als bei 30 Gew.% Glasfaserverstärkung und liegen im Bereich von etwa $9,5 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ bis ungefähr $11 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$. Diese Grenzen sind für die verschiedenen Masse-/Werkzeugtemperaturkombination sehr ähnlich, die Verzögerungszeit zeigt aufsteigend von 0 s bis 6 s den größten Einfluss auf M_{kDb} bzw. M_{MF} , die dabei ebenfalls signifikant erhöht werden.

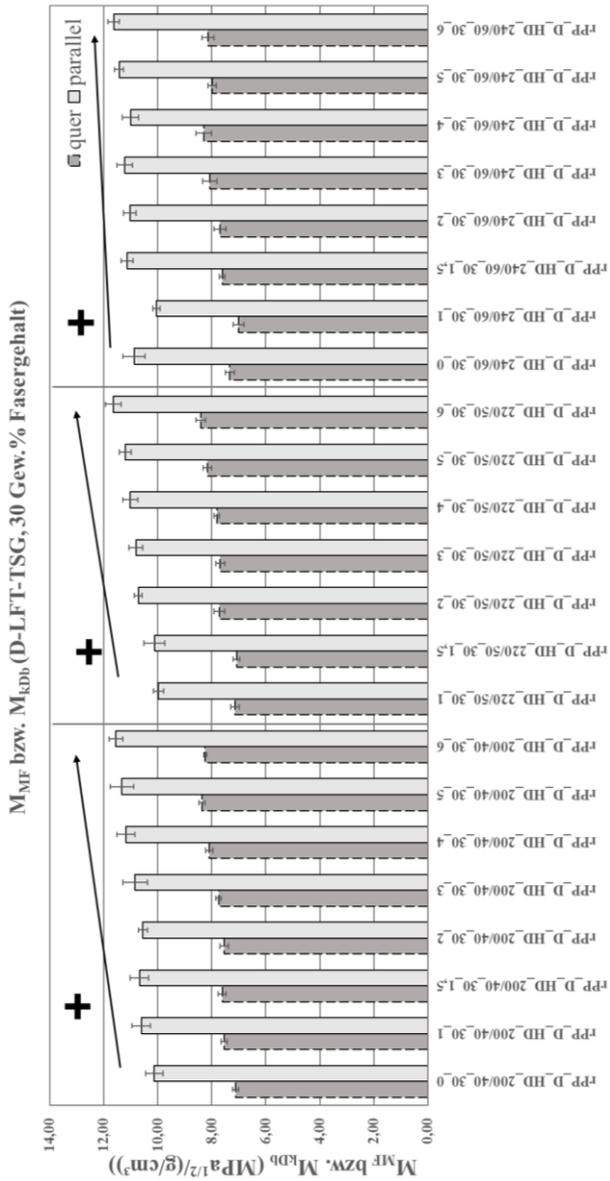


Abbildung 102: M_{MF} bzw. M_{kDb} für rPP im D-LFT-TSG Verfahren (30 Gew.% Glasfaseranteil)

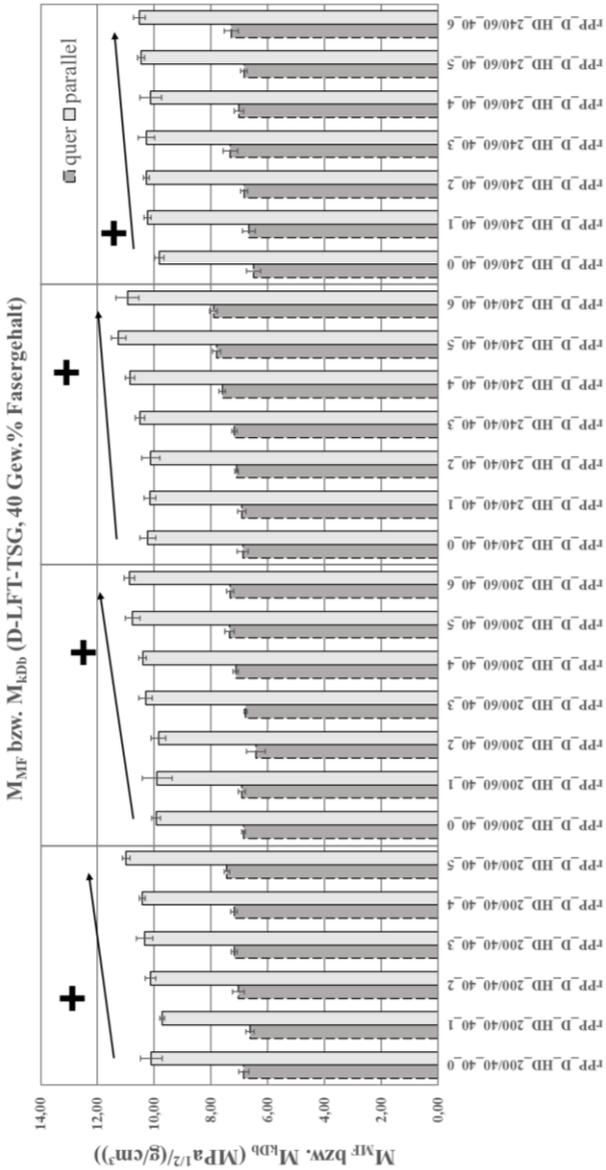


Abbildung 103: M_{MF} bzw. M_{KDb} für rPP im D-LFT-TSG Verfahren (40 Gew.% Glasfaseranteil)

4.3.1.4 Polyphenylensulfid (PPS)

Die Proben aus PPS sind mit den Parametern in Kapitel 3.2.4 im D-LFT-TSG Verfahren hergestellt und ohne bzw. mit 20 Gew.% Faserverstärkung geschäumt worden. Die Werte von M_{BEM} für diese Proben sind zusammen mit den kompakten, unverstärkten 4 mm Referenzproben PPS_D_K_300/130_0 in Abbildung 104 zusammengefasst. Durch die Zugabe von physikalischem Treibmittel und anschließendem Aufschäumen im Hochdruckverfahren wird ein Anstieg des spezifischen Materialindex erreicht. Bei unverstärktem PPS steigen die Werte für M_{BEM} nicht mit der Verzögerungszeit an, sondern bleiben bei ungefähr $1,6 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ (PPS unverstärkt, parallel und quer).

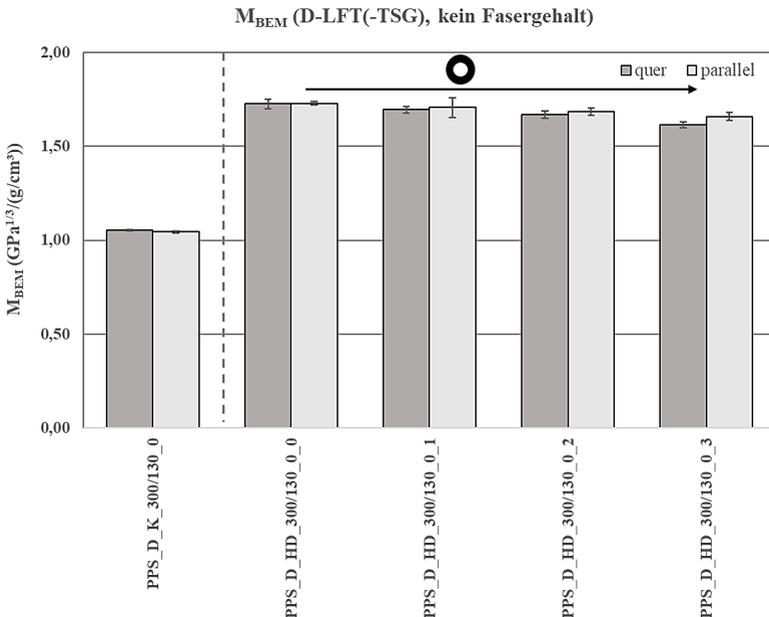


Abbildung 104: M_{BEM} für PPS im D-LFT(-TSG) Verfahren (kein Glasfaseranteil)

Die M_{BEM} Werte der mit 20 Gew.% Glasfaseranteil verstärkten, kompakten Probe PPS_D_K_300/130_20 ist zusammen mit den im D-LFT-TSG geschäumten Proben in Abbildung 105 dargestellt. Dabei erreichen die Werte für M_{BEM} der Proben PPS_D_HD_300/130_20_X unabhängig von der Verzögerungszeit etwa $1,6 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ (quer) bis $2,1 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ (parallel).

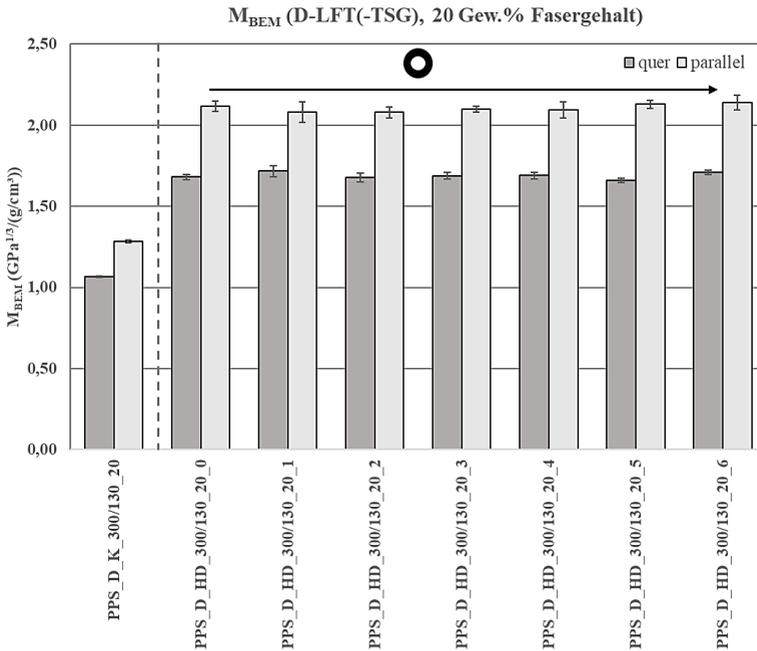


Abbildung 105: M_{BEM} für PPS im D-LFT(-TSG) Verfahren (20 Gew.% Glasfaseranteil)

Für die Ergebnisse der spezifischen Biegefestigkeit (zusammengefasst in M_{MF} bzw. M_{kDb}) zeigt sich ebenfalls eine Stagnation der Werte bezogen auf die Erhöhung der Verzögerungszeit. Die Werte für M_{kDb} liegen bei den geschäumten, unverstärkten Proben sowohl parallel als auch quer zur Fließrichtung im engen Bereich von etwa $8,5 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ bis $9 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$

(siehe Abbildung 106). Auch zeigen die Werte (analog zu M_{BEM}) keine direkte Abhängigkeit zur Verzögerungszeit. Werden die Werte bezogen auf die kompakten, ungeschäumten 4 mm Referenzproben betrachtet, ist eine Erhöhung für M_{kDb} um knapp 41 % für die unverstärkten Proben (quer und parallel) erzielbar.

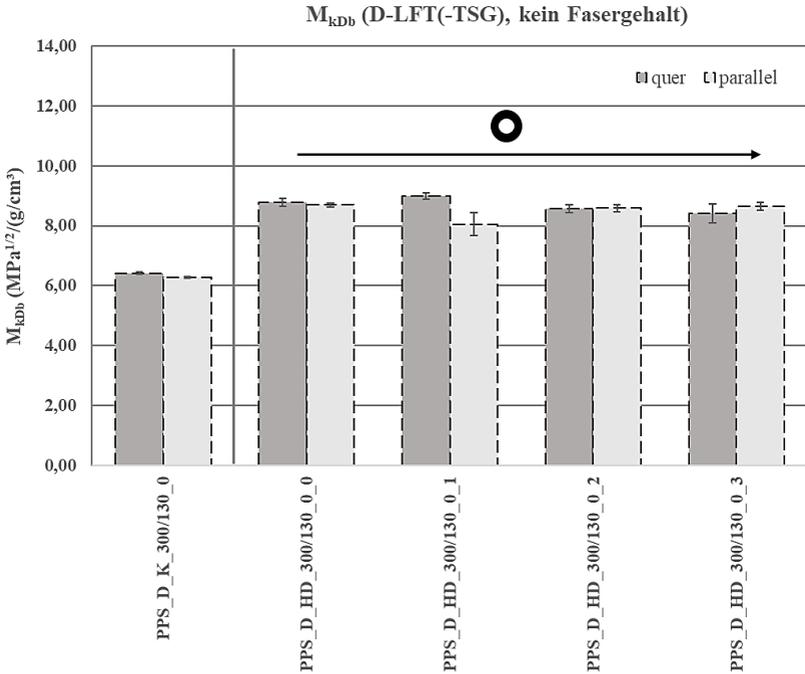


Abbildung 106: M_{kDb} für PPS im D-LFT(-TSG) Verfahren (kein Glasfasergehalt)

Für PPS mit 20 Gew.% Glasfaserverstärkung liegen die Werte für M_{MF} zwischen etwa 9 $MPa^{1/2}/(g/cm^3)$ (quer) bzw. ungefähr 12 $MPa^{1/2}/(g/cm^3)$ (parallel). Dabei ist eine Steigerung bezogen auf die Werte der kompakten, glasfaserverstärkten 4 mm Probe ($M_{kDb} \sim 7 MPa^{1/2}/(g/cm^3)$ (quer) bzw. 9 $MPa^{1/2}/(g/cm^3)$ (parallel)) um knapp 30% für die quer orientierten und ungefähr 35% für die parallel orientierten Proben zu erkennen.

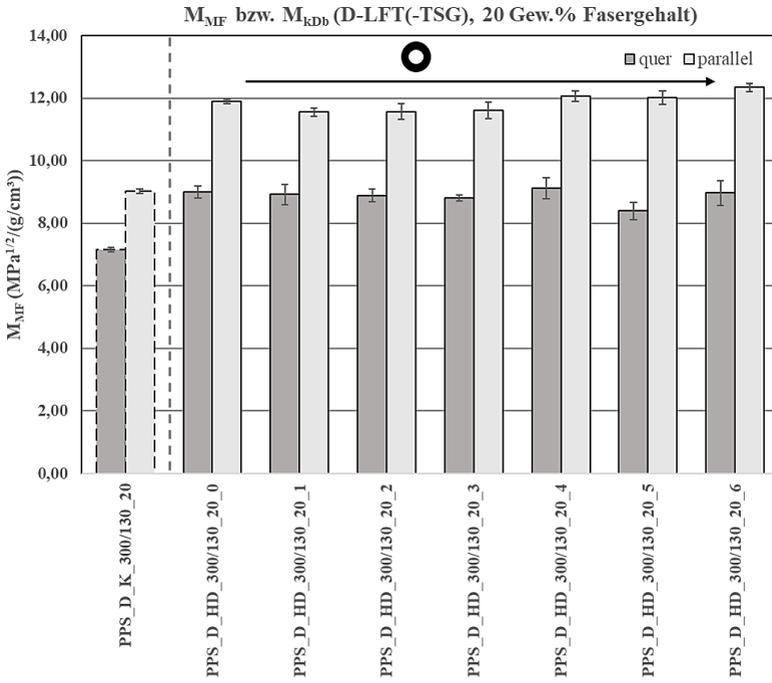


Abbildung 107: M_{MF} / M_{kDb} für PPS im D-LFT(-TSG) Verfahren (20 Gew.% Glasfaseranteil)

4.3.2 Charpy Schlagzähigkeit

Beim Vergleich der im MuCell und D-LFT-TSG Verfahren hergestellten Integralschaumproben wird nach Kapitel 2.5 der Materialindex M_C als Maß für die breitseitige Charpy Schlagzähigkeit bezogen auf die Bauteildichte verwendet.

4.3.2.1 Polypropylen (PP)

Die Ergebnisse für den Materialindex M_C (für leichte und schlagzähe Platten) der bei vergleichbaren Prozessparametern hergestellten PP Proben sind nach dem MuCell Verfahren und dem D-LFT-TSG Verfahren getrennt aufgetragen.

MuCell

Für unverstärkte Integralschäume aus PP im MuCell Verfahren sind die Werte von M_C in Abbildung 108 dargestellt. Die großen Streubalken überlagern die Ergebnisse, sodass kein signifikanter Einfluss der Prozessparameter auf die mechanischen Eigenschaften erkennbar ist. Als Tendenz lässt sich jedoch festhalten, dass die Proben „quer“ zu niedrigeren Werten führen als die Proben „parallel“ zur Fließrichtung. (Wertebereich der Mittelwerte: ~ 10 (kJ/m²)/(g/cm³) bis ~ 15 (kJ/m²)/(g/cm³))

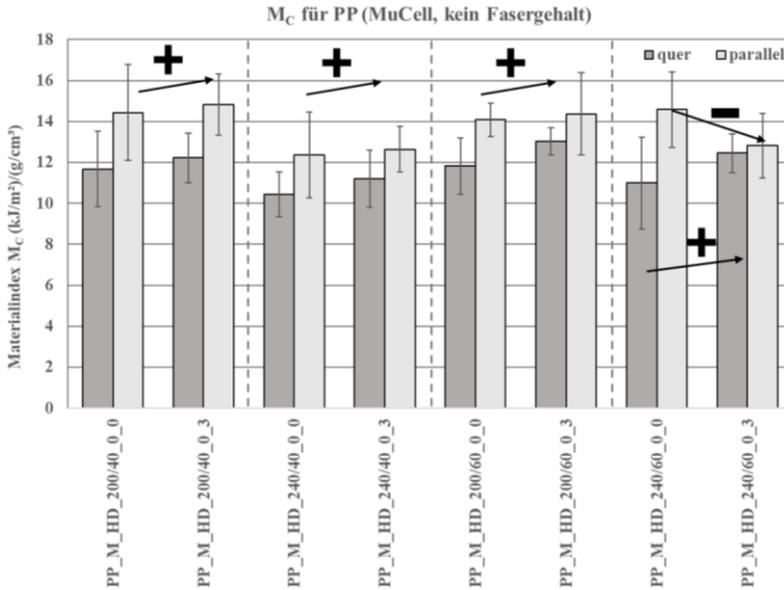


Abbildung 108: M_C für PP im MuCell Verfahren (kein Glasfaseranteil)

Werden Glasfasern zur Verstärkung eingebracht zeigt sich eine deutliche Differenz zwischen den Proben „quer“ und „parallel“ (Abbildung 109). Der Wertebereich von M_C liegt für die erstgenannten von ~ 6 (kJ/m²)/(g/cm³) bis ~ 15 (kJ/m²)/(g/cm³). Dabei zeigt sich, dass eine Erhöhung der Verzögerungszeit zu einer Erhöhung des Materialindex führt, was bei den Proben PP_M_HD_200/60_40_0 und PP_M_HD_200/60_40_3 besonders deutlich wird. Eine Erhöhung des Fasergehaltes und der Massetemperatur verringert dabei die Mittelwerte von M_C .

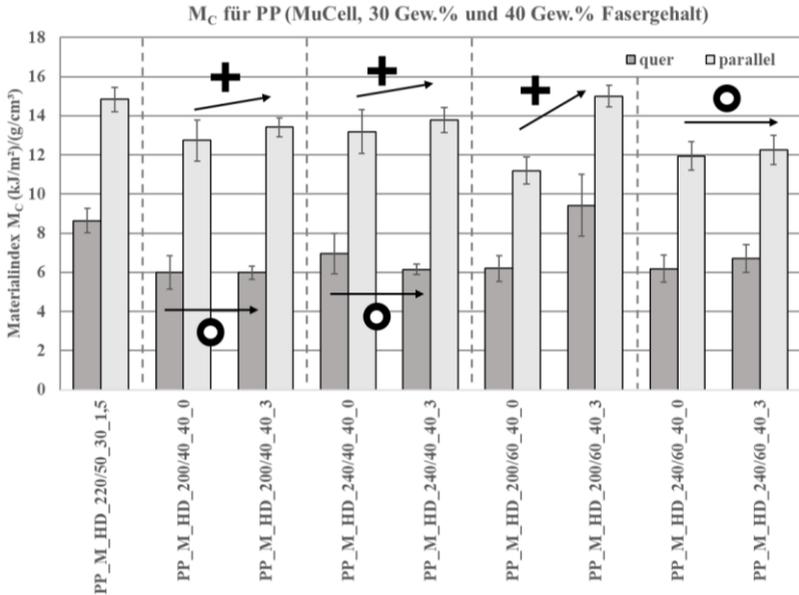


Abbildung 109: M_C für PP im MuCell Verfahren (30 Gew.% und 40 Gew.% Glasfaseranteil)

D-LFT-TSG

Auch für die mit 30 Gew.% und 40 Gew.% Glasfasern im D-LFT-TSG Prozess verstärkten Proben aus PP sind die Probenorientierung und die Verzögerungszeit wichtige Einflussparameter auf den spezifischen Materialindex. Die Ergebnisse hierzu sind in Abbildung 110 zusammengefasst. Die Werte für die Proben quer zur Fließrichtung der Schmelze liegen dabei im Bereich von ~ 6 (kJ/m²)/(g/cm³) bis ~ 13 (kJ/m²)/(g/cm³) und decken damit ungefähr den Wertebereich der gesamten MuCell Proben ab. Die Proben aus dem D-LFT-TSG Prozess, die parallel zur Fließrichtung orientiert sind, haben wesentlich höhere Werte im Bereich von ~ 17 (kJ/m²)/(g/cm³) bis ~ 24 (kJ/m²)/(g/cm³), abhängig von der Verzögerungszeit und den Masse-/Werkzeugtemperaturen.

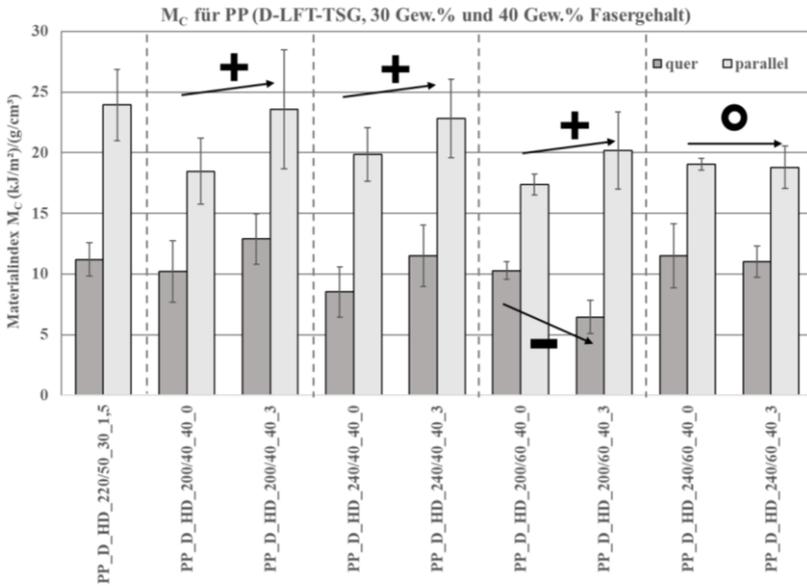


Abbildung 110: M_C für PP im D-LFT-TSG (30 Gew.% und 40 Gew.% Glasfaseranteil)

4.3.2.2 Polyamid 6 (PA6)

Die Ergebnisse für die spezifische Charpy Schlagzähigkeit bei einem breitseitigen Schlag sind für die PA6 Integralsandwichproben bei vergleichbaren Prozessparametern nach MuCell und D-LFT-TSG Verfahren getrennt aufgetragen.

MuCell

Die konditionierten und anschließend geprüften, unverstärkten Proben aus PA6 werden bei der Charpy Schlagzähigkeitsprüfung alle durch die Aufnahmevorrichtung gezogen und brechen nicht durch. Daher sind die Werte für die Schlagzähigkeit, die in Abbildung 111 dargestellt sind, nicht direkt mit den übrigen Werten der verstärkten Proben (die gebrochen sind) vergleichbar. Es lässt sich allerdings ableiten, dass die Erhöhung der Verzögerungszeit von 0 auf 2 Sekunden ein – außer bei der Kombination niedrige Massetempe-

aturen/Werkzeugtemperaturen – führt tendenziell zu einem Anstieg der Werte sowohl parallel als auch quer zur Fließrichtung.

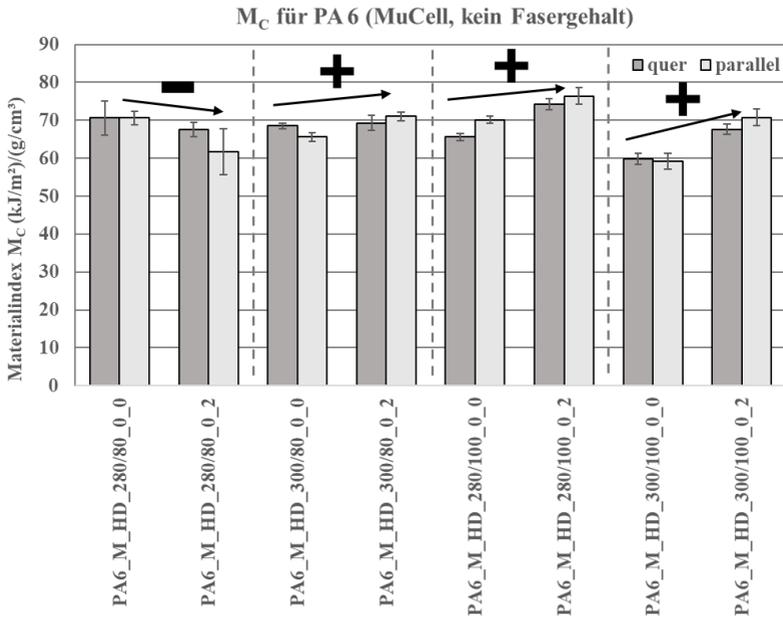


Abbildung 111: M_C für PA6 im MuCell (kein Glasfaseranteil)

Die Ergebnisse der MuCell Proben mit 30 Gew.% bzw. 40 Gew.% Faserverstärkung sind in Abbildung 112 dargestellt. Diese Proben sind normgerecht gebrochen und liefern damit vergleichbare Materialindexwerte. Dabei zeigt sich, dass die Werte für die Proben parallel zur Fließrichtung – abhängig von den anderen Prozessparametern – tendenziell unter den Werten zu den zugehörigen Proben quer zur Fließrichtung liegen. Bei einer Werkzeugtemperatur von 80 °C (z.B. die beiden Proben PA6_M_280/80_40_0 und PA6_M_300/80_40_2) zeigt sich dieser Effekt besonders deutlich. Der Vergleich von Proben unterschiedlicher Verzögerungszeiten (z.B. PA6_M_300/80_40_0 und PA6_M_300/80_40_2) zeigt, dass eine Erhöhung

der Verzögerungszeit bei niedrigen Werkzeugtemperaturen zu niedrigeren Werten des Materialindex für die quer orientierten Proben führt. Die Werte der parallel entnommenen Proben bleiben dabei nahezu gleich.

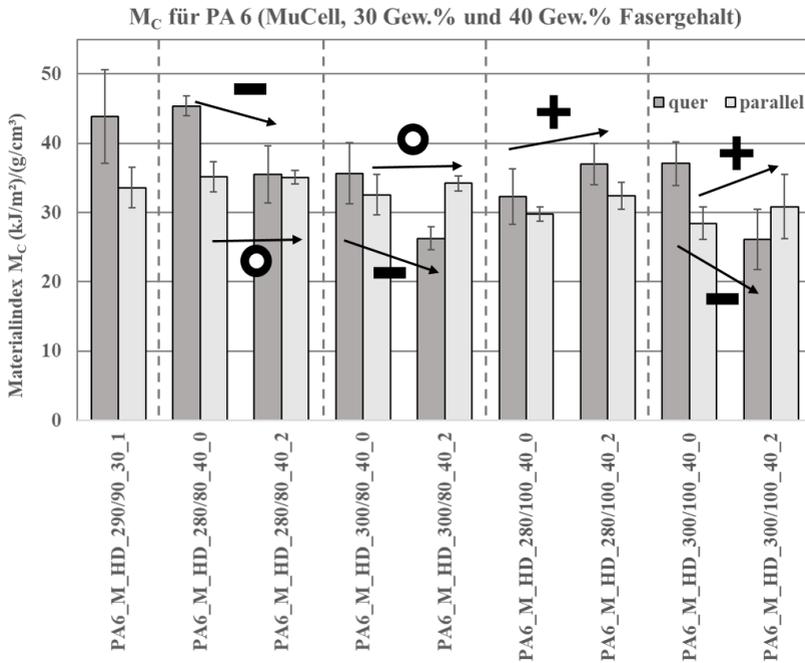


Abbildung 112: M_C für PA6 im MuCell (30 Gew.% und 40 Gew.% Glasfaseranteil)

D-LFT-TSG

Wie für die oben gezeigten MuCell Proben sind auch für die mit 30 Gew.% und 40 Gew.% im D-LFT-TSG Prozess mit Glasfasern verstärkten Proben aus PA6 die Probenorientierung und die Verzögerungszeit wichtige Einflussparameter auf M_C . Allerdings zeigt sich hier (Abbildung 113) eine andere Ausprägung. Die Proben parallel zur Fließrichtung weisen signifikant höhere Werte als die senkrecht dazu auf und eine Erhöhung der Verzögerungszeit führt für die parallel orientierten Proben zu einem signifikanten Anstieg des

Materialindex. Für die quer orientierten Proben zeigt sich die selbe Tendenz. Die Werte liegen zwischen $\sim 30 \text{ (kJ/m}^2\text{)/(g/cm}^3\text{)}$ bis $40 \text{ (kJ/m}^2\text{)/(g/cm}^3\text{)}$ für die parallel orientierten Proben und von ungefähr $15 \text{ (kJ/m}^2\text{)/(g/cm}^3\text{)}$ bis etwa $27 \text{ (kJ/m}^2\text{)/(g/cm}^3\text{)}$ für die quer orientierten Proben.

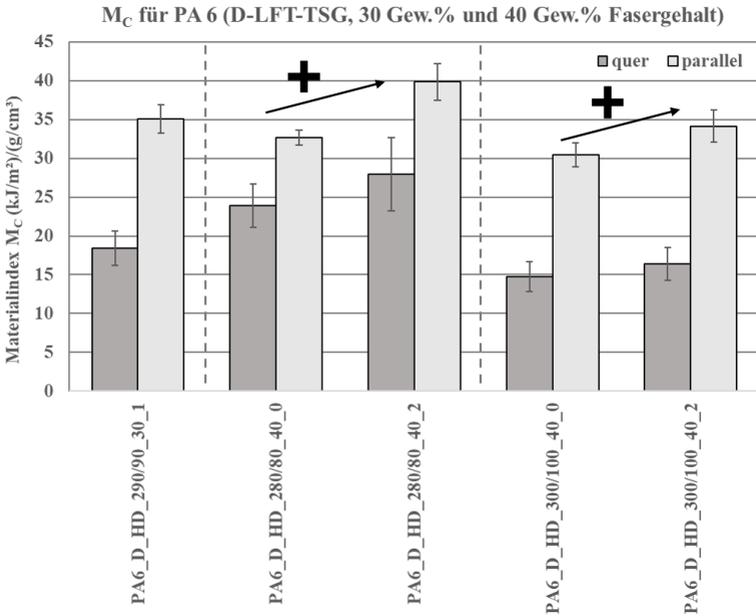


Abbildung 113: M_C für PA6 im D-LFT-TSG (30 Gew.% und 40 Gew.% Glasfaseranteil)

4.3.2.3 Random Polypropylen (rPP)

Für die Untersuchung der Charpy-Schlagzähigkeit an langglasfaserverstärkten random PP Integralsandwichproben werden verschiedene repräsentative Parametersätze ausgewählt und die Ergebnisse zu M_C in Abbildung 114 (für rPP/LGF30) und Abbildung 115 (für rPP/LGF40) dargestellt. Wieder zeigt sich in den Ergebnissen eine Abhängigkeit der Probenentnahmeorientierung, wobei die parallelen orientierten Proben höhere Werte liefern als die senkrecht zur Fließrichtung orientieren. Für niedrige Massetemperaturen (bis 220

°C) und bei Proben mit 30 Gew.% sinken die Werte von M_C bis zu einer Verzögerungszeit von 3 Sekunden zunächst tendenziell ab, steigen für 6 Sekunden dann aber wieder an. Bei hohen Werkzeugtemperaturen steigen die Werte ausgehend von 0 Sekunden Verzögerungszeit bis 3 Sekunden an, der Wert für 6 Sekunden liegt sowohl quer als auch parallel unter dem Ausgangswert. Der übergreifende Wertebereich liegt bei den im D-LFT-TSG Verfahren hergestellten rPP/LGF30 Proben zwischen $\sim 11,5 \text{ (kJ/m}^2\text{)/(g/cm}^3\text{)}$ bis $\sim 16 \text{ (kJ/m}^2\text{)/(g/cm}^3\text{)}$ für die Orientierung quer zur Fließrichtung und zwischen $\sim 14,5 \text{ (kJ/m}^2\text{)/(g/cm}^3\text{)}$ bis $\sim 22 \text{ (kJ/m}^2\text{)/(g/cm}^3\text{)}$ parallel dazu.

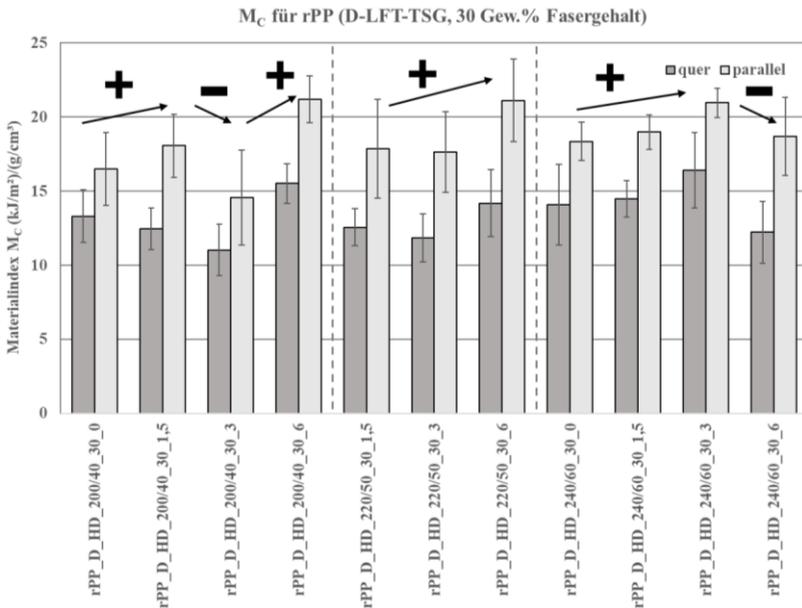


Abbildung 114: M_C für rPP im D-LFT-TSG Verfahren (30 Gew.% Glasfaseranteil)

Wird der Fasergewichtsanteil auf 40 Gew.% erhöht, so sinken die Werte für die „quer“ liegenden Proben auf $\sim 7 \text{ (kJ/m}^2\text{)/(g/cm}^3\text{)}$ bis $16 \text{ (kJ/m}^2\text{)/(g/cm}^3\text{)}$ und steigt für die „parallel“ liegenden Proben auf $\sim 15 \text{ (kJ/m}^2\text{)/(g/cm}^3\text{)}$ bis \sim

26 (kJ/m²)/(g/cm³). Bei niedrigen Massetemperaturen sind dabei die erreichbaren Werte geringer als bei hohen Massetemperaturen.

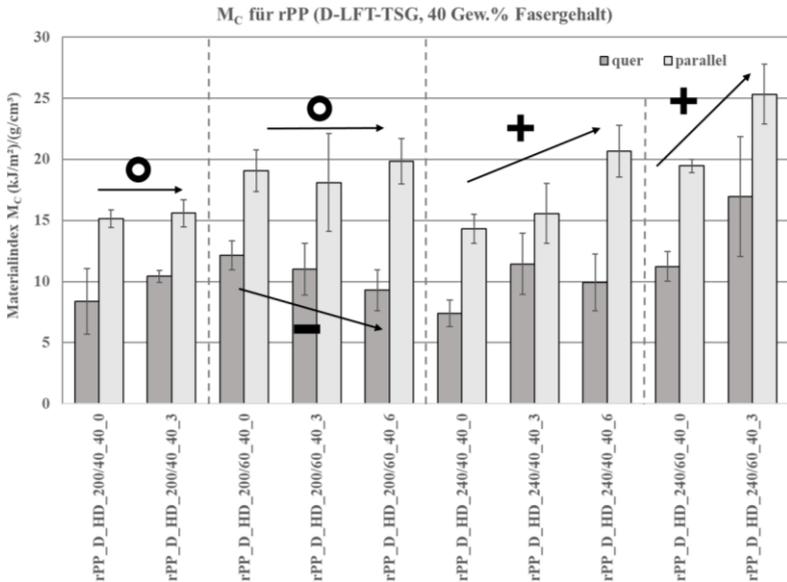


Abbildung 115: M_C für rPP im D-LFT-TSG Verfahren (40 Gew.% Glasfaseranteil)

4.3.2.4 Polyphenylensulfid (PPS)

Die Proben mit PPS Matrix sind einerseits ohne Faserverstärkung geschäumt und andererseits mit 20 Gew.% Glasfasern im D-LFT-TSG Verfahren verstärkt zu Integralschaumbauteilen geschäumt. Als Referenz werden 4 mm ungeschäumte, kompakte Proben mit und ohne Glasfaseranteil hergestellt im selben Prozess (D-LFT) hergestellt. Die Ergebnisse zum Materialindex M_C sind für diese Proben in Abbildung 116 dargestellt.

Die unverstärkten, ungeschäumten PPS Proben PPS_D_K_300/130_0_4mm werden bei der Charpy-Schlagzähigkeitsprüfung durch die Aufnahme gezogen und die Werte sind nicht direkt mit den übrigen zu vergleichen.

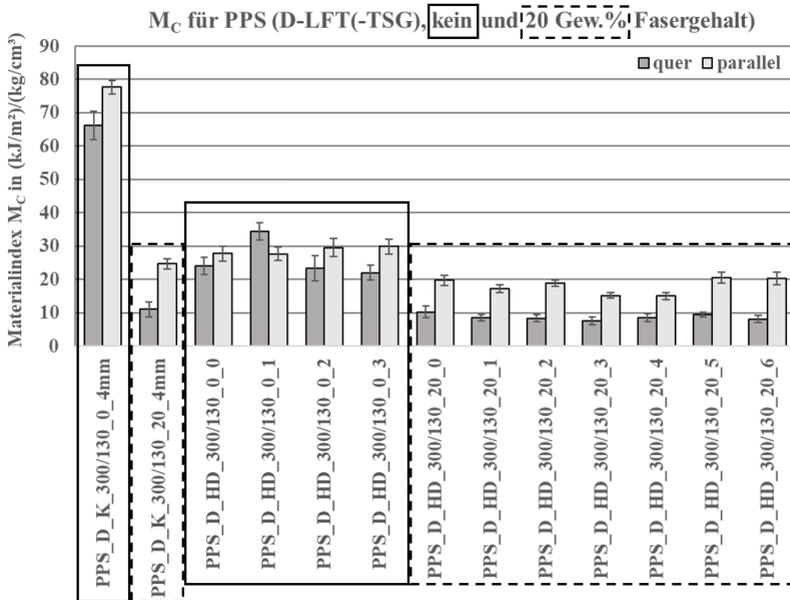


Abbildung 116: M_C für PPS im D-LFT-TSG Verfahren (kein und 20 Gew.% Glasfaseranteil)

Für die geschäumten, unverstärkten Proben zeigt sich, dass eine Erhöhung der Verzögerungszeit und die Probenentnahmerichtung kaum Einfluss auf die Werte von M_C hat. Diese liegen im Bereich von ungefähr 25 $(\text{kJ/m}^2)/(\text{g/cm}^3)$ bis etwa 33 $(\text{kJ/m}^2)/(\text{g/cm}^3)$.

Werden der PPS Matrix 20 Gew.% Glasfasern hinzugefügt reduzieren sich die Kennwerte auf ~ 11 $(\text{kJ/m}^2)/(\text{g/cm}^3)$ (PPS_D_K_300/130_20_4mm, quer) bis zirka 25 $(\text{kJ/m}^2)/(\text{g/cm}^3)$ (PPS_D_K_300/130_20_4mm, parallel). Durch eine Dichtereduktion mit Hilfe des Hochdruckschäumverfahrens werden die spezifischen Eigenschaften dieses PPS/LGF20 Materialsystems nicht wieder angehoben und bleiben über alle Verzögerungszeiten von 0 bis 6 Sekunden im Wertebereich von etwa 7,5 $(\text{kJ/m}^2)/(\text{g/cm}^3)$ bis 10 $(\text{kJ/m}^2)/(\text{g/cm}^3)$ (quer) und ungefähr 15 $(\text{kJ/m}^2)/(\text{g/cm}^3)$ bis 20 $(\text{kJ/m}^2)/(\text{g/cm}^3)$ (parallel).

4.4 Abgleich mit Differentialbauweise

Die Ergebnisse der nach den Parametern und Prozessen aus Kapitel 3.2.5 in Differentialbauweise hergestellten Sandwichaufbauten werden in diesem Kapitel dargestellt. Abbildung 117 zeigt dabei die geschliffenen Querschnitte sowie Vergrößerungen des Randschichtbereichs der Proben aus Polyamid 6, die im Niederdruckverfahren geschäumt wurden. Die Probe PA6_M_ND_290/80_0_0_Tape_DV_470 hat im Vergleich zu Probe PA6_M_ND_290/80_0_0_Tape_DV_510 ein geringeres Dosier- und damit Schussvolumen um 40 cm^3 . Hergestellt wurden diese Bauteile in Anlehnung an das Verfahren aus [64] allerdings ohne ein vorheriges Aufheizen der einzeln eingeklebten UD-Tapedeckschichten.

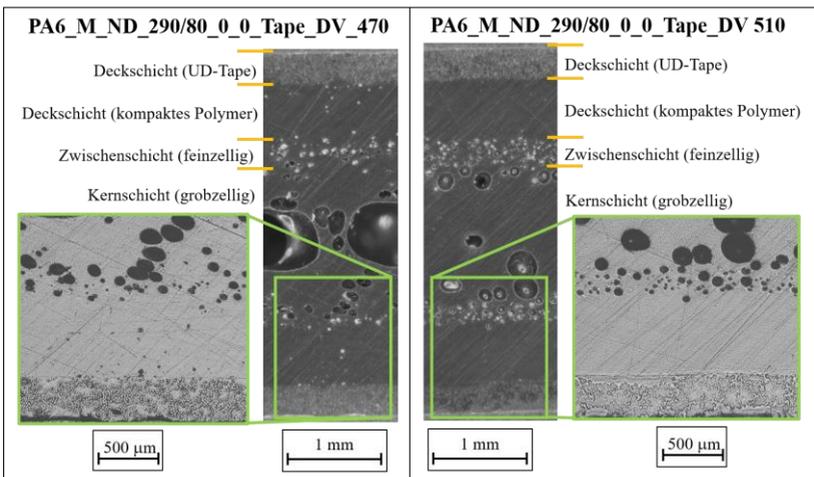


Abbildung 117: Schlibilder vom Querschnitt der PA6 Proben in Differentialbauweise

Bei beiden Proben ist deutlich ein siebenschichtiger, symmetrischer Aufbau zu erkennen. Außen liegen die faserverstärkten UD-Tapegelege (Faserorientierung in Fließrichtung bzw. Bildebene), gefolgt von einer kompakten Schicht aus unverstärktem Polymer. Da beim Niederdruckverfahren keine

Verzögerungszeit bzw. kein Präzisionsöffnungsschritt vorhanden ist, stellt sich diese zweite, unverstärkte Deckschicht durch das Abkühlen des Polymer an der Werkzeugwand, durch die dünne Tapeschicht hindurch, ein. Danach kommt eine Zwischenschicht mit feinen Zellen. Die Struktur der mittleren Kernschicht hängt stark vom Einspritzvolumen ab. Bei Probe PA6_M_ND_290/80_0_0_Tape_DV_470 (Abbildung 117, links) ist dieser Kern deutlich von großen Schaumzellen bestimmt, wohingegen bei PA6_M_ND_290/80_0_0_Tape_DV_510 (Abbildung 117, rechts) einen feinporigeren Aufbau mit weniger Zellen in der Mitte zeigt.

Für Polypropylen als Materialsystem stellt sich ein fünfschichtiger Aufbau dar (Abbildung 118). Bei Probe PP_M_ND_240/70_0_0_Tape, die im Niederdruckverfahren hergestellt wurde, zeigt sich dabei ein deutlicher Unterschied zu Probe PP_M_HD_240/70_0_0_Tape, die im Hochdruckverfahren hergestellt wurde. Bei letzter bildet sich eine breite und gleichmäßig geschäumte Kernstruktur aus (Abbildung 118, rechts) und die unidirektionale Faserverstärkung ist deutlich im oberen Bildbereich zu erkennen. Die im Niederdruckverfahren gefertigte repräsentative Probe zeigt eine ungleichmäßige Schaumstruktur mit einer großen Blase in der Mitte sowie eine deutlich dickere Deckschicht bestehend aus UD-Tape und erstarrter PP Matrix. Die Deckschichtdicken bestehend aus einem Anteil an faserverstärktem Tape und dem erstarrten, unverstärkten Polymeranteil und haben eine Gesamtdicke von ungefähr $1,7 \pm 0,1$ mm für PP_M_ND_240/70_0_0_Tape (k-Verhältnis: 0,16) und $0,18 \pm 0,01$ mm für PP_M_HD_240/70_0_0_Tape (k-Verhältnis: 0,91).

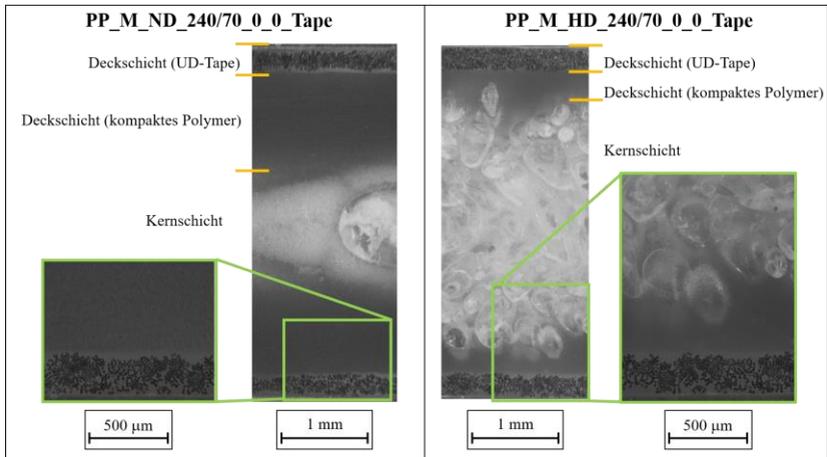


Abbildung 118: Schlifffbilder vom Querschnitt der PP Proben in Differentialbauweise

Die resultierenden Ergebnisse zu den mechanischen Eigenschaften der in Differentialbauweise hergestellten Proben samt zugehöriger exemplarischer Vergleichswerte der Integralschaumproben sind in Abbildung 119 für den Materialindex M_{BEM} dargestellt. Bei den Prozessvarianten SVK, HP und dem unverstärkten Extrusionsschaumkern wurden lediglich die parallel zur Faserorientierung in der Deckschicht orientierten Proben hergestellt und geprüft. Dabei erreichen die PA6 Proben, die differential im Niederdruckverfahren hergestellt wurden Werte von $\sim 2 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$. Diese Werte liegen dabei unter den Werten der PA6 Proben, die integral im Hochdruckverfahren im MuCell bzw. D-LFT-TSG Prozess hergestellt wurden, welche Werte von $\sim 2,4 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ (parallel) und $\sim 1,7 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ (quer) erreichen (siehe auch Kapitel 4.3.2.2).

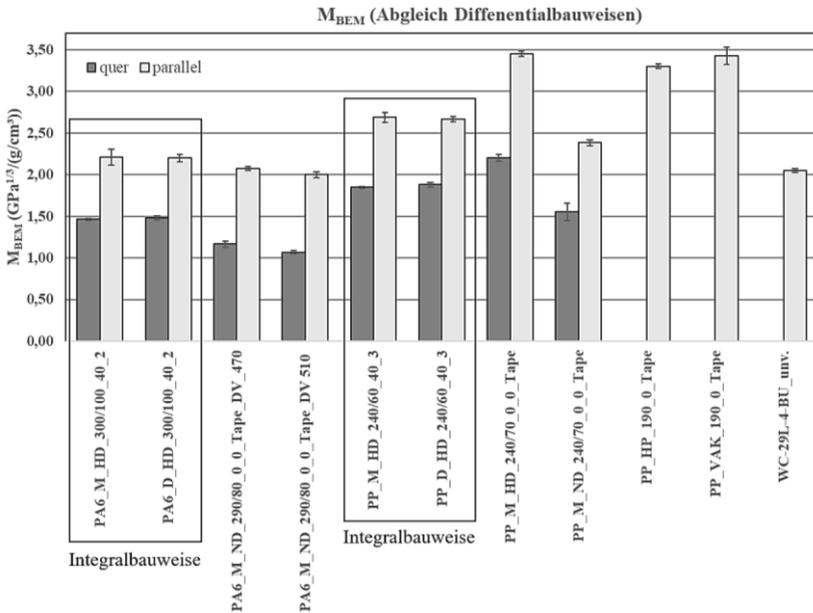


Abbildung 119: Abgleich M_{BEM} für Proben in Differential-/Integralbauweisen

Weiterhin übertrifft der Mittelwert des im Hochdruckverfahren geschäumten und differential mit UD Tape verstärkten PP den Wert von M_{BEM} des im Niederdruckverfahren geschäumten, UD verstärkten PP signifikant. Durch die höhere Dichtereduktion des Hochdruckverfahrens steigt der Materialindex M_{BEM} sowohl parallel als auch quer.

Abbildung 120 zeigt die Kennwerte M_{MF} bzw. M_{kDb} für leichte und feste Platten. Diese Werte werden, wie bei den Integralbauteilen, mittels 4-Punkt Biegung bestimmt und nach Kapitel 3.4.1 in ihre Versagensart unterteilt. Dabei liegen die Kennwerte für den Materialindex der Integralschaumbauteile für PA6 über den Werten der Integralschaumbauweise. Die Prozessvariante D-LFT-TSG zeigt bei PP, wie in Kapitel 4.3.1 dargestellt, dabei höher Werte als der MuCell Prozess. Die endlosfaserverstärkten Differentialbautei-

le weisen, wie bei M_{BEM} , höhere Werte in die parallele Orientierung auf. Die Fasern sind dabei in der Deckschicht unidirektional ausgerichtet.

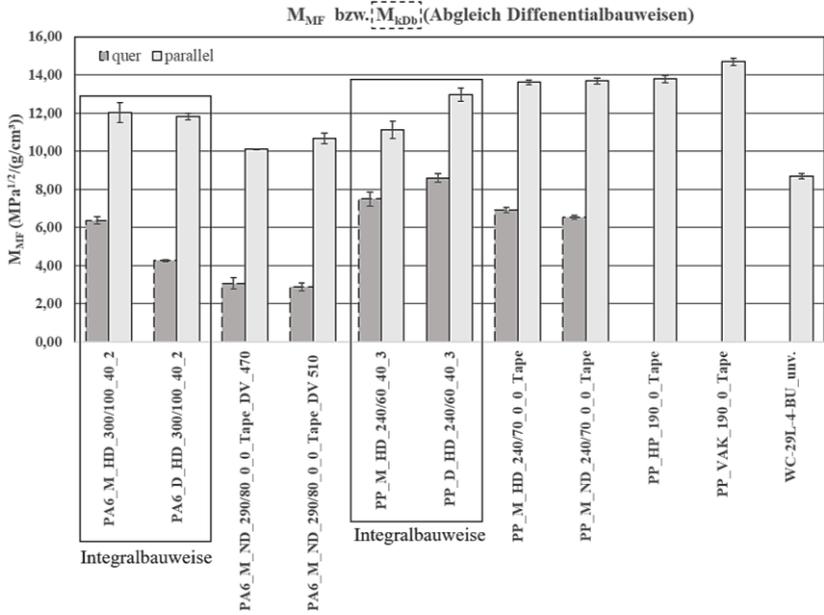


Abbildung 120: Abgleich M_{MF} bzw. M_{KDB} für Proben in Differential-/Integralbauweise

5 Diskussion

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse aus Kapitel 4 zum Herstellungsprozess, der Integralschaumstruktur und den gezeigten mechanischen Eigenschaften diskutiert und die Ergebnisse interpretiert bzw. sofern möglich mit der Literatur verglichen.

5.1 Prozessuntersuchungen und Rheologie

Im Kapitel 4.1.1 zeigen die Werkzeuginnendruckkurven bei den verwendeten Materialsystemen PP, PA6, PPS und rPP mit und ohne Glasfaserverstärkung eine Abhängigkeit der angussnahen und angussfernen Druckmaximalwerte. Dabei ist für alle Materialsysteme die maschinenseitig eingestellte Verzögerungszeit erkennbar sowie der abrupte Druckabfall beim Beginn der Präzisionsöffnung im Hochdruckverfahren. Damit können die Werkzeuginnendruckdaten auch zur Prozessabsicherung (d.h. für die Formfüllungskontrolle) genutzt werden. Bei den Druckkurven mit hoher Verzögerungszeit (v.a. bei unverstärktem PP in Abbildung 36) ist ein Druckabfall an den angussnahen Sensoren vor dem Präzisionsöffnen zu erkennen. Dieser Druckabfall entsteht durch das Schließen der Nadelverschlussdüse unmittelbar (~ 0,5 Sekunden) vor dem Öffnungshub. Dadurch wirkt kein Nachdruck (der v.a. angussnah wirksam ist) auf das Bauteil und der Druck sinkt. Angussfern, und damit im Bereich der Probekörperentnahme, tritt dieser Effekt nicht auf, da durch den langen Fließweg die Abhängigkeit zum Nachdruck aus der Plastifiziereinheit geringer ist. Durch die Faserverstärkung verschwindet bzw. verringert sich dieser Effekt, da die Schmelze – wie durch die Inline Viskositätsmessung gezeigt – zähflüssiger ist und so der Werkzeuginnendruck angussnah weniger direkt abhängig von dem Nachdruck während der Verzögerungszeit. Unabhängig vom Materialsystem zeigt sich auch für die faserverstärkten Proben, dass die Differenz zwischen den Werten der angussnahen und angussfernen Drucksensoren mit steigender Masse-/Werkzeugtemperatur sinkt. Durch die

höheren Prozesstemperaturen wirkt der Nachdruck in der Verzögerungszeit über die noch plastische Seele in den Platten auch noch am Fließwegende.

Bei PP mit 40 Gew.% Glasfaseranteil im D-LFT-TSG Verfahren und geringen Prozesstemperaturen (200 °C MT und 40 °C WT) zeigen sich geringe Unterschiede im zeitlichen Ansprechverhalten zwischen den Druckwerten von Sensoren 1 und 2. Das deutet v.a. beim sofortigen Öffnen der Kavität auf Inhomogenität in der linearen Fließfront hin. In Abbildung 38 ist der Verlauf gezeigt, wobei Sensor 2 vor Sensor 1 (in der Bauteilecke am Fließwegende) einen steigenden Druckverlauf zeigt. Diese Unregelmäßigkeiten in der Fließfront können durch die höhere Fließbewegungsbehinderung der längeren Fasern im D-LFT-TSG Prozess (wie auch in [48] beschrieben) im Vergleich zum MuCell Prozess und den niedrigen Prozesstemperaturen erklärt werden.

In den folgenden Abbildungen sind je Materialsystem diese mittleren Maximalwerte für ausgewählte Prozessparameter aufgezeigt. Dabei zeigt sich, dass für unverstärktes PP eine Erhöhung der Masse- und Werkzeugtemperatur zu einer Erhöhung des Werkzeuginnendrucks führt (Abbildung 121). Dieser Effekt kann mit einem unterschiedlichen Austragsfaktor (Korrekturwert für das Dosiervolumen [185]) begründet werden. Durch die geänderte Temperatur ändert sich bei gleichem Druck das spezifische Volumen und damit die aufdosierte (bei nominell gleichem Dosiervolumen) Polymermenge.

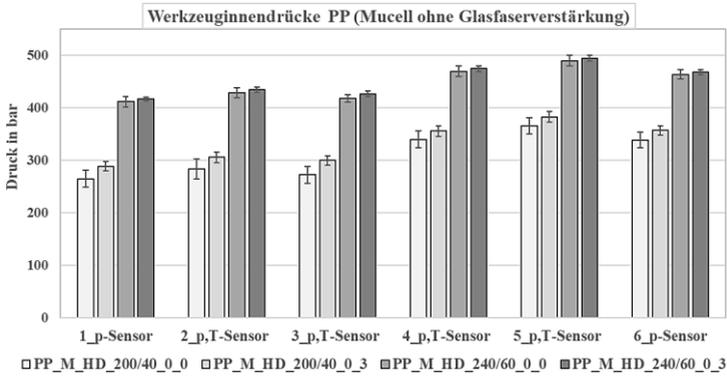


Abbildung 121: Werkzeuginnendruck PP im MuCell Prozess (ohne Glasfaserverstärkung)

Werden dem Polypropylen 40 Gew.% Glasfasern hinzugefügt, führt eine Erhöhung der Masse-/Werkzeugtemperatur zu einer Reduktion des Werkzeuginnendrucks angussnah und angussfern (Abbildung 122). Das kann mit sinkender Viskosität bei höheren Prozesstemperaturen erklärt werden. Die Unterschiede bei gleichen Werkzeug- und Massetemperaturen und verschiedenen Verzögerungszeiten sind dabei nicht signifikant.

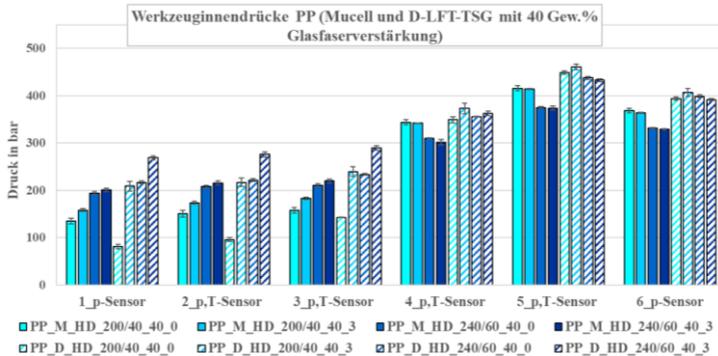


Abbildung 122: Werkzeuginnendruck PP im MuCell und D-LFT-TSG Prozess (mit 40 Gew.% Glasfaserverstärkung)

Der Vergleich der beiden Prozesse MuCell und D-LFT-TSG zeigt für PP (Abbildung 122), dass die gemessenen Drücke aller Sensoren beim D-LFT-TSG höher sind als beim MuCell Prozess. Das deutet darauf hin, dass beim D-LFT-TSG durch die längeren Glasfasern und den Prozess ein höherer Scheranteil auf die Schmelze wirkt, der die Masse zusätzlich aufheizt. Diese prozessinduzierte Erhöhung der Massetemperatur führt zu längeren möglichen Fließwegen und zu höheren Drücken am Fließwegende, da der Spritz- und Nachdruck bis dahin übertragen werden kann.

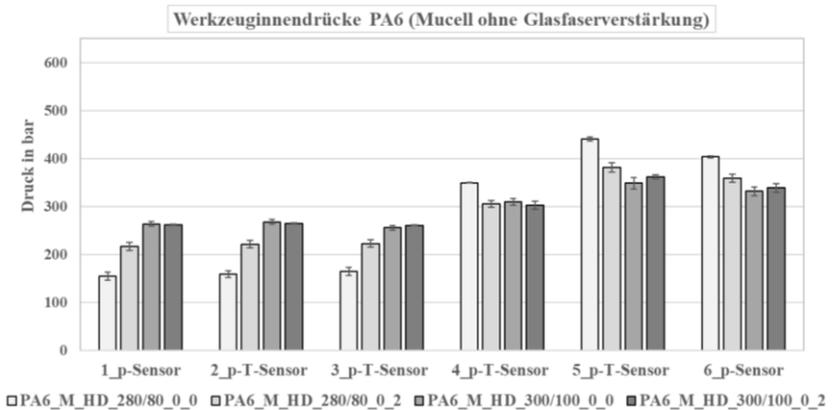


Abbildung 123: Werkzeuginnendruck PA6 im MuCell Prozess (ohne Glasfaserverstärkung)

Der Vergleich der beiden Prozesse MuCell und D-LFT-TSG zeigt, in Übereinstimmung mit PP, für unverstärktes PA6 (Abbildung 124), dass die Drücke aller Sensoren beim D-LFT-TSG höher sind als beim MuCell Prozess. Das deutet darauf hin, dass auch bei der Verarbeitung von PA6 beim D-LFT-TSG durch die längeren Glasfasern und den Prozess ein höherer Scheranteil auf die Schmelze wirkt. Dadurch wird die Schmelze zusätzlich aufgeheizt, was zu längeren erzielbaren Fließwegen und zu höheren Drücken am Fließwegende bei vergleichbaren Maximaldrücken angussnah führt.

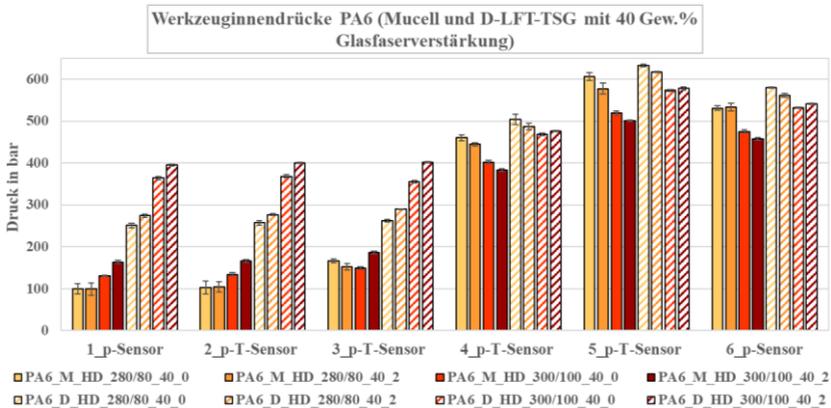


Abbildung 124: Werkzeuginnendruck PA6 im MuCell und D-LFT-TSG Prozess (mit 40 Gew.% Glasfaserverstärkung)

Die rPP Proben (Abbildung 125) zeigen bei vergleichbaren Prozesseinstellungen vergleichbare bzw. niedrigere Werkzeuginnendrucke als die hPP Proben. Dies kann mit einer niedrigeren Kristallinität (nach [186] um bis zu 35% geringer) und damit einfacheren Gaslöslichkeit in den Molekülketten erklärt werden [5]. Das führt, wie von Cramer [12] für PC nachgewiesen, zu einer niedrigeren Viskosität und damit zu geringeren Werkzeuginnendrucken. Am Fließwegende wird bei den rPP Proben auch deutlich, dass bei steigender Masse-/Werkzeugtemperatur der Werkzeuginnendruck steigt. Bei hohen Masse-/Werkzeugtemperaturen steigt mit der Verzögerungszeit auch der Werkzeuginnendruck, so dass rPP_D_HD_240/60_40_3 an den Sensorpositionen 1 bis 3 um ungefähr 60 bar höhere Drücke aufweist als rPP_D_HD_240/60_40_0.

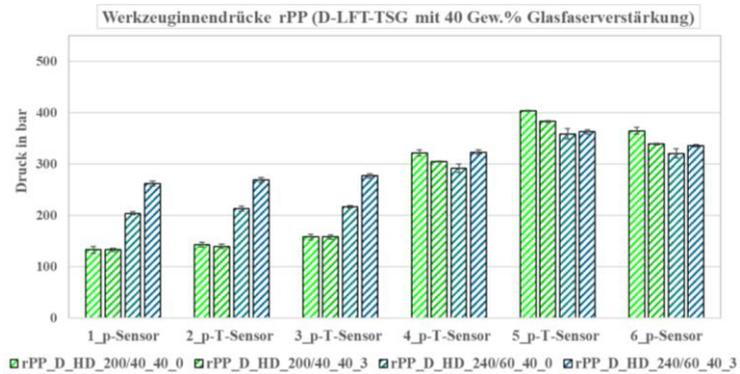


Abbildung 125: Werkzeuginnendruck rPP im D-LFT-TSG Prozess (mit 40 Gew.% Glasfaserverstärkung)

Bei PPS zeigt sich, dass eine Faserverstärkung von 20 Gew.% zu einer Erhöhung der Werkzeuginnendrucke angussnah (Abbildung 126, Sensor 5 und 6) führt. Bei den angussfernen Sensoren 1 und 2 steigen die Maximalwerte mit steigender Verzögerungszeit. Das lässt darauf schließen, dass die Kavität durch den Nachdruck (der während dieser Verzögerungszeit anliegt) weiter gefüllt wird.

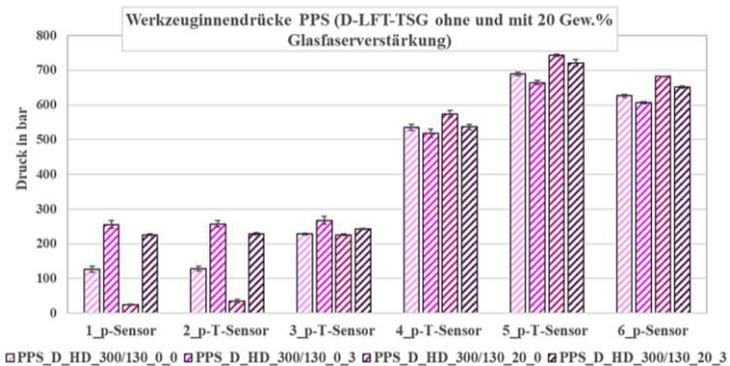


Abbildung 126: Werkzeuginnendruck PPS im D-LFT-TSG Prozess (mit 40 Gew.% Glasfaserverstärkung)

Allgemein lässt sich für den Prozess zusammenfassen, dass die Werkzeuginnendruck stark abhängig vom verwendeten Materialsystem (das heißt Matrixmaterial und/oder Glasfaserverstärkung) sind. Dabei zeigen die faserverstärkten Proben unabhängig vom Matrixmaterial einen geringeren Maximaldruck bei hohen Werkzeug-/Massetemperaturen. Diese Temperaturerhöhung führt zu einer Verringerung der Viskosität und das Materialsystem kann leichter fließen und die Kavität mit geringerem Druck füllen.

Die Bewertung der Daten und Interpretation der Ergebnisse zeigt, dass das D-LFT-TSG Verfahren im Vergleich zum Stäbchengranulat höhere Werkzeuginnendrucke am Fließwegende aufweist.

Um die Werkzeuginnendruckdaten und die Prozessparameteränderungen richtig einordnen zu können ist es nötig, die Einflüsse dieser Parameter auf die Viskosität des Materialsystems zu untersuchen. Um die Viskosität dieser gasbeladener bzw. glasfaserverstärkter Polymere unter Spritzgießrelevanten Umgebungsbedingungen wie hohen Scherraten messen zu können, wurde ein Inline-Hochdruckkapillarrheometer entwickelt. Die Ergebnisse dieser rheologischen Untersuchungen am Beispiel von PP, PP mit 0,3 Gew.% Stickstoffanteil und PP mit 40 Gew.% Langglasfasern sind in Kapitel 4.1.2 dargestellt. Über die Offline HKR Messungen und den Abgleich des im Spritzgießwerkzeug integrierten IHKR wird die allgemein bekannte Strukturviskosität bei Polymeren (z.B. beschrieben in [187]) bestätigt. Die Untersuchung aus Abbildung 45 zeigen weiter, dass das IHKR (wahre Scherraten bis $\sim 2 \cdot 10^4$ 1/s) den Scherbereich und damit den Bereich der scheinbaren und wahren Scherrate im Vergleich zu dem HKR (wahre Scherraten bis $\sim 8 \cdot 10^3$ 1/s) deutlich erweitert, wobei die Werte im Überlappungsbereich in guter Näherung übereinstimmen. Damit konnte die Funktionalität und die Validierung dieses IHKR Systems für unverstärktes PP nachgewiesen werden. Der geringe Unterschied zwischen den Werten der Simulation und den beiden experimentellen Systemen kann durch den bei der Simulation abweichendem Polypropylen Typ mit ggf. leicht unterschiedlichen Materialparametern erklärt werden. Die ersten Validierungsversuche bei unterschiedliche Masse-temperaturen (220 °C und 240 °C) zeigen somit auf, dass das IHKR in einem breiten Prozessparameterfeld funktioniert sowie schlüssige und nachvollzieh-

bare, rheologische Werte für unverstärktes PP liefert. Außerdem zeigen die Werte eine gute Übereinstimmung mit den Daten aus den Arbeiten von Zhang, wobei die Daten dort mittels Inline Rheometer am Ausgang der Plastifiziereinheit gemessen werden [118].

Ein weiterer Vorteil des IHKR ist die Möglichkeit, die Viskosität gasbeladener Schmelzen zu messen. Dies ist nicht ohne weiteres mit einem Offline Hochdruckkapillarrheometer erreichbar, da eine spezielle Druckkammer die Diffusion des im gelösten Polymer Gas verhindern muss. Auch sind die geringen scheinbaren Scherraten nicht für eine Abbildung im spritzgießrelevanten Scherbereich ausreichend. Abbildung 47 zeigt, dass eine Gasbeladung von 0,3 Gew.% zu einer Reduktion der Viskosität um $\sim 20\%$ führt, was mit den Ergebnissen für PE und CBA ([115]) und für TPO und CBA bzw. PBA ([116]) übereinstimmt. Dabei kann die Verschiebung der Scherraten in Abbildung 47 durch die unterschiedlichen Korrekturfaktoren für unverstärktes PP und gasbeladenes PP erklärt werden. Die Messungen von Zhang [118] mittels Hochdruckkapillarrheometer angeschlossen an die Plastifiziereinheit zeigen beim Vergleich von unverstärktem PP ohne und mit 0,4 Gew.% Stickstoff in einem Scherratenbereich von 500 – 200.000 1/s bei 240 °C Masstemperatur eine Viskositätsreduktion von ~ 6 bis 12%. Diese Ergebnisse liegen dabei in einem ähnlichen Bereich wie die Ergebnisse dieser Arbeit und verifizieren somit auch das im Spritzgießwerkzeug integrierte Inline-Messsystem mit dem im verifiziert werden.

Für langglasfaserverstärkte Polymere zeigt sich, dass die Verwendung des IHKR zur Bestimmung der wahren Viskosität an die Grenzen stößt. Die Schmelzetemperatur des PP/LGF40 wird durch Scherung erhöht und ist abhängig vom Einspritzvolumenstrom. Diese Temperaturschwankungen verhindern so die Anwendung der Weißenberg-Rabinowitsch Korrektur. Nichtsdestotrotz lassen die Rohdaten der Drucksensoren und die scheinbare Viskosität über scheinbarer Scherrate darauf schließen, dass das IHKR für langglasfaserverstärkte Materialien verwendet werden kann. Abbildung 46 zeigt, dass bei 240 °C die scheinbare Viskosität des PP/LGF40 ungefähr 3 Mal höher ist als bei unverstärktem PP. Eine Senkung der Masstemperatur um 40 °C bewirkt dabei ebenfalls eine Erhöhung der scheinbaren Viskosität

bei PP, die mit dem IHKR dargestellt werden kann. Das Fasern zu einer Erhöhung der Viskosität führen ist auch in der Literatur bekannt. So zeigen Guo et al. [188] bei LLDPE (linear low density Polyethylen), dass im Vergleich zu unverstärktem Material ein Faservolumengehalt von 30% zu einem Anstieg der Viskosität um 130% führt (Gemessen mit einem Rotationsrheometer bei einer Scherrate von 300 1/s).

Die beobachtete Erhöhung der Viskosität durch Senkung der Massetemperatur erklärt so auch die höheren Werkzeuginnendruckwerte angussnah bei niedrigeren Prozesstemperaturen (bei Glasfaserverstärkung). Die höheren Werkzeuginnendrückergebnisse resultieren dabei durch geringere Fließfähigkeit des Materialsystems.

5.2 Struktur der Integralschäume

Für die Struktur der Integralschaumbauteile kann aus den Prozessparametern mit den Eingangsgrößen „Verzögerungszeit“, „Massetemperatur“, „Werkzeugtemperatur“ und „Fasergehalt“ ein Modell für das Deckschicht/Kernschicht-Verhältnis aufgestellt werden. Dieses Modell wird mittels Modde 9 ausgewertet und basiert auf dem DOE-Versuchsplan (gezeigt in Kapitel 3.2.4). Die zugehörigen Ergebnisse sind in einem 4D Plot in Abbildung 127 gezeigt. Diese Darstellung zeigt, dass das k-Verhältnis mit zunehmender Faserverstärkung und mit sinkender Verzögerungszeit ansteigt, sodass bei 40 Gew.% und 0 Sekunden VZ dieser Wert am höchsten ist. Das bedeutet, dass die Deckschichten dort die geringste Dicke haben. Für die Aussagekraft dieses Modells ergeben sich ein R^2 Wert (Maß für die Modellanpassung an die Daten) von 91,6%, ein Wert Q^2 (Maß für die Vorhersagegenauigkeit neuer Daten) von 51%, eine Modellvalidität von 49,2% und eine Wiederholgenauigkeit von 94,4%. Durch die hohe Wiederholgenauigkeit und die – für die hohe Anzahl an Prozessparameter und Stufen – geringe Menge an Eingangsdaten zeigt die Modellvalidität (und Varianz) einen verhältnismäßig geringen Wert an. Mit über 25% (bzw. 50%) und damit nach [189] bzw. dem im Programm Modde 9 integrierten Handbuch ist bei den hohen

Werten für R^2 und der Wiederholgenauigkeit das Modell als signifikant und anwendbar einzustufen.

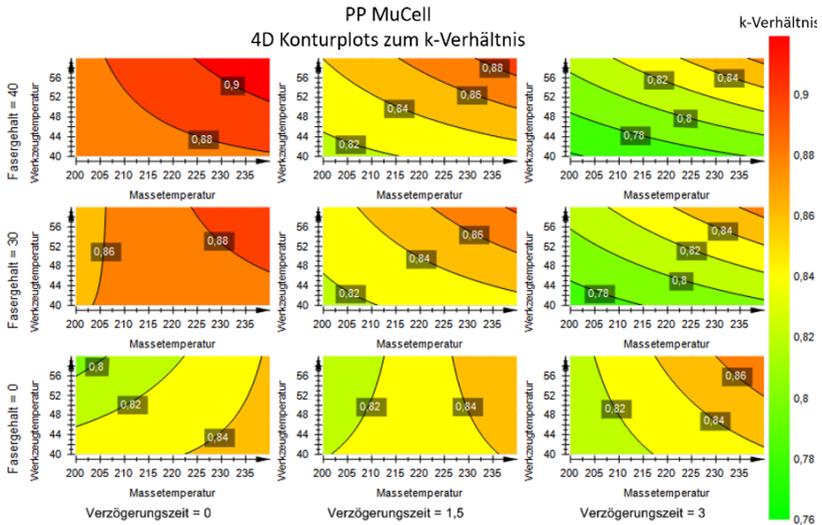


Abbildung 127: 4D Konturplot für PP MuCell (siehe auch [161])

Für PA6 sind die Einflussgrößen auf das k-Verhältnis in Abbildung 128 dargestellt. Wie bei PP zeigt sich auch hier, dass das Hinzufügen von Langglasfasern zu einer Erhöhung des k-Verhältnis führt. Der Einfluss der Masse-temperatur/Werkzeugtemperatur ist dagegen gering und ändert das Verhältnis nur in einem kleinen Bereich. Haupteinflussfaktor ist die Verzögerungszeit. Bei niedrigen Verzögerungszeiten sind die Deckschichtendicken am geringsten und damit das k-Verhältnis am größten.

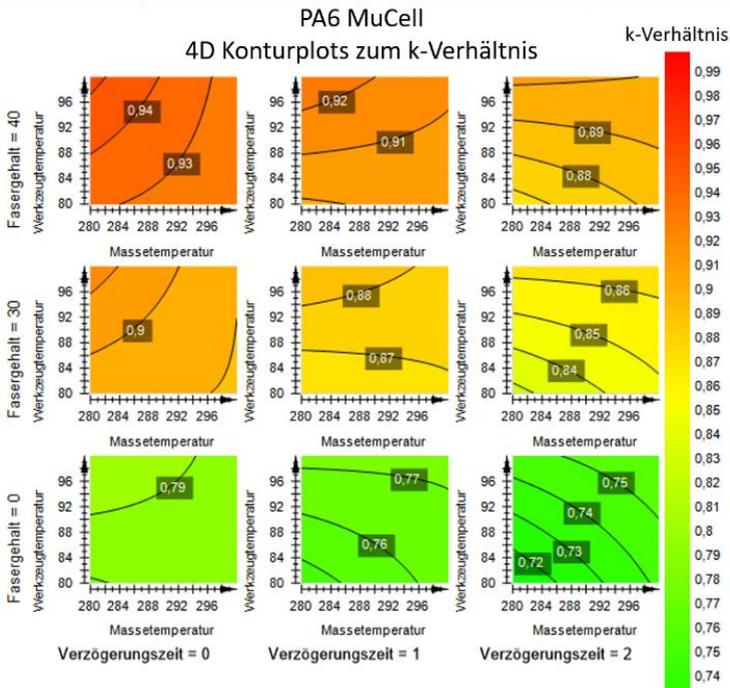


Abbildung 128: 4D Konturplot für PA6 MuCell (siehe auch [164])

Das k-Verhältnis der beiden Prozesse MuCell und D-LFT-TSG für die Materialsystem PP/LGF für die Fasergehalte 30 Gew.% und 40 Gew.% zeigen große Übereinstimmung bei vergleichbaren Prozessparametern (vgl. Abbildung 129).

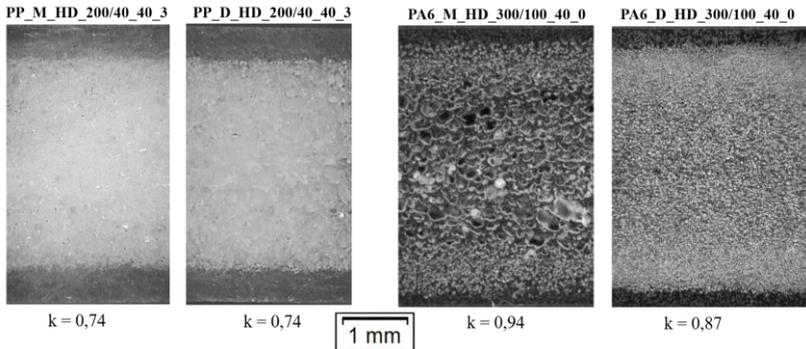


Abbildung 129: Vergleich k-Verhältnis PP MuCell und D-LFT-TSG

Für PA6 liegen die Werte der Deckschichtdicken vom MuCell und D-LFT Verfahren weiter auseinander (z.B. Abbildung 129, rechts), die Abweichung des k-Verhältnis ist aber in einem Bereich von ungefähr $\pm 0,05$. Das kann mit dem engeren Prozessfenster von PA6 und den Schwierigkeiten der eindeutigen Zuordnung der Deckschichtdicke (beschrieben auch in [39]) erklärt werden. Diese Vergleichbarkeit der Deckschichtdicken bedeutet, dass die nachfolgend gewonnenen mechanischen Eigenschaften direkt miteinander verglichen werden können, ohne dass ein signifikanter Störeinfluss des makroskopischen Sandwichtaufbaus befürchtet werden muss.

Das k-Verhältnis bei im D-LFT-TSG Prozess verarbeiteten rPP liegt dabei im Vergleich zum hPP in einem vergleichbaren Bereich. So weisen die gefertigten Proben für random Polypropylen rPP_D_HD_200/40_40_0 ($k = 0,89$), rPP_D_HD_200/40_40_3 ($k = 0,78$), rPP_D_HD_240/60_40_0 ($k = 0,9$) und rPP_D_HD_240/60_40_3 ($k = 0,83$) nahezu dieselben Verhältnisse wie die mit hPP Matrix hergestellten Proben PP_D_HD_200/40_40_0 ($k = 0,87$), PP_D_HD_200/40_40_3 ($k = 0,74$), PP_D_HD_240/60_40_0 ($k = 0,92$) und PP_D_HD_240/60_40_3 ($k = 0,84$) auf. Die Verzögerungszeit hat dabei bei beiden Materialsystemen einen großen Einfluss auf die Deckschichtdicke und ist damit der wichtigste Parameter bei der Einstellung der Struktur integral gefertigter Sandwichbauteile.

Für PPS zeigt die makroskopische Sandwichstruktur (charakterisiert durch das k -Verhältnis), anders als in allen anderen bekannten Literaturquellen zum Schäumen im Hochdruckverfahren (wie z.B. [14, 15, 39, 152]), dass keine Abhängigkeit vom Prozessparameter „Verzögerungszeit“ oder dem Fasergehalt auf die Deckschichtdicke besteht. Es zeigt sich eine immer ungefähr gleiche Deckschichtdicke von $\sim 250 \mu\text{m} \pm 0,05 \mu\text{m}$. Die Kristallinität der Deckschicht im Vergleich zu Kernschicht bleibt dabei nahezu gleich [190]. Durch die Veränderung der Verzögerungszeit ändert sich allerdings die Zellgröße wie nachfolgend diskutiert.

Durch die Fasereinbringung zeigt sich sowohl bei PPS, PP als auch PA6, dass die Verzögerungszeit und die Glasfasern – als zusätzliche Nukleierungskeime – die Zellgröße verkleinern (vgl. dazu Abbildung 48 für PP und Abbildung 56 bzw. Abbildung 57 für PA6). Dieses Ergebnis verifiziert damit die Modelle der zusätzlichen heterogenen Nukleierungsbildung aus der Literatur ([15, 56]) auch für technische und Hochtemperaturthermoplaste.

Für Polyphenylensulfid zeigt sich (siehe Abbildung 130) erst ab einer Verzögerungszeit von 3 Sekunden eine weitere Verringerung der Zellgröße durch die Zugabe von Glasfasern. Die Zellen sind dabei bei unverstärkten PPS bereits durch die hohe Schmelzefestigkeit der Extrusionstypen sehr klein und fein verteilt.

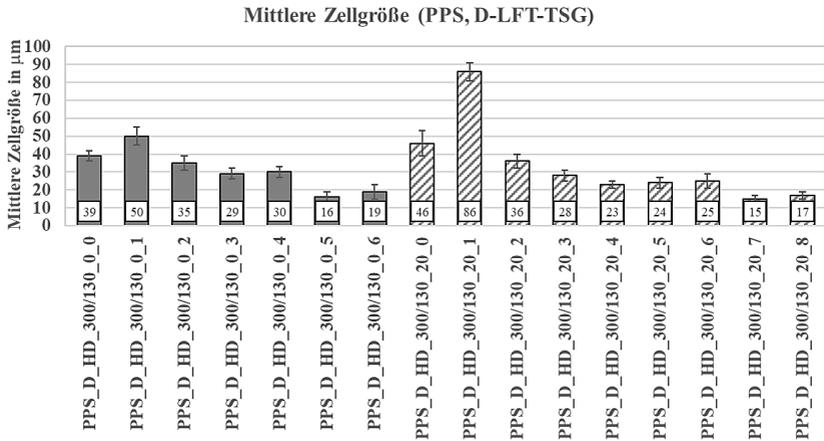


Abbildung 130: Mittlere Zellgröße PPS (D-LFT-TSG)

Die Unterschiede der Mikrostruktur der beiden Prozesse MuCell und D-LFT-TSG zeigen sich für PA6 vor allem in der erreichbaren Zellgröße (siehe Abbildung 131). Unverstärkt liegen die Zellgrößen abhängig von den Prozessparametern („Verzögerungszeit“, „Masse-/Werkzeugtemperaturen“) über $220 \mu\text{m}$. Durch die Zugabe von Glasfasern sinkt dieser Wert unter $110 \mu\text{m}$ ab. Die Proben des D-LFT-TSG Prozess zeigen dabei eine weitere Verfeinerung der Zellstruktur bei vergleichbaren Prozessparametern unter $45 \mu\text{m}$. Diese weitere Reduktion der Zellgröße liegt vermutlich an dem höheren Anteil an Nukleierungskeimen. Diese Nukleierungskeime können, wie in [16] gezeigt, sehr klein sein (im Nanomaßstab) um eine Zellgrößenreduktion hervorzurufen. Der vermutet feine Abrieb der Glasfasern im D-LFT-TSG Prozess, der zu diesem Effekt führt, kann allerdings durch der verwendeten FASEP Faserlängenanalyse nicht quantifiziert/gemessen werden.

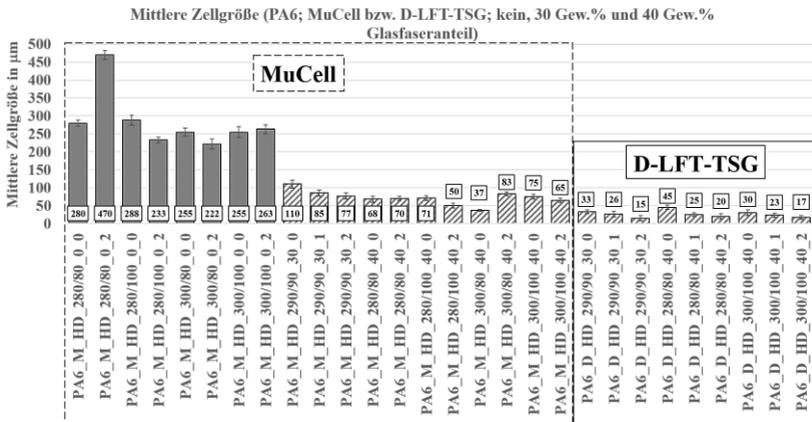


Abbildung 131: Mittlere Zellgröße PA6 (MuCell, D-LFT-TSG)

Bei der eingestellten Mikrostruktur der langglasfaserverstärkten Polymere lässt sich weiter für alle Materialsysteme und die beiden Herstellungsprozesse MuCell und D-LFT-TSG eine starke Orientierung der Glasfasern erkennen. Dabei liegen die Fasern in den entstandenen Deckschichten in Fließrichtung und im Kern quer dazu. Dies steht im Einklang mit den Kenntnisstand beschriebenen Fließeffekten der scher- und dehnungsinduzierten Faserorientierung für kurzglas- [45, 144] und vorangegangenen Studien zu langfaserverstärkten Bauteilen [39, 110].

Neben dem Sandwichgefüge (makroskopisch durch das k -Verhältnis dargestellt und mikroskopisch durch die Porengröße) sind für die mechanischen Eigenschaften die erzielbaren Faserlängen im Bauteil/der Probe von entscheidender Bedeutung. Die in Kapitel 4.2.2 für PP und PA6 dargestellten Ergebnisse zeigen für alle Prozessparameter mit 40 Gew.% Glasfaseranteil und beide Probenorientierungen (parallel und quer) höhere gewichtsgemittelte Faserlängen für den D-LFT-TSG Prozess. Durch die in Abbildung 72 für PP bzw. in Abbildung 73 für PA6 bei verschiedenen Fasergewichtsanteile bzw. Prozessparameter dargestellten Faserlängenhistogramme bestätigen, dass der D-LFT-TSG Prozess zu einem höheren Anteil an längeren Fasern

(teilweise über 20 mm lange Einzelfasern) entnommen aus Probekörpern mit den Maßen 80 mm x 10 mm x 4 mm führt. Abhängig von den Prozessparametern fällt diese „Faserpräservierung“ (vgl. Kapitel 4.2.2) im Bereich zwischen 15 bis 150 % aus und ist vor allem beim Materialsystem PA6 ausgeprägt. Die Faserlängensklassen, bei denen die Fasern kürzer als 95% der gesamten Fasern sind, liegt z.B. bei PP im MuCell Verfahren im Bereich von 2700 – 2850 μm und dem zugehörigen D-LFT-TSG Verfahren bei 5700 – 5850 μm (Probe PP_HD_240/60_40_0_p; Tabelle 14). Für PA6 liegt dieser Schwellwert beim MuCell Verfahren beispielsweise bei 1051 – 1200 μm und beim zugehörigen D-LFT-TSG Verfahren etwa dreimal so hoch bei 3001 – 3150 μm (Probe PA6_HD_300/100_40_0_p; Tabelle 16). Dieser hohe Anstieg kann mit der Ausgangsfaserlänge beim PA6 MuCell Prozess von 7 mm Stäbchengranulat begründet werden, die hier kürzer als das Stäbchengranulat bei PP (11 mm) ist.

Die Prozessparameter „Massetemperatur“, „Werkzeugtemperatur“ und „Fasergehalt“ beeinflussen auch die resultierende Faserlänge abhängig vom Matrixmaterial. Bei PP resultiert eine Erhöhung des Glasfaseranteils in einer Faserverkürzung, was mit der Literatur [110, 191] übereinstimmt. Die Verzögerungszeit hat – da diese keinen direkten Bezug auf die Dosierung/den Einspritzvorgang und damit auf die Faserschädigung hat (nach [43]) keinen wesentlichen Einfluss auf die Faserlänge. Eine Erhöhung der Massetemperatur/Werkzeugtemperatur führt auch zu einer geringfügig höheren gewichtsgemittelten Faserlänge. Das Verhältnis FLD^1 liegt bei den Proben aus PP für den MuCell und D-LFT-TSG Prozess im Bereich von 1,66 und 2,82 und ist mit den Werten für das Direktverfahren und PP aus [48], die zwischen 1,7 und 2,4 liegen, vergleichbar. Dabei ist bei vergleichbaren Prozessparametern stets das FLD Verhältnis des D-LFT-TSG Prozesses höher, was an den längeren Einzelfasern mit großer Faserlänge liegt. Anders als bei [48] sind keine bimodalen Faserlängenverteilungen, die aus einem hohen FLD Verhältnis ableitbar sind, zu erkennen. Die gewichtsgemittelte Faserlängenhäufigkeit nimmt dabei stetig zu größeren Faserlängen kontinuierlich ab.

¹ Quotient aus gewichtsgemittelter Faserlänge zu anzahlgemittelten Faserlänge nach Truckenmüller [48]

Wie bei PP als Matrix sind auch bei PA6 die gewichtsgemittelten Faserlängen des D-LFT-Prozess höher als die des MuCell Prozess. Weiterhin sind dieselben Abhängigkeiten der variierten Prozessparameter auf die resultierende Faserlänge zu erkennen. Das FLD Verhältnis liegt für PA6 im MuCell Prozess im Bereich von 1,3 bis 1,4 und für den D-LFT-TSG Prozess (bei vergleichbaren Prozessparametern stets höher) zwischen 1,5 und 2,2.

Die Orientierung der entnommenen Probe parallel oder quer zur Fließrichtung hat bei den beiden Matrixmaterialien PP und PA6 keinen eindeutigen Einfluss auf die Faserlänge. Tendenziell kommt es bei niedrigen Fasergehalten (30 Gew.%) und bei PP und PA6 allerdings zu einem Unterschied der Faserlänge. Die Fasern quer sind dabei – gewichtsgemittelt betrachtet – länger als die parallel. Durch die FASEP Faserlängenanalyse ist auch nicht nachzuvollziehen, aus welchem Teil des Querschnitts die Fasern stammen, da das Matrixmaterial pyrolysiert wird und die Fasern in Glykol/Wasser gelöst und vereinzelt werden.

Für rPP ergeben sich im Direktprozess wesentlich längere gewichtsgemittelte Faserlängen als bei hPP. Abhängig von den Prozessparametern und der Probenentnahmerichtung zeigen sich unterschiedliche Faserlängen. Die Erhöhung der Massetemperatur führt stets zu einer Erhöhung der Faserlänge, für die Proben mit 30 Gew.% Faseranteil sind tendenziell höhere gewichtsgemittelte Faserlängen und FLD Verhältnisse in den quer zur Fließrichtung orientierten Proben zu erkennen. Wird der Glasfaseranteil auf 40 Gew.% erhöht, zeigt sich ein umgekehrtes Bild und die höheren gewichtsgemittelten Faserlängen sind in den parallel zur Fließrichtung orientieren Proben zu finden. Dabei fällt dieser Unterschied zwischen den Faserlängen mit mehreren hundert μm deutlich aus und kann mit einer unterschiedlichen Fließbewegungshinderung und damit Faserorientierung bei unterschiedlichen Fasergehalten erklärt werden [43]. Durch die erzielten gewichtsgemittelten Faserlängen von bis zu über 4.000 μm sind auch die FLD Verhältnisse größer als beim D-LFT-TSG Prozess mit hPP und erreichen Werte zwischen 2,07 bis zu 3,34.

Bei faserverstärktem PPS im D-LFT-TSG Prozess sind aufgrund der hohen Schmelzefestigkeit des Matrixmaterials für die Extrusionsverarbeitung kürzere gewichtsgemittelte Faserlängen erreichbar. Die Werte liegen dabei, unabhängig ob in einen 2 mm oder in einen 4 mm hohen Werkzeugspalt eingespritzt wird, im Bereich von 720 bis 840 μm bei FLD Verhältnissen von $\sim 1,4$. Diese Fasern sind aber dennoch wesentlich länger als die in vergleichbaren Umständen hergestelltes, kurzglasfaserverstärktes PPS mit einer Faserausgangslänge $\sim 280 \mu\text{m}$ und $\sim 230 \mu\text{m}$ im Bauteil [66].

Allgemein lässt sich zusammenfassen, dass der prozesstechnische Mehraufwand beim Direktprozess für alle Materialsysteme zu längeren Fasern in den Bauteilen führt. Das steht in Übereinstimmung mit der Literatur, wo Roch [39] für 3,6 mm kompakte Platten (Durchmesser Nadelverschlussdüse: 3,2 mm) im MuCell Prozess gewichtsgemittelte Faserlängen von $\sim 1200 \mu\text{m}$ (FLD: 1,93) und im D-LFT Prozess gewichtsgemittelte Faserlängen von $\sim 2200 \mu\text{m}$ (FLD: 3,2) aufzeigt.

Der Vergleich der Faserlängenanalyse an PP aus dem FASEP Messsystem und der Analyse der CT basierten Daten zeigt eine sehr gute Übereinstimmung der Ergebnisse (vgl. Kapitel 4.2.2.2). Damit konnte gezeigt werden, dass das in [179] erstmals vorgestellte, zerstörungsfreie Messprinzip auch auf Faserlängenanalysen an Proben mit einem Fasergewichtsanteil von 40 Gew.% angewendet werden kann. Die Anzahl der Glasfasern, die dem FASEP Messsystem zugeführt werden, beträgt dabei ~ 6.000 Einzelfasern und bei der CT Analyse ~ 50.000 Einzelfasern. Da die Ergebnisse in guter Übereinstimmung stehen, kann so nachgewiesen werden, dass die von Birr und Rhode-Tibitanzl [26, 36] vorgeschlagene Einzelfaseranzahl ausreichend für eine statistisch Betrachtung der Faserlänge ist. Da die Faserlängenanalyse für unterschiedliche Probengrößen (80 mm x 10 mm x 4 mm bei FASEP; 5 mm x 4 mm x 3 mm beim CT) zu vergleichbaren Ergebnissen kommt, kann die Probengröße bei ausreichenden Einzelfasermessungen somit für die im MuCell Verfahren hergestellten Proben verkleinert werden und dennoch eine statistisch valide Messung durchgeführt werden. Die größere Abweichung der CT und FASEP Faserlängenmessung beim D-LFT-TSG Prozess lässt sich mit den insgesamt längeren Fasern und den damit größeren Fehlereinfluss

durch die kleineren Probekörperabmessungen für die CT Proben erklären. Weiterhin werden so auch die aus den CT Messungen gewonnenen Daten und deren Umwandlung in vektorbasierte Daten verifiziert, die anschließend auch mit weiteren Analysemethoden weiterverarbeitet werden können.

Allerdings gilt v.a. im Hinblick auf die erreichbaren mechanischen Eigenschaften bei Biegung und Impact bei Sandwichstrukturen, dass die gewichtsgemittelte Faserlänge eines Bauteils nicht alleine für die Beschreibung ausreicht. Bei Biegung sind vor allem die mechanischen Eigenschaften der auf Zug und Druck belasteten (vgl. hierzu [192, 193]) Deckschichten von Bedeutung. Für diese Eigenschaften spielt die Orientierung und Lage der Fasern bzw. der Faseranteil eine große Rolle. Durch die FASEP Faserlängenanalyse ist es aufgrund der Pyrolyse/ggf. dem Trennen der integral gefertigten Deckschichten vom Kern nachträglich nicht mehr ohne weiteres möglich die genaue Lage, Orientierung und Verteilung zu analysieren. In den Untersuchungen von O'Regan [51] an kompakten Spritzgießbauteilen (Mehrkörperzugstab und einer Antriebswellenabdeckung aus PA66 mit 50 Gew.% bzw. 60 Gew.% Langglasfaseranteil) wird versucht die einzelnen (über den Plattenquerschnitt betrachtet) quer und parallel zur Fließrichtung orientierten Schichten nach der Veraschung manuell zu trennen und für jede Schicht einzeln die Faserlängenverteilungen zu bestimmen. Hier zeigt sich keine Abhängigkeit der Position im Querschnitt für den Zugprüfkörper. Bei dem komplexen Bauteil ergeben sich tendenziell längere Fasern² im (ungeschäumten) Kernbereich (~ 1,06 mm Anzahlgemittelt bei PA66/LGF50) als in den äußeren Schichten (~ 0,72 mm (oben) und ~ 1,05 mm (unten)). Dabei wird aber auch auf die komplexere Anspritzsituation im Bauteil hingewiesen, die zu solch unterschiedlichen Faserlagen führen kann. Ähnliche Ergebnisse zeigen Patcharaphun et al. [191] für PP mit 20 Gew.% und 40 Gew.% Kurzglasfaserverstärkung. Die in einem Zwei-Komponentenverfahren gespritzten, ungeschäumten Sandwichproben werden dabei mittels Mikrotom mechanisch in 0,4 mm dicke Schichten zerteilt und die Faserlängenverteilung von je 500 Einzelfasern in diesen Schichten gemessen. Für PP/GF20 zeigt sich so, dass die Faserlängen bezogen auf die Granulatfaserlänge im Kern um 10 – 15 %

² Bei 1.000 gemessenen Einzelfasern.

und in den Deckschichten um 20 – 25 % reduziert werden. Diese Effekte werden der geringeren Scherung im Kernbereich beim Einspritzen zugeschrieben.

Mittel der zerstörungsfreien CT Aufnahmen aus Kapitel 4.2.3 und den Orientierungsanalysen aus Kapitel 4.2.3.1 ist es im Rahmen dieser Arbeit möglich, qualitative Aussagen über die Fragestellung der Faserlage am ungeprüften/unverachteten oder mechanisch veränderten Sandwichquerschnitt zu tätigen. Damit können weitere Vergleiche der Faserorientierung und -lage im geschäumten Sandwich und damit der prozessinduzierten Struktur der beiden Prozesse MuCell und D-LFT-TSG getroffen werden. Dabei zeigt sich bei vergleichbaren Prozessparametern („Verzögerungszeit“, „Masse-/Werkzeugtemperaturen“, „Fasergehalt“) ein qualitativ wie quantitativ ähnliches k-Verhältnis (vgl. Abbildung 132; Schliffbild und REM) und qualitativ ähnliche Faserorientierungen in der Deck- und Kernschicht (Abbildung 132; REM und CT Orientierung). Dabei zeigen die Schliff- und REM Aufnahmen immer lediglich einen lokal sehr beschränkten Probenbereich, der durch die CT Aufnahmen und Faserorientierungsanalyse einen tieferen Einblick in die Struktur des Integralschaums erweitert wird. Die CT Aufnahmen und die Auswertung mittels Matlab Algorithmen erweitert diese Ansicht durch die Lage der Fasern und zugehörigen Faserlänge über den Querschnitt (CT Faserlage/-länge) wie in Abbildung 132 für PP_M_HD_200/40_40_3 und PP_D_HD_200/40_40_3 dargestellt. Die Faserorientierungsverteilung im Kernbereich senkrecht zur Fließrichtung ist für die D-LFT-TSG Proben breiter, was auf einen geänderte Fließvorgang durch die (im FASEP und CT gemessenen) längeren Fasern zurückgeführt wird. Kürzere Fasern können sich leichter in Fließrichtung ausrichten und sind so mehr in Richtung des Schmelzeflusses (Abbildung 132) orientiert. Mit diesen Resultaten können die Ergebnisse von Metten et al. [43] zu kurz- und langfaserverstärkten, kompakten Spritzgießbauteilen für geschäumte, langfaserverstärkte Schaumsandwichstrukturen bestätigt werden.

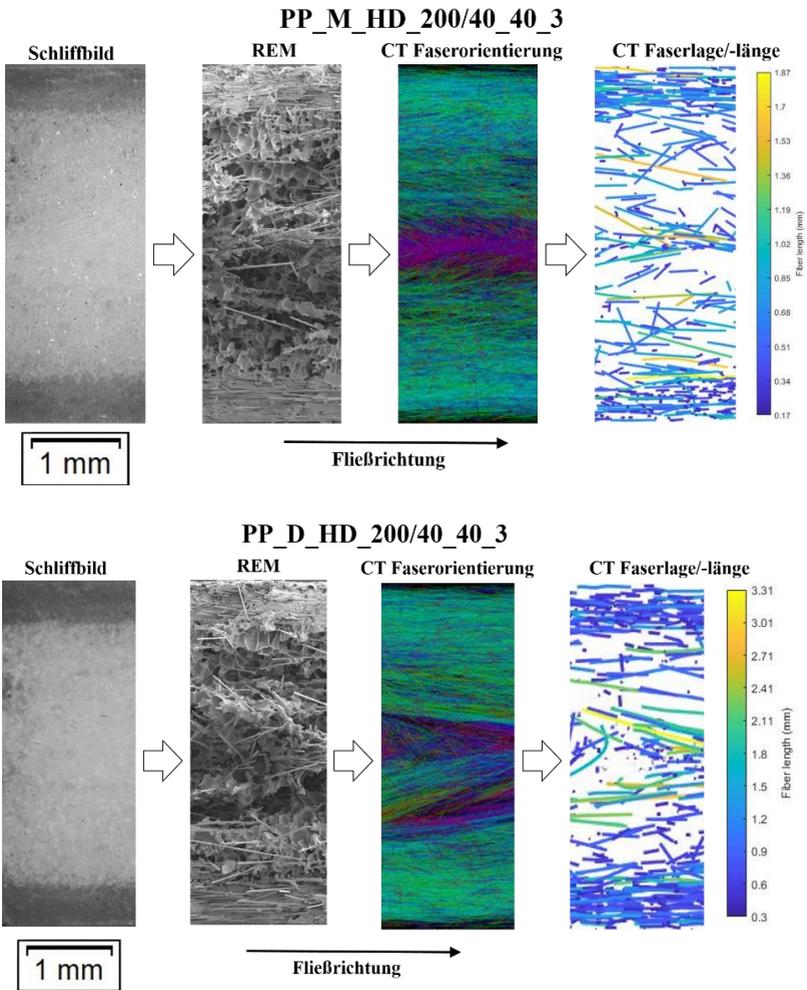


Abbildung 132: Gegenüberstellung Schliffbilder, REM und CT Aufnahmen zu den Proben PP_M_HD_200/40_40_3 (oben) und PP_M_HD_200/40_40_3 (unten)

Beim Vergleich der zugehörigen vektorbasierten Darstellung jeder 50. Faser aus diesen CT Analysen wird die Lage der Fasern qualitativ dargestellt. Für die Proben PP_M_HD_200/40_40_3 und PP_D_HD_200/40_40_3 zeigt sich dabei (siehe Abbildung 132, CT Faserorientierung /-länge), dass die Fasern in den Deckschichten (deren Dicke in allen Darstellungen erkennbar ist) dichter aneinander liegen als im geschäumten Kern. Bei der Betrachtung der Seitenansicht und damit des relevanten Querschnitts bei Biegung der parallel angeordneten Proben sind die längsten Fasern (über ~ 2 mm) beim D-LFT-TSG Prozess zu finden. Allerdings sind diese Fasern vorwiegend in der Mitte der Probe angeordnet und damit mechanisch weniger einflussreich auf die Biegeeigenschaften, da die Spannung durch die neutrale Faser – in der Mitte der Probe – hierbei gleich 0 ist.

5.3 Mechanische Eigenschaften

Bei den Biegeeigenschaften der Materialsysteme hPP, rPP und PA 6 erhöht sich durch den Anstieg der Deckschichtdicke und der Erhöhung des Fasergehaltsanteils der Materialindex M_{BEM} für leichte und steife Platten. Bei allen gezeigten langglasfaserverstärkten Proben spielt die Faserorientierung quer und parallel eine entscheidende Rolle für die mechanischen Eigenschaften, was sich mit der in der Literatur gefundenen Ergebnissen zu faserverstärkten (z.B. [52, 53, 176, 194]) und faserverstärkten und geschäumten Bauteilen (z.B. [39]) deckt. Durch das hohe Maß der Faserorientierung ergeben sich für M_{BEM} aus den Proben quer zur Fließrichtung von 30 Gew.% und 40 Gew.% glasfaserverstärktem PP Werte, die mit etwa $2 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ für den MuCell und D-LFT-TSG Prozess teilweise unter den Werten für unverstärktes, integral geschäumtes PP liegen. Dieser Zusammenhang kann einerseits mit höheren Deckschichtdicken, dem damit höherem Flächenträgheitsmoment und der resultierenden Erhöhung des Biegeelastizitätsmoduls der unverstärkten PP Proben in die „quer“ Richtung erklärt werden. Andererseits sinkt durch eine höhere Dichte bei vergleichbaren Absolutwerten des Biegemoduls ebenso der Materialindex. Beispielhaft ergibt bei einer Verdopplung der Deckschichtdicke von 0,2 mm auf 0,4 mm bei 4 mm dicken Sandwichproben ein um 80% höheres Flächenträgheitsmoment ($I_y = b \cdot (h - h_{\text{Kern}})^3 / 12$).

Ein Vergleich der Proben PP_M_HD_240/60_0_3 (M_{BEM} quer gleich $2,15 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$) und PP_M_200/40_40_0 (M_{BEM} quer gleich $1,65 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$) mit je $k = 0,86$ zeigt, dass die Fasern also nicht zwangsläufig als spezifisches Versteifungselemente wirken. Die Werte der Proben „quer“ zur Fließorientierung liegen bei vergleichbaren Prozessparametern beim D-LFT-TSG Prozess in einem ähnlichen Bereich wie beim MuCell Prozess. Vergleichbare k -Verhältnisse zeigen also vergleichbare Sandwichstrukturen, die in vergleichbaren Ergebnissen resultieren. Die Materialindexwerte für leichte und steife Proben aus PP, die parallel zur Fließrichtung orientiert sind, steigen im Vergleich zu unverstärkten bzw. quer zur Fließrichtung orientierten Proben stark an. Für faserverstärktes PP im MuCell Prozess ergeben sich dabei Werte in einem Bereich von $\sim 2,6 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ bis $2,8 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ sowohl für 30 Gew.% als auch 40 Gew.% Glasfaseranteil. Im zugehörigen D-LFT-TSG Prozess liegen die Werte für M_{BEM} in einem Bereich von $\sim 2,55 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ bis $2,7 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ für 30 Gew.% Glasfasern und im Bereich von $\sim 2,6 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ bis $2,8 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ für 40 Gew.% Faseranteil. Daraus wird ersichtlich, dass eine Erhöhung des Fasergehalts von 30 Gew.% auf 40 Gew.% keine spezifische Verbesserung des Materialindex für leichte und steife Platten mit sich bringt. Dieser Umstand kann wie bei Lee et al. [195] auf zusätzliche Kerbwirkungen an der erhöhten Faserzahl zurückgeführt werden.

Eine Erhöhung der Verzögerungszeit führt bei einer gleichzeitigen Beibehaltung der Masse-/Werkzeugtemperatur tendenziell bei den verstärkten PP Proben zu einem signifikanten Anstieg des Materialindex M_{BEM} sowohl parallel als auch quer zur Fließrichtung. Dieser Zusammenhang kann bereits nach der Analyse der k -Verhältnisse und den zugehörigen Deckschichtdicken erwartet werden, da eine Steigerung der Verzögerungszeit mit einer Erhöhung der Dicke dieser äußeren Lagen einhergeht. Wie grundlegend aus der Technischen Mechanik (stellvertretend in [196] beschrieben) bekannt und ausführlich für Sandwichkonstruktionen (in [193]) weiter erläutert, führt eine Erhöhung des Steiner'schen Anteils zu einer Erhöhung des Flächenträgheitsmoments und damit zu einem höheren Biegemodul. Beispielhaft ergibt bei einer Verdopplung der Deckschichtdicke von 0,2 mm auf 0,4 mm bei 4 mm dicken Sandwichproben ein um 80% höheres Flächenträgheitsmoment

($I_y = b \cdot (h - h_{\text{Kern}}) / 12$). Bei gleicher Dichte der Sandwichbauteile bedingt durch die selbe eingespritzte Masse führt das zu einem höheren Materialindex M_{BEM} .

Bei den unverstärkten PP Proben liegt M_{kdB} abhängig von den Prozessparametern zwischen etwa $8,5 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ und ungefähr $10,2 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$. Die Unterschiede zwischen der Probenorientierung sind dabei zu vernachlässigen. Bei einer Massetemperatur von $240 \text{ }^\circ\text{C}$ führt die Erhöhung der Verzögerungszeit von 0 Sekunden auf 3 Sekunden unabhängig von Werkzeugtemperatur zu einem Anstieg von M_{kDb} . Werden 30 Gew.% oder 40 Gew.% Glasfasern hinzugefügt, steigen v.a. die Werte parallel zur Fließrichtung der Proben an auf bis über $14 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ für D-LFT-TSG Proben an, was wieder mit der Faserorientierung in Fließrichtung in den Deckschichten (siehe [48]) begründet werden kann.

Für Proben aus PA6 zeigt sich für die unverstärkt geschäumten Sandwichstrukturen ein geringerer Wert für M_{BEM} als für unverstärktes PP (für alle Prozessparameter $\sim 1,5 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$, vgl. ABB 81), was durch die höhere Rohdichte der Proben erklärt werden kann. Dieser Wert steigt durch die Zugabe von Glasfasern an, wobei in „quer“ Richtung der Probenentnahme ungefähr derselbe Wert beibehalten wird. Die Werte für M_{BEM} der Proben „parallel“ steigen auf $\sim 2,1 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ bis $2,4 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ sowohl für den MuCell als auch den D-LFT-TSG Prozess. Bei letztgenanntem ist ein signifikantes Absinken des Materialindex bei niedriger Werkzeug-/Massetemperatur und ab einer Verzögerungszeit von 4 Sekunden zu erkennen, was auf Delamination bzw. geringe Haftung des Kerns an den Deckschichten zurückgeführt wird. Diese Delamination ist am Ende der Biegeprüfung optisch ersichtlich und wird in [165] als „interlaminare Scherung“ bezeichnet. Dieses Ergebnis bestätigt auch die gewählten Randbedingungen des DOE von bis zu 2 Sekunden Verzögerungszeit, wo eine Realisierung aller zuvor gewählter Parametervariationen nötig ist um, ein valides Modell zu erhalten [189].

M_{kdB} liegt bei den unverstärkten PA6 Proben abhängig von den Prozessparametern bei etwa $6,5 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$. Wie bei PP sind die Unterschiede zwischen der Probenorientierung dabei zu vernachlässigen. Die faserverstärkten

Proben erreichen Werte von bis zu $13 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ für M_{MF} in der parallelen Orientierung. Die Werte für M_{kDb} für die Proben quer zur Fließrichtung sind auf einem vergleichbaren Niveau zu den unverstärkten Proben und zwischen etwa $6,5 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ und $7,5 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$. Bei den Proben aus dem D-LFT-TSG Prozess werden quer zur Fließrichtung Werte von $\sim 5 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ erreicht.

Mit diesen Ergebnissen für PP und PA6 für M_{BEM} und M_{MF}/M_{kDb} an unverstärkten Proben kann allgemein nachgewiesen werden, dass für die Proben quer stets die Matrixeigenschaften ausschlaggebend für die Steifigkeit und Festigkeit sind.

Tabelle 21 zeigt den Abgleich zwischen experimentell bestimmten Elastizitätsmodulwerten verschiedener Proben aus PP und PA6 (hergestellt im D-LFT-TSG Verfahren) und analytisch bestimmten Werten aus zusammengesetzten Sandwichaufbauten. Dabei wird der Druckmodul des Kerns mit dem Biegemodul einer ungeschäumter, faserverstärkter 2 mm dicker Referenzproben mit der übliche Modellvorstellung eines dreischichtigen Aufbaus aus Kapitel 2.5 und Formel (2.19) zusammengesetzt. Für die Proben PA6_D_HD_280/80_40_0 und PA6_D_HD_280/80_40_2 stimmen diese Werte mit den experimentell bestimmten Werten der Integralsandwichstruktur in guter Näherung überein (siehe Tabelle 21). Für die Proben aus Polypropylen (PP_D_HD_240/60_40_0 und PP_D_HD_240/60_40_3) zeigen sich allerdings signifikante Unterschiede. Die analytische Modellvorstellung unterschätzt dabei die experimentellen Werte um bis zu 100%. Mit steigender Deckschichtdicke und sinkendem k-Verhältnis verbessert sich diese Vorhersage allerdings.

Tabelle 21: Vergleich Modell zu experimentellen Daten

Probenbezeichnung	Druckmodul Kern (exp) (GPa)	Biegemodul Deckschicht (experimentell) (GPa)		k-Verhältnis ()	Biegemodul Sandwich (experimentell) (GPa)		Biegemodul Sandwich (Modell) (GPa)	
		Quer	Parallel		Quer	Parallel	Quer	Parallel
PA6_D_HD_280/80_40_0	0,344 ± 0,045	2,47 ± 0,19	8,19 ± 0,3	0,87	1,04 ± 0,03	3,42 ± 0,26	1,07	3,02
PA6_D_HD_280/80_40_2	0,322 ± 0,012	2,47 ± 0,19	8,19 ± 0,3	0,78	1,47 ± 0,06	4,35 ± 0,28	1,45	4,46
PP_D_HD_240/60_40_0	0,111 ± 0,015	3,28 ± 0,02	8,73 ± 0,04	0,92	1,27 ± 0,06	4 ± 0,13	0,81	2,02
PP_D_HD_240/60_40_3	0,105 ± 0,02	3,28 ± 0,02	8,73 ± 0,02	0,84	1,55 ± 0,04	4,43 ± 0,05	1,40	3,62

Zusammen mit den diskutierten Ergebnissen des strukturellen Aufbaues der PP Sandwichstrukturen und Literaturquellen zu kompakten Proben und deren Faserlänge/Orientierung über den Querschnitt (z.B. [191]) lässt sich diese Abweichung der Modellvorhersage nicht durch einen höheren Faseranteil in den Deckschichten erklären. Allerdings liegen die Fasern bei dieser Probe in einem breiten Randbereich (~ 0,7 mm) in Fließrichtung orientiert vor, was die Probe auch in dem (im Modell) zum Kern gehörigen Bereich verstärkt. Dadurch unterschätzt die Modellvorstellung mit dem hohen Wert für k die tragende Deckschichtdicke. Um diesen Fehler zu korrigieren, wird für Probe PP_M_D_240/60_40_0 das k-Verhältnis an den Bereich der in Abbildung 79 dargestellten in Fließrichtung orientierten Fasern (bis 75%) unabhängig von der Dicke der Kernschicht aus den Schlißbildern angepasst. Mit dem resultierenden k-Verhältnis von 0,8 ergeben sich die modellierten Biegemodule zu 1,66 GPa (quer) und 4,32 GPa (parallel), was in guter Näherung zu den Werten der experimentellen Betrachtung steht. Weiterhin führen auch die verwendeten Methoden zur Bestimmung des Moduls und der Deckschichtdicken zu einer gewissen Abweichung zwischen Modell und experimentell ermittelten Daten.

Aus den ausführlichen Studien zum Einfluss der „Verzögerungszeit“ auf die Struktur und damit die mechanischen Eigenschaften ergibt sich für rPP ein

klarer Anstieg sowohl von M_{BEM} als auch M_{kDb} mit Anstieg der Verzögerungszeit. Die Werte liegen für M_{BEM} bei quer zur Fließrichtung orientierten Proben dabei zwischen $\sim 1,7 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ bis $2 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$. Die parallel orientierten Proben liegen im Bereich von $\sim 2,3 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ bis $2,6 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$. Gemessen an unverstärkten, nicht geschäumten Referenzproben ($M_{\text{BEM}} = 1,15 \pm 0,007 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$) wird so bei glasfaserverstärktem und geschäumten rPP sowohl für die „quer“ als auch die „parallel“ orientierten Proben ein deutlicher Leichtbaueffekt sichtbar. Für die Materialindizes M_{MF} und M_{kDb} zeigt sich bei rPP eine vergleichbare Abhängigkeit von der Deckschichtdicke, die maßgeblich von der Verzögerungszeit bestimmt wird. Sowohl für 30 Gew.% als auch für 40 Gew.% Glasfaserverstärkung ergeben sich quer zur Fließrichtung Werte für M_{kDb} (da die Proben in der Spannungs-Dehnungskurve kein Maximum aufweisen) zwischen von $\sim 6,5 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ bis $8,2 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$. Für die parallel orientierten Proben liegt dieser Wert zwischen $\sim 9,5 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ bis $11,8 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ und damit in einem ähnlichen Bereich wie die hPP Proben.

Für PPS zeigt das integrale Schäumen bei unverstärkten Proben einen positiven Leichtbaueffekt auf M_{BEM} und M_{kDb} . Dabei werden die Werte bei 4 mm Proben von $\sim 1,1 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ auf $\sim 1,7 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ (M_{BEM} quer und parallel) bzw. $6 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ auf $8,5 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ (M_{kDb} quer und parallel) erhöht. Bei verstärkten Proben stellt sich wieder eine Abhängigkeit der Probenorientierung ein, wobei die parallelen Proben durch die Faserorientierung höhere Werten liefern. Dabei werden die Werte für M_{BEM} (parallel) von $\sim 1,3 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ auf $\sim 2,15 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ und M_{MF} (parallel) von $\sim 9 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ auf $12 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ bei geschäumten Proben erhöht, was wieder den Leichtbaueffekt von integral im Hochdruckverfahren hergestellter Sandwichbauteilen aufzeigt. Anders als bei den (auch in der Literatur) üblichen und hier vorgestellten Polymeren stellt sich für PPS keine Veränderung der Deckschichtdicken durch Erhöhung der Verzögerungszeit (vgl. Kaitel 4.2.1.4) ein. Die durchschnittliche Zellgröße verändert sich zwar dadurch, was aber keinen signifikanten Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften dieses Materialsystems hat. Die Kristallinität in den Deckschichten und Kernschichten haben dabei vergleichbare Kennwerte (nachgewiesen in [24] und [190]), was damit als Grund für diese Anomalie ausscheidet. Eine

Hypothese zur Erklärung ist, dass die verwendete Extrusionstypen des PPS ein enges Rekrystallisationsfenster besitzt. Die Deckschichten erstarren durch den Kontakt mit der Werkzeugwand nahezu schlagartig und wirken wie eine Isolierung zur Wärmeabfuhr nach außen. Die Rekrystallisationsenthalpie führt im Kern zu einem Anstieg der Temperatur was ein weiteres Erstarren in Deckschichtdickenrichtung verzögern könnte.

Insgesamt sind die Werte der im Rahmen dieser Arbeit ermittelten Materialindices der im Hochdruckverfahren geschäumten Proben höher als im Vergleich zu den Literaturwerten zum Niederdruckverfahren. Nach Gómez-Monterde [151] zeigt sich bei PP mit 20 Gew.% dabei M_{BEM} im Bereich von $\sim 1,6 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ bis $\sim 1,9 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ und somit unter den erreichbaren Werten dieser Arbeit. Auch der Materialindex M_{MF} liegt hierbei zwischen $9,5$ bis $12 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ ([151]) und somit unter den gezeigten Werten dieser Arbeit für PP. Dieser Unterschied liegt vorwiegend an der gewählten Prozessvariante und bestätigt somit das hohe Leichtbaupotential des Hochdruckverfahrens des Schaumspritzgießens. Auch für unverstärktes PPS liegen die Werte beim Hochdruckverfahren in einem – mit sehr großen Dichtereduktionen – erfolgtem Niederdruckverfahren aus der Literatur bekannten Wertebereich von M_{MF} bei $\sim 7,1$ bis $8,2 \text{ MPa}^{1/2}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ und von M_{BEM} bei $\sim 1,13$ bis $\sim 1,8 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ [24]. Die gewählte Prüfkörperform (Zugstab) führt bei dieser Untersuchung der Sandweicheigenschaften allerdings zu höheren Materialkennwerten, da prozessbedingt eine kompakte Schicht um die gesamte Probe (also auch in Querschnittsrichtung) vorliegt, die als geometrisches Versteifungselement wirkt.

Der Vergleich des Materialindex M_C für leichte und schlagzähe Materialien ergibt für PP, dass bei einer Verstärkung mittels halbzeugbasiertem D-LFT-TSG Prozess wesentlich höheren Werte als bei MuCell Prozess auftreten. Für vergleichbare Herstellparameter ergeben sich z.B. für PP_M_HD_200/40_40_3_p (gewichtsgemittelte Faserlänge: $865 \mu\text{m}$; 95% Schwellwert: $2851 - 3000 \mu\text{m}$) ungefähr $13,5 \text{ (kJ/m}^2)/(\text{g}/\text{cm}^3)$ und für PP_D_HD_200/40_40_3_p (gewichtsgemittelte Faserlänge $1950 \mu\text{m}$; 95% Schwellwert: $9001 - 9150 \mu\text{m}$) ungefähr im Mittel $24 \text{ (kJ/m}^2)/(\text{g}/\text{cm}^3)$. Dieser starke Anstieg wird durch die von Thomason [33] gezeigten Zusammenhänge

der Faserlänge zur dynamischen Schlagzähigkeit erklärt. Die kritische Faserlänge (um 90% der theoretisch maximal erreichbaren Eigenschaften zu erhalten) ist bei schlagartiger Belastung nach [33] für PP und Glasfasern einem Bereich von längeren Fasern (11 – 12 mm). Allerdings ist bereits ein Anstieg von 20% auf 60% der theoretisch erreichbaren Schlageigenschaften erkennbar, sobald die Faserlänge von 3 mm auf 9 mm ansteigt (siehe auch [39]). So kann, anders als bei den Biegeeigenschaften, das volle Potential der langglasfaserverstärkten PP bei den im MuCell Prozess realisierten Faserlängen noch durch die längeren gewichtsgemittelten Faserlängen (und den höheren 95% Schwellwerten) beim D-LFT-TSG Prozess gesteigert werden. Auch spielt die gezeigte Lage der Fasern bei der breitseitigen Charpy Prüfung eine weniger große Rolle, da alle Fasern des gesamten Verbundes zum Tragen kommen.

Auch für die PA6 Proben zeigt die Charpy Prüfung vergleichbare Werte (von ~ 30 bis 40 (kJ/m²)/(g/cm³)) zwischen dem MuCell und D-LFT-TSG Prozess. Dabei ist der Einfluss der Probenorientierung und der positive Einfluss der Deckschichtdicke bei höheren Verzögerungszeiten beim D-LFT-TSG Prozess deutlicher zu erkennen. Bei den MuCell Proben mit 30 Gew.% und 40 Gew.% Glasfaseranteil zeigt sich dagegen keine signifikante Abhängigkeit der Probenorientierung zum Materialindex M_C . Wie in Abbildung 112 dargestellt zeigen sowohl die quer und parallel zur Fließrichtung orientierten Proben auch keine eindeutige Tendenz der Werte bezogen auf die Verzögerungszeit. Die Kennwerte für M_{BEM} der Proben mit gleichen Prozessparametern sind dagegen von der Probenorientierung abhängig, wie Abbildung 93 zeigt. Diese Erkenntnisse lassen zusammen darauf schließen, dass die Fasern im Kern der PA6 Sandwichtaufbauten regellos orientiert sind. Durch die geringeren Faserlängen (siehe Tabelle 16; gewichtsgemittelte Faserlängen im MuCell Prozess unter ~ 500 μ m) tritt keine Verstärkungswirkung, wie von Thomason für PP GF [33] nachgewiesen, auf. Diese Hypothese kann nicht restlos mit einem Abgleich der Werte der unverstärkt geschäumten PA6 Sandwichproben bestätigt werden, da diese im konditionierten Zustand nicht brechen und so durch die Aufnahme der Charpy-Prüfvorrichtung gezogen werden. Dadurch werden höhere Werte erreicht, die aber wie die Werte von M_C für die glasfaserverstärkten Proben unabhängig von den Prozessparametern

tern sind. Da die Proben der verstärkten PA6 Proben aber normgerecht brechen, kann von einer Versprödung bzw. einer Kerbwirkung der Fasern (wie für PP/GF von Lee et al. [195] aufgezeigt) ausgegangen werden.

Der Einfluss der Probenorientierung und der Verzögerungszeit ist wieder bei den rPP Proben zu erkennen, wobei trotz wesentlich längerer gewichtsgemittelter Faserlängen (vgl. Kapitel 4.2.2.1) geringere bzw. vergleichbare Werte zu den hPP Proben von bis zu 25 (kJ/m²)/(g/cm³) bei rPP_D_HD_240/60_40_3 erreicht werden. Abbildung 133 zeigt eine Detailaufnahme der Bruchflächen der beiden Proben. Dabei sind bei der rPP Probe deutlich in der Deckschicht „Löcher“ zu erkennen, die auch aufgrund des Durchmessers der im Bereich des Faserdurchmessers liegt auf Faserauszug hindeuten. Bei der verglichenen hPP Probe sind diese „Löcher“ in qualitativ geringerer Anzahl zu erkennen.

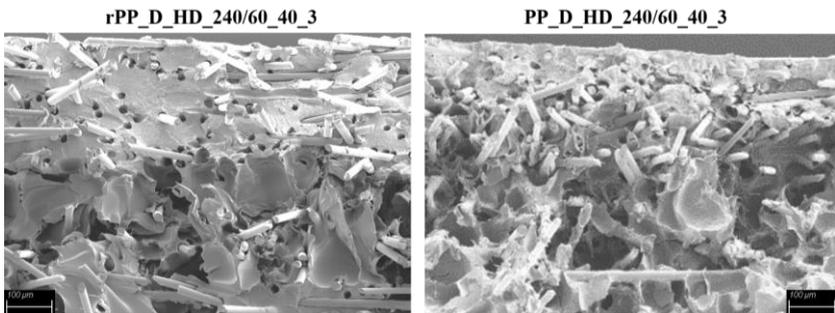


Abbildung 133: Gegenüberstellung Detailaufnahmen REM zu den Proben rPP_D_HD_240/60_40_3 (links) und PP_D_HD_240/60_40_3 (rechts)

Gemeinsam mit den Charpy Kennwerten lässt das bei den rPP Proben auf eine noch zu optimierende Faser-Matrix Haftung deuten, die bei dynamischer Belastung frühzeitig versagt.

Bei PPS führt das Schäumen der unverstärkten Proben bzw. die Additivierung von 20 Gew.% Glasfasern stets zu einem signifikanten Abfall der

relativen Schlagzähigkeit, was durch die herausragenden Eigenschaften des schlagzäh modifizierten Grundmatrixmaterials zurückzuführen ist. Wird dieses System durch Schaumzellen oder Glasfasern, die beide wie Kerben wirken gestört, sinken die Werte für M_C stark ab. So können nur noch Werte bezogen auf den PPS Grundwerkstoff von $\sim 40\%$ bei unverstärkt geschäumten bzw. $\sim 25\%$ bei geschäumt und faserverstärkten Proben erreicht werden (Abbildung 116).

5.4 Abgleich mit Differentialbauweise

Die in Differentialbauweise aus PP und PA6 mit UD-Tapschichten nach Kapitel 3.2.5 hergestellten Proben zeigen die in Kapitel 4.4 gezeigten Ergebnisse. Der Vergleich von M_{BEM} (Abbildung 119) eines unverstärkten Extrusionsschaums mit einer Dichte von $0,46\text{ g/cm}^3$ zeigt sich bei der Verstärkung mit einer Lage UD-Tape aus PP/GF70 hergestellt durch „Heißpressen“ (HP) und „Vakuunkonsolidieren“ (VAK), dass eine Verstärkung der Deckschichten einen deutlichen Steifigkeitszugewinn bewirkt. Dabei führt das VAK zu höheren Werten als das HP, was der gleichmäßigeren Aufheizung und damit erhöhten Anhaftung zwischen Kern und Deckschichten zugeschrieben werden kann. Der unverstärkte Extrusionsschaum zeigt mit $\sim 2\text{ GPa}^{1/3}/(\text{g/cm}^3)$ einen vergleichbaren Wert wie integral geschäumte, unverstärkte PP Proben, was durch die vergleichbare Dichtereduktion und Dicke erklärt werden kann.

Wie bei den Untersuchungen zur Steifigkeit zeigt sich auch beim Materialindex M_{MF} bzw. M_{kDB} in Abbildung 120, dass das Leichtbaupotential bei PP Proben im Vergleich zu PA6 Platten höher ist. Auch haben die Prozessparameter (Dosiervolumen bei PA6 bzw. Nieder- oder Hochdruckverfahren bei PP) wenig Einfluss auf die Werte, die im selben Bereich (quer und parallel) zu den Integralschaumbauteilen liegen.

Im Vergleich dazu zeigen die Werte für M_{BEM} aus der Literatur für vergleichbare Prozesse niedrigere Maximalwerte für PP/GF Tape in Differentialbauweise. Kasemphaibulsuk et al. [169] konsolidierten für die Untersuchungen

die Deckschicht aus je 2 Lagen UD-Tape aus PP/GF70 auf ($0^\circ/90^\circ$ bzw. $0^\circ/\pm 60^\circ$). Diese Platten werden dann in ein Spritzgießwerkzeug eingeklebt und anschließend im Hochdruckverfahren (von 4 mm auf 4,4 mm bzw. 5 mm und 6 mm geöffnet) mit einem 20 Gew.% glasfaserverstärktem PP als geschäumten Kern verbunden. Die Masstemperatur betrug dabei 240°C , die Werkzeugtemperatur 50°C und der Gasgehalt 0,3 Gew.% Stickstoff. Zusammen mit der Biegesteifigkeit konnten für M_{BEM} Werte zwischen $\sim 1,8 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ und $2,5 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ für die $0^\circ/90^\circ$ Deckschichten erreicht werden. Die Werte für die $0^\circ/\pm 60^\circ$ Deckschichten lagen darunter bei $\sim 1,7 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ bis $2,2 \text{ GPa}^{1/3}/(\text{g}/\text{cm}^3)$. Hier ist ein direkter Vergleich zu den Werten dieser Arbeit mit Umsicht auszuführen, da die Endwanddicken nicht 4 mm sind. Die bei höheren Bauteildicken erreichten Steifigkeitswerte führen dabei zu höheren Werten für die Materialindices. Unter der Voraussetzung, dass diese differential gefertigten Sandwichstrukturen auch mit den Endwandstärken von 4 mm gefertigt werden können und damit angepasste Steifigkeitswerte erzielt werden, ist ein Vergleich allerdings zulässig. Die in dieser Arbeit gezeigten Werte für 4 mm übersteigen die der Literatur [169].

Werden nun zusätzlich zu den mechanischen Eigenschaften die Zykluszeit (integral $\sim 50\text{s}$, HP $\sim 300\text{s}$ und VAK $\sim 60\text{s}$), der Mehraufwand durch Stapeln bzw. Einbringen der UD Tapes und die Materialkosten (integral: $\sim 1,5 \text{ €/kg}$ für PP/GF30 und differential: $\sim 1 \text{ €/kg}$ PP und $\sim 6\text{-}10 \text{ €/kg}$ für PP/GF70 Tape³) zwischen Differential- und Integralbauweise verglichen, wird am Beispiel von PP klar, dass die kommerzielle Umsetzung von derartigen Prozessen schwierig ist. Weitere finanzielle Ersparnisse durch die Verwendung eines Direktprozesses sind dabei möglich. Die Firma Arburg gibt dabei für ihr entwickeltes Direkt-Langfaserschnittverfahren (siehe Kapitel 2.2.2) beim Materialsystem PP/LGF30 eine mögliche Kostenersparnis von 1,19 EUR/kg oder knapp 50% bezogen auf das LGF Stäbchengranulat an. [77]

³ Preise für UD-Tape in Anlehnung an den Preisbereich aus [197] für Organobleche

6 Zusammenfassung und Gesamtfazit

Im Rahmen dieser Arbeit wurden ausgehend vom Herstellprozess zu integral im Hochdruckverfahren gefertigten langglasfaserverstärkten Sandwichbauteilen die eingestellte Struktur sowie die mechanischen Eigenschaften charakterisiert. Für die Herstellung wurden die beiden Prozesse „MuCell“ (beruhend auf Stäbchengranulat) und „D-LFT-TSG“ (beruhend auf Halbzeugen wie Endlosglasfaserrovings und Polymer) für Polypropylen und Polyamid 6 verwendet. Durch die Verwendung identischer Matrixmaterialien, Glasfasern, Additive und vergleichbarer Prozessparameter (so wurde z.B. durchgängig das Hochdruckverfahren für Schäumvorgänge von 2 mm auf 4 mm verwendet) konnte ein direkter Vergleich der Prozesswahl auf die Struktur (Sandwichaufbau, Zellgröße, Faserlänge bzw. -orientierung) gegeben werden. Dabei zeigt sich, dass allgemein der D-LFT-Prozess zu längeren Faserlängen in den Proben der Abmessungen 80 mm x 10 mm x 4 mm führt. Für PP führen diese längeren Fasern im Bauteil zunächst zu keiner signifikanten Erhöhung des Materialindex M_{BEM} für steife und leichte Platten, allerdings steigt (v.a. am Beispiel von parallel zur Fließrichtung ausgerichteter Proben) der Materialindex M_{MF} für feste und leichte Platten. Auch kann bei PA6 aus dem D-LFT-TSG Prozess eine Verfeinerung der Zellegrößen im Vergleich zum MuCell Prozess festgestellt werden.

Die Überprüfung der rheologischen Eigenschaften konnte mit Hilfe eines im Spritzgießwerkzeug integrierten Inline Hochdruckkapillarrheometer für unverstärktes, unverstärktes und gasbeladenes und langglasfaserverstärktes Polypropylen erfolgen. Hier erfährt die Schmelze/das Compound ähnliche thermische/mechanische Schädigung wie die zur Herstellung der Platten verwendete Spritzmasse. So konnten die Einflussfaktoren (Gasbeladung senkt und Faseranteil erhöht die Viskosität) für hohe Scherraten Inline nachgewiesen werden.

Weiterhin wurden aus allen Bereichen der Polymerpyramide (hPP, rPP, PA6 und PPS) Polymere im Hochdruckverfahrens des Schaumspritzgießprozesses mit direkter Faserverstärkung verarbeitet und geprüft. Diese langglasfaser-verstärkten Integralsandwichbauteile weisen dabei ein sehr gutes Verhältnis von Biegesteifigkeit zu Rohdichte auf, was anhand von Materialindizes nach Ashby untersucht und ein hohes Maß an Leichtbaupotential nachgewiesen wurde. Über ein weites Prozessparameterfenster ist es mithilfe der Parameter „Verzögerungszeit“, „Fasergehalt“, „Massetemperatur“ und „Werkzeugtemperatur“ möglich, gezielt die Struktur (d.h. vor allem das Kernschicht/Deckschicht Verhältnis) einzustellen.

Die Faserlänge konnte am Beispiel von PP für Sandwichstrukturen mittels CT Aufnahmen kleiner Proben (5 mm x 4 mm x 3 mm) sichtbar gemacht werden und steht in guter Näherung zu den konventionell mittels FASEP ermittelten Ergebnissen an Proben der Dimension 80 mm x 10 mm x 4 mm. Auch mithilfe der CT Aufnahmen war es für die Integralbauteile möglich, eine Korrelation zwischen Prozessparametern zur Faserlage/-orientierung herzustellen und so die mechanischen Eigenschaften zu erklären. Dabei liegt in den Deckschichten qualitativ ein höherer Faservolumengehalt vor als bei den Modellvorstellungen üblich. Auch sind die längeren Fasern in der Mitte der Bauteile, wo die Versteifungswirkung v.a. bei Biegebelastung geringer ausfällt. Insgesamt lässt sich aber durch die Faserverstärkung und die Erhöhung der Verzögerungszeit und damit einhergehenden Deckschichtdickenerhöhung (bis auf PPS) eine Erhöhung des spezifischen Materialindex für steife und leichte Platten (M_{BEM}) erreichen.

Auch zeigt die Faserverstärkung nicht zwangsläufig eine Verbesserung der spezifischen Schlagzähigkeitswerte. Sind die Grundwerkstoffe (wie bei PPS und rPP) bereits sehr schlagzäh wirken die Zellen bzw. Glasfasern als Fehlstellen, die zu einem Absinken des Materialindex M_C führen.

Die gesamten Einflüsse der variierten Prozesseinstellparameter auf die Struktur (k-Verhältnis) und die mechanischen Eigenschaften (M_{BEM} , M_{MF} , M_C parallel zur Fließfrontorientierung) sind in Tabelle 22 zusammenfassend und qualitativ für die untersuchten Materialsysteme dargestellt.

Tabelle 22: Qualitative Einflussparameter integral gefertigter, langglasfaserverstärkter Sandwichstrukturen

Ergebnisse Einstell- parameter	k-Verhältnis				M _{BEM} (parallel)				M _{MF} (parallel)				M _C (parallel)			
	hPP	PA6	rPP	PPS	hPP	PA6	rPP	PPS	hPP	PA6	rPP	PPS	hPP	PA6	rPP	PPS
Verzögerungszeit ↑	↓	↓	↓	↔	↑	↑	↑	↔	↑	↔	↑	↔	↔	↑↔	↑↔	↔
Massetemperatur ↑	↑	↔	↔	-	↓	↑↔	↑	-	↓	↔	↔	-	↔	↔	↔	-
Werkzeugtemperatur ↑	↑	↔	↔	-	↔	↓↔	↔	-	↓	↔	↔	-	↓	↔	↔	-
Fasergehalt ↑	↑	↑	↔	↔	↑↔	↑↔	↑	↑	↑↔	↑↔	↓	↑	↑	↓	↔	↓

Für die integral im Hochdruckverfahren gefertigten thermoplastischen, langglasfaserverstärkten Polymersandwichbauteile lässt sich ein hohes Leichtbaupotential mit hohen spezifischen mechanischen Eigenschaften zusammenfassen. Das wird in Abbildung 134 mit Hilfe eines Ashby Diagramms verdeutlicht, wo die Werte der Biege-Elastizitätsmodule über den zugehörigen Dichten für alle integral gefertigten Proben aus dieser Arbeit dargestellt sind. Dabei sind für hPP und PA6 sowohl die Eigenschaften für unverstärkt geschäumte Proben sowie im MuCell und D-LFT-TSG Prozess verstärkte Sandwichstrukturen aufgeführt.

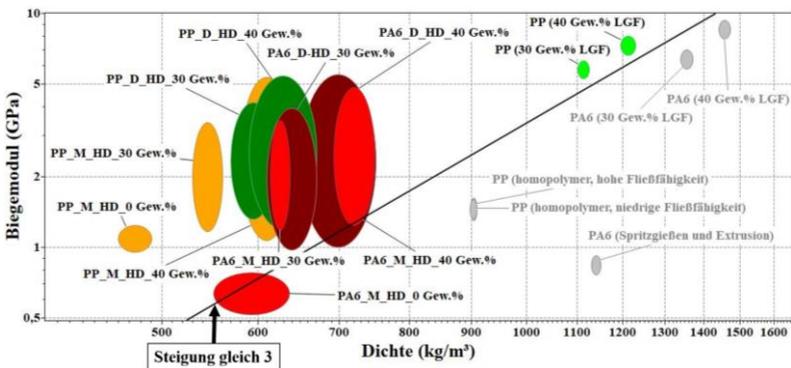


Abbildung 134: Ashby Diagramm (Biegemodul über Dichte) für PP und PA6 (0 Gew.%, 30 Gew.% und 40 Gew.% je im Mucell und D-LFT-TSG Verfahren hergestellt

Die eingezeichnete Line besitzt dabei eine Steigung von 3 und repräsentiert damit die Auswahlgerade für steife und leichte Proben (links oben ist dabei das Optimum) [155]. Diese Gerade ist für Abbildung 134 und Abbildung 135 als Hilfslinie zur Orientierung im jeweiligen Diagramm zu sehen, eine genaue Auswahl des optimalen Werkstoffs/Materialsystems kann erst mit mechanischen Mindestrandbedingungen erfolgen. Diese Darstellung zeigt allerdings, dass im Hochdruckverfahren geschäumte und faserverstärkte Polymere ein hohes Leichtbaupotential bieten und so das Potential dieser Werkstoffklasse gezeigt werden kann. Für die Differentialbauweise ergeben sich je nach Materialsystem dabei höhere mechanische Eigenschaften als bei den integral gefertigten Proben. Für PP liegen dabei, je nach Herstellverfahren und Faserorientierung in den UD-Deckschichten, die Werte des Biegeelastizitätsmoduls zwischen 2,6 GPa bis 12,6 GPa bei einem Dichtebereich von 0,56 g/cm³ bis 0,98 g/cm³. Bei PA6, das in Differentialbauweise hergestellt wurde und im Niederdruckverfahren geschäumt wurde, liegen diese Werte bei 1,83 GPa bis 11 GPa bei einer Dichte von etwa 1,12 g/cm³.

Ergänzend zeigt Abbildung 135 ein Ashby Diagramm für die im Direkt LFT-TSG Prozess verarbeiteten Matrixmaterialien und das weite Feld an mechanischen Eigenschaften, dass durch die Probenorientierung, Wahl der Verzögerungszeit, dem Fasergehalt und der Masse-/Werkzeugtemperatur aufgespannt wird. Die Steigung der dargestellten Auswahlgeraden für leichte und steife Proben ist hierbei wieder gleich 3 und dient der qualitativen Orientierung im Diagramm.

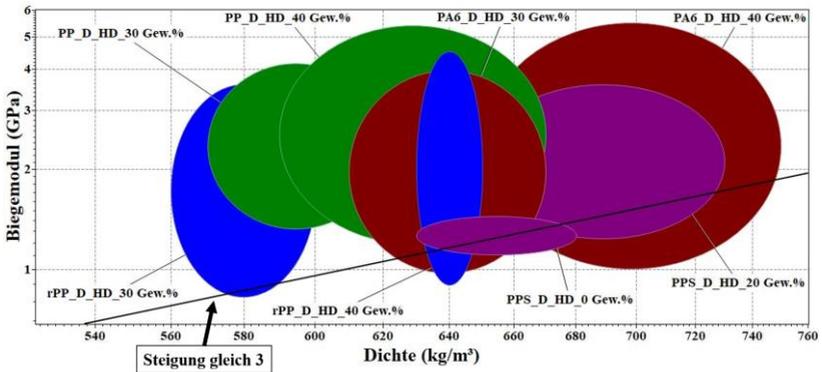


Abbildung 135: Ashby Diagramm (Biegemodul über Dichte) für hPP, rPP, PA6 (30 Gew.% und 40 Gew.%) und PPS (20 Gew.%) im D-LFT Verfahren hergestellt

Aufgrund der geringen Rohdichte bei mit den anderen Matrixmaterialien vergleichbaren Biegemodulen lassen sich so unter der Bauteildickenbeschränkung von 4 mm die integral gefertigten Sandwichbauteile aus PP und rPP mit einer Glasfaserverstärkung von 30 Gew.% bzw. 40 Gew.% im Direktprozess als Materialklasse der Wahl bei leichten und steifen Platten zusammenfassen.

Als mögliches weitere Forschungsfeld ergibt sich aus dieser Arbeit die Weiterführung der Untersuchungen an PPS und ggf. weiteren Hochtemperaturthermoplasten um die Strukturanomalie (d.h. es ist kein Einfluss der Verzögerungszeit auf die Deckschichtdicke erkennbar) und deren Wirkmechanismen gänzlich aufzuklären.

7 Literaturverzeichnis

- [1] Dietrich, S.: Mechanisches Verhalten von GFK-PUR-Sandwichstrukturen unter quasistatischer und dynamischer Beanspruchung. Karlsruher Institut für Technologie, Dissertation, Karlsruhe, 2013, KITopen ID: 1000034970
- [2] Rupp, P., Elsner, P. u. Weidenmann, K. A.: Specific bending stiffness of in-mould-assembled hybrid sandwich structures with carbon fibre reinforced polymer face sheets and aluminium foam cores manufactured by a polyurethane-spraying process. *Journal of Sandwich Structures & Materials* 0 (2017) 0, S. 1-22, DOI: 10.1177/1099636217725250
- [3] [https://www.teilehaber.de/itm/unterbodenschutz-rechts-mercedes-benz-c-klasse-\(w203\)-a2036190138-an3418-src10137956.html](https://www.teilehaber.de/itm/unterbodenschutz-rechts-mercedes-benz-c-klasse-(w203)-a2036190138-an3418-src10137956.html), abgerufen am: 15.09.2018, 13:34
- [4] Kauffmann, A.: Kapitel 6: Kunststoffe. In: Henning, F.; Moeller, E. (Hrsg.): *Handbuch Leichtbau*. Hanser, München, 2011, S. 133-142
- [5] Colton, J. S.: THE NUCLEATION OF MICROCELLULAR FOAMS IN SEMI CRYSTALLINE THERMOPLASTICS. *Materials and Manufacturing Processes* 4 (1989) 2, S. 253–262
- [6] Kutsch, O.: *Marktstudie Polypropylen*, Konstanz 2017. https://www.ceresana.com/upload/Marktstudien/brochueren/Ceresana_Broschuere_Marktstudie_Polypropylen-PP_4.pdf, abgerufen am: 28.08.2018, 19:37
- [7] Scheibnitz, M.: Polyamid 6 und 66 (PA6 und PA66). Asien und die Automobilindustrie prägen die Nachfrage an Polyamiden. *Kunststoffe* 106 (2016) 10, S. 62–68
- [8] Credence Research: *Polyphenylene Sulfide (PPS) Market By Application (Electrical & Electronics, Automotive, Industrial, Coatings, Filtration & Filter Bags) - Growth, Share, Opportunities & Competitive Analysis, 2015 - 2022*, 2017. <https://www.credenceresearch.com/report/polyphenylene-sulfide-pps-market>, abgerufen am: 28.08.2018 10:12

- [9] Altstädt, V.: Kapitel 1: Einleitung. In: Altstädt, V. u. Mantey, A. (Hrsg.): Thermoplast-Schaumspritzgießen. Hanser, München, 2010, S. 1–6
- [10] Colton, J. S. u. Suh, N. P.: Nucleation of Microcellular Foam: Theory and Practice. *Polymer Engineering and Science* 27 (1987) 7, S. 500–503
- [11] Bledzki, A. K., Kirschling, H., Rohleder, M. u. Chate, A.: Correlation between injection moulding processing parameters and mechanical properties of microcellular polycarbonate. *Journal of Cellular Plastics* 48 (2012) 4, S. 301–340
- [12] Cramer, A.: Analyse und Optimierung der Bauteileigenschaften beim Thermoplast-Schaumspritzgießen. Zugl.: Technische Hochschule Aachen, Dissertation, Aachen, 2007. Veröff.: IKV-Berichte aus der Kunststoffverarbeitung, Bd. 187, Aachen: Mainz, 2008, ISBN: 3-86130-857-6
- [13] Naguib, H. E., Park, C. B. u. Lee, P. C.: Effect of Talc Content on the Volume Expansion Ratio of Extruded PP Foams. *Journal of Cellular Plastics* 39 (2016) 6, S. 499–511
- [14] Spörrer, A.: Leichte Integralschäume durch Schaumspritzgießen mit optimierten Werkstoffen und variothermen Werkzeugen. Zugl.: Universität Bayreuth, Dissertation, Bayreuth, 2010. Veröff.: TuTech, Hamburg, 2010, ISBN: 978-3-941492-27-1
- [15] Spörrer, A. u. Altstädt, V.: Controlling Morphology of Injection Molded Structural Foams by Mold Design and Processing Parameters. *Journal of Cellular Plastics* 4 (2007) 5, S. 313–330
- [16] Yuan, M., Turng, L.-S., Gong, S., Caulfield, D., Hunt, C. u. Spindler, R.: Study of Injection Molded Microcellular Polyamide-6 Nanocomposites. *Polymer Engineering and Science* 44 (2004) 4, S. 673–686
- [17] Yusa, A., Yamamoto, S., Goto, H., Uezono, H., Asaoka, F., Wang, L., Ando, M., Ishihara, S. u. Ohshima, M.: A new microcellular foam injection-molding technology using non-supercritical fluid physical blowing agents. *Polymer Engineering & Science* 57 (2017) 1, S. 105–113
- [18] Frick, A. u. Stern, C.: DSC-Prüfung in der Anwendung. Hanser, München, 2006
- [19] Ehrenstein, G. W., Riedel, G. u. Trawiel, P.: Thermal analysis of plastics. Theory and practice. Hanser, München, 2004
- [20] Brady, D. G.: The crystallinity of poly(phenylene sulfide) and its effect on polymer properties. *Journal of Applied Polymer Science* 20 (1976) 9, S. 2541–2551
- [21] Kemmish, D.: Practical guide to high performance engineering plastics. Rapra Technology Ltd, Shawbury, United Kingdom, 2011

- [22] Spruiell, J. E.: A REVIEW OF THE MEASUREMENT AND DEVELOPMENT OF CRYSTALLINITY AND ITS RELATION TO PROPERTIES IN NEAT POLY(PHENYLENE SULFIDE) AND ITS FIBER REINFORCED COMPOSITES. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA, 2005
- [23] Itoh, M. u. Kabumoto, A.: Effects of crystallization on cell morphology in microcellular polyphenylene sulfide. *Furukawa Review* (2005) 28, S. 32–38
- [24] Liu, T., Liu, H., Li, L., Wang, X., Lu, A. u. Luo, S.: Microstructure and Properties of Microcellular Poly (phenylene sulfide) Foams by Mucell Injection Molding. *Polymer-Plastics Technology and Engineering* 52 (2013) 5, S. 440–445
- [25] Henning, F., Drechsler, K. u. Chatzigeorgiou, L.: Kapitel 7: Faserverstärkte Kunststoffe. In: Henning, F., Moeller, E. (Hrsg.): *Handbuch Leichtbau*. Hanser, München, 2011, S. 143-156
- [26] Birr, T.: *Verarbeitung von langglasfaserverstärkten Thermoplasten für Spritzgussanwendungen auf dem Planetwalzenextruder*. Technischen Universität Berlin, Dissertation, Berlin, 2015
- [27] Johannaber, F. u. Michaeli, W.: *Handbuch Spritzgiessen*. Hanser, München, 2001
- [28] Thomason, J. L.: The influence of fibre length and concentration on the properties of glass fibre reinforced polypropylene. 6. The properties of injection moulded long fibre PP at high fibre content. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 36 (2005) 7, S. 995–1003
- [29] Thomason, J. L.: The influence of fibre length and concentration on the properties of glass fibre reinforced polypropylene. 7. Interface strength and fibre strain in injection moulded long fibre PP at high fibre content. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 38 (2007) 1, S. 210–216
- [30] Thomason, J. L.: The influence of fibre length, diameter and concentration on the impact performance of long glass-fibre reinforced polyamide 6,6. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 40 (2009) 2, S. 114–124
- [31] Thomason, J. L. u. Groenewoud, W. M.: The influence of fibre length and concentration on the properties of glass fibre reinforced polypropylene. 2. Thermal properties. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 27A (1996), S. 555–565
- [32] Thomason, J. L. u. Vlug, M. A.: Influence of fibre length and concentration on the properties of glass fibre-reinforced polypropylene. 1. Ten-

- sile and flexural modulus. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 27 (1996), S. 477–484
- [33] Thomason, J. L. u. Vlug, M. A.: Influence of fibre length and concentration on the properties of glass fibre-reinforced polypropylene. 4. Impact properties. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 28A (1997) 3, S. 277–288
- [34] Thomason, J. L., Vlug, M. A., Schipper, G. u. Krikor, H.G.L.T.: Influence of fibre length and concentration on the properties of glass fibre-reinforced polypropylene. Part 3. Strength and strain at failure. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 27 (1996) 11, S. 1075–1084
- [35] Bürkle, E., Sieverding, M. u. Mitzler, J.: Spritzgießverarbeitung von langglasfaserverstärktem PP. *Kunststoffe* 93 (2003) 3, S. 47–50
- [36] Rohde-Tibitzanzl, M.: Direct processing of long fiber reinforced thermoplastic composites and their mechanical behavior under static and dynamic load. Zugl.: Universität Bayreuth, Dissertation, Bayreuth, 2015. Veröff.: TuTech, Hamburg, 2015, ISBN: 978-3-941492-91-2
- [37] Ma, Z., Zhang, G., Yang, Q., Shi, X., Li, J. u. Fan, X.: Microcellular foams of glass-fiber reinforced poly(phenylene sulfide) composites generated using supercritical carbon dioxide. *Polymer Composites* 37 (2016) 8, S. 2527–2540
- [38] Zhang, R., Huang, Y., Min, M., Gao, Y., Yu, X., Lu, A. u. Lu, Z.: Isothermal crystallization of pure and glass fiber reinforced poly(phenylene sulfide) composites. *Polymer Composites* 30 (2009) 4, S. 460–466
- [39] Roch, A.: Leichtbaupotenzial langfaserverstärkter Thermoplaste (LFT) in Integralschaumbauweise hergestellt durch Schaumspritzgießen mit Dekompressionshub. Zugl.: Karlsruher Institut für Technologie, Dissertation, Karlsruhe, 2015. Veröff.: Fraunhofer, Stuttgart, 2016, ISBN: 978-3-8396-1005-3
- [40] Schijve, W. u. Rüegg, A.: EATC - Eigenschaftsermittlung und Prüfung von langfaserverstärkten Thermoplasten, 2008. http://www.eatc-online.org/wp-content/uploads/EATC_Eigenschaftsermittlung-und-Pr%C3%BCfung-von-LFT_080130.pdf, abgerufen am: 22.08.2018 20:19
- [41] Schemme, M.: Langfaserverstärkte Thermoplaste. *Kunststoffe* 93 (2003) 8, S. 106–109
- [42] Eyerer, P., Elsner, P. u. Hirth, T.: *Polymer Engineering. Technologien und Praxis*. Springer, Berlin, 2008

- [43] Metten, M. u. Cremer, M.: Langfaserverstärkte Thermoplaste spritzgießen. Verfahrensparameter beeinflussen die Faserlänge. *Kunststoffe* 90 (2000) 1, S. 80–83
- [44] Hegler, R. P.: Faserorientierung beim Verarbeiten kurzfaserverstärkter Thermoplaste. *Kunststoffe* 74 (1984) 5, S. 271–277
- [45] McNally, D.: Short Fiber orientation and its Effects on the Properties of Thermoplastic Composite Materials. *Polymer-Plastics Technology and Engineering* 8 (1977) 2, S. 101–154
- [46] Baraldi, U., Lucarelli, J. F. u. Fouarge, A.: Fibre Orientation Prediction in Injection Moulded Reinforced Thermoplastic Products. *Journal of Polymer Engineering* 11 (1992) 1-2, S. 1–38
- [47] Karger-Kocsis, J., Friedrich, K. u. Bailey, R. S.: Fatigue crack propagation in short and long glass fiber reinforced injection-molded polypropylene composites. *Advanced Composite Materials* 1 (1991) 2, S. 103–121
- [48] Truckenmüller, F.: Direktverarbeitung von Endlosfasern auf Spritzgießmaschinen. Möglichkeiten und Grenzen. Zugl.: Universität Stuttgart, Dissertation, Stuttgart, 1996. Veröff.: VDI, Düsseldorf, 1996, ISBN: 318-344-403-8
- [49] Karger-Kocsis, J. u. Friedrich, K.: Fatigue crack propagation in short and long fibre-reinforced injection-moulded PA 6.6 composites. *Composites* 19 (1988) 2, S. 105–114
- [50] McClelland, A. N. u. Gibson, A. G.: Rheology and fibre orientation in the injection moulding of long fibre reinforced nylon 66 composites. *Composites Manufacturing* 1 (1990) 1, S. 15–25
- [51] O'Regan, D. u. Akay, M.: The distribution of fibre lengths in injection moulded polyamide composite components. *Journal of Materials Processing Technology* 56 (1996) 1-4, S. 282–291
- [52] Nguyen, B. N., Bapanapalli, S. K., Holbery, J. D., Smith, M. T., Kunc, V., Frame, B. J., Phelps, J. H. u. Tucker, C. L.: Fiber Length and Orientation in Long-Fiber Injection-Molded Thermoplastics — Part I. Modeling of Microstructure and Elastic Properties. *Journal of Composite Materials* 42 (2008) 10, S. 1003–1029
- [53] Bay, R. S. u. Tucker, C. L.: Fiber orientation in simple injection moldings. Part II. Experimental results. *Polymer Composites* 13 (1992) 4, S. 332–341
- [54] Hine, P. J., Davidson, N., Duckett, R. A., Clarke, A. R. u. Ward, I. M.: Hydrostatically extruded glass-fiber-reinforced polyoxymethylene. I. The development of fiber and matrix orientation. *Polymer Composites* 17 (1996) 5, S. 720–729

- [55] Brito, A. M., Cunha, A. M., Pouzada, A. S. u. Crawford, R. J.: Predicting the Skin-Core Boundary Location in Injection Moldings. *International Polymer Processing* 6 (1991) 4, S. 370–377
- [56] Altstädt, V. u. Mantey, A. (Hrsg.): *Thermoplast-Schaumspritzgießen*. Hanser, München, 2010
- [57] Mantey, A.: Kapitel 3: Physik des Schäumens. In: Altstädt, V. u. Mantey, A. (Hrsg.): *Thermoplast-Schaumspritzgießen*. Hanser, München, 2010, S. 15–27
- [58] Wegner, J.-E.: Kapitel 4: Treibmittel. In: Altstädt, V. u. Mantey, A. (Hrsg.): *Thermoplast-Schaumspritzgießen*. Hanser, München, 2010, S. 27–45
- [59] Reglero Ruiz, J. A., Vincent, M., Agassant, J.-F., Sadik, T., Pillon, C. u. Carrot, C.: Polymer foaming with chemical blowing agents. *Experiment and modeling. Polymer Engineering & Science* 55 (2015) 9, S. 2018–2029
- [60] Chang, E., Mahmud, M., Li, X. u. Park, C. B.: OPTIMIZING CHEMICAL BLOWING AGENT CONTENT IN FOAM INJECTION MOLDING PROCESS OF POLYPROPYLENE. *SPE ANTEC*, Anaheim (2017), S. 1571–1574
- [61] Ries, S., Spoererr, A. u. Altstaedt, V.: Foam injection molding of thermoplastic elastomers. Blowing agents, foaming process and characterization of structural foams. *AIP Conference Proceedings* 1593. American Institute of Physics, Nürnberg, 2014, S. 401–410
- [62] Egger, P.: Kapitel 6: Verfahrenstechnik. In: Altstädt, V. u. Mantey, A. (Hrsg.): *Thermoplast-Schaumspritzgießen*. Hanser, München, 2010, S. 103–121
- [63] Hu, G. u. Wang, Y.: Kapitel 8: Microcellular Foam Injection Molding Process. In: Wang, J. (Hrsg.): *Some Critical Issues for Injection Molding*. InTech, Rijeka, Kroatien, 2012, S. 175–202
- [64] Roch, A., Menrath, A. u. Huber, T.: Faserverstärkte Thermoplaste in Sandwichbauweise. *Kunststoffe* 103 (2013) 10, S. 183–189
- [65] Shaayegan, V., Wang, G. u. Park, C. B.: Study of the Bubble Nucleation and Growth Mechanisms in High-Pressure Foam Injection Molding through in-situ Visualization. *European Polymer Journal* 76 (2016), S. 2–13
- [66] Lohr, C., Beck, B., Henning, F., Weidenmann, K. A. u. Elsner, P.: Process comparison on the microstructure and mechanical properties of fiber-reinforced polyphenylene sulfide using MuCell technology. *Journal of Reinforced Plastics and Composites* 37 (2018) 15, S. 1020–1034

- [67] Mantey, A. u. Spörrer, A.: Kapitel 10: Sondertechnologien. In: Altstädt, V. u. Mantey, A. (Hrsg.): Thermoplast-Schaumspritzgießen. Hanser, München, 2010, S. 201–215
- [68] Okamoto, K. T.: Microcellular processing. Hanser, München, 2003
- [69] Handschke, A. u. Mitzler, J.: Physikalisches Schäumen ganz leicht gemacht: Thermoplast-Schaumspritzgießen. Kunststoffe 102 (2012) 10, S. 151–156
- [70] Endlweber, R., Markut-Kohl, R., Giessauf, J. u. Steinbichler, G.: Kleine Zellen, große Wirkung: Das MuCell-Schaumspritzgießen. Kunststoffe 113 (2013) 11, S. 36–40
- [71] Krause, W., Henning, F., Tröster, S., Geiger, O. u. Eyerer, P.: LFT-D: A Process Technology for Large Scale Production of Fiber Reinforced Thermoplastic Components. Journal of Thermoplastic Composite Materials 16 (2003) 4, S. 289–302
- [72] Schemme, M.: LFT – development status and perspectives. Plastics, Additives and Compounding 10 (2008) 2, S. 38–43
- [73] Götz, W.: Auf direktem Wege zum Ziel. Faurecia: In-Mould-Compounding im Praxiseinsatz. Plastverarbeiter 54 (2003) 4, S. 34–37
- [74] Bastian, M.: Ernst zu nehmende Alternative. Beachtliche Bauteileigenschaften durch Variation der Prozessbedingungen beim S-LFT-Verfahren. Kunststoffe 92 (2002) 2, S. 22–27
- [75] Bowen, S. T.: Direct in-line compounding – the Pushtusion process. Reinforced Plastics 50 (2006) 1, S. 36–39
- [76] Wollan, E.: Pushtusion™ Direct In-Line (D-LFT) Compounding Technology Versus LFT Pellets and GMT Sheet.
http://www.temp.speautomotive.com/SPEA_CD/SPEA2009/pdf/TP/TP-01.pdf, abgerufen am: 20.08.2018 13:13
- [77] Arburg GmbH: Long-fibre direct injection moulding. High-strength lightweight construction, 2013.
https://www.arburg.com/fileadmin/redaktion/sonstiges/arburg_long-fibre_direct_injection_moulding_680867_en_gb.pdf, abgerufen am: 20.08.2018 8:14
- [78] Kehret, L.: Untersuchungen zu lang- und kurzglasfaserverstärkten, spritzgegossenen Polyamid-Integralschäumen. Masterarbeit, Fachhochschule Aachen, Campus Jülich, Aachen, 2014
- [79] Jauch, R.: Untersuchungen zu langfaserverstärkten, thermoplastischen (LFT) Strukturbauteilen mit geschäumter Polymermatrix im Spritzgieß-Direktverfahren. Diplomarbeit, Karlsruher Institut für Technologie, Karlsruhe, 2011

- [80] Turkovich, R. von u. Erwin, L.: Fiber fracture in reinforced thermoplastic processing. *Polymer Engineering & Science* 23 (1983) 13, S. 743–749
- [81] Lohr, C., Menrath, A., Weidenmann, K. A. u. Elsner, P.: Process and mold development of direct long glass fiber reinforced foam injection molding on the example of polycarbonate and glasfibers. 17th European Conference on composite Materials, München, 2016, S. 6691-6698
- [82] Henning, F., Moeller, E.(Hrsg.): *Handbuch Leichtbau*. Hanser, München, 2011
- [83] Mezger, T.: *Das Rheologie Handbuch. Für Anwender von Rotations- und Oszillations-Rheometern*. Vincentz, Hannover, 2016
- [84] DIN EN ISO 1342-1:2003-11. Viskosität - Teil 1: Rheologische Begriffe. Beuth, Berlin, 2003
- [85] Osswald, T. (Hrsg.): *Polymer Rheology*. Hanser, München, 2014
- [86] Domininghaus, H., Elsner, P., Eyerer, P. u. Hirth, T. (Hrsg.): *Kunststoffe*. Springer, Berlin, 2012
- [87] Dieterle, S.: Rheologische Untersuchungen an gasbeladenem und langglasfaserverstärktem Polypropylen mithilfe eines Inline- Hochdruckkapillarrheometers
- [88] Hagen, G.: Ueber die Bewegung des Wassers in engen cylindrischen Röhren. *Annalen der Physik und Chemie* 122 (1839) 3, S. 423–442
- [89] DIN EN ISO 178:2011-04. Kunststoffe - Bestimmung der Biegeeigenschaften. Beuth, Berlin, 2011
- [90] Crowson, R. J., Folkes, M. J. u. Bright, P. F.: Rheology of short glass fiber-reinforced thermoplastics and its application to injection molding I. Fiber motion and viscosity measurement. *Polymer Engineering & Science* 20 (1980) 14, S. 925–933
- [91] Rabinowitsch, B.: Über die Viskosität und Elastizität von Solen. *Zeitschrift für Physikalische Chemie* 145A (1929) 1, S. 1–26
- [92] ISO 11443:2005-03. Plastics- Determination of the fluidity of plastics using capillary and slit-die rheometers. Beuth, Berlin, 2005
- [93] Morrison, F. A.: *Understanding rheology*. Oxford University Press, Oxford, United Kingdom, 2001
- [94] Krebs, M.: *Rheologische Untersuchungen zur Temperatur- und Druckabhängigkeit von ein- und zweiphasigen Thermoplasten*. Zugl.: Universität Kassel, Dissertation, Kassel, 2010. Veröff.: kassel university press GmbH, Kassel, 2011, ISBN: 978-3-89958-554-4
- [95] Raps, D., Köppl, T., Anda, A. R. de u. Altstädt, V.: Rheological and crystallisation behaviour of high melt strength polypropylene under gas-loading. *Polymer* 55 (2014) 6, S. 1537–1545

- [96] Raps, D., Köppl, T., Heymann, L. u. Altstädt, V.: Rheological behaviour of a high-melt-strength polypropylene at elevated pressure and gas loading for foaming purposes. *Rheologica Acta* 56 (2017) 2, S. 95–111
- [97] Jung, A. u. Maxwell, B.: Hydrostatic pressure effect on polymer melt viscosity. *Modern Plastics* (1957) 35, S. 174–182
- [98] Goubert, A., Vermant, J., Moldenaers, P., Göttfert, A. u. Ernst, B.: Comparison of measurement techniques for evaluating the pressure dependence of the viscosity. *Applied Rheology* 11 (2001) 1, S. 26–37
- [99] Aho, J. u. Syrjälä, S.: Measurement of the pressure dependence of viscosity of polymer melts using a back pressure-regulated capillary rheometer. *Journal of Applied Polymer Science* 117 (2010) 2, S. 1076–1084
- [100] Cogswell, F. N. u. McGowan, J. C.: The effects of pressure and temperature upon the viscosities of liquids with special reference to polymeric liquids. *British Polymer Journal* 4 (1972) 3, S. 183–198
- [101] Li, C., Jiang, F., Wu, L., Yuan, X. u. Li, X.: Determination of the Pressure Dependence of the Shear Viscosity of Polymer Melts Using a Capillary Rheometer with an Attached Counter Pressure Chamber. *Journal of Macromolecular Science, Part B* 54 (2015) 9, S. 1029–1041
- [102] Ceccia, S., Cocquet, C., Trouillet-Fonti, L. u. Long, D. R.: Influence of pressure on polyamide 66 shear viscosity. A case study towards polar polymers behavior. *Rheologica Acta* 53 (2014) 2, S. 181–190
- [103] Binding, D. M., Couch, M. A. u. Walters, K.: The pressure dependence of the shear and elongational properties of polymer melts. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* 79 (1998) 2-3, S. 137–155
- [104] Sedlacek, T., Zatloukal, M., Filip, P., Boldizar, A. u. Saha, P.: On the effect of pressure on the shear and elongational viscosities of polymer melts. *Polymer Engineering & Science* 44 (2004) 7, S. 1328–1337
- [105] Volpe, V. u. Pantani, R.: Determination of the effect of pressure on viscosity at high shear rates by using an injection molding machine. *Journal of Applied Polymer Science* 135 (2017) 3, 1-7.
- [106] Thomasset, J., Carreau, P. J., Sanschagrin, B. u. Ausias, G.: Rheological properties of long glass fiber filled polypropylene. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* 125 (2005) 1, S. 25–34
- [107] Son, Y.: Measurement of pressure dependence on the shear viscosity of polymer melts. *Journal of Polymer Research* 16 (2009) 6, S. 667–671
- [108] Crowson, R. J. u. Folkes, M. J.: Rheology of short glass fiber-reinforced thermoplastics and its application to injection molding. II.

- The effect of material parameters. *Polymer Engineering & Science* 20 (1980) 14, S. 934–940
- [109] Kim, D. H., Lee, Y. S. u. Son, Y.: Anomalous rheological behavior of long glass fiber reinforced polypropylene. *Korea-Australia Rheology Journal* 24 (2012) 4, S. 307–312
- [110] Thomason, J. L.: The influence of fibre length and concentration on the properties of glass fibre reinforced polypropylene. 5. Injection moulded long and short fibre PP. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 33 (2002) 12, S. 1641–1652
- [111] Anders Ericsson, K., Toll, S. u. Mnson, J.-A. E.: Sliding plate rheometry of planar oriented concentrated fiber suspension. *Rheologica Acta* 36 (1997) 4, S. 397–405
- [112] Fernandez, A., Muniesa, M. u. Javierre, C.: In-line rheological testing of thermoplastics and a monitored device for an injection moulding machine. Application to raw and recycled polypropylene. *Polymer Testing* 33 (2014), S. 107–115
- [113] Laun, H. M.: Polymer melt rheology with a slit die. *Rheologica Acta* 22 (1983) 2, S. 171–185
- [114] Zhang, G. u. Thompson, M. R.: Reduced fibre breakage in a glass-fibre reinforced thermoplastic through foaming. *Composites Science and Technology* 65 (2005) 14, S. 2240–2249
- [115] Qin, X., Thompson, M. R., Hrymak, A. N. u. Torres, A.: Rheology studies of polyethylene/chemical blowing agent solutions within an injection molding machine. *Polymer Engineering & Science* 45 (2005) 8, S. 1108–1118
- [116] Qin, X., Thompson, M. R., Hrymak, A. N. u. Torres, A.: Rheological Comparison of Chemical and Physical Blowing Agents in a Thermoplastic Polyolefin. *Industrial & Engineering Chemistry Research* 45 (2006) 8, S. 2734–2740
- [117] Qin, X., Thompson, M. R. u. Hrymak, A. N.: Rheology studies of foam flow during injection mold filling. *Polymer Engineering & Science* 47 (2007) 4, S. 522–529
- [118] Zhang, J.: Methodology development for experimental and numerical rheology studies on the plasticizing effect of nitrogen in microcellular foam injection molding using long glass fiber reinforced polymers. Masterarbeit, Karlsruher Institut für Technologie, Karlsruhe, 2016
- [119] Qin, X.: In-line rheology and physical properties of thermoplastic foam. Dissertation, McMaster University, Hamilton, Kanada, 2006
- [120] Müller, N.: Spritzgegossene Integralschaumstrukturen mit ausgeprägter Dichtereduktion. Zugl.: Universität Erlangen-Nürnberg, Dissertati-

- on, Erlangen, 2006. Veröff.: Universität Erlangen-Nürnberg Lehrstuhl für Kunststofftechnik, Erlangen, 2006, ISBN: 978-3-931864-25-5
- [121] Müller, N.: Kapitel 8: Mechanisches Verhalten. In: Altstädt, V. u. Mantey, A. (Hrsg.): Thermoplast-Schaumspritzgießen. Hanser, München, 2010, S. 145–175
- [122] Rezavand, S., Behraves, A., Mahmoodi, M. u. Shahi, P.: Experimental Study on Microstructural, Surface Hardness and Flexural Strength of Injection Molded Microcellular Foamed Parts. *Cellular Polymers* 28 (2009) 6, S. 405–428
- [123] Gómez-Gómez, F. J., Arencón, D., Sánchez-Soto, M. Á. u. Martínez, A. B.: Influence of the injection moulding parameters on the microstructure and thermal properties of microcellular polyethylene terephthalate glycol foams. *Journal of Cellular Plastics* 49 (2012) 1, S. 47–63
- [124] Wang, G.-l., Zhao, G.-q., Wang, J.-c. u. Zhang, L.: Research on formation mechanisms and control of external and inner bubble morphology in microcellular injection molding. *Polymer Engineering & Science* 55 (2015) 4, S. 807–835
- [125] Kawashima, H. u. Shimbo, M.: Effect of key process variables on microstructure of injection molded microcellular polystyrene foams. *Cellular Polymers* 22 (2003) 3, S. 175–190
- [126] Leicher, S.: Key processing parameters for microcellular molded polystyrene material. *Cellular Polymers* 25 (2006) 2, S. 99–108
- [127] Barzegari, M. R. u. Rodrigue, D.: The effect of injection molding conditions on the morphology of polymer structural foams. *Polymer Engineering & Science* 49 (2009) 5, S. 949–959
- [128] Dong, G., Zhao, G., Guan, Y., Li, S. u. Wang, X.: Formation mechanism and structural characteristics of unfoamed skin layer in microcellular injection-molded parts. *Journal of Cellular Plastics* 52 (2016) 4, S. 419–439
- [129] Witik, R. A., Payet, J., Michaud, V., Ludwig, C. u. Månson, J.-A. E.: Assessing the life cycle costs and environmental performance of lightweight materials in automobile applications. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 42 (2011) 11, S. 1694–1709
- [130] Velasco, J. I., Antunes, M., Realinho, V. u. Ardanuy, M.: Characterization of rigid polypropylene-based microcellular foams produced by batch foaming processes. *Polymer Engineering & Science* 51 (2011) 11, S. 2120–2128
- [131] Saucéau, M., Fages, J., Common, A., Nikitine, C. u. Rodier, E.: New challenges in polymer foaming. A review of extrusion processes as-

- sisted by supercritical carbon dioxide. *Progress in Polymer Science* 36 (2011) 6, S. 749–766
- [132] Gunkel, F., Spörrer, A.N.J., Lim, G. T., Bangarusampath, D. S. u. Altstädt, V.: Understanding Melt Rheology and Foamability of Polypropylene-based TPO Blends. *Journal of Cellular Plastics* 44 (2008) 4, S. 307–325
- [133] Gahleitner, M., Spörrer, A. u. Mantey, A.: Kapitel 5: Matrixmaterialien. In: Altstädt, V. u. Mantey, A. (Hrsg.): *Thermoplast-Schaumspritzgießen*. Hanser, München, 2010, S. 45–101
- [134] Doroudiani, S., Park, C. B. u. Kortschot, M. T.: Effect of the crystallinity and morphology on the microcellular foam structure of semicrystalline polymers. *Polymer Engineering & Science* 36 (1996) 21, S. 2645–2662
- [135] Demori, R., Azeredo, A. P. de, Liberman, S. A. u. Mauler, R. S.: Evaluation of foaming polypropylene modified with ramified polymer. *AIP Conference Proceedings* 1664. American Institute of Physics, Cleveland, Ohio, USA, 2015, S. 040004-1-4
- [136] Wang, L., Wan, D., Qiu, J. u. Tang, T.: Effects of long chain branches on the crystallization and foaming behaviors of polypropylene-g-poly(ethylene-co-1-butene) graft copolymers with well-defined molecular structures. *Polymer* 53 (2012) 21, S. 4737–4757
- [137] Guo, M.-C., Heuzey, M.-C. u. Carreau, P. J.: Cell structure and dynamic properties of injection molded polypropylene foams. *Polymer Engineering & Science* 47 (2007) 7, S. 1070–1081
- [138] Huang, H.-X., Wang, J.-K. u. Sun, X.-H.: Improving of Cell Structure of Microcellular Foams Based on Polypropylene/High-density Polyethylene Blends. *Journal of Cellular Plastics* 44 (2008) 1, S. 69–85
- [139] Leung, S. N., Wong, A., Park, C. B. u. Zong, J. H.: Ideal surface geometries of nucleating agents to enhance cell nucleation in polymeric foaming processes. *Journal of Applied Polymer Science* 108 (2008) 6, S. 3997–4003
- [140] Mueller, J., Spoerrerr, A. u. Altstaedt, V.: Foam injection moulding of a TPO/TPC-blend and the effect of different nucleating agents on the resulting foam structure. *AIP Conference Proceedings* 1593. American Institute of Physics, Nürnberg, 2014, S. 367–373
- [141] Saiz-Arroyo, C., Rodríguez-Pérez, M. Á., Velasco, J. I. u. Saja, J. A. d.: Influence of foaming process on the structure-properties relationship of foamed LDPE/silica nanocomposites. *Composites Part B: Engineering* 48 (2013), S. 40–50

- [142] Jiang, M., Li, H., Fang, D., Liu, L., Tai, Q., Li, L., Dong, L., Xie, H. u. Xiong, C.: Structure–Property Relationship in Injection-Molded Polypropylene/Clay Composite Foams. *Materials and Manufacturing Processes* 29 (2014) 2, S. 160–165
- [143] Zhao, H., Cui, Z., Wang, X., Turng, L.-S. u. Peng, X.: Processing and characterization of solid and microcellular poly(lactic acid)/polyhydroxybutyrate-valerate (PLA/PHBV) blends and PLA/PHBV/Clay nanocomposites. *Composites Part B: Engineering* 51 (2013), S. 79–91
- [144] Röhrig, C. u. Diebels, S.: Characterization of short fiber reinforced polymers. *PAMM* 16 (2016) 1, S. 387–388
- [145] Müller, N. u. Ehrenstein, G. W.: Evaluation and Modeling of Injection-Molded Rigid Polypropylene Integral Foam. *Journal of Cellular Plastics* 40 (2004) 1, S. 45–59
- [146] Ishikawa, T., Taki, K. u. Ohshima, M.: Visual observation and numerical studies of N₂ vs. CO₂ foaming behavior in core-back foam injection molding. *Polymer Engineering & Science* 52 (2012) 4, S. 875–883
- [147] Sato, Y., Fujiwara, K., Takikawa, T., Sumarno, Takishima, S. u. Masuoka, H.: Solubilities and diffusion coefficients of carbon dioxide and nitrogen in polypropylene, high-density polyethylene, and polystyrene under high pressures and temperatures. *Fluid Phase Equilibria* 162 (1999) 1-2, S. 261–276
- [148] Ishikawa, T. u. Ohshima, M.: Visual observation and numerical studies of polymer foaming behavior of polypropylene/carbon dioxide system in a core-back injection molding process. *Polymer Engineering & Science* 51 (2011) 8, S. 1617–1625
- [149] Ruiz, J. A. R., Vincent, M. u. Agassant, J.-F.: Numerical Modeling of Bubble Growth in Microcellular Polypropylene Produced in a Core-Back Injection Process Using Chemical Blowing Agents. *International Polymer Processing* 31 (2016) 1, S. 26–36
- [150] Chandra, A., Gong, S., Yuan, M., Turng, L.-S., Gramann, P. u. Cordes, H.: Microstructure and crystallography in microcellular injection-molded polyamide-6 nanocomposite and neat resin. *Polymer Engineering & Science* 45 (2005) 1, S. 52–61

- [151] Gómez-Monterde, J., Sánchez-Soto, M. u. MasPOCH, M. L.: Microcellular PP/GF composites: Morphological, mechanical and fracture characterization. In *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* (2018) 104, S. 1–13
- [152] Roch, A., Kehret, L., Huber, T., Henning, F. u. Elsner, P.: Investigations on injection molded, glass-fiber reinforced polyamide 6 integral foams using breathing mold technology. *AIP Conference Proceedings* 1664. American Institute of Physics, Cleveland, Ohio, USA, 2015, S. 110013-1-5
- [153] Moerwald, K.: Schaumspritzgießen. *Der Plastverarbeiter* (1977) 28, S. 305–408
- [154] Reuter, M.: *Methodik der Werkstoffauswahl. Der systematische Weg zum richtigen Material.* Hanser, München, 2014
- [155] Ashby, M. F.: *Materials selection in mechanical design.* Pergamon Press, Oxford, United Kingdom, 1992
- [156] Ashby, M. F.: *Materials selection in mechanical design.* Butterworth-Heinemann, Burlington, USA, 2011
- [157] Wanner, A.: Minimum-weight materials selection for limited available space. *Materials & Design* 31 (2010) 6, S. 2834–2839
- [158] Lohr, C., Menrath, A., Weidenmann, K. A. u. Elsner, P.: Influence of the manufacturing process (comparison MuCell and Direct-LFT) of foamed and fiber reinforced polymer sandwich structures on the fiber length. 21. *Symposium Verbundwerkstoffe und Werkstoffverbunde*, Bremen (2017) S. 38-45
- [159] Knights, M.: New screw design for long-glass microcellular foam molding. *Plastics Technology* 07 (2007); <https://www.ptonline.com/articles/new-screw-design-for-long-glass-microcellular-foam-molding> 28.08.18 17:25
- [160] Ramani, K., Bank, D. u. Kraemer, N.: Effect of screw design on fiber damage in extrusion compounding and composite properties. *Polymer Composites* 16 (1995) 3, S. 258–266
- [161] Lohr, C., Dieterle, S., Menrath, A., Weidenmann, K. A. u. Elsner, P.: Rheological studies on gas-laden and long glass fiber reinforced polypropylene through an inline high pressure capillary rheometer in the injection molding process. *Polymer Testing* 71 (2018), S. 27–31
- [162] Buhmann, U.: *Experimentelle Untersuchung der Prozess-Struktur-Eigenschaftsbeziehungen von langglasfaserverstärkten Polypropylen-Integralschaumbauteilen.* Bachelorarbeit, Karlsruher Institut für Technologie, Karlsruhe 2017

- [163] Eberwein, A.: Biegeeigenschaften von faserverstärkten und im MuCell-Verfahren geschäumten Polyamid 6 Integralbauteilen. Bachelorarbeit, Karlsruher Institut für Technologie, Karlsruhe, 2018
- [164] Lenhardt, S.: Untersuchung der Biegeeigenschaften von langglasfaserverstärkten Polyamid 6 – Integralschaumbauteilen aus dem Direkt-Schaumverfahren. Bachelorarbeit, Karlsruher Institut für Technologie, Karlsruhe, 2018
- [165] Maier, J.: Untersuchung der Biegeeigenschaften und des Struktur-aufbaus von langglasfaserverstärkten Polypropylen-Integralschaumplatten aus dem Direktverfahren. Masterarbeit, Karlsruher Institut für Technologie, Karlsruhe 2018
- [166] Burg, J.: Untersuchungen zur Vermeidung von Bauteilfehlern in glasfaserverstärkten Integralschaumbauteilen aus Polypropylen mit Rippen und Domen. Masterarbeit, Karlsruher Institut für Technologie, Karlsruhe, 2018
- [167] Kohlgrüber, K. (Hrsg.): Der gleichläufige Doppelschneckenextruder. Grundlagen, Technologie, Anwendungen. Hanser, München, 2016
- [168] Hertel, H.: Leichtbau. Bauelemente, Bemessungen und Konstruktionen von Flugzeugen und anderen Leichtbauwerken. Springer, Berlin, 1980
- [169] Kasemphaibulsuk, P., Holzner, M., Kuboki, T. u. Hrymak, A.: Foam injection molding of glass fiber reinforced polypropylene composites with laminate skins. *Polymer Composites* 45 (2017), S. 1408
- [170] Etcheverry, M. u. Barbosa, S. E.: Glass Fiber Reinforced Polypropylene Mechanical Properties Enhancement by Adhesion Improvement. *Materials (Basel, Switzerland)* 5 (2012) 6, S. 1084–1113
- [171] Baumgärtner, S.: Beitrag zur Konsolidierung von thermoplastischen Hochleistungsfaserverbundwerkstoffen. Zugl.: Karlsruher Institut für Technologie, Dissertation, 2017. Veröff.: Fraunhofer, Stuttgart, 2017, ISBN: 978-3-8396-1242-2
- [172] Nagel, U., Yang, L., Kao, C. C. u. Thomason, J. L.: Effects of Thermal Recycling Temperatures on the Reinforcement Potential of Glass Fibers. *Polymer Composites* 39 (2018) 4, S. 1032–1040
- [173] ISO 22314:2006; 05.2005. Determination of fibre length. Beuth, Berlin, 2005
- [174] Nguyen Thi, T. B., Morioka, M., Yokoyama, A., Hamanaka, S., Yamashita, K. u. Nonomura, C.: Measurement of fiber orientation distribution in injection-molded short-glass-fiber composites using X-ray computed tomography. *Journal of Materials Processing Technology* 219 (2015), S. 1–9

- [175] Bay, R. S. u. Tucker, C. L.: Fiber orientation in simple injection moldings. Part I. Theory and numerical methods. *Polymer Composites* 13 (1992) 4, S. 317–331
- [176] Bay, R. S. u. Tucker, C. L.: Stereological measurement and error estimates for three-dimensional fiber orientation. *Polymer Engineering & Science* 32 (1992) 4, S. 240–253
- [177] Gandhi, U., Sebastian, D. B., Kunc, V. u. Song, Y.: Method to measure orientation of discontinuous fiber embedded in the polymer matrix from computerized tomography scan data. *Journal of Thermoplastic Composite Materials* 29 (2016) 12, S. 1696–1709
- [178] Pinter, P.: *Microstructure Characterization of Continuous-Discontinuous Fibre Reinforced Polymers based on Volumetric Images*. Karlsruher Institut für Technologie, Dissertation, Karlsruhe, 2018, KITopen ID: 1000084499
- [179] Pinter, P., Dietrich, S., Bertram, B., Kehrler, L., Elsner, P. u. Weidenmann, K. A.: Comparison and error estimation of 3D fibre orientation analysis of computed tomography image data for fibre reinforced composites. *NDT & E International* 95 (2018), S. 26–35
- [180] DIN EN ISO 291:2008-08. *Kunststoffe - Normalklimate für Konditionierung und Prüfung*. Beuth, Berlin, 2008
- [181] DIN EN ISO 1110:1998-03. *Kunststoffe - Polyamide - Beschleunigte Konditionierung von Probekörpern*. Beuth, Berlin, 1998
- [182] Ehrenstein, G. W.: *Faserverbund-Kunststoffe*. Hanser, München, 2006
- [183] DIN EN ISO 178:2013-09: *Bestimmung der Biegeeigenschaften*. Beuth, Berlin, 2009
- [184] DIN EN ISO 179:2010-11. *Kunststoffe - Bestimmung der Charpy-Schlageigenschaften - Teil 1: Nicht instrumentierte Schlagzähigkeitsprüfung*. Beuth, Berlin, 2010
- [185] Jaroschek, C.: *Spritzgießen für Praktiker*. Hanser, München, 2013
- [186] Gahleitner, M., Jääskeläinen, P., Ratajski, E., Paulik, C., Reussner, J., Wolfschwenger, J. u. Neißl, W.: Propylene-ethylene random copolymers. Comonomer effects on crystallinity and application properties. *Journal of Applied Polymer Science* 95 (2005) 5, S. 1073–1081
- [187] Elias, H.-G.: *Makromoleküle*. Wiley, Weinheim, 2000
- [188] Guo, R., Azaiez, J. u. Bellehumeur, C.: Rheology of fiber filled polymer melts. Role of fiber-fiber interactions and polymer-fiber coupling. *Polymer Engineering & Science* 45 (2005) 3, S. 385–399
- [189] Siebertz, K., van Bebber, D. u. Hochkirchen, T.: *Statistische Versuchsplanung. Design of Experiments (DoE)*. Springer, Berlin, 2010

- [190] Lohr, C., Beck, B., Henning, F., Weidenmann, K. A. u. Elsner, P.: Mechanical properties of foamed long glass fiber reinforced polyphenylene sulfide integral sandwich structures manufactured by direct thermoplastic foam injection molding. *Composites Structures* (2018) (eingereicht)
- [191] Patcharaphun, S. u. Mennig, G.: Properties enhancement of short glass fiber-reinforced thermoplastics via sandwich injection molding. *Polymer Composites* 26 (2005) 6, S. 823–831
- [192] Zenkert, D. (Hrsg.): The handbook of sandwich construction. North European engineering and science conference series. Engineering Materials Advisory Services, Cradley Heath, United Kingdom, 1997
- [193] Krishnamoorthy, S.: Dimensionierung von Polymerschaumsandwichwerkstoffen für die konstruktive Praxis. Shaker, Aachen, 2010
- [194] Altan, M. C.: A Review of Fiber-Reinforced Injection Molding. Flow Kinematics and Particle Orientation. *Journal of Thermoplastic Composite Materials* 3 (2016) 4, S. 275–313
- [195] Lee, N.-J. u. Jang, J.: The effect of fibre content on the mechanical properties of glass fibre mat/polypropylene composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 30 (1999) 6, S. 815–822
- [196] Holzmann, G., Meyer u. Schumpich (Hrsg.): Technische Mechanik. Teil 3 Festigkeitslehre; Kapitel 4. Biegebeanspruchung gerader Balken. Vieweg+Teubner, Wiesbaden, 1975
- [197] Kropka, M., Muehlbacher, M., Neumeyer, T. u. Altstaedt, V.: From UD-tape to Final Part – A Comprehensive Approach Towards Thermoplastic Composites. *CIRP* 66 (2017), S. 96–100