

Experimentelle und numerische Untersuchung des Abkühlverhaltens thermoplastischer Gelegelamine in der Prozesskette

Zur Erlangung des akademischen Grades eines
Doktors der Ingenieurwissenschaften
(Dr.-Ing.)

von der KIT-Fakultät für Maschinenbau
Karlsruher Institut für Technologie (KIT)

genehmigte
Dissertation
von

Dipl.-Ing. Daniel Kugele

| | |
|-----------------------------|--------------------------------|
| Tag der mündlichen Prüfung: | 11. Mai 2020 |
| Hauptreferent: | Prof. Dr.-Ing. Frank Henning |
| Korreferent: | Prof. Dr.-Ing. Dietmar Drummer |

Danksagung

Die vorliegende Dissertation entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Fahrzeugsystemtechnik, Teilinstitut Leichtbautechnologie, des Karlsruher Instituts für Technologie (KIT), im Rahmen einer Kooperationspromotion mit der AUDI AG.

Ich bin besonders meinem Doktorvater Herrn Prof. Dr.-Ing. Frank Henning für die Ermöglichung und Betreuung der Arbeit dankbar. Ich erinnere mich noch gerne an das erste Gespräch über Faserverbundwerkstoffe mit ihm im 4. Semester zurück. Durch seine positive, mitreißende Art hat er mich schon früh für das Thema begeistert und es folgten viele spannende Jahre als Hiwi und Abschlussarbeiter am Fraunhofer ICT und letztendlich als Doktorand am KIT. Für das entgegengebrachte Vertrauen und seine Geduld bedanke ich mich ganz herzlich.

Darüber hinaus möchte ich mich bei Herrn Prof. Dr.-Ing. Dietmar Drummer für die Übernahme des Korreferats, sein Interesse an dieser Arbeit und die wertvollen fachlichen Anregungen bedanken. Für die Übernahme des Prüfungsvorsitz danke ich Prof. Dr. rer. nat. Hans Jürgen Seifert. Für ihre großartige fachliche Betreuung und Unterstützung möchte ich Frau Dr.-Ing. Luise Kärger Danke sagen – das war eine wertvolle Hilfe.

Meinem Betreuer bei der AUDI AG, Herrn Dr.-Ing. Julius Rausch, gilt ein ganz besonderer Dank. Denn ohne ihn hätte es diese Arbeit mit Sicherheit nie gegeben und ich wäre persönlich nicht da wo ich heute bin. Für die intensiven, fachlichen Diskussionen und das stets entgegengebrachte Vertrauen, sowie die uneingeschränkte Unterstützung möchte ich ehrlich Danke sagen. Der AUDI AG danke ich für die Finanzierung meiner Untersuchungen.

Ich möchte mich auch bei all meinen Kolleginnen und Kollegen des Teilinstituts für Leichtbautechnologie, der AUDI AG und des Fraunhofer-Instituts für Chemische Technologie (ICT) für die angenehme Arbeitsatmosphäre und die positive Zusammenarbeit in den vergangenen Jahren bedanken. Besonders hervorheben möchte ich in diesem Zusammenhang Dr. David Hummelberger, Dr. Dominik Dörr, Dr. Benjamin Hangs, Jens Gerstenkorn, Dr. Wilfried Liebig und Dr. Benedikt Fengler: die konstruktiven fachlichen Diskussionen und ihre hilfreichen Ratschläge haben mir bei meiner Arbeit sehr geholfen. Besonderen Dank

haben auch die Studentinnen und Studenten verdient, die mich im Rahmen der Promotion unterstützt haben. Es handelt sich dabei um Philipp Müller, Florian Wittemann, Ferdinand v. Degenfeld, Kai Gündisch, Irune Turino, Bastian Wicke und Nadim Daftarie.

An dieser Stelle möchte ich meinen Eltern und meinem Bruder Thomas ganz besonders danken: für ihre Förderung meines bisherigen Lebenswegs, ihre Geduld und vor allem auch, weil sie mich immer unterstützt haben und da waren. Auch meiner Lebensgefährtin Steffie möchte ich von Herzen danken, sie war während der Zeit eine große Stütze für mich. Mit ihrer Nachsicht, der stetigen Motivation und den hilfreichen Korrekturen meiner Arbeit hat sie ebenfalls einen wertvollen Beitrag zum Gelingen beigetragen. Ein besonderer Dank gilt noch meinem Sohn Felix, der mir vor allem die Pausen vom Schreibtisch verschönert hat.

Abschließend gilt mein Dank noch den Korrekturlesern: Danke für jedes falsche Komma und jeden gefundenen Rechtschreibfehler. Nina, Chris & Juli: das war eine große Hilfe.

Ingolstadt, im März 2020
Daniel Kugele

Kurzfassung

Endlosfaserverstärkte Kunststoffe haben aufgrund ihrer herausragenden gewichtsspezifischen Eigenschaften ein großes Potential das Fahrzeuggewicht zu senken und damit CO₂-Emissionen zu reduzieren. Allerdings stellt nach wie vor die großserientechnische Herstellung von endlosfaserverstärkten Bauteilen eine Herausforderung dar. Problematisch ist dabei insbesondere das fehlende, methodische Wissen über das Abkühlverhalten der Halbzeuge im Prozess.

Im Rahmen dieser Arbeit wird eine Methodik zur Vorhersage und Optimierung der Temperaturführung entlang der gesamten Prozesskette entwickelt. Dabei werden glasfaserverstärkte, thermoplastische Gelegelamine aus Polypropylen und Polyamid 6, sowie kohlenstofffaserverstärkte Gelegelamine aus Polyamid 6 betrachtet. Zunächst wird das thermische Verhalten innerhalb der einzelnen Teilprozesse (Aufheizen, Transfer, Übergabe an Werkzeug, Umformung und Hinterspritzen) experimentell untersucht. Zusätzlich wird eine Simulationsmethodik (1D- und 3D-Ansatz) zur Vorhersage der Temperaturverteilung innerhalb der Teilprozesse entwickelt und anhand von Experimenten validiert. Dabei zeigt sich eine hohe Übereinstimmung zwischen den berechneten und den experimentell ermittelten Temperaturverläufen. Um die gesamte Prozesskette abzubilden, werden die Simulationsmodelle der jeweiligen Teilprozesse sequenziell zu einem Gesamtprozess verknüpft. Es werden dabei Konvektion, Wärmeleitung und Wärmestrahlung sowie die nicht-isotherme Kristallisationskinetik berücksichtigt. Zur Simulation der Kristallisation werden verschiedene Modelle implementiert und anhand von Standard-DSC und Flash-DSC-Analysen validiert. Mit Hilfe eines modifizierten Nakamura-Ziabicki-Ansatzes wird eine hohe Prognosegüte im gesamten Abkühlratenbereich (0,5 K/s – 400 K/s) erzielt. Insbesondere die, für die Formulierung einer Prozessgrenze relevante, Kristallisationsstarttemperatur kann sehr genau vorhergesagt werden.

Im weiteren Verlauf der Arbeit wird der Aufheizvorgang auf der Laminatoberfläche beim Hinterspritzen betrachtet. Auch in diesem Fall wird mit der entwickelten Methodik eine hohe Übereinstimmung zwischen Messung und Simulation erzielt. Die Korrelation zwischen Temperaturverteilung und Verbundfestigkeit wird anschließend experimentell und numerisch anhand einer generischen Rippengeometrie untersucht. Es zeigt sich, dass die Grenzflächentemperatur einen kritischen Einfluss auf den Verbund hat. Anhand der Ergebnisse werden thermische Prozessgrenzen zur optimalen Verbundfestigkeit beim Hinterspritzen

von Laminaten formuliert: Zur Gewährleistung einer optimalen Verbundfestigkeit darf die Grenzfläche nicht bis unterhalb der Kristallisationsstarttemperatur abkühlen. Es sei denn die Grenzflächentemperatur wird beim Hinterspritzen so sehr erhöht, dass die Matrix den Schmelzbereich erreicht.

Als Ergebnis der Arbeit wird damit eine Methodik präsentiert, mit der sowohl die Temperaturverteilung im Gesamtprozess zuverlässig vorhergesagt, als auch eine Aussage über die Prozessgrenzen getroffen werden kann. Durch Sensitivitätsstudien werden die wichtigsten Einflussparameter auf das Abkühlverhalten und auf die für die Verbundfestigkeit wichtige Grenzflächentemperatur ermittelt. Die Laminatdicke zeigt dabei den größten Effekt. Zuletzt wird die Methodik als Praxisbeispiel auf Bauteil-Ebene angewendet. Dies erfolgt durch Betrachtung einer komplexen Prozesskette zur Herstellung eines Lower Bumper Stiffeners (untere Stoßfängerabdeckung).

Abstract

Continuous fiber-reinforced plastics have great potential to reduce vehicle weight and thus CO₂-emissions due to their outstanding weight-specific properties. However, the large-scale production of thermoplastic continuous fiber-reinforced components still poses a challenge. A particular problem is the lack of methodological knowledge about the cooling behavior of the laminates in the process. This paper proposes a methodology for predicting and optimizing temperature control along the entire process chain. The considered materials were laminates comprised of thermoplastic pre-impregnated tapes with unidirectional fiber reinforcement. Three different tape materials were used – polypropylene with glass fiber and polyamide 6 with either carbon fiber or glass fiber.

First, the thermal behavior within the individual sub-processes (heating, transfer, forming and overmolding) was investigated experimentally. Then, a simulation methodology (1D and 3D approach) for predicting the temperature distribution within the sub-processes was developed and validated by experimental results. Validation was determined through strong agreement between the calculated and the experimentally determined temperature curves.

In order to map thermal behavior across the entire process chain, simulation models were linked sequentially to form an overall process. Convection, heat conduction and heat radiation as well as non-isothermal crystallization kinetics were considered. Various crystallizations models were implemented and validated using standard DSC and Flash DSC analyses. A modified Nakamura-Ziabicki approach achieved a high prediction quality throughout the entire cooling rate range (0,5 K/s – 400 K/s). In particular, the proposed modified Nakamura-Ziabicki approach can accurately predict the temperature where crystallization starts. Additionally, the heating process on the laminate surface during overmolding is considered. In this case as well, the developed methodology achieves a high degree of agreement between measurement and simulation.

The correlation between temperature distribution and bond strength was investigated experimentally and numerically using a generic rib geometry. The interfacial temperature has a critical influence on the bond. The results are used to formulate thermal process limits for optimum bond strength during overmolding; to ensure optimum bond strength, the interface must not cool below the crystallization start temperature – unless the interface temperature is heated so much during overmolding that the matrix starts to melt again.

Using the proposed methodology allows both the temperature distribution in the

overall process to be reliably predicted and understanding of the process limitations. Sensitivity studies determine the most important influencing parameters on the cooling behavior and on the interface temperature, which is critically important for the bond strength (laminare thickness showed the greatest effect). Finally, the proposed methodology was applied at the component level, considering a complex process chain, to produce a lower bumper stiffener.

Abkürzungsverzeichnis

| Abkürzung | Beschreibung |
|-----------|--|
| 1D | eindimensional |
| 3D | dreidimensional |
| Al | Aluminium |
| CF | Kohlenstofffaser (engl. carbon fiber) |
| CFK | kohlenstofffaserverstärkter Kunststoff |
| DSC | dynamische Differenz-Kalorimetrie |
| FEM | Finite Elemente Methode |
| FVK | Faserverbundkunststoff |
| GF | Glasfaser |
| IR | Infrarot |
| LBS | Lower Bumper Stiffener |
| LFT | langfaserverstärkter Thermoplast |
| LFT-D | LFT-Direktverfahren |
| PP | Polypropylen |
| PA 6 | Polyamid 6 |
| TE | Thermoelement |
| UD | Unidirektional |
| UD-Tape | unidirektional faserverstärktes Band |
| RTM | Resin Transfer Moulding |

| Symbol | Einheit | Beschreibung |
|-------------|-----------------------------------|---|
| b | mm | Breite |
| $c_p(T)$ | J/(kg K) | spezifische Wärmekapazität |
| $c_{p,FVK}$ | J/(kg K) | spez. Wärmekapazität FVK |
| $c_{p,wz}$ | J/(kg K) | spez. Wärmekapazität Werkzeug |
| d | mm | Laminatdicke |
| D | - | Modellparameter Ziabicki-Modell |
| D_0 | m ² /s | isothermer Reptations-Diffusionskoeffizient |
| D_h | - | Heilungsgrad einer Grenzfläche (engl.: Degree of Healing) |
| F_{max} | N | maximale Kraft |
| $F_{i,0}$ | | Einstellung des Faktors i auf Stufe 0 |
| $F_{i,1}$ | | Einstellung des Faktors i auf Stufe 1 |
| $F_{i,ref}$ | | Einstellung des Faktors i für Referenzprozess |
| h | W/(m ² K) | Wärmeübergangskoeffizient |
| h_1 | W/(m ² K) | Wärmeübergangskoeffizient zw. Spritzguss und Werkzeug |
| h_2 | W/(m ² K) | Wärmeübergangskoeffizient zw. Laminat und Werkzeug |
| h_3 | W/(m ² K) | Wärmeübergangskoeffizient zw. Laminat und Spritzguss |
| h_i | W/(m ² K) | Wärmeübergangskoeffizient in der Grenzschicht |
| h_{konv} | W/(m ² K) | konvektiver Wärmeübergangskoeffizient |
| h_r | K/s | Heizrate DSC |
| h_{wkz} | W/(m ² K) | Kontakt-Wärmeübergangskoeffizient |
| H_c | kg m ² /s ² | Kristallisationsenthalpie |
| k | W/(m K) | orthotrope Wärmeleitfähigkeit |
| k_z | W/(m K) | Wärmeleitfähigkeit in z-Richtung |
| k^* | - | Kristallisationskonstante (Avrami) |
| $K(T)$ | - | Kristallisationskonstante (Nakamura) |
| K_i | K/s | Kühlrate |
| K_{max} | - | Modellparameter Ziabicki-Modell |
| L_w | mm | Länge der freien Molekülketten |
| M | g/mol | Molekülmasse |
| n | - | Avrami-Exponent |
| p | MPa | Druck |
| q_{ext} | W/m ² | Wärmestrom durch externe Quellen |
| q_{rad} | W/m ² | Wärmestrom durch Wärmestrahlung |
| q_{con} | W/m ² | Wärmestrom durch Konvektion |
| q_{cond} | W/m ² | Wärmestrom durch Wärmeleitung |
| R_a | mm | arithmetischer Mittenrauwert einer Oberfläche |

| Symbol | Einheit | Beschreibung |
|-----------------|----------------------|--|
| t_a | s | Anspritzzeitpunkt |
| t_{beid} | s | Dauer beidseitiger Kontakt |
| t_{ein} | s | Dauer einseitiger Kontakt |
| t_{halt} | s | Haltezeit bei der DSC-Untersuchung |
| t_R | s | Reptationszeitpunkt |
| t_{trans} | s | Dauer Transfer |
| t_w | s | Zeitpunkt zum Erreichen der max. Verbundfestigkeit |
| T_0 | °C | Aufheiztemperatur |
| T_C | °C | Kristallisationstemperatur |
| T_{CS} | °C | Kristallisationsstarttemperatur |
| T_g | °C | Glasübergangstemperatur |
| $T_{L,R}$ | °C | Laminatoberflächentemperatur im Rippenbereich |
| T_m | °C | Schmelztemperatur |
| T_{m_s} | °C | Temperatur zu Beginn des Schmelzbereichs |
| T_{max} | °C | Modellparameter Ziabicki-Modell |
| T_{Peak} | °C | Peaktemperatur der Kristallisation |
| T_r | °C | effektiv wirkenden Umgebungstemperatur |
| $T_{Rippe-i}$ | °C | Laminattemperatur im Rippenbereich am Knoten i |
| T_{Start} | °C | Starttemperatur der DSC-Untersuchung |
| T_u | °C | Umgebungstemperatur |
| T_{Wz} | °C | Werkzeugtemperatur |
| T_{Ziel} | °C | Zieltemperatur der DSC-Untersuchung |
| v_{Tr} | m/s | Transfergeschwindigkeit |
| $X(t)$ | - | Kristallisationsgrad |
| α | W/(m ² K) | Wärmeübergangskoeffizient |
| α_{wz1} | W/(m ² K) | Wärmeübergangskoeff. eins. Wkz.-Kontakt |
| α_{wz2} | W/(m ² K) | Wärmeübergangskoeff. beids. Wkz.-Kontakt |
| ϵ | - | Emissionsgrad |
| λ_{FVK} | W/(m K) | Wärmeleitfähigkeit FVK |
| λ_{Wz} | W/(m K) | Wärmeleitfähigkeit Werkzeug |
| ρ_{FVK} | kg/m ³ | Dichte FVK |
| ρ_{Wz} | kg/m ³ | Dichte Werkzeug |
| σ | - | Stefan-Boltzmann-Konstante |
| σ_m | N/mm ² | mechanische Festigkeit |
| σ_v | N/mm ² | Verbundfestigkeit |

Inhaltsverzeichnis

| | |
|---|-----------|
| 1. Einleitung | 1 |
| 1.1. Einführung | 1 |
| 1.2. Motivation und Zielsetzung | 1 |
| 1.3. Aufbau der Arbeit | 3 |
| 2. Grundlagen und Stand der Forschung | 7 |
| 2.1. Geometrisch komplexe Strukturbauteile mit Endlosfaserverstärkung | 7 |
| 2.2. Endlosfaserverstärkte thermoplastische Halbzeuge | 8 |
| 2.3. Prozesskette zur Funktionalisierung | 10 |
| 2.3.1. Prozessübersicht | 10 |
| 2.3.2. Prozessanalyse | 14 |
| 2.4. Thermisches Verhalten bei der Prozessführung | 15 |
| 2.4.1. Kristallisationskinetik teilkristalliner Polymere | 19 |
| 2.5. Korrelation der Verbundeigenschaften und der Prozessführung . . | 23 |
| 3. Materialien, Methoden und Modellbildung | 31 |
| 3.1. Versuchskörper und deren Herstellung | 31 |
| 3.1.1. Werkstoffsysteme | 31 |
| 3.1.2. Geometrie und Herstellung | 33 |
| 3.2. Materialcharakterisierung | 37 |
| 3.2.1. Dynamische Differenzkalorimetrie | 37 |
| 3.2.2. Hot-Disk-Methode | 37 |
| 3.3. Experimentelle Untersuchung der Teilprozesse | 39 |
| 3.3.1. Aufheizen | 39 |
| 3.3.2. Transfer | 39 |
| 3.3.3. Übergabe an das Werkzeug | 46 |
| 3.3.4. Umformen | 47 |
| 3.3.5. Hinterspritzen | 50 |
| 3.3.6. Mechanische Prüfung der Verbundfestigkeit | 52 |
| 3.4. Experimentelle Untersuchung des Gesamtprozesses | 55 |
| 3.5. Modellbildung und Simulation | 57 |
| 3.5.1. Numerischer Prozessbaukasten in Matlab | 57 |
| 3.5.2. Modellierung der Kristallisationskinetik | 60 |
| 3.5.3. Modellaufbau in Abaqus und Moldflow | 62 |

| | |
|---|------------|
| 4. Ergebnisdiskussion | 67 |
| 4.1. Wärmeleitfähigkeit und Wärmekapazität | 67 |
| 4.1.1. Wärmeleitfähigkeit | 67 |
| 4.1.2. Wärmekapazität | 68 |
| 4.2. Kristallisationskinetik | 71 |
| 4.2.1. Experimentelle Ergebnisse | 71 |
| 4.2.2. Simulation und Validierung | 77 |
| 4.3. Teilprozesse | 84 |
| 4.3.1. Aufheizen | 84 |
| 4.3.2. Transfer | 86 |
| 4.3.3. Umformen | 108 |
| 4.3.4. Hinterspritzen | 120 |
| 4.4. Gesamtprozess | 140 |
| 4.4.1. Temperaturverteilung im Gesamtprozess | 141 |
| 4.4.2. Verbundfestigkeit im Gesamtprozess | 149 |
| 4.5. Sensitivitätsanalyse | 152 |
| 4.5.1. Sensitivität: Gesamtprozess ohne Hinterspritzen (außerhalb des Rippenbereichs) | 153 |
| 4.5.2. Sensitivität: Gesamtprozess mit Hinterspritzen (innerhalb des Rippenbereichs) | 157 |
| 5. Anwendung der Methodik an einem realen Bauteil | 161 |
| 6. Zusammenfassung und Ausblick | 167 |
| Anhang | 173 |
| A. Anhang | 175 |
| B. Anhang | 179 |

1. Einleitung

1.1. Einführung

Vor dem Hintergrund der Elektrifizierung und des Klimawandels steht die Automobilindustrie vor einem der größten Umbrüche ihrer Geschichte. Intelligenter Leichtbau mit neuen Leichtbauwerkstoffen bietet dabei eine wichtige Stellschraube zur Senkung des Energieverbrauchs und zur Erfüllung der gesetzlich vorgeschriebenen Klimaziele (Reduzierung von CO₂-Emissionen) [1, 2]. Neue Werkstoffe befinden sich jedoch, besonders in der Automobilbranche, in einem Spannungsfeld zwischen Kosten und Nutzen. Hier stechen die thermoplastischen Faserverbundkunststoffe (FVK) positiv hervor und werden vermehrt eingesetzt [3, 4]. Allerdings stellt die großserientechnische Herstellung von endlosfaserverstärkten Bauteilen nach wie vor eine Herausforderung dar. Problematisch ist dabei insbesondere das fehlende methodische Wissen über das Abkühlverhalten der endlosfaserverstärkten Halbzeuge im Prozess. Eine simulative Bewertung des thermischen Verhaltens der Materialien entlang der gesamten Prozesskette ist daher nicht möglich. Die Schließung dieser Wissenslücke bietet großes Potential zur Optimierung der Wirtschaftlichkeit und der Bauteileigenschaften. Demzufolge können diese Erkenntnisse eine industrielle Anwendung der Werkstoffe in der Automobilindustrie positiv beeinflussen.

1.2. Motivation und Zielsetzung

Eine typische Prozesskette zur Herstellung von endlosfaserverstärkten thermoplastischen Bauteilen ist in Abbildung 1.1 schematisch dargestellt. Im ersten Schritt wird das endlosfaserverstärkte Halbzeug über die Schmelztemperatur der Matrix erwärmt. Nach Erreichen der Zieltemperatur muss das Halbzeug zunächst zur Umformstation transferiert werden. Anschließend kann das Laminat in einem Schritt umgeformt und mittels Spritzgießen funktionalisiert werden (Anbindung von Rippenstrukturen, Lasteinleitungselementen usw.). Wie in Abbildung 1.1 veranschaulicht, kühlt das faserverstärkte Halbzeug nach der Entnahme aus der Aufheizstation kontinuierlich entlang der Prozesskette ab.

1. Einleitung

Das Abkühlverhalten ist besonders für den Umformschritt kritisch, da eine defektfreie Umformung nur gewährleistet werden kann, wenn die Temperatur des Halbzeugs nicht unterhalb einer kritischen Temperatur (z.B. der Kristallisationstemperatur bei teilkristalliner Matrix) sinkt [5, 6]. Während der Umformung findet ein Kontakt zwischen dem heißen, schmelzflüssigen Laminat und dem vergleichsweise kalten Umformwerkzeug statt, wodurch sehr hohe Abkühlraten beobachtet werden können [7, 3]. Die Qualität der Anhaftung (Verbundfestigkeit) zwischen endlosfaserverstärktem Halbzeug und Spritzgießmaterial, und somit auch die mechanischen Eigenschaften des Bauteils, werden maßgeblich durch diesen Abkühlprozess definiert. Dieser Sachverhalt lässt sich aus den grundlegenden Arbeiten von Smith et al. [8], Plummer et al. [9] und auch Aurrekoetxea et al. [10] ableiten, die belegen, dass die Temperatur der Fügepartner der wichtigste Einflussparameter hinsichtlich der Verbundfestigkeit ist. Folglich kann nur

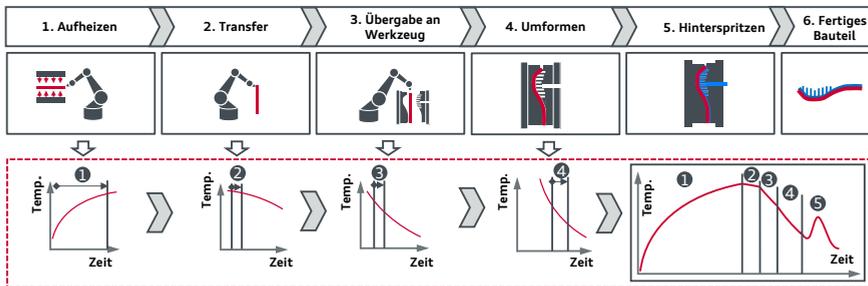


Abbildung 1.1: Typische Prozessroute für die Herstellung von Bauteilen aus thermoplastischen Laminaten in Kombination mit dem Spritzgießprozess. Schematisch dargestellt ist die Temperaturführung des Laminats entlang der Prozesskette.

durch die Kenntnis des thermischen Verhaltens eine sinnvolle Prozessoptimierung durchgeführt werden. Nach aktuellem Stand der Forschung besteht jedoch ein Mangel an fundiertem Wissen über das Abkühlverhalten thermoplastischer Lamine innerhalb der einzelnen Teilprozessschritte. Es gibt daher auch keine Möglichkeit den Prozess gesamtheitlich mit ausreichender Prognosegüte zu simulieren. In der Praxis erfolgt eine Prozessoptimierung in der Regel erst nach dem Aufbau der Anlagentechnik und der anschließenden Prüfung der Bauteile (trial-and-error-Vorgehen). Dieser iterative Vorgang ist sowohl zeit-, als auch kostenintensiv und steht damit dem Einsatz des Werkstoffes in der automobilen Großserie im Wege.

Das zentrale Ziel der Arbeit ist es daher eine Methodik zur Vorhersage und Optimierung der Temperaturführung entlang der gesamten Prozesskette zu entwickeln.

Dies beinhaltet die folgenden **Teilziele**:

- Systematische Untersuchung des thermischen Verhaltens von Gelegelaminaten innerhalb der einzelnen Teilprozesse
- Simulation der Temperaturverteilung innerhalb der Teilprozesse und Validierung anhand von Experimenten
- Entwicklung einer Methodik zur Vorhersage der Temperaturverteilung in Dickenrichtung der Laminare im Gesamtprozess
- Experimentelle Analyse und Modellierung der Kristallisationskinetik für prozessrelevante Abkühlraten zur Definition einer Prozessgrenze
- Systematische Untersuchung des Einflusses der Temperaturführung auf die Verbundfestigkeit beim Hinterspritzen von Tapegelegen
- Ermittlung von sensitiven Prozessparametern zur Optimierung der Temperaturführung

Als Ergebnis der Dissertation soll somit eine neue Methodik zur Prozessoptimierung unter Berücksichtigung von Zykluszeit sowie Bauteilfunktion (Prozessgrenzen) zur Verfügung gestellt werden.

1.3. Aufbau der Arbeit

Zu Beginn der Arbeit wird in **Kapitel 1** das Thema grundsätzlich eingeführt und die zentralen Zielsetzungen erläutert. Neben einer Abgrenzung zum Stand der Forschung werden in **Kapitel 2** verschiedene Prozessketten zur Herstellung von thermoplastischen endlosfaserverstärkten Bauteilen analysiert. Im Rahmen einer Prozessanalyse werden die für die Temperaturführung relevanten Teilprozessschritte identifiziert.

Die für diese Arbeit eingesetzten Materialien und Methoden werden in **Kapitel 3** beschrieben sowie die entsprechenden Ergebnisse in **Kapitel 4** diskutiert. Eine Zusammenfassung der Vorgehensweise ist in Abbildung 1.2 dargestellt. Um das Verhalten der Materialien im Prozess zu verstehen, wird zunächst eine experimentelle und numerische Untersuchung des thermischen Verhaltens innerhalb der Teilprozesse durchgeführt. Die separate Betrachtung der Teilprozesse reduziert die Anzahl an Einflussfaktoren und erhöht dadurch die Reproduzierbarkeit. Im ersten Prozessschritt nach der Aufheizung, dem Transfers, kühlt das Laminat infolge von freier bzw. erzwungener Konvektion ab. Um die Temperaturverteilung während des Transfers zu untersuchen, wird ein Versuchsaufbau

1. Einleitung

im Windkanal vorgestellt und das Abkühlverhalten in Abhängigkeit von Transfargeschwindigkeit, Laminatdicke und Laminatausrichtung systematisch analysiert. Die Simulation dieses Teilprozessschrittes erfolgt sowohl mit Hilfe eines 3D-Ansatzes (Abaqus FEM) als auch durch ein effizientes 1D-Modell. Diese beiden Ansätze werden darüber hinaus bei der Simulation der weiteren Prozessschritte verwendet. Innerhalb der nächsten Prozessschritte, der Übergabe an das Umformwerkzeug und der anschließenden Umformung, wird der Abkühlvorgang durch Wärmeleitung im Kontaktbereich zwischen dem schmelzflüssigen Laminat und dem vergleichsweise kalten Umformwerkzeug dominiert. Zur Analyse der Temperaturverteilung wird ein vereinfachter Prüfaufbau entwickelt und das Abkühlverhalten bei einseitigem und beidseitigem Werkzeugkontakt im Detail untersucht. Mit Hilfe der Simulationsmodelle können die Wärmeübergangskoeffizienten für den Kontakt zwischen Laminat und Werkzeug bestimmt werden. Beim letzten Prozessschritt, dem Hinterspritzen, wird das Laminat u.a. in den Rippenbereichen durch das Spritzgussmaterial erneut erwärmt. Das Aufheizverhalten beim Überströmen des Laminats wird anhand einer generischen Rippengeometrie experimentell untersucht. Die gemessenen Aufheizpeaks dienen als Grundlage zur Validierung der Berechnungsergebnisse der Formfüllsimulation. Durch eine Anpassung des lokalen Wärmeübergangskoeffizienten im Rippenbereich kann so ein Simulationsmodell mit hoher Prognosegüte vorgestellt werden. Auf Basis der Erkenntnisse aus den Teilprozessen und den validierten Simulationsmodellen kann nun die Simulation des Gesamtprozesses erfolgen. Die Simulationsmodelle der Teilprozesse werden dabei sequenziell angeordnet und zum Gesamtprozess verknüpft. Dadurch ist das erste zentrale Ziel der Arbeit erreicht – die Vorhersage der Temperaturführung im Gesamtprozess. Für eine simulative Prozessoptimierung wird ein Kriterium hinsichtlich der Prozessgrenze benötigt. Hierzu wird die Verbundfestigkeit experimentell anhand einer einfachen Rippengeometrie untersucht und der Einfluss der Temperaturverteilung auf die Verbundfestigkeit ermittelt. Zur Definition der Prozessgrenze wird außerdem die nicht-isotherme Kristallisationskinetik der Materialien berücksichtigt. Zur Simulation der Kristallisation werden drei verschiedene Modelle implementiert und anhand von DSC-Messungen und Abkühlversuchen auf Plattenebene validiert. Mit Hilfe der oben beschriebenen Vorgehensweise ist es nun möglich sowohl die Temperaturverteilung im Gesamtprozess vorherzusagen, als auch eine Aussage über die Prozessgrenzen zu geben. Durch Sensitivitätsstudien wird die Signifikanz der einzelnen Einflussparameter auf das Abkühlverhalten ermittelt. Somit ermöglicht die im Rahmen der Arbeit entwickelte Methode eine wirtschaftliche Prozessoptimierung, bei gleichzeitiger Sicherstellung der optimalen Bauteileigenschaften (Verbundfestigkeit).

In **Kapitel 5** wird die Methodik exemplarisch an einem realen Bauteil mit einer komplexen Prozesskette angewandt.

Kapitel 6 fasst die zentralen Inhalte und Ergebnisse der Arbeit zusammen und gibt ein Ausblick auf mögliche zukünftige Forschungsthemen.

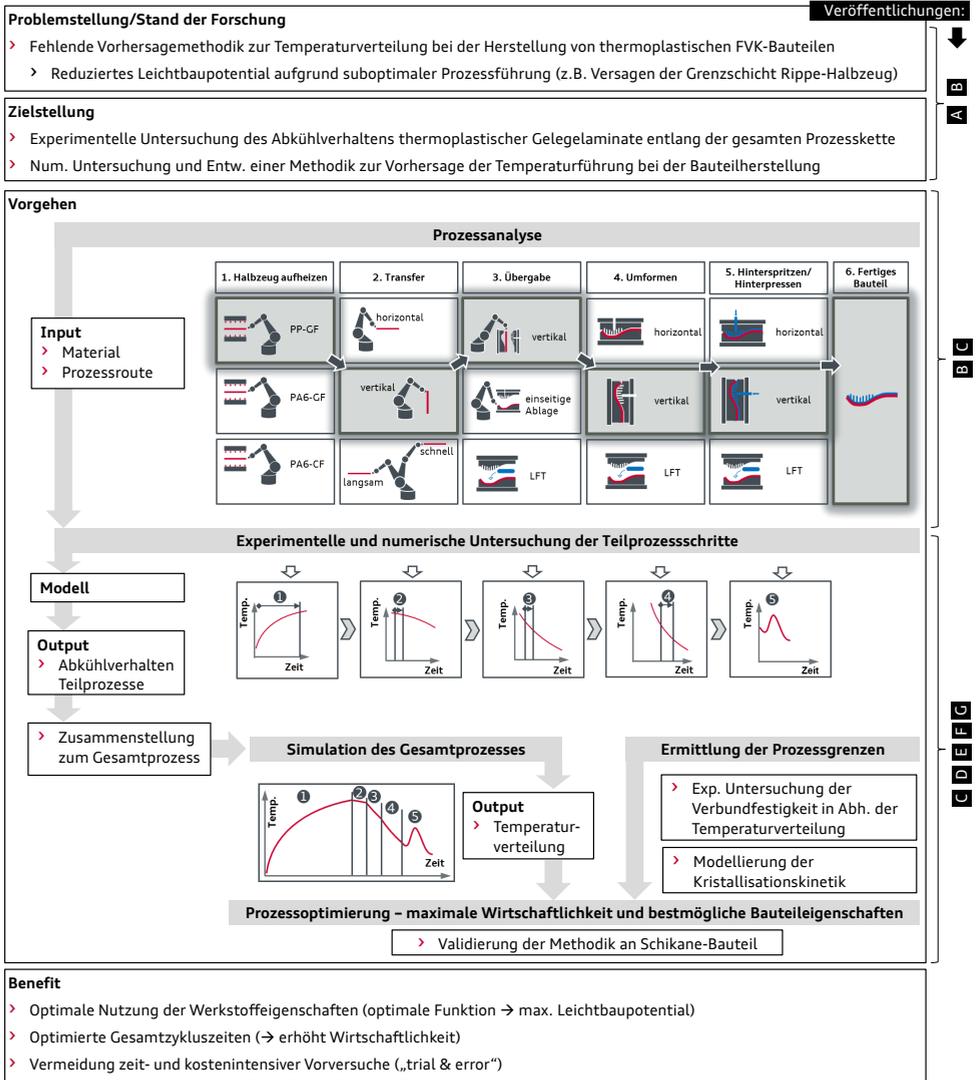


Abbildung 1.2: Zusammenfassung der Inhalte und des Vorgehens der Dissertation, sowie der im Rahmen dieser Arbeit entstandenen Veröffentlichungen (Quellen: A:[4], B:[3], C:[11], D:[7], E:[12], F:[13], G:[14])

2. Grundlagen und Stand der Forschung

Im folgenden Kapitel werden die Grundlagen und der Stand der Forschung zur Herstellung geometrisch komplexer Strukturbauteile mit Endlosfaserverstärkung beschrieben. Der Fokus liegt dabei auf thermoplastischen Materialsystemen und deren Verarbeitungsprozessen für den Einsatz in der automobilen Großserie.

2.1. Geometrisch komplexe Strukturbauteile mit Endlosfaserverstärkung

Faserverbundkunststoffe haben sich im Fahrzeugleichtbau bereits bewährt und werden heute überwiegend in Form von kurz- oder langfaserverstärkten Kunststoffen eingesetzt. Für Strukturbauteile und deren hohe mechanische Belastung werden jedoch kontinuierlich verstärkte Bauteile benötigt. Ein flächendeckender Einsatz von Endlosfasern kann im Fahrzeugbau bisher nicht beobachtet werden. Es sind bisher nur vergleichsweise wenige Anwendungen in Serie zu finden, mit meist geringen Stückzahlen (z.B.: CFK-Rückwand im Audi A8). Gründe hierfür sind u.a. in den hohen Materialkosten und in der Komplexität bei der Bauteilherstellung zu finden [15], bei der zunächst zweidimensionale textile Halbzeuge in eine komplexe Geometrie umgeformt werden müssen. Bei duromeren Materialsystemen werden u.a. trockene Faserhalbzeuge eingesetzt und anschließend beispielsweise im RTM-Prozess mit einem Matrixmaterial infiltriert. Bei thermoplastischen Materialsystemen werden in der Regel vorimprägnierte Halbzeuge auf Schmelztemperatur der Matrix erwärmt und anschließend umgeformt. In beiden Fällen hat der Umformungsprozess einen Einfluss auf die Faserorientierung und somit auch auf die mechanischen Eigenschaften der Bauteile. Ein Vorteil von thermoplastischen Halbzeugen ist, dass die Umformung mit klassischen, thermoplastischen Urformprozessen (Spritzgieß-/ Fließpressverfahren) kombiniert werden kann. Dadurch können beispielsweise komplexere Rippengeometrien oder sonstige Funktionalisierungen auf das endlosfaserverstärkte Halbzeug stoffschlüssig und in kurzen Zykluszeiten aufgebracht werden. Damit haben

2. Grundlagen und Stand der Forschung

die thermoplastischen Systeme ein herausragendes Potential für die Anforderungen an die automobiler Großserie [16]. In Abschnitt 2.3 werden die thermoplastischen Prozessrouten und deren Herausforderungen genauer betrachtet. Doch zuvor werden im Folgenden die für diese Arbeit relevanten Materialien und Halbzeuge vorgestellt.

2.2. Endlosfaserverstärkte thermoplastische Halbzeuge

Ausgangsbasis für die Fertigung von thermoplastischen, endlosfaserverstärkten Bauteilen sind in der Regel flächige vorimprägnierte Halbzeuge (thermoplastische Prepregs). Die eingesetzte textile Verstärkungsstruktur kann dabei sehr unterschiedlich sein. Häufig werden Gewebe oder Gelege eingesetzt, jedoch sind auch Gestricke, Gewirke und Geflechte in Anwendung [17]. Zur Herstellung der Prepregs werden die Verstärkungsfasern zunächst mittels unterschiedlichen Imprägnierverfahren (siehe u.a. [17], [18], [19]) mit Matrix benetzt. Für diese Arbeit von besonderer Bedeutung sind vorimprägnierte und konsolidierte faserverstärkte Bänder mit rein unidirektionaler Faserorientierung (UD-Tapes). Diese dienen als Ausgangsbasis für die Herstellung von Gelegelaminaten. Im ersten Schritt werden die Bänder aus UD-Tape abgerollt und endkonturnah abgelegt. Abhängig von der Stückzahl kommen unterschiedliche Tapelege-Anlagen zum Einsatz. Bei geringeren Stückzahlen, wie beispielsweise in der Luft- und Raumfahrtindustrie, können die Tapes mittels eines Industrieroboters abgelegt und gestapelt werden. Das Konsolidieren der Tapelagen kann hierbei direkt bei der Ablage durch ein schnelles Aufheizen und Abkühlen der einzelnen Lagen erfolgen. Um die Zykluszeit zu erhöhen und somit auch den Einsatz in der Großserie zu ermöglichen, werden spezielle Tapelege-Maschinen benötigt, bei denen die einzelnen Tapelagen nicht vollflächig konsolidiert, sondern nur lokal verschweißt werden. Diese Fixierung verhindert das Verrutschen und Beschädigen des Lagenaufbaus bei den nachgelagerten Prozessschritten. Der entsprechende Aufbau eines Tapegeleges ist in Abbildung 2.1 beispielhaft gezeigt. Die Herstellung des Tapegeleges ist in diesem Beispiel durch die sogenannte Fiberforge Relay Technologie der Firma Dieffenbacher erfolgt, bei der die lokale Verschweißung durch Ultraschallsonotroden durchgeführt wird. Mit der im Jahr 2016 vorgestellten Anlage sind Materialdurchsätze von bis zu 400 kg/h möglich [20]. In der Regel wird das Tapelege vor der Weiterverarbeitung konsolidiert. Darunter versteht man laut Henning [17], dass einschussfreie Zusammenführen der einzelnen Tapelagen (inkl. Faser, Matrix und Füllstoffe) und das Verfestigen zu einem Gelegelaminat. Bei der Konsolidierung wird das Material auf eine Temperatur oberhalb der Schmelztemperatur der Matrix erwärmt und anschließend unter Druck abgekühlt. Es

2.2. Endlosfaserverstärkte thermoplastische Halbzeuge



Abbildung 2.1: Aufbau eines Geleges bestehend aus UD-Tapes [21]

kommen verschiedene Prozesstechnologien zum Einsatz, die sich insbesondere in Zykluszeit und Konsolidierungsgrad voneinander unterscheiden [17, 18, 22]. Das von Baumgärtner [22] vorgestellte, strahlungsinduzierte Vakuumkonsolidierungsverfahren wird von der Firma Dieffenbacher unter dem Namen Fibercon in eine geschlossene Prozesskette zur Herstellung von Tapegelegen integriert (siehe Abbildung 2.2).

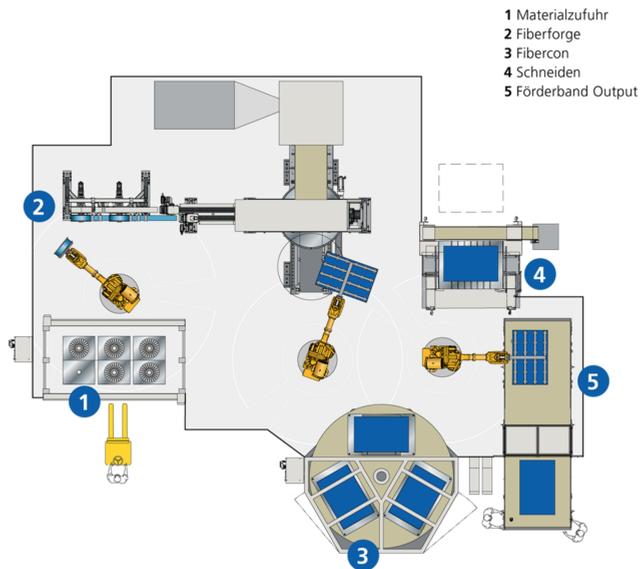


Abbildung 2.2: Herstellung von endlosfaserverstärkten Tapegelegen in der Dieffenbacher Tailored Blank Line [23]

2.3. Prozesskette zur Funktionalisierung endlosfaserverstärkter thermoplastischer Halbzeuge mittels Spritzgießen und Fließpressen

In Kapitel 1.2 wird bereits eine typische Prozessroute zur Herstellung von geometrisch komplexen, kontinuierlich faserverstärkten thermoplastischen Bauteilen vorgestellt (vgl. Abbildung 1.1). Es existiert eine große Anzahl an unterschiedlichen Prozessen zur Verarbeitung von thermoplastischen FVK-Halbzeugen. In diesem Abschnitt liegt der Fokus materialseitig auf der Verwendung von thermoplastischen Tapegelegen und prozessseitig auf großserientauglichen Verfahren mit hoher Formkomplexität. Vor diesem Hintergrund wird zur Funktionalisierung der Halbzeuge das Spritzgießverfahren und das Fließpressen betrachtet sowie die Ausführung der Teilprozessschritte erläutert.

2.3.1. Prozessübersicht

Hybridbauteile bestehend aus einem endlosfaserverstärkten sowie einem langfaserverstärkten thermoplastischen Material (LFT), können durch das LFT-Fließpressverfahren hergestellt werden. Die Prozesskombination aus Fließpressen und Endlosfaser wird auch als E-LFT [24] oder als Tailored LFT [25] bezeichnet. In Abbildung 2.3 ist dieser Prozess schematisch dargestellt. Dabei wird mit einem Handlingroboter sowohl das LFT-Plastifikat als auch das konsolidierte Tapegelege (siehe Kapitel 2.2) in die untere Werkzeugkavität einer vertikal schließenden Presse eingelegt. Anschließend werden die beiden Materialsysteme im Fließpressprozess miteinander verbunden.

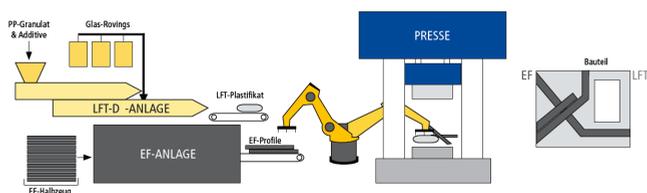


Abbildung 2.3: Schematische Darstellung einer Tailored LFT-D-Anlage [26]

Um eine stoffschlüssige Verbindung zu gewährleisten, oder wenn das Tapegelege im gleichen Prozessschritt umgeformt werden soll, muss das FVK-Halbzeug

2.3. Prozesskette zur Funktionalisierung

vor dem Einlegen in das Werkzeug erwärmt werden. Ein solcher Prozess wird am Beispiel eines thermoplastischen Karosseriestrukturen in Abbildung 2.4 beschrieben. Dabei wird zunächst ein Tapegelege vorgewärmt und im schmelzflüssigen Zustand in das LFT-Werkzeug abgelegt. Gleichzeitig werden mehrere LFT-Stränge im Werkzeug platziert. Durch die Schließbewegung des Werkzeugs wird das Tapegelege sowohl umgeformt als auch funktionalisiert.



Abbildung 2.4: Schematische Darstellung der Herstellung einer Karosseriestruktur aus UD-Tape und LFT [27]

Für die Verarbeitung von endlosfaserverstärkten Halbzeugen in Kombination mit dem Spritzgießprozess existieren ebenfalls unterschiedliche Prozessausführungen und Anlagentechniken. Entsprechend des oben beschriebenen LFT-Prozesses kann sowohl die Umformung als auch die Funktionalisierung in einem Werkzeug erfolgen. Eine weitere Prozessvariante stellt die sequenzielle Prozessführung dar, wie sie beispielhaft in Abbildung 2.5 dargestellt ist. Dabei findet der Umformprozess in einem separaten, vorgelagerten Prozessschritt statt. Das umgeformte Bauteil (Preform) kann anschließend in ein Spritzgießwerkzeug eingelegt und hinterspritzt werden.



Abbildung 2.5: Schematische Darstellung einer sequentiellen Prozesskette [28]

Im Unterschied zum Fließpressen wird bei der Funktionalisierung im Spritzgieß-

2. Grundlagen und Stand der Forschung

prozess häufig mit horizontal schließenden Anlagen gearbeitet. In einem solchen Fall unterscheidet sich die Handhabung der Tapegelege, da diese nicht auf einer Kavität abgelegt werden können. Die Halbzeuge werden beispielsweise über Pins im Werkzeug gehalten oder es wird ein Spannrahmensystem eingesetzt. Sowohl beim Spritzgießen als auch beim Fließpressen muss das FVK-Halbzeug für eine Umformung zunächst auf eine Temperatur oberhalb der Matrixschmelztemperatur erhitzt werden. Der Aufheizprozess kann in einem Umluftofen (Konvektion), mittels Kontaktheizung (Konduktion) oder Infrarotstrahlung (Wärmestrahlung), durchgeführt werden. Eine Erwärmung im Umluftofen bietet den Vorteil einer sehr homogenen Temperaturverteilung. Allerdings ist die lange Aufheizdauer dabei nachteilig. Mittels Kontaktheizung kann die Aufheizzeit deutlich reduziert werden, jedoch stellt die Entnahme und Handhabung des schmelzflüssigen Materials eine Herausforderung dar. Beim Öffnen der Heizplatten kann der Kunststoff an diesen festkleben oder es kann zu Delaminationen und Faserverschiebungen kommen. Um solche Probleme zu vermeiden, wird in der Praxis u.a. mit metallischen Transferblechen gearbeitet (vgl. [29]). Dies allerdings erschwert einen späteren Umformprozess. Die Kontaktheizung hat sich deshalb für den Konsolidierungsschritt bewährt, da die Halbzeuge hierbei nicht umgeformt werden müssen [22]. Die am weitesten verbreitete Aufheizmethode für den Einsatz von Tapegelegen in Spritzgieß-/ LFT-Verfahren ist die Infrarotheizung. Halbzeuge können damit effizient und berührungslos erwärmt werden. Die Literaturhinweise [30, 31] bieten weiterführende Informationen zur Aufheizmethode. Sobald das Halbzeug auf Zieltemperatur erwärmt ist, muss dieses zur Umformstation transportiert werden. Das Material kühlt während dieses Transferprozesses bereits ab, weshalb dieser in möglichst kurzer Zeit erfolgen sollte. Durch Linearsysteme und Handlingroboter kann der Transferprozess gut automatisiert werden. Nichtsdestotrotz stellt das Handling der schmelzflüssigen und dadurch biegeschlaffen Tapegelege nach wie vor eine Herausforderung dar und es sind in der Praxis verschiedene Handhabungssysteme im Einsatz [28]. Insbesondere Vakuumsauger, Nadelgreifer und Klemmgreifer kommen dabei zum Einsatz [32, 33, 34]. In Abbildung 2.6 ist ein Greiferkonzept aus Klemmgreifern mit Kipp- und druckgeregelter Nachführfunktion dargestellt. Eine solche Art der Handhabung hat den Vorteil, dass durch eine gezielte Einbringung von greiferinduzierten Membranspannungen das Umformergebnis verbessert werden kann [28].

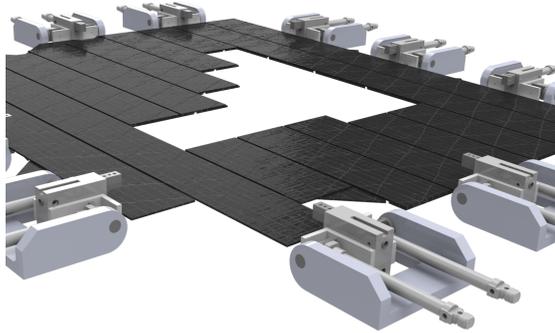


Abbildung 2.6: Konzept eines Greifersystems

Ein nachträglicher Beschnittprozess des FVK-Halbzeugs ist aus wirtschaftlichen Gründen i.d.R. nicht lohnenswert. Damit die Randbereiche die entsprechenden Qualitätsansprüche erfüllen, ist es ratsam diese nicht durch Tape-Material, sondern durch Spritzgieß- bzw. LFT-Material auszuführen. In solchen Fällen muss das Halbzeug von der Handhabungseinheit (Spannrahmen, Greifer, etc.) abgekoppelt und in geeigneter Art und Weise im Werkzeug fixiert werden. In der LFT-Prozessroute ist eine einfache Methode das Ablegen (Abwerfen) des Tapegeleges auf der unteren Kavität (vgl. [27]). Dies hat jedoch den Nachteil, dass die Bereiche des Halbzeugs, die in Kontakt mit dem vergleichsweise kalten Werkzeug stehen, sehr schnell abkühlen. Beim Spritzgießen können prinzipiell identische Handhabungskonzepte eingesetzt werden. Bei der Verwendung von horizontal schließenden Anlagen jedoch, ist eine Ablage auf einer Kavität nicht möglich. Hier können z.B. im Werkzeug angebrachte Dorne das Fasermaterial fixieren. Ist das Tapegelege auf der richtigen Position, kann durch die Schließbewegung der Werkzeughälften die Umformung gestartet werden. Der Umformprozess wird in der Forschung ausgiebig untersucht, da es zu unerwünschten Drapiereffekten, wie Faltenbildung, Faserverschiebungen oder Faserbrüchen kommen kann [35, 36, 13, 37, 28, 38]. Die virtuelle Abbildung des Umformschrittes ist daher ein wichtiger Forschungsschwerpunkt. Im Bereich der thermoplastischen Gelelamine sind besonders die Arbeiten von Thije [39], Haanappel [40] und Dörr et al. [13] hervorzuheben. In letztgenannter Arbeit wird ein gekoppeltes, thermomechanisches FE-Modell zur Umformsimulation in Abaqus eingesetzt, das auch die Kristallisationskinetik berücksichtigt. Es wird gezeigt, dass sich damit Umformdefekte deutlich genauer vorhersagen lassen [13]. Die Kenntnis der thermischen Randbedingungen ist auch für den nächsten Prozessschritt, die Funktionalisierung (Hinterspritzen bzw. Fließpressen), von großer Bedeutung. Die Verbundfestigkeit ist signifikant von der Temperatur der Fügepartner abhängig [8, 9, 10]. Dieser Aspekt wird in Abschnitt 2.5 detailliert betrachtet.

2.3.2. Prozessanalyse

Wie bereits in Abschnitt 2.3.1 beschrieben, können die Prozesse insbesondere in ihren Teilprozessschritten sehr unterschiedlich ausgeführt werden. Daher wird im Rahmen dieser Arbeit der Herstellungsprozess zur besseren Übersicht in die folgenden Teilschritte unterteilt:

Aufheizen: Das thermoplastische Halbzeug wird auf Verarbeitungstemperatur erwärmt und das Matrixmaterial dabei aufgeschmolzen.

Transfer: Das biegeschlaffe Halbzeug wird zur Umformstation bewegt. Dies kann manuell, durch Handlingroboter oder Linearsysteme erfolgen.

Übergabe an Werkzeug: Das Halbzeug wird durch Greifer bzw. andere Spannsysteme gehalten, am Werkzeug fixiert oder auf dem Werkzeug abgelegt.

Umformung: Durch das Schließen der Werkzeughälften wird das Halbzeug durch transversale Krafteinleitung umgeformt und kühlt dabei ab.

Hinterspritzen/LFT-Pressen: Nachdem das Werkzeug geschlossen ist, findet der Spritzgussprozess statt. Die damit verbundene Anbringung von komplexen Funktionselementen (Rippen, Lasteinleitungen, etc.) kann auch durch Fließpressen erfolgen.

Abkühlung und Entformung: Sobald das Material auf Entformungstemperatur abgekühlt ist, kann das Werkzeug geöffnet und das Bauteil entnommen werden.

Die oben aufgeführte Einteilung ist in Abbildung 2.7 für das Fließpressen und in Abbildung 2.8 für das Spritzgießen schematisch dargestellt. Im Rahmen der Arbeit wird das thermische Verhalten für diese beiden Prozessrouten betrachtet. Der wesentliche Unterschied liegt in der Übergabe an das Werkzeug (Prozessschritt 3) und der Funktionalisierung (Prozessschritt 4 und 5). Für den Spritzgießprozess wird von einer horizontal schließenden Anlage ausgegangen. Im Gegensatz dazu wird in der LFT-Prozessroute eine vertikal schließende Presse und die damit verbundene horizontale Ablage/Übergabe des Tapegeleges im Werkzeug betrachtet.



Abbildung 2.7: Schematische Prozessdarstellung für eine Funktionalisierung im LFT-Prozess

2.4. Thermisches Verhalten bei der Prozessführung



Abbildung 2.8: Schematische Prozessdarstellung für eine Funktionalisierung im Spritzgießprozess

2.4. Thermisches Verhalten bei der Prozessführung

Bei der Verarbeitung von thermoplastischen Kunststoffen spielt die Temperaturführung eine entscheidende Rolle. Dies gilt insbesondere für die Verarbeitung von endlosfaserverstärkten Halbzeugen und den in Abschnitt 2.3.1 beschriebenen Prozessen. Die Grundlagen zum Verständnis der Temperaturführung sowie der Stand der Forschung, werden im folgenden Abschnitt erläutert. Die Basis zur Beschreibung des während der Verarbeitung vorherrschenden Temperaturfeldes ist die allgemeine Fourier'sche Wärmeleitungsdifferentialgleichung. Im kartesischen Koordinatensystem (x, y, z) gilt für den instationären Wärmetransport:

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \frac{1}{\rho(T)c_p(T)} \left(\left(k_x \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} \right) + \left(k_y \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} \right) + \left(k_z \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \right) \right). \quad (2.1)$$

Dabei ist k die orthotrope Wärmeleitfähigkeit in $W/(mK)$, $\rho(T)$ die Dichte in kg/m^3 und $c_p(T)$ die spezifische Wärmekapazität mit der Einheit $J/(kgK)$. Abhängig von der Prozessführung und den vorliegenden Randbedingungen, muss zwischen verschiedenen Formen des Wärmetransports unterschieden werden. Diese werden am Beispiel der Energiebilanz eines Festkörpers an der Oberfläche in Abbildung 2.9 veranschaulicht.

2. Grundlagen und Stand der Forschung

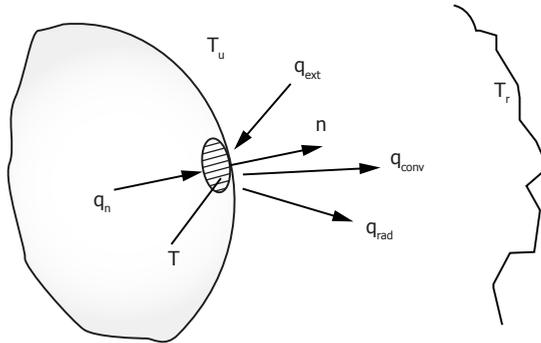


Abbildung 2.9: Energiebilanz an der Oberfläche eines Festkörpers nach [41]

Darin beschreibt der Term q_{rad} die in Form von **Wärmestrahlung** abgeführte Energie. Es handelt sich dabei um eine nicht-stoffgebundene Form der Wärmeübertragung. Die entsprechende Randbedingung des Wärmeverlusts zwischen der Oberfläche und einer effektiv wirkenden Umgebungstemperatur T_r kann mit der Stefan-Boltzmann-Konstanten σ und dem Emissionsgrad ϵ durch folgende Gleichung beschrieben werden:

$$q_{rad} = \sigma\epsilon(T^4 - T_r^4). \quad (2.2)$$

Eine weitere Form der Wärmeübertragung ist die **Konvektion**. In diesem Fall gilt für den abgehenden Wärmestrom q_{conv} in einer Umgebung der Temperatur T_u die folgende Randbedingung:

$$q_{conv} = \alpha(T - T_u). \quad (2.3)$$

Der Wärmeübergangskoeffizient zwischen einem Feststoff und einem Fluid wird in der Literatur mit α oder h bezeichnet und hat die Einheit $\text{W}/(\text{m}^2\text{K})$. Existieren externe Wärmequellen, so werden diese durch den Term q_{ext} in die Wärmebilanz einbezogen.

Der durch einen Temperaturgradienten ausgelöste Wärmetransport in einem ruhenden Körper (Feststoff, Fluid oder Gas) wird als **Wärmeleitung** bezeichnet. Kommen zwei Körper mit unterschiedlichen Temperaturen (T_1 und T_2) in Kontakt, so findet Wärmeleitung zwischen diesen statt. Besonderes Augenmerk muss auf die Kontaktfläche der beiden Körper gelegt werden. Ein nicht idealer Kontakt äußert sich durch einen sprunghaften Temperaturunterschied entlang der Grenzschicht, wie es in Abbildung 2.10 zu erkennen ist. Die ebenfalls dargestellte, stark vergrößerte Oberflächenstruktur der beiden Körper liefert eine

2.4. Thermisches Verhalten bei der Prozessführung

Erklärung für diesen Effekt: Direkte Wärmeleitung zwischen den Körpern findet nur lokal in den mikrostrukturellen Kontaktbereichen statt. In den Zwischenbereichen existieren Einschlüsse, die mit dem umgebenden Fluid (in der Regel Luft) gefüllt sind. Da die Wärmeleitfähigkeit von Luft normalerweise geringer ist als die des Festkörpers, kommt es zu einer isolierenden Wirkung und zu der in diesem Abschnitt bereits erwähnten, sprunghaften Temperaturänderung.

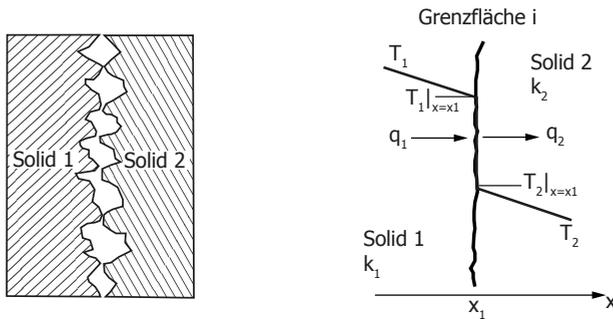


Abbildung 2.10: Randbedingung an der Grenzschicht zweier sich berührender Oberflächen nach [41]

Mathematisch lässt sich dies durch die folgende Randbedingung ausdrücken, wobei h_i für den Wärmeübergangskoeffizient der Grenzfläche steht:

$$q_{cond} = h_i(T_1 - T_2). \quad (2.4)$$

Zur Beschreibung des thermischen Verhaltens innerhalb der Teilprozessschritte aus Abschnitt 2.3.2, müssen alle der erläuterten Mechanismen des Wärmetransports berücksichtigt werden. Während des Aufheizens erfolgt die Erwärmung des Halbzeugs, je nach Aufheizmethode durch Konvektion (Umluftofen), Wärmeleitung (Kontaktheizung) oder Wärmestrahlung (Infrarot-Heizung). Abhängig von den jeweiligen Prozessparametern stellt sich ein spezifisches Temperaturprofil im Halbzeug ein. Für eine detailliertere Betrachtung der Temperaturverteilung beim Aufheizen sei auf die Arbeiten von Brinken [42], Cunningham [30], Labeas [31], Müller [43] oder Baumgärtner [22] verwiesen. Beim Aufheizprozess sind im Allgemeinen zwei Temperaturgrenzen zu beachten: Zum einen muss zur Gewährleistung der Umformbarkeit das Halbzeug mindestens auf Schmelztemperatur der Matrix erwärmt werden. Zum anderen muss die obere Temperaturgrenze, abhängig von Kunststoff und Haltezeit, so gewählt werden, dass eine kritische thermische Schädigung (Degradation) des Materials vermieden wird. Im Falle des in dieser Arbeit verwendete Spritzgießmaterials (Ultramid[®] B3WG12 HSP

2. Grundlagen und Stand der Forschung

BK23228) beträgt die maximale Verarbeitungstemperatur 310 °C [44]. Unmittelbar nach dem Ende der Aufheizung beginnt das Abkühlen des Halbzeugs entlang der Prozesskette unter sich teilweise abrupt ändernden Randbedingungen. Damit einhergehend, und je nach Ausführung der Teilprozesse, können die Abkühlraten in hohem Maße variieren. Im ersten Prozessschritt wird das Halbzeug zur Umformstation transferiert. Die Abkühlung erfolgt durch freie bzw. erzwungene Konvektion sowie durch Wärmestrahlung. In der Literatur sind zum Abkühlverhalten von thermoplastischen Gelelaminaten während dieses Teilprozessschritts nur wenige Veröffentlichungen zu finden. Trende et al. [45] verwenden für die Berechnungen des Transferprozesses einen Wärmeübergangskoeffizienten h_{konv} zwischen Laminat und Luft von $5\text{ W}/(\text{m}^2\text{K})$. In den Arbeiten von Lessard [6], Sweeney [46], Jehrke [47], und Cunningham [30] wird der Transferprozess vereinfacht bzw. nur für eine spezifische Randbedingung betrachtet. Vor dem Hintergrund der Zielstellung dieser Arbeit, können daraus keine belastbaren Aussagen zum thermischen Verhalten abgeleitet werden. Insbesondere wird der Einfluss von unterschiedlichen Transfargeschwindigkeiten, Transferausrichtungen sowie verschiedener Laminatdicken auf das Abkühlverhalten von thermoplastischen Tapegelegen nicht betrachtet. Im Gegensatz zum Transferprozess, wird das Abkühlverhalten in den nachfolgenden Prozessschritten (Übergabe an Werkzeug und Umformung) von der Wärmeleitung zwischen Laminat und Werkzeug dominiert. Der Wärmeübergangskoeffizient zwischen Tapegelege und Werkzeug (h_i) ist dabei von entscheidender Bedeutung. In der Literatur sind einige Untersuchungen zum Wärmeübergang zwischen einer Polymerschmelze und einem metallischen Werkzeug zu finden. Diese beziehen sich meistens jedoch auf den Spritzgießprozess [48, 49, 50, 51, 52]. Da sich die Randbedingungen zwischen dem Spritzgießprozess und der Umformung deutlich unterscheiden (Druck, Fließgeschwindigkeiten, Scherung, etc.) können die Ergebnisse nur bedingt übertragen werden. Des Weiteren variieren die Literaturwerte für den Wärmeübergangskoeffizienten in einem breiten Spektrum von $400\text{ W}/(\text{m}^2\text{K})$ bis $5000\text{ W}/(\text{m}^2\text{K})$ [51]. Andere Autoren, wie beispielsweise Trende et al. [45], gehen von einem idealen Wärmeübergang zwischen Verbundmaterial (schmelzflüssig: $T \geq T_m$) und Metall aus. In diesem Fall gilt für den Wärmeübergangskoeffizient $h_i = \infty$. Eine Untersuchung des Wärmeübergangs für die in dieser Arbeit relevanten Randbedingungen und Materialsysteme ist daher zwingend erforderlich. Weitere Messergebnisse bezüglich der Temperaturführung während der Umformung werden in Friedrich [38], Joppich [28] und in den Arbeiten von Dörr [13, 53] aufgeführt. Dabei zeigt sich, dass die Temperaturführung einen signifikanten Einfluss auf das Umformergebnis hat. Eine gekoppelte thermodynamische Umformsimulation wird von Dörr [53] vorgestellt. Dabei wird das mechanische Verhalten über die Temperatur und die relative Kristallinität gekoppelt. Es zeigt sich, dass die Prozessgrenze (Kristallisation) bereits während der Umformung auftreten kann. Des Weiteren wird bestätigt, dass sich durch die Berücksichtigung des thermischen Verhaltens eine verbesserte Simulationsgenauigkeit erzielen lässt.

2.4.1. Kristallisationskinetik teilkristalliner Polymere

Bei der Erstarrung einer Polymerschmelze können Molekülketten bis zu einem bestimmten Anteil regelmäßige Strukturen einnehmen und einer gewissen Ordnung folgen. Segmente der Molekülketten kommen beim Abkühlvorgang in die Nebenvaleenzfelder benachbarter Ketten und frieren dort unter engster Packungsdichte ein [54]. Erforderlich ist eine Regelmäßigkeit im Aufbau der Kette. Der Phasenübergang von der Schmelze hin zum Festkörper und der entsprechende Vorgang zur Ausbildung von teilkristallinen Strukturen (partielle Ordnung der Molekülketten) bezeichnet man als Kristallisation. Dieser Vorgang hat Einfluss auf die chemischen, mechanischen und thermischen Eigenschaften eines Polymers und ist somit auch für die Prozessführung von besonders großer Bedeutung. Die für die Verarbeitung wichtigen Materialeigenschaften ändern sich während der Phasenumwandlung von der Schmelze hin zum Feststoff. Die Viskosität beispielsweise erhöht sich dabei um mehrere Größenordnungen [55]. Auch die umformrelevanten mechanischen Eigenschaften ändern sich um zwei Größenordnungen während der Phasenumwandlung [28] [13]. Die Kristallisation bewirkt folglich eine deutliche Zunahme des Umformwiderstandes und beeinflusst maßgeblich das Umformergebnis. Somit ist die Kristallisationskinetik von signifikanter Bedeutung für diese Arbeit. Die relevanten Grundlagen werden daher in den folgenden Abschnitten ausgeführt.

Phänomenologischer Überblick

Der Kristallisationsprozess kann in drei stochastische Prozesse eingeteilt werden: Keimbildung (Nukleierung), Kristallwachstum und Perfektionierung (Nachkristallisation). Der Beginn der Kristallisation wird durch die Bildung von kleinen Bereichen mit kristalliner Phase (Keimbildung) initiiert. Ausgelöst beispielsweise durch Wärmebewegungen, ordnen sich Abschnitte der Polymerketten parallel zueinander an. Diese so entstehenden, ersten Kristallite werden auch als Embryo bezeichnet. Aufgrund der komplexen Verschlingungen der Polymerketten (Knäuelstruktur) bilden sich gefaltete Molekülketten (z.B. Lamellenstrukturen). In der Praxis entstehen solche Keime in der Regel zuerst an Fremdpartikeln (Verunreinigen, Additiven, Zusatzstoffen, usw.), die sich in der Schmelze befinden oder an der Werkzeugwand. Keime die an Fremdstoffoberflächen entstehen werden als Sekundärkeime bezeichnet. Der entsprechende Keimbildungsprozess wird auch heterogene Keimbildung genannt. In diesem Zusammenhang versteht man unter homogener Keimbildung den Prozess im idealen Zustand (Schmelze ohne Verunreinigungen), wobei sich sogenannte Primärkeime beispielsweise durch Wärmebewegungen bilden. In der Literatur wird des Weiteren zwischen thermischer und athermischer Keimbildung unterschieden (vgl. [56]). Sobald die Keime

2. Grundlagen und Stand der Forschung

eine kritische Größe erreichen, kann ein weiteres Wachstum erfolgen. Weitere Polymerketten ordnen sich entsprechend der kristallinen Struktur an. Findet hierbei ein gerichtetes Wachstum statt, entstehen lange, lamellenförmige Strukturen. Diese Lamellen stellen wiederum die Grundbausteine weiterer, übergeordneter Strukturen dar. Abhängig von den Abkühlbedingungen in der Schmelze entste-

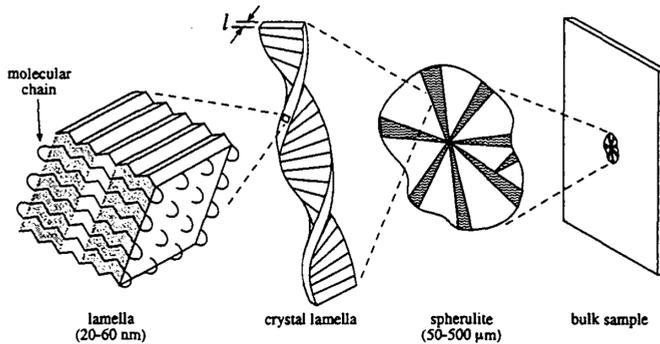


Abbildung 2.11: Struktureller Aufbau eines Formteils bestehend aus einem teilkristallinen Polymer [8] (nach Osswald und Menges [57])

hen radial gewachsene Sphärolithe oder ausgerichtete, faserartige Dendrite. Der strukturelle Aufbau ist schematisch in Abbildung 2.11 zu sehen. In Bauteilen sind in der Regel Mischformen aus Bereichen mit partieller Kristallisation zu beobachten. Die hohen Abkühlraten an den Randschichten zur Werkzeugwand sorgen in diesem Bereich für dendritisches Wachstum, wohingegen im Bauteilinneren überwiegend sphärolithisches Wachstum stattfindet [58]. Wird eine Polymerschmelze unter sehr hohen Abkühlraten auf Raumtemperatur abgekühlt, wird der Kristallisationsprozess womöglich nicht vollständig abgeschlossen. Das erstarrte Material kann auch bei Raumtemperatur noch nachkristallisieren. Die Lamellen können u.a. in Dickenrichtung weiter wachsen und somit steigt der Kristallisationsgrad sowie die Dichte des Materials an. Dies kann auch zu weiterer Schwindung und Verzug führen. Die Nachkristallisation kann über einen sehr langen Zeitraum (mehrere Monate bis Jahre) ablaufen. Findet die Abkühlung der Schmelze bei gleichzeitig hoher Scherung statt, so kristallisiert das Polymer nicht in Form von Sphärolithen, sondern es bildet sich eine Shish-Kebab-Struktur aus [54]. Diese bestehen aus einem stäbchenförmigen Whisker und runden Plättchen, wie in Abbildung 2.12 gezeigt. Solche Kristallstrukturen sind beispielsweise in den Randschichten von Spritzgießbauteilen innerhalb der Scherzone zu finden. [54]

2.4. Thermisches Verhalten bei der Prozessführung

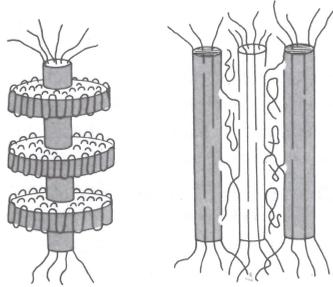


Abbildung 2.12: Shish-Kebab-Struktur (links) und Aufbau eines Whiskers (rechts) [54]

Bei der Abkühlung einer Polymerschmelze ändert sich die Keimbildungsrate mit der Temperatur. Dieser Zusammenhang wird von Kocic [56] aufgezeigt und ist in Abbildung 2.13 schematisch dargestellt. Dabei beginnt die Keimbildung bei einer Temperatur T_C und endet bei der Glasübergangstemperatur T_g , bei der die Molekülsegmente noch die erforderliche Beweglichkeit aufweisen [59].

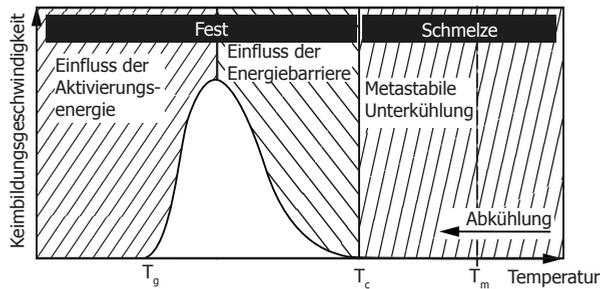


Abbildung 2.13: Abhängigkeit der Keimbildungsgeschwindigkeit von der Temperatur nach [56]

Modellierung der Kristallisation in teilkristallinen Thermoplasten

Aufgrund der hohen Relevanz der Kristallisation für das Material- und Prozessverständnis existiert bereits eine große Anzahl an Forschungsergebnissen zur Vorhersage der Kristallisationsvorgänge. An dieser Stelle sei auf die Arbeiten von

2. Grundlagen und Stand der Forschung

Di Lorenzo et al. [60], Mandelkern [61], Long et al. [62] und Ding et al. [63] verwiesen. Der Großteil heutiger Forschungsansätze basiert auf den Modellen von Kolmogoroff [64] und Avrami [65, 66, 67]. Von besonderer Bedeutung ist die Avrami-Gleichung für isotherme Randbedingungen

$$X(t) = 1 - \exp(-k^* t^n) \quad (2.5)$$

mit $X(t)$ dem Kristallisationsgrad zum Zeitpunkt t , der Kristallisationskonstanten k^* und n dem sog. Avrami-Exponenten. Die beiden letztgenannten Materialkonstanten (k^* , n) sind abhängig von der Morphologie und der Art der Nukleierung. Zur Beschreibung von nicht-isothermen Kristallisationsprozessen wurden ebenfalls einige Modelle entwickelt. So modifiziert Ozawa [68] die Avrami-Gleichung und kann damit für einige Materialien und Anwendungen gute Ergebnisse erzielen. Dennoch zeigen Patel et al. [69] einige Nachteile dieser Methodik auf und schlussfolgern aus ihren Untersuchungen, dass das Ozawa-Modell für die Beschreibung von nicht-isothermen Kristallisationsprozessen, bei denen ein breites Spektrum an Abkühlraten vorherrscht, nicht anwendbar ist. Unabhängig davon präsentiert Nakamura [70, 71, 72] einen anderen Ansatz. Er erweitert die Avrami-Gleichung und beschreibt die Änderung des Kristallisationsanteils mit

$$X(t) = 1 - \exp \left[- \left(\int_0^t K(T(\tau)) d\tau \right)^n \right] \quad \text{mit} \quad K(T) = k(T)^{1/n}. \quad (2.6)$$

Anstatt die Kristallisationskonstante $K(T)$ durch eine analytische Funktion zu beschreiben, wählen Guo und Isayec [73] einen Ansatz von Hoffmann und Lauritzen [74]. Folglich ergibt sich folgender Term für die Kristallisationskonstante:

$$K(T) = (\ln 2)^{1/n} \left(\frac{1}{t_{1/2}} \right) \exp \left(- \frac{U^*}{R(T - T_\infty)} \right) \exp \left(- \frac{K_k}{T \Delta T f} \right). \quad (2.7)$$

Diese Theorie wird insbesondere von Hoffmann [75] und Patel [69] angewendet und experimentell validiert. Mit dem Ziel die nicht-isotherme Kristallisationskinetik zu modellieren, wählt Ziabicki [76, 77] ebenfalls einen Ansatz auf Basis der Avrami-Gleichung. Er erweitert die Avrami-Gleichung mit einer empirischen Beschreibung für $K(T)$:

$$K(T) = K_{max} \exp \left[\frac{-4 \ln 2 (T - T_{max})^2}{D^2} \right]. \quad (2.8)$$

In diesem Modell wird die Temperaturabhängigkeit der Kristallisationskonstanten durch Gaussfunktionen approximiert. Die Modellparameter zur Beschreibung einer solchen Funktion sind K_{max} , D und T_{max} . Hoffmann [75] und Sierra [78] verfolgen diesen Ansatz und präsentieren ein modifiziertes Nakamura-Ziabicki Modell. In diesem Modell werden die Ansätze zur Beschreibung von $K(T)$ aus dem Nakamura-Ansatz (Gleichung 2.6) und der Theorie von Ziabicki (Gleichung 2.8) kombiniert.

2.5. Korrelation der Verbundeigenschaften und der Prozessführung

In diesem Abschnitt werden zunächst die grundlegenden Mechanismen beim Fügen von thermoplastischen Materialien erläutert. Im Anschluss werden diese Erkenntnisse auf das Hinterspritzen von Laminaten übertragen, um daraus signifikante Korrelationen zwischen den Verbundeigenschaften und der Prozessführung abzuleiten. Beim Fügen von thermoplastischen Kunststoffen und thermoplastischen Faserverbundwerkstoffen sind in der Literatur eine Vielzahl an Methoden zu finden. Stokes [79] gliedert diese in drei Hauptkategorien: mechanische Fügeverfahren, Klebungen und Verschweißungen. Letztere setzen laut Stokes ein Aufschmelzen und Erstarren innerhalb der Grenzfläche voraus. Dieses Prinzip ist auch für das Hinterspritzen relevant und wird aus diesem Grund im Folgenden näher betrachtet. In der Literatur wird das Prinzip des Aufschmelzens in einer großen Anzahl an unterschiedlichen Fügemethoden eingesetzt (Ultraschallschweißen, Induktionschweißen, etc.). Für einen Überblick und ein tiefergehendes Verständnis der Fügeverfahren sei an dieser Stelle auf die folgenden Arbeiten verwiesen: [80, 81, 82, 83, 84, 85, 86, 87, 88, 89, 90, 91, 92].

Da im Rahmen dieser Arbeit Hybridbauteile durch das Hinterspritzen von endlofaserverstärkten Laminaten gefertigt werden, entsteht der Materialverbund intrinsisch im Spritzgießprozess. Auch wenn keine der oben genannten Arbeiten den Spritzgießprozess im Detail betrachtet, so basiert der Verbund der Materialien auf identischen Grundprinzipien, die im Folgenden genauer betrachtet werden. Beim Fügen von teilkristallinen Kunststoffen ist die (interlaminare) Verbundfestigkeit σ_v eine Funktion aus Temperatur T , Konsolidierungsdruck p und Prozesszeit t [93, 94, 95, 96].

$$\sigma_v = f(T, p, t) \quad (2.9)$$

Entscheidend für den Verbundmechanismus ist dabei die Bewegung von Polymerketten entlang der Grenzfläche, die sogenannte Interdiffusion. Der Druck p ist dabei stets eine wichtige Grundvoraussetzung für einen idealen Kontakt zwischen den Materialien in der Grenzschicht. Die Interdiffusion (*fusion bonding*) wird dahingegen von Temperatur und Prozesszeit dominiert [95]. Umso mehr Molekülketten die Grenzschicht überbrücken, desto stärker ist der Verbund. Unter idealen Voraussetzungen kann durch Interdiffusion eine Verbundfestigkeit erzielt werden, die der des Grundwerkstoffes entspricht. Ein entscheidender Aspekt für die Verbundfestigkeit ist folglich die Kettenbewegung im Polymer. Die beiden wichtigsten Modelle, um die Kettenbewegung zu beschreiben, sind die Theorien von Rouse [97] und de Gennes [98]. Das von de Gennes eingeführt Reptations-Modell ist für die meisten thermoplastischen Fügeverfahren von Bedeutung. Yang [95, 99] veranschaulicht die Kettenbewegung auf Basis

2. Grundlagen und Stand der Forschung

des Reptations-Modells nach Kim und Wool [100] in Abbildung 2.14. In der Schmelze ist dabei die Beweglichkeit einer einzelnen Polymerkette durch ihre Umgebung (benachbarte Moleküle) eingeschränkt. Die Umgebung wird als kanalförmige, geometrische Randbedingung betrachtet, die den Bewegungsraum vorgibt. Zu Beginn der Interdiffusion an einer Grenzfläche (Zeitpunkt t_0) kann sich eine Molekülkette durch Brown'sche Molekularbewegung in diesem Kanal nur entlang der Kanalachse auf und ab bewegen. Mit der Zeit lösen sich zunächst die Kettenenden aus dem Kanal heraus. Die Länge dieser freien Molekülketten nimmt mit der Zeit zu, bis schließlich die Molekülketten den Kanal vollständig überwunden haben (Reptationszeitpunkt t_R) [101]. Stehen zwei identische Polymere im idealen Kontakt, so haben sich zum Zeitpunkt t_R ausreichend viele Polymerketten von beiden Seiten über die Grenzfläche bewegt. Dies führt dazu, dass sich die Molekülstruktur in der Grenzfläche nicht mehr vom Ursprungspolymer unterscheidet (vollständige Heilung) [100]. Folglich ist eine ideale Verbundfestigkeit gegeben. Unter nicht-isothermen Randbedingungen kann die maximale Verbundfestigkeit bereits zu einem Zeitpunkt $t_w < t_R$ erzielt werden [95] [8]. Die

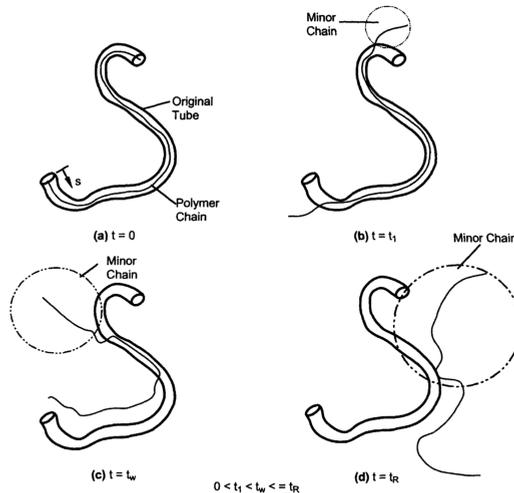


Abbildung 2.14: Interdiffusion [95] [99]

mechanische Festigkeit eines solchen Heilungsprozesses wurde von Wool et al. für $t < t_R$ modelliert [94] [93]:

$$\frac{\sigma_m}{\sigma_\infty} \propto t^{1/4} M^{-3/4}. \quad (2.10)$$

Dabei ist σ_m die mechanische Festigkeit zum Zeitpunkt t , σ_∞ die Festigkeit für t_∞ und M die Molekülmasse. Auf Basis dieses Modells wird in der Literatur

2.5. Korrelation der Verbundeigenschaften und der Prozessführung

für die Güte des Verbunds der sogenannte *Degree of Healing* eingeführt, der mit unterschiedlichen empirischen Modellen beschrieben wird. Anwendung findet das Modell für isotherme Prozesse [102, 103], für das Widerstandsschweißen [104] und für diverse andere Anwendungen [? ? ?]. Die Komplexität erhöht sich für den Fall von nicht-isothermen Prozessen und wird in [105] betrachtet. Yang et al. entwickelten zunächst ein nicht-isothermes Modell zur Beschreibung der Interdiffusion zwischen polymeren Grenzflächen [99] und erweiterte dieses für den Einsatz von thermoplastischen Faserverbundwerkstoffen [95]. Dabei wird der Heilungsprozess D_h (*Degree of Healing*) in der Grenzschicht beschrieben durch

$$D_h(t) = \left[\int_0^t \frac{1}{t_w(T)} dx \right] \quad (2.11)$$

mit t_w , der Schweißzeit des Werkstoffs. Die Schweißzeit wird i.d.R. experimentell ermittelt, kann jedoch auch über folgenden Ausdruck formuliert werden:

$$t_w(T_0) = \frac{L_w^2}{2D_0} \quad (2.12)$$

Dabei ist L_w die Länge der freien Polymerketten bei der Schweißzeit t_w und D_0 der isotherme Reptations-Diffusionskoeffizient bei einer Temperatur T_0 . Unter nicht-isothermen Bedingungen zeigt Yang einen Vergleich seines Modells und der Modelle von Bastien und Gillespie [104], sowie von Sonmez und Hahn [106] (siehe Abbildung 2.15). Dabei wird die Temperaturkurve aus Abbildung 2.15(a) mit den Parametern $T_0 = 370^\circ\text{C}$, $T_f = 400^\circ\text{C}$ und $t_{ramp} = 250\text{ s}$ verwendet. Abbildung 2.15(b) zeigt die Ergebnisse des Modellvergleichs und es wird ersichtlich, dass obwohl die polymere Grenzfläche permanent im schmelzflüssigen Zustand vorliegt (Schmelztempertaur von AS4/PEEK beträgt 338°C) die vollständige Heilung erst nach über 1000 s abgeschlossen ist. Eine Übertragung auf das Hinterspritzen ist an dieser Stelle nur bedingt möglich, da sowohl die Prozesszeiten beim Spritzgießen sehr viel kürzer sind (unterhalb von 1 min), als auch das exakte Temperaturprofil in der Grenzschicht nicht bekannt ist. In der Praxis werden FVK-Halbzeuge teilweise auch in einem vorgeschalteten Prozess umgeformt und dann kalt bzw. nur leicht vorgewärmt ($T < T_m$) in das Spritzgießwerkzeug eingelegt. In einem solchen Fall liefert Abbildung 2.16 eine anschauliche Erklärung für eine Verbindung einer Polymerschmelze $T > T_m$ mit einem Polymer im festen Zustand ($T < T_m$). Unter geeigneten Randbedingungen schmilzt die Grenzfläche zunächst auf und erstarrt anschließend wieder. Während des Aufschmelzens bewegen sich auch hier Polymerkettensegmente und überbrücken die Grenzfläche (Interdiffusion). Bei der Erstarrung ordnen sich diese Ketten in die teilkristalline Struktur ein und verbinden die beiden Polymere (vgl. Abbildung 2.17). Smith [8] untersucht diese Mechanismen und die Auswirkungen auf die Verbundfestigkeit an Polypropylen mit und ohne Faserverstärkung. Er stellt hierzu plattenförmige Proben her und verbindet diese unter definierten Randbedingungen (Tempera-

2. Grundlagen und Stand der Forschung

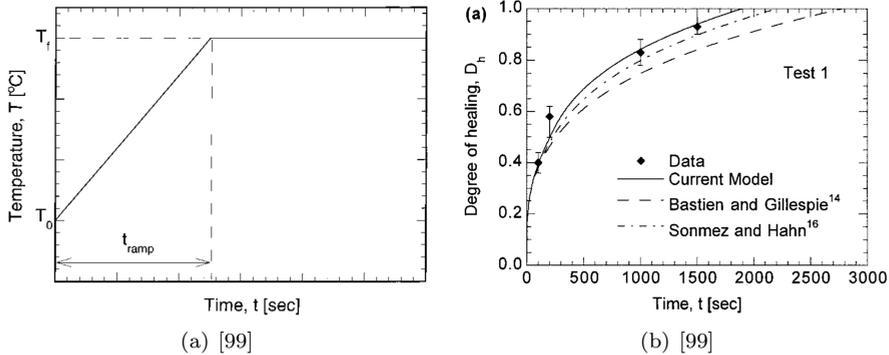


Abbildung 2.15: Schematische Darstellung des Temperaturprofils zur Validierung der nicht-isothermen Modelle zur Heilung einer Grenzfläche (a) [99] und Validierung des nicht-isothermen Modells von Yang [99] anhand AS4/PEEK-Messungen und Vergleich mit zwei weiteren Modellen (b) [99]

tur, Druck, Zeit). Zur Ermittlung der Grenzflächenfestigkeit wird die sogenannte Double-Cantilever-Beam-Methode (DCB) eingesetzt. Die zentralen Ergebnisse von Smith [8] sind in Abbildung 2.18(a) zusammengefasst. Für eine hinreichend gute Grenzflächenfestigkeit muss die Temperatur der Fügepartner mindestens der Schmelztemperatur des Kunststoffes entsprechen (vgl. 2.18(b)). Ein weiterer wichtiger Einflussparameter ist die Fügezeit. Je kürzer diese ist, desto höher muss die Temperatur sein, damit gute Festigkeiten erzielt werden können. Der Einfluss der Temperaturdifferenz der Fügepartner (ΔT) ist in Abbildung 2.18 dargestellt. Eine Erhöhung von ΔT führt zu einer Verbesserung der Festigkeit,

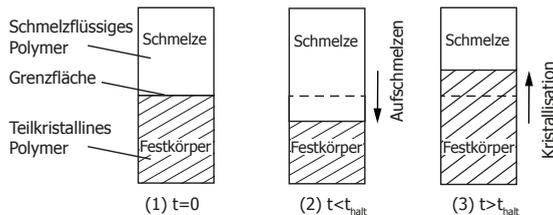


Abbildung 2.16: Aufschmelzen und Kristallisation in der Grenzfläche bei nicht-isothermen Randbedingungen nach [8]

2.5. Korrelation der Verbundeigenschaften und der Prozessführung

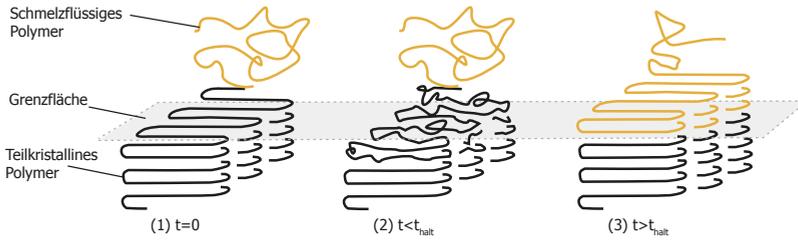


Abbildung 2.17: Schematische Darstellung der Einbindung einer Molekülkette in die kristalline Phase entlang der Grenzfläche in Abhängigkeit von der Zeit [8]

solange die Degradation des Materials nicht überschritten wird. Für unverstärktes PP und isotherme Bedingungen erzielt Smith eine optimale Verbundfestigkeit bei einer Fügezeit von 600 s und einer Temperatur von 180 °C. Unter nicht isothermen Bedingungen reduziert sich die Fügezeit bei gleicher Temperatur auf 42 s. Im Vergleich hierzu erzielt Smith bei der Untersuchung von unidirektional glasfaserverstärkten PP-Laminaten generell eine höhere Grenzflächenenergie aufgrund von Faserbewegungen zwischen den Grenzflächen, jedoch unter denselben Temperatur- und Zeit-Bedingungen. Neben den oben aufgeführten Ergebnissen wird auch in weiteren Arbeiten ([107] [108] [9]) eine Korrelation zwischen dem Aufschmelzen der Oberfläche und der Verbindungsgüte bei teilkristallinen Werkstoffen unter nicht-isothermen Bedingungen aufgezeigt. Auch hier wird der Interdiffusionsprozess in der Grenzfläche als Hauptmechanismus beschrieben. Bei teilkristallinen Polymeren ist dieser Mechanismus komplexer als bei amorphen Polymeren [109]. Auch die Erkenntnisse aus oben genannten Arbeiten lassen sich nur bedingt auf das Umformen und Hinterspritzen von Tapegelegen übertragen. Insbesondere, da die exakten Randbedingungen bei der Umformung (Abkühlverhalten Endlosfaserhalbzeug) und beim Hinterspritzen (Einfluss von Spritzdruck, Nachdruck, usw. auf die Temperaturverteilung) nicht betrachtet wurden. Besonders die prozessbedingten, sehr kurzen Zeitintervalle und hohen Temperaturgradienten stellen einen Unterschied dar. Sauer et al. [110] entwickelten aus diesem Grund eine Methode zum Fügen von zwei Polymeren unter Randbedingungen, die dem Spritzgießprozess näher kommen (Prozesszeit: 5 s und Fügedruck: 0,14 MPa). Die Methode wird am Beispiel von PPA und PPA-GF-Laminaten angewandt, wobei die Lamine auf 150 °C vorgeheizt werden. Es zeigte sich für die oben genannten Werkstoffe, dass für einen guten Verbund die Grenzfläche eine Temperatur im Schmelzbereich erreichen muss. Es wird beobachtet, dass kein vollständiges Aufschmelzen erforderlich ist, sondern ein Teilaufschmelzen bis ungefähr zur Hälfte des Schmelzbereichs (T_m)

2. Grundlagen und Stand der Forschung

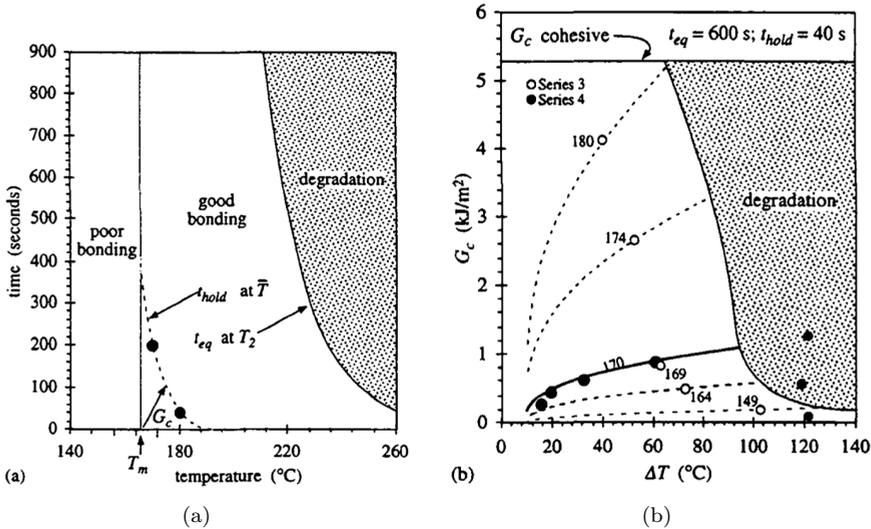


Abbildung 2.18: Prozessfenster für nicht-isotherme Verbundfestigkeit von PP in Abhängigkeit von Zeit und Temperatur (a) sowie in Abhängigkeit Temperaturdifferenz und gemittelter Füge-temperatur [8]

ausreicht, um eine gute Verbindung zu erreichen. Das Abkühlverhalten (Rekristallisation) wird ebenfalls als Einflussgröße genannt, jedoch sind die betrachteten Abkühlraten für einen realen Prozess zu gering (10 °C/min). Auch Lamethe et al. [111] kommen zu der Erkenntnis, dass das Abkühlverhalten einen Einfluss auf die Verbundfestigkeit hat. Eine direkte Übertragbarkeit auf die im Rahmen dieser Arbeit zu betrachteten Materialien und Prozessrandbedingungen ist auch hier nicht gegeben. Aurrekoetxea et al. [10] untersucht den Einfluss der Prozessparameter auf die Verbundfestigkeit beim Hinterspritzen. Verwendet wird als Substrat ein selbstverstärktes PP und als Spitzgussmaterial ein isotaktisches PP. Es zeigt sich auch hier, dass die Verbundfestigkeit in großem Maße von der Grenzflächentemperatur abhängig ist. Die Grenzflächenfestigkeit erhöht sich mit steigender Grenzflächentemperatur. Ab Erreichen der Schmelztemperatur (165 °C) werden die höchsten Werte für die Verbundfestigkeiten ermittelt. Des Weiteren kann nachgewiesen werden, dass sich die Festigkeit bei konstanter Grenzflächentemperatur mit steigendem Temperaturgradienten der Verbundpartner erhöht. Die Nachdruckhöhe (Variation zwischen 247 bar und 371 bar) hat dabei keinen Einfluss auf die Verbundfestigkeit. Dies deckt sich mit den Ergebnissen von Smith et al. [108], bei denen zu beobachten ist, dass bei hohen Drücken (über 200 bar) kaum ein Einfluss zwischen Verbundfestigkeit und

2.5. Korrelation der Verbundeigenschaften und der Prozessführung

Druck besteht. Der Einfluss der Faserorientierung auf die Verbundfestigkeit wird am Beispiel eines Tapelege-Prozesses von Kok et al. [112] untersucht. Es werden dabei Tapelagen in unterschiedlichen Winkeln zueinander gefügt. Bei einem Fügewinkel von 90° zeigt sich zwar ein kleineres Prozessfenster, jedoch wird eine identische Verbundfestigkeit erzielt. Ein weiterer Effekt wird in der Arbeit von Tanaka et al. [113] aufgezeigt: Beim Überspritzen eines PA6-GF Laminats kann es zu einer Penetration des Substratmaterials in die Rippenstruktur kommen. Rippenabzugsprüfungen zeigten eine Korrelation zwischen der Höhe der Substratpenetration und der Verbundfestigkeit. Des Weiteren konnte beobachtet werden, dass die Penetration mit der Dicke des Substrats zunimmt.

3. Materialien, Methoden und Modellbildung

3.1. Versuchskörper und deren Herstellung

In dieser Arbeit werden thermoplastische UD-Tapes bestehend aus einer Polypropylen bzw. einer Polyamid 6 Matrix untersucht. Diese beiden Werkstoffsysteme und deren Herstellung werden nachfolgend erläutert. Zur Erzeugung von Probekörpern werden die einzelnen Tape-Streifen zunächst zu einem Tapegelege gestapelt und anschließend mittels Ultraschall lokal verschweißt. Im nächsten Schritt wird das Tapegelege zu einer Platte konsolidiert und beschnitten. Die Geometrie der Prüfkörper sowie der Lagenaufbau werden in diesem Kapitel beschrieben.

3.1.1. Werkstoffsysteme

Für einen Einsatz von Faserverbundmaterialien in der Großserie (Automobilbau) muss neben den mechanischen Eigenschaften besonders auch die Wirtschaftlichkeit in Betracht gezogen werden. Hinsichtlich eines günstigen Materialpreises und wirtschaftlichen Verarbeitungsbedingungen (niedrige Schmelztemperatur, geringe Zykluszeiten) erfüllt ein Tapematerial, bestehend aus einer Polypropylen-Matrix mit Glasfaserverstärkung, besonders gut die Wirtschaftlichkeitsanforderung. Polypropylen (PP) ist ein teilkristalliner thermoplastischer Kunststoff und wird durch Kettenpolymerisation von Propen hergestellt. Damit gehört er zur Gruppe der Polyolefine. Der strukturelle Aufbau ist in Abbildung 3.1 dargestellt. Neben diesem Werkstoffsystem werden im Rahmen der Arbeit Tapegelege mit einer Matrix aus Polyamid 6 betrachtet. Polyamide sind teilkristalline thermoplastische Kunststoffe, deren Grundbausteine (CH_2 -Moleküle) über Carbonsäureamidgruppen (kurz: Amidgruppe) miteinander verbunden sind. In technischen Anwendungen sind eine große Vielfalt an Polyamiden anzutreffen, die nach der Anzahl der Kohlenstoffatome zwischen den Stickstoffatomen der Amidgruppe bezeichnet werden. Des Weiteren unterscheidet man zwischen zwei Gruppen, den Lactamen, bestehend aus einem Grundbaustein und den aliphatischen Diamin-Dicarbonsäuren, die aus zwei Grundbausteinen aufgebaut sind.

3. Materialien, Methoden und Modellbildung

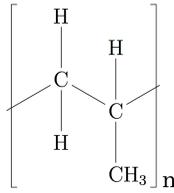


Abbildung 3.1: Strukturformel von Polypropylen (PP)

Ein typischer Vertreter für die Gruppe der Lactame ist Polyamid 6 (PA6). Die Strukturformel PA6 ist in Abbildung 3.2 dargestellt. Für viele Eigenschaften des Werkstoffs ist die Amidgruppe verantwortlich, über die sich Wasserstoffbrückenbindungen zu benachbarten Molekülketten ausbilden können. Diese Wasserstoffbrücken sind u.a. verantwortlich für die vergleichsweise hohe Schmelztemperatur von PA6 (ca. 220 °C). Die hohe Anzahl an NHCO-Gruppen und deren Wasseraffinität ist verantwortlich dafür, dass PA6 in feuchter Umgebung bis zu 10 % Wasser einlagert. An Umgebungsluft stellt sich ein Gleichgewichtszustand von etwa 2 % bis 3 % ein [114]. Diese reversible Wasseraufnahme wirkt sich u.a. auf die mechanischen Eigenschaften des Kunststoffs aus. Die Auswirkungen sind in der Fachliteratur bereits ausführlich untersucht und dokumentiert [115].

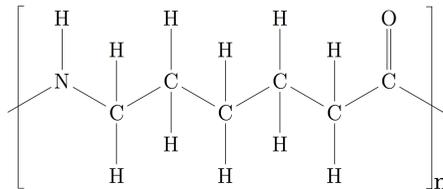


Abbildung 3.2: Strukturformel von Polyamid 6 (PA6)

Im Rahmen der Arbeit werden zwei unterschiedliche Tapematerialien mit Polyamid-Matrix betrachtet (PA6-GF und PA6-CF). Im Vergleich zu PP-GF sind diese Materialien für Anwendungen mit höheren Anforderungen (Wärmeformbeständigkeit, mechanischen Eigenschaften) interessant. Im Folgenden werden die wichtigsten Spezifikationen der Werkstoffsysteme aufgeführt.

PP-GF

Bei dem zur Untersuchung gewählten UD-Tape, aus glasfaserverstärktem Polypropylen, handelt es sich um das Material Celstran[®] CFR-TP PP-GF70-13 der Firma Celanese. Laut Herstellerangaben hat es einen Fasergewichtsanteil von

3.1. Versuchskörper und deren Herstellung

70% (Faservolumengehalt: 45,3%). Die Tapedicke beträgt 0,26 mm. [116]

PA6-GF

Des Weiteren wird im Rahmen der Arbeit das Tapematerial Ultratape™ B3WG12 (10-2013) der Firma BASF untersucht. Es handelt sich dabei um ein Materialsystem mit Glasfasern als Verstärkungstoff, eingebettet in eine Matrix aus Polyamid 6. Der Fasergewichtsanteil liegt bei 60% (Faservolumengehalt: 40%) und die Nenndicke des Tapes beträgt 0,25 mm [117]. Zum Hinterspritzen der Tapegelege wird das kurzglasfaserverstärkte PA6 mit dem Handelsnamen Ultramid® B3WG12 HSP BK23228 der Firma BASF verwendet. Mit einem Fasergewichtsanteil von 60% liegt die Schmelzvolumenrate MVR (275 °C, 5 kg) bei 30 cm³/10 min [118].

PA6-CF

Das kohlenstofffaserverstärkte Tapematerial Ultratape™ B3WC12 (10-2013) der Firma BASF weist einen Fasergewichtsanteil von 60% (Faservolumengehalt: 49%) auf. Die nominelle Dicke des Halbzeugs beträgt 0,15 mm [119].

3.1.2. Geometrie und Herstellung

Zur Untersuchung der Temperaturverteilung und des Abkühlverhaltens werden quadratische Tapegelege mit einer Kantenlänge von 150 mm hergestellt. Die Abmessungen werden so gewählt, dass in der Plattenmitte ein Einfluss von Randeffekten auf die Temperaturverteilung ausgeschlossen werden kann. Ein entscheidender Vorteil bei der Verwendung von UD-Tapes (im Vergleich zu Gewebe-Halbzeugen) ist, dass sowohl der Lagenaufbau frei definiert werden kann, als auch Temperatursensoren an beliebiger Stelle zwischen den einzelnen Lagen eingebracht werden können. Damit lässt sich die Temperaturverteilung an beliebiger Stelle, auch in Dickenrichtung, zuverlässig messen. Zur Herstellung der Lamine werden zunächst die UD-Tapes zugeschnitten und entsprechend des gewünschten Lagenaufbaus gestapelt. Die einzelnen Tapelagen werden durch lokale Ultraschallschweißpunkte fixiert, um ein späteres Handling zu ermöglichen. Die Verschweißung erfolgt mittels des Handschweißgeräts Eurosonic ESHS 800/35. Während der Verschweißung werden die UD-Tapes in einem Aluminiumwerkzeug positioniert (siehe Abbildung 3.3). Die lokale Verschweißung der Tapelagen wird ebenfalls genutzt um die Temperatursensoren zu fixieren. Damit aus den bisher nur lokal gehefteten Gelegen ein monolithischer Verbund entsteht, muss das Gelege konsolidiert werden. Dabei wird das Gelege bis auf Schmelztemperatur aufgeheizt und anschließend unter Druck abgekühlt. Während dieses Prozesses verschmelzen die einzelnen Lagen miteinander. Zur Konsolidierung wird das in Abbildung 3.4 gezeigte Tauchkantenwerkzeug genutzt. Zwischen dessen Ober- und Unterteil wird das Tapegelege platziert. Die Thermolemente werden

3. Materialien, Methoden und Modellbildung

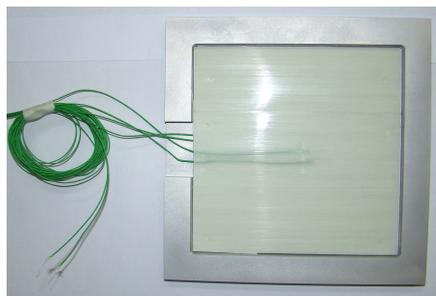


Abbildung 3.3: Tapegelege mit Temperatursensoren im Konsolidierungswerkzeug

entlang der Öffnung aus dem Werkzeug herausgeführt. Anschließend wird das Werkzeug samt Gelege in eine hydraulische Presse (Hersteller: Dr. Collin GmbH, Typ: P200PM) gelegt und bei einem konstanten Pressdruck von 3 bar aufgeheizt. Dabei schmilzt das Gelege vollständig auf. Anschließend wird das Werkzeug wie-

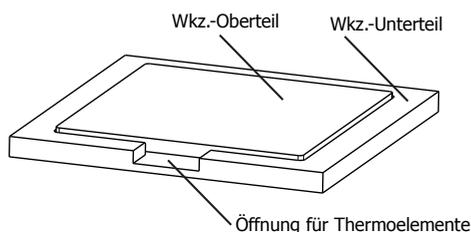


Abbildung 3.4: Aufbau des Konsolidierungswerkzeug

der abgekühlt. Durch die Trägheit der Kühlvorrichtung entsteht eine ausreichende Haltezeit im schmelzflüssigen Zustand. Der entsprechende Temperatur- und Druckverlauf während der Konsolidierung ist in Abbildung 3.5 exemplarisch für ein 4-lagiges PP-GF-Laminat dargestellt. Eine Übersicht der Konsolidierungsparameter bietet Tabelle 3.1. Mit den aufgeführten Prozesseinstellungen werden diverse Laminare mit unterschiedlicher Dicke hergestellt. Die UD-Gelege werden dabei immer abwechselnd in 0° und 90° angeordnet. Dieser sogenannte $[0/90]$ -Aufbau wird stets symmetrisch zur Mittelebene ausgeführt. Für die Materialsysteme mit Glasfaserverstärkung werden Laminare mit 4 Lagen, 8 Lagen und 12 Lagen hergestellt. Daraus entstehen Laminare mit einer Dicke von jeweils 1 mm,

3.1. Versuchskörper und deren Herstellung

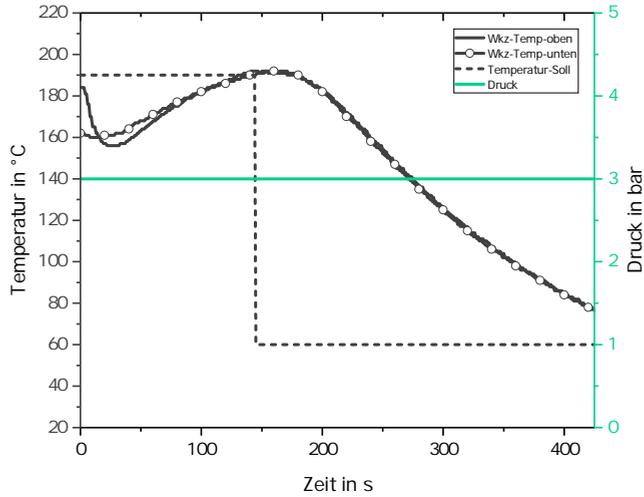


Abbildung 3.5: Temperatur- und Druckverlauf während der Konsolidierung im Falle von PP-GF-1mm

Tabelle 3.1.: Konsolidierungsparameter

| Material | Druck in bar | Heiztemp. in °C | Heizdauer in s | Kühltemp. in °C | Kühldauer in s |
|------------|-----------------|--------------------|-------------------|--------------------|-------------------|
| PP-GF-1mm | 3 | 190 | 140 | 60 | 250 |
| PP-GF-2mm | 3 | 190 | 140 | 60 | 250 |
| PP-GF-3mm | 3 | 190 | 140 | 60 | 250 |
| PA6-GF-1mm | 3 | 260 | 100 | 90 | 280 |
| PA6-GF-2mm | 3 | 260 | 130 | 90 | 280 |
| PA6-GF-3mm | 3 | 260 | 150 | 90 | 280 |
| PA6-CF-1mm | 3 | 260 | 100 | 90 | 260 |
| PA6-CF-2mm | 3 | 260 | 130 | 90 | 270 |
| PA6-CF-3mm | 3 | 260 | 150 | 90 | 280 |

2 mm und 3 mm. In jeden dieser Versuchskörper werden 6 Temperatursensoren über die Dicke eingebracht. Die genaue Position der Thermolemente ist in Abbildung 3.6 für PP-GF und PA-GF Laminat dargestellt. Bei den dünnsten Laminaten (1 mm) sind in jeder Tapelage jeweils zwei Thermolemente eingebracht. Bei den 2 mm dicken Gelegen befinden sich Temperatursensoren zwischen

3. Materialien, Methoden und Modellbildung

der 1. und 2. Tapelage, zwischen der 2. und 3. Lage, im Laminatkern (5.-6. Lage), zwischen der 7. und 8. Lage sowie zwischen den Lagen 8 und 9. Bei Prüfkörpern mit einer Dicke von 3 mm sind die Sensoren zwischen den Lagen 1-2, 3-4, 6-7, 9-10 und 11-12 platziert. UD-Tapes mit C-Faserverstärkung haben eine Dicke von

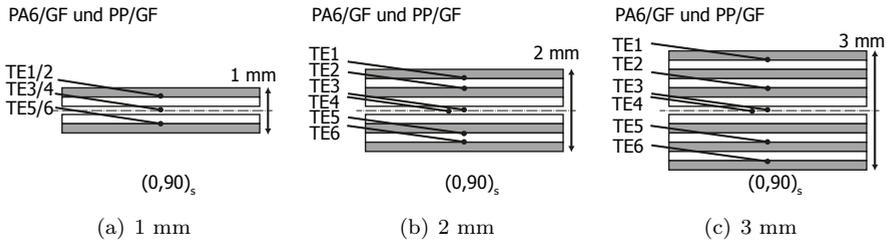


Abbildung 3.6: PA-GF und PP-GF Probekörper mit Position der Temperatursensoren

0,15 mm und sind damit etwa 0,1 mm dünner als die glasfaserverstärkten Tapes. Folglich ist bei C-Fasern eine entsprechend höhere Lagenanzahl erforderlich, um identische Laminatdicken zu erzielen. Den Lagenaufbau der PA6-CF-Laminat zeigt Abbildung 3.7. Thermoelemente befinden sich bei den dünnsten Laminaten zwischen den Schichten 1-2, 2-3, 3-4, 4-5, 5-6 und 6-7. Im Falle von 2 mm Laminaten werden die Thermoelemente zwischen den Tapelagen 1-2, 4-5, 7-8, 10-11 und 13-14 positioniert. Entsprechend sind die Sensoren bei einer Laminatdicke von 3 mm zwischen den Lagen 1-2, 5-6, 10-11, 11-12, 16-17, sowie 20-21 zu finden.

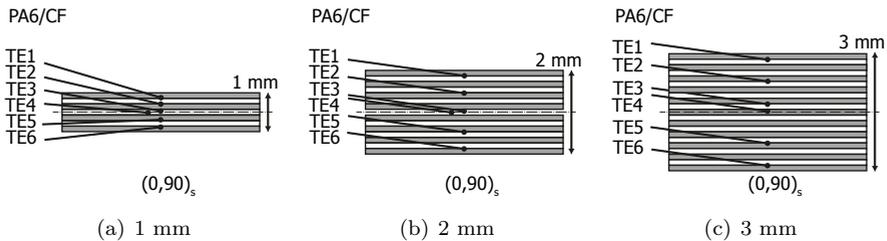


Abbildung 3.7: PA-CF Probekörper mit Position der Temperatursensoren

3.2. Materialcharakterisierung

3.2.1. Dynamische Differenzkalorimetrie

Die Dynamische Differenzkalorimetrie (engl.: Differential Scanning Calorimetry, kurz: DSC) ist ein weit verbreitetes Verfahren zur Bestimmung von Kunststoffkennwerten. Das thermische Verfahren dient u.a. zur Ermittlung von Glasübergangstemperaturen, Morphologiekennwerten, Schmelz- und Kristallisationsbereichen sowie der entsprechenden Enthalpien. In einer Prüfmaschine wird eine Probe des zu untersuchenden Werkstoffs zusammen mit einer Referenzprobe aufgeheizt und abgekühlt. Das thermische Verhalten der Referenz ist hierbei bekannt und es kann die Temperaturdifferenz zwischen Probe und Referenz gemessen bzw. der Wärmestrom bestimmt werden. Die Probe (ca. 5-9 mg) befindet sich während der Analyse in einem verschlossenen Aluminiumtiegel, der unter Stickstoffatmosphäre einem definierten Temperaturprogramm unterzogen wird. Im Rahmen dieser Arbeit werden die Versuche mittels des Mettler Toledo DSC 1 Star Systems durchgeführt. Die maximale Abkühlrate ist bei solchen DSC-Systemen limitiert. In der Regel beträgt diese ca. 2,5 K/s oder in speziellen Fällen auch 10 K/s [120]. Die sogenannte Flash-DSC ist eine neue Methode um auch deutlich höhere Abkühlraten untersuchen zu können. Diese wird von Schick et al. [121, 122], Allen et al. [123] und Mathot et al. [124] vorgestellt. Durch die Flash-DSC lassen sich auch prozessrelevante, sehr hohe Abkühlraten (>10 K/s) analysieren. Im Rahmen dieser Arbeit erfolgt die Untersuchung mittels des Messgerätes Mettler Toledo Flash-DSC-1 und in Zusammenarbeit mit dem Lehrstuhl für Polymerphysik der Universität Rostock (Prof. Dr. Christoph Schick).

3.2.2. Hot-Disk-Methode

Die Hot-Disk-Methode (o.a. Transient Plane Source Method) dient zur Ermittlung der Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit und kann auch zur Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität eingesetzt werden. Die Messung erfolgt durch einen speziellen Heizfoliensensor, welcher zwischen zwei Proben mit identischer Dicke eingebracht wird. Der Sensor dient sowohl als Wärmequelle, als auch zur Temperaturmessung. Bei bekannter Temperatur der Probekörper wird durch einen kurzen Stromimpuls (Stufenfunktion) der Probekörper erwärmt. Das resultierende, dynamische Temperaturfeld wird als Funktion der Zeit aufgezeichnet, woraus letztendlich die Wärmeleitfähigkeit ermittelt werden kann. Der Standard-Versuchsaufbau (siehe auch DIN EN ISO 22007-2) ist nicht dafür geeignet Polymere im schmelzflüssigen Zustand zu analysieren. Aus diesem Grund wurde gemeinsam mit dem Institut für Polymertechnologien e.V. in Wismar der

3. Materialien, Methoden und Modellbildung

in Abbildung 3.8(a) dargestellte Versuchsaufbau entwickelt. Dieser besteht im Wesentlichen aus einer Laborpresse 200T der Firma Vogt Maschinenbau GmbH und einem Hot-Disk-Gerät *TPS 1500* der Firma C3 Prozess- und Anlagentechnik GmbH mit Sensortyp 5465 (ähnlich Abbildung 3.8(b)). Um eine Temperaturmessung bis $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ zu ermöglichen wird der Sensor über ein 4 W- Kontaktierungselement aus PEEK angeschlossen. Der Sensor wird zusammen mit einem zusätzlichen Thermoelement vom Typ K zwischen die beiden Proben aus dem selben Material platziert. Die quadratischen Proben mit unidirektionaler Faserorientierung haben je eine Kantenlänge von 75 mm und eine Dicke von 16 mm. Vor der Versuchsdurchführung werden die Proben bei $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ (trocken-) konditioniert. In Vorversuchen wird ein geeigneter Parametersatz ermittelt und die Heizleistung mit 8 mW sowie die Messdauer auf 40 s festgelegt.

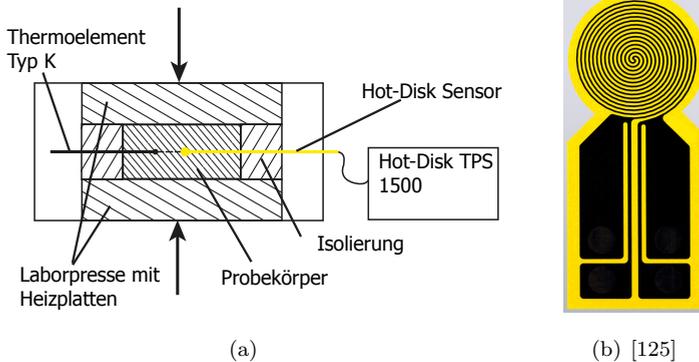


Abbildung 3.8: Versuchsaufbau zur Ermittlung der Wärmeleitfähigkeit (Hot-Disk-Verfahren)

In der Laborpresse kann die Probe auf eine beliebige Temperatur erwärmt werden. Entscheidend ist eine ausreichend lange Haltezeit, um eine konstante Temperaturverteilung über die gesamte Wandstärke des Probekörpers zu gewährleisten. Sobald die entsprechende Haltezeit erreicht ist, und die gesamte Probe auf Zieltemperatur erwärmt ist, kann mit der Hot-Disk-Messung gestartet werden. In Vorversuchen wurden Lamine mit Temperatursensoren verwendet, um die Aufheizzeiten zu ermitteln. Es zeigte sich, dass für Zieltemperaturen oberhalb der Schmelztemperatur Haltezeiten von bis zu zwei Stunden erforderlich sind. Diese langen Haltezeiten können thermische Schädigungen im Material hervorrufen und sich auf die Ergebnisse der Wärmeleitfähigkeit auswirken. Dies ist bei der späteren Diskussion der Ergebnisse zu beachten.

3.3. Experimentelle Untersuchung der Teilprozesse

3.3.1. Aufheizen

Das Aufheizen von thermoplastischen FVK-Halbzeugen kann generell über verschiedene Arten erfolgen. Die gängigsten Aufheizmethoden basieren auf Konvektion (Umluftofen), Wärmeleitung (Heizplatten) und Strahlung (z.B.: Infrarotstrahler). UD-Tapegelege können in der Regel am schnellsten mit Infrarotstrahlung erwärmt werden. Dies hat den Vorteil, dass sich der Aufheizvorgang in den Takt des Spritzgießprozesses integrieren lässt. Aus diesem Grund wird diese Aufheizmethode bei der Kombination aus UD-Tapes und Spritzgießprozess häufig verwendet. Die sich einstellende Temperaturverteilung, in Abhängigkeit von der gewählten Aufheizmethode, ist in der Literatur bereits umfangreich analysiert, insbesondere in [47], [31] und [30]. Entsprechend der Motivation dieser Arbeit (Betrachtung des Abkühlprozesses), werden im Folgenden keine unterschiedlichen Aufheizmethoden betrachtet. Dahingegen wird die Aufheizmethode verwendet, mit der sich Lamine besonders reproduzierbar und homogen erwärmen lassen. Ein homogen erwärmtes Halbzeug stellt die Grundlage für die Analyse des Abkühlprozesses dar. Jede Inhomogenität bei der Erwärmung wirkt sich als Fehler bzw. Schwankung in den Abkühlversuchen aus. Aus diesem Grund werden im Rahmen dieser Arbeit alle Lamine mit einem Umluftofen erwärmt. Dies geht zwar mit vergleichsweise langen Aufheizzeiten einher, gewährleistet aber eine homogene und reproduzierbare Laminattemperatur. Zur Aufheizung wird der Umlufttrockenschrank PF60/R38/HT der Firma Carbolite GmbH verwendet. Ein exemplarischer Verlauf der Kerntemperatur eines PP-GF-Laminats während der Aufheizung im oben beschriebenen Ofen ist in Abbildung 3.9 dargestellt. Eingezeichnet ist der charakteristische Bereich des Aufschmelzens der Matrix. Um das Laminat auf die Solltemperatur (200 °C) zu erwärmen, wird der Umluftofen auf 205 °C eingestellt. In diesem Fall wird eine Aufheizzeit von etwa 400 s benötigt, um eine homogene Temperatur im gesamten Laminat zu erreichen.

3.3.2. Transfer

Im Anschluss an den oben beschriebenen Aufheizvorgang findet der Transferprozess statt. Während des Transfers kühlt das vorgewärmte Halbzeug (Laminat) ab. Die Wärmeübertragung findet zwischen dem Laminat und der Umgebungsluft statt. Man unterscheidet dabei zwischen freier Konvektion und erzwungener Konvektion. Bei der freien Konvektion bildet sich durch die Temperaturunterschiede eine Strömung aus. Wird die Strömung durch äußere Druckunterschiede aufgebaut, spricht man von erzwungener Konvektion [126]. Bei der Verarbeitung

3. Materialien, Methoden und Modellbildung

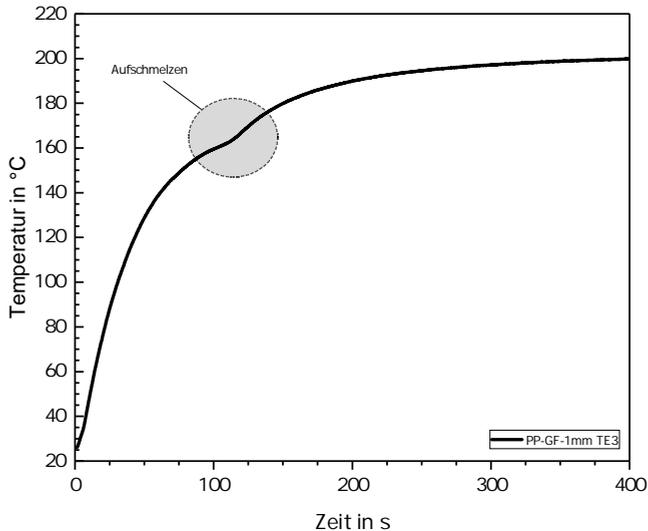


Abbildung 3.9: Exemplanische Aufheizkurve eines 1 mm dicken PP-GF-Laminats. Die Temperaturmessung erfolgt mittels eines Thermoelements (Typ K) im Laminatkern

von thermoplastischen Laminaten kommt es in der Regel zu einer Kombination aus freier und erzwungener Konvektion. Dies ist u.a. der Fall, wenn das Halbzeug in einem ersten Schritt zur Umformstation bewegt wird (erzwungene Konvektion) und anschließend in einer Ruheposition infolge freier Konvektion abkühlt, beispielsweise während die Presse ausgelöst und geschlossen wird. In der Literatur ist zum Abkühlverhalten während des Transfers bisher nur wenig veröffentlicht (vgl. Abschnitt 2.4). Ziel der experimentellen Untersuchung ist es, die Temperaturverteilung bei freier und erzwungener Konvektion zu messen und dadurch, neben dem Verständnis über die Einflussfaktoren, eine umfangreiche Basis für die Validierung von Simulationsmodellen zu erstellen.

Versuchsaufbau und Durchführung

Freie Konvektion:

Die Probekörper (vgl. Kapitel 3.1) werden zunächst in einem Handlingrahmen fixiert. Dieser besteht aus einem Rahmen aus quadratischen Aluminiumprofilen (Querschnitt 2 mm x 2 mm). Wie in Abbildung 3.10 schematisch dargestellt, sind entlang des Rahmens zwei dünne Drähte (Durchmesser 0,1 mm) angebracht,

3.3. Experimentelle Untersuchung der Teilprozesse

auf denen das Laminat abgelegt werden kann. Der Einfluss des Rahmens und der Metalldrähte auf die Temperaturverteilung innerhalb der Prüfkörper kann vernachlässigt werden. Dies wurde in einer vom Autor betreuten Abschlussarbeit [A1] mittels Temperatursensoren und Infrarotkamera nachgewiesen. Der mit dem Prüfkörper bestückte Spannrahmen wird zu Versuchsbeginn im Umluftofen auf Zieltemperatur (oberhalb der Schmelztemperatur) erwärmt. Dabei wird die Temperatur mittels der eingebrachten Temperatursensoren gemessen. Sobald alle Sensoren die Zieltemperatur erreicht haben, wird der Ofen geöffnet und das Laminat samt Spannrahmen auf einer Abkühlvorrichtung (siehe Abbildung 3.10) platziert. Dort kühlt das Laminat unter Laborbedingungen (23 °C und 50% Luftfeuchte) ab, wobei die Temperaturverteilung gemessen wird.

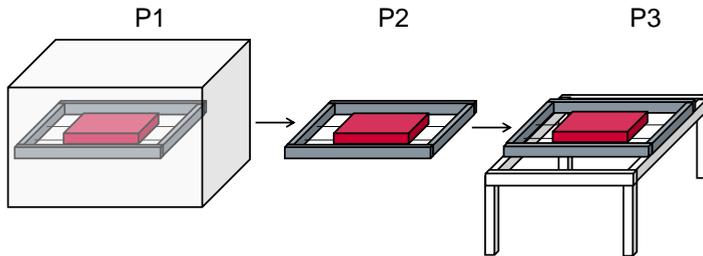


Abbildung 3.10: Schematische Darstellung des Versuchsaufbaus zur Untersuchung des Abkühlverhaltens bei freier Konvektion

Erzwungene Konvektion:

Die experimentelle Untersuchung der Temperaturverteilung bei erzwungener Konvektion bedingt die Temperaturmessung während des Transferprozesses. Vorversuche an einem Handlingroboter zeigten jedoch, dass die Temperaturmessung während einer Bewegung der Probekörper nur schwer reproduzierbar zu gestalten ist. Sämtliche Messinstrumente (Infrarotkamera, Temperatursensoren) müssen mit dem Probekörper mitbewegt werden. Die Thermolemente sind jedoch sehr sensibel bezüglich der Bewegungen und kleiner Erschütterungen, die im schmelzflüssigen Laminat bei der Transferbewegung entstehen. Auch die Messung der Temperaturverteilung auf der Oberfläche mittels Infrarotkamera ist während der Transferbewegung fehleranfällig.

Aus oben genannten Gründen wird ein Versuchsaufbau entwickelt, bei dem der Probekörper ruht und die Umgebungsluft „bewegt“ wird. Dazu wird ein Windkanal des Instituts für Strömungsmechanik (ISTM) am Karlsruher Institut für Technologie genutzt. Dieser ist nach der Göttinger Bauart mit offener Messstrecke ausgeführt. Die Nachstellung des Transfers in einem Windkanal hat den

3. Materialien, Methoden und Modellbildung

entscheidenden Vorteil, dass die Probekörper samt der Messtechnik nicht bewegt werden müssen und somit die kritischen Störgrößen, die mit einer Bewegung der schmelzflüssigen Lamine einhergehen, eliminiert sind. Dies gewährleistet reproduzierbare und zuverlässige Messergebnisse. Auch bezüglich der Messdauer und Strömungsgeschwindigkeit bietet ein Windkanal weitaus weniger Einschränkungen. Mit einem Messstreckenquerschnitt von $2,54 \text{ m}^2$ und einer Messstreckenlänge von $2,8 \text{ m}$ eignet sich der Windkanal am ISTM hervorragend für die Versuchsdurchführung. Denn es besteht ausreichend Platz für das Handling und die Fixierung der Prüfkörper. Der Windkanal und der entsprechende Versuchsaufbau sind in Abbildung 3.11 dargestellt. Dabei befindet sich der

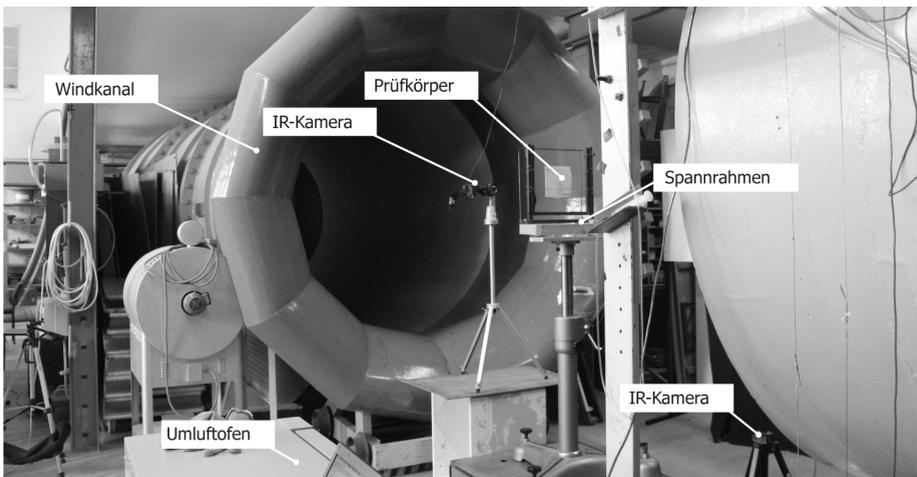


Abbildung 3.11: Versuchsaufbau zur Untersuchung der Abkühlung bei erzwungener Konvektion im Windkanal des Instituts für Strömungsmechanik (ISTM) am Karlsruher Institut für Technologie

Prüfkörper in der Mitte der Messstrecke und wird von beiden Seiten mit Hilfe jeweils einer Infrarotkamera (FLIR T420) detektiert. Der Umluftofen befindet sich in unmittelbarer Nähe zur Messstrecke. Der Prüfkörper wird durch einen Spannrahmen fixiert. Dieses Einspannsystem, bei dem das Laminat durch dünne Drähte gehalten wird, ist in Abbildung 3.12 genauer dargestellt. Es ist so konzipiert, dass die Luft direkt und ohne Umlenkung über den Prüfkörper strömen kann und der Spannrahmen somit keinen Einfluss auf die Umströmung des Laminats hat. Der Spannrahmen ist hitzebeständig und kann vollständig in den Umluftofen eingebracht werden. Durch einen Schnellverschluss kann dieser im Windkanal befestigt werden. Die Versuchsdurchführung beginnt wiederum

3.3. Experimentelle Untersuchung der Teilprozesse

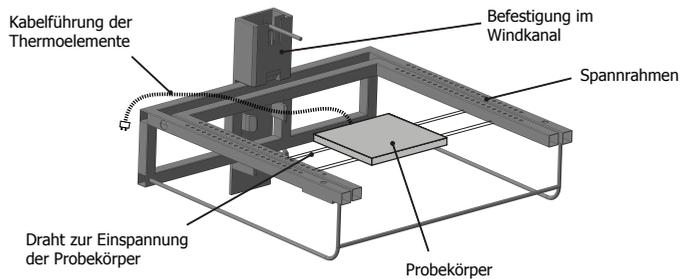


Abbildung 3.12: CAD-Darstellung des Spannrahmens und der Fixierung der Probekörper im Windkanal

mit dem Aufheizen des Probekörpers im Umluftofen, der sich direkt neben der Messstrecke befindet. Je nach Werkstoff wird der Probekörper auf eine spezifische Temperatur oberhalb der Schmelztemperatur der Matrix erwärmt und dann sofort in die Strömung des Windkanals bewegt. Wie in Abbildung 3.13 veranschaulicht, werden sowohl horizontal, als auch vertikal umströmte Probekörper untersucht. Während der gesamten Versuchsdauer wird die Temperaturverteilung innerhalb der Lamine mittels sechs Temperatursensoren (Typ K) gemessen. Zusätzlich zeichnen zwei Infrarotkameras (FLIR T420) die Temperaturverteilung auf den Laminatoberflächen auf, wie dies ebenfalls in Abbildung 3.13 schematisch dargestellt ist. Neben den bereits erwähnten Randbedingungen (Laminatausrichtung und Strömungsgeschwindigkeit) wird der Einfluss des Fasermaterials (Glas/Kohlenstoff), des Matrixwerkstoffs (PP/PA6) und der Laminatdicke untersucht.

Methoden

Emissionskoeffizient:

Bei Temperaturmessungen mittels Infrarotkamera ist die Einstellung des Emissionskoeffizienten von entscheidender Bedeutung. Da der Emissionskoeffizient sowohl von der Versuchsumgebung, als auch vom zu untersuchenden Material abhängig ist, muss dieser für jede Untersuchung neu bestimmt werden. Die im Rahmen dieser Arbeit angewendete Methode zur Ermittlung des Emissionskoeffizienten wurde in Kugele et al. [11] veröffentlicht und wird in diesem Abschnitt erläutert. Als erstes wird der Emissionskoeffizient auf einen Standardwert (in diesem Fall 0,95) gesetzt und die Lamine in einem Umluftofen auf eine Temperatur oberhalb der Schmelztemperatur der Matrix erwärmt. Im anschließenden

3. Materialien, Methoden und Modellbildung

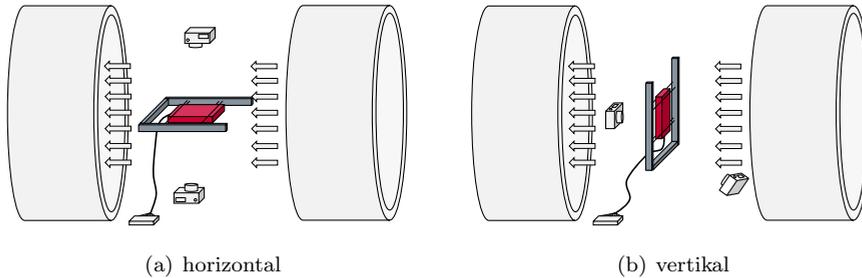


Abbildung 3.13: Schematischer Versuchsaubau der Windkanalversuche. Die Temperatur innerhalb der Laminats wird mittels sechs Temperatursensoren (Typ K) gemessen und die Temperaturverteilung auf beiden Laminatoberflächen wird mittels Infrarotkamera aufgezeichnet

den Abkühlvorgang (freie Konvektion) wird sowohl die Oberflächentemperatur (IR-Kamera), als auch die Temperaturverteilung innerhalb des Laminats gemessen. Für die Messung im Innern des Laminats werden sechs Temperatursensoren (Typ K) verwendet. Abbildung 3.14 zeigt, dass die ermittelte Temperaturverteilung in Dickenrichtung (z -Richtung) durch eine quadratische Regressionskurve abgebildet werden kann. Im nächsten Schritt wird diese Regressionslinie auf die entsprechende Oberfläche ($z=0$ bzw. $z=3,18$) extrapoliert. Die extrapolierten Oberflächentemperaturen werden nun mit den gemessenen Werten aus den IR-Messungen gegenübergestellt und die Emissionskoeffizienten gefittet. Daraus ergeben sich die folgenden materialabhängigen, konstanten Emissionskoeffizienten: $\epsilon_{PP-GF} = 0,83$, $\epsilon_{PA6-GF} = 0,97$ und $\epsilon_{PA6-CF} = 0,97$. An dieser Stelle sei angemerkt, dass der Emissionskoeffizient streng genommen eine Funktion der Temperatur ist [127]. Dieser Zusammenhang wird nicht beachtet, da mit den oben erwähnten konstanten Koeffizienten bereits eine gute Übereinstimmung im gesamten Temperaturspektrum erzielt wird.

Abkühlraten:

Abkühlraten werden herangezogen um den Abkühlprozess zu quantifizieren. Hierzu werden Abkühlraten in zwei Bereichen der Abkühlkurven berechnet. Abbildung 3.15 zeigt eine typische Abkühlkurve der Laminatkerntemperatur. Wie dargestellt, wird eine erste Abkühlrate innerhalb der ersten 8 s (AR1) nach der Positionierung des Laminats in der Messstrecke des Windkanals ermittelt. Eine zweite Abkühlrate (AR2) soll einen möglichst großen Bereich der Abkühlung abdecken und gleichzeitig noch einen ausreichenden Abstand zur Rekristallisationstemperatur aufweisen. Dieser Abstand ist notwendig, da ansonsten die Plateaubildung, die durch die Kristallisationswärme entsteht, die Ergebnisse über-

3.3. Experimentelle Untersuchung der Teilprozesse

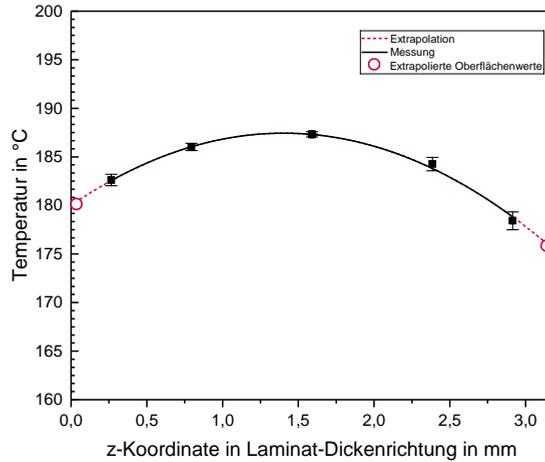


Abbildung 3.14: Methode zur Kalibrierung des Emissionskoeffizienten, dargestellt am Beispiel eines 3,18 mm dicken PP-GF Laminats. Die polynomiale Regression der Messung wird auf die Oberflächen extrapoliert. Diese extrapolierten Temperaturen werden mit der IR-Messung verglichen und für die Einstellung des Emissionskoeffizienten verwendet

lagern und verfälschen würde. Aus diesen Gründen wird für die Versuche mit PA6-Matrix eine untere Grenze von 200 °C und im Falle einer PP-Matrix von 135 °C gewählt. Für den Praxisbezug ist insbesondere die Abkühlrate im Bereich AR1 relevant. Dieser Bereich stellt eine realistische Transferzeit für den Verarbeitungsprozess von FVK-Halbzeugen dar. Je nach Anwendungsfall und abhängig von der Anlagentechnik sind auch Verarbeitungsprozesse mit einer längeren Transferzeit keine Ausnahme. Die Betrachtung des Bereichs AR2 erlaubt daher auch die Untersuchung von Prozessen mit sehr langen Transferzeiten.

Kristallisation:

Wie bereits erwähnt, ist die Kristallisation des teilkristallinen Kunststoffes durch ein Plateau in den Abkühlkurven gekennzeichnet (vgl. Abbildung 3.15). Dieses Phänomen weist eine Abhängigkeit bezüglich der Abkühlrate auf (vgl. Kapitel 2.4.1). Ein interessanter Teil der Auswertung ist daher die Betrachtung der Kristallisationspeaktemperatur. Zur Bestimmung dieser charakteristischen Größe wird zunächst die Ableitung der jeweiligen Messkurve gebildet und damit der Wendepunkt der Kurve berechnet. Dieser Wendepunkt charakterisiert den Kristallisationspeak und wird für jeden Versuch ausgewertet.

3. Materialien, Methoden und Modellbildung

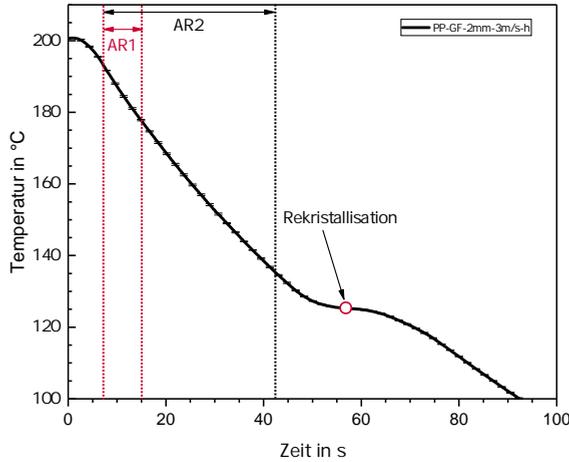


Abbildung 3.15: Typische Abkühlkurve (Kerntemperatur) eines PP-GF Laminats mit den für die Ermittlung der Abkühlraten relevanten Zeitintervallen AR1 und AR2

3.3.3. Übergabe an das Werkzeug

Nach der Transferbewegung wird das Halbzeug, je nach Prozess auf unterschiedliche Art und Weise an die Umformstation übergeben. Dies kann im einfachsten Fall ein Verweilen im, für den Transfer genutzten, Spannrahmen sein. Ebenfalls ist ein Abwurf auf einer Werkzeugkavität eine gängige Methode (nur bei vertikal-schließenden Anlagen möglich). Es kann aber auch eine erneute Fixierung des Halbzeugs im Werkzeug erforderlich sein. Dabei kann das Laminat im Werkzeug geklemmt oder auch auf spitze Dorne aufgesteckt werden. Es existieren durchaus weitere Möglichkeiten ein Halbzeug im Werkzeug zu fixieren. An dieser Stelle jedoch soll nicht weiter auf diese eingegangen werden. Entscheidend ist die Art der Wärmeübertragung bei der jeweilig eingesetzten Methode. Sofern das FVK-Halbzeug keinen direkten Kontakt zum Werkzeug hat (z.B. beim Verweilen im Spannrahmen), kann das Abkühlverhalten mit den Versuchen aus Abschnitt 3.3.2 betrachtet werden. Dominiert Wärmeleitung zwischen Laminat und Umformwerkzeug, werden die Erkenntnisse aus dem nachfolgenden Kapitel (Untersuchung der Wärmeleitung) relevant. Separate Versuche für diesen Teilprozessschritt sind daher nicht notwendig.

3.3.4. Umformen

Nachdem der Transfer- und Übergabeprozess abgeschlossen ist, befindet sich das Laminat an der richtigen Position, um durch die Schließbewegung eines Werkzeugs in die finale Geometrie umgeformt werden zu können. Dabei ist es unumgänglich, dass das warme, in der Regel noch schmelzflüssige, Laminat in Kontakt mit dem vergleichsweise sehr kalten Umformwerkzeug kommt. Es findet Wärmeleitung zwischen dem Metallwerkzeug und dem Laminat statt, wobei das Laminat deutlich schneller abkühlt, als dies in den vorherigen Prozessschritten der Fall war. In Abschnitt 3.3.3 ist bereits beschrieben, dass die Erkenntnisse der folgenden Methodik auch für den Übergabeprozess relevant sind. Dies ist der Fall, wenn bei der Übergabe das Laminat Kontakt mit dem Umformwerkzeug hat. In Abbildung 3.16 ist ein solcher Prozess schematisch dargestellt: Das Laminat wird bei der Übergabe in die untere Kavität des Umformwerkzeugs abgelegt. Dabei kommt es zu einem einseitigen Kontakt zwischen Laminat und Werkzeug. Bei der späteren Umformung dahingegen findet ein beidseitiger Kontakt statt. Im folgenden Abschnitt wird nun für diese beiden Fälle die gewählte Vorgehensweise zur Untersuchung des Abkühlungsprozesses erläutert.

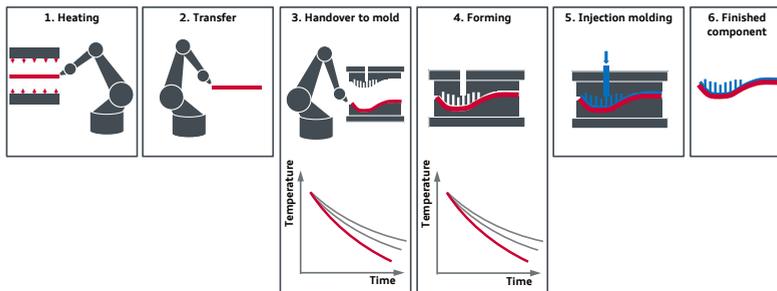


Abbildung 3.16: Einordnung der Teilprozesse Übergabe und Umformen in den Gesamtprozess

Versuchsaufbau und Durchführung

Bei der Umformung können zwei Fälle unterschieden werden, die im Folgenden einzeln untersucht werden. Zu Beginn der Umformung wird das Laminat von der oberen Werkzeughälfte geformt. Folglich findet Wärmeleitung nur auf einer Seite zwischen Laminat und Werkzeug statt (Abbildung 3.17, Fall a). Im Anschluss wird das Laminat auch gegen die untere Werkzeughälfte gepresst und es findet Wärmeleitung auf beiden Halbzeughalboberflächen statt. Dies ist in Abbildung 3.17

3. Materialien, Methoden und Modellbildung

als Fall b) (beidseitiger Kontakt) veranschaulicht. Zur experimentellen Unter-

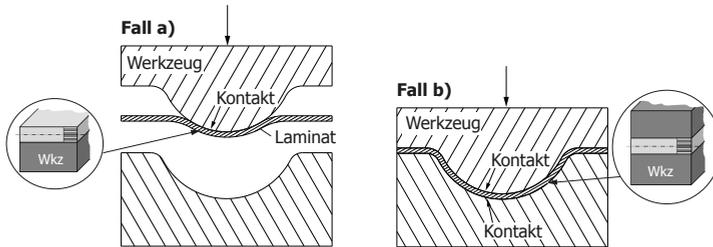


Abbildung 3.17: Schematische Darstellung des Umformprozesses. Zunächst wird das Laminat von der oberen Werkzeughälfte geformt und es kommt folglich nur zu einem einseitigen Werkzeugkontakt (Fall a). Anschließend kühlt das Laminat unter beidseitigem Werkzeugkontakt ab (Fall b)

suchung der Temperaturverteilung werden diese beiden Fälle (einseitiger und beidseitiger Werkzeugkontakt) im Folgenden separat voneinander betrachtet. Beide Versuchsaufbauten (vgl. Abb. 3.18 und 3.19) werden in eine hydraulische Presse (Hersteller: Dr. Collin GmbH, Typ: P200PM) montiert und durch eine Temperierung auf 40°C geregelt.

Einseitiger Kontakt:

Der Versuchsaufbau zur Untersuchung des einseitigen Werkzeugkontakts ist in Abbildung 3.18 dargestellt. Dabei wird der Probekörper (vgl. Kapitel 3.1) in einem Spannrahmen gehalten. Die Aufheizung des Spannrahmens samt Probekörper wird im Umluftofen durchgeführt. Eine homogene Temperatur im gesamten Laminat ist für die Versuchsdurchführung entscheidend. Daher wird bei jedem Aufheizvorgang die Temperaturverteilung über die eingebetteten Temperatursensoren überwacht und der Versuch erst gestartet, sobald alle Sensoren exakt dieselbe Temperatur anzeigen. Ist dieser Zeitpunkt erreicht, wird der Spannrahmen aus dem Ofen entnommen und auf der Prüfvorrichtung positioniert. Der Spannrahmen ist so konzipiert, dass der Probekörper (Laminat) nur mittels seines Eigengewichts auf der Werkzeugoberfläche aufliegt. Im Messbereich ist ein ungestörter Kontakt zwischen Werkzeug und Laminat gewährleistet. Als Werkzeugmaterial wird der Stahl 1.2311 mit einer Wärmeleitfähigkeit von $34,5\text{ W m}^{-1}\text{ K}^{-1}$ verwendet. Die Oberflächen-Rauheit (arithmetischer Mittrauwert) des Werkzeugs beträgt $R_a = 0,8\ \mu\text{m}$.

Beidseitiger Kontakt:

Zur Analyse der Temperaturverteilung bei beidseitigem Werkzeugkontakt wird

3.3. Experimentelle Untersuchung der Teilprozesse

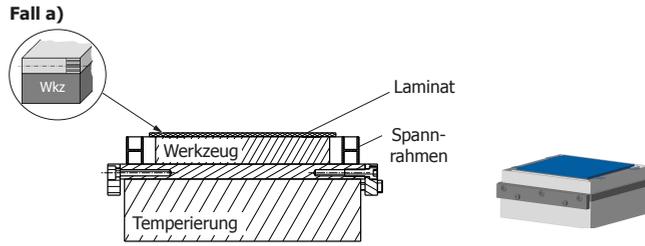


Abbildung 3.18: Versuchsaufbau zur Untersuchung der Abkühlung bei einseitigem Werkzeugkontakt

der in Abbildung 3.19 dargestellte Versuchsaufbau verwendet. Dieser wird ebenfalls in die hydraulische Presse (Hersteller: Dr. Collin GmbH, Typ: P200PM) montiert. Für die beiden Werkzeughälften, die im Kontakt mit dem Laminat stehen, wird ebenfalls der Werkzeugstahl 1.2311 verwendet. Die Rauheit ist identisch ($R_a = 0,8 \mu\text{m}$). Im ersten Schritt wird der Prüfkörper wie zuvor in einem der Spannrahmen fixiert und in einem Umluftofen auf Zieltemperatur erwärmt. Nach der Entnahme aus dem Ofen wird der Spannrahmen in der Prüfvorrichtung positioniert. Dabei ist dieser auf Federn platziert, die dafür sorgen, dass beim Schließen der Presse ein gleichzeitiger Kontakt beider Werkzeughälften auf den Laminatoberflächen gewährleistet ist. Der Anpressdruck kann frei variiert werden. Der standardmäßig verwendete Anpressdruck bei der Versuchsdurchführung beträgt 0,6 bar.

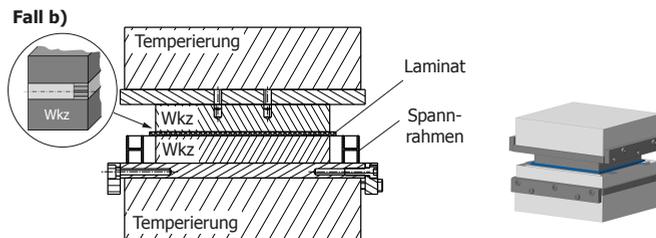


Abbildung 3.19: Versuchsaufbau zur Untersuchung der Abkühlung bei beidseitigem Werkzeugkontakt

3.3.5. Hinterspritzen

Sobald der Umformprozess beendet und das Werkzeug vollständig geschlossen ist, kann das Hinterspritzen beginnen. Die Verbundfestigkeit zwischen Spritzgießmaterial und endlosfaserverstärktem Laminat wird dabei von vielen Prozess- und Materialparametern beeinflusst. Umso wichtiger ist es, die Prozessparameter während der Prüfkörperherstellung reproduzierbar einstellen zu können und prozessbedingte Störgrößen auf ein Minimum zu reduzieren. Aus diesem Grund werden in diesem Abschnitt zunächst keine komplexen Bauteile betrachtet, sondern für die Untersuchungen eine möglichst einfache Prüfkörpergeometrie gewählt. In der Regel ist eine Temperaturmessung mit Thermoelementen nicht während des Gesamtprozesses möglich. Die Kabelführung und die Handhabung der Messtechnik entlang der Prozesskette stellen Herausforderungen dar. Zusätzlich werden die Thermoelementleitungen in der Regel spätestens beim Schließen des Spritzgießwerkzeugs beschädigt. Die im Rahmen dieser Arbeit entwickelte Methodik ermöglicht jedoch eine Temperaturmessung während der gesamten Prozesskette. Der entsprechende Versuchsaufbau und die verwendete Anlagentechnik werden im Folgenden vorgestellt. In einem ersten Schritt werden Tapegelege mit einer Länge von 179 mm und einer Breite von 130 mm hergestellt. In jeden dieser Prüfkörper werden sechs Thermoelemente gemäß Abbildung 3.20 eingebracht. Zwei Thermoelemente werden im Kern des Laminats angebracht. Vier weitere Sensoren befinden sich direkt unterhalb der äußersten Tapelage und sind um jeweils 1 mm versetzt angeordnet. In diesem Bereich soll später eine Rippe angespritzt werden. Die versetzte Anordnung gewährleistet, dass die Temperatur beim Überströmen der Lamine erfasst werden kann. Sowohl die Toleranzen bei der Prüfkörperherstellung als auch die Toleranzen beim Handling und der Positionierung der schmelzflüssigen Lamine im Werkzeug machen dieses Vorgehen erforderlich. Die Konsolidierung erfolgt identisch zu den in Abschnitt 3.1.2 aufgeführten Parametern. Nach der Konsolidierung werden die Lamine auf eine Breite von 85 mm zugeschnitten. Für die Anspritzung der Rippe wird ein von Joppich et al. [128] entwickeltes Spritzgießwerkzeug verwendet, das speziell zur Herstellung von hybriden Prüfplatten und Rippenabzugskörpern konzipiert ist (siehe Abbildung 3.21). Die Plattendicke der Prüfkörper kann dabei auf bis zu 8 mm angepasst werden. Zur Sicherstellung einer homogenen Temperaturverteilung sind die Temperierkanäle nahe an der Kavität positioniert. Eine Nadelverschlussdüse mit einem Durchmesser von 8 mm gewährleistet eine schonende Formfüllung auch mit langfaserverstärkten Kunststoffen. Durch einen Werkzeugeinsatz kann eine Rippe auf einen plattenförmigen Grundkörper gespritzt werden. Dieser Einsatz wird im Rahmen der Untersuchungen verwendet. Für die Versuchsdurchführung wird das Werkzeug in eine vertikal schließende Spritzgießmaschine des Typs Arburg Allrounder 320C-600-250 montiert. Abbildung 3.22(a) zeigt den Versuchsaufbau mit der Spritzgießmaschine (rechts) und

3.3. Experimentelle Untersuchung der Teilprozesse

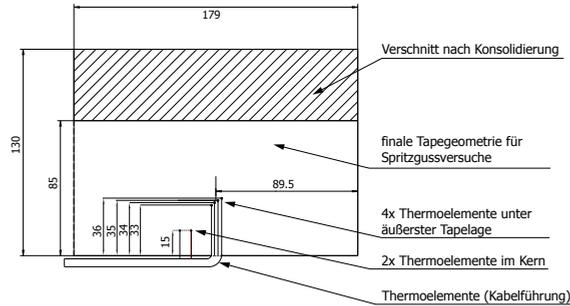


Abbildung 3.20: Abmessungen der Probekörper und Position der Thermoelemente

dem in vorherigen Abschnitten beschriebenen Umluftofen (links). Auch in dieser Versuchsreihe wird der Umluftofen für die Aufheizung der Laminat verwendet und befindet sich in unmittelbarer Nähe zur Spritzgießmaschine. Wie bereits erwähnt, stellt das Handling der schmelzflüssigen Laminat und der eingebetteten Temperatursensoren eine Herausforderung dar. Um ein sicheres Handling und eine exakte Positionierung der Laminat im Spritzgießwerkzeug zu gewährleisten, werden spezielle Transferbleche entwickelt. Abbildung 3.22(b) zeigt ein solches Transferblech. Das Laminat wird durch zwei Klebestreifen aus hochtemperaturbeständigem Polyimid gehalten. Diese Klebestreifen haben eine Dicke von nur 0,07 mm und befinden sich in ausreichender Entfernung zu den Temperatursensoren. Ein Einfluss der Polyimid-Streifen auf die Temperaturverteilung ist nicht messbar. Durch einen Zentrier-Pin im Werkzeug kann eine exakte Positionierung der Bleche im Spritzgießwerkzeug sichergestellt werden. Die Dicke der Transferbleche ist auf die jeweilige Laminatdicke abgestimmt. Es ist entscheidend, dass die Blechstärke etwas geringer als die Laminatdicke ist. So können die Laminat ungestört und gezielt überpresst werden. Dies wird entsprechend durch Distanzblöcke im Werkzeug eingestellt. Um zu gewährleisten, dass die Werkzeugoberflächen idealen Kontakt zum Laminat haben (worst case der Abkühlung), werden die Laminat stets um 0,1 mm überpresst. Damit eine Temperaturmessung während der gesamten Prozesszeit möglich ist, dürfen die Temperatursensoren beim Schließen der Kavität nicht beschädigt werden. Dafür werden die Sensorkabel ebenfalls mit Polyimid-Klebestreifen am Transferblech fixiert (vgl. Kabelführung (orange) in Abbildung 3.23(a)). Durch das Einbringen einer Vertiefung in der Werkzeugkavität können die Thermoelemente gemäß Abbildung 3.23(b) aus dem Spritzgießwerkzeug herausgeführt werden. Durch die eingebrachten Thermoelemente unterhalb des Rippenbereichs kann die Auf-

3. Materialien, Methoden und Modellbildung

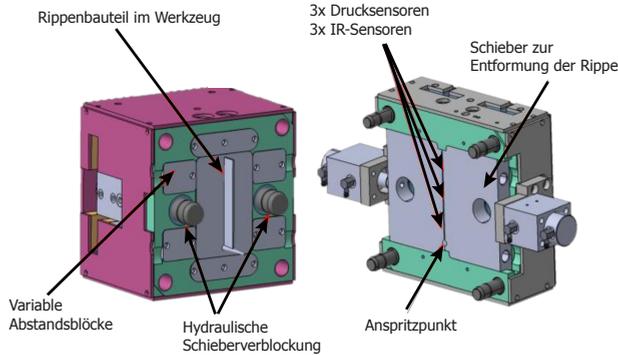


Abbildung 3.21: Aufbau des Spritzgießwerkzeugs [128]

heizung des Laminats bei Überströmung der Spritzgießmasse gemessen werden. Der dafür verwendete Prüfkörper ist in Abbildung 3.24(a) dargestellt. Die in Joppich et al. [128] vorgestellte Rippengeometrie hat eine Grundwandstärke von 3 mm und verjüngt sich an der Grenzfläche zum Laminat auf 2 mm (vgl. Abbildung 3.24(b)). Dieser Hinterschnitt wird im Werkzeug durch einen hydraulischen Schieber entformt. Gleichzeitig wird dadurch der Verzicht auf Entformschrägen auf der Rippe ermöglicht. Die Rippe hat eine Höhe von 30 mm und eine Länge von 130 mm. Die Konzeption des Rippenfußes provoziert bei einer Rippenabzugsprüfung ein Versagen in der Grenzfläche der Hybridstruktur. Dadurch eignet sich die Geometrie, um die Verbundfestigkeit definiert und zuverlässig zu prüfen.

3.3.6. Mechanische Prüfung der Verbundfestigkeit

Die fertigen Laminats mit angespritzter Rippe werden im Rippenbereich in 30 mm breite Prüfkörper geschnitten (siehe Abbildung 3.25(a)). Dabei wird eine wassergekühlte Labortrennsäge verwendet, um Mikroschädigungen durch den Schneidvorgang in der Nähe der Grenzfläche möglichst gering zu halten. Die Proben werden vor der Prüfung für 48 h bei 80 °C getrocknet. Für die Rippenabzugsprüfung wird eine von Joppich et al. entwickelte Einspannvorrichtung (Abbildung 3.25(b)) verwendet [128]. Dabei befindet sich der Hinterschnitt der Rippenstruktur mit einem Offset von 0,1 mm auch in der Einspannung wieder, wodurch unerwünschte Biegemomente bei der Prüfung vermieden werden. Nachdem das Laminat fest eingespannt ist, wird die Rippe in einem Winkel von 90° nach oben abgezogen. Verwendet wird die Universalprüfmaschine Inspect 5 des Herstellers Hegewald & Peschke Mess- und Prüftechnik GmbH. Abbildung 3.25(b) zeigt

3.3. Experimentelle Untersuchung der Teilprozesse

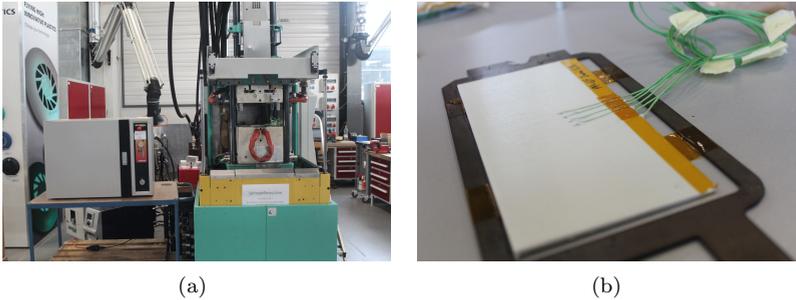


Abbildung 3.22: Versuchsaufbau zum Hinterspritzen der Tapegelege a) und der für die Handhabung erforderlichen Transferrahmen inklusive Laminat und Temperatursensorik b)

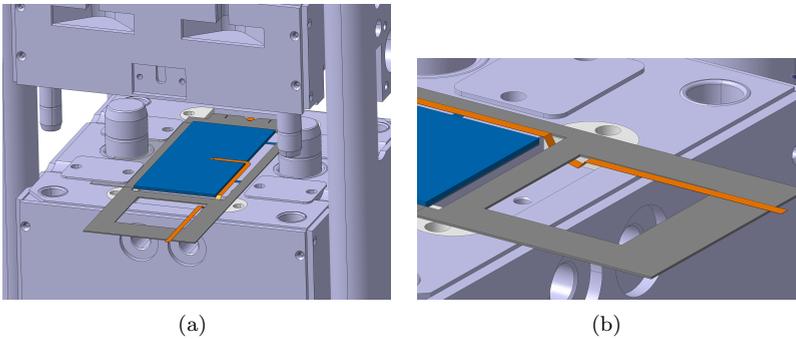


Abbildung 3.23: Position des Transferrahmens im Spritzgießwerkzeug a) und Detailansicht der Kabelführung b)

den gesamten Versuchsaufbau, bei dem die Rippe mittels einer mechanischen Spannbacke gegriffen wird. Die Prüfung erfolgt nach DIN EN ISO 527-1 mit einer Prüfgeschwindigkeit von 2 mm/min. Es wird eine Kraftmessdose mit einem Messbereich bis 10 kN verwendet und die Festigkeit wird über die folgende Gleichung berechnet:

$$\sigma_m = \frac{F_{max}}{A_r} \quad (3.1)$$

mit der Zugfestigkeit σ_m , der maximal erreichten Zugkraft F_{max} und der Grenzfläche im Rippenbereich A_r .

3. Materialien, Methoden und Modellbildung

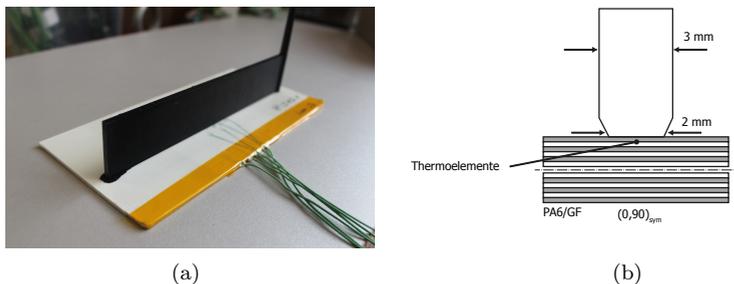


Abbildung 3.24: a) Fertiger Prüfkörper mit Rippe. b) Schematische Darstellung der Rippengeometrie und des Lagenaufbaus des Prüfkörpers. Unterhalb der obersten Tapelage befinden sich Temperatursensoren

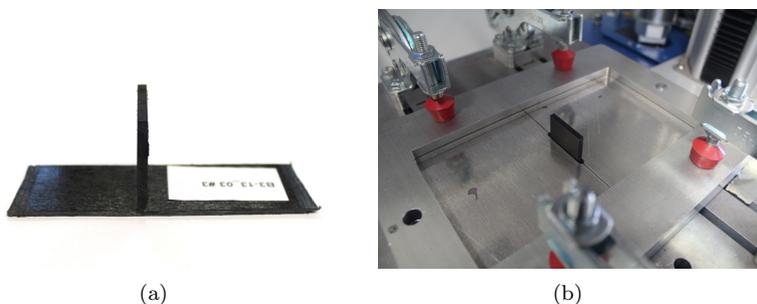


Abbildung 3.25: Prüfkörper nach dem Beschnitt a) und Vorrichtung für dessen Einspannung bei der Rippenabzugsprüfung b)



Abbildung 3.26: Prüfmaschine mit montierter Prüfvorrichtung

3.4. Experimentelle Untersuchung des Gesamtprozesses

In den vorherigen Kapiteln wurden die Methoden zur Analyse der einzelnen Teilprozessschritte vorgestellt. Die Verknüpfung dieser Teilschritte in sequenzieller Abfolge zu einem Gesamtprozess ist Inhalt dieses Kapitels. Untersucht werden soll insbesondere die Temperaturverteilung innerhalb der Laminare und der Einfluss auf die Prozessgrenzen (Verbundfestigkeit). Abbildung 3.27 zeigt schematisch einen solchen Gesamtprozess, beginnend mit der Aufheizung (1), gefolgt von einem Transferschritt (2) und einem einseitigen Werkzeugkontakt (3). Sobald das Umform-/Spritzgießwerkzeug geschlossen ist, kühlt das Laminat durch einen beidseitigen Werkzeugkontakt (4) ab, bis die Anspritzung beginnt und ein Aufheizpeak beobachtet werden kann (5). Nach dem Hinterspritzen kühlt das Material auf Entformungstemperatur ab (6). Der Versuchsaufbau zur Ana-

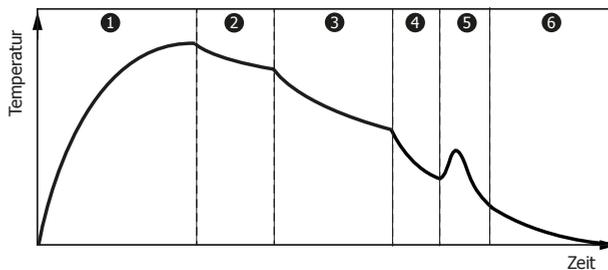


Abbildung 3.27: Der Gesamtprozess besteht aus sechs Teilprozessen. Dargestellt ist ein exemplarischer Temperaturverlauf im Laminat entlang des Prozesses

lyse eines solchen Prozesses entspricht im Wesentlichen dem in Kapitel 3.3.5 beschriebenen Aufbau zum Hinterspritzen von Laminaten. Die Laminare, inklusive der eingebetteten Temperatursensoren, können identisch aufgebaut werden. Auch das Handling mittels der Transferbleche eignet sich zur Messung der Temperaturverteilung während der gesamten Prozessroute. Im ersten Schritt soll das Abkühlverhalten im Gesamtprozess untersucht werden. Dazu werden die Parameter der Teilprozessschritte systematisch variiert, sodass sich gänzlich unterschiedliche Abkühlverläufe einstellen (vgl. die schematische Darstellung in Abbildung 3.28). Die so generierten Messergebnisse stellen ein breites Spektrum an möglichen Prozessausführungen dar und sollen zur Validierung der Simulationsmodelle verwendet werden. Durch einen Vergleich zwischen Simulation und

3. Materialien, Methoden und Modellbildung

Experiment wird analysiert, ob die Simulationsmodelle für das gesamte Spektrum an Prozesseinstellungen eine gute Vorhersage liefern und wo die Grenzen der Simulation liegen. Im zweiten Schritt wird die Prozessgrenze (Verbundfe-

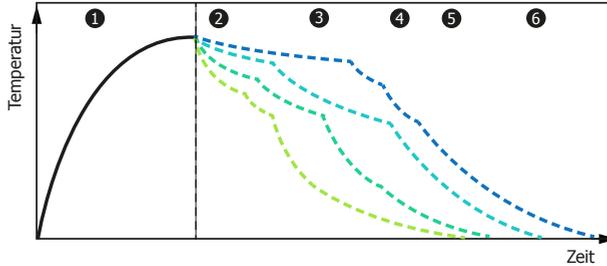


Abbildung 3.28: Schematische Darstellung unterschiedlicher Prozessrouten. Durch Variation der Parameter in den Teilprozessen entstehen diverse Temperaturprofile bei der Abkühlung

stigkeit) im Gesamtprozess analysiert. Dabei wird eine Prozesskette (Gesamtprozess) aufgebaut und so variiert, dass der Einfluss der Laminattemperatur beim Hinterspritzen untersucht werden kann. Wie in Abbildung 3.29 skizziert, wird der Zeitpunkt der Anspritzung variiert. Das Tapegelege befindet sich bei der Anspritzung zum Zeitpunkt P1 vollständig im schmelzflüssigen Zustand. Dagegen ist das Tapegelege zum Zeitpunkt P5 auf nahezu Werkzeugtemperatur abgekühlt und die Kristallisation ist vollständig abgeschlossen. Die Prozessgrenze für eine gute Verbundfestigkeit wird bei einer Temperatur zwischen diesen beiden Extrema erwartet. Wo genau diese liegt soll im Rahmen der Versuche ermittelt werden.

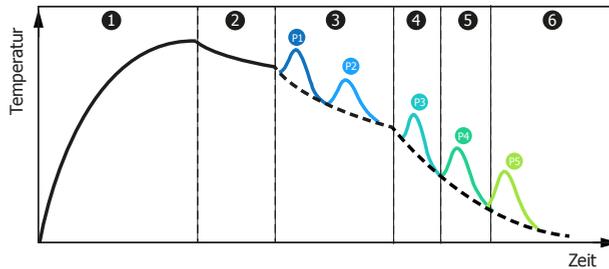


Abbildung 3.29: Zur Analyse der Verbundfestigkeit im Gesamtprozess soll das Hinterspritzen bei unterschiedlichen Temperaturen erfolgen. Die Peaks P1 bis P5 zeigen schematisch die Aufheizpeaks, die beim Hinterspritzen entstehen

3.5. Modellbildung und Simulation

Gemäß der Zielstellung dieser Arbeit wird in diesem Kapitel eine Simulationstechnik vorgestellt. Diese erlaubt eine Vorhersage des thermischen Verhaltens der Werkstoffe innerhalb der gesamten Prozesskette. Es werden hierbei zwei Ansätze gewählt: Zum einen eine sehr effiziente 1-D-Modellierung, die das thermische Verhalten in Dickenrichtung abbildet. Zum anderen eine 3-D-Modellierung, mit der neben Randeffekten auch weitere Einflussparameter untersucht werden können.

3.5.1. Numerischer Prozessbaukasten in Matlab

Mit dem Ziel Berechnungsergebnisse innerhalb von wenigen Minuten zu erhalten wird ein 1D-Modell zur Abbildung des Temperaturverlaufs in Dickenrichtung mit Hilfe der Software Matlab entwickelt. Damit soll zunächst die Temperaturverteilung innerhalb der Teilprozesse berechnet werden. Anschließend soll durch eine sequenzielle Abfolge der Berechnungsschritte auch der Gesamtprozess simuliert und optimiert werden. In den folgenden Abschnitten wird diese Modellierung vorgestellt. Die mathematische Beschreibung des Wärmeleitungsproblems während der Bauteilherstellung erfolgt in einem eindimensionalen Modell. Die entsprechenden Gleichungen werden mit Hilfe der Finite-Differenzen-Methode berechnet. Grundlage für die Berechnung, der aus dem Temperaturgradienten

3. Materialien, Methoden und Modellbildung

resultierenden Wärmestromdichte \dot{q} , liefert hierbei das Fourier'sche Gesetz

$$\dot{q} = -k \operatorname{grad}(T) \quad (3.2)$$

wobei k die Wärmeleitfähigkeit in $W/(mK)$ und der Temperaturgradient die Einheit K/m besitzt. Das eindimensionale Wärmeleitungsproblem für ein Gebiet $0 \leq z \leq d$ ist definiert als

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \frac{k_z}{\rho c_p} \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \quad (3.3)$$

[41] mit der Laminatdicke d in m , der Dichte ρ in kg/m^3 , k_z der Wärmeleitfähigkeit in Dickenrichtung in $W/(mK)$ und der spezifischen Wärmekapazität c_p in $J/(kgK)$.

Abbildung 3.30(a) veranschaulicht die Modellierung der Temperaturknoten innerhalb des Laminats für den Fall einer konvektiven Randbedingung. Der Wärme-

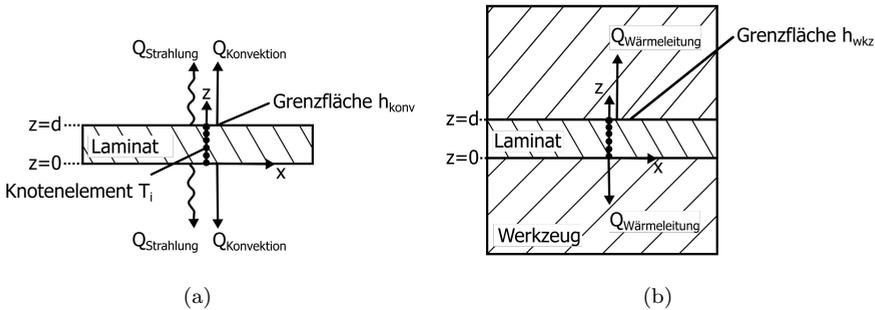


Abbildung 3.30: Schematische Darstellung der eindimensionalen Modellierung mit konvektiver Randbedingung a), sowie Wärmeleitung zwischen Laminat und Werkzeug b)

transport mittels Strahlung und Konvektion wird durch den Wärmeübergangskoeffizient h_{konv} in $W/(m^2K)$ definiert.

Im Falle von Konvektion kann die Randbedingung auf den Laminatoberflächen ($z = d$ und $z = 0$) definiert werden als [41] [45] [129]

$$\frac{\partial T}{\partial z} = \frac{(T - T_u)}{k_z/h_{konv}}. \quad (3.4)$$

Hierbei ist T_u die Umgebungstemperatur in K und h_{konv} der konvektive Wärmeübergangskoeffizient in $W/(m^2K)$.

3.5. Modellbildung und Simulation

Bei Werkzeugkontakt findet die Wärmeübertragung mittels Wärmeleitung statt. Eine Veranschaulichung des Modellaufbaus ist Abbildung 3.30(b) zu entnehmen. Der Wärmestrom auf der Laminatoberfläche wird mit Hilfe folgender Randbedingung berechnet [45]:

$$\frac{\partial T}{\partial z} = \frac{(T - T_{wkz})}{k_z/h_{wkz}} \quad (3.5)$$

Analog zu vorheriger Randbedingung ist T_{wkz} die Werkzeugtemperatur in K und h_{wkz} der Wärmeübergangskoeffizient zwischen Laminat und Werkzeug in $W/(m^2 K)$.

Im Rippenbereich kühlt das Laminat zunächst ohne Werkzeugkontakt infolge freier Konvektion ab, bis die Spritzgießmasse schließlich eingespritzt wird. Dieses Abkühlverhalten kann über das bisherige 1D-Modell nicht abgebildet werden. Im Folgenden soll nun durch eine geeignete Modellierung auch der Rippenbereich berücksichtigt werden. Ziel ist es, einen möglichst einfachen Ansatz zu wählen, der die Temperaturverteilung im Rippenbereich am Ende des Prozesses mit guter Genauigkeit abbildet. Somit soll das Modell innerhalb weniger Minuten Ergebnisse liefern, um damit möglichst viele Parameteruntersuchungen durchführen zu können. Unter der Annahme, dass die Temperatur der Umgebungsluft im Rippenbereich T_u der Werkzeugtemperatur T_{wkz} entspricht, ergibt sich die Randbedingung

$$\frac{\partial T}{\partial z} = \frac{(T_L - T_{wkz})}{k_z/h_{Rippe}} \quad (3.6)$$

mit k_z der Wärmeleitfähigkeit des Laminats in Dickenrichtung und T_L der Temperatur des Laminatrandknotens auf der Rippenseite. Wie im Modellaufbau (Abbildung 3.31) zu sehen, wird neben der Berechnung im Rippenbereich ein räumlicher Abstand dx eingeführt. An den entsprechenden Knoten T_{Rippe_i} liegt Wärmeleitung analog Gleichung 3.5 vor. Durch Kopplung dieser beiden Berechnungen lässt sich auch der Wärmestrom in Laminatlängsrichtung (x -Richtung) abbilden. Diese Modellierung wurde im Rahmen einer vom Autor betreuten Abschlussarbeit weiterentwickelt und validiert [A5] und wird im Folgenden erläutert. Der Abstand zwischen den beiden 1D-Modellen wird mit $dx = 30 \text{ mm}$ so gewählt, dass der Rippenbereich keinen Einfluss auf die Temperaturverteilung T_i im Werkzeugbereich hat. Die Übereinstimmung der Temperaturverteilungen an dieser Stelle wurde in einem 3D-FEM Modell (Abaqus) überprüft. Zur Modellierung der resultierenden Temperaturverteilung im Rippenbereich kann nun folgender Term definiert werden:

$$\left(\frac{\partial T}{\partial t}\right)^* = \frac{\partial T}{\partial t} + \eta \frac{k_x}{\rho c_p} \frac{T - T_{Rippe}}{dx^2}. \quad (3.7)$$

3. Materialien, Methoden und Modellbildung

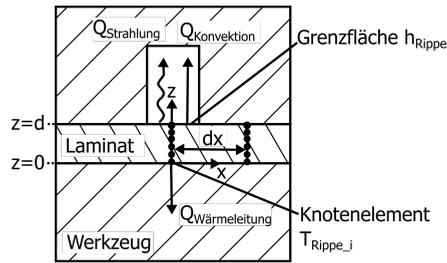


Abbildung 3.31: Schematische Darstellung der Modellierung im Rippenbereich

Zur Temperaturänderung $\frac{\partial T}{\partial t}$ wird ein Zusatzterm addiert, der u.a. von der Temperaturdifferenz gegenüberliegender Knoten $T - T_{Rippe}$ und einem Vorfaktor η abhängig ist.

3.5.2. Modellierung der Kristallisationskinetik

Im Rahmen dieser Arbeit soll ein Simulationsmodell entwickelt werden, welches das nicht-isotherme Kristallisationsverhalten der Werkstoffe korrekt abbilden kann. Aufbauend auf den Grundlagen, die in Kapitel 2.4.1 bereits erläutert wurden, werden in diesem Abschnitt zunächst einige Modelle im Detail erläutert. Im weiteren Verlauf wird eine Auswahl der Modelle getroffen, die weiter betrachtet und anhand von experimentellen Ergebnissen validiert werden sollen. In der Literatur sind eine große Anzahl an Veröffentlichungen vorzufinden, die sich mit der Modellierung der nicht-isothermen Kristallisation befassen. In Kapitel 2.4.1 werden verschiedenen Modelle u.a. von Avrami [65], Nakamura [70, 71, 72], Ozawa [68], Guo und Isayec [73], Hoffmann und Lauritzen [74], Patel [69], Hoffmann [75] und Ziabicki [76, 77] vorgestellt. Je nach Randbedingung werden dabei drei unterschiedliche Arten von Kristallisationsprozessen unterschieden. Ein Kristallisationsprozess unter isothermen Bedingungen ist in Abbildung 3.32(a) schematisch dargestellt. Nach einer raschen Abkühlung der Schmelze wird die Temperatur konstant gehalten und es findet eine Kristallisation unter isothermen Bedingungen statt. Bei einer nicht-isothermen Prozessführung können zwei Fälle unterschieden werden. Zum einen eine nicht-isotherme Abkühlung bei konstanter Abkühlrate (Abbildung 3.32(b)) und zum anderen eine nicht-isotherme Abkühlung mit variablen Abkühlraten (Abbildung 3.32(c)). Die oben beschriebenen Modelle werden mehrheitlich für isotherme Bedingungen oder unter konstanten Abkühlraten eingesetzt. Betrachtet werden hier zumeist geringe Abkühlraten im Bereich der Standard-DSC-Untersuchungen (bis max. 1 K/s). Ziel ist es im Rahmen dieser Arbeit einzelne Modelle unter nicht-isothermen und nicht-

konstanten Bedingungen zu untersuchen. Insbesondere sollen die Ergebnisse der Flash-DSC-Untersuchung verwendet werden, um die Modelle auch unter praxisrelevanten Abkühlraten (über 1 K/s) zu validieren.

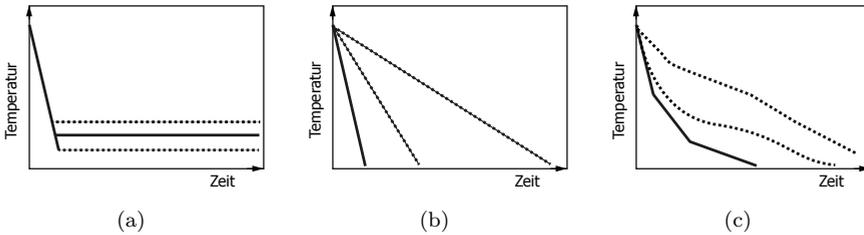


Abbildung 3.32: Mögliche Arten von Kristallisationsprozessen: isotherm a), nicht-isotherm mit konstanter Abkühlrate b) und nicht-isotherm mit nicht-konstanter (variabler) Abkühlrate c)

Die für die Modellierung relevanten Gleichungen sind Kapitel 2.4.1 zu entnehmen. Im Folgenden werden nur die wichtigsten Gleichungen erneut aufgeführt. Grundlage für die zu betrachtenden Modelle ist stets die Avrami-Gleichung [65]:

$$X(t) = 1 - \exp(-k^* t^n). \quad (3.8)$$

Diese Gleichung wird von Nakamura [70, 71, 72] modifiziert und der Kristallisationsgrad $X(t)$ wie folgt beschrieben:

$$X(t) = 1 - \exp \left[- \left(\int_0^t K(T(\tau)) d\tau \right)^n \right] \quad \text{mit} \quad K(T) = k(T)^{1/n}. \quad (3.9)$$

Ziabicki [76, 77] wiederum erweitert die Avrami-Gleichung zur Vorhersage der nicht-isothermen Kristallisationskinetik und verwendet eine empirische Form der Kristallisationskonstanten mit

$$K(T) = K_{max} \exp \left[\frac{-4 \ln 2 (T - T_{max})^2}{D^2} \right]. \quad (3.10)$$

Die Kristallisationskonstante wird durch eine Gauß-Funktion mit den Parametern K_{max} , D und T_{max} beschrieben (Abbildung 3.33). K_{max} stellt die Höhe des Peaks und D die Breite an der Stelle $0,5 \cdot K_{max}$ dar. T_{max} ist die Temperatur an der Stelle des Maximums (Symmetriezentrum). Die Kombination aus diesem Ansatz (Gauß-Funktion) und der Nakamura-Gleichung 3.9 verwenden auch Hoffmann [75] und Sierra [78] zur Modellierung der Kristallisation. Dieser Ansatz wird als modifiziertes Nakamura-Ziabicki-Modell bezeichnet.

3. Materialien, Methoden und Modellbildung

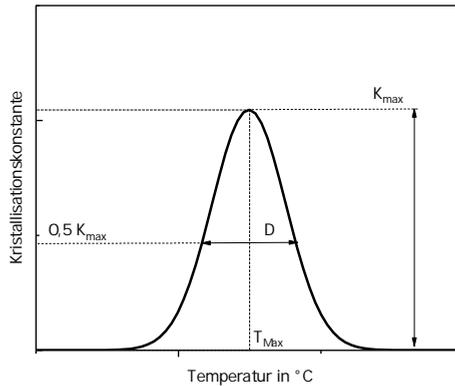


Abbildung 3.33: Schematische Darstellung der Peakfunktion der Kristallisationskonstanten mit den erforderlichen Modellparameter (in Anlehnung an [75])

3.5.3. Modellaufbau in Abaqus und Moldflow

Ein dreidimensionales Simulationsmodell wird mit Hilfe der Software Abaqus erstellt und im Folgenden vorgestellt. Ziel der Simulation ist auch hier die Berechnung der Temperaturverteilung im Laminat entlang der gesamten Prozesskette. Mittels der Finite-Elemente-Methode (FEM) werden die Wärmeübertragungsgleichungen (u.a. 3.2) gelöst. Die Simulation wird im Rahmen dieser Arbeit zunächst innerhalb der Teilprozessschritte validiert. Dazu wird ein Vergleich zwischen den experimentellen Ergebnissen und der Simulation erforderlich. Die Abmessungen der Halbzeuge und Werkzeuge in der Simulation entsprechen daher den Abmaßen aus den realen Versuchen. Zur Modellierung der Lamine werden Wärmeübertragungselemente des Typs DC3D8 gewählt (Abbildung 3.34). Diese sind aus acht Knoten aufgebaut und durch eine lineare Ansatzfunktion charakterisiert. Die Elementhöhe wird für PP-GF und PA6-GF-Lamine mit 0,25 mm und für PA6-CF-Lamine mit 0,15 mm gewählt. Dies entspricht den realen Tapedicken. Die Elemente haben eine quadratische Grundfläche mit 1 mm x 1 mm. Entsprechend der Probekörper aus den Versuchen, werden quadratische Lamine mit einer Kantenlänge von 150 mm und drei unterschiedlichen Dicken modelliert (vgl. Abschnitt 3.1). Die Elementanzahl der modellierten Versuchskörper variiert dadurch je nach Material und Gelegeaufbau von 90.000 für PP-GF-1-mm bis 472.500 für PA6-CF-3-mm. Bei der Modellierung der Werkzeuge werden ebenfalls Elemente des Typs DC3D8 verwendet. Allerdings werden die Elemente mit einer Kantenlänge von 5 mm modelliert. Für den Kontakt zwischen Laminat und Werkzeug wird eine in FORTRAN programmierte Subroutine verwendet.

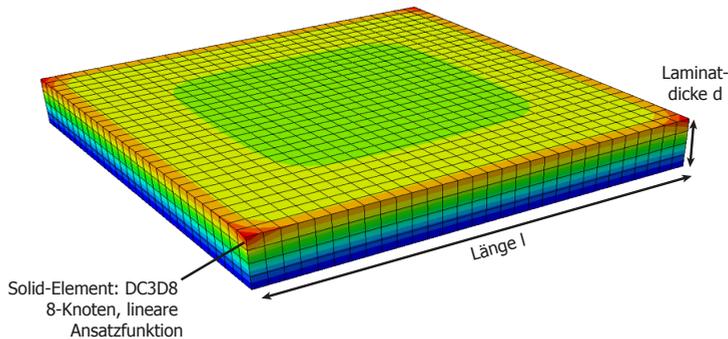


Abbildung 3.34: Modellaufbau eines Laminats in Abaqus mit Elementen des Typs DC3D8

Die sogenannte Subroutine GAPCON erlaubt für jeden Teilprozessschritt eine Modifikation der Wärmeübergangskoeffizienten. Damit können die unterschiedlichen Randbedingungen, die entlang der Prozesskette vorherrschen abgebildet werden. Sowohl Konvektion, als auch Wärmestrahlung wird an allen Laminatoberflächen berücksichtigt, sofern kein Kontakt zum Werkzeug besteht. Abbildung 3.35 zeigt das Simulationsmodell, das für die Untersuchung des einseitigen Werkzeugkontakts (Fall a) und des beidseitigen Werkzeugkontakts (Fall b) verwendet wird. Der Aufbau und die Abmessungen von Laminat und Werkzeug sind identisch zum experimentellen Aufbau (siehe Kapitel 3.3.4). Für beide Fälle wird zwischen Laminat und Werkzeug eine konduktive Randbedingung definiert. Die Knoten auf der Werkzeugunterseite/-oberseite werden auf eine konstante Temperatur festgelegt. Diese ist identisch mit der jeweils gewählten Temperatur des Temperiersystems in den Versuchen. Zu Beginn der Simulation haben die gesamten Werkzeugknoten diese Temperatur. Durch den Kontakt mit dem vergleichsweise warmen Laminat können sich die Werkzeug-Elemente, wie in der Realität, erwärmen. An allen anderen Randelementen, die keinen direkten Werkzeugkontakt haben, wird eine konvektive Randbedingung gewählt. Zusätzlich wird die Wärmestrahlung entsprechend des Stefan-Boltzmann-Gesetzes berücksichtigt. Zur Analyse des thermischen Materialverhaltens im Rippenbereich wird das bestehende Modell des beidseitigen Kontakts um eine Rippe erweitert. Abbildung 3.36 zeigt das Modell und die Vernetzung des Rippenbereichs. In diesem 2 mm breiten Bereich hat das Laminat keinen direkten Kontakt zum Werkzeug. Folglich kühlt die Laminatoberfläche an dieser Stelle langsamer ab, als in benachbarten Bereichen mit Werkzeugkontakt. Zur Berechnung der konvektiven Randbedingung wird im Rippenbereich eine mit der Werkzeugtemperatur iden-

3. Materialien, Methoden und Modellbildung

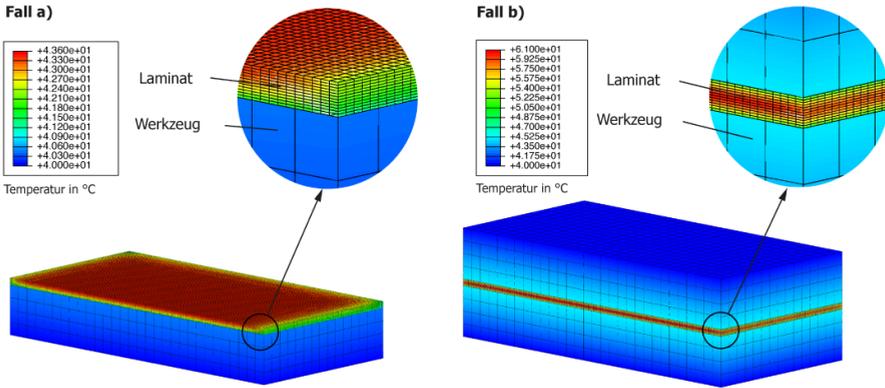


Abbildung 3.35: Simulationsmodell (FEM) zur Berechnung der Temperaturverteilung bei einseitigem Werkzeugkontakt (Fall a) und beidseitigem Werkzeugkontakt (Fall b) [7]

tische Umgebungstemperatur angenommen. Auch die Wärmestrahlung wird an dieser Stelle berücksichtigt. Im Rippenbereich ist davon auszugehen, dass ein Teil der Wärmestrahlung vom Stahlwerkzeug reflektiert wird. Unter der Annahme, dass der Emissionsgrad um 50 % reduziert wird, kann damit das Abkühlverhalten entlang der Prozesskette vollständig simuliert werden. Im nächsten Prozessschritt (Hinterspritzen) wird das Laminat jedoch im Rippenbereich durch das Überströmen der Spritzgießschmelze wieder erwärmt. Zur Simulation des Spritzgießprozesses haben sich spezielle Simulationsprogramme etabliert. Eines dieser Programme ist die Software Autodesk[®] Moldflow[®], mit der im Rahmen dieser Arbeit das Hinterspritzen berechnet wird. Zur Validierung der Simulation eignen sich die in Abschnitt 3.3.5 beschriebenen Versuche. Das entsprechende Simulationsmodell ist in Abbildung 3.37 zu sehen. Die Vernetzung erfolgt mittels 3-D Tetraedern und die Gesamtanzahl der Elemente beträgt 6.143.407. Dargestellt ist in diesem Fall die Vernetzung eines PA6-GF Laminats mit einer Dicke von 2 mm. Wie im Detailbild zu erkennen, wird der Tape-Einleger mit acht Elementen über der Laminatdicke vernetzt. Die Faserorientierung im Spritzgießbereich wird entsprechend des Folgar-Tucker-Modells berücksichtigt. Der hierfür gewählte Faser-Interaktionskoeffizient beträgt 0,0054. Im Modell wird das gesamte Kühlsystem analog des Spritzgießwerkzeugs berücksichtigt.

3.5. Modellbildung und Simulation

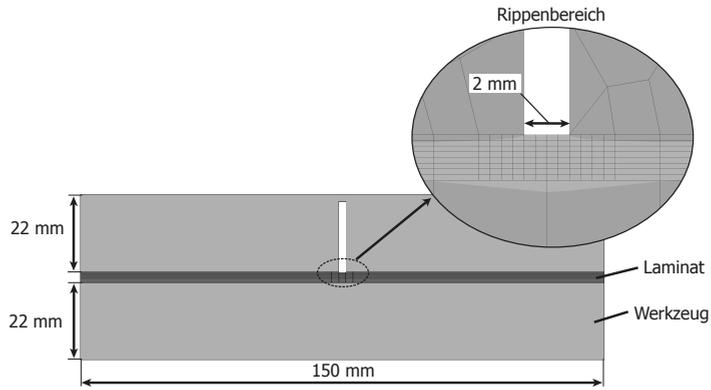


Abbildung 3.36: Simulationsmodell (FEM) zur Berechnung der Temperaturverteilung im Rippenbereich

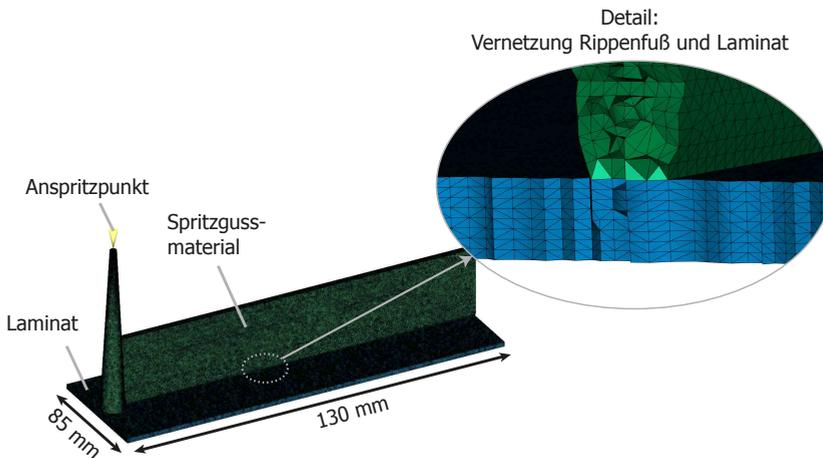


Abbildung 3.37: Simulationsmodell (Moldflow) zur Berechnung des Temperaturverlaufs während der Formfüllung

4. Ergebnisdiskussion

Im vorherigen Kapitel 3 wurden die Werkstoffe, die Prüfkörper und die Versuchsaufbauten, sowie die Versuchsdurchführung vorgestellt. Des Weiteren wurden die methodischen Ansätze zur Simulation vorgestellt. Darauf aufbauend werden im folgenden Kapitel die Ergebnisse präsentiert und diskutiert. Beginnend mit den werkstofflichen Grundlagen werden in Kapitel 4.1 die Temperaturabhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit sowie der spezifischen Wärmekapazität untersucht. In Kapitel 4.2 wird zunächst das Kristallisationsverhalten anhand der Ergebnisse der kalorimetrischen Messungen diskutiert. Darauf aufbauend werden im Anschluss die Simulationsmodelle validiert. Kapitel 4.3 beinhaltet die Ergebnisse zum thermischen Verhalten innerhalb der einzelnen Teilprozesse. Der Wärmehaushalt im Gesamtprozess wird schließlich in Kapitel 4.4 untersucht. Dabei werden auch die Prozessgrenzen und die Verbundfestigkeit analysiert. Mittels Sensitivitätsanalysen wird in Kapitel 4.5 die Bedeutung der Einflussgrößen ermittelt.

4.1. Wärmeleitfähigkeit und Wärmekapazität

Eine wichtige Grundlage für ein tiefgehendes Verständnis des thermischen Verhaltens von UD-Tapes entlang der einzelnen Prozessschritte liefert eine thermische Werkstoffcharakterisierung. Im Rahmen der Arbeit werden die Wärmeleitfähigkeit sowie die spezifische Wärmekapazität der einzelnen Werkstoffe fokussiert. Wie sich in Kapitel 4.5 zeigt, sind diese beiden, temperaturabhängigen Kenngrößen besonders wichtig für die Prognosegüte der Simulationsmodelle.

4.1.1. Wärmeleitfähigkeit

Der zur Analyse der Wärmeleitfähigkeit entwickelte Versuchsaufbau wird in Kapitel 3.2.2 vorgestellt. Die betrachteten Werkstoffe werden mittels der Hot-Disk-Methode auf jeweils acht Temperaturstufen analysiert. Davon werden vier Stufen unterhalb der Schmelztemperatur gewählt. Für die zu untersuchten PP-GF-Versuchskörper liegen diese bei 23 °C, 50 °C, 120 °C und 150 °C. Aufgrund der höheren Schmelztemperatur werden die Lamine mit PA6 Matrix zunächst

4. Ergebnisdiskussion

bei 23 °C, 50 °C, 150 °C und 200 °C untersucht. Die weiteren Analysetemperaturen liegen im Schmelztemperaturbereich und darüber. Für PP-GF werden die Stufen mit 170 °C, 175 °C, 180 °C und 185 °C definiert. Im Falle von PA6-GF und PA6-CF werden die Messungen bei 230 °C, 240 °C, 250 °C und 270 °C durchgeführt. Der entsprechende Versuchsplan mit den gewählten materialspezifischen Zieltemperaturen ist in Tabelle 4.1 zusammengefasst. Alle Ergebnisse

Tabelle 4.1.: Versuchsplan Hot-Disk

| Material | Temperaturen in °C |
|----------|--------------------------------------|
| PP-GF | 23; 50; 120; 150; 170; 175; 180; 185 |
| PA6-GF | 23; 50; 150; 200; 230; 240; 250; 270 |
| PA6-CF | 23; 50; 150; 200; 230; 240; 250; 270 |

der Hot-Disk-Messung sind in Abbildung 4.1 zusammengefasst. Vergleicht man die Wärmeleitfähigkeit der Materialien, so sticht zunächst eine erhöhte Wärmeleitfähigkeit in Faserrichtung (1-Richtung) hervor. Dies ist naheliegend, da die Fasermaterialien (Glas und Kohlenstoff) jeweils eine höhere Wärmeleitfähigkeit aufweisen als die Kunststoffmatrix [130]. Im Gegensatz zur 1-Richtung wird der Wärmetransport in Dickenrichtung von der Matrix dominiert. Bei Raumtemperatur ist die Wärmeleitfähigkeit in Faserrichtung bei PP-GF um einen Faktor von 1,67 höher als in Dickenrichtung. Bei PA6-GF liegt der Faktor bei 1,39. Ein besonders großer Unterschied zwischen den untersuchten Richtungen wird bei PA6-CF beobachtet. Dabei ist die Wärmeleitfähigkeit in Faserrichtung um einen Faktor von 2,65 höher als in Querrichtung. Betrachtet man die Temperaturabhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit, so ist unterhalb der Schmelztemperatur zunächst kein signifikanter Einfluss zu beobachten. Die Werte sind annähernd konstant. Einzig die PA6-CF Ergebnisse in 1-Richtung zeigen einen leichten Anstieg der Wärmeleitfähigkeit mit zunehmender Temperatur. Im schmelzflüssigen Zustand sinken die Werte der Wärmeleitfähigkeit bei allen Materialien zunächst deutlich ab. Bei einer weiteren Erhöhung der Temperatur kann (mit einzelnen Ausnahmen) ein leichter Anstieg der Kennwerte beobachtet werden.

4.1.2. Wärmekapazität

Die spezifische Wärmekapazität wird mittels der Dynamischen Differenzkalorimetrie (DSC) ermittelt. Hierzu wird eine Probe (vgl. Kapitel 3.2.1) zunächst mit 10 K/min auf eine Zieltemperatur erwärmt. Diese beträgt bei Proben mit PA6-Matrix 260 °C und bei Proben mit PP-Matrix 200 °C. Anschließend wird diese

4.1. Wärmeleitfähigkeit und Wärmekapazität

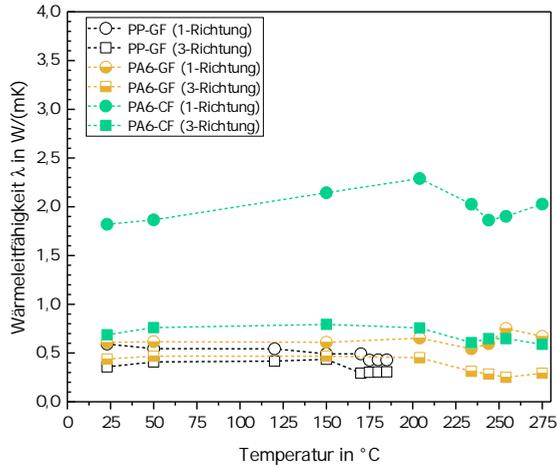


Abbildung 4.1: Ergebnisse der Hot-Disk-Messungen - Wärmeleitfähigkeit in Abhängigkeit von Temperatur und Faserorientierung; Die Faserrichtung entspricht der 1-Richtung und die Dickenrichtung entspricht der 3-Richtung

Temperatur für 2 min gehalten und dann mit 10 K/min auf 0 °C (bzw. –40 °C bei PP-Matrix) abgekühlt. Eine erneute Aufheizung und Abkühlung gewährleistet die Ermittlung der spezifischen Wärmekapazität bei einer bekannten thermischen Vorgeschichte. Für die betrachteten Materialsysteme werden im Folgenden beide Aufheizkurven ausgewertet. Dabei wird die erste Aufheizung mit h1 und die zweite Aufheizung mit h2 gekennzeichnet. In Abbildung 4.2(a) sind die Ergebnisse der PA6-GF-Untersuchungen zu sehen. Die spezifische Wärmekapazität sinkt mit Abnahme der Temperatur. Der Schmelzbereich ist durch einen typischen Peak charakterisiert und überlagert die spezifische Wärmekapazität. Zur Generierung von Kennwerten für die Simulation wird daher eine lineare Regressionslinie (gestrichelte Linie) im Schmelzbereich gebildet. Das gleiche Vorgehen wird auf die PA6-CF-Proben angewandt. Die Ergebnisse sind in Abbildung 4.2(b) dokumentiert. Auch in diesem Fall ist die zweite Aufheizung (h2) mit linearer Regressionsgeraden im Schmelzbereich für die Simulationskennwerte relevant. Vergleicht man den Schmelztemperaturbereich so ist kein wesentlicher Unterschied zwischen glasfaserverstärkten und kohlenstoffaserverstärkten Tapes zu erkennen. Stellt man diesen Ergebnissen die Aufheizkurven eines unverstärkten PA6-Granulats (Abbildung 4.3(a)) gegenüber, so scheint es zunächst als würde der Schmelzvorgang bei niedrigeren Temperaturen beginnen. Dies ist jedoch hauptsächlich der eingezeichneten Interpolationslinie geschuldet. Vergleicht man die Schmelzpeaktemperaturen so liegen diese bei allen drei Materialien bei

4. Ergebnisdiskussion

225 °C. Um sicherzustellen, dass das Material vollständig aufschmilzt ist eine Aufheiztemperatur von 230 °C erforderlich. Abbildung 4.3(b) zeigt die Ergebnis-

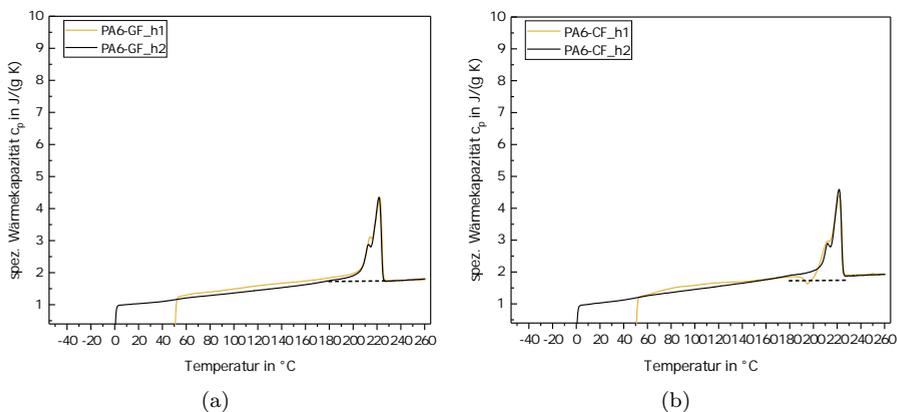


Abbildung 4.2: Spezifische Wärmekapazität von PA6-GF a) und von PA6-CF b)

se der DSC-Messungen anhand der Proben aus PP-GF-Tape. Der prinzipielle Kurvenverlauf deckt sich mit den vorherigen Ergebnissen und die spezifische Wärmekapazität steigt mit erhöhter Temperatur. Der Peak des Schmelzbereichs liegt bei 165 °C. Auch hier wird im Schmelzbereich eine lineare Interpolation für die Kennwertermittlung herangezogen. Eine vollständige Aufschmelzung aller kristallinen Anteile kann ab einer Temperatur von 175 °C sichergestellt werden.

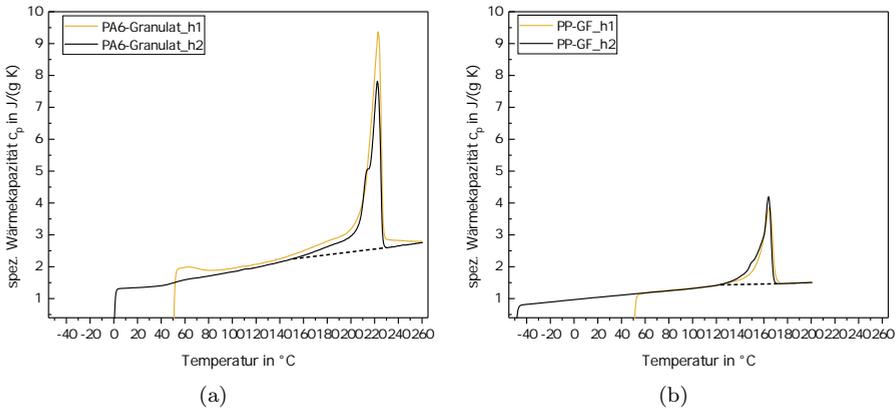


Abbildung 4.3: Spezifische Wärmekapazität von PA6 Granulat (unverstärkt a) und PP-GF-Tape b)

4.2. Kristallisationskinetik

Wie bereits in Kapitel 2.4.1 erläutert ist der Kristallisationsprozess ein wichtiges Phänomen, das direkten Einfluss auf die Verarbeitbarkeit im Herstellprozess und auch auf die späteren Bauteileigenschaften hat. Ein tiefgehendes Materialverständnis bezüglich der Kristallisation ist daher für die Prozessführung von entscheidender Bedeutung. Die Kristallisation wird im Folgenden unter nicht-isothermen Bedingungen untersucht, da diese auch in der Praxis vorherrschen. Zunächst werden, wie in Kapitel 3.2.1 erläutert, experimentelle Untersuchungen mittels DSC und Flash-DSC durchgeführt. Diese Ergebnisse werden im weiteren Verlauf für die Erstellung und Validierung von Simulationsmodellen verwendet.

4.2.1. Experimentelle Ergebnisse

Bereits im vorherigen Kapitel werden einige DSC-Untersuchungen vorgestellt und die Aufheizkurven der unterschiedlichen Tape-Materialien verglichen. Die Phasenumwandlung vom Feststoff zur Schmelze ist in diesen Diagrammen durch einen charakteristischen Peak (endotherme Enthalpieänderung) zu erkennen. Betrachtet man in einer DSC-Analyse einen Abkühlungsprozess, so lässt sich darin die Phasenumwandlung (Kristallisation) ebenfalls durch einen Peakverlauf charakterisieren (exotherme Enthalpieänderung). Die Versuchsergebnisse aus Kapitel 4.1.2 werden daher durch die Auswertung der entsprechenden Abkühlkurven

4. Ergebnisdiskussion

ergänzt. Abbildung 4.4 zeigt neben den bereits bekannten Aufheizkurven von PA6-CF und PA6-GF auch das jeweilige Materialverhalten bei einer Abkühlung mit 10 K/min (grün). In beiden Abkühlkurven ist ein charakteristischer Peakverlauf im Bereich von ca. 190 °C bis 160 °C zu erkennen. Dieser Bereich markiert den Bereich der Phasenumwandlung (Kristallisation). Dabei erstarrt die Schmelze und es kommt zu einer partiellen Ordnung der Polymerketten (vgl. Kapitel 2.4.1). Die entsprechenden Ergebnisse mit PP-GF-Tape sind in Abbil-

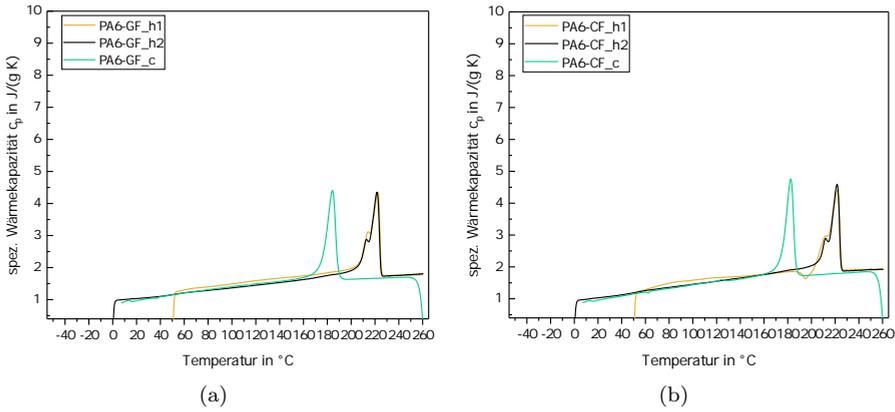


Abbildung 4.4: Ergebnisse von DSC-Messungen mit PA6-GF-Tape a) und PA6-CF-Tape b)

dung 4.5(a) zu sehen und zeigen ein identisches Verhalten. Jedoch findet die Kristallisation bei deutlich niedrigeren Temperaturen statt und zwar zwischen 135 °C bis 110 °C. Aus der Literatur ist bekannt, dass die Beimischung von Fasern das Kristallisationsverhalten von Kunststoffen beeinflusst. In den meisten Fällen wirkt die Faser als Nukleierungsmittel und beschleunigt die Kristallisation [131, 132, 133, 134, 135, 136]. Konkret beobachten Manchado et al. [132] am Beispiel von isotaktischem Polypropylen (iPP) mit Glasfaserverstärkung sowohl ein deutliches Absinken der Kristallisationshalbwertszeit, als auch einen geringen Einfluss auf die gesamte Kristallisationsrate. Da diese Einflüsse von der Faserart, dem Faservolumenanteil, der Faserlänge, der Oberflächenbehandlung der Faser (Schlichte) und weiteren Faktoren abhängen [137], lässt sich kein allgemeingültiges Fazit ziehen. Beispielsweise können Glasfasern ohne Schlichte auch den gegenteiligen Effekt haben und die Nukleierung leicht unterdrücken, wie dies in [138] gezeigt wird. Aus diesen Gründen werden auch DSC-Versuche mit unverstärkten PA6-Proben durchgeführt. Dadurch lässt sich die Relevanz der faserbedingten Einflüsse auf das Kristallisationsverhalten untersuchen. Die entsprechenden Ergebnisse mit unverstärktem PA6 sind in Abbildung 4.5(b)

zu sehen. Vergleicht man nun den Kristallisationsbereich mit den Ergebnissen der faserverstärkten Materialien aus Abbildung 4.4, so ist kein signifikanter Einfluss der Faser auf die Kristallisation zu beobachten. Dies gilt zumindest für den Kristallisationsbeginn, welcher für diese Arbeit die Kenngröße mit der größten Relevanz darstellt. Als Starttemperatur des Kristallisationsprozesses bei einer Abkühlung mit 10 K/min lässt sich für alle PA6-Materialien ein Temperaturwert von 190 °C identifizieren. Die Untersuchung des Einflusses zwischen Abkühlrate und Starttemperatur der Kristallisation ist Ziel der nachfolgend durchgeführten Analysen. Um sicherzustellen, dass alle Prüfungen unter

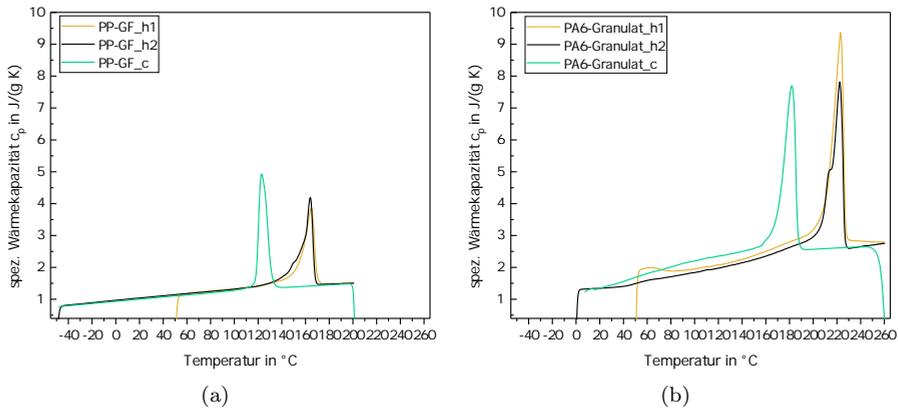


Abbildung 4.5: Ergebnisse von DSC-Messungen aus PP-GF-Tape a) und PA6-Proben ohne Faserverstärkung b)

einer bekannten thermischen Vorgeschichte stattfinden, wird die Probe zweimal aufgeheizt und abgekühlt. Ausgewertet wird ausschließlich die Messung der zweiten Abkühlphase. Die entsprechende Auswertung wird mit Hilfe von MATLAB automatisiert durchgeführt. Zunächst wird dabei der Wärmestrom über die Zeit aufgetragen und die Ableitung mittels zentraler Differenzenmethode berechnet. Der Kristallisationspeak ist als Extremstelle durch einen Nulldurchgang der Ableitungsfunktion charakterisiert. Links und rechts vom Peak werden lineare Regressionsfunktionen ermittelt und anschließend der Start- und Endpunkt der Kristallisation bestimmt. Abbildung 4.6(a) veranschaulicht diese Vorgehensweise. Aus einer linearen Verbindung von Start- und Endpunkt resultiert die eingezeichnete Basislinie. Durch eine Subtraktion aus Basislinie und Messkurve können die Kristallisationspeaks separiert werden. Ein mittels dieser Methode generierter Peak ist in Abbildung 4.6(b) exemplarisch dargestellt. Der Wärmestrom ist dabei über die Temperatur aufgetragen. Die oben beschriebene Methode wird auf alle kalimetrischen Messergebnisse angewandt.

4. Ergebnisdiskussion

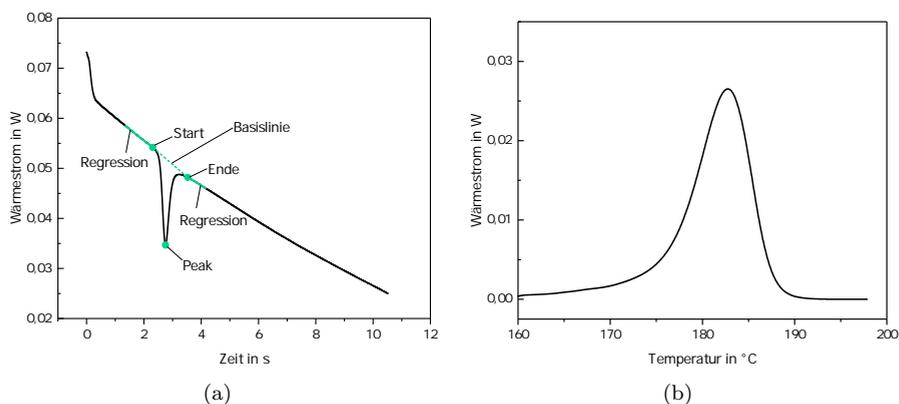


Abbildung 4.6: Wärmestrom einer DSC-Messung und automatisierte Ermittlung der charakteristischen Kennwerte a) sowie Separation des Peaks b)

Die daraus ermittelten Kristallisationspeaks werden im weiteren Verlauf für alle zu betrachtenden Abkühlraten und Materialien erstellt. Durch Integration des Peakverlaufs über der Zeit lässt sich auch die Kristallisationsenthalpie H_c berechnen. Aufgrund der geringen Probengröße ist die Probenmasse jedoch bei den Flash-DSC Versuchen unbekannt. Es kann deshalb kein exakter Wert für H_c angegeben werden. Unabhängig von der Probenmasse kann jedoch die prozentuale Enthalpieänderung während der Flash-DSC Messungen angegeben werden. Aus der Änderung der Enthalpie kann wiederum ein direkter Rückschluss auf den Kristallinitätsgrad X_c gezogen werden (linearer Zusammenhang). Das vollständige Versuchsprogramm für die Standard-DSC Messungen kann aus Tabelle 4.2 entnommen werden. Die maximale Aufheiztemperatur T_{ziel} beträgt bei Versuchen mit PP 200 °C und 280 °C im Falle von PA6. Im Anschluss an die Heizphase folgt eine Haltezeit von 2 min, wodurch eine vollständige Aufschmelzung der kristallinen Bereiche erzielt wird. Die Kühlraten werden im Bereich von 0,083 K/s bis 1 K/s gemäß Tabelle 4.2 variiert. Wie bereits erwähnt, werden Flash-DSC Messungen zur Analyse der Kristallisation bei hohen Abkühlraten verwendet. Das entsprechende Versuchsprogramm ist Tabelle 4.3 zu entnehmen. Aufgrund der sehr dünnen Proben genügt bei dieser Methode eine Haltezeit von 3 s um das vollständige Aufschmelzen der kristallinen Bereiche sicherzustellen. Die Kühlraten werden in dieser Versuchsreihe in einem Bereich von 0,5 K/s bis 400 K/s variiert. Sofern möglich werden bei der Auswertung Mittelkurven aus vier Abkühleregebnissen gebildet. An dieser Stelle sei angemerkt, dass einzelne Messreihen aus obigem Versuchsprogramm nicht ausgewertet werden konnten. Grund hierfür sind defekte Sensoren oder eine zu große Streuung in den Ergeb-

Tabelle 4.2.: Parameter der Standard DSC Analyse

| Parameter | PP-GF, (PA6-GF) | PA6-CF, PA6 |
|-----------------------------|------------------------------|-------------------------------------|
| Starttemperatur T_{start} | -40 °C, (0 °C) | 0 °C |
| Zieltemperatur T_{ziel} | 200 °C, (280 °C) | 280 °C |
| Haltezeit t_{halt} | 2 min | 2 min |
| Heizrate h_r | 0,17 K/s | 0,17 K/s |
| Kühlrate K_i | 0,083 K/s, 0,5 K/s, 0,83 K/s | 0,16 K/s, 0,33 K/s, 0,55 K/s, 1 K/s |

Tabelle 4.3.: Parameter der Flash-DSC Versuche

| Parameter | PP-GF | PA6-GF, PA6-CF, PA6 |
|-----------------------------|--|--|
| Starttemperatur T_{start} | 50 °C | 50 °C |
| Zieltemperatur T_{ziel} | 200 °C | 280 °C |
| Haltezeit t_{halt} | 3 s | 3 s |
| Heizrate h_r | 100 K/s | 100 K/s |
| Kühlrate K_i | 0,5 K/s, 5 K/s, 15 K/s, 30 K/s, 50 K/s, 100 K/s, 150 K/s, 200 K/s, 400 K/s | 0,5 K/s, 5 K/s, 15 K/s, 30 K/s, 50 K/s, 100 K/s, 150 K/s, 200 K/s, 400 K/s |

nissen. Die betroffenen Versuchsreihen werden in den folgenden Ergebnisdarstellungen daher nicht aufgeführt. Betrachtet werden zunächst die Ergebnisse aus den Standard-DSC-Messungen für PP-GF-Lamine. Abbildung 4.7(a) zeigt die temperaturabhängigen Kristallisationsverläufe bei Abkühlraten von 0,083 K/s, 0,5 K/s und 0,83 K/s. Es ist eine deutliche Verschiebung des Kristallisationspeaks zu beobachten. So beginnt die Phasenumwandlung bei der geringsten Abkühlung (0,083 K/s) bei 140 °C. Bei einer Verzehnfachung der Abkühlrate (auf 0,83 K/s) verschiebt sich der Kristallisationsbeginn zu einer Temperatur von 130 °C. In der Praxis werden noch deutlich höhere Abkühlraten erwartet, welche durch die Ergebnisse der Flash-DSC Untersuchung analysiert werden können (Abbildung 4.7(b)). Dabei ist eine weitere Verschiebung des Kristallisationsbeginns von 125 °C bei einer Abkühlrate von 5 K/s bis zu 100 °C bei 400 K/s zu beobachten. Der gleiche Trend zeigt sich auch bei Betrachtung der Peaktemperatur T_{Peak} . Mit steigender Abkühlrate sinkt T_{Peak} im Bereich von 128 °C bei einer Abkühl-

4. Ergebnisdiskussion

rate von 0,083 K/s bis hin zu 77 °C bei 400 K/s. Die Kristallisationsenthalpie sinkt dabei zwischen den Abkühlraten 30 K/s und 400 K/s um 16 % auf 84 %. Betrachtet man nun die Ergebnisse der PA6-GF-Proben (Abbildung 4.8(a)), so

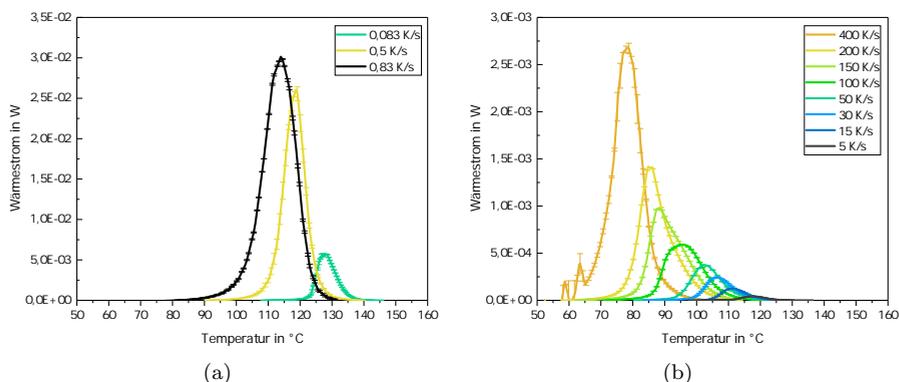


Abbildung 4.7: Experimentell ermittelte Kristallisationspeaks für PP-GF aus Messungen mit Standard-DSC a) und Flash-DSC b)

lässt sich ein sehr ähnliches Materialverhalten beobachten. Jedoch beginnt die Kristallisation bei der niedrigsten Abkühlrate (0,083 K/s) bereits bei 202 °C. Der Kristallisationsbeginn sinkt im Rahmen der Standard-DSC Versuche auf 193 °C ab. Bei Erhöhung der Abkühlrate auf 15 K/s findet ein weiterer Abfall von T_{CS} auf 180 °C (vgl. Abb. 4.8(b)) statt. Im weiteren Verlauf der Flash-DSC Ergebnisse ist eine Absenkung auf ca. 146 °C zu beobachten. Betrachtet man den Peakverlauf, so verschiebt sich die Peaktemperatur von 197 °C bei einer Abkühlrate von 0,083 K/s auf 112 °C bei 200 K/s. Die Kristallisationsenthalpie sinkt zwischen den Abkühlraten 30 K/s und 200 K/s auf 40 %. Die experimentell ermittelten Kristallisationspeaks der PA6-CF Proben sind in Abbildung 4.9 dargestellt. Bei einer Abkühlrate von 0,16 K/s beginnt die Kristallisation bei einer Temperatur von 198 °C. Diese verschiebt sich bei der höchsten Abkühlrate (100 K/s) auf 153 °C. Die Peak-Temperaturen variieren dabei zwischen 194 °C (0,16 K/S) und 120 °C (100 K/S). Die Kristallisationsenthalpie sinkt zwischen den Abkühlraten 30 K/s und 100 K/s auf 42,7 %. Die Ergebnisse aus den DSC-Prüfungen von unverstärktem PA6-Granulat sind in den Abbildungen 4.10(a) und 4.10(b) dargestellt. Der Kristallisationspeak variiert von 193 °C bei einer Abkühlrate von 0,16 K/s bis zu 113 °C bei einer Abkühlrate von 200 K/s. Bei Betrachtung von T_{CS} wird eine Verschiebung des Kristallisationsbeginns von 197 °C bei der niedrigsten Kühlrate bis zu 154 °C bei der höchsten Kühlrate beobachtet. Die Kristallisationsenthalpie sinkt zwischen den Abkühlraten 30 K/s und 200 K/s auf einen Wert von 38 %. Um das Kristallisationsverhalten der

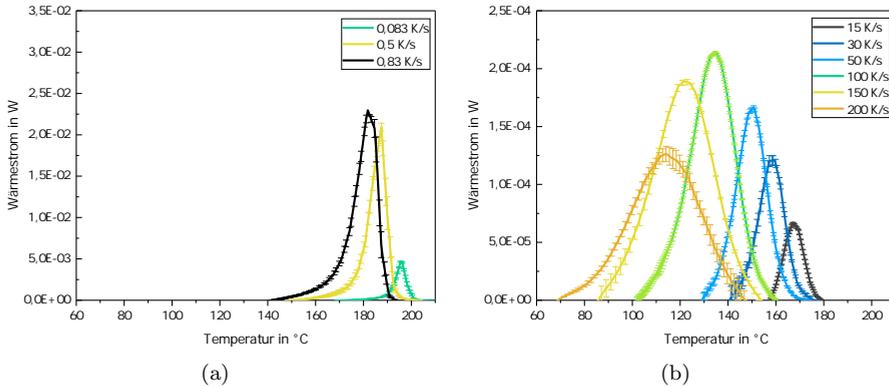


Abbildung 4.8: Experimentell ermittelte Kristallisationspeaks für PA6-GF aus Messungen mit Standard-DSC a) und Flash-DSC b)

unterschiedlichen PA6-Materialien zu vergleichen werden die Temperaturen zu Beginn (T_{CS}) und zum Ende der Kristallisation T_{CE} über der Abkühlrate aufgetragen (siehe Abbildung 4.11). Insbesondere bei den Kristallisationstemperaturen von unverstärktem PA6 und PA6-GF sind keine großen Unterschiede zu beobachten. Tendenziell liegen die Werte von unverstärktem PA6 leicht oberhalb der PA6-GF-Werte. Die Kristallisationstemperaturen von PA6-CF befinden sich dahingegen mit einem deutlicheren Abstand unterhalb der PA6-GF-Kurven, was zunächst nicht plausibel ist. Der Unterschied kann zum einen aus einer veränderten Materialzusammensetzung kommen (z.B. unterschiedliche Schichten, Additive etc.), die das Kristallisationsverhalten beeinflusst. Zum anderen könnte für die CF-Versuche im Rahmen der Arbeit nicht vollständig untersucht werden, inwiefern die hohe Wärmeleitfähigkeit der Kohlenstofffaser und die händische Probenpräparation einen Einfluss auf die Flash-DSC-Messung hat. Im Gegensatz zu den anderen Materialien konnten bei der Verwendung von PA6-CF anstatt vier Wiederholversuchen nur zwei Versuche ausgewertet werden. Die Ergebnisse für PA6-CF müssen daher kritisch betrachtet werden.

4.2.2. Simulation und Validierung

Die in vorherigem Abschnitt erzielten Ergebnisse werden nun verwendet um die in Kapitel 3.5.2 erläuterten Modelle zur Simulation der Kristallisationskinetik zu verifizieren. Beim Vergleich zwischen Simulation und Experiment wird der Prognose des Kristallisationsbeginns (T_{CS}) eine besondere Bedeutung eingeräumt. Ab dieser Temperatur beginnt die Phasenumwandlung, woraufhin sich die Ver-

4. Ergebnisdiskussion

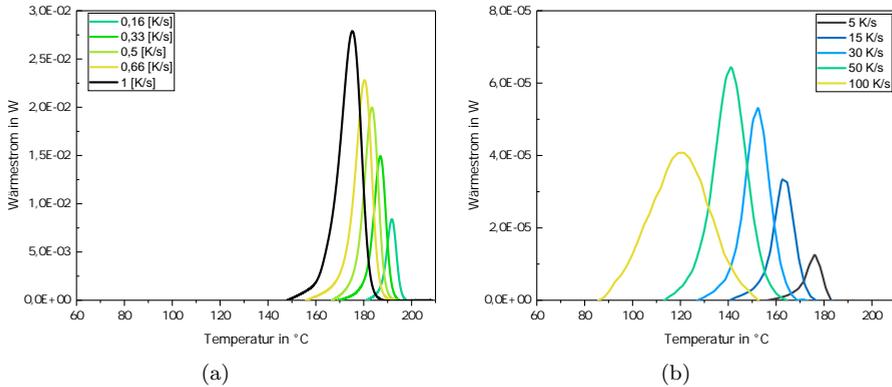


Abbildung 4.9: Experimentell ermittelte Kristallisationspeaks für PA6-CF aus Messungen mit Standard-DSC a) und Flash-DSC b) [12]

arbeitbarkeit (u.a. die Umformbarkeit) der Tape-Materialien verschlechtert (vgl. Kapitel 2.4). Eine korrekte Prognose der Starttemperatur als Prozessgrenze ist daher Ziel dieses Kapitels.

Zur besseren Darstellung werden die generierten Messergebnisse (Kristallisationspeaks) durch Integration als Verlauf des relativen Kristallinitätsgrads über die Temperatur aufgetragen und mit der Simulation verglichen. Die Simulation der Kristallisationskinetik wird im Folgenden sowohl mit dem Ansatz von Nakamura als auch mit dem Nakamura-Ziabicki-Modell durchgeführt. Die Modellparameter werden dabei mit Hilfe eines generischen Algorithmus optimiert. Als Optimierungskriterium hat sich der Verlauf des Kristallisationsgrades als geeignet herausgestellt. Dieser beginnt bei allen Abkühlraten beim Wert 0, was bedeutet, dass sich der Kunststoff vollständig im schmelzflüssigen Zustand befindet und noch keine kristallinen Anteile vorhanden sind. Mit sinkender Temperatur steigt der Verlauf der relativen Kristallinität an, da sich immer mehr Kristalle bilden. Das Maximum (Wert 1) wird erreicht, sobald sich ein Gleichgewichtszustand einstellt und das Kristallwachstum beendet ist. Die simulative Betrachtung beginnt zunächst mit der Ermittlung der Modellparameter des Nakamura-Modells anhand der Messergebnisse der Standard-DSC-Versuche (Abkühlraten unterhalb 1 K/s). Die Ergebnisse aus der entsprechenden Parameteroptimierung sind in Abbildung 4.12(a) dargestellt. Dabei wird die Modellierung mit den ermittelten Parametern auch auf die höheren Abkühlraten der Flash-DSC-Messungen angewandt. Wie der Abbildung jedoch zu entnehmen ist, wird bei diesem Ansatz ausschließlich bei geringen Abkühlraten (bis 1 K/s) eine akzeptable Prognosegüte erzielt. Bei einer Extrapolation auf höhere Abkühlraten wird das nicht-isotherme Kristallisationsverhalten nicht korrekt vorhergesagt. Aus diesem Grund wird nun

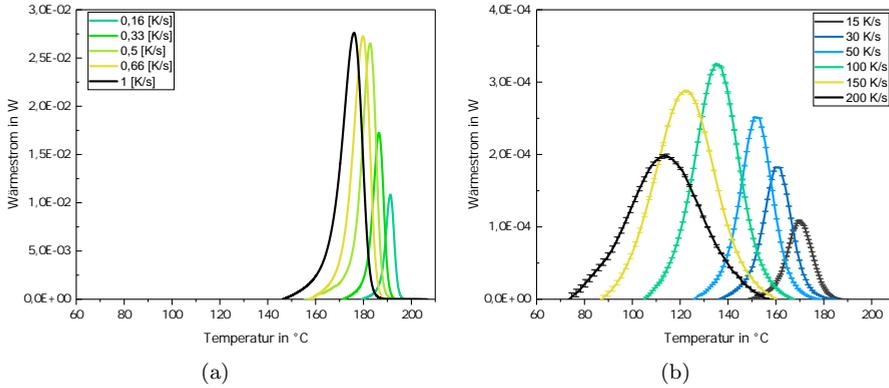


Abbildung 4.10: Experimentell ermittelte Kristallisationspeaks für PA6 (unverstärkt) aus Messungen mit Standard-DSC a) und Flash-DSC b)

bei der Parameteroptimierung der gesamte Bereich an Abkühlraten verwendet und die Ergebnisse in Abbildung 4.12(b) dargestellt. Der Vergleich der Simulationsergebnisse mit den experimentell ermittelten Verläufen zeigt eine moderate Prognosegüte. Bei einzelnen Abkühlraten wird die Kristallisationskinetik besser getroffen als bei anderen. Dies ist noch kein zufriedenstellendes Ergebnis. Insbesondere der für diese Arbeit wichtige Kristallisationsbeginn lässt sich nicht exakt vorhersagen. Im nächsten Schritt wird nun das modifizierte Nakamura-Ziabicki-Modell verwendet, um das Materialverhalten zu simulieren. Zunächst werden die Modellparameter K_{max} , D und T_{max} für jedes Abkühllexperiment identifiziert und als Funktion der Abkühlrate aufgetragen. Es zeigt sich, dass die in Hoffmann [75] und Sierra [78] vorgeschlagenen Regressionsfunktionen nicht über den gesamten Bereich der hier betrachteten Abkühlraten eingesetzt werden können. Es werden folglich neue Regressionsfunktionen eingeführt:

$$K_{max} = C_3 \cdot (1 - \exp(-(C_1 \cdot T_p)^{C_2})) + C_4 \quad (4.1)$$

$$T_c = C_5 \cdot (T_p)^{-C_6} \quad (4.2)$$

$$\Delta T_b = C_7 \cdot (T_p)^{C_8} + C_9. \quad (4.3)$$

Ein Vergleich zwischen den experimentell ermittelten Werten und den Regressionsfunktionen ist in Abbildung 4.13(a) anhand der Ergebnisse von PA6-CF dargestellt. Aus Abbildung 4.13(a) wird ersichtlich, dass die Regression des Parameters K_{max} gut mit den Messergebnissen übereinstimmt. Auch für den Parameter D können nur geringfügige Abweichungen zwischen Messung und

4. Ergebnisdiskussion

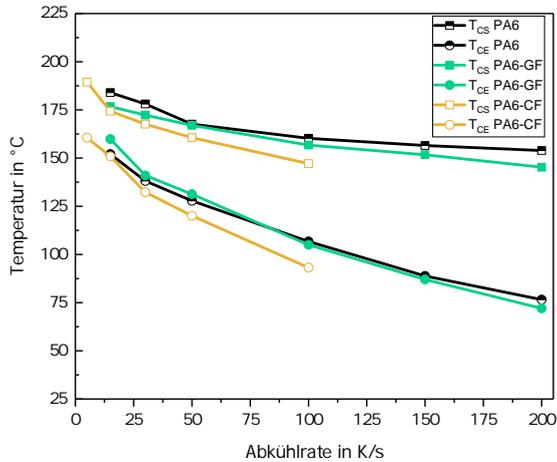


Abbildung 4.11: Vergleich der Kristallisationsstarttemperatur und der Kristallisationsendtemperatur in Abhängigkeit der Abkühlrate für PA6-CF, PA6-GF und unverstärktes PA6

Regressionfunktion beobachtet werden (vgl. Abbildung 4.13(b)). Die Abweichungen sind bei geringen Abkühlraten (unterhalb 10 K/s) etwas größer. Bei hohen Abkühlraten (oberhalb von 10 K/s) stimmen Messung und Regression besser überein. Die Betrachtung der Ergebnisse für den Parameter T_{max} zeigt, dass auch hier das Materialverhalten über das gesamte Spektrum an Abkühlraten gut abgebildet werden kann (siehe Abbildung 4.13(c)). In Abbildung 4.14 werden die experimentellen Ergebnisse mit den Simulationen des modifizierten Nakamura-Ziabicki-Modells verglichen. Die Ergebnisse für PA6-CF sind in Abbildung 4.14(a) dargestellt und zeigen eine sehr gute Übereinstimmung zwischen Messung und Simulation im gesamten Kühlratenbereich. Da das Nakamura-Modell, trotz Parameteroptimierung, auch für PA6-GF und PP-GF keine zufriedenstellende Ergebnisse liefert, wird auch für diese Materialien das modifizierte Nakamura-Ziabicki-Modell verwendet. Abbildung 4.14(b) zeigt, dass auch bei PA6-GF eine gute Übereinstimmung zwischen dem prognostizierten Verlauf der relativen Kristallinität und den Messergebnissen für alle betrachteten Abkühlraten erzielt wird. Ein Vergleich aus Experiment und Simulation zeigt auch im Falle von PA6-Granulat eine überaus hohe Übereinstimmung (siehe Abbildung 4.14(c)).

Die Anwendung der Methodik auf PP-GF-Lamine zeigt in einem großen Spektrum an Abkühlraten eine sehr gute Übereinstimmung von Messung und Simula-

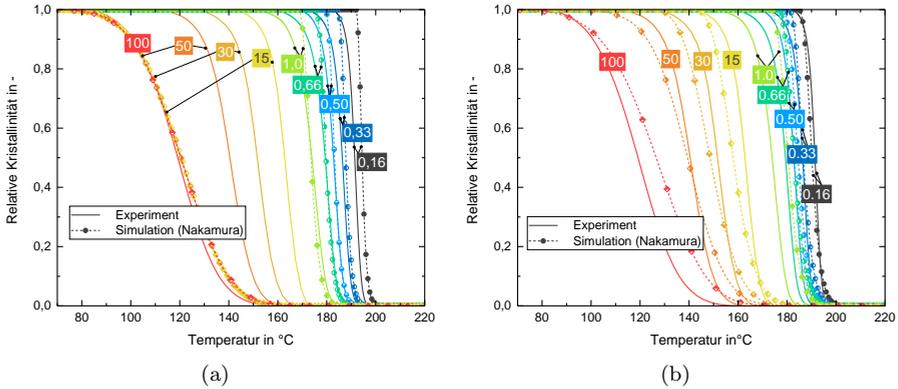
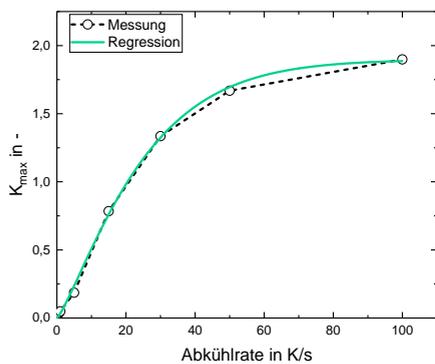


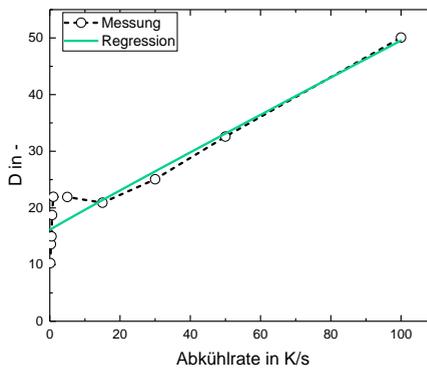
Abbildung 4.12: Bewertung der Prognosegüte des Nakamura-Modells anhand des Verlaufs der relativen Kristallinität über die Temperatur bei verschiedenen Abkühlraten: a) Modellparameter ermittelt anhand der Standard-DSC-Ergebnisse; b) Modellparameter ermittelt anhand der Ergebnisse aus Standard-DSC und Flash-DSC

tion (Abbildung 4.14(d)). Bei Abkühlraten über 150 K/s wird die Unterkühlung der Schmelze von der Simulation zunehmend etwas überschätzt. Der maximale Fehler für die Prognose der Kristallisationsstarttemperatur befindet sich folglich bei der höchsten Abkühlrate. Bei einer entsprechenden Abkühlrate von 400 K/s beträgt der Fehler jedoch lediglich 8 °C. Damit konnte gezeigt werden, dass sich das modifizierte Nakamura-Ziabicki-Modell für die Betrachtung der nicht-isothermen Kristallisationskinetik für alle drei Werkstoffsysteme und für alle praxisrelevanten Abkühlraten eignet. Das Modell wurde bisher anhand von Kalorimetrie-Ergebnissen validiert. Eine Übertragung auf Komponenten-Level in einem realen Gesamtprozess findet in Kapitel 4.4.1 statt. Dabei werden Laminare mit eingebrachten Temperatursensoren verwendet und verschiedene Abkühlversuche durchgeführt.

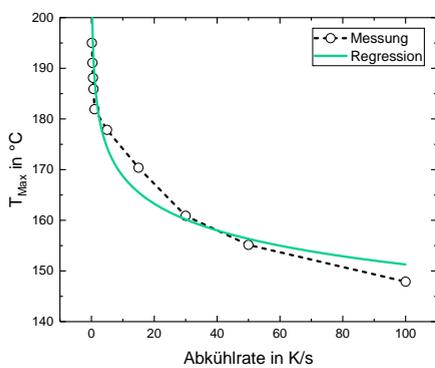
4. Ergebnisdiskussion



(a)



(b)



(c)

Abbildung 4.13: Vergleich von Messung und Regressionsfunktion anhand der Modellparameter des modifizierten Nakamura-Ziabicki-Modells: a) K_{max} ; b) D ; c) T_{Max}

4.2. Kristallisationskinetik

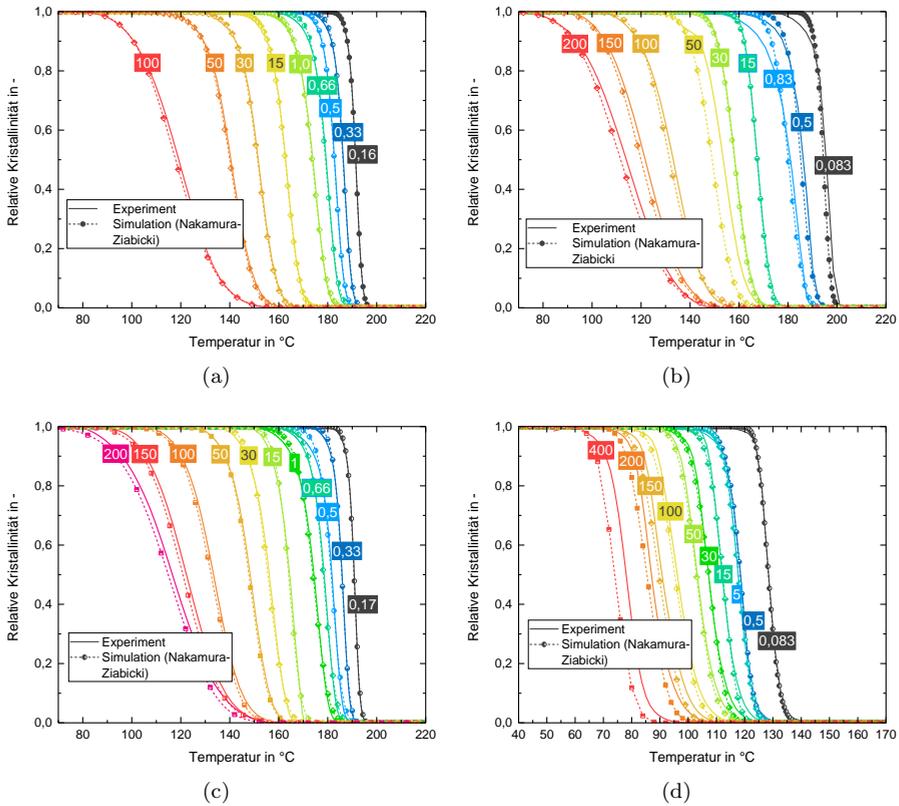


Abbildung 4.14: Vergleich der experimentell ermittelten relativen Kristallinität und der Simulation mittels des modifizierten Nakamura-Ziabicki-Modells für: a) PA6-CF; b) PA6-GF; c) PA6-Granulat; d) PP-GF

4.3. Teilprozesse

Ausgehend von der in Kapitel 2.3 aufgezeigten Prozessaufteilung werden in diesem Abschnitt die Ergebnisse zum thermischen Verhalten innerhalb der einzelnen Teilprozesse (Aufheizen, Transfer, Umformen und Hinterspritzen) diskutiert. Die jeweiligen Versuchsaufbauten wurden bereits in Kapitel 3.3 vorgestellt.

4.3.1. Aufheizen

Zur Aufheizung der Lamine wird im Rahmen der Arbeit ein Umluftofen verwendet. Die Gründe dafür sind in Kapitel 3.3.1 erläutert. Abbildung 4.15 zeigt eine exemplarische Aufheizkurve eines PP-GF-Laminats mit einer Dicke von 1 mm. Der Umluftofen wurde dabei vor der Einbringung des Prüfkörpers auf eine Temperatur von 205 °C vorgewärmt. Dargestellt sind die Messergebnisse von sechs Temperatursensoren. Diese sind entsprechend Kapitel 3.1.2 in unterschiedlichen Tapelagen eingebracht. Das Aufschmelzen der Kunststoffmatrix findet in diesem Fall nach ungefähr 100 s statt. Bei der Aufheizung stellt sich zunächst ein symmetrisches und parabelförmiges Temperaturprofil über die Dicke ein - mit der kältesten Temperatur im Kern und der wärmsten Temperatur auf der Oberfläche. Es wird eine Aufheizzeit von 400 s benötigt, bis die Zieltemperatur von 200 °C homogen im gesamten Prüfkörper vorherrscht. Der Aufheiz-

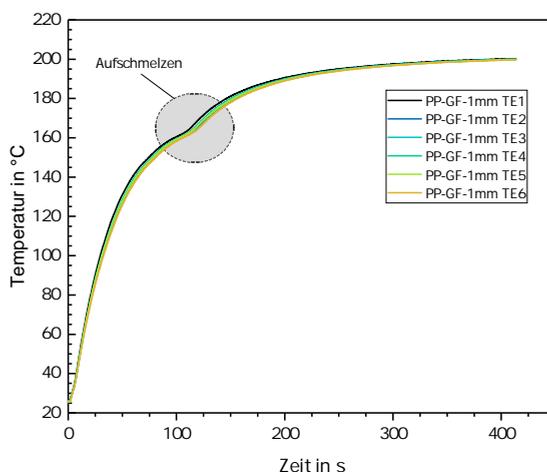


Abbildung 4.15: Aufheizkurve eines PP-GF-Laminats mit einer Dicke von 1 mm

vorgang ist abhängig von der Laminatdicke und von der Vorwärmtemperatur des Umluftofens. Um das Material einer möglichst geringen thermischen Belastung auszusetzen und dennoch eine homogene Temperaturverteilung sicherzustellen, wird bei der Aufheizung der PA6-Lamine der Ofen stets auf 300 °C vorgewärmt. Als Zieltemperatur, die homogen im Laminat vorherrschen muss, ehe die Versuche beginnen können, werden 290 °C definiert. In Abbildung 4.16 sind die gemessenen Aufheizkurven im Laminatkern (TE3) der zu untersuchenden Werkstoffe und Laminatdicken zusammengefasst. Bei der Betrachtung des Aufheizverhaltens von PP-GF wird ersichtlich, dass insbesondere für Lamine mit 3 mm Dicke sehr lange Aufheizzeiten von bis zu 800 s erforderlich sind. Vergleicht man dazu die Aufheizkurven der PA6-Lamine, so fallen zunächst die kürzeren Aufheizzeiten ins Auge. Dies lässt sich auf die Vorheiztemperatur zurückführen. Diese liegt bei der Verwendung von PA6-Prüfkörpern um 10 °C höher als die Zieltemperatur. Bei PP liegt der Unterschied lediglich bei 5 °C. Des Weiteren ist zu beobachten, dass die Lamine mit identischer Dicke sowohl für PA6-GF als auch für PA6-CF einen sehr ähnlichen Temperaturverlauf aufweisen. Es kann somit kein signifikanter Unterschied bei der Aufheizung der unterschiedlichen PA6-Lamine beobachtet werden. Das Aufschmelzen der Matrix findet in einem Temperaturbereich von ungefähr 200 °C bis 230 °C statt und deckt sich damit mit den Ergebnissen aus der DSC-Untersuchung in Abschnitt 4.1.2.

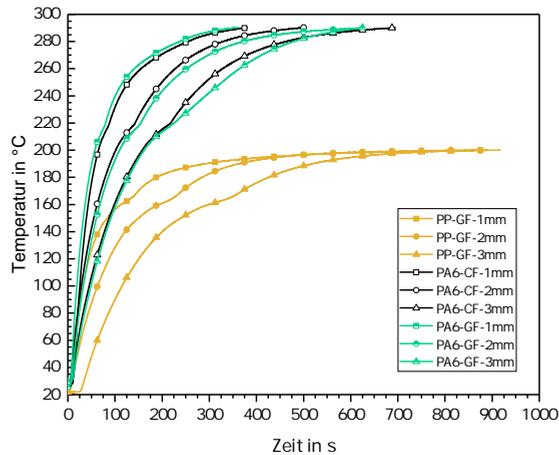


Abbildung 4.16: Aufheizkurven der unterschiedlichen Werkstoffsysteme; Dargestellt ist der gemessene Temperatur-Zeit-Verlauf im Laminatkern (TE 3)

4.3.2. Transfer

Entsprechend Kapitel 3.3.2 wird im Folgenden das Abkühlverhalten von Laminaten während des Transfers untersucht. Betrachtet wird dabei zunächst die freie Konvektion. Anschließend wird eine Abkühlung infolge erzwungener Konvektion analysiert. Dazu werden Lamine mit horizontaler und vertikaler Ausrichtung in eine Strömung im Windkanal gebracht und die Temperaturverteilung gemessen. Zu diesem Thema ist eine vom Autor bereute Abschlussarbeit [A2] und eine Veröffentlichung [11] entstanden. Auszüge aus diesen Untersuchungen werden auch in folgendem Abschnitt herangezogen.

Experimentelle Ergebnisse

Freie Konvektion:

Zur Untersuchung des Abkühlverhaltens infolge freier Konvektion werden die Prüfkörper in einem Umluftofen auf eine Zieltemperatur (oberhalb der Schmelztemperatur) erwärmt. Die Zieltemperatur beträgt für Prüfkörper mit PP-Matrix 200 °C und mit PA6-Matrix 290 °C. Anschließend werden die Lamine aus dem Ofen entnommen und gemäß des in Kapitel 3.3.2 beschriebenen Versuchsaufbaus abgekühlt. Dabei wird die Temperatur mittels eingebetteter Temperatursensoren gemessen. In Abbildung 4.17(a) sind die Ergebnisse aus den Versuchen mit PP-GF-Laminaten dargestellt. Dabei stellen die Temperatur-Zeit-Kurven die Mittelwerte der Laminatkerntemperatur (TE_3) aus mindestens drei Einzelmessungen dar. Die höchsten Abkühlraten werden erwartungsgemäß bei 1 mm dicken Laminaten gemessen. Bei einer Temperatur von ungefähr 124 °C ist ein für die Kristallisation charakteristisches Plateau ersichtlich. Mit steigender Laminatdicke sinken die Abkühlraten und folglich verschiebt sich das Kristallisationsplateau auf eine höhere Temperatur. Im Falle von PP-GF-3mm befindet sich das Kristallisationsplateau bei ca. 128 °C. Die Ergebnisse von PA6-GF sind in Abbildung 4.17(b) dargestellt. Dabei wird ebenfalls eine Verschiebung des Kristallisationsbereichs beobachtet. Bei der geringsten Abkühlrate (3 mm Lamine) wird das Plateau bei ungefähr 192 °C beobachtet, bei der höchsten Abkühlrate bei 185 °C. Ein identisches Materialverhalten ist bei den PA6-CF-Ergebnissen erkennbar (vgl. Abbildung 4.17(c)).

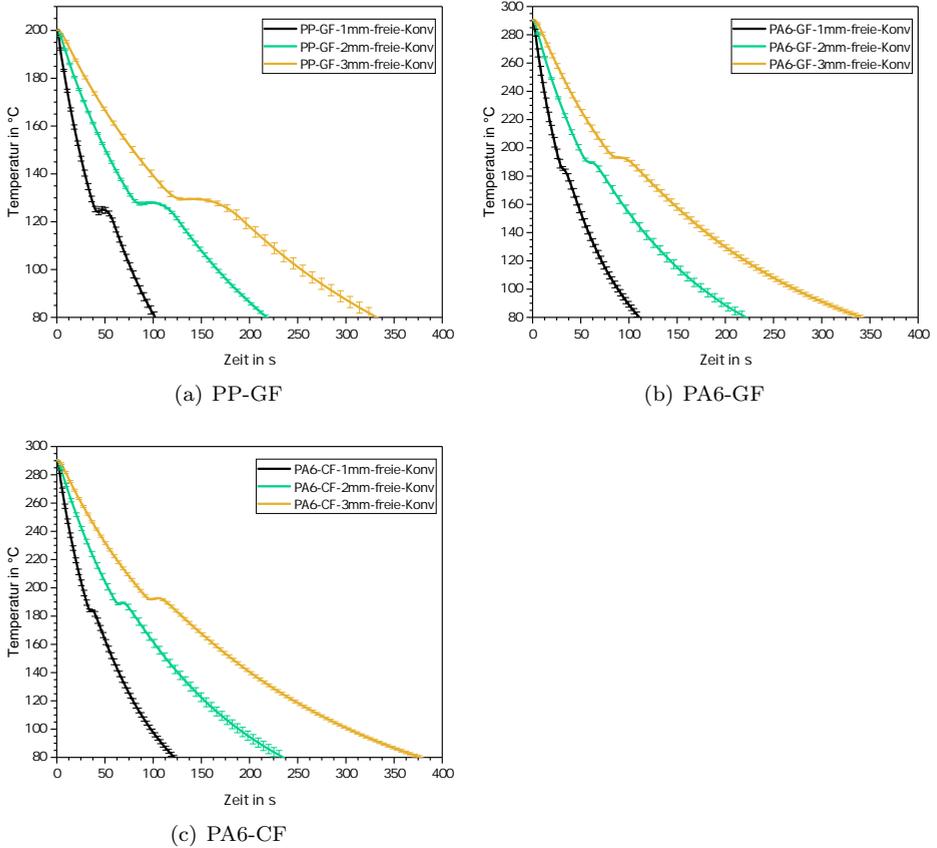


Abbildung 4.17: Gemittelte Abkühlkurven im Laminatkern (TE4) von PP-GF, PA6-GF und PA6-CF bei freier Konvektion

Erzwungene Konvektion:

Das thermische Verhalten der Materialien bei erzwungener Konvektion wird mit einem Versuchsaufbau in einem Windkanal (siehe Kapitel 3.3.2) untersucht. Der Einfluss von Faser, Matrix, Laminatdicke, Transfargeschwindigkeit und Ausrichtung der Lamine in der Strömung soll betrachtet werden. Dazu wird der in Tabelle 4.4 zusammengefasste Versuchsplan definiert. Die Laminatdicke wird in drei Stufen variiert (1 mm, 2 mm, 3 mm). Bei der Strömungsgeschwindigkeit sowie der Laminatausrichtung werden jeweils zwei Stufen betrachtet. Zur Abkürzung der einzelnen Versuchsreihen wird folgende Nomenklatur für die Versuchsbezeichnung eingeführt:

4. Ergebnisdiskussion

Versuchsbez.: *Material-Dicke-Strömungsgeschw.-Ausrichtung*

Die Versuchsreihe PP-GF-1mm-3-h steht beispielhaft für ein PP-GF-Laminat mit einer Dicke von 1 mm bei einer Strömungsgeschwindigkeit von 3 m/s und horizontaler Ausrichtung.

Um vorab beurteilen zu können, ob es sich bei der Versuchsreihe um laminare oder turbulente Strömungen handelt, kann die Reynoldszahl herangezogen werden. Die kritische Reynoldszahl, bei der bereits kleine Störungen ausreichend sind, um die Strömung von laminar in turbulent umschlagen zu lassen, liegt bei einer Plattenumströmung bei 1×10^5 . In der Versuchsreihe liegt die höchste Reynoldszahl bei 48 015, weshalb für alle Versuche von einer laminaren Strömung ausgegangen werden kann. Um sicherzustellen, dass die Einspannung keinen si-

Tabelle 4.4.: Versuchsplan der Windkanal Untersuchungen

| Material | Heiztemp. [°C] | Laminatdicke [mm] | Strömungsgeschw. [m/s] | Reynoldszahl | Laminat-ausricht. |
|----------|----------------|-------------------|------------------------|--------------|-------------------|
| PP-GF | 200 | 1; 2; 3 | 3 | 28809 | hor.; vert. |
| PP-GF | 200 | 1; 2; 3 | 5 | 48015 | hor.; vert. |
| PA6-GF | 290 | 1; 2; 3 | 3 | 28809 | hor.; vert. |
| PA6-GF | 290 | 1; 2; 3 | 5 | 48015 | hor.; vert. |
| PA6-CF | 290 | 1; 2; 3 | 3 | 28809 | hor.; vert. |
| PA6-CF | 290 | 1; 2; 3 | 5 | 48015 | hor.; vert. |

gnifikanten Einfluss auf das Strömungsverhalten und somit auf die Temperaturmessungen hat, werden zunächst die Streichlinien mittels der Smoke-Wire-Methode visualisiert. Hierbei wird ein ölbasiertes Nebelfluid an einem dünnen Draht erhitzt und verdampft. Durch die entstehenden Rauchstreifen werden die Streichlinien der Strömung sichtbar. In Abbildung 4.18(a) ist ersichtlich, dass die Einspannung der Prüfkörper keinen Einfluss auf die Überströmung des Laminats hat. Bei horizontalem Versuchsaufbau (Abbildung 4.18(a)) verlaufen die Streichlinien parallel zum Probekörper. Eine Umlenkung und Verwirbelung der Strömung findet erst nach vollständiger Überströmung des Prüfkörpers statt. Auch bei vertikaler Versuchsdurchführung wird die Strömung im Messbereich nicht durch den Spannrahmen beeinflusst (Abbildung 4.18(b)). Die ursprünglich laminare Strömung wird in diesem Fall durch den Probekörper so umgelenkt, dass auf der Rückseite ein Turbulenzfeld entsteht. Bei den entsprechenden Temperaturmessungen mittels der eingebrachten Thermolemente zeigt sich, dass unabhängig von Strömungsgeschwindigkeit, Ausrichtung, Material und Lami-

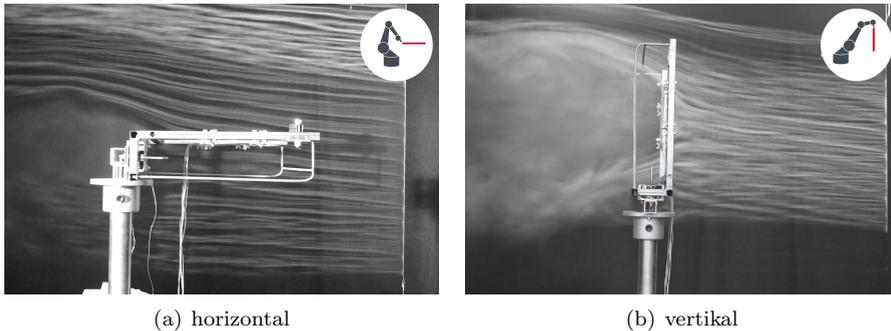


Abbildung 4.18: Versuchsaufbau im Windkanal mit horizontaler (a) und vertikaler (b) Ausrichtung; Streichlinien werden mittels der Smoke-Wire Methode visualisiert und zur Charakterisierung der Strömung genutzt. [11]

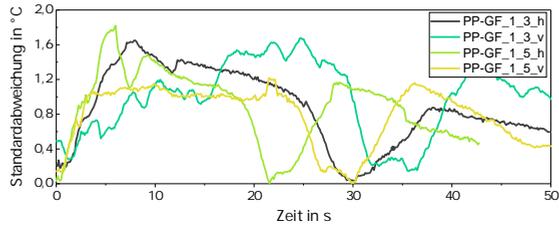
natdicke die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse in der Laminatmitte (Thermoelement TE3) am größten ist. Je geringer der Abstand des Sensors zur Laminatoberfläche, desto mehr wird die Messung von Störgrößen (u.a. Delamination, Mikrorisse auf Laminatoberfläche) beeinflusst. Der Fokus beim Vergleich der Ergebnisse wird daher zunächst auf die Messungen im Laminatkern gelegt. Bevor die Abkühlkurven der einzelnen Materialien gezeigt werden, wird im Folgenden die Reproduzierbarkeit durch Betrachtung der gemittelten Standardabweichung diskutiert.

Ergebnisse für PP-GF

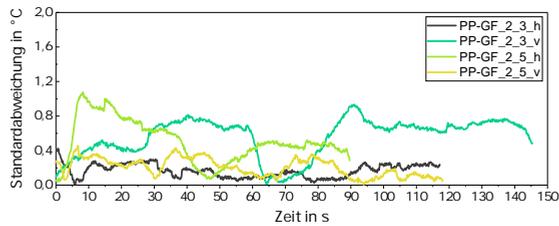
Der Verlauf der Standardabweichung aller Versuche mit PP-GF-Laminaten ist in Abbildung 4.19 gezeigt. Dargestellt ist die Standardabweichung im Laminatkern (TE3). Diese liegt bei allen Messreihen unterhalb von 2°C . Des Weiteren ist ersichtlich, dass die Standardabweichung mit steigender Laminatdicke abnimmt. Bei den Messungen mit einer Laminatdicke von 3 mm verbessert sich die Standardabweichung und beträgt lediglich $< 1,3^{\circ}\text{C}$. Dieser Effekt lässt sich mit äußeren Störgrößen auf der Laminatoberfläche, wie z.B.: Luftblasen oder kleine Risse, die beim Aufheizen und Abkühlen entstehen, erklären. Diese Störgrößen haben bei dickeren Laminaten einen deutlich geringeren Einfluss auf die Temperaturmessung im Laminatkern. Trotz dieser Effekte können die Ergebnisse auch bei dünnen Laminaten als aussagekräftig und die Standardabweichung als sehr gering angesehen werden. Betrachtet man den Verlauf der Standardabweichung genauer, so fällt auf, dass alle Versuchsreihen zu unterschiedlichen Zeitpunkten

4. Ergebnisdiskussion

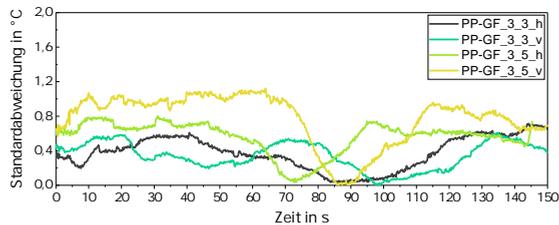
ein Minimum von annähernd $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ erreichen. Anschließend steigt die Standardabweichung wieder auf ungefähr die Höhe des Ursprungsniveaus an. Um dieses Phänomen zu verstehen, werden exemplarisch die Ergebnisse von PP-GF-3mm-5-h betrachtet. Nach einer Versuchsdauer von 72 s wird dabei das Minimum erreicht. Im Vergleich mit dem Temperatur-Zeit-Diagramm einer Einzelmessung für diesen Fall (siehe Abbildung 4.20(a)), fällt auf, dass sich bei 72 s das Kristallisationsplateaus der Kerntemperatur (TE3) befindet. Das Minimum im Verlauf



(a) PP-GF-1mm



(b) PP-GF-2mm



(c) PP-GF-3mm

Abbildung 4.19: Gemittelte Standardabweichung der Versuche mit PP-GF vgl. [A2]

der Standardabweichung ist folglich ein Indiz für den Kristallisationsbereich. Der geringen Standardabweichung zu Folge, sind die Abkühlraten in den Wiederholversuchen nahezu identisch. Dies führt letztlich auch dazu, dass das Material bei einer identischen Temperatur zu kristallisieren beginnt und dadurch die Stan-

dardabweichung in diesem Zeitraum gegen Null geht. Auch dieser Sachverhalt spricht für eine hohe Reproduzierbarkeit in der Versuchsdurchführung. Zusätzlich zum diskutierten Verlauf der Kerntemperatur sind in Abbildung 4.20(a) auch die Messkurven der anderen Thermolemente dargestellt. Wie zu erkennen ist, kühlt der Prüfkörper im Inneren (TE 3 und TE 4) am langsamsten ab. Die höchsten Abkühlraten sind an den Messstellen nahe der Oberfläche (TE 5 und TE 6) zu beobachten. Dieser Unterschied in den Abkühlraten führt dazu, dass die Kristallisation (charakterisiert durch das Plateau im Kurvenverlauf) nahe der Oberfläche früher und bei geringeren Temperaturen einsetzt, als dies im Laminatkern der Fall ist. Ebenfalls ersichtlich sind teilweise geringe Temperaturunterschiede zwischen Laminatober- und Laminatunterseite. Für die Versuche mit horizontaler Ausrichtung wird über die Dicke jedoch zumeist ein symmetrisches Temperaturprofil gemessen. Ursache für die vorhandenen Abweichungen können Luftblasen oder Mikrorisse in der Randschicht sein. Liegen diese direkt im Bereich der Temperatursensoren, so haben diese entweder eine Wärmeisolationwirkung (Luftblasen) oder führen zu einer verstärkten Abkühlung durch die einströmende Umgebungsluft (Mikrorisse). Dies führt insbesondere in den Randbereichen (TE1 und TE6) zu einer erhöhten Streuung und erklärt die geringfügigen Abweichungen zwischen Laminatoberseite und -unterseite. Um die fehleranfällige Messung im Randbereich zu kompensieren, werden die Oberflächentemperaturen auch mittels Infrarotkamera aufgezeichnet. Dadurch kann die Temperatur auf einer definierten Fläche gemittelt werden. In diesem Fall erfolgt die Mittelwertbildung in Plattenmitte auf einer Fläche von 4 cm^2 . Anschließend wird aus den Mittelwerten der Einzelversuche ein Gesamtmittelwert der kompletten Versuchsreihe generiert. Dieser stellt den Temperaturverlauf auf der Laminatoberseite dar und ist in Abbildung 4.20(b) eingezeichnet. Daneben ist auch der Mittelwert des Temperaturverlaufs im Laminatkern (TE 3) dargestellt. Die Aufzeichnung der Oberflächentemperatur kann aufgrund des gewählten Versuchsaufbaus erst nach der Entnahme des Probekörpers aus dem Ofen und der anschließenden Fixierung des Spannrahmens im Windkanal erfolgen. In diesem Fall wird der Probekörper nach 4 s von der IR-Kamera erfasst und der Temperaturverlauf aufgezeichnet. Auf Basis der oben genannten Messungen lässt sich, wie in Abbildung 4.21 dargestellt, ein Temperaturprofil über die Laminatdicke aufzeichnen. Dargestellt ist eine repräsentative Einzelmessung für die Versuchsreihe PP-GF-3mm mit horizontaler Ausrichtung und einer Windgeschwindigkeit von 5 m/s . Die Messpunkte zeigen die entsprechenden Thermolemente und deren Position über der Laminatdicke. Zum Zeitpunkt 0 s ist eine sehr homogene Aufheizung im Umluftofen (Aufheiztemperatur 200 °C) zu sehen. Die Messpunkte direkt an der Oberfläche entsprechen den Messungen der Infrarotkamera. Sobald der Probekörper aus dem Umluftofen entnommen wird, stellt sich ein Temperaturprofil ein. Wie zu erkennen ist, kann dieses nach 10 s durch eine quadratische Regressionsfunktion beschrieben werden. Der Temperaturunterschied zwischen Kern- und Oberflächentemperatur beträgt bis zu 25 °C .

4. Ergebnisdiskussion

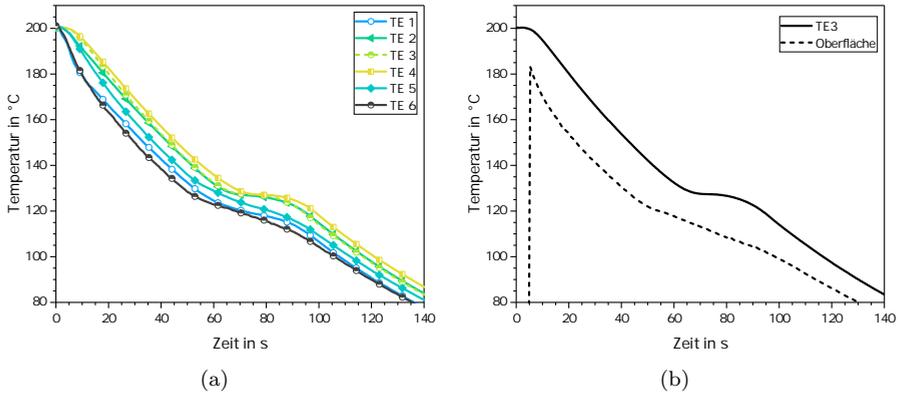


Abbildung 4.20: Gemessene Abkühlkurven der Thermoelemente TE1 bis TE6 aus einer repräsentativen Einzelmessung der Versuchsreihe PP-GF-3mm-5-h (a); Vergleich der Kerntemperatur und der mittels Infrarotkamera gemessenen Oberflächentemperatur (Mittelwerte) innerhalb der Versuchsreihe PP-GF-3mm-5-h (b)

Durch eine Verschiebung kann der identische Regressionsansatz verwendet werden, um das Temperaturprofil nach 20 s zu beschreiben. Auch in diesem Fall beträgt die maximale Temperaturdifferenz ca. 25 °C. Sobald die Randschicht zu kristallisieren beginnt (vgl. Zeitpunkt 57 s) wird die Regressionsfunktion entlang der Temperaturachse gestaucht und die maximale Temperaturdifferenz beträgt nur noch 17 °C.

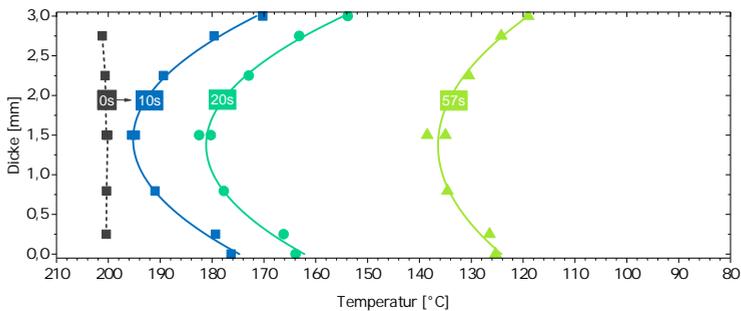
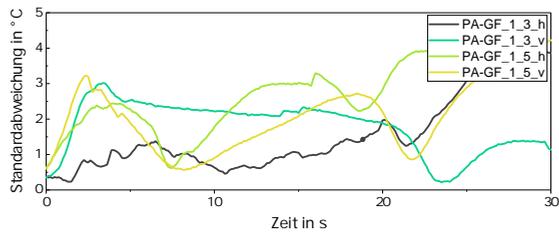


Abbildung 4.21: Gemessene Temperaturverläufe entlang der Laminatdicke aus einer repräsentativen Einzelmessung der Versuchsreihe PP-GF-3mm-5-h

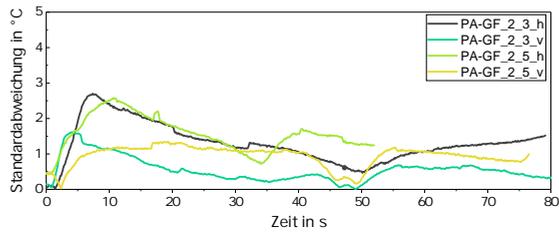
Ergebnisse für PA6-GF

Die Standardabweichungen aller Versuche mit PA6-GF-Laminaten sind in Abbildung 4.22 dargestellt. Dabei weisen die Versuche mit einer Laminatdicke von 1 mm eine Standardabweichung von unter 4 °C auf. Bei 2 mm dicken Laminaten liegt die Standardabweichung bei unter 3 °C. Mit Ausnahme der Versuchsreihe PA-GF-3mm-5-h wird bei Laminaten mit einer Dicke von 3 mm eine Standardabweichung von maximal 2 °C beobachtet. Damit bestätigt sich auch hier der Trend aus den Versuchsreihen mit PP-GF-Laminaten: Mit zunehmender Laminatdicke steigt die Reproduzierbarkeit der Versuche an. Der Grund für die höhere Streuung bei dünnen Laminaten liegt auch in diesem Fall an der größeren Sensitivität bei Luftblasen oder Mikrorissen (vgl. Diskussion der PP-GF-Ergebnisse). Im Vergleich mit den PP-GF-Ergebnissen werden generell etwas höhere Standardabweichungen beobachtet. Bereits beim Aufheizen von PA6-Laminaten lässt sich der Grund beobachten. Im Vergleich zu PP-Laminaten neigen PA6-Lamine eher zu einer Bläschenbildung auf der Oberfläche. Um diese Effekte so gering wie möglich zu halten, wurden die PA6-Lamine vor der Aufheizung getrocknet. Dennoch kann dies nicht vollständig vermieden werden. Die Auswirkung dieses Effekts ist im Temperatur-Zeit-Diagramm in Abbildung 4.23(a) ersichtlich. Aufgrund von Luftblasen und deren isolierender Wirkung kühlt in diesem Beispiel das Thermolement 5 langsamer ab als die Laminatmitte. Solche Einflüsse werden jedoch nur vereinzelt beobachtet und treten überwiegend in den Randbereichen auf. In der Laminatmitte zeichnen sich die Ergebnisse durch eine sehr hohe Reproduzierbarkeit aus. Betrachtet man den Verlauf der Standardabweichung über die Zeit (Abbildung 4.22), so fällt auch bei diesem Materialsystem auf, dass zwischenzeitlich ein lokales Minimum erreicht wird. Am Beispiel der Versuchsreihe PA6-GF-3mm-5-h wird dieses bei einer Zeit von 40 s erreicht. Vergleicht man das entsprechende Temperatur-Zeit-Diagramm derselben Versuchsreihe (Abbildung 4.23(a)), so ist zu sehen, dass genau zu diesem Zeitpunkt die Kristallisation im Laminatkern beginnt. In Abbildung 4.23(b) ist neben der gemittelten TE-3-Messung auch die gemittelte Abkühlkurve der Oberflächentemperatur aus den IR-Messungen dargestellt. Das über die Laminatdicke aufgetragene Temperaturprofil einer repräsentativen Einzelmessung ist in Abbildung 4.24 für die Versuchsreihe PA-GF-3mm-5-h dargestellt. Zu Beginn des Abkühlprozesses (Zeitpunkt 0 s) liegt eine homogene Temperatur von 290 °C vor. Während der Abkühlung lassen sich die Temperaturprofile auch in diesem Fall durch quadratische Regressionsfunktionen beschreiben. Der Zeitpunkt 40 s zeigt das Temperaturprofil kurz vor Kristallisationsbeginn in der Randschicht. Die Regressionsfunktion wird durch die Kristallisation entlang der Temperaturachse gestaucht.

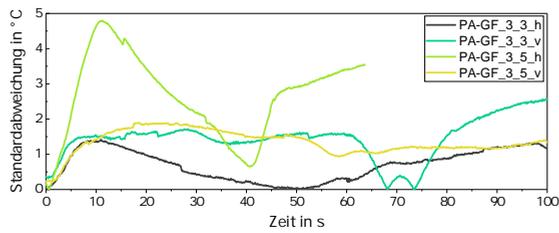
4. Ergebnisdiskussion



(a) PA-GF-1mm



(b) PA-GF-2mm



(c) PA-GF-3mm

Abbildung 4.22: Gemittelte Standardabweichung der Versuche mit PA-GF [A2]

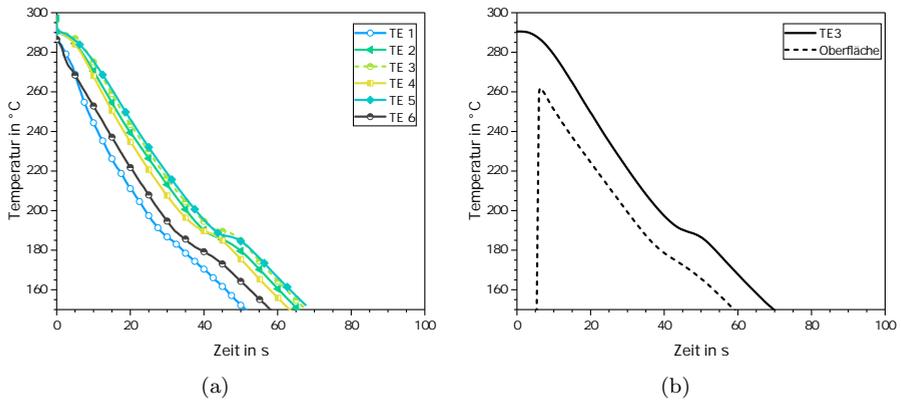


Abbildung 4.23: Gemessene Abkühlkurven der Thermoelemente TE 1 bis TE 6 aus einer repräsentativen Einzelmessung der Versuchsreihe PA6-GF-3mm-5-h (a); Vergleich der Kerntemperatur und der mittels Infrarotkamera gemessenen Oberflächentemperatur (Mittelwerte) innerhalb der Versuchsreihe PA6-GF-3mm-5-h (b)

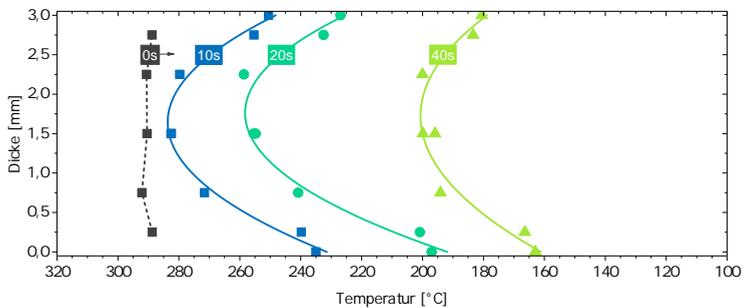
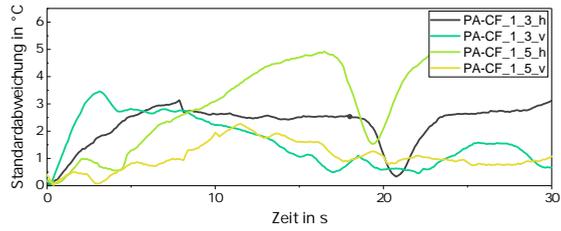


Abbildung 4.24: Gemessene Temperaturverläufe entlang der Laminatdicke aus einer repräsentativen Einzelmessung der Versuchsreihe PA-GF-3mm-5-h

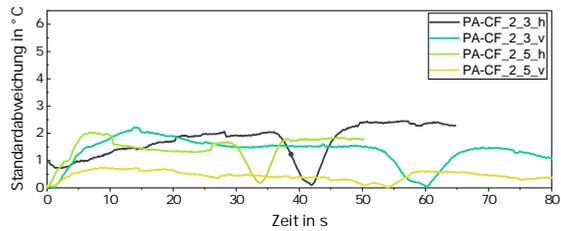
4. Ergebnisdiskussion

Ergebnisse für PA6-CF

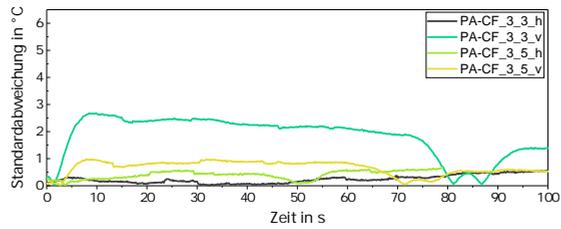
In Abbildung 4.25 sind die Standardabweichungen der PA6-CF-Versuche dargestellt. Wie bereits in den Ergebnissen von PP-GF und PA6-GF festgestellt, sinkt auch hier die Standardabweichung mit steigender Laminatdicke. In der Versuchsreihe PA6-CF-1mm werden Werte von maximal 5 °C erreicht. Bei den Versuchen mit PA6-CF-2mm sinkt die Standardabweichung auf unter 2,5 °C. Innerhalb der Versuchsreihe PA6-CF-3mm wird, mit Ausnahme von PA6-CF-3mm-3-v, eine weitere Verbesserung der Standardabweichung auf unter 1 °C beobachtet. Damit ist die Standardabweichung insgesamt etwas größer als bei den restlichen Materialien, allerdings ist auch hier eine gute Reproduzierbarkeit gegeben. Die lokalen Minima im Kurvenverlauf sind ein Indiz für die Kristallisation. Dazu betrachten wir die Versuchsreihe PA6-CF-3mm-5-h, wobei ein lokales Minimum im zeitlichen Verlauf der Standardabweichung nach 50 s erreicht wird. Vergleicht man die Ergebnisse einer Abkühlkurve (Zeit-Temperatur-Diagramm) desselben Versuchs (Abbildung 4.26(a)), so kann auch hier der Kristallisationsbeginn zu diesem Zeitpunkt bestätigt werden. Analog zur Darstellung der bisherigen Ergebnisse sind die IR-Messungen in Abbildung 4.26(b), im Vergleich zur Laminatkerntemperatur dargestellt. Das Temperaturprofil über die Laminatdicke für die Versuchsreihe PA6-CF-3mm-5-h ist in Abbildung 4.27 gezeigt. Über quadratische Regressionskurven lässt sich auch hier die Temperaturverteilung beschreiben.



(a) PA-CF-1mm



(b) PA-CF-2mm



(c) PA-CF-3mm

Abbildung 4.25: Gemittelte Standardabweichung der Versuche mit PA-CF [A2]

4. Ergebnisdiskussion

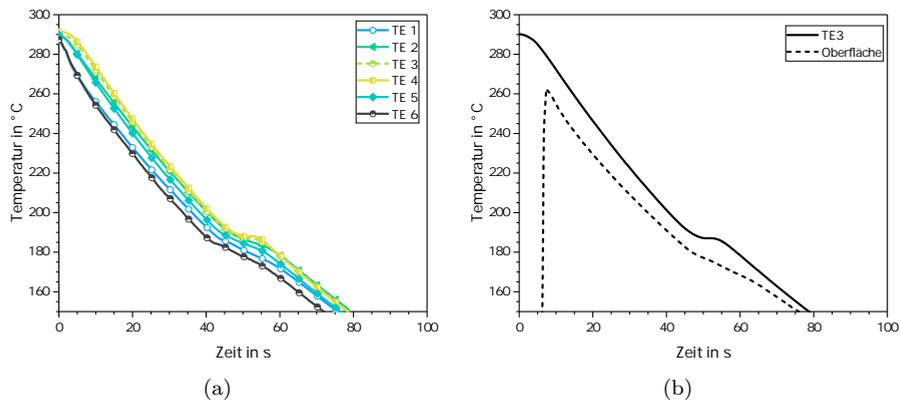


Abbildung 4.26: Gemessene Abkühlkurven der Thermoelemente TE1 bis TE6 aus einer repräsentativen Einzelmessung der Versuchsreihe PA6-CF-3mm-5-h (a); Vergleich der Kerntemperatur und der mittels Infrarotkamera gemessenen Oberflächen-temperatur (Mittelwerte) innerhalb der Versuchsreihe PA6-CF-3mm-5-h (b)

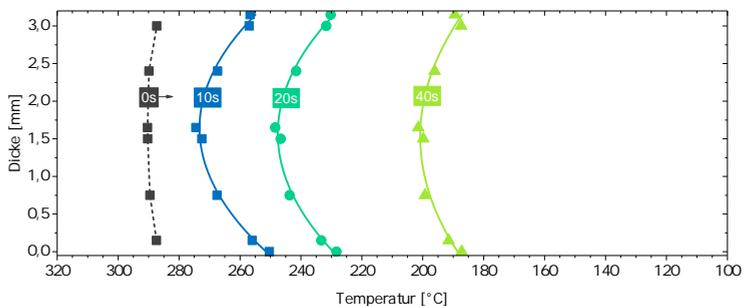


Abbildung 4.27: Gemessene Temperaturverläufe entlang der Laminatdicke aus einer repräsentativen Einzelmessung der Versuchsreihe PA6-CF-3mm-5-h

Oberflächentemperatur

In vorherigem Abschnitt wurde das Abkühlverhalten in der Plattenmitte untersucht. Es ist zu erwarten, dass sich Randeffekte und Strömungseinflüsse insbesondere auf die Oberflächentemperatur auswirken. Folglich wird in diesem Abschnitt der Einfluss der Strömungsgeschwindigkeit und der Transferausrichtung auf die Oberflächentemperatur der Lamine betrachtet. Dazu wird die Oberflächentemperatur mittels Infrarotkameras aufgezeichnet. Die Ergebnisse werden im Folgenden am Beispiel von PP-GF-Laminaten vorgestellt. Für eine bessere Vergleichbarkeit der Ergebnisse wird die Temperaturskala normiert. Als Kriterium für die Normierung wird eine für den Herstellungsprozess (Umformung) kritische Temperatur (Prozessgrenze) gesucht. Es ist bekannt, dass die Prozessgrenze mit der Kristallisationstemperatur T_C korreliert. Unter der Annahme, dass für eine defektfreie Umformung die Matrix im schmelzflüssigen Zustand vorliegen muss, kann damit der Wert T/T_C als Prozessgrenze für den Umformprozess betrachtet und diese wie folgt definiert werden:

$$\frac{T}{T_c} = 1. \quad (4.4)$$

Für den Fall $T/T_C > 1$ ist das Material im schmelzflüssigen Zustand. Für den Fall $T/T_C < 1$ hat die Kristallisation des Materials begonnen und es kann keine defektfreie Umformung gewährleistet werden. Der Einfachheit halber wird bei der Normierung die nicht-isotherme Kristallisation vernachlässigt und ein konstanter Wert von $T_C = 128^\circ\text{C}$ für die Kristallisationstemperatur der Polypropylenmatrix gewählt. Dieser Wert wurde anhand der Versuche mit den geringsten Abkühlraten ermittelt. Dies ist in diesem Fall die Kerntemperatur der Versuchsreihe mit PP-GF-3mm und freier Konvektion (vgl. Abbildung 4.17(a)). In einem realen Verarbeitungsprozess sind deutlich höhere Abkühlraten zu erwarten, weshalb die hier gewählte Prozessgrenze den sogenannten worst-case darstellt (bei höheren Abkühlraten verschiebt sich die Kristallisation zu geringeren Temperaturen).

Zum besseren Verständnis wird zunächst die Temperaturverteilung bei freier Konvektion und horizontaler Ausrichtung in Abbildung 4.28 betrachtet. Dargestellt ist die Temperaturverteilung auf der Laminatoberfläche nach 10 s (Abb. 4.28(a)), 50 s (Abb. 4.28(b)) und 300 s (Abb. 4.28(c)). Wie zu erkennen ist, stellt sich insbesondere zu den ersten beiden Zeitpunkten eine sehr homogene Temperaturverteilung ein. Am Laminatrand ist eine schnellere Abkühlung zu beobachten. Diese Randeffekte sind jedoch bei praxisrelevanten Transferzeiten (i.d.R. < 20 s) nicht signifikant. Auch nach 300 s haben die Randeffekte keinen signifikanten Einfluss auf die Temperatur an den Positionen, an denen die Thermoelemente eingebracht sind. Die Temperaturverteilung zeigt nach langen Zeiten eine leichte Asymmetrie. Diese kann auf den Quetschfluss bei der Plattenherstellung zurückgeführt werden. Ursache dafür ist, dass das Konsolidierungswerkzeug mit einer Öffnung am rechten Plattenrand ausgeführt ist, damit die Thermoele-

4. Ergebnisdiskussion

mentleitungen unbeschadet herausgeführt werden können. Dadurch lässt sich bei der Konsolidierung nicht vermeiden, dass etwas Matrixmaterial in diese Öffnung gepresst wird. Die Prüfkörpergeometrie ist durch den Quetschfluss nicht exakt symmetrisch, was sich letztendlich in der Temperaturverteilung widerspiegelt. Die Temperaturverteilung auf der Laminatoberfläche bei vertikaler Ausrichtung

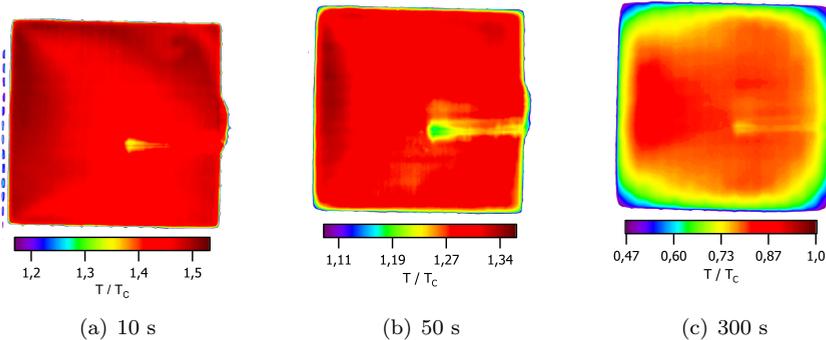


Abbildung 4.28: Temperaturverteilung auf der Laminatoberfläche bei freier Konvektion und horizontaler Laminatausrichtung. IR-Messungen an einem Laminat aus PP-GF-3mm zu den Zeitpunkten 10 s, 50 s und 300 s nach Entnahme aus dem Umluftofen

und freier Konvektion ist in Abbildung 4.29 dargestellt. Hier zeigt sich zunächst ebenfalls eine recht homogene Temperaturverteilung (vgl. 4.29(a)). Mit steigender Versuchsdauer erhöht sich auch in diesem Fall der Einfluss der Randeffekte, welche die Folge von thermischen Konvektionsströmungen sind (Abb. 4.29(b)).

Im Gegensatz zu vorherigen Ergebnissen wird bei Betrachtung der erzwungenen Konvektion eine inhomogene Temperaturverteilung zu Beginn der Versuchsdurchführung beobachtet. Bereits nach 10 s stellt sich am Beispiel eines horizontalen, mit 5 m/s überströmten, PP-GF-3mm-Laminats die in Abbildung 4.30(a) dargestellte inhomogene Temperaturverteilung ein. In diesem Fall wird die Platte von der linken Seite aus überströmt. Bei Betrachtung des Temperaturverlaufs entlang der Platte, wird an der Stelle des Strömungseintritts ein Bereich mit erhöhter Temperatur beobachtet. Im weiteren Verlauf sinkt die Temperatur auf ein lokales Minimum und steigt bis zum Plattenende wieder an. Dieser charakteristische Temperaturverlauf bleibt auch im weiteren Versuchsverlauf erhalten (vgl. Abbildung 4.30).

Zur Erklärung des Temperaturpeaks am Plattenanfang muss die Grenzschichtströmung betrachtet werden. Bei einer ideal dünnen Platte bildet sich direkt beim

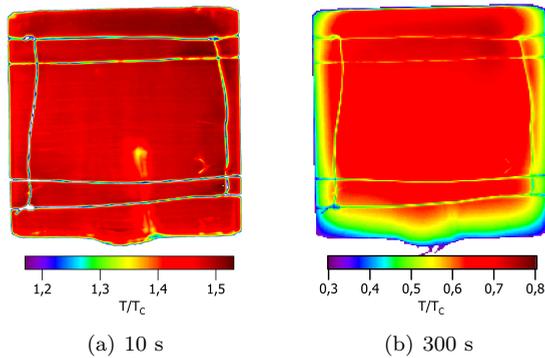


Abbildung 4.29: Temperaturverteilung auf der Laminatoberfläche bei freier Konvektion und vertikaler Laminatausrichtung. IR-Messungen an einem Laminat aus PP-GF-3mm zum Zeitpunkt 10 s und 300 s nach Entnahme aus dem Umluftofen

Auftreffen der Strömung auf die Plattenkante eine laminare Strömung aus. Trifft die Strömung jedoch auf eine Platte mit endlicher Dicke, so kann es durch das Auftreffen der Strömung auf den Plattenrand zu Turbulenzen kommen. Die Strömung wird durch das Hindernis abgelöst und es kommt zu sogenannten Rezirkulationszonen (Turbulenzen) [139]. Innerhalb dieser turbulenten Grenzschicht wird der Wärmetransport über die Laminatoberfläche verringert. Dieser Effekt wird auch forward facing step bezeichnet [139] und ist in Abbildung 4.31 dargestellt.

4. Ergebnisdiskussion

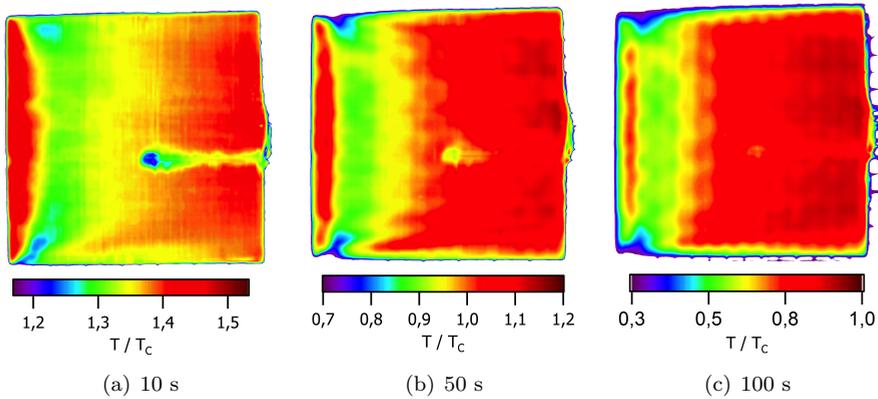


Abbildung 4.30: Temperaturverteilung auf der Laminatoberfläche bei erzwungener Konvektion (Strömungsgeschwindigkeit 5 ms) und horizontaler Laminatausrichtung. IR-Messungen an einem Laminat aus PP-GF-3mm zu den Zeitpunkten 10 s, 50 s und 100 s nach Entnahme aus dem Umluftofen

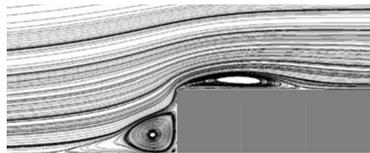


Abbildung 4.31: Streichlinien bei einem forward facing step [139]

Vergleich der Materialsysteme und Ergebnisdiskussion

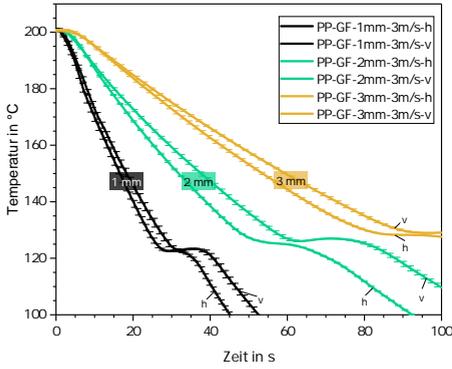
Im vorherigen Abschnitt wurde jedes Materialsystem einzeln betrachtet und aufgrund des umfangreichen Versuchsprogramms nur ausgewählte Versuchskurven dargestellt. Mit dem Ziel allgemeingültige Zusammenhänge zu erkennen, bzw. werkstoffspezifische Einflüsse zu diskutieren, werden im Folgenden die Ergebnisse der unterschiedlichen Materialien miteinander verglichen. Dazu wird jeweils der Mittelwert aller TE3-Messungen (Kerntemperatur) einer Versuchsreihe gebildet und in Abbildung 4.32 als Zeit-Temperatur-Diagramm dargestellt. Anhand der Abkühlkurven können nun die Einflüsse von Material, Transfergeschwindigkeit, Laminatdicke und Laminatausrichtung diskutiert werden. Die Laminatausrichtung wird in den Temperaturkurven durch ein h für eine horizontale Ausrichtung und ein v für vertikale Ausrichtung gekennzeichnet. In den Diagrammen 4.32(a) und 4.32(b) sind die Abkühlkurven der PP-GF-

Laminat zu sehen. Wie zu erwarten war, steigen die Abkühlraten mit sinkender Laminatdicke an. Auch bei den Versuchen mit PA6-GF (vgl. Abbildung 4.32(c), 4.32(d)) und PA6-CF (vgl. Abbildung 4.32(e) und 4.32(f)) werden die höchsten Abkühlraten bei 1 mm dünnen Laminaten und horizontaler Ausrichtung beobachtet. Hinsichtlich der Abkühlung ist somit ein Transferprozess mit dünnen Laminaten und horizontaler Ausrichtung besonders kritisch. Ein vertikaler Transfer führt stets zu einer langsameren Abkühlung. Die unterschiedlichen Abkühlraten wirken sich auf das Kristallisationsverhalten aus. Dieser Einfluss ist in den Ergebnissen gut zu erkennen und wird im Folgenden anhand der PP-GF-Versuche genauer betrachtet. Dazu werden die Kristallisationsplateaus ausgewertet. Aufgrund des nicht-isothermen Kristallisationsverhaltens der Werkstoffe verschieben sich die Plateaus mit steigenden Abkühlraten hin zu geringeren Temperaturen. Dieser Zusammenhang wird in Abbildung 4.33 aufgezeigt, in dem die Rekristallisationstemperaturen der Windkanalversuche über die entsprechende Abkühlrate aufgetragen sind. Zur Erstellung einer nicht-linearen Regressionsfunktion wird der Levenberg-Marquard Algorithmus [140] verwendet. Die resultierende, exponentielle Näherungsfunktion ergibt mit den Koeffizienten $a_0 = 120,44$; $a_1 = 7,65$; $x_0 = 1,03$; $t_1 = 1,633$ zu

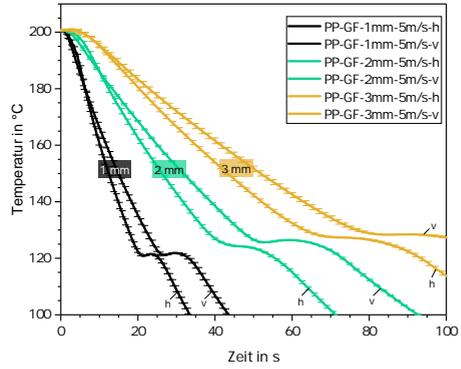
$$f_R = a_0 + a_1 e^{\frac{-(x-x_1)}{t_1}} \quad (4.5)$$

und ist ebenfalls in Abbildung 4.33 eingezeichnet. Ein Vergleich zwischen Messung und Regression zeigt eine gute Übereinstimmung. Dies gilt jedoch nur für die betrachteten Abkühlraten ($< 5 \text{ K/s}$). Der mehrdimensionalen Parameterraum, bestehend aus der Korrelation zwischen Abkühlrate, Transfargeschwindigkeit, Laminatausrichtung und Laminatdicke, kann in einem Diagramm zusammengefasst werden. Dazu wird je Versuchsreihe die Abkühlrate innerhalb der ersten 8 s berechnet und diese in ein Balkendiagramm (siehe Abbildung 4.34) eingetragen. Vergleicht man darin die Abkühlraten so fällt auf, dass diese bei PA6-GF leicht höher sind bei PA6-CF. Aufgrund der höheren Wärmeleitfähigkeit der Kohlenstofffaser mag dies im ersten Moment verwunderlich sein. Der Grund liegt allerdings in der Temperaturleitfähigkeit, die für instationäre Wärmeleitungsprobleme ausschlaggebend ist. Die höchste Abkühlrate während der Transferversuche beträgt $7,6 \text{ K/s}$ und wird bei der Versuchsreihe PA6-GF-1mm-5-h gemessen. Die geringste Abkühlrate mit 1 K/s wird bei PP-GF-3mm-3-h beobachtet. Damit bewegen sich die Abkühlraten im Bereich der Standard-DSC-Untersuchungen (vgl. Kapitel 4.2.1).

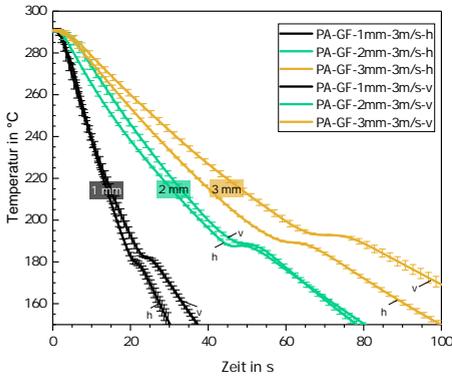
4. Ergebnisdiskussion



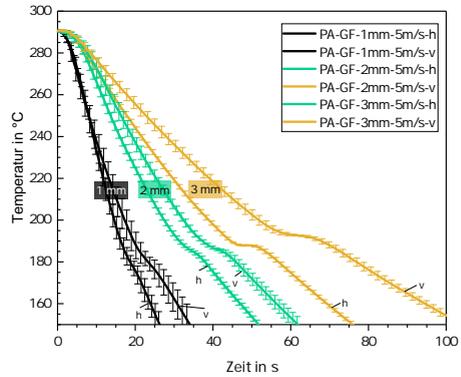
(a) PP-GF 3 m/s



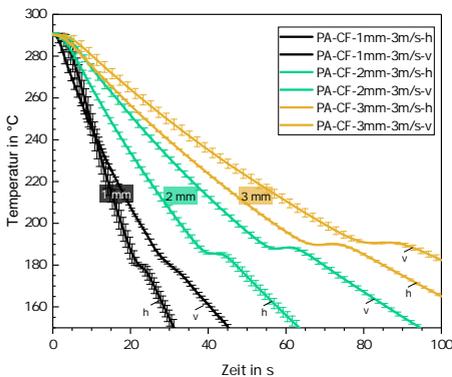
(b) PP-GF 5 m/s



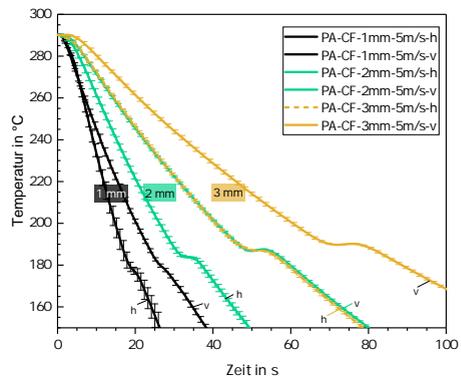
(c) PA6-GF 3 m/s



(d) PA6-GF 5 m/s



(e) PA6-CF 3 m/s



(f) PA6-CF 5 m/s

Abbildung 4.32: Zusammenfassung der Windkanal-Ergebnisse. Gemittelte Abkühlkurven im Laminatkern abhängig von Material, Transfargeschwindigkeit, Laminatausrichtung und Laminatdicke

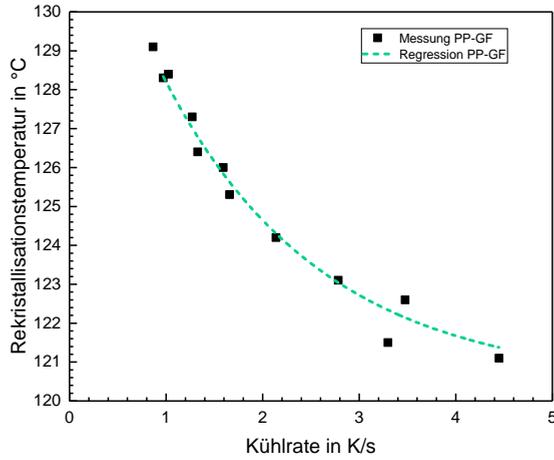


Abbildung 4.33: Einfluss von Abkühlrate auf die Rekristallisationstemperatur, als Folge der nicht-isothermen Kristallisationskinetik von PP-GF – Messpunkte inklusive Regressionskurve

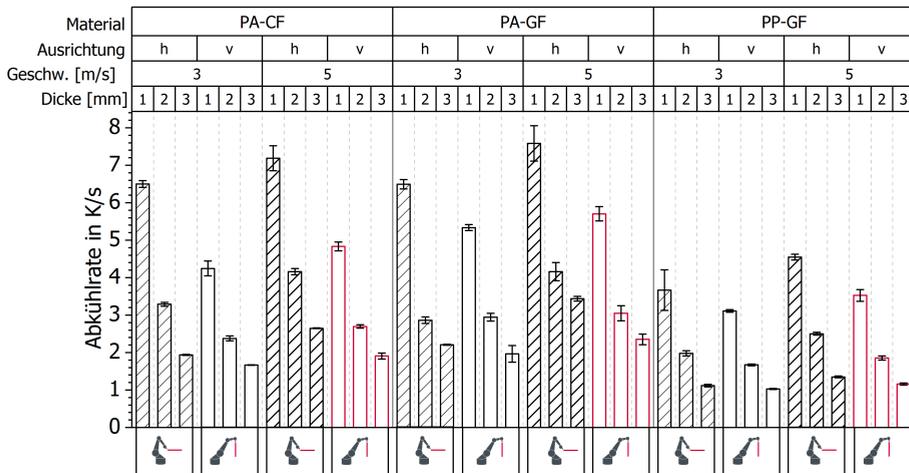


Abbildung 4.34: Zusammenfassung der Ergebnisse (Abkühlraten) aus den Windkanalversuche

4. Ergebnisdiskussion

Simulation und Validierung

Die in Kapitel 3.5 eingeführten Simulationsmodelle sollen in diesem Abschnitt verwendet werden, um das Abkühlverhalten der unterschiedlichen Werkstoffe zu berechnen. Aufgrund der geringen Streuung eignen sich dazu die Mittelkurven der TE3 Messungen (siehe Abbildung 4.32). Wie bereits in Kapitel 3.5 ausgeführt, wird zur Simulation an den Außenknoten des Laminats eine konvektive Randbedingung definiert:

$$\frac{\partial T}{\partial z} = \frac{(T - T_u)}{k_z/h_{konv}}. \quad (4.6)$$

Der konvektive Wärmeübergangskoeffizient h_{konv} ist zunächst unbekannt. Dieser ist u.a. von der Transfergeschwindigkeit abhängig und wird durch ein iteratives Fitting, auf Basis der Versuchsergebnisse, ermittelt. Die Kurven werden oberhalb der Rekristallisationstemperatur betrachtet, um Überlagerungseffekte, die von der Kristallisationswärme kommen, zu vermeiden. Dies bedeutet bei einer Dicke von 3 mm eine Transferzeit von ungefähr 80 s und bei einer Dicke von 1 mm eine Transferzeit von ca. 20 s. Noch längere Transferzeiten haben vor dem Hintergrund einer wirtschaftlichen Prozessführung für die Praxis wenig Relevanz. Abbildung 4.35 zeigt einen Vergleich der Simulationsergebnisse mit den Messdaten aus den Windkanalversuchen mit PP-GF-Laminaten. In Abbildung 4.35(a) sind die Ergebnisse für eine Transfergeschwindigkeit von 3 m/s und horizontaler Ausrichtung dargestellt. Daraus ist ersichtlich, dass sowohl die 1D- als auch die 3D-Simulationen für alle betrachteten Laminatdicken sehr gut mit den Messergebnissen übereinstimmen. Eine solch hohe Prognosegüte lässt sich auch in den Ergebnissen mit vertikaler Ausrichtung (Abbildung 4.35(b)) beobachten. Dieselbe Ergebnisqualität bestätigt sich bei einer Erhöhung der Strömungsgeschwindigkeit auf 5 m/s, sowohl bei horizontaler, als auch bei vertikaler Transferbewegung (siehe Abbildung 4.35(c) und 4.35(d)). Die Ergebnisse für PA6-GF und PA6-CF sind in Anhang B aufgeführt und zeigen ebenfalls eine gute Übereinstimmung zwischen Messung und Simulation.

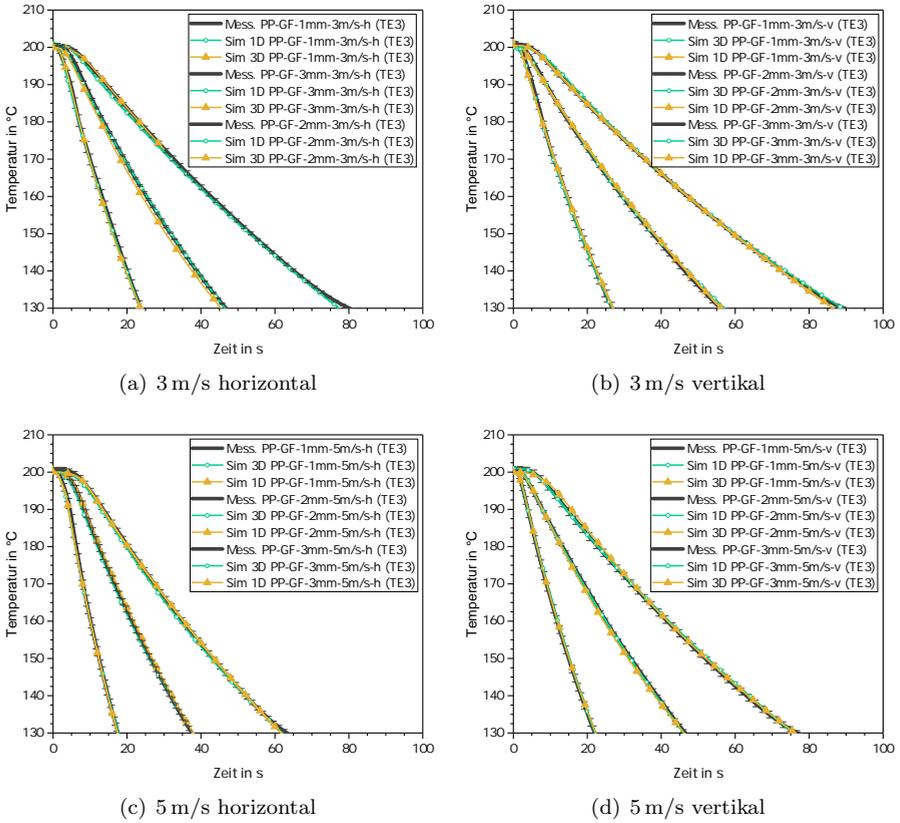


Abbildung 4.35: Vergleich von Messung und Simulation des Temperatur-Zeit-Verlaufs aus den Abkühlversuchen im Windkanal am Beispiel von PP-GF-Laminaten

4.3.3. Umformen

Experimentelle Ergebnisse

In diesem Abschnitt wird das Abkühlverhalten der Tapegelege unter den Randbedingungen des Umformprozesses untersucht. Dazu werden Laminat erwärmt und im schmelzflüssigen Zustand in eine Abkühlvorrichtung gebracht. Der entsprechende Versuchsaufbau wurde in Kapitel 3.3.4 bereits vorgestellt und die verwendeten Versuchsparameter sind in Tabelle 4.5 aufgelistet. Es werden je Werkstoff drei Laminatdicken untersucht. Wie bereits im Abschnitt 3.3.4 erläutert, werden zwei Fälle des Werkzeugkontakts unterschieden, die zur Betrachtung des thermischen Verhaltens im Umformprozess relevant sind. Bei der Untersuchung des einseitigen Werkzeugkontakts steht das Laminat nur auf einer Oberfläche in direktem Kontakt mit dem Werkzeug. Dabei wird die Wärme durch Wärmeleitung zwischen dem schmelzflüssigen Laminat und dem Stahlwerkzeug übertragen. Auf den restlichen Laminatoberflächen findet eine Abkühlung durch Konvektion und Wärmestrahlung statt. Neben dem einseitigen Werkzeugkontakt wird auch der beidseitige Werkzeugkontakt untersucht. Laminat und Umformwerkzeug befinden sich dabei sowohl auf der Oberseite, als auch auf der Unterseite in Kontakt. Die Abkühlung erfolgt durch Wärmeleitung vom Laminat in das Werkzeug. Im Folgenden werden zunächst die experimentellen Ergebnisse vorgestellt. Im Anschluss werden Simulationsergebnisse diskutiert und ein Vergleich zwischen Berechnung und Experiment durchgeführt.

Tabelle 4.5.: Versuchsplanung Abkühlversuche mit Werkzeugkontakt

| Material | Heiztemp. [°C] | Laminatdicke [mm] | Wkz.-Temp. [°C] | Wkz.-Kontakt |
|----------|----------------|-------------------|-----------------|---------------|
| PP-GF | 200 | 1; 2; 3 | 40 | eins.; beids. |
| PP-GF | 200 | 1; 2; 3 | 40 | eins.; beids. |
| PA6-GF | 290 | 1; 2; 3 | 80 | eins.; beids. |
| PA6-GF | 290 | 1; 2; 3 | 80 | eins.; beids. |
| PA6-CF | 290 | 1; 2; 3 | 80 | eins.; beids. |
| PA6-CF | 290 | 1; 2; 3 | 80 | eins.; beids. |

Einseitiger Werkzeugkontakt:

Der Versuchsaufbau für die Untersuchung des einseitigen Kontakts ist in Abschnitt 3.3.4 im Detail erläutert. Dabei werden die Laminat in einem Umluftofen erwärmt, anschließend auf einem temperierten Werkzeug abgelegt, und das

Abkühlverhalten mittels Temperatursensoren gemessen. Ein entsprechendes Ergebnis der Temperaturmessung ist in Abbildung 4.36 dargestellt. Dabei sind die Temperaturkurven aus fünf Einzelversuchen einer PA6-GF-Versuchsreihe ersichtlich. Anhand dieser Ergebnisse wird deutlich, dass die Versuche eine vergleichsweise hohe Streuung aufweisen. Die Gründe hierfür sind im Ablageprozess der Tapegelege zu finden und werden im Folgenden diskutiert. Durch das Ablegen der biegeschlaffen und schmelzflüssigen Laminats auf dem Werkzeug kann nicht an jeder Stelle ein idealer Kontakt gewährleistet werden. Die höchsten Abkühlraten werden in Bereichen beobachtet, an denen das Tape ideal (flach und ohne Lufteinschlüsse) auf dem Werkzeug aufliegt (Bereich (2) in Abbildung 4.36). Häufig können beim Ablegen der biegeschlaffen Laminats allerdings kleine Lufteinschlüsse zwischen Laminat und Werkzeug beobachtet werden. Dies kann sowohl auf Mikroebene, durch einzelne Luftblasen oder auch auf Makroebene durch eine Wölbung (Beule) des Laminats stattfinden. Diese beiden Effekte sorgen dafür, dass auf der einen Seite sehr hohe Abkühlraten beobachtet werden, wenn an der Messstelle und der direkten Umgebung ideale Kontaktbedingungen vorherrschen. Auf der anderen Seite wird die Abkühlung deutlich verlangsamt, sofern sich Luft in der Grenzfläche zwischen Laminat und Werkzeug befindet. Diese hat dort eine isolierende Wirkung. Im Laminat vorliegenden Beulen treten

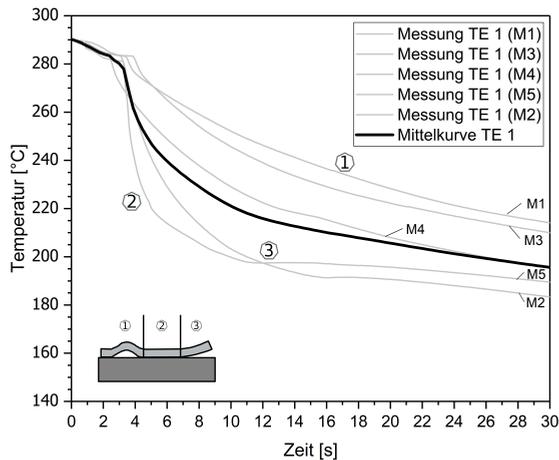


Abbildung 4.36: Verlauf der Laminatkerntemperatur bei einseitiger Werkzeugablage; dargestellt sind fünf Einzelversuche. Die Streuung kann durch die folgenden Effekte erklärt werden: Beulen des Laminats bei der Ablage (1), idealer Kontakt (2) und Verzug (3)

nicht nur im Versuchsstand auf, sondern sind bei Umformprozessen ein bekannt-

4. Ergebnisdiskussion

tes Phänomen. Im weiteren Verlauf der Umformung können Beulen geglättet werden oder zur Faltenbildung (out-of plane) führen (siehe Abbildung 4.37). Die Faltenbildung ist ein für die Umformung kritisches Phänomen und kann u.a. in Faserbrüchen resultieren und damit die Bauteileigenschaften erheblich reduzieren [28]. Betrachtet man die gemessenen Abkühlkurven in Abbildung 4.36 genauer, so fällt bei einigen Kurven ein abrupter Knick im Temperaturverlauf auf (siehe Markierung (3)). Dies spricht für eine signifikante Änderung der thermischen Randbedingung spricht. Während der Versuchsdurchführung kann beobachtet werden, dass sich die Prüfkörper, infolge der Abkühlung und des dabei entstehenden Verzugs, zunächst an den Randbereichen vom Werkzeug ablösen. Im weiteren Verlauf beginnt die gesamte Laminatplatte sich nach oben zu wölben. Der Verzug und die damit verbundene Ablösung vom Werkzeug sorgt dafür, dass keine direkte Wärmeleitung zwischen Werkzeug und Laminat in diesen Bereichen stattfinden kann und die Abkühlung somit verlangsamt wird. Dieser Effekt tritt jedoch erst auf, wenn das Material zu kristallisieren beginnt. Sofern die Ergebnisse ausschließlich im schmelzflüssigen Zustand ausgewertet werden, kann folglich der Einfluss des Verzugs bei der Versuchsauswertung und der Validierung der Simulationsmodelle vernachlässigt werden. Die Validierung der Simulation erfolgt wiederum mit den Temperaturkurven

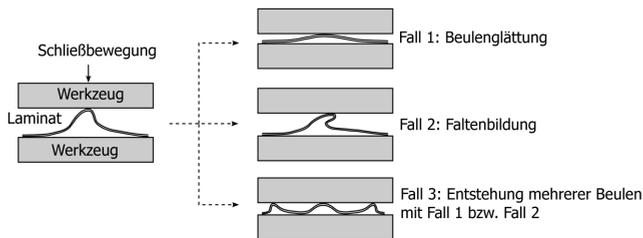


Abbildung 4.37: Laminatdeformationen und out-of-plane Faltenbildung bei der Umformung von Gelelaminaten nach [40]

der Kerntemperatur. Diese sind für den Fall der einseitigen Werkzeugablage in Abbildung 4.38 dargestellt. Es ist zunächst eine vergleichsweise hohe Streuung zu beobachten. Tendenziell ist die Standardabweichung bei dünnen Laminaten größer. Insbesondere die Versuchsreihe PA6-GF-1mm weist eine große Streuung auf. Im Vergleich dazu ist die Standardabweichung der PP-GF-Versuche sehr gering. Bei der Versuchsdurchführung zeigt sich, dass die Werkstoffe mit PA6-Matrix mehr zur Blasenbildung neigen und es bei der Ablage verstärkt zu Beulen im Laminat kommen kann. Des Weiteren wird aus den Diagrammen ersichtlich, dass bei PA6-CF-Laminaten höhere Abkühlraten gemessen werden als bei PA6-GF-Laminaten. Eine Erklärung liefert die hohe Wärmeleitfähigkeit

der Kohlenstofffaser. Die bereits beschriebenen wärmeisolierenden Effekte (Luft in der Grenzschicht zwischen Laminat und Werkzeug) werden durch die hohe Wärmeleitfähigkeit in Faserrichtung abgeschwächt. Im Vergleich zur Abkühlung im Transferprozess sind die Abkühlraten bei einseitigem Werkzeugkontakt wesentlich größer. Am Beispiel von PP-GF-3mm ist die Abkühlrate bei einseitigem Kontakt um den Faktor 2,5 größer als bei den Transferversuchen von PP-GF-3mm mit einer Strömungsgeschwindigkeit von 3 m/s und vertikaler Ausrichtung.

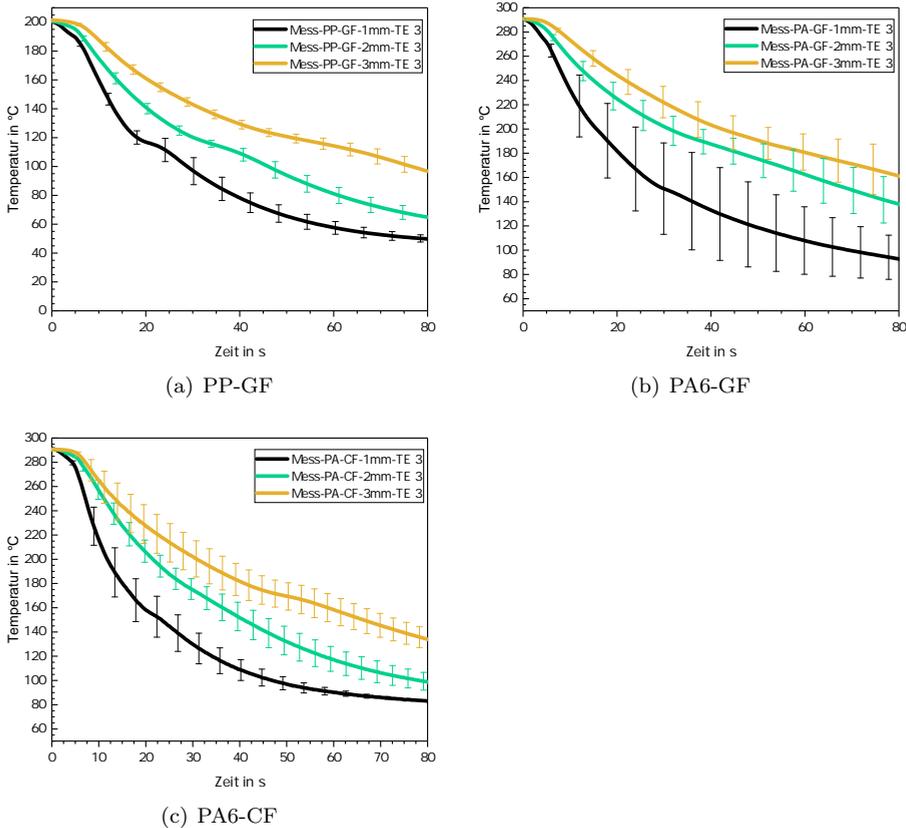


Abbildung 4.38: Gemessene Abkühlkurven im Laminatkern (Mittelwert) bei einseitigem Werkzeugkontakt

Beidseitiger Werkzeugkontakt:

Im Folgenden werden die Messergebnisse der Untersuchungen mit beidseitigem

4. Ergebnisdiskussion

Werkzeugkontakt vorgestellt. Nach der Aufheizung werden die Lamine aus dem Umluftofen entnommen und in der Versuchsvorrichtung positioniert. Dabei wird das Laminat durch den Spannrahmen gehalten und die Abkühlung erfolgt zunächst durch freie Konvektion. Beim Schließen der Presse kommen schließlich obere und untere Werkzeugkavität gleichzeitig in Kontakt mit dem Laminat. Die Abkühlung wird dabei durch Wärmeleitung zwischen dem vergleichsweise kalten Stahlwerkzeug und dem schmelzflüssigen Tapegelege dominiert. Generell ist ein Druckeinfluss auf diese Form der Wärmeübertragung bekannt: Bei einigen Materialpaarungen erhöht sich, mit steigendem Anpressdruck, auch die Kontaktfläche in der Grenzfläche (auf Mikroebene), wodurch die Wärmeübertragung verbessert wird. Um den Einfluss des Pressdrucks auf die Untersuchungen der Tapegelege bewerten zu können, wird ein Vorversuch mit 2 mm dicken PP-GF-Laminaten durchgeführt. Der Anpressdruck wird dabei auf vier Stufen variiert (0,6 bar; 3,1 bar; 6,3 bar; 12,5 bar) und die Abkühlkurven im Laminatkern gemessen. Die Ergebnisse (siehe Abbildung 4.39) zeigen für diesen Fall keinen signifikanten Einfluss des Drucks auf das Abkühlverhalten. Es ist davon auszugehen, dass bereits ein geringer Druck ausreicht um einen nahezu idealen Kontakt zwischen der polymeren Randschicht des Laminats und dem Werkzeug zu erzielen. Dies wird ermöglicht, da das Laminat im schmelzflüssigen Zustand auf das Werkzeug gepresst wird. Die Matrix kann somit auch in die Mikro-Rauigkeiten der Werkzeugoberfläche (vgl. Abbildung 2.10) fließen.

Im Rahmen der Arbeit wird daher von druckunabhängigen Wärmeübergangskoeffizienten ausgegangen. Die nun folgenden Abkühlversuche werden alle unter einem konstanten Anpressdruck durchgeführt. Die Ergebnisse der Versuche mit

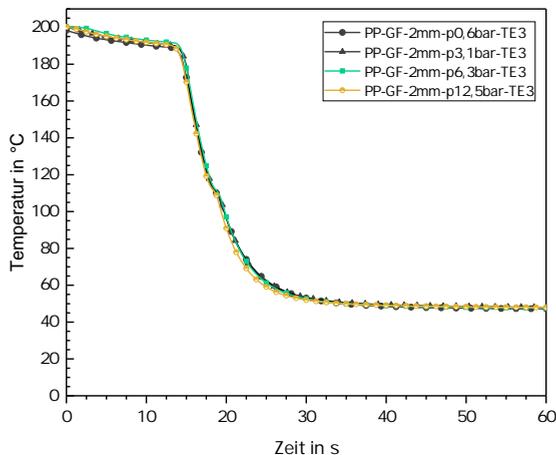


Abbildung 4.39: Einfluss von Anpressdruck auf die Abkühlung bei beidseitigem Werkzeugkontakt anhand PP-GF-2mm

beidseitigem Werkzeugkontakt sind in Abbildung 4.40 anhand der Laminatkern-temperaturen aufgeführt. Im Vergleich zur vorherigen Versuchsreihe (einseitiger Werkzeugkontakt) sind die Standardabweichungen deutlich geringer. Dies liegt hauptsächlich daran, dass die zuvor beschriebenen Störeffekte (u.a. Lufteinschlüsse) durch den Anpressdruck reduziert werden. Bei der Betrachtung der Ergebnisse von PP-GF (Abbildung 4.40(a)) kann eine erneute Steigerung der Abkühlraten, im Vergleich zum einseitigem Kontakt, beobachtet werden. Das Kristallisationsplateau ist bei 3 mm und 2 mm dicken Laminaten noch gut zu erkennen und liegt bei ca. 118 °C bzw. 109 °C. Bei einer Laminatdicke von 1 mm ist dieses kaum noch erkennbar. Vergleicht man die Abkühlraten am Beispiel von PP-GF-3mm mit denen einer Transferbewegung (vertikal; Strömungsgeschwindigkeit 3 m/s) so sind diese im Kern um das Zehnfache größer.

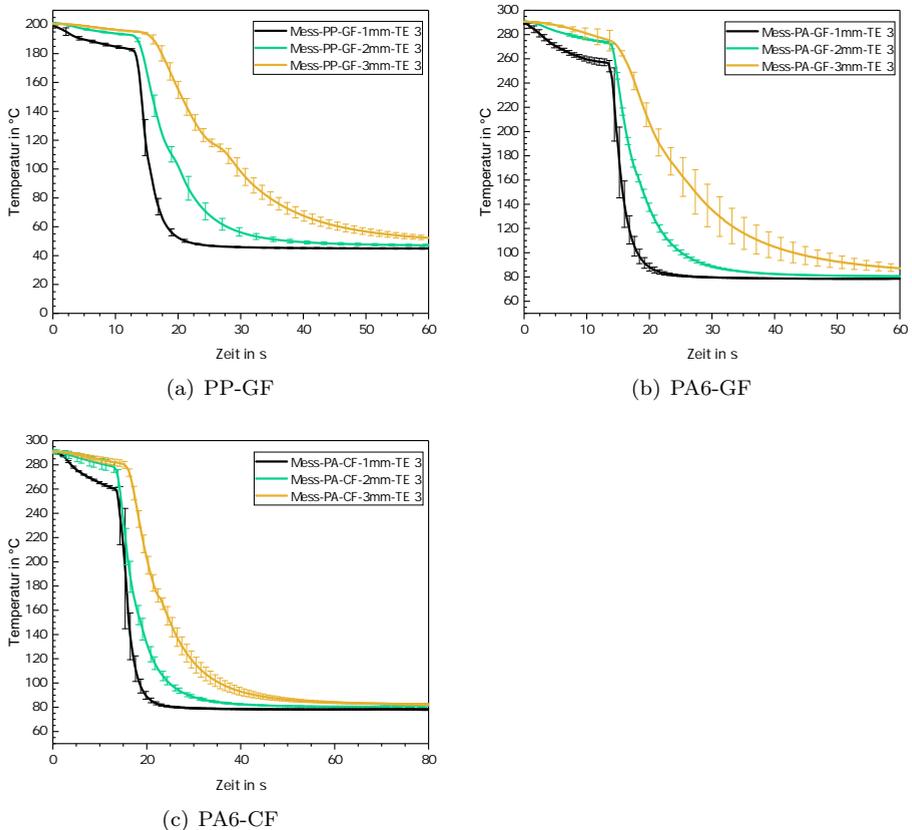


Abbildung 4.40: Gemessene Abkühlkurven im Laminatkern (Mittelwert) bei beidseitigem Werkzeugkontakt

4. Ergebnisdiskussion

Simulation und Validierung

Ziel dieses Kapitels ist es die Simulationsmodelle anhand der Messergebnisse bei einseitigem und beidseitigen Werkzeugkontakt zu validieren. Dazu wird der Kontakt-Wärmeübergangskoeffizient bestimmt und die Temperaturkurven aus Messung und Simulation für die 1D-Modellierung sowie die 3D-Modellierung miteinander verglichen.

Simulation einseitiger Werkzeugkontakt:

Zunächst wird das 1D-Modell (siehe Kapitel 3.5) verwendet, um das Abkühlverhalten bei einseitigem Werkzeugkontakt zu simulieren. In einem ersten Schritt wird die Transferphase durch Anpassung des konvektiven Wärmeübergangskoeffizienten h_{konv} , analog Abschnitt 4.3.2, simuliert. Anschließend wird der Wärmestrom, welcher zwischen Laminat und Werkzeug übertragen wird, gemäß der folgenden Randbedingung berechnet:

$$\frac{\partial T}{\partial z} = \frac{(T - T_{wkz})}{k_z/h_{wkz}} \quad (4.7)$$

Der bislang unbekannte Kontakt-Wärmeübergangskoeffizient h_{wkz} wird anhand der Messergebnisse verifiziert. Abbildung 4.41 zeigt die ermittelten Wärmeübergangskoeffizienten bei einseitiger Ablage. Bei einer Dicke von 1 mm sind die Koeffizienten für PP-GF und PA6-GF nahezu identisch. Dahingegen ist der Wärmeübergangskoeffizient von PA6-CF um das 1,5-fache erhöht. Dies kann, wie bereits in vorherigen Abschnitten diskutiert, mit einer erhöhten Wärmeleitfähigkeit in Faserrichtung bei PA6-CF erklärt werden. Mit steigender Laminatdicke erhöhen sich bei allen Materialien auch die Kontakt-Wärmeübergangskoeffizienten. Ursache hierfür ist ein, durch die Schwerkraft bedingter, höherer Anpressdruck bei dickeren Laminaten. Dieser führt bei der einseitigen Ablage dazu, dass sich weniger Luftpinschlüsse in der Grenzschicht zwischen Laminat und Werkzeug bilden können und somit ein größerer Wärmestrom übertragen wird. Die oben aufgeführten Wärmeübergangskoeffizienten werden nun verwendet um mittels der 1D-Modellierung den zeitlichen Temperaturverlauf der Kerntemperatur zu berechnen. Wie bereits im vorherigen Abschnitt erläutert, kann die Simulation nur zu Beginn der Abkühlung – solange das Material schmelzflüssig ist – mit den Messergebnissen verglichen werden. Die Kristallisation und der darauffolgende Verzug verfälschen die Messergebnisse (vgl. Abschnitt 4.3.3). Daher werden die im Folgenden erläuterten Ergebnisse auf eine Versuchsdauer von 20 s (PP) bzw. 30 s (PA6) beschränkt. Der entsprechende Vergleich aus Simulation und Messung ist für PP-GF in Abbildung 4.42(a) dargestellt. Die hohe Übereinstimmung aus Messung und Simulation zeigt, dass sich das 1D-Modell sehr gut eignet, um das Abkühlverhalten der Werkstoffe bei einseitigem Werkzeugkontakt abzubilden. Dies gilt auch bei der Betrachtung von PA6-GF (siehe

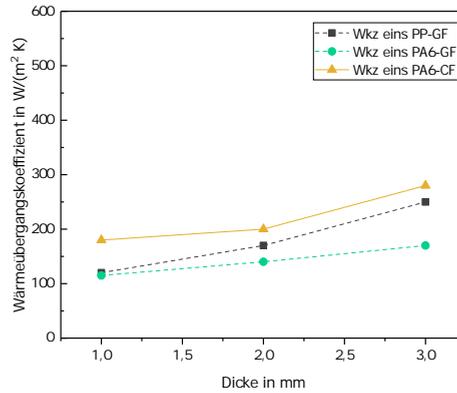


Abbildung 4.41: Wärmeübergangskoeffizienten für einseitigen Werkzeugkontakt

Abbildung 4.42(b)) und PA6-CF (siehe Abbildung 4.42(c)).

Eine vergleichbar gute Übereinstimmung zwischen Messung und Simulation wird auch bei der 3D-Modellierung erzielt. Die Ergebnisse sind für PP-GF in Abbildung 4.42(d), für PA6-GF in Abbildung 4.42(e) und für PA6-CF in Abbildung 4.42(f) dargestellt.

4. Ergebnisdiskussion

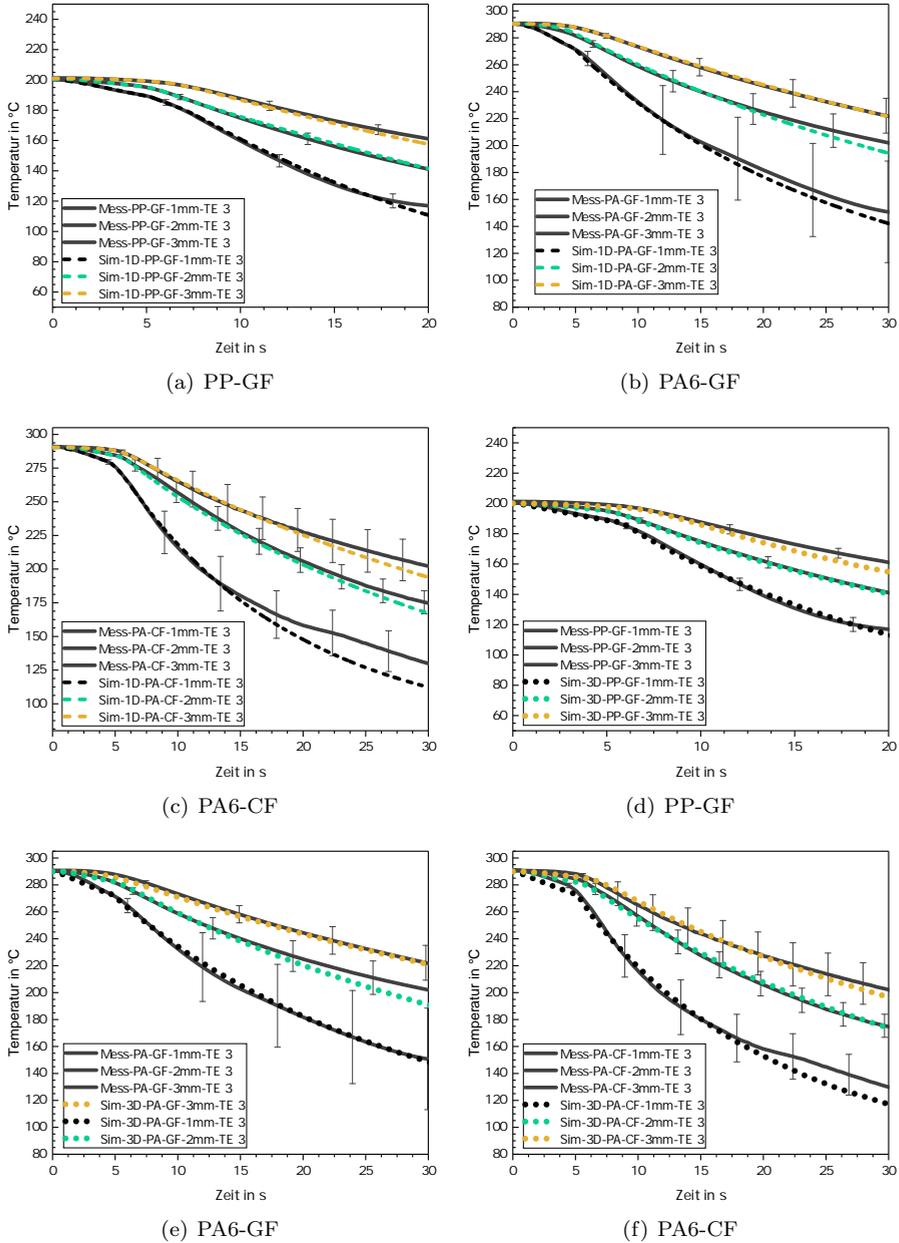


Abbildung 4.42: Vergleich Simulation und Experiment bei einseitigem Werkzeugkontakt (Laminat-Kerntemperatur): Ergebnisse der 1D-Modellierung für PP-GF a), PA6-GF b), PA6-CF c); Ergebnisse der 3D-Modellierung für PP-GF d), PA6-GF e) PA6-CF f)

Simulation beidseitiger Werkzeugkontakt:

Im Folgenden werden die Simulationsergebnisse für den Fall des beidseitigen Werkzeugkontakts vorgestellt. Analog zur Vorgehensweise bei der einseitigen Ablage, wird auch hier der Kontakt-Wärmeübergangskoeffizient h_{wkz} anhand der Messergebnisse ermittelt.

Ein Vergleich zwischen Simulation (1D-Modell) und Messung wird in Abbildung 4.43(a) anhand des zeitlichen Temperaturverlaufs im Laminatkern für PP-GF dargestellt. Das Abkühlverhalten aller betrachteter Laminatdicken kann durch die Simulation gut abgebildet werden. Betrachtet man die Messkurve von PP-GF-3mm genauer, so fällt nach einer Versuchsdauer von ungefähr 25 s eine Plateaubildung auf. Diese markiert den Bereich der Kristallisation. Die Simulation der Kristallisationskinetik wird erst in Abschnitt 4.4 im Rahmen des Gesamtprozesses validiert und ist daher für die Simulation des beidseitigen Werkzeugkontakts nicht berücksichtigt. Dies erklärt die Abweichung zwischen Simulation und Messung im Bereich der Kristallisation. Nachdem die Kristallisation jedoch abgeschlossen ist, treffen die Mess- und Simulationskurven wieder aufeinander. Des Weiteren ist zu beobachten, dass mit Abnahme der Laminatstärke auch die Ausprägung des Kristallisationsplateaus abnimmt. Wohingegen bei einer Laminatdicke von 2 mm die PP-GF-Messkurve noch ein erkennbares Plateau aufweist, ist dieses bei PP-GF-1mm nicht mehr wahrnehmbar. Betrachtet man die Messkurven von PA6-GF in Abbildung 4.43(b) und PA6-CF in Abbildung 4.43(c), so ist darin die Kristallisation kaum erkennbar. Der Vergleich zwischen Simulation und Messung zeigt wiederum eine hohe Übereinstimmung für alle untersuchten Laminatdicken. Das Fazit: Das 1D-Modell eignet sich sehr gut, um das Abkühlverhalten der Werkstoffe im Fall der beidseitigen Ablage abzubilden. Die mit Hilfe des 3D-Modells erzielten Ergebnisse für PP-GF sind in Abbildung 4.43(d) dargestellt. Auch in diesem Fall wird mit der Simulation eine hohe Prognosegüte erzielt. Für die restlichen Materialsysteme bestätigt sich das anhand der Resultate für PA6-GF in Abbildung 4.43(e) und für PA6-CF in Abbildung 4.43(f). Eine Zusammenfassung der ermittelten Wärmeübergangskoeffizienten ist in Abbildung 4.44 dargestellt. Dabei wird der Wärmeübergangskoeffizient h_{wkz} über die Laminatdicke aufgetragen. Im Falle von PP-GF ergibt sich ein annähernd konstanter Wert von ca. $600 \text{ W}/(\text{m}^2 \text{ K})$. Bei Auswertung der PA6-Versuche werden generell höhere Wärmeübergangskoeffizienten beobachtet. Diese variieren allerdings über die Laminatdicke und es lässt sich anhand der durchgeführten Versuche keine einheitliche Tendenz ableiten. Während sich die Werte für h_{wkz} bei PA6-CF mit steigender Laminatdicke erhöhen, kann dies im Falle von PA6-GF nicht bestätigt werden. Die Variation über die Laminatdicke kann folglich auf die Streuung innerhalb der Versuche zurückgeführt werden.

4. Ergebnisdiskussion

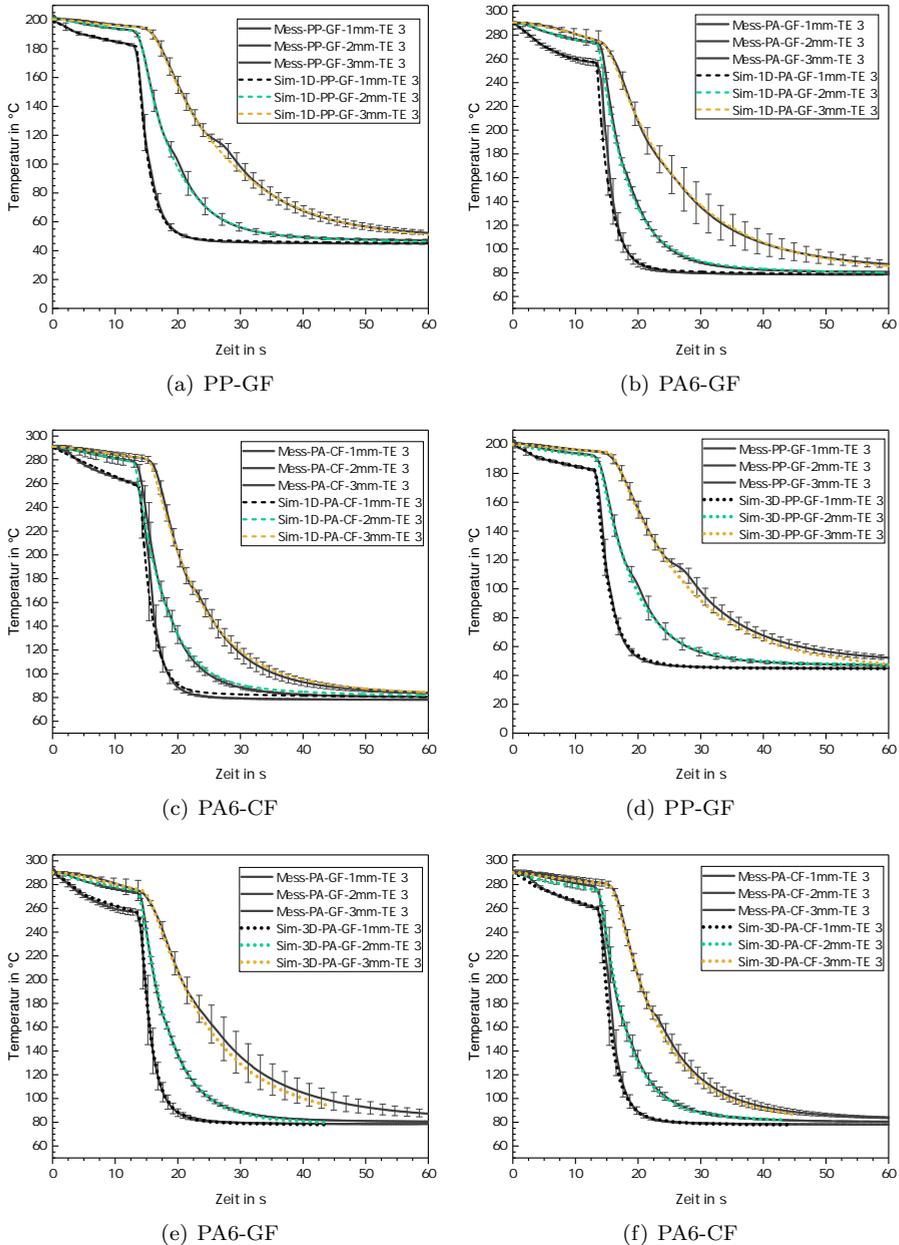


Abbildung 4.43: Vergleich Simulation und Experiment bei beidseitigem Werkzeugkontakt anhand der Laminat-Kerntemperatur: Ergebnisse der 1D-Modellierung für PP-GF a), PA6-GF b), PA6-CF c); Ergebnisse der 3D-Modellierung für PP-GF d), PA6-GF e) PA6-CF f)

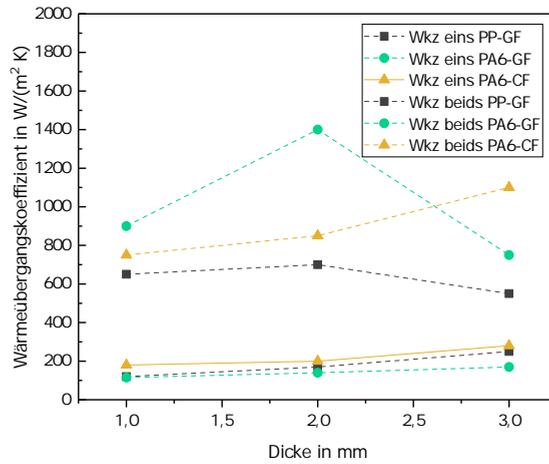


Abbildung 4.44: Wärmeübergangskoeffizienten für beidseitigen Werkzeugkontakt

4. Ergebnisdiskussion

4.3.4. Hinterspritzen

Ziel dieses Kapitels ist es, das thermische Verhalten der Werkstoffe beim Hinterspritzen zu untersuchen. Durch den Wärmeeintrag der Spritzgießmasse werden die Lamine in der Grenzschicht erwärmt. Um diesen Aufheizvorgang zu untersuchen werden zunächst Temperaturmessungen im Rippenbereich der Lamine während des Spritzgießens durchgeführt. Diese Ergebnisse werden im Anschluss zur Validierung der Simulationsmodelle verwendet. Im nächsten Schritt werden Rippen-Prüfkörper bei unterschiedlichen Prozessbedingungen hergestellt. Über eine mechanische Prüfung (Rippenabzug) wird am Ende des Kapitels die Prozessgrenze bezüglich der thermischen Randbedingungen definiert.

Thermisches Verhalten im Rippenbereich

Wie in Kapitel 3.5.1 beschrieben, ist das Abkühlen im Rippenbereich eine Kombination aus freier Konvektion und Wärmeleitung durch Werkzeugkontakt. Die Modellierung des Werkstoffverhalten unter diesen Randbedingungen wurde bereits validiert (siehe Kapitel 4.3.2 und 4.3.3). Mit diesen Erkenntnissen kann das thermische Verhalten im Rippenbereich durch den 3D-Ansatz berechnet werden. Um jedoch auch das entwickelte 1D-Modell im Rippenbereich einsetzen zu können, müssen einige noch unbekannte Modellparameter ermittelt werden. Dazu wird zunächst die Temperaturverteilung in definierten Prozessausführungen mit Hilfe des 3D-Modells berechnet. Abbildung 4.45 zeigt exemplarisch ein solches Ergebnis. Die Temperaturverteilung im Laminat an den Knoten $T_{Rippe-3D-i}$ wird mit den entsprechenden Knoten $T_{Rippe-i}$ des 1D-Modells verglichen (siehe Abbildung 3.31). In der nun folgenden Validierung soll gezeigt wer-

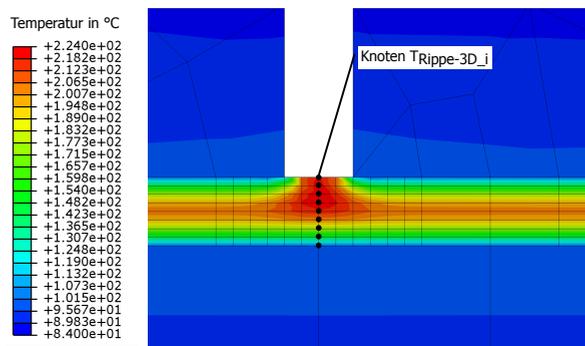


Abbildung 4.45: Temperaturverteilung im Rippenbereich (3D-Simulation)

den, dass ein Parametersatz für h_{Rippe} und η gefunden werden kann. Dieser ist in

der Lage die Temperaturverteilung im Rippenbereich, auch bei unterschiedlichen Prozessausführungen, in guter Näherung abzubilden. Auszüge der nachfolgenden Ergebnisse sind im Rahmen einer vom Autor betreuten Abschlussarbeit [A5] entstanden. Eine Gesamtübersicht der zu untersuchenden Parametervariationen für alle Werkstoffsysteme ist in Anhang A in Tabelle A.1 aufgeführt. Zunächst werden die Ergebnisse für PA6-CF-Lamine vorgestellt. Damit die Simulation validiert werden kann, wird ein Standardprozess definiert. An dessen Ende soll das sich einstellende Temperatur-Dicken-Profil untersucht werden. Für diesen Prozess wird von einer Laminatdicke von 1 mm ausgegangen. Dieses Halbzeug wird auf eine Temperatur von 290 °C erwärmt. Der sich anschließende Transfer wird mit einer Dauer von 2 s und einer Transfergeschwindigkeit von 1 m/s angenommen. Für den einseitigen Werkzeugkontakt und für den darauf folgenden beidseitigen Kontakt, wird jeweils eine Dauer von 2 s gewählt. Die Werkzeugtemperatur wird dabei auf 80 °C festgesetzt. Mit diesen Einstellungen wird die Prozessroute mit beiden Simulationsansätzen berechnet und die Temperaturverteilung am Prozessende (Zeitpunkt direkt vor Beginn der Einspritzung) verglichen. Abbildung 4.46(a) zeigt die daraus resultierenden Temperaturverteilungen am Prozessende. Dabei stellt die schwarze Linie den mittels 3D-Modell (Abaqus) berechneten Temperaturverlauf dar. Für einen Parametersatz von $h_{Rippe} = 240 \text{ W}/(\text{m}^2\text{K})$ und $\eta = 1800$ zeigt das Temperaturprofil der Matlab-Berechnung (grüne Linie) eine sehr gute Übereinstimmung mit der 3D-FEM-Berechnung. Der maximale Temperaturunterschied zwischen den Berechnungsmodellen beträgt lediglich 1 °C. Es stellt sich nun die Frage, ob dieser Parametersatz für h_{Rippe} und η auch für andere Werkzeugtemperaturen Gültigkeit besitzt. Um dies zu untersuchen, wird die Werkzeugtemperatur auf 160 °C variiert und das Vorgehen wiederholt. Das Ergebnis wird in Abbildung 4.46(b) gezeigt. Die Temperaturdifferenz zwischen den Simulationsergebnissen beträgt wiederum nur 1 °C. Somit ist erwiesen, dass das 1D-Modell auch unter Variation der Werkzeugtemperatur von 80 °C auf 160 °C das Temperaturverhalten sehr gut prognostizieren kann. Im Gegensatz hierzu wird bei einer Veränderung der Laminatdicke von 1 mm auf 2 mm ein neuer Parametersatz für h_{Rippe} und η erforderlich. Mit diesem kann wiederum das Temperaturverhalten auch bei unterschiedlichen Werkzeugtemperaturen sehr gut abgebildet werden. Der maximale Fehler beträgt in diesem Fall 2,7 °C bei einer Werkzeugtemperatur von 80 °C (siehe Abbildung 4.46(c)) und 2,2 °C bei einer Werkzeugtemperatur von 160 °C (siehe Abbildung 4.46(d)). Ähnlich gute Ergebnisse werden erzielt, wenn die Laminatdicke auf 3 mm erhöht wird. In diesem Fall wird bei einer Werkzeugtemperatur von 80 °C eine Abweichung von 2,5 °C (siehe Abbildung 4.46(e)) und im Falle von 160 °C eine maximale Abweichung von 1,8 °C erzielt (siehe Abbildung 4.46(f)). Eine wichtige Voraussetzung an das Modell ist, dass dieses auch für unterschiedliche Prozesseinstellungen verwendet werden kann. Im nächsten Schritt soll daher überprüft werden, ob die ermittelten Parameter auch für unterschiedliche Prozesseinstellungen gültig sind. Dazu wird im zuvor definierten

4. Ergebnisdiskussion

Standardprozess der Transferschritt auf 6 s erhöht und die Dauer des einseitigen und beidseitigen Werkzeugkontakts auf jeweils 1 s verkürzt. Das Ergebnis (siehe Abbildung 4.47(a)) zeigt auch für diesen Fall eine hohe Übereinstimmung der berechneten Temperaturverteilung. In einer weiteren Variation der Prozessschritte wird die Transferzeit auf 2 s verkürzt und sowohl die Dauer des einseitigen, als auch des beidseitigen Werkzeugkontakts auf jeweils 3 s verlängert. Die Ergebnisse sind in Abbildung 4.47(b) dargestellt und zeigen wiederum eine gute Übereinstimmung der resultierenden Temperaturprofile. In diesem Fall beträgt die maximale Abweichung nur $2,8^{\circ}\text{C}$. Damit lässt sich zusammenfassen, dass je Laminatdicke ein Parametersatz gefunden werden kann, welcher der Simulation von unterschiedlichen Prozesseinstellungen dient. Das 1D-Modell kann folglich für Sensitivitätsstudien verwendet werden. Dies gilt neben Laminaten aus PA6-CF auch für die beiden anderen Werkstoffe (PP-GF und PA6-GF). Die entsprechenden Ergebnisse für PP-GF und PA6-GF sind im Anhang A aufgeführt.

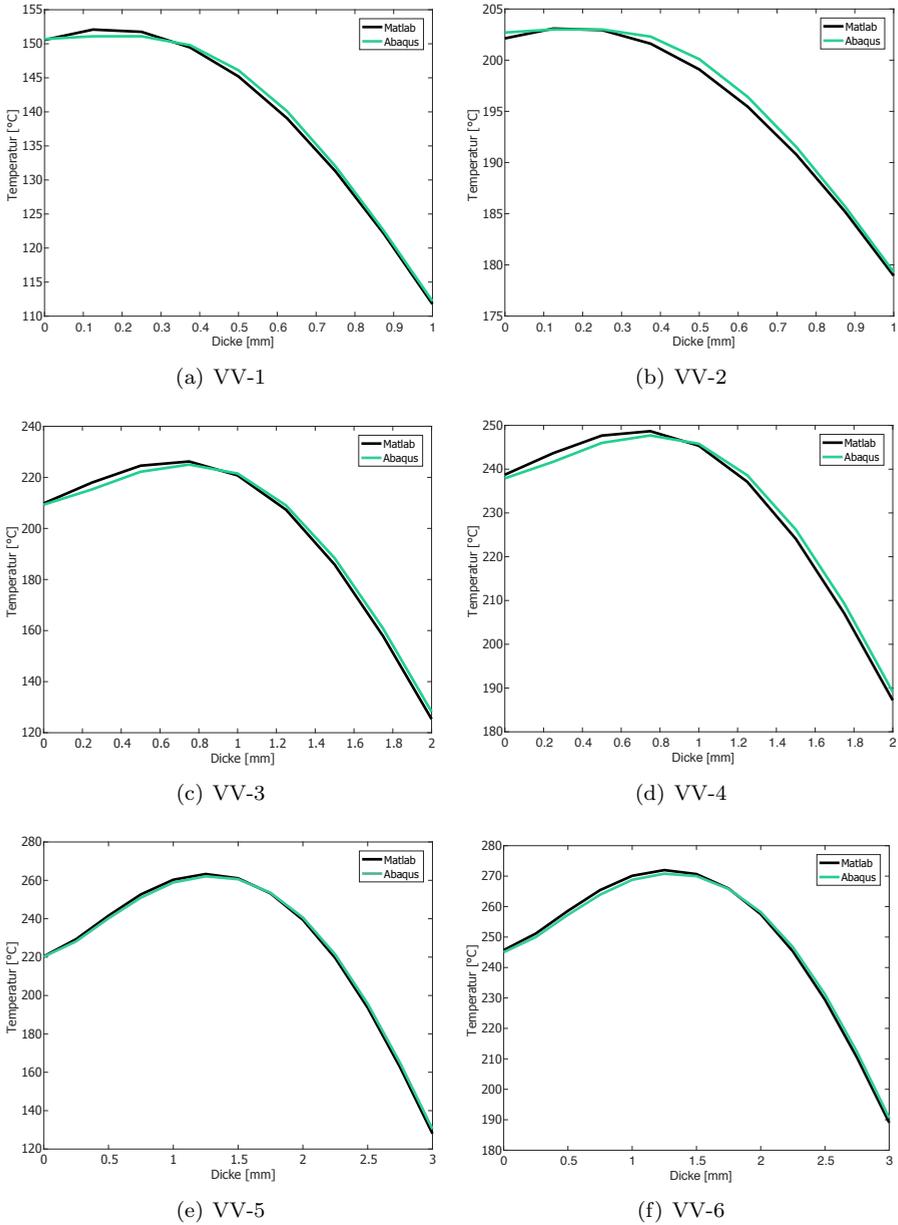


Abbildung 4.46: Validierung der Matlab-Simulation im Rippenbereich; Dar- gestellt ist das Temperaturprofil am Ende des Prozess- schritts Umformen (beidseitiger Werkzeugkontakt) für das Matlab-Modell (1D) und das 3D-FEM-Modell [A5]

4. Ergebnisdiskussion

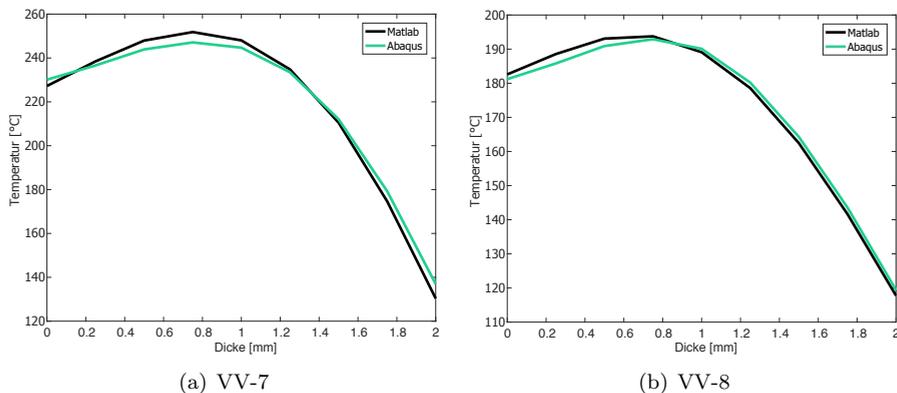


Abbildung 4.47: Validierung der Matlab-Simulation im Rippenbereich; dargestellt ist das Temperaturprofil am Ende des Prozessschritts Umformen (beidseitiger Werkzeugkontakt) für das Matlab-Modell (1D) und das 3D-FEM-Modell [A5]

Experimentelle Ergebnisse - Aufheizpeak

Wie in Kapitel 2.5 erläutert, spielt der Temperaturhaushalt während der Prozessführung eine bedeutende Rolle für die Verbundfestigkeit beim Hinterspritzen. Vor diesem Hintergrund muss insbesondere die Temperatur auf der Laminatoberfläche während des Spritzgießprozesses betrachtet werden. Um die Temperatur möglichst nah an der Grenzfläche untersuchen zu können, werden Thermolemente direkt unterhalb der äußersten Tapelage platziert (siehe schematische Darstellung in Abbildung 4.48). Dadurch kann die Laminattemperatur beim Hinterspritzen gemessen werden. Da diese Information verwendet werden soll, um die Simulation zu validieren, ist es entscheidend, dass die Temperaturverteilung im gesamten Laminat zum Anspritzzeitpunkt bekannt ist. Um dies sicherzustellen werden Versuche unter quasi-isothermen Randbedingungen durchgeführt. Das Werkzeug und das Laminat haben dabei eine identische Temperatur. Sämtliche Temperaturänderungen im Laminat sind damit allein auf den Spritzgießprozess zurückzuführen. Die detaillierte Versuchsbeschreibung wurde in Kapitel 3.3.5 bereits erläutert. Im Folgenden werden die Aufheizpeaks beim Überströmen der Laminats bei drei verschiedenen Laminattemperaturen (80 °C, 120 °C, 150 °C) untersucht. Vorab werden die Laminats in einem Umluftofen auf

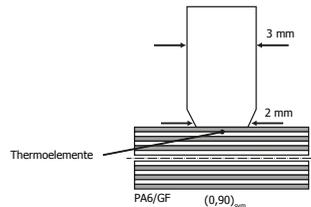


Abbildung 4.48: Schematische Darstellung des Probekörpers und der Position der Temperatursensoren im Rippenbereich

die entsprechende Zieltemperatur vorgewärmt. Anschließend werden diese in das Spritzgießwerkzeug eingelegt, welches ebenfalls auf dieselbe Temperatur geregelt ist (isotherme Randbedingungen). Mit Beginn des Spritzgießprozesses beginnt heiße Kunststoffschmelze in den Rippenbereich zu fließen. Beim Überströmen des Laminats findet ein Wärmeaustausch zwischen der Spritzgießmasse und der Laminatoberfläche statt. Der sich dabei einstellende Temperaturverlauf ist in Abbildung 4.49(a) gezeigt. Die Messergebnisse zeigen eine Einzelmessung aus einer Versuchsreihe mit Zieltemperatur 120 °C. Dabei sind die Thermolemente TE 1 und TE 2 bei der Versuchsdurchführung im Laminatkern positioniert, wohingegen sich die restlichen Temperatursensoren (TE 3, TE 4, TE 5, TE 6) direkt unterhalb der obersten Tapelage befinden. Zum Zeitpunkt 0 s wird der

4. Ergebnisdiskussion

Umluftofen geöffnet und das Laminat in das Werkzeug transferiert. Während des Transfers kühlt das Laminat leicht ab. Nach 12 s ist das Werkzeug geschlossen. Dieser Zustand wird solange beibehalten bis sich im Laminat wieder eine homogene Temperaturverteilung einstellt. Nach 18 s wird das Laminat schließlich im Bereich der Sensoren von der Spritzgießmasse (290 °C) überströmt. Dabei steigt die Temperatur rasch an. Nach Erreichen eines Temperaturpeaks sinkt die Temperatur wieder und nähert sich allmählich der Werkzeugtemperatur. Um die Toleranz bei der Handhabung zu kompensieren, wurden die Temperatursensoren in Plattenebene um 0,5 mm versetzt in das Laminat eingebracht. Dadurch kann eine Temperaturmessung direkt im Rippenbereich sichergestellt werden. Es wird im Folgenden davon ausgegangen, dass sich die Messkurve mit dem höchsten Peak exakt in der Mitte des Rippenbereichs befindet (vgl. TE 3 in Abbildung 4.49(a)). Die restlichen Temperatursensoren befinden sich teilweise ebenfalls im Rippenbereich und werden von der warmen Schmelze überströmt. Jedoch sind diese näher am vergleichsweise kalten Werkzeug positioniert. In diesem Bereich kühlt das Material schneller ab und es wird folglich ein geringerer Aufheizpeak beobachtet. Die Validierung der Simulation erfolgt daher mit den Messkurven der höchsten Peakwerte. In Abbildung 4.49(b) sind die entsprechenden Kurven aus vier Versuchsdurchläufen dargestellt. Die Maxima im Temperaturverlauf unterscheiden sich lediglich um 2 °C. Damit bestätigt sich eine sehr gute Reproduzierbarkeit für die Analyse des Aufheizpeaks. Aus den Wiederholungsversuchen wird eine repräsentative Messkurve (in diesem Fall die grün markierte Kurve) ausgewählt und für die Validierung der Simulation herangezogen. Die oben beschriebene Vorgehensweise wird auch für die Versuche

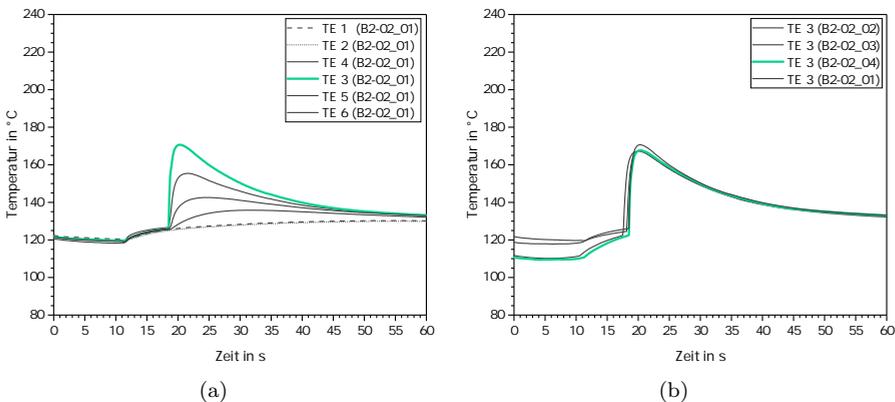


Abbildung 4.49: Verlauf der Laminattemperatur über die Zeit beim Hinterspritzen: a) Einzelmessung an allen Messstellen ; b) Aufheizpeaks aus vier Einzelversuchen

bei 80 °C und 150 °C angewandt. Als zentrale Ergebnisse sind in Abbildung 4.50 die gemessenen, repräsentativen Kurven zu sehen. Bei einer Laminattemperatur von 80 °C ergibt sich eine Peaktemperatur von 143 °C. Werden Lamine bei 120 °C hinterspritzt, so wird ein Temperaturpeak von 167 °C erzielt. Bei einer Laminattemperatur von 150 °C stellt sich ein Peak mit 191 °C ein.

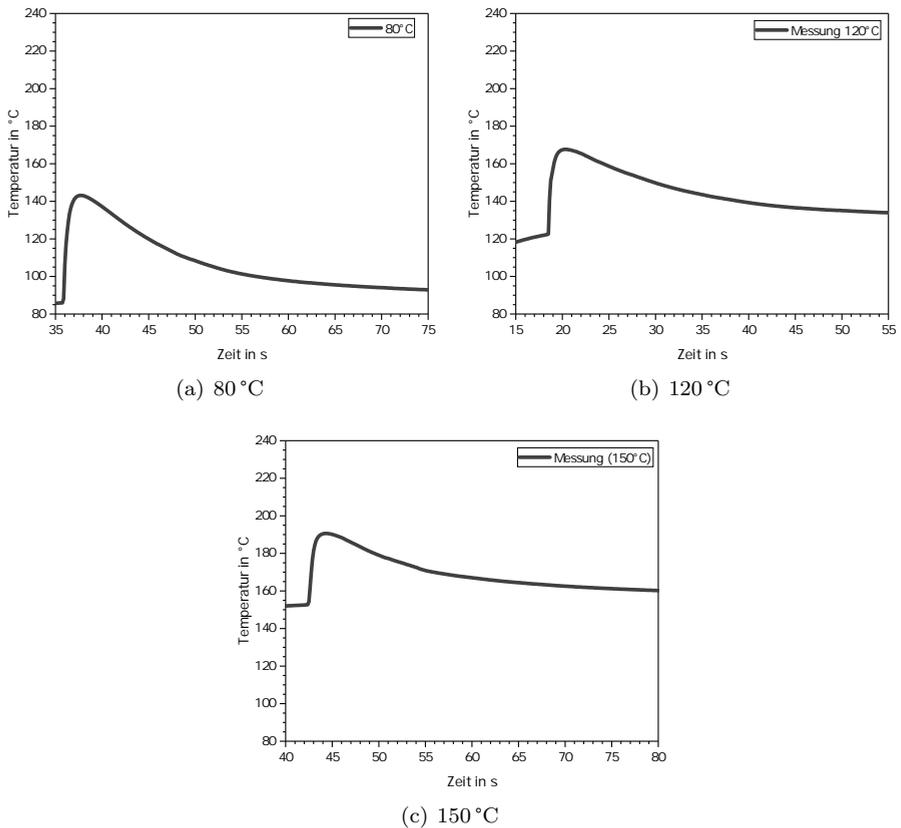


Abbildung 4.50: Aufheizpeak beim Hinterspritzen (repräsentative Kurven) bei einer Laminattemperatur von: a) 80 °C; b) 120 °C; c) 150 °C

4. Ergebnisdiskussion

Simulation und Validierung - Aufheizpeak

Die Simulation des Aufheizvorgangs innerhalb des Laminats beim Hinterspritzen soll in diesem Kapitel vorgestellt und validiert werden. Zur Validierung werden die im vorherigen Abschnitt ermittelten Temperaturverläufe herangezogen. Zunächst wird der Temperaturverlauf mit der Software Autodesk® Moldflow® berechnet. Das Simulationsmodell wurde bereits in Kapitel 3.5.3 vorgestellt. Abbildung 4.51 zeigt das Simulationsmodell und die definierten Randbedingungen, die zum Fitting der Simulation verwendet werden sollen. Die Wärmeübergangskoeffizienten verbleiben als letzte unbekannte Größe. Alle anderen Prozess- und Materialparameter sind bekannt. h_1 beschreibt den Wärmeübergangskoeffizienten zwischen der Spritzgießmasse und dem Werkzeug (Stahl). Dieser Wert wird in der Literatur bereits umfangreich untersucht (u.a. in den Arbeiten von Kühnert [141] und Brunotte [142]) und lässt sich in der Füllphase mit $2000 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ definieren. Der Wärmeübergangskoeffizient zwischen Laminat und Werkzeug (h_2) wird in Kapitel 4.3.3 ermittelt und beträgt $1500 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$. Der Wärmeübergangskoeffizient zwischen Laminat und Spritzgießmasse (h_3) wird in Folgendem durch Vergleich der Messergebnisse mit den Simulationen iterativ ermittelt. Abbildung 4.52 zeigt das Simulationsergebnis exem-

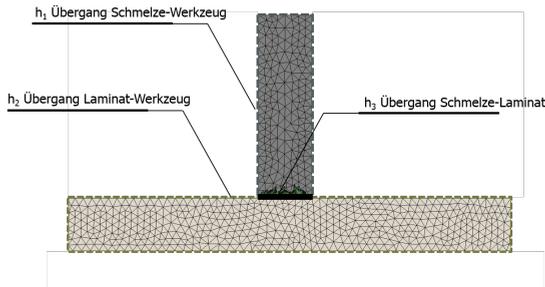


Abbildung 4.51: Modellaufbau mit der Software Autodesk® Moldflow® und Definition der Wärmeübergangskoeffizienten

plarisch bei einem PA6-GF-Laminat. Dargestellt ist, in einem Schnitt quer durch den Probekörper, die Temperaturverteilung zu verschiedenen Zeitpunkten. Sobald die Schmelze auf das Laminat trifft, wird als erstes die Laminatoberfläche (Grenzschicht) im Rippenbereich erwärmt (siehe Abbildung 4.52(a)). Nach 0,8 s ist die Grenzflächentemperatur auf über 200°C angestiegen und bereits nach 2,7 s wieder auf 170°C gesunken. Im weiteren Verlauf kühlt sowohl die Spritzgießmasse, als auch das Laminat wieder ab, bis nach 20,7 s eine nahezu homogene Temperatur im gesamten Bauteil vorherrscht (vgl. 4.52(f)). Die Randbedingungen werden entsprechend des Versuchsplans gesetzt. Folglich wird dem

Laminat eine homogene Temperatur zugewiesen, welche auch mit der Werkzeugtemperatur übereinstimmt. In der Simulation wird die Temperatur während der Formfüllung im Rippenbereich unterhalb der obersten Tapelage ausgewertet. Im Falle von PA6-GF ist dies 0,25 mm unterhalb der Oberfläche. Der bis dato unbekannte Wärmeübergangskoeffizient h_3 in der Grenzschicht wird zwischen $1000 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ und $5000 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ variiert. Die resultierenden Ergebnisse sind in Abbildung 4.53 in Form von Temperatur-Zeit-Kurven dargestellt. Die Peaktemperatur variiert in diesem Fall von 163°C bis 174°C . Aus einem Vergleich der Simulations- und Messergebnisse ergibt sich ein Wärmeübergangskoeffizient von $3000 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$. Die resultierende, sehr gute Übereinstimmung zwischen gemessenem und berechnetem Temperaturverlauf zeigt Abbildung 4.54(a) für eine homogene Einlegertemperatur von 80°C . Derselbe Wert für h_3 liefert auch bei den Laminattemperaturen 120°C und 150°C sehr gute Resultate (siehe Abbildung 4.54(b) und Abbildung 4.54(c)). Im betrachteten Temperaturbereich kann folglich der Wärmeübergangskoeffizient als konstant angenommen werden. Eine identische Vorgehensweise wird zur Ermittlung des Wärmeübergangskoeffizienten für das 1D-Simulationsmodell (MATLAB) angewandt. Hierbei zeigt sich erneut eine sehr gute Übereinstimmung mit demselben Wert für h_3 . Für alle drei Laminattemperaturen wird die Höhe des Aufheizpeaks sehr gut vorhergesagt (siehe Abbildung 4.55). Damit sind die Simulationsmodelle anhand der Temperaturmessungen unterhalb der ersten Tapelage validiert. Nun kann über die Simulation die Temperatur direkt in der Grenzschicht betrachtet werden. Dazu wird im Folgenden das 1D-Modell verwendet. Die Aufheizkurven auf der Laminatoberfläche sind in Abbildung 4.56 für Einlegertemperaturen im Bereich von 80°C bis 220°C für die beiden Werkstoffe PA6-GF und PA6-CF dargestellt. Um die Grenzfläche auf eine Temperatur von 230°C zu erwärmen wird eine Laminattemperatur von 200°C benötigt. Bei einer Laminattemperatur von 180°C wird lediglich eine Peaktemperatur von 200°C erreicht. Inwiefern sich dieser Sachverhalt auf die Verbundfestigkeit auswirkt soll im folgenden Abschnitt geklärt werden.

4. Ergebnisdiskussion

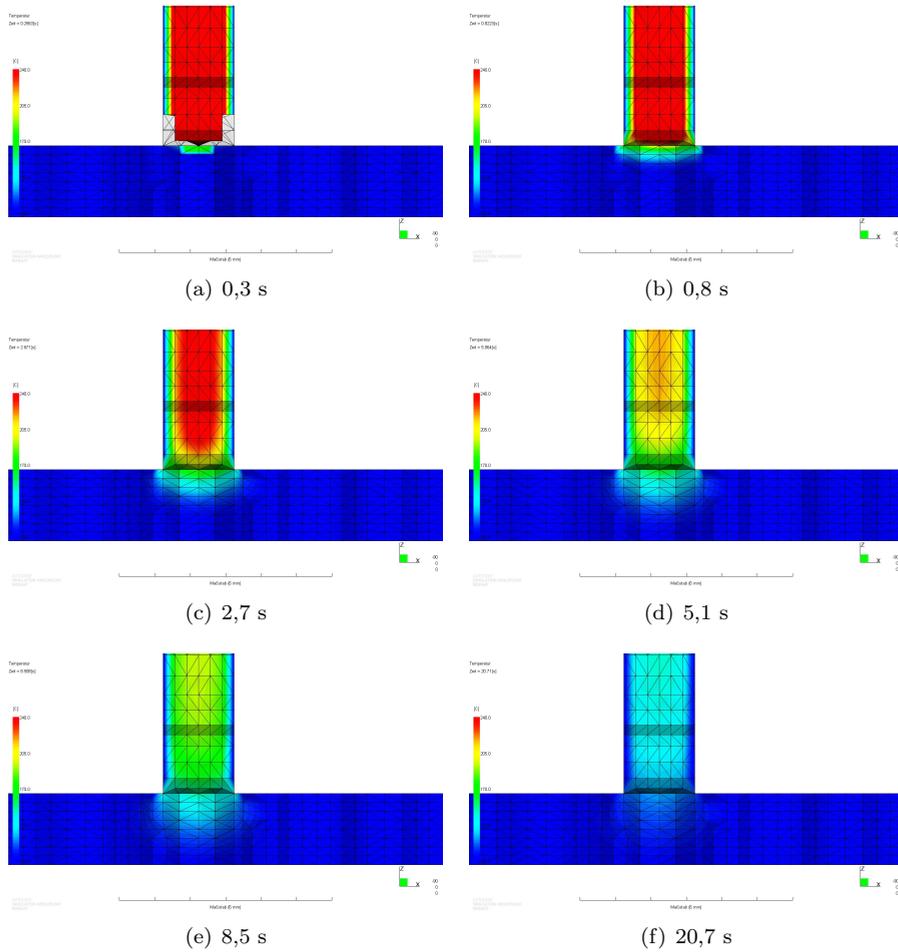


Abbildung 4.52: Moldflow[®]-Simulation der Temperaturverteilung beim Hinterspritzen eines PA6-GF Laminats

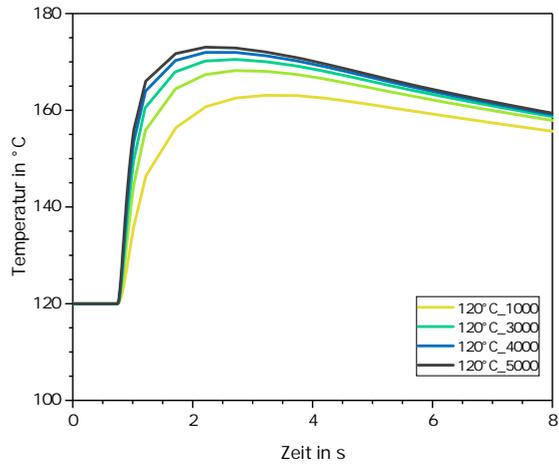


Abbildung 4.53: Simulation des Aufheizpeaks beim Hinterspritzen mit Variation des Wärmeübergangskoeffizienten in der Grenzschicht Laminat-Spritzgießmasse

4. Ergebnisdiskussion

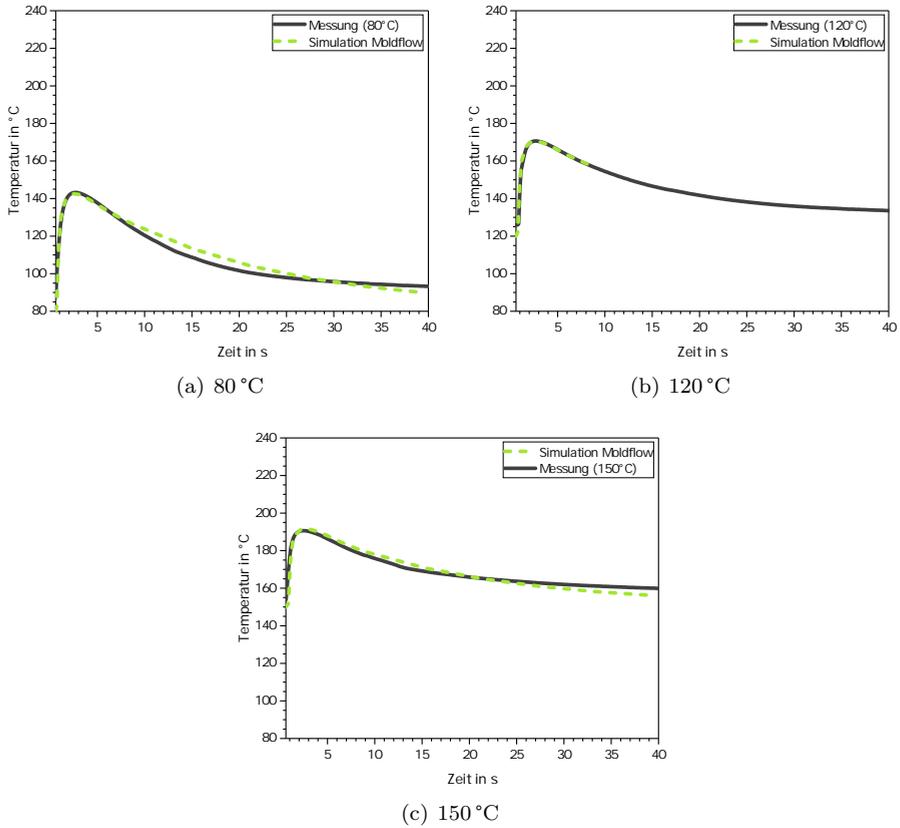


Abbildung 4.54: Temperaturverlauf beim Hinterspritzen; Vergleich zwischen Messung und Simulation mit Autodesk[®] Moldflow[®] bei verschiedenen Einlegertemperaturen

4.3. Teilprozesse

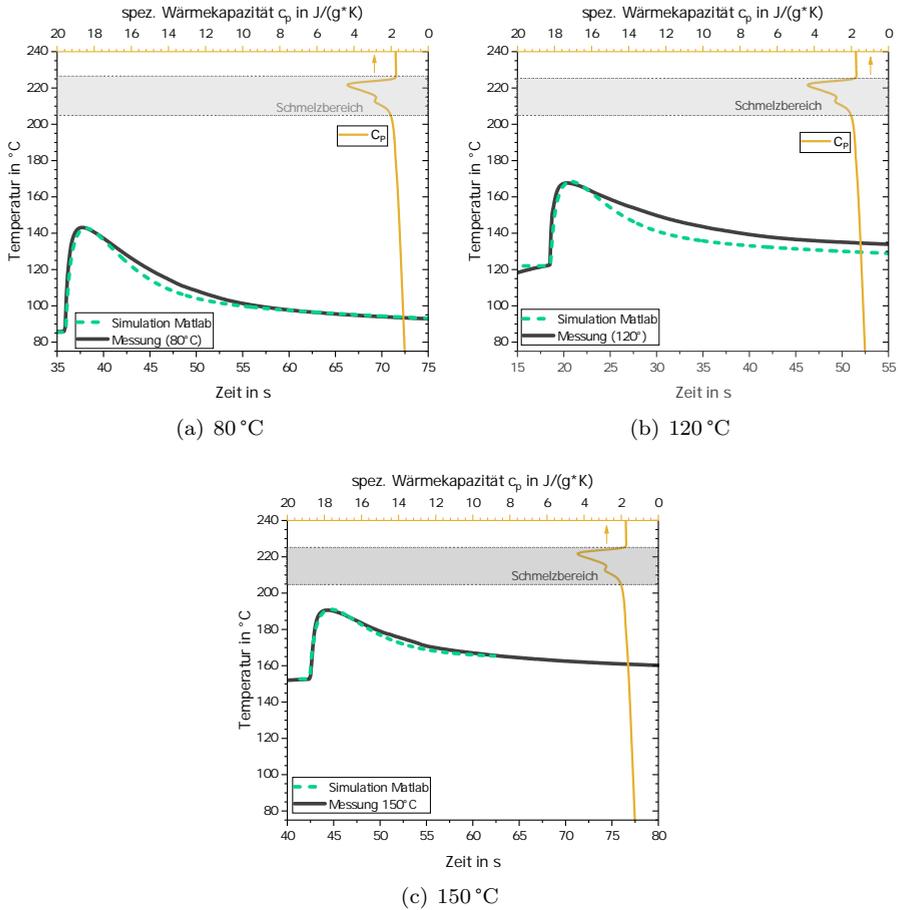


Abbildung 4.55: Temperaturverlauf beim Hinterspritzen; Vergleich zwischen Messung und Simulation (1D-Modell) bei verschiedenen Einlegertemperaturen

4. Ergebnisdiskussion

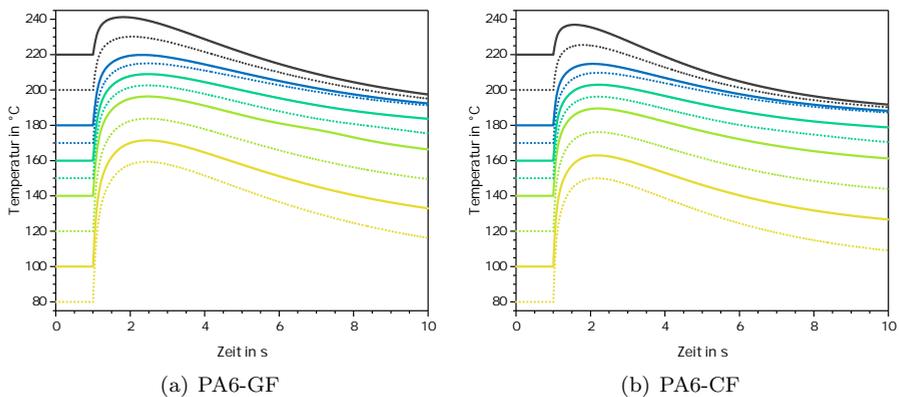


Abbildung 4.56: Simulierter Temperaturverlauf auf der Laminatoberfläche beim Hinterspritzen von Laminaten aus PA6-GF und PA6-CF

Verbundfestigkeit bei isothermer Prozessführung

Die Verbundfestigkeit wird, wie in Kapitel 3.3.6 beschrieben, über einen Rippenabzugsversuch ermittelt. In diesem Abschnitt werden die auch im vorherigen Kapitel thematisierten Versuche mit isothermer Laminattemperatur betrachtet. Es werden dabei Versuchskörper bei unterschiedlichen Laminattemperaturen hergestellt und geprüft. Folgende Laminattemperaturen werden betrachtet: 80 °C, 100 °C, 120 °C, 140 °C, 150 °C, 160 °C, 170 °C, 180 °C, 200 °C und 220 °C. Dabei wird die Werkzeugtemperatur identisch zur Laminattemperatur gewählt. Dies hat den Vorteil, dass unter diesen isothermen Randbedingungen die Laminattemperatur sehr präzise und prozesssicher eingestellt werden kann. Die Werkzeugtemperierung ist jedoch auf maximal 170 °C limitiert. Folglich können die Versuche mit Laminattemperaturen ab 180 °C nicht unter ideal isothermen Bedingungen durchgeführt werden. Die Werkzeugtemperatur wird dann auf 170 °C eingestellt und die Lamine etwas über ihre Zieltemperatur erwärmt, sodass diese im Werkzeug zum Anspritzzeitpunkt auf die gewünschte Zieltemperatur abgekühlt sind. Dies wird mittels Temperatursensoren überwacht. Die Ergebnisse aus den Rippenabzugsversuchen sind in Abbildung 4.57(a) in Form eines Box-Plot-Diagramms zusammengefasst. Dabei wird neben dem Median (Strich innerhalb der Box) auch der Mittelwert der Daten (weißes Quadrat innerhalb der Box) gezeigt. Die Box definiert den Bereich, in dem sich die mittleren 50 % der Ergebnisse befinden. Die Länge der Box lässt folglich eine Aussage bezüglich der Streuung zu. Hier fällt insbesondere die erhebliche Streuung bei den Versuchen mit einer Laminattemperatur von 220 °C auf. Bei niedrigeren Temperaturen ist die Streuung geringer, jedoch überlappen sich die Boxen der Versuchsreihen in den meisten Fällen. Beim Vergleichen der Ergebnisse untereinander muss dies kritisch betrachtet werden. Auf den ersten Blick ist ersichtlich, dass die ermittelten Verbundfestigkeiten bis zu einer Laminattemperatur von 200 °C auf einem ähnlichen Grundniveau liegen. Dies gilt sowohl für die Median-Werte als auch für die Streuung. Eine signifikante Festigkeitserhöhung wird erzielt, wenn das Laminat auf eine Temperatur oberhalb der Schmelztemperatur erwärmt wird und dann bei 220 °C hinterspritzt wird. Betrachtet man die Versuchsergebnisse bei niedrigen Laminattemperaturen etwas detaillierter (siehe Abbildung 4.57(b)), so kann der folgende Trend beobachtet werden: die Verbundfestigkeit steigt zwischen 80 °C und 150 °C mit steigender Laminattemperatur an. Dies gilt sowohl für den Median als auch den Mittelwert. Der Festigkeitsmittelwert steigert sich in diesem Temperaturbereich um 33 %. Ab einer Temperatur von 150 °C bleibt die Festigkeit annähernd konstant, bis der bereits erwähnte Festigkeitsprung bei 220 °C beobachtet wird. An dieser Stelle sei nochmals angemerkt, dass aufgrund der Streuung und der damit verbundenen Überlappung der Box-Bereiche, die beschriebene Steigerung der Festigkeit kritisch betrachtet werden muss. Als Ursache für die Streuung kann zum einen die Prüfkörpergeometrie als auch

4. Ergebnisdiskussion

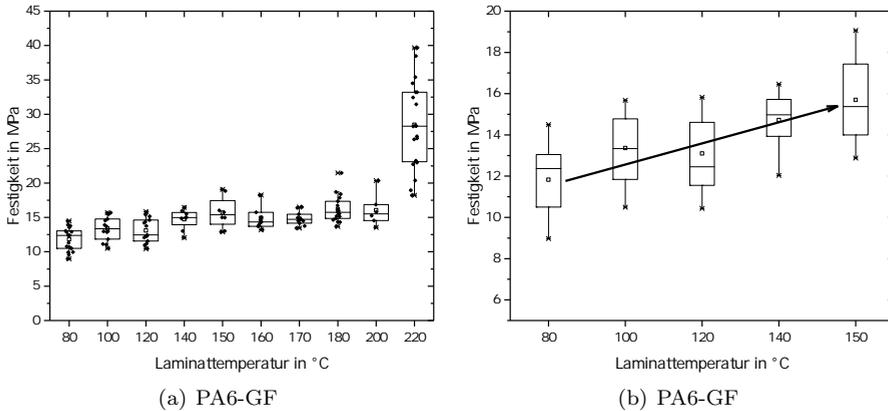


Abbildung 4.57: Ergebnisse der Rippenabzugsversuche bei isothermer Laminattemperatur

die Prüfmethodik genannt werden. Aufgrund der Prüfkörpergeometrie unterliegt die Prüfung einem komplexen Spannungszustand (Kerbwirkung). Zusätzlich kann der Beschnittvorgang die Prüfkörper auf Mikroebene in der Grenzfläche schädigen (u.a. Rissbildung). Beides kann sich negativ auf die Ergebnisqualität auswirken. Zur weiteren Diskussion der Ergebnisse werden Schliffbilder von ausgewählten Prüfkörpern vor und nach der Rippenabzugsprüfung angefertigt. In Abbildung 4.58 sind der Rippenfuß und die oberen Tapelagen von drei unterschiedlichen Versuchsreihen dargestellt. Bei Prüfkörpern, die mit einer Laminattemperatur von 100 °C und 150 °C hergestellt wurden, ist im Laminat keinerlei Einfluss durch den Spritzgießprozess zu beobachten (siehe Abbildungen 4.58(a) und 4.58(b)). Dahingegen zeigt Abbildung 4.58(c), dass es bei hohen Laminattemperaturen (oberhalb der Schmelztemperatur) zu Faserverschiebungen im Laminat kommen kann. In diesem Beispiel ist zu erkennen wie das Spritzgießmaterial in das Laminat eingedrungen ist. Die damit einhergehenden Faserverschiebungen sind gleichzeitig Ursache für die große Streuung und für die deutliche Steigerung der ermittelten Festigkeitswerte bei einer Temperatur von 220 °C. Betrachtet man Schliffbilder von Prüfkörpern nach erfolgter Rippenabzugsprüfung (Abbildung 4.59), so können bereits bei einer Laminattemperatur von 100 °C einzelne Bereiche mit guter Haftung zwischen Laminat und Rippe beobachtet werden. Erkennbar ist dies dadurch, dass kein glatter Riss entlang der Grenzschicht zu sehen ist, sondern dass einzelne Bereiche an Spritzgießmaterial auf dem Laminat haften. Deutlicher zu erkennen ist dieser Effekt und die damit einhergehende Steigerung der Verbundfestigkeit bei einer Prüftemperatur von 150 °C (siehe Abbildung 4.59(b)). Dabei wird ein guter Verbund (Interdif-

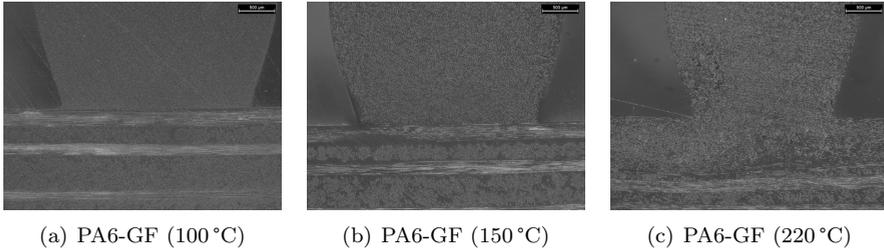


Abbildung 4.58: Schliffbilder von PA6-GF-Prüfkörpern vor dem Rippenabzug

fusion) entlang des gesamten Rippenfußes beobachtet. Des Weiteren kommt es in diesem Fall sogar zu Faserbrüchen in der obersten Tapelage. Dies ist ein weiteres Indiz für die sehr gute Haftung zwischen Spritzgießmasse und Laminat. Damit kann der im Rahmen der Rippenabzugsprüfungen diskutierte und in Abbildung 4.57(b)) dargestellte Trend auch anhand der Schliffbilder untermauert werden. Es kann folglich gezeigt werden, dass sich eine Erhöhung der Laminattemperatur bis auf 150 °C positiv auf die Verbundfestigkeit auswirkt. Wird die Einlegertemperatur auf 220 °C gesteigert, so kann es neben einem Eindringen (Penetration) von Spritzgießmasse in das Laminat, auch zu Faserverschiebungen entlang der Grenzfläche kommen. Ein Beispiel dafür zeigt Abbildung 4.59(c), wobei sich die oberen Tapelagen über die Grenzfläche hinweg in den Rippenbereich wölben und somit die Grenzfläche verstärken. Die damit einhergehende, signifikante Erhöhung der Verbundfestigkeit bringt auch einige Nachteile mit sich. Zum einen sind das große Schwankungen in der Festigkeit, da solche Faserverschiebungen nur sehr schwer reproduzierbar einstellbar sind. Zum anderen wird das Laminat durch die Faserverschiebungen geschwächt. Die Auswirkungen von Faserverschiebungen im Rippenbereich auf die Mechanik des Gesamtlaminats wird im Rahmen dieser Arbeit nicht weiter vertieft und bleibt daher als zukünftige Forschungsfrage offen.

4. Ergebnisdiskussion

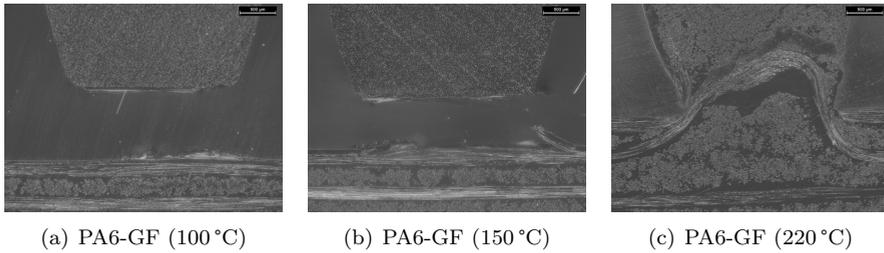


Abbildung 4.59: Schliffbilder von PA6-GF-Prüfkörpern nach dem Rippenabzug

Definition der Prozessgrenze für optimale Verbundfestigkeit beim Hinterspritzen von kalten bzw. vorgewärmten Einlegern

Ziel dieses Kapitels ist es, eine Prozessgrenze für eine optimale Verbundfestigkeit beim Hinterspritzen von kalten bzw. vorgewärmten Laminaten zu formulieren. Diese soll für alle zu betrachtenden Werkstoffe gültig sein und insbesondere die Temperaturführung beim Herstellungsprozess berücksichtigen, um diese Information auch in die Simulationsmodelle integrieren zu können. Als Grundlage dienen die Ergebnisse der Rippenabzugsprüfung unter isothermen Randbedingungen. Diese werden zusätzlich, anhand einer simulativen Betrachtung, diskutiert. Die Ergebnisse aus Abschnitt 4.3.4 mit PA6-GF-Laminaten zeigen, dass die Verbundfestigkeit mit zunehmender Laminattemperatur ansteigt. Sofern man sich mit der Laminattemperatur unterhalb der Schmelztemperatur bewegt, wird das Optimum ab einer Einlegertemperatur von 150 °C erzielt. Bei einer weiteren Erhöhung der Temperatur bleibt die Festigkeit auf einem konstanten Niveau. Im Folgenden soll zunächst betrachtet werden, ob durch eine Simulation des Aufheizpeaks während des Herstellungsprozesses diese Beobachtungen erklärt werden können. Dafür wird das thermische Verhalten im Prozess mit der Theorie der Interdiffusion und den Erkenntnissen aus dem Stand der Forschung korreliert. Wie bereits in Kapitel 2.5 erläutert, wird die Interdiffusion (*fusion bonding*) von Temperatur und Prozesszeit dominiert [95]. Die Prozesszeiten liegen beim Hinterspritzen im Sekundenbereich (vgl. Aufheizpeak in Abschnitt 4.3.4) und können nur schwer beeinflusst werden. Die Temperaturen in der Grenzschicht können dahingegen wesentlich durch die Vorheiztemperatur des Laminats und die Wahl der Prozessführung definiert werden. Aus den Erkenntnissen des Abschnitts 2.5 geht hervor, dass eine gute Verbindung zwischen einer Polymerschmelze und einem Polymer im festen Zustand einen Aufschmelz- und Rekrystallisationsvorgang in der Grenzfläche voraussetzt. Folglich ist die Temperatur in der Grenzfläche einer der wichtigsten Parameter. Um

die Korrelation zwischen den mechanischen Prüfungen aus Abschnitt 4.3.4 und der Grenzflächentemperatur untersuchen zu können, ist eine zusätzliche simulative Betrachtung erforderlich. Dazu wird die Grenzflächentemperatur beim Hinterspritzen von Laminaten mit unterschiedlichen Vorheiztemperaturen simuliert und die Ergebnisse als Temperatur-Zeit-Kurven in Abbildung 4.60 aufgetragen. Des Weiteren ist das Ergebnis der DSC-Analyse (aus Kapitel 4.1.2) in Form der spezifischen Wärmekapazität in das Diagramm hinzugefügt. Dadurch lässt sich ableiten, welche Aufheizpeaks mit einem Aufschmelzen der Grenzfläche verbunden sind. Ab einer Laminatvorheiztemperatur von 150 °C wird beim Hinterspritzen eine Grenzflächentemperatur im Schmelzbereich erzielt. Die Peaktemperatur beträgt in diesem Fall etwas über 200 °C. Damit befindet man sich am unteren Ende des Schmelzbereichs (kein vollständiges Aufschmelzen aller kristallinen Bereiche). Dennoch lassen die Ergebnisse der Rippenabzugsprüfungen den Schluss zu, dass diese Temperatur genügt, um eine ausreichende Interdiffusion und damit eine gute Verbundfestigkeit zu erzielen. Vergleicht man die entsprechenden Ergebnisse aus Abbildung 4.57(a), so kann bei einer weiteren Erhöhung der Temperatur keine signifikante Festigkeitssteigerung beobachtet werden. Bei geringeren Vorheiztemperaturen wird dahingegen eine Abnahme der Festigkeit beobachtet. Dies kann darauf zurückgeführt werden, dass in diesem Fall die Temperatur nicht zum Aufschmelzen der Grenzfläche ausreicht. Obwohl die Er-

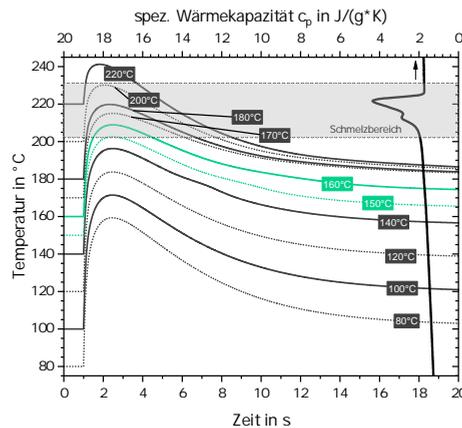


Abbildung 4.60: Aufheizen der Laminatoberfläche beim Hinterspritzen von PA6-GF-Tapegelegen

gebnisse der Rippenprüfungen eine hohe Streuung aufweisen und daher kritisch zu betrachten sind, decken sich die Erkenntnisse mit den Untersuchungen von Sauer et al. [110]. Die Autoren zeigen anhand von Polyphthalamiden, dass für eine gute Verbundfestigkeit unter ähnlichen Randbedingungen kein vollständi-

4. Ergebnisdiskussion

ges Aufschmelzen aller kristallinen Bereiche erforderlich ist. Betrachtet man in diesem Zusammenhang den schematischen Verlauf der spezifischen Wärmekapazität und der Temperatur in Abbildung 4.61, so lässt sich daraus die kritische Grenzflächentemperatur ableiten. Die Erkenntnisse aus der Simulation der Grenzflächentemperaturen und den Rippenabzugsprüfungen lassen den Schluss zu, dass mindestens eine Temperatur T_{m_s} erreicht werden muss, um eine optimale Verbundfestigkeit zu erzielen. In anderen Worten ergibt sich daraus die

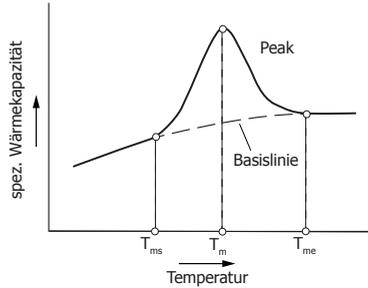


Abbildung 4.61: Schmelzbereich mit charakteristischen Temperaturen

folgende Prozessgrenze:

Definition Prozessgrenze: Zur Gewährleistung einer optimalen Verbundfestigkeit beim Hinterspritzen von kalten bzw. vorgewärmten Laminaten (Vorwärmtemperatur unterhalb Schmelztemperatur), kann die folgende Prozessgrenze definiert werden:

$$T_{L,R}(t) > T_{m_s} \quad (4.8)$$

Dabei muss die Laminatoberflächentemperatur im Rippenbereich $T_{L,R}$ durch den Wärmeeintrag beim Hinterspritzen auf eine Temperatur erwärmt werden, die über dem Schmelzbereich-Beginn T_{m_s} liegt.

4.4. Gesamtprozess

Die vorangegangenen Untersuchungen der einzelnen Teilprozessschritte sowie die daraus gewonnen Erkenntnisse sollen nun im Rahmen eines Gesamtprozesses verifiziert und erweitert werden. Der Gesamtprozess wird dabei als sequenzielle Abfolge aller Teilprozesse (Aufheizen, Transfer, einseitiger Werkzeugkontakt, beidseitiger Werkzeugkontakt und Hinterspritzen) verstanden. Die Vorgehensweise ist in Kapitel 3.4 erläutert und beinhaltet zunächst die Untersuchung des

Abkühlverhaltens im Gesamtprozess. Durch eine systematische Variation der Prozessparameter kann ein breites Spektrum an unterschiedlichen Prozessrouten untersucht und zur Validierung der Simulation eingesetzt werden. Im weiteren Verlauf des Kapitels werden Rippenabzugsprüfungen durchgeführt und die Ergebnisse mit Hilfe der Simulation diskutiert. Daraus wird eine Prozessgrenze zur optimalen Verbundfestigkeit beim Hinterspritzen von schmelzflüssigen Laminaten definiert.

4.4.1. Temperaturverteilung im Gesamtprozess

Wie in Kapitel 3.4 beschrieben, wird in diesem Abschnitt das thermische Verhalten im Gesamtprozess durch eine systematische Variation der Prozessparameter analysiert. Zunächst werden in diesem Abschnitt die Ergebnisse der Temperaturmessungen für die verschiedenen Prozessdurchführungen vorgestellt. Die dabei verwendeten Parameterstufen sind in Tabelle 4.6 aufgeführt. Die entwickelten Simulationsmodelle aus den Teilprozessen können damit in einem realen Gesamtprozess validiert werden. Durch die Variation der Teilprozesse kann sichergestellt werden, dass die Simulation nicht nur für eine einzelne Prozesseinstellung, sondern für nahezu beliebige Prozesse mit unterschiedlich gestalteten Teilprozessen valide Vorhersagen liefert. Aus den vorab festgelegten Parameterstufen ergibt

Tabelle 4.6.: Definition der Parameterstufen im Gesamtprozess

| Parameter | Stufe 0 | Stufe 1 |
|-------------------------------|---------|---------|
| Laminatdicke d | 2 mm | 3 mm |
| Transferdauer t_{trans} | 5 s | 15 s |
| Dauer eins. Ablage t_{eins} | 10 s | 15 s |
| Wkz.-Temp. T_{Wkz} | 80 °C | 120 °C |

sich der in Tabelle 4.7 dargestellte, vollfaktorielle Versuchsplan. In einer ersten Versuchsreihe B1-01 werden die Parameter der Stufe 0 (vgl. Tabelle 4.6) verwendet. Die entsprechenden Ergebnisse sind in Abbildung 4.62(a) aufgeführt. Dabei entspricht der Temperaturverlauf im Laminatkern einer Mittelkurve aus sechs Wiederholmessungen. Neben diesen Messergebnissen ist auch der simulierte Temperaturverlauf eingezeichnet (grüne Kurve). Als Ergebnis aus der Simulation der Kristallisationskinetik ist die Kristallisationsrate auf der rechten Ordinate im Diagramm ersichtlich. Über den Verlauf der Kristallisationsrate lässt sich der Beginn der Kristallisation im Diagramm markieren (grünes Quadrat).

4. Ergebnisdiskussion

Tabelle 4.7.: Versuchsplan

| Bez. | Laminat- dicke in mm | Transfer- dauer in s | Dauer eins. Ablage in s | Wkz.-Temp. in °C | Muster |
|-------|-------------------------|-------------------------|----------------------------|---------------------|---------|
| B1-01 | 2 | 5 | 10 | 80 | --- -- |
| B1-02 | 2 | 15 | 15 | 80 | - + + - |
| B1-03 | 3 | 15 | 10 | 80 | + + - - |
| B1-04 | 3 | 5 | 15 | 80 | + - + - |
| B1-05 | 2 | 15 | 10 | 120 | - + - + |
| B1-06 | 3 | 5 | 10 | 120 | + - - + |
| B1-07 | 2 | 5 | 15 | 120 | - - + + |
| B1-08 | 3 | 15 | 15 | 120 | + + + + |

Zur Ermittlung des Startpunktes der Phasenumwandlung wird in den experimentellen Kurven zunächst die Kurvensteigung berechnet. Aufgrund der Kristallisationswärme zeigt der Temperaturgradient in diesem Bereich einen Peak-Verlauf. Der Beginn des Peaks wird zur Identifizierung des Kristallisationsbeginns verwendet und im Diagramm markiert (schwarzes Quadrat). Vergleicht man Messung und Simulation des Temperaturverlaufs und die entsprechenden Kristallisationspunkte, so kann in beiden Fällen eine sehr gute Übereinstimmung beobachtet werden. Die Abweichung der Kristallisationspunkte beträgt weniger als 1 °C. Identische Darstellungen für die Ergebnisse aus den Versuchsreihen B1-02 bis B1-06 sind ebenfalls der Abbildung 4.62 zu entnehmen. In der Versuchsreihe B1-02 wird zunächst die Transferdauer um 10 s und die Dauer der einseitigen Ablage um 5 s verlängert. Die Kerntemperatur zeigt folglich eine etwas langsamere Abkühlung (vgl. Abbildung 4.62(b)). Der Beginn der Kristallisation setzt entsprechend bei höheren Temperaturen ein. Es zeigt sich auch hier, dass der Kristallisationsbeginn gut prognostiziert werden kann. Die Abweichungen zwischen Simulation und Messung betragen 5 °C. In den weiteren Abbildungen 4.62(c) bis 4.62(f) und Abbildung 4.63 wird die Prozessführung gemäß Tabelle 4.7 variiert und die entsprechenden Ergebnisse dargestellt. Für alle betrachteten Prozessvarianten zeigt sich eine gute Übereinstimmung zwischen Messung und Simulation. Dies gilt sowohl für den zeitlichen Verlauf der Temperatur, als auch für die Vorhersage des Kristallisationsbeginns.

4.4. Gesamtprozess

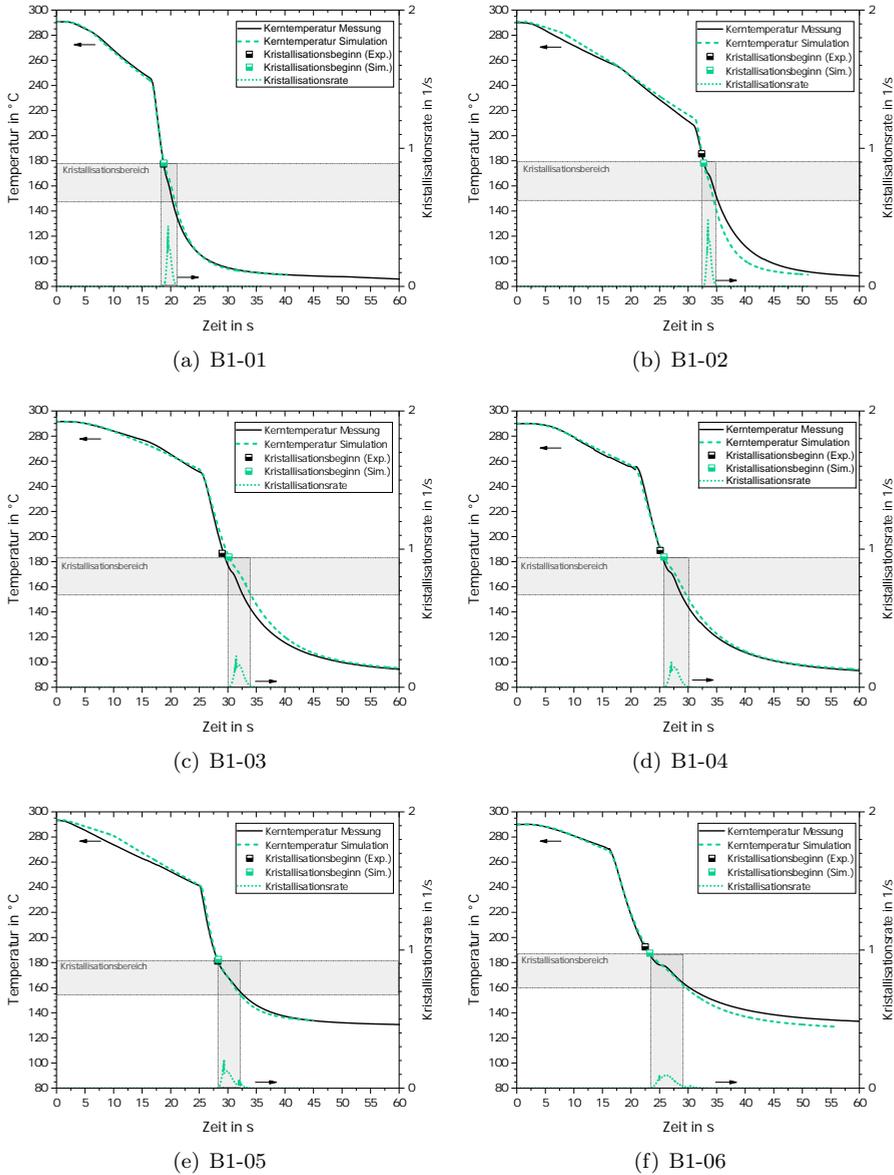
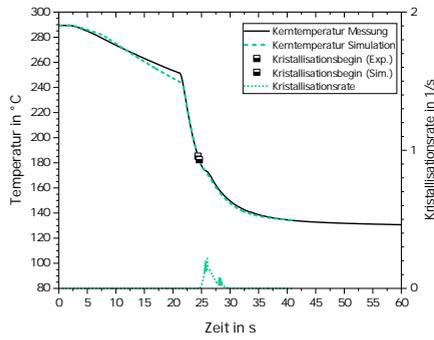
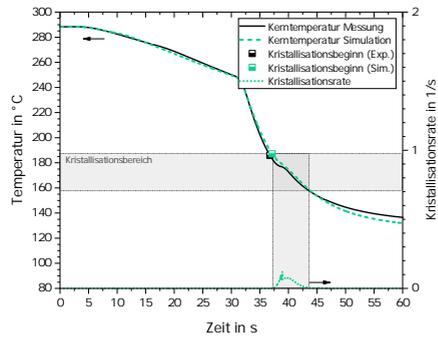


Abbildung 4.62: Validierung der Simulation bei unterschiedlichen Prozessrouten - Teil 1

4. Ergebnisdiskussion



(a) B1-07



(b) B1-08

Abbildung 4.63: Validierung der Simulation bei unterschiedlichen Prozessrouten - Teil 2

Definition der finalen Prozessroute und der Anspritzzeitpunkte

Aufgrund des hohen Versuchsaufwands wird zur Untersuchung der Verbundfestigkeit bei nicht-isothermer Prozessführung zunächst eine Prozessvariante aus Abschnitt 4.4.1 ausgewählt, anhand der die Spritzgießversuche durchgeführt werden. In Anbetracht einer praxisnahen Parametereinstellung sowie einer hohen Übereinstimmung zwischen Simulation und Experiment, wird dazu die Prozessroute B1-01 gewählt. Wie Abbildung 4.64 zu entnehmen ist, kann zusätzlich eine geringe Streuung bei der Versuchsdurchführung nachgewiesen werden. Die Temperaturverteilung ist folglich, trotz nicht-isothermer Prozessführung, zu jedem Zeitpunkt mit einer hohen Genauigkeit bekannt. Dies ist eine wichtige Grundvoraussetzung um die Laminattemperatur, bei welcher der Spritzgießvorgang beginnen soll, gezielt einstellen zu können. Zur Einstellung der Laminattemperatur wird die Dauer zwischen beidseitigem Werkzeugkontakt und Anspritzzeitpunkt entsprechend variiert. Diese sogenannte Verzögerungszeit kann über die Anlagensteuerung angepasst werden. Die minimal mögliche Verzögerungszeit (Zeit nachdem das Werkzeug geschlossen ist bis zum Beginn der Formfüllung) beträgt bei der verwendeten Anlagentechnik 2 s. Diese Zeit wird benötigt, um die Düse in Einspritzposition zu fahren und das Werkzeug zu verriegeln. Neben dieser Einstellung werden die folgenden fünf Anspritzzeitpunkte (Verzögerungszeiten) definiert: 3 s; 4 s; 6 s; 8 s; 20 s. Diese sind in Abbildung 4.64 in die gemessene Abkühlkurve des Laminatkerns eingezeichnet. Es ist zu erkennen, dass die ausgewählten Anspritzzeitpunkte ein breites Temperaturspektrum entlang der Abkühlkurve abdecken. Für jede dieser Prozesseinstellungen werden Bauteile hergestellt und später im Rippenabzugstest geprüft. Eine Untersuchung der Verbundfestigkeit wird bei den folgenden Laminatkerntemperaturen durchgeführt: 200 °C; 170 °C; 155 °C; 125 °C; 110 °C und 90 °C.

4. Ergebnisdiskussion

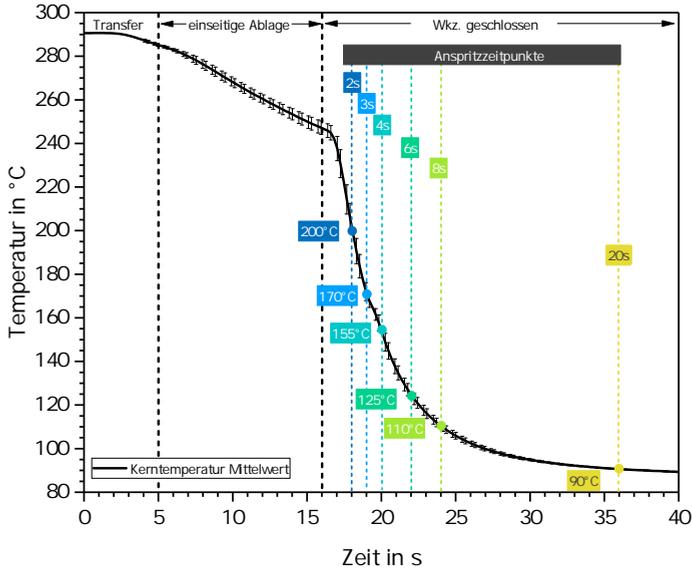


Abbildung 4.64: Definierte Anspritzzeitpunkte entlang der Abkühlkurve

Simulation der Temperaturverteilung beim Hinterspritzen und Prognose der Prozessgrenze

Im vorherigen Kapitel werden die Prozessrouten und die Anspritzzeitpunkte definiert, um die Verbundfestigkeit im Gesamtprozess mit schmelzflüssigen Laminaten zu untersuchen. Im Rahmen dieses Kapitels soll nun der Temperaturverlauf für diese Einstellungen berechnet werden. Gemeinsam mit den in Kapitel 4.3.4 gewonnenen Erkenntnissen aus den isothermen Betrachtungen soll damit eine Prozessgrenze für den nicht-isothermen Prozess abgeleitet werden. Die prognostizierte Prozessgrenze kann anschließend durch die Ergebnisse der Rippenabzugsversuche verifiziert werden. In Abbildung 4.65 ist zum einen ein Vergleich zwischen Messung und Simulation für die Kerntemperatur dargestellt. Die dabei erzielte, gute Übereinstimmung liefert die Grundvoraussetzung für eine korrekte Prognose der Temperatur in der Grenzschicht (Rippenbereich). Das entsprechende Simulationsergebnis (Grenzflächentemperatur im Rippenbereich) ist ebenfalls in Abbildung 4.65 dargestellt. Je nach Anspritzzeitpunkt ist der durch den Spritzgießprozess induzierte Aufheizpeak abgebildet. Dabei ist ersichtlich, dass die Grenzschichttemperaturen zu den Zeitpunkten 2 s, 3 s und 4 s oberhalb der Rekristallisationstemperatur liegen. Die Grenzschicht ist folglich noch nicht kristallisiert und es wird daher eine gute Verbundfestigkeit erwartet. Dahingegen

hat bei einer Anspritzung nach 6 s die Kristallisation bereits eingesetzt und ist nahezu abgeschlossen. Die Kerntemperatur ist zu diesem Zeitpunkt bereits auf 120 °C abgesunken und die Temperatur der Spritzgießmasse reicht gerade nicht mehr aus, um die Grenzfläche erneut aufschmelzen zu können. Damit wird in diesem Grenzfall die Prozessgrenze knapp unterschritten. In der Folge wird eine verminderte Verbundfestigkeit erwartet. Die Versuchsreihen zu den Zeitpunkten 8 s und 20 s stellen eine weitere Unterschreitung der Prozessgrenze dar und es wird auch hier keine optimale Verbindung der Materialien in der Grenzfläche erwartet. Eine detaillierte Betrachtung der Temperaturverteilung im Rippenbe-

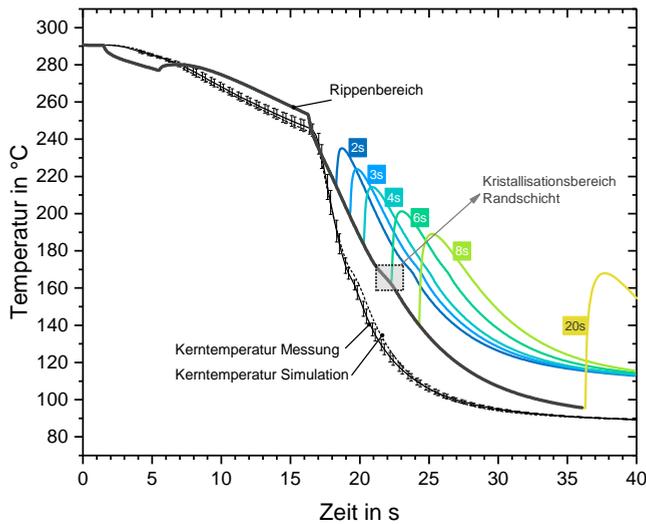


Abbildung 4.65: Simulation der Temperaturverteilung beim Hinterspritzen: farblich markiert sind die berechneten Temperaturpeaks in der Grenzfläche zu den verschiedenen Versuchsreihen

reich zu den jeweiligen Anspritzzeitpunkten ist mittels des 3D-Modells möglich. Abbildung 4.66 zeigt dazu die entsprechende Temperaturverteilung im Laminat. Unter Berücksichtigung, dass die Kristallisation im Rippenbereich bei ca. 180 °C einsetzt, ist ersichtlich, dass auch nach 2 s bereits Teilbereiche der Laminatoberfläche im Rippenbereich kristallisiert sind. Dieser Sachverhalt kann sich zwar negativ auf die Festigkeit auswirken, der entscheidende Vorteil besteht jedoch darin, dass die Fasern durch die erstarrte Matrix fixiert sind und es infolge der Formfüllung zu weniger Faserverschiebungen kommen kann. Die Faserverschiebungen sollten daher weit weniger gravierend sein, als dies in Abschnitt 4.3.4 der Fall war.

4. Ergebnisdiskussion

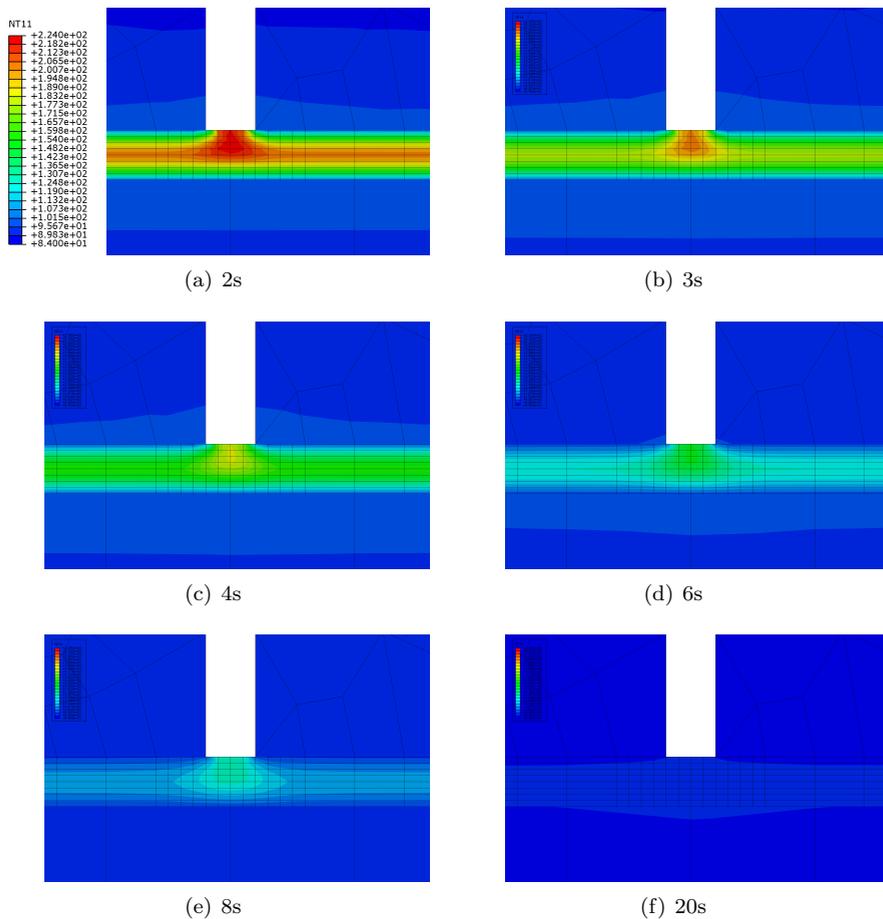


Abbildung 4.66: FEM-Simulation der Temperaturverteilung zu den unterschiedlichen Anspritzzeitpunkten

4.4.2. Verbundfestigkeit im Gesamtprozess

Im folgenden Abschnitt werden die Ergebnisse der Rippenabzugsversuche der in vorherigem Kapitel definierten Prozessrouten vorgestellt. Im Unterschied zu Kapitel 4.3.4 werden bei der Prüfkörperherstellung die Lamine stets auf eine Temperatur oberhalb der Schmelztemperatur erwärmt. In den darauffolgenden Teilprozessschritten kühlen die Lamine ab und werden bei unterschiedlichen Temperaturen hinterspritzt. Die entsprechende Temperaturverteilung kann Abschnitt 4.4.1 entnommen werden. Die mittels der Rippenabzugsprüfung erzielten Festigkeiten der einzelnen Versuchsreihen sind in Abbildung 4.67, in Form eines Box-Plot-Diagramms, dargestellt. Zur Beurteilung der Streuung kann der Abstand vom unteren Quartil bis zum oberen Quartil betrachtet werden. Der sogenannte Interquartilsabstand ist generell etwas größer als in den Versuchen aus Kapitel 4.3.4 und liegt in einem Wertebereich von ungefähr 4 MPa bis 8 MPa. Die Versuchsreihe zeigt bei einer Verzögerungszeit (bis zur Anspritzung) von 3 s einen Interquartilsabstand von 14 MPa. Damit ist die Streuung geringer als bei den Versuchen mit schmelzflüssigem Einleger aus Kapitel 4.3.4. Bei einer Anspritzung nach 2 s beträgt der Festigkeitsmittelwert 28 MPa. Die Verbundfestigkeit bleibt auch nach 3 s und 4 s mit einem Wert von ca. 25 MPa auf einem ähnlich hohen Niveau. Ein deutlicher Abfall der Festigkeit ist nach einer Verzögerungszeit von 6 s zu beobachten. Die Festigkeitswerte sinken auch bei 8 s und 20 s auf 16 MPa. Aus den Ergebnissen lässt sich schlussfolgern, dass bis zu einer Verzögerungszeit von einschließlich 4 s die Temperaturführung im Herstellungsprozess eine optimale Verbundfestigkeit erlaubt. Ab einer Verzögerungszeit von 6 s wird jedoch der kritische Fall erreicht, und die Lamine sind so stark abgekühlt, dass sich dies in einem signifikanten Abfall der Verbundfestigkeit bemerkbar macht. Diese experimentell ermittelte Prozessgrenze entspricht folglich exakt der mittels der Simulation in Kapitel 4.4.1 vorhergesagten Prozessgrenze. Dabei wurde vorhergesagt, dass die Kristallisation in der Laminat-Grenzschicht (Rippe) nach 4 s noch nicht begonnen hat und es wurde folglich eine hohe Verbundfestigkeit angenommen. Bei der Versuchsreihe nach 6 s dahingegen hat die Kristallisation eingesetzt und es wurde eine verminderte Verbundfestigkeit prognostiziert. Neben der Betrachtung der experimentell ermittelten Festigkeitswerte lassen sich die theoretischen Überlegungen zur Prozessgrenze auch durch Mikroskopaufnahmen in der Grenzschicht bestätigen. Betrachtet man die Mikroskopaufnahme eines Prüfkörpers der Versuchsreihe 2 s (nach erfolgter Rippenabzugsprüfung), so ist deutlich zu erkennen, dass Spritzgießmaterial auch nach dem Bruch auf der Oberseite des Gelegelaminats haftet (siehe Markierung in Abbildung 4.68(a)). Dies spricht für eine gute Verbindung der beiden Materialsysteme. Im Gegensatz dazu kann bei der Betrachtung eines Prüfkörpers der Versuchsreihe 6 s keine Haftung von Spitzgussmaterial auf der Laminatoberfläche beobachtet werden (siehe Abbildung 4.68(b)). In den Versuchen aus Kapitel 4.3.4 zeigte sich, dass die Fa-

4. Ergebnisdiskussion

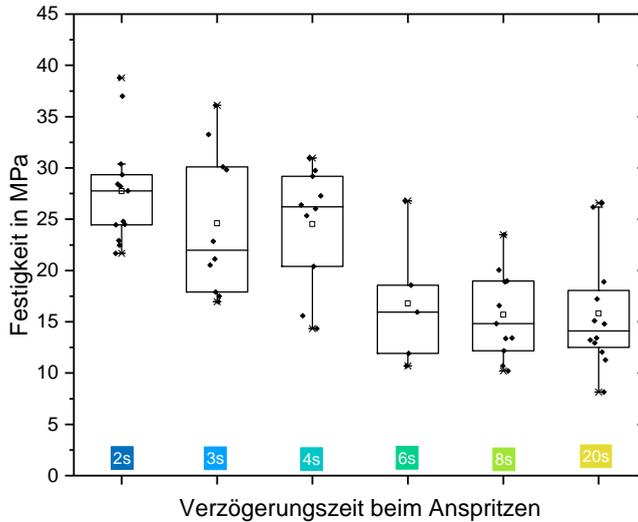


Abbildung 4.67: Ergebnisse der Rippenabzugsversuche: Zusammenhang zwischen Verbundfestigkeit und Verzögerungszeit beim Anspritzen im Gesamtprozess

erverschiebung aufgrund des Hinterspritzprozesses Ursache für die hohe Streuung ist. Im Gegensatz hierzu werden im Gesamtprozess, selbst bei der höchsten Laminattemperatur (2 s), keine solch massiven Faserverschiebungen beobachtet. Dies kann, wie in vorherigem Kapitel bereits erläutert, mit der Temperaturverteilung im Laminat erklärt werden. Betrachtet man die Grenzschichttemperatur im Rippenbereich (Abbildung 4.66), so wird ersichtlich, dass auf der Laminatoberseite, im Randbereich der Rippe, das Material bereits so stark abgekühlt ist, dass die Kristallisation eingesetzt hat. Die Randbereiche sind folglich erstarrt und die Fasern werden dadurch fixiert. Vor diesem Zusammenhang ist eine erneute Betrachtung des Schliffbildes in Abbildung 4.68(a) interessant: Das noch auf der Oberseite des Laminats haftende Material befindet sich dabei ausschließlich in der Mitte der Rippe. Dahingegen wird im Randbereich keine Haftung beobachtet. Auch dies könnte ein Indiz dafür sein, dass das Material im Randbereich bereits kristallisiert ist und dass die Interdiffusion vermehrt über die Rippenmitte stattfindet. In letzter Konsequenz sind dennoch die Faserverschiebungen einer der Hauptgründe für die Streuung innerhalb der Ergebnisse. Ein wesentlicher Effekt zur Entstehung der Faserverschiebungen wird im Folgenden erläutert. Beim Schließen des Spritzgießwerkzeugs wird auf das Laminat flächig ein Druck aufgebracht und das Laminat kompaktiert. Im Rippenbereich jedoch kann kein Druck auf das Laminat aufgebracht werden, weshalb das Laminat hier

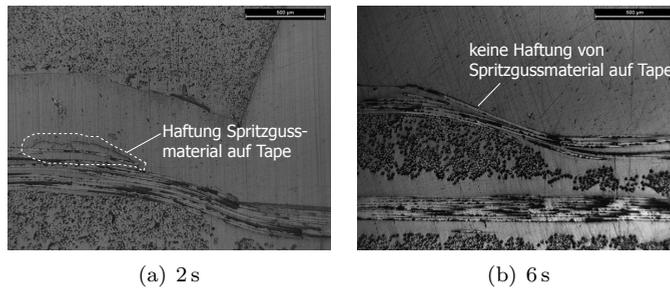


Abbildung 4.68: Mikroskopaufnahmen von Rippenprüfkörpern nach erfolgreicher Prüfung aus der Versuchsreihe 2 s (hohe Festigkeit) und nach 6 s (geringere Festigkeit)

auch nicht kompaktiert wird. Es wölbt sich folglich im Rippenbereich etwas nach oben, wie in Abbildung 4.69(a) dargestellt. In seltenen Fällen kann es durch den Spritzgießprozess dazu kommen, dass die Fasern brechen oder noch weiter in den Rippenbereich gedrückt werden. Der in Abbildung 4.69(b) gezeigte Fall ist ein Extremfall, jedoch stellt er ein typisches Beispiel für Ausreißer in den Versuchen dar.

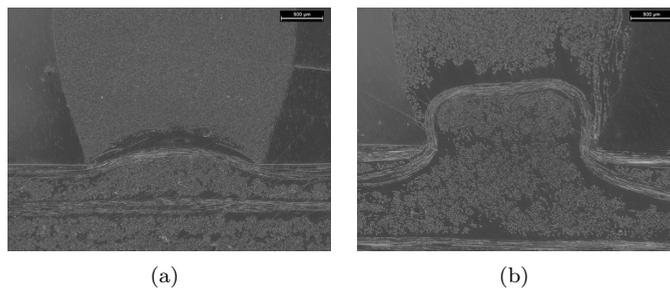


Abbildung 4.69: Schliffbilder von Prüfkörpern aus der Versuchsreihe 2 s: Ausmaße des Effekts der Laminatpenetration im Rippenbereich (normaler Prüfkörper (a) und Ausreißer (b))

Definition der Prozessgrenze für optimale Verbundfestigkeit bei schmelzflüssigen Einlegern

Die Erkenntnisse aus den vorangegangenen Kapiteln zeigen, dass eine optimale Verbundfestigkeit beim Hinterspritzen von schmelzflüssigen Laminaten erreicht

4. Ergebnisdiskussion

werden kann, wenn sich die Laminattemperatur in der Grenzfläche oberhalb der Rekristallisation befindet. Bei Rippenabzugsversuchen konnte ein signifikanter Abfall der Verbundfestigkeit beobachtet werden, sofern die oben genannte Bedingung nicht zutrifft. Des Weiteren konnte mittels Mikroskopaufnahmen eine verbesserte Anhaftung von Spritzgießmasse auf der Tapeoberfläche nachgewiesen werden, sofern die Bedingung eingehalten wird. Selbstverständlich gilt weiterhin auch die in Abschnitt 4.3.4 definierte Prozessgrenze und ein entsprechend hoher Wärmeeintrag beim Hinterspritzen kann ebenfalls zu einer guten Verbundfestigkeit führen. Auf Basis dieser Erkenntnisse kann nun die Prozessgrenze erweitert und wie folgt definiert werden:

Definition erweiterte Prozessgrenze: Zur Gewährleistung einer optimalen Verbundfestigkeit beim Hinterspritzen von Laminaten muss eine der beiden folgenden Bedingungen erfüllt sein.

Entweder muss sich zum Anspritzzeitpunkt $t = t_a$ die Temperatur auf der Laminatoberfläche im Rippenbereich $T_{L,R}$ oberhalb der Kristallisationsstarttemperatur T_{CS} befinden. Dafür gilt:

$$T_{L,R}(t) > T_{CS} \quad \text{für} \quad t = t_a \quad (4.9)$$

Oder die Laminatoberfläche $T_{L,R}$ muss durch den Wärmeeintrag beim Hinterspritzen ($t > t_a$) auf eine Temperatur erwärmt werden, die über dem Schmelzbereich-Beginn T_{m_s} liegt:

$$T_{L,R}(t) > T_{m_s} \quad \text{für} \quad t > t_a \quad (4.10)$$

4.5. Sensitivitätsanalyse

Die Ergebnisse aus den vorangegangenen Kapiteln zeigen, wie sehr das Abkühlverhalten von den einzelnen Teilprozessschritten beeinflusst wird und welche negativen Auswirkungen eine zu starke Abkühlung auf die Verbundfestigkeit hat. Der Fertigungsprozess kann durch viele Stellschrauben beeinflusst werden. Die verwendete Anlagentechnik, das Werkzeugkonzept, die Zykluszeiten in den Teilprozessschritten, die Aufheiz- und Werkzeugtemperaturen und viele weitere Parameter, haben Einfluss auf den Prozess. Dies macht die Findung eines Optimums nicht immer einfach. Um die einzelnen Prozessschritte, deren Haupteffekte und Wechselwirkungen ganzheitlich zu verstehen, werden im Folgenden Sensitivitätsanalysen mittels Design of Experiments (DoE) durchgeführt. Die daraus gewonnenen Erkenntnisse sind eine wertvolle Ausgangsbasis, um den Herstellungsprozess, sowohl unter technischen als auch unter wirtschaftlichen Aspekten optimieren zu können. Aufgrund der kurzen Rechenzeiten wird das in Kapitel

3.5.1 vorgestellte 1D-Modell zur Berechnung der Sensitivitäten verwendet. Im ersten Abschnitt (Kapitel 4.5.1) wird ein Laminatbereich außerhalb des Rippenbereichs betrachtet, der nicht hinterspritzt wird. Daran anschließend wird der Rippenbereich, unter Berücksichtigung des Spritzgießprozesses, betrachtet (Kapitel 4.5.2). Es sei angemerkt, dass Teile der im Folgenden vorgestellten Sensitivitätsanalysen auf einer vom Autor betreuten Abschlussarbeit [A5] basieren.

4.5.1. Sensitivität: Gesamtprozess ohne Hinterspritzen (außerhalb des Rippenbereichs)

Im Mittelpunkt dieses Kapitels stehen Sensitivitätsanalysen im Gesamtprozess. Zunächst wird jedoch der Fokus auf die Laminatbereiche gelegt, die umgeformt, aber nicht hinterspritzt werden. Damit die Sensitivitäten im Gesamtprozess untersucht werden können, muss in einem ersten Schritt ein Referenzprozess definiert werden. Dieser ist durch die in Tabelle 4.8 aufgeführten Parameter definiert. Die entsprechenden Parametereinstellungen sind so gewählt, dass deren Werte einem realistischen Prozess zur Verarbeitung von PA6-Laminaten entsprechen. Einige der aufgeführten Parameter lassen sich in der Praxis einfach einstellen und verändern (Werkzeugtemperatur, etc.) andere lassen sich nur schwer variieren (zum Beispiel die Wärmeleitfähigkeit). Ungeachtet der technischen Umsetzbarkeit werden alle Systemparameter nach folgendem Schema variiert:

$$F_{i,0} = 0,5 \cdot F_{i,ref} \quad (4.11)$$

$$F_{i,1} = 1,5 \cdot F_{i,ref} \quad (4.12)$$

Mit $F_{i,0}$, der Einstellung des Faktors i auf der Stufe 0, $F_{i,1}$, der Einstellung des Faktors i auf Stufe 1 und $F_{i,ref}$, dem Wert des Faktors i für den Referenzprozess. Die Temperaturabhängigkeit der Materialparameter wird in diesem ersten Schritt vernachlässigt, da auch diese Parameter hinsichtlich ihrer Sensitivität auf den Gesamtprozess untersucht werden sollen. Die resultierenden Einstellung der Stufen sind in Tabelle 4.9 aufgelistet. Bevor jedoch eine Quantifizierung der Effekte möglich ist, müssen zunächst die Zielgrößen definiert werden, anhand welcher die Auswirkungen der Parametervariationen diskutiert werden sollen. Als Zielgröße ausgewählt werden die Kerntemperatur sowie die Oberflächentemperaturen der Lamine (Oberseite und Unterseite). Es wird damit untersucht, wie sich Änderungen der Faktoren auf die oben genannten Zielgrößen auswirken. Dazu werden Haupteffekte berechnet und diese in einem Haupteffektdiagramm grafisch dargestellt. Für den zu untersuchenden Faktor wird je Stufe ein Mittelwert der Zielgröße berechnet. Im Mittelwert sind dabei die Ergebnisse aller verbleibenden Faktorkombinationen berücksichtigt. Anschließend werden die Mittelwerte durch eine Gerade verbunden, deren Steigung eine Aussage über die Bedeutung des Haupteffekts gibt. Je steiler die Verbindungsgerade, desto größer

4. Ergebnisdiskussion

Tabelle 4.8.: Definition Referenzprozess

| Parameter | Bez. | Wert |
|-------------------------------------|-------------------------|---|
| Laminatdicke | d | 2 mm |
| Aufheiztemperatur | T_0 | 260 °C |
| Werkzeugtemperatur | T_{Wz} | 80 °C |
| Umgebungstemperatur | T_U | 23 °C |
| Transferegeschwindigkeit | v_{Tr} | 1 m s ⁻¹ |
| Dauer Transfer | t_{trans} | 6 s |
| Dauer einseitiger Kontakt | t_{ein} | 2 s |
| Wärmeübergangskoeff. eins. Kontakt | Wkz.- α_{wz1} | 200 W m ⁻² K ⁻¹ |
| Dauer beidseitiger Kontakt | t_{beid} | 2 s |
| Wärmeübergangskoeff. beids. Kontakt | Wkz.- α_{wz2} | 1000 W m ⁻² K ⁻¹ |
| Dichte Werkzeugmaterial | ρ_{Wz} | 7830 kg m ⁻³ |
| Spez. Wärmekapazität Wkz. | $c_{p,wz}$ | 460 J kg ⁻¹ K ⁻¹ |
| Wärmeleitfähigkeit Wkz. | λ_{Wz} | 34,5 W m ⁻¹ K ⁻¹ |
| Dichte FVK | ρ_{FVK} | 1350 kg m ⁻³ |
| Spez. Wärmekapazität FVK | $c_{p,FVK}$ | 1830 J kg ⁻¹ K ⁻¹ |
| Wärmeleitfähigkeit FVK | λ_{FVK} | 0,47 W m ⁻¹ K ⁻¹ |

ist der jeweilige Effekt. Das Haupteffektdiagramm für die Zielgröße Kerntemperatur ist in Abbildung 4.70 dargestellt. Den größten Effekt auf die Kerntemperatur hat offensichtlich die Aufheiztemperatur T_0 . Jedoch spielen auch die Laminatdicke d , die Dauer des beidseitigen Kontakts t_{beid} und die Materialparameter ρ_{FVK} und $c_{p,FVK}$ eine wichtige Rolle. Die Bedeutung der letztgenannten Parameter unterstreicht die Notwendigkeit einer genauen Materialcharakterisierung. Insbesondere dann, wenn daraus Materialkennwerte für die Simulation generiert werden. Valide Kennwerte sind entscheidend für eine hohe Prognosegüte. Ein naheliegender Schritt zur Absicherung des Herstellungsprozesses kann daher sein, die Aufheiztemperatur so hoch wie möglich zu wählen, um Probleme durch zu schnelles Abkühlen zu vermeiden. Jedoch sind hier auch technisch Grenzen gesetzt, u.a. dadurch, dass Kunststoffe bei zu hoher Temperatur geschädigt werden (Degradation). Auch wirtschaftlich kann dies problematisch sein. Neben einem erhöhten Energieverbrauch für die Aufheizung korreliert eine Erhöhung der Aufheiztemperatur oftmals mit einer Verlängerung der Aufheizdauer. Die daraus resultierende Zykluszeitverlängerung bringt in den meisten Fällen eine deutliche Kostensteigerung mit sich. Bei der Verwendung von dünnen Laminaten muss in

Tabelle 4.9.: Definition der Parameterstufen für Sensitivitätsanalysen [A5]

| Parameter | Stufe 0 | Stufe 1 | Einheit |
|-----------------|---------|---------|----------------------------------|
| d | 1 | 3 | mm |
| T_0 | 130 | 390 | °C |
| T_{Wz} | 40 | 120 | °C |
| T_U | 11,5 | 34,5 | °C |
| v_{Tr} | 0,5 | 1,5 | m s^{-1} |
| t_{ein} | 1 | 3 | s |
| α_{Wz1} | 100 | 300 | $\text{W m}^{-2} \text{K}^{-1}$ |
| t_{beid} | 1 | 3 | s |
| α_{Wz2} | 500 | 1500 | $\text{W m}^{-2} \text{K}^{-1}$ |
| ρ_{Wz} | 3915 | 11 745 | kg m^{-3} |
| $c_{p,Wz}$ | 230 | 690 | $\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$ |
| λ_{Wz} | 17,25 | 51,75 | $\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$ |
| ρ_{FVK} | 675 | 2025 | kg m^{-3} |
| $c_{p,FVK}$ | 915 | 2745 | $\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$ |
| λ_{FVK} | 0,235 | 0,705 | $\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$ |

besonderem Maße darauf geachtet werden, dass diese nicht zu stark abkühlen und die kritische Prozessgrenze erreichen. Um dies zu vermeiden, können u.a. eine Reduktion der Verweildauer im geschlossenen Werkzeug (beidseitiger Kontakt) oder eine Erhöhung der Werkzeugtemperatur effektive Gegenmaßnahmen darstellen. Nachstehend wird als Zielgröße die Oberflächentemperatur des Laminats definiert. Betrachtet man das Haupteffektdiagramm in Abbildung 4.71, so stellt auch hier die Aufheiztemperatur T_0 den größten Haupteffekt dar. Der Einfluss der Laminatdicke auf die Oberflächentemperatur ist allerdings deutlich geringer als deren Einfluss auf die Kerntemperatur. Im Gegensatz hierzu zeigt sich bei der Werkzeugtemperatur ein deutlicher Anstieg des Effekts bezüglich der Oberflächentemperatur. Die Bedeutung des Transfers (v_{Tr}) und des einseitigen Werkzeugkontakts (t_{ein} , α_{Wz1}) bleiben nahezu unverändert. Dahingegen spielt der Wärmeübergangskoeffizient α_{Wz2} im geschlossenen Werkzeug eine wesentlich wichtigere Rolle. Auch die Materialparameter gewinnen an Bedeutung. Insbesondere gilt dies für die Wärmeleitfähigkeit des Laminats (λ_{FVK}).

4. Ergebnisdiskussion

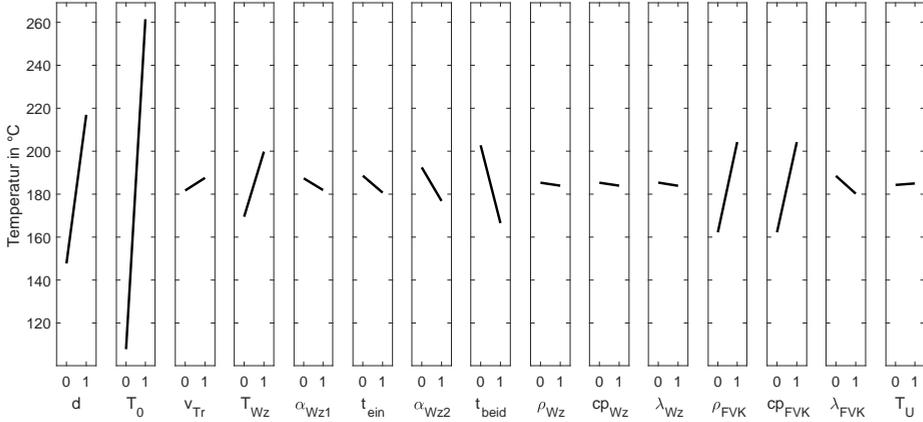


Abbildung 4.70: Sensitivitäten im Gesamtprozess: Haupteffektdiagramm der Laminatkerntemperatur (außerhalb des Rippenbereichs)[A5]

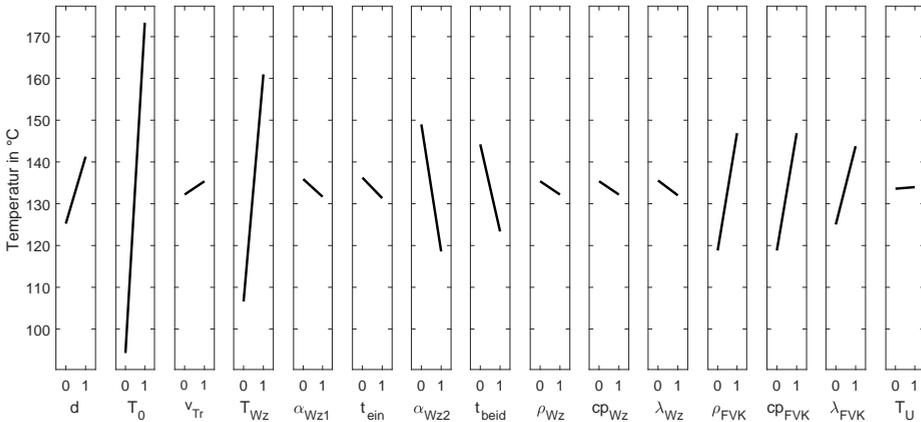


Abbildung 4.71: Sensitivitäten im Gesamtprozess: Haupteffektdiagramm der Laminatoberflächentemperatur (außerhalb des Rippenbereichs)[A5]

4.5.2. Sensitivität: Gesamtprozess mit Hinterspritzen (innerhalb des Rippenbereichs)

Im vorherigen Abschnitt wurden der Rippenbereich und der Spritzgießprozess nicht betrachtet. Ziel dieses Kapitels ist es daher, die Sensitivitätsanalyse für den Rippenbereich und das Hinterspritzen zu erweitern. Dafür geeignete Zielgrößen lassen sich aus den in Kapitel 4.3.4 und Kapitel 4.4.2 formulierten Prozessgrenzen ableiten. Für das Umformen und Hinterspritzen von schmelzflüssigen Laminaten ($T_0 > T_m$) wird daher die folgende Prozessgrenze betrachtet:

Zum Anspritzzeitpunkt muss sich die Temperatur auf der Laminatoberfläche im Rippenbereich oberhalb der Kristallisationsstarttemperatur befinden (Prozessgrenze 1)

Sollen kalte bzw. vorgewärmte Lamine ($T_0 < T_m$) hinterspritzt werden, so muss der Aufheizpeak betrachtet werden und es gilt die folgende Prozessgrenze:

$T_{L,R} > T_{m_s}$ - Die Laminatoberflächentemperatur im Rippenbereich muss durch den Wärmeeintrag beim Hinterspritzen auf eine Temperatur oberhalb T_{m_s} erwärmt werden (Prozessgrenze 2)

Für die oben genannten Prozessgrenzen ist zum einen die Oberflächentemperatur im Rippenbereich vor dem Hinterspritzen relevant (Prozessgrenze 1). Diese wird daher als Zielgröße 1 definiert. Zum anderen ist die Oberflächentemperatur im Rippenbereich während des Hinterspritzens von Bedeutung (Prozessgrenze 2). Folglich wird diese Oberflächentemperatur als Zielgröße 2 gewählt. Auf Basis der beiden Zielgrößen sollen nun die Haupteffekte untersucht werden. Dazu werden die in Tabelle 4.10 aufgeführten Stufeneinstellungen verwendet. Für sämtliche Materialparameter wird in diesem Fall deren Temperaturabhängigkeit berücksichtigt. Die Laminatdicke d wird über drei Stufen variiert, um auch nicht lineare Effekte abbilden zu können (Stufe 1: 1 mm; Stufe 2: 2 mm; Stufe 3: 3 mm). Das Ergebnis der Sensitivitätsanalyse mit der Zielgröße 1 (Oberflächentemperatur im Rippenbereich unmittelbar vor dem Hinterspritzen) ist in Abbildung 4.72 gezeigt. Im Unterschied zu den vorangegangenen Untersuchungen zeigt in diesem Fall die Laminatdicke den größten Haupteffekt. Daraus kann die Schlussfolgerung gezogen werden, dass insbesondere bei dünnen Laminaten das Abkühlen im Rippenbereich schnell kritisch werden kann. Es besteht eine erhöhte Gefahr, dass die Prozessgrenze unterschritten wird. Dieser Effekt wird noch zusätzlich durch die ersichtliche Nichtlinearität verstärkt (bei dünnen Laminaten ist die Steigung des Haupteffektplots größer als bei dicken Laminaten). Die Aufheiztemperatur bleibt dahingegen weiterhin eine wichtige Einflussgröße. Dasselbe gilt für die Werkzeugtemperatur und die Dauer des beidseitigen Kontakts. Es zeigt sich allerdings, dass die Transfargeschwindigkeit an Bedeutung gewinnt, obwohl die

4. Ergebnisdiskussion

Tabelle 4.10.: Definition der Parameterstufen für Sensitivitätsanalysen mit Berücksichtigung des Rippenbereichs [A5]

| Parameter | Stufe 0 | Stufe 1 |
|----------------|---------------------------------------|--|
| T_0 | 240 °C | 290 °C |
| T_{Wz} | 40 °C | 120 °C |
| T_U | 11,5 °C | 34,5 °C |
| v_{Tr} | 0,5 m s ⁻¹ | 1,5 m s ⁻¹ |
| t_{ein} | 1 s | 3 s |
| α_{wz1} | 100 W m ⁻² K ⁻¹ | 300 W m ⁻² K ⁻¹ |
| t_{beid} | 1 s | 3 s |
| α_{wz2} | 500 W m ⁻² K ⁻¹ | 1500 W m ⁻² K ⁻¹ |

gewählten Stufen eher konservativ gewählt wurden. Der Transferschritt sollte daher bei einer Prozessoptimierung nicht vernachlässigt werden. Im nächsten Abschnitt wird die Zielgröße 2 betrachtet. Dabei wird bei der Berechnung der Haupteffekte auch der Aufheizpeak beim Hinterspritzen berücksichtigt und die Laminatoberflächentemperatur im Rippenbereich (Grenzfläche) berechnet. Die Ergebnisse, unter Berücksichtigung des Hinterspritzens, sind in Abbildung 4.73 dargestellt. Die Laminatdicke d zeigt den größten Effekt bezüglich der Grenzflächentemperatur. Im Umkehrschluss bedeutet dies, dass bei dünnen Laminaten besonders darauf geachtet werden muss, dass die Prozessgrenze nicht durch eine zu schnelle Abkühlung überschritten wird. Andernfalls kann keine optimale Verbundfestigkeit erzielt werden. Des Weiteren wird aus dem Haupteffektdiagramm ersichtlich, dass die Aufheiztemperatur T_0 zwar einen großen Effekt hat, dieser aber im Vergleich zu vorherigen Ergebnissen deutlich geringer ausfällt. In der Folge spielen auch die restlichen Einflussgrößen, wie Werkzeugtemperatur, Transfergeschwindigkeit etc. eine noch wichtigere Rolle.

4.5. Sensitivitätsanalyse

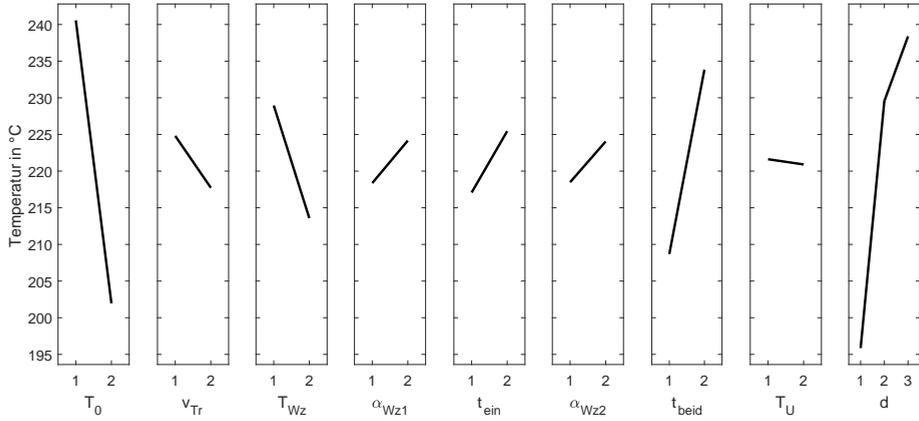


Abbildung 4.72: Sensitivitäten im Rippenbereich unmittelbar vor dem Anspritzen [A5]

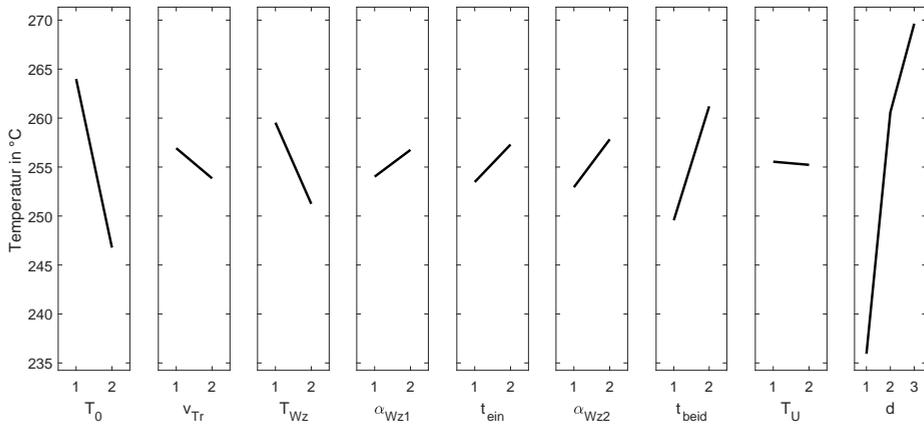


Abbildung 4.73: Sensitivitäten im Rippenbereich unter Berücksichtigung des Hinterspritzens [A5]

5. Anwendung der Methodik an einem realen Bauteil

In diesem Kapitel wird die im Rahmen dieser Arbeit entwickelte Methode anhand einer komplexen Prozesskette zur Herstellung eines Lower Bumper Stiffeners (LBS, untere Stoßfängerabdeckung) angewandt. Der LBS befindet sich im vorderen Stoßfänger und muss vielfältige Anforderungen erfüllen. Von besonderer Bedeutung ist der Schutz von Fußgängern im Falle einer Kollision mit einem Pkw. Eine solche Kollision wird mit einem künstlichen Beinimpaktor (mechanische Nachbildung des menschlichen Beins) nachgestellt. Bei dieser Prüfung trifft der Impaktor mit einer Geschwindigkeit von 40 km/h auf der Fahrzeugfront auf (vgl. Abbildungen 5.1(a) und 5.1(b)). Über Sensoren wird die Belastung des Beins (Biegung, Scherung, Beschleunigung) überwacht. Das LBS-Bauteil muss eine entsprechend hohe Steifigkeit und Festigkeit aufweisen um den Impaktor unter dieser Crash-Situation abstützen zu können. Das bereits in [3] vorgestellte LBS-Leichtbaukonzept besteht aus einem endlosfaserverstärkten Halbzeug, das in der Spritzgießkavität umgeformt und hinterspritzt wird. In Abbildung 5.1(c) stellen die dunklen Bauteilbereiche das Spritzgießmaterial (Fibremod GD310U, Borealis) und die hellen Bereiche das endlosfaserverstärkte Laminat (TEPEX dynalite 104-RG600, Bond Laminates) dar. Durch den Einsatz von Endlosfasern kann die Grundwandstärke auf lediglich 1 mm reduziert werden. Die relevanten Lastfälle (u.a. Fußgängerschutzanforderungen) werden vorab durch FEM-Simulationen abgesichert (nicht Teil dieser Arbeit). Die durchgeführten Berechnungen setzen allerdings eine optimale Verbundfestigkeit zwischen den Materialsystemen voraus. Zur experimentellen Überprüfung der Anforderungen und zur Sicherstellung der Herstellbarkeit werden Prototypen unter großserientauglichen Prozessbedingungen gefertigt. Die Prozesskette mitsamt der notwendigen Teilprozesse ist in Abbildung 5.2 dargestellt. Wie in Abbildung 5.2(a) zu sehen, ist das Heizfeld oberhalb der Spritzgießkavität positioniert. Dadurch kann der Transferweg sehr gering gehalten und das Risiko einer zu starken Abkühlen des Laminats minimiert werden. Die Aufheizung des Laminats und die Bauteilherstellung können gleichzeitig stattfinden. Damit beeinflusst die Aufheizdauer in diesem Fall die Zykluszeit nicht. Nachdem das Laminat auf die Zieltemperatur von 250 °C erwärmt ist, findet der Transferprozess statt: Über eine pneumatische Linearachse wird das, mittels Klemmgreifer fixierte, Halbzeug in 3,9 s vor

5. Anwendung der Methodik an einem realen Bauteil

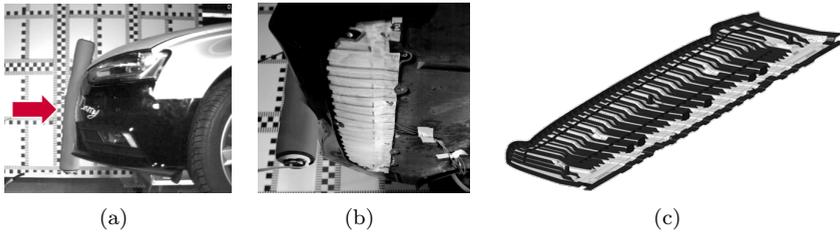


Abbildung 5.1: Darstellung eines Impaktor-Aufpralls in Seitenansicht (a) und von unten (b) unter Verwendung eines Lower Bumper Stiffeners, bestehend aus PP-GF-Laminat mit hinterspritzten Rippen (c)

das Spritzgießwerkzeug gefahren. An dieser Position verharrt das Halbzeug für 0,7 s unter konvektiven Randbedingungen (Abbildung 5.2(b)), bis anschließend die ersten Werkzeugelemente (voreilende pneumatische Stempel) das Laminat kontaktieren und vorformen (siehe Abbildung 5.2(c)). Der gesamte Preforming Schritt (Umformung mittels voreilender Stempel) dauert nur 0,3 s. Bevor sich die Hauptkavität im Anschluss weiter schließen kann, muss sich das Transfersystem abkoppeln (Öffnen der Klemmgreifer und Linearbewegung nach oben zur Aufheizstation). Am Ende dieses 8,0 s andauernden Prozesses findet die restliche Umformung (Dauer 0,4 s) statt. Nach einer Verzögerungszeit von 3,0 s (bedingt u. a. durch die Dauer der Werkzeugverriegelung) kann das Laminat hinterspritzt werden. Der Spritzgießprozess inklusive der Abkühlzeit hat eine Dauer von 30 s. Für die Entformung werden weitere 10 s benötigt. In Summe ergibt sich eine Gesamtzykluszeit von lediglich 56,3 s. Bei der Prozessauslegung ist der Wirtschaftlichkeit (kurze Zykluszeit) bereits eine hohe Bedeutung eingeräumt worden. Die oben genannten Zeitdauern stellen daher die kürzest mögliche Prozessausführung dar, die an der prototypischen Anlage unter den vorherrschenden Randbedingungen umsetzbar ist. Dennoch kann damit nicht sichergestellt werden, dass bei der Prozessführung die kritische Prozessgrenze nicht überschritten wird. Dies soll im Folgenden mit der im Rahmen der Arbeit entwickelten Methode untersucht werden. Dazu wird für die 1D-Betrachtung eine einfach zu bedienende Benutzeroberfläche entwickelt (MATLAB GUI) und damit die gesamte Prozesskette unter Berücksichtigung der thermischen Randbedingungen nachgestellt (siehe Abbildung 5.3). Für die Berechnung der Temperaturführung werden die thermischen Materialkennwerte aus Kapitel 4.1 herangezogen. Diese Annahme erscheint zulässig, da es sich auch bei dem für den LBS eingesetzten Laminat, um ein Material mit identischer Faser- und Matrixart, identischer Schmelztemperatur, identischer Laminatdicke sowie einem vergleichbaren Faservolumenanteil (Unterschied 2 %) [143] handelt. Dennoch sei an dieser Stelle angemerkt,

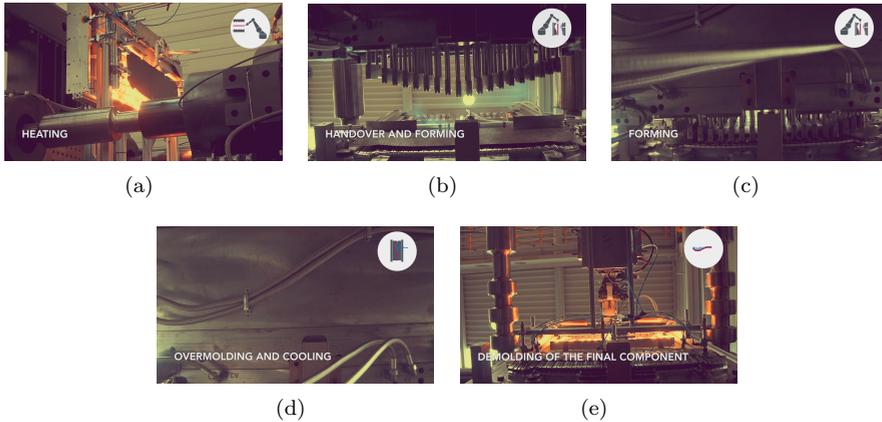


Abbildung 5.2: Darstellung der Bauteilherstellung bestehend aus den folgenden Prozessschritten: Aufheizung (a), Übergabe (b), Umformung (c), Hinterspritzen und Abkühlung (d), Entformung des Bauteils (e)

dass zur exakten Vorhersage eine vollständige Materialcharakterisierung empfehlenswert ist. Auf Basis der getroffenen Annahme soll im Folgenden die Temperaturführung entlang der Prozesskette diskutiert werden. In Abbildung 5.3 ist das entsprechende Berechnungsergebnis für den worst-case (Bauteilbereiche mit der schnellsten Abkühlung) dargestellt. Betrachtet werden dabei drei Punkte im Rippenbereich. Die erste Kurve (grau) stellt den Temperaturverlauf auf der Unterseite des Laminats dar (kein Kontakt zum Spritzgießmaterial). Die schwarze Kurve zeigt das Ergebnis im Laminatkern und die rote Kurve zeigt den Temperaturverlauf der Laminatoberseite, auf welcher eine Rippe angespritzt wird. Betrachtet man die Abkühlkurve der Laminatoberseite, so ist zunächst ersichtlich, dass das Material nach ca. 13s zu kristallisieren beginnt. Der Kristallisationsprozess ist nahezu vollständig abgeschlossen, bevor der Spritzgießvorgang beginnt ($t = t_a$). Damit ist die erste Bedingung der in Abschnitt 4.4.2 definierten Prozessgrenze (Gleichung 4.9) nicht erfüllt. Zur Betrachtung der zweiten Bedingung (Gleichung 4.10) muss die Temperatur auf der Laminatoberfläche während des Spritzgießprozesses ($t > t_a$) analysiert werden. Wie die Ergebnisse zeigen, wird die Laminatgrenzfläche durch das überströmende Spritzgießmaterial auf eine Temperatur von 160 °C erwärmt. Vergleicht man dazu die Ergebnisse der DSC-Analyse in Abbildung 4.3(b) (Kapitel 4.1), so ist festzustellen, dass man sich damit bereits im Schmelzbereich des Polymers befindet ($T_{L,R}(t) > T_{m,s}$). Damit ist eine hinreichende Bedingung für die Prozessgrenze erfüllt und es kann eine gute Verbundfestigkeit durch Interdiffusionsprozesse vorhergesagt werden.

5. Anwendung der Methodik an einem realen Bauteil

Zur Validierung wird der Crash-Test aus Abbildung 5.1(a) (Impaktor-Aufprall)

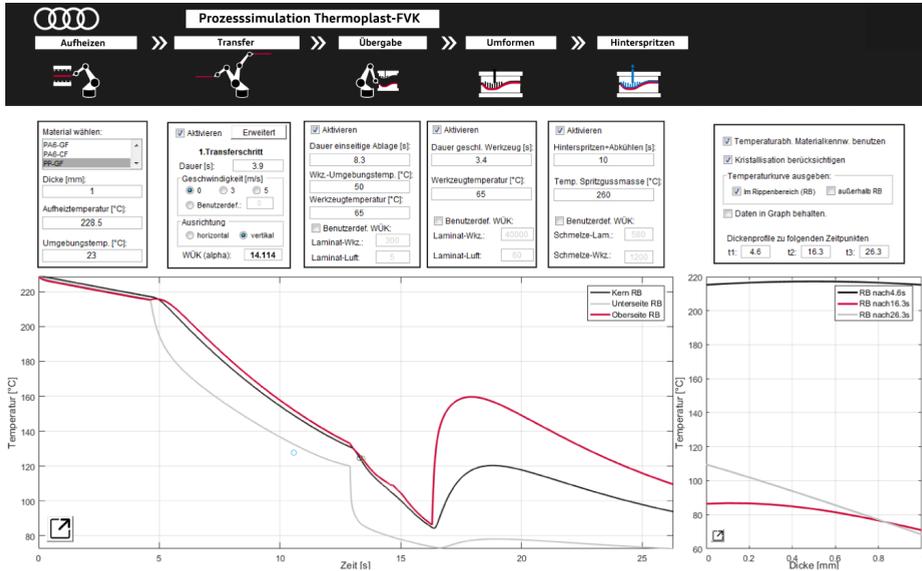


Abbildung 5.3: Darstellung der entwickelten Benutzeroberfläche (Prozessbaukasten) am Beispiel der LBS-Herstellung

mit Bauteilen aus dem oben beschriebenen Herstellungsprozess durchgeführt. In Abbildung 5.4(a) ist ein solches Bauteil (Detailausschnitt) vor der Prüfung dargestellt. Nach der Prüfung zeigt sich ein Versagen stets im Rippenkörper (siehe Abbildung 5.4(b)), nicht in der Grenzschicht. Auch wenn diese Prüfmethodik keinerlei Aussage über qualitative Festigkeitswerte zulässt, so deutet doch alles auf eine gute Verbundfestigkeit hin. Damit kann das Fazit gezogen werden, dass keine kritische Prozessgrenze bei der Bauteilherstellung überschritten wurde. Die im Rahmen der Arbeit entwickelte Methodik wurde somit erfolgreich an einer realen und komplexen Prozesskette angewandt. Auch die Großserientauglichkeit der thermoplastischen Verbundwerkstoffe wird durch die erzielte Zykluszeit von unter 60s untermauert. Im Vergleich zum Serienbauteil (Spritzgießbauteil ohne Endlosfaserverstärkung) konnte zusätzlich eine Gewichtsreduktion von 34% erzielt werden.



(a)



(b)

Abbildung 5.4: LBS-Bauteil vor der Prüfung (a) und nach der Prüfung (b)

6. Zusammenfassung und Ausblick

Die Kombination aus endlosfaserverstärkten UD-Tapes und klassischen Spritzgießprozessen bietet ein hervorragendes Potential, um Leichtbau mit Faserverbundkunststoffen wirtschaftlich und vor allem auch in Großserie betreiben zu können. Im Rahmen dieser Arbeit wurde zunächst aufgezeigt, dass Wissenslücken bezüglich des thermischen Verhaltens der Werkstoffe dazu führen, dass die Herstellungsprozesse nicht optimal ausgelegt werden. Zentrales Ziel der vorliegenden Arbeit war daher eine Methodik zur Vorhersage und Optimierung der Temperaturführung entlang der gesamten Prozesskette zu entwickeln. Neben einer umfangreichen, experimentellen Betrachtung des thermischen Verhaltens von PP-GF-, PA6-GF- und PA6-CF-Tapegelegen, wurde die Temperaturverteilung innerhalb der Prozesskette auch numerisch untersucht. Dazu wurde neben einer 3D-Simulation (Abaqus) ein effizientes 1D-Simulationsmodell (numerischer Prozessbaukasten) entwickelt. Dieses berücksichtigt die nicht-isotherme Kristallisationskinetik und eignet sich für die Vorhersage der Prozessgrenze (optimale Verbundfestigkeit) beim Hinterspritzen. Damit steht eine effiziente Simulationemethode zur Verfügung, die für nahezu beliebige Prozessausführungen geeignet ist, um das thermische Verhalten zu prognostizieren und damit den Herstellungsprozess abzusichern.

Zu Beginn des Methodenteils wurden die zu untersuchenden Werkstoffsysteme, der Aufbau der Versuchskörper sowie deren Herstellung erläutert. Es wurden Laminat mit drei unterschiedlichen Dicken (1 mm, 2 mm, 3 mm) hergestellt und dabei Temperatursensoren (Typ K) eingebettet, um den Wärmehaushalt bei der Bauteilherstellung untersuchen zu können. Aufgrund der Komplexität und der Vielzahl an Einflussgrößen wurde der Herstellungsprozess in die folgenden Teilprozesse unterteilt: Aufheizen, Transfer, Übergabe an das Werkzeug, Umformung und Hinterspritzen. Diese Teilprozessschritte wurden separat, sowohl experimentell als auch simulativ, untersucht. Die speziell dafür entwickelten Versuchsaufbauten wurden im Methodenteil genauer erläutert. Im Anschluss wurden Simulationsmodelle zur Vorhersage des thermischen Verhaltens vorgestellt. Es wurden dabei zwei unterschiedliche Ansätze gewählt. Zum einen erfolgte die numerische Simulation in einem 3D-FEM-Modell. Zum anderen wurde ein effizientes, auf der Finiten-Differenzen-Methode basierendes, 1D-Modell entwickelt. Darin wurden alle für den Prozess relevanten Wärmeübertragungsmechanismen (Konvektion, Strahlung und Wärmeleitung) und die entsprechenden thermischen

6. Zusammenfassung und Ausblick

Prozessrandbedingungen berücksichtigt. Des Weiteren ist das Modell für die Betrachtung der Temperaturverteilung im Rippenbereich, sowie die Berechnung des Aufheizpeaks beim Hinterspritzen geeignet.

Zur Modellierung der nicht-isothermen Kristallisationskinetik wurden der Ansatz von Nakamura [70, 71, 72] und das Nakamura-Ziabicki-Modell betrachtet. Das Kristallisationsverhalten wurde mittels der dynamischen Differenzkalorimetrie experimentell untersucht und die Ergebnisse im Abschnitt Ergebnisdiskussion dokumentiert. Dabei wurden Abkühlraten von 0,17 K/s bis 1 K/s mit einer Standard-DSC-Analyse ausgewertet. Da im realen Prozess deutlich höhere Abkühlraten auftreten können, wurden zusätzlich Flash-DSC-Untersuchungen für Abkühlraten zwischen 5 K/s und 400 K/s durchgeführt. Die Auswertung der Ergebnisse erfolgte durch eine automatisierte Methode zur Auftragung des Wärmestroms über der Temperatur und anschließender Separation der Kristallisationspeaks. Anhand dieser Ergebnisse konnte das nicht-isotherme Kristallisationsverhalten der Werkstoffe diskutiert werden. Durch einen Vergleich mit der Simulation konnte gezeigt werden, dass das Materialverhalten mit dem Nakamura-Ansatz nicht im gesamten Abkühlraten-Spektrum korrekt abgebildet werden kann. Dahingegen wurde mit dem modifizierten Nakamura-Ziabicki-Ansatz eine sehr gute Übereinstimmung für alle Abkühlraten erzielt. Damit konnte gezeigt werden, dass sich dieses Modell eignet, um das nicht-isotherme Kristallisationsverhalten und insbesondere die Kristallisationsstarttemperatur mit hoher Prognosegüte zu berechnen.

Im weiteren Verlauf wurden die Ergebnisse aus den Untersuchungen der einzelnen Teilprozesse erläutert. Für den Aufheizvorgang wurde im Rahmen der Arbeit eine konvektive Aufheizmethode (Umluftofen) ausgewählt. Anhand von Thermoelement-Messungen wurde gezeigt, dass sich damit reproduzierbar eine homogene Zieltemperatur im gesamten Laminat einstellen lässt. Dies ist eine wichtige Voraussetzung zur Analyse des darauffolgenden Transferprozesses. Bei der Betrachtung des Transferprozesses wurde zwischen freier und erzwungener Konvektion unterschieden. Zunächst wurden, für den Fall der freien Konvektion, Lamine unter Laborbedingungen abgekühlt und die Temperaturverteilung gemessen. Zur Betrachtung der erzwungenen Konvektion wurde anschließend ein Versuchsaufbau entwickelt und das Abkühlverhalten in einem Windkanal unter Variation von Strömungsgeschwindigkeit, Laminatausrichtung und Laminatdicke untersucht. Die Abkühlraten im Kern umfassten einen Bereich von 1 K/s bis 7,6 K/s. Die höchsten Abkühlraten wurden bei 1 mm dünnen Laminaten mit PA6-Matrix und horizontaler Überströmung gemessen. Es zeigte sich, dass ein vertikaler Transferprozess, aufgrund der langsameren Abkühlung, für den Herstellprozess vorteilhaft ist. In der Simulation konnte das Abkühlverhalten für alle betrachteten Materialien und Transferkonfigurationen sehr gut abgebildet werden. Auf der Laminatoberfläche wurde eine inhomogene Temperaturverteilung beobachtet. Bei horizontaler Überströmung zeigte sich unmittelbar nach Auftreffen der Strömung an der Laminatvorderkante ein deutlicher Tempera-

turpeak. Dieser Effekt wurde auf das in der Literatur als Forward-Facing-Step bezeichnete Grenzschichtphänomen zurückgeführt.

Zur Untersuchung der Temperaturverteilung bei der Umformung wurde zwischen einseitigem Werkzeugkontakt und beidseitigem Werkzeugkontakt unterschieden. Es wurde jeweils ein Versuchsaufbau entwickelt um die Temperaturverteilung zu messen. Abkühlkurven wurden für verschiedene Werkstoffe und unterschiedliche Laminatdicken aufgezeichnet. Anhand einer iterativen Vorgehensweise konnten die entsprechenden Wärmeübergangskoeffizienten ermittelt werden. Es zeigte sich eine sehr hohe Übereinstimmung zwischen der Simulation und den Versuchsergebnissen.

Wird das Laminat lokal hinterspritzt, so unterscheidet sich das Abkühlverhalten in den Rippenbereichen signifikant von den Bereichen, die nicht hinterspritzt werden. Die Temperaturverteilung in einem definierten Rippenbereich wurde zunächst mittels des 3D-Modells betrachtet. Im Anschluss konnte gezeigt werden, dass auch das 1D-Modell durch eine Erweiterung in der Lage ist, das thermische Verhalten mit guter Genauigkeit abzubilden. Dazu wurden die Modellparameter h_{Rippe} und η für die unterschiedlichen Materialien und Laminatdicken ermittelt.

Im Rahmen der Arbeit wurde aufgezeigt, dass für die Verbundfestigkeit beim Hinterspritzen der Temperaturhaushalt auf der Laminatoberfläche (Grenzfläche) eine wichtige Rolle spielt. Zur Untersuchung wurden Temperatursensoren unterhalb der äußersten Tapelage in das Laminat eingebracht. Dadurch konnte der Aufheizpeak gemessen werden, welcher beim Überströmen des Laminats mit Spritzgießmasse entsteht. Der Spritzgießprozess wurde zunächst mit der Software Autodesk[®] Moldflow[®] berechnet. Der Wärmeübergangskoeffizient in der Grenzschicht (Rippenbereich) wurde in der Simulation variiert und die Ergebnisse mit den Messungen verglichen. Für einen ermittelten Wert von $3000 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ zeigte die Simulation eine sehr gute Übereinstimmung mit den gemessenen Temperaturverläufen. Durch eine Validierung des 1D-Modells konnte außerdem nachgewiesen werden, dass dieses die Grenzflächentemperatur beim Hinterspritzen korrekt prognostiziert.

Die experimentelle Untersuchung der Verbundfestigkeit erfolgte in einem ersten Schritt durch das Hinterspritzen von definiert vorgewärmten Laminaten und einer anschließenden Rippenabzugsprüfung. Aus den Ergebnissen konnte eine Prozessgrenze zur optimalen Verbundfestigkeit beim Hinterspritzen von kalten, bzw. vorgewärmten Laminaten (Vorwärmtemperatur unterhalb Schmelztemperatur) abgeleitet werden:

$$T_{L,R} > T_{m_s}$$

Dabei muss die Laminatoberflächentemperatur im Rippenbereich $T_{L,R}$ durch den Wärmeeintrag beim Hinterspritzen mindestens auf T_{m_s} (Beginn des Schmelzbereichs) erwärmt werden.

Zur Untersuchung der Verbundfestigkeit im Gesamtprozess, müssen die kom-

6. Zusammenfassung und Ausblick

plexen Abkühlvorgänge innerhalb der einzelnen Teilprozesse berücksichtigt werden. In dieser Arbeit wurde zunächst ein entsprechender Versuchsaufbau zur Analyse des Gesamtprozesses vorgestellt. Im nächsten Schritt wurden Parameter der Teilprozessschritte systematisch variiert und die daraus gewonnenen experimentellen Ergebnisse genutzt, um die Simulationsmodelle zu validieren. Es zeigte sich eine hohe Übereinstimmung zwischen Simulation und Experiment für alle betrachteten Prozessvariationen. Anschließend wurde eine Prozesseinstellung ausgewählt und damit die Verbundfestigkeit im Gesamtprozess genauer betrachtet. Durch eine Variation des Anspritzzeitpunktes konnten Lamine bei unterschiedlichen thermischen Randbedingungen hinterspritzt werden. Die resultierenden Prüfkörper wurden mittels Rippenabzugsprüfung untersucht. Damit konnte die Korrelation zwischen der thermischen Vorgeschichte und der Verbundfestigkeit ermittelt werden. Auf Basis der experimentellen und numerischen Ergebnisse wird für den Gesamtprozess die Prozessgrenze für eine optimale Verbundfestigkeit erweitert und wie folgt formuliert:

Definition erweiterte Prozessgrenze: Zur Gewährleistung einer optimalen Verbundfestigkeit beim Hinterspritzen von Laminaten muss eine der beiden folgenden Bedingungen erfüllt sein.

Entweder muss sich zum Anspritzzeitpunkt $t = t_a$ die Temperatur auf der Laminatoberfläche im Rippenbereich $T_{L,R}$ oberhalb der Kristallisationsstarttemperatur T_{CS} befinden. Dafür gilt:

$$T_{L,R}(t) > T_{CS} \quad \text{für} \quad t = t_a \quad (6.1)$$

Oder die Laminatoberfläche $T_{L,R}$ muss durch den Wärmeeintrag beim Hinterspritzen ($t > t_a$) auf eine Temperatur erwärmt werden, die über dem Schmelzbereich-Beginn T_{m_s} liegt:

$$T_{L,R}(t) > T_{m_s} \quad \text{für} \quad t > t_a \quad (6.2)$$

Um die einzelnen Prozessschritte, deren Haupteffekte und Wechselwirkungen, ganzheitlich zu verstehen, wurden virtuelle Sensitivitätsanalysen mittels Design of Experiments (DoE) durchgeführt. Zunächst wurde ein Laminatbereich betrachtet, der nicht hinterspritzt (nur umgeformt) wurde und dabei wurden sämtliche Systemparameter mit identischen Stufenabständen variiert. Die Auswertung der Haupteffekte, bezogen auf die Laminatkerntemperatur, zeigte, dass sowohl die Aufheiztemperatur T_0 als auch die Laminatdicke den größten Einfluss auf das thermische Verhalten haben. Des Weiteren zeigte sich, dass die Materialparameter und die Dauer des beidseitigen Kontakts einen wesentlichen Einfluss auf die Temperaturführung haben. Eine genaue Kenntnis der Materialparameter ist folglich entscheidend, um in der Simulation eine hohe Prognosegüte zu erzielen. Bei Betrachtung der Sensitivitäten bezüglich der Laminatoberflächen-

temperatur wurde beobachtet, dass insbesondere die Bedeutung der Werkzeugtemperatur zunimmt. Der Einfluss der Laminatdicke nimmt hingegen deutlich ab.

Im nächsten Schritt wurde die DoE um den Spritzgießvorgang erweitert und der Aufheizpeak beim Überströmen des Laminats berücksichtigt. Bei der Betrachtung der Sensitivitäten zeigte sich, dass die Laminatdicke d den größten Effekt bezüglich der Grenzflächentemperatur (Laminatoberfläche im Rippenbereich) hat. Im Umkehrschluss konnte abgeleitet werden, dass bei dünnen Laminaten besonders darauf geachtet werden muss, dass die Prozessgrenze für die Erzielung einer optimalen Verbundfestigkeit nicht durch eine zu schnelle Abkühlung unterschritten wird. Neben der Laminatdicke stellten sich in diesem Fall die Aufheiztemperatur und die Dauer des beidseitigen Kontakts als wichtigste Einflussgrößen heraus. Aber auch die Werkzeugtemperatur darf an dieser Stelle nicht vernachlässigt werden.

Im letzten Kapitel wurde die entwickelte Methode an einer komplexen Prozesskette zur Herstellung eines Lower Bumper Stiffeners (LBS, untere Stoßfängerabdeckung) angewandt. Es konnte gezeigt werden, dass sich die gesamte Prozesskette simulativ abbilden lässt. Die getroffenen Aussagen zur Prozessgrenze bestätigten sich anhand von Crash-Untersuchungen (Impaktor-Aufprall) am Fahrzeug.

Aufbauend auf diesen Ergebnissen können die im Rahmen dieser Arbeit erzielten Erkenntnisse die zukünftige Grundlage für folgende wissenschaftliche Themen sowie Forschungsschwerpunkte sein:

- Durchführung weiterer Untersuchungen zur Prozessgrenze: Im Rahmen dieser Arbeit wurde der Kristallisationsbeginn als Prozessgrenze definiert. Inwiefern sich diese Grenze auf den weiteren Verlauf der Kristallisation (Kristallisationsgrad > 0) ausdehnen lässt, kann in weiterführenden Arbeiten untersucht werden. Dies beinhaltet u.a. den Einfluss zwischen Kristallisationsgrad und den für die Umformung relevanten Materialeigenschaften. Des Weiteren ist eine Untersuchung des Umformprozesses im Grenzbereich (Kristallisationsgrad > 0) und eine Analyse der Umformdefekte erforderlich, um die Prozessgrenze genauer zu betrachten.
- Entwicklung einer vollständig gekoppelten, thermomechanischen Simulation der gesamten Prozesskette (Aufheizen, Transfer, Übergabe an das Werkzeug, Umformen und Hinterspritzen) unter Berücksichtigung der Kristallisationskinetik, der Kristallisationsenthalpie, sowie eine Berechnung der Gestaltabweichung (Verzug).
- Weiterführende Untersuchungen zur inhomogenen Temperaturverteilung auf der Laminatoberfläche beim Transferprozess, insbesondere die Betrachtung der Einflussgrößen des Grenzschichtphänomens Forward-Facing-Step.

6. Zusammenfassung und Ausblick

Darüber hinaus kann in zukünftigen Forschungsarbeiten die Berücksichtigung dieses Effekts, sowie die Implementierung von Konvektionsströmungen in der Simulation dazu beitragen, die Prognosegüte weiter zu verbessern.

- Eine Druckabhängigkeit des Wärmeübergangskoeffizienten wurde im Rahmen der in dieser Arbeit durchgeführten Versuche nicht beobachtet und folglich nicht in der Simulation berücksichtigt. Dieser Effekt sollte jedoch in einem größeren Parameterraum zunächst experimentell betrachtet und ggf. ein druckabhängiger Wärmeübergang in der Umformsimulation implementiert werden.
- Die ausgewählten Rippenabzugsversuche stellen zwar eine praxisnahe Belastung dar, gehen allerdings mit einem komplexen Spannungszustand einher. In dieser Arbeit waren diese Ergebnisse ausreichend, um die Prozessgrenze zu bestätigen. Weitere Untersuchungen zur Ermittlung der Verbundfestigkeit bei bekanntem Spannungszustand (reiner Schub, DCB-Prüfkörper, etc.) sind erforderlich, um die Grenzflächeneffekte im Detail betrachten zu können. Daraus abgeleitet kann eine Simulationsmethodik zur Berechnung der Grenzflächenfestigkeit erarbeitet werden, welche die thermische Vorgeschichte aus der Prozessführung berücksichtigt.
- Quantifizierte Analyse der Faserverschiebungen im Rippenbereich bei der Bauteilherstellung, sowie Untersuchungen zur Reproduzierbarkeit. Anschließend können die Auswirkungen dieses Effekts auf die mechanischen Eigenschaften im Gesamtbauteil betrachtet werden.

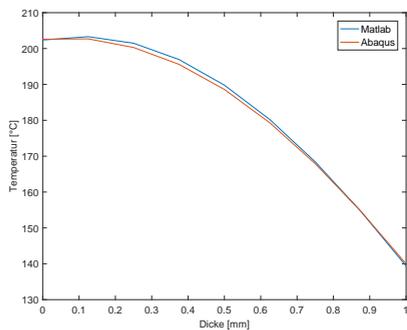
Anhang

A. Anhang

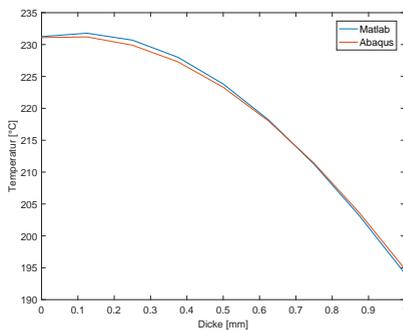
Tabelle A.1.: Versuchsmatrix zur Validierung

| Bez. | Material | T_0 | Dicke | t_{trans} | t_{ein} | t_{beid} | T_{Wz} |
|-------|----------|--------|-------|-------------|-----------|------------|----------|
| VV-1 | PA6-CF | 290 °C | 1 mm | 2 s | 2 s | 2 s | 80 °C |
| VV-2 | PA6-CF | 290 °C | 1 mm | 2 s | 2 s | 2 s | 160 °C |
| VV-3 | PA6-CF | 290 °C | 2 mm | 2 s | 2 s | 2 s | 80 °C |
| VV-4 | PA6-CF | 290 °C | 2 mm | 2 s | 2 s | 2 s | 160 °C |
| VV-5 | PA6-CF | 290 °C | 3 mm | 2 s | 2 s | 2 s | 80 °C |
| VV-6 | PA6-CF | 290 °C | 3 mm | 2 s | 2 s | 2 s | 160 °C |
| VV-7 | PA6-CF | 290 °C | 2 mm | 6 s | 1 s | 1 s | 80 °C |
| VV-8 | PA6-CF | 290 °C | 2 mm | 2 s | 3 s | 3 s | 80 °C |
| VV-9 | PA6-GF | 290 °C | 1 mm | 2 s | 2 s | 2 s | 80 °C |
| VV-10 | PA6-GF | 290 °C | 1 mm | 2 s | 2 s | 2 s | 160 °C |
| VV-11 | PA6-GF | 290 °C | 2 mm | 2 s | 2 s | 2 s | 80 °C |
| VV-12 | PA6-GF | 290 °C | 2 mm | 2 s | 2 s | 2 s | 160 °C |
| VV-13 | PA6-GF | 290 °C | 3 mm | 2 s | 2 s | 2 s | 80 °C |
| VV-14 | PA6-GF | 290 °C | 3 mm | 2 s | 2 s | 2 s | 160 °C |
| VV-15 | PP-GF | 200 °C | 1 mm | 2 s | 2 s | 2 s | 80 °C |
| VV-16 | PP-GF | 200 °C | 1 mm | 2 s | 2 s | 2 s | 160 °C |
| VV-17 | PP-GF | 200 °C | 2 mm | 2 s | 2 s | 2 s | 80 °C |
| VV-18 | PP-GF | 200 °C | 2 mm | 2 s | 2 s | 2 s | 160 °C |
| VV-19 | PP-GF | 200 °C | 3 mm | 2 s | 2 s | 2 s | 80 °C |
| VV-20 | PP-GF | 200 °C | 3 mm | 2 s | 2 s | 2 s | 160 °C |

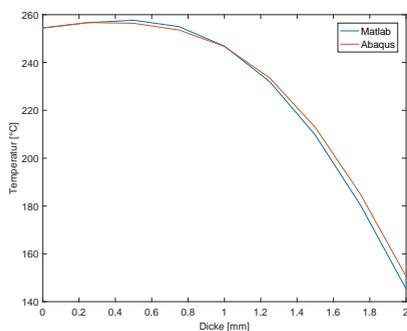
A. Anhang



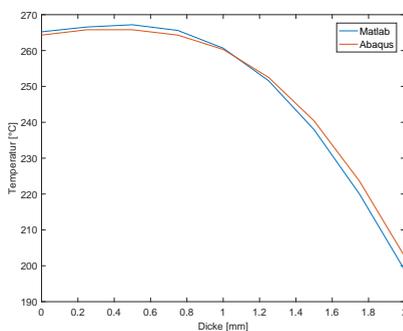
(a) VV-9



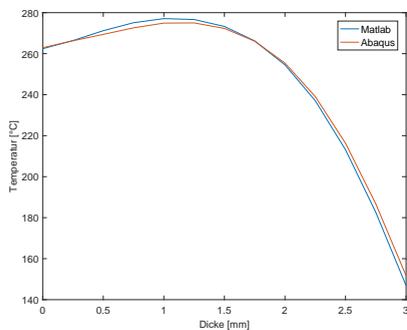
(b) VV-10



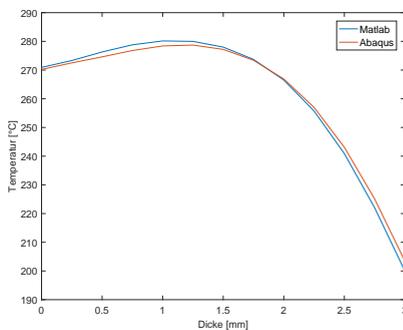
(c) VV-11



(d) VV-12

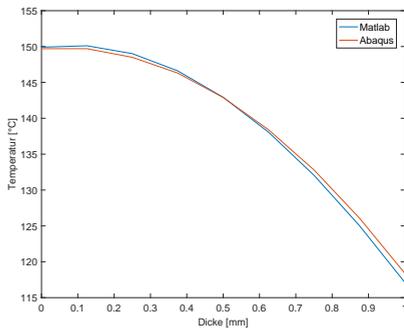


(e) VV-13

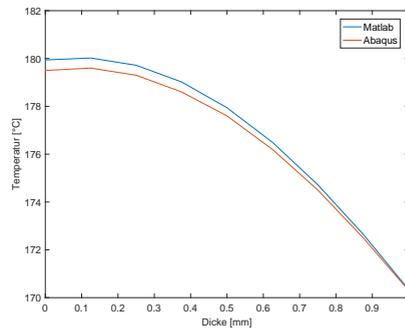


(f) VV-14

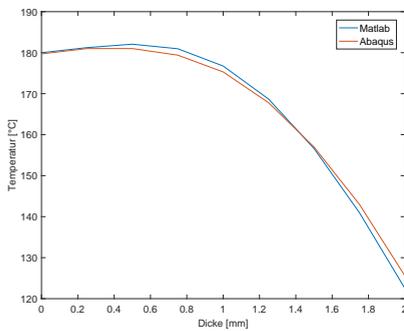
Abbildung A.1: Validierung der Simulation im Rippenbereich für PA-GF-Laminat; Temperaturprofil am Ende des Prozessschritts Umformen (beidseitiger Werkzeugkontakt) für das Matlab-Modell (1D) und das 3D-FEM-Modell [A5]



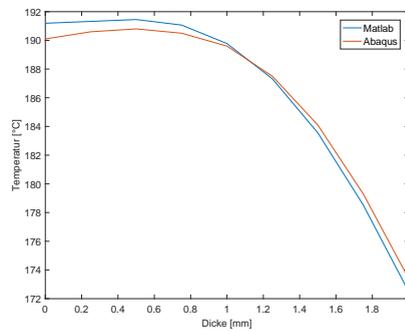
(a) VV-15



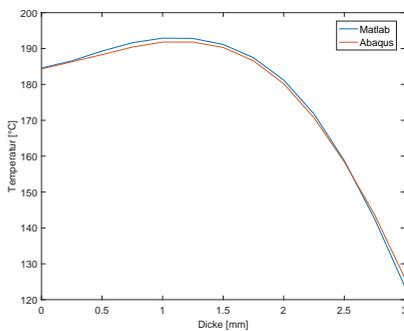
(b) VV-16



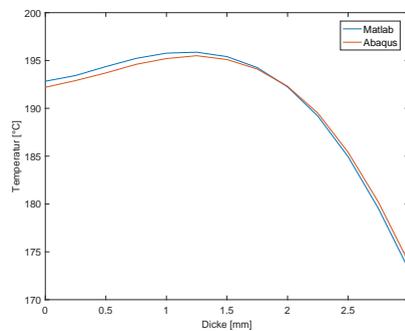
(c) VV-17



(d) VV-18



(e) VV-19



(f) VV-20

Abbildung A.2: PP-GF- Validierung der Simulation im Rippenbereich für PP-GF-Laminate; Temperaturprofil am Ende des Prozessschritts Umformen (beidseitiger Werkzeugkontakt) für das Matlab-Modell (1D) und das 3D-FEM-Modell [A5]

B. Anhang

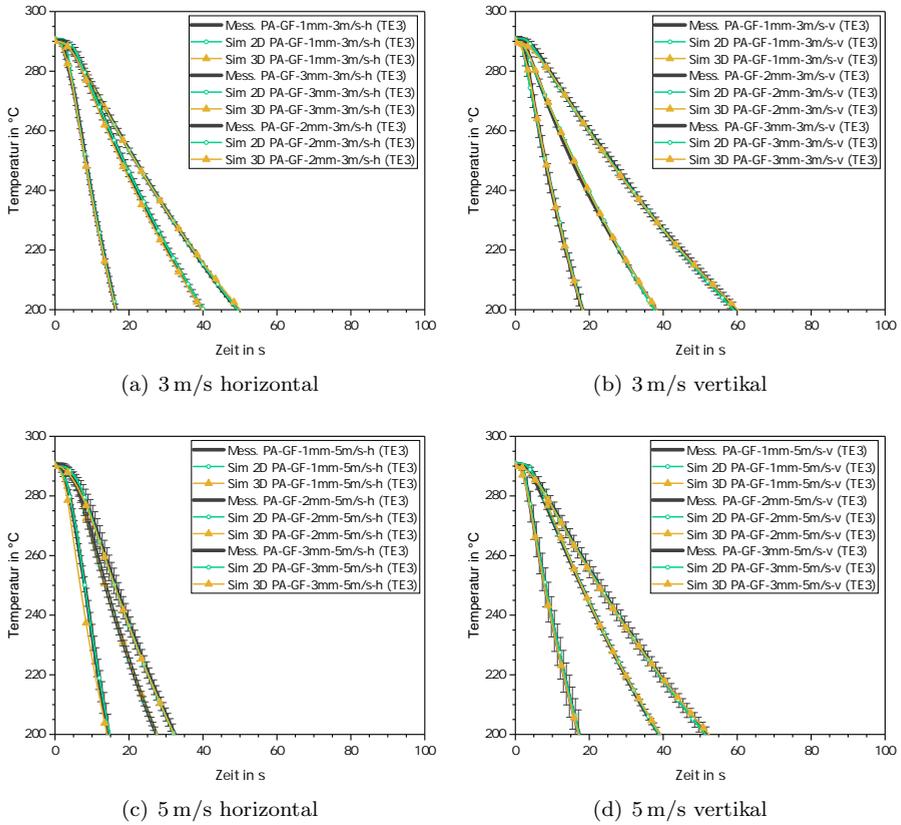
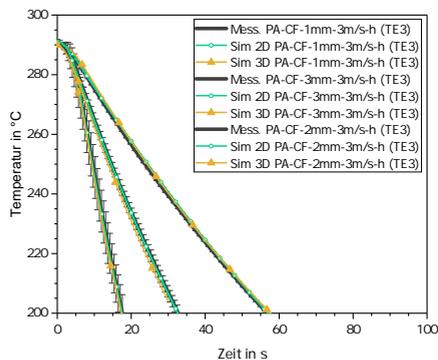
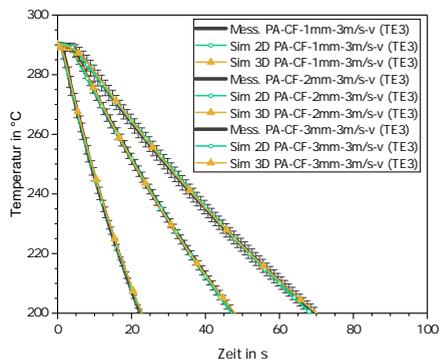


Abbildung B.1: Vergleich von Messung und Simulation des Temperatur-Zeit-Verlaufs aus den Abkühlversuchen im Windkanal am Beispiel von PA6-GF-Laminaten

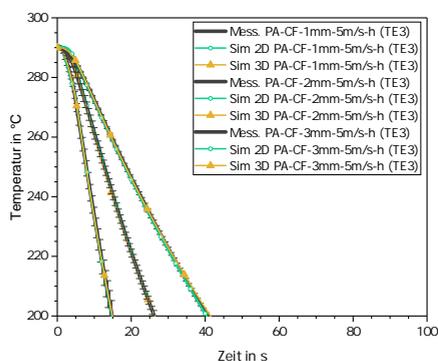
B. Anhang



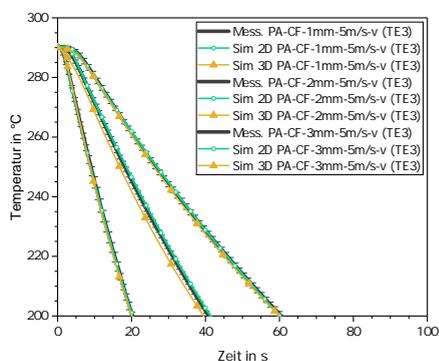
(a) 3 m/s horizontal



(b) 3 m/s vertikal



(c) 5 m/s horizontal



(d) 5 m/s vertikal

Abbildung B.2: Vergleich von Messung und Simulation des Temperatur-Zeit-Verlaufs aus den Abkühlversuchen im Windkanal am Beispiel von PA6-CF-Laminaten

Abbildungsverzeichnis

| | |
|---|----|
| 1.1. Typische Prozessroute für die Herstellung von Bauteilen aus thermoplastischen Laminaten in Kombination mit dem Spritzgießprozess. Schematisch dargestellt ist die Temperaturführung des Laminats entlang der Prozesskette. | 2 |
| 1.2. Zusammenfassung der Inhalte und des Vorgehens der Dissertation, sowie der im Rahmen dieser Arbeit entstandenen Veröffentlichungen (Quellen: A:[4], B:[3], C:[11], D:[7], E:[12], F:[13], G:[14]) | 5 |
| 2.1. Aufbau eines Geleges bestehend aus UD-Tapes [21] | 9 |
| 2.2. Herstellung von endlosfaserverstärkten Tapegelegen in der Diefenbacher Tailored Blank Line [23] | 9 |
| 2.3. Schematische Darstellung einer Tailored LFT-D-Anlage [26] . . . | 10 |
| 2.4. Schematische Darstellung der Herstellung einer Karosseriestruktur aus UD-Tape und LFT [27] | 11 |
| 2.5. Schematische Darstellung einer sequentiellen Prozesskette [28] . . | 11 |
| 2.6. Konzept eines Greifersystems | 13 |
| 2.7. Schematische Prozessdarstellung für eine Funktionalisierung im LFT-Prozess | 14 |
| 2.8. Schematische Prozessdarstellung für eine Funktionalisierung im Spritzgießprozess | 15 |
| 2.9. Energiebilanz an der Oberfläche eines Festkörpers nach [41] . . . | 16 |
| 2.10. Randbedingung an der Grenzschicht zweier sich berührender Oberflächen nach [41] | 17 |
| 2.11. Struktureller Aufbau eines Formteils bestehend aus einem teilkristallinen Polymer [8] (nach Osswald und Menges [57]) | 20 |
| 2.12. Shish-Kebab-Struktur (links) und Aufbau eines Whiskers (rechts) [54] | 21 |
| 2.13. Abhängigkeit der Keimbildungsgeschwindigkeit von der Temperatur nach [56] | 21 |
| 2.14. Interdiffusion [95] [99] | 24 |
| 2.15. Schematische Darstellung des Temperaturprofils zur Validierung der nicht-isothermen Modelle zur Heilung einer Grenzfläche (a) [99] und Validierung des nicht-isothermen Modells von Yang [99] anhand AS4/PEEK-Messungen und Vergleich mit zwei weiteren Modellen (b) [99] | 26 |

| | |
|---|----|
| 2.16. Aufschmelzen und Kristallisation in der Grenzfläche bei nicht-isothermen Randbedingungen nach [8] | 26 |
| 2.17. Schematische Darstellung der Einbindung einer Molekülkette in die kristalline Phase entlang der Grenzfläche in Anlehnung an [8] | 27 |
| 2.18. Prozessfenster für nicht-isotherme Verbundfestigkeit von PP in Abhängigkeit von Zeit und Temperatur (a) sowie in Abhängigkeit Temperaturdifferenz und gemittelter Fügetemperatur [8] | 28 |
| 3.1. Strukturformel von Polypropylen (PP) | 32 |
| 3.2. Strukturformel von Polyamid 6 (PA6) | 32 |
| 3.3. Tapegelege mit Temperatursensoren im Konsolidierungswerkzeug | 34 |
| 3.4. Aufbau des Konsolidierungswerkzeug | 34 |
| 3.5. Temperatur- und Druckverlauf während der Konsolidierung im Falle von PP-GF-1mm | 35 |
| 3.6. PA-GF und PP-GF Probekörper mit Position der Temperatursensoren | 36 |
| 3.7. PA-CF Probekörper mit Position der Temperatursensoren | 36 |
| 3.8. Versuchsaufbau zur Ermittlung der Wärmeleitfähigkeit (Hot-Disk-Verfahren) | 38 |
| 3.9. Exemplarische Aufheizkurve eines 1 mm dicken PP-GF-Laminats. Die Temperaturmessung erfolgt mittels eines Thermoelements (Typ K) im Laminatkern | 40 |
| 3.10. Schematische Darstellung des Versuchsaufbaus zur Untersuchung des Abkühlverhaltens bei freier Konvektion | 41 |
| 3.11. Versuchsaufbau zur Untersuchung der Abkühlung bei erzwungener Konvektion im Windkanal des Instituts für Strömungsmechanik (ISTM) am Karlsruher Institut für Technologie | 42 |
| 3.12. CAD-Darstellung des Spannrahmens und der Fixierung der Probekörper im Windkanal | 43 |
| 3.13. Schematischer Versuchsaufbau der Windkanalversuche. Die Temperatur innerhalb der Lamine wird mittels sechs Temperatursensoren (Typ K) gemessen und die Temperaturverteilung auf beiden Laminatoberflächen wird mittels Infrarotkamera aufgezeichnet | 44 |
| 3.14. Methode zur Kalibrierung des Emissionskoeffizienten, dargestellt am Beispiel eines 3,18 mm dicken PP-GF Laminats. Die polynomiale Regression der Messung wird auf die Oberflächen extrapoliert. Diese extrapolierten Temperaturen werden mit der IR-Messung verglichen und für die Einstellung des Emissionskoeffizienten verwendet | 45 |
| 3.15. Typische Abkühlkurve (Kerntemperatur) eines PP-GF Laminats mit den für die Ermittlung der Abkühlraten relevanten Zeitintervallen AR1 und AR2 | 46 |

| | |
|--|----|
| 3.16. Einordnung der Teilprozesse Übergabe und Umformen in den Gesamtprozess | 47 |
| 3.17. Schematische Darstellung des Umformprozesses. Zunächst wird das Laminat von der oberen Werkzeughälfte geformt und es kommt folglich nur zu einem einseitigen Werkzeugkontakt (Fall a). Anschließend kühlt das Laminat unter beidseitigem Werkzeugkontakt ab (Fall b) | 48 |
| 3.18. Versuchsaufbau zur Untersuchung der Abkühlung bei einseitigem Werkzeugkontakt | 49 |
| 3.19. Versuchsaufbau zur Untersuchung der Abkühlung bei beidseitigem Werkzeugkontakt | 49 |
| 3.20. Abmessungen der Probekörper und Position der Thermoelemente | 51 |
| 3.21. Aufbau des Spritzgießwerkzeugs [128] | 52 |
| 3.22. Versuchsaufbau zum Hinterspritzen der Tapegelege a) und der für die Handhabung erforderlichen Transferrahmen inklusive Laminat und Temperatursensorik b) | 53 |
| 3.23. Position des Transferrahmens im Spritzgießwerkzeug a) und Detailansicht der Kabelführung b) | 53 |
| 3.24. a) Fertiger Prüfkörper mit Rippe. b) Schematische Darstellung der Rippengeometrie und des Lagenaufbaus des Prüfkörpers. Unterhalb der obersten Tapelage befinden sich Temperatursensoren | 54 |
| 3.25. Prüfkörper nach dem Beschnitt a) und Vorrichtung für dessen Einspannung bei der Rippenabzugsprüfung b) | 54 |
| 3.26. Prüfmaschine mit montierter Prüfvorrichtung | 54 |
| 3.27. Der Gesamtprozess besteht aus sechs Teilprozessen. Dargestellt ist ein exemplarischer Temperaturverlauf im Laminat entlang des Prozesses | 55 |
| 3.28. Schematische Darstellung unterschiedlicher Prozessrouten. Durch Variation der Parameter in den Teilprozessen entstehen diverse Temperaturprofile bei der Abkühlung | 56 |
| 3.29. Zur Analyse der Verbundfestigkeit im Gesamtprozess soll das Hinterspritzen bei unterschiedlichen Temperaturen erfolgen. Die Peaks P1 bis P5 zeigen schematisch die Aufheizpeaks, die beim Hinterspritzen entstehen | 57 |
| 3.30. Schematische Darstellung der eindimensionalen Modellierung mit konvektiver Randbedingung a), sowie Wärmeleitung zwischen Laminat und Werkzeug b) | 58 |
| 3.31. Schematische Darstellung der Modellierung im Rippenbereich . . | 60 |
| 3.32. Mögliche Arten von Kristallisationsprozessen: isotherm a), nicht-isotherm mit konstanter Abkühlrate b) und nicht-isotherm mit nicht-konstanter (variabler) Abkühlrate c) | 61 |

| | |
|--|----|
| 3.33. Schematische Darstellung der Peakfunktion der Kristallisationskonstanten mit den erforderlichen Modellparameter (in Anlehnung an [75]) | 62 |
| 3.34. Modellaufbau eines Laminats in Abaqus mit Elementen des Typs DC3D8 | 63 |
| 3.35. Simulationsmodell (FEM) zur Berechnung der Temperaturverteilung bei einseitigem Werkzeugkontakt (Fall a) und beidseitigem Werkzeugkontakt (Fall b) [7] | 64 |
| 3.36. Simulationsmodell (FEM) zur Berechnung der Temperaturverteilung im Rippenbereich | 65 |
| 3.37. Simulationsmodell (Moldflow) zur Berechnung des Temperaturverlaufs während der Formfüllung | 65 |
| | |
| 4.1. Ergebnisse der Hot-Disk-Messungen - Wärmeleitfähigkeit in Abhängigkeit von Temperatur und Faserorientierung; Die Faserrichtung entspricht der 1-Richtung und die Dickenrichtung entspricht der 3-Richtung | 69 |
| 4.2. Spezifische Wärmekapazität von PA6-GF a) und von PA6-CF b) | 70 |
| 4.3. Spezifische Wärmekapazität von PA6 Granulat (unverstärkt) a) und PP-GF-Tape b) | 71 |
| 4.4. Ergebnisse von DSC-Messungen mit PA6-GF-Tape a) und PA6-CF-Tape b) | 72 |
| 4.5. Ergebnisse von DSC-Messungen aus PP-GF-Tape a) und PA6-Proben ohne Faserverstärkung b) | 73 |
| 4.6. Wärmestrom einer DSC-Messung und automatisierte Ermittlung der charakteristischen Kennwerte a) sowie Separation des Peaks b) | 74 |
| 4.7. Experimentell ermittelte Kristallisationspeaks für PP-GF aus Messungen mit Standard-DSC a) und Flash-DSC b) | 76 |
| 4.8. Experimentell ermittelte Kristallisationspeaks für PA6-GF aus Messungen mit Standard-DSC a) und Flash-DSC b) | 77 |
| 4.9. Experimentell ermittelte Kristallisationspeaks für PA6-CF aus Messungen mit Standard-DSC a) und Flash-DSC b) [12] | 78 |
| 4.10. Experimentell ermittelte Kristallisationspeaks für PA6 (unverstärkt) aus Messungen mit Standard-DSC a) und Flash-DSC b) | 79 |
| 4.11. Vergleich der Kristallisationsstarttemperatur und der Kristallisationsendtemperatur in Abhängigkeit der Abkühlrate für PA6-CF, PA6-GF und unverstärktes PA6 | 80 |
| 4.12. Bewertung der Prognosegüte des Nakamura-Modells anhand des Verlaufs der relativen Kristallinität über die Temperatur bei verschiedenen Abkühlraten: a) Modellparameter ermittelt anhand der Standard-DSC-Ergebnisse; b) Modellparameter ermittelt anhand der Ergebnisse aus Standard-DSC und Flash-DSC | 81 |

| | |
|---|----|
| 4.13. Vergleich von Messung und Regressionsfunktion anhand der Modellparameter des modifizierte Nakamura-Ziabicki-Modells: a) K_{max} ; b) D ; c) T_{Max} | 82 |
| 4.14. Vergleich der experimentell ermittelten relativen Kristallinität und der Simulation mittels des modifizierten Nakamura-Ziabicki-Modells für: a) PA6-CF; b) PA6-GF; c) PA6-Granulat; d) PP-GF | 83 |
| 4.15. Aufheizkurve eines PP-GF-Laminats mit einer Dicke von 1 mm | 84 |
| 4.16. Aufheizkurven der unterschiedlichen Werkstoffsysteme; Dargestellt ist der gemessene Temperatur-Zeit-Verlauf im Laminatkern (TE 3) | 85 |
| 4.17. Gemittelte Abkühlkurven im Laminatkern (TE4) von PP-GF, PA6-GF und PA6-CF bei freier Konvektion | 87 |
| 4.18. Versuchsaufbau im Windkanal mit horizontaler (a) und vertikaler (b) Ausrichtung; Streichlinien werden mittels der Smoke-Wire Methode visualisiert und zur Charakterisierung der Strömung genutzt. [11] | 89 |
| 4.19. Gemittelte Standardabweichung der Versuche mit PP-GF vgl. [A2] | 90 |
| 4.20. Gemessene Abkühlkurven der Thermoelemente TE1 bis TE6 aus einer repräsentativen Einzelmessung der Versuchsreihe PP-GF-3mm-5-h (a); Vergleich der Kerntemperatur und der mittels Infrarotkamera gemessenen Oberflächentemperatur (Mittelwerte) innerhalb der Versuchsreihe PP-GF-3mm-5-h (b) | 92 |
| 4.21. Gemessene Temperaturverläufe entlang der Laminatdicke aus einer repräsentativen Einzelmessung der Versuchsreihe PP-GF-3mm-5-h | 92 |
| 4.22. Gemittelte Standardabweichung der Versuche mit PA-GF [A2] | 94 |
| 4.23. Gemessene Abkühlkurven der Thermoelemente TE 1 bis TE 6 aus einer repräsentativen Einzelmessung der Versuchsreihe PA6-GF-3mm-5-h (a); Vergleich der Kerntemperatur und der mittels Infrarotkamera gemessenen Oberflächentemperatur (Mittelwerte) innerhalb der Versuchsreihe PA6-GF-3mm-5-h (b) | 95 |
| 4.24. Gemessene Temperaturverläufe entlang der Laminatdicke aus einer repräsentativen Einzelmessung der Versuchsreihe PA-GF-3mm-5-h | 95 |
| 4.25. Gemittelte Standardabweichung der Versuche mit PA-CF [A2] | 97 |
| 4.26. Gemessene Abkühlkurven der Thermoelemente TE1 bis TE6 aus einer repräsentativen Einzelmessung der Versuchsreihe PA6-CF-3mm-5-h (a); Vergleich der Kerntemperatur und der mittels Infrarotkamera gemessenen Oberflächentemperatur (Mittelwerte) innerhalb der Versuchsreihe PA6-CF-3mm-5-h (b) | 98 |
| 4.27. Gemessene Temperaturverläufe entlang der Laminatdicke aus einer repräsentativen Einzelmessung der Versuchsreihe PA-CF-3mm-5-h | 98 |

| | |
|---|-----|
| 4.28. Temperaturverteilung auf der Laminatoberfläche bei freier Konvektion und horizontaler Laminatausrichtung. IR-Messungen an einem Laminat aus PP-GF-3mm zu den Zeitpunkten 10 s, 50 s und 300 s nach Entnahme aus dem Umluftofen | 100 |
| 4.29. Temperaturverteilung auf der Laminatoberfläche bei freier Konvektion und vertikaler Laminatausrichtung. IR-Messungen an einem Laminat aus PP-GF-3mm zum Zeitpunkt 10 s und 300 s nach Entnahme aus dem Umluftofen | 101 |
| 4.30. Temperaturverteilung auf der Laminatoberfläche bei erzwungener Konvektion (Strömungsgeschwindigkeit 5 ms) und horizontaler Laminatausrichtung. IR-Messungen an einem Laminat aus PP-GF-3mm zu den Zeitpunkten 10 s, 50 s und 100 s nach Entnahme aus dem Umluftofen | 102 |
| 4.31. Streichlinien bei einem forward facing step [139] | 102 |
| 4.32. Zusammenfassung der Windkanal-Ergebnisse. Gemittelte Abkühlkurven im Laminatkern abhängig von Material, Transfargeschwindigkeit, Laminatausrichtung und Laminatdicke | 104 |
| 4.33. Einfluss von Abkühlrate auf die Rekristallisationstemperatur, als Folge der nicht-isothermen Kristallisationskinetik von PP-GF – Messpunkte inklusive Regressionskurve | 105 |
| 4.34. Zusammenfassung der Ergebnisse (Abkühlraten) aus den Windkanalversuche | 105 |
| 4.35. Vergleich von Messung und Simulation des Temperatur-Zeit-Verlaufs aus den Abkühlversuchen im Windkanal am Beispiel von PP-GF-Laminaten | 107 |
| 4.36. Verlauf der Laminatkerntemperatur bei einseitiger Werkzeugablage; dargestellt sind fünf Einzelversuche. Die Streuung kann durch die folgenden Effekte erklärt werden: Beulen des Laminats bei der Ablage (1), idealer Kontakt (2) und Verzug (3) | 109 |
| 4.37. Laminatdeformationen und out-of-plane Faltenbildung bei der Umformung von Gelegelaminaten nach [40] | 110 |
| 4.38. Gemessene Abkühlkurven im Laminatkern (Mittelwert) bei einseitigem Werkzeugkontakt | 111 |
| 4.39. Einfluss von Anpressdruck auf die Abkühlung bei beidseitigem Werkzeugkontakt anhand PP-GF-2mm | 112 |
| 4.40. Gemessene Abkühlkurven im Laminatkern (Mittelwert) bei beidseitigem Werkzeugkontakt | 113 |
| 4.41. Wärmeübergangskoeffizienten für einseitigen Werkzeugkontakt | 115 |
| 4.42. Vergleich Simulation und Experiment bei einseitigem Werkzeugkontakt (Laminat-Kerntemperatur): Ergebnisse der 1D-Modellierung für PP-GF a), PA6-GF b), PA6-CF c); Ergebnisse der 3D-Modellierung für PP-GF d), PA6-GF e) PA6-CF f) | 116 |

| | |
|---|-----|
| 4.43. Vergleich Simulation und Experiment bei beidseitigem Werkzeugkontakt anhand der Laminat-Kerntemperatur: Ergebnisse der 1D-Modellierung für PP-GF a), PA6-GF b), PA6-CF c); Ergebnisse der 3D-Modellierung für PP-GF d), PA6-GF e) PA6-CF f) . . . | 118 |
| 4.44. Wärmeübergangskoeffizienten für beidseitigen Werkzeugkontakt . | 119 |
| 4.45. Temperaturverteilung im Rippenbereich (3D-Simulation) | 120 |
| 4.46. Validierung der Matlab-Simulation im Rippenbereich; Dargestellt ist das Temperaturprofil am Ende des Prozessschritts Umformen (beidseitiger Werkzeugkontakt) für das Matlab-Modell (1D) und das 3D-FEM-Modell [A5] | 123 |
| 4.47. Validierung der Matlab-Simulation im Rippenbereich; dargestellt ist das Temperaturprofil am Ende des Prozessschritts Umformen (beidseitiger Werkzeugkontakt) für das Matlab-Modell (1D) und das 3D-FEM-Modell [A5] | 124 |
| 4.48. Schematische Darstellung des Probekörpers und der Position der Temperatursensoren im Rippenbereich | 125 |
| 4.49. Verlauf der Laminattemperatur über die Zeit beim Hinterspritzen: a) Einzelmessung an allen Messstellen ; b) Aufheizpeaks aus vier Einzelversuchen | 126 |
| 4.50. Aufheizpeak beim Hinterspritzen (repräsentative Kurven) bei einer Laminattemperatur von: a) 80 °C; b) 120 °C; c) 150 °C . . . | 127 |
| 4.51. Modellaufbau mit der Software Autodesk [®] Moldflow [®] und Definition der Wärmeübergangskoeffizienten | 128 |
| 4.52. Moldflow [®] -Simulation der Temperaturverteilung beim Hinterspritzen eines PA6-GF Laminats | 130 |
| 4.53. Simulation des Aufheizpeaks beim Hinterspritzen mit Variation des Wärmeübergangskoeffizienten in der Grenzschicht Laminat-Spritzgießmasse | 131 |
| 4.54. Temperaturverlauf beim Hinterspritzen; Vergleich zwischen Messung und Simulation mit Autodesk [®] Moldflow [®] bei verschiedenen Einlegertemperaturen | 132 |
| 4.55. Temperaturverlauf beim Hinterspritzen; Vergleich zwischen Messung und Simulation (1D-Modell) bei verschiedenen Einlegertemperaturen | 133 |
| 4.56. Simulierter Temperaturverlauf auf der Laminatoberfläche beim Hinterspritzen von Laminaten aus PA6-GF und PA6-CF | 134 |
| 4.57. Ergebnisse der Rippenabzugsversuche bei isothermer Laminattemperatur | 136 |
| 4.58. Schlibbilder von PA6-GF-Prüfkörpern vor dem Rippenabzug . . | 137 |
| 4.59. Schlibbilder von PA6-GF-Prüfkörpern nach dem Rippenabzug . . | 138 |
| 4.60. Aufheizen der Laminatoberfläche beim Hinterspritzen von PA6-GF-Tapegelegen | 139 |
| 4.61. Schmelzbereich mit charakteristischen Temperaturen | 140 |

Abbildungsverzeichnis

| | |
|---|-----|
| 4.62. Validierung der Simulation bei unterschiedlichen Prozessrouten - Teil 1 | 143 |
| 4.63. Validierung der Simulation bei unterschiedlichen Prozessrouten - Teil 2 | 144 |
| 4.64. Definierte Anspritzzeitpunkte entlang der Abkühlkurve | 146 |
| 4.65. Simulation der Temperaturverteilung beim Hinterspritzen: farblich markiert sind die berechneten Temperaturpeaks in der Grenzfläche zu den verschiedenen Versuchsreihen | 147 |
| 4.66. FEM-Simulation der Temperaturverteilung zu den unterschiedlichen Anspritzzeitpunkten | 148 |
| 4.67. Ergebnisse der Rippenabzugsversuche: Zusammenhang zwischen Verbundfestigkeit und Verzögerungszeit beim Anspritzen im Gesamtprozess | 150 |
| 4.68. Mikroskopaufnahmen von Rippenprüfkörpern nach erfolgter Prüfung aus der Versuchsreihe 2 s (hohe Festigkeit) und nach 6 s (geringere Festigkeit) | 151 |
| 4.69. Schlibbilder von Prüfkörpern aus der Versuchsreihe 2 s: Ausmaße des Effekts der Laminatpenetration im Rippenbereich (normaler Prüfkörper (a) und Ausreißer (b)) | 151 |
| | |
| 5.1. Darstellung eines Impaktor-Aufpralls in Seitenansicht (a) und von unten (b) unter Verwendung eines Lower Bumper Stiffener, bestehend aus PP-GF-Laminat mit hinterspritzten Rippen (c) . . . | 162 |
| 5.2. Darstellung der Bauteilherstellung bestehend aus den folgenden Prozessschritten: Aufheizung (a), Übergabe (b), Umformung (c), Hinterspritzen und Abkühlung (d), Entformung des Bauteils (e) . | 163 |
| 5.3. Darstellung der entwickelten Benutzeroberfläche (Prozessbaukasten) am Beispiel der LBS-Herstellung | 164 |
| 5.4. LBS-Bauteil vor der Prüfung (a) und nach der Prüfung (b) . . . | 165 |
| | |
| A.1. Validierung der Simulation im Rippenbereich für PA-GF-Laminat; Temperaturprofil am Ende des Prozessschritts Umformen (beidseitiger Werkzeugkontakt) für das Matlab-Modell (1D) und das 3D-FEM-Modell [A5] | 176 |
| A.2. PP-GF- Validierung der Simulation im Rippenbereich für PP-GF- Laminat; Temperaturprofil am Ende des Prozessschritts Umformen (beidseitiger Werkzeugkontakt) für das Matlab-Modell (1D) und das 3D-FEM-Modell [A5] | 177 |
| | |
| B.1. Vergleich von Messung und Simulation des Temperatur-Zeit-Verlaufs aus den Abkühlversuchen im Windkanal am Beispiel von PA6-GF-Laminaten | 179 |

B.2. Vergleich von Messung und Simulation des Temperatur-Zeit-Verlaufs
aus den Abkühlversuchen im Windkanal am Beispiel von PA6-CF-
Laminaten 180

Tabellenverzeichnis

| | |
|---|-----|
| 3.1. Konsolidierungsparameter | 35 |
| 4.1. Versuchsplan Hot-Disk | 68 |
| 4.4. Versuchsplan der Windkanal Untersuchungen | 88 |
| 4.5. Versuchsplanung Abkühlversuche mit Werkzeugkontakt | 108 |
| 4.6. Definition der Parameterstufen im Gesamtprozess | 141 |
| 4.7. Versuchsplan | 142 |
| 4.8. Definition Referenzprozess | 154 |
| A.1. Versuchsmatrix zur Validierung | 175 |

Literaturverzeichnis

- [1] Europäische Union. Regulation (EU) 2019/631 of the European Parliament and of the Council of 17 April 2019. Setting CO₂ emission performance standards for new passenger cars and for new light commercial vehicles, and repealing Regulations (EC) No 443/2009 and (EU) No 510/2011. 2019.
- [2] Europäische Union. Verordnung (EU) Nr. 510/2011 des Europäischen Parlaments und des Rates vom 11. Mai 2011 zur Festsetzung von Emissionsnormen für neue leichte Nutzfahrzeuge im Rahmen des Gesamtkonzepts der Union zur Verringerung der CO₂-Emissionen von Personenkraftwagen und leichten Nutzfahrzeugen. *Amtsblatt der Europäischen Union*, 2011.
- [3] J. Rausch and D. Kugele. Temperature Monitoring of Thermoplastic Laminates in an Automated Process Chain - Potential for Enhanced Mechanical Properties and Effective Processing: SAMPE Europe, Liege, Conference Proceedings:341-348, 2016.
- [4] F. Meyer, G. Deinzer, M. Kothmann, J. Rausch, and D. Kugele. Fibre Reinforced Polymers – the Next Generation of Lightweight Materials in the Automotive Industry – Potentials & Requirements: 3rd International Conference & Exhibition on Thermoplastic Composites, Bremen, Germany, 2016.
- [5] E. Guzman-Maldonado, N. Hamila, N. Naouar, G. Moulin, and P. Boisse. Simulation of thermoplastic prepreg thermoforming based on a visco-hyperelastic model and a thermal homogenization. *Materials & Design*, 93:431–442, 2016.
- [6] H. Lessard, G. Lebrun, A. Benkaddour, and X. Pham. Influence of process parameters on the thermostamping of a [0/90]₁₂ carbon/polyether ether ketone laminate. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 70:59–68, 2015.
- [7] D. Kugele, J. Rausch, P. Müller, L. Kärger, and F. Henning. Temperature Distribution in Thickness Direction of Thermoplastic Laminates During Thermoforming: Proceedings of the first International Conference on Automotive Composites, Lisbon, 2016.

- [8] G. D. Smith. *Fusion bonding of neat and reinforced semi-crystalline thermoplastics*. Dissertation, Ecole Polytechnique Federale De Lausanne, Lausanne, 1996.
- [9] C. J. G. Plummer, P. Bourban, J. Zanetto, G. D. Smith, and J. E. Månson. Nonisothermal fusion bonding in semicrystalline thermoplastics. *Journal of Applied Polymer Science*, 87(8):1267–1276, 2003.
- [10] J. Aurrekoetxea, G. Castillo, F. Cortes, M. A. Sarrionandia, and I. Urutibeascoa. Failure of multimaterial fusion bonding interface generated during over-injection molding/thermoforming hybrid process. *Journal of Applied Polymer Science*, 102(1):261–265, 2006.
- [11] D. Kugele, J. Rausch, J. Kriegseis, K. Gündisch, L. Kärger, and F. Henning. On the Thermal Behavior of Thermoplastic Laminates During Transfer - A Novel Wind-Tunnel Approach: Proceedings of the 17th European Conference on Composite Materials, Munich, 2016.
- [12] D. Kugele, D. Dörr, F. Wittemann, B. Hangs, J. Rausch, L. Kärger, and F. Henning. Modeling of the non-isothermal crystallization kinetics of polyamide 6 composites during thermoforming. AIP Conference Proceedings 1896: 030005, ESAFORM, Dublin, 2017.
- [13] D. Dörr, T. Joppich, D. Kugele, F. Henning, and L. Kärger. A coupled thermomechanical approach for finite element forming simulation of continuously fiber-reinforced semi-crystalline thermoplastics. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 125:105508, 2019.
- [14] D. Dörr, D. Kugele, T. Joppich, F. Henning, and L. Kärger. On the Relevance of Thermomechanics and Crystallization Kinetics for FE Thermoforming Simulation of Semi-Crystalline Thermoplastic Tapes: AIP Conference Proceedings 2113: 020011, ESAFORM 2019, Vitoria-Gasteiz, 2019.
- [15] Leichtbau BW GmbH. *Marktstudie: Leichtbau - Trends und Zukunftsmärkte*. Fischbach Druck, Reutlingen, 2014.
- [16] T. Joppich. Overview of processes and trends in the world of thermoplastic composites, Proceedings EATC Seminar, Wesel, 2017.
- [17] F. Henning and E. Moeller. *Handbuch Leichtbau*. Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG, München, 2011.
- [18] M. Neitzel, editor. *Handbuch Verbundwerkstoffe: Werkstoffe, Verarbeitung, Anwendung*. Hanser, München, 2004.
- [19] M. Flemming. *Faserverbundbauweisen: Halbzeuge und Bauweisen*. Springer, Berlin, 1996.

- [20] M. Graf, S. Baumgärtner, and F. Henning. New benchmark in the tailored blank manufacturing - high volume production in an exceptional quality: Proceedings of the SAMPE Europe Conference & Exhibition 2017 Stuttgart, ISBN 978-90-821727-7-5, Stuttgart, 2017.
- [21] F. Henning. Faserverbunde für den Leichtbau, VL-Skript, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Teilinstitut Leichtbautechnologie (LBT). 2015.
- [22] S. Baumgärtner. *Beitrag zur Konsolidierung von thermoplastischen Hochleistungsfaserverbundwerkstoffen*. Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie, 2017.
- [23] Dieffenbacher GmbH. Abbildung: Tailored Blank Line als integriertes Produktionssystem <https://dieffenbacher.com/de/composites/technologien/tapelege-verfahren>, 20.09.2019, 20:00 Uhr.
- [24] N. Stötzner. Skalierbare, einstufige Fertigung von Hybridbauteilen. *Lightweight Design*, 2019(12):56–59, 2019.
- [25] S. Baumgärtner, T. Huber, and F. Henning. Structural thermoplastic lightweight design for automotive mass production: Compression molding of UD tapes and LFT: Proceedings of the 17th-Annual SPE Automotive Composites Conference & Exhibition (ACCE) September 6-8, Novi, Michigan, United States, 2017.
- [26] Dieffenbacher GmbH. Hydraulische Pressensysteme und Direktverfahren für faserverstärkte thermoplastische und duroplastische Kunststoffe https://www.scope-online.de/upload_weka/nwo/002/502/Dieffenbacher_2502277.pdf, 20.09.2019, 20:00 Uhr.
- [27] T. Link, S. Baumgärtner, D. Dörr, M. Hohberg, and F. Henning. Hybrid Thermoplastic Composites for Automotive Applications - Development and Manufacture of a Lightweight Rear Floor Structure in Multi-Material Design: Proceedings of the 18th European Conference on Composite Materials (ECCM18), Athen, 2018.
- [28] T. Joppich. *Beitrag zum Umformverhalten von PA6/CF Gelegelaminaten in nicht-isothermen Stempelumformprozess*. Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie, 2019.
- [29] B. Hangs. *Gestaltabweichungen dünnwandiger, lokal verstärkter CF/PPS Gelegelaminaten*. Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie, Karlsruhe, 2016.
- [30] J. E. Cunningham, P. F. Monaghan, and M. T. Brogan. Predictions of the temperature profile within composite sheets during pre-heating. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 29(1-2):51–61, 1998.

- [31] G. N. Labeas, V. B. Watiti, and Ch. V. Katsiropoulos. Thermomechanical simulation of infrared heating diaphragm forming process for thermoplastic parts. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 21(4):353–370, 2008.
- [32] Baumgärtner, S. and Henning, F. and Joppich, T. and Hangs, B. and Huber, T. and Manger, F. and Begert, M. and Reif, M. Thermoplastische Faserverbundkunststoffe - Vom Tape zum strukturellen Bauteil am Beispiel eines Versteifungsinlay fuer eine LKW-Staufachklappe: Kunststoffe im Automobilbau 2014 S.197–206, Internationaler Fachkongress Kunststoffe im Automobilbau, VDI-Verlag, Düsseldorf, 2014.
- [33] G. Deinzer and M. Kothmann, editors. *Schlussbericht des Verbundprojektes SMiLE: Systemintegrativer Multi-Material-Leichtbau für die Elektromobilität*. Berichte aus der Werkstofftechnik. Shaker, Herzogenrath, 1. Auflage, 2019.
- [34] MAIQFAST Projektkonsortium. MAI qfast: Abschlussbericht für alle Projektpartner : Berichtszeitraum: 01.11.2012-30.04.2015 (veröffentlicht), Reportnr.: 03MAI05-03MAI05A-03MAI05B-03MAI05C-03MAI05D-01128766, 2015 (https://www.tib.eu/de/suchen/?tx_tibsearch_search%5Baction%5D=download&tx_tibsearch_search%5Bcontroller%5D=Download&tx_tibsearch_search%5Bdocid%5D=TIBKAT%3A870121081&cHash=0a3a1cdf5a26453f6baf27d90983f4bb#download-mark, aufgerufen am 15.02.2020, 20:00 Uhr).
- [35] D. Dörr, F. Schirmaier, F. Henning, and L. Kärger. On The Relevance of Modeling Viscoelastic Bending Behavior in Finite Element Forming Simulation of Continuously Fiber Reinforced Thermoplastics, ESAFORM 2017, AIP Conference Proceedings 1896: 030003, Dublin, 2017.
- [36] F. Schirmaier. *Experimentelle Untersuchung und Simulation des Umformverhaltens nähgewirkter unidirektionaler Kohlenstofffasergelege*. Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie, 2017.
- [37] D. Dörr, T. Joppich, F. Schirmaier, T. Mosthaf, L. Kärger, and F. Henning. A method for validation of finite element forming simulation on basis of a pointwise comparison of distance and curvature: AIP Conference Proceedings 1769: 170011, ESAFORM 2016, Nantes, 2016.
- [38] K. Friedrich, M. Hou, and J. Krebs. Thermoforming of continuous fibre/thermoplastic composite sheets. *Composite Material Series*, 1997(11):91–162, 1997.
- [39] R. Thijsse. *Finite element simulations of laminated composite forming processes*. Dissertation, Universität Twente, 2007.

- [40] S. Haanappel. *Forming of UD fibre reinforced thermoplastics: A critical evaluation of intra-ply shear*. Dissertation, Universität Twente, 2013.
- [41] M. Necati Özisik. *Heat conduction*. Wiley, New York, 2nd ed. edition, 1993.
- [42] F. Brinken. *Untersuchungen zur Waermeuebertragung beim Thermoforming von Thermoplasten*. Dissertation, Rheinisch-Westfaelische Technische Hochschule Aachen, Aachen, 1979.
- [43] T. Müller. *Methodik zur Entwicklung von Hybridstrukturen auf Basis faserverstärkter Thermoplaste*. Dissertation, Universität Erlangen-Nürnberg, Erlangen, 2011.
- [44] BASF SE. Datenblatt - Ultramid B3WG12 HSP BK23228, <https://www.albis.com/en/products/download/doc/de/SI/basf/UltramidB3WG12HSPBK23228>, 20.09.2019, 20:00 Uhr.
- [45] A. Trende and B.T. Aström. Modelling of heat transfer in thermoplastic composites manufacturing: double-belt press lamination. *Composites Part A Applied Science and Manufacturing*, (30):935–943, 1999.
- [46] G. J. Sweeney, P. F. Monaghan, M. T. Brogan, and S. F. Cassidy. Reduction of infra-red heating cycle time in processing of thermoplastic composites using computer modelling. *Composite Manufacturing*, 6(3):255–262, 1995.
- [47] M. Jehrke. *Umformen gewebeverstärkter thermoplastischer Prepregs mit Polypropylen- und Polyamid-Matrix im Pressverfahren: Stamp forming of fabric reinforced thermoplastic prepregs with polypropylene and polyamide matrix*. Dissertation, RWTH Aachen, Aachen, 1995.
- [48] A. Bendada, A. Derdouri, M. Lamontagne, and Y. Simard. Analysis of thermal contact resistance between polymer and mold in injection molding. *Applied Thermal Engineering*, 24(14-15):2029–2040, 2004.
- [49] A. Hamasaiid, M. S. Dargusch, T. Loulou, and G. Dour. A predictive model for the thermal contact resistance at liquid–solid interfaces: Analytical developments and validation. *International Journal of Thermal Sciences*, 50(8):1445–1459, 2011.
- [50] S. Hong, J. Kang, and K. Yoon. Correlation between thermal contact resistance and filling behavior of a polymer melt into multiscale cavities in injection molding. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 87:222–236, 2015.

- [51] H. Massé, É. Arquis, D. Delaunay, S. Quilliet, and P. H. Le Bot. Heat transfer with mechanically driven thermal contact resistance at the polymer–mold interface in injection molding of polymers. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 47(8-9):2015–2027, 2004.
- [52] S. Somé, D. Delaunay, J. Faraj, J.-L. Bailleul, N. Boyard, and S. Quilliet. Modeling of the thermal contact resistance time evolution at polymer–mold interface during injection molding: Effect of polymers’ solidification. *Applied Thermal Engineering*, 84:150–157, 2015.
- [53] D. Dörr. *Simulation of the thermoforming process of UD fiber-reinforced thermoplastic tape laminates*. Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie, 2019.
- [54] G. Menges, W. Michaeli, E. Haberstroh, and E. Schmachtenberg. *Menges Werkstoffkunde Kunststoffe*. Hanser, München, 6. Aufl., 2011.
- [55] C. Brauner, C. Peters, F. Brandwein, and A. Herrmann. Analysis of process-induced deformations in thermoplastic composite materials. *Journal of Composite Materials*, 49(4):387–402, 2013.
- [56] N. Kocic. *Bestimmung des Keimbildungsexponenten für die Kristallisation von Polymeren durch nicht-isotherme DSC-Analysen*. Dissertation, Julius-Maximilians-Universität Würzburg, Würzburg, 2014.
- [57] T. A. Osswald and G. Menges. *Material science of polymers for engineers*. Hanser, Munich, 3 ed. edition, 2012.
- [58] T. Baranowski. *Simulation der Kristallisation von PP in spritzgegossenen Kunststoffbauteilen*. Dissertation, RWTH Aachen, Aachen, 2011.
- [59] H.-G. Elias. *Makromoleküle: Struktur, Eigenschaften, Synthesen, Stoffe, Technologie*. Hüthig und Wepf, Basel, 4., umgearb. und wesentl. erw. Aufl., 1981.
- [60] M. L. Di Lorenzo and C. Silvestre. Non-isothermal crystallization of polymers. *Progress in Polymer Science*, 24(6):917–950, 1999.
- [61] L. Mandelkern. *Crystallization of Polymers: Kinetics and mechanisms, Second Edition*. Cambridge University Press, Cambridge, 2004.
- [62] Y. Long, R. A. Shanks, and Z. H. Stachurski. Kinetics of polymer crystallisation. *Progress in Polymer Science*, 20(4):651–701, 1995.
- [63] Z. Ding and J. E. Spruiell. Interpretation of the nonisothermal crystallization kinetics of polypropylene using a power law nucleation rate function. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, 35(7):1077–1093, 1997.

- [64] A. N. Kolmogorov. On the statistical theory of the crystallization of metals. *Bulletin of the Academy of Sciences of the USSR, Mathematics Series*, (Vol. 1):355–359, 1937.
- [65] M. Avrami. Kinetics of phase change. i general theory. *The Journal of Chemical Physics*, 7(12):1103, 1939.
- [66] M. Avrami. Kinetics of phase change. ii transformation-time relations for random distribution of nuclei. *The Journal of Chemical Physics*, 8(2):212, 1940.
- [67] M. Avrami. Granulation, phase change, and microstructure kinetics of phase change. iii. *The Journal of Chemical Physics*, 9(2):177, 1941.
- [68] T. Ozawa. Kinetics of non-isothermal crystallization. *Polymer*, (12):150–158, 1970.
- [69] R. M. Patel and J. E. Spruiell. Crystallization kinetics during polymer processing -analysis of available approaches for process modeling. *Polymer Engineering & Science*, (31):730–738, 1991.
- [70] K. Nakamura, T. Watanabe, K. Katayama, and T. Amano. Some aspects of nonisothermal crystallization of polymers. i. relationship between crystallization temperature, crystallinity, and cooling conditions. *Journal of Applied Polymer Science*, (16):1077–1091, 1972.
- [71] K. Nakamura, K. Katayama, and T. Amano. Some aspects of nonisothermal crystallization of polymers. ii. consideration of the isokinetic condition. *Journal of Applied Polymer Science*, (17):1031–1041, 1973.
- [72] K. Nakamura, T. Watanabe, T. Amano, and K. and Katayama. Some aspects of nonisothermal crystallization of polymers. iii. crystallization during melt spinning. *Journal of Applied Polymer Science*, (18):615–623, 1974.
- [73] X. Guo, A. I. Isayev, and L. Guo. Crystallinity and microstructure in injection moldings of isotactic polypropylenes. part 1: A new approach to modeling and model parameters. *Polymer Engineering & Science*, 1999(39):2096, 1999.
- [74] J. D. Hoffman, G. T. Davis, and J. I. Lauritzen. The rate of crystallization of linear polymers with chain folding. *Treatise on Solid State Chemistry*, 3:497–614, 1976.
- [75] S. Hoffmann. *Berechnung von Kristallisationsvorgängen in Kunststoffformteilen*. Dissertation, RWTH Aachen, 2003.

Literaturverzeichnis

- [76] A. Ziabicki. *Fundamentals of Fibre Formation: The Science of Fibre Spinning and Drawing*. John Wiley & Sons Ltd, London, New York, 1976.
- [77] A. Ziabicki. Crystallization of polymers in variable external conditions: 1. general equations. *Colloid & Polymer Science*, 274(3):209–217, 1996.
- [78] J. D. Sierra, M. del P. Noriega, and J. F. Gomez. Isothermal and non-isothermal crystallization kinetics of polyamide 6 and polypropylene. *Zeitschrift Kunststofftechnik*, 2006(5):1–21, 2006.
- [79] V. K. Stokes. Joining methods for plastics and plastic composites: An overview. *Polymer Engineering & Science*, 29(19):1310–1324, 1989.
- [80] R. A. Grimm. Welding processes for plastics. *Advanced Materials and Processes*, 147(3):27–30, 1995.
- [81] T. G. Gutowski and A. Benatar. Review of methods for fusion bonding thermoplastic composites. *SAMPE J.; (United States)*, 23:33–39, 1987.
- [82] G. Haim and H.P. Zade. *Welding of Plastics*. Crosby Lockwood & Son Ltd. London, 1947.
- [83] D. Grewell and A. Benatar. Welding of plastics: Fundamentals and new developments. *International Polymer Processing*, 22(1):43–60, 2007.
- [84] M. N. Watson, R. M. Rivett, and K. I. Johnson. Plastics - an industrial and literature survey of joining techniques. *The Welding Institute Report 7846.01/85/471.3, Abington, UK*, 1986.
- [85] D. A. Grewell. *Plastics and composites welding handbook*. Hanser, München, 2003.
- [86] R. A. Grimm. Fusion welding techniques for plastics. *Welding Journal*, 69(B1):23–28, 1990.
- [87] H. Potente, J. Natrop, T. Klit Pedersen, and M. Uebbing. Comparative investigations into the welding of glass-fiber-reinforced pes. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 6(2):147–159, 1993.
- [88] H. Potente and M. Uebbing. Friction welding of polyamides. *Polymer Engineering & Science*, 37(4):726–737, 1997.
- [89] J. Weber. Plastics joining spotlighted at north-american welding research conference. *Welding Journal*, 69(3):52–54, 1990.
- [90] J. von der Ohe. Trends in the development of welding of plastics. *Welding International*, 4(4):288–290, 1990.

- [91] M. R. Choudhury and K. Debnath. A review of the research and advances in electromagnetic joining of fiber-reinforced thermoplastic composites. *Polymer Engineering & Science*, 59(10):1965–1985, 2019.
- [92] N. Banik. A review on the use of thermoplastic composites and their effects in induction welding method. *Materials Today: Proceedings*, 5(9):20239–20249, 2018.
- [93] R. P. Wool, B.-L. Yuan, and O. J. McGarel. Welding of polymer interfaces. *Polymer Engineering & Science*, 29(19):1340–1367, 1989.
- [94] R. P. Wool and K. M. O’Connor. A theory crack healing in polymers. *Journal of Applied Physics*, 52(10):5953–5963, 1981.
- [95] F. Yang and R. Pitchumani. Nonisothermal healing and interlaminar bond strength evolution during thermoplastic matrix composites processing. *Polymer Composites*, 24(2):263–278, 2003.
- [96] C. A. Butler, R. L. McCullough, R. Pitchumani, and J. W. Gillespie. An analysis of mechanisms governing fusion bonding of thermoplastic composites. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 11(4):338–363, 2016.
- [97] P. E. Rouse. A theory of the linear viscoelastic properties of dilute solutions of coiling polymers. *The Journal of Chemical Physics*, 21(7):1272–1280, 1953.
- [98] P. G. de Gennes. Reptation of a polymer chain in the presence of fixed obstacles. *The Journal of Chemical Physics*, 55(2):572–579, 1971.
- [99] F. Yang and R. Pitchumani. Healing of thermoplastic polymers at an interface under nonisothermal conditions. *Macromolecules*, 35(8):3213–3224, 2002.
- [100] Y. H. Kim and R. P. Wool. A theory of healing at a polymer-polymer interface. *Macromolecules*, 16(7):1115–1120, 1983.
- [101] H.-H. Kausch-Blecken von Schmelting. *Polymer Fracture*, volume 2 of *Polymers, Properties and Applications*. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 1978.
- [102] B.-R. Cho and J. L. Kardos. Consolidation and self-bonding in poly(ether ether ketone) (peek). *Journal of Applied Polymer Science*, 56(11):1435–1454, 1995.
- [103] K. Jud, H. H. Kausch, and J. G. Williams. Fracture mechanics studies of crack healing and welding of polymers. *Journal of Materials Science*, 16(1):204–210, 1981.

- [104] L. J. Bastien and J. W. Gillespie. A non-isothermal healing model for strength and toughness of fusion bonded joints of amorphous thermoplastics. *Polymer Engineering & Science*, 31(24):1720–1730, 1991.
- [105] A. C. Loos and M.-C. Li. Non-isothermal autohesion model for amorphous thermoplastic composites. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 7(4):280–310, 2016.
- [106] F. O. Sonmez and H. T. Hahn. Thermoviscoelastic analysis of the thermoplastic composite tape placement process. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 1997(10):381–414, 1997.
- [107] P.-E. Bourban, N. Bernet, J.-E. Zanetto, and Jan-Anders E. Månson. Material phenomena controlling rapid processing of thermoplastic composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 32(8):1045–1057, 2001.
- [108] G. D. Smith, C. J.G. Plummer, P. Bourban, and J. E. Månson. Non-isothermal fusion bonding of polypropylene. *Polymer*, 42(14):6247–6257, 2001.
- [109] W.J.B. Groupe, L. L. Warnet, B. Rietman, H. A. Visser, and R. Akkerman. Optimization of the tape placement process parameters for carbon–pps composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 50:44–53, 2013.
- [110] B. B. Sauer, W. G. Kampert, M. D. Wakeman, and S. Yuan. Screening method for the onset of bonding of molten polyamide resin layers to continuous fiber reinforced laminate sheets. *Composites Science and Technology*, 129:166–172, 2016.
- [111] J.-F. Lamèthe, P. Beauchêne, and L. Léger. Polymer dynamics applied to peek matrix composite welding. *Aerospace Science and Technology*, 9(3):233–240, 2005.
- [112] T. Kok, W. J. B. Groupe, L. L. Warnet, and R. Akkerman. Effect of Ply Orientation on Bond Strength in Fiber-Placed Composites: Proceedings of the 20th International Conference on Composite Materials 2015, Copenhagen, 2015 (URL: <https://ris.utwente.nl/ws/portalfiles/portal/89019305/KokEffectofplyorientation.pdf>, aufgerufen am 20.09.2019, 21:00 Uhr).
- [113] K. Tanaka, Y. Fujita, and T. Katayama, editors. *Press And Injection Hybrid Molding Of Glass Fiber Reinforced Thermoplastics*, WIT Transactions on Engineering Sciences. WIT PressSouthampton, UK, 2015.

- [114] H.-J. Bargel and G. Schulze. *Werkstoffkunde*. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 10. Auflage, 2008.
- [115] P. Eyerer, T. Hirth, and P. Elsner. *Polymer Engineering: Technologien und Praxis*. Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, 2008.
- [116] Celanese Corporation. Datenblatt Celstran CFR-TP GF70-13, 2015.
- [117] BASF SE. Datenblatt Ultratape GF PA6 Experimental Black (1304926-1305040), 2013.
- [118] BASF SE. Datenblatt Ultramid Experimental B3WG12 HSP BK23228, 2016.
- [119] BASF SE. Datenblatt Ultratape CF PA6 Experimental Black (1304926-1305039), 2013.
- [120] PerkinElmer Inc. Technical Specifications for the DSC 8000/8500 Differential Scanning Calorimeter, aufgerufen über URL: https://www.s4science.at/wordpress/wp-content/uploads/2018/10/DSC-8000_8500-Specifications_English.pdf, 01.03.2020, 20:13 Uhr.
- [121] C. Schick. Differential scanning calorimetry (dsc) of semicrystalline polymers. *Analytical and bioanalytical chemistry*, 395(6):1589–1611, 2009.
- [122] E. Zhuravlev and C. Schick. Fast scanning power compensated differential scanning nano-calorimeter: 1. the device. *Thermochimica Acta*, (505):1–13, 2010.
- [123] M. Y. Efremov, E. A. Olson, M. Zhang, F. Schiettekatte, Z. Zhang, and L. H. Allen. Ultrasensitive, fast, thin-film differential scanning calorimeter. *Review of Scientific Instruments*, 75(1):179, 2004.
- [124] V. Mathot, M. Pyda, T. Pijpers, G. Vanden Poel, E. van de Kerkhof, S. van Herwaarden, F. van Herwaarden, and A. Leenaers. The flash dsc 1, a power compensation twin-type, chip-based fast scanning calorimeter (fsc): First findings on polymers. *Thermochimica Acta*, 522(1-2):36–45, 2011.
- [125] C3 Prozess- und Alagenteknik GmbH. Unterschiedliche Sensormaterialien und Sensorgrößen ermöglichen die Anpassung an die jeweilige Applikation, Abbildung aufgerufen über URL: <https://www.c3-analysentechnik.de/hersteller/sensoren/>, Stand: 01.03.2020, 13:12 Uhr, 2020.
- [126] P. Böckh and P. Wetzel. *Wärmeübertragung: Grundlagen und Praxis*. Springer, Berlin, 2., bearb. Auflage, 2006.

Literaturverzeichnis

- [127] P. Kölzer. *Temperaturerfassungssystem und Prozessregelung des laserunterstützten Wickelns und Tapelegens von endlos faserverstärkten thermoplastischen Verbundkunststoffen*. Dissertation, RWTH Aachen, Aachen, 2008.
- [128] T. Joppich, A. Menrath, and F. Henning. Advanced molds and methods for the fundamental analysis of process induced interface bonding properties of hybrid, thermoplastic composites. *Procedia CIRP*, 66:137–142, 2017.
- [129] H. Köhne. *Digitale und analoge Lösungsmethoden der Wärmeleitungsgleichung*. VS Verlag für Sozialwissenschaften, Wiesbaden, 1970.
- [130] H. Schürmann, editor. *Konstruieren mit Faser-Kunststoff-Verbunden*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2., bearbeitete und erweiterte Auflage, 2007.
- [131] H. Tai, L. Chiu, L. Chen, and L. Chu. Study on the crystallization kinetics of pp/gf composites. *Journal of Applied Polymer Science*, 42(12):3111–3122, 1991.
- [132] M. A. Manchado, J. Blagiotti, L. Torre, and J. M. Kenny. Effects of reinforcing fibers on the crystallization of polypropylene. *Polymer Engineering & Science*, 40(10):2194–2204, 2000.
- [133] N. Klein, D. Selivansky, and G. Marom. The effects of a nucleating agent and of fibers on the crystallization of nylon 66 matrices. *Polymer Composites*, 16(3):189–197, 1995.
- [134] C. Ruan, J. Ouyang, S. Liu, and L. Zhang. Computer modeling of isothermal crystallization in short fiber reinforced composites. *Computers & Chemical Engineering*, 35(11):2306–2317, 2011.
- [135] R Zhang, Y. Huang, M Min, Y. Gao, X. Yu, A. Lu, and Z. Lu. Isothermal crystallization of pure and glass fiber reinforced poly(phenylene sulfide) composites. *Polymer Composites*, 30(4):460–466, 2009.
- [136] C. Auer, G. Kalinka, Th. Krause, and G. Hinrichsen. Crystallization kinetics of pure and fiber-reinforced poly(phenylene sulfide). *Journal of Applied Polymer Science*, 51(3):407–413, 1994.
- [137] G. P. Desio and L. Rebenfeld. Crystallization of fiber-reinforced poly(phenylene sulfide) composites. i. experimental studies of crystallization rates and morphology. *Journal of Applied Polymer Science*, 44(11):1989–2001, 1992.

- [138] G. Bogoeva-Gaceva, A. Janevski, and E. Mader. Nucleation activity of glass fibers towards ipp evaluated by dsc and polarizing light microscopy. *Polymer*, 42(9):4409–4416, 2001.
- [139] H. Hattori and Y. Nagano. Investigation of turbulent boundary layer over forward-facing step via direct numerical simulation. *International Journal of Heat and Fluid Flow*, 31(3):284–294, 2010.
- [140] D. W. Marquardt. An algorithm for least-squares estimation of nonlinear parameters. *Journal of the Society for Industrial and Applied Mathematics*, 11(2):431–441, 1963.
- [141] I. Kühnert. *Grenzflächen beim Mehrkunststoffspritzgießen*. Dissertation, Technische Universität Chemnitz, 2005.
- [142] R. Brunotte. *Die thermodynamischen und verfahrenstechnischen Abläufe der in-situ-Oberflächenmodifizierung beim Spritzgießen*. Dissertation, Technische Universität Chemnitz, 2006.
- [143] Lanxess AG - Bond Laminates. Material Data Sheet - Tepex dynalite 104-RG600(x)/47%, http://bond-laminates.com/uploads/tx_lxsmatrix/mds_104-rg600_x_-47_.pdf, 20.01.2020, 10:00 Uhr.

Betreute Bachelor- und Masterarbeiten

- [A1] P. Müller. *Experimentelle und simulative Untersuchung des Abkühlverhaltens von endlosfaserverstärkten thermoplastischen Tapegelegen infolge freier Konvektion*. Karlsruhe, Karlsruhe Institut für Technologie - Institut für Fahrzeugsystemtechnik, Bachelorarbeit, Betreuer: Henning, F., Projektleiter: Kugele, D., 2015 (unveröffentlicht)
- [A2] K. Gündisch. *Experimentelle Untersuchung des Abkühlverhaltens von endlosfaserverstärkten thermoplastischen Tapegelegen infolge erzwungener Konvektion*. Karlsruhe, Karlsruhe Institut für Technologie - Institut für Fahrzeugsystemtechnik, Bachelorarbeit, Betreuer: Henning, F., Projektleiter: Kugele, D., 2015 (unveröffentlicht)
- [A3] I. Turino. *Experimental investigation on the temperature behavior of thermoplastic composites (UD-Tapes) during press forming*. Karlsruhe, Karlsruhe Institut für Technologie - Institut für Fahrzeugsystemtechnik, Bachelorarbeit, Betreuer: Henning, F., Projektleiter: Kugele, D., 2015 (unveröffentlicht)
- [A4] F. Degenfeld. *Entwicklung eines Handhabungssystems zur Untersuchung des Abkühlverhaltens von thermoplastischen Tapegelegen während des Transfers*. Karlsruhe, Karlsruhe Institut für Technologie - Institut für Fahrzeugsystemtechnik, Bachelorarbeit, Betreuer: Henning, F., Projektleiter: Kugele, D., 2015 (unveröffentlicht)
- [A5] B. Wicke. *Modellierung und Analyse der Temperaturführung beim Umformen und Hinterspritzen thermoplastischer UD-Tape Laminate zur Identifikation sensitiver Prozessgrößen*. Karlsruhe, Karlsruhe Institut für Technologie - Institut für Fahrzeugsystemtechnik, Bachelorarbeit, Betreuer: Henning, F., Projektleiter: Kugele, D., 2016 (unveröffentlicht)
- [A6] F. Wittemann. *Modellierung der nicht-isothermen Kristallisationskinetik von unverstärkten und faserverstärkten Thermoplasten*. Karlsruhe, Karlsruhe Institut für Technologie - Institut für Fahrzeugsystemtechnik, Masterarbeit, Betreuer: Henning, F., Projektleiter: Kugele, D., 2016 (unveröffentlicht)
- [A7] N. Daftarie. *Simulation der Temperaturverteilung beim Hinterspritzen thermoplastischer Laminate und Ermittlung sensitiver Prozessgrößen*. Karlsruhe, Karlsruhe Institut für Technologie - Institut für Fahrzeugsystemtechnik, Masterarbeit, Betreuer: Henning, F., Projektleiter: Kugele, D., 2017 (unveröffentlicht)

Veröffentlichungen im Rahmen dieser Arbeit

[E1] D. Kugele, J. Rausch, P. Müller, L. Kärger, and F. Henning. Temperature distribution in thickness direction of thermoplastic laminates during thermoforming. International conference on automotive composites, 2016.

[E2] D. Kugele, J. Rausch, J. Kriegseis, K. Gündisch, L. Kärger, and F. Henning. On the thermal behavior of thermoplastic laminates during transfer - a novel wind-tunnel approach. 17th european conference on composite materials, 2016.

[E3] D. Kugele, D. Dörr, F. Wittemann, B. Hangs, J. Rausch, L. Kärger, and F. Henning. Modeling of the non-isothermal crystallization kinetics of polyamide 6 composites during thermoforming. AIP Conference Proceedings 1896: page 030005, ESAFORM Dublin, 2017.

[E4] J. Rausch and D. Kugele. Temperature monitoring of thermoplastic laminates in an automated process chain - potential for enhanced mechanical properties and effective processing: Sampe europe, 2016.

[E5] D. Dörr, D. Kugele, T. Joppich, F. Henning and L. Kärger. On the relevance of thermomechanics and crystallization kinetics for FE thermoforming simulation of semi-crystalline thermoplastic tapes, volume 020011 of AIP Conference Proceedings. AIP Publishing, 2019.

[E6] D. Dörr, T. Joppich, D. Kugele, F. Henning and L. Kärger. A coupled thermomechanical approach for finite element forming simulation of continuously fiber-reinforced semi-crystalline thermoplastics. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 125:105508, 2019.

[E7] F. Meyer, G. Deinzer, M. Kothmann, J. Rausch and D. Kugele. Fibre reinforced polymers – the next generation of lightweight materials in the automotive industry – potentials & requirements: 3rd international conference & exhibition on thermoplastic composites, 2016.

