

Prozessspezifische Einflussgrößen auf die Morphologie kontinuierlich faserverstärkter thermoplastischer Halbzeuge und deren Auswirkungen auf die mechanischen Eigenschaften

Zur Erlangung des akademischen Grades eines
Doktors der Ingenieurwissenschaften (Dr.-Ing.)
von der KIT-Fakultät für Maschinenbau des
Karlsruher Instituts für Technologie (KIT)

angenommene

Dissertation

von

M.Sc. Tobias Link

Geboren in Aachen

Tag der mündlichen Prüfung: 13.12.2022

Hauptreferent: Prof. Dr.-Ing. Frank Henning

Korreferent: Prof. Dr.-Ing. Jürgen Fleischer



Dieses Werk ist lizenziert unter einer Creative Commons Namensnennung -
Keine Bearbeitungen 4.0 International Lizenz (CC BY-ND 4.0):
<https://creativecommons.org/licenses/by-nd/4.0/deed.de>

Vorwort

Die vorliegende Dissertation entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Fraunhofer-Institut für Chemische Technologie (ICT) in Pfinztal.

Mein besonderer Dank gilt meinem Doktorvater Prof. Dr.-Ing. Frank Henning für den fachlichen Austausch, die Betreuung meines Promotionsthemas sowie das Vertrauen in meine Arbeit auch abseits dieser Promotion. Des Weiteren danke ich Prof. Dr.-Ing. Jürgen Fleischer, Institutsleiter des wbk Institut für Produktionstechnik am Karlsruher Institut für Technologie KIT, für die Übernahme des Korreferats und das damit entgegengebrachte Interesse an dieser Arbeit. Außerdem danke ich Prof. Dr.-Ing. Hans-Jörg Bauer, Leiter des Instituts für thermische Strömungsmaschinen am Karlsruher Institut für Technologie KIT, für die Übernahme des Prüfungsvorsitzes.

Zudem bedanke ich mich bei der Produktbereichsleitung für die allzeit gute Zusammenarbeit und insbesondere bei meinem langjährigen Bürokollegen Dr.-Ing. Tobias Joppich für den fachlichen Austausch. Ich bedanke mich auch bei allen ehemaligen Kollegen aus der Gruppe Strukturleichtbau und ehemals Thermoplastverarbeitung, die mich auf meinem Weg unterstützt haben.

Dabei danke ich insbesondere dem Gruppenleiter der Gruppe Strukturleichtbau und fachlichem Betreuer dieser Arbeit, Dr.-Ing. Philipp Rosenberg, für das kritische Feedback, das für den Feinschliff dieser Arbeit verantwortlich ist. Ein besonderer Dank gilt auch meinen ehemaligen Kollegen Felix Behnisch, Björn Beck und Sascha Kilian für die gemeinsame TaskForce Initiative, die diesem Promotionsvorhaben immer wieder frischen Wind verliehen hat. Genauso bedanke ich mich bei Ingo Anschütz, Hartmut Kempf und Stephan Ihle für die Unterstützung bei der Versuchsdurchführung. Außerdem danke ich Christian Schürger, der mir in der finalen Phase meiner Promotion den Rücken freigehalten hat.

Weiterhin danke ich insbesondere den Kolleginnen und Kollegen rund um das Team von Susanne Lüssenheide sowie Yvonne Kasimir und Jakob Faustmann für deren unermüdlchen Einsatz bei der thermischen und mechanischen Materialcharakterisierung. Zusätzlich bedanke ich mich bei Dr.-Ing. Dominik Dörr für die Unterstützung beim Simulationsmodell für die Kristallisationskinetik. Darüber hinaus gilt mein Dank vor allem Solvay, namentlich Herrn Hannes Schütte, für die Bereitstellung von Material und Unterstützung bei materialspezifischen Fragestellungen.

Abschließend bedanke ich mich im Besonderen bei meinen Eltern und meiner Schwester für Ihre ausdauernde Unterstützung und Förderung auf meinem bisherigen Weg. Auch meiner Freundin Stella kann ich nicht genug danken. Ihre grenzenlose Geduld, ihr kompromissloses Verständnis und ihr unerschöpflicher positiver Zuspruch haben mich durch alle Phasen der Promotion getragen.

Karlsruhe, im Oktober 2022

Tobias Link

Kurzfassung

In der Luft- und Raumfahrttechnik werden faserverstärkte Kunststoffe bereits seit den siebziger Jahren in strukturellen und nicht-strukturellen Anwendungen eingesetzt. Der Haupttreiber für deren Einsatz ist das hohe Potenzial zur Reduktion des Systemgewichts und die damit unmittelbar verbundene Senkung der Betriebskosten. In diesem Zusammenhang etablieren sich seit einigen Jahren zunehmend thermoplastische Faserverbunde, da deren Einsatz eine vielversprechende Möglichkeit darstellt, die Kosten pro eingespartem Kilogramm Gewicht zu reduzieren. Dies setzt wiederum voraus, dass zeit- und damit kostenoptimierte Prozesstechnologien zur Bauteilherstellung eingesetzt werden.

Eine Prozesskette, die diese Anforderungen erfüllt, basiert auf der Verarbeitung von unidirektional faserverstärkten thermoplastischen Tapes in den Schritten Tapelegen, Konsolidieren und Bauteilherstellung durch Stempel-Umformung. Die große Herausforderung beim Transfer solcher Technologien in den Anwendungsbereich Luft- und Raumfahrt besteht in den hohen Qualitätsanforderungen an die fertigen Bauteile, den Herstellungsprozess sowie die Materialien und Halbzeuge selbst.

Da die thermoplastische Matrix in den einzelnen Schritten der Prozesskette aufgeschmolzen und wieder abgekühlt wird, stellen sich die resultierenden Eigenschaften erst im finalen Schritt der Prozesskette ein. In diesem Kontext werden im Rahmen der vorliegenden Arbeit zwei qualitätsrelevante Morphologiemerkmale, die Porosität und der Kristallisationsgrad, entlang einer solchen Prozesskette untersucht. Dabei ist es das zentrale Ziel, prozessübergreifende Parameter zu identifizieren, welche die Merkmale beeinflussen und deren Auswirkungen auf die mechanischen Eigenschaften zu bewerten.

In einem ganzheitlichen Ansatz wird dazu zunächst das Ausgangsmaterial charakterisiert und die bestimmten Ergebnisse als Referenz für die weiteren Untersuchungen festgelegt. Für jedes Merkmal wird anschließend separat in den einzelnen Prozessschritten ermittelt, welche prozessspezifischen Parameter relevant sind und wie sich diese im jeweiligen Schritt auf das entsprechende Merkmal auswirken. Für das Merkmal Kristallisationsgrad werden die praktischen Versuche durch ein Simulationsmodell ergänzt, das den Temperaturverlauf und die resultierende Kristallinität für den Teilschritt Konsolidieren abbildet. Der Zusammenhang der Morphologiemerkmale mit den mechanischen Eigenschaften wird abschließend auf Basis einer Charakterisierung ausgewählter mechanischer Kennwerte bewertet.

Schlagerwörter: UD-Tapes, Konsolidieren, Porosität, PEKK-CF, Out-of-Autoclave

Abstract

Fiber reinforced plastics have been used in structural and non-structural applications in aerospace technology since the 1970s. The main driver for their use is their high potential for reducing the system's overall weight and thereby decreasing the direct operating costs. In this context, thermoplastic fiber-reinforced composites have become increasingly established over the past few years, as their use represents a promising way of reducing the costs per kilogram of weight saved. This in turn requires that time- and thus cost-optimized process technologies are used for component production.

A process chain based on the processing of unidirectional fiber-reinforced thermoplastic tapes in the steps of tape laying, consolidation and stamp forming meets these requirements. The main challenge when transferring such technologies to aerospace applications are the high quality requirements for the finished components, the manufacturing process, and the materials and semi-finished products themselves.

Since the thermoplastic matrix is melted and cooled again in the individual steps of this process chain, the resulting properties only appear in the final step of the whole manufacturing process. In this context, two quality-relevant morphological characteristics, porosity and the degree of crystallization, are analyzed along such a process chain in the present work. The central goal is to identify cross-process parameters that influence the characteristics and to evaluate their effects on the mechanical properties.

In a holistic approach, the material used is first characterized and the results determined are defined as a reference for further analysis. For each morphological characteristic in the individual process steps, it is then determined separately which process-specific parameters are relevant and how they affect the corresponding feature in the respective step. For the feature degree of crystallization, the practical tests are supplemented by a simulation model, which depicts the temperature profile and the resulting crystallinity for the sub-step consolidation. The relationship between the morphological features and the mechanical properties is finally evaluated on the basis of a characterization of selected mechanical properties.

Key words: UD tapes, consolidation, porosity, PEKK-CF, Out-of-Autoclave

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
1.1	Motivation	1
1.2	Zielsetzung und Forschungsfrage	2
1.3	Aufbau der Arbeit	3
2	Grundlagen und Kenntnisstand	4
2.1	Kontinuierlich faserverstärkte Thermoplaste	4
2.1.1	Thermoplastische Prepregs	4
2.1.2	Technologien zur Verarbeitung thermoplastischer Prepregs	9
2.2	Aromatische Polyetherketone	15
2.2.1	Chemischer Aufbau	15
2.2.2	Kristallisationskinetik und Viskosität	18
2.3	Porosität bei kontinuierlich faserverstärkten Thermoplasten	23
2.4	Abgrenzung zum Stand der Wissenschaft und Technik	25
3	Material, Methoden und Modellbildung	31
3.1	Material und Verarbeitungsprozess	31
3.1.1	Verwendetes Materialsystem	31
3.1.2	Prozesskette zur Verarbeitung thermoplastischer UD-Tapes	33
3.2	Methoden und Vorgehensweisen	40
3.2.1	Einflussfaktoren auf Gaps im Tapegelege	40
3.2.2	Morphologische Charakterisierung	56
3.2.3	Bestimmung der Prozessfenster	64
3.3	Simulationsmodell der Kristallisationskinetik	69
3.3.1	Thermische Materialeigenschaften	69
3.3.2	Kristallisationskinetik	70
4	Versuchsdurchführung und Validierung der Methoden und Modelle	72
4.1	Morphologiemerkmal Porosität	73
4.1.1	Ausgangszustand des Tapes	73
4.1.2	Prozessschritt Tapelegen	85
4.1.3	Prozessschritt Konsolidieren	94

4.1.4	Bauteilherstellungsprozess	110
4.1.5	Mechanische Charakterisierung in Abhängigkeit der Porosität	120
4.2	Morphologiemerkmal Kristallisationsgrad	132
4.2.1	Ausgangszustand des Tapes	132
4.2.2	Prozessschritt Konsolidieren	141
4.2.3	Bauteilherstellungsprozess	152
4.2.4	Mechanische Charakterisierung in Abhängigkeit des Kristallisationsgrades	156
5	Zusammenfassung und Diskussion der Ergebnisse	159
5.1	Prozess – Porosität – Mechanische Eigenschaften	159
5.2	Prozess – Kristallisationsgrad – Mechanische Eigenschaften	164
5.3	Bewertung des Simulationsmodells	165
5.4	Überprüfung der Hypothesen und Beantwortung der Forschungsfrage	166
6	Fazit und Ausblick	169
	Literatur	178
	Liste der eigenen Veröffentlichungen	195
	Anhang	197

Abkürzungsverzeichnis

AFP	Automated Fiber Placement
APC	Aromatic Polymer Composite
ATL	Automated Tape Laying
BSH	Bildschirmhöhe
CAI	Compression After Impact
CF	Kohlenstofffaser
CPT	consolidated ply thickness
CT	Computertomographie
DOC	Direct Operating Costs (dt.: direkte Betriebskosten)
DPE	Diphenylether
DSC	dynamische Differenz-Kalorimetrie
FEM	Finite-Elemente-Methode
FKV	faserverstärkte Kunststoffe
GPC	Gel-Permeations-Chromatographie
IR	Infrarot
LDF	long discontinuous fiber
MS	Massenspektrometer
OoA	Out-of-Autoclave
OVB	Oven Vacuum Bag
PA6	Polyamid 6
PAEK	Polyaryletherketon
PEEK	Polyetheretherketon
PEKK	Polyetherketonketon
REM	Raster-Elektronen-Mikroskop
ROI	Region of Interest
RT	Raumtemperatur
SVK	strahlungsinduzierter Vakuumkonsolidier-Prozess
TE	Thermoelement
TGA	thermogravimetrische Analyse
TMA	thermomechanische Analyse
UD	unidirektional
US	Ultraschall
USSW	Ultraschallschweißen
VBO	Vacuum Bag Only
WP	Wendepunkt

Symbolverzeichnis

Symbol	Einheit	Beschreibung
ΔH_c^0	J/g	spezifische Gesamtkristallisationsenthalpie
ΔH_c	J/g	Kristallisationsenthalpie
$\Delta H_{c,kalt}$	J/g	Enthalpieänderung bei kalter Kristallisation
μ_{mf}	Pa·s	Faser-Matrixviskosität
$a(T)$	m ² /s	Temperaturleitfähigkeit
a_0	μm	Höhe der Erhebungen
$A_{F_{b0,i}}$	μm ²	Flächendifferenz Bereich Erhebung
$A_{F_{w0,i}}$	μm ²	Flächendifferenz Bereich Lücke
A_{Gap}	mm ²	Querschnittsfläche Gap
$A_{Overlap}$	mm ²	Querschnittsfläche Overlap
b	μm	Kontaktfläche zum Zeitpunkt t
b_0	μm	Breite der Erhebungen
$b_{Führung}$	mm	realer Abstand der Profile zur Materialführung
b_{Gap}	mm	Gapbreite
$b_{Gap,Ist\ max}$	mm	maximaler Gap
$b_{Gap,Ist\ min}$	mm	minimaler Gap
$b_{Gap,max.tol.}$	mm	maximal tolerierbarer Gap
$b_{Gap,Soll}$	mm	eingestellter Gap
b_{Soll}	mm	eingestellte Tapebreite
b_{Tape}	mm	reale Tapebreite
c_p	J/kg·K	spezifische Wärmekapazität
D_{au}	-	Grad der Autohäsion
D_{ic}	-	Grad des intimen Kontaktes
h_{Tape}	μm	Tapehöhe
$\lambda(T)$	W/m·K	Wärmeleitfähigkeit

n_{\parallel}	Pa·s	Viskosität parallel zur Faserrichtung
n_{\perp}	Pa·s	Viskosität senkrecht zur Faserrichtung
p	bar	Druck
p_{app}	Pa	applizierter Druck
R_{Sm}	μm	Mittlere Rillenbreite
R_t	μm	Rautiefe (Gesamthöhe des Profils)
t	s	Zeit
T	$^{\circ}\text{C}$	Temperatur
t_a	s	Zeit seit Beginn des Autohäsiationsprozesses
T_c	$^{\circ}\text{C}$	Kristallisationstemperatur
$T_{Führ}$	mm	Führungsgenauigkeit
T_g	$^{\circ}\text{C}$	Glasübergangstemperatur
t_{ic}	s	Zeit bis zur Erreichung des vollständigen intimen Kontaktes
T_m	$^{\circ}\text{C}$	Schmelztemperatur
T_{Wdh}	mm	Wiederholgenauigkeit
$T_{Wdh,max}$	mm	Maximum Wiederholgenauigkeit
$T_{Wdh,mean}$	mm	Mittelwert Wiederholgenauigkeit
$T_{Wdh,min}$	mm	Minimum Wiederholgenauigkeit
v_f	-	Faservolumengehalt
w_0	μm	Abstand zwischen den Erhebungen
y_i	mm	Ist-Position Tapestreifen auf Rotationstisch
y_{Ref}	mm	Referenzposition Tapestreifen auf Rotationstisch
$y_{Si,max,L}$	mm	maximale Position der linken Tapekante in y-Richtung
$y_{Si,min,L}$	mm	minimale Position der linken Tapekante in y-Richtung
$y_{Si,max,R}$	mm	maximale Position der rechten Tapekante in y-Richtung
$y_{Si,min,R}$	mm	minimale Position der rechten Tapekante in y-Richtung
α	$^{\circ}$	Winkel der Querschnittsfläche bei einem Overlap
$\xi_{analyt.}$	%	Porenanteil
$\rho_{ges,analyt.}$	g/cm^3	analytische Composite-Dichte
$\rho_{ges,mess}$	g/cm^3	gemessene Dichte
σ_{Wdh}	-	Standardabweichung der Wiederholgenauigkeit
χ	-	temperaturabhängige Konstante

1 Einleitung

1.1 Motivation

Einer der ältesten Anwendungsbereiche für faserverstärkte Kunststoffe (FVK) ist die Luft- und Raumfahrttechnik. Zunächst über den Segelflugzeug- und Hubschrauberbau eingeführt, folgten ab 1972 erste nicht-strukturelle Anwendungen in der zivilen Luftfahrt [1]. Seitdem vergrößert sich der Anwendungsbereich stetig und umfasst aktuell auch Primärstrukturen sowie sicherheitsrelevante Bauteile [2]. Haupttreiber für den Einsatz von FVK sind deren hohe spezifische Festigkeit und Steifigkeit und das daraus resultierende Potential zur Reduktion des Systemgewichts. Dieses wirkt sich unmittelbar auf die direkten Betriebskosten (engl.: *Direct Operating Costs*, *DOC*) aus, so dass bereits minimale Gewichtsreduktionen große Kosteneinsparungen darstellen können [3]. Aus diesem Grund sind die akzeptierten Kosten für die Einsparung von einem Kilogramm Gewicht, die sogenannten Leichtbaukosten, in der Luft- und Raumfahrttechnik mit bis zu über 500 € so hoch wie in keiner anderen Branche [4]. Neben den geringen Stückzahlen ist vor allem der lange Gesamtlebenszyklus von 20 bis 36 Jahren, über den die Kosten bei der Entwicklung und dem Bau neuer Flugzeuggenerationen abgerechnet werden können, ausschlaggebend [5].

Eine vielversprechende Möglichkeit, die Kosten pro eingespartem Kilogramm Gewicht zu senken, ist der Einsatz von thermoplastischen FVK. Dies setzt allerdings voraus, dass zeit- und kostengünstige Prozesse zur Herstellung der Bauteile verfügbar sind [6]. Ebenso gilt es, einen übermäßigen Materialausschuss, wie teilweise bei der Verwendung sogenannter Organosheets [7], zu vermeiden. Interessant sind daher Prozesstechnologien, die eine endkonturnahe und angepasste Halbzeugherstellung und Bauteilfertigung in kurzen Zykluszeiten ermöglichen. Für die Verarbeitung von thermoplastischen FVK gibt es bereits eine Vielzahl an etablierten Prozessen auf Basis von unidirektional (UD) kontinuierlich faserverstärkten Tapes, sogenannten UD-Tapes, die diese Anforderungen erfüllen [8–10]. Die Herausforderung beim Transfer dieser Technologien in den Anwendungsbereich Luft- und Raumfahrttechnik besteht in den hohen Qualitätsanforderungen an die Bauteile, den Herstellungsprozess sowie die Materialien und Halbzeuge selbst [11]. Da die einzelnen Verarbeitungsschritte vom Material zum Bauteil mit dem Aufschmelzen und Abkühlen der thermoplastischen Matrix verbunden sind, werden die resultierenden Bauteileigenschaften erst im letzten Prozessschritt festgelegt. Es stellt sich folglich die Frage, welche Qualitätsanforderungen die Halbzeuge aus den Teilprozessen zur Fertigung des Bauteils erfüllen müssen und ob eine zykluszeitoptimierte Prozesskette zur Verarbeitung von thermoplastischen UD-Tapes die erforderlichen Bauteilqualitäten erreichen kann [12].

1.2 Zielsetzung und Forschungsfrage

Eine mögliche Prozesskette zur kosten- und zeitoptimierten Fertigung thermoplastischer FVK Bauteile umfasst drei wesentliche Teilprozesse: das Tapelegen, das Konsolidieren sowie den Bauteilherstellungsprozess durch Stempel-Umformung. Bisherige Ansätze fokussieren sich auf die Optimierung einzelner Schritte der genannten Prozesskette. Dadurch werden wichtige Beiträge zu den jeweiligen Technologien geliefert. Es wird jedoch nur selten untersucht, welche Optimierungen im Kontext der gesamten Prozesskette dominant sind.

Die Zielsetzung dieser Arbeit setzt sich daher aus den folgenden drei Zielen zusammen:

- Identifikation prozessübergreifender Parameter bei der Verarbeitung von UD-Tapes, welche die Morphologie der Halbzeuge und Bauteile beeinflussen
- Untersuchung des Zusammenhangs zwischen der Morphologie und den mechanischen Eigenschaften
- Ableiten einer Prozessempfehlung zur Reduktion der Prozesskomplexität und daraus resultierend der damit verbundenen Kosten

Der Prozessschritt des Konsolidierens basiert im Rahmen dieser Arbeit auf einem zykluszeitoptimierten Niederdruck-Verfahren, dem sogenannten strahlungsinduzierten Vakuumkonsolidier-Prozess (SVK). Dieser nutzt den durch ein Vakuum erzeugten Druck sowie Infrarotstrahlung zum Aufschmelzen des Matrixsystems. Der Prozess unterscheidet sich deutlich von bisher angewendeten Prozessen in der Luft- und Raumfahrttechnik und nimmt eine Schlüsselrolle in dieser Arbeit ein. Die zentrale Forschungsfrage wird daher wie folgt formuliert:

Wie wirken sich Parameterkombinationen entlang der Prozesskette zur Verarbeitung von PEKK-CF Tapes auf Basis eines Niederdruck-Konsolidier-Verfahrens auf die Morphologie und die mechanischen Eigenschaften der Bauteile aus?

Im Kontext der Zielsetzung sowie der Forschungsfrage werden zusätzlich folgende Hypothesen überprüft:

- Das Einstellen gezielter Prozessparameter bei der Verarbeitung von Tapegelegenen aus UD-Tapes zu Laminaten im Niederdruck-Konsolidier-Verfahren verbessert deren Morphologie im Sinne der Porosität und des Kristallisationsgrades
- Im Bauteilherstellungsprozess durch Stempelumformung werden unterschiedliche Porositäts- und Kristallisationsgrade von PEKK-CF Laminaten und daraus resultierende Unterschiede in den mechanischen Eigenschaften homogenisiert
- Durch eine angepasste Kombination der Prozessparameter Zieltemperatur und Haltezeit beim Niederdruck-Konsolidier-Verfahren, kann die betrachtete Prozesskette hinsichtlich der Zykluszeit und den resultierenden mechanischen Eigenschaften optimiert werden

1.3 Aufbau der Arbeit

Zur Erreichung der Ziele, zur Beantwortung der Forschungsfrage sowie zur Überprüfung der Forschungshypothesen wird ein ganzheitlicher Ansatz verfolgt, bei dem experimentelle und methodische Vorgehensweisen kombiniert werden. Die Arbeit gliedert sich in sechs Kapitel, deren Inhalt in diesem Abschnitt des *Kapitel 1* erläutert wird.

Kapitel 2 beschreibt die themenrelevanten Grundlagen für die experimentellen und methodischen Vorgehensweisen und fasst den aktuellen Kenntnisstand zusammen. Hierfür werden eingangs die Werkstoffklasse der kontinuierlich faserverstärkten Thermoplaste sowie zugehörige Verarbeitungsverfahren eingeführt. Anschließend wird das im Rahmen der Arbeit verwendete Matrixsystem vorgestellt und dessen chemischer Aufbau sowie die Kristallisationskinetik beschrieben. Weiterhin wird das Thema Porosität kontinuierlich faserverstärkter Polymere in einem separaten Abschnitt erläutert. Abschließend wird das eigene Vorhaben gegenüber dem Stand der Wissenschaft und Technik abgegrenzt.

Im *Kapitel 3* werden die Grundlagen für die Versuchsdurchführung und Ergebnisauswertung dargelegt. Dazu wird zunächst das verwendete Materialsystem vorgestellt und die Prozesskette zur Verarbeitung im Detail beschrieben. Anschließend werden eigene Methoden entwickelt und die Vorgehensweisen erläutert. Zuletzt wird das verwendete Simulationsmodell zur Abbildung der Kristallisationskinetik eingeführt.

Innerhalb von *Kapitel 4* werden die beiden Merkmale für die Morphologie, die Porosität und der Kristallisationsgrad, über die gesamte Prozesskette hinweg untersucht. Dabei ist das Kapitel in zwei Hauptabschnitte unterteilt, in denen jeweils eines der Merkmale im Fokus steht. Innerhalb der Hauptabschnitte werden die Merkmale zunächst am verwendeten PEKK-CF Tape im Ausgangszustand charakterisiert und somit die Referenzwerte für die weitere Untersuchung definiert. Die Abschnitte folgen dem Ablauf der Prozesskette, so dass sequentiell der Einfluss der Schritte Tapelegen, Konsolidieren und Bauteilherstellungsprozess auf das jeweilige Morphologiemerkmal untersucht wird. Abschließend wird für beide Merkmale der Einfluss der resultierenden Porosität bzw. des resultierenden Kristallisationsgrades auf die mechanischen Eigenschaften bewertet. Im Kontext des Kristallisationsgrades wird zusätzlich das Simulationsmodell parametrisiert und validiert.

In *Kapitel 5* werden die Ergebnisse aus Kapitel 4 zusammengefasst und der Zusammenhang zwischen Prozess, Porosität bzw. Kristallisationsgrad und Mechanik diskutiert. Des Weiteren wird das Simulationsmodell hinsichtlich der Vorhersagegüte bewertet. Abschließend werden die aufgestellten Hypothesen überprüft und eine Antwort auf die eingangs gestellte Forschungsfrage formuliert.

Im letzten Teil dieser Arbeit, dem *Kapitel 6*, wird ein Fazit zu den gewonnenen Ergebnissen und Erkenntnissen gezogen und ein Ausblick über die Möglichkeiten zur Fortsetzung des bearbeiteten Themas gegeben.

2 Grundlagen und Kenntnisstand

In den folgenden Abschnitten werden die themenrelevanten Grundlagen dargelegt und das eigene Vorhaben gegenüber dem Stand der Wissenschaft und Technik abgegrenzt. Dabei wird bewusst auf eine ausführliche Einführung in das Themenfeld der FVK im Allgemeinen verzichtet und hierfür stattdessen auf die Fachliteratur verwiesen [13–16]. Im Abschnitt *kontinuierlich faserverstärkte Thermoplaste* wird zunächst das Ausgangsmaterial sowie die zugehörigen Verarbeitungstechnologien eingeführt. Der zweite Abschnitt *Aromatische Polyetherketone* beschreibt die relevanten Grundlagen zum Matrixmaterial des betrachteten Materialsystems. Im dritten Abschnitt *Porosität von faserverstärkten Polymeren* werden die Entstehung von Poren sowie Methoden zur Charakterisierung der Porosität beschrieben. Der letzte Abschnitt *Abgrenzung zum Stand der Wissenschaft und Technik* verschafft einen Überblick über die Vorarbeiten anderer Autoren und grenzt das eigene Vorhaben gegenüber diesen ab.

2.1 Kontinuierlich faserverstärkte Thermoplaste

Eine Variante zur Einteilung faserverstärkter Kunststoffe ist die Gruppierung mittels der im Verbundwerkstoff enthaltenen Faserlänge. Es wird hierbei zwischen diskontinuierlich verstärkten, sogenannten Kurz- (0,1 bis 1 mm) und Langfasern (1 bis 50 mm), sowie kontinuierlich faserverstärkten Kunststoffen unterschieden [1]. Ergänzend zu dieser Einteilung muss für eine kontinuierliche Verstärkung zusätzlich die Voraussetzung erfüllt werden, dass die Faserlänge den Bauteilabmessungen entspricht und die Fasern in definierter Orientierung ausgerichtet vorliegen. Hinsichtlich der Halbzeugformen kann weiterhin zwischen textilen Halbzeugen und imprägnierten Halbzeugen unterschieden werden. Textile Halbzeuge, wie Gewebe oder Gelege, werden auch als trockene Faserhalbzeuge bezeichnet, da sie in einem separaten Prozessschritt mit dem Matrixsystem imprägniert werden müssen. Imprägnierte Halbzeuge, die sogenannten Prepregs (von engl.: *preimpregnated*), sind hingegen bereits teilweise oder vollständig mit dem Matrixsystem imprägniert [13]. Diese Halbzeugform auf Basis einer thermoplastischen Matrix in Kombination mit kontinuierlichen Fasern wird im Weiteren detaillierter betrachtet.

2.1.1 Thermoplastische Prepregs

Bei den thermoplastischen Prepregs wird zwischen zwei zentralen Halbzeugen unterschieden. Zum einen den imprägnierten Geweben als Plattenware, auch Organosheets genannt. Zum anderen den UD-Tapes. Letztere besitzen im Vergleich zu rechteckigen Profilen eine geringere Wandstärke von 0,1 bis 0,4 mm, je nachdem welche Art von Verstärkungsfaser verwendet wird [13]. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit stellen UD-Tapes das

Ausgangsmaterial dar. Da deren morphologische Eigenschaften hinsichtlich der im Fokus stehenden Porosität und des Kristallisationsgrades durch den Herstellungsprozess beeinflusst werden können, wird nachfolgend kurz auf die Prozesstechnologien zur Herstellung von UD-Tapes eingegangen.

Die hohe Viskosität thermoplastischer Matrixsysteme stellt eine große Herausforderung bei der Herstellung und Weiterverarbeitung thermoplastischer Prepregs dar [13]. Um diesem Problem zu begegnen, werden bei der Tape-Herstellung hauptsächlich drei unterschiedliche Strategien verfolgt. Diese werden verschiedenen technischen Umsetzungen zugeordnet und sind in Tabelle 2-1 zusammengefasst. Alle hier genannten Verfahren erfordern die initiale Spreizung und Ausrichtung von trockenen Faserbündeln (Rovings), bevor der Kontakt zur thermoplastischen Matrix hergestellt wird.

Tabelle 2-1: Auswahl verschiedenen Prozesstechnologien zur Tape-Herstellung

Reduktion der Viskosität durch Lösungsmittel	Erhöhte Verarbeitungstemperaturen	Reduktion der Fließweglänge
Lösungsmittelimprägnierung	Schmelzimprägnierung	Pulverimprägnierung, Film-Stacking

Lösungsmittelimprägnierung

Bei der Tape-Herstellung mittels Lösungsmittelimprägnierung wird die thermoplastische Matrix in einem Lösungsmittel gelöst und die Rovings durch ein Bad mit der Lösung gezogen. Andruckrollen arbeiten die Matrix in die Rovings ein, wodurch eine homogene Imprägnierung erreicht werden soll. Im Anschluss muss das Lösungsmittel verdampft werden. Dazu werden die imprägnierten Rovings durch einen Trocknungs-ofen geführt. Das Prozessschema ist in Abbildung 2-1 skizziert.

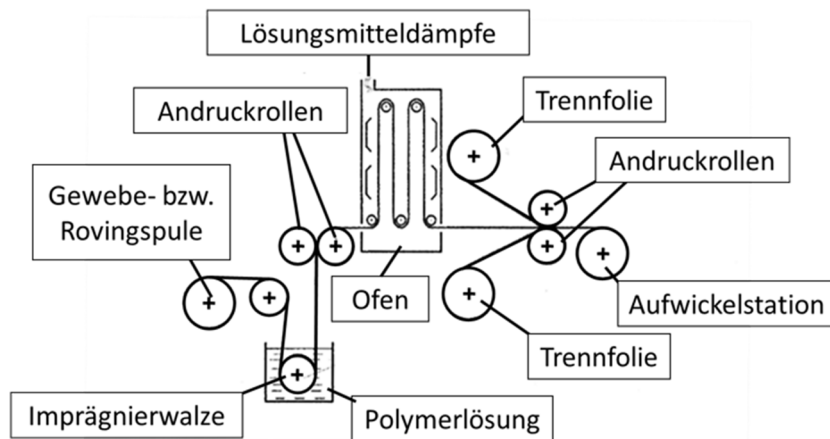


Abbildung 2-1: Prozessschema der Lösungsmittelimprägnierung [17]

Mit dieser Technologie kann im Allgemeinen eine homogene Imprägnierung erreicht werden. Jedoch lässt sich diese Technologie nur für Thermoplaste anwenden, für die ein Lösungsmittel verfügbar ist. Darüber hinaus muss der Prozess hohe Anforderungen hinsichtlich der Reinigung der Lösungsmitteldämpfe aus dem Trocknungs-ofen erfüllen.

Zusätzlich kann der Trocknungsschritt zu einer thermischen Degradation der Tape-Oberfläche führen. Bei ungünstiger Prozessführung kann es zudem zum Einschluss von Lösungsmitteln und dadurch zur Porenbildung kommen [16; 17].

Schmelzimpregnierung

Für die Tape-Herstellung mittels Schmelzimpregnierung wird die thermoplastische Matrix in einem Extruder in den schmelzflüssigen Zustand überführt und in die Rovings eingearbeitet. Hierfür stehen unterschiedliche Prozessrouten zur Verfügung. Bei der Schmelzimpregnierung mittels Doppelbandpresse wird die Thermoplastschmelze direkt zwischen die Verstärkungshalbzeuge extrudiert. Anschließend durchläuft das Material eine Doppelbandpresse, in der die Rovings vollständig imprägniert und konsolidiert werden. Eine weitere Prozessroute ist die Schmelzimpregnierung in einem geschlossenen Werkzeug. Dabei wird die Thermoplastschmelze in ein Werkzeug extrudiert, das die Rovings durchlaufen. Über Umlenkungen innerhalb des Werkzeuges bilden sich Schmelzkeile mit lokalen Druckgradienten aus, wodurch die Rovings imprägniert werden. Abbildung 2-2 zeigt die Prozessschemata der beiden beschriebenen Prozessrouten.

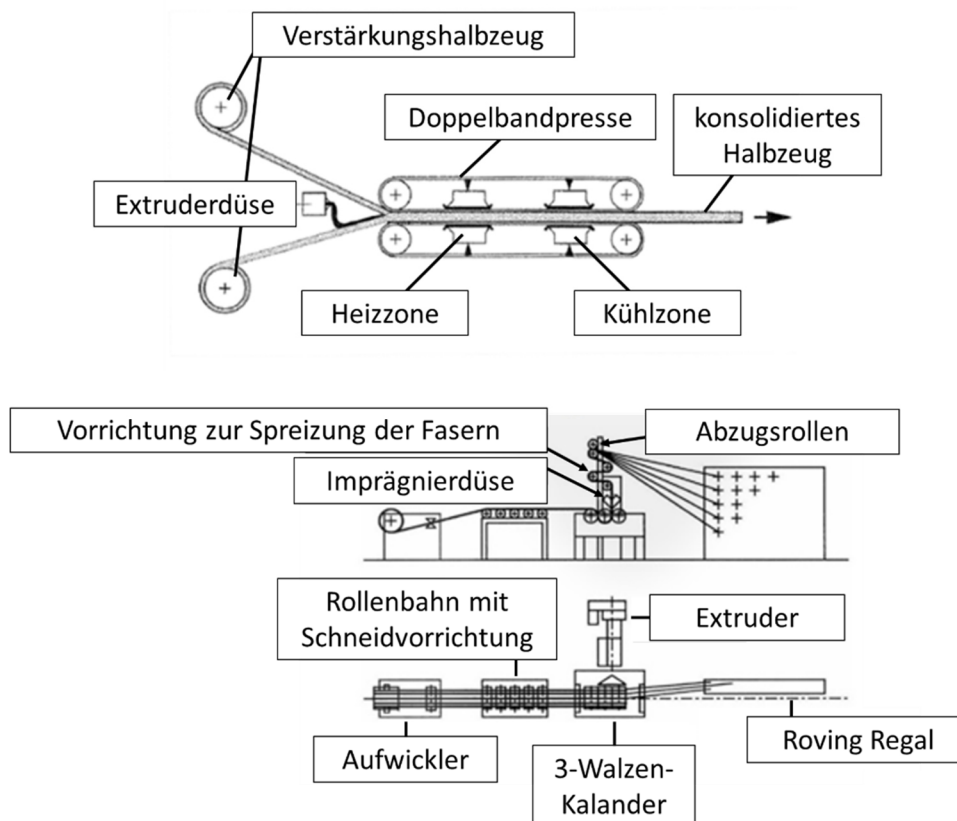


Abbildung 2-2: Prozessschema der Prozessrouten zur Schmelzimpregnierung mittels Doppelbandpresse (oben) und im Imprägnierwerkzeug (unten) [17; 18]

Die Schmelzimpregnierung hat eine vergleichsweise geringe Komplexität, da die thermoplastische Matrix in Granulatform mit Standardextrudern verarbeitet werden kann. Zudem sind hohe Materialdurchsätze sowie eine anwendungsfallsspezifische Anpassung der

Matrix durch Compoundierung möglich. Bei der Prozessroute auf Basis der Doppelbandpresse stellt die Anlagentechnologie jedoch hohe Investitionskosten dar [17; 18].

Pulverimprägnierung

Die Pulverimprägnierung basiert auf Verwendung der thermoplastischen Matrix in Pulverform. Analog zur Schmelzimpregnerung existieren bei der Pulverimprägnierung zwei unterschiedliche Prozessrouten zur Herstellung von UD-Tapes. In der ersten Prozessroute, der trockenen Pulverimprägnierung, wird das Thermoplast-Pulver über einen ionisierten Luftstrom in einem Wirbelbett dispergiert. Die geerdeten Fasern werden durch dieses Wirbelbett geführt, wodurch das Pulver an den Fasern anhaftet. Diese Prozessroute kann daher nur mit elektrisch leitenden Verstärkungsfasern umgesetzt werden. Die zweite Prozessroute wird auch nasse Pulverimprägnierung genannt. Hierbei wird das Thermoplastpulver in einem Schaum gebunden, durch den die Rovings geführt werden. Anschließend müssen die Fasern getrocknet werden, so dass nur das Pulver zurückbleibt. Der letzte Schritt ist bei beiden Prozessrouten identisch. Er besteht in dem Aufschmelzen des Pulvers sowie der Einarbeitung der Thermoplastschmelze mit Hilfe von einem Kalandrier. Die feine Verteilung des Thermoplasts auf und zwischen den Rovings reduziert die erforderlichen Fließwege. Abbildung 2-3 zeigt die Prozessschemata dieser beiden Prozessrouten.

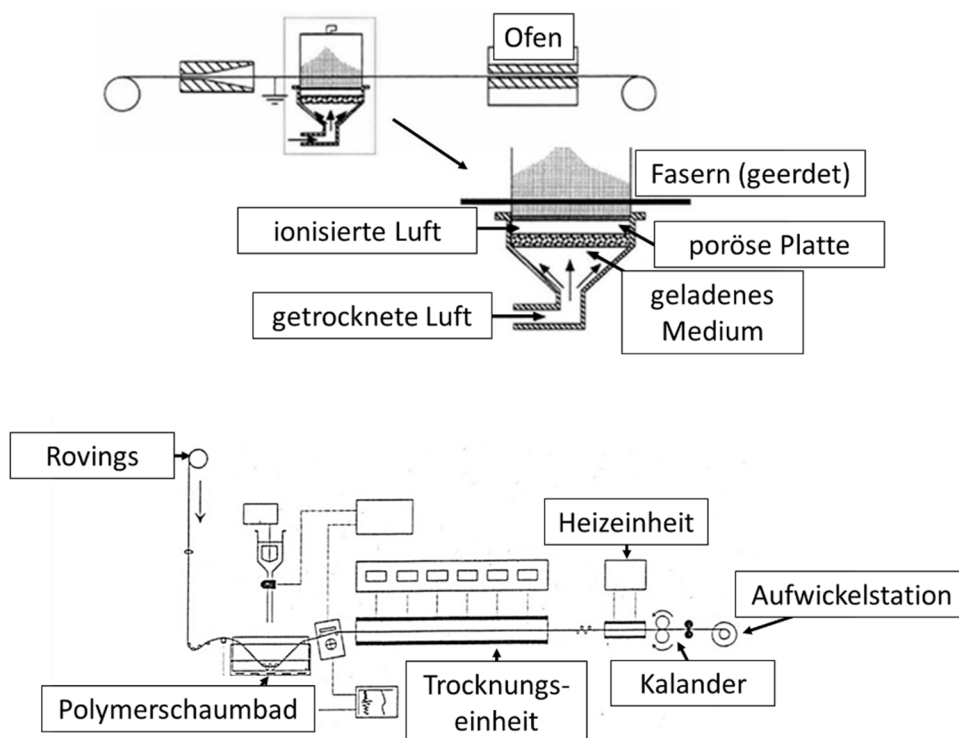


Abbildung 2-3: Prozessschemata der Prozessrouten zur Pulverimprägnierung mittels trockener Imprägnierung (oben) [19] und nasser Imprägnierung (unten) [20]

Die Pulverimprägnierung eignet sich je nach Prozessroute nur für elektrisch leitfähige Verstärkungsfasern und für Thermoplaste, die bereits nach deren Herstellungsprozess in Pulverform vorliegen. Ist letzteres nicht der Fall, ist ein zusätzlicher Prozessschritt für das Mahlen des Granulats erforderlich. Typische Partikelgrößen liegen beispielsweise bei ca. 50 µm für Polyetheretherketon (PEEK) und bei bis zu 250 µm für Polyimid. Voraussetzung für eine homogene und porenfreie Imprägnierung der Rovings ist der gleichmäßige Auftrag des Thermoplastpulvers. Speziell bei der nassen Imprägnierung können Feuchtrückstände zu erhöhter Porosität führen [19–21].

Film-Stacking

Das Film-Stacking Verfahren nutzt vorgefertigte Thermoplast-Folien zur Herstellung von UD-Tapes. Die gespreizten und ausgerichteten Rovings werden abwechselnd mit der Thermoplast-Folie gestapelt. Anschließend durchläuft der Stapel (engl.: *stack*) aus einzelnen Faser- und Thermoplast-Folien (engl.: *film*) eine Doppelbandpresse. In dieser werden die Thermoplast-Folien aufgeschmolzen und imprägnieren die Rovings. Durch die schichtweise Stapelung werden die erforderlichen Fließwege reduziert. Abbildung 2-4 zeigt das Prozessschema des Film-Stackings.

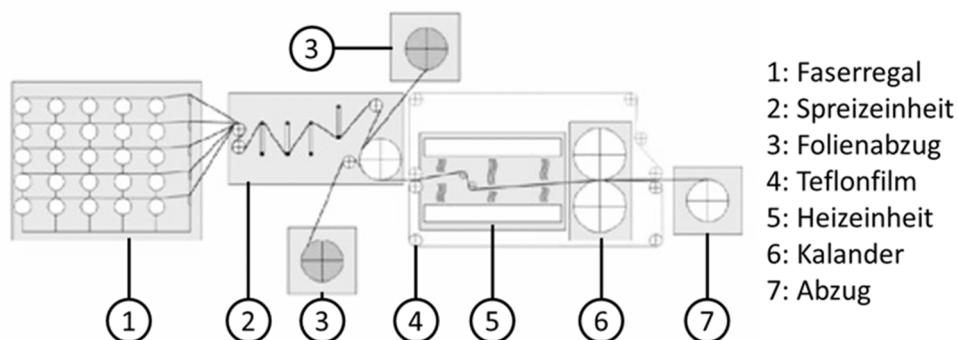


Abbildung 2-4: Prozessschema des Film-Stackings zur Herstellung von UD-Tapes [22]

Bei diesem Herstellungsverfahren können hohe Durchsätze erreicht werden. Auf Grund des schichtweisen Aufbaus und der verkürzten Fließwege ist eine homogene Imprägnierung mit geringer Porosität möglich. Der notwendige Einsatz einer Doppelbandpresse stellt jedoch hohe Investitionskosten dar [23; 24].

Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass vor allem die Prozesstechnologien, welche eine kostenintensiven Doppelbandpresse nutzen, die Herstellung qualitativ hochwertiger Halbzeuge ermöglichen. Dahingegen bergen sowohl die Lösungsmittel- als auch die Pulverimprägnierung die Gefahr einer erhöhten Porosität. Um diese bei allen dargestellten Verfahren zu minimieren, ist eine ausreichende Entlüftung während dem Einarbeiten der Thermoplastschmelze erforderlich, um Luft einschließen zu vermeiden. Eine ausführlichere Beschreibung der Zusammenhänge bei den Herstellungsverfahren findet sich unter anderem in [20–22; 25–27].

2.1.2 Technologien zur Verarbeitung thermoplastischer Prepregs

Grundsätzlich existiert eine Vielzahl unterschiedlicher, kommerziell verfügbarer Prozesstechnologien für die Verarbeitung thermoplastischer Prepregs. Jede dieser Technologien ist dabei auf eine Halbzeugform spezialisiert. Im Folgenden werden nur die Technologien betrachtet, die sich auf die Verarbeitung von UD-Tapes fokussieren. Hierfür hat sich in den letzten Jahren die in Abbildung 2-5 dargestellte sequenzielle Prozesskette etabliert.

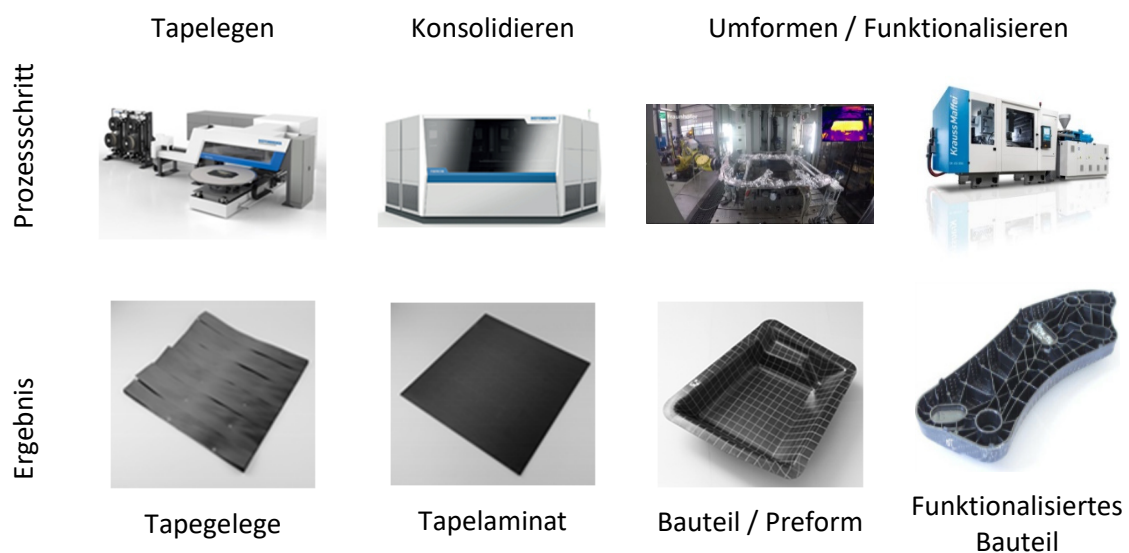


Abbildung 2-5: Sequenzielle Prozesskette zur Verarbeitung von UD-Tapes. (Quellen Prozessschritt v.l.: Dieffenbacher, Fraunhofer ICT und KraussMaffei)

Das Konsolidieren ist nach Henning et al. [13] als „das weitestgehend einschussfreie Zusammenführen von Fasern, Matrix und gegebenenfalls Füllstoffen und das Verfestigen zum Faserverbundbauteil“ definiert. Wird dieser Prozessschritt zusammen mit dem Tapelegen in eine Prozesstechnologie integriert, spricht man von sogenannten In-situ-Konsolidierungs-Verfahren. Bei anderen Ansätzen dieser Prozesskette sind beide Schritte in separaten Technologien umgesetzt. Eine Gegenüberstellung beider Verfahren ist in [28] aufgeführt. Im Folgenden werden die einzelnen Schritte der Prozesskette erläutert.

Tapelegen

Das Tapelegen von UD-Tapes zu einem Tapegelege ist der erste Schritt der beschriebenen Prozesskette. Ausgehend vom UD-Tape als Halbzeug wird ein schichtweiser Aufbau erstellt. Dabei werden einzelne UD-Tape Streifen entsprechend einer definierten Kontur in die erforderliche Länge konfektioniert und nebeneinander abgelegt. Durch die Stapelung mehrerer solcher Lagen übereinander wird ein schichtweiser Aufbau generiert. Innerhalb einer Lage haben alle Fasern dieselbe Orientierung. Von Lage zu Lage kann diese Orientierung jedoch beliebig variieren und so den Anforderungen im späteren Bauteil angepasst werden. Darüber hinaus ist es möglich, die Position der Streifen frei zu wählen, wodurch lokale Verstärkungen, sogenannte Patches, appliziert werden können.

Bei den technologischen Umsetzungen des Tapelegens dominieren zwei Verfahren. Das „Automated Fiber Placement“ (AFP) und das „Automated Tape Laying“ (ATL). Die Basis beider Verfahren bilden Industrieroboter bzw. Portalsysteme, die mit einem Legekopf ausgerüstet sind [14; 29; 30]. Der Unterschied zwischen AFP und ATL besteht darin, dass beim AFP mit Hilfe eines beweglichen Legekopfes eine Krümmung in der Halbzeugebene realisiert werden kann. Dieser zusätzliche Freiheitsgrad ist jedoch abhängig von der Biegesteifigkeit des Halbzeugs und damit von der Halbzeugbreite [31]. Daher werden im AFP typischerweise Halbzeugbreiten < 50 mm verarbeitet, wohingegen die Halbzeugbreiten bei ATL Prozessen zwischen 50 und 200 mm liegen. Beide Verfahren bieten somit die Möglichkeit einer endkonturnahen Verarbeitung und ausschussoptimierten Bauteilfertigung in kurzen Zykluszeiten. Diese Aspekte sind von unmittelbarer Relevanz für den Anwendungsbereich Luft- und Raumfahrttechnik. In diesem Kontext sind heute zahlreiche kommerziell verfügbare oder prototypische Umsetzungen bekannt [10; 32; 33]. Abbildung 2-6 zeigt jeweils ein Beispiel für das AFP bzw. das ATL Verfahren.

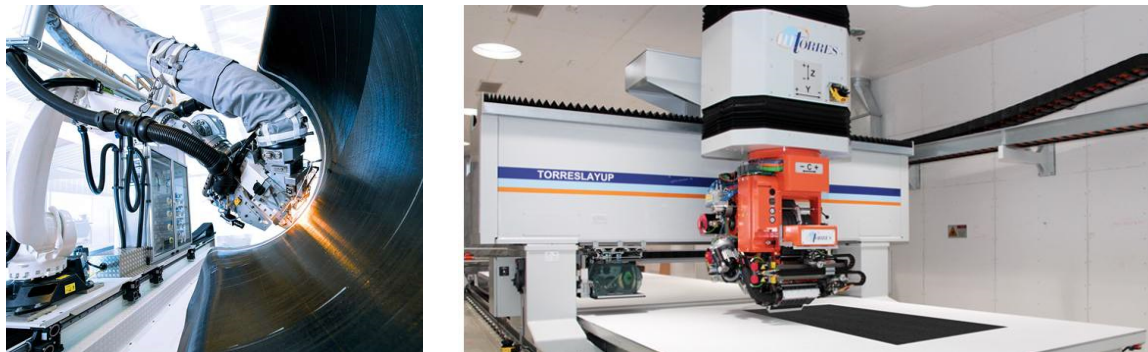


Abbildung 2-6: Verfahren zum Tapelegen von UD-Tapes. Beispielhafte Darstellung einer AFP Anlage (links, [34]) und ATL Anlage (rechts, [35])

Konsolidieren

Die von Henning et al. formulierte Definition für den zweiten Schritt in der Prozessroute, das Konsolidieren, erfordert bei teilkristallinen Thermoplasten das Aufheizen des Tapegeleges bis über die matrixspezifische Schmelztemperatur sowie das anschließende Abkühlen unter Druck. Dieser gesamte Vorgang kann nach [36; 37] in die folgenden Teilschritte gegliedert werden:

- 1) Laminatverdichtung zur Herstellung des intimen Kontakts
- 2) Autohäsion der Schmelzefronten
- 3) Matrixdurchdringung, Imprägnierung und Quetschfluss
- 4) Erstarren der Matrix

Da es sich bei UD-Tapes um vorimprägnierte Halbzeuge handelt, wird davon ausgegangen, dass die Vereinigung von Fasern und Matrix bereits im Herstellungsprozess des Tapes abgeschlossen wurde. Die Grundprinzipien der einzelnen Teilschritte werden nachfolgend beschrieben.

Laminatverdichtung zur Herstellung des intimen Kontakts

Der erste Schritt beim Konsolidieren ist die Laminatverdichtung und umfasst das Verbinden der Einzellagen. Die durch die unebene Oberflächenbeschaffenheit des Halbzeugs entstehenden Lücken werden hierbei geschlossen. Ist dieser Zustand erreicht, herrscht sogenannter intimer Kontakt. Die Modellvorstellung nach Lee & Springer [38] in Abbildung 2-7 veranschaulicht den Ausgangszustand zu Beginn der Laminatverdichtung ($t = 0$).

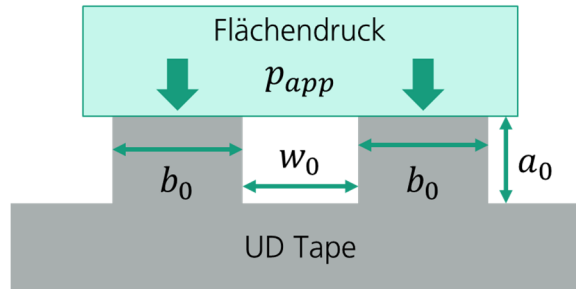


Abbildung 2-7: Modellvorstellung der Laminatverdichtung nach Lee & Springer [38]

Lee & Springer modellieren die Oberfläche des Halbzeugs bei $t = 0$ als rechteckiges Profil. Dabei ist b_0 die Breite der Erhebungen, w_0 der Abstand zwischen den Erhebungen und a_0 die Höhe der Erhebungen. Durch einen von außen applizierten Druck p_{app} , entsteht transversaler Quetschfluss, so dass sich die Rechtecke verformen. Der Grad des intimen Kontaktes D_{ic} wird nach [38] entsprechend Formel (2-1) als das Verhältnis zwischen der Kontaktfläche b zum Zeitpunkt t und der Kontaktfläche $w_0 + b_0$ zum Zeitpunkt $t = 0$ definiert.

$$D_{ic} = \frac{b}{w_0 + b_0} \quad (2-1)$$

Entsprechend den Annahmen aus [38] lässt sich die Formel für den Grad des intimen Kontakts zum Zeitpunkt t unter Berücksichtigung des Drucks p_{app} , der Faser-Matrixviskosität μ_{mf} und der Oberflächenbeschaffenheit (a_0 , b_0 , w_0) in Formel (2-2) überführen.

$$D_{ic} = \frac{1}{1 + \frac{w_0}{b_0}} \left[1 + \frac{5 p_{app}}{\mu_{mf}} \left(1 + \frac{w_0}{b_0} \right) \left(\frac{a_0}{b_0} \right)^2 t \right]^{\frac{1}{5}} \quad (2-2)$$

Vollständiger intimer Kontakt liegt vor, sobald der Wert $D_{ic} = 1$ erreicht wird. Die erforderliche Zeit t_{ic} , die benötigt wird, um diesen Zustand zu erreichen kann durch Umstellung von Formel (2-2) in Formel (2-3) wie folgt angegeben werden:

$$t_{ic} = \frac{\mu_{mf}}{5 p_{app}} \frac{1}{1 + \frac{w_0}{b_0}} \left(\frac{b_0}{a_0} \right)^2 \left[\left(1 + \frac{w_0}{b_0} \right)^5 - 1 \right] \quad (2-3)$$

Die Modellvorstellung nach *Lee & Springer* beruht auf den Annahmen, dass der applizierte Druck sowie die Faser-Matrix-Viskosität konstant sind. Die Validierung des Modells zeigt für das betrachtete Materialsystem (PEEK-CF, APC-2 Fa. ICI Fiberite Corporation) eine hinreichend genaue Übereinstimmung. Dennoch wurde das Modell von Mantell & Springer für nicht-isotherme Prozesse angepasst:

$$D_{ic} = \frac{1}{1 + \frac{w_0}{b_0}} \left[1 + 5 \left(1 + \frac{w_0}{b_0} \right) \left(\frac{a_0}{b_0} \right)^2 \int_0^{t_c} \frac{p_{app}}{\mu_{mf}} dt \right]^{\frac{1}{5}} \quad (2-4)$$

Aus der Modellvorstellung in Formel (2-3) geht hervor, dass der applizierte Druck p_{app} , die Faser-Matrix-Viskosität μ_{mf} sowie die Oberflächenbeschaffenheit des Tapes einen Einfluss auf die Zeit bis zur Erreichung des vollständigen intimen Kontaktes t_{ic} haben. So verlängern ein geringerer Prozessdruck, eine hohe Viskosität sowie eine unebene Oberfläche die erforderliche Zeit t_{ic} . Sobald die Lücken zwischen den Einzellagen vollständig geschlossen wurden, kann die Autohäsion der Schmelzefronten über die gesamte Oberfläche stattfinden [37; 39].

Autohäsion der Schmelzefronten

Die Autohäsion ist ein Interdiffusionsprozess, der auftritt, sobald sich die Schmelzefronten zweier kompatibler Thermoplastschmelzen berühren. Bei diesem Prozess diffundieren Teile der Molekülketten durch die Kontaktfläche hindurch, so dass die Festigkeit in der Grenzfläche bei vollständig abgeschlossener Autohäsion denselben Wert erreichen kann, wie im Feststoff [38; 40]. *Lee & Springer* definieren für den Grad der Autohäsion von teilkristallinen Thermoplasten eine Formel, welche die Festigkeit S zu einem Zeitpunkt t und die Endfestigkeit S_∞ der Bindung ins Verhältnis setzt. Dieser Zusammenhang kann nach [38] auch mit Hilfe der Zeit seit Beginn des Autohäsionsprozesses t_a und einer temperaturabhängigen Konstante x entsprechend Formel (2-5) ausgedrückt werden. Die Konstante x erhalten *Lee & Sprigner* durch einen Fit der Ergebnisse aus den Validierungsversuchen an das aufgestellte Modell.

$$D_{au} = x t_a^{1/4} \quad (2-5)$$

In den Ergebnissen ist festgehalten, dass eine Variation des Drucks keinen signifikanten Einfluss auf den Grad der Autohäsion hat. Folglich muss der applizierte Druck lediglich so groß sein, dass der intime Kontakt erreicht werden kann.

Matrixdurchdringung/Imprägnierung/Quetschfluss

Liegen die Kanten des Tapegeleges frei, so können nach Herstellung des intimen Kontakts und abgeschlossener Autohäsion Druckgradienten an diesen entstehen. Dies führt zu transversalem Matrixfluss, der Faserverschiebungen induziert und auch Quetschfluss genannt wird. Dies ist beispielhaft in Abbildung 2-8 skizziert.

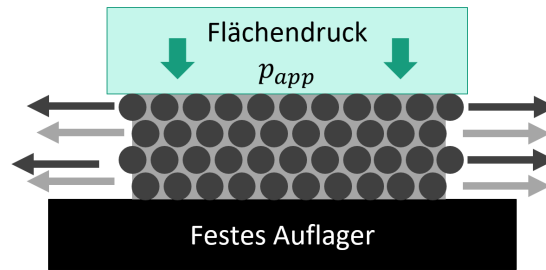


Abbildung 2-8: Transversaler Matrixfluss bzw. Quetschfluss und resultierende Faserverschiebung beim Konsolidieren nach [41]

Auf Grund der unterschiedlichen Viskosität parallel und senkrecht zur Faserrichtung von UD-Tapes ist der Quetschfluss senkrecht zur Faserrichtung stärker ausgeprägt, da nach [42] gilt $n_{\parallel} > n_{\perp}$, wobei n_{\parallel} die Viskosität parallel zur Faserrichtung und n_{\perp} die Viskosität senkrecht zur Faserrichtung darstellt. Durch den Quetschfluss können zusätzlich Inhomogenitäten auf Grund der Oberflächenbeschaffenheit der einzelnen UD-Tapes ausgeglichen werden, jedoch kann er auch zu einer ungewünschten Abnahme der Laminatdicke führen.

Erstarrung

Der beim Konsolidieren aufgebrachte Druck muss auch während der Abkühlung weiterhin aufrechterhalten werden. Laut Literaturangaben bis zur Unterschreitung der Glasübergangstemperatur, da ab dieser keine mikrobrownschen Bewegungen mehr möglich sind [43; 44]. Diese Empfehlung gilt vorrangig für den finalen Formgebungsprozess, so dass bei einer Weiterverarbeitung des Tapelaminats der Durckabbau theoretisch bereits nach unterschreiten der Kristallisationstemperatur möglich ist. Um jedoch Eigenspannungen zu reduzieren, sind reproduzierbare und beidseitig homogene Abkühlraten erforderlich [44].

Da sich die Abkühlrate direkt auf die Kristallisationskinetik der thermoplastischen Matrix auswirkt, muss diese einen bestimmten Wert erreichen, um einen definierten Kristallisationsgrad zu erhalten. Das Verhalten eines teilkristallinen Thermoplasts bei Abkühlung mit unterschiedlichen Abkühlraten ist in der Literatur an zahlreichen Stellen beschrieben [45–50]. Auf diese Thematik wird in Abschnitt 2.2.2 detailliert eingegangen. Die Prozessempfehlungen für die einzuhaltenden Abkühlraten werden materialspezifisch von den UD-Tape Herstellern bereitgestellt. Für die technische Umsetzung des Prozessschritts der Konsolidierung gibt es unterschiedliche kommerziell verfügbare Technologien. Je nach eingesetztem Matrixmaterial können alle oder nur ausgewählte Technologien genutzt werden. In Tabelle 2-2 werden diese dargestellt und anhand unterschiedlicher Kriterien bewertet.

In der Verarbeitung von faserverstärkten Kunststoffen für die Anwendung in der Luft- und Raumfahrt ist besonders der Autoklav-Prozess hervorzuheben. Dieser hat sich über Jahre zum Standardprozess entwickelt und dient als Referenz für andere in Tabelle 2-2 genannte Verfahren. Als Alternative zum Autoklav-Prozess etablieren sich seit einigen Jahren Fertigungsverfahren, bei denen die Konsolidierung nicht im Autoklav stattfindet, die sogenannten „Out-of-Autoclave“ (OoA) Prozesse. Vorteile gegenüber dem Autoklav-Prozess bestehen in den geringeren Kosten für Invest und Verbrauchsmittel sowie in einer höheren Energieeffizienz und höheren Produktionsraten [51].

Tabelle 2-2: Verfahren zur Konsolidierung und vergleichende Bewertung nach [52; 53]

	Zwei-Zonen Presse (Heizen Transfer Pressen)	Variothermes Pressen	Isochore Doppel- bandpresse (PTFE Bänder)	Isobare Doppelband- presse (Stahlbänder)	Intervallheißpresse	Autoklav
Hochtemperatureignung	+	o	-	+	+	+
Flexibilität hinsichtlich Lagenaufbau	+	+	o	o	-	+
Zykluszeit	o/+	-	+	+	o/-	-
Oberfläche	o	+	-	+	+	+/-
Mechanische Eigenschaften*	o/-	+	-	+	+	+
Investitionskosten	o	-	o	-	o	-
Energiebedarf	+	-	+	o/-	o	-

*Nachimprägnierung, Porenanteil, Biegefestigkeit

(+) = positive Bewertung

(-) = negative Bewertung

(o) = neutrale Bewertung

Bauteilherstellungsprozess

Der Begriff Bauteilherstellungsprozess bezeichnet im Rahmen dieser Arbeit den finalen Herstellungsschritt, indem das konsolidierte Laminat zu einem Bauteil verarbeitet wird. Dieser kann im Allgemeinen aus der reinen Umformung der Lamine oder der Umformung mit gleichzeitiger Funktionalisierung bestehen. In beiden Fällen wird das Laminat zunächst aufgeheizt, wodurch die Matrix erweicht und eine Umformung ermöglicht wird. Hierbei kann eine Dekonsolidierung der Einzellagen auftreten [54].

Die reine Umformung des Tapelaminats erfolgt in einer vertikal schließenden, hydraulischen Presse. Die erforderlichen Umformkräfte sind gering, so dass bereits Anlagen mit niedriger Presskraft ausreichend sind [55]. Das aufgeheizte Tapelaminat wird zunächst mit einem Handlingssystem zum Werkzeug transferiert. Beim Schließhub der Presse erfolgt die Umformung entsprechend der Werkzeuggeometrie. Das Umformwerkzeug setzt sich aus einer positiven und einer negativen Hälfte zusammen. Eine detaillierte Betrachtung dieses Prozesses ist in [28] zu finden. Typischerweise ist ein finales Besäumen der Bauteile nach diesem Schritt erforderlich.

Der kombinierte Prozess aus Umformen und Funktionalisieren liefert dagegen werkzeugfallend Bauteile. Hierfür stehen grundsätzlich zwei Prozesse zur Verfügung: das Fließpressen und das Spritzgießen. Beim Fließpressen werden Tapelamine umgeformt und gleichzeitig mit einer thermoplastischen Fließpressmasse überpresst [56]. Die Schließbewegung des Werkzeuges erfolgt hierbei vertikal unter Verwendung einer hydraulischen Presse. Im Spritzgießen wird das Tapelaminat mit einer Spritzgießmasse hintspritzt, wobei das Werkzeug üblicherweise eine horizontale Schließbewegung durchführt. Letztere Prozessvariante ermöglicht es, das Tapelaminat nur lokal zu funktionalisieren. Durch die horizontale Schließbewegung des Werkzeuges sind jedoch die Anforderungen an die Handlings- und Werkzeugtechnologie größer als beim Überpressen [57–61].

2.2 Aromatische Polyetherketone

Polyaryletherketone (PAEK) sind teilkristalline Thermoplaste und werden durch Polykondensation auf Basis von Keto- und Ethergruppen hergestellt. Die Synthese von PAEK wurde erstmals 1962 erfolgreich von der Firma DuPont umgesetzt [62]. Zwei Jahre später gelang auch der Firma ICI die Synthese eines Polyetherketons [63]. Im Jahr 1979 stellte ICI erstmals ein sogenanntes Polyetheretherketon (PEEK) vor und vier Jahre später auf der K-Messe 1983 ein kohlenstofffaserverstärktes PEEK-System mit der Bezeichnung APC (aromatic polymer composite). Die allgemeine Strukturformel für Polyaryletherketone ist in Abbildung 2-9 dargestellt. PAEK-Systeme zeichnen sich besonders durch eine hohe Glasübergangstemperatur ($T_g = 143 \text{ °C}$) und Schmelztemperatur ($T_m = 334 \text{ °C}$) aus, was eine hohe Einsatztemperatur ermöglicht. Darüber hinaus weisen sie eine hohe Lösemittel- und Chemikalienbeständigkeit auf. PAEK-Systeme werden daher vor allem in der Luft- und Raumfahrtindustrie eingesetzt [44].

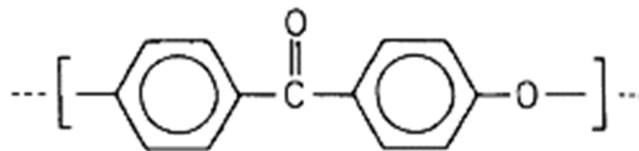


Abbildung 2-9: Allgemeine Strukturformel eines Polyaryletherketons [44]

Bei der Verarbeitung stellt die hohe Schmelztemperatur von PAEK sowie die hohe Viskosität eine Herausforderung dar. Die Verarbeitungstemperaturen liegen oft 50 °C oberhalb der Schmelztemperatur, um die Viskosität herabzusetzen. Aufgrund der hohen erforderlichen Verarbeitungstemperaturen sind nicht alle Fertigungsverfahren zur Verarbeitung geeignet. Dies führt zu einem Kompromiss bei der Materialauswahl zwischen Verarbeitbarkeit und Einsatztemperatur, ausgedrückt durch die Glasübergangstemperatur [64].

Die zwei wichtigsten Vertreter der Gruppe der PAEK sind Polyetheretherketon (PEEK) und Polyetherketonketon (PEKK). Im Vergleich zu PEEK wird PEKK bisher für weniger Anwendungen genutzt. Daher ist die Datengrundlage für die Anwender geringer. Untersuchungen an PEEK befassen sich unter anderem ganzheitlich mit deren Verarbeitbarkeit, Morphologie, Delaminationsverhalten sowie mechanischen Eigenschaften [65–70]. Bei den Untersuchungen zu PEKK stehen meist dessen Kristallisationskinetik, rheologische Eigenschaften und die Verarbeitbarkeit im Fokus [46; 71; 72]. Kommerziell verfügbare Systeme, faserverstärkt und unverstärkt, sind heute bei verschiedenen Anbietern erhältlich, wie beispielsweise Toray Advanced Composites (ehemals TenCate), Teijin, Solvay, Arkema oder Victrex [73].

2.2.1 Chemischer Aufbau

Die Unterschiede im chemischen Aufbau von Polyaryletherketon ergeben sich aus der Sequenz und dem Verhältnis von synthetischen Keto- (K) und Ether- (E) Molekülen. Einige typische Polymere der PAEK sowie deren Anteil an Keto-Molekülen bzw. -Verbindungen (keto linkages) sind in Abbildung 2-10 gezeigt.

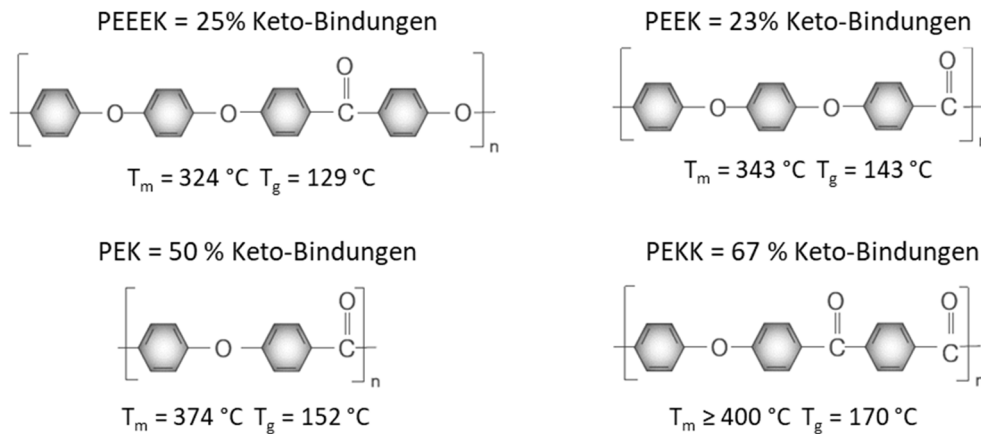


Abbildung 2-10: Vertreter der PAEK sowie deren Anteil an Keto-Verbindungen nach [74]

Auf Grund Ihrer Konstitution und Konfiguration besitzen Keto-Moleküle im Vergleich zu den Ether-Molekülen eine geringere Flexibilität. Bei Polymeren mit höherem Anteil an Keto-Verbindungen führt dies daher zu einer erhöhten Steifigkeit der Makromoleküle und einer höheren Glasübergangstemperatur. Des Weiteren ermöglichen Keto-Moleküle eine höhere Packungsdichte. Die Abstände zwischen den Molekülen nehmen ab, die Kompaktheit der kristallinen Struktur nimmt zu. Hierdurch entstehen stärkere intermolekulare Bindungskräfte und somit eine größere kristalline Bindungsenergie. Dies hat eine höhere Schmelztemperatur zur Folge [44; 74; 75]. Der Einfluss von Keto-Molekülen wurde bereits in verschiedenen wissenschaftlichen Arbeiten untersucht [76–79].

Der Zusammenhang zwischen Glasübergangs-, Schmelztemperatur und Anteil an Keto-Molekülen wird in Abbildung 2-11 dargestellt. Im Folgenden wird detaillierter auf den chemischen Aufbau von PEKK eingegangen, da dieses System die Matrix des hier verwendeten Halbzeugs darstellt.

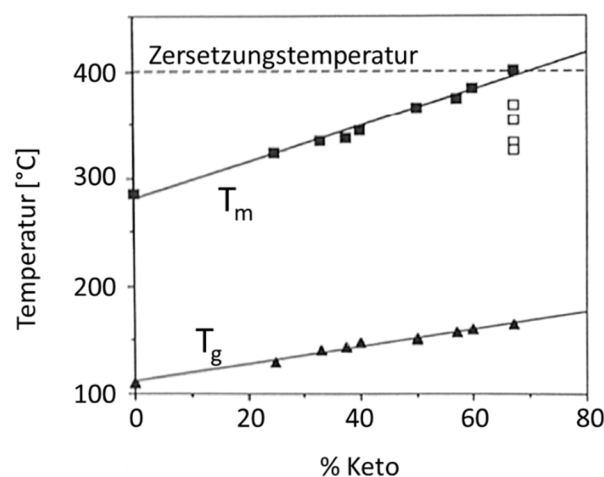


Abbildung 2-11: Thermische Eigenschaften von PAEK in Abhängigkeit des Ketoanteils [80]

Verglichen mit anderen PAEK hat das PEKK Homopolymer den größten Anteil an Keto-Molekülen und daher auch die höchste T_g und T_m . Es wird aus Diphenlyether (DPE) und Terephthalsäure (T) hergestellt, welche para-phenyl-Bindungen aufweist. Die hohe Glasübergangstemperatur ist für verschiedene Anwendungen ein Vorteil, jedoch liegt die Schmelztemperatur bei ungefähr 400 °C und damit nah an der Zersetzungstemperatur. Dies stellt eine große Herausforderung bei der Verarbeitung dar, da das Prozessfenster sowie die zugehörigen Toleranzen klein sind. Durch die Synthese von isomeren Copolymeren können die Moleküle jedoch modifiziert werden. Hierdurch ist es möglich, die thermischen Eigenschaften zu ändern und das Prozessfenster für die Verarbeitung zu vergrößern [74; 75; 80]. Konkret wird dazu die Terephthalsäure durch Isophthalsäure (I) substituiert, die meta-phenyl-Bindungen aufweist. Die Verbindung aus DPE und T bzw. I bildet das Isomer Terephthaloyl bzw. Isophthaloyl, deren Strukturformeln in Abbildung 2-12 gezeigt werden. Terephthaloyl Moleküle besitzen eine geradlinige Struktur (para-Stellung) und sind starr. Isophthaloyl Moleküle haben hingegen einen Knick (meta-Stellung) und stellen dadurch eine strukturelle Variation dar [44; 74].

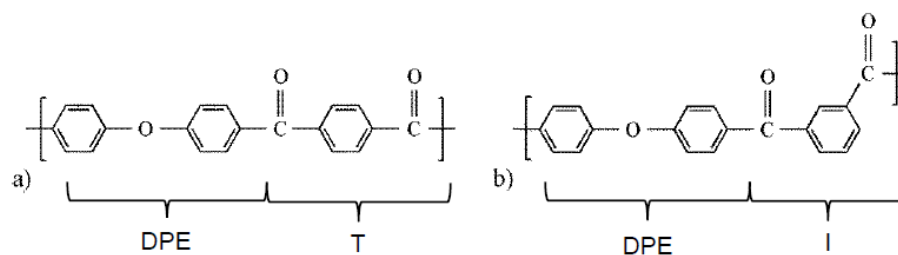


Abbildung 2-12: a) Terephthaloyl Isomer und b) Isophthaloyl Isomer [80]

Auf Grund seiner Konfiguration beeinflusst Isophthaloyl die Flexibilität und Beweglichkeit der Moleküle sowie das Kristallisationsverhalten. Es reduziert die makromolekulare Regelmäßigkeit der Struktur und verringert so die erreichbare Packungsdichte in der kristallinen Phase. Hierdurch sind die Bindungskräfte geringer und die Schmelztemperatur sinkt. Bei der Synthese von PEKK werden die beiden Isomere unterschiedlich miteinander kombiniert, so dass sich zwei verschiedene Diaden ausbilden, die TT- oder die TI-Diade, deren Strukturformeln in Abbildung 2-13 dargestellt sind [75].

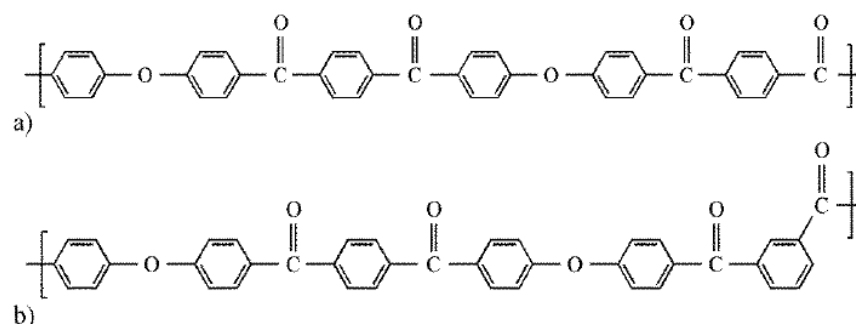


Abbildung 2-13: a) TT-Diade, aus zwei Terephthaloyl Molekülen und b) TI-Diade, aus einem Terephthaloyl und einem Isophthaloyl Molekül [80]

Auf Basis unterschiedlicher Anteile von TT- und TI-Diaden können unterschiedliche PEKK Copolymere hergestellt werden. Diese werden anhand der prozentualen Anteile von Terephthaloyl und Isophthaloyl klassifiziert, dem sogenannten T/I-Verhältnis (engl.: *T/I ratio*). Dieses Verhältnis wirkt sich auf die Struktur der Makromoleküle aus und beeinflusst dadurch die Schmelztemperatur und das Kristallisationsverhalten. Die Glasübergangstemperatur verändert sich jedoch nur geringfügig. Wird der Anteil von TT-Diaden erhöht, steigt das T/I-Verhältnis, was in einer höheren Schmelztemperatur, einer Abnahme der Kettenflexibilität und einer Zunahme der Kristallisationsgeschwindigkeit resultiert [74].

Übliche PEKK Copolymere werden mit einem T/I-Verhältnis von 80/20, 70/30 oder 60/40 hergestellt. In thermoplastischen Composites wird vorrangig PEKK mit einem T/I-Verhältnis von 70/30 eingesetzt. Im Vergleich zu PEEK-CF Halbzeugen weist dieses die folgenden Vorteile auf [74; 81]:

- Niedrigere Schmelztemperatur (ca. 11 °C)
- Niedrigere Verarbeitungstemperatur (ca. 20 °C)
- Eine höhere Glasübergangstemperatur (ca. 19 °C)
- Bessere mechanische Eigenschaften beim Compression After Impact (CAI) Test

In Tabelle 2-3 werden abschließend die thermischen Eigenschaften verschiedener PEKK Typen des Herstellers Arkema und eines PEEK Typs von Victrex gegenübergestellt.

Tabelle 2-3: *Thermische Eigenschaften verschiedener PAEKs [82–85]*

Hersteller	Typ	T/I-Verhältnis	Tg [°C]	Tm [°C]
Arkema	PEKK 8002	80/20	165	358
	PEKK 7002	70/30	162	332
	PEKK 6002	60/40	160	305
Victrex	PEEK 450G		143	343

2.2.2 Kristallisationskinetik und Viskosität

Der Vorgang der Kristallisation tritt bei teilkristallinen Thermoplasten auf und ist thermodynamisch getrieben. Die dabei gegensätzlichen Mechanismen sind es, die Entropie zu maximieren und die Enthalpie zu minimieren. Beim Abkühlen aus dem schmelzförmigen Zustand strebt das System einen festen, geordneten Zustand an, indem sich energetisch günstige intermolekulare Wechselwirkungen ausbilden und die Enthalpie reduzieren. Dies geht mit einem Verlust von Entropie einher [86; 87].

Bei den teilkristallinen Thermoplasten liegt bereits in der Polymerschmelze eine Nahordnung (amorphe Struktur) einzelner Moleküle vor, die als Keimbildungszentrum fungiert. Makromoleküle lagern sich gleichmäßig parallel zueinander an und bilden so kristalline Strukturen. Dieser Vorgang findet besonders dann statt, wenn die Moleküle eine gleichmäßige Konstitution sowie eine regelmäßige Konfiguration aufweisen und die Polymer-

schmelze mit geringen Kühlraten und unter Druck abgekühlt wird. Die Größe der gebildeten Kristallblöcke ist dabei von der Abkühlrate abhängig. Aus den Blöcken können sich Überstrukturen, sogenannte Sphärolithe, bilden. Diese haben einen maßgeblichen Einfluss auf die Materialeigenschaften [88].

PEKK kristallisiert durch Faltung der Molekülketten zu Sphärolithen wodurch sich ein orthorhombisches Kristallsystem bildet [75; 80; 89–91]. Die Kristallisationskinetik wird dabei durch das im PEKK vorliegende T/I-Verhältnis beeinflusst [47; 92–96]. Im Weiteren kann bei längeren Temperprozessen eine Sekundärkristallisation eintreten [80; 97]. Das unterschiedliche Kristallisationsverhalten der PEKK Copolymere lässt sich anhand der Kristallisationsgeschwindigkeit in Abhängigkeit der Temperatur verdeutlichen. Diese wird hier durch die Halbzeit (engl.: *half-time*) der Kristallisation dargestellt, welche die erforderliche Zeit beschreibt, um 50 % der endgültigen Kristallinität zu erreichen. Abbildung 2-14 zeigt diese Zeit für PEKK Typen mit verschiedenen T/I-Verhältnissen sowie für PEEK.

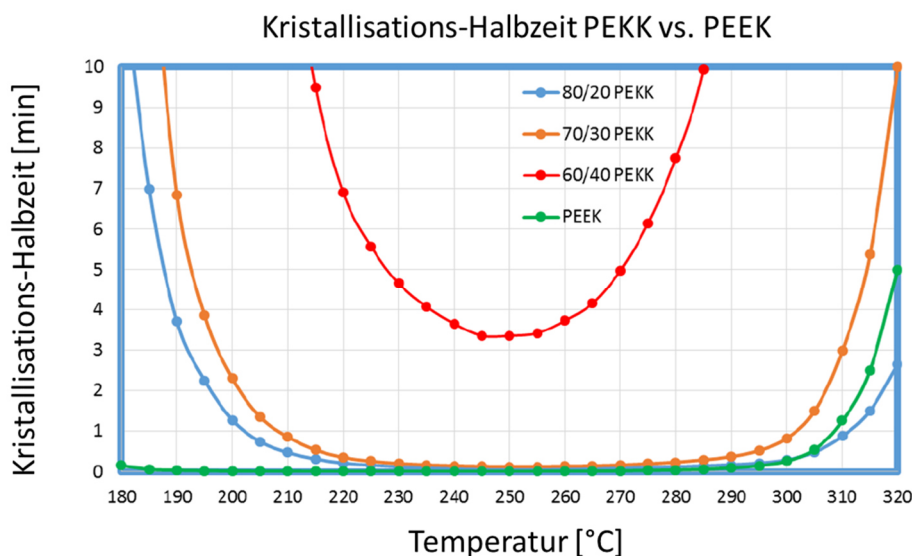


Abbildung 2-14: Kurven der Kristallisations-Halbzeit für PEKK Copolymere mit verschiedenen T/I-Verhältnissen im Vergleich zu PEEK [98]

Das Diagramm zeigt, dass PEKK mit einem T/I-Verhältnis von 70/30 eine höhere Kristallisationsgeschwindigkeit als mit einem Verhältnis von 60/40 aufweist. Zudem ist die Schmelztemperatur geringer als bei einem T/I-Verhältnis von 80/20. Somit kann bei niedrigeren Verarbeitungstemperaturen und einer kürzeren Kühlzeit eine ausreichende Kristallinität erreicht werden [74; 81]. Alternativ zur Halbzeit der Kristallisation verwendet T. Choupin [75] die Zeit bis zum Erreichen des Enthalpiepeaks (engl.: *peak time*) bei der isothermen Kristallisation. Er konnte zeigen, dass sich das T/I-Verhältnis auch auf den maximalen Kristallisationsgrad auswirkt, welcher mit steigenden T/I zunimmt. Abbildung 2-15 zeigt den Zusammenhang von peak time und Temperatur für das PEKK Homopolymer (T/I = 100/0) sowie das Copolymer mit T/I-Verhältnissen von 90/10 bis 50/50.

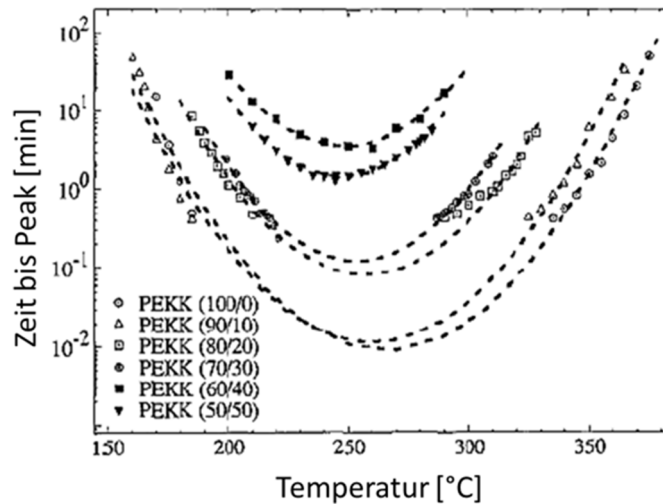


Abbildung 2-15: Zeit bis zum Enthalpie-Peak über der Temperatur für die isotherme Kristallisation von PEKK Copolymeren mit verschiedenem T/I-Verhältnis [80]

Eine Möglichkeit, den Kristallisationsgrad analytisch zu bestimmen bietet das Analyseverfahren der dynamischen Differenz-Kalorimetrie (DSC). Hierbei wird eine Probe mit definierter Einwaage einem vorgegebenen Temperaturzyklus unterzogen. Der resultierende Wärmestrom wird gemessen und mit einer bekannten Referenz verglichen. Dies ermöglicht es, physikalische und chemische Umwandlungsvorgänge zu identifizieren. Eine genaue Beschreibung des technischen Verfahrensschemas ist in [99; 100] zu finden. Die Berechnung des Kristallisationsgrades X_c der faserverstärkten Matrix unter Berücksichtigung einer möglichen kalten Kristallisation erfolgt entsprechend Formel (2-6) [101].

$$X_c = \frac{\Delta H_c + \Delta H_{c,kalt}}{(1 - v_f)\Delta H_c^0} \quad (2-6)$$

Hierin beschreibt ΔH_c die Kristallisationsenthalpie, $\Delta H_{c,kalt}$ die Enthalpieänderung bei kalter Kristallisation, v_f den Faservolumengehalt und ΔH_c^0 die spezifische Gesamtkristallisationsenthalpie. Letztere wird an mehreren Stellen in der Literatur für PEKK mit $\Delta H_c^0 = 130 \text{ J/g}$ angegeben [46; 64; 90; 97]. T. Choupin hat in [75] mittels DSC-Messungen und unter Verwendung von Formel (2-6) den resultierenden Kristallisationsgrad für die in Tabelle 2-3 genannten PEKK Typen des Herstellers Arkema in Abhängigkeit der Kühlrate bestimmt. Die Ergebnisse hierzu sind in Tabelle 2-4 zusammengefasst. Diese zeigen, dass für das hauptsächlich in faserverstärkten Thermoplasten verwendete PEKK Copolymer mit T/I-Verhältnis von 70/30 kaum Unterschiede im Kristallisationsgrad vorliegen. Weiterhin konnten Hsiao et al. feststellen, dass Kohlenstofffasern keinen Einfluss auf die Kristallisationskinetik haben. Dies begründen die Autoren in [45] damit, dass PEKK selbst bereits eine ausreichend hohen Nukleierungseigenschaft aufweist.

Tabelle 2-4: Kristallisationsgrad in Abhängigkeit der Abkühlrate für verschiedene PEKK Copolymere [75]

PEKK Typ	T/I-Verhältnis	Kristallisationsgrad X_c in % bei einer Abkühlrate von		
		10 °C/min	5 °C/min	1 °C/min
PEKK 8002	80/20	39	39	40
PEKK 7002	70/30	31	32	33
PEKK 6002	60/40	2	14	28

In seiner Arbeit hat sich T. Choupin ebenfalls mit dem Einfluss des Kristallisationsgrades auf die Mechanik befasst. Dazu führte er Zugprüfungen bei Raumtemperatur (RT) und oberhalb von T_g bei 180 °C durch. Je höher der Kristallisationsgrad, desto höher der E-Modul und die Streckspannung, wobei der Zusammenhang linear war. Die Bruchdehnung nimmt hingegen mit steigendem Kristallisationsgrad ab. Die Unterschiede waren bei der Prüftemperatur von 180 °C deutlicher als bei Raumtemperatur. Dies ist darauf zurückzuführen, dass die amorphen Phasen des Polymers bei erhöhten Temperaturen ein duktileres Verhalten aufweisen, so dass die mechanischen Eigenschaften unter Zug von den kristallinen Anteilen abhängig sind [75]. Tregub et al. konnten nachweisen, dass sich der Kristallisationsgrad ebenfalls auf die dynamischen und statischen Biegeeigenschaften auswirkt [102; 103].

Das für faserverstärkte Thermoplaste verwendete PEKK Copolymer hat eine Schmelztemperatur von $T_m = 334$ °C und wird typischerweise bei Temperaturen von über 350 °C verarbeitet. Durch die hohe Verarbeitungstemperatur können makromolekulare Änderungen hervorgerufen werden, bei denen der Thermoplast chemisch vernetzt. Dieser Vorgang wird in der Literatur als Crosslinking bezeichnet und wurde bereits von unterschiedlichen Autoren bei PEEK festgestellt [104–110]. Beim Crosslinking kommt es zu einer chemischen Umwandlung der Makromoleküle, was die Kristallisationskinetik sowie den maximal erreichbaren Kristallisationsgrad und damit die mechanischen Eigenschaften beeinflusst. Dieser Prozess findet bei PEEK ab 400 °C und einer bestimmten Haltezeit statt. Die einzelnen Schritte sind in Abbildung 2-16 dargestellt und verlaufen sequenziell:

Schritt 1: Initiierung durch Kettenspaltung in den Carbonyl- und Etherbindungen.

Schritt 2: Die Kettenspaltung erzeugt Radikale, denen Wasserstoffmoleküle fehlen.

Schritt 3: Die Radikale können sich neu anordnen, indem Sie unter Abspaltung von Wasserstoff-Molekülen an einen Benzol-Ring anbinden und sich so Phenyl-Radikale bilden.

Schritt 4: Binden diese an ein Radikal aus einer benachbarten Kette an, entstehen sogenannte Cross-Links. Einzelne Ketten vernetzen so miteinander. Alternativ kann es auch zur Bildung von Dibenzofuran- oder Fluorenon-Derivaten kommen.

Wenn sich die Ketten miteinander vernetzen, entstehen größere Makromoleküle mit eingeschränkter Beweglichkeit. Dies führt zu einer Reduktion des Kristallisationsgrades [104; 111–114]. Der Prozess wurde von T. Choupin mit einer thermogravimetrischen Analyse (TGA) an PEKK Copolymeren untersucht [75].

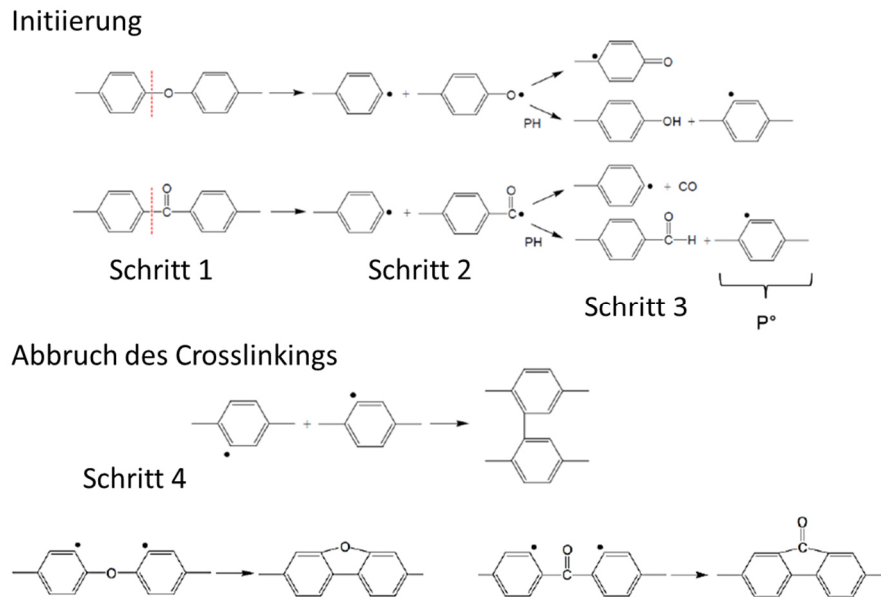


Abbildung 2-16: Crosslinking-Prozess von PEEK [110]

Die Analyseergebnisse von T. Choupin zeigen eine Gewichtsabnahme ab 500 °C. Diese Temperatur liegt oberhalb der Verarbeitungstemperatur, was aber nicht ausschließt, dass es davor bereits zur molekularen Veränderung kommt. Daher führte T. Choupin weitere Untersuchungen anhand isothermer TGA-Messungen bei 400 °C durch. Die Ergebnisse zeigen, dass ein Gewichtsabfall nach 15 Stunden vorliegt. Zusätzlich erfolgte eine Gel-Permeations-Chromatographie (GPC) für unterschiedlich lang getemperte Proben. Hierbei zeigte sich eine Zunahme der Molmasse ab 5 Minuten Haltezeit, wobei die Molekülanzahl nahezu gleich blieb. Choupin folgerte daraus, dass parallel zur Vernetzung auch eine Ketenspaltung stattfindet und dass beide Phänomene zu gleichen Anteilen auftreten. Da sich die Vernetzung auf die Beweglichkeit der Ketten auswirkt, sollte sich auch eine Steigerung der Glasübergangstemperatur beobachten lassen. Bei den Untersuchungen von Choupin ist dies jedoch nur um einen geringen Wert von maximal 5 °C der Fall. Aufgrund der Vernetzung sinkt der Kristallisationsgrad, was sich negativ auf die mechanischen Eigenschaften auswirkt. Dies ist am Beispiel des E-Moduls und der Streckspannung in Tabelle 2-5 dargestellt. Die mechanischen Eigenschaften wurden an Proben ermittelt, die für eine definierte Zeit bei 400 °C gehalten wurden. Anschließend erfolgte die Abkühlung auf 260 °C aus der Schmelze und Kristallisation der Proben.

Tabelle 2-5: Mechanische Eigenschaften bei 180 °C für PEKK 6002 in Abhängigkeit der Haltezeit bei 400 °C [75]

Haltezeit bei 400 °C [min]	Kristallinität [%]	E-Modul [MPa]	Streckspannung [MPa]
0	25,0	145	7,5
60	20,1	130	6,1
120	18,5	106	4,8
180	17,4	89	4,7
240	12,2	58	3,1

Zusammengefasst kann aus den Untersuchungen von T. Choupin festgehalten werden, dass auch PEKK zum Vernetzen bei hohen Temperaturen und längeren Haltezeiten neigt. Zu derselben Aussage kommen auch Ferrara und Seferis in [71]. Zusätzlich konnten sie feststellen, dass sich das Crosslinking auch auf den Porenanteil auswirkt.

Die reduzierte Beweglichkeit der vernetzten Makromoleküle wirkt sich ebenfalls auf die Viskosität des PEKK aus [104; 111–114]. Hierfür untersuchte T. Choupin die komplexe Viskosität von PEKK-Proben in einem Rheometer. Die Proben wurden zuvor bei unterschiedlichen Temperaturen getempert. Bei konstanter Frequenz wurde die komplexe Viskosität über einen definierten Zeitraum gemessen. Die Ergebnisse zeigten, dass die komplexe Viskosität für alle Proben ansteigt. Je höher die Anlasstemperatur war, desto früher beginnt der Anstieg. Bei einer Anlasstemperatur von 400 °C ist dies nach einer Zeit von ca. 50 Minuten der Fall. Ab einer Verarbeitungszeit von $t > 50$ Minuten und einer Verarbeitungstemperatur von $T > 360$ °C hat Crosslinking demnach auch einen Einfluss auf die Viskosität von PEKK. Literaturwerte für die Viskosität von PEKK lassen sich beispielsweise in [115] finden. M. Hou und D. de Weger geben hierin eine Viskosität von $\eta = 490$ Pa·s bei 375 °C bzw. $\eta = 360$ Pa·s bei 395 °C an.

2.3 Porosität bei kontinuierlich faserverstärkten Thermoplasten

Poren können im Allgemeinen als Fehlstellen im Material bezeichnet werden. Sie entstehen bei der Verarbeitung durch Luft einschließen, Ausgasungen aus dem Material oder Restfeuchtigkeit [116; 117]. Bei schichtweise aufgebauten kontinuierlich faserverstärkten Thermoplasten, wie beispielsweise Tapegelegen, können Poren innerhalb einer Schicht (intra-laminar) oder zwischen zwei Schichten (interlaminar) auftreten [112; 116; 118]. Intralaminare Poren werden weiter in Micro- und Meso-Poren unterteilt. Micro-Poren sind Poren, die sich zwischen den Fasern befinden. Meso-Poren treten in matrixreichen Bereichen auf. Je nach Verarbeitungsverfahren gibt es unterschiedliche Parameter, die sich auf den Porenanteil sowie dessen Art und Ausprägung auswirken [119].

Die Größe von Poren kann sich durch thermische Ausdehnung, Diffusionseffekte, den Prozessdruck sowie die Temperaturführung ändern [120; 121]. Das Wachstum von Poren wird dabei als die Ausdehnung von eingeschlossener Luft bei bestimmten Temperaturen und Drücken beschrieben [122] und findet vorrangig beim Aufheizen statt. Dieser Effekt wird als Dekonsolidieren bezeichnet [123]. Der wichtigste Prozessparameter ist nach Shim et al. der Prozessdruck [124]. Durch Anpassung des Drucks und dem Temperaturprofil können Poren zum Kollabieren gebracht werden, so dass sich die Porosität reduziert [125]. Des Weiteren kann ein angelegtes Vakuum vor allem bei hohen Temperaturen helfen interlaminare Poren zu reduzieren [126]. Diese kommen auf Grund der Oberflächenbeschaffenheit der Halbzeuge zustande, die somit einen Einfluss auf die Porosität im Bauteil hat [127; 128]. An der Laminatoberfläche können interlaminare Poren direkt evakuiert werden. Innerhalb der äußersten Schichten müssen sie zunächst in der Ebene durch die Matrix zu den Fasern diffundieren. Hier werden sie durch Micro-Poren evakuiert, die als Vakuum-Kanäle fungieren. Alternativ ist eine Diffusion in Dickenrichtung bis zur Laminatoberfläche oder den Micro-Poren in der nächsten Laminatschicht möglich [128].

Bei ATP Prozessen mit in-situ Konsolidierung spielen beispielsweise die Temperatur, Anpresskraft und Kontaktzeit eine entscheidende Rolle [129]. Eine hohe Oberflächenrauigkeit hindert hierbei die Ausprägung des intimen Kontaktes und führt zu interlaminaeren Poren. Im Vergleich zu interlaminaeren Poren stellt die Reduktion von intralaminaren Poren eine größere Herausforderung dar, da diese im Material eingeschlossen sind. Somit existieren keine direkten Vakuumkanäle zur evakuierten Umgebung. Die Poren müssen durch die Matrix diffundieren, wobei die Permeabilität für Luft gering ist [130]. Einen wichtigen Faktor stellt daher die Gasdiffusion am Interface zwischen Pore und Matrix dar [131], die sich während der Verarbeitung unter Druck und Temperatur jedoch um mehrere Größenordnungen ändern kann [132].

Neben den prozessspezifischen Einflussparametern existieren auch materialspezifische Eigenschaften, die den Porenanteil beeinflussen. Hierzu zählt der Porenanteil im Halbzeug, der Kristallisationsgrad sowie der Faservolumenanteil [133]. Zur Charakterisierung der Porosität existieren verschiedene Analyseverfahren und Messmethoden. Im Folgenden werden einige dieser detaillierter vorgestellt.

Eine zerstörungsfreie Möglichkeit zur Bestimmung der Porosität ist die Dichtemessung. Hierbei wird aus der relativen Differenz zwischen der analytischen und der gemessenen Composite-Dichte die Porosität abgeleitet. Für die Messung der Composite-Dichte können das Archimedes-Verfahren (ASTM D792, DIN EN ISO 1183-1) oder das Dichtegradient-Verfahren (ASTM D1505, DIN EN ISO 1183-2) eingesetzt werden. Eine Alternative dazu stellt das direkte Messen von Größe und Gewicht dar. Weiterhin müssen Matrix- und Faseranteil für die Berechnung der analytischen Dichte bekannt sein. Diese können durch Zersetzen oder Verbrennen der Matrix (ASTM D3171, DIN EN 2564 bzw. ASTM D2584, DIN EN ISO 1172) ermittelt werden. Die maximale Genauigkeit der Dichtemessung zur Bestimmung der Porosität liegt laut Judd und Wright bei $\pm 0,5\%$ [116]. Bei diesem Verfahren werden Charakteristika wie die Porengröße oder -form jedoch nicht analysiert [134].

Eine weitere Möglichkeit zur Untersuchung der Porosität ist die Mikroskopie. In Schlifffbildern kann durch das Zählen der Poren [135; 136] oder mithilfe des Flächenanteils [137–139] die Porosität abgeleitet werden. Diese Methode liefert im Vergleich zur Dichtemessung ähnliche Werte [140]. Die Genauigkeit kann laut Purslow bis zu $\pm 0,2\%$ betragen [136]. Um ein repräsentatives Ergebnis zu erhalten, schlagen Bodaghi et al. eine Mindestzahl von 20 bis 25 Proben vor [141]. Für die Bestimmung der Porosität mittels Mikroskopie ist es erforderlich, das Bauteil zu zerstören und Proben zu entnehmen.

Im Gegensatz dazu kann die Porosität in einer Ultraschallmessung oft für ein gesamtes Bauteil zerstörungsfrei ermittelt werden. Hierbei werden zwei Techniken unterschieden, die Durchschallungstechnik und die Reflektions- oder Rückstreuungstechnik. Bei beiden Techniken kann die Signalgeschwindigkeit oder die Signaldämpfung verwendet werden. Letztere ist dabei weniger sensitiv für lokale Schwankungen im Faservolumengehalt und wird daher häufiger eingesetzt [142]. Zusätzlich ist die Messfrequenz ein wichtiger Prozessparameter, da die Signaldämpfung bei gleichbleibendem Porenanteil mit steigender Frequenz zunimmt [143]. Vor allem bei geringen Unterschieden im Porenanteil kann hierdurch eine hohe Auflösung der Defekte erzielt werden. Der Zusammenhang zwischen Porosität und Dämpfung ist nach Stone und Clarke annähernd linear, wobei sich in ihren Ergebnissen zwei Bereiche für die Steigung ergeben. Der erste Bereich für eine Porosität $< 1,5\%$ und der zweite Bereich für eine Porosität $> 1,5\%$ [143]. Für eine hohe Genauigkeit der Messergebnisse sollte die Oberfläche der Proben oder Bauteile eine geringe Rauigkeit

aufweisen. Darüber hinaus erfordert dieses Verfahren die Verwendung eines Koppelmediums, beispielsweise Wasser, weshalb bei Matrixsystemen mit hoher Feuchtigkeitsaufnahme eine nachgeschaltete Trocknung durchgeführt werden muss. Zudem ist die Messgeschwindigkeit gering und die Prüfung ganzer Bauteile zeitintensiv [119].

Ein weiteres Verfahren ist die Analyse der Porosität mittels mikro-Computertomographie (mikro-CT). Bei diesem wird eine Serie von Röntgenbildern der Probe oder des Bauteils aus unterschiedlichen Betrachtungsrichtungen aufgenommen und anschließend ein 3D-Modell erstellt. Mit diesem Verfahren kann die höchste Genauigkeit erreicht werden. Die absolute Porosität hängt dabei stark von den Bildverarbeitungsmethoden ab. Wichtige Parameter sind unter anderem die Auflösung und die definierten Schwellen für die Grauwerte, welche Fasern, Matrix und Poren separieren [144]. In diesem Kontext haben Madra et al. bei der Untersuchung identischer Proben mit unterschiedlichen Verfahren festgestellt, dass die mikro-CT Messungen tendenziell zu höheren Porositätswerten führen als bei der Dichtemessung [134]. Für einen geringen Porenanteil < 6 % haben Yang und Elhajjar gezeigt, dass die Ergebnisse der mikro-CT ebenfalls über den Werten aus der Analyse mittels Mikroskopie liegen [145]. Verglichen mit den anderen hier vorgestellten Verfahren ist der größte Nachteil bei der mikro-CT Methode die Probengröße. Die Auflösung ist invers proportional zur Probengröße, was bedeutet, dass eine hohe Auflösung nur bei kleinen Proben mit Abmessungen in Millimeter-Bereich erreicht werden kann. Zudem sind die Investitions- und Unterhaltungskosten der CT-Geräte hoch [119]. Für Weitere Informationen wird an dieser Stelle auf die Fachliteratur verwiesen [116; 142; 146–156].

2.4 Abgrenzung zum Stand der Wissenschaft und Technik

In der vorliegenden Arbeit wird ein PEKK-CF UD-Tape in einer mehrstufigen Prozesskette, bestehend aus den Schritten Tapelegen, Konsolidieren und Bauteilherstellungsprozess, verarbeitet. Dabei liegt der Fokus auf der Identifikation prozessübergreifender Parameter, welche die Morphologie der Halbzeuge und Bauteile beeinflussen. Konkret werden die beiden Morphologiemerkmale Porosität und Kristallisationsgrad analysiert. In diesem Kontext lassen sich verschiedene Vorarbeiten finden, in denen sich die Autoren ebenfalls mit der Untersuchung von faserverstärkten Kunststoffen für die Anwendung in der Luft- und Raumfahrt befassen. Größtenteils betrachten die Autoren hierin die Porosität oder den Kristallisationsgrad als ein Qualitätskriterium mit Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften. Im Folgenden wird daher konkret auf die Abgrenzung zu diesen Arbeiten eingegangen. Es werden die Unterschiede zu den jeweils gewählten Ansätzen, Methoden oder Technologien vorgestellt. Dazu werden zunächst einzelne ausgewählte Arbeiten im Detail betrachtet. Anschließend werden weitere Paper und Veröffentlichungen tabellarisch zusammengefasst und die Hauptunterschiede hervorgehoben.

In seiner Dissertation untersucht T. K. Slange eine Prozessroute, die sich ähnlich zu der Prozessroute in dieser Arbeit aus der Halbzeugfertigung und dem Bauteilherstellungsprozess zusammensetzt [157]. Bei den untersuchten Materialsystemen handelt es sich um zwei verschiedene PEEK-CF Tapes, dem TC1200 von Toray Advanced Composites sowie

dem APC-2 von Solvay. Der Prozessschritt Halbzeugfertigung wird von Slange in drei Varianten umgesetzt und umfasst die Verarbeitung von Tapes zu Tapegelegen oder (vor-)konsolidierten Laminaten.

Bei der ersten Variante werden die Tapes lediglich lokal mittels Ultraschallschweißen (USSW) zu einem unkonsolidierten Tapegelege fixiert. Die zweite Variante nutzt einen AFP-Prozess, umgesetzt durch Anlagentechnik der Firma Coriolis. Hierbei findet beim Legen der Tapes eine in-situ Konsolidierung statt. Als dritte Variante, welche die Referenzvariante darstellt, wird ein Tapegelege manuell hergestellt und in einer hydraulischen 200 t Pinette P.E.I. Presse konsolidiert. Hierbei wird das Gelege auf 286 °C aufgeheizt und bei einem Druck von 10 bar für 20 Minuten gehalten. Die anschließende Abkühlung erfolgt mit einer Kühlrate von 2,5 °C/min, wodurch die gesamte Zykluszeit ca. 2 Stunden beträgt.

Der Bauteilherstellungsprozess wird auf derselben Presse durchgeführt. Bei diesem Schritt werden die Halbzeuge aus den drei Herstellungsverfahren in einem Infrarot-Heizfeld aufgeheizt und wieder zu flachen Laminaten verpresst. Slange variiert bei diesem Schritt die Aufheiztemperatur ($T_1 = 390$ °C, $T_2 = 420$ °C) und den applizierten Druck ($p_1 = 20$ bar, $p_2 = 100$ bar). Innerhalb der Prozessroute untersucht er das Dekonsolidierungsverhalten in Abhängigkeit der Halbzeugfertigung beim Aufheizen im IR-Heizfeld. Die Bewertung der Bauteileigenschaften erfolgt nach dem Bauteilherstellungsprozess. Slange untersucht hierbei drei Kriterien, welche die Konsolidiergüte beschreiben. Zunächst analysiert er die resultierenden Dickenschwankungen in Abhängigkeit der Halbzeugdickenverteilung. Als zweites Kriterium bewertet er den Porenanteil mittels Ultraschallmessung und Schliiffbildern. Für die Bewertung der Einflüsse auf die Mechanik führt er Biegeprüfungen durch und vergleicht die gemessenen Biegefestigkeiten für die unterschiedlichen Halbzeugfertungsverfahren in Abhängigkeit des Porenanteils. Die zentralen Unterschiede zu der vorliegenden Arbeit bestehen demnach in den folgenden Punkten:

- 1) Bei der Matrix des verwendeten Materialsystems handelt es sich um PEEK.
- 2) Die Halbzeugfertigung (USSW, AFP und Presse) unterscheidet sich zu der hier genutzten Prozessroute, bestehend aus ATP und vakuumbasierten Konsolidieren (vgl. Abschnitt 3.1.2).

M. H. Salek untersucht in seiner Arbeit [64] den Einfluss der Prozessparameter auf die mechanischen Eigenschaften bei der Verarbeitung von PEKK-CF Tape. Er verwendet dafür ebenfalls ein Halbzeug der Firma Solvay. Die Prozessroute umfasst in seiner Arbeit lediglich den Schritt Konsolidieren. Hierbei erfolgt die Herstellung der Tapegelege manuell, durch Zuschnitt und Stapeln der Tapes direkt von der Mutterspule in einem eigens konstruierten Werkzeug. Die Konsolidierung wird in einer hydraulischen 30t Presse der Firma Wabash umgesetzt. Dabei variiert Salek die Prozessparameter Aufheiztemperatur ($T_1 = 325$ °C, $T_2 = 345$ °C), Haltezeit ($t_1 = 10$ min, $t_2 = 15$ min) sowie die Kühlrate (7 °C/min – 10 °C/min). Die Aufheizung der Gelege erfolgt direkt über den Kontakt mit dem beheizten Werkzeug. Während dem Konsolidieren in der Presse nutzt er zwei verschiedene Druckprofile, die sich in die Schritte Kontaktdruck, Konsolidierungsdruck und Verfestigungsdruck aufteilen:

- Profil 1: 0,48 MPa Kontakt 1,38 MPa Konsolidierung 1,72 MPa Verfestigung
- Profil 2: 0,48 MPa Kontakt 1,72 MPa Konsolidierung 2,07 MPa Verfestigung

An den konsolidierten Laminaten untersucht Salek anschließend den resultierenden Kristallisationsgrad sowie die mechanischen Eigenschaften E-Modul und Zugfestigkeit parallel und orthogonal zur Faserorientierung. Im Vergleich zu dem Ansatz von Salek bestehen die Hauptunterschiede zu der hier vorliegenden Arbeit in den folgenden Punkten:

- 1) Salek wendet mit dem Konsolidieren nur einen Prozessschritt aus der gesamten Prozessroute an. Er berücksichtigt nicht das automatisierte Tapelegen sowie den Bauteilherstellungsprozess.
- 2) Der Prozessschritt Konsolidieren erfolgt auf einer Presse und unterscheidet sich somit grundlegend von dem hier genutzten vakuumbasierten Prozess (vgl. Abschnitt 3.1.2).
- 3) Er analysiert nur den Kristallisationsgrad und nicht die Porosität.

T. Choupin untersucht in seiner Dissertation [75] die Einflüsse auf die Kristallisationskinetik verschiedener PEKK-Typen und deren Auswirkungen auf die mechanischen Eigenschaften. In einem anwendungsorientierten Ansatz überträgt er seine Ergebnisse auf die Fertigung von faserverstärkten Halbzeugen aus PEKK-CF Tapes. Bei den unverstärkten Materialien handelt es sich um verschiedene Typen des Herstellers Arkema mit unterschiedlichen T/I-Verhältnissen (vgl. Kapitel 2.2). Für die Herstellung der faserverstärkten Halbzeuge nutzt Choupin ein 60/40 System (PEKK 6002, geringe Kristallisationsgeschwindigkeit, pseudo-amorph) und ein 70/30 System (PEKK 7002, mittlere Kristallisationsgeschwindigkeit, teilkristallin).

Die Tapegelege werden manuell gestapelt und mittels Ultraschallschweißen miteinander fixiert. Der Lagenaufbau umfasst zwei Varianten, eine rein unidirektionale Konfiguration und eine weitere in $\pm 45^\circ$. Das Konsolidieren der Tapegelege erfolgt mit zwei unterschiedlichen Prozessen. Die Referenz bildet ein Autoklav-Prozess ab. Der zweite Prozess ist das Konsolidieren der Gelege in einer hydraulischen Presse, mit der höhere Kühlraten von bis zu $20^\circ\text{C}/\text{min}$ erreicht werden. In beiden Prozessen ist die Zieltemperatur von $T = 360^\circ\text{C}$ und der applizierte Druck von $p = 7$ bar identisch. Choupin variiert beim Konsolidieren die Kühlraten sowie die Haltezeiten bei definierten Temperaturniveaus während dem Abkühlen, wodurch er unterschiedliche Kristallisationsgrade erreicht. An den konsolidierten Laminaten untersucht er neben dem resultierenden Kristallisationsgrad auch die Art der Kristallbildung. Für die Bewertung der Auswirkungen auf die mechanischen Eigenschaften führt er Zugversuche durch. Zusammengefasst können daher die folgenden Hauptunterschiede zu der hier vorliegenden Arbeit festgehalten werden:

- 1) Choupin fokussiert sich auf die Kristallisationskinetik und den Einfluss des Kristallisationsgrades auf die Zug-Eigenschaften von UD und $\pm 45^\circ$ Laminaten.
- 2) Er betrachtet nur einen Schritt in der Prozesskette, den der Konsolidierung.
- 3) Das Konsolidieren erfolgt im Autoklav und in einer Presse. Diese Prozesse unterscheiden sich grundlegend von dem hier genutzten vakuumbasierten Konsolidieren (vgl. Abschnitt 3.1.2).

Eine Arbeit, die sich konkret mit dem Einfluss von Poren auf die mechanischen Eigenschaften von faserverstärkten Kunststoffen befasst, ist die Dissertation von W. Liebig [158]. Im Detail untersucht er den Einfluss des Porenanteils auf die Mechanik unter Druckbelastung. Dabei steht die Beschreibung der Schadensentwicklung auf Grund der Poren im Fokus. Um diese zu untersuchen, überführt Liebig den strukturellen dreidimensionalen Aufbau der FVK in einen vereinfachten modellhaften Verbund, bestehend aus der Matrix und mindestens zwei Fasern, zwischen denen eine Pore platziert wurde. Für die Charakterisierung der Grundlagen der Modellbildung werden kohlenstofffaserverstärkte Lamine auf Basis von Epoxy-Prepregs vom Typ M21/T800 der Firma Hexcel hergestellt. Das Stacking erfolgt manuell. Anschließend werden die Gelege im Autoklav-Prozess konsolidiert. Hierbei variiert Liebig den Prozessparameter Druck $p = 1, 3, 5$ und 7 bar, wodurch eine unterschiedliche Porosität resultiert. Der entwickelte Modellverbund ermöglicht das Materialverhalten numerisch abzubilden und analytisch zu beschreiben. Die Ergebnisse von Liebig tragen somit zu grundlegenden Erkenntnissen über die Versagensmechanismen hinsichtlich der Schädigungsinitiierung und der Schadensentwicklung bei.

Verglichen mit dieser Arbeit bestehen die folgenden zentrale Unterschiede:

- 1) W. Liebig führt seine Untersuchungen auf Basis eines Epoxy-Prepregs durch.
- 2) Auf Grund des Materialsystems ist nur der Prozessschritt Konsolidieren relevant.

Eine weitere Arbeit, die hier aufgeführt wird, ist ein Paper von M. Mehdikhani [119]. Hierin gibt Mehdikhani eine umfangreiche Übersicht über Arbeiten zu den Themen Bildung von Poren, charakteristische Eigenschaften von Poren sowie Auswirkungen von Poren auf die Mechanik. In der nachfolgenden Übersicht in Tabelle 2-6 werden weitere Literaturquellen genannt und die Hauptunterschiede stichpunktartig hervorgehoben.

Tabelle 2-6: Abgrenzung zum Stand der Wissenschaft und Technik (Überblick)

Quelle	Matrix	Halbzeugform	Hauptunterschiede und Schwerpunkte
[159]	PEKK	Tape	<u>Prozess</u> (hydraulische Presse) <u>Schwerpunkte</u> : Mechanische Eigenschaften (u.a. Biege, Schub)
[160]	PEKK	Tape und long discontinuous fiber (LDF)	<u>Prozess</u> (hydraulische Presse und Autoklav) <u>Schwerpunkte</u> : Mech. Eigenschaften, Vergleich LDF vs. Tape
[71]	PEKK	LDF	<u>Halbzeugform und Prozess</u> (hydraulische Presse) <u>Schwerpunkte</u> : Kristallisationskinetik und Modellierung dieser mit Velisaris-Seferis Model.
[64]	PEKK	Tape (Cyttec PEKK)	<u>Prozess</u> (hydraulische Presse) <u>Schwerpunkte</u> : Kristallisationskinetik für verschiedene Temperaturprofile und Drücke in Korrelation mit den mech. Eigenschaften.
[161]	PA66	CF Gewebe Prepreg	<u>Matrix und Halbzeugform</u> <u>Schwerpunkte</u> : Änderung der Porosität von Ausgangszustand über dekonsolidiert zu umgeformt in Abhängigkeit von Druck, Aufheiztemperatur, Werkzeugtemperatur.

Quelle	Matrix	Halbzeugform	Hauptunterschiede und Schwerpunkte
[162]	PEEK	PEEK-CF Tape	<u>Matrix und Prozess</u> (Oven Vacuum Bag – OVB) <u>Schwerpunkte</u> : Reduktion von Poren durch Diffusion und Evakuierung über interlaminare Kanäle (interlaminare Permeabilität) in Abhängigkeit der Versuchskonfiguration.
[163]	PEEK	PEEK-CF Tape	<u>Matrix und Prozess</u> (OVB) <u>Schwerpunkte</u> : Einfluss der Haltezeit auf den Porenanteil.
[164]	Epoxy	CF-Epoxy AS4/8552 UD Prepreg	<u>Matrix, Halbzeugform und Prozess</u> (hydraulische Presse) <u>Schwerpunkt</u> : Reduktion der Porosität durch Anpassung der Temperaturprofile, so dass das Material für einen längeren Zeitraum bei einer niedrigen Viskosität vorliegt.
[165]	PEKK	PEKK-CF Tape	<u>Prozess</u> (Autoklav) <u>Schwerpunkte</u> : Einfluss einer Wärmebehandlung der konsolidierten Lamine vor dem IR-Heizen auf den Porenanteil beim Dekonsolidieren.
[166]	Epoxy	T650-35 8HS Gewebe Prepreg und T40/800B UD Prepreg	<u>Matrix, Halbzeugform und Prozess</u> (Vacuum Bag Only – VBO) <u>Schwerpunkte</u> : Einfluss von unterschiedlichen Druckniveaus auf die Entwicklung der Materialdicke und der Porosität.
[115]	PEKK	PEKK-CF Gewebe	<u>Halbzeugform und Prozess</u> (hydraulische Presse) <u>Schwerpunkte</u> : Einfluss von Druck, Haltezeit und Temperatur auf den Porenanteil und Einfluss auf die mech. Eigenschaften.
[167]	PEEK	CF-PEEK Tape Quadrax Gewebe (prepreg und postpreg)	<u>Matrix, Halbzeugform und Prozess</u> (Autoklav) <u>Schwerpunkte</u> : Einfluss von Druck und Materialtyp auf den Porenanteil und die mechanischen Eigenschaften.
[149]	PEEK	PEEK-CF Tape	<u>Matrix und Prozess</u> (VBO, hydraulische Presse, AFP) <u>Schwerpunkte</u> : Einfluss der unterschiedlichen Prozesse und Prozessparameter auf den Porenanteil und die mechanischen Eigenschaften in-plane shear und ILSS.
[168]	PEEK	PEEK-CF Tape Gewebe imprägniert mit Victrex 151G	<u>Matrix, Halbzeugform und Prozess</u> (hydraulische Presse) <u>Schwerpunkte</u> : Analyse und Bewertung des Einflusses der thermischen Vorgeschichte der Matrix und Auswirkung der Prozessparameter auf den Porenanteil.
[169]	PEEK	PEEK-CF Tape	<u>Matrix und Prozess</u> (USSW, AFP, hydraulische Presse) <u>Schwerpunkte</u> : Einfluss der Vorkonsolidierung auf die Konsolidiergüte (Porosität) nach dem Umformen.
[170]	PEKK	UD-Tape	<u>Prozess</u> (OVB) <u>Schwerpunkte</u> : Einflussfaktoren auf den Porenanteil und die Mechanik für unterschiedliche Drücke und Kühlraten

Zusammengefasst bestehen die Hauptunterschiede dieser Arbeit im Vergleich zum Stand der Wissenschaft und Technik in den verwendeten Materialsystemen sowohl hinsichtlich des Matrixmaterials als auch der Halbzeugform und den genutzten Verarbeitungsverfahren. Aus dem Überblick in Tabelle 2-6 lässt sich ableiten, dass nur wenige Autoren mehr als einen Prozess aus der Prozesskette zur Verarbeitung von thermoplastischen faserverstärkten Kunststoffen betrachten.

Dies ist ein zentraler Aspekt, in dem sich die vorliegende Arbeit zu bisherigen Ansätzen abgrenzt, da hier die morphologischen Eigenschaften Porosität und Kristallisationsgrad über die gesamte Prozesskette hinweg untersucht werden. Zudem betragen die Zykluszeiten meist mehr als 30 Minuten, teilweise sogar mehrere Stunden. Dies kommt zum einen auf Grund der geringen Heiz- und Kühlraten zustande. In den Quellen [149; 162; 163; 166] betragen diese 1 – 3 °C/min, maximal jedoch 50 °C/min beim Aufheizen und 20 °C/min beim Abkühlen in [168]. Zum anderen ist eine lange Haltezeit für die resultierende Zykluszeit verantwortlich. Diese liegt zwischen 10 Minuten in [115; 169] oder [163] und 8 Stunden [166]. Mit dem in dieser Arbeit verwendeten Prozess zum Konsolidieren der Tapegelege, lassen sich deutlich höhere Heiz- und Kühlraten erreichen, woraus eine geringere Zykluszeit resultiert als bei allen hier aufgeführten Literaturquellen.

Auf Grund der Tatsache, dass das strahlungsinduzierte Vakuumkonsolidieren am Fraunhofer ICT entwickelt und bisher nur in einer geringen Anzahl industrialisierter Anlagen umgesetzt wurde, existieren noch keine wissenschaftlichen Arbeiten, die diesen Prozess als Teil der Prozesskette zur Verarbeitung von faserverstärkten Hochtemperatur-Thermoplasten untersuchen. Daher ergeben sich wissenschaftliche Fragestellungen hinsichtlich der Nutzbarkeit dieses Prozesses vor allem vor dem Hintergrund des geringen Prozessdrucks und der anvisierten kurzen Haltezeiten im schmelzförmigen Zustand.

3 Material, Methoden und Modellbildung

Dieses Kapitel beinhaltet die Grundlagen für die Versuchsdurchführung und Ergebnisauswertung und gliedert sich in drei Abschnitte. Der erste Abschnitt *Material und Verarbeitungsprozess* stellt das verwendete Materialsystem vor und beschreibt die Prozesskette zur Verarbeitung im Detail. Anschließend werden im zweiten Abschnitt die *Methoden und Vorgehensweisen* eingeführt. Diese umfassen die selbst entwickelten Methoden zur Untersuchung von Gaps beim Tapelegen sowie die genutzten Methoden zur Charakterisierung der morphologischen Merkmale. Weiterhin werden in diesem Abschnitt die Prozessfenster definiert. Der letzte Abschnitt *Modellbildung* erläutert das verwendete Simulationsmodell zur Abbildung der Kristallisationskinetik.

3.1 Material und Verarbeitungsprozess

3.1.1 Verwendetes Materialsystem

Bei dem innerhalb dieser Arbeit verwendeten Material handelt es sich um ein UD-Tape aus kohlenstofffaserverstärktem PEKK der Firma Solvay. Das Material ist Teil der firmeninternen Marke Aromatic Polymer Composites (APC) und die genaue Bezeichnung lautet APC (PEKK-FC)/AS4D 12K 145/34. Hierbei steht AS4D 12K für die verwendete Kohlenstofffaser der Firma Hexcel. Die Zahlenkombination am Ende beschreibt das Flächengewicht von 145 g/m² sowie den Gewichtsanteil der Matrix von 34 %. Tabelle 3-1 zeigt einige der thermischen und physikalischen Eigenschaften aus dem Datenblatt.

Tabelle 3-1: Auszug aus dem Datenblatt von APC (PEKK-FC) [171]

Eigenschaft	Prüfbedingung	Ergebnis
Schmelztemperatur T_m [°C]	-	337
Glasübergangstemperatur T_g [°C]	-	159
Kristallisationstemperatur T_c [°C]	-	279
0° Zugfestigkeit [MPa]	24 °C	2460
0° Zug E-Modul [GPa]	24 °C	139
90° Zugfestigkeit [MPa]	24 °C	61
90° Zug E-Modul [GPa]	24 °C	10,3
0° Druckfestigkeit [MPa]	24 °C	1490
0° Kompressionsmodul [GPa]	24 °C	127
90° Druckfestigkeit [MPa]	24 °C	254
0° Biegefestigkeit [MPa]	24 °C	1710
0° Biegemodul	24 °C	127

Bis zum Jahr 2016 wurde das Material von der Firma Cytec Industries unter demselben Eigennamen vermarktet. Hierzu lassen sich ebenfalls Datenblätter finden, wobei die wiedergegebenen Eigenschaften, mit denen in den Datenblättern von Solvay übereinstimmen. Es wird daher davon ausgegangen, dass es sich um vergleichbare oder sogar identische Materialien handelt. Somit werden die wiedergegebenen Verarbeitungshinweise aus beiden Datenblättern als allgemein gültig betrachtet. Diese beziehen sich auf das Konsolidieren von Tapegelegen aus dem APC (PEKK-FC) Tape. Die Hinweise beschreiben das Konsolidieren im Autoklav-Prozess als eine mögliche technische Umsetzung. Im Datenblatt von Solvay wird dazu die in Abbildung 3-1 dargestellte Prozessführung vorgegeben.

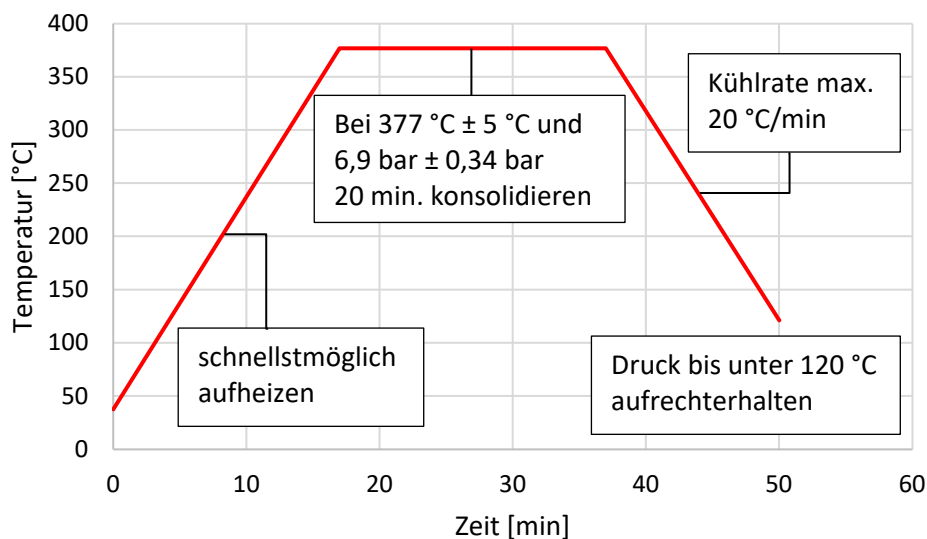


Abbildung 3-1: APC (PEKK-FC) Konsolidierungszyklus im Autoklav nach [171]

Neben dem Material APC (PEKK-FC) bietet Solvay ein weiteres Material aus der Gruppe der aromatischen Polyaryletherketone an, das sogenannte APC-2. Hierbei handelt es sich um ein UD-Tape aus kohlenstofffaserverstärktem PEEK. Dieses Material wurde ebenfalls bereits vor 2016 von Cytec Industries unter demselben Namen vertrieben. Daher wird an dieser Stelle auch auf die Datenblätter zu diesem UD-Tape verwiesen [172; 173]. Beim Vergleich der Verarbeitungshinweise für den Autoklav-Prozess fällt auf, dass die generelle Vorgehensweise bei APC und APC-2 identisch ist. Jedoch unterscheiden sich die Zieltemperaturen um wenige Grad Celsius. Bei APC (PEKK-FC) beträgt die vorgegebene Zieltemperatur $377\text{ °C} \pm 5,5\text{ °C}$. Im Vergleich dazu beträgt diese bei APC-2 (PEEK-FC) $391\text{ °C} \pm 8\text{ °C}$. Die Unterschiede lassen sich basierend auf den Angaben in Kapitel 2.2 auf den chemischen Aufbau zurückführen.

Neben den Verarbeitungshinweisen für das Konsolidieren im Autoklav-Prozess gibt Cytec auch einen Prozesszyklus für das Konsolidieren in einer Transfer-Pressen an. Abbildung 3-2 zeigt dazu den vorgegebenen Temperatur-Zeit Verlauf. Für die späteren Kapitel ist insbesondere der Prozessschritt des Abkühlens relevant. Hierfür gibt Cytec Industries eine Werkzeugtemperatur von $204\text{ °C} \pm 10\text{ °C}$ sowie einen Druck von $17,2\text{ bar} \pm 3,4\text{ bar}$ bei einer Kühlzeit von mindestens 5 Minuten vor. Unter Berücksichtigung der Unterschiede

bei der Kristallisation von PEEK und PEKK, dargestellt in Abbildung 2-14, kann diese Werkzeugtemperatur ebenfalls für PEKK genutzt werden, solange die Haltezeit entsprechend gewählt wird.

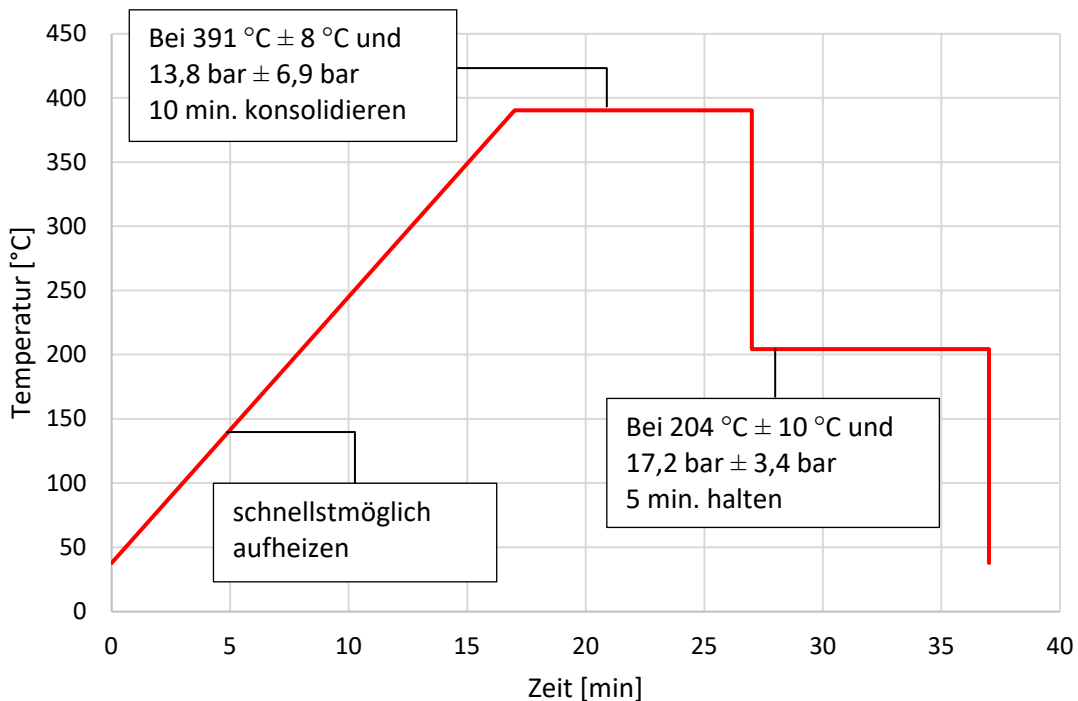


Abbildung 3-2: APC-2 (PEEK-FC) Konsolidierungszyklus in einer Transfer-Pressenach [172]

3.1.2 Prozesskette zur Verarbeitung thermoplastischer UD-Tapes

Bereits in Abschnitt 2.1.2 wurden Technologien zur Verarbeitung thermoplastischer Prepregs entsprechend dem Stand der Technik vorgestellt. Im Rahmen dieser Arbeit wird eine Prozesskette, bestehend aus den einzelnen Schritten Tapelegen, Konsolidieren und Stempel-Umformung, für die Verarbeitung des UD-Tapes eingesetzt. Im folgenden Abschnitt wird die technische Umsetzung dieser Schritte erläutert.

Fiberforge Tapelegetechnologie (Fa. Dieffenbacher GmbH)

Für den ersten Prozessschritt, dem Tapelegen, wird die Dieffenbacher Tapelegetechnologie *Fiberforge* verwendet. Diese Technologie kann entsprechend Abschnitt 2.1.2 den ATL Verfahren zugeordnet werden. Eine solche Fiberforge-Anlage ist Bestandteil der am Fraunhofer ICT verfügbaren Technologien und in Abbildung 3-3 dargestellt. Die Anlage verarbeitet UD-Tapes als Rollenware. Das Tape wird von einer Spule abgewickelt und in die erforderliche Länge geschnitten. Anschließend erfolgt der Transport mittels Vakuumband auf einen Rotationstisch. Durch die Ablage mehrerer Streifen nebeneinander wird eine Lage erstellt und durch das schichtweise Stapeln mehrere Lagen übereinander das

Tapelege erzeugt. Hierbei werden die Streifen der einzelnen Lagen punktuell mit Streifen der darunterliegenden Lage verschweißt.

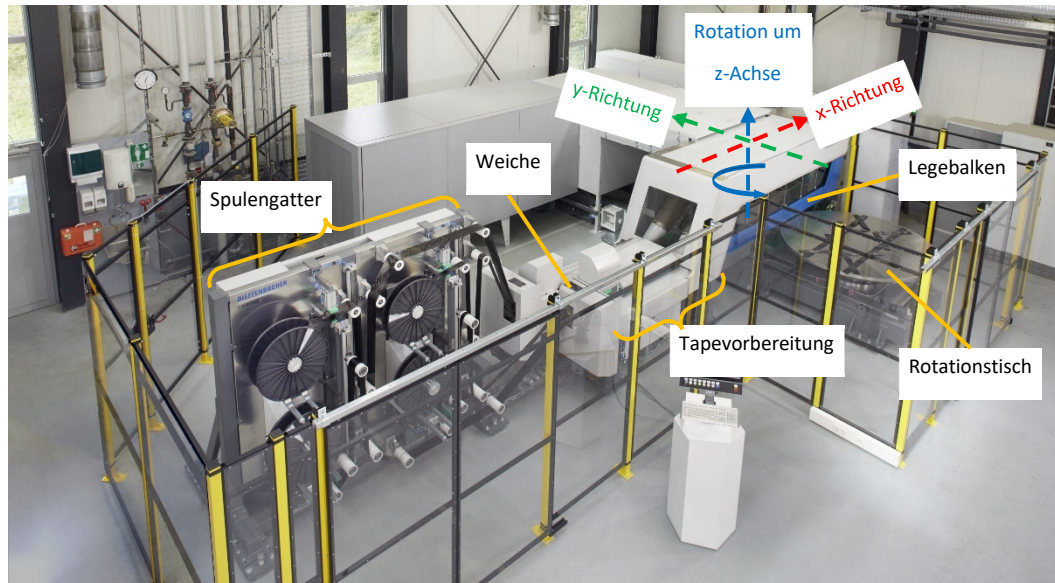


Abbildung 3-3: Dieffenbacher Fiberforge im Technikum des Fraunhofer ICTs

Der gesamte Aufbau des Tapegeleges wird durch die äußere Kontur (Form und Abmessungen), die Faserorientierung in den einzelnen Lagen sowie die Lagenanzahl definiert. Im Detail finden bei der Verarbeitung von UD-Tapes mit der Fiberforge Tapelegetechnologie die folgenden Vorgänge in chronologischer Reihenfolge statt [8; 174]:

Abwickeln des Tapes

Die Verarbeitung von UD-Tapes erfordert die Verwendung spezieller Spulen. Diese verfügen über Seitenscheiben zur Führung des Materials beim Abwickeln. Daher sind für jede Tapebreite eigene Spulen erforderlich. Wie in Abbildung 3-3 links zu sehen, können insgesamt vier Spulen in das Spulengatter geladen werden. Somit können vier unterschiedlichen Materialien verarbeitet werden, wobei eine identische Matrix vorausgesetzt wird. Unterschiede können deshalb in der Tapebreite (50 – 165 mm) und der Art der Verstärkungsfasern liegen. Es werden jeweils zwei Spulen einer Verarbeitungseinheit (Unit) zugeordnet. Jede Unit besitzt daher eine Materialweiche, die den Wechsel zwischen den zwei Materialien ermöglicht. Zu Prozessbeginn muss jedes Material einmalig geladen werden. Hierzu wird das Material in der Weiche über eine Klemmung fixiert.

Vorbereitung des Tapes

Bei der Tapevorbereitung wird Material entsprechend der benötigten Länge von der Spule abgewickelt und der Anlage zugeführt. In einer Schneideinheit wird das Tape geschnitten, wobei hier ein Winkelschnitt variabel zwischen -45° und $+45^\circ$ eingestellt werden kann. Dies ermöglicht im späteren Prozess die Reduktion von Verschnitt und eine Optimierung des endkonturnahen (engl.: *near net shape*) Legens. Während der Vorbereitung wird das Material mit Profilen geführt, um ein Verschieben in y-Richtung zu verhindern.

Transport von der Tapevorbereitung zum Legebalken

Der nach dem Zuschnitt vereinzelt vorliegende Tapestreifen wird mit Bändern von der Tapevorbereitung zum Legebalken transportiert. Der Legebalken übernimmt die eigentliche Ablage des Streifens auf den Rotationstisch und ist von der Tapevorbereitung entkoppelt. Daher ist beim Transport ein Wechsel der Greifrichtung erforderlich, bei welcher der Tapestreifen von der Ablage auf einem Band zum Hängen unter einem Band übergeht. Der Legebalken steuert dabei die Position in x-Richtung des Tapestreifens.

Ablage auf den Rotationstisch

Nach einer vertikalen Bewegung des Legebalkens wird der Tapestreifen auf dem Rotationstisch abgelegt. Der Rotationstisch steuert über Linearantriebe die Position in y-Richtung sowie die Faserorientierung durch Rotation um die z-Achse. Die Tapestreifen der ersten Lage werden mithilfe von Unterdruck auf dem Rotationstisch fixiert. Ab der zweiten Lage wird jeder Tapestreifen lokal mit Streifen aus der darunterliegenden Lage lokal verschweißt. Hierfür verfügt die Anlage über Ultraschall-Sonotroden.

Der Prozessschritt Tapelegen setzt sich aus mehreren einzelnen Teilschritten zusammen. Bei jedem dieser Schritte gibt es ein bestimmtes Toleranzfester, dessen Größe durch die Toleranz des Materials selbst sowie durch die Genauigkeit der einzelnen pneumatischen und elektrischen Aktuatoren beeinflusst wird. Durch die sequenzielle Abfolge der einzelnen Schritte ergibt sich eine Toleranzkette vom Abwickeln des Tapes bis zum Ablegen und Verschweißen der Tapestreifen auf dem Rotationstisch. Um die Prozessgenauigkeit bei der späteren Versuchsdurchführung bewerten zu können, werden hier drei Begriffe eingeführt:

1) Führungsgenauigkeit

Die Führungsgenauigkeit beschreibt die Toleranz in den Führungen bei der Vorbereitung der einzelnen Tapestreifen. Diese berechnet sich aus der Differenz zwischen der Zielbreite des Tapes und dem tatsächlichen Abstand der Profile zur Materialführung.

2) Wiederholgenauigkeit

Die Wiederholgenauigkeit beschreibt die Genauigkeit, mit der ein Tapestreifen wiederholt an dieselbe Position in y-Richtung gelegt wird und wird als Differenz zwischen diesen Positionen angegeben. Die gewählte Anlagengeschwindigkeit kann dabei einen Einfluss auf die Wiederholgenauigkeit haben.

3) Legegenauigkeit

Die Legegenauigkeit ist die Summe aus Führungsgenauigkeit, Wiederholgenauigkeit und der Toleranz der Materialbreite. Sie beschreibt die Genauigkeit, mit der die Tapestreifen einer Lage zueinander abgelegt werden und berechnet sich aus der Differenz der Abstände zwischen zwei Tapes zum eingestellten Sollwert.

Der im letzten Punkt genannte Abstand zwischen zwei Tapestreifen kann über die Anlagensteuerung als Sollwert vorgegeben werden. Es ist sowohl möglich eine Lücke (Gap) als auch eine Überlappung (Overlap) in y-Richtung einzustellen. Diese Einstellmöglichkeit ist

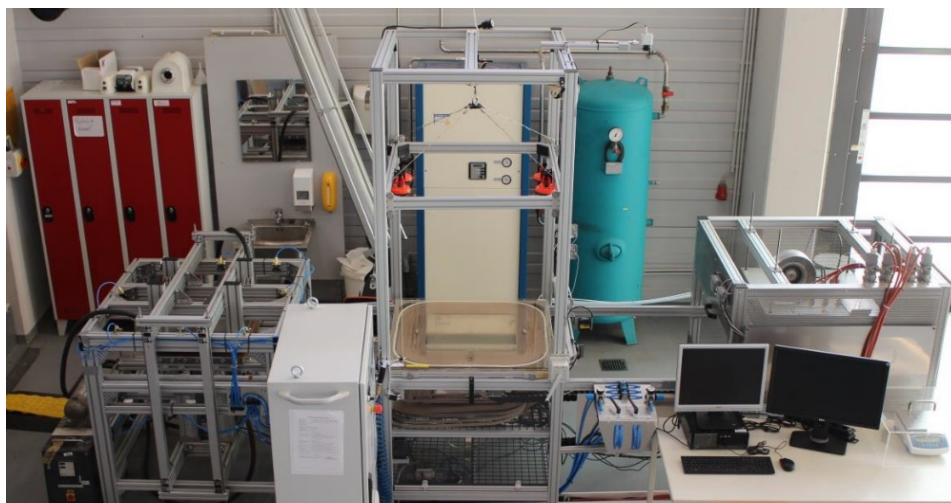
beispielsweise erforderlich, um die Toleranzen in der Materialbreite auszugleichen. Hierbei ist zu berücksichtigen, dass Gaps zwischen zwei Tapestreifen beim anschließenden Konsolidieren durch Material in Form von transversalem Quetschfluss geschlossen werden müssen. Ist dies nicht gegeben, würden die Gaps als Fehlstelle im Laminat verbleiben.

Strahlungsinduziertes Vakuumkonsolidieren (SVK)

Das Konsolidieren der Tapegelege erfolgt mit einem am Fraunhofer ICT entwickelten Niederdruck-Verfahren. Bei diesem Verfahren wird das Tapegelege mittels Infrarotstrahlung aufgeheizt und der erforderliche Druck durch das Applizieren eines Vakuums erzeugt. Dadurch ist der Konsolidierungsdruck auf maximal ein bar beschränkt, ähnlich wie bei den Vacuum Bag Only (VBO) Verfahren.

Bei der Entwicklung dieses Verfahrens wurde ein kohlenstofffaserverstärktes Polyamid 6 (PA6) UD-Tape verwendet. Die Entwicklungsziele waren unter anderem eine kurze Zykluszeit, geringe Investitionskosten sowie ein geringer Energieverbrauch. Darüber hinaus soll das Verfahren eine thermo-oxidative Schädigung des Materials verhindern. Eine detaillierte Beschreibung der Prozessentwicklung ist nicht Bestandteil dieser Arbeit. Hierfür wird auf die entsprechende Fachliteratur verwiesen [52; 53; 175–177].

Die Anwendung des SVK-Prozesses zum Konsolidieren von Tapegelegen konnte bereits erfolgreich für andere technische Thermoplaste validiert werden. Durch eine Weiterentwicklung der *Dieffenbacher GmbH* ist der Prozess kommerziell als *Dieffenbacher Fibercon* Technologie verfügbar [178]. Die Versuche im Rahmen dieser Arbeit werden mit dem am ICT entwickelten Prototypen durchgeführt. Dieser kann in drei Module unterteilt werden, wie in Abbildung 3-4 dargestellt.



Kühlmodul

Bestückungsmodul

Infrarot-Heizmodul

Abbildung 3-4: SVK-Anlage: prototypische Umsetzung des strahlungsinduzierten Vakuumkonsolidierens

Das Bestückungsmodul besteht aus einem verschiebbaren Rahmen, der die Werkzeughälften trägt. Bei diesen handelt es sich um spezielle Glaskeramiken, die für Infrarotstrahlung durchlässig sind. Über eine Hubvorrichtung kann die obere Glaskeramik angehoben und das Tapegelege auf der unteren Glaskeramik platziert werden. Das Infrarot (IR) Heizmodul besteht aus zwei symmetrisch aufgebauten IR-Feldern, zwischen denen der verschiebbare Rahmen positioniert werden kann. Dies ermöglicht ein homogenes Aufheizen des Tapegeleges von beiden Seiten. Das Kühlmodul besteht aus zwei wassertemperierten Kühlplatten, die zum Abkühlen an die Glaskeramiken angelegt werden.

Teil der Prozessvorbereitung ist die Konfiguration der SVK-Anlage entsprechend den materialspezifischen Randbedingungen. Diese umfassen die Gelegeabmessungen und -dicke, die erforderliche Zieltemperatur, die Haltezeit bei Zieltemperatur und die Kühlzeit. Im Prototyp der SVK-Anlage ist das IR-Heizmodul so ausgelegt, dass eine maximale Gelegegröße von 400 x 400 mm² verarbeitet werden kann. Die Dichtung zwischen den Glaskeramiken liegt außerhalb des konsolidierbaren Bereiches. Beim Aktivieren des Vakuums entsteht eine Druckdifferenz zwischen der inneren Kammer und der umgebenden Atmosphäre. Dadurch biegen sich die beiden Glaskeramiken durch, bis sie mit dem Tapegelege in Kontakt treten. Der freie Bereich zwischen Dichtung und Tapegelege muss dabei abgestützt werden, da die resultierende Verformung zu inneren Druck- und Biegespannungen führt, welche die Festigkeit der verwendeten Glaskeramik übersteigt. Diese Unterstützung wird mit einem sogenannten Auflager realisiert [52]. Die Vorgehensweise bei der Prozessdurchführung kann in fünf Schritte unterteilt werden:

Gelege zwischen den Glaskeramiken platzieren

Die Glaskeramiken sind gegeneinander abgedichtet und für Infrarotstrahlung durchlässig, die dadurch vom Tapegelege absorbiert werden kann.

Aktivieren des Vakuums

Das Vakuum in der Kammer zwischen den beiden Glaskeramiken wird durch eine Vakuumpumpe aufgebaut. Die Regelung erfolgt manuell über Kugelventile, wobei ein digitales Manometer kontinuierlich den Restdruck misst. Durch den Unterdruck in der Kammer wird der Konsolidierungsdruck auf das Tapegelege im Inneren aufgebaut.

Aufheizen bis Zieltemperatur und Ablauf der Haltezeit

Der verschiebbare Rahmen wird in das IR-Heizmodul geschoben und der Aufheizvorgang manuell initiiert. Für die Regelung der Temperatur werden zwei Pyrometer genutzt. Diese sind im oberen und unteren Heizmodul verbaut und vertikal auf das Zentrum des Tapegeleges ausgerichtet. Beim Erreichen der Zieltemperatur beginnt die eingestellte Haltezeit.

Abkühlen über Kontaktkühlung

Nach Ablauf der Haltezeit wird der Rahmen aus dem Heizmodul entnommen und in das Kühlmodul transferiert. Dieses nutzt das Prinzip der Konduktion indem zwei wassertempериerte Platten an die Glaskeramiken angelegt werden.

Vakuum deaktivieren

Ist das Tapegelege auf die Zieltemperatur abgekühlt, wird der Rahmen zurück in das Bestückungsmodul bewegt und das Vakuum deaktiviert. Das konsolidierte Tapegelege, auch Tapelaminat oder kurz Laminat genannt, kann entnommen werden und der Prozess ist wieder im Ausgangszustand.

Die SVK-Anlage bietet die Möglichkeit Thermoelemente Typ K zur Temperaturmessung zu nutzen. Diese Daten werden gemeinsam mit dem gemessenen Restdruck und den Daten der Pyrometer über den gesamten Prozess in einem Messprogramm aufgezeichnet.

Verglichen mit den von den Herstellern empfohlenen Verarbeitungsprozessen zur Konsolidierung der Tapegelege unterscheidet sich der SVK-Prozess vor allem in zwei Aspekten. Zum einen ist der Konsolidierungsdruck durch die Nutzung eines Vakuums begrenzt. Zum anderen ist die Zykluszeit durch die direkte Aufheizung mittels Infrarotstrahlung, kürzeren Haltezeiten bei Zieltemperatur und größeren Kühlraten bei der Kontaktkühlung wesentlich geringer. Letzterer Aspekt stellt zugleich den größten Vorteil gegenüber anderen Prozessen dar. Hinsichtlich der Zieltemperaturen ist der SVK-Prozess auf maximal 450 °C ausgelegt. Somit können auch Hochtemperatur-Thermoplaste verarbeitet werden.

Stempel-Umformung der Tapelaminat (Bauteilherstellungsprozess)

Der letzte Prozessschritt bei der Materialverarbeitung ist die eigentliche Herstellung von Bauteilen unter Verwendung der konsolidierten Tapelaminat und wird hier als Bauteilherstellungsprozess bezeichnet. Die verschiedenen technischen Umsetzungen eines solchen Prozesses wurden in Abschnitt 2.1.2 eingeführt. Das Umformen und gleichzeitige Funktionalisieren mittels Fließpressen oder Spritzgießen führt meist zu komplex geformten Geometrien, für die der Einfluss einzelner Prozessparameter auf die Bauteileigenschaften nur mit hohem Aufwand bewertet werden kann.

Für die Verarbeitung der Tapelaminat im Rahmen dieser Arbeit wird daher der Bauteilherstellungsprozess auf den Schritt der Stempel-Umformung reduziert. Weiterhin wird anstelle einer komplexen, mehrfach gekrümmten Struktur ein Plattenwerkzeug eingesetzt. Bei den so „umgeformten“ Bauteilen handelt es sich wiederum um zweidimensionale Platten, die für eine umfassende Analyse genutzt werden können. Somit ist es möglich, den Einfluss der Prozessparameter auf die Porosität und den Kristallisationsgrad separat zu bewerten.

Der Bauteilherstellungsprozess beinhaltet die drei Schritte Aufheizen, Transfer und Pressen. Das Aufheizen der Tapelaminat erfolgt mit zwei unterschiedlichen Technologien, um deren Einfluss auf die resultierende Porosität zu vergleichen. Zum einen drucklos in einem offenen IR-Heizfeld. Dieses ist als Schubladensystem konstruiert, bei dem das Laminat auf einem Schubfach aus gespannten Drahtseilen in das Heizfeld einfährt. Darin sind zwei einzelne IR-Strahlerarrays oberhalb und unterhalb des Laminates angeordnet. Die Anlagensteuerung kann die Leistung der Strahler in den Arrays separat steuern, was eine homogene und schnelle Aufheizung ermöglicht. Die Temperaturregelung erfolgt analog zur SVK-Anlage mit zwei Pyrometern. Als Prozessparameter werden die Zieltemperatur für die Laminatoberseite und -unterseite vorgegeben sowie die Haltezeit bei Zieltemperatur. Nach Ablauf der Haltezeit fährt die Schublade automatisiert aus.

Zum anderen wird ein Kontaktheiztisch der Firma *Wickert* verwendet [179]. Für das Aufheizen wird das Tapegelege zwischen zwei Edelstahlbleche gelegt, deren Oberflächen mit dem Trennmittel *Frekote NC-55* behandelt sind. Der gesamte Aufbau wird anschließend auf einem ausziehbaren Gitter platziert und in den Kontaktheiztisch eingefahren. Die Aufheizung erfolgt symmetrisch mit zwei Heizplatten von oben und unten durch eine vertikale Hubbewegung der oberen Platte. Entsprechend der Dicke des Aufbaus aus Gelege und Blechen wird ein Abstand eingestellt, so dass die Heizplatten in Kontakt mit dem Material sind, ohne einen zusätzlichen Druck auszuüben. Das in Kapitel 2.3 beschriebene Dekonsolidieren soll mit dieser Variante zur Aufheizung der Laminare unterdrückt werden.

Der anschließende Transfer in das Plattenwerkzeug erfolgt manuell. Dies ist hier zulässig, da die Fläche des Plattenwerkzeugs größer ist als die der Laminare und eine homogene Temperaturverteilung der Werkzeugoberfläche gewährleistet wird. Somit ist eine exakte Positionierung nicht erforderlich. Das verwendete Plattenwerkzeug ist mit Öl temperiert und kann bis auf 220 °C aufgeheizt werden.

Für das Verpressen der Laminare wird in eine hydraulische Oberkolbenpresse des Typs *DYL 630/500* der Firma *Dieffenbacher GmbH* verwendet. Die Parallelhaltung der Presse ermöglicht das gleichmäßige, parallele Schließen des Werkzeugs. Die maximale Parallelitätsabweichung der Parallellaufzylinderkolben zueinander beträgt $0,2 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$ ausgehend von einer Schließgeschwindigkeit im Bereich von 2,0 bis 10,0 mm/s. Bei Verwendung der Parallelhaltung hat die Presse eine maximale Schließkraft von 500 Tonnen. Abbildung 3-5 zeigt den verwendeten Versuchsaufbau mit Infrarot-Heizfeld im Technikum des Fraunhofer ICT.



Abbildung 3-5: Bauteilherstellungsprozess am Fraunhofer ICT. Links: hydraulische Oberkolbenpresse DYL 630/500. Rechts: IR-Heizfeld mit Pyrometerregelung

3.2 Methoden und Vorgehensweisen

In diesem Abschnitt werden Methoden und Vorgehensweisen vorgestellt, die bei der Versuchsplanung und -durchführung sowie der Ergebnisauswertung angewendet werden. Analog zur Chronologie der Prozesskette werden zunächst die analytischen und theoretischen Methoden für den Prozessschritt Tapelegen eingeführt. Darauf folgt die Beschreibung der Methoden zur Charakterisierung der morphologischen Eigenschaften von Tapes, konsolidierten Laminaten und Bauteilen. Abschließend werden die für die Versuchsdurchführung relevanten Prozessfenster festgelegt.

3.2.1 Einflussfaktoren auf Gaps im Tapelege

Beim *Tapelegen* existieren unterschiedliche prozess- und materialspezifische Faktoren, die einen direkten Einfluss auf die Gaps zwischen den einzelnen Tapeestreifen innerhalb einer Lage des Tapegeleges haben. Diese Gaps müssen beim anschließenden *Konsolidieren* durch transversalen Materialfluss der Matrix, auch Quetschfluss genannt, geschlossen werden. Sind die Gaps zu groß und damit die Fließwege zu lang, bleiben globale Poren im Laminat bestehen. Die maximal tolerierbare Größe eines Gaps ist dabei abhängig vom applizierten Druck, der Verarbeitungstemperatur sowie der Haltezeit. Bei einem Overlap entsteht ebenfalls ein Hohlraum, der durch Quetschfluss geschlossen werden muss. Zusätzlich kommt es auf Grund eines Overlaps zu einer lokalen Variation der Gelegedicke. Diese induziert eine inhomogene Druckverteilung beim Konsolidieren. Beide Varianten sind schematisch in Abbildung 3-6 dargestellt. Um Gaps und Overlaps miteinander zu vergleichen, werden im Weiteren nur die Querschnittsflächen der Hohlräume betrachtet.

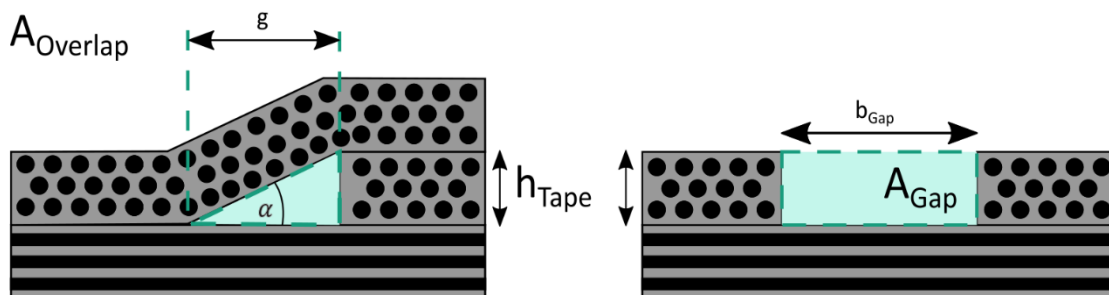


Abbildung 3-6: Entstehende Querschnittsflächen bei Overlaps (links) und Gaps (rechts)

Beim Prozessschritt Tapelegen werden die einzelnen UD-Tapes schichtweise in Lagen übereinander platziert. Kommt es in einer Lage zu einem Overlap, wird in der nächsten Lage ein Tapeestreifen darauf abgelegt. Beim anschließenden Verschweißen wirkt ein Druck auf den platzierten Tapeestreifen. Dadurch werden auch die Streifen in den darunterliegenden Lagen kompaktiert. Dies hat zur Folge, dass sich der Winkel α vergrößert und in Winkeln von $\alpha \geq 45^\circ$ resultiert. Dieser Effekt wird in Abbildung 3-7 dargestellt.

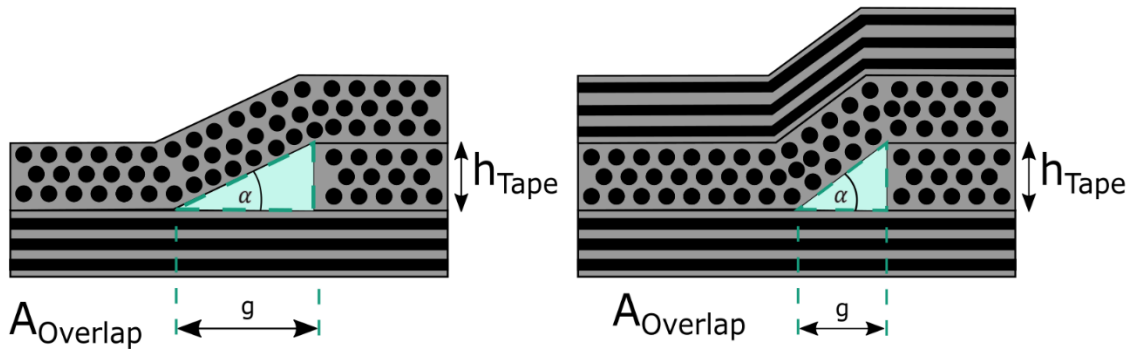


Abbildung 3-7: Schematische Darstellung eines Overlaps (links) und eines Overlaps mit darüber platziertem Tapeestreifen (rechts)

Der zu füllende Querschnitt eines Gaps A_{Gap} berechnet sich nach Formel (3-1) aus der Tapehöhe h_{Tape} und der Gapbreite b_{Gap} .

$$A_{\text{Gap}} = h_{\text{Tape}} * b_{\text{Gap}} \quad (3-1)$$

Bei einem Overlap beeinflussen die Tapehöhe und der Winkel α den zu füllenden Querschnitt A_{Overlap} . Dieser berechnet sich entsprechend Formel (3-2).

$$A_{\text{Overlap}} = \frac{1}{2} * h_{\text{Tape}} * g = \frac{1}{2} * h_{\text{Tape}} * \frac{h_{\text{Tape}}}{\tan(\alpha)} = \frac{h_{\text{Tape}}^2}{2 \tan(\alpha)} \quad (3-2)$$

Unter der Annahme, dass die gleiche Tapehöhe vorliegt, gilt der folgende Zusammenhang:

$$A_{\text{Overlap}} < A_{\text{Gap}} \quad \frac{h_{\text{Tape}}^2}{2 \tan(\alpha)} < h_{\text{Tape}} * b_{\text{Gap}} \quad \frac{h_{\text{Tape}}}{2 b_{\text{Gap}}} < \tan(\alpha) \quad (3-3)$$

Auf Basis von Formel (3-3) und Abbildung 3-7 soll gezeigt werden, dass Gaps einen kritischeren Einfluss auf die resultierende Porosität haben als Overlaps. Für eine Tapehöhe von $h_{\text{Tape}} = 140 \mu\text{m}$ wird die Querschnittsfläche A_{Overlap} für Winkel von $90^\circ > \alpha \geq 45^\circ$ berechnet. Die Ergebnisse sind in Tabelle 3-2 gezeigt. Unter Verwendung von Formel (3-3) kann die minimale Gapbreite b_{Gap} berechnet werden, für welche die Querschnittsfläche A_{Gap} größer ist als die Fläche A_{Overlap} . Diese Werte sind ebenfalls in der Tabelle dargestellt.

Tabelle 3-2: Querschnittsfläche A_{Overlap} für verschiedene Winkel α und die zugehörige Breite b_{Gap} für $A_{\text{Gap}} > A_{\text{Overlap}}$.

Winkel α [°]	45	50	60	70	90
Fläche A_{Overlap} [mm ²]	0,0098	0,0082	0,0057	0,0036	0,0017
Breite b_{Gap} [mm]	0,0700	0,0587	0,0404	0,0255	0,0123

Die Ergebnisse zeigen, dass bei einem Winkel von $\alpha = 45^\circ$ bereits ein Gap mit einer Größe von $b_{\text{Gap}} = 0,07$ mm eine größere Querschnittsfläche erzeugt als ein Overlap. Aufgrund der Prozessgenauigkeit und der Variation der Tapebreite ist es wahrscheinlich, dass entstehende Gaps größer als 0,07 mm sind. Somit kann gezeigt werden, dass die durch Gaps erzeugten Hohlräume größer und daher kritischer für die Porosität sind.

Nachdem eingeführt wurde, warum sich Gaps und Overlaps auf die Porosität auswirken und welcher der beiden Defekte als kritischer zu betrachten ist, werden im Folgenden die Einflussfaktoren auf die Entstehung von Gaps und Overlaps beschrieben. Diese Faktoren sind in erster Linie prozessspezifisch und umfassen die Führungs- und Wiederholgenauigkeit (siehe Abschnitt 3.1.2) sowie die Prozessparameter beim Tapelegen. Zusätzlich stellt die Tapebreite einen materialspezifischen Einflussfaktor dar. Beim Prozessschritt *Tapelegen* treten alle diese Faktoren in Wechselwirkung und müssen bereits vor Prozessbeginn bei der Programmierung der Anlage berücksichtigt werden.

Für die Herstellung eines Tapegeleges ist die Programmierung einer Gelegedatei in der anlagenspezifischen Software *TailorGen* erforderlich. Hierbei werden als Prozessparameter Sollwerte für die Tapebreite und den Gap zwischen den Tapestreifen vorgegeben. Die Anlage nutzt diese eingestellten Werte als Referenz bei der Positionierung der Tapestreifen auf dem Rotationstisch. Da die reale Breite der Tapes von dem vorgegebenen Sollwert abweichen kann, können die resultierenden Abstände ebenfalls vom Sollwert abweichen. Somit entstehen größere oder kleinere Gaps bis hin zu Overlaps. Zusätzlich überlagert die Prozessgenauigkeit der Anlage die Abweichung zwischen Soll- und Ist-Position. Das übergeordnete Ziel bei der Programmierung einer Gelegedatei ist es, Gaps und Overlaps zu vermeiden, indem die eingestellten Sollwerte unter Berücksichtigung der Prozessgenauigkeit an die reale Tapebreite angepasst werden. Hierdurch soll sich der Einfluss von Gaps und Overlaps auf die Porosität reduzieren. Beide Defekte vollständig zu vermeiden ist nicht möglich, da dieser Ansatz zu einem Zielkonflikt führt:

- Sollen Gaps vollständig vermieden werden, so muss die minimale reale Tapebreite als Sollwert eingestellt und ein Gap von 0 mm gewählt werden. Das bedeutet jedoch, dass an allen Stellen des Tapes, an denen die reale Breite größer ist als die minimal Breite, Overlaps im Gelege entstehen.
- Sollen umgekehrt Overlaps vollständig vermieden werden, muss die maximale reale Breite als Sollwert eingestellt und der Gap zwischen zwei Tapes auf 0 mm gesetzt werden. Dadurch entstehen an allen Stellen des Tapes, bei denen die reale Breite geringer ist als die eingestellte Breite Gaps im Gelege.

Bei diesen Szenarien wird zudem die Prozessgenauigkeit noch nicht berücksichtigt. Wird diese miteinbezogen, wächst die Komplexität der Betrachtung weiter an. Um diesen Zielkonflikt zu lösen und ein Optimum für die Prozessparameter Tapebreite und Gap zu finden, ist eine detaillierte Betrachtung der Wechselwirkungen erforderlich.

Hierfür wird eine Methodik entwickelt, mit der die Prozessparameter für ein definiertes Materialsystem und dessen reale Tapebreite festgelegt werden können [180]. Erforderliche Eingangsdaten für die Anwendung der Methodik sind zunächst die prozessspezifischen Parameter Führungsgenauigkeit und die Wiederholgenauigkeit. Im Folgenden wird vorgestellt, wie diese beiden Parameter ermittelt werden.

Die *Führungsgenauigkeit* $T_{Führ}$ beschreibt die Differenz des realen Abstands der Profile zur Materialführung $b_{Führung}$ und der eingestellten Tapebreite b_{Soll} in y -Richtung. Um diese zu ermitteln, wird eine Tapebreite vorgegeben und die Gelegherstellung initiiert. Dadurch bewegen sich die Profile in die Sollposition entsprechend der eingestellten Breite. Nach dem die Sollposition erreicht ist, wird der Abstand zwischen den Profilen gemessen. Anschließend werden die Profile manuell in eine andere Position bewegt, die Gelegherstellung erneut initiiert und der Abstand wiederum gemessen. Damit wird gleichzeitig die Wiederholgenauigkeit und Reproduzierbarkeit der erreichten Werte berücksichtigt. Der Mittelwert aus den Abweichungen wird als Führungsgenauigkeit definiert und berechnet sich entsprechend Formel (3-4). Für die weitere Methodenentwicklung wird angenommen, dass sich die Führungsgenauigkeit symmetrisch zur Mittelachse des Tapes verhält und sich mit $\pm \frac{T_{Führ}}{2}$ auf die Tapeposition in y -Richtung auswirkt. Abbildung 3-8 veranschaulicht die Führungsgenauigkeit der Tapes beim Transport in x -Richtung.

$$T_{Führ} = \frac{\sum_{i=1}^n (b_{Führung,i} - b_{Soll})}{n} \quad (3-4)$$

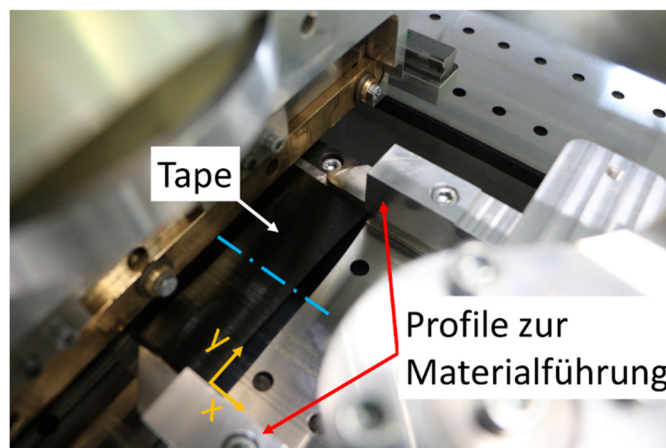


Abbildung 3-8: Darstellung der Führungsgenauigkeit in y -Richtung mit Symmetrieachse des Tapes (blau), die Transportrichtung verläuft in x -Richtung

Die *Wiederholgenauigkeit* T_{Wdh} beschreibt beim Tapelegen die Genauigkeit, mit welcher ein Tapestreifen wiederholt an derselben Position abgelegt wird. Sie wird in Abhängigkeit der Fördergeschwindigkeit nach der folgenden Vorgehensweise ermittelt.

Für eine konstante Geschwindigkeit wird ein einzelner Tapestreifen auf dem Rotationstisch abgelegt und dessen Position y_{Ref} auf dem Tisch markiert. Anschließend wird der

Streifen entfernt und ein weiterer erneut abgelegt. Die Position y_i des zweiten Streifens sowie ein daneben platzierter Maßstab wird mit einer digitalen Spiegelreflexkamera senkrecht von oben fotografiert. Für dieses Bild wird mit der Software *ImageJ* der Abstand zwischen der Markierung und der Kante des zweiten Tapestreifens in y -Richtung gemessen. Eine schematische Darstellung ist in Abbildung 3-9 gegeben. Die Wiederholgenauigkeit für einen einzelnen Vorgang lässt sich mit Formel (3-5) berechnen. Je untersuchter Fördergeschwindigkeit wird der Vorgang fünf Mal durchgeführt. Für alle Messungen bei derselben Geschwindigkeit werden Minimum $T_{Wdh,min}$, Maximum $T_{Wdh,max}$, Mittelwert $T_{Wdh,mean}$ und Standardabweichung σ_{Wdh} bestimmt. Für die weitere Methodenentwicklung wird die Geschwindigkeit gewählt, bei der die geringste Standardabweichung vorliegt. Als erstes Zwischenergebnis wird hiermit die Fördergeschwindigkeit festgelegt.



Abbildung 3-9: Schematische Darstellung der Wiederholgenauigkeit

$$T_{Wdh} = y_{Ref} - y_i \quad (3-5)$$

Nachdem die Eingangsparameter der Methodik definiert wurden, wird im nächsten Schritt der Methodenentwicklung eine Fallunterscheidung eingeführt. Diese berücksichtigt die reale Tapebreite als materialspezifischen Einflussfaktor. Ziel der Fallunterscheidung ist es eine Formel zur Berechnung der maximalen und minimalen Gapgröße in Abhängigkeit der realen Tapebreite, der eingestellten Tapebreite und dem eingestellten Gap aufzustellen. In dieser Formel werden ausschließlich die Extremwerte der Einflussfaktoren Führungsgenauigkeit und Wiederholgenauigkeit in Kombination mit der minimalen oder maximalen realen Tapebreite berücksichtigt.

Mit der Formel kann demnach der Worst-Case hinsichtlich minimaler und maximaler Gapgröße bestimmt werden. Ist der Wert für die minimale Gapgröße negativ, liegt ein Overlap vor. Die reale Verteilung der Gapgröße liegt zwischen den für den jeweiligen Fall ausgerechneten Worst-Case Werten. Für die Fallunterscheidung wird das Verhältnis von realer Tapebreite b_{Tape} zu eingestellter Tapebreite b_{Soll} in drei Fälle unterschieden. Diese werden in den folgenden Abschnitten einzeln vorgestellt.

Fall 1: Die reale Tapebreite entspricht der eingestellten Tapebreite $b_{Tape} = b_{Soll}$

Im ersten Fall stimmt die reale mit der eingestellten Breite überein, wie in Abbildung 3-10 schematisch dargestellt. In diesem Fall wird die Ist-Tapeposition in y -Richtung nur durch die Führungsgenauigkeit und die Wiederholgenauigkeit beeinflusst.

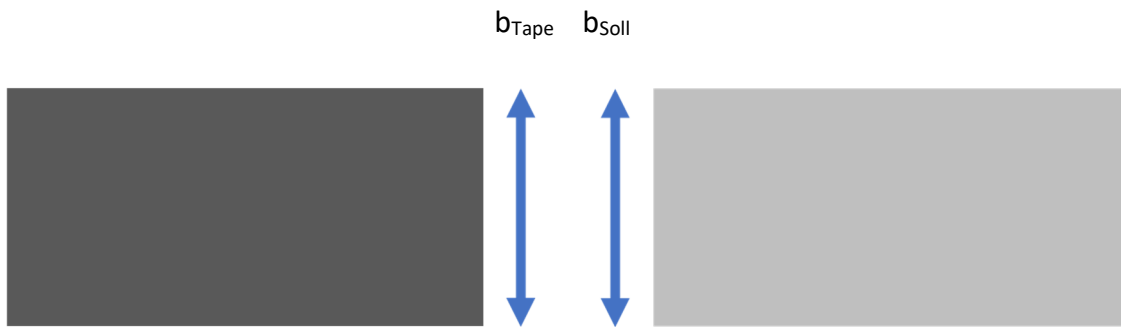


Abbildung 3-10: Schematische Darstellung von Fall 1 $b_{Tape} = b_{Soll}$

Die Abweichung von der Sollposition wird für die linke und rechte Kante des Tapestreifens einzeln angegeben. Dabei wird die maximale Position in y -Richtung durch die Variablen $y_{Si\ max,L}$ für die linke bzw. $y_{Si\ max,R}$ für die rechte Tapekante ausgedrückt. Diese Position wird für den maximalen Wert für $T_{Führ}$ in positiver y -Richtung und $T_{Wdh,max}$ erreicht. Eine schematische Darstellung der maximalen Position ist in Abbildung 3-11 gezeigt. Die Werte für $y_{Si\ max,L}$ und $y_{Si\ max,R}$ berechnen sich entsprechend den Formeln (3-6) und (3-7). Die Bezeichnung $i = n$ im Index der Variablen steht dabei für die Nummer n des Tapestreifens. In der Abbildung wird der erste Tapestreifen dargestellt, daher ist $i = 1$.

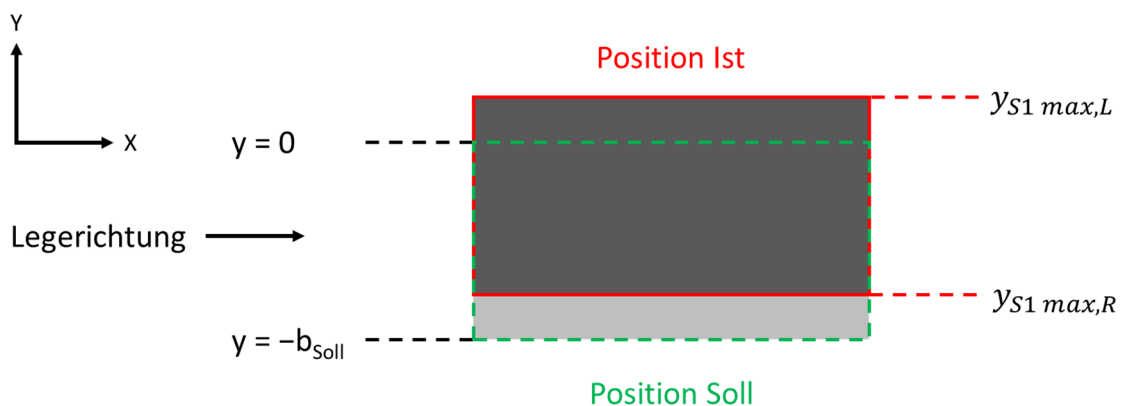


Abbildung 3-11: Maximale Position in y -Richtung für Fall 1

$$y_{S1\ max,L} = \frac{T_{Führ}}{2} + T_{Wdh,max} \quad (3-6)$$

$$y_{S1\ max,R} = \frac{T_{Führ}}{2} + T_{Wdh,max} - b_{Tape} \quad (3-7)$$

Die minimale Position wird durch die Variablen $y_{Si\ min,L}$ bzw. $y_{Si\ min,R}$ beschrieben. Diese Position liegt für den maximalen Wert für $T_{Führ}$ in negativer y -Richtung und $T_{Wdh,min}$ vor.

Die schematische Darstellung dieser Position zeigt Abbildung 3-12. Die Werte für $y_{Si\ min,L}$ und $y_{Si\ min,R}$ berechnen sich entsprechend den Formeln (3-8) und (3-9).

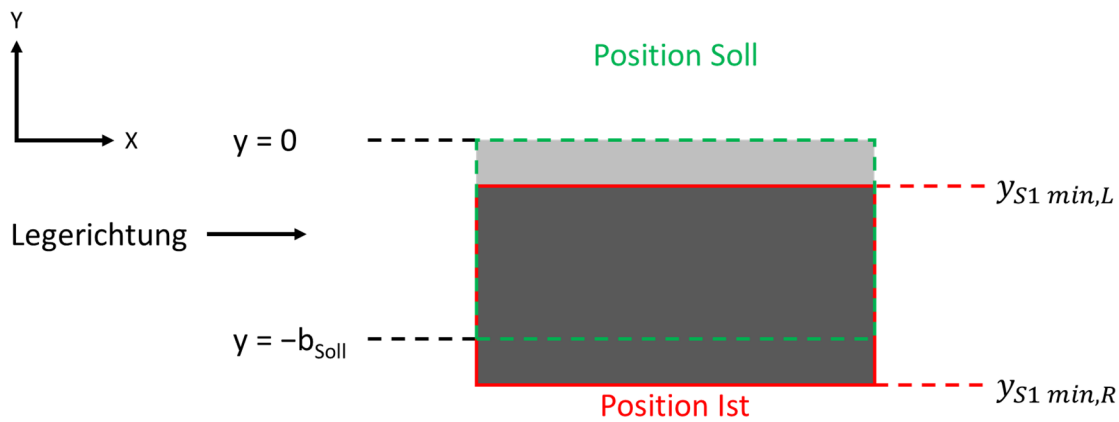


Abbildung 3-12: Minimale Position in y-Richtung für Fall 1

$$y_{S1\ min,L} = -\frac{T_{Führ}}{2} + T_{Wdh,min} - (b_{Soll} - b_{Tape}) \quad (3-8)$$

$$y_{S1\ min,R} = -\frac{T_{Führ}}{2} + T_{Wdh,min} - b_{Soll} \quad (3-9)$$

Auf Basis der maximalen und minimalen Positionen der Tapeanten kann im Weiteren berechnet werden, welche maximalen und minimalen Gaps bei der Ablage von zwei Tapeastreifen nebeneinander auftreten können. Der maximale Gap $b_{Gap,Ist\ max}$ liegt vor, wenn Tapestreifen 1 bei der maximalen Position und Tapestreifen 2 bei der minimalen Position abgelegt wird. Der minimale Gap $b_{Gap,Ist\ min}$ oder ein Overlap liegt vor, wenn Tapestreifen 1 bei der minimalen und Tapestreifen 2 bei der maximalen Position abgelegt wird. Beide Zustände werden in Abbildung 3-13 und Abbildung 3-14 dargestellt.

Die Berechnung der maximalen Gapgröße $b_{Gap,Ist\ max}$ erfolgt durch Subtraktion der Tapeantenpositionen in y-Richtung entsprechend Formel (3-10).

$$b_{Gap,Ist\ max} = y_{S1\ max,L} - y_{S2\ min,L} + b_{Soll} + b_{Gap,Soll} - b_{Tape} \quad (3-10)$$

Durch Einsetzen der Formeln (3-6) und (3-8) in Formel (3-10) erhält man die allgemeine Form der maximalen Gapgröße $b_{Gap,Ist\ max}$ entsprechend Formel (3-11).

$$b_{Gap,Ist\ max} = T_{Führ} + T_{Wdh,max} - T_{Wdh,min} + 2b_{Soll} + b_{Gap,Soll} - 2b_{Tape} \quad (3-11)$$

Da bei Fall 1 $b_{Tape} = b_{Soll}$ gilt, ergibt sich Formel (3-12) für die maximale Gapgröße.

$$b_{Gap,Ist\ max} = T_{Führ} + T_{Wdh,max} - T_{Wdh,min} + b_{Gap,Soll} \quad (3-12)$$

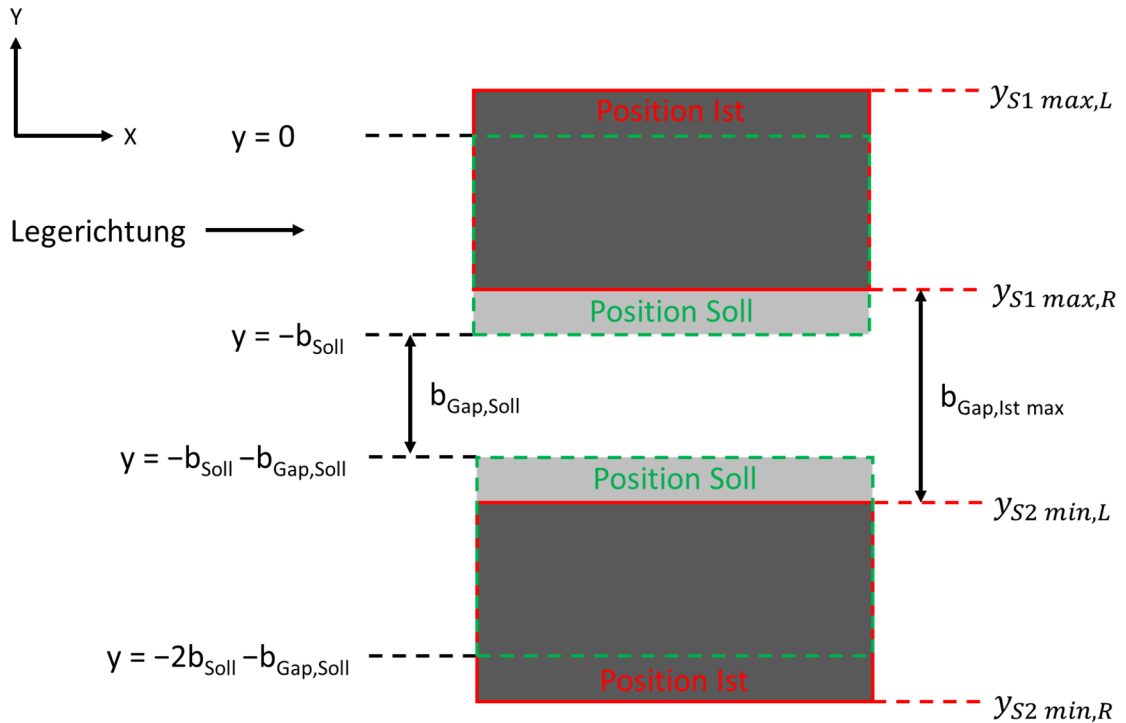


Abbildung 3-13: Schematische Darstellung der maximalen Gapgröße für den Fall 1

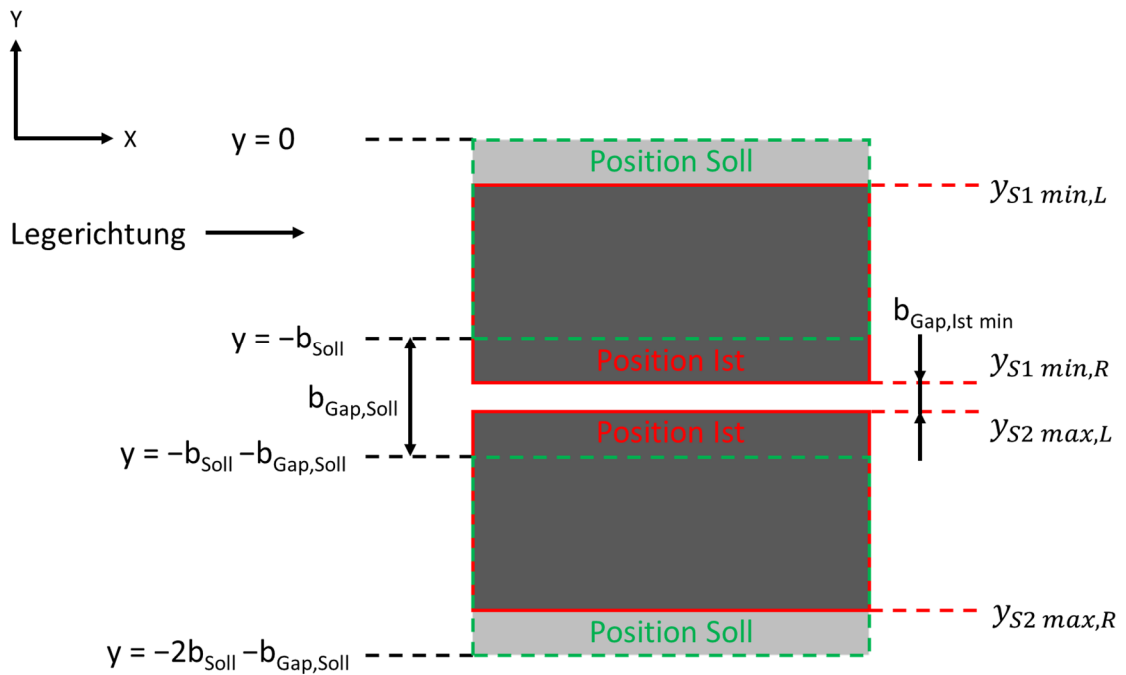


Abbildung 3-14: Schematische Darstellung der minimalen Gapgröße für den Fall 1

Die Berechnung der minimalen Gapgröße $b_{\text{Gap,Ist min}}$ erfolgt analog zur Vorgehensweise bei der Berechnung von $b_{\text{Gap,Ist max}}$ entsprechend Formel (3-13) und führt durch Einsetzen von $y_{S1 \text{ min,L}}$ und $y_{S2 \text{ max,L}}$ zur allgemeinen Form entsprechend Formel (3-14).

$$b_{\text{Gap,Ist min}} = y_{S1 \text{ min,L}} - y_{S2 \text{ max,L}} + b_{\text{Soll}} + b_{\text{Gap,Soll}} - b_{\text{Tape}} \quad (3-13)$$

$$b_{\text{Gap,Ist min}} = -T_{\text{Führ}} + T_{\text{Wdh,min}} - T_{\text{Wdh,max}} + b_{\text{Gap,Soll}} \quad (3-14)$$

Die minimale Gapgröße $b_{\text{Gap,Ist min}}$ ist damit unabhängig von der realen Tapebreite b_{Soll} und der eingestellten Tapebreite b_{Tape} . Sie wird nur durch die Führungsgenauigkeit, die Wiederholungsgenauigkeit und den eingestellten Gap beeinflusst. Auf Basis von Formel (3-12) und (3-14) können die beiden Worst-Case Szenarien für Fall 1 berechnet werden. Diese werden im Weiteren als Kriterium für die Methodik genutzt.

Fall 2: Die reale Tapebreite ist geringer als die eingestellte Tapebreite $b_{\text{Tape}} < b_{\text{Soll}}$

Im zweiten Fall ist die reale Tapebreite geringer als die eingestellte Breite, wie in Abbildung 3-15 dargestellt. Hierdurch entsteht ein zusätzlicher Einfluss auf die Tapeposition, da sich das Tape zwischen den Profilen zur Materialführung in y-Richtung bewegen kann.

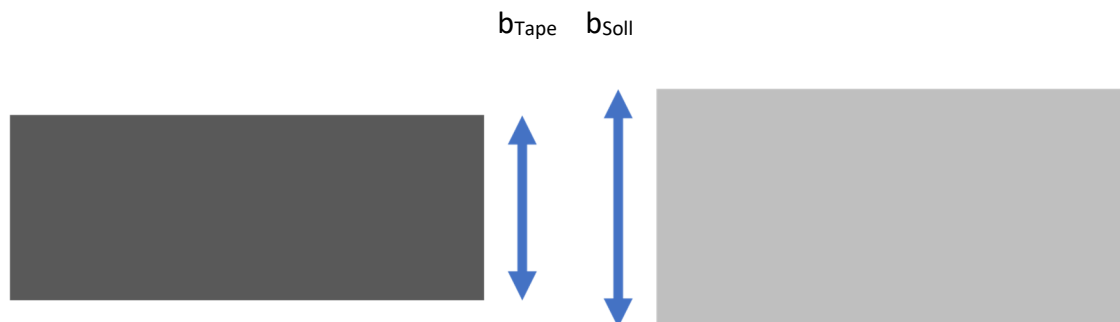


Abbildung 3-15: Schematische Darstellung von Fall 2 $b_{\text{Tape}} < b_{\text{Soll}}$

Die maximale Position der linken Tapekante in y-Richtung $y_{Si \text{ max,L}}$ bleibt davon unverändert. Diese liegt identisch zu Fall 1 bei dem maximalen Wert für $T_{\text{Führ}}$ in positiver y-Richtung und $T_{\text{Wdh,max}}$ vor. Die minimale Position der rechten Tapekante $y_{Si \text{ min,R}}$ ist ebenfalls identisch zu Fall 1 und wird beim maximalen Wert für $T_{\text{Führ}}$ in negativer y-Richtung und $T_{\text{Wdh,min}}$ erreicht. Da $y_{Si \text{ max,L}}$ und $y_{Si \text{ min,R}}$ identisch zu Fall 1 sind, berechnet sich der minimale Gap (vergleiche Abbildung 3-14) ebenfalls entsprechend Formel (3-14).

Die maximale Position der rechten Tapekante $y_{Si \text{ max,R}}$ sowie die minimale Position der linken Tapekante $y_{Si \text{ min,L}}$ ändern sich jedoch aufgrund der Tapebreite, was in Abbildung 3-16 und Abbildung 3-17 gezeigt wird. Hierdurch nimmt auch der maximale Gap zu, wie in Abbildung 3-18 dargestellt.

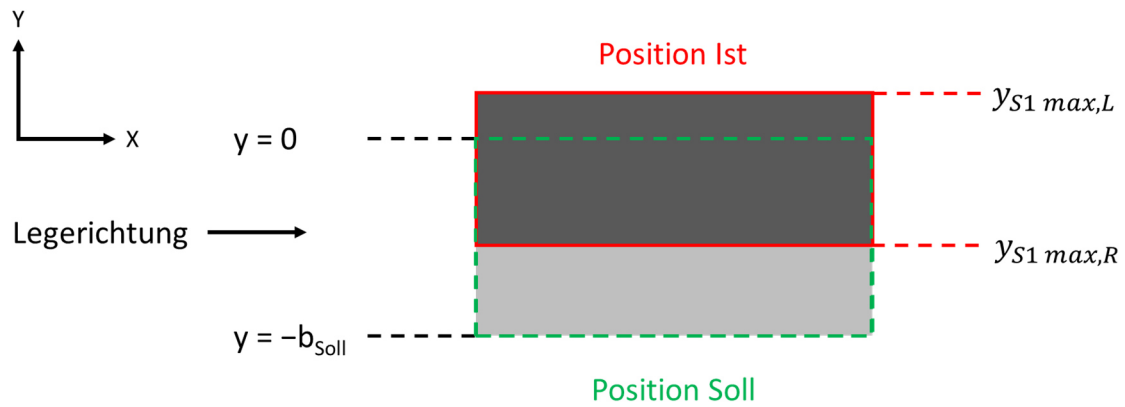


Abbildung 3-16: Maximale Position in y-Richtung für Fall 2

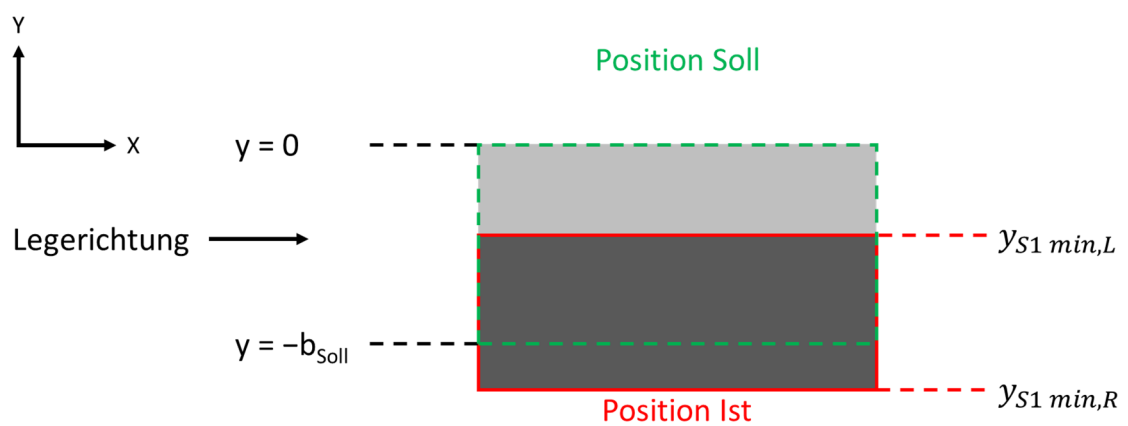


Abbildung 3-17: Minimale Position in y-Richtung für Fall 2

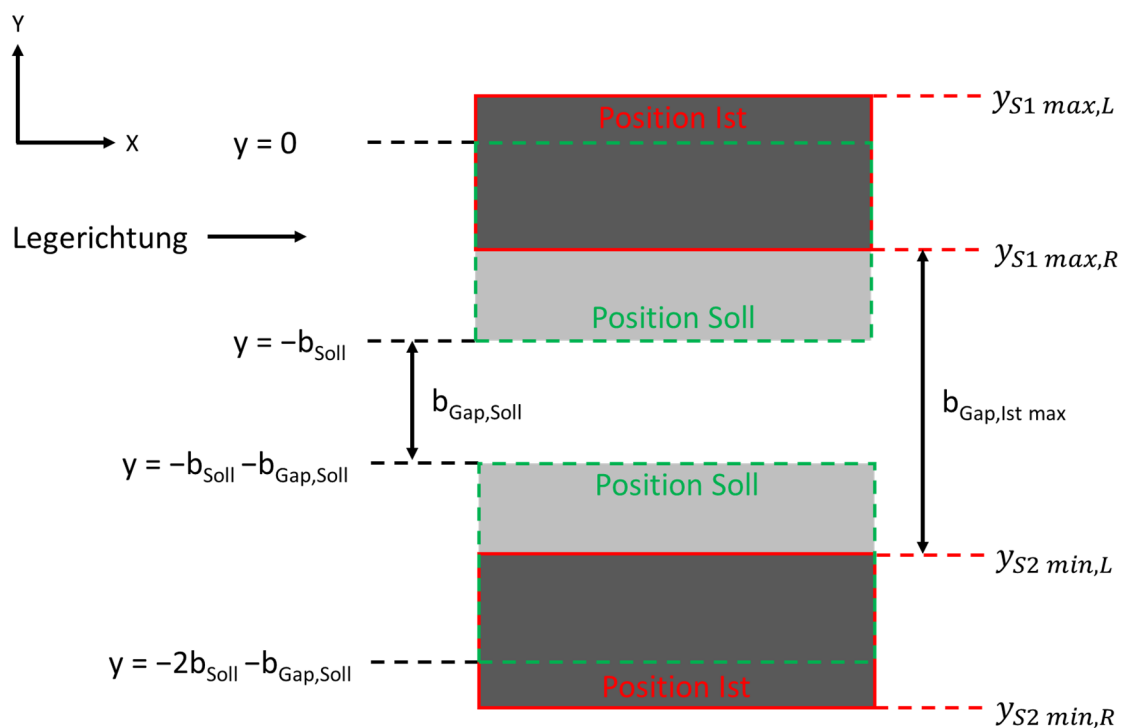


Abbildung 3-18: Schematische Darstellung der maximalen Gapgröße für den Fall 2

Da die Methodik das Worst-Case Szenario betrachtet, wird für die reale Tapebreite der kleinste gemessene Wert $b_{Tape,min}$ eingesetzt. Bei diesem ist die Differenz zu b_{Soll} am größten. Mit $b_{Tape} = b_{Tape,min}$ ergibt sich aus Formel (3-15) der maximale Wert für $b_{Gap,Ist max}$.

$$b_{Gap,Ist max} = T_{Führ} + T_{Wdh,max} - T_{Wdh,min} + 2b_{Soll} + b_{Gap,Soll} - 2b_{Tape,min} \quad (3-15)$$

Fall 3: Die reale Tapebreite ist größer als die eingestellte Tapebreite $b_{Tape} > b_{Soll}$

Der dritte Fall beschreibt das letztmögliche Szenario, bei dem die reale Tapebreite größer ist als die eingestellte Tapebreite, wie in Abbildung 3-19 skizziert. Die resultierenden Gapgrößen $b_{Gap,Ist max}$ und $b_{Gap,Ist min}$ werden dadurch kleiner und die Wahrscheinlichkeit für einen Overlap steigt. Dies ist in Abbildung 3-20 und Abbildung 3-21 dargestellt.

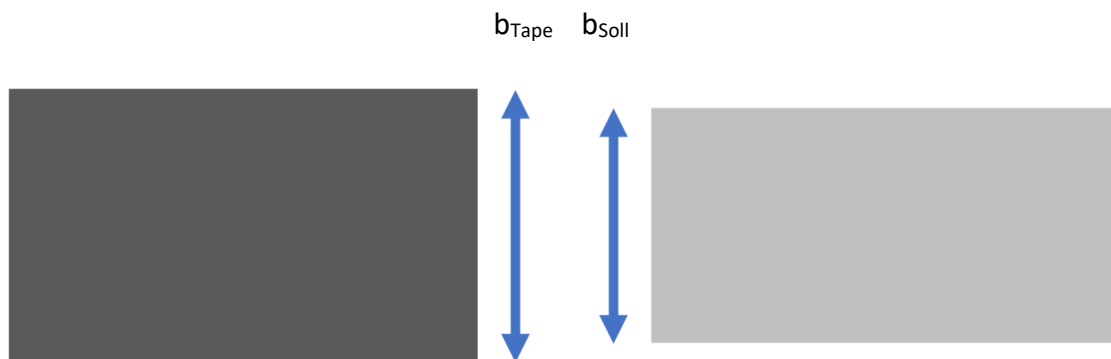


Abbildung 3-19: Schematische Darstellung von Fall 3 $b_{Tape} > b_{Soll}$

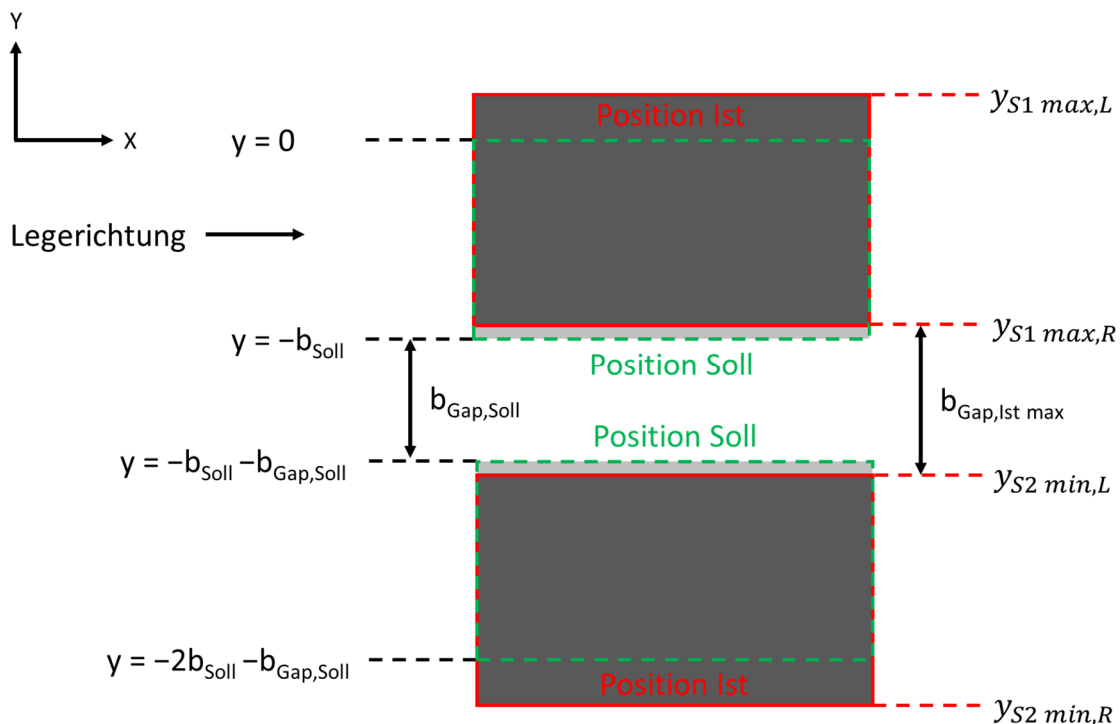


Abbildung 3-20: Schematische Darstellung der maximalen Gapgröße für den Fall 3

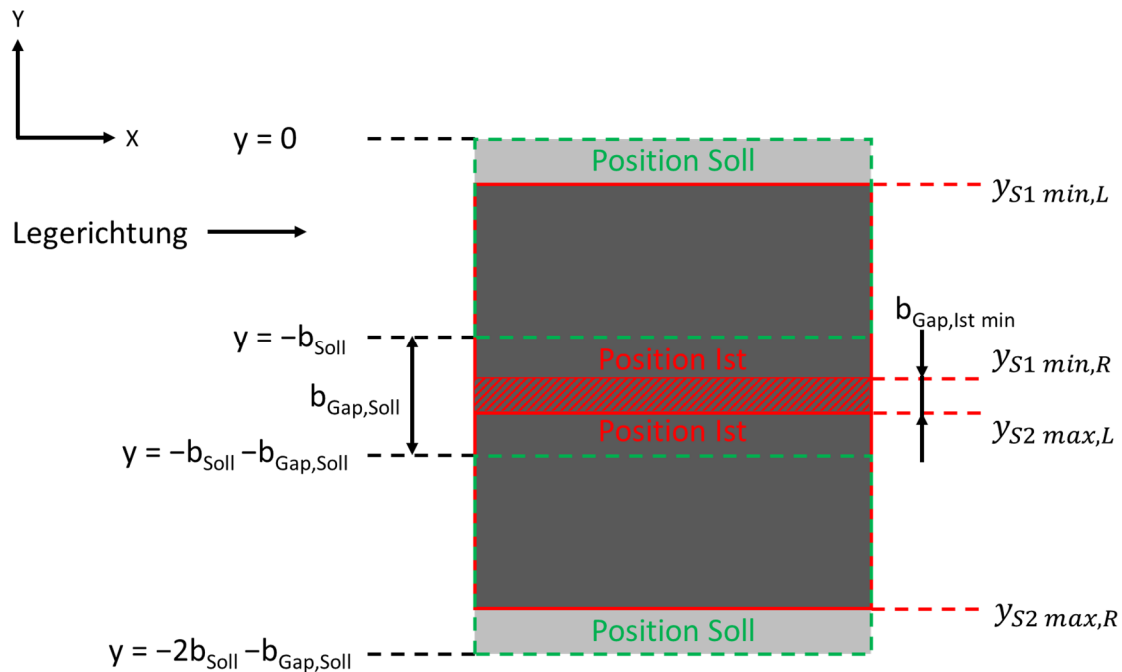


Abbildung 3-21: Schematische Darstellung der minimalen Gapgröße für den Fall 3. Hier liegt $b_{Gap,Ist\ min}$ als Overlap vor und wird als schraffierte Fläche dargestellt

Auf Grund der Führungsgenauigkeit, die sich aus der Differenz zwischen der eingestellten Tapebreite und der Breite der Materialführung berechnet, muss der Fall 3 in die zwei folgenden Fälle unterschieden werden:

Fall 3a: Die reale Tapebreite ist größer als die eingestellte Tapebreite aber kleiner als die Summe aus eingestellter Breite und der Führungsgenauigkeit $b_{Soll} + T_{Führ} \geq b_{Tape} > b_{Soll}$.

Fall 3b: Die reale Tapebreite ist größer als die Summe aus der eingestellten Breite und der Führungsgenauigkeit $b_{Tape} > b_{Soll} + T_{Führ}$.

Es wird zunächst *Fall 3a* beschrieben. Hierbei hängt die Tapeposition in y-Richtung wie bei Fall 2 von den prozess- und materialspezifischen Faktoren ab. Die Gapgrößen $b_{Gap,Ist\ max}$ und $b_{Gap,Ist\ min}$ werden darum ebenfalls mit den Formeln (3-11) und (3-14) berechnet. Die reale Tapebreite hat daher nur einen Einfluss auf den maximalen Gap $b_{Gap,Ist\ max}$. Hierfür tritt der Worst-Case dann auf, wenn die reale Tapebreite identisch zur Summe aus der eingestellten Breite und der Führungsgenauigkeit ist, so dass $b_{Tape} = b_{Soll} + T_{Führ}$ gilt. Setzt man dies in die allgemeine Form zur Berechnung der maximalen Gapgröße Formel (3-11) ein, so ergibt sich Formel (3-16) für die Berechnung von $b_{Gap,Ist\ max}$ für den Fall 3a.

$$b_{Gap,Ist\ max} = -T_{Führ} + T_{Wdh,max} - T_{Wdh,min} + b_{Gap,Soll} \quad (3-16)$$

Dies zeigt, dass der maximal mögliche Gap genau wie der minimal mögliche Gap bei Fall 3a nur von der Führungsgenauigkeit, der Wiederholgenauigkeit und dem eingestellten Gap abhängig ist.

Für den *Fall 3b* wird zunächst folgende Annahme getroffen:

Da die reale Tapebreite größer ist als die Summe aus eingestellter Breite und Führungsgenauigkeit, wölbt sich das Tape beim Durchlaufen der Materialführung quer zur Faserichtung in positive z-Richtung. Nachdem das Tape die Materialführung passiert hat, relaxiert sich die Wölbung und das Tape expandiert symmetrisch zur Mittelachse.

Diese Annahme ist zulässig, da in z-Richtung keine Materialführung existiert, die das Wölben einschränkt. Auf Grund dieser Annahme werden die Formeln zur Berechnung der maximalen und minimalen Positionen der Tapekanten in y-Richtung neu aufgestellt.

Die maximale Position der linken Tapekante in y-Richtung $y_{Si\ max,L}$ ergibt sich aus der halben Differenz zwischen der realen Tapebreite b_{Tape} und der eingestellten Breite b_{Soll} sowie der Wiederholgenauigkeit $T_{Wdh,max}$ entsprechend Formel (3-17). Analog dazu wird die minimale Position der linken Tapekante in y-Richtung $y_{Si\ min,L}$ aus der halben Differenz der realen Tapebreite b_{Tape} und der eingestellten Breite b_{Soll} sowie der Wiederholgenauigkeit $T_{Wdh,min}$ entsprechend Formel (3-18) berechnet. Die Positionen der rechten Tapekante werden durch Subtraktion der realen Tapebreite bestimmt. Da diese Positionen für die weiteren Berechnungen irrelevant sind, wird auf die zusätzliche Darstellung verzichtet.

$$y_{Si\ max,L} = \frac{(b_{Tape,max} - b_{Soll})}{2} + T_{Wdh,max} \quad (3-17)$$

$$y_{Si\ min,L} = \frac{(b_{Tape,max} - b_{Soll})}{2} + T_{Wdh,min} \quad (3-18)$$

Der Worst-Case tritt für den Fall 3b ein, wenn für die reale Tapebreite b_{Tape} der maximale Wert $b_{Tape,max}$ eingesetzt wird. Bei diesem ist die Differenz zwischen b_{Soll} und b_{Tape} am größten. Die Berechnung des maximalen Gaps $b_{Gap,Ist\ max}$ wird auf Basis von Formel (3-10) abgeleitet und erfolgt entsprechend Formel (3-19).

$$b_{Gap,Ist\ max} = T_{Wdh,max} - T_{Wdh,min} + b_{Soll} + b_{Gap,Soll} - b_{Tape,max} \quad (3-19)$$

Die minimale Gapgröße $b_{Gap,Ist\ min}$ wird basierend auf Formel (3-13) wie folgt berechnet.

$$b_{Gap,Ist\ min} = T_{Wdh,min} - T_{Wdh,max} + b_{Soll} + b_{Gap,Soll} - b_{Tape,max} \quad (3-20)$$

Mit den für die einzelnen Fallunterscheidungen aufgestellten Formeln ist es möglich, die maximalen Gaps und die minimalen Gaps bzw. Overlaps in Abhängigkeit der prozessspezifischen Einflussfaktoren *Führungsgenauigkeit* und *Wiederholgenauigkeit*, den Prozessparametern *eingestellte Tapebreite* und *eingestellter Gap* sowie der materialspezifischen *realen Tapebreite* zu berechnen. Abschließend sind in Tabelle 3-3 alle Formeln zusammengefasst.

Tabelle 3-3: Übersicht der Formeln zur Berechnung der maximalen und minimalen Gaps für die Fälle 1 - 3b

Fall	Maximaler Gap $b_{\text{Gap,Ist max}}$
1	$b_{\text{Gap,Ist max}} = T_{\text{Führ}} + T_{\text{Wdh,max}} - T_{\text{Wdh,min}} + b_{\text{Gap,Soll}}$
2	$b_{\text{Gap,Ist max}} = T_{\text{Führ}} + T_{\text{Wdh,max}} - T_{\text{Wdh,min}} + 2b_{\text{Soll}} + b_{\text{Gap,Soll}} - 2b_{\text{Tape,min}}$
3a	$b_{\text{Gap,Ist max}} = -T_{\text{Führ}} + T_{\text{Wdh,max}} - T_{\text{Wdh,min}} + b_{\text{Gap,Soll}}$
3b	$b_{\text{Gap,Ist max}} = T_{\text{Wdh,max}} - T_{\text{Wdh,min}} + b_{\text{Soll}} + b_{\text{Gap,Soll}} - b_{\text{Tape,max}}$

Fall	Minimaler Gap $b_{\text{Gap,Ist min}}$
1	$b_{\text{Gap,Ist min}} = -T_{\text{Führ}} + T_{\text{Wdh,min}} - T_{\text{Wdh,max}} + b_{\text{Gap,Soll}}$
2	
3a	
3b	$b_{\text{Gap,Ist min}} = T_{\text{Wdh,min}} - T_{\text{Wdh,max}} + b_{\text{Soll}} + b_{\text{Gap,Soll}} - b_{\text{Tape,max}}$

Für das Festlegen der Prozessparameter *eingestellte Tapebreite* und *eingestellter Gap* unter Verwendung der aufgestellten Formeln werden zwei Eingangsgrößen benötigt: die *reale Tapebreite* sowie der *maximal tolerierbare Gap* $b_{\text{Gap,max. tol.}}$. Im nächsten Abschnitt wird beschrieben, mit welcher Vorgehensweise diese Eingangsgrößen ermittelt werden.

Die *reale Tapebreite* wird direkt am Tapematerial untersucht. Dazu werden mehrere Materialproben einer definierten Länge entnommen und an verschiedenen Stellen die reale Breite gemessen. Aus den Messdaten werden die relevanten Tapebreiten $b_{\text{Tape,max}}$ und $b_{\text{Tape,min}}$ bestimmt.

Der *maximal tolerierbare Gap* muss in Vorversuchen ermittelt werden. Hierfür werden zunächst Tapegelege hergestellt, wobei die eingestellte Tapebreite dem Mittelwert der gemessenen realen Tapebreite $b_{\text{Tape,mean}}$ entspricht. Der eingestellte Gap wird auf einen Wert von 0,5 mm festgelegt. Dies entspricht der theoretischen Wiederholgenauigkeit der Anlage in y-Richtung. Der Lagenaufbau der Tapegelege ist biaxial, balanciert und symmetrisch und besteht aus zwölf Lagen mit einer Konfiguration von $[0/90]_{3s}$. Während der Herstellung der Tapegelege wird der resultierende Gap an unterschiedlichen Positionen in verschiedenen Lagen gemessen. Hierfür wird der Gap inklusive eines Maßstabes aufgenommen und die Gapgröße mit Hilfe der Software *ImageJ* bestimmt.

Wie eingangs beschrieben sollen Gaps beim Konsolidieren durch Quetschfluss geschlossen werden, damit diese nicht in Form von globalen Poren im Laminat bestehen bleiben.

Der Quetschfluss ist abhängig von den Parametern Druck, Temperatur und Zeit. Der Druck ist beim Konsolidieren im SVK-Prozess konstant. Die maximal tolerierbare Gapgröße wird daher nur für die obere und untere Grenze der Prozessfenster Temperatur und Haltezeit analysiert, da diese Parameterkombinationen den maximalen Einfluss auf die Viskosität haben. Die hergestellten Gelege werden also unter Variation dieser Parameter konsolidiert. An den Laminatpositionen, an denen sich die vermessenen Gaps befinden, werden mittels Wasserstrahlschneiden Probekörper entnommen. Die Probekörper werden anschließend in einem Computertomographen analysiert. In den erstellten Scans wird untersucht, ob sich der Gap vollständig geschlossen hat. Falls dies nicht der Fall ist, wird die verbleibende Gapgröße im CT-Bild gemessen und der ursprünglichen Gapgröße an dieser Position gegenübergestellt. In Abhängigkeit der Prozessparameter werden daraus die obere und untere Grenze für den maximal tolerierbaren Gap abgeleitet.

Bisher wurde für die Entwicklung der Methodik beschrieben, welche Parameter die prozessspezifischen Eingangsgrößen darstellen und wie diese berechnet werden. Weiterhin wurde eine Fallunterscheidung eingeführt und für sämtliche Fälle Formeln zur Berechnung der maximalen und minimalen Gaps hergeleitet. Zuletzt wurde beschrieben, wie die in den Formeln enthaltenen materialspezifische Eingangsgrößen ermittelt werden. Im nachfolgenden letzten Schritt der Methodenentwicklung wird der Zielzustand definiert.

Der ursprüngliche Zielkonflikt, weder Gaps noch Overlaps im Gelege zu erhalten, muss durch einen Kompromiss gelöst werden. Die beiden Teilziele sind dabei:

- Teilziel 1 (TZ1): das Vermeiden von Gaps
- Teilziel 2 (TZ 2): das Vermeiden von Overlaps

Bei dem in der Fallunterscheidung definierten Fall 1 entspricht die reale Tapebreite der eingestellten Tapebreite. Daher ist die Wahrscheinlichkeit für einen Gap und einen Overlap identisch. Für den Fall 2 ist die Wahrscheinlichkeit für einen Gap größer als für einen Overlap, da die reale Tapebreite geringer ist als die eingestellte Tapebreite. Für den Fall 3 gilt das genaue Gegenteil. Um beide Teilziele gleichwertig zu erreichen, muss daher die folgende Bedingung erfüllt sein:

- 1) Die eingestellte Tapebreite muss so gewählt werden, dass die Fälle 2 und 3 statistisch gesehen gleich häufig auftreten: $P(\text{Fall 2}) = P(\text{Fall 3})$.

Hierdurch wird erreicht, dass die Wahrscheinlichkeiten für einen Gap und einen Overlap ebenfalls ausgeglichen sind. Hinsichtlich der resultierenden Gapgröße muss eine weitere Bedingung erfüllt werden:

- 2) Die Größe der resultierenden Gaps soll möglichst geringer sein als die maximal tolerierbare Gapgröße: $b_{\text{Gap, Ist max}} < b_{\text{Gap, max. tol.}}$.

Diese Bedingung kann durch eine entsprechende Wahl des Parameters *eingestellter Gap* erreicht werden. Dieser Parameter wirkt sich jedoch gleichzeitig auf die Größe der resultierenden Overlaps aus. Je kleiner der Wert für den eingestellten Gap gewählt wird, desto

größer werden die mit den Formeln berechneten Overlaps. Dies begünstigt eine inhomogene Druckverteilung beim Konsolidieren. Daher muss die Wahl des Parameters *eingestellter Gap* durch eine weitere Bedingung begrenzt werden:

- 3) Der maximal resultierende Overlap muss kleiner sein als der 2-fache Wert des maximal tolerierbaren Gaps: $b_{Gap,1st\ min} < 2 * b_{Gap,max.\ tol.}$

Die drei genannten Bedingungen definieren den Zielzustand der entwickelten Methodik. Auf Basis dieser können die Werte für die Parameter *eingestellte Tapebreite* und *eingestellter Gap* festgelegt werden. Unter Verwendung der Formeln für die Fälle 1 bis 3 kann damit der minimal und maximal zu erwartende Gap berechnet werden.

Die Methodik zeigt auf, dass die Prozessparameter immer einen Kompromiss darstellen, der versucht, den Zielkonflikt zwischen den Teilzielen 1 und 2 optimal zu lösen. Dieser Konflikt besteht auf Grund der Prozessungenauigkeit sowie der Toleranz der realen Tapebreite durchgängig. Weiterhin muss festgehalten werden, dass unter Berücksichtigung sämtlicher Bedingungen und Zielstellungen eine statistische Wahrscheinlichkeit besteht, dass beim Tapelegen Gaps entstehen, die größer sind als der definierte maximal tolerierbare Gap. Die Wahrscheinlichkeit für das Eintreten dieses Falles ist jedoch gering, da sich die Prozessungenauigkeiten und Toleranzen hinsichtlich der Materialbreite in der ungünstigsten Art und Weise kombinieren müssten. Dies wird im folgenden Abschnitt anhand der Prozessungenauigkeit vereinfacht betrachtet.

Wird der Führungsgenauigkeit eine Gleichverteilung und der Wiederholgenauigkeit eine Normalverteilung zu Grunde gelegt, beträgt die Wahrscheinlichkeit dafür, dass der Tapebreifen an der maximalen y-Position liegt, ca. 0,18 %. Unter denselben Randbedingungen beträgt die Wahrscheinlichkeit dafür, dass der Tapebreifen an der minimalen y-Position liegt, ca. 1,08 %. Damit es nach Formel (3-15) bei Fall 2 zum maximalen Gap kommt, müssen die beiden beschriebenen Tapepositionen bei aufeinander folgenden Tapebreifen eintreten. Wird in dieser Betrachtung der Faktor Materialbreite zusätzlich hinzugefügt, reduziert sich die Wahrscheinlichkeit für das Eintreten dieses Falles weiter. Dies veranschaulicht, dass der Worst-Case statistisch gesehen vorkommen kann, die Wahrscheinlichkeit dafür jedoch sehr gering ist. Es wird daher angenommen, dass die bei Anwendung der hier entwickelten Methodik real auftretenden Gaps keinen signifikanten Einfluss auf die Porosität im konsolidierten Laminat haben. Abbildung 3-22 zeigt abschließend die Zusammenfassung der Methodik als Flowchart.



Abbildung 3-22: Methodik zur Bestimmung der Prozessparameter beim Tapelegen in Abhängigkeit der prozess- und materialspezifischen Einflussfaktoren

3.2.2 Morphologische Charakterisierung

In diesem Abschnitt werden die angewendeten Methoden und Vorgehensweisen zur morphologischen Charakterisierung vorgestellt. Diese werden bei der Versuchsdurchführung und -auswertung sowohl für die PEKK-CF Tapes als auch für die Tapelamine und Bauteile verwendet. Wie in Kapitel 1.2 beschrieben, fokussiert sich diese Arbeit auf die Porosität und den Kristallisationsgrad als Merkmale der Morphologie. In den folgenden Abschnitten wird präzisiert, welche Aspekte dieser Merkmale im Rahmen der vorliegenden Arbeit untersucht werden.

Im Kontext der Porosität existieren zahlreiche Analysemethoden und -möglichkeiten. Diese wurden auszugsweise in Kapitel 2.3 vorgestellt. In dieser Arbeit konzentriert sich die Analyse auf die drei folgenden Aspekte:

- Prozentualer Porenanteil
- Position der Poren
- Globale Ausrichtung der Poren

In den nachfolgenden Abschnitten werden diese nacheinander erläutert.

Der erste Aspekt ist der *prozentuale Porenanteil*. Dieser wird unter Verwendung verschiedener Methoden am Ausgangsmaterial, dem PEKK-CF Tape, den konsolidierten Tapelaminen sowie den gepressten Bauteilen bestimmt. Dadurch kann die Veränderung des Porenanteils über die einzelnen Schritte der Prozesskette in Abhängigkeit der Prozessparameter analysiert werden. Je nach Methode wird der prozentuale Porenanteil auf unterschiedliche Weise bestimmt. Insgesamt kommen dabei diese vier Verfahren zum Einsatz:

- Schliffbilder im Licht- oder Raster-Elektronen-Mikroskop (REM)
- Dichtemessungen nach Archimedes
- Computertomographie (CT) Messungen
- Ultraschall (US) Messungen

Schliffbilder im Licht- oder Raster-Elektronen-Mikroskop (REM)

Die Bestimmung des Porenanteils auf Basis von Schliffbildern erfolgt mittels Grauwertanalyse in der Software *ImageJ*. Zunächst werden die Probekörper in eine Epoxidharzmasse eingebettet und entsprechend dem genutzten Mikroskop durch Schleifen und Polieren bzw. Sputtern vorbereitet. Das Ergebnis der Untersuchung sind Grauwertbilder, in denen Matrix, Fasern und Poren in unterschiedlichen Grauwerten dargestellt werden. Dies kann für die Berechnung des Porenanteils genutzt werden. Dazu wird in *ImageJ* zuerst die Skala an den Vergrößerungsfaktor angepasst. Anschließend wird die Fläche des Tapes oder der Probe aus Laminat bzw. Bauteil gemessen. Über die Einstellung eines Grenzwertes (engl.: *threshold*) können nur die Grauwerte ausgewählt werden, welche die Poren darstellen. Dies ist anhand eines Beispiels in Abbildung 3-23 gezeigt. Im linken Bild sind die Poren als schwarze Fläche zu sehen. In der rechten Abbildung sind diese als rote Flächen markiert. Diese Flächen werden ebenfalls bestimmt und ihre Summe ins Verhältnis zur Gesamtfläche gesetzt. Daraus ergibt sich der prozentuale Porenanteil in Bezug auf die Schliffbildfläche. Das Porenvolumen kann mit diesem Verfahren nicht ermittelt werden.

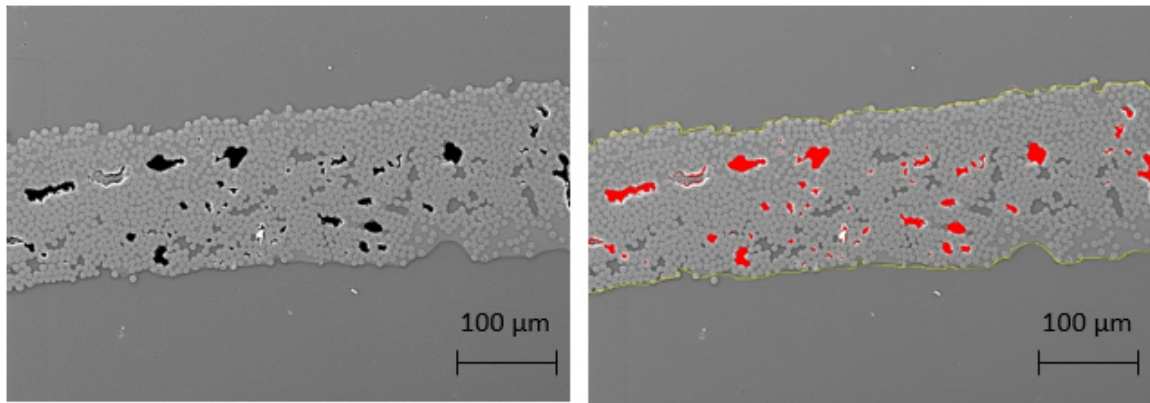


Abbildung 3-23: REM-Aufnahme eines PEKK-CF Tapes (links) und isolierter Porenbereich durch Anpassung des Threshold (rechts)

Dichtemessungen nach Archimedes

Die Bestimmung der Dichte von Kunststoffen nach dem Prinzip von Archimedes ist in den Normen ASTM D792 und DIN EN ISO 1183-1 beschrieben [181]. Für die Berechnung des prozentualen Porenanteils wird hier die Dichte $\rho_{ges,mess}$ von Proben der Tapes sowie der Laminate und Bauteile entsprechend der Norm DIN EN ISO 1183-1 gemessen. Für die exakte Bestimmung der analytischen Composite-Dichte $\rho_{ges,analyt.}$ wird der Faseranteil in einer analytischen TGA-Messung untersucht und die Dichte der Matrix dem Kristallisationsgrad angepasst. Der Kristallisationsgrad wird hier in einer DSC-Messung ermittelt. Die Dichte der Kohlenstofffasern wird aus dem verfügbaren Datenblatt entnommen. Die Berechnung des Porenanteils $\xi_{analyt.}$ erfolgt anschließend nach Formel (3-21) [182].

$$\xi_{analyt.} = \frac{\rho_{ges,analyt.}}{\rho_{ges,mess}} - 1 \quad (3-21)$$

Computertomographie (CT) Messungen

Die Computertomographie ist ein Verfahren zur zerstörungsfreien und bildgebenden Untersuchung von Bauteilen und basiert auf der Durchleuchtung eines Körpers mit Röntgenstrahlen. Je nach vorliegendem Material werden diese Strahlen unterschiedlich stark absorbiert, so dass beispielsweise bei FVK die Matrix, Fasern und eventuelle Poren voneinander unterschieden werden können [183]. Das Verfahren liefert somit eine vollständige dreidimensionale Darstellung als Volumendatensatz [184]. Im Vergleich zu den Schliffbildern ist dieses Verfahren damit in der Lage auch das Porenvolumen zu bestimmen. Auf Grund der erreichbaren Auflösung mit dem zur Verfügung stehenden CT-Gerät, *Y.CT Precision* der Firma *YXLON*, wird der Porenanteil mittels CT nur für Probekörper aus Laminaten und Bauteilen ermittelt. Dazu werden Probekörper mit $10 \times 15 \times 2 \text{ mm}^3$ an unterschiedlichen Stellen konsolidierter Tapelaminaten mittels Wasserstrahlschneiden entnommen. Die erhaltenen Volumendatensätze werden zuerst separiert und als einzelne *Region of Interest* (ROI) gespeichert. Für diese ROI wird mithilfe der Auswertesoftware automatisiert die Oberfläche bestimmt und innerhalb der Oberfläche der Porenanteil berechnet.

Ultraschall (US) Messungen

Ein weiteres Verfahren zur zerstörungsfreien, bildgebenden Prüfung von Bauteilen ist die Ultraschallprüfung. Hiermit können Delaminationen, Änderungen im Faservolumengehalt oder Mikroschädigungen detektiert werden [143; 185; 186]. Für die Untersuchungen im Rahmen dieser Arbeit wird ein Rückstreuungstechnik-Verfahren eingesetzt, um die Lamine und Bauteile zu analysieren. Die Proben werden dabei mit einem Prüfkopf der Firma *Technisonic* Typ *ILD-0506-VHR* bei einer Frequenz von 5 MHz in einem Wasserbad gemessen. Das höchste Rückwandecho wird auf eine Bildschirmhöhe (BSH) von 80 % eingestellt. Diese gilt als Referenz (B_{SH_1}) für sämtliche Scans. Mithilfe der Formel (3-22) kann die Dämpfung β in Dezibel (dB) auf Basis der definierten Referenz B_{SH_1} und dem gemessenen Wert B_{SH_2} (Rückwandabfall) berechnet werden.

$$20 \log \left(\frac{B_{SH_1}}{B_{SH_2}} \right) = \beta \quad (3-22)$$

Jedes %-BSH bzw. jedes Dezibel wird dabei einem bestimmten Farbwert zugeordnet. Die Ultraschallmessung liefert somit Farbwertbilder, welche die Dämpfung des Signals über dem gemessenen Bauteil in Dezibel darstellen. Die Korrelation zwischen dem lokalen Farbwert und dem Porenanteil erfolgt mithilfe von Schliffbildern oder Dichtemessungen. Beide Ansätze werden im Detail in Abschnitt 4.1.3.3 beschrieben.

Der zweite Aspekt im Kontext der Porosität ist die *Position der Poren*. Entsprechend der Literatur wird auch in dieser Arbeit zwischen intra- und interlaminaren Poren unterschieden. Hinsichtlich der intralaminaren Poren wird zusätzlich qualitativ untersucht, ob sich diese zwischen dem Ausgangsmaterial, den konsolidierten Laminen und gepressten Bauteilen unterscheiden.

Der dritte Aspekt ist die *globale Ausrichtung der Poren*. Hierbei wird anhand der CT- und US-Ergebnisse eine qualitative Bewertung der globalen Positionen in Dickenrichtung und über die Fläche der Lamine bzw. Bauteile durchgeführt. Zusätzlich wird analysiert, ob sich eine Vorzugslage oder -orientierung ableiten lässt.

Neben den drei vorgestellten Aspekten des Merkmals Porosität werden in der Literatur weitere Charakteristika von Poren genannt, die im Rahmen dieser Arbeit nicht untersucht werden. Bei diesen handelt es sich hauptsächlich um die Beschreibung der geometrischen Form der Poren sowie deren quantitative Anzahl im Probekörper:

- Anzahl der Poren
- Größe der Poren
- Gestalt der Poren

Diese Eigenschaften hängen zwar mit dem Porenanteil zusammen, jedoch steht in dieser Arbeit die quantitative Größe des Porenanteils im Fokus. Daher werden diese Aspekte hier nicht näher betrachtet.

Das zweite Merkmal der Morphologie, das im Rahmen dieser Arbeit untersucht wird, ist der Kristallisationsgrad. Dieser wird hauptsächlich durch die Kristallisationskinetik der Matrix bestimmt. Eine wichtige Rolle spielt dabei die Temperaturführung bei der Materialverarbeitung. Ziel der späteren Versuchsauswertung ist die Analyse des Kristallisationsgrades in Abhängigkeit des Temperaturprofils im Verarbeitungsprozess. Dies erfordert die Messung der Temperatur im Laminat während der Prozessschritte *Konsolidieren* und *Bauteilherstellungsprozess*. Hierfür werden in allen Versuchen Thermoelemente Typ K verwendet. Die Verarbeitung der aufgezeichneten Daten erfolgt in *Python*, wobei auf der x-Achse die Zeit und auf der y-Achse die Temperatur aufgetragen ist. Die Daten werden zunächst mit einem Gauß-Filter geglättet und etwaige Messfehler herausgefiltert. Der Ursprung der x-Achse wird in den Punkt des ersten Temperaturanstiegs gelegt. So wird sichergestellt, dass sich unterschiedlich lange Handlingszeiten zwischen dem Start der Messung und dem Start des Aufheizens nicht auf die übrigen Zykluszeiten auswirken. Im weiteren Verlauf werden charakteristische Punkte, wie beispielsweise das Erreichen der Zieltemperatur oder der Beginn der Abkühlung, ermittelt und deren x- und y-Werte extrahiert. Abschließend werden diese Punkte in einer Tabelle ausgegeben und der Verlauf der einzelnen Signale grafisch dargestellt. Mit Hilfe dieser Vorgehensweise kann das Temperaturprofil hinsichtlich der erreichten Temperaturen und der Verweilzeit bei diesen beschrieben werden. Der Kristallisationsgrad selbst wird mittels DSC-Messung und der in Abschnitt 2.2.2 eingeführten Formel (2-6) berechnet. Wie auch bei der Porosität werden nicht alle Aspekte im Kontext der Kristallisation miteinbezogen. Daher werden die Art der Kristalle, deren Größe oder der Einfluss der Fasern auf die Kristallbildung sowie das Kristallwachstum nicht im Rahmen dieser Arbeit thematisiert.

Ein zusätzliches Merkmal der Morphologie, das für die Versuchsdurchführung und -auswertung eingeführt wird, ist die *Oberflächenbeschaffenheit* der UD-Tapes. Mit dem in Abschnitt 2.1.2 beschriebenen Modell nach *Lee & Springer* kann die erforderliche Zeit t_{ic} bis zum vollständigen intimen Kontakt während der Laminatverdichtung analytisch bestimmt werden.

Nach Formel (2-3) wird diese Zeit durch den applizierten Druck, die Matrixviskosität sowie die Oberflächenbeschaffenheit beeinflusst. Eine hohe Viskosität und ein niedriger Druck verlängern dabei die erforderliche Zeit t_{ic} . Ebenso wirkt sich eine unregelmäßige Oberflächenbeschaffenheit nachteilig aus. Das in dieser Arbeit verwendete Materialsystem hat bei einer Verarbeitungstemperatur von 395 °C eine Viskosität von ca. 351 Pa·s. Zudem ist der applizierbare Druck beim eingesetzten Niederdruck-Prozess zum Konsolidieren der Tapegelege auf 1 bar begrenzt. Die Oberflächenbeschaffenheit des Tapes kann deshalb einen relevanten Einfluss auf die erforderliche Zeit t_{ic} haben. Daher wird im Rahmen dieser Arbeit eine Methodik zur Analyse der Tapeoberfläche entwickelt, mit der die Parameter a_0 , b_0 und w_0 aus Formel (2-3) bestimmt werden können. In Kombination mit der Matrixviskosität und dem applizierten Druck beim Konsolidieren kann somit unter Verwendung der Formel (2-3) von *Lee & Springer* die Zeit t_{ic} berechnet werden.

Die Grundlage der Methodik ist eine Vermessung der Topografie der Tapeoberfläche. Hierzu wird das PEKK-CF Tape mit einem Scanning-Profilometer *µscan* der Firma *Nano-Focus* vermessen. Als Punktsensor wird ein chromatischer Sensor (CLA) eingesetzt. Dieser arbeitet nach dem konfokalen Prinzip und ermöglicht die dreidimensionale Vermessung der Topografie des Tapes [187]. Die Auflösung beträgt 2 µm in x-Richtung und 4 µm in

y-Richtung. Der Messbereich ist in y-Richtung 1 mm breit und die Messung erfolgt über die gesamte Tapeoberfläche von 99 mm Länge (von Tapekante zu Tapekante). Das Messergebnis ist eine dreidimensionale Darstellung für den 99 mm x 1 mm großen Messbereich. Für die Analyse der Oberfläche wird ein Profil aus dem Messbereich entnommen. Um Fehler durch mögliche Messartefakte an den Kanten auszuschließen, werden diese vom Profil entfernt. Die Ergebnisse sind exemplarisch in Abbildung 3-24 dargestellt. Auf der x-Achse wird die Tapebreite in mm abgebildet, auf der y-Achse die Höhe des Profils in μm . In den nachfolgenden Schritten der Methode werden nur die relativen Höheunterschiede verwendet, weshalb die Daten nicht die reale Dicke des Tapes widerspiegeln. Vielmehr wird davon ausgegangen, dass die Unterseite des Tapes ebenfalls eine definierte Topografie aufweist.

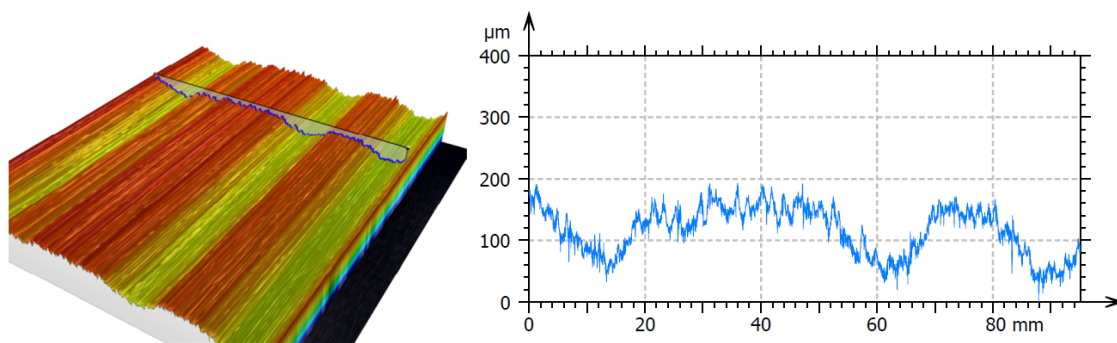


Abbildung 3-24: Topografie der Tapeoberfläche (links) und Höhe des Profilschnitts über die Tapebreite (rechts)

Die Beschaffenheitsmerkmale der Tapeoberfläche werden für die weitere Methodentwicklung auf zwei verschiedenen Ebenen betrachtet. Die erste Ebene ist die *Mikro-Ebene*, bei der die Oberflächenrauheit des Tapes untersucht wird. Die Rauheit wird nach DIN EN ISO 4287 mit den Kennwerten R_t und R_{Sm} beschrieben. R_t ist darin als Abstand zwischen der höchsten Spitze und dem tiefsten Tal des Profils definiert. R_{Sm} ist das arithmetische Mittel der Breite der Profilelemente.

Mit Hilfe der Software *μsoft analysis* zur Auswertung der Messdaten können diese Kennwerte für den Profilschnitt direkt ausgegeben werden. Die Parameter a_0 , b_0 und w_0 aus Formel (2-3) entsprechen hier den folgenden Kennwerten:

- $a_0 = R_t$
- $b_0 = w_0 = R_{Sm}$

Hierbei wird angenommen, dass die Breite b_0 der rechteckigen Elemente und der Abstand der Elemente w_0 identisch sind. Somit ergibt sich durch einsetzen der Parameter a_0 , b_0 und w_0 in Formel (2-3) die Formel (3-23).

$$t_{ic} = \frac{\mu_{mf}}{5p_{app}} \frac{31}{2} \left(\frac{R_{Sm}}{R_t} \right)^2 \quad (3-23)$$

Die zweite Ebene ist die *Makro-Ebene*, bei der die Oberflächenwelligkeit untersucht wird. Hierfür wird ein Skript in Python programmiert, in dem die Daten zunächst mit einem Gauß-Filter geglättet werden. Anschließend wird die Tapeoberfläche durch ein Polynom approximiert, das die Oberflächenwelligkeit abbildet.

Der Parameter a_0 entspricht darin dem Abstand zwischen höchstem und tiefstem Profilverpunkt des Polynoms. Der höchste Profilverpunkt entspricht dem globalen Maximum und der tiefste Profilverpunkt dem globalen Minimum. Aus der Differenz der y-Werte dieser Punkte ergibt sich deren Abstand in y-Richtung und somit der Parameter a_0 .

Der Parameter b_0 entspricht der Breite eines Wellenberges in x-Richtung und der Parameter w_0 der Breite eines Wellentals in x-Richtung. Die Werte für die jeweilige Breite sind durch die Wendepunkte (WP) des Profils festgelegt. Für die Wendepunkte wird die zweite Ableitung gebildet und auf lokale Extrema untersucht. Dadurch wird bestimmt, ob nach dem Wendepunkt ein lokales Maximum oder ein lokales Minimum folgt. Folgt auf den Wendepunkt ein lokales Maximum, stellt der Wendepunkt den Beginn einer Erhebung dar, wie WP1 in Abbildung 3-25. Folgt auf den Wendepunkt ein lokales Minimum, stellt der Wendepunkt das Ende einer Erhebung und gleichzeitig den Beginn einer Lücke dar, wie WP2 in Abbildung 3-25. Die Differenz der x-Werte der Wendepunkte ergibt die Parameter b_0 und w_0 . Abbildung 3-25 verdeutlicht diesen Ansatz. Das in Python programmierte Skript ermittelt die Parameter für den gesamten Profilschnitt und speichert diese in einer Tabelle. Hieraus können a_0 , b_0 und w_0 entnommen und in die Formel (2-3) zur Berechnung der erforderlichen Zeit t_{ic} eingesetzt werden.

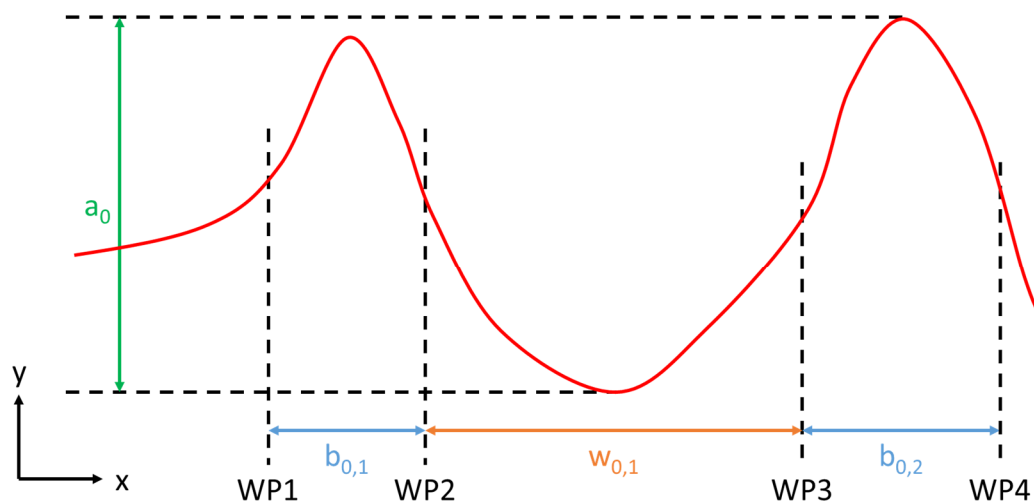


Abbildung 3-25: Skizze der Oberflächenwelligkeit. Tapeoberfläche als Polynom approximiert (rot), Abstand zwischen globalem Maximum und Minimum (grün), Breite eines Wellenberges (blau), Breite eines Wellentals (orange)

Der Formel (2-3) liegt das Modell von *Lee & Springer* zugrunde. Dieses approximiert die Tapeoberfläche durch eine Aneinanderreihung von Rechtecken, welche die Erhebungen und Lücken in der Tapeoberfläche darstellen (vgl. Abbildung 2-7 in Abschnitt 2.1.2). Dabei entspricht der Flächeninhalt der Erhebungen $a_0 \cdot b_0$ dem Material, das zur Verfügung steht um die Fläche der Lücken $a_0 \cdot w_0$ zu füllen. In der Realität entspricht die Tapeoberfläche jedoch eher dem Polynom, welches das Python-Skript berechnet. Die Flächeninhalte der Erhebungen und Lücken sind beim Polynom und den rechteckigen Flächen aus

dem Modell von *Lee & Springer* unterschiedlich. Im Weiteren wird daher überprüft, ob das Modell die reale Tapeoberfläche hinreichend genau abbildet. Dazu werden die resultierenden Flächeninhalte des Polynoms mit denen der Rechtecke verglichen.

Zunächst werden die Erhebungen im Polynom betrachtet. Beim Polynom ist der Flächeninhalt einer Erhebung geringer als beim Rechteck im Modell von *Lee & Springer*. Die Differenz der Flächeninhalte ist in Abbildung 3-26 als schraffierte Fläche $A_{F_{b0,i}}$ mit i = Nummer der Erhebung dargestellt. Auf das Tape bezogen bedeutet dies, dass in Realität weniger Material (= Flächeninhalt unter dem Polynom) zum Füllen einer Lücke zur Verfügung steht, als es nach dem Modell von *Lee & Springer* angenommen wird. Das Modell überschätzt daher in diesen Bereichen die reale Oberflächenbeschaffenheit des Tapes.

Bei den Lücken ist der Flächeninhalt beim Polynom hingegen größer als bei dem Modell von *Lee & Springer*. Diese Differenz wird in Abbildung 3-26 als schraffierte Fläche $A_{F_{w0,i}}$ dargestellt. Das bedeutet, dass in der Realität mehr Material vorhanden ist, als es durch das Modell angenommen wird. Daher unterschätzt das Modell von *Lee & Springer* hier die reale Oberflächenbeschaffenheit.

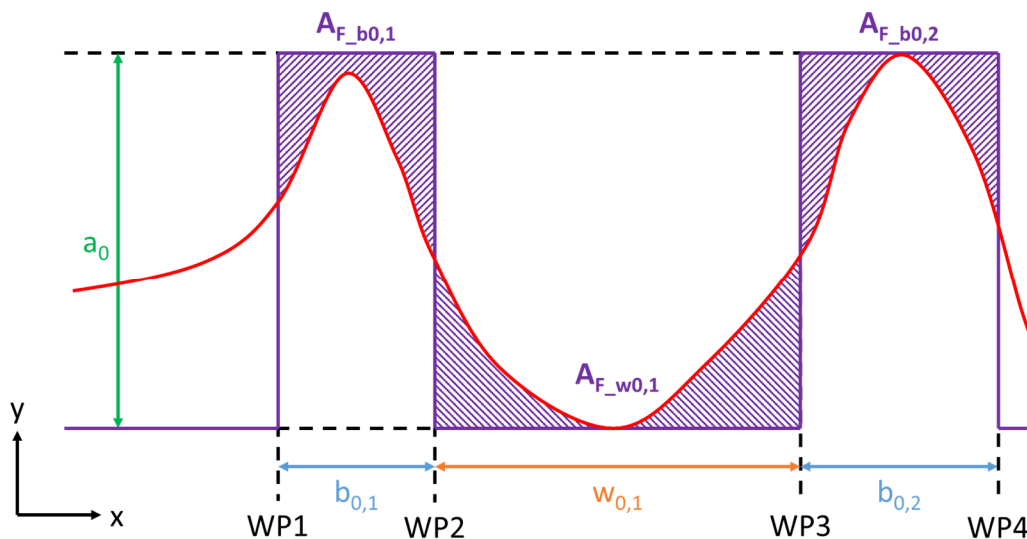


Abbildung 3-26: Darstellung der Differenzen zwischen der realen Tapeoberfläche und dem Modell nach Lee & Springer (Erhebung = b_0 , Lücke = w_0)

Um die globale Differenz zwischen der realen Tapeoberfläche und dem Modell nach *Lee & Springer* zu bestimmen, werden im Python-Skript die einzelnen Teilflächen berechnet und deren Summe gebildet. Formel (3-24) berechnet die Summen aus den Differenzen im Bereich der Erhebungen. Formel (3-25) berechnet die Summen aus den Differenzen im Bereich der Lücken.

$$A_{F_{b0}} = \sum_{i=1}^n A_{F_{b0,i}} \quad (3-24)$$

$$A_{F_{w0}} = \sum_{i=1}^n A_{F_{w0,i}} \quad (3-25)$$

Die in Formel (3-24) berechnete Fläche $A_{F_{b0}}$ stellt die Fläche dar, die im Vergleich zum Modell nach *Lee & Springer* fehlt. Analog dazu stellt die in Formel (3-25) berechnete Fläche $A_{F_{w0}}$ den Flächeninhalt dar, welcher nach dem Modell von *Lee & Springer* nicht vorhanden ist. Basierend auf einem Vergleich von $A_{F_{b0}}$ und $A_{F_{w0}}$ kann die Genauigkeit bewertet werden, mit der das Modell von *Lee & Springer* die reale Oberflächenbeschaffenheit abbildet. Hierfür wird zwischen den folgenden drei Fällen unterschieden.

Fall 1: $A_{F_{b0}} > A_{F_{w0}}$

Ist die Fläche aus den Differenzen im Bereich Erhebung größer als die Fläche aus den Differenzen im Bereich Lücke bedeutet dies, dass in der Realität weniger Material vorhanden ist, als es durch das Modell von *Lee & Springer* angenommen wird. Das heißt, dass die Oberflächenbeschaffenheit des Tapes überschätzt wird. In diesem Fall führen die Parameter a_0 , b_0 und w_0 in der Berechnung der Zeit t_{ic} zu einem zu geringen Wert. Somit ist es möglich, dass kein vollständiger intimer Kontakt ausgebildet wird, sondern interlaminaire Lücken bestehen bleiben.

Fall 2: $A_{F_{b0}} < A_{F_{w0}}$

Ist die Fläche aus den Differenzen im Bereich Lücke größer als die Fläche aus den Differenzen im Bereich Erhebung bedeutet dies, dass in der Realität mehr Material vorhanden ist, als es durch das Modell von *Lee & Springer* angenommen wird. In diesem Fall wird die Oberflächenbeschaffenheit des Tapes unterschätzt. Die Parameter a_0 , b_0 und w_0 führen daher in der Berechnung der Zeit t_{ic} zu einem zu hohen Wert. Somit ist es möglich, dass der vollständige intime Kontakt bereits vor dem Erreichen von t_{ic} ausgebildet wird.

Fall 3: $A_{F_{b0}} = A_{F_{w0}}$

Sind die Flächen aus den Differenzen im Bereich Erhebung und Lücke identisch, stimmt die Realität mit der Annahme aus dem Modell nach *Lee & Springer* überein. Die Parameter a_0 , b_0 und w_0 führen hierbei zur höchsten Genauigkeit in Bezug auf die Zeit t_{ic} .

Eine hinreichend genaue Beschreibung der realen Oberflächenbeschaffenheit durch das Modell von *Lee & Springer* liegt vor, wenn das Ergebnis der Überprüfung Fall 2 oder Fall 3 entspricht. Abbildung 3-27 fasst die Schritte der entwickelten Methode zusammen.

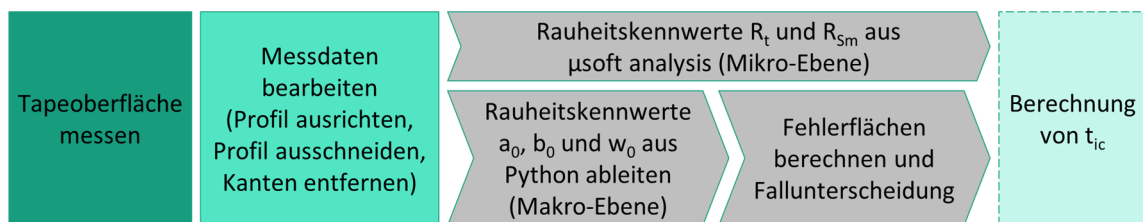


Abbildung 3-27: Flowchart zur Methode für die Bestimmung der Zeit t_{ic}

3.2.3 Bestimmung der Prozessfenster

In der angewendeten Prozesskette zur Tapeverarbeitung sind die Teilschritte *Konsolidieren* und *Bauteilherstellungsprozess* entscheidend für die morphologischen Eigenschaften. In diesen Schritten erfolgt jeweils das Aufschmelzen und Erstarren der Matrix sowie ein druckinduzierter Materialfluss. Die hierbei relevanten Variablen sind Druck, Temperatur und Zeit. Im folgenden Abschnitt werden die Grenzen der Prozessfenster für diese Variablen aus den prozess- und materialspezifischen Randbedingungen abgeleitet. Dabei wird berücksichtigt, dass der Vorteil der kürzeren Zykluszeit gegenüber anderen Prozessen bestehen bleibt. Der Schwerpunkt bei den Untersuchungen der Wechselwirkungen zwischen Prozess und Materialmorphologie liegt auf dem neuartigen Niederdruck-Prozess zum Konsolidieren der Tapegelege, dem SVK-Prozess. Entsprechend werden die Grenzen der Prozessfenster zunächst für diesen Schritt betrachtet.

Der Konsolidierungsdruck ist im SVK-Prozess auf ein Maximum von 1 bar begrenzt. Dies ergibt sich auf Grund der Nutzung von Vakuum für den Druckaufbau. Wie in Abschnitt 3.1.2 beschrieben, wird der freie Bereich zwischen Dichtung und Gelege mit einem starren Auflager abgestützt, wodurch es besonders im Randbereich des Tapegeleges zu einer komplexen Druckverteilung kommt. Dies macht eine exakte analytische Bestimmung des resultierenden Drucks auf das Gelege kompliziert. Es konnte jedoch in Simulationsmodellen gezeigt werden, dass der sich einstellende Druck, für eine an die Gelegedicke angepasste Konfiguration des Auflagers, homogen über das Tapegelege verteilt ist [52]. Weiterhin wird die geringfügige Druckerhöhung bei der Abkühlung im Kühlmodul durch den Kontakt zu den Kühlplatten vernachlässigt. Diese Annahme stützt sich darauf, dass die Viskosität der Matrix mit sinkender Temperatur exponentiell ansteigt. Ein etwaiger Einfluss auf die Morphologie durch zusätzlichen Quetschfluss wird dadurch vernachlässigbar gering. Der Prozessparameter Druck wird für den gesamten SVK-Prozess als $p = \text{konst.} = 1 \text{ bar}$ angenommen.

Die Grenzen des Prozessfensters für die Temperatur leiten sich maßgeblich aus den thermischen Materialeigenschaften sowie Literaturkennwerten ab (vergleiche Kapitel 2.2). Zusätzlich werden eigene Messungen durchgeführt, um die im Datenblatt enthaltenen Werte zu validieren. Für das Konsolidieren der Tapegelege ist es erforderlich, das Material in den schmelzflüssigen Zustand mit $T > T_m$ aufzuheizen. Gleichzeitig reduziert sich bei erhöhter Temperatur die Viskosität der Matrix, was nach Formel (2-3) die Ausbildung des intimen Kontaktes beschleunigt.

Laut Datenblatt des Materialherstellers liegt die Schmelztemperatur bei 337 °C [171]. Zur Validierung werden hierfür eigene Messungen mit einem DSC-Messgerät *DSC 1* der Firma *Mettler Toledo* durchgeführt. Es werden fünf Proben des PEKK-CF Tapes mit einer Einwaage von ca. 10 mg vorbereitet. Diese werden bei einer Heizrate von 10 °C/min ausgehend von Raumtemperatur auf 400 °C aufgeheizt, für 5 Minuten bei der Zieltemperatur gehalten und anschließend mit 10 °C/min auf Raumtemperatur abgekühlt. Abbildung 3-28 zeigt exemplarisch eine der aufgezeichneten DSC-Kurven. Auf der x-Achse ist die Temperatur dargestellt und auf der y-Achse der Wärmestrom.

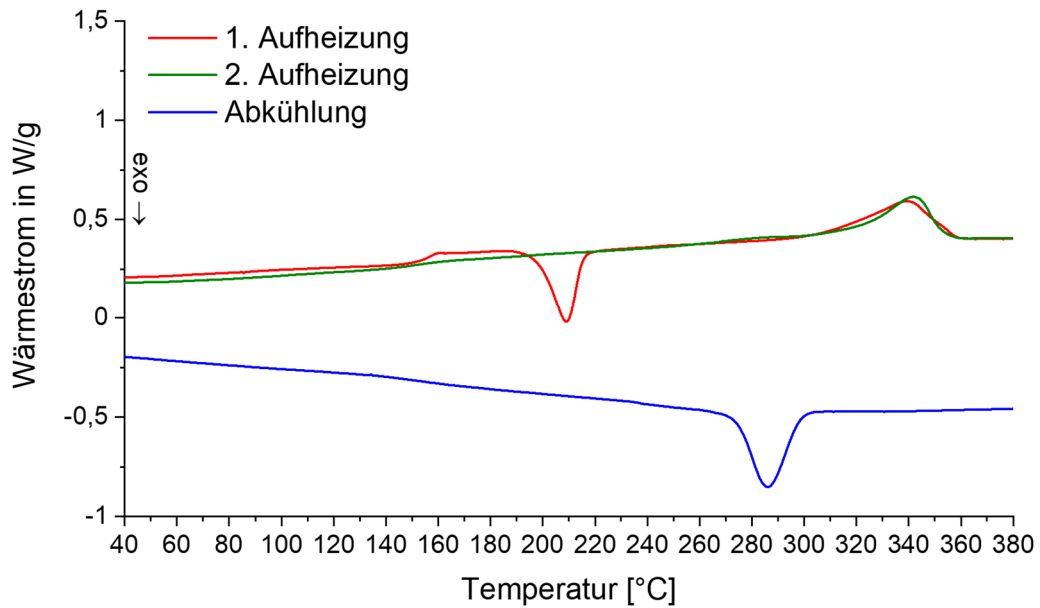


Abbildung 3-28: Bestimmung der Schmelztemperatur mittels DSC-Messung

Der Mittelwert für den Peak beim Aufschmelzen des Materials beträgt $339,30\text{ °C}$ bei einer relativen Standardabweichung von $0,15\%$ und weicht somit nur um $2,30\text{ °C}$ von der im Datenblatt angegebenen Temperatur ab. Die empfohlene Verarbeitungstemperatur liegt laut Datenblatt bei $377\text{ °C} \pm 5,5\text{ °C}$ [171]. Für die untere Grenze des Prozessfensters wird daher eine Temperatur von 375 °C festgelegt. Diese Temperatur liegt am unteren Rand der empfohlenen Verarbeitungstemperatur und gleichzeitig ca. 35 °C über der Schmelztemperatur.

Die Auswahl der oberen Grenze des Prozessfensters wird unter Berücksichtigung der thermischen Degradation des Materials getroffen. Hierfür wird untersucht, ab welcher Temperatur eine Degradation einsetzt. Dazu wird eine TGA unter inerter Atmosphäre mit einer Thermowaage der Firma *NETZSCH*, Typ *TG 209 F1*, durchgeführt. Es werden fünf Proben des PEKK-CF Tapes mit einer Einwaage von ca. 10 mg in Aluminiumoxidtieglern vorbereitet und bei einer Heizrate von 10 °C/min ausgehend von Raumtemperatur bis 1000 °C aufgeheizt. Als Beispiel für eine der dabei aufgezeichneten Kurven stellt Abbildung 3-29 die absolute (TG) und relative Massenänderung (DTG) der Probe über der Temperatur dar. Als Indikator für die thermische Degradation wird die extrapolierte Onset-Temperatur, gemäß der Norm ISO 11358-1, verwendet. Der Mittelwert der extrapolierten Onset-Temperaturen aller Messungen beträgt $541,73\text{ °C}$. Dieser Wert stimmt mit Literaturwerten, beispielsweise in [165; 188], überein.

Da bei dieser Temperatur bereits eine thermische Schädigung vorliegt und die SVK-Anlage auf eine maximale Temperatur von 450 °C begrenzt ist, wird im Weiteren untersucht, bei welcher Temperatur die Kurve für TG von der Basislinie abweicht. Bei dieser Temperatur tritt bereits eine erste geringfügige Schädigung ein. Der Mittelwert aus allen Messungen liegt hierfür bei ca. 400 °C .

Die obere Grenze des Prozessfensters wird daher auf eine Temperatur von 395 °C festgelegt, so dass eine Abweichung von der Zieltemperatur zu höheren Temperaturen keine thermische Degradation verursacht.

Für die beiden hier definierten Grenzen des Prozessfensters liegen zudem Viskositätswerte aus der Literatur vor, die für die Berechnung der Zeit bis zum Erreichen des vollständigen intimen Kontaktes nach Formel (2-3) erforderlich sind.

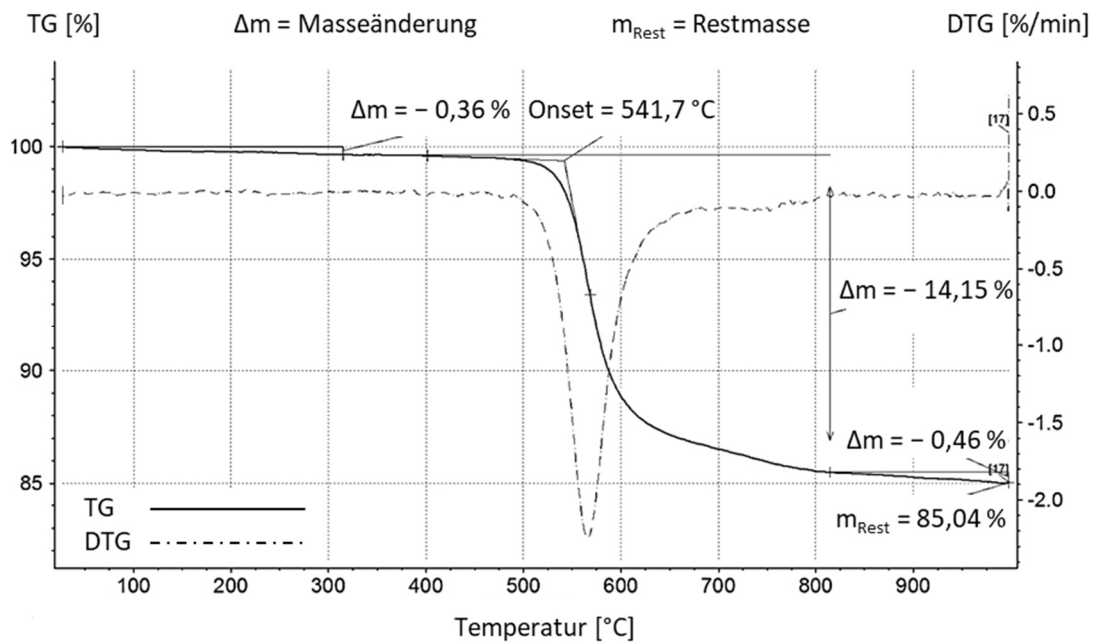


Abbildung 3-29: Exemplarisches Ergebnis der TGA des PEKK-CF Tapes

Der dritte zu definierende Parameter für den SVK-Prozess ist die Zeit. Diese wird beim Konsolidieren durch die Haltezeit bei Zieltemperatur dargestellt. Über die Anlagensteuerung kann eine Haltezeit bei der definierten Zieltemperatur vorgegeben werden. Das Minimum beträgt hierbei eine Sekunde und stellt das untere Ende des Prozessfensters dar.

In der hier angewendeten Prozesskette werden für das Tapelegen und den Bauteilherstellungsprozess Technologien eingesetzt, die sich bereits in der Verarbeitung von Hochtemperatur-Thermoplasttapes etabliert haben. Gegenüber dem Stand der Technik kann also in diesen Prozessschritten keine kürzere Zykluszeit erreicht werden. Um den Vorteil einer geringeren Zykluszeit dennoch zu gewährleisten, wird für die obere Grenze des Prozessfensters daher das folgende Ziel definiert: Beim Konsolidieren soll eine Gesamtzykluszeit erreicht werden, die um den Faktor zwei geringer ist als die auf Basis von Literaturwerten berechneten Zykluszeiten.

Wie in Abschnitt 2.1.2 beschrieben gibt es unterschiedliche technische Umsetzungen zum Konsolidieren von Tapegelegen. Bei der Recherche wurden konkret die Verfahren Vacuum Bag Only (VBO), Autoklav-Prozess und das Konsolidieren in einer Presse berücksichtigt. In allen Literaturquellen wird die Heizrate (ΔT_{Heizen}) oder die Kühlrate ($\Delta T_{\text{Kühlen}}$) angegeben, in manchen sogar beide Raten. Daraus lässt sich die Zykluszeit für einen Teilprozess, Aufheizen (Δt_{Heizen}) oder Abkühlen ($\Delta t_{\text{Kühlen}}$), oder den gesamten Prozess (t_{Ges}) berechnen. Für

die Zieltemperatur beim Aufheizen $T_{\text{Ziel,H}}$ wird die niedrigere Temperatur $T = 375 \text{ °C}$ des definierten Prozessfensters verwendet. Das Abkühlen erfolgt im SVK-Prozess auf unter 100 °C , weshalb diese Temperatur als Zieltemperatur für das Kühlen $T_{\text{Ziel,K}}$ verwendet wird. Tabelle 3-4 zeigt die auf Basis der Literaturwerte resultierenden Zykluszeiten.

Tabelle 3-4: Berechnung der Zykluszeiten für Heiz- und Kühlrate

Quelle	Prozess	Aufheizen				Abkühlen			t_{Ges} [min]
		T_{Start}	$T_{\text{Ziel,H}}$	ΔT_{Heizen}	Δt_{Heizen}	$T_{\text{Ziel,K}}$	$\Delta T_{\text{Kühlen}}$	$\Delta t_{\text{Kühlen}}$	
		[°C]	[°C]	[°C/min]	[min]	[°C]	[°C/min]	[min]	
[162; 163]	VBO	25	375	2,8	125	100	2,8	98	223
[149; 150]	VBO	25	375	-	-	100	2	138	-
[170]	VBO	25	375	5	70	100	-	-	250
[69]	Autoklav	25	375	-	-	100	10	28	-
[167]	Autoklav	25	375	-	-	100	-	-	90
[165]	Autoklav	25	375	-	-	100	20	14	-
[43]	Presse	25	375	-	-	100	5	55	-
[168]	Presse	25	375	50	7	100	20	14	21

Da bei manchen Quellen nur eine der beiden Raten angegeben ist, kann die Gesamtzykluszeit t_{Ges} nicht für alle Prozesse berechnet werden. Die kürzeste Gesamtzykluszeit konnte von Almeida et al. erzielt werden. Hierfür verwendeten die Autoren ein Werkzeug mit Induktionsheizung [168]. Donadei et al. konsolidierten Tapegelege im Autoklav und konnten dabei ebenfalls eine Kühlrate $\Delta T_{\text{Kühlen}}$ von 20 °C/min erreichen, wodurch die Abkühlzeiten $\Delta t_{\text{Kühlen}}$ in beiden Fällen identisch sind. Da das Aufheizen im Autoklav jedoch deutlich länger dauert als im induktiv geheizten Werkzeug, wird die Gesamtzykluszeit nach Almeida et al. als Referenz verwendet. Somit ergibt sich für das definierte Ziel eine maximale Zykluszeit im SVK-Prozess von 10,5 Minuten.

Aus Vorversuchen ist bekannt, dass die durchschnittliche Heizrate im SVK-Prozess 72 °C/min und die durchschnittliche Abkühlrate 98 °C/min beträgt. Die längste Dauer für das Aufheizen und Abkühlen ergibt sich für die obere Grenze des Prozessfensters bei $T = 395 \text{ °C}$. Daraus resultieren eine analytische Aufheizdauer Δt_{Heizen} von 5,14 Minuten und eine analytische Abkühldauer $\Delta t_{\text{Kühlen}}$ von 3,01 Minuten. Die Gesamtzykluszeit ohne Haltezeit beträgt somit 8,15 Minuten. Die Haltezeit darf daher eine maximale Dauer von 2,35 Minuten nicht überschreiten. Für das manuelle Handling wird ein zusätzlicher Puffer berücksichtigt und die obere Grenze der Haltezeit deshalb auf 2 Minuten festgelegt.

Das in der Literatur beobachtete Phänomen des Crosslinking (vgl. Kapitel 2.2) kann bei einer Temperatur von 395 °C bereits nach wenigen Minuten auftreten. Um auszuschließen, dass die Haltezeit diesen Effekt hervorruft, werden zusätzliche TGA-Messungen bei 400 °C durchgeführt. Die Ergebnisse zeigen, dass bis zu einer Haltezeit von 10 Minuten keine relevante Masseänderung zu detektieren ist. Deshalb wird davon ausgegangen, dass dieser Effekt beim SVK-Prozess nicht stattfindet. Die für den SVK-Prozess definierten Prozessfenster sind in Tabelle 3-5 zusammengefasst.

Tabelle 3-5: Übersicht der Prozessfenster für den SVK-Prozess

Variable	Untere Grenze	Obere Grenze
Druck [bar]	$p = \text{konst.} = 1$	
Zieltemperatur [°C]	375	395
Haltezeit [s]	1	120

Analog zum SVK-Prozess werden im Folgenden die Grenzen der Prozessfenster für den Bauteilherstellungsprozess definiert. Der Parameter Druck orientiert sich bei diesem Prozessschritt an dem oberen Wert aus den Vorgaben des Materialherstellers [172] und wird für alle Versuche konstant auf $p = 20$ bar festgelegt. Auf die Laminatfläche von $400 \times 400 \text{ mm}^2$ bezogen, entspricht dies einer Presskraft von 320 kN.

Der Parameter Temperatur bezieht sich auf zwei Schritte. Zum einen auf das Aufheizen im IR-Heizfeld bzw. dem Kontaktheiztisch, zum anderen auf die Werkzeugtemperatur für das Abkühlen unter Druck in der hydraulischen Presse. Die Zieltemperatur für das Aufheizen wird für beide genutzten Technologien analog zur oberen Grenze der Temperatur im SVK-Prozess auf $T_{\text{Ziel}} = 395 \text{ °C}$ festgelegt. Für die Werkzeugtemperatur wird das in Abschnitt 2.2.2 beschriebene Kristallisationsverhalten der Matrix sowie die maximal mögliche Temperatur auf Grund der verwendeten Temperiergeräte berücksichtigt. Aus prozesstechnischer Sicht soll die Temperatur so niedrig wie möglich eingestellt werden, um bei kurzen Zykluszeiten dennoch eine vollständige Kristallisation zu erreichen. Hieraus wird eine Werkzeugtemperatur von $T_{\text{Werkzeug}} = 200 \text{ °C}$ abgeleitet.

Für den Parameter Zeit muss die Kühlzeit des Laminats in der Presse definiert werden, nachdem das Werkzeug geschlossen ist und die Presskraft anliegt. Hierfür wird wiederum die Kristallisationskinetik bei der gewählten Werkzeugtemperatur berücksichtigt. Bei einer Werkzeugtemperatur von 200 °C ist die Kristallisations-Halbzeit nach Abbildung 2-14 $t < 2,5$ Minuten. Eine vollständige Kristallisation kann bei dieser Werkzeugtemperatur daher ab einer Kühlzeit von $t \approx 5$ Minuten erreicht werden. Die Kühlzeit für den Bauteilherstellungsprozess wird daher inklusive eines Puffers auf $t_{\text{Kühl}} = 300 \text{ s}$ festgelegt. Die Prozessfenster für den Bauteilherstellungsprozess werden in Tabelle 3-6 zusammengefasst.

Tabelle 3-6: Übersicht der Prozessfenster für den Bauteilherstellungsprozess

Variable	Wert
Druck [bar]	20
Zieltemperatur Aufheizen [°C]	395
Werkzeugtemperatur [°C]	200
Kühlzeit [s]	300

3.3 Simulationsmodell der Kristallisationskinetik

Die Temperaturführung bei der Verarbeitung teilkristalliner Thermoplaste beeinflusst maßgeblich den resultierenden Kristallisationsgrad. In Abschnitt 2.2.2 wurde die Kristallisationskinetik des Matrixsystems PEKK eingeführt. Aus der Literatur ist bekannt, dass sich der Kristallisationsgrad auf die mechanischen Eigenschaften auswirkt. Daher ist es von Interesse, die Kristallisationskinetik simulativ zu modellieren und so den resultierenden Kristallisationsgrad vorhersagen zu können. Auf Basis der mechanischen Charakterisierung soll darüber hinaus eine Korrelation zwischen Kristallisationsgrad und Mechanik erfolgen.

Der in diesem Abschnitt vorgestellte Ansatz zur Simulation der Kristallisationskinetik beruht auf vorangegangenen Arbeiten von D. Kugele [189] und D. Dörr [190]. Ein Schwerpunkt dieser Arbeiten war es unter anderem, ein effizientes 1D-Modell zu erstellen, das die Temperaturverteilung in Dickenrichtung eines Laminates abbilden kann. Dies wurde zunächst für die einzelnen Prozessschritte Transfer und Abkühlung umgesetzt. Durch eine sequenzielle Verkettung der Berechnungen kann mit dem Modell auch der Gesamtprozess abgebildet werden. In den Abschnitten 3.3.1 und 3.3.2 wird beschrieben, mit welchem Ansatz die thermische Modellierung und die Modellierung der Kristallisationskinetik erfolgt.

3.3.1 Thermische Materialeigenschaften

Die Grundlage für die Berücksichtigung der thermischen Materialeigenschaften im Simulationsmodell stellt das Fourier'sche Gesetz in der starken Form nach Formel (3-26) dar. Hierin erfolgt die Berechnung der Wärmeleitung auf Basis der Temperatur T , der Materialdichte ρ , der spezifischen Wärmekapazität c_p , der Materialdicke z und einer Wärmequelle r [190–192].

$$\rho c_p \dot{T} = \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} + r \quad (3-26)$$

Mit dem Gaußschen Integralsatz wird das Fourier'sche Gesetz in seine schwache Form umgewandelt und kann entsprechend Formel (3-27) dargestellt werden.

$$\int_{\Omega} \rho c_p \dot{T} \delta T \, dV = - \int_{\Omega} \lambda \frac{\partial T}{\partial z} \frac{\partial \delta T}{\partial z} \, dV - \int_{\Gamma_{\Omega}} s \delta T \, dA + \int_{\Omega} r \delta T \, dV \quad (3-27)$$

Hierin beschreibt s die Wärmestromdichte an der Oberfläche. Diese Größe wird den entsprechenden Zuständen während der Materialverarbeitung angepasst, um den Wärmeverlust durch Wärmestrahlung und Konvektion beim Transfer, einem einseitigen Werkzeugkontakt oder einem beidseitigen Werkzeugkontakt abzubilden. Die räumliche Diskretisierung erfolgt anhand der Finite-Elemente-Methode (FEM) auf Basis von Linienelementen. Für die Integration wird das explizite Euler-Verfahren angewendet [192].

Um das Modell zu parametrisieren, werden demnach die spezifische Wärmekapazität, die Materialdichte sowie die Wärmeleitfähigkeit benötigt. Diese thermischen Materialeigenschaften werden in Abhängigkeit der Temperatur bestimmt. Weiterhin müssen die Wärmeübergangskoeffizienten für Konvektion und Wärmeleitung ermittelt werden. Die Charakterisierung und Parametrisierung der thermischen Eigenschaften erfolgen in Abschnitt 4.2.1.1 bzw. Abschnitt 4.2.2.4.

3.3.2 Kristallisationskinetik

Die Modellierung der Kristallisationskinetik teilkristalliner Thermoplaste ist ein zentraler Punkt in der simulativen Abbildung von Fertigungsverfahren und Prozessen. Daher gibt es in der Literatur bereits einige Ansätze für die Modellbildung. An dieser Stelle kann beispielsweise auf Di Lorenzo et al. [193], Long et al. [194] oder Ding et al. [195] verwiesen werden. Aktuelle Arbeiten aus dem Stand der Wissenschaft und Technik basieren auf den Ansätzen von Kolmogoroff [196] und Avrami [197–199]. Es können drei Arten von Kristallisationsprozessen unterschieden werden. Bei der isothermen Kristallisation wird das Material mit der größtmöglichen Kühlrate auf eine definierte Temperatur abgekühlt und bei dieser konstant gehalten. Die nicht-isotherme Kristallisation unterteilt sich weiter in die Varianten mit konstanter und variabler Kühlrate. Existierende Modelle werden hauptsächlich für die Beschreibung der isothermen und nicht-isothermen Kristallisation mit konstanter Kühlrate genutzt [189]. Für den Ansatz im Rahmen dieser Arbeit bildet die Avrami-Gleichung für isotherme Randbedingungen nach Formel (3-28) die Grundlage, mit der Kristallisationskonstante k^* und dem Avrami-Exponenten n [197].

$$X(t) = 1 - \exp(-k^*t^n) \quad (3-28)$$

Um auch die nicht-isotherme Kristallisation abbilden zu können, haben Nakamura et al. den Ansatz nach Avrami modifiziert und beschreiben die Änderung des Kristallisationsgrades mit Formel (3-29) [200–202].

$$X(t) = 1 - \exp\left[-\left(\int_0^t K(T(\tau))d\tau\right)^n\right] \text{ mit } K(T) = k(T)^{1/n} \quad (3-29)$$

In seiner zusätzlichen Erweiterung verwendet Ziabicki [203; 204] eine empirische Form der Kristallisationskonstanten, beschrieben in Formel (3-30). Hierin sind K_{max} , T_{max} und D Materialparameter, welche von der Kühlrate abhängen. Für diese Anpassung konnten Kugele et al. zeigen, dass für eine Vielzahl von unterschiedlichen Kühlraten eine gute Übereinstimmung vorliegt [205].

$$K(T) = K_{max} \exp\left(\frac{-4 \ln(2) (T - T_{max})^2}{D^2}\right) \quad (3-30)$$

Eine Kombination aus den beiden Ansätzen nach Nakamura in Formel (3-29) und Ziabicki in (3-30) nutzen beispielsweise Hoffmann [206] und Sierra [207]. Diese Kombination wird als modifiziertes Nakamura-Ziabicki-Modell bezeichnet und wird im Rahmen dieser Arbeit für die Modellierung der Kristallisationskinetik angewendet.

Für die Parametrisierung des Modells muss folglich der Avrami-Exponent ermittelt und das Nakamura-Ziabicki-Modell gefittet werden. Der Avrami-Exponent wird auf Basis der isothermen Kristallisationskinetik bestimmt. Das Fitten des Modells wird anhand der nicht-isothermen Kristallisationskinetik durchgeführt. Die Charakterisierungen erfolgen in Abschnitt 4.2.1.2 und die anschließende Parametrisierung in Abschnitt 4.2.2.4.

In der Literatur finden sich Arbeiten anderer Autoren, welche die Kristallisationskinetik von reinem PEKK modelliert haben. So hat beispielsweise Choupin [75] mit den Ansätzen von Avrami und von Hillier [208] die isotherme Kristallisationskinetik von zwei unterschiedlichen reinen PEKK-Typen untersucht. Er kommt in seinen Untersuchungen zu dem Ergebnis, dass der Avrami-Ansatz mit einem Avrami-Exponenten von $n = 2$ eine gute Übereinstimmung bis zu einem relativen Kristallisationsgrad von 0,6 liefert. Oberhalb davon überschätzt dieser Ansatz die Kristallisationsgeschwindigkeit, welche langsamer abläuft, als es das Modell vorhersagt. Der zweite von Choupin genutzte Ansatz nach Hillier liefert in einer mehrfachen linearen Regressionsanpassung eine bessere Übereinstimmung. Hierbei wird ab einem relativen Kristallisationsgrad von 0,6 ein zweiter Avrami-Exponent von $n = 1$ genutzt. Choupin unterteilt daher den Kristallisationsvorgang in eine primäre und sekundäre Phase mit den Exponenten $n_1 = 2$ für die primäre bzw. $n_2 = 1$ für die sekundäre Phase. Auf Basis kristallographischer Untersuchungen passt er im Weiteren den Exponenten n_1 auf den Wert $n_1 = 3$ an, da dieser eher mit den mikroskopischen Ergebnissen übereinstimmt. Hsiao et al. nutzen ebenfalls einen zweistufigen Ansatz nach Hillier und kommen zu ähnlichen Ergebnissen [45]. In seinen Untersuchungen wird für die primäre Phase ein Avrami-Exponent von $n_1 = 4$ und für die sekundäre Phase ein Exponent von $n_2 = 2$ ermittelt.

4 Versuchsdurchführung und Validierung der Methoden und Modelle

Dieses Kapitel ist in zwei Hauptabschnitte unterteilt, in denen jeweils eines der Morphologiemerkmale Porosität und Kristallisationsgrad im Fokus steht. Die Inhalte der Abschnitte folgen der Prozesskette und sind in Abbildung 4-1 zusammengefasst.



Abbildung 4-1: Zusammenfassung der Inhalte in den Hauptabschnitten des Kapitels 4

4.1 Morphologiemerkmal Porosität

Im ersten Hauptabschnitt des vierten Kapitels wird das Merkmal Porosität über die gesamte Prozesskette hinweg untersucht. Hierbei steht im Fokus, wie sich die Porosität von Prozessschritt zu Prozessschritt verändert und welche Prozessparameter einen signifikanten Einfluss ausüben. Zunächst wird in Abschnitt 4.1.1 der Ausgangszustand des Tapes ermittelt. Dieser bildet die Basis für die Bewertung der Porosität in den folgenden Prozessschritten. Im Abschnitt 4.1.2 wird der Prozess Tapelegen behandelt. Dabei wird eingangs die in Abschnitt 3.2.1 entwickelte Methodik zur Bestimmung der Prozessparameter validiert. Nachfolgend wird untersucht, wie sich die Toleranz in der Beschaffenheit des Tapes auf die Reproduzierbarkeit des Tapelegens auswirkt. Die Untersuchung der Porosität bei der Weiterverarbeitung der Tapelege im Konsolidieren und Bauteilherstellungsprozess ist in die Abschnitte 4.1.3 und 4.1.4 aufgeteilt. Hierin wird jeweils verifiziert, dass die definierten Prozessparameter erreicht werden. Weiterhin wird validiert, dass die Versuchsdurchführung für die Untersuchung der Porosität geeignet ist und anschließend die Porosität nach der Verarbeitung im jeweiligen Prozess charakterisiert. Abschließend werden in Abschnitt 4.1.5 die mechanischen Eigenschaften der konsolidierten Lamine und hergestellten Bauteile in Abhängigkeit der Porosität ermittelt und bewertet.

4.1.1 Ausgangszustand des Tapes

Für die Validierung der Methodik zur Bestimmung der Prozessparameter beim Tapelegen müssen ausgewählte geometrische Eigenschaften des Tapes im Ausgangszustand ermittelt werden. Diese umfassen die Tapedicke, die Tapebreite sowie die Oberflächenbeschaffenheit. Weiterhin ist es erforderlich, die Porosität des Tapes im Ausgangszustand zu charakterisieren, damit der Einfluss der Prozessparameter auf die Porosität bei der Verarbeitung des Tapes im Konsolidieren und Bauteilherstellungsprozess bewertet werden kann.

Die nachfolgenden Abschnitte erläutern in diesem Zusammenhang das gewählte Vorgehen und beschreiben die Ergebnisse der durchgeführten Analysen.

4.1.1.1 Tapedicke und Tapebreite

Das Ausgangsmaterial wird typischerweise auf sogenannten Mutterspulen mit einer Breite von zwölf Zoll (≈ 305 mm) geliefert. Damit es im Tapelegen von der Fiberforge verarbeitet werden kann, muss es auf eine Breite zwischen 50 und 160 mm geschnitten werden. Dieser Prozess nennt sich Slitten und erfolgt am Fraunhofer Institut für Gießerei-, Composite- und Verarbeitungstechnik IGCV in Augsburg. Auf Grund der hohen Materialpreise hat ein minimaler Verschnitt bei der Auswahl der Tapebreite die höchste Priorität. Die Randbedingungen für die Tapebreite ergeben sich daher aus der Breite der Mutterspule, den Abmessungen der Gelegekontur und der Größe des erforderlichen Randbeschnittes. Je nach Materialqualität variiert dieser in einem Bereich von 4 bis 10 mm. Unter Berücksichtigung der gewählten Ziel-Gelegegröße mit einer Kantenlänge von 400 mm, der Breite der Mutterspule von 305 mm und einem beidseitigen Randbeschnitt von 4 mm ergibt sich für die Tapebreite ein Sollwert von 99 mm. Auf diese Weise können drei einzelne Spulen aus einer Mutterspule geschnitten werden. Die Entnahmeposition aus der Mutterspule (Roll) wird in Abrollrichtung von links nach rechts mit Cut A, Cut B und Cut C gekennzeichnet. Insgesamt werden aus 11 Mutterspulen 33 einzelne Spulen geslitten.

Die Tapedicke und Tapebreite im Ausgangszustand werden am geslitteten Material für die einzelnen Spulen Cut A bis Cut C ermittelt.

Zunächst wird die *Tapedicke* gemessen. Diese gibt Aufschluss über die zu erwartende Dicke der Tapelege und ist ein wichtiger Indikator für die Reduktion in Dickenrichtung beim Konsolidieren. Diese tritt auf, da nach dem Herstellungsprozess des Tapes keine homogene Dickenverteilung vorliegt. Durch das Aufschmelzen und Abkühlen während dem Konsolidieren werden Unterschiede in der Materialdicke sowie der Oberflächenbeschaffenheit durch das Fließen der Matrix ausgeglichen. Die im Datenblatt vermerkte Schichtdicke im konsolidierten Laminat, die sogenannte *consolidated ply thickness (CPT)*, dient hierbei als Referenz für den zu erreichenden Zielwert der Tapedicke. Auf Basis der CPT kann die voraussichtliche prozentuale Dickenabnahme beim Konsolidieren des Tapegeleges berechnet werden.

Für die Messung der Tapedicke wird von jeder der 33 Spulen ein Stück Tape von 1000 mm Länge entnommen und alle 100 mm (entspricht 10 Positionen) die Dicke mit einer Bügelmessschraube gemessen. Die Bezeichnung der Ergebnisse setzt sich aus der Nummer der Mutterspule und der Entnahmeposition zusammen: Roll 35 Cut A bedeutet Mutterspule Nummer 35 und Entnahmeposition A. Die Messungen Roll 97 Cut A und Roll 98 Cut A werden als Ausreißer definiert und sind daher nicht in der Übersicht enthalten. Insgesamt liegt der Auswertung somit eine Datenmenge von 310 Messungen zugrunde. Die Ergebnisse der einzelnen Messungen sind in Abbildung 4-2 dargestellt. Die Zieldicke CPT beträgt laut Datenblatt 0,14 mm und ist als grüne Linie dargestellt.

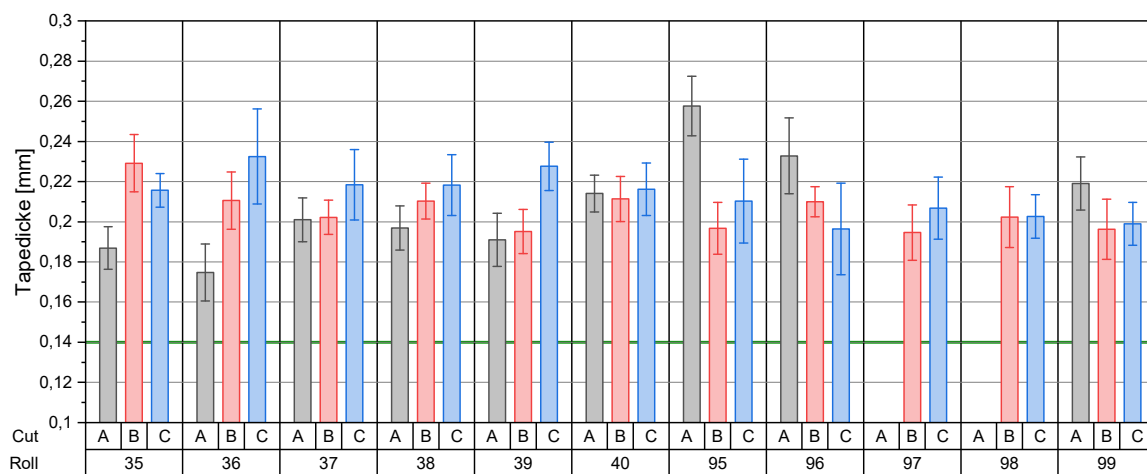


Abbildung 4-2: Ergebnisse für die Messung der Tapedicke

Die minimale relative Standardabweichung innerhalb einer Spule beträgt 3,4 % bei Roll 96 Cut C. Der maximale Wert beträgt 11 % bei Roll 96 Cut B. Die minimale gemessene Dicke beträgt 0,16 mm bei Roll 36 Cut A und die maximale Dicke beträgt 0,28 mm bei Roll 95 Cut A. Weiterhin liegen alle gemessenen Werte oberhalb der CPT. Für das Konsolidieren bedeutet dies, dass bei der minimalen Dicke eine Reduktion von 9,68 % bzw. bei der maximalen Dicke eine Reduktion von 49,09 % zu erwarten ist. Der Mittelwert der Tapedicke aus allen Messungen liegt bei 0,21 mm, was einer Dickenreduktion von 33,06 % entspricht. Die relative Standardabweichung beträgt über alle Messungen 9,87 %. Dies lässt auf eine hohe Inhomogenität der Tapedicke und Oberflächenbeschaffenheit schließen.

Typische Werte für die Reduktion der Tapedicke beim Konsolidieren liegen für andere Materialsysteme im Bereich von ca. 2 % (beispielsweise Ultratape® PA6-CF von BASF). Da das Auflager beim SVK-Prozess an die Gelegedicke angepasst wird (vergleiche Abschnitte 3.1.2 und 3.2.3) können nur geringe Reduktionen toleriert werden. Die zu erwartende Dickenreduktion des verwendeten PEKK-CF Tapes übersteigt diese Toleranz, wodurch es beim Erreichen der Schmelztemperatur zu überkritischen Biegespannungen in der Glaskeramik kommen kann. Die Dickenreduktion wird daher anhand der Tapegelege im Abschnitt 4.1.2 neu bewertet und entsprechende Maßnahmen für die Versuchsdurchführung abgeleitet. Tabelle 4-1 fasst die statistische Auswertung aller Messungen zusammen.

Tabelle 4-1: Statistische Auswertung der Dickenmessung des PEKK-CF Tapes

Ergebnisse Dickenmessung PEKK-CF Tape	
Minimum [mm]	0,16
Maximum [mm]	0,28
Mittelwert [mm]	0,21
Standardabweichung [mm]	0,02
rel. STABW [%]	8,82
Referenzwert CPT [mm]	0,14

Für Analyse der *Tapebreite* werden dieselben Tapestücke mit 1000 mm Länge genutzt. Die Bezeichnung der Ergebnisse ist hierbei analog zur Bezeichnung bei der Tapedicke. Das Ziel der Analyse ist es die statistischen Kennwerte Minimum, Maximum sowie die Standardabweichung zu bestimmen, welche die Datengrundlage für die Validierung der Methodik zur Bestimmung der Prozessparameter beim Tapelegen darstellen.

Die Tapebreite wird mit einem Messschieber ebenfalls alle 100 mm gemessen. Roll 97 Cut A und Roll 98 Cut A werden als Ausreißer definiert, so dass wiederum 310 Messwerte zur Verfügung stehen. Abbildung 4-3 zeigt die gemessenen Ergebnisse je Spule.

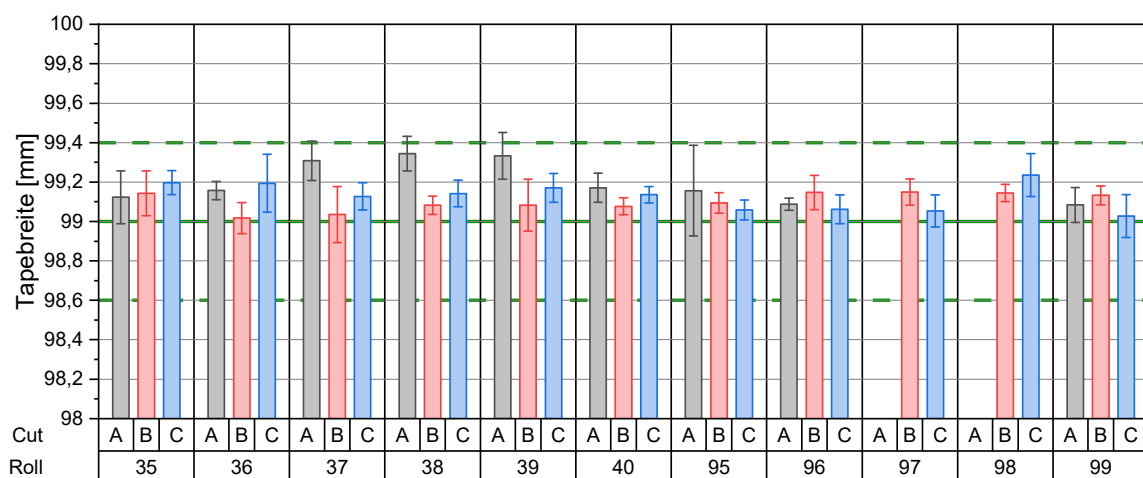


Abbildung 4-3: Ergebnisse für die Messung der Tapebreite

Die grüne Linie gibt die Zielbreite des Tapes von 99 mm an. Die beiden grünen gestrichelten Linien darüber bzw. darunter markieren die vom Anlagenhersteller vorgegebene Toleranz für die Tapebreite bei der gewählten Zielbreite. Die Toleranz beträgt $\pm 0,40$ mm, so dass das Tape anlagenseitig verarbeitet werden kann, wenn die reale Breite zwischen 98,60 mm und 99,40 mm liegt. Insgesamt sind nur acht Werte außerhalb dieser Toleranz, was einem Anteil von 2,58 % entspricht. In Bezug auf die vorgegebenen Toleranzen für die generelle Verarbeitbarkeit ist die im Slitten erreichte Verteilung der Tapebreite ausreichend genau. Auf Basis von Abbildung 4-3 ist festzustellen, dass die reale Tapebreite eher in positive Richtung vom definierten Zielwert abweicht. Die relative Standardabweichung der Messungen innerhalb einer Spule liegt zwischen 0,03 % und 0,22 %, was die hohe Genauigkeit des Slittens bestätigt. Die reale Tapebreite weist auf Grund der geringen durchschnittlichen Schwankung von 0,12 % eine gute Homogenität auf. Der Mittelwert aller Messungen weicht um 0,14 mm vom Zielwert ab. Die Auswertung der statistischen Kennwerte ist in Tabelle 4-2 zusammengefasst.

Tabelle 4-2: Statistische Auswertung der Breitenmessung des PEKK-CF Tapes

Ergebnisse Breitenmessung PEKK-CF Tape	
Minimum $b_{Tape,min}$ [mm]	98,65
Maximum $b_{Tape,max}$ [mm]	99,80
Mittelwert $b_{Tape,mean}$ [mm]	99,14
Standardabweichung [mm]	0,12
rel. STABW [%]	0,12

4.1.1.2 Oberflächenbeschaffenheit

Aus den Ergebnissen zur Analyse der Tapedicke im vorherigen Abschnitt kann abgeleitet werden, dass eine hohe Inhomogenität vorliegt. Dies kann durch die Oberflächenbeschaffenheit des Tapes beeinflusst werden. Des Weiteren wirkt sich diese auf die Laminatverdichtung zur Ausbildung des intimen Kontaktes beim Konsolidieren aus (vergleiche Abschnitt 2.1.2). In diesem Abschnitt wird daher die Oberflächenbeschaffenheit des Tapes charakterisiert.

In einem ersten Schritt wird die allgemeine Beschaffenheit in einem qualitativen Ansatz untersucht. Hierdurch soll geprüft werden, ob sich bereits auf Grund des optischen Erscheinungsbildes Aussagen hinsichtlich potenzieller Herausforderungen für das nachgeschaltete Konsolidieren ableiten lassen. Dazu werden Tapestreifen entnommen und Aufnahmen mit einer digitalen Spiegelreflexkamera *Canon EOS 700D* erstellt. Abbildung 4-4 und Abbildung 4-5 zeigen denselben Tapestreifen orthogonal von oben fotografiert. Bei Abbildung 4-5 wird der Streifen zusätzlich mit einer Lichtquelle von der Rückseite beleuchtet. Hierbei ist deutlich zu erkennen, dass das Licht lokal durch das Tape transmittiert. Die Gründe hierfür können eine inhomogene Faser-Matrix-Verteilung (matrixreiche Bereiche) oder Längsrisse im Tape sein.

Um in diesem Kontext die Faser-Matrix-Verteilung zu überprüfen, werden Proben aus den Streifen entnommen und Schliffbilder erstellt. Davon zeigt Abbildung 4-6 zwei exemplarische Ergebnisse. Diese bestätigen, dass eine inhomogene Faser-Matrix-Verteilung sowie eine qualitativ ungleichmäßige Oberflächenbeschaffenheit vorliegen.



Abbildung 4-4: Aufsicht des PEKK-CF Tapes



Abbildung 4-5: Aufsicht des PEKK-CF Tapes mit rückseitiger Beleuchtung

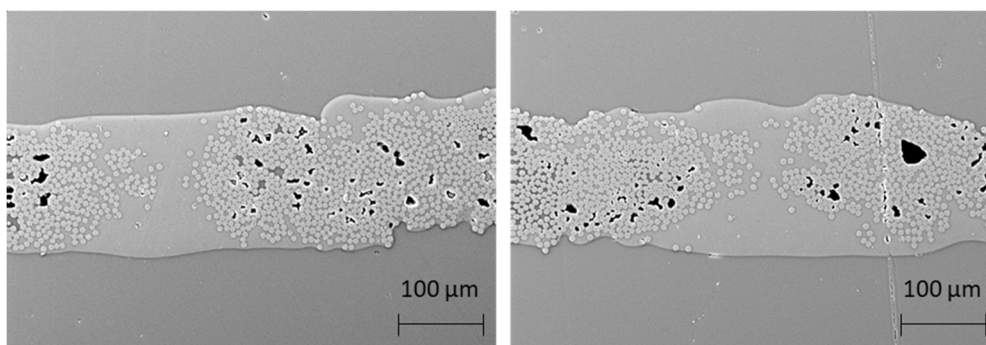


Abbildung 4-6: Schliffbilder des PEKK-CF Tapes mit matrixreichen Bereichen

Bei der Ausbildung des intimen Kontaktes haben die materialspezifischen Oberflächenparameter a_0 , b_0 und w_0 einen signifikanten Einfluss auf die resultierende Zeit t_{ic} . Um im Weiteren die Oberflächenbeschaffenheit quantitativ zu bewerten, wird die in Abschnitt 3.2.2 beschriebene Methodik zur Bestimmung der Oberflächenparameter angewendet. Die Ergebnisse für a_0 , b_0 und w_0 dienen als Grundlage für die späteren Untersuchungen hinsichtlich der Porosität bei dem Prozessschritt Konsolidieren.

Für sechs Tapestreifen wird an den in Abbildung 4-4 markierten Positionen von eins bis fünf die einseitige Oberflächenbeschaffenheit entsprechend der in Abschnitt 3.2.2 eingeführten Vorgehensweise gemessen. Die Messungen werden mit einem Scanning-Profilometer vom Typ $\mu scan$ der Firma *NanoFocus* durchgeführt.

Zuerst erfolgt die Auswertung auf der *Mikro-Ebene*. Der Oberflächenparameter a_0 entspricht hierbei der gesamten Höhe des Rauheitsprofils R_t . Die Parameter b_0 und w_0 entsprechen der Durchschnittsbreite der Rauheitsprofilelemente R_{Sm} . Abbildung 4-7 und Abbildung 4-8 zeigen exemplarisch zwei Profile der Messung eines Tapestreifens an den Positionen zwei beziehungsweise drei (vgl. Abbildung 4-4). Auf der x-Achse ist die Tapebreite in mm aufgetragen und auf der y-Achse die Profilhöhe in μm dargestellt.

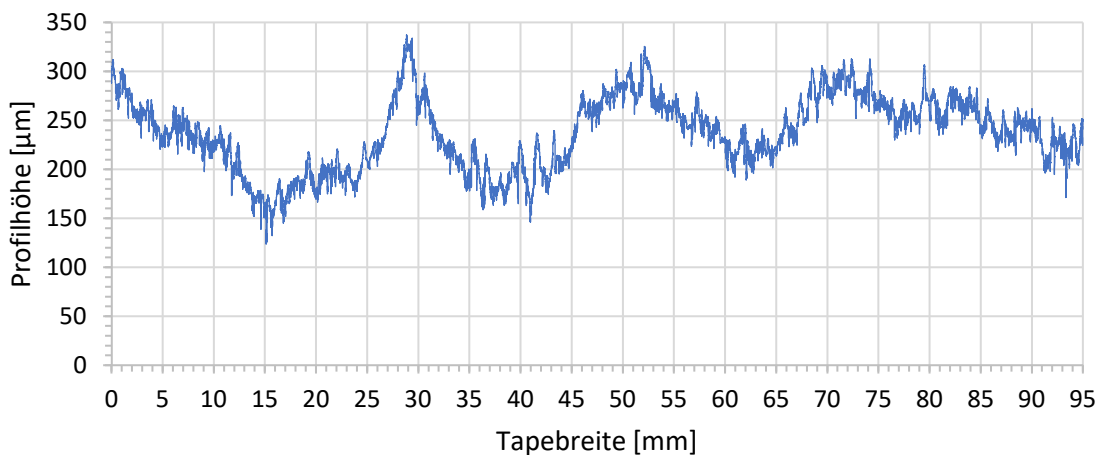


Abbildung 4-7: Gemessenes Profil der Oberfläche eines Tapestreifens an Position 2

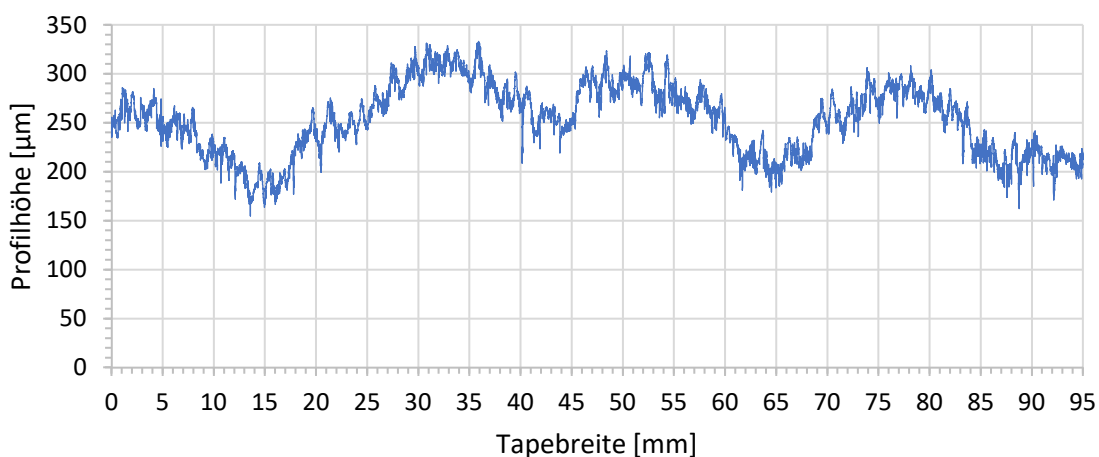


Abbildung 4-8: Gemessenes Profil der Oberfläche eines Tapestreifens an Position 3

In Tabelle 4-3 sind die Mittelwerte aus den mit der Software berechneten Werten R_t und R_{Sm} für alle sechs Streifen zusammengefasst. Der Mittelwert für R_t über alle Messungen beträgt $100,16 \mu m$ bei einer relativen Standardabweichung von $9,46 \%$. Der Mittelwert für R_{Sm} beträgt $0,29 mm$ bei einer relativen Standardabweichung von $4,93 \%$.

Tabelle 4-3: Berechnete Oberflächenparameter R_t und R_{Sm} des PEKK-CF Tapes

Tapestreifen	Oberflächenparameter	
	$a_0 = R_t$ [μm]	$b_0 = w_0 = R_{Sm}$ [mm]
1	97,79	0,28
2	85,23	0,27
3	94,95	0,29
4	116,39	0,29
5	103,24	0,29
6	103,38	0,31
Mittelwert	100,16	0,29
relative Standardabweichung [%]	9,46	4,39

Für die Auswertung auf der *Makro-Ebene* werden die Rohdaten des gemessenen Profils mit dem in Abschnitt 3.2.2 beschriebenen Python-Skript ausgewertet. Das approximierte Profil sowie die lokalen Extrema und Wendepunkte sind beispielhaft in Abbildung 4-9 für einen Tapestreifen an der Position zwei gezeigt. Die Tapebreite in mm ist auf der x-Achse aufgetragen und die Profilhöhe in μm auf der y-Achse dargestellt. Die blaue Linie beschreibt die Rohdaten, welche nach der Glättung durch den Verlauf der orangenen Kurve wiedergegeben werden. Alle weiteren Analysen finden anhand der geglätteten Daten statt, so dass sich die Wendepunkte, die lokalen Extrema sowie das globale Minimum und Maximum auf die geglätteten Daten beziehen. Deshalb liegen beispielsweise Teile der Rohdaten außerhalb der gestrichelten Linien für das globale Minimum und Maximum.

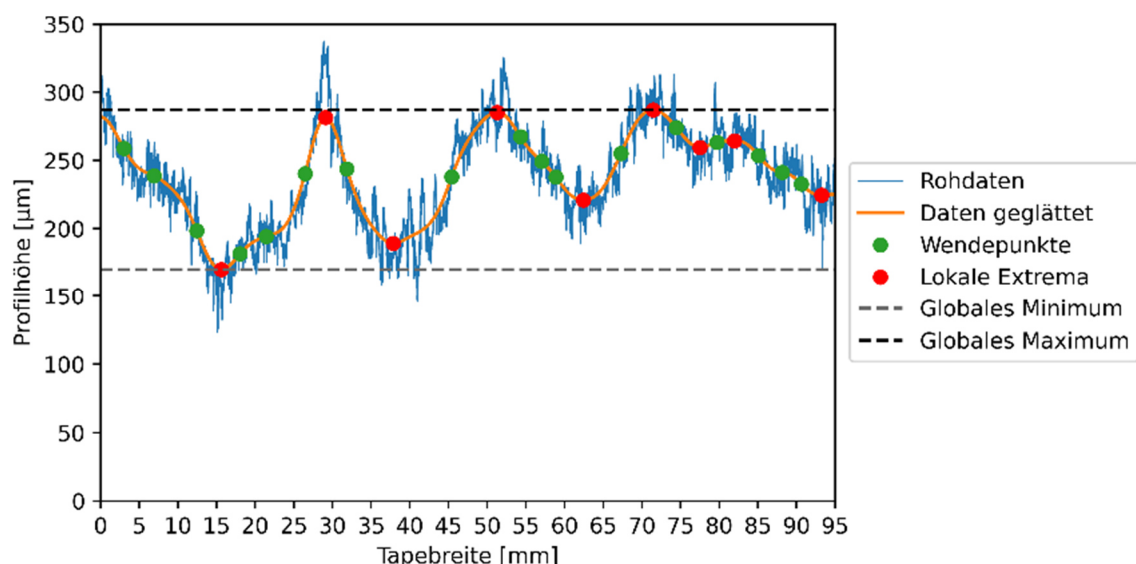


Abbildung 4-9: Oberflächenprofil aus den Messdaten des Scanning-Profilometers

Als nächstes wird die Genauigkeit bewertet, mit der das Modell von *Lee & Springer* die reale Oberflächenbeschaffenheit abbildet. Dazu werden, wie in Abschnitt 3.2.2 beschrieben, die Differenzen der Flächeninhalte zwischen den Rechtecken nach dem Modell von *Lee & Springer* und den Flächen unter den geglätteten Daten genutzt.

Das bevorzugte Ergebnis dieser Bewertung ist Fall 2, bei dem die Summe der Differenzen im Bereich Erhebung b_0 kleiner ist als die Summe der Differenzen im Bereich Lücke w_0 (vgl. Abbildung 3-25 und Abbildung 3-26 in Abschnitt 3.2.2):

$$A_{F_{b0}} < A_{F_{w0}}$$

In diesem Fall wird die Oberflächenbeschaffenheit des Tapes unterschätzt. Die Parameter a_0 , b_0 und w_0 führen daher in der Berechnung der Zeit t_{ic} zu einem zu hohen Wert. Somit ist es möglich, dass der vollständige intime Kontakt bereits vor dem Erreichen von t_{ic} ausgebildet wird. Um dies zu überprüfen, wird die Differenz ΔA_F der beiden Werte gebildet.

$$\Delta A_F = A_{F_{w0}} - A_{F_{b0}} \quad (4-1)$$

Der Fall 2 tritt ein, wenn $\Delta A_F > 0$ ist. Sollte die Differenz $\Delta A_F = 0$ sein, so liegt Fall 3 vor. Beträgt die Differenz hingegen $\Delta A_F < 0$, so liegt Fall 1 vor. Dies bedeutet, dass der reale Zustand überschätzt wird. Tabelle 4-4 fasst die Mittelwerte der Differenzen je Tapeastreifen zusammen.

Tabelle 4-4: Flächendifferenzen zur Bewertung der Genauigkeit

	Tapestreifen					
	1	2	3	4	5	6
ΔA_F [mm ²]	1,63	1,16	-0,22	0,51	0,11	0,13

Die Ergebnisse zeigen, dass nur bei Tapeastreifen 3 der Fall 1 eintritt und die Methodik den realen Zustand geringfügig überschätzt. In 83 % der Messungen tritt der favorisierte Fall 2 ein. Daher wird festgelegt, dass das Modell von *Lee & Springer* für die Oberflächenbeschaffenheit des Tapes verwendet werden kann. In Tabelle 4-5 sind die gemittelten Werte für die Oberflächenparameter a_0 , b_0 und w_0 je Tapeastreifen zusammengefasst.

Tabelle 4-5: Oberflächenparameter für das PEKK-CF Tape

Oberflächenparameter	Tapestreifen					
	1	2	3	4	5	6
a_0 [μm]	113,09	117,28	120,35	58,71	37,46	39,11
b_0 [mm]	6,59	5,01	11,44	5,02	5,01	4,99
w_0 [mm]	7,02	5,95	6,50	4,93	4,66	4,78

Die höchsten Werte für a_0 zeigen sich bei Streifen eins bis drei. Bei den Streifen vier bis sechs ist a_0 geringer und das Profil der Tapeoberfläche damit um 66,65 % flacher. Die Mittelwerte b_0 und w_0 lassen auf eine ähnliche Breite der Erhebungen und Lücken schließen.

Insgesamt kann daraus abgeleitet werden, dass das Tape eine unregelmäßige Oberflächenbeschaffenheit aufweist. Der Eindruck aus der qualitativen Untersuchung kann daher mit den berechneten Oberflächenparametern bestätigt werden.

Unter Verwendung der Methodik aus Abschnitt 3.2.2 konnten die Oberflächenparameter für die Mikro- und Makro-Ebene berechnet werden. Für die Abbildung der realen Oberfläche durch das Modell von *Lee & Springer* konnte gezeigt werden, dass das Modell zu einer konservativen Abschätzung führt. Somit können die Parameter als Grundlage für die Berechnung der erforderlichen Zeit bis zum vollständigen intimen Kontakt verwendet werden. Dies ist Teil der Untersuchungen zum Einfluss der Oberfläche auf die Porosität beim Prozessschritt Konsolidieren in Abschnitt 4.1.3.

4.1.1.3 Prozentualer Porenanteil im Tape

Die Porosität wird im Rahmen dieser Arbeit durch den prozentualen Porenanteil ausgedrückt. Ein Einfluss auf den prozentualen Porenanteil kann bereits durch das gewählte Herstellungsverfahren vorliegen. In Abschnitt 2.1.1 wurden verschiedene Verfahren zur Herstellung von UD-Tapes vorgestellt. PEKK-CF Tape kann durch Lösungsmittelimprägnierung oder Pulverimprägnierung hergestellt werden (vgl. Abschnitt 2.1.1). Ein Nachteil bei dem lösungsmittelbasierten Prozess besteht darin, dass es zum Einschluss von Lösemittel kommen kann. Beim Pulverimprägnieren muss das Thermoplastpulver gleichmäßig verteilt werden, damit ein porenfreies Tape mit einer homogenen Oberflächenbeschaffenheit hergestellt werden kann. Zudem können bei der nassen Pulverimprägnierung Feuchtigkeitsrückstände im Material verbleiben.

Damit diese Einflüsse auf den prozentualen Porenanteil bei den nachfolgenden Untersuchungen ausgeschlossen werden können, wird eine TGA durchgeführt. Hiermit wird geprüft, ob sich im Tape herstellungsbedingte Rückstände von Lösungsmittel oder Feuchtigkeit befinden. Dazu werden Proben von ca. 10 mg des Tapes eingewogen und mit der vakuumdichten Thermowaage *NETZSCH TG 209 F1 Iris* gemessen. Es werden jeweils fünf Proben von fünf unterschiedlichen Tapespulen entnommen und somit insgesamt 25 Messungen durchgeführt. Unter Stickstoffatmosphäre werden die Proben ausgehend von Raumtemperatur bei einer Heizrate von 10 °C/min auf 1000 °C aufgeheizt. Die Datenerfassung sowie die Steuerung und Auswertung der Messungen wird mit der *Proteus Software* von *NETZSCH* durchgeführt. Die Ergebnisse der TGA-Messungen zeigen im relevanten Temperaturbereich bis 400 °C (vgl. Abschnitt 3.2.3) eine durchschnittliche Masseänderung von 0,37 %. Die Zersetzung des Materials beginnt im Mittel bei ca. 544,7 °C und führt zu einer durchschnittlichen Masseänderung von 14,50 %.

Die aus der Probe bei bestimmten Temperaturen freigesetzten Gase werden durch eine auf 280°C thermostatisierte Transferleitung in die Messzelle des Massenspektrometers (MS) geleitet. Die Auswertung der MS-Daten erfolgt über die *Quadstarsoftware* von *Bruker Instruments*. Darin kann vor allem bei den Massezahlen 18 (H₂O) und 44 (CO₂) ein nennenswerter Ausschlag festgestellt werden. Dieser befindet sich im Temperaturbereich zwischen 500 °C und 600 °C und damit im Bereich der Materialzersetzung. Daher wird davon ausgegangen, dass es sich um Zersetzungsprodukte handelt. Als Zusammenfassung der TGA-Messung ist festzuhalten, dass keine Rückstände von Lösemittel nachgewiesen

werden können und das zudem im relevanten Temperaturbereich bis 400 °C keine anderen Gase freigesetzt werden. Ein Einfluss von herstellungsbedingten Rückständen auf den prozentualen Porenanteil wird daher ausgeschlossen.

Die Charakterisierung des prozentualen Porenanteils am Tape im Ausgangszustand erfolgt mit zwei unterschiedlichen Methoden. Zum einen auf Basis der gemessenen Composite-Dichte im Archimedes-Verfahren. Zum anderen mithilfe einer Grauwertanalyse von Schlibbildern.

Zunächst wird die erste Methode auf Basis des Archimedes-Verfahrens vorgestellt. Hierfür werden sequenziell die nachfolgenden Schritte durchgeführt:

- 1) Messung der Composite-Dichte im Archimedes-Verfahren
- 2) Messung des Fasermasseanteils
- 3) Berechnung der analytischen Composite-Dichte
- 4) Abgleich der analytischen und der gemessenen Composite-Dichte

Die Messung der Composite-Dichte des PEKK-CF Tapes im Archimedes-Verfahren erfolgt entsprechend der in Abschnitt 3.2.2 beschriebenen Vorgehensweise. Es werden insgesamt acht rechteckige Proben mit einer Kantenlänge von 25 mm aus vier verschiedenen Tape-Spulen entnommen. Die Ergebnisse der einzelnen Messungen für die Composite-Dichte sowie der berechnete Mittelwert ist in Abbildung 4-10 dargestellt. Auf Grund der geringen Unterschiede wird hier eine Darstellung mit drei Dezimalstellen gewählt.

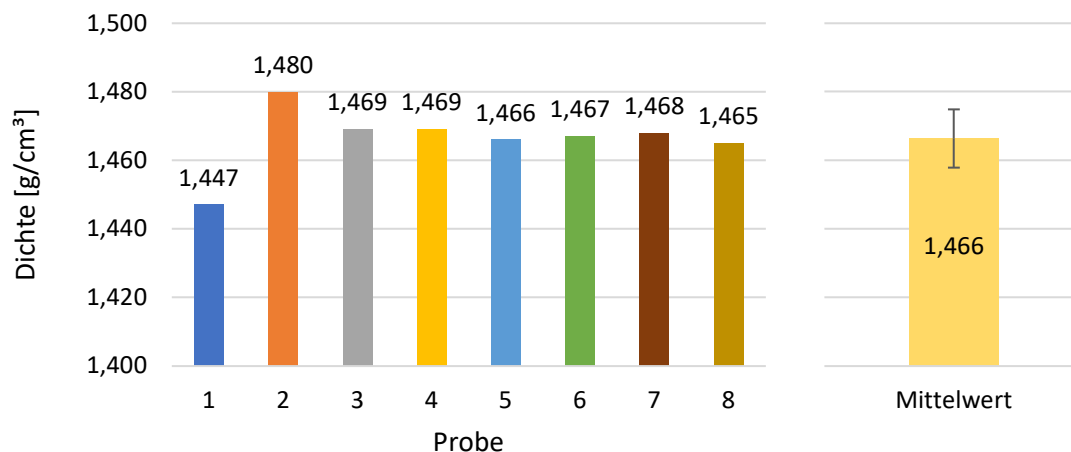


Abbildung 4-10: Ergebnis der Dichtemessung im Archimedes-Verfahren

Der Mittelwert aller Messungen beträgt $\rho_{ges,mess} = 1,466 \text{ g/cm}^3$ bei einer relativen Standardabweichung von 0,58 %. Das Verfahren wird daher als ausreichend genau für die Messung der Composite-Dichte bewertet. Um den Porenanteil im Tape analytisch zu berechnen, wird als nächstes der Fasermasseanteil der acht Tapeproben bestimmt. Hierfür wird die Matrix der Tapeproben in einer TGA thermisch zersetzt. Die Messung erfolgt wiederum mit der vakuumdichten Thermowaage *NETZSCH TG 209 F1 Iris*. Je Tapeprobe wird eine Einwaage von 50 mg entnommen und das Messprogramm aus Tabelle 4-6 gestartet.

Tabelle 4-6: Messprogramm der TGA zur Bestimmung des Fasermasseanteils

Parameter	Geräteeinstellung
Temperaturbereich TGA	Aufheizung 1: 25 – 800 °C Abkühlung: 800 – 300 °C Aufheizung 2: 300 – 950 °C
Heizrate	Aufheizung 1: 15 °C/min Aufheizung 2: 5 °C/min
Gase	Aufheizung 1 und Abkühlung: Stickstoff Aufheizung 2: Synth. Luft
Durchfluss Gas	50 ml/min
Tiegel	Al ₂ O ₃

Der Fasermasseanteil wird anhand der Masseänderung während der zweiten Aufheizung bestimmt. Der Mittelwert für den Fasermasseanteil aller Messungen beträgt $\psi_f = 65,8 \%$, woraus sich ein durchschnittlicher Matrixmasseanteil von $\psi_m = 34,2 \%$ ergibt. Dieser Wert weicht nur um 0,2 % von dem im Datenblatt angegebenen Kennwert von 34 % ab [171]. Als weitere Werte sind im Datenblatt die Matrix-Dichten bei einem Kristallisationsgrad von $X_c = 0 \%$ bzw. $X_c = 30 \%$ angegeben. Die Dichte bei $X_c = 0 \%$ entspricht $\rho_m = 1,280 \text{ g/cm}^3$ bzw. $\rho_m = 1,310 \text{ g/cm}^3$ bei $X_c = 30 \%$. Unter der Annahme, dass die Dichte und der Kristallisationsgrad linear zusammenhängen, kann mit Hilfe einer Interpolation und dem ermittelten Wert für den Kristallisationsgrad im Ausgangszustand des Tapes die analytische Matrixdichte $\rho_{m,analyt.}$ entsprechend Formel (4-2) berechnet werden.

$$\rho_{m,analyt.} = 1,278 + 0,0010\bar{6} * X_c \quad (4-2)$$

Für den gemessenen Kristallisationsgrad $X_c = 7,72 \%$ ergibt sich eine analytische Matrixdichte von $\rho_{m,analyt.} = 1,286 \text{ g/cm}^3$. Zusammen mit den gemessenen Massenanteilen von $\psi_f = 65,8 \%$ und $\psi_m = 34,2 \%$ sowie der Dichte der Fasern $\rho_f = 1,790 \text{ g/cm}^3$ aus dem Datenblatt des Herstellers Hexcel [209] kann unter Verwendung von Formel (4-3) die analytische Composite-Dichte berechnet werden [182]. Durch das Einsetzen der Werte ergibt sich eine Dichte von $\rho_{ges,analyt.} = 1,579 \text{ g/cm}^3$.

$$\rho_{ges,analyt.} = \frac{1}{\frac{\psi_f}{\rho_f} + \frac{\psi_m}{\rho_{m,analyt.}}} \quad (4-3)$$

Im letzten Schritt der Charakterisierung wird der analytische Porenanteil entsprechend Formel (3-21) auf Basis der gemessenen und der analytischen Composite-Dichte berechnet [182]. Für das Tape ergibt sich hiermit im Ausgangszustand ein analytischer Porenanteil von $\xi_{analyt.} = 7,65 \%$.

Abschließend fasst Tabelle 4-7 die berechneten Kennwerte bei der Charakterisierung des prozentualen Porenanteils auf Basis des Archimedes-Verfahren zusammen.

Tabelle 4-7: Ermittelte Kennwerte bei der Charakterisierung des prozentualen Porenanteils im Archimedes-Verfahren

Gemessener Kristallisationsgrad	$\chi_c = 7,72 \%$
Masseanteil Faser	$\psi_f = 65,8 \%$
Masseanteil Matrix	$\psi_m = 34,2 \%$
Faserdichte aus Datenblatt	$\rho_f = 1,790 \text{ g/cm}^3$
Gemessene Composite-Dichte	$\rho_{ges,mess} = 1,466 \text{ g/cm}^3$
Analytische Matrixdichte	$\rho_{m,analyt.} = 1,286 \text{ g/cm}^3$
Analytische Composite-Dichte	$\rho_{ges,analyt.} = 1,579 \text{ g/cm}^3$
Analytischer Porenanteil	$\xi_{analyt.} = 7,65 \%$

Bei der Dichtemessung im Archimedes-Verfahren wird der Probekörper vollständig in das verwendete flüssige Medium eingetaucht. Dies kann vor allem bei Proben mit einer unregelmäßigen Oberflächenbeschaffenheit dazu führen, dass sich beim Eintauchen Mikro-Luftblasen an der Oberfläche bilden und so den Messwert beeinflussen. Daher wird die Porosität mit einer weiteren Methode charakterisiert. Hierfür werden jeweils drei Proben aus fünf verschiedenen Spulen präpariert. Die insgesamt 15 Proben werden in einem Rasterelektronenmikroskop untersucht und die Aufnahmen mit der Software *ImageJ* ausgewertet. Dazu wird die Aufnahme in ein Grauwertbild umgewandelt und die Fläche des Tapes A_{Tape} gemessen. Durch die Anpassung der Grenzwerte wird nur die Fläche der enthaltenen Poren A_{Pore} ausgewählt und deren Flächenanteil entsprechend Formel (4-4) bestimmt. Der Flächenanteil entspricht dem sichtbaren prozentualen Porenanteil ξ_{REM} .

$$\xi_{REM} = \frac{A_{Pore}}{A_{Tape}} \quad (4-4)$$

Die einzelnen Messergebnisse sind im Anhang zusammengefasst. Der mittlere prozentuale Porenanteil aller Messungen beträgt $\xi_{REM,MW} = 4,431 \%$. Bei dieser Methode wird nur der Flächenanteil der Poren aber nicht das Volumen berücksichtigt. Hierdurch kann es zu Abweichungen zwischen realem und analytischem Porenanteil kommen.

Die Untersuchung der Aufnahmen im REM zeigt, dass die Porosität eine Standardabweichung von $\pm 1,58 \%$ aufweist, wohingegen die Untersuchung auf Basis der Dichte zu einer Standardabweichung von $\pm 1,22 \%$ führt. Der prozentuale Porenanteil für das Tape im Ausgangszustand wird daher abschließend aus dem Mittelwert beider Methoden berechnet. Dieser Wert wird als Referenz für die Untersuchungen in den nachfolgenden Prozessschritten festgelegt. Insgesamt wird für das Tape ein prozentualer Porenanteil von $\xi_{ges} = 6,04 \%$ angenommen.

4.1.2 Prozessschritt Tapelegen

Die Toleranzen des Schrittes Tapelegen wirken sich auf die Genauigkeit bei der Positionierung der einzelnen Tapestreifen im Tapelege aus. Hierdurch können Gaps entstehen, die den prozentualen Porenanteil negativ beeinflussen. Um die Positioniergenauigkeit zu optimieren und den Einfluss auf den prozentualen Porenanteil damit zu minimieren, wurde in Abschnitt 3.2.1 eine Methodik entwickelt. Mit dieser werden die Prozessparameter *eingestellte Tapebreite* und *eingestellter Gap* festgelegt.

Im nachfolgenden Abschnitt wird die Methodik auf das verwendete Materialsystem, das PEKK-CF Tape, angewendet. Dadurch werden die beiden genannten Prozessparameter definiert. Hierbei werden die Ergebnisse von der Untersuchung der Tapebreite aus Abschnitt 4.1.1.1 als Input für die Methodik verwendet. Auf Basis von Tapelegeversuchen wird die Methodik anschließend validiert. Damit wird überprüft, ob die vorhergesagten Grenzwerte für die Gaps mit den realen Gaps übereinstimmen.

Die Ergebnisse aus Abschnitt 4.1.1.1 zeigen außerdem, dass die Beschaffenheit des Tapes hinsichtlich der Dicke und Breite einer gewissen Standardabweichung unterliegt. Daher wird im zweiten Abschnitt untersucht, wie sich diese auf die Reproduzierbarkeit des Prozessschrittes Tapelegen auswirken. Hierdurch soll sichergestellt werden, dass die für die nachfolgenden Untersuchungen hergestellten Tapelege eine ausreichende Homogenität aufweisen.

4.1.2.1 Validierung der Methodik zur Bestimmung der Prozessparameter

Für die Anwendung und Validierung der Methodik müssen neben den materialspezifischen Größen für die Tapebreite aus Abschnitt 4.1.1.1 auch die prozessspezifischen Eingangsparameter Führungsgenauigkeit und Wiederholgenauigkeit bestimmt werden.

Zur Bestimmung der *Führungsgenauigkeit* $T_{Führ}$ wird eine Tapebreite von $b_{Soll} = 99,00$ mm eingestellt und anschließend die Gelegeherstellung initiiert, so dass die Profile in die Sollposition fahren. Danach wird die Position der Profile manuell um + 45 mm beziehungsweise - 45 mm verstellt und die Gelegeherstellung erneut initiiert. Dadurch verfahren die Profile wiederum in die Sollposition. Der Abstand der Profile zur Materialführung $b_{Führung}$ wird nach jeder Verstellung gemessen und die eingestellte Breite b_{Soll} subtrahiert. Der Mittelwert aus allen Differenzen beträgt $T_{Führ} = 0,10$ mm und repräsentiert die Führungsgenauigkeit. Die Ergebnisse der einzelnen Messungen sind im Anhang zusammengefasst.

Im Weiteren wird der Eingangsparameter *Wiederholgenauigkeit* T_{Wdh} für die Anlagengeschwindigkeiten 25 %, 50 % und 75 % ermittelt. Abbildung 4-11 zeigt exemplarisch eine Aufnahme von einem Tapestreifen, die in *ImageJ* ausgewertet wird. Die Sollposition wird auf Basis der Position des ersten abgelegten Tapestreifens auf dem Rotationstisch markiert. Die absolute Abweichung zwischen den darauffolgend abgelegten Tapestreifen und der Sollposition wird an der äußersten rechten Kante des Streifens gemessen. Deutlich zu erkennen ist der Abstand zwischen dem abgelegten Tape und der Sollposition.

Als Ergebnisse werden die statistischen Kennwerte Minimum $T_{Wdh,min}$, Maximum $T_{Wdh,max}$, Mittelwert $T_{Wdh,mean}$ sowie die Standardabweichung σ_{Wdh} bestimmt. Abbildung 4-12 zeigt die Auswertung der Messwerte als Box-Plot und gibt tabellarisch die statistischen Kennwerte wieder.



Abbildung 4-11: Messung der Wiederholgenauigkeit beim Tapelegen

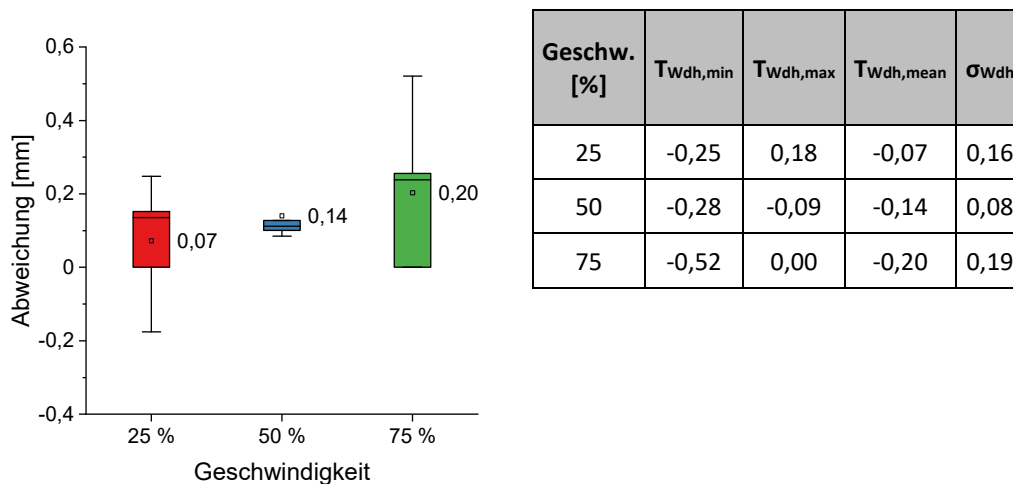


Abbildung 4-12: Auswertung der Wiederholgenauigkeit

Der Mittelwert $T_{Wdh,mean}$ ist bei einer Anlagengeschwindigkeit von 50 % um den Faktor zwei größer als bei 25 %. Die Standardabweichung σ_{Wdh} ist jedoch um denselben Faktor geringer. Daher wird für alle weiteren Versuche sowie die Herstellung der Tapelegele eine Anlagengeschwindigkeit von 50 % festgelegt. Die hierfür resultierenden Kennwerte betragen $T_{Wdh,min} = -0,28$ mm und $T_{Wdh,max} = -0,09$ mm. Dies bedeutet, dass bei wiederholtem Legen des gleichen Tape Streifens ein Abstand in negative y-Richtung vorliegt.

Als weiterer Eingangsparameter für die Methodik muss der maximal tolerierbare Gap auf Basis von konsolidierten Tapelegele bestimmt werden. Die allgemeine Vorgehensweise wurde in Abschnitt 3.2.1 vorgestellt. Für die Herstellung der Tapelegele, an denen die Gaps gemessen werden, wird die Sollbreite auf den Mittelwert der realen Tapebreite von $b_{Tape,mean} = 99,14$ mm eingestellt und ein eingestellter Gap von 0,50 mm gewählt. Die Versuchsdurchführung erfolgt bei einer Anlagengeschwindigkeit von 50 %.

Insgesamt werden vier Tapelege hergestellt. Während der Herstellung werden die Gaps mit einem digitalen Messschieber an neun unterschiedlichen Positionen in den Lagen 1, 6 und 11 gemessen, so dass je Tapelege 27 Messpunkte resultieren. Die Position dieser Messpunkte zeigt Abbildung 4-13.

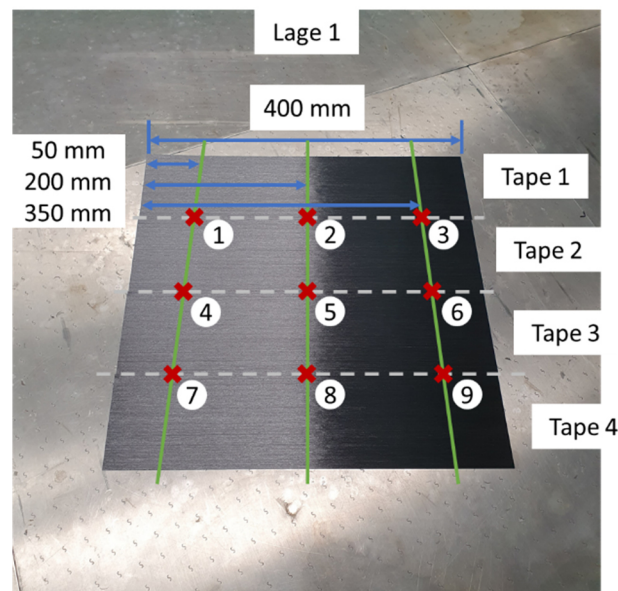


Abbildung 4-13: Positionen der Gap Messung

Beim anschließenden Konsolidieren werden die Prozessparameter Temperatur und Haltezeit so variiert, dass das Worst- und Best-Case Szenario hinsichtlich der Materialviskosität und der verfügbaren Zeit zum Fließen der Matrix abgedeckt werden.

Den Worst-Case stellt die Parameterkombination aus den unteren Grenzen der in Abschnitt 3.2.3 definierten Prozessfenstern von 375 °C Zieltemperatur und einer Haltezeit von 1 s dar. Hierbei hat die Matrix die höchste Viskosität und die geringste Zeit zum Fließen. Den Best-Case beschreibt die Kombination oberen Grenzen von 395 °C Zieltemperatur und einer Haltezeit von 120 s. Bei diesen Parametern hat die Matrix die geringste Viskosität und die längste Zeit zum Fließen.

Aus den Laminaten jeder Parameterkombination werden sechs 15 x 10 mm große Probekörper entnommen. Auf Grund der Entnahmeposition und Schnittebene ergibt sich daraus eine Anzahl von 12 Gaps deren Größe in der CT-Analyse vor und nach dem Konsolidieren verglichen werden kann. Abbildung 4-14 zeigt ein exemplarisches Schnittbild aus der CT-Analyse in dem zu erkennen ist, dass sich der beobachtete Gap nicht vollständig geschlossen hat. Zudem liegt in Lage 4 ein weiterer Gap vor, dessen Größe jedoch beim Tapelegen nicht ermittelt wurde (Messungen nur in den Lagen 1, 6 und 11).

Für die berechneten Differenzen der Gapgröße vor und nach dem Konsolidieren ergibt sich ein Mittelwert von 0,80 mm. Da dies ein gemittelter Wert ist und die erreichbaren Fließwege somit größer aber vor allem auch kleiner sein können, wird der maximal tolerierbare Gap $b_{Gap,max. tol.}$ mit einem Sicherheitsfaktor von $S = 2$ auf 0,40 mm festgelegt.

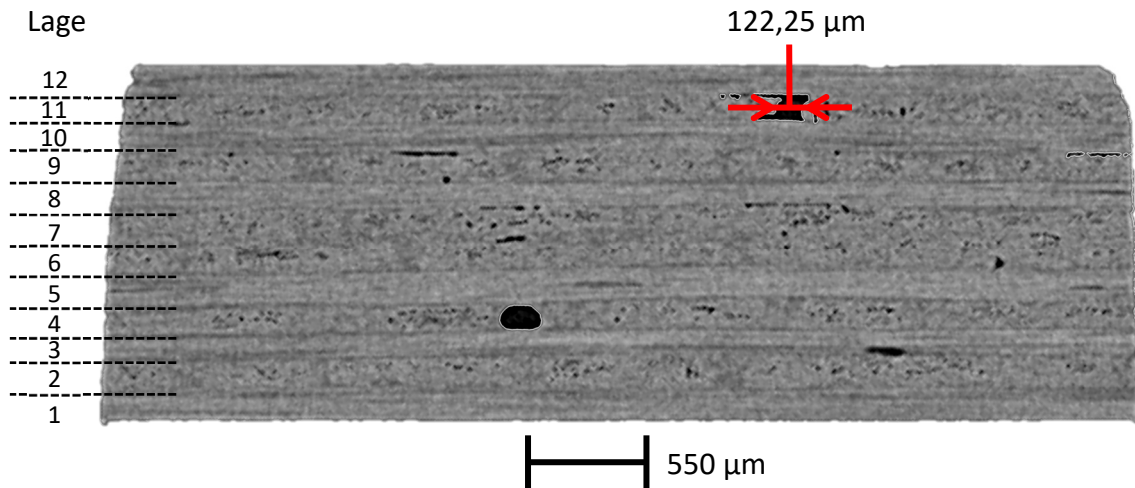


Abbildung 4-14: Querschnitt eines Probekörpers aus der CT-Analyse mit nicht vollständig geschlossenen Gaps zwischen zwei Tapes in Lage 4 und 11

Mit den ermittelten Eingangsparametern $T_{\text{Führ}} = 0,10$ mm, $T_{\text{Wdh,min}} = -0,28$ mm, und $T_{\text{Wdh,max}} = -0,09$ mm sowie den Werten $b_{\text{Tape,min}} = 98,65$ mm und $b_{\text{Tape,max}} = 99,80$ mm aus Abschnitt 4.1.1.1 wird die Methodik als nächstes parametrisiert. Hierzu werden diese Werte in die Formeln aus Abschnitt 3.2.1 (Seite 53) eingetragen. Abbildung 4-15 wiederholt die drei unterschiedlichen Fälle, die hinsichtlich der Differenz zwischen der realen Tapebreite b_{Tape} und der eingestellten Tapebreite b_{Soll} auftreten können. Tabelle 4-8 und Tabelle 4-9 zeigen die parametrisierten Formeln für diese Fälle.

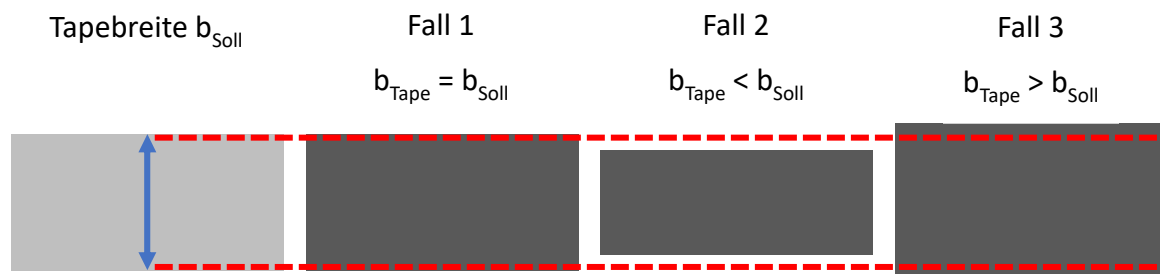


Abbildung 4-15: Wiederholung der schematischen Darstellung für die reale Tapebreite b_{Tape} im Vergleich zur eingestellten Tapebreite b_{Soll}

Tabelle 4-8: Parametrisierung der Formeln zur Berechnung des minimalen Gaps

Fall	Minimaler Gap $b_{\text{Gap,Ist min}}$
1	$b_{\text{Gap,Ist min}} = -0,29 + b_{\text{Gap,Soll}}$
2	
3a	
3b	$b_{\text{Gap,Ist min}} = b_{\text{Soll}} + b_{\text{Gap,Soll}} - 99,99$

Tabelle 4-9: Parametrisierung der Formeln zur Berechnung des maximalen Gaps

Fall	Maximaler Gap $b_{Gap,Ist\ max}$
1	$b_{Gap,Ist\ max} = b_{Gap,Soll} + 0,29$
2	$b_{Gap,Ist\ max} = 2b_{Soll} + b_{Gap,Soll} - 197,01$
3a	$b_{Gap,Ist\ max} = b_{Gap,Soll} + 0,09$
3b	$b_{Gap,Ist\ max} = b_{Soll} + b_{Gap,Soll} - 99,61$

Unter Berücksichtigung der in Abschnitt 3.2.1 definierten Teilziele TZ1 „Vermeiden von Gaps“ und TZ2 „Vermeiden von Overlaps“, sowie der damit verbundenen Bedingungen 1) bis 3) (siehe Seite 54 ff.) werden nun die Prozessparameter eingestellte Tapebreite b_{Soll} und eingestellter Gap $b_{Gap,Soll}$ bestimmt.

Zunächst wird der Parameter *eingestellte Tapebreite* b_{Soll} festgelegt. Hierfür muss die Bedingung 1) berücksichtigt werden. Diese besagt, dass die eingestellte Tapebreite so gewählt werden muss, dass die statistische Häufigkeit für den Fall 2 ($b_{Tape} < b_{Soll}$) und den Fall 3 ($b_{Tape} > b_{Soll}$) möglichst gleich sein soll. Für die Berechnung der statistischen Häufigkeit werden alle 310 gemessenen Werte der Tapebreite aus Abschnitt 4.1.1.1 genutzt. Basierend darauf wird b_{Soll} auf eine Breite von 99,12 mm festgelegt. Damit ergibt sich die in Tabelle 4-10 dargestellte Verteilung zwischen den Fällen 1 bis 3. Für die gewählte eingestellte Tapebreite beträgt die statistische Häufigkeit von Fall 2 48,39 % und von Fall 3 44,52 %. Somit weichen diese 3,87 % voneinander ab. Dies wird für die Methodik als hinreichend genau betrachtet und Bedingung 1) ist somit erfüllt.

Tabelle 4-10: Verteilung der absoluten und relativen Häufigkeiten für die Fälle 1 bis 3 bei einer eingestellten Tapebreite von 99,12 mm

Fall	Gesamtmessungen	absolute Häufigkeit	relative Häufigkeit
Fall 1	310	22	7,10 %
Fall 2	310	150	48,39 %
Fall 3a	310	79	25,48 %
Fall 3b	310	59	19,03 %

Im nächsten Schritt wird der Wert für den *eingestellten Gap* $b_{Gap,Soll}$ bestimmt. Hierbei müssen die Bedingungen 2) und 3) berücksichtigt werden. In Bedingung 2) wird gefordert, dass die berechneten Gaps möglichst geringer sein sollen als die maximal tolerierbare Gapgröße $b_{Gap,max.tol.}$ von 0,40 mm. Weiterhin fordert Bedingung 3), dass der maximale Overlap geringer sein muss als der 2-fache Wert des maximal tolerierbaren Gaps. Daraus folgt, dass der berechnete Overlap maximal 0,80 mm betragen darf. Beide Bedingungen werden für einen eingestellten Gap von $b_{Gap,Soll} = 0,11$ mm erfüllt. Tabelle 4-11 fasst die bestimmten Eingangsparameter sowie die daraus berechneten Prozessparameter eingestellte Tapebreite und eingestellter Gap zusammen. Diese stellen die Ergebnisse für die Anwendung der Methodik auf das Materialsystem PEKK-CF dar. Basierend darauf sind in Tabelle 4-12 für die jeweiligen Fälle der minimal und maximal zu erwartenden Gap berechnet. Negative Werte stellen einen Overlap dar.

Tabelle 4-11: Eingangsparemeter und berechnete Prozessparemeter für das Tapelegen

Parameter	Wert
Führungsgenauigkeit $T_{Führ}$ [mm]	0,10
Minimale Wiederholgenauigkeit $T_{Wdh,min}$ [mm]	-0,28
Maximale Wiederholgenauigkeit $T_{Wdh,max}$ [mm]	-0,09
Anlagengeschwindigkeit [%]	50
Maximal tolerierbarer Gap $b_{Gap,max. tol.}$ [mm]	0,40
Eingestellte Tapebreite b_{Soll} [mm]	99,12
Eingestellter Gap $b_{Gap,Soll}$ [mm]	0,11

Tabelle 4-12: Berechnung der maximal und minimal zu erwartenden Gaps

Fall	Minimaler Gap $b_{Gap,Ist min}$ in mm
1, 2 und 3a	$b_{Gap,Ist min} = -0,29 + b_{Gap,Soll} = -0,18$
3b	$b_{Gap,Ist max} = b_{Soll} + b_{Gap,Soll} - 99,99 = -0,76$
Fall	Maximaler Gap $b_{Gap,Ist max}$ in mm
1	$b_{Gap,Ist max} = b_{Gap,Soll} + 0,29 = 0,40$
2	$b_{Gap,Ist max} = 2b_{Soll} + b_{Gap,Soll} - 197,01 = 1,34$
3a	$b_{Gap,Ist max} = b_{Gap,Soll} + 0,09 = 0,20$
3b	$b_{Gap,Ist max} = b_{Soll} + b_{Gap,Soll} - 99,61 = -0,38$

Der maximal berechnete Gap für die Fälle 1, 3a sowie 3b ist kleiner gleich 0,40 mm und somit kleiner gleich dem maximal tolerierbaren Gap. Für diese Fälle ist die Bedingung 2) erfüllt. Aus den Ergebnissen in Tabelle 4-10 geht hervor, dass diese drei Fälle eine relative Häufigkeit von 51,61 % haben. Für den Fall 2 mit einer Häufigkeit von 48,39 % ist der zu erwartende maximale Gap größer als 0,40 mm. Im Worst-Case beträgt dieser 1,34 mm. Die Bedingung 2) ist somit für den Fall 2 nicht erfüllt. Um diese Bedingung ebenfalls erfüllen zu können, müsste der eingestellte Gap $b_{Gap,Soll}$ weiter reduziert werden. Dies würde zwangsweise zu größeren Overlaps führen.

Der für alle Fälle berechnete maximale Overlap beträgt 0,76 mm und ist somit kleiner als der vorgegebene Wert von 0,80 mm. Bedingung 3) wird somit für alle Fälle erfüllt. Jedoch liegt der berechnete Wert nahe an dem vorgegebenen Grenzwert. Eine Reduktion des eingestellten Gaps, um auch für den Fall 2 die Bedingung 2) zu erfüllen, würde dazu führen, dass Bedingung 3) für keinen der Fälle mehr erfüllt werden kann.

Darin besteht der Zielkonflikt zwischen den beiden Teilzielen „Vermeiden von Gaps“ und „Vermeiden von Overlaps“. Die Ergebnisse für die minimal und maximal zu erwartenden Gaps in Tabelle 4-12 spiegeln diesen somit wider.

Basierend auf den Ergebnissen der Methode ist im Worst-Case ein maximaler Gap von 1,34 mm zu erwarten. Damit dieser Gap auftritt müssen sich die prozess- und material-spezifischen Toleranzen jedoch in der ungünstigsten Art und Weise verketteten. In einer analytischen Detailbetrachtung wird daher die Wahrscheinlichkeit für das Eintreten des Worst-Case berechnet.

Aus den 310 Messwerten für die Tapebreite werden diejenigen Werte isoliert, bei denen die gemessene Breite größer ist als die eingestellte Breite. Insgesamt sind dies 150 Werte. Für jeden einzelnen Wert wird mit Formel (3-11) der maximale Gap berechnet. Aus den Ergebnissen dieser Berechnungen wird ein Histogramm erstellt, welches die Häufigkeitsverteilung darstellt. Dieses ist in Abbildung 4-16 gezeigt.

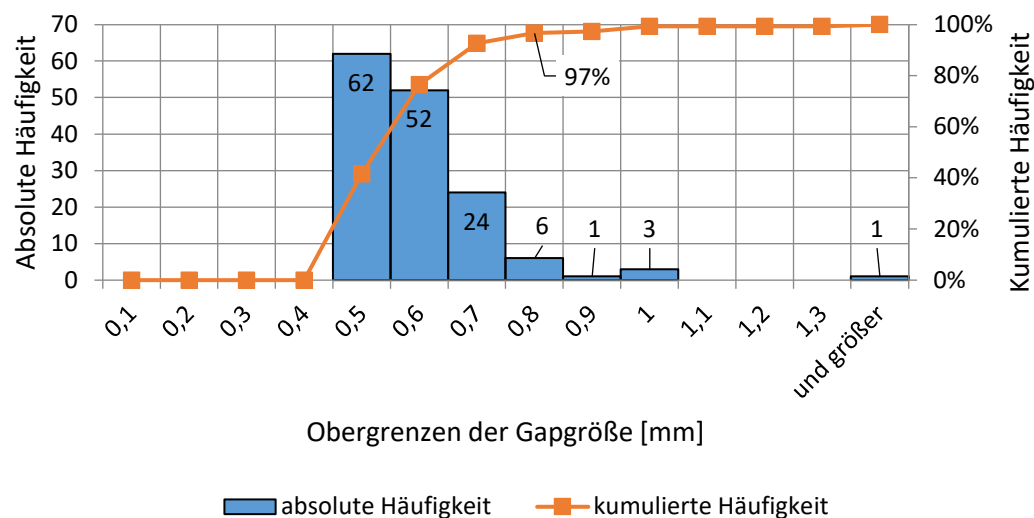


Abbildung 4-16: Verteilung der maximalen Gapgröße für den Fall 2 $b_{Tape} < b_{Soll}$

Das Ergebnis der analytischen Betrachtung zeigt, dass der Worst-Case Wert von 1,34 mm nur einmal auftritt. Weiterhin wurde der maximal tolerierbare Gap mit einem Sicherheitsfaktor von $S = 2$ konservativ auf 0,40 mm festgelegt. Der gemittelte Wert für den maximal tolerierbaren Gap liegt bei 0,80 mm. Wird dieser anstelle der konservativen Annahme in die Betrachtung einbezogen, ist der maximale Gap für den Fall 2 sogar zu 97 % kleiner gleich diesem Wert. Unter Berücksichtigung aller 310 Messungen ergibt sich damit, dass insgesamt 98 % aller Gaps kleiner gleich 0,80 mm sind. Diese analytische Betrachtung sowie die Ergebnisse in Tabelle 4-12 werden anhand von Fertigungsversuchen validiert.

Für diese Versuche werden die Prozessparameter *eingestellte Tapebreite* und *eingestellter Gap* entsprechend den mit der Methodik ermittelten Werte von $b_{Soll} = 99,12$ mm bzw. $b_{Gap,Soll} = 0,11$ mm eingestellt. Die Versuche erfolgen bei einer Geschwindigkeit von 50 %. Die Gaps werden analog zur Vorgehensweise aus Abbildung 4-13 an neun Positionen in drei Lagen gemessen. Zur Validierung der Methodik werden insgesamt sechs Gelege hergestellt, so dass in Summe 162 Messwerte als Datengrundlage zur Verfügung stehen. Die absoluten und kumulierten Häufigkeiten der gemessenen Gaps werden als Histogramm dargestellt, welches in Abbildung 4-17 gezeigt wird.

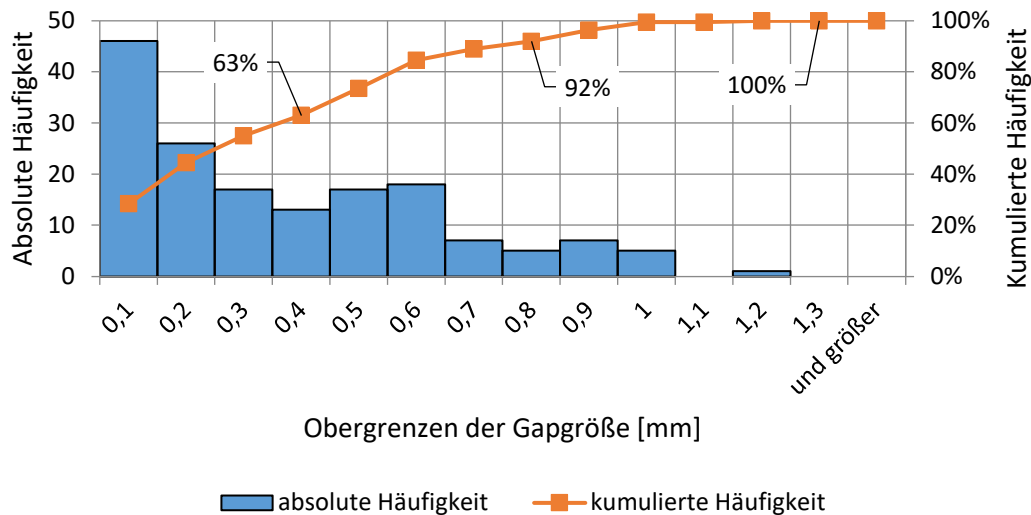


Abbildung 4-17: Verteilung der gemessenen Gaps aus den Validierungsversuchen

Anhand der gewählten Darstellung der Messwerte kann gezeigt werden, dass 63 % der gemessenen Gaps kleiner gleich 0,40 mm sind. Die Methodik berechnet hierfür eine Häufigkeit von 51,61 % (Fall 1, 3a und 3b in Tabelle 4-10). Somit unterschätzt die Methodik den realen Versuch um 11,39 %. Darüber hinaus sind 92 % der gemessenen Gaps kleiner gleich 0,80 mm. Hier überschätzt die Methodik den realen Versuch um 5 %. Diese Abweichungen werden auf prozessspezifische Toleranzen zurückgeführt.

Der maximal gemessene Gap beträgt 1,107 mm und liegt damit unter dem maximal vorhergesagten Gap von 1,34 mm. Auch diesbezüglich liefert die Methodik damit eine konservativere Aussage. Insgesamt liegen 100 % der gemessenen Gaps innerhalb der berechneten Grenzwerte. Die Methodik wird daher als validiert betrachtet. Da insgesamt 63 % bzw. bei Vernachlässigung des Sicherheitsfaktors 92 % der Gaps kleiner gleich dem maximal tolerierbaren Gap sind, wird angenommen, dass die Gaps keinen signifikanten Einfluss auf die Porosität im Laminat haben.

4.1.2.2 Untersuchung der Reproduzierbarkeit

Im vorangegangenen Abschnitt 4.1.1 konnte gezeigt werden, dass die Eigenschaften des Tapes im Ausgangszustand eine gewisse Standardabweichung aufweisen. Im Kontext der Reproduzierbarkeit wird in diesem Abschnitt untersucht, wie sich diese Standardabweichungen beim Tapelegen fortsetzen.

Alle Tapegelege für die weitere Verarbeitung im Konsolidieren und dem Bauteilherstellungsprozess werden mit denselben Prozessparametern hergestellt. Die verwendeten Prozessparameter entsprechen den in Tabelle 4-11 genannten Werten für die Anlagengeschwindigkeit, die eingestellte Tapebreite sowie den eingestellten Gap. Der Lagenaufbau der Tapegelege ist biaxial, balanciert und symmetrisch und besteht aus zwölf Lagen mit einer Konfiguration von $[0/90]_{3s}$. Die Tapegelege sind rechteckig und haben eine Kantenlänge von 400 mm. Insgesamt werden 132 Tapegelege hergestellt, welche die Grundlage für die Bewertung der Reproduzierbarkeit bilden. Zur Bewertung werden die Gelegedicke sowie das Gelegegewicht als Merkmale festgelegt.

Die Dicke der Gelege kann in direkten Zusammenhang mit der gemessenen Tapedicke gebracht werden. Auf Basis der in Abschnitt 4.1.1.1 berechneten mittleren Tapedicke von 0,21 mm ergibt sich für die gewählte Konfiguration mit 12 Lagen eine theoretische Gelegedicke von 2,52 mm. Weiterhin beträgt die relative Standardabweichung aller Messwerte für die Tapedicke 9,87 %.

Die Dicke der Tapegelege wird in der Mitte der vier Kanten mit einem Messschieber gemessen, woraus 528 Messwerte resultieren. Die Ergebnisse für diese Messungen sind in Abbildung 4-18 links dargestellt. Der Mittelwert der Gelegedicke beträgt 2,27 mm bei einer relativen Standardabweichung von 4,08 %. Die reale Gelegedicke ist somit im Durchschnitt um 0,25 mm geringer als die auf Basis der mittleren Tapedicke berechnete Gelegedicke. Zudem reduziert sich die Standardabweichung um 5,79 %.

Die reale Gelegedicke führt beim Dividieren durch die Lagenanzahl zu einer durchschnittlichen Sichtdicke von 0,189 mm. Um die im Datenblatt angegebene CPT von 0,14 mm zu erreichen, ist eine Reduktion von 25,92 % erforderlich. Dieser Wert ist im Vergleich zur Annahme auf Basis der Tapedicke von 33,06 % (vgl. Abschnitt 4.1.1.1) um 7,11 % geringer, stellt jedoch immer noch eine signifikante Reduktion dar. Für den Druckaufbau beim Konsolidieren in der SVK-Anlage wird daher ein zweistufiger Ansatz gewählt, bei dem der Druck schrittweise auf das Maximum von 1 bar erhöht wird (siehe Abschnitt 4.1.3.1).

Das zweite Merkmal, das Gelegegewicht, berücksichtigt die Materialdichte und somit den prozentualen Porenanteil sowie den Fasermasseanteil. Die relativen Standardabweichungen für den prozentualen Porenanteil betragen beim Tape 1,58 % (REM-Aufnahmen) bzw. 1,22 % (Archimedes-Verfahren). Der Fasermasseanteil hat eine relative Standardabweichung von 4,35 %. Das Gewicht wird für jedes der Gelege durch Wiegen gemessen, so dass 132 Messwerte vorliegen. Die Ergebnisse sind in Abbildung 4-18 rechts dargestellt. Der Mittelwert beträgt 425,17 g bei einer relativen Standardabweichung von 2,96 %.

Die Ergebnisse zeigen, dass die Inhomogenität im Tape hinsichtlich der Dicke, dem prozentualen Porenanteil und dem Fasermasseanteil beim Tapelegen ausgeglichen wird. Hieraus ergibt sich eine hohe Reproduzierbarkeit, da sich die Standardabweichungen der untersuchten Merkmale trotz der Varianz im Ausgangsmaterial reduzieren.

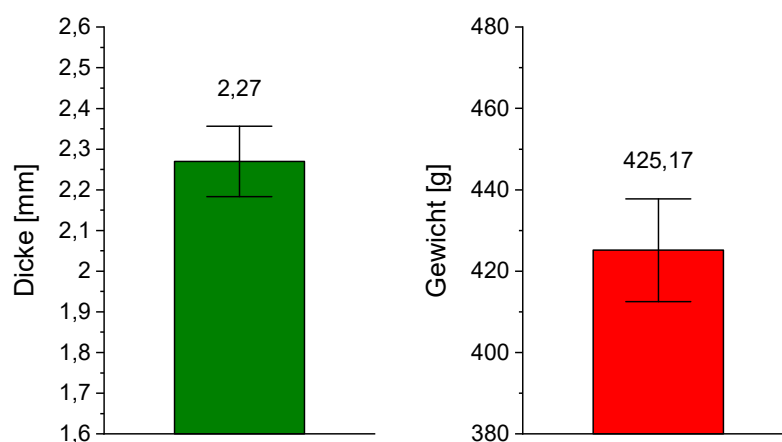


Abbildung 4-18: Auswertung Dicken und Gewichtsmessung der Tapegelege

4.1.3 Prozessschritt Konsolidieren

Unter Anwendung der Methodik zur Bestimmung der Prozessparameter beim Tapelegen wurden reproduzierbar Tapegelege mit minimalen Gaps hergestellt. Diese werden nun im zweiten Prozessschritt, dem Konsolidieren, in der SVK-Anlage zu Laminaten weiterverarbeitet. In den folgenden Abschnitten wird in diesem Kontext die Versuchsdurchführung beschrieben und analysiert sowie der Einfluss der variierten Prozessparameter auf die resultierende Porosität bewertet.

4.1.3.1 Verifizierung der Prozessparameter

Zur Bewertung des Einflusses der Prozessparameter auf die Porosität der konsolidierten Lamine muss sichergestellt sein, dass die definierten Parameter homogen und reproduzierbar erreicht werden. Hierdurch wird die Beeinflussung der Ergebnisse durch die Versuchsdurchführung minimiert.

Im Abschnitt 3.2.3 in Tabelle 3-5 (Seite 68) wurden die Prozessfenster für das Konsolidieren in der SVK-Anlage definiert. Prozessbedingt ist der applizierbare Druck auf ein Maximum von $p = 1$ bar festgelegt. Daher können nur die Temperatur und die Zeit, repräsentiert durch die Zieltemperatur beziehungsweise die Haltezeit bei Zieltemperatur, innerhalb der Prozessfenster variiert werden.

Die Zieltemperatur beeinflusst dabei die Viskosität der Matrix, wobei die Viskosität mit steigender Temperatur abnimmt. Die Haltezeit bei Zieltemperatur beschreibt den Zeitraum, in dem die Matrixviskosität minimal ist. In diesem Zustand findet durch den applizierten Druck ein Materialfluss statt, der das Schließen von Gaps sowie die Homogenisierung der Oberflächenbeschaffenheit ermöglicht. Beide Prozessparameter haben daher einen maßgeblichen Einfluss auf die Porosität. Das Maximum des Einflusses wird an den Grenzen der Prozessfenster erwartet. Für die Versuchsdurchführung werden daher die Extremwerte vollfaktoriell miteinander kombiniert. Der resultierende Versuchsplan ist in Tabelle 4-13 dargestellt. Die Bezeichnung der Versuchsvariante setzt sich aus den Werten für die Zieltemperatur und die Haltezeit bei Zieltemperatur nach dem folgenden Schema zusammen:

Zieltemperatur – Haltezeit bei Zieltemperatur

Beispiel für 375 °C Zieltemperatur und 120 s Haltezeit: 375 – 120

Tabelle 4-13: Versuchsplan für die Untersuchung der Porosität beim Konsolidieren

Bezeichnung	Zieltemperatur [°C]	Haltezeit [s]	Druck [bar]
375-1	375	1	1
375-120	375	120	1
395-1	395	1	1
395-120	395	120	1

Für den Parameter *Zieltemperatur* wird verifiziert, dass der vorgegebene Wert homogen über die Dicke und Fläche erreicht wird. Hierfür wird die Temperaturverteilung im Tapegelege bei allen Parameterkombinationen gemessen. Die Messung wird für jede Variante bei drei Gelegen durchgeföhrt. Hierzu werden Thermoelemente (TE) Typ K verwendet, deren Signale mit einem Messprogramm in *DasyLab* ausgewertet werden. Die Thermoelemente befinden sich zwischen der ersten und zweiten Lage, in der Symmetrieebene sowie zwischen der vorletzten und letzten Lage, wie in Abbildung 4-19 veranschaulicht.

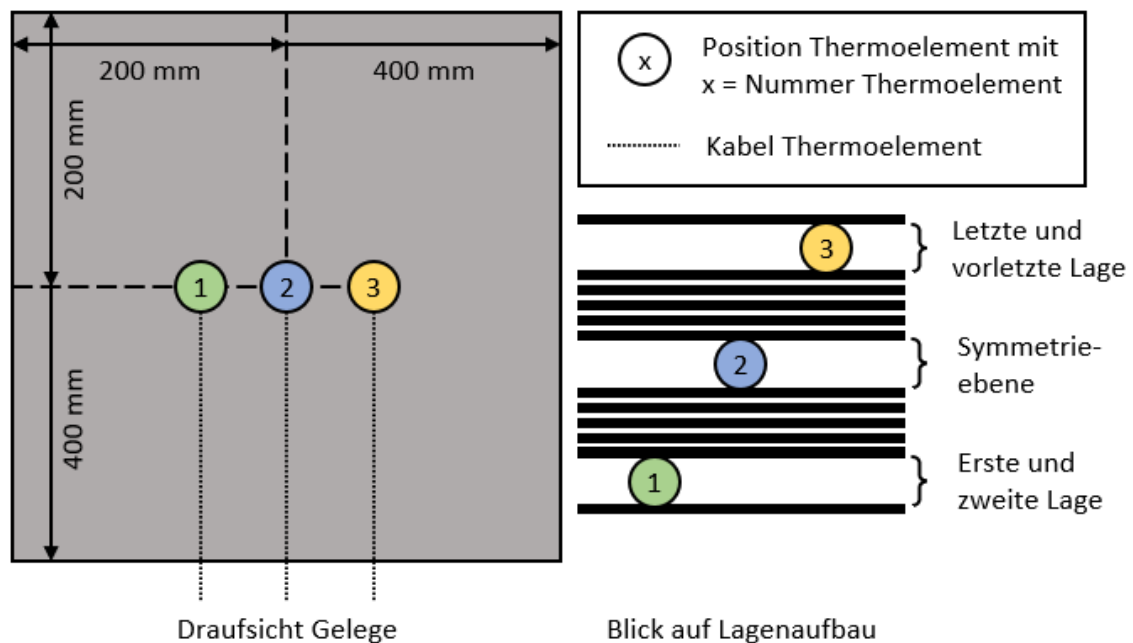


Abbildung 4-19: Positionierung der Thermoelemente im Tapegelege

Somit kann die Temperaturverteilung in Dickenrichtung ermittelt werden. Die Auswertung der Thermoelement-Rohdaten aus den Temperaturmessungen erfolgt mit einem Python-Skript. Dieses filtert die Rohdaten zunächst auf Ausreißer und glättet die Daten mit einem Gauß-Filter. Anschließend wird auf Basis der Kurvensteigung der Zeitpunkt des Aufheizens ermittelt. Die maximal gemessene Temperatur nach diesem Zeitpunkt wird als Erreichen der Zieltemperatur festgelegt. Der Beginn des Abkühlens wird wiederum aus der Kurvensteigung abgeleitet. Die Zeit zwischen dem Erreichen der maximalen Temperatur und dem Beginn der Abkühlung wird als Haltezeit inklusive Handlingszeit für den Transfer vom Heizfeld in die Kühlstation definiert. Abschließend wird das Ende der Kühlzeit anhand der Kurvensteigung bestimmt. Abbildung 4-20 zeigt den Kurvenverlauf exemplarisch für eine Messung mit Zieltemperatur 395 °C und 120 s Haltezeit.

Die Prozessregelung erfolgt über zwei Pyrometer, die in die Anlage integriert sind und vertikal von oben beziehungsweise unten auf das Zentrum des Geleges (Position TE2, Abbildung 4-19) ausgerichtet sind. Zusätzlich zu den gemessenen Temperaturen der Thermoelemente wird die Temperatur des unteren Pyrometers ebenfalls in Abbildung 4-20 dargestellt. Über eine Korrelation der Thermoelementmesswerte mit den Pyrometer-Messwerten kann die Versuchsdurchführung auch für die übrigen Tapegelege erfolgen, in die keine Thermoelemente zur Temperaturmessung eingebracht sind. Das Pyrometer unten dient hierbei zur qualitativen Prozessüberwachung.

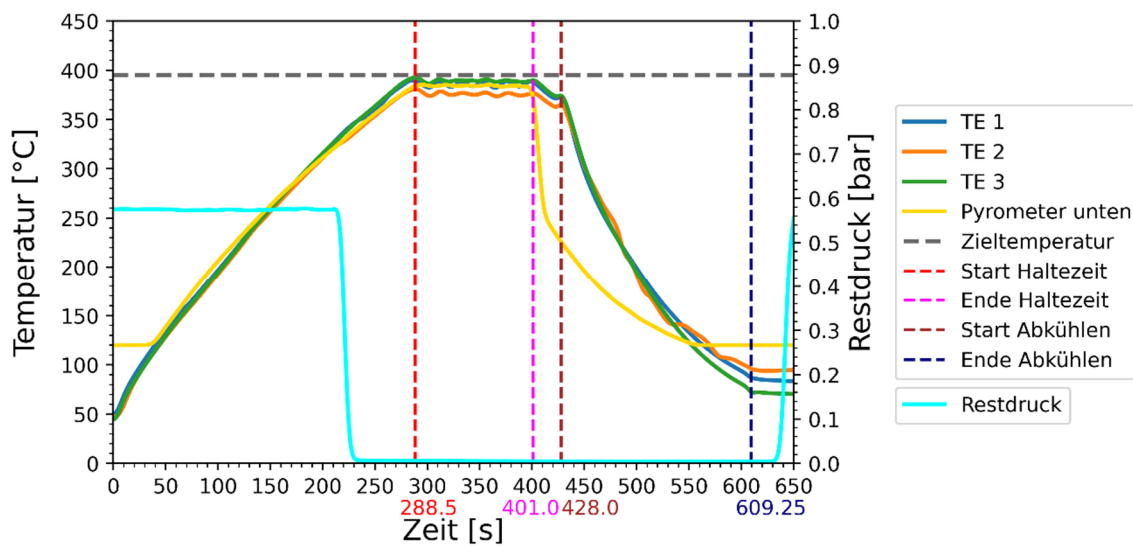


Abbildung 4-20: Temperaturkurven beim SVK-Prozess. Zieltemp.: 395 °C, Haltezeit: 120 s

Aus den Ergebnissen der Temperaturmessungen werden die in Tabelle 4-14 gezeigten Parameter extrahiert. Die Abweichungen von der Zieltemperatur sind kleiner als 2 % und zeigen, dass die definierten Zieltemperaturen homogen über die Dicke erreicht werden.

Tabelle 4-14: Maximal erreichte Temperaturen im SVK-Prozess

Bezeichnung	Zieltemperatur [°C]	Max. erreichte Temperatur [°C]
375-1	375	368,41 ± 3,29
375-120	375	372,85 ± 2,38
395-1	395	387,36 ± 1,23
395-120	395	387,69 ± 1,35

Zur Untersuchung der Temperaturverteilung über die Gelegefläche wird eine Infrarotkamera verwendet, die in die SVK-Anlage integriert und vertikal von oben auf die Glaskeramik ausgerichtet ist. Auf Grund des Transmissionsverhaltens der Glaskeramiken kann hierbei nicht direkt die Gelegetemperatur, sondern nur die oberflächennahe Temperatur gemessen werden. Die Ergebnisse dienen daher lediglich der qualitativen Bewertung der Temperaturverteilung. Abbildung 4-21 zeigt exemplarisch zwei Aufnahmen für die Varianten 375-1 und 395-1. Die Gelegefläche befindet sich innerhalb des weißen Rechtecks. Auf Basis der Farbwerte für der Messergebnisse innerhalb des Rechtecks kann auf eine homogene Temperaturverteilung über die Gelegefläche geschlossen werden. Damit ist verifiziert, dass der definierte Prozessparameter Temperatur homogen über die Dicke und Fläche des Geleges erreicht wird.

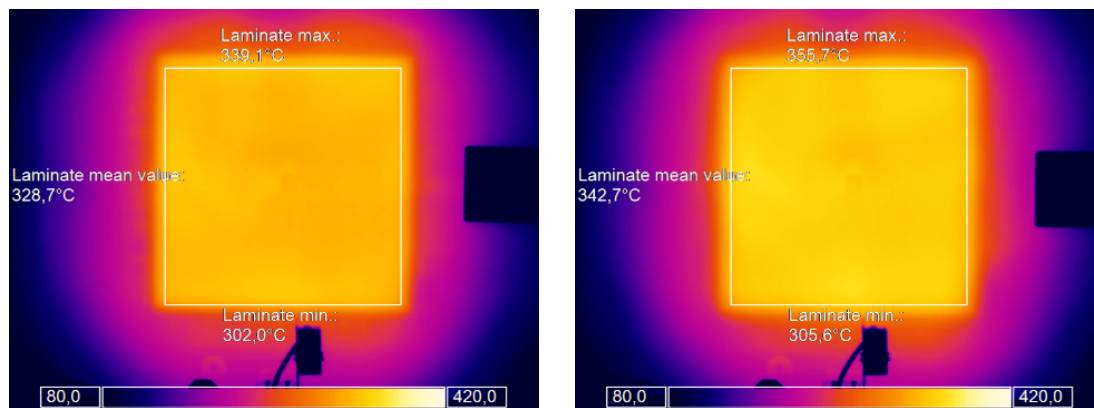


Abbildung 4-21: Aufnahme der Infrarotkamera zur Darstellung der homogenen Temperaturverteilung über die Gelegefläche: links 375-1, rechts 395-1

Aus den Daten der Temperaturmessung kann zusätzlich der Prozessparameter *Haltezeit bei Zieltemperatur* verifiziert werden. Da die Haltezeit inklusive der Handlungszeit in den ausgewerteten Daten vorliegt, wird für das Handling sowie die Aufnahme mit der Infrarotkamera eine durchschnittlich gemessene Handlungszeit von 25 s subtrahiert und so die erreichte Haltezeit bestimmt. Diese ist gemeinsam mit der resultierenden Gesamtzykluszeiten in Tabelle 4-15 dargestellt. Bei den Kombinationen mit einer Ziel-Haltezeit von 1 s sind die erreichten Haltezeiten im Mittel 1,3 s länger. Für eine Ziel-Haltezeit von 120 s sind die ermittelten Werte im Durchschnitt 2,6 s zu gering. Diese geringfügigen Abweichungen werden auf die Datenaufbereitung und Glättung sowie das manuelle Handling zurückgeführt. Auf Basis der ermittelten Gesamtzykluszeit kann weiterhin überprüft werden, ob das in Abschnitt 3.2.3 festgelegte Maximum von 10,5 Minuten (= 630 s) eingehalten wird. Dies ist mit Ausnahme der Kombination 395-120 für alle Varianten der Fall. Bei der Kombination 395-120 wird die Zeit um maximal 9,55 s überschritten. Dies wird wiederum auf die Datenaufbereitung sowie das manuelle Handling zurückgeführt.

Tabelle 4-15: Erreichte Haltezeiten im SVK-Prozess

Bezeichnung	Haltezeit bei Zieltemperatur [s]	Erreichte Haltezeit [s]	Gesamtzykluszeit [s]
375-1	1	2,50 ± 1,75	460,88 ± 5,13
375-120	120	117,2 ± 6,33	578,25 ± 12,36
395-1	1	2,17 ± 1,63	502,42 ± 12,63
395-120	120	117,6 ± 1,98	626,67 ± 12,88

Repräsentativ für den Prozessparameter *Druck* wird der Restdruck in der Kavität zwischen den Glaskeramiken gemessen und ebenfalls in Abbildung 4-20 dargestellt. Wie eingangs beschrieben kann der maximale Wert nicht variiert werden, sondern ist prozessbedingt auf ein Maximum limitiert. Der Verlauf der Kurve zeigt, dass dieser maximale Wert erst beim Erreichen der Schmelztemperatur von $T_m = 334 \text{ °C}$ angelegt wird. Diese Vorgehensweise wird auf Grund der zu erwartenden Reduktion der Gelegedicke gewählt (vgl. Abschnitte 4.1.1.1 und 4.1.2.2). Da die Matrixviskosität beim Erreichen der Schmelztemperatur abfällt, reduzieren sich die Biegespannungen in der Glaskeramik beim Evakuieren

der Kavität, wodurch überkritische Belastungen vermieden werden können. Der durchschnittliche Restdruck bei vollständiger Evakuierung der Kavität beträgt für alle zwölf Messungen (je Variante drei Messungen) 0,006 bar bei einer Standardabweichung von 0,001 bar. Hiermit ist das homogene Erreichen des definierten Wertes verifiziert.

Aus der Korrelation zwischen Thermoelement- und Pyrometermesswerten kann der Zeitpunkt für den vollständigen Druckaufbau abgeleitet werden, so dass die Versuchsdurchführung auch für die übrigen Tapegelege erfolgen kann, die keine Thermoelemente enthalten. Mit dieser Vorgehensweise können somit reproduzierbar Tapegelege konsolidiert werden, ohne dass es zu einer überkritischen Biegebelastung der Glaskeramiken kommt.

Neben dem Erreichen des absoluten Wertes wird zusätzlich verifiziert, dass eine homogene Druckverteilung vorliegt. Hierfür wird bei allen konsolidierten Laminaten (132 Stück) die Dicke an fünf Positionen mit einem manuellen Dickentaster gemessen. Vier Messpositionen liegen jeweils in der Kantenmitte und 20 mm vom Rand entfernt. Die fünfte Position befindet sich im Zentrum des konsolidierten Laminats. Die durchschnittliche Dicke der Laminatschichten wird in Abbildung 4-22 gezeigt und den Ergebnissen für die Gelege aus Abschnitt 4.1.2.2 gegenübergestellt. Der Mittelwert der Laminatdicke beträgt 1,75 mm bei einer relativen Standardabweichung von 1,1 %. Bei einer inhomogenen Druckverteilung würde eine hohe Standardabweichung vorliegen. Die geringe Standardabweichung verifiziert hingegen, dass die Druckverteilung homogen ist.

Anhand der gemessenen Laminatdicken kann weiterhin die tatsächliche Reduktion der Dicke ermittelt werden. Auf Basis der gemessenen Gelegedicken wurde eine Reduktion von 25,92 % berechnet. Die Differenz der Mittelwerte für die Gelege- und Laminatdicke beträgt 0,52 mm. Dieser Wert entspricht einer Reduktion von 22,91 % bezogen auf den Wert der Gelegedicke. Damit weicht die reale Reduktion um 3,01 % von der berechneten Reduktion ab. Die Dicke der einzelnen Laminatschichten berechnet sich aus dem Mittelwert der Laminatdicke zu 0,146 mm und weicht um 0,006 mm von dem im Datenblatt angegebenen Wert für die CPT ab.

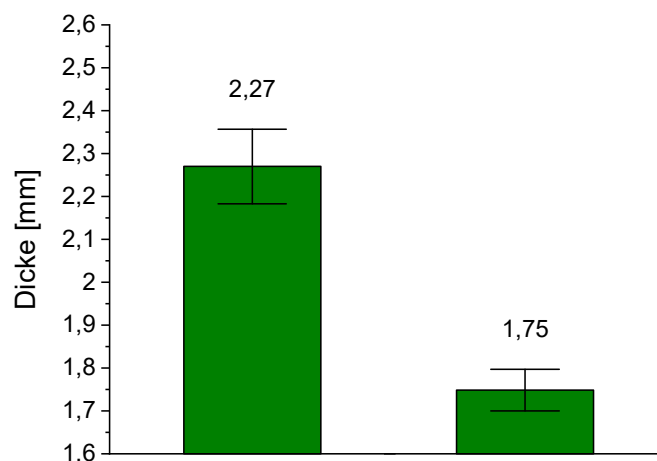


Abbildung 4-22: Dickenmessung der Gelege (links) und der Laminatschichten (rechts)

4.1.3.2 Validierung der Versuchsdurchführung

Nachdem verifiziert wurde, dass die definierten Prozessparameter homogen und reproduzierbar über die Dicke und Fläche erreicht werden, wird in diesem Abschnitt validiert, dass die Versuchsdurchführung für die Bewertung des Einflusses der Prozessparameter auf die Porosität geeignet ist. Dafür muss ausgeschlossen werden, dass sich das zweite Morphologiemerkmal, der Kristallisationsgrad, durch die Parametervariation signifikant verändert und dadurch die Ergebnisse und besonders die Bewertung der resultierenden mechanischen Eigenschaften beeinflusst.

Das Morphologiemerkmal Porosität wird in erster Linie durch die beiden Prozessparameter Zieltemperatur und Haltezeit beeinflusst. Für das Merkmal Kristallisationsgrad hingegen ist die Abkühlrate ausschlaggebend. Innerhalb der Versuchsreihe zur Untersuchung der Porosität wird diese nicht verändert, so dass das Material theoretisch stets mit derselben Abkühlrate abgekühlt wird. Deshalb wird davon ausgegangen, dass sich der Kristallisationsgrad unter Berücksichtigung der prozessspezifischen Toleranzen nicht ändert. Zur Validierung der Versuchsdurchführung muss diese Annahme für alle Parameterkombinationen am Laminat überprüft werden.

Für die bei den Prozessparameterkombinationen konsolidierten Laminaten wird daher der Kristallisationsgrad an fünf Proben je Kombination mittels einer DSC-Messung bestimmt. Abbildung 4-23 zeigt die Ergebnisse der Messungen. Unter Berücksichtigung der prozessspezifischen Toleranz beträgt der Kristallisationsgrad für alle Kombinationen im Mittel $X_c = 21,9\%$. Der Versuch 375-120 zeigt hierbei eine größere Abweichung. Dies wird daher bei der Auswertung der mechanischen Eigenschaften berücksichtigt.

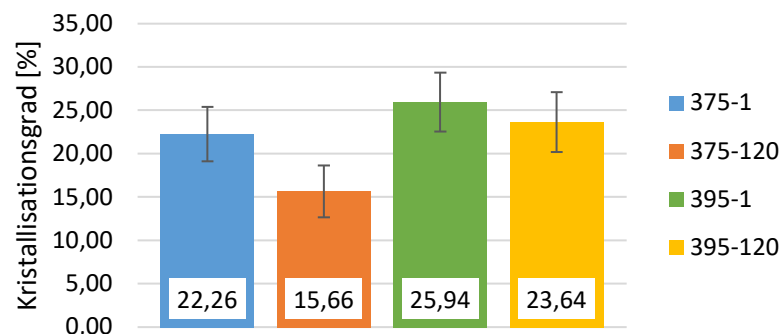


Abbildung 4-23: Messergebnisse zum Kristallisationsgrad der konsolidierten Laminat aus den Versuchen zur Untersuchung der Porosität

4.1.3.3 Charakterisierung der Porosität

Im Kontext des Morphologiemerkmals Porosität werden in diesem Abschnitt drei Schwerpunkte thematisiert. Der Einfluss von *Gaps* und der Einfluss der *Oberflächenbeschaffenheit* auf den prozentualen Porenanteil sowie der Einfluss der Prozessparameter *Zieltemperatur* und *Haltezeit bei Zieltemperatur*.

Zunächst wird der *Einfluss von Gaps* auf den prozentualen Porenanteil im Laminat untersucht. Hierdurch soll die Annahme aus Abschnitt 4.1.2.1 überprüft werden. Darin wurde

behauptet, dass die bei Anwendung der Methodik resultierenden Gaps keinen signifikanten Einfluss auf die Porosität haben.

Der maximal tolerierbare Gap wurde auf 0,40 mm bei einem Sicherheitsfaktor von $S = 2$ festgelegt. Die Validierung der Methodik zum Tapelegen hat jedoch gezeigt, dass mit geringer Wahrscheinlichkeit auch größere Gaps entstehen können. Daher wird hier untersucht, ob sich dies auf die Porosität auswirkt. Hierfür werden vier Tapegelege mit den definierten Prozessparametern für die eingestellte Breite $b_{\text{Soll}} = 99,12$ mm und den eingestellten Gap $b_{\text{Gap,Soll}} = 0,11$ mm hergestellt. Als Referenz für Tapegelege ohne Gaps werden vier Gelege von Hand hergestellt. Es werden Tapestreifen mit 400 mm Länge von einer Spule geschnitten und manuell nebeneinander Stoß an Stoß in einer Lehre platziert. Die weiteren Lagen werden nach derselben Vorgehensweise erstellt und jeweils mit der darunterliegenden Lage punktuell verschweißt. Hierfür wird ein Hand-Ultraschallschweißgerät der Firma *Eurosonic Ultraschall GmbH* verwendet.

Anschließend werden die automatisiert und von Hand hergestellten Tapegelege mit den in Abschnitt 4.1.3.1 festgelegten Parameterkombinationen für die Zieltemperatur und die Haltezeit bei Zieltemperatur mit der SVK-Anlage konsolidiert. Aus den konsolidierten Laminaten werden 10 x 15 mm große Probekörper an den Positionen der Gaps entnommen. Insgesamt werden je Prozessparameterkombination sechs Probekörper aus den automatisiert sowie den manuell hergestellten Tapegelegen untersucht. Tabelle 4-16 fasst den zugehörigen Versuchsplan zusammen.

Tabelle 4-16: Versuchsplan für die Analyse des Einflusses von Gaps auf die Porosität

Bezeichnung	Herstellungsvariante	Zieltemperatur	Haltezeit
Fiberforge 1	Automatisiert	375	1
Fiberforge 2	Automatisiert	395	120
Stoß an Stoß 1	Manuell	375	1
Stoß an Stoß 2	Manuell	395	120

Die entnommenen Probekörper werden mittels Computertomographie in einem CT-Gerät *Y.CT Precision* der Firma *YXLON* untersucht. Bei der Messung wird eine Voxelgröße von 12,63 μm erreicht. Die Messergebnisse werden mit der Software *VGSTUDIO MAX 3.2* der Firma *Volume Graphics* ausgewertet. Über die Oberflächenbestimmung wird das Volumen der Probe definiert und mit dem softwareeigenen Algorithmus *VGEasyPore* das Porenvolumen berechnet. Aus dem Verhältnis zwischen den beiden Volumina kann dann die Porosität abgeleitet werden. Abbildung 4-24 zeigt die Schnittansicht einer Probe vom Typ „Fiberforge 1“ im CT und die darin enthaltenen Poren. Anhand der Markierungen der Poren im unteren Bild kann erkannt werden, dass Poren sowohl innerhalb einer Schicht (intralaminar) als auch zwischen den Laminatschichten (interlaminar) vorkommen.

Die Ergebnisse für die Porosität der einzelnen Messungen sind in Abbildung 4-25 dargestellt. Mit Ausnahme der Proben vom Typ „Stoß an Stoß 1“ streuen die Ergebnisse der Messungen um einen Wert von 6,25 %. Die Abweichungen bei diesen Proben werden auf lokale Variationen in den untersuchten Probekörpern zurückgeführt.

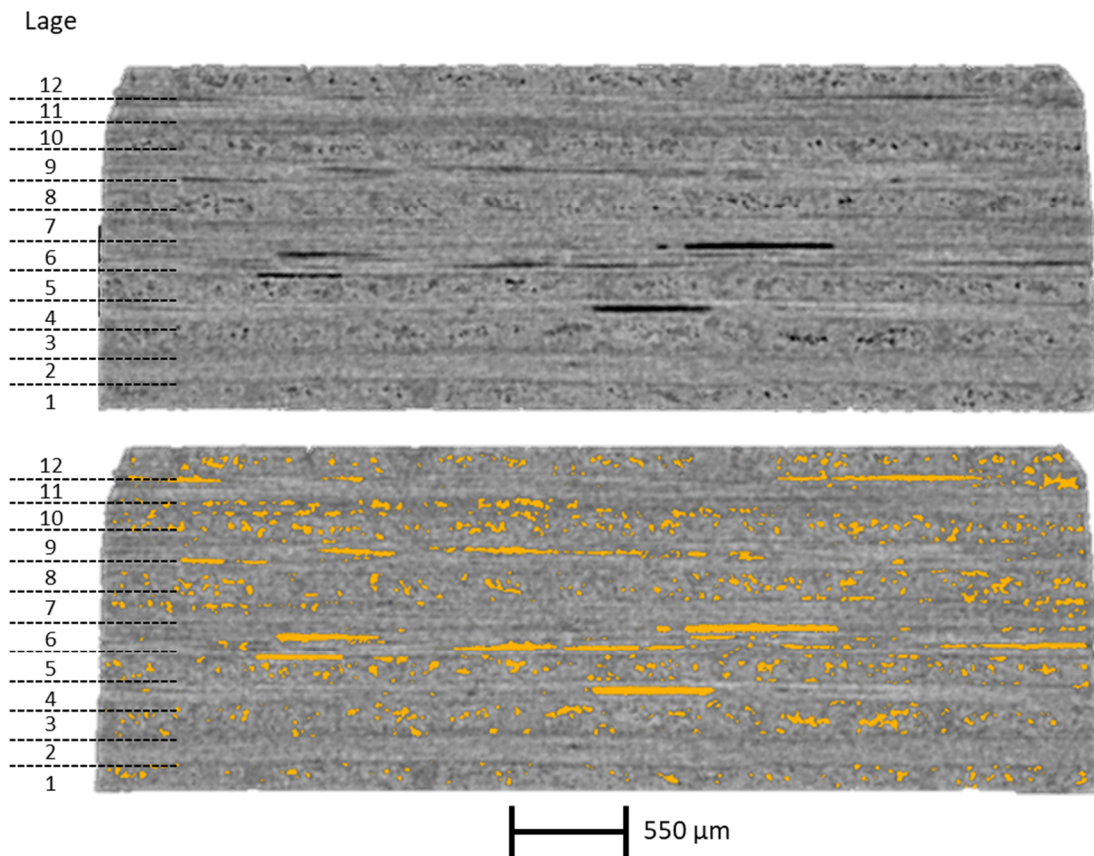


Abbildung 4-24: Oben: Schnittansicht eines Probekörpers vom Typ „Fiberforge 1“ im CT, unten: mit dem Algorithmus VGEasyPore detektierte Poren gelb markiert

Der Prozessschritt Tapelegen kann sich nur durch die dabei resultierende Gapgröße auf die Porosität auswirken. Da die Porosität aller Proben innerhalb der Standardabweichung der Messergebnisse liegt, kann zwischen den Probekörpern aus den automatisiert und den manuell hergestellten Gelegen ohne Gap kein signifikanter Unterschied festgestellt werden. Dies zeigt, dass die unter Anwendung der Methodik resultierenden Gaps beim Tapelegen, keinen signifikanten Einfluss auf den prozentualen Porenanteil im konsolidierten Laminat haben. Darüber hinaus muss festgehalten werden, dass die generierten Ergebnisse den lokalen prozentualen Porenanteil, spezifisch für den Bereich der Gaps im Laminat, beschreiben und nicht repräsentativ für das gesamte Laminat sind.

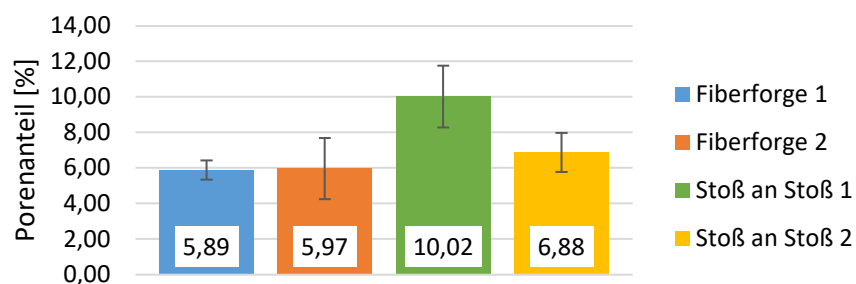


Abbildung 4-25: Berechneter Porenanteil aus den Proben der CT-Messungen

Der Einfluss der *Oberflächenbeschaffenheit* wird auf Basis der in Abschnitt 4.1.1.2 ermittelten Oberflächenparameter untersucht. Hierdurch wird überprüft, welchen Einfluss die Beschaffenheit der Tapeoberfläche auf den prozentualen Porenanteil ausübt.

Zunächst werden die ermittelten Parameter aus Tabelle 4-5 (Abschnitt 4.1.1.2, Seite 80) in das Modell nach *Lee & Springer* (Formel (2-3)) eingesetzt. Diese basieren auf den gemittelten Werten der Messung von je fünf Positionen an sechs Tapestreifen. Für den applizierten Druck p_{app} wird der Wert 1 bar bzw. 1×10^5 Pa eingesetzt. Die erforderlichen Viskositäten für die Prozesstemperaturen von 375 °C bzw. 395 °C werden vom Materialhersteller Solvay zur Verfügung gestellt und betragen 479 Pa·s bzw. 351 Pa·s. Somit sind die Werte für alle Variablen der Formel gegeben und es wird die erforderliche Zeit bis zur Erreichung des vollständigen intimen Kontaktes t_{ic} berechnet. Tabelle 4-17 fasst die berechneten Werte zusammen.

Für die Zieltemperatur von 375 °C beträgt die mit dem Modell berechnete Zeit t_{ic} minimal 39,17 s bis maximal 228,77 s. Bei der Zieltemperatur 395 °C liegen diese Werte zwischen 28,73 s und 167,85 s. Der direkte Vergleich der berechneten Zeiten für denselben Tapestreifen zeigt, dass die Reduktion der Viskosität durch die Wahl einer höheren Zieltemperatur die Zeit t_{ic} verkürzt. Von den Oberflächenparametern hat a_0 den stärksten Einfluss auf die Zeit bis zur Erreichung des intimen Kontaktes. Dies kann anhand der Ergebnisse für die Tapestreifen 4 – 6 gezeigt werden. Ist der Höhenunterschied (a_0) zwischen Erhebung (b_0) und Lücke (w_0) gering, so steht weniger Material zur Verfügung, welches die Lücken durch transversalen Quetschfluss schließen kann. Dadurch dauert es länger, bis der intime Kontakt erreicht ist und der Wert für t_{ic} nimmt zu.

Auf Basis der berechneten Ergebnisse für t_{ic} ist festzustellen, dass sich für die ermittelten Oberflächenparameter bei beiden Zieltemperaturen und einer Haltezeit von einer Sekunde voraussichtlich kein vollständiger intimer Kontakt aufbaut. Auch bei einer erhöhten Haltezeit von 120 s kann dies bei einem Drittel der hier betrachteten Fälle eintreten, da t_{ic} größer ist als die Haltezeit bei Zieltemperatur und somit nicht ausreichend Zeit für die Laminatverdichtung zur Verfügung steht. Für den resultierenden Zustand im konsolidierten Laminat bedeutet dies, dass es lokal zu interlaminaeren Poren kommen kann, weil die Laminatverdichtung nicht vollständig abgeschlossen ist.

Tabelle 4-17: Berechnete Ergebnisse für die Zeit bis zur Erreichung des intimen Kontaktes

	Tapestreifen					
	1	2	3	4	5	6
\bar{a}_0 [μm]	113,09	117,28	120,35	58,71	37,46	39,11
\bar{b}_0 [mm]	6,59	5,01	11,44	5,02	5,01	4,99
\bar{w}_0 [mm]	7,02	5,95	6,50	4,93	4,66	4,78
t_{ic} [s] bei 375 °C	57,47	39,17	46,85	104,42	228,77	221,10
t_{ic} [s] bei 395 °C	42,17	28,73	34,38	76,61	167,85	162,22

Um den Einfluss der Oberflächenbeschaffenheit auf den prozentualen Porenanteil des konsolidierten Laminates zu untersuchen und die analytischen Ergebnisse zu überprüfen, werden weitere Proben aus den Laminaten vom Typ „Fiberforge 1“ und „Fiberforge 2“ entnommen und ebenfalls im CT gemessen. Hierbei wird qualitativ geprüft, ob interlaminaire Poren auftreten und für welche Parameterkombination diese stärker ausgeprägt sind. Es werden je Kombination drei 10 x 15 mm große Probekörper untersucht. In Abbildung 4-25 ist je ein Schnittbild der CT-Aufnahme für die beiden Typen dargestellt.

Die Ergebnisse bestätigen die analytischen Berechnungen, da in den Proben vom Typ „Fiberforge 1“ qualitativ häufiger interlaminaire Poren gefunden werden. Lamine von diesem Typ wurden bei 375 °C und einer Haltezeit von einer Sekunde konsolidiert. Die Porenbreite wird mithilfe der Auswertesoftware gemessen und liegt zwischen minimal 0,16 mm und maximal 1,35 mm. Die Probekörper vom Typ „Fiberforge 2“, die bei 395 °C und einer Haltezeit von 120 Sekunden konsolidiert wurden, zeigen ebenfalls lokal interlaminaire Poren, jedoch mit geringerer Häufigkeit und Breite. Die Ergebnisse stimmen daher mit den Erwartungen auf Basis des Modells nach *Lee & Springer* überein.

Wichtig ist, dass es sich hierbei um lokale Effekte handelt, die für eine bestimmte Kombination der Oberflächenparameter eintreten können. Somit hat die Oberflächenbeschaffenheit einen Einfluss auf die lokale Porosität der konsolidierten Lamine. Für das gesamte Laminat gesehen, können diese Effekte bei einer Haltezeit von einer Sekunde tendenziell auch einen Einfluss auf die globale Porosität ausüben. Dies muss an Hand der Bewertung des prozentualen Porenanteils für das gesamte Laminat geprüft werden.

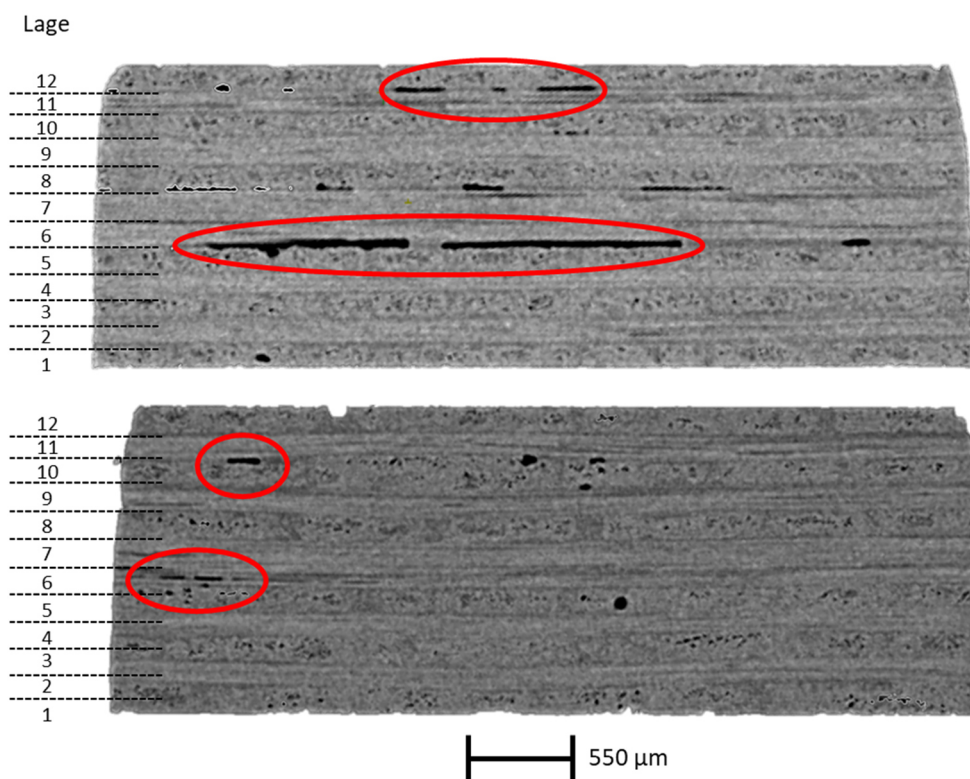


Abbildung 4-26: Querschnitt aus dem CT-Bild eines Probekörpers vom Typ „Fiberforge 1“ (oben) und vom Typ „Fiberforge 2“ (unten)

Die Untersuchungen zum Einfluss der Oberflächenbeschaffenheit zeigen, dass die Prozessparameter *Zieltemperatur* und *Haltezeit bei Zieltemperatur* die Laminatverdichtung beeinflussen. Dies kann sich auf den lokalen prozentuale Porenanteil auswirken. Im Folgenden wird untersucht, welchen Einfluss die beiden Prozessparameter auf den globalen prozentualen Porenanteil der konsolidierten Lamine ausüben.

In diesem Kontext wird zunächst die Vorgehensweise vorgestellt, mit welcher der prozentuale Porenanteil für das gesamte Laminat ermittelt wird. Diese basiert auf einer vollständigen Ultraschallprüfung der 400 x 400 mm großen konsolidierten Lamine entsprechend der Beschreibung in Abschnitt 3.2.2. Hierfür wurde eine Referenzmessung erstellt, um das Ultraschallsystem auf das Materialsystem zu kalibrieren. Weiterhin stellt die Oberflächenbeschaffenheit der Probekörper, in diesem Fall der Lamine, einen wichtigen Faktor für die Ultraschallmessung dar. Beim Konsolidieren bestimmt die Beschaffenheit der Werkzeugoberfläche die Qualität der Laminatoberfläche. Bei der SVK-Anlage stellen die Glaskeramiken die Werkzeughälften dar, welche beim Konsolidieren in direktem Materialkontakt sind. Auf Grund der im allgemeinen geringen Oberflächenrauigkeit von Glaskeramik zeigen die resultierenden Laminatoberflächen ebenfalls eine geringe Rauigkeit. Dadurch kann eine homogene Einkopplung des Ultraschalls in das Laminat erfolgen.

Um auf Basis der Ultraschallergebnisse den prozentualen Porenanteil zu ermitteln, ist eine Korrelation zwischen der Dämpfung in dB und dem Porenanteil erforderlich. Zwei mögliche Ansätze für diese Korrelation sind zum einen die Bestimmung des Porenanteils anhand von *Schliffbildern* sowie zum anderen die *Dichtemessung im Archimedes-Verfahren*. Beide Untersuchungen erfolgen an konsolidierten Laminen mit einem symmetrischen und balancierten Lagenaufbau von $[0/90]_{3s}$.

Zunächst wird die Bestimmung der Korrelation auf Basis von *Schliffbildern* beschrieben. Hierfür werden aus einem konsolidierten Laminat 26 rechteckige Probekörper mit einer Kantenlänge von 15 mm entnommen. Aus dem Ultraschallbild desselben Laminates werden die zugehörigen Bereiche der Probekörper ausgeschnitten, so dass zu jedem Probekörper ein separater Bildausschnitt vorliegt. Im nächsten Schritt wird mit Hilfe eines selbst weiterentwickelten Matlab Tools die durchschnittliche Farbgebung für den Ultraschallbildausschnitt berechnet. Hierfür vergleicht das Tool die Farbskala mit jedem Pixel des Bildausschnitts. Dabei liegt jede Farbe der Skala als einzelner Pixel vor. Das Tool zählt für jeden Pixel (jede Farbe), wie häufig dieser im Bildausschnitt vorkommt. Aus den einzelnen Häufigkeiten wird anschließend ein Mittelwert abgeleitet und so die im Durchschnitt am häufigsten vorkommende Farbe identifiziert. Da die Farben der Skala bestimmten Werten für die Signaldämpfung in dB zugeordnet sind, kann auf diese Weise die durchschnittliche Dämpfung für das Ultraschallbild berechnet werden.

Um eine möglichst hohe Genauigkeit zu erreichen, wird diese Analyse nicht für den gesamten 15 x 15 mm² großen Bildausschnitt durchgeführt, sondern nur für den linken Bereich des Ausschnitts von 3 mm Breite. Dieser entspricht der Schliffkante der Probekörper, an welcher der Porenanteil bestimmt wird. Für die zugeschnittenen Probekörper wird entsprechend der in Abschnitt 3.2.2 beschriebenen Vorgehensweise der Porenanteil aus den Schliffbildern bestimmt. Abbildung 4-27 stellt die einzelnen Schritte für diesen Ansatz zur Korrelation dar.

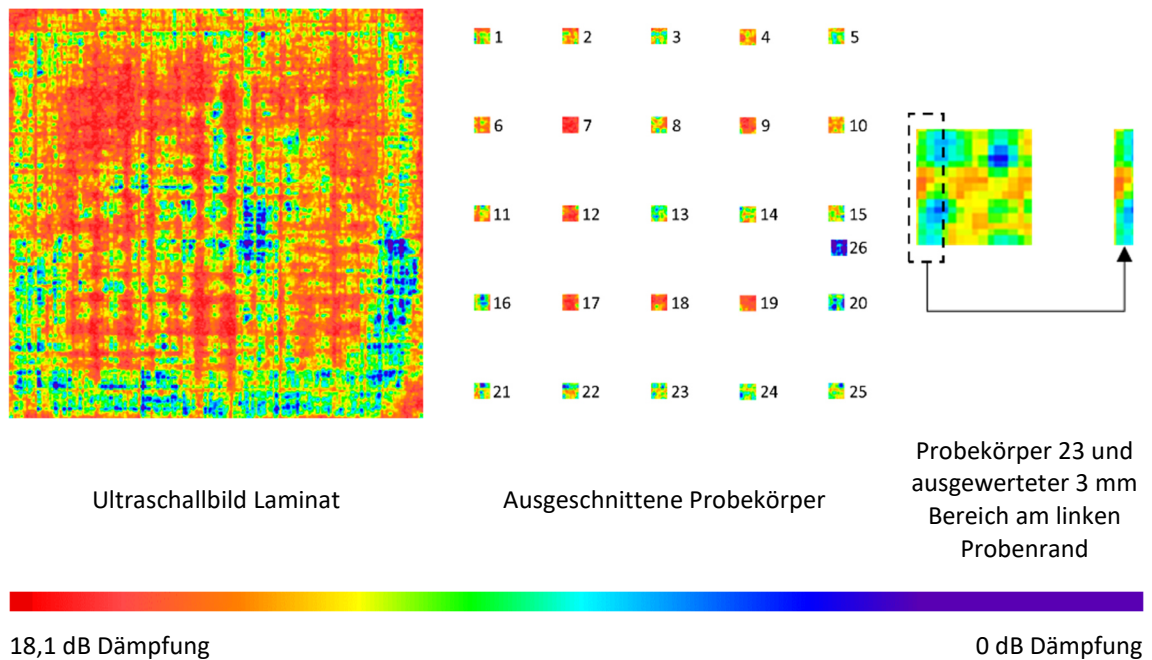


Abbildung 4-27: Korrelation Porosität und Dämpfung auf Basis von Schliffbildern

Als Ergebnis liegen für jeden Probekörper ein Porenanteil auf Basis der Schliffbildanalyse sowie ein Wert für die durchschnittliche Dämpfung vor. In einem Diagramm werden die Wertepaare als Porenanteil über Dämpfung aufgetragen und durch ein Polynom zweiten Grades angenähert. Die Quadratsumme der Residuen beträgt $R^2 = 0,9982$. Für die Wertepaare wurde außerdem untersucht, ob eine Korrelation vorliegt und ob diese signifikant ist. Hierfür wurde der Pearson-Korrelationskoeffizient berechnet, der bei 0,99 liegt. Die Überprüfung der Signifikanz erfolgt auf Basis der zweiseitigen t-Verteilung, die den p-Wert berechnet. Für diesen gilt hier $p < 0,05$, so dass von einer signifikanten Korrelation ausgegangen werden kann. Der Funktionsterm des Polynoms beschreibt somit den Zusammenhang zwischen Dämpfung und Porosität. Abbildung 4-28 zeigt den gemessenen Porenanteil in Prozent über der Dämpfung in Dezibel.

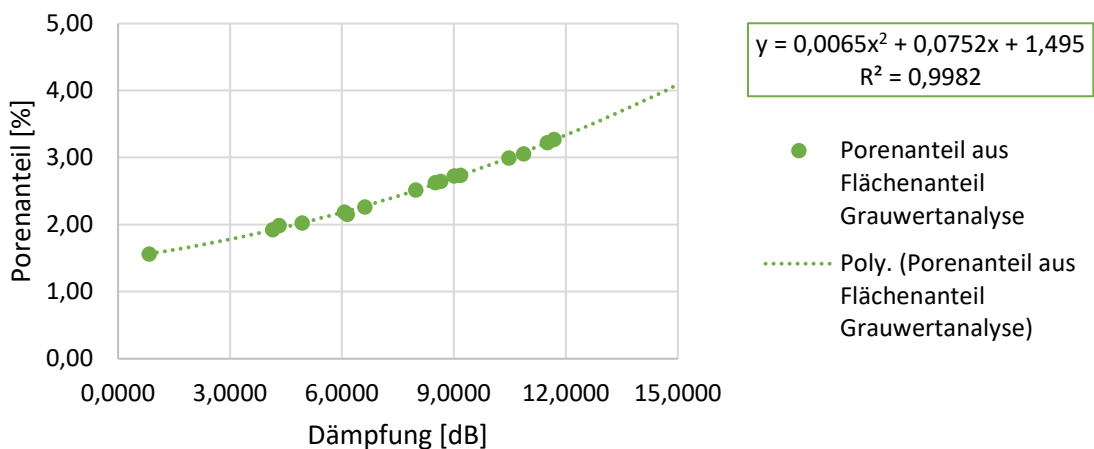


Abbildung 4-28: Ergebnisse Porenanteil über Dämpfung aus Schliffbildanalyse

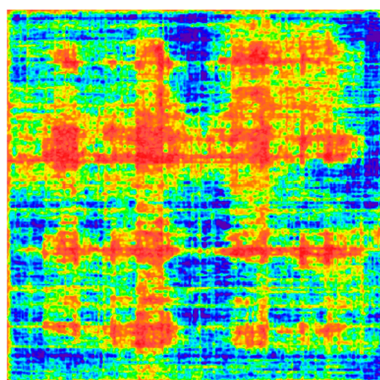
Bei der Bestimmung der Korrelation auf Basis der *Dichtemessung im Archimedes-Verfahren* werden je drei Probekörper mit einem Durchmesser von 25 mm aus 17 konsolidierten Laminaten entnommen. Jedes dieser Laminata wurde zuvor in einer Ultraschallmessung untersucht und die durchschnittliche Dämpfung für den Bereich der runden Probekörper mit dem Matlab-Tool ermittelt. Im Archimedes-Verfahren wird für jeden der 51 Probekörper die Composite-Dichte bestimmt. Somit kann jedem Dämpfungswert eine Dichte zugeordnet werden.

Um auf Basis der gemessenen Composite-Dichte den Porenanteil berechnen zu können, wird im nächsten Schritt die analytische Composite-Dichte $\rho_{ges,analyt.}$ ermittelt. Dazu wird für jeden Probekörper zuerst der Kristallisationsgrad X_c in einer DSC-Messung und anschließend für denselben Probekörper der Fasermasseanteil ψ_f in einer TGA-Messung bestimmt. Mit diesen Werten folgt aus Formel (4-2) und Formel (4-3) die analytische Composite-Dichte. Diese kann gemeinsam mit der gemessenen Composite Dichte in Formel (3-21) eingesetzt werden, woraus sich der analytische Porenanteil $\xi_{analyt.}$ für den jeweiligen Probekörper berechnen lässt. Die drei benötigten Formeln werden in Tabelle 4-18 zusammengefasst. Abbildung 4-29 zeigt beispielhaft die Extraktion der Ultraschallbildauschnitte für die Probekörper zur Dichtemessung.

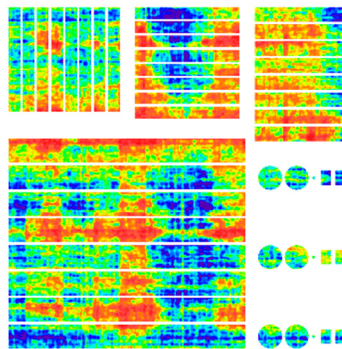
Tabelle 4-18: Formeln zur Berechnung des analytischen Porenanteils auf Basis der gemessenen und analytischen Composite-Dichte

$$\rho_{m,analyt.} = 1,278 + 0,00106 \cdot X_c \quad \rho_{ges,analyt.} = \frac{1}{\frac{\psi_f}{\rho_f} + \frac{\psi_m}{\rho_{m,analyt.}}} \quad \xi_{analyt.} = \frac{\rho_{ges,analyt.}}{\rho_{ges,mess}} - 1$$

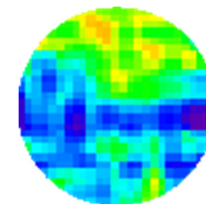
Formel (4-2) Formel (4-3) Formel (3-21)



Ultraschallbild Laminat



Ausgeschnittene Probekörper



Detailansicht Probekörper
Dämpfung



18,1 dB Dämpfung

0 dB Dämpfung

Abbildung 4-29: Korrelation Porosität und Dämpfung auf Basis von Dichtemessung

Aus der Berechnung des analytischen Porenanteils und der Berechnung der durchschnittlichen Dämpfung aus den Ultraschallbildern liegt für jeden Probekörper ein Wertepaar vor, das in einem Diagramm als Porenanteil in Prozent über der Dämpfung in Dezibel aufgetragen wird. Sämtliche Punkte werden mit einem Polynom zweiten Grades angenähert, wobei der Funktionsterm den Zusammenhang zwischen Dämpfung und Porosität beschreibt. Die Quadratsumme der Residuen beträgt $R^2 = 0,8521$. Für die Wertepaare wird ebenfalls der Pearson-Korrelationskoeffizient berechnet und die Prüfung auf Signifikanz durchgeführt. Der Korrelationskoeffizient liegt bei 0,90 und die Überprüfung des p-Wertes ergibt einen Wert von $p < 0,05$. Daher kann bei dem Ansatz auf Basis von Dichtemessungen im Archimedes-Verfahren ebenfalls von einem signifikanten Zusammenhang ausgegangen werden. Abbildung 4-30 zeigt den gemessenen Porenanteil in Prozent über der Dämpfung in Dezibel.

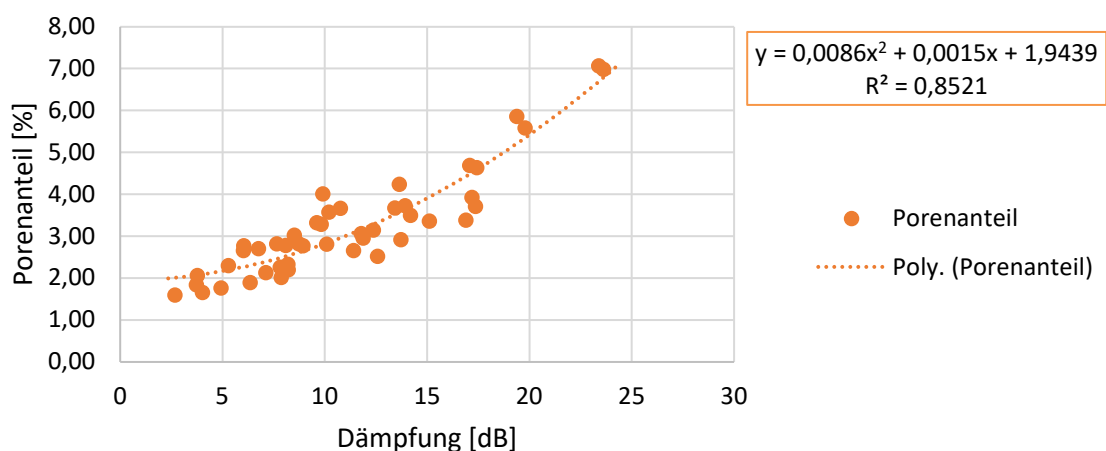


Abbildung 4-30: Ergebnisse Porenanteil über Dämpfung aus Dichtemessung

Für beide Ansätze zur Korrelation der Dämpfung und dem prozentualen Porenanteil können Formeln abgeleitet werden, welche die Berechnung des Porenanteils in Abhängigkeit des Dämpfungswertes aus der Ultraschallmessung ermöglichen. Die Formel auf Basis der Schlibbildanalyse hat eine höhere Quadratsumme der Residuen sowie einen höheren Pearson-Korrelationskoeffizient. Daher wird diese im Weiteren für die Berechnung der Porosität verwendet.

Unter Verwendung der eingeführten Vorgehensweise zur Berechnung des durchschnittlichen prozentualen Porenanteils auf Basis von Ultraschallmessungen kann nun untersucht werden, wie sich die Prozessparameter *Zieltemperatur* und *Haltezeit bei Zieltemperatur* auf die Porosität der konsolidierten Lamine auswirken. Dazu werden je Parameterkombination fünf Tapegelege mit der SVK-Anlage konsolidiert. Zwei der fünf konsolidierten Lamine werden anschließend in einer Ultraschallmessung untersucht. Dabei wird die gesamte Laminatfläche von $400 \times 400 \text{ mm}^2$ gemessen. Hierdurch lassen sich sowohl der Porenanteil für das gesamte Laminat berechnen, als auch ausgewählte Bereiche separieren und nur lokale Porenanteile ermitteln. Abbildung 4-31 zeigt je Kombination ein exemplarisches Ultraschallbild der Lamine.

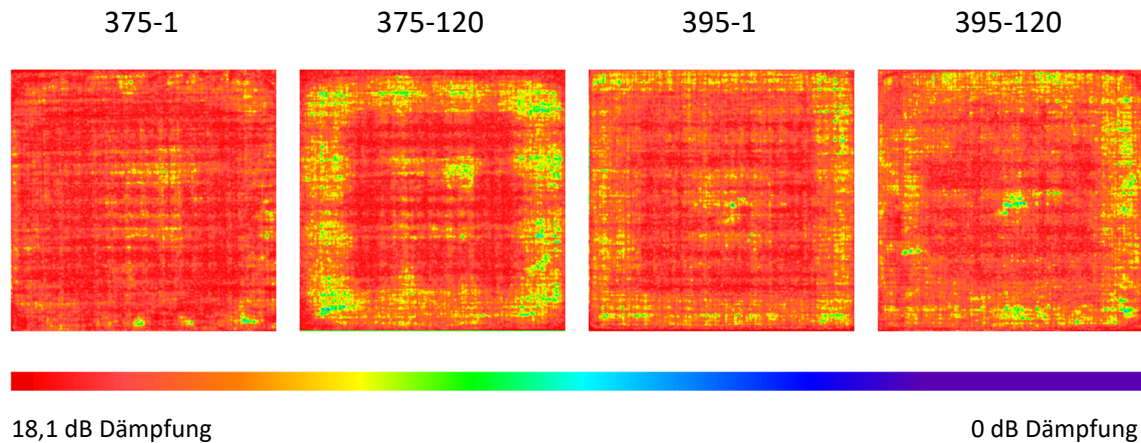


Abbildung 4-31: Ergebnisse der Ultraschallmessungen für die konsolidierten Lamine

Die Ergebnisse in Abbildung 4-31 zeigen einen qualitativen Unterschied in der Farbgebung der Ultraschallbilder. Dieser ist vor allem im Randbereich des Laminates stärker ausgeprägt. Wie in Abschnitt 3.2.3 beschrieben, kommt es bedingt durch die Auflager beim Konsolidieren im SVK-Prozess zu einer komplexen Druckverteilung im Randbereich des Geleges, wodurch am Rand eine geringfügige Druckerhöhung vorliegt. Diese wird zudem durch die Dicke des Tapegeleges beeinflusst. Je größer die Differenz zwischen Auflagerdicke und Gelegedicke, desto stärker ist die Drucküberhöhung [52]. Durch diese wird das Laminat stärker kompaktiert, was zu lokalen Bereichen mit geringerer Porosität im Vergleich zu den umliegenden Bereichen führt und somit in einer reduzierten Dämpfung resultiert. Diese stellt sich durch die grünen Flächen am Rand der Ultraschallbilder dar. Der qualitative Eindruck spiegelt sich in den Ergebnissen des berechneten durchschnittlichen prozentualen Porenanteils wider. Der Mittelwert und die zugehörige Standardabweichung des Porenanteils werden für die vier Parameterkombinationen in Abbildung 4-32 gezeigt. Zusätzlich wird der in Abschnitt 4.1.1.3 ermittelte Porenanteil des Tapes im Ausgangszustand dargestellt.

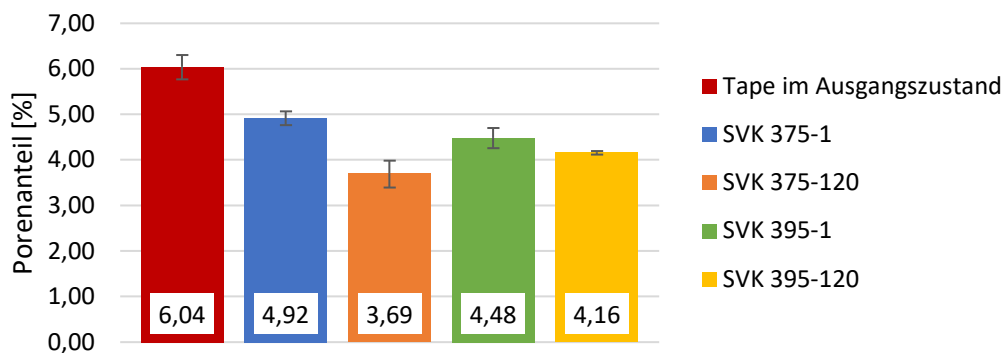


Abbildung 4-32: Berechneter durchschnittlicher Porenanteil der konsolidierten Lamine

Die Ergebnisse weisen einen Unterschied im mittleren Porenanteil für die verschiedenen Parameterkombinationen auf, so dass generell ein Einfluss der Prozessparameter vorliegt. Dies stellt einen Unterschied zu den Ergebnissen der Untersuchung des Einflusses von Gaps dar. Zudem ist der mittlere prozentuale Porenanteil bei den Probekörpern aus der

Untersuchung der Gaps mit 6,25 % höher als die für das gesamte Laminat berechneten Werte. Dies kann damit begründet werden, dass die Ergebnisse bei den Gaps den lokalen Porenanteil repräsentieren. Die unterschiedliche Farbgebung der Ultraschallbilder für das gesamte Laminat zeigt, dass die Dämpfung und damit der Porenanteil über die gesamte Laminatfläche variiert. Daher sind lokal höhere Werte möglich.

Weiterhin zeigen die Ergebnisse, dass der mittlere Porenanteil bei einer Haltezeit von einer Sekunde größer ist, als bei derselben Zieltemperatur und einer Haltezeit von 120 Sekunden. Dies korreliert mit den Erkenntnissen aus der Untersuchung des Einflusses der Oberflächenbeschaffenheit. In diesem Kontext deutet der höhere Porenanteil bei der kürzeren Haltezeit auf eine nicht vollständig abgeschlossene Laminatverdichtung hin.

Die Ergebnisse zeigen außerdem, dass der Porenanteil bei einer Zieltemperatur von 395 °C und einer Haltezeit von einer Sekunde geringfügig gegenüber dem Porenanteil bei identischer Haltezeit und einer Zieltemperatur von 375 °C reduziert ist. Dies lässt sich mit dem Zusammenhang von Temperatur und Viskosität begründen. Da die Viskosität bei 395 °C um 128 Pa·s geringer ist, können intralaminare Poren einfacher an die Grenzschichten diffundieren und dort evakuiert werden.

Entgegen den Erwartungen weisen die Lamine bei der Zieltemperatur 375 °C und einer Haltezeit von 120 s mit einem Mittelwert von $\xi_{ges} = 3,69$ % den geringsten Porenanteil auf. Dieses Ergebnis korreliert mit dem Ultraschallbild, welches bei dieser Parameterkombination eine stärkere Reduktion der Dämpfung (grüne Flächen) im Randbereich zeigt als bei den anderen Kombinationen. Dieser Zustand kann durch eine lokale Drucküberhöhung an den Rändern des Tapegeleges hervorgerufen werden. Diese Drucküberhöhung tritt auf, wenn die Gelegedicke zu stark von der für die Auflagerkonfiguration gewählten Dicke abweicht (vgl. Abschnitt 3.2.3). Dies wird hier durch die Messung der Laminatdicke überprüft. Die Messwerte zeigen, dass die Lamine der Kombination 375-120 im Durchschnitt 0,10 mm dünner sind. Dies bedeutet, dass bei diesem Typ während dem Konsolidieren eine Drucküberhöhung im Randbereich vorlag. Hieraus resultierten der geringere Porenanteil und somit die reduzierte Signaldämpfung. Bei den weiteren Untersuchungen muss dieser Zustand daher berücksichtigt werden.

Insgesamt zeigen die Ergebnisse eine gute Übereinstimmung mit den Annahmen auf Basis des Modells nach *Lee & Springer*. Eine längere Haltezeit sowie eine höhere Zieltemperatur reduzieren den Porenanteil im Laminat beim Niederdruck-Konsolidieren im SVK-Prozess. Anhand dieser Ergebnisse kann gezeigt werden, dass die Prozessparameter Zieltemperatur und Haltezeit bei Zieltemperatur einen Einfluss auf die Porosität haben. Im Vergleich zum prozentualen Porenanteil des Tapes im Ausgangszustand von $\xi_{ges} = 6,04$ % wird der Porenanteil beim Konsolidieren um 1,12 – 2,35 % reduziert. Basierend auf den REM-Aufnahmen des Tapes und den CT-Untersuchungen der Lamine wird diese Reduktion auf die Reduktion von intralaminaren Poren zurückgeführt.

Zusammengefasst kann für die Charakterisierung der Porosität beim Konsolidieren festgehalten werden, dass die Oberflächenbeschaffenheit des Tapes einen zentralen Einfluss auf die Porosität darstellt. In Kombination mit der hohen Materialviskosität und dem geringen Druck im SVK-Prozess kann gezeigt werden, dass sich die Unebenheiten in der Tapeoberfläche nicht gänzlich ausgleichen, so dass kein vollständiger intimer Kontakt zwischen den Schichten vorliegt. Dies kann sowohl methodisch mit dem Modell von *Lee & Springer* berechnet als auch analytisch mit den CT-Messungen nachgewiesen werden.

Die resultierenden Unterschiede im prozentualen Porenanteil auf Grund der Prozessparameterkombination stimmen dabei mit den Erwartungen auf Basis der methodischen Berechnung überein. Ein weiterer Anteil der Porosität kommt auf Grund von intralaminaren Poren zustande, die sich bereits im Ausgangszustand im Tape befinden. Die Ergebnisse zeigen, dass sich dieser Anteil beim Konsolidieren reduziert, da interlaminae Poren entstehen aber der globale Porenanteil geringer ist als im Ausgangszustand. Für die Position der Poren kann anhand der CT-Aufnahmen abgeleitet werden, dass diese vorrangig interlaminae auftreten. Eine globale Ausrichtung der Poren ist nicht zu erkennen.

In Bezug auf den Einfluss von Gaps kann gezeigt werden, dass die resultierenden Gaps aus Tapegelegen, welche unter Verwendung der entwickelten Methodik zur Bestimmung der Prozessparameter hergestellt wurden, keinen signifikanten Einfluss auf den prozentualen Porenanteil haben.

4.1.4 Bauteilherstellungsprozess

Im Bauteilherstellungsprozess werden die konsolidierten Lamine zu Bauteilen weiterverarbeitet. Hierzu werden die Lamine über die Schmelztemperatur T_m der Matrix aufgeheizt, in ein Werkzeug transferiert und unter Druck abgekühlt. Damit entsprechen die einzelnen Schritte bei diesem Prozess denen einer industriellen Bauteilherstellung. Im Rahmen dieser Arbeit werden die zweidimensionalen Lamine zu zweidimensionalen Bauteilen in Form von Platten weiterverarbeitet. Dies ermöglicht es, dasselbe Vorgehen zur Untersuchung der Porosität anzuwenden, wie bei den konsolidierten Laminen. Dadurch ist die direkte Vergleichbarkeit der Ergebnisse gegeben.

4.1.4.1 Verifizierung der Prozessparameter

Im folgenden Abschnitt wird verifiziert, dass der definierte Prozessparameter *Zieltemperatur* beim Aufheizen der Lamine mit beiden ausgewählten Technologien (siehe Abschnitt 3.1.2) erreicht wird. Hierfür werden Temperaturmessungen mit Thermoelementen Typ K durchgeführt. Es werden jeweils drei Thermoelemente entsprechend der Darstellung in Abbildung 4-19 in ein Tapegelege eingebracht und im SVK-Prozess mit einkonsolidiert, so dass diese im Laminat verbleiben und für die Temperaturmessung genutzt werden können. Die Thermoelemente befinden sich zwischen der ersten und zweiten Lage (TE 1), zwischen Lage 6 und 7 (TE 2) sowie zwischen der vorletzten und letzten Lage (TE 3). Je Technologie zum Aufheizen werden drei Messungen durchgeführt.

Zunächst erfolgt die Verifizierung für das drucklose Aufheizen im *IR-Heizfeld*. Auf Grund des Schubladensystemes ist die vordere Seite des Heizfeldes offen. Daher werden die Leistungen der Strahlerarrays entsprechend angepasst, um den Wärmeverlust durch Konvektion auszugleichen und ein homogenes Aufheizen zu gewährleisten. Als Zieltemperatur wird $T = 395 \text{ °C}$ vorgegeben und eine Haltezeit von $t = 10$ Sekunden eingestellt. Das Infrarot-Heizfeld nutzt zwei Pyrometer für die Temperaturregelung. Diese sind mittig platziert und messen die Temperatur im Zentrum des Laminats an der Ober- und Unterseite. Abbildung 4-33 zeigt das Heizfeld sowie die einzelnen Zonen mit den eingestellten Leistungen. Die Leistungen des oberen und unteren Strahler-Arrays sind symmetrisch.

Für die Messung der erreichten Zieltemperatur im Laminat werden beim Aufheizen mit dem IR-Heizfeld zusätzlich lokal Thermoelemente Typ K auf die Laminatoberfläche eingebracht. Das gemessene Temperaturprofil ist exemplarisch für eine der drei Messungen in

Abbildung 4-34 dargestellt. Darin enthalten sind das Aufheizen sowie der Transfer des Laminats und das Ablegen auf der Werkzeugoberfläche. Die Messergebnisse zeigen, dass die aufgezeichnete Temperatur für TE 1 von der eingestellten Zieltemperatur abweicht. Die oberflächlich aufgetragenen Thermoelemente zeigen aber, dass die Zieltemperatur von 395 °C an beiden Laminatseiten erreicht wird.

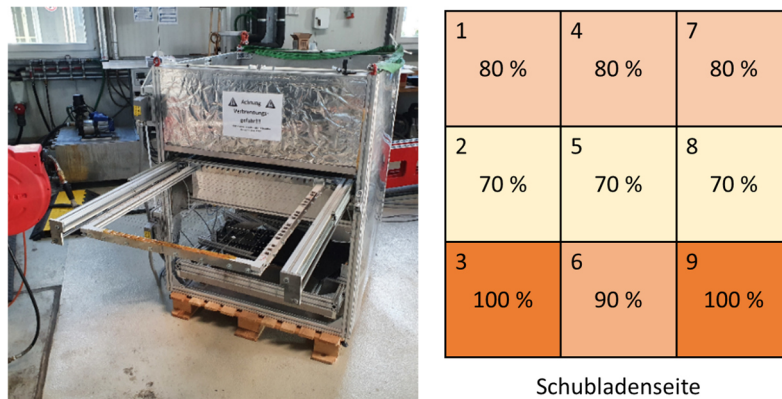


Abbildung 4-33: Links: IR-Heizfeld für das kontaktlose Aufheizen im Bauteilherstellungsprozess, rechts: Zonenaufteilung der Strahlerarrays und eingestellte Leistung in Prozent

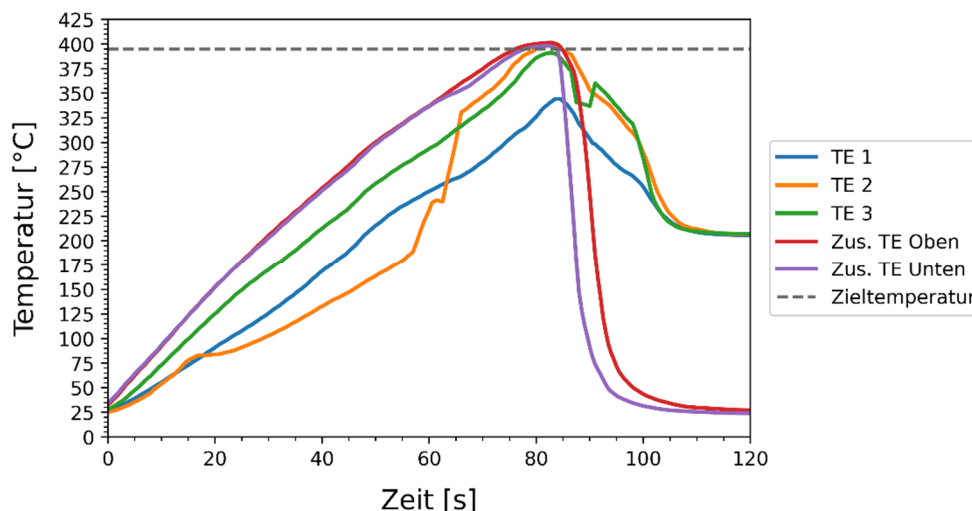


Abbildung 4-34: Temperaturverlauf mit zusätzlich applizierten Thermoelementen auf der Laminatoberseite (Zus. TE Oben) und -unterseite (Zus. TE Unten)

Es wird angenommen, dass die Differenz zwischen den Messwerten der einkonsolidierten und oberflächlichen Thermoelemente auf das Dekonsolidieren der Laminats beim drucklosen Aufheizen im Infrarot-Heizfeld zurückzuführen ist. Die einkonsolidierten Thermoelemente stellen einen eingebrachten Defekt dar und verhindern lokal den intimen Kontakt der einzelnen Lagen. Somit liegt an der Stelle eines Thermoelements eine Art Pore im Laminat vor wodurch der Thermoelementdraht von Luft umgeben ist. Beim Aufheizen kann es dann zum Ausdehnen dieser Pore beziehungsweise zum Porenwachstum kommen (vgl. Kapitel 2.3). Die Luft um den Thermoelementdraht wirkt als Isolator, weshalb die gemessene Temperatur von der eingestellten Zieltemperatur abweicht.

Diese Abweichungen treten nur vereinzelt und nicht gleichzeitig bei allen einkonsolidierten Thermoelementen im Laminat auf. Zudem wird beobachtet, dass es zu Delaminationen an den Laminatoberflächen kommt. Diese treten speziell an den Positionen der einkonsolidierten Thermoelemente auf. Dies ist beispielhaft für ein Laminat in Abbildung 4-35 dargestellt. Es ist zu erkennen, dass sich TE 3 inmitten einer Delamination befindet.

Im Vergleich zu den Messungen der einkonsolidierten Thermoelemente, zeigen die Messungen der zusätzlich aufgebrachten Thermoelemente für jede der drei Messungen, dass die eingestellte Zieltemperatur erreicht wird. Daher wird davon ausgegangen, dass die Zieltemperatur homogen in Dickenrichtung vorliegt.

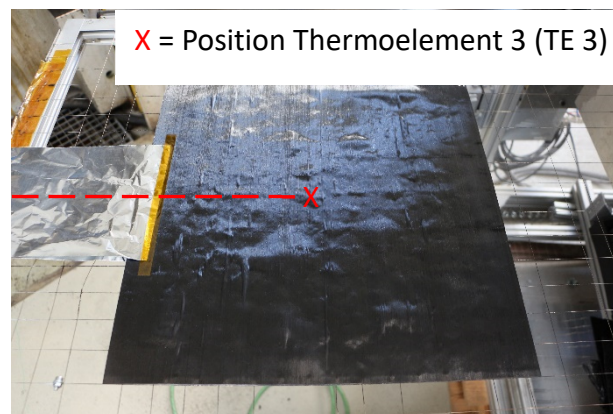


Abbildung 4-35: Blasenbildung als Zeichen der Dekonsolidierung an einer Laminatoberfläche nach dem Aufheizen im IR-Heizfeld.

Nach dem Ausfahren aus dem Heizfeld wird die Laminatoberfläche mit einer Thermografiekamera aufgenommen. Da die absoluten Temperaturen von dem gewählten Emissionskoeffizienten und dem Winkel zwischen Laminatoberfläche und Kamera abhängig sind, werden diese Aufnahmen nur für eine qualitative Einschätzung der Temperaturverteilung verwendet. In Abbildung 4-36 ist exemplarisch eine Aufnahme der Thermografiekamera dargestellt. Die Ergebnisse der Linien zur Messung der Oberflächentemperatur (Average Li1 bis Li4) zeigen, dass die Temperatur homogen verteilt ist.



Abbildung 4-36: Thermografiebild eines Laminates nach dem Ausfahren aus dem Heizfeld

Als zweite Technologie zum Aufheizen wird ein *Kontaktheiztisch* verwendet. Dieser ist ebenfalls nach dem Schubladenprinzip aufgebaut. Hierbei besteht die untere Schublade aus einem Gitter, das sich beim Starten des Heizzyklus automatisch in Nuten in der unteren Heizplatte absenkt. Die Heizplatten sind auf eine Temperatur von $T = 410\text{ °C}$ temperiert. Abbildung 4-37 zeigt den Kontaktheiztisch mit ausgezogener Schublade und einem Gelege zwischen zwei Transferblechen.

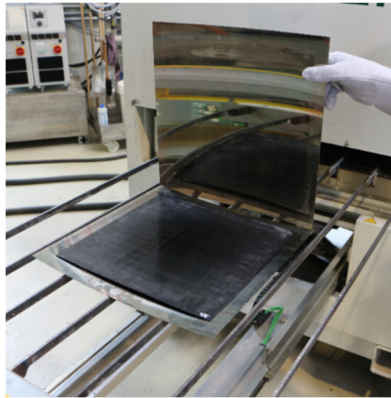


Abbildung 4-37: Heiztisch für das Aufheizen durch Kontakt im Bauteilherstellungsprozess

Der Temperaturverlauf für die Thermoelementmessungen ist bei den drei Messungen qualitativ identisch. Daher wird das Ergebnis für eine der drei Messungen exemplarisch in Abbildung 4-38 dargestellt. Im Vergleich zur kontaktlosen Aufheizung im IR-Heizfeld zeigen die Ergebnisse, dass die mit den einkonsolidierten Thermoelementen gemessene Temperatur der Zieltemperatur entspricht. Dies kann auf das fehlende Dekonsolidieren durch die Aufheizung unter Kontakt zurückgeführt werden. Da das Material beim Aufheizen mit einem geringen Druck beaufschlagt wird, wird die Delamination an der Oberfläche vermieden. Weiterhin sind die Temperaturverläufe über die Materialdicke homogen.

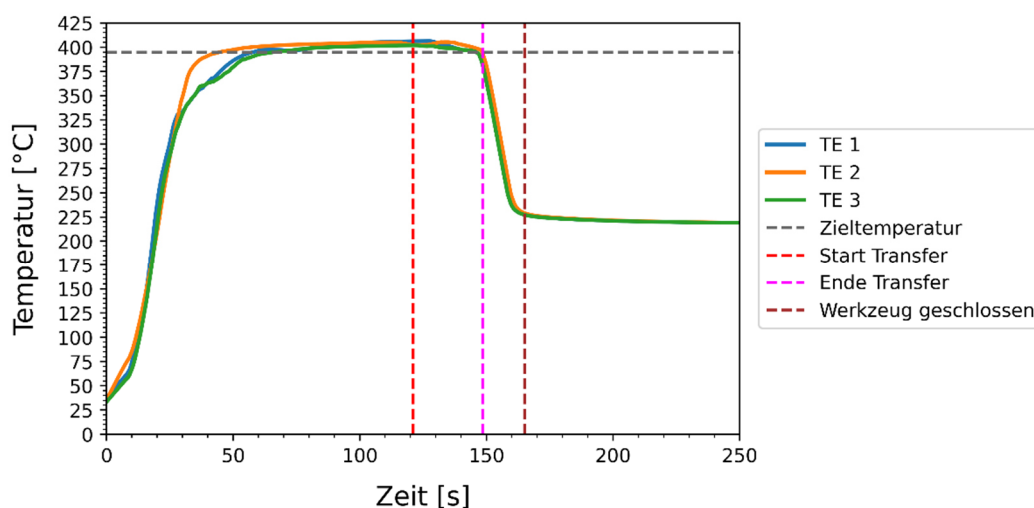


Abbildung 4-38: Temperaturverlauf für die Prozessroute mit Kontaktheiztisch und Abkühlung mit beidseitigem Werkzeugkontakt

Für beide Technologien wird gezeigt, dass die Zieltemperatur $T = 395 \text{ °C}$ homogen über die Dicke sowie beim IR-Heizfeld auch über die Fläche erreicht wird. Somit ist der Prozessparameter Zieltemperatur verifiziert. Beim kontaktlosen Aufheizen kommt es zum Dekonsolidieren und in der Folge zum Porenwachstum und zur Delamination einzelner Schichten. Dies führt zum Anstieg der Porosität, die beim anschließenden Pressen wiederum reduziert werden muss. Bei der Aufheizung mit Kontakt wird das Dekonsolidieren verhindert. Um diesen Ansatz für dreidimensionale Bauteile umsetzen zu können, müsste das konsolidierte Laminat nach dem Aufheizen zwischen den Edelstahlblechen entnommen werden. Im Rahmen dieser Arbeit wurden die Lamine zu zweidimensionalen Platten weiterverarbeitet. Daher werden die Bleche gemeinsam mit dem dazwischenliegenden Laminat in die Presse transferiert.

4.1.4.2 Validierung der Versuchsdurchführung

Analog zum Prozessschritt Konsolidieren wird in diesem Abschnitt die Versuchsdurchführung bei der Bauteilherstellung untersucht. Damit das Morphologiemerkmal Porosität isoliert von dem Kristallisationsgrad charakterisiert und bewertet werden kann, wird ermittelt, ob die Versuchsdurchführung einen Einfluss auf den Kristallisationsgrad ausübt. Hierfür wird der Kristallisationsgrad für die gepressten Bauteile bestimmt.

Es werden jeweils drei Lamine aus den verschiedenen Prozessparameterkombinationen im SVK-Prozess mit den beiden unterschiedlichen Technologien, IR-Heizfeld und Kontakttheiztisch, aufgeheizt. Im Anschluss daran erfolgt der manuelle Transfer in das Presswerkzeug. Die durchschnittliche Transferzeit beträgt 7,8 s. Diese beginnt mit der Entnahme der Lamine aus dem IR-Heizfeld beziehungsweise dem Kontakttheiztisch und endet bei vollständigem Werkzeugkontakt im geschlossenen Werkzeug. Anschließend werden die Lamine bei einem Druck von 20 bar in der Presse abgekühlt. Dies entspricht einer Presskraft von 320 kN bezogen auf die Laminatfläche von $400 \times 400 \text{ mm}^2$. Die Werkzeugtemperatur des öl-temperierten Plattenwerkzeugs wird entsprechend der Kristallisationskinetik der Matrix auf 200 °C eingestellt, so dass ein hoher Kristallisationsgrad erreicht werden kann. Hierfür wird eine Kühlzeit von 300 s festgelegt. Das eingebaute Werkzeug ist in Abbildung 4-39 dargestellt.



Abbildung 4-39: Plattenwerkzeug für den Bauteilherstellungsprozess

Aus den hergestellten Bauteilen werden je fünf Proben entnommen und in einer DSC-Messung der Kristallisationsgrad bestimmt. Die Ergebnisse der DSC-Messungen für beide Technologien zum Aufheizen sind in Abbildung 4-40 dargestellt. Die Bezeichnung der Variante erfolgt nach dem folgenden Schema:

Aufheizmethode Zieltemperatur (SVK-Prozess) - Haltezeit (SVK-Prozess)

Beispiel für das Aufheizen im IR-Heizfeld, einer Zieltemperatur im SVK-Prozess von 395 °C und einer Haltezeit bei Zieltemperatur im SVK-Prozess von 120 s:

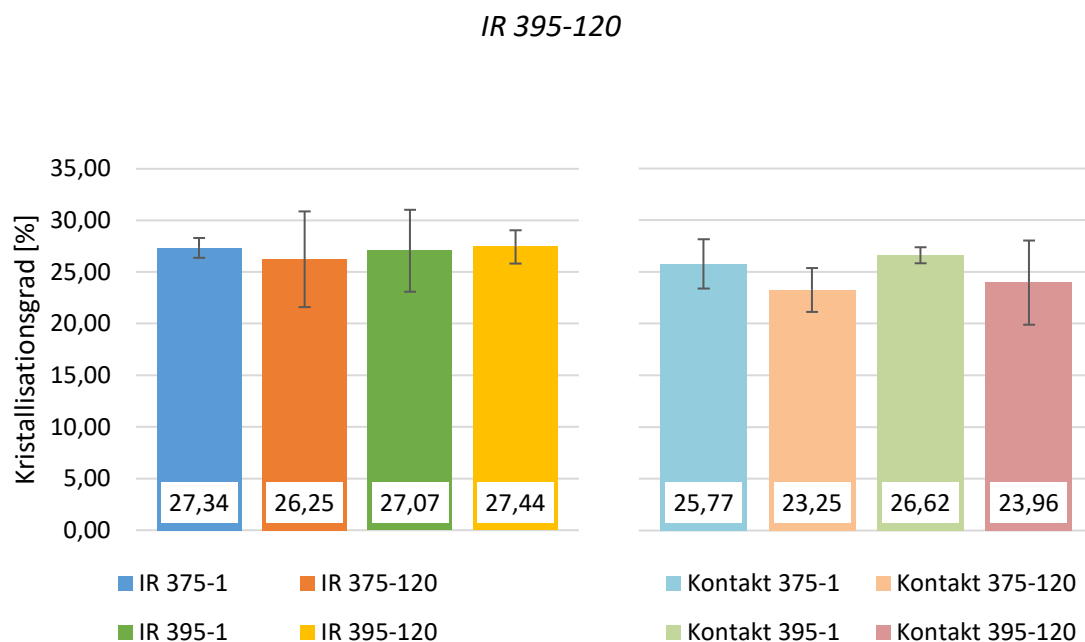


Abbildung 4-40: Kristallisationsgrade der Bauteile nach dem Pressen: Aufheizung mit Infrarot (links) und Aufheizung mit Kontakt (rechts)

Die Ergebnisse zeigen, dass der Mittelwert für den Kristallisationsgrad bei der Aufheizmethode *IR* $X_C = 27,03$ % beträgt, mit einer Standardabweichung von 0,47 %. Bei der Aufheizmethode *Kontakt* beträgt der Mittelwert $X_C = 24,90$ % und weist eine Standardabweichung von 1,35 % auf. Unter Berücksichtigung der Standardabweichung zeigen die Ergebnisse keine Unterschiede im Kristallisationsgrad für alle Varianten. Daraus wird abgeleitet, dass die gewählte Vorgehensweise bei der Versuchsdurchführung keinen Einfluss auf den Kristallisationsgrad hat. Somit kann das Morphologiemerkmal Porosität isoliert charakterisiert und bewertet werden.

4.1.4.3 Charakterisierung der Porosität

Für den Bauteilherstellungsprozess werden im Kontext der Porosität zwei Schwerpunkte untersucht. Zum einen das *Dekonsolidieren* der Lamine bei der Aufheizung im IR-Heizfeld. Zum anderen der *prozentuale Porenanteil* in Abhängigkeit der Prozessparameterkombination beim Konsolidieren in der SVK-Anlage.

Das *Dekonsolidieren* von Laminaten bei der kontaktlosen Aufheizung ist ein aus der Literatur bekannter Effekt (vergleiche Kapitel 2.3), der auch bei den im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Versuche beobachtet wird. Dieser Effekt führt zu Delaminationen, bedingt durch das Wachstum von interlaminar eingeschlossener Luft (Poren) sowie der Relaxation von Eigenspannungen in den einzelnen Laminatschichten.

Es wird daher untersucht, ob sich für diesen Effekt ein qualitativer Zusammenhang mit der resultierenden Porosität erkennen lässt. Hierfür werden die Laminare nach dem Aufheizen im IR-Heizfeld fotografiert. Das Ultraschallbild der aus dem Laminat gepressten Platte wird anschließend mit der Aufnahme verglichen. Bei dem Vergleich wird geprüft, ob die delaminierten Bereiche zu einer höheren Dämpfung (höheren Porosität) im Ultraschallbild führen. Diese Vorgehensweise wird für insgesamt acht Bauteile, je zwei pro Prozessparameterkombination, durchgeführt. Exemplarisch für einen solchen Vergleich zeigt Abbildung 4-41 die Aufnahme eines dekonsolidierten Laminates nach dem Aufheizen im IR-Heizfeld mit Delaminationen der obersten Schicht und das zugehörige Ultraschallbild. Darin sind zwei Bereiche hervorgehoben, die zeigen, dass für die Delamination keine eindeutig erhöhte Dämpfung aus dem Ultraschallbild hervorgeht. Insgesamt zeigt keiner der Vergleiche von Aufnahme und Ultraschallbild der acht Bauteile einen direkten qualitativen Zusammenhang zwischen dem Dekonsolidieren und der Porosität.

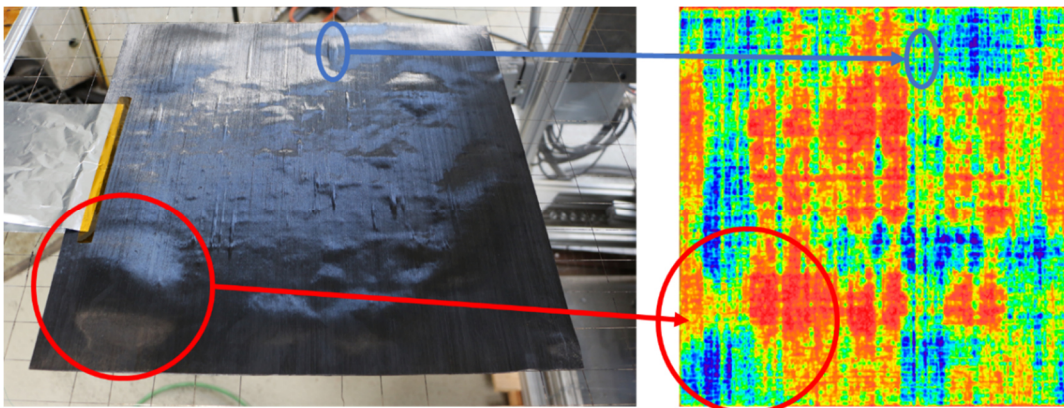


Abbildung 4-41: Vergleich der dekonsolidierten Bereiche mit den Ultraschallbildern

Die Zieltemperatur beim Aufheizen, die Presskraft und Werkzeugtemperatur sowie die Kühlzeit werden beim Bauteilherstellungsprozess über die gesamte Versuchsdurchführung konstant gehalten. Hierdurch kann untersucht werden, wie sich die Zustände nach dem Konsolidieren auf Grund der verschiedenen Parameterkombinationen auf den *prozentualen Porenanteil* im Bauteil auswirken. Ziel ist es, durch diese Untersuchung zu ermitteln, ob das Morphologiemerkmal Porosität, unabhängig vom Zustand im konsolidierten Laminat, durch den Bauteilherstellungsprozess homogenisiert wird.

Bei der Versuchsdurchführung werden jeweils zwei Laminare je Parameterkombination mit beiden Aufheizmethoden zu Bauteilen verarbeitet. Für die hergestellten Bauteile wird entsprechend der in Abschnitt 4.1.3.3 beschriebenen Methode der durchschnittliche Porenanteil auf Basis von Ultraschallmessungen berechnet, so dass insgesamt 16 Messergebnisse vorliegen. Die Bezeichnung erfolgt entsprechend der eingeführten Terminologie:

Aufheizmethode Zieltemperatur (SVK-Prozess) - Haltezeit (SVK-Prozess)

Abbildung 4-42 zeigt für die Aufheizmethoden IR beziehungsweise Kontakt repräsentative Ergebnisse. Darunter sind die Ergebnisse des berechneten durchschnittlichen Porenanteils in Abbildung 4-43 zusammengefasst.

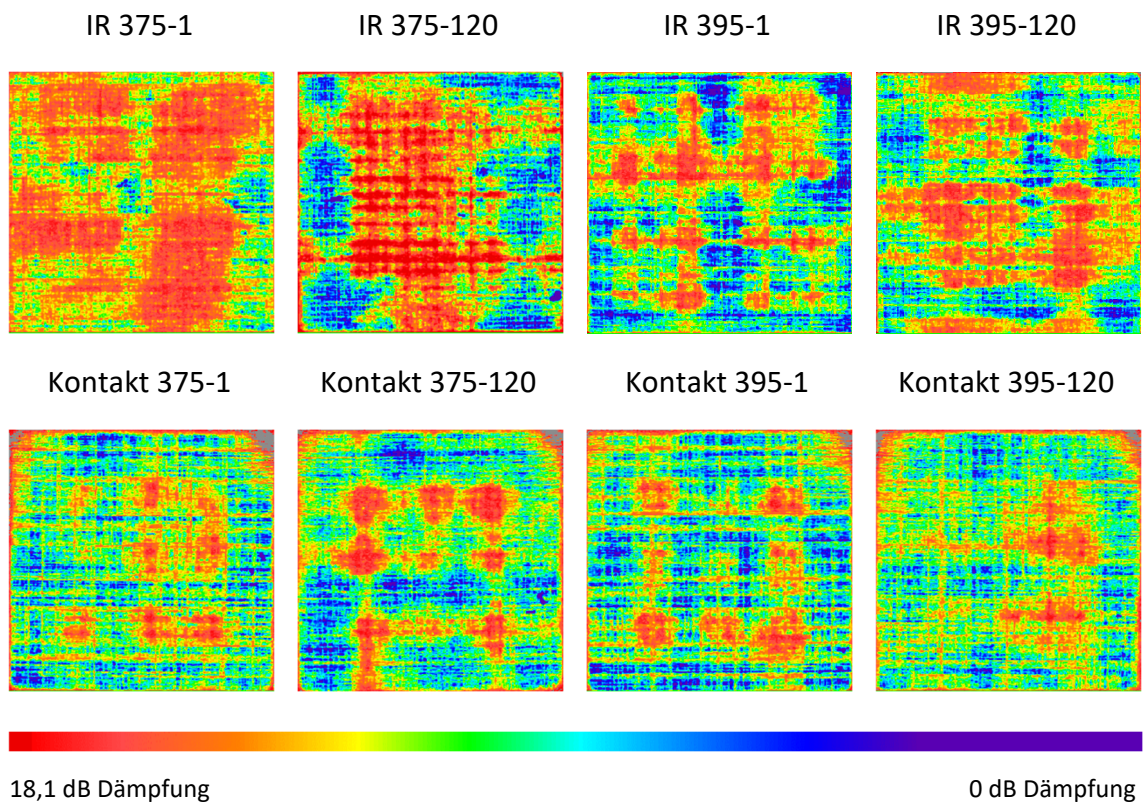


Abbildung 4-42: Ultraschallbilder der hergestellten Bauteile für die Aufheizmethoden: IR-Heizfeld (oben), Kontakttheiztisch (unten)

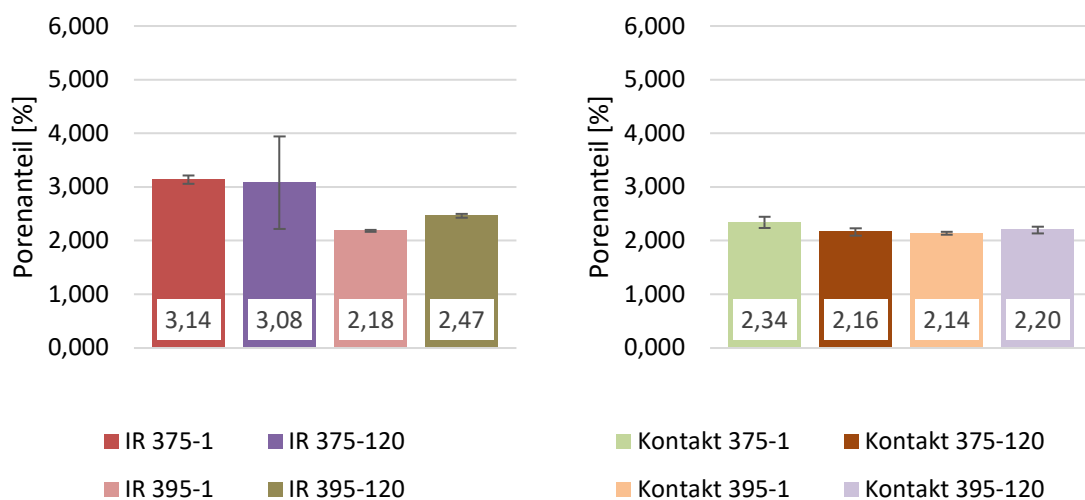


Abbildung 4-43: Vergleich des durchschnittlichen Porenanteils für die Aufheizmethoden IR und Kontakt in Abhängigkeit der Parameter im SVK-Prozess

Mit Ausnahme des Typs IR 375-120 beträgt die durchschnittliche Standardabweichung für die Aufheizmethode IR 0,043 % und die durchschnittliche relative Standardabweichung 1,57 %. Für den Typ IR 375-120 geht aus der gemessenen Gelegedicke eine relative Standardabweichung von 1,15 % hervor, die sich über das Laminat bis zum Bauteil fortsetzt. Bei den Platten der anderen Varianten der Aufheizmethode IR sind die Standardabweichungen < 1 %. Es wird daher angenommen, dass die inhomogene Dickenverteilung einer der beiden Platten des Typs IR 375-120 das Ergebnis der Ultraschallmessung beeinflusst, woraus die höhere Standardabweichung des prozentualen Porenanteils resultiert.

Weiterhin zeigt sich für die Aufheizmethode IR ein geringer Unterschied im mittleren prozentualen Porenanteil für die beiden Zieltemperaturen 375 °C und 395 °C. Bei der niedrigeren Zieltemperatur beträgt der mittlere prozentuale Porenanteil 3,11 %, bei der höheren Zieltemperatur 2,33 %.

Für die Aufheizmethode Kontakt ist die durchschnittliche Standardabweichung des prozentualen Porenanteils vergleichbar zur Aufheizmethode IR und beträgt 0,051 %. Da der durchschnittliche prozentuale Porenanteil hier aber geringer ist, beträgt die durchschnittliche prozentuale Standardabweichung 2,36 %. Im Gegensatz zur Aufheizmethode IR zeigen sich für die verschiedenen Zieltemperaturen bei der Aufheizmethode Kontakt keine Unterschiede im mittleren prozentualen Porenanteil. Dieser beträgt 2,21 % und ist vergleichbar mit dem Ergebnis für die Typen IR 395-1 und IR 395-120.

Trotz der geringen Unterschiede bei der Aufheizmethode IR zeigen die Ergebnisse insgesamt, dass der unterschiedliche prozentuale Porenanteil der konsolidierten Laminat im Bauteilherstellungsprozess homogenisiert wird. Die Veränderungen vom Tape zum Bauteil sind in Abbildung 4-44 beziehungsweise Abbildung 4-45 für beide Aufheizmethoden dargestellt.

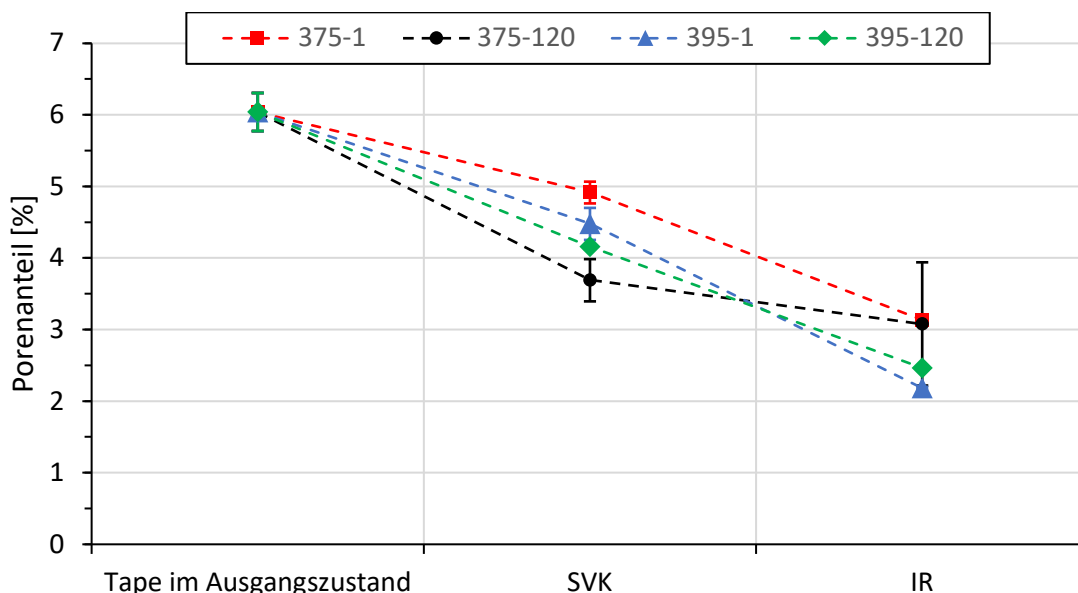


Abbildung 4-44: Veränderung des prozentualen Porenanteils vom Tape, über das konsolidierte Laminat (SVK-Prozess) zum Bauteil für die Aufheizmethode IR

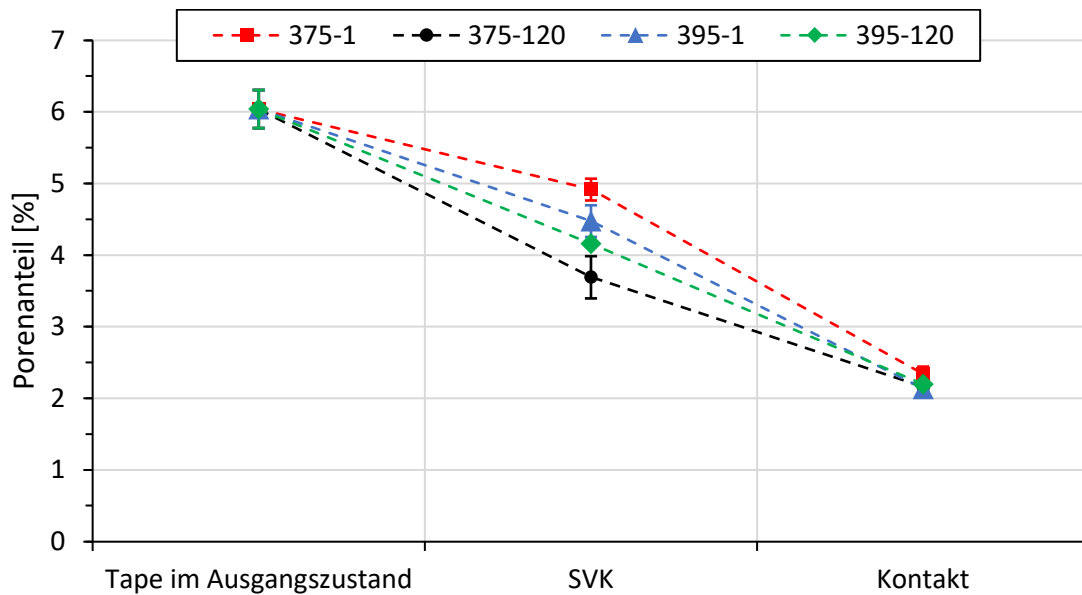


Abbildung 4-45: Veränderung des prozentualen Porenanteils vom Tape, über das konsolidierte Laminat (SVK-Prozess) zum Bauteil für die Aufheizmethode Kontakt

Unabhängig von der Aufheizmethode beim Bauteilherstellungsprozess zeigen die Ergebnisse, dass der prozentuale Porenanteil vom Tape, über das konsolidierte Laminat bis zum Bauteil reduziert wird.

Für den SVK-Prozess separat betrachtet nimmt diese Reduktion mit steigender Temperatur und längerer Haltezeit zu. Eine Ausnahme stellt hier die Variante 375-120 dar. Für diese wurde im Abschnitt 4.1.3.3 festgestellt, dass die verarbeiteten Tapegelege um 0,10 mm dünner sind, als die Tapegelege der anderen Parameterkombinationen. Auf Grund der Prozesskonfiguration (Höhe des gewählten Auflagers) kommt es daher zu einer stärkeren Drucküberhöhung im Randbereich und in der Folge zu einer Reduktion des prozentualen Porenanteils an den Rändern der Lamine. Dies resultiert in einem global geringeren Porenanteil und gleichzeitig in einer höheren Standardabweichung.

Beim Bauteilherstellungsprozess unter Anwendung der Aufheizmethode IR wird angenommen, dass die Dicke der weiterverarbeiteten Lamine des Typs 375-120 ebenfalls einen Einfluss auf den prozentualen Porenanteil hat. Auf Grund der Standardabweichung in der Bauteildicke liegt eine höhere Standardabweichung für die gemessene Dämpfung in den Ultraschallbildern vor, die sich direkt im prozentualen Porenanteil widerspiegelt. Weiterhin zeigt sich für die Aufheizmethode IR ein geringer Unterschied im prozentualen Porenanteil von 0,78 % bei den Zieltemperaturen 375 °C und 395 °C. Dieser kann jedoch auch auf Messungenauigkeiten sowie materialspezifische Parameter (Standardabweichung der Materialdicke) zurückzuführen sein.

Die mittlere Standardabweichung aus den Standardabweichungen aller Ergebnisse der Bauteile beträgt für die Aufheizmethode IR 0,25 % und für die Aufheizmethode Kontakt 0,06 %. Dies kann auf das beobachtete Dekonsolidieren der Tapegelege beim kontaktlosen Aufheizen im IR-Heizfeld und der einhergehenden Delamination zurückgeführt werden. Dieser Effekt resultiert beim anschließenden Pressen der Lamine in einer inhomogenen Reduktion des Porenanteils und somit in einer erhöhten Standardabweichung.

Insgesamt beträgt der Mittelwert des prozentualen Porenanteils für alle Ergebnisse der Aufheizmethode IR $\xi_{ges} = 2,72$ % bei einer Standardabweichung von 0,41 %. Für die Ergebnisse der Aufheizmethode Kontakt beträgt der Mittelwert $\xi_{ges} = 2,21$ % bei einer Standardabweichung von 0,08 %. Die Differenz im Porenanteil zwischen den beiden Aufheizmethoden beträgt somit 0,51 %. Verglichen mit dem mittleren Porenanteil der Lamine aller Parameterkombinationen nach dem Konsolidieren von $\xi_{ges} = 4,31$ % wird der Porenanteil somit im Bauteilherstellungsprozess um durchschnittlich 1,59 % für die Aufheizmethode IR beziehungsweise um 2,10 % für die Aufheizmethode Kontakt reduziert.

Die erreichte Reduktion des prozentualen Porenanteils im Schritt Bauteilherstellungsprozess wird auf den höheren Prozessdruck zurückgeführt. Verglichen mit dem Druck von 1 bar im SVK-Prozess ist der Druck im Bauteilherstellungsprozess mit 20 bar um ein Vielfaches größer. Da dieser Parameter mit dem Faktor fünf in das Modell von Lee & Springer zur Berechnung der Zeit t_{ic} bis zum Erreichen des intimen Kontaktes eingeht, hat der applizierte Druck eine große Auswirkung auf die Laminatverdichtung. Interlaminare Poren aus dem SVK-Prozess durch eine unvollständige Laminatverdichtung können somit beim Bauteilherstellungsprozess reduziert werden. Weiterhin zeigen die Ergebnisse, dass der prozentuale Porenanteil durch den Bauteilherstellungsprozess homogenisiert wird. Dabei ist der Wert für den resultierenden Porenanteil im Bauteil unabhängig vom prozentualen Porenanteil im konsolidierten Laminat sowie der gewählten Aufheizmethode. Ein höherer Porenanteil im Laminat führt somit nicht zu einem höheren Porenanteil im Bauteil.

4.1.5 Mechanische Charakterisierung in Abhängigkeit der Porosität

Die Untersuchung der Porosität an den konsolidierten Laminaten sowie den Bauteilen zeigt, dass unterschiedliche Faktoren den prozentualen Porenanteil beeinflussen. Beim Konsolidieren der Tapelege im SVK-Prozess wirkt sich die Oberflächenbeschaffenheit auf die erforderliche Zeit für die Laminatverdichtung aus und kann in interlaminaren Poren resultieren. Dieser Effekt ist Abhängig von der Matrixviskosität sowie der zur Verfügung stehenden Zeit und wird somit von den Prozessparametern Zieltemperatur und Haltezeit bei Zieltemperatur beeinflusst. Beide dieser Parameter wirken sich daher auf den resultierenden prozentualen Porenanteil im Laminat aus. Ein Einfluss der Gaps wird durch Anwendung der entwickelten Methodik beim Tapelegen vermieden. Im anschließenden Bauteilherstellungsprozess beeinflusst die Aufheizmethode den Porenanteil nur marginal. Geringe Differenzen zeigen sich lediglich bei der Aufheizung im IR-Heizfeld für die Lamine vom Typ 375-1 und 375-120. Insgesamt wird der Porenanteil der Lamine bei der Bauteilherstellung auf ein für alle Parameterkombinationen vergleichbares Niveau reduziert.

Aus den Arbeiten anderer Autoren ist bekannt, dass sich der Porenanteil auf die mechanischen Eigenschaften faserverstärkter Thermoplaste auswirkt [119]. Daher wird in diesem Abschnitt der Einfluss speziell für die verwendete Prozesstechnologie und das verarbeitete Materialsystem analysiert und bewertet. In diesem Kontext wird zunächst beschrieben, welche mechanischen Eigenschaften im Rahmen der vorliegenden Arbeit charakterisiert werden. Für jede wird kurz erläutert, wie sich der Porenanteil auf die jeweilige Eigenschaft auswirkt. Im Weiteren wird vorgestellt, mit welcher Vorgehensweise der Porenanteil der einzelnen Probekörper bestimmt wird. Anschließend werden die Ergebnisse der einzelnen Prüfungen präsentiert und bewertet.

4.1.5.1 Auswahl der Prüfmethode

Die mechanischen Eigenschaften eines FVK unter Belastungen, bei denen die Matrix eine stützende Funktion einnimmt, sind besonders sensitiv für Defekte wie Poren [158]. Das Versagen unter Belastung in Anwesenheit von Poren ist meist durch Spannungskonzentrationen um die Poren getrieben. Diese wirken wie Kerben in der Matrix und begünstigen die Rissbildung und -ausbreitung [119]. Um den Einfluss der Porosität zu untersuchen, werden daher folgende Prüfungen durchgeführt.

Zugprüfung nach Norm DIN EN ISO 527-1

Zugeigenschaften von FVK werden maßgeblich durch die Fasern als lasttragende Elemente beeinflusst. Der Porenanteil sollte sich daher kaum auf die Steifigkeit in longitudinaler Richtung auswirken. Jedoch finden die Untersuchungen hier an einem biaxialen Lagenaufbau statt. In der Literatur können hierfür Angaben gefunden werden, nach denen die transversale Steifigkeit und vor allem die Zugfestigkeit von biaxialen Laminaten von der Porosität beeinflusst werden [119]. Daher wird hier überprüft, inwiefern dies bei dem verwendeten Materialsystem beobachtet werden kann.

Schub/Zugprüfung nach Norm DIN EN ISO 14129

Analog zu dem Einfluss bei Zugbelastung lassen sich in der Literatur Quellen finden, in denen ein Einfluss der Porosität auf die Schubspannung und das Schubmodul festgestellt wurde [210; 211]. Deshalb wird diese Prüfung auch für die hier hergestellten Lamine und Bauteile durchgeführt.

Druckprüfung angelehnt an die Norm DIN EN ISO 14126

Der Druckversuch gilt laut Literatur für die Untersuchung der Auswirkung von Poren auf die mechanischen Eigenschaften als sensitive Prüfung [119; 158]. Das Versagen von faserverstärkten Kunststoffen unter Druckbeanspruchung wird durch viele Faktoren beeinflusst, wie den Eigenschaften der Konstituenten, Grenzflächeneffekten sowie der inneren Struktur. Poren sind Teil der inneren Struktur und beeinflussen den Versagensmechanismus, da es in ihrer Umgebung zu Faserverschiebungen und einer Variation im lokalen Scherverhalten der Matrix kommt [212]. Weiterhin werden Fasern in der Anwesenheit von Poren nicht mehr über die gesamte Länge gestützt, so dass es zum Versagen durch Knicken kommen kann [158].

Bei der Analyse des Versagens unter Druckbelastung von FVK besteht außerdem die Möglichkeit, dass die Probenpräparation und die Versuchsdurchführung die Ergebnisse beeinflussen [158]. Zunächst muss sichergestellt werden, dass die Probe entsprechend der Norm auf Druck versagt und es nicht zum vorzeitigen Versagen durch Euler-Knicken kommt. Hierfür kann auf Basis der Laminatdicke und den theoretischen Eigenschaften aus dem Datenblatt des Materialherstellers die maximale freie Länge in der Einspannung nach [213] berechnet werden. Für den hier gewählten biaxialen Lagenaufbau beträgt die durchschnittliche Laminatdicke 1,8 mm. Aus dem Datenblatt des Herstellers wird der theoretische Wert für den Druckmodul $E_c = 139 \text{ GPa}$ und die Druckfestigkeit $\sigma_{cM} = 1490 \text{ MPa}$ verwendet. Mit diesen Werten ergibt sich eine maximale freie Länge von $L_{\max} \approx 13 \text{ mm}$. Diese wird bei der Durchführung der Versuche nicht überschritten.

Im Weiteren wird in Vorversuchen analysiert, auf welche Weise die Krafteinleitung bei der Versuchsdurchführung erfolgen kann, damit die Prüfung reproduzierbare Ergebnisse im Sinne einer geringen Standardabweichung liefert. Hierfür werden Versuche an 110 mm langen Probekörpern mit und ohne applizierten Aufleimern durchgeführt. Bei diesen wird die Kraft über die Klemmung in die Probe eingeleitet. Zusätzlich werden 140 mm lange Probekörper verwendet, bei welchen die Kraft stirnseitig eingeleitet wird. Die Ergebnisse dieser Versuche zeigen, dass die geringste Standardabweichung bei einer Krafteinleitung durch Klemmung mit applizierten Aufleimern erreicht wird. Daher wird diese Vorgehensweise für alle durchgeführten Druckversuche angewendet.

4.1.5.2 Bestimmung der Porosität der Probekörper

Der Einfluss des prozentualen Porenanteils auf die mechanischen Eigenschaften wird an konsolidierten Laminaten aus dem SVK-Prozess sowie Bauteilen aus dem Bauteilherstellungsprozess analysiert und bewertet. Die Berechnung des Porenanteils erfolgt für die Probekörper analog zu der in Abschnitt 4.1.3.3 beschriebenen Vorgehensweise und basiert auf Ultraschallmessungen der konsolidierten Laminats und Bauteile. Dazu werden aus den Ultraschallbildern die Bereiche ausgeschnitten, die den einzelnen Probekörpern entsprechen. Da hier insbesondere der Versagensbereich relevant ist, wird der extrahierte Bildausschnitt auf diesen Bereich reduziert. Abbildung 4-46 zeigt am Beispiel eines konsolidierten Laminats die Vorgehensweise.

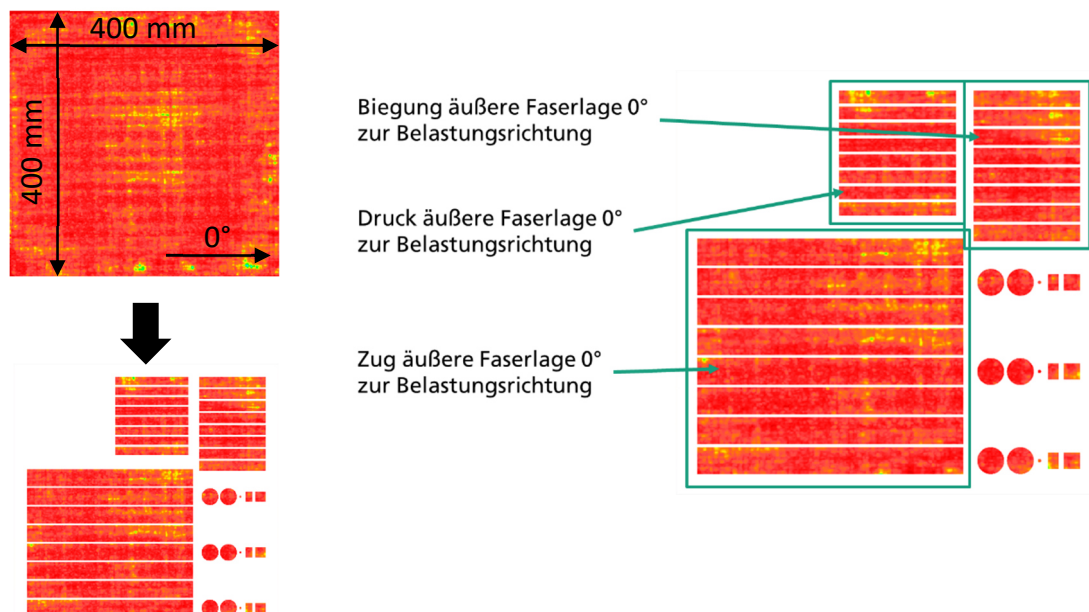


Abbildung 4-46: Entnahme der relevanten Versagensbereiche der Probekörper aus den Ultraschallbildern des gesamten Laminats bzw. Bauteils

Je Prüfmethode, im Folgenden mit Zug, Schub und Druck abgekürzt, werden acht Probekörper geprüft. Für diese wird zunächst der Porenanteil ermittelt und dem durchschnittlichen prozentualen Porenanteil des gesamten Laminats beziehungsweise des gesamten Bauteils gegenübergestellt. Mit dem Vergleich wird überprüft, ob der Porenanteil des Laminats bzw. Bauteils repräsentativ für die Probekörper ist oder ob der durchschnittliche

prozentuale Porenanteil der Probekörper davon abweicht. Die zweidimensionalen Laminat- und Bauteile werden im Folgenden in den Diagrammen als *Platte* bezeichnet.

Für den SVK-Prozess sind die Ergebnisse in Abbildung 4-47 dem Porenanteil des gesamten Laminats gegenübergestellt. Die Fehlerbalken zeigen die Standardabweichung an.

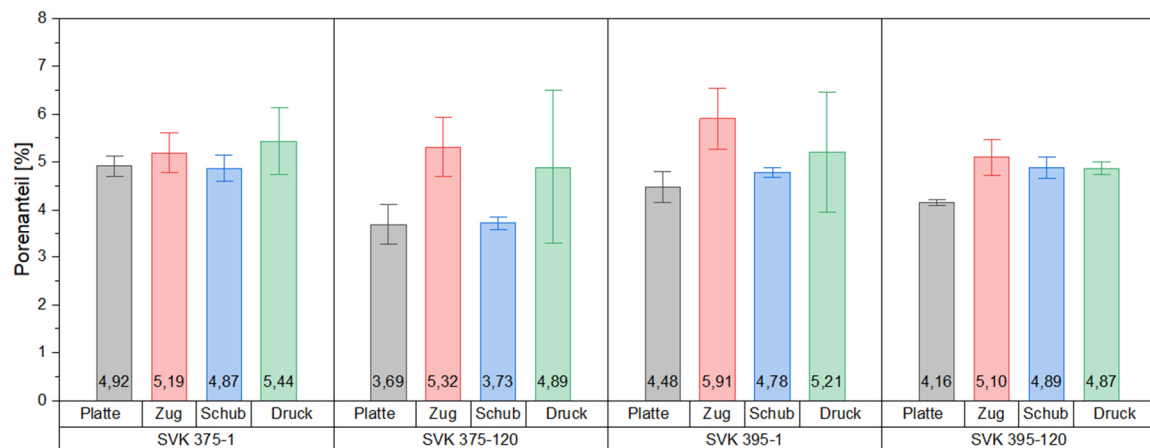


Abbildung 4-47: Vergleich des Porenanteils vom gesamten Laminat und den Probekörpern für den SVK-Prozess

Die Ergebnisse für den Typ SVK 375-1 zeigen, dass die Werte für den prozentualen Porenanteil der Probekörper innerhalb der Streuung des Porenanteils des gesamten Laminats liegen. Trotz geringer Unterschiede im Mittelwert von 0,05 % bis 0,52 % repräsentiert der Porenanteil des Laminats hier den Porenanteil der Probekörper. Dies korreliert qualitativ mit dem Ultraschallbild, dargestellt in Abbildung 4-48 links. Dieses zeigt nur geringe lokale Unterschiede in der Dämpfung. Die übrigen Varianten weisen größere lokale Unterschiede auf, was sich im Vergleich der Porenanteile für die Probekörper und das gesamte Laminat widerspiegelt.

Für die Typen SVK 375-120 und SVK 395-1 liegen nur die Werte der Probekörper für die Schubprüfung innerhalb der Streuung des gesamten Laminates. Diese werden in $\pm 45^\circ$ Richtung aus dem Laminat entnommen und bilden somit die Variationen des Porenanteils über das gesamte Laminat ab. Ebenfalls überschneidet sich in beiden Fällen die Standardabweichung des Porenanteils der Druckprobekörper mit dem Mittelwert des Laminats. Dies kann darauf zurückgeführt werden, dass ein Teil der Probekörper aus dem randnahen Bereich der Laminat entnommen wird (siehe Abbildung 4-46). Die hohe Standardabweichung des Porenanteils ergibt sich aus der Drucküberhöhung im Randbereich auf Grund der Konfiguration der SVK-Anlage (vgl. Abschnitt 4.1.3.3, Seite 108 ff.). Der Porenanteil der Zugprobekörper weicht bei beiden Typen im Mittel um 1,53 % von dem Porenanteil des Laminates ab. Dies ist ebenfalls auf die Entnahmeposition zurückzuführen. Diese liegt im inneren Bereich des Laminats, welches im Ultraschallbild eine höhere Dämpfung aufweist, woraus die Abweichung resultiert (vgl. Abbildung 4-48 Mitte links, Mitte rechts und Abbildung 4-46).

Beim Typ SVK 395-120 weichen alle Werte des Porenanteils der Probekörper im Mittel um 0,79 % vom Wert für das Laminat ab, liegen untereinander aber alle innerhalb der Streuung des Porenanteils der Zugprobekörper. Dieser Zustand kann anhand des Ultraschallbildes auf vereinzelte lokale Bereiche mit geringer Dämpfung zurückgeführt werden.

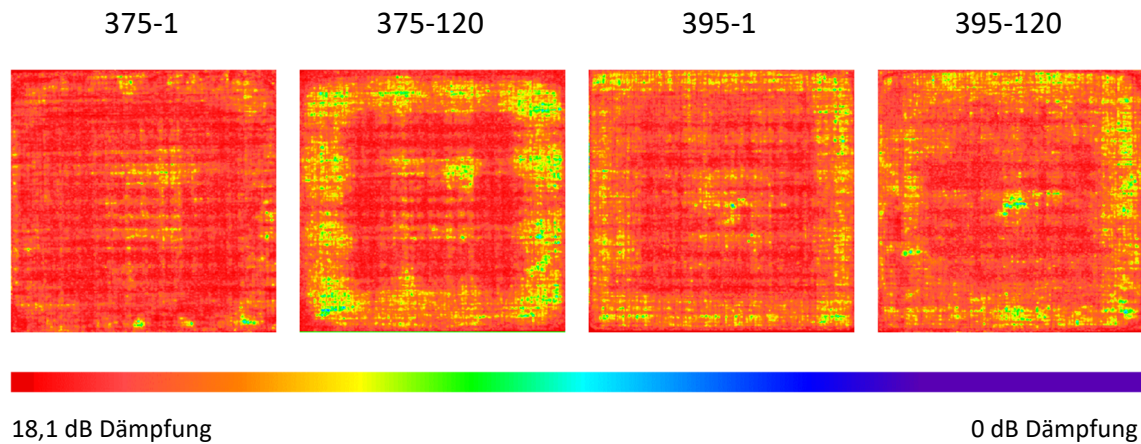


Abbildung 4-48: Ergebnisse der Ultraschallmessung für die unterschiedlichen Prozessparameterkombinationen im SVK-Prozess

Die Ergebnisse derselben Untersuchung für die Probekörpern der Aufheizmethoden IR und Kontakt sind in Abbildung 4-49 bzw. Abbildung 4-50 dargestellt.

Bei der Aufheizmethode IR weicht insbesondere der durchschnittliche Porenanteil der Zugprobekörper bei den Typen IR 375-1 und IR 375-120 um 1,15 % bzw. 3,2 % von dem Porenanteil des Bauteils ab. Dasselbe zeigen die Ergebnisse für die Zugprobekörper beim Typ IR 395-120, welche um 1,24 % von dem Porenanteil des Bauteils abweichen. Weiterhin zeigt sich bei allen drei Typen eine hohe Standardabweichung für den Porenanteil der Druckprobekörper, deren unterer Bereich dem Porenanteil des gesamten Bauteils entspricht. Eine Ausnahme hierzu bilden die Ergebnisse für den Typ IR 395-1, bei dem der Porenanteil des gesamten Bauteils innerhalb der Standardabweichungen der Porenanteile der Probekörper liegt.

Die Ergebnisse dieser Untersuchung können ebenfalls auf die Entnahmeposition unter Berücksichtigung der zugehörigen Ultraschallbilder zurückgeführt werden (siehe Abbildung 4-42, Seite 117). Diese zeigen eine inhomogene Verteilung der Dämpfung und somit des Porenanteils, woraus sich die Abweichungen zwischen dem gemittelten prozentualen Porenanteil des Bauteils und dem der Probekörper ergeben. Für den Typ IR 395-1 ist die Verteilung des Porenanteils über das Bauteil vergleichbar zur Verteilung des Porenanteils über die gesamten Probekörper, weshalb die Porenanteile im Durchschnitt nur um 0,14 % voneinander abweichen.

Bei der Aufheizmethode IR kühlen die aufgeheizten Lamine während dem manuellen Transfer vom Heizfeld in das Werkzeug schneller ab als bei der Aufheizmethode Kontakt, da der Transfer hierbei zwischen zwei Metallblechen erfolgt. Die Materialtemperatur bei Ablage auf das Werkzeug ist daher bei der Aufheizmethode IR um ca. 10 bis 20 °C geringer als bei der Aufheizmethode Kontakt. Daraus resultiert eine höhere Viskosität zum Zeitpunkt des Druckaufbaus im geschlossenen Werkzeug, so dass sich der Porenanteil nicht

mehr homogen reduziert, was sich in der inhomogenen Dämpfungsverteilung darstellt. Dies bestätigt der Vergleich mit den Ergebnissen der Aufheizmethode Kontakt. Hierbei wird eine homogenere Reduktion erreicht, weshalb die Variation der Dämpfung geringer ist und der Porenanteil des Bauteils innerhalb der Abweichungen der Probekörper liegt.

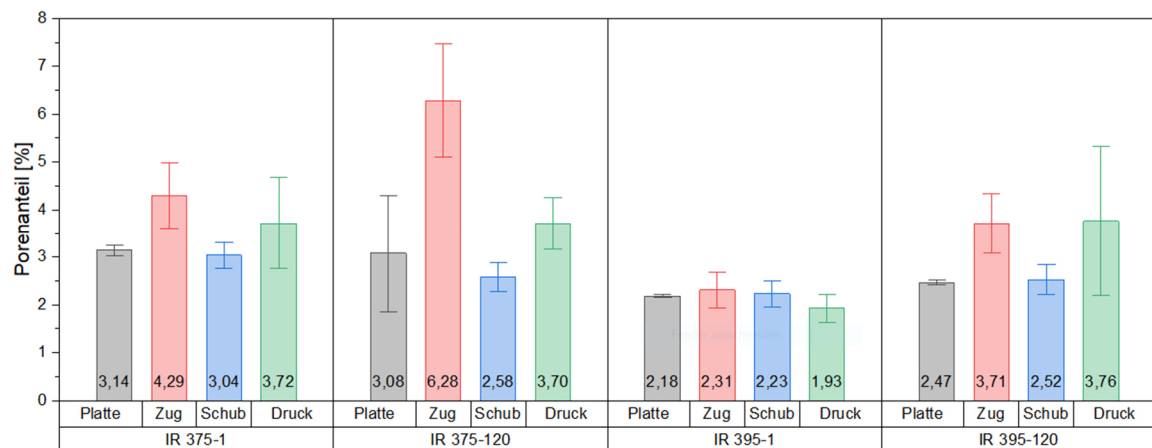


Abbildung 4-49: Vergleich des Porenanteils zwischen dem gesamten Bauteil und den Probekörpern für die Aufheizmethode IR

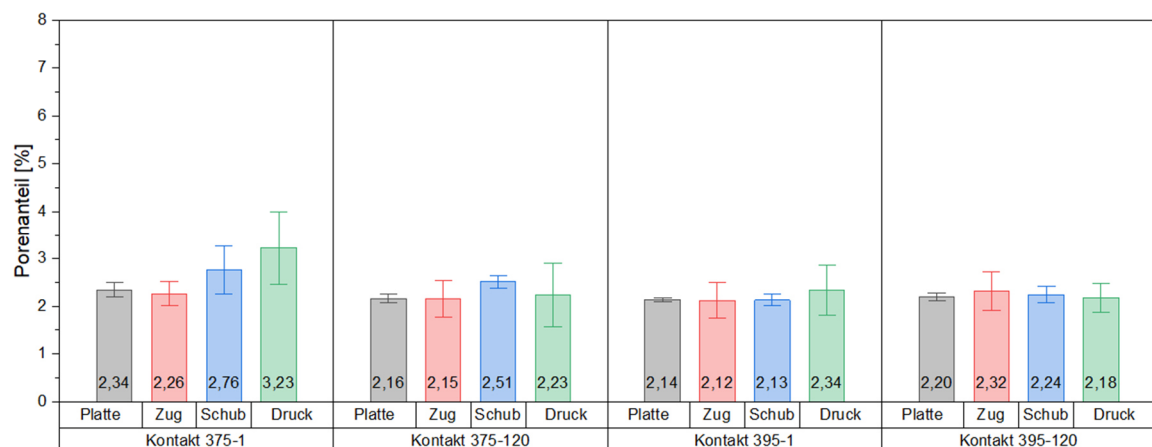


Abbildung 4-50: Vergleich des Porenanteils zwischen dem gesamten Bauteil und den Probekörpern für die Aufheizmethode Kontakt

Insgesamt zeigen sich für die Laminare aus dem SVK-Prozess sowie für die Bauteile aus dem Bauteilherstellungsprozess teilweise signifikante Abweichungen zwischen dem Porenanteil des Laminates bzw. des Bauteils und dem lokalen Porenanteil der Versagensbereiche der Probekörper. Für die Bewertung des Einflusses des prozentualen Porenanteils wird daher der für die Versagensbereiche der Probekörper berechnete Wert verwendet.

4.1.5.3 Prüfergebnisse und Bewertung

Die ausgewählten mechanischen Eigenschaften werden an Probekörpern aus konsolidierten Laminaten für alle Parameterkombinationen aus dem SVK-Prozess charakterisiert. Ebenso werden Probekörper aus den zu Bauteilen weiterverarbeiteten Laminaten für alle Parameterkombinationen entnommen und geprüft. Dies ermöglicht einen direkten Vergleich der mechanischen Eigenschaften nach dem Konsolidieren und nach dem Bauteilherstellungsprozess. Basierend auf dem ermittelten Porenanteil wird der Einfluss der Porosität auf die mechanischen Eigenschaften bewertet. Tabelle 4-19 zeigt die Übersicht sämtlicher geprüfter Parameterkombinationen. Je Kombination werden die Probekörper für die Prüfungen aus zwei Laminaten beziehungsweise Bauteilen entnommen. Bei jeder Prüfmethode werden acht Probekörper geprüft.

Tabelle 4-19: Übersicht der geprüften Prozessparameterkombinationen aus dem SVK-Prozess sowie dem Bauteilherstellungsprozess

Prozess	Prüfkörper aus	Parameterkombination
SVK-Prozess (Konsolidieren)	Laminat	375-1
		375-120
		395-1
		395-120
Pressen (Bauteilherstellungsprozess)	Bauteil	375-1
		375-120
		395-1
		395-120

Im nachfolgenden Teil dieses Abschnitts werden die Ergebnisse der mechanischen Charakterisierungen vorgestellt. Hierbei ist die Darstellung für die Zug-, Schub- und Druckversuche gleich aufgebaut. Die Ergebnisse werden horizontal in vier Gruppen entsprechend der Prozessparameterkombination beim Konsolidieren unterteilt. Je Gruppe werden die Ergebnisse für die Prozessschritte Konsolidieren und Bauteilherstellung verglichen. Für den Bauteilherstellungsprozess werden die Ergebnisse beider Aufheizmethoden gezeigt.

Je Prüfmethode werden drei Diagramme dargestellt. Im ersten Diagramm wird der mittlere durchschnittliche Porenanteil der Probekörper gezeigt. Dieser wurde bereits im vorherigen Abschnitt diskutiert und dient hier zur Bewertung der resultierenden mechanischen Kennwerte. Das zweite Diagramm umfasst die Ergebnisse des jeweiligen Moduls. Im dritten Diagramm sind die Ergebnisse für die Festigkeitswerte abgebildet. Auf Basis der Ergebnisse für den Porenanteil, sowie für die Module und die Festigkeit wird bewertet, ob eine Korrelation zwischen Porosität und mechanischen Eigenschaften vorliegt. Hierzu wird für die Mittelwerte der Mechanik und des Porenanteils der Korrelationskoeffizient nach Pearson berechnet. Dieser gibt an, ob ein perfekt positiver ($r = 1$) oder ein perfekt negativer Zusammenhang ($r = -1$) vorliegt. Je näher der Wert für r an $r = 0$ liegt, desto geringer ist die Korrelation zwischen den beiden betrachteten Merkmalen. Für hinreichend große oder kleine r -Werte wird mithilfe der zweiseitigen t -Verteilung geprüft, ob die Korrelation statistisch signifikant ist. Dies ist der Fall für Werte mit $p < 0,05$.

Ergebnisse und Bewertung der Zugversuche

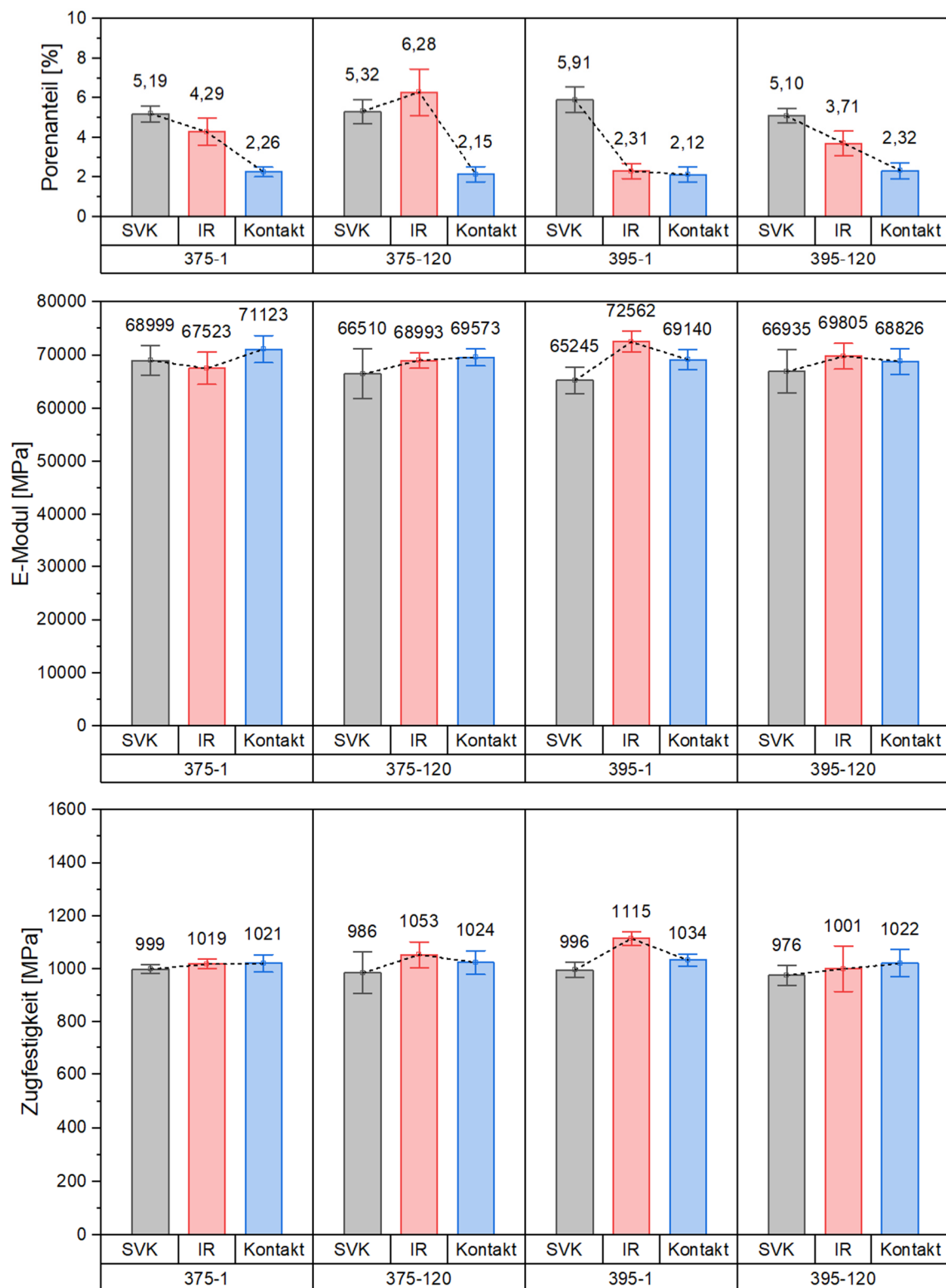


Abbildung 4-51: Ergebnisse der Zugversuche: Porenanteil der Probekörper (oben), E-Modul (Mitte) und Zugfestigkeit (unten)

Der im Rahmen dieser Arbeit untersuchte Lagenaufbau ist biaxial und symmetrisch. Somit sind 50 % der Lagen orthogonal zur Belastungsrichtung bei der Zugprüfung ausgerichtet.

Für biaxiale Lamine wird in der Literatur von einer Reduktion der Zugfestigkeit auf Grund von Poren berichtet. Diese resultiert vorrangig aus der Schwächung der Lagen, die nicht parallel zur Belastungsrichtung orientiert sind. Je nach Materialsystem wird eine Reduktion der Zugfestigkeit von 4,5 bis 6 % pro Prozent Porosität beobachtet [119]. Das E-Modul ist hingegen unabhängig vom Lagenaufbau eine faserdominierte Eigenschaft.

Unter Berücksichtigung der Standardabweichungen für den E-Modul und die Zugfestigkeit zeigen die Ergebnisse für das untersuchte Materialsystem und den definierten Lagenaufbau keinen Zusammenhang zwischen dem Porenanteil und den mechanischen Eigenschaften. Obwohl die Differenz für den Porenanteil zwischen den konsolidierten Laminen und den Bauteilen der Aufheizmethode Kontakt teilweise bis zu 3,79 % beträgt, resultiert hieraus kein Einfluss auf die Festigkeit. Der mittlere E-Modul aus allen Parameterkombinationen und Prozessschritten (Konsolidieren und Bauteilherstellung) beträgt 68.770 MPa bei einer relativen Standardabweichung von 2,79 %. Die mittlere Festigkeit liegt bei 1021 MPa und hat eine Standardabweichung von 3,44 %.

Die Ergebnisse der Prüfung auf Korrelation mit dem Pearson-Korrelationskoeffizienten stimmen mit den Beobachtungen überein. Für das E-Modul beträgt der r-Wert $r = 0,71$ und für die Zugfestigkeit $r = 0,47$. Beide Werte liegen unter einem Wert von $r = 0,80$, ab welchem von einer relevanten Korrelation auszugehen ist.

Ergebnisse und Bewertung der Schubversuche

Die Ergebnisse für den Porenanteil der Schubversuchsprobekörper zeigen für alle Parameterkombinationen eine Reduktion zwischen 1,83 % und 2,65 % vom konsolidierten Laminat zum Bauteil. Diese Reduktion korreliert mit den Ergebnissen für die gesamten Lamine bzw. Bauteile.

Die Ergebnisse der Schubversuche zeigen, dass sowohl Schubmodul als auch Schubfestigkeit mit sinkendem Porenanteil zunehmen. Dabei resultiert ein ähnlicher Porenanteil in vergleichbaren Werten für das Schubmodul und die Schubfestigkeit. Als Beispiel hierfür werden die Typen SVK 375-1 und SVK 395-120 betrachtet. Der mittlere Porenanteil der Probekörper beträgt 4,87 % bzw. 4,89 %. Der Mittelwert für das Schubmodul beträgt beim Typ SVK 375-1 3365 MPa und beim Typ SVK 395-120 3274 MPa. Die Mittelwerte für die Schubfestigkeit sind mit 48 MPa sogar identisch. Ein identischer Zusammenhang zeigt sich für den Vergleich von Typ IR 375-120 mit IR 395-120 sowie IR 395-1 mit Kontakt 395-120.

Der hier beobachtete Zusammenhang zwischen dem Porenanteil und den Schubeigenschaften entspricht den Beobachtungen anderer Autoren, zusammengefasst in [119]. In diesem Kontext haben beispielsweise Van Den Broucke et al. in ihren Untersuchungen zum Einfluss von Poren auf die mechanischen Eigenschaften von FVK eine Reduktion des Schubmoduls von 4 % je Prozent Porenanteil festgestellt [214]. Im Datenblatt des hier verwendeten Materialsystems wird ein theoretisches Schubmodul von 4,6 GPa angegeben [171]. Basierend auf den Ergebnissen in Abbildung 4-52 ergibt sich eine durchschnittliche Reduktion des Schubmoduls von 5,02 % je Prozent Porenanteil.

Aus der Überprüfung auf Korrelation ergibt sich ein Wert von $r = 0,99$ für das Schubmodul und $r = 0,97$ für die Schubfestigkeit. Es liegt somit ein nahezu perfekt linearer Zusammenhang vor. Der zweiseitige t-Test liefert zudem für beide Eigenschaften den Wert $p = 0$, weshalb die Korrelation als statistisch signifikant gilt.

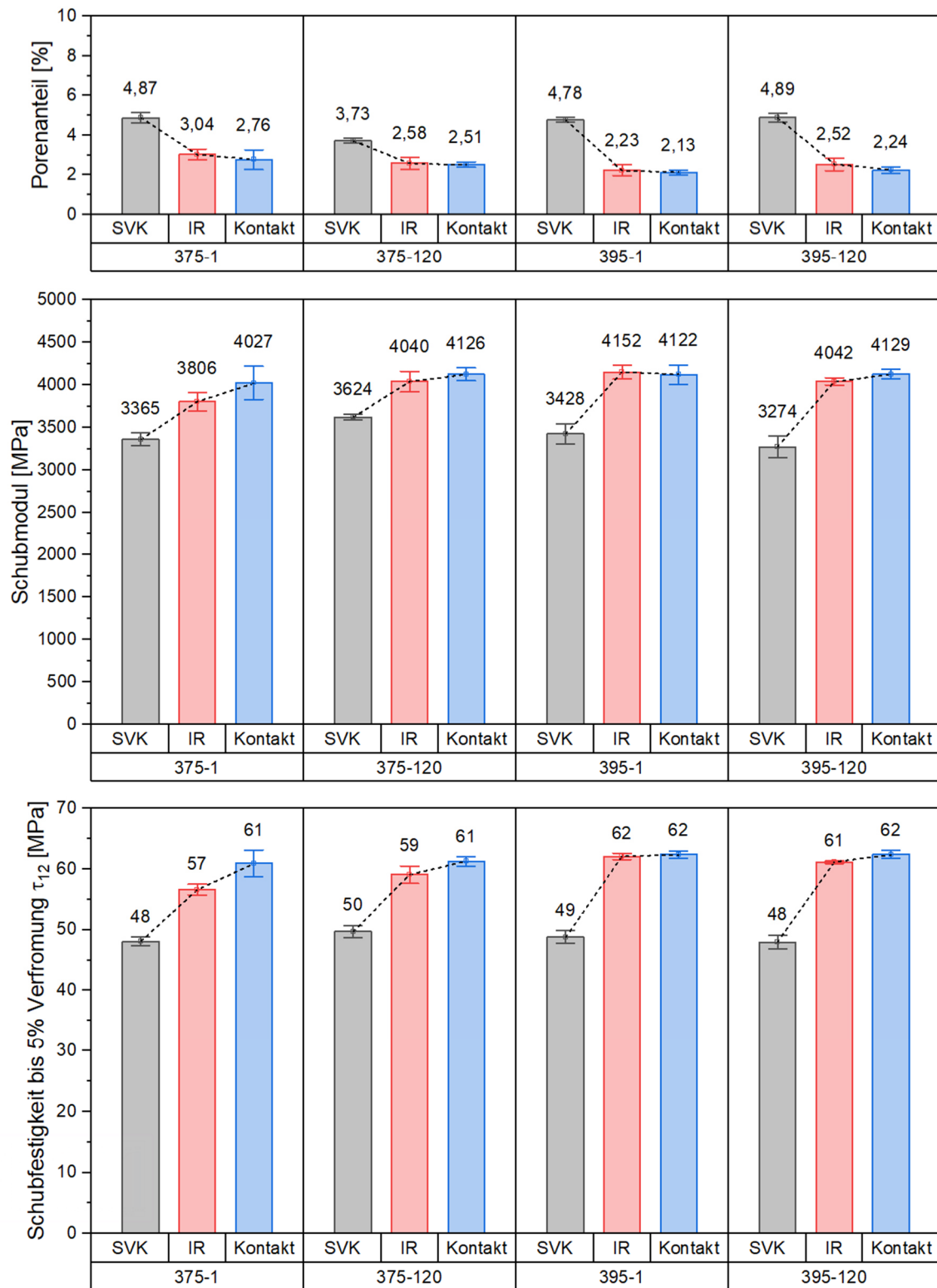


Abbildung 4-52: Ergebnisse der Schubversuche: Porenanteil der Probekörper (oben), Schubmodul (Mitte) und Schubfestigkeit (unten)

Ergebnisse und Bewertung der Druckversuche

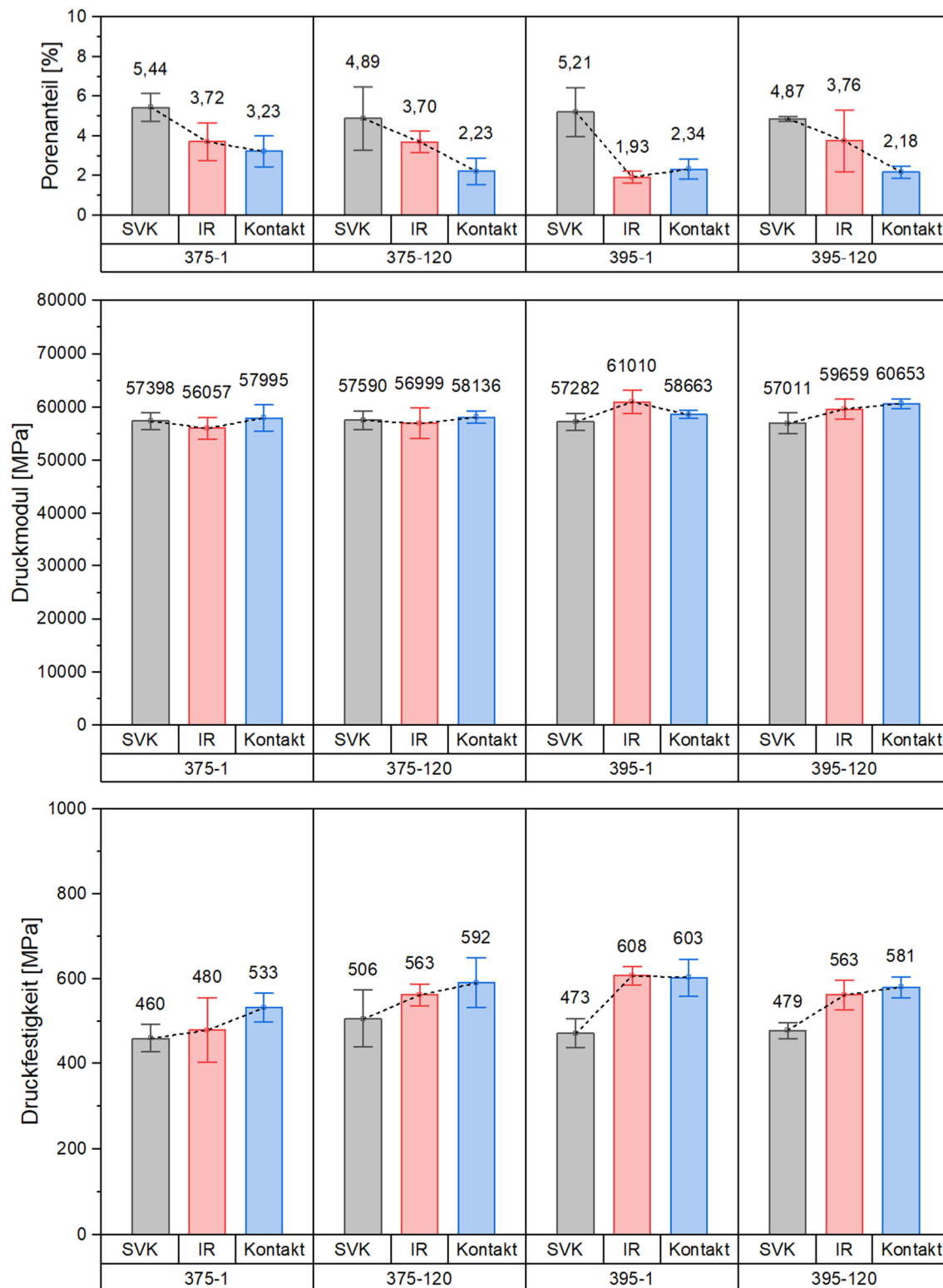


Abbildung 4-53: Ergebnisse der Druckprüfung: Porenanteil der Probekörper (oben), Druckmodul (Mitte) und Druckfestigkeit (unten)

Die Ergebnisse für den ermittelten Porenanteil der Druckprobekörper bei den Proben aus den Bauteilen mit der Aufheizmethode Kontakt zeigen, dass der mittlere Porenanteil vom konsolidierten Laminat zu den Bauteilen um 2,21 bis 2,87 % reduziert wird und auch unter Berücksichtigung der Standardabweichung im Bauteil geringer ist als im Laminat. Für die Aufheizmethode IR wird der mittlere Porenanteil um 1,11 bis 3,28 % reduziert. Auf Grund der Standardabweichung zeigt sich nur für die Typen 375-1 und 395-1 eine generelle Reduktion im gemittelten Porenanteil.

Trotz der Unterschiede im Porenanteil zwischen den Laminaten aus dem SVK-Prozess und den Bauteilen mit der Aufheizmethode Kontakt zeigen die Ergebnisse für das Druckmodul unter Berücksichtigung der Standardabweichung keinen Einfluss des Porenanteils. Der Mittelwert aus allen Parameterkombinationen beträgt 58.204 MPa bei einer relativen Standardabweichung von 2,51 %. Diese Beobachtung entspricht derjenigen von Cinquin et al. [215], die eine lineare Reduktion des E-Moduls bei steigender Porosität erst bei einem höheren Porenanteil feststellen konnten. Der für den Druckmodul berechnete Pearson-Korrelationskoeffizient beträgt $r = 0,66$ und spiegelt den Eindruck aus den Ergebnissen wider.

Die Mittelwerte der Ergebnisse für die Druckfestigkeit zeigen hingegen eine Sensitivität hinsichtlich des Porenanteils. Dabei steigen die Mittelwerte mit sinkendem Porenanteil. Diese Aussage muss jedoch auf Grund der Standardabweichungen differenziert werden. So gilt diese Aussage nur für die Typen IR 395-1 und 395-120 sowie Kontakt 375-1, Kontakt 395-1 und Kontakt 395-120.

Für diese Typen kann mit dem Pearson-Korrelationskoeffizienten von $r = 0,91$ gezeigt werden, dass ein nahezu linearer Zusammenhang vorliegt, der bei einem Wert von $p = 0$ als statistisch signifikant betrachtet wird. Das Vorhandensein eines linearen Zusammenhangs wird auch durch verschiedene andere Arbeiten nachgewiesen [121; 215–217]. In diesen werden verschiedene Werte für den Einfluss des Porenanteils auf die Druckfestigkeit genannt. So beziffern Tan et al. die Reduktion der Druckfestigkeit mit 6 % pro Prozent Porenanteil [121]. Cinquin et al. [215] berechnen eine Reduktion von ca. 2,6 %. Die höchste Reduktion findet sich bei A. Vajari [217], der eine Abnahme der transversalen Druckfestigkeit von bis zu 15 % je Prozent Porenanteil angibt. Ausgehend von den Datenblattkennwerten ergibt sich bei den hier gemessenen Werten eine durchschnittliche Reduktion von 11,64 % pro Prozent Porenanteil. Damit liegen die Ergebnisse am oberen Rand der Vergleichswerte aus der Literatur.

Für die Materialeigenschaften in Abhängigkeit der Porosität kann abschließend zusammengefasst werden, dass eine stark lineare und statistisch signifikante Korrelation zwischen der Porosität und den mechanischen Eigenschaften beim Schubmodul, der Schubfestigkeit sowie der Druckfestigkeit vorliegt. Der Korrelationskoeffizient beträgt hier $r > 0,90$ mit Werten von $p = 0$. Bei diesen drei mechanischen Eigenschaften werden die maximalen Werte für die Kontakt-Prozessroute erreicht. Zudem ist der Betrag, um den sich die Eigenschaften mit zunehmenden Porenanteil reduzieren, vergleichbar mit Literaturwerten anderer Autoren.

4.2 Morphologiemerkmal Kristallisationsgrad

Im zweiten Hauptabschnitt des vierten Kapitels wird das Merkmal Kristallisationsgrad über die einzelnen Schritte der Prozesskette untersucht. Dabei steht im Fokus, welche Abkühlraten in den jeweiligen Prozessschritten erreicht werden und welcher Kristallisationsgrad hieraus resultiert. Zu Beginn wird in Abschnitt 4.2.1 der Ausgangszustand des Tapes ermittelt. Hierbei werden die thermischen Materialeigenschaften sowie die Kristallisationskinetik des verwendeten Materialsystems charakterisiert. Diese stellen die Eingangsparameter für das Simulationsmodell dar. Zudem wird der Kristallisationsgrad für das Tape bestimmt. Die Untersuchung des Kristallisationsgrades nach der Weiterverarbeitung der Tapegelege zu Laminaten beziehungsweise Bauteilen ist in die Abschnitte 4.2.2 und 4.2.3 unterteilt. Hierin werden jeweils zunächst die erreichten Abkühlraten bestimmt und im Weiteren validiert, dass die Versuchsdurchführung zur Untersuchung des Kristallisationsgrades geeignet ist. Anschließend folgt die Charakterisierung der resultierenden Kristallisationsgrade. Im Abschnitt 4.2.2 wird zusätzlich das Simulationsmodell parametrisiert und auf Basis von Versuchen in der SVK-Anlage validiert. Zuletzt werden in Abschnitt 4.2.4 die mechanischen Eigenschaften in Abhängigkeit des Kristallisationsgrades für die konsolidierten Laminat und hergestellten Bauteile ermittelt und bewertet.

4.2.1 Ausgangszustand des Tapes

Für den Prozessschritt Konsolidieren im Niederdruck-Konsolidier-Verfahren (SVK-Prozess) soll die Kristallisationskinetik mit dem in Abschnitt 3.3 beschriebenen Modell simulativ abgebildet werden. Hierfür werden in den folgenden Abschnitten die thermischen Materialeigenschaften sowie die Kristallisationskinetik des verwendeten PEKK-CF Tapes charakterisiert. Weiterhin wird der Kristallisationsgrad im Ausgangszustand des Tapes ermittelt, welcher als Referenz für die Untersuchungen der konsolidierten Laminat und hergestellten Bauteile verwendet wird.

4.2.1.1 Charakterisierung der thermischen Materialeigenschaften

Die für das Simulationsmodell relevanten Eigenschaften umfassen die *spezifische Wärmekapazität*, die *Dichte* sowie die *Wärmeleitfähigkeit* in Abhängigkeit der Temperatur. Diese werden an Proben aus konsolidierten Laminaten gemessen. Die Herstellung der dieser Laminat mit einem rein unidirektionalen Lagenaufbau erfolgt im Tapelegen und Konsolidieren mit Kontaktheizung, entsprechend dem in Abschnitt 3.1.2 beschriebenen Bauteilherstellungsprozess. Die Tapegelege werden dabei mittels Kontaktheizung auf 395 °C aufgeheizt, manuell in das Werkzeug transferiert und bei einer Werkzeugtemperatur von $T = 200 \text{ °C}$ für 300 s bei einem Druck 20 bar abgekühlt. Im Wasserstrahlschneiden werden anschließend Probekörper aus den Laminaten ausgeschnitten.

Zunächst wird der Erweichungspunkt des Materials identifiziert, welcher die obere Temperaturgrenze für die Messung der thermischen Eigenschaften in Abhängigkeit der Temperatur darstellt. Hierzu werden drei DSC-Messungen des Materials in einer *DSC 204 F1 Phoenix* der Firma *NETZSCH* durchgeführt. Die Proben werden von Raumtemperatur mit einer Heizrate von 10 °C/min bis auf 400 °C aufgeheizt und der Onset des Schmelzsignals bestimmt. Nach Abkühlung mit einer Kühlrate von 10 °C/min werden die Proben erneut aufgeheizt, um etwaige Unterschiede durch die thermische Vorgeschichte des Materials

aus dem Herstellungsprozess zu berücksichtigen. Abbildung 4-54 zeigt die Ergebnisse der insgesamt sechs Messungen. Auf der x-Achse ist der Temperaturverlauf dargestellt, auf der y-Achse der gemessene Wärmestrom. Die exotherme Reaktion ist in negative y-Richtung festgelegt. Die Kurven der einzelnen Messungen sind zur besseren Vergleichbarkeit in vertikaler Richtung untereinander dargestellt. Die Skalierung der Achsen beziehen sich hierbei auf die erste Aufheizung von Probe 1 (Kurve [1.1]).

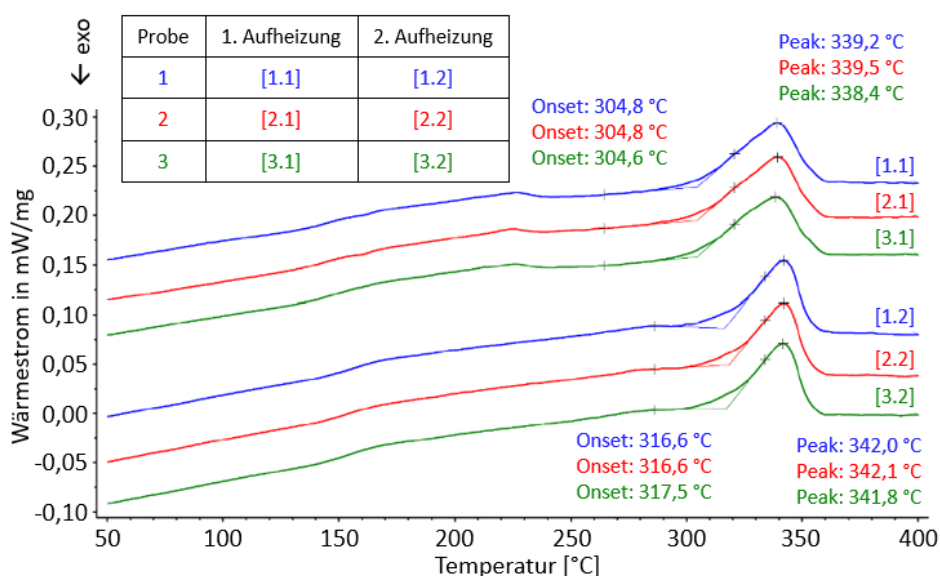


Abbildung 4-54: DSC-Messung zur Bestimmung der Temperaturobergrenze

Der Wert des Onsets der ersten Aufheizphase ergibt sich zu $304,7 \text{ °C} \pm 0,3 \text{ °C}$. Aus der zweiten Aufheizphase ergibt sich ein Wert von $317,6 \text{ °C} \pm 2,5 \text{ °C}$. Dieser zeigt, dass der Herstellungsprozess den Erweichungspunkt des Materials auf Grund der höheren Abkühlrate beeinflusst. In den nachfolgenden Messungen werden die Probekörper nur einmal aufgeheizt. Daher wird die obere Grenze für die Temperatur der Messprogramme zur Charakterisierung der thermischen Materialeigenschaften entsprechend dem ersten Onset auf 300 °C festgelegt.

Die Charakterisierung der *spezifischen Wärmekapazität* c_p bis zur festgelegten Temperaturobergrenze erfolgt mittels dreier DSC-Messungen, die gemäß der sogenannten Vergleichsmethode ausgeführt werden. Hierbei wird für jede Probe eine Serie von drei Einzelmessungen, die jeweils dasselbe Paar an Referenz- und Probentiegeln nutzt, durchgeführt. Für die Messung wird dasselbe Equipment der Firma *NETZSCH* verwendet. Die erste Messung erfolgt mit beiden Tiegeln im ungefüllten Zustand, woraus sich eine Basislinie ergibt. Diese spiegelt den Einfluss der unterschiedlichen Tiegelmassen wider, der sich auch durch sorgfältige Tiegelauswahl nicht zur Gänze eliminieren lässt. Für die zweite Messung wird der Probentiegel mit einem Standardmaterial gefüllt, dessen Masse und temperaturabhängige spezifische Wärmekapazität bekannt sind. In diesem Fall wird eine Scheibe aus Saphir benutzt. Hierbei wird die erste Messung bereits als Basislinie angewendet und vom Messsignal abgezogen. Die dritte Messung dieser Serie erfolgt nach Entfernen des Standards mit dem eigentlichen Probenmaterial. Auch hier wird wiederum die erste Messung als Basislinie verwendet. Die temperaturabhängige Funktion der spezifischen Wärmekapazität ergibt sich aus der Relation der zweiten und der dritten Messung.

In Abbildung 4-55 ist das Ergebnis dieser Messung dargestellt. Auf der x-Achse ist der Temperaturverlauf dargestellt, auf der y-Achse die spezifische Wärmekapazität. Alle drei Proben zeigen eine gute Übereinstimmung in den gemessenen Werten. Als Ergebnis liefert die Charakterisierung den Verlauf der spezifischen Wärmekapazität c_p in Abhängigkeit der Temperatur für den gemessenen Temperaturbereich.

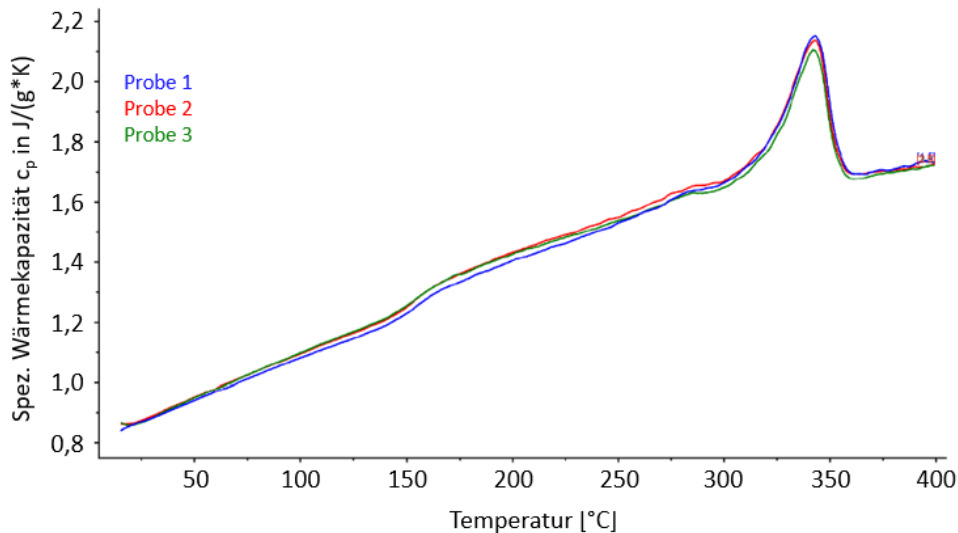


Abbildung 4-55: Ergebnis für die Messung der spez. Wärmekapazität des PEKK-CF Tapes

Um die *Dichte* in Abhängigkeit der Temperatur zu charakterisieren ist es erforderlich, das thermische Ausdehnungsverhalten der Proben zu bestimmen. Hierfür erfolgt eine thermomechanische Analyse (TMA) in einer *TMA 402 F1 Hyperion* der Firma *NETZSCH*. Da es sich bei den zu untersuchenden Proben um ein Material mit unidirektionaler Faserverstärkung handelt, ist davon auszugehen, dass das thermische Ausdehnungsverhalten eine starke räumliche Anisotropie aufweist. Um verlässliche Daten über die Ausdehnung des Materials zu erhalten, werden die Proben entlang verschiedener Faserrichtungen untersucht. Hierbei entspricht die Richtung „0°“ der Messung parallel zur Faserrichtung und „90°“ der Messung orthogonal zu den Verstärkungsfasern. Die Messungen erfolgen von Raumtemperatur bis zur festgelegten Obergrenze von 300 °C bei einer Heizrate von 2 °C/min an jeweils drei Proben. Der Messaufbau wird initial mit einem Standard aus Quarzglas kalibriert. Die Ergebnisse der TMA sind in Abbildung 4-56 dargestellt.

Die Ergebnisse zeigen einen charakteristischen Verlauf der relativen Längenänderung für unidirektional kohlenstofffaserverstärktes PEKK. Dieser Verlauf wird durch verschiedene materialspezifische Faktoren beeinflusst. Hierzu zählt zunächst der negative thermische Ausdehnungskoeffizient von Kohlenstofffasern, dessen Betrag parallel zur Faserrichtung größer ist als orthogonal zu den Fasern. Des Weiteren weist PEKK unterhalb seiner Glasübergangstemperatur von 159 °C einen niedrigeren thermischen Ausdehnungskoeffizienten (engl.: *coefficient of thermal expansion – CTE*) auf als darüber [218; 219]. Zudem ändert sich die Viskosität beim Erreichen von T_g sprunghaft. Auf Grund dieser Faktoren kann der Verlauf der relativen Längenänderungen in verschiedene Bereiche unterteilt werden.

Bei der relativen Längenänderung in 0°-Richtung überwiegt der negative CTE den positiven CTE der Matrix und die Probe schrumpft geringfügig. Beim Erreichen von T_g resultiert

die abnehmende Matrixviskosität in einem reduzierten Widerstand gegen das Zusammenziehen der Fasern, wodurch die Probe sprunghaft schrumpft. Bei der weiteren Temperaturerhöhung überwiegt der negative CTE der Fasern durchgängig.

Im Vergleich dazu überwiegt bei der relativen Längenänderung in 90°-Richtung der positive CTE der Matrix den negativen CTE der Fasern, der orthogonal zur Faserrichtung geringer ist als parallel dazu. Beim Erreichen von T_g sinkt wiederum die Matrixviskosität, wodurch die Probe zunächst schrumpft, bis der höhere CTE der Matrix dieses Schrumpfen bei weiterer Temperaturerhöhung bis ca. 200°C kompensiert hat. Ab dieser Temperatur überwiegt der positive CTE der Matrix durchgängig.

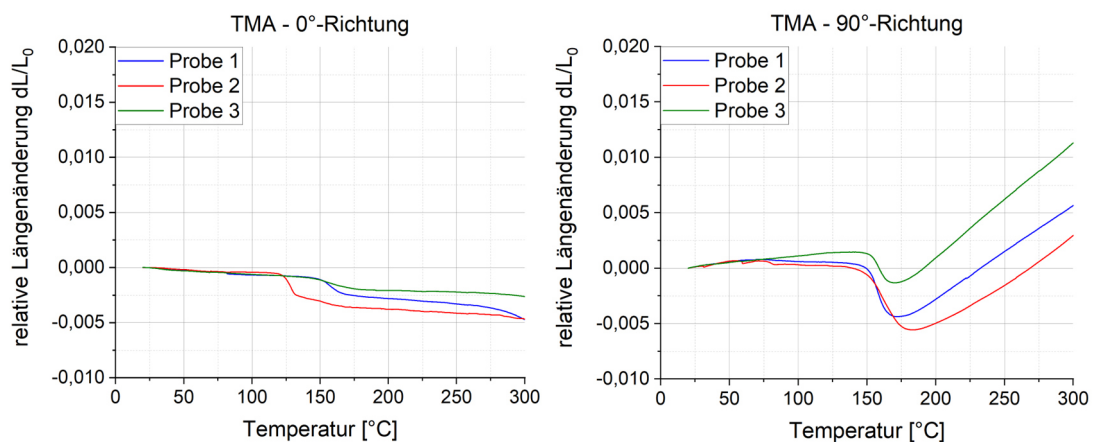


Abbildung 4-56: Ergebnisse der thermischen Ausdehnungsmessung

Da sich die Masse der Probe bei der Erwärmung nicht ändert, kann auf Basis der Ausdehnung die temperaturabhängige Volumenänderung berechnet werden. Hierbei gilt, dass die Änderung in x-Richtung der 0°-Orientierung entspricht und die Änderung sowohl in y- als auch in z-Richtung der 90°-Orientierung. Da sich die Dichte proportional zu $1/V(T)$ verhält, kann aus den ermittelten Daten im Weiteren die relative Dichteänderung als Funktion der Temperatur berechnet werden. Abbildung 4-57 zeigt den Verlauf der relativen Dichte über der Temperatur.

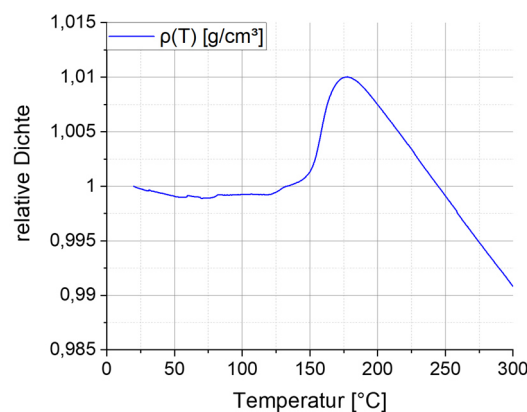


Abbildung 4-57: Relative Dichte in Abhängigkeit der Temperatur

Die *Wärmeleitfähigkeit* λ der Proben kann nicht direkt bestimmt werden, sondern wird aus der Kombination der Temperaturleitfähigkeit a , der Dichte ρ und der spezifischen Wärmekapazität c_p berechnet. Der Zusammenhang zwischen diesen Größen ist in Formel (4-5) angegeben.

$$\lambda(T) = a(T) * \rho(T) * c_p(T) \quad (4-5)$$

Die spezifische Wärmekapazität sowie die Dichte in Abhängigkeit der Temperatur sind bereits bekannt. Für die Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit wird daher die Temperaturleitfähigkeit bestimmt. Die Messung der Temperaturleitfähigkeit erfolgt mit einer *LFA 457 MicroFlash* des Herstellers *NETZSCH*. Für diese Versuche werden die Proben mit einer dünnen Graphitschicht versehen, damit eine gleichmäßige Absorption der Strahlung gewährleistet ist. Je Faserorientierung werden fünf Proben untersucht. Die Messung erfolgt bei den Temperaturen von 25 °C, 50 °C, 100 °C, 150 °C, 200 °C, 250 °C und 300 °C. Jede Probe wird bei jeder Temperatur dreimal gemessen. Die Ergebnisse werden anschließend als Stützstellen verwendet und die Temperaturleitfähigkeit zwischen diesen Temperaturen interpoliert, so dass eine Funktion in Abhängigkeit der Temperatur aufgestellt werden kann. Gemeinsam mit der Dichte $\rho(T)$ und der spezifischen Wärmekapazität $c_p(T)$ kann hieraus die Wärmeleitfähigkeit $\lambda(T)$ berechnet werden. Abbildung 4-58 zeigt den Verlauf der Wärmeleitfähigkeiten in 0°- und 90°-Richtung über der Temperatur inklusive der Stützstellen bei den sieben oben genannten Temperaturen. Wie zu erwarten, liegt die Temperaturleitfähigkeit in 0°-Orientierung deutlich höher als in 90°-Orientierung.

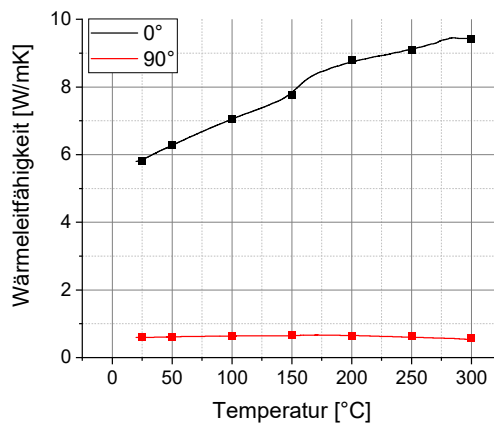


Abbildung 4-58: Wärmeleitfähigkeit in Abhängigkeit der Temperatur

Als weiterer Eingangsparameter für das Simulationsmodell ist es erforderlich, die Konvektions- und Strahlungskoeffizienten des Materialsystem zu bestimmen. Hierfür wird das Abkühlverhalten der Laminare beim Konsolidieren mit Thermoelementen gemessen. So können die Koeffizienten für die unterschiedlichen Abkühlphasen während der Verarbeitung durch einen Fit des Modells an die Temperaturverläufe charakterisiert werden. Die Darstellung der Temperaturverläufe beim Konsolidieren sowie das Fitten der Koeffizienten wird bei der Parametrisierung des Modells in Abschnitt 4.2.2.4 beschrieben.

4.2.1.2 Charakterisierung der Kristallisationskinetik

Die Kristallisationskinetik ergänzt die thermischen Eigenschaften des Materialsystems als Eingangsparameter für das verwendete Simulationsmodell. Für die Charakterisierung der Kristallisationskinetik werden *isotherme* und *nicht-isotherme DSC-Messungen* an Probenkörpern aus konsolidierten Laminaten durchgeführt. Die Proben werden aus denselben Laminaten entnommen, wie die Proben für die Charakterisierung der thermischen Eigenschaften im vorangegangenen Abschnitt.

Die Charakterisierung der *isothermen Kristallisationskinetik* wird zur Bestimmung des Avrami Index mittels isothermer DSC-Messungen durchgeführt. Hierfür wird eine *DSC 214* der Firma *NETZSCH* verwendet. Bei diesen Messungen werden die Proben zuerst mit einer Heizrate von 20 °C/min auf 400 °C aufgeheizt, bei dieser Temperatur fünf Minuten gehalten und anschließend mit maximaler Kühlrate (ca. 300 °C/min) auf die gewählte Zieltemperatur abgekühlt. Bei der Zieltemperatur werden die Proben 30 Minuten lang isotherm gehalten und der Wärmestrom gemessen. Die Zieltemperaturen betragen 298 °C, 302 °C, 308 °C, 310 °C und 314 °C. Für jede dieser gewählten Temperaturstufen werden jeweils fünf Proben untersucht. Abbildung 4-59 zeigt exemplarisch die Ergebnisse für die niedrigste Temperaturstufe von 298 °C. Auf der x-Achse ist die Zeit aufgetragen. Auf der linken y-Achse ist der gemessene Wärmestrom dargestellt, wobei die exotherme Reaktion in negative y-Richtung festgelegt ist. Auf der rechten y-Achse ist die Temperatur aufgetragen. Die Ergebnisse der einzelnen Proben sind vertikal verschoben, um deren Verlauf darzustellen. Dabei bezieht sich die Skala des Diagramms auf die Ergebnisse für Probe 1 (Kurve [1]). Die Auswertung der Kurven zur Bestimmung des Avrami Index erfolgt im Rahmen der Parametrisierung des Simulationsmodells in Abschnitt 4.2.2.4.

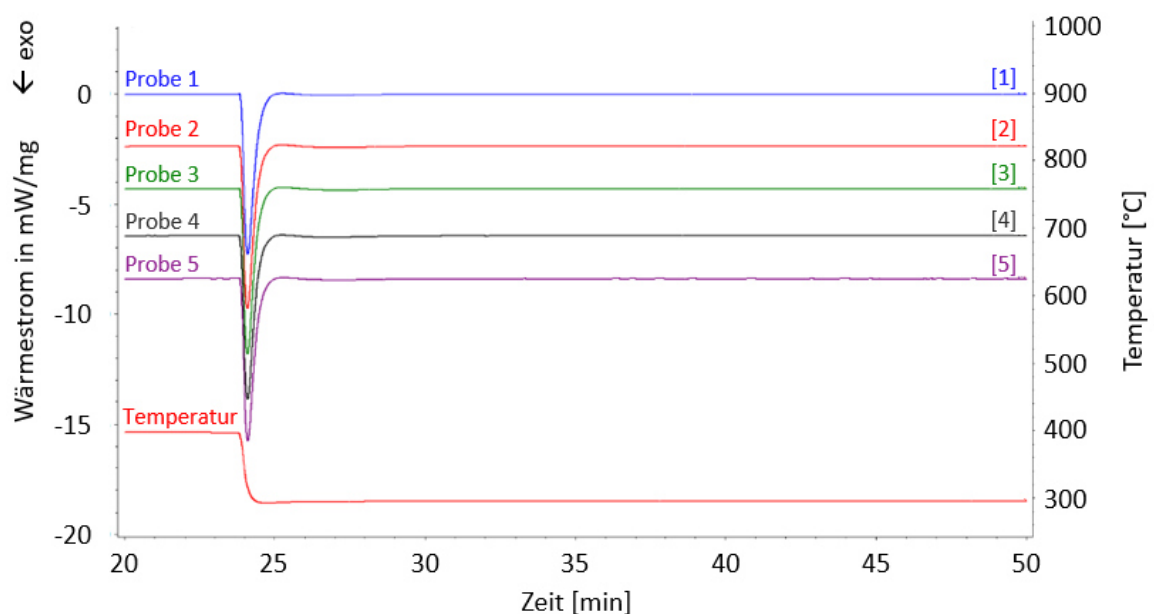


Abbildung 4-59: Ergebnisse der isothermen DSC-Messung für die Temperaturstufe 298 °C

Für die Charakterisierung der *nicht-isothermen Kristallisation* werden DSC-Messungen mit verschiedenen Kühlraten an Proben des Materialsystems durchgeführt. Hierfür werden eine *DSC 204 F1 Phoenix* und eine *DSC 214 Polyma*, beide von der Firma *NETZSCH*, verwendet. Anhand der Messergebnisse soll der Kristallisationsgrad für eine definierte Kühlrate bestimmt und als Stützpunkt für das Simulationsmodell genutzt werden. Des Weiteren erfolgt mit den Ergebnissen das Fitting des Nakamura-Ziabicki Modells. Für die Untersuchung werden die Proben mit 25 °C/min auf 400 °C aufgeheizt, fünf Minuten isotherm gehalten und anschließend mit einer definierten Kühlrate auf 20 °C gebracht. Nach einer abermaligen Stabilisierung in einer Isothermphase von 10 Minuten bei 20 °C werden die Proben mit einer Heizrate von 10 °C/min auf 400 °C geheizt. Die Größe des bei der zweiten Aufheizung gefundenen Schmelzpeaks wird als Maß für die Kristallinität herangezogen. Die untersuchten Kühlraten betragen 10, 20, 40, 60, 70, 80, 100, 150, 200, 250 und 300 °C/min. Für jede Kühlrate werden fünf Proben untersucht. In Abbildung 4-60 sind die aufgezeichneten Kurven der zweiten Aufheizung für jeweils die erste Probe dargestellt. Bis zu einer Abkühlrate von 60 °C/min kann nur ein Schmelzpeak beobachtet werden. Ab einer Abkühlrate von 70 °C/min beginnt die Ausbildung eines Peaks in negative y-Richtung auf Grund der Kaltkristallisation. In der Abbildung sind die Kurven entsprechend aufgeteilt. Links werden die Kühlraten ohne Kaltkristallisation und rechts diejenigen mit Kaltkristallisation dargestellt. Tabelle 4-20 zeigt die Mittelwerte und Standardabweichungen für die erreichten Abkühlraten sowie die Schmelzenthalpie und die Kaltkristallisation.

Auf Basis der durchgeführten isothermen und nicht-isothermen DSC-Messungen ist die Kristallisationskinetik des Materialsystems charakterisiert. In Kombination mit den Ergebnissen aus Abschnitt 4.2.1.1 liegen somit alle für die Parametrisierung relevanten Materialeigenschaften vor. Hiermit kann im Rahmen der Parametrisierung des Simulationsmodells in Abschnitt 4.2.2.4 die Bestimmung des Avrami Index sowie das Fitting des Nakamura-Ziabicki erfolgen.

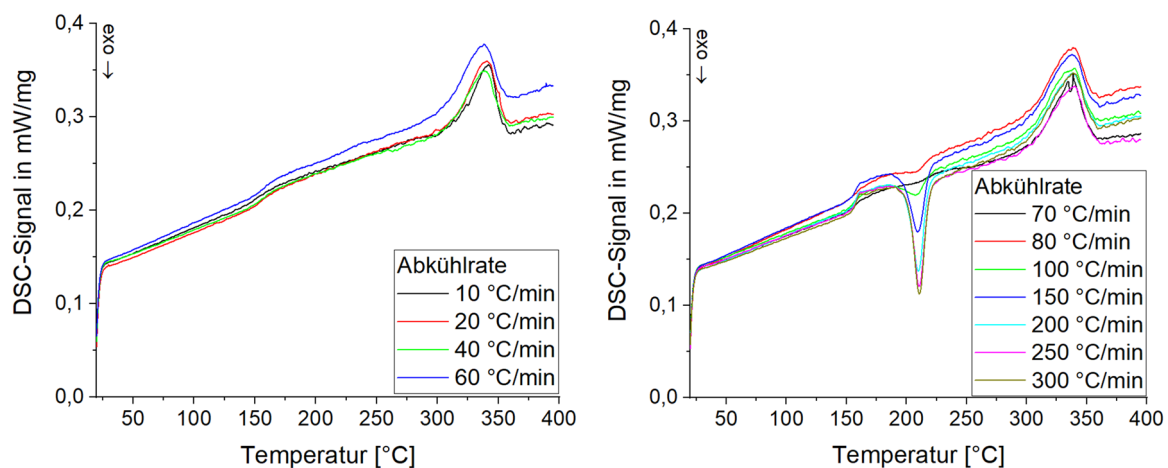


Abbildung 4-60: Ergebnisse der nicht-isothermen DSC-Messungen

Tabelle 4-20: *Ermittelte Temperaturen und Enthalpien sowie der resultierende Kristallisationsgrad bei den nicht-isothermen DSC-Messungen*

Kühlrate	Peak-Temperatur	Onset-Temperatur	Schmelzenthalpie	Kalkristallisation	Kristallisationsgrad Mittelwert
[°C/min]	[°C]	[°C]	[J/g]	[J/g]	[%]
9,9 ± 0,2	341,5 ± 0,5	313,8 ± 1,4	33,2 ± 1,5	0	25,6
20,0 ± 0,0	340,4 ± 1,1	315,4 ± 5,9	31,2 ± 1,8	0	24,0
40,2 ± 0,2	338,5 ± 1,6	311,0 ± 0,4	30,6 ± 0,9	0	23,5
60,0 ± 0,2	337,2 ± 1,6	310,9 ± 2,4	30,6 ± 0,3	0	23,5
70,2 ± 0,0	337,5 ± 1,5	311,1 ± 2,9	30,9 ± 0,3	-2,4 ± 1,5	21,9
80,2 ± 0,1	336,0 ± 2,7	311,7 ± 3,1	30,9 ± 1,5	-4,4 ± 1,5	20,4
100,7 ± 0,2	338,3 ± 0,9	306,1 ± 6,4	30,6 ± 1,8	-8,5 ± 2,4	17,0
152,8 ± 0,3	337,6 ± 0,8	309,8 ± 4,1	30,6 ± 1,2	-17,6 ± 1,2	10,0
204,6 ± 0,1	338,1 ± 2,0	305,6 ± 2,5	31,2 ± 1,8	-20,9 ± 1,8	7,9
254,5 ± 0,4	339,6 ± 0,9	308,8 ± 2,4	32,6 ± 1,5	-22,9 ± 1,8	7,5
298,8 ± 1,6	338,9 ± 0,5	310,2 ± 4,5	32,6 ± 1,8	-22,9 ± 1,8	7,5

4.2.1.3 Kristallisationsgrad im Ausgangszustand

Die Herstellung von Tape mit dem Lösungsmittel- oder Pulverimprägnierverfahren führt zu hohen Abkühlraten, welche die Kristallisation beeinflussen. Wie in Kapitel 2.2 beschrieben, erfordert das Matrixmaterial eine bestimmte Temperaturführung, um vollständig zu kristallisieren. Da das Tape bei seiner Weiterverarbeitung im Konsolidieren und dem Bauteilherstellungsprozess mindestens zwei Zyklen unterliegt, in denen es über Schmelztemperatur aufgeheizt und abgekühlt wird, ist der Kristallisationsgrad im Ausgangszustand nicht relevant für die mechanischen Eigenschaften im Laminat oder Bauteil. Er wird jedoch als Referenzwert verwendet und deshalb für den Ausgangszustand bestimmt.

Insgesamt werden aus fünf unterschiedlichen Tape-Spulen jeweils fünf Tapeproben entnommen und DSC-Messungen daran durchgeführt. Für die Berechnung des Kristallisationsgrades werden die Daten der ersten Aufheizung verwendet, da diese dem Kristallisationsgrad des Tapes entsprechen. Somit liegen insgesamt 25 Messungen für die Berechnung des Kristallisationsgrades vor. Von jeder Tapeprobe wird eine Einwaage von 10 mg entnommen. Die Messung selbst erfolgt mit einer *DSC 1* der Firma *Mettler Toledo*. Ausgehend von Raumtemperatur werden die Proben mit einer Heizrate von 10 °C/min auf 400 °C aufgeheizt und dabei der Wärmestrom aufgezeichnet. Abbildung 4-61 zeigt exemplarisch das Ergebnis einer DSC-Messung für die Aufheizung mit 10 °C/min (rote Kurve), das Abkühlen mit 10 °C/min Kühlrate (blaue Kurve) und die zweite Aufheizung erneut mit 10 °C/min (gelbe Kurve). Auf der x-Achse wird in positiver Richtung die Temperatur dargestellt und auf der y-Achse der gemessene Wärmestrom. Die exotherme Reaktion ist in negative y-Richtung definiert.

Deutlich ausgeprägt ist der Peak der kalten Kristallisation (Kalkristallisation) während der ersten Aufheizung bei einer Temperatur von ca. 210 °C. Dieser deutet darauf hin, dass das Tape beim Herstellungsprozess solch hohen Abkühlraten unterlag, dass die Matrix nicht vollständig kristallisiert ist. Dieser Peak ist charakteristisch und kann in allen Messungen nachgewiesen werden.

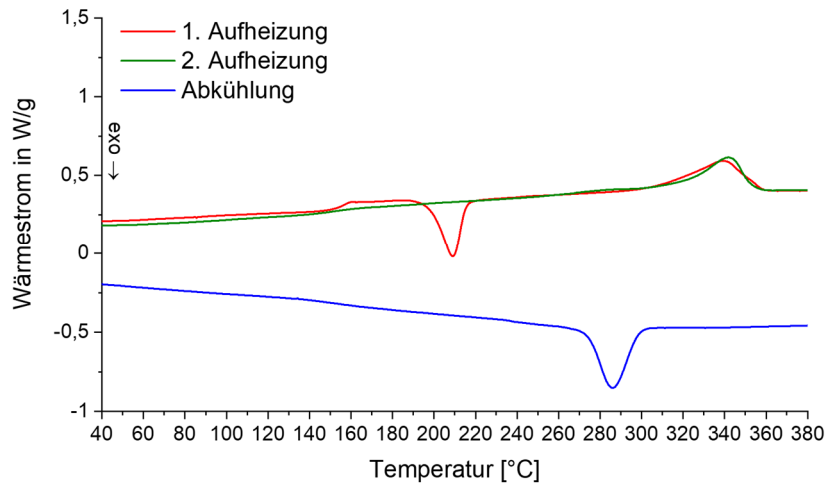


Abbildung 4-61: Ergebnis einer DSC-Messung des PEKK-CF Tapes

Bei der Berechnung des Kristallisationsgrades aus den gemessenen Ergebnissen wird die Enthalpie der endothermen Reaktion beim Schmelzvorgang der Matrix um den Enthalpiebetrag der Kaltkristallisation reduziert. Der Kristallisationsgrad X_c der faserverstärkten Matrix im Ausgangszustand berechnet sich entsprechend der in Abschnitt 2.2.2 eingeführten Formel (2-6). Für die spezifische Gesamtkristallisationsenthalpie wird der Literaturwert von $\Delta H_c^0 = 130 \text{ J/g}$ verwendet [46; 64; 90; 97]. Die Ergebnisse der berechneten Kristallisationsgrade für die Proben aus den Tape-Spulen sind in Abbildung 4-62 dargestellt.

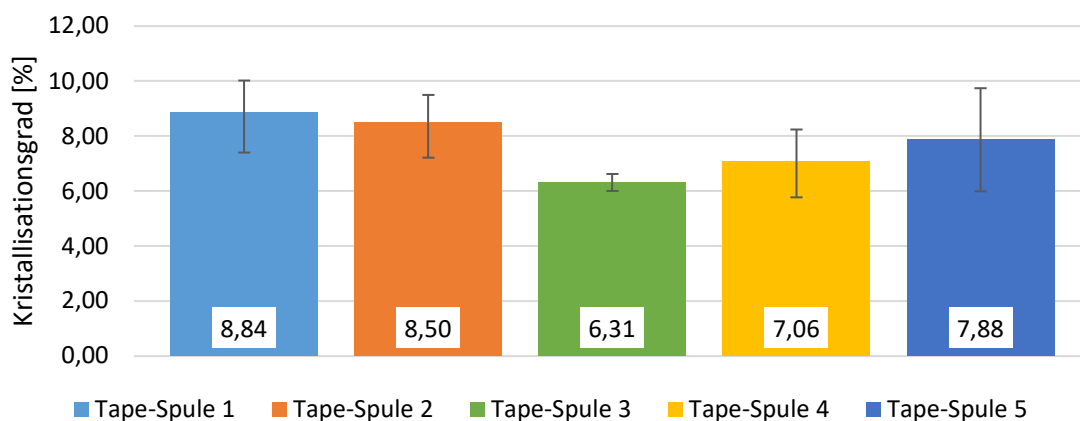


Abbildung 4-62: Kristallisationsgrad des PEKK-CF Tapes im Ausgangszustand

Die Ergebnisse zeigen, dass der Mittelwert für die Proben aus Spule 3 von den Mittelwerten der restlichen Proben abweicht. Dies kann auf Schwankungen der Abkühlrate beim Herstellungsverfahren zurückgeführt werden. Der Mittelwert des Kristallisationsgrades aus allen Messungen beträgt $X_c = 7,72 \%$ bei einer Standardabweichung von $0,93 \%$. Dieser Wert wird im Folgenden als Referenz für die Untersuchung des Kristallisationsgrades bei der Weiterverarbeitung im Konsolidieren und Bauteilherstellungsprozess angenommen.

4.2.2 Prozessschritt Konsolidieren

Das Konsolidieren ist der erste Schritt in der Prozesskette, bei dem das Materialsystem über Schmelztemperatur aufgeheizt und wieder abgekühlt wird. Der dabei resultierende Kristallisationsgrad wird von der erreichten Abkühlrate beeinflusst. Daher werden zunächst die Abkühlraten in Abhängigkeit der variierten Prozessparameter bestimmt. Im Weiteren wird untersucht, wie sich die jeweilige Abkühlrate auf den Kristallisationsgrad auswirkt. Die gemessenen Abkühlraten werden im letzten Abschnitt gemeinsam mit den thermischen Materialeigenschaften und der Kristallisationskinetik für die Parametrisierung des Simulationsmodells genutzt. Dieses wird abschließend in einer Versuchsreihe mit dem SVK-Prozess validiert.

4.2.2.1 Bestimmung der Abkühlraten

Für die Versuchsdurchführung konnte bereits im Abschnitt 4.1.3.1 gezeigt werden, dass die Temperaturverteilung homogen ist. Somit herrscht vor der Abkühlung ein reproduzierbarer Ausgangszustand. In diesem Abschnitt wird untersucht, ob die erreichten Abkühlraten ebenfalls reproduzierbar sind.

Bei dem in Abschnitt 3.1.2 beschriebenen SVK-Prozess erfolgt die Abkühlung mittels Konduktion in einem Kühlmodul. Die Kühlplatten darin sind wassertemperiert und an ein Einkreis-Temperiergerät Typ *STW 150* der Firma *Single* angeschlossen. Über die Vorlauftemperatur kann die Temperatur der Kühlplatten reguliert werden, die sich wiederum auf die Abkühlrate auswirkt. Je geringer ΔT zwischen der Glaskeramikoberfläche und der Kühlplatte, desto geringer ist die Abkühlrate.

Das Vorgehen beim Aufheizen ist angelehnt an die Vorgehensweise einer DSC-Messung. Um einen möglichst homogenen Ausgangszustand vor dem Abkühlen zu erreichen, werden die Tapegelege auf die obere Zieltemperatur von 395 °C aufgeheizt und für 120 Sekunden bei dieser Temperatur gehalten. Der größte Einfluss der Kühlplattentemperatur $T_{\text{Kühl}}$ auf die Abkühlrate wird für die beiden Extremwerte $T_{\text{Kühl,min}}$ und $T_{\text{Kühl,max}}$ erreicht. Hierbei entspricht $T_{\text{Kühl,min}}$ der minimal möglichen Kühlplattentemperatur von 25 °C. Die gerätespezifische maximale Kühlplattentemperatur beträgt 75 °C, welche als $T_{\text{Kühl,max}}$ festgelegt wird. Als dritte Kühlplattentemperatur zwischen diesen beiden Werten wird $T_{\text{Kühl}} = 60$ °C gewählt. Aus den diesen drei Werten für den Prozessparameter *Kühlplattentemperatur* ergibt sich der in Tabelle 4-21 dargestellte Versuchsplan. Die Bezeichnung der Varianten folgt dem Schema:

Zieltemperatur – Haltezeit_Kühlplattentemperatur

Beispiel für 395 °C Zieltemperatur, 120 s Haltezeit und 60 °C Kühlplattentemperatur:

395 – 120_60

Tabelle 4-21: Versuchsplan für die Untersuchungen zum Kristallisationsgrad

Bezeichnung	Zieltemperatur [°C]	Haltezeit [s]	Druck [bar]	Kühlplattentemperatur [°C]
395-120_25	395	120	1	25
395-120_60	395	120	1	60
395-120_75	395	120	1	75

Um sicherzustellen, dass die Zieltemperatur erreicht wird, wird die reale Temperatur für jede der drei Stufen an neun verschiedenen Positionen mit einem Temperaturfühler gemessen. Tabelle 4-22 fasst die Mittelwerte $\bar{T}_{Kühl}$ und Standardabweichung $\bar{\sigma}_{Kühl}$ der Ergebnisse zusammen. Diese zeigen eine homogene Temperaturverteilung.

Tabelle 4-22: Statistische Auswertung der Messergebnisse der Kühlplattentemperatur

Position	395-120_25		395-120_60		395-120_75	
	oben [°C]	unten [°C]	oben [°C]	unten [°C]	oben [°C]	unten [°C]
$\bar{T}_{Kühl}$ [°C]	26,60	27,16	60,56	59,77	77,00	77,09
$\bar{\sigma}_{Kühl}$ [°C]	0,29	0,32	0,41	0,56	0,63	0,89

Die für die jeweilige Kühlplattentemperatur erreichte Abkühlrate wird auf Basis von Thermoelementmessungen berechnet. Hierzu werden je Parameterkombination drei Tapegelege mit integrierten Thermoelementen konsolidiert. Die Verteilung der Thermoelemente im Gelege entspricht der Darstellung in Abbildung 4-19, Abschnitt 4.1.3.1. Die Messergebnisse werden mit einem Python-Skript ausgewertet. Dieses identifiziert die Zeitpunkte, an denen die Abkühlung beginnt und endet. Für dieses Zeitintervall wird die mittlere Abkühlrate berechnet. Die Ergebnisse der Abkühlraten für die unterschiedlichen Kühlplattentemperaturen sind in Tabelle 4-23 zusammengefasst.

Tabelle 4-23: Mittlere Abkühlrate in Abhängigkeit der Kühlplattentemperatur

Bezeichnung	Kühlplattentemperatur [°C]	Mittlere Abkühlrate [°C/min]
395-120_25	25	94,91 ± 4,37
395-120_60	60	72,47 ± 1,15
395-120_75	75	67,45 ± 1,97

Die Ergebnisse zeigen, dass sich die Abkühlrate mit steigender Kühlplattentemperatur reduziert. Die Differenz zwischen den Abkühlraten bei einer Temperatur von 60 °C und 25 °C beträgt im Mittel 22,44 °C/min. Zwischen den Temperaturen 60 °C und 75 °C ist der Unterschied geringer und beträgt 5,02 °C/min. Weiterhin wird untersucht, um welchen Betrag die Temperatur an der Oberfläche der Kühlplatten nach dem Abkühlvorgang ansteigt. Bei der Variante 395-120_25 steigt die Temperatur im Mittel um 10 °C auf 36 °C an. Die Messungen für die Varianten 395-120_60 und 395-120_75 ergeben einen Anstieg von 5 °C auf 65 °C bzw. 80 °C. In allen drei Fällen ist die Temperatur vor dem nächsten Kühlzyklus wieder auf den in Tabelle 4-22 gezeigten Wert gesunken. Daher wird angenommen, dass die Abkühlung für alle Platten reproduzierbar stattfindet.

4.2.2.2 Validierung der Versuchsdurchführung

Entsprechend der Vorgehensweise bei der Untersuchung des Morphologiemerkmals Porosität wird für den Kristallisationsgrad ebenfalls untersucht, ob sich die Versuchsdurchführung für die separate Bewertung des Merkmals eignet. Hierfür wird validiert, dass kein Einfluss der Parameterkombinationen auf die resultierende Porosität vorliegt.

Für je zwei Laminare der Prozessparameterkombinationen aus Tabelle 4-21 wird die resultierende durchschnittliche Dämpfung aus Ultraschallmessungen bestimmt. Mit Hilfe der Formel zur Berechnung des prozentualen Porenanteils auf Basis der durchschnittlichen Dämpfung wird die Porosität der Laminare ermittelt. Abbildung 4-63 zeigt exemplarisch ein Ultraschallbild jeder Parameterkombination.

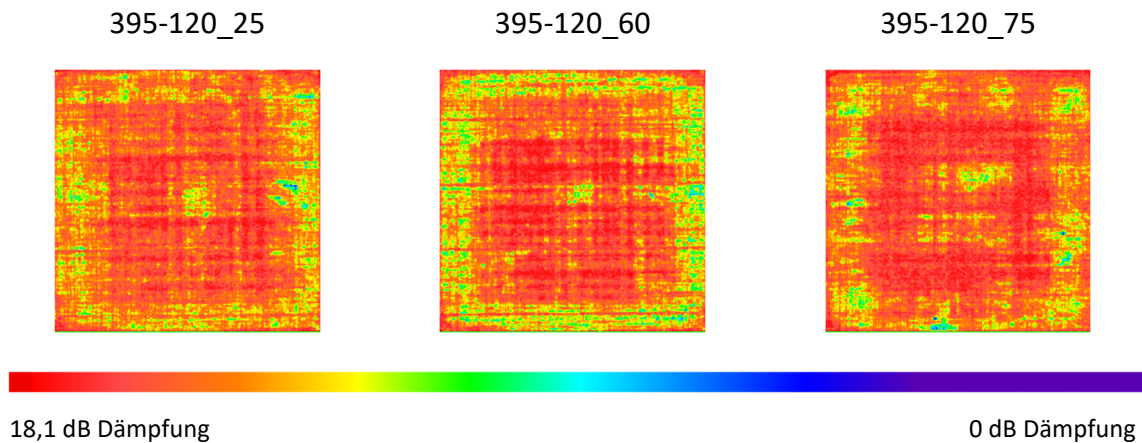


Abbildung 4-63: Ultraschallbilder der Laminare aus der Versuchsreihe zur Untersuchung des Merkmals Kristallisationsgrad

Qualitativ betrachtet zeigen die Ergebnisse nur geringe Unterschiede in der Farbgebung zwischen den Varianten. Dies spiegelt sich in dem berechneten Porenanteil wider. Unter Berücksichtigung der Standardabweichung zeigen die Ergebnisse in Abbildung 4-64, dass ein durchschnittlicher Porenanteil von 3,78 % mit einer Standardabweichung von 0,18 % vorliegt. Die Prozessparameterkombinationen haben daher keinen signifikanten Einfluss auf den Porenanteil und die Versuchsdurchführung eignet sich somit dazu, das Merkmal Kristallisationsgrad separat zu bewerten.

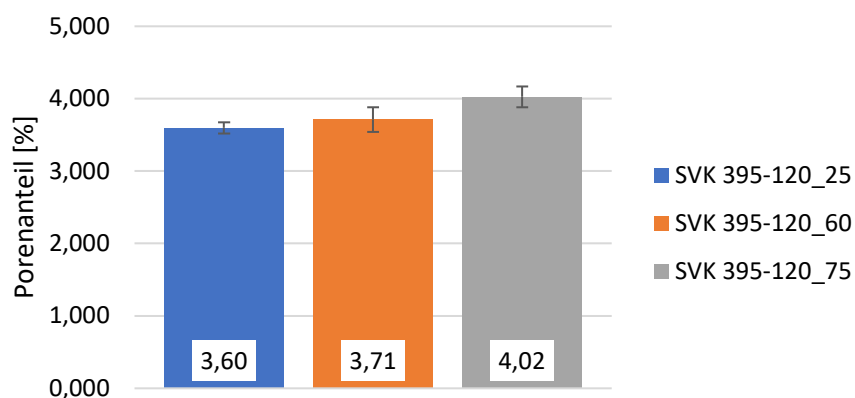


Abbildung 4-64: Porenanteil der Laminare aus den Versuchen zum Kristallisationsgrad

4.2.2.3 Charakterisierung des Kristallisationsgrades

Der Kristallisationsgrad wird für jede Parameterkombination in DSC-Messungen ermittelt. Je Kombination werden drei Proben aus zwei Laminaten entnommen, so dass jeweils sechs Messungen durchgeführt werden. Die Mittelwerte der Ergebnisse sowie der Referenzwert für den Kristallisationsgrad des Tapes sind in Abbildung 4-65 dargestellt.

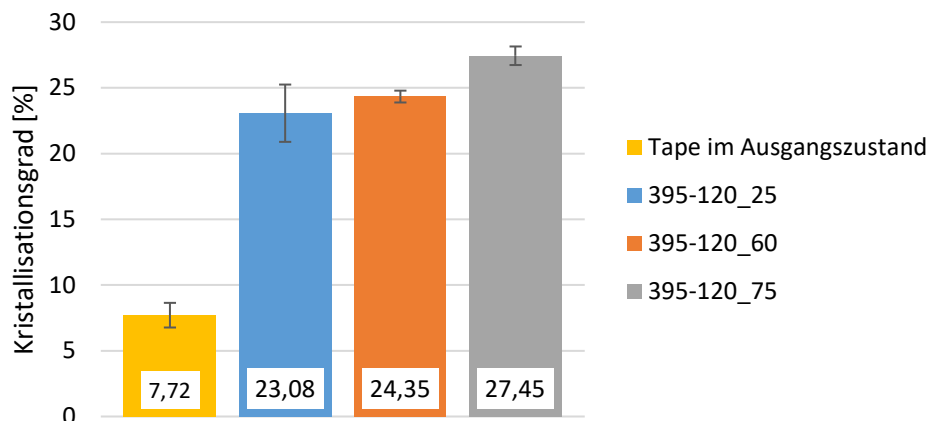


Abbildung 4-65: Kristallisationsgrad bei unterschiedlichen Abkühlraten im SVK-Prozess

Die Ergebnisse zeigen, dass die höchste Abkühlrate beim Typ 395-120_25 im geringsten mittleren Kristallisationsgrad resultiert und umgekehrt die geringste Abkühlrate beim Typ 395-120_75 im höchsten mittleren Kristallisationsgrad. Die Differenz zwischen den Mittelwerten beträgt 1,26 % zwischen den Typen 395-120_25 und 395-120_60 und 3,10 % zwischen den Typen 395-120_60 und 395-120_75. Verglichen mit dem Kristallisationsgrad des Tapes im Ausgangszustand zeigen die Ergebnisse, dass die Kühlraten bei der Tapeherstellung um ein Vielfaches höher sind. Dies äußert sich darin, dass der Kristallisationsgrad um den Faktor 3 geringer ist, als bei der höchsten Abkühlrate im SVK-Prozess.

Unter Berücksichtigung der Standardabweichung muss jedoch festgehalten werden, dass sich der geringe Unterschied zwischen den Typen 395-120_25 und 395-120_60 nivelliert. Die hohe relative Standardabweichung im Kristallisationsgrad für den Typ 395-120_25 von 9,46 % kann auf zwei Gründe zurückzuführen sein. Zum einen unterliegt die Abkühlrate beim Typ 395-120_25 mit $\pm 4,37$ °C/min der höchsten Streuung. Zum anderen werden die Proben an drei Positionen aus zwei verschiedenen Laminaten entnommen. Daher können lokale Variationen im Kristallisationsgrad das Ergebnis beeinflussen.

Im Rahmen der Charakterisierung der Kristallisationskinetik in Abschnitt 4.2.1.2 wurde der Kristallisationsgrad für verschiedene Kühlraten in DSC-Messungen an Tapeproben ermittelt. Um diese Ergebnisse mit denen der konsolidierten Lamine aus Abbildung 4-65 abzugleichen, wird der Kristallisationsgrad aus den DSC-Messungen zwischen den Abkühlraten 60, 70, 80 und 100 °C/min interpoliert. Hieraus wird ein Funktionsterm abgeleitet, der den Zusammenhang zwischen Kühlrate und Kristallisationsgrad beschreibt. Auf Basis dieser Funktion wird für die im SVK-Prozess erreichten Abkühlraten der Kristallisationsgrad berechnet. Tabelle 4-24 stellt die Ergebnisse für die Parameterkombinationen gegenüber.

Tabelle 4-24: Vergleich des Kristallisationsgrades auf Basis des Funktionsterms und der für die Lamine aus dem SVK-Prozess gemessenen Werte

Variante	Mittlere Abkühlrate [°C/min]	Kristallisationsgrad aus Funktionsterm [%]	Gemessener Kristallisationsgrad [%]	Differenz [%]
395-120_25	94,91 ± 4,37	20,61	23,08 ± 2,18	2,47
395-120_60	72,47 ± 1,15	24,92	24,35 ± 0,45	0,57
395-120_75	67,45 ± 1,97	25,84	27,45 ± 0,71	1,61

Für die Varianten 395-120_60 und 395-120_75 beträgt die Differenz zwischen berechneten und gemessenen Ergebnissen 0,57 % bzw. 1,61 %. Bei der höchsten Abkühlrate steigt die Differenz geringfügig auf 2,47 % an. Mit Ausnahme der Variante 395-120_75 liegen diese Differenzen im Bereich der relativen Standardabweichung der DSC-Messwerte. Daher liegt insgesamt eine gute Übereinstimmung vor.

4.2.2.4 Parametrisierung und Validierung des Simulationsmodells

Die Parametrisierung des Simulationsmodells erfolgt sequenziell in zwei Schritten. Im ersten Schritt werden zunächst die thermischen Materialeigenschaften parametrisiert. Anschließend folgt im zweiten Schritt die Parametrisierung der Kristallisationskinetik.

Die *thermischen Materialeigenschaften* umfassen die spezifische Wärmekapazität, die Materialdichte sowie die Wärmeleitfähigkeit. Diese Parameter wurden in Abschnitt 4.2.1.1 in Abhängigkeit der Temperatur charakterisiert und werden in Form von diskreten Zeitschritten als Input für das Modell mit in die Materialkarte aufgenommen. Zur Ermittlung der Koeffizienten für Konvektion und Konduktion werden die gemessenen Temperaturprofile der drei Parameterkombinationen verwendet. Für jede Kühlplattentemperatur werden drei Profile gemessen. In Abbildung 4-66 ist je ein Messergebnis für jede Kühlplattentemperatur exemplarisch dargestellt.

Die Ergebnisse zeigen, dass der Start der Haltezeit für die einzelnen Varianten um 24 s bei den Typen 395-120_25 und 395-120_60 bzw. um 15,75 s bei den Typen 395-120_25 und 395-120_75 voneinander abweicht. Dies kommt durch geringe Unterschiede bei der Starttemperaturen zustande. Da die Lamine in einem Umluftofen bei 100 °C vorgetrocknet werden, beginnt der Temperaturverlauf beim Aufheizen oberhalb der Raumtemperatur. Je nach Dauer für die Präparation der Lamine mit Thermoelementen unterliegt die Starttemperatur einer Schwankung. Für die Abkühlrate ist diese jedoch nicht relevant.

Die Zeitspanne für den Transfer vom Heizfeld in die Kühlstation wird aus der Differenz zwischen *Ende Haltezeit* und *Start Abkühlung* berechnet und beträgt 26,75 s ± 3,78 s. Unterschiede in der Transferzeit ergeben sich aus dem manuellen Verfahren sowie der Dokumentation der Temperaturverteilung mit der IR-Kamera.

Die Dauer der Kühlzeit wird aus der Differenz der Werte für *Ende Kühlzeit* und *Start Kühlzeit* berechnet. Für die Bestimmung der Konvektions- und Strahlungskoeffizienten wird dieser Bereich aus den Verläufen extrahiert.

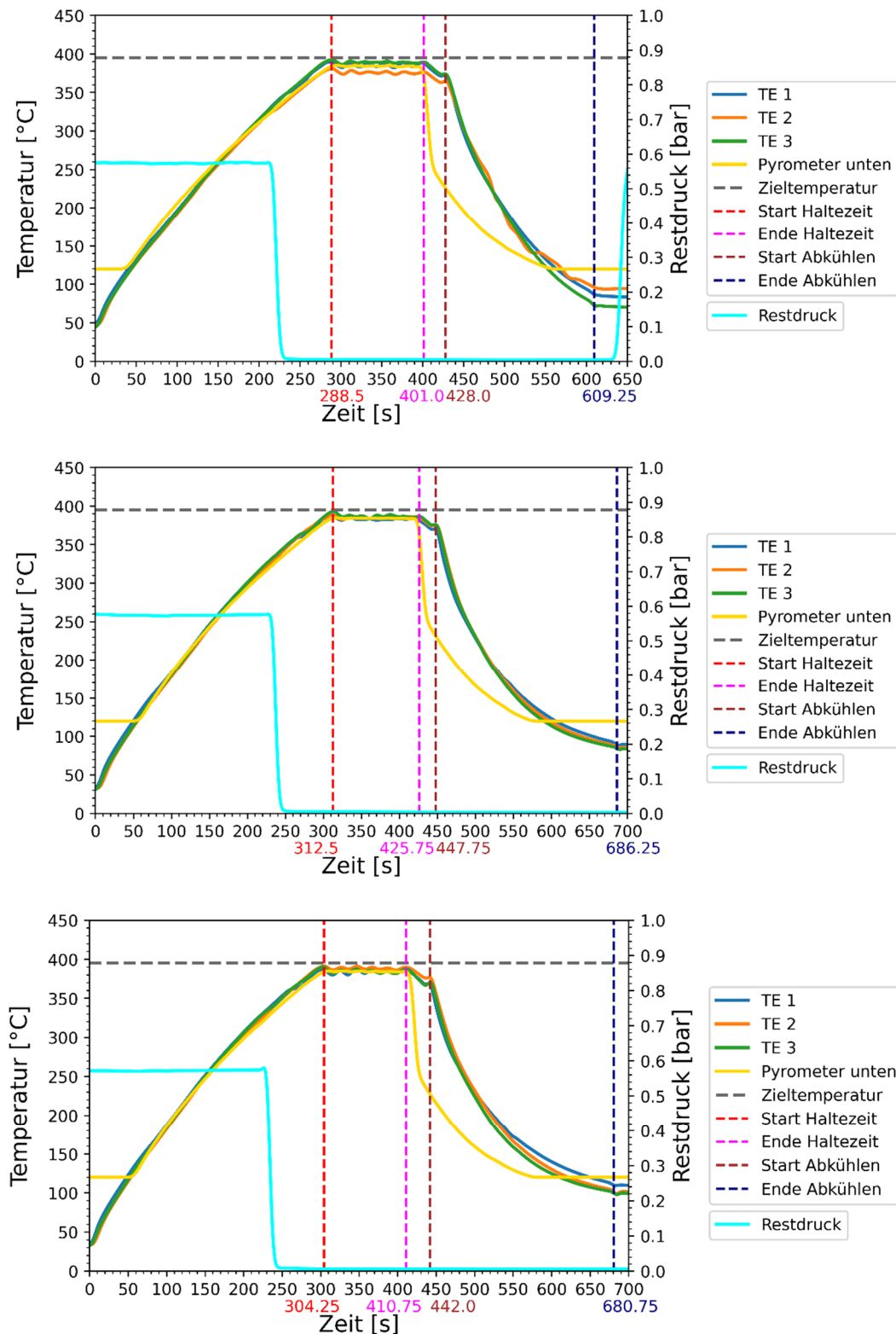


Abbildung 4-66: Temperaturverläufe für die unterschiedlichen Kühlplattentemperaturen. 395-120_25 (oben), 395-120_60 (Mitte) und 395-120_75 (unten)

Die Anpassung der Koeffizienten für Konvektion und Konduktion erfolgt in einem best-fit Ansatz. Hierfür werden die simulativ berechneten Daten und die gemessenen Daten übereinandergelegt und die Koeffizienten so angepasst, dass der Kurvenverlauf qualitativ

übereinstimmt. Das Ergebnis des Fittings wird in Abbildung 4-67 dargestellt. Dieses zeigt, dass die Abweichungen zwischen den Temperaturverläufen aus dem Simulationsmodell und den gemessenen Temperaturen der Thermoelemente (TE) gering sind. Auch die finalen Temperaturen am Ende der Abkühlung werden mit einer hohen Genauigkeit abgebildet. Somit ist das Modell mit den thermischen Materialeigenschaften parametrisiert.

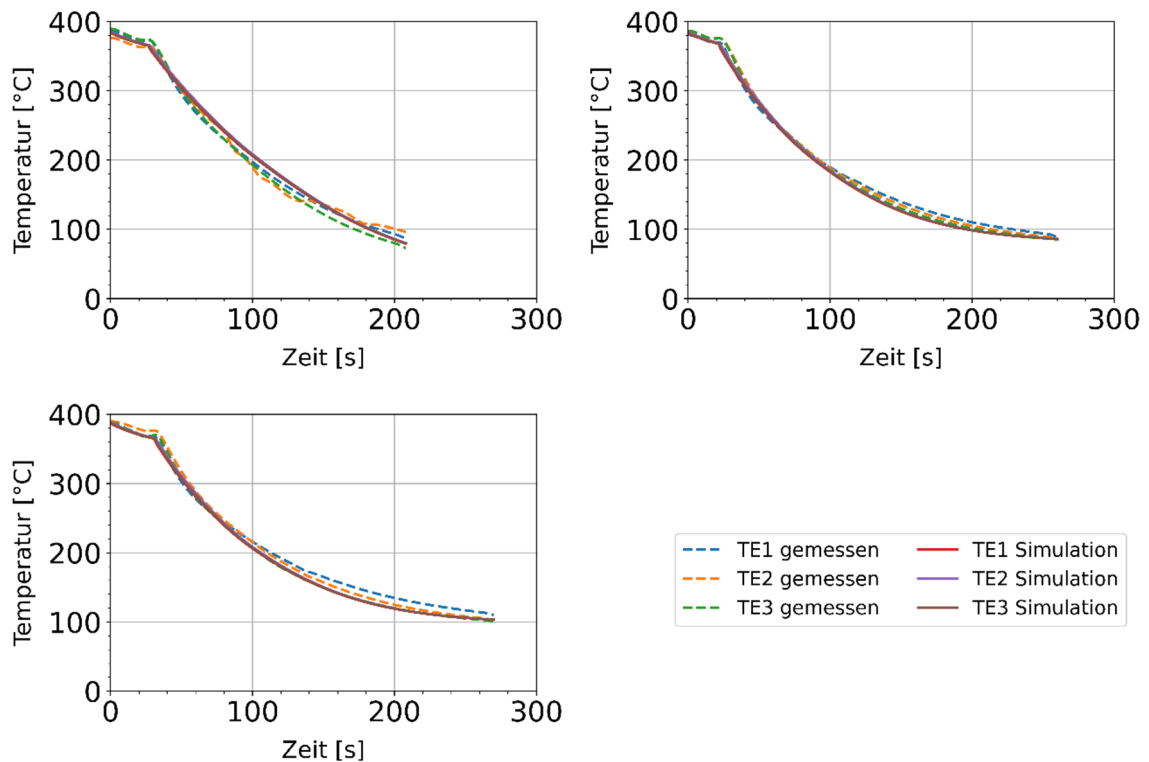


Abbildung 4-67: Gefittete Temperaturverläufe für die Bestimmung der Konvektions- und Strahlungskoeffizienten. Oben links: Typ 395-120_25, oben rechts: Typ 395-120_60, unten links: Typ 395-120_75

Die Parametrisierung der *Kristallisationskinetik* umfasst die Bestimmung des Avrami Index sowie das Fitting des Nakamura-Ziabicki Modells. Zunächst wird die Bestimmung des Avrami Index beschrieben. Dieser Index wird anhand der isothermen DSC-Messungen aus Abschnitt 4.2.1.2 ermittelt. Damit die Messdaten verwendet werden können, müssen zwei Bedingungen erfüllt sein. Zum einen darf es nicht bereits während dem Abkühlen auf die definierte Zieltemperatur zur Kristallisation der Matrix kommen. Zum anderen muss die Kristallisation im Messintervall abgeschlossen sein. Für jede der gewählten Temperaturstufen zwischen 298 °C und 314 °C liegen fünf Messergebnisse vor. Aus diesen wird je Temperaturstufe eine Mittelwertkurve erstellt, welche für die weitere Auswertung verwendet wird. Da der Wärmestrom bei den Stufen 314 °C und 310 °C zu gering ist und nicht sichergestellt werden kann, dass die Kristallisation im Testzeitraum abgeschlossen ist, können diese Daten nicht für die Bestimmung des Avrami Index verwendet werden. Abbildung 4-68 zeigt die ausgewerteten und verwendbaren Versuchsdaten.

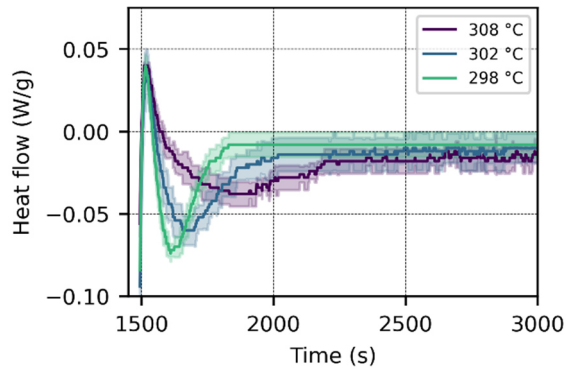


Abbildung 4-68: Aufbereitete und verwendbare Daten der isothermen DSC-Messung

Im nächsten Schritt wird die relative Kristallinität für die drei Temperaturstufen 298, 302 und 308 °C anhand des Kristallisationspeaks ermittelt. Der Kristallisationspeak wird mithilfe der Basislinie extrahiert. Diese Linie stellt die lineare Verbindung von Start und Ende der Kristallisation dar, wobei Start- und Endpunkt manuell selektiert werden. Der Verlauf der relativen Kristallinität sowie deren Rate sind in Abbildung 4-69 dargestellt. Die Ergebnisse für den Verlauf der relativen Kristallinität werden als plausibel bewertet.

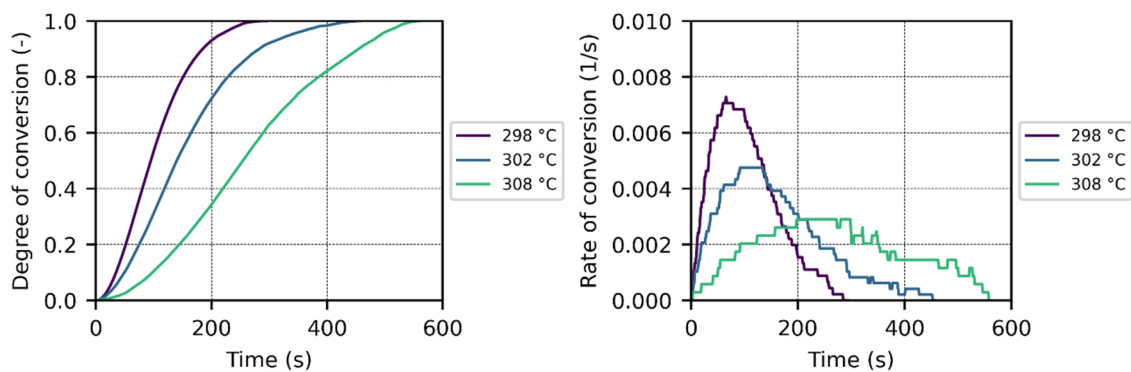


Abbildung 4-69: Verlauf der relativen Kristallinität bei der isothermen DSC-Messung

Da die Avrami-Gleichung hier genutzt wird, um die primäre Kristallisation zu beschreiben, wird für das anschließende Fitten ein Wertebereich von $\alpha \in [0,05; 0,5]$ berücksichtigt. In jeder Temperaturstufe werden beim Fitten hohe R-Werte erreicht. Der resultierende Avrami Index wird hieraus auf $n = 1,8846$ festgelegt und kann für die Modellierung der Kristallisationskinetik verwendet werden. Tabelle 4-25 zeigt die Ergebnisse des Fittings. Daneben sind in Abbildung 4-70 die resultierenden Kurvenverläufe gezeigt.

Nachdem der Avrami Index bestimmt ist, werden die Materialparameter K_{max} , T_{max} , und D für das Nakamura-Ziabicki-Modell ermittelt. Dies erfolgt anhand der Ergebnisse der nicht-isothermen Kristallisation. Zunächst werden die Mittelwertkurven aus den fünf einzelnen Messungen je Abkühlrate bestimmt. Für die Auswertung, muss ein eindeutiger Kristallisationspeak vorliegen. Bei den definierten Abkühlraten ist dies bis zu einer Rate von 150 °C/min der Fall. Daher können nur die Daten zwischen den Kühlraten von 10 °C/min bis einschließlich 100 °C/min für die Modellierung der Kristallisationskinetik verwendet werden. Abbildung 4-71 zeigt die verwendbare Datengrundlage.

Tabelle 4-25: Avrami Index und R-Wert für die einzelnen Temperaturstufen

Temperaturstufe [°C]	n [-]	R ²
298	1,9231	0,99996
302	1,7841	0,99995
308	1,9465	0,99994

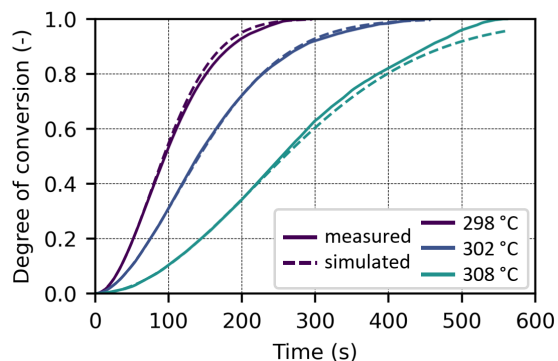


Abbildung 4-70: Fitting des Avrami Index

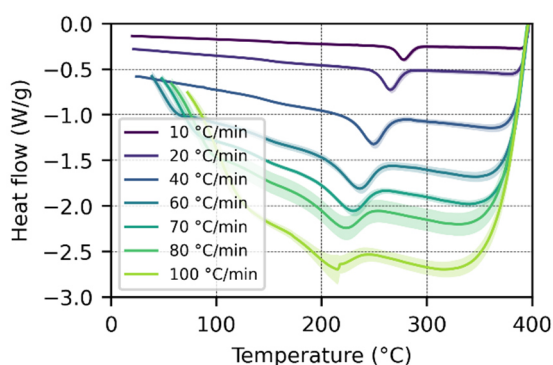


Abbildung 4-71: Datenaufbereitung der nicht-isothermen DSC-Messungen

Auf Basis der Kristallisationspeaks aus den verwendbaren Daten wird anschließend die relative Kristallinität je Abkühlrate bestimmt. Hierfür wird über die Basislinie der Kristallisationspeak extrahiert. Die Darstellung des Verlaufs der relativen Kristallinität über die Zeit in Abbildung 4-72 zeigt, dass sich die Kristallisation bei höheren Abkühlraten zu niedrigeren Temperaturen verschiebt. Der Knick bei der Kühlrate von 100 °C/min stammt aus der vorherigen Mittelung. Durch Multiplikation mit den absoluten Kristallinitäten (siehe Abschnitt 4.2.1.2) kann der Verlauf der absoluten Kristallinität dargestellt werden. Abbildung 4-72 zeigt diesen für die Kühlraten von 10 °C/min bis 100 °C/min.

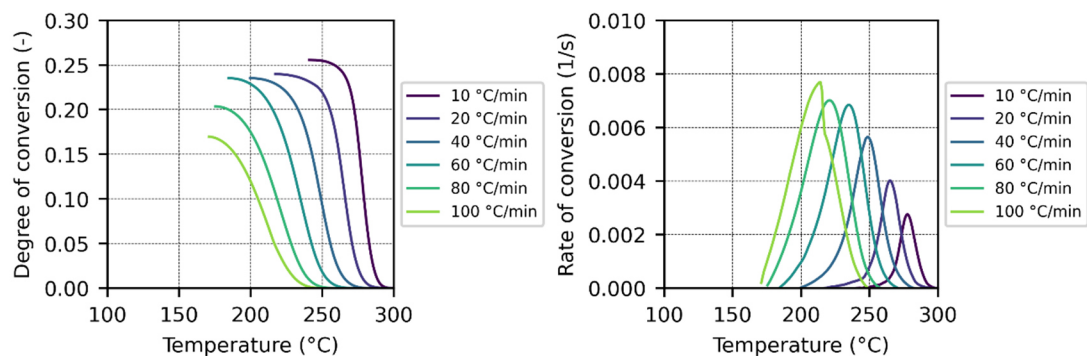


Abbildung 4-72: Absolute Kristallinität bei der nicht-isothermen DSC-Messung

Für das abschließende Fitting des Nakamura-Ziabicki-Modells werden die Verläufe der absoluten Kristallinität verwendet. Hierbei fließt auch der anhand der isothermen DSC bestimmte Avrami Index in das Modell mit ein. Die in Abbildung 4-73 dargestellten Verläufe der absoluten Kristallinität zeigen eine gute Übereinstimmung des Modells. Lediglich im finalen Wert der absoluten Kristallinität kommt es zu geringen Abweichungen. Insgesamt kann das Modell mit den bestimmten Parametern für die Analyse der Temperaturverteilung sowie zur Berechnung der absoluten Kristallinität verwendet werden. Tabelle 4-26 fasst die Materialparameter des Nakamura-Ziabicki-Modells zusammen.

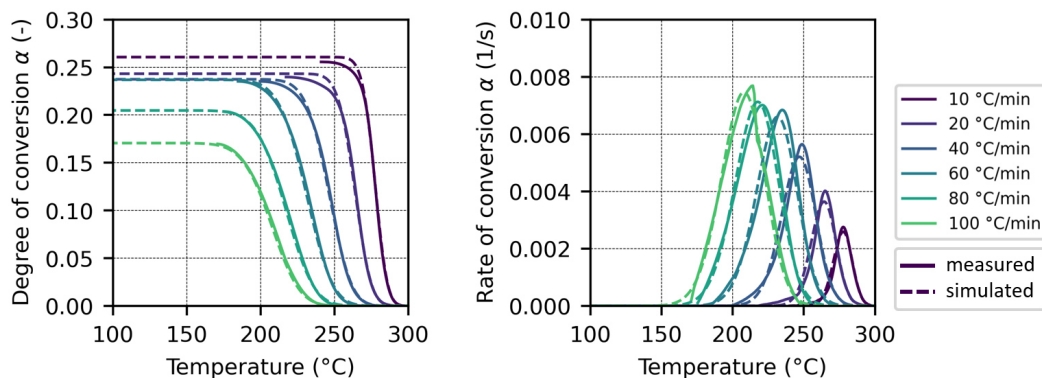


Abbildung 4-73: Fitting des Nakamura-Ziabicki-Modells

Tabelle 4-26: Ermittelte Materialparameter des Nakamura-Ziabicki-Modells

Abkühlrate [°C/min]	K_{\max}	D	T_{\max}
10	0,0044166	19,0764004	280,824902
20	0,00635752	25,3064283	268,421412
40	0,00914867	34,6209316	252,603241
60	0,0115998	40,8781001	238,299782
80	0,01327623	43,7014073	225,04993
100	0,01501855	43,492965	215,589697

Aus den Literaturwerten in Abschnitt 3.3.2 geht hervor, dass andere Autoren eine Unterteilung des Avrami Index in Abhängigkeit des relativen Kristallisationsgrades vorgenommen haben. Hierdurch konnten Choupin et al. sowie Hsiao et al. eine gute Übereinstimmung ihrer Modelle mit den realen Versuchen erzielen. Für das hier untersuchte PEKK-CF Tape wird der Avrami Index nicht unterteilt und im Rahmen der Arbeit auf $n = 1,8846$ festgelegt. Damit liegt dieser nahe am Mittelwert der Indizes von Choupin ($n_1 = 3$, $n_2 = 1$). Dieser Unterschied wird darauf zurückgeführt, dass in der Literatur reines PEKK charakterisiert wird und hier die Untersuchungen an einem CF verstärkten Material stattfinden.

Nach der Parametrisierung des Simulationsmodells auf Basis der thermischen Materialcharakterisierung, der Charakterisierung der Kristallisationskinetik sowie dem Fitten der Konvektions- und Strahlungskoeffizienten wird das Modell anhand der konsolidierten Lamine validiert. Dazu werden die Temperaturverläufe aus Abbildung 4-66 verwendet. Als Ergebnis gibt das Modell den Temperaturverlauf sowie den jeweils zum Zeitpunkt t vorliegenden Kristallisationsgrad über die relative Laminatdicke an.

Hieraus werden Kontur-Diagramme für die Temperaturverteilung und die Kristallisation in Abhängigkeit der Zeit erstellt. Abbildung 4-74 zeigt diese exemplarisch für die Variante 395-120_25.

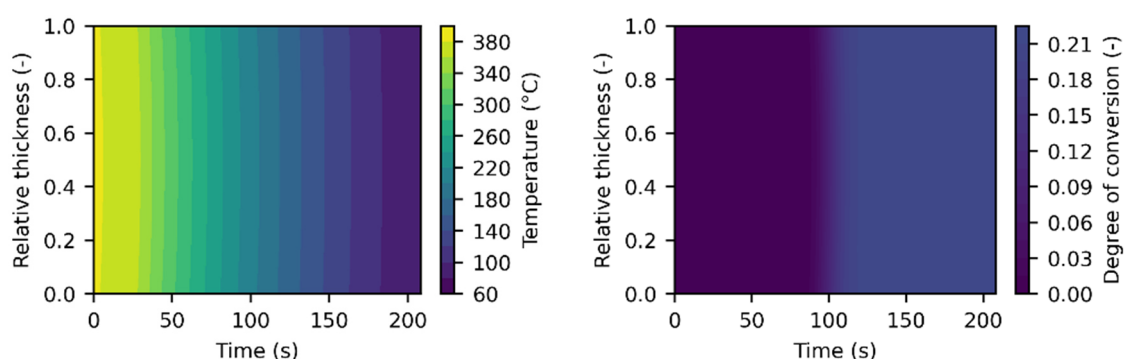


Abbildung 4-74: Temperaturverlauf (links) und Kristallisationsgrad (rechts) in Abhängigkeit der Zeit über die relative Laminatdicke

Die Ergebnisse zeigen eine homogene Abkühlung über die Laminatdicke und einen nahezu linearen Verlauf des resultierenden Kristallisationsgrades. Das Modell speichert die berechneten Werte in einer Matrix, aus welcher der Kristallisationsgrad für das Ende der Abkühlung, in diesem Fall bei $t = 208$ s, extrahiert werden kann. Für die Validierung werden alle Werte über die Materialdicke entnommen und der Mittelwert hieraus gebildet. Das Ergebnis dieser Berechnung ist in Tabelle 4-27 dargestellt.

Tabelle 4-27: Ergebnisse des Simulationsmodells für die Berechnung der Kristallinität

Variante	Mittelwert Kristallisationsgrad [%]	Standardabweichung Kristallisationsgrad [%]
395-120_25	22,01	0,09
395-120_60	24,88	1,03
395-120_75	25,70	0,13

Auf Grund der unterschiedlichen Kühlraten zeigen die Ergebnisse einen Unterschied im berechneten Kristallisationsgrad. In allen drei Fällen sind die Standardabweichungen gering. Dies zeigt, dass der resultierende Kristallisationsgrad über die Laminatdicke bei der simulierten Abkühlung homogen ist. Zur Validierung werden daher die Mittelwerte genutzt. An den konsolidierten Laminaten werden je Variante fünf Proben entnommen und der Kristallisationsgrad in einer DSC-Messung bestimmt. Aus den einzelnen Ergebnissen wird anschließend der Mittelwert berechnet. Die Ergebnisse sind in Tabelle 4-28 den Ergebnissen der Simulation gegenübergestellt.

Tabelle 4-28: Vergleich der Kristallinität aus DSC-Messung und Simulationsmodell

Variante	Kristallisationsgrad aus DSC [%]	Kristallisationsgrad Simulation [%]	Abweichung [%]
395-120_25	23,08 ($\pm 2,18$ %)	22,01 ($\pm 0,09$ %)	1,07
395-120_60	24,35 ($\pm 0,45$ %)	24,88 ($\pm 1,03$ %)	0,53
395-120_75	27,45 ($\pm 0,71$ %)	25,70 ($\pm 0,13$ %)	1,75

Die Abweichung des Simulationsmodells liegt für die Varianten 395-120_25 und 395-120_60 innerhalb der Standardabweichung der DSC-Messung. Bei der Variante 395-120_75 ist die Differenz der Mittelwerte mit 1,75 % am größten. Der Mittelwert aus allen Abweichungen der Simulation von der DSC-Messung beträgt 1,12 %. Damit wird die Vorhersagegüte des Simulationsmodells als sehr gut eingestuft. Das Modell wird daher als validiert betrachtet und ermöglicht die Simulation des Temperaturverlaufs sowie des final resultierenden Kristallisationsgrades in Abhängigkeit der Temperaturführung beim Konsolidieren (SVK-Prozess).

4.2.3 Bauteilherstellungsprozess

Bei der Weiterverarbeitung der Lamine zu Bauteilen wird das Materialsystem erneut über Schmelztemperatur aufgeheizt. Im Vergleich zum Konsolidieren treten hierbei andere Abkühlraten auf, die sich auf den resultierenden Kristallisationsgrad auswirken. Neben der nicht-isothermen Kristallisation kommt es auf Grund der Kühlzeit von 300 s beim Bauteilherstellungsprozess auch zur isothermen Kristallisation. In den folgenden Abschnitten wird daher untersucht, welche Abkühlraten bei den beiden Aufheizmethoden erreicht werden und wie sich diese auf den Kristallisationsgrad im Bauteil auswirken.

4.2.3.1 Bestimmung der Abkühlraten

Die Bestimmung der Abkühlraten erfolgt im Bauteilherstellungsprozess ebenfalls mit Thermoelementen, die zuvor in das Laminat einkonsolidiert werden. In jedes Laminat werden drei Thermoelemente eingebracht, deren Verteilung und Position analog zu der bisher verwendeten Konfiguration ist (siehe Abbildung 4-19 in Abschnitt 4.1.3.1). Der Temperaturverlauf für die drei Varianten wird jeweils mit drei Laminaten gemessen.

Aus der Messung wird anschließend der Bereich extrahiert, welcher der Abkühlung der Lamine während dem Transfer und im geschlossenen Werkzeug entspricht. Dabei unterscheiden sich die Verläufe der Methoden IR-Heizfeld und Kontaktheizung.

Bei der *Aufheizmethode IR* beginnt während dem manuellen Transfer zunächst die Temperatur an der Laminatoberfläche zu sinken, während die Temperatur im Kern nur wenige Grad abfällt. Bei Kontakt mit dem Werkzeug sinkt die Temperatur an der Laminatunterseite zuerst (TE 1). Die Temperatur in der Mitte (TE 2) und an der Oberseite (TE 3) fällt mit geringerer Steigung, da das Laminat hier nur über Konvektion abkühlt. Sobald das Werkzeug mit dem Laminat in Kontakt tritt, fällt die Temperatur bei allen Thermoelementen mit derselben Steigung und erreicht innerhalb weniger Sekunden die Werkzeugtemperatur. Aus den Ergebnissen wird die mittlere Abkühlrate bestimmt. Hierfür wird der Beginn der Abkühlung mit der Entnahme aus dem Heizfeld und das Ende mit dem vollständigen Schließen des Werkzeugs gleichgesetzt. Die gemittelten Werte sind in Tabelle 4-29 dargestellt. Auf Grund der unterschiedlichen Abkühlung der Laminatunter- und oberseite (Transfer, Werkzeugkontakt einseitig, Werkzeugkontakt beidseitig) ergibt sich für die mittlere Abkühlrate eine hohe Standardabweichung.

Tabelle 4-29: Durchschnittliche Abkühlraten für die Aufheizmethode IR

	Kühlrate TE 1 [°C/min]	Kühlrate TE 2 [°C/min]	Kühlrate TE 3 [°C/min]
Mittelwert	471,40 (± 59,58)	427,39 (± 0,95)	373,39 (± 41,47)

Da sich das Laminat bei der Aufheizmethode Kontakt zwischen zwei Metallblechen befindet, welche ebenfalls mit aufgeheizt werden, findet keine direkte Abkühlung durch Konvektion während dem Transfer in das Werkzeug statt. Erst wenn das Werkzeug beim Schließen in Kontakt mit dem gesamten Aufbau tritt, sinkt die Temperatur rapide auf Grund von Konduktion. Dies resultiert in geringen Unterschieden der mittleren Abkühlraten über die Laminatdicke (TE 1 bis TE 3) sowie in geringen Standardabweichungen. Die Ergebnisse für die Aufheizmethode Kontakt sind in Tabelle 4-30 dargestellt.

Tabelle 4-30: Durchschnittliche Abkühlraten für die Aufheizmethode Kontakt

	Kühlrate TE 1 [°C/min]	Kühlrate TE 2 [°C/min]	Kühlrate TE 3 [°C/min]
Mittelwert	403,69 ($\pm 2,79$)	407,01 ($\pm 1,26$)	402,42 ($\pm 1,37$)

4.2.3.2 Validierung der Versuchsdurchführung

Für den Bauteilherstellungsprozess wird ebenfalls validiert, dass sich die Versuchsdurchführung nicht auf die Porosität auswirkt und das Morphologiemerkmal Kristallisationsgrad separat untersucht und bewertet werden kann. Dazu werden je Variante zwei hergestellte Bauteile in einer Ultraschallmessung untersucht und der resultierende durchschnittliche Porenanteil mit der entwickelten Vorgehensweise bestimmt. Die Ergebnisse der Ultraschallmessungen für die IR- und Kontakt-Prozessroute sind in Abbildung 4-75 dargestellt.

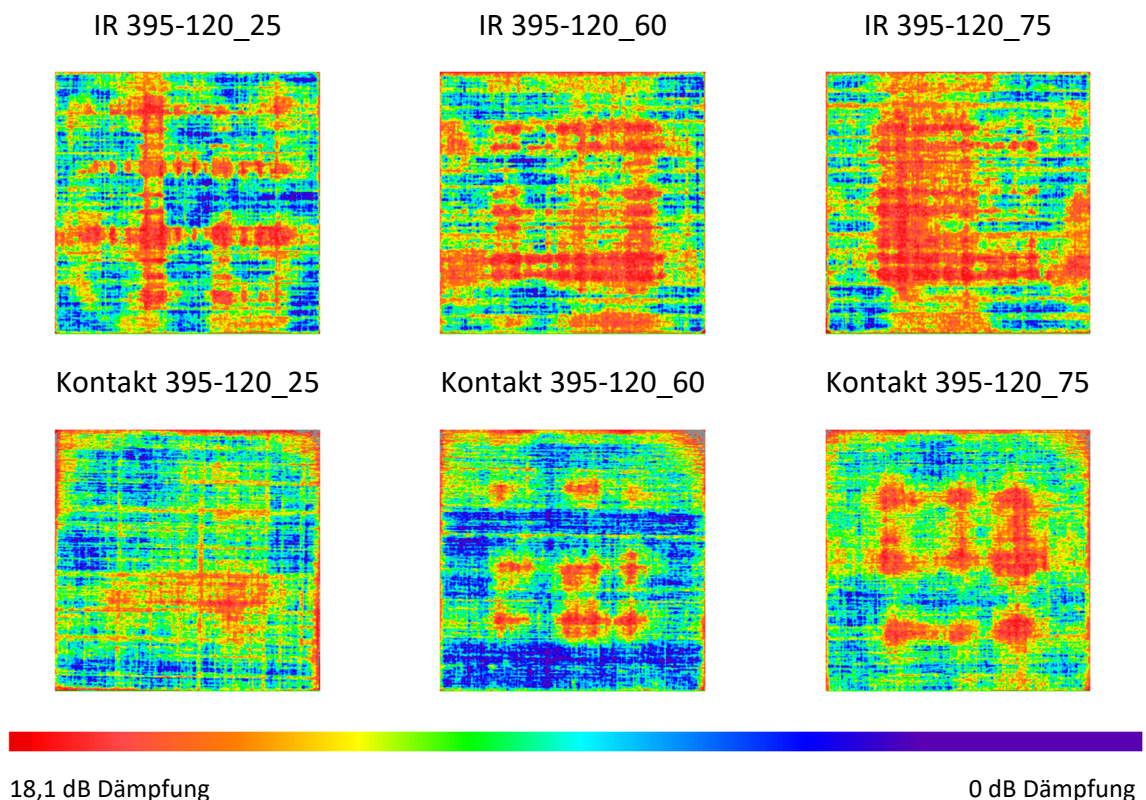


Abbildung 4-75: Ergebnisse der Ultraschallmessungen: Aufheizmethode IR (oben) und Aufheizmethode Kontakt (unten)

Die Ergebnisse für den resultierenden mittleren Porenanteil sind in Abbildung 4-76 dargestellt. Diese zeigen, dass die Porosität für alle Varianten und beide Prozessrouten auf einem vergleichbaren Niveau liegt. Der Mittelwert aller Ergebnisse beträgt 2,31 % Porenanteil bei einer Standardabweichung von 0,21 %. Daher kann ein Einfluss der Porosität auf die Untersuchungen zum Kristallisationsgrad ausgeschlossen werden.

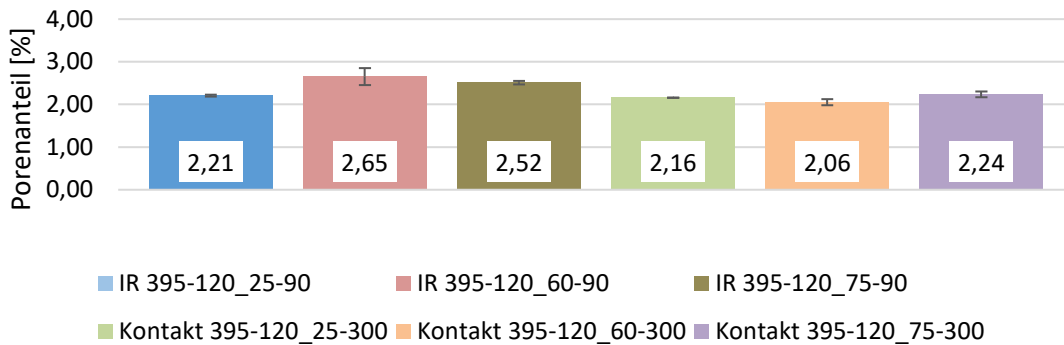


Abbildung 4-76: Porenanteil der Bauteile aus den Versuchen zum Kristallisationsgrad

4.2.3.3 Charakterisierung des Kristallisationsgrades

Der Kristallisationsgrad wird für die einzelnen Varianten im Bauteilherstellungsprozess in einer DSC-Messung bestimmt. Hierfür werden je Variante drei Proben aus zwei unterschiedlichen Bauteilen entnommen und gemessen. Die Ergebnisse für die Aufheizmethode IR und Kontakt im Bauteil sind in Abbildung 4-77 bzw. Abbildung 4-78 dargestellt. Diese zeigen darüber hinaus den Verlauf des Kristallisationsgrads vom Tape im Ausgangszustand über die konsolidierten Laminat bis zum hergestellten Bauteil.

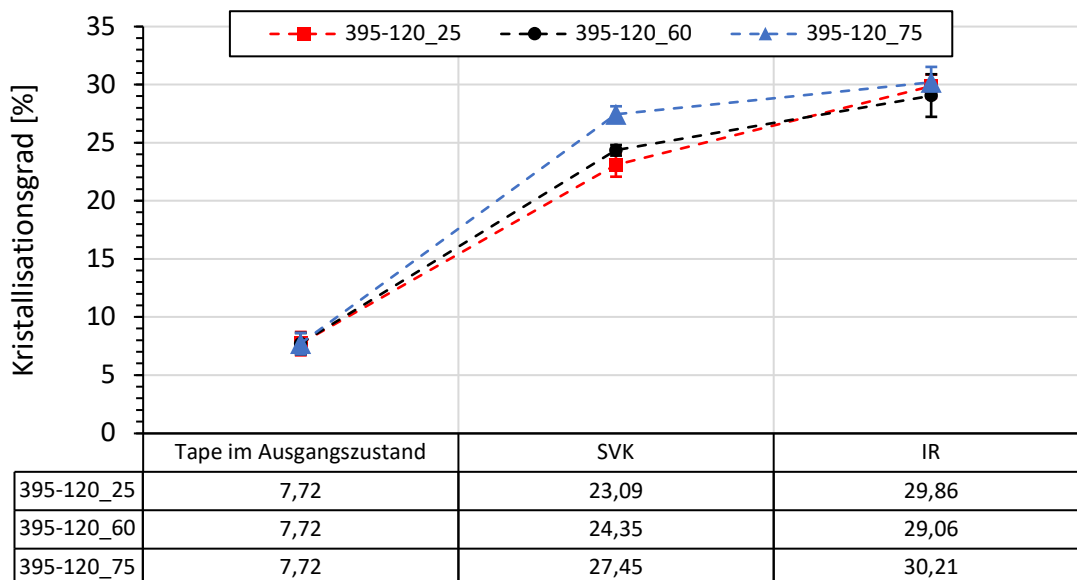


Abbildung 4-77: Veränderung des Kristallisationsgrads vom Tape, über das konsolidierte Laminat (SVK-Prozess) zum Bauteil für die Aufheizmethode IR

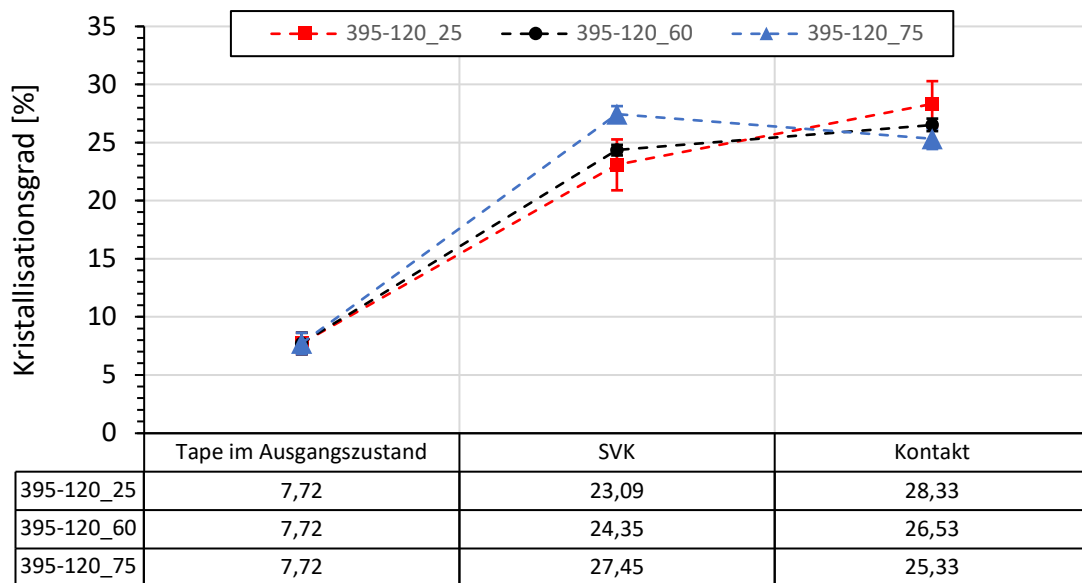


Abbildung 4-78: Veränderung des Kristallisationsgrads vom Tape, über das konsolidierte Laminat (SVK-Prozess) zum Bauteil für die Aufheizmethode Kontakt

Die Ergebnisse zeigen zunächst für den SVK-Prozess eine Tendenz zu einem höherem Kristallisationsgrad bei steigender Kühlplattentemperatur und somit geringerer Abkühlrate.

Da die Lamine beim Bauteilherstellungsprozess über ihren Schmelzpunkt aufgeheizt werden, wird die kristalline Struktur aufgelöst und bildet sich bei der Abkühlung im Werkzeug neu aus. Die Werkzeugtemperatur und Kühlzeit im Werkzeug sind für beide durchgeführten Prozessrouten identisch. Daher liegt der resultierende Kristallisationsgrad aller Varianten unter Berücksichtigung der Standardabweichung auf einem ähnlichen Niveau. Hierbei stellt die Variante 395-120_75 bei der Aufheizmethode Kontakt eine Ausnahme dar, da der Mittelwert hierbei von den anderen Mittelwerten abweicht. Unter Berücksichtigung der Standardabweichung von 0,88 % beträgt die Abweichung jedoch nur 2,59 % zum Mittelwert aus allen anderen Varianten.

Verglichen mit den Werten der Lamine aus dem SVK-Prozess nimmt der Kristallisationsgrad im Bauteilherstellungsprozess zu. Die Zunahme des Kristallisationsgrades kann auf die Kristallisationskinetik der Matrix zurückgeführt werden. Beim SVK-Prozess wird das Laminat kontinuierlich auf die Entformungstemperatur abgekühlt. Die Kristallisation verläuft hierbei nicht-isotherm. Beim Bauteilherstellungsprozess verläuft die Kristallisation hingegen isotherm bei einer Temperatur von $T = 200 \text{ °C}$ ab. Die Lamine werden mit Kühlraten $> 300 \text{ °C/min}$ auf die Werkzeugtemperatur abgeschreckt und dort für eine Kühlzeit von $t = 300 \text{ s}$ gehalten. Dies ermöglicht die isotherme Kristallisation der Matrix, entsprechend den Literaturkennwerten. Diese Art der Kristallisation ist thermodynamisch gesehen günstiger für die Molekülketten der PEKK-Moleküle, um kristalline Strukturen auszubilden. Der resultierende Kristallisationsgrad ist daher höher als bei der nicht-isothermen Kristallisation. Der Mittelwert für den Kristallisationsgrad der Bauteile aus beiden Aufheizmethoden beträgt 28,22 % bei einer Standardabweichung von 1,76 %. Hinsichtlich des Morphologiemerkmals Kristallisationsgrad kann daher festgehalten werden, dass dieses unabhängig vom Ausgangszustand und der Aufheizmethode im Bauteilherstellungsprozess homogenisiert wird.

4.2.4 Mechanische Charakterisierung in Abhängigkeit des Kristallisationsgrades

Die Untersuchung des Kristallisationsgrades für das verwendete PEKK-CF Materialsystem zeigt, wie sich die Prozessführung beim Konsolidieren und Bauteilherstellungsprozess auf den resultierenden Kristallisationsgrad auswirkt.

Im Ausgangszustand hat das Tape mit $X_c = 7,72\%$ einen vergleichsweise niedrigen Kristallisationsgrad. Dieser resultiert aus den hohen Abkühlraten bei der Tapeherstellung im Lösungsmittel- oder Pulverimprägnieren. Beim Konsolidieren im SVK-Prozess findet während der Abkühlung eine reine nicht-isotherme Kristallisation statt, wobei eine höhere Kühlplattentemperatur zu geringeren Abkühlraten führt. Damit wird auch der resultierende Kristallisationsgrad beeinflusst, welcher nach dem Konsolidieren im Durchschnitt $X_c = 23,09\%$ für 25 °C und $27,45\%$ für 75 °C Kühlplattentemperatur beträgt. Das Simulationsmodell, das für den Prozessschritt Konsolidieren entwickelt und validiert wurde, bildet den resultierenden Kristallisationsgrad mit einer geringen Standardabweichung von $1,11\%$ und damit einer hohen Vorhersagegüte ab.

Im Bauteilherstellungsprozess wird das Materialsystem mit extrem hohen Abkühlraten von über 400 °C/min auf die Werkzeugtemperatur von 200 °C abgekühlt. Auf Grund der Haltezeit von 300 s bei Werkzeugtemperatur findet bei diesem Prozessschritt eine reine isotherme Kristallisation statt. Diese Kristallisationskinetik kann das entwickelte Simulationsmodell nicht abbilden, weshalb für den Bauteilherstellungsprozess keine Parametrisierung und Validierung erfolgt. Für alle Varianten liegt der Kristallisationsgrad im Bauteil auf einem vergleichbaren Niveau und beträgt im Durchschnitt $X_c = 26,73\%$.

In diesem Abschnitt wird untersucht, wie sich diese Unterschiede im Kristallisationsgrad der Laminare und Bauteile auf die mechanischen Eigenschaften auswirken. Da das Morphologiemerkmal Kristallisationsgrad nur einen der beiden Konstituenten im betrachteten Materialsystem betrifft, ergibt sich ein Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften nur bei solchen Belastungen, bei denen die Matrixeigenschaften dominieren. Daher wird bei den Laminaten und Bauteilen zur Untersuchung des Kristallisationsgrades eine 3-Punkt Biegeprüfung nach DIN EN ISO 14125 Klasse 4 durchgeführt. Die Bezeichnung der Varianten erfolgt entsprechend dem Prozessschritt bzw. der Aufheizmethode sowie den Prozessparametern beim Konsolidieren:

Prozess/Aufheizmethode Zieltemperatur_ Haltezeit_ Kühlplattentemperatur

Beispiel für konsolidierte Laminare bei einer Zieltemperatur von 395 °C , 120 s Haltezeit und einer Kühlplattentemperatur von 75 °C : SVK 395-120_75.

Beispiel für ein weiterverarbeitetes Laminat der oben genannten Konfiguration zu einem gepressten Bauteil mit der Aufheizmethode Kontakt: Kontakt 395-120_75.

Anders als bei dem Morphologiemerkmal Porosität wird der Kristallisationsgrad nicht an jedem Probekörper einzeln bestimmt, sondern generalisiert für die gesamte Platte ermittelt, aus welcher die Probekörper entnommen werden. Für das Konsolidieren und den Bauteilherstellungsprozess sind die resultierenden Kristallisationsgrade bereits aus den jeweiligen Kapiteln bekannt.

Zur Übersicht und für den Vergleich mit den Ergebnissen der mechanischen Charakterisierung sind diese hier in Abbildung 4-79 erneut zusammengefasst.

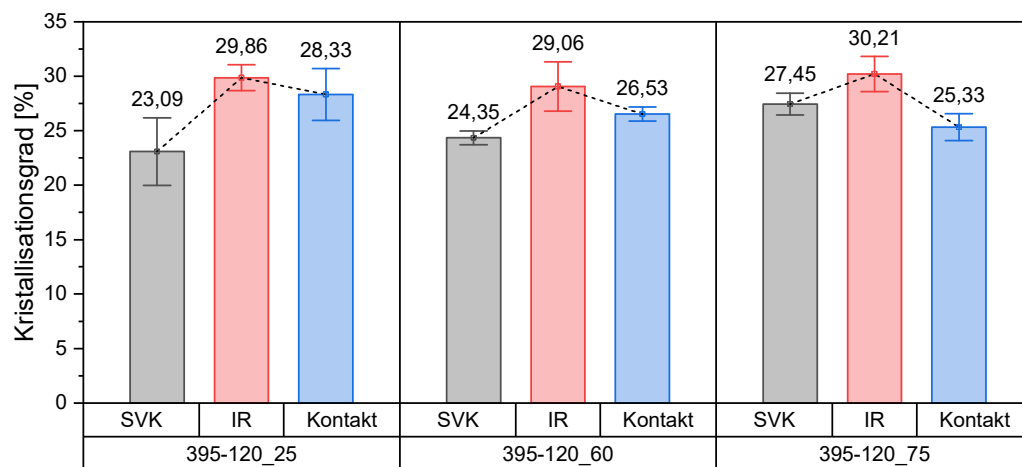


Abbildung 4-79: Kristallisationsgrad der verschiedenen Prozessparameter und -schritte

Da der Mittelwert für den resultierende Kristallisationsgrad bei der Aufheizmethode IR tendenziell höher ist als bei der Aufheizmethode Kontakt, werden die Biegeprüfungen nur für Probekörper aus den konsolidierten Laminaten und Bauteilen mit der Aufheizmethode IR durchgeführt. Je Variante werden Probekörper aus zwei Laminaten bzw. Bauteilen entnommen. Insgesamt werden je Variante acht Probekörper geprüft.

Ergebnisse und Bewertung der Biegeversuche

Die Differenz im Kristallisationsgrad zwischen den konsolidierten Laminaten und den Bauteilen nimmt mit steigender Kühlplattentemperatur beim Konsolidieren ab. Für die Variante 395-120_25 beträgt der Unterschied der gemittelten Werte 6,77 %. Bei der Variante 395-120_75 beträgt die Differenz nur noch 2,76 %.

Diese Unterschiede spiegeln sich zunächst in den Mittelwerten der Ergebnisse für das Biegemodul und die Biegefestigkeit wider. Diese sind in Abbildung 4-80 dargestellt. Die Prüfung auf Korrelation und Signifikanz mit dem Pearson-Korrelationskoeffizienten und dem t-Test ergeben für das Biegemodul einen Wert von $r = 0,95$ und für die Biegefestigkeit $r = 0,92$ sowie für beide Eigenschaften einen Wert von $p = 0,02$. Statistisch gesehen liegt somit eine Korrelation vor. Unter Berücksichtigung der Standardabweichung muss hier aber von einer Tendenz gesprochen werden, da sich die Bereiche der Standardabweichung überschneiden.

Neben den Biegeprüfungen wurden auch Zug-, Schub- und Druckversuche an den Probekörpern mit unterschiedlichem Kristallisationsgrad durchgeführt und der Korrelationskoeffizient für die Ergebnisse berechnet. Da dieser jedoch für alle weiteren Prüfungen nicht auf einen Zusammenhang hindeutet, wird auf die separate Darstellung der mechanischen Charakterisierung verzichtet.

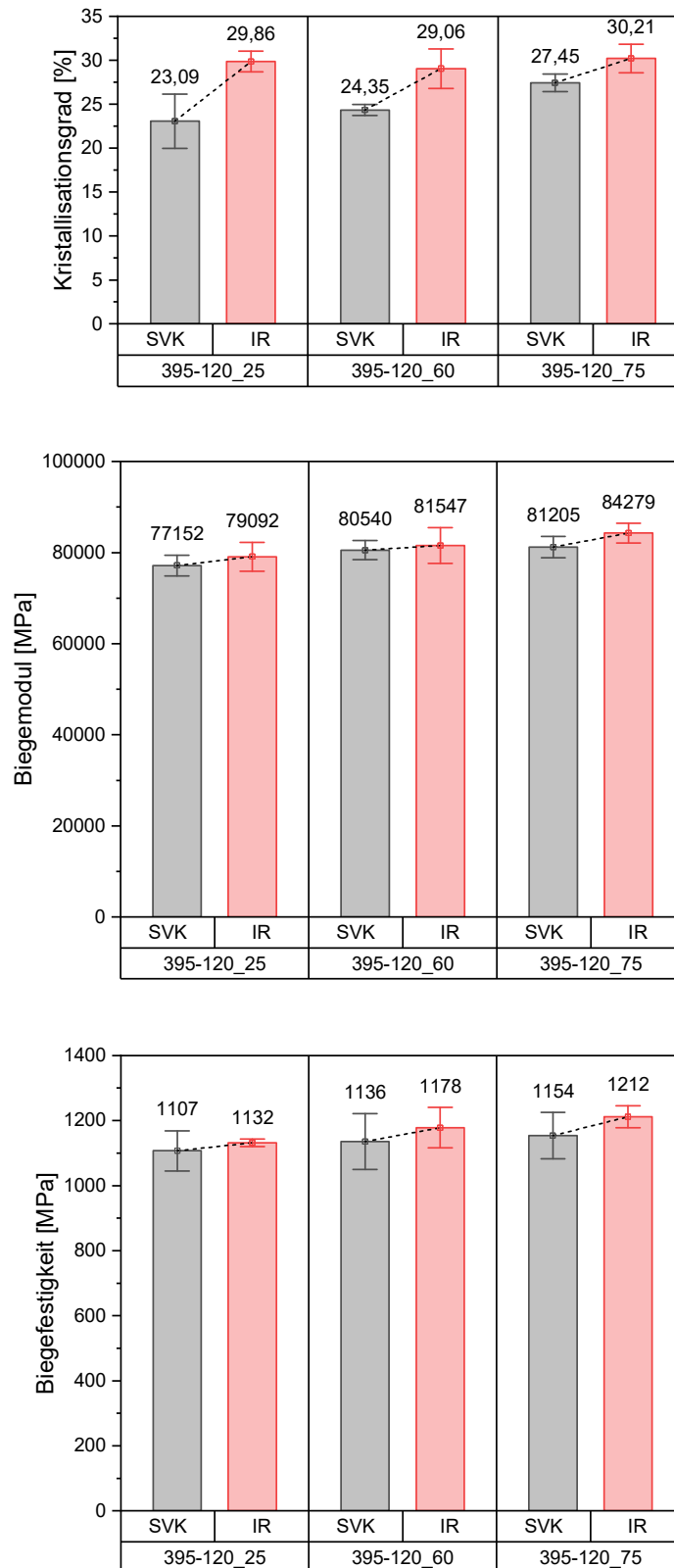


Abbildung 4-80: Ergebnisse der Biegeprüfung: Kristallisationsgrad der Platten (oben), Biegemodul (Mitte) und Biegefestigkeit (unten)

5 Zusammenfassung und Diskussion der Ergebnisse

Die Ergebnisse der umfangreichen Versuchsdurchführung zur ganzheitlichen Analyse und Charakterisierung der Morphologiemerkmale Porosität und Kristallisationsgrad entlang der Prozesskette Tapelegen – Konsolidieren – Bauteilherstellungsprozess werden in diesem Kapitel abschließend zusammengefasst und diskutiert.

Dies erfolgt für die beiden Morphologiemerkmale jeweils in einem eigenen Abschnitt. Dabei steht der Zusammenhang zwischen prozessspezifischen Parametern, dem jeweiligen Morphologiemerkmal sowie den resultierenden mechanischen Eigenschaften im Fokus. Konkret wird beschrieben, welche Parameterkombinationen sich entlang der Prozesskette auf das morphologische Merkmal auswirken und welcher Einfluss sich hieraus auf die mechanischen Eigenschaften ergibt. Das Simulationsmodell für die Vorhersage des Kristallisationsgrades beim Prozessschritt Konsolidieren mit der SVK-Anlage wird anschließend in einem separaten Abschnitt zusammengefasst und bewertet.

Im letzten Abschnitt werden die aufgestellten Hypothesen überprüft und eine Antwort auf die eingangs definierte Forschungsfrage formuliert.

5.1 Prozess – Porosität – Mechanische Eigenschaften

Für die Untersuchung der prozessspezifischen Faktoren, mit einem Einfluss auf das Morphologiemerkmal Porosität, sowie die Bewertung der Auswirkungen auf die mechanischen Eigenschaften wurden zunächst relevante Eigenschaften des Tapes im Ausgangszustand identifiziert und charakterisiert.

Aus der Literatur ist bekannt, dass die Oberflächenbeschaffenheit von UD-Tapes die Laminatverdichtung beim Konsolidieren beeinflusst. Hierbei kann eine inhomogene Oberfläche insbesondere die erforderliche Zeit bis zum Erreichen des vollständigen intimen Kontaktes verlängern. Daher wurde zunächst die *Tapedicke* als Indikator für die Oberflächenbeschaffenheit analysiert. Hierfür wurde festgestellt, dass der Mittelwert aller Messungen bei 0,21 mm liegt und damit um 0,07 mm von der angegebenen consolidated ply thickness von 0,14 mm abweicht. Dies entspricht einer Reduktion in Dickenrichtung von 33 %. Zudem beträgt die relative Standardabweichung der Ergebnisse 9,87 %.

Die Ergebnisse für die Tapedicke lassen auf eine inhomogene Oberfläche schließen. Daher wurde im Weiteren die *Oberfläche von Tapeastreifen* mit einem Scanning-Profilometer im Detail untersucht. Die Messergebnisse wurden auf zwei Ebenen betrachtet. Auf der Mikro-Ebene wurden die Rauheitskennwerte bestimmt. Der Mittelwert für R_t über alle Messungen beträgt 100,16 μm bei einer relativen Standardabweichung von 9,46 %. Der Mittelwert für R_{Sm} beträgt 0,29 mm bei einer relativen Standardabweichung von 4,93 %. Die ebenfalls hohe Standardabweichung dieser Ergebnisse bestätigt, dass die Oberflächenbeschaffenheit des verwendeten PEKK-CF Tapes eine hohe Rauigkeit aufweist. Um

den Einfluss der Oberflächenbeschaffenheit auf die Laminatverdichtung beim Konsolidieren zu modellieren, wurde das Modell nach Lee & Springer für die Laminatverdichtung verwendet. Die dafür benötigten Oberflächenparameter wurden auf der Makro-Ebene ermittelt. Hierfür wurde eine eigene Python-basierte Methode zur Bestimmung der Parameter a_0 , b_0 und w_0 entwickelt und deren Genauigkeit validiert.

Neben der Tapeoberfläche hat der Porenanteil im Ausgangszustand ebenfalls einen Einfluss auf die Lamine und Bauteile. Dieser muss während der Verarbeitung auf ein Minimum reduziert werden, das für Komponenten in der Luft- und Raumfahrt mit $< 2,5\%$ definiert ist [220]. Der prozentuale Porenanteil wurde mit zwei verschiedenen Vorgehensweisen bestimmt. Zunächst auf Basis von Dichtemessungen im Archimedes-Verfahren. Die Ergebnisse dieser Vorgehensweise ergaben einen Porenanteil von $\xi_{analyt.} = 7,65\%$ mit einer Standardabweichung von $1,22\%$. Als weitere Vorgehensweise wurde der Porenanteil an Hand von REM-Schliffbildern ermittelt. Nach diesem Verfahren liegt der Porenanteil bei $\xi_{REM,MW} = 4,43\%$ und weist eine Standardabweichung von $1,58\%$ auf. Der prozentuale Porenanteil für das Tape im Ausgangszustand wurde daher aus dem Mittelwert beider Vorgehensweisen berechnet und als Referenz für die Untersuchungen in den nachfolgenden Prozessschritten festgelegt. Insgesamt beträgt der prozentuale Porenanteil daher $\xi_{ges} = 6,04\%$ und ist über $3,5\%$ höher als das zulässige Maximum. Der Porenanteil resultiert vor allem durch Micro-Poren zwischen den Faserbündeln sowie Meso-Poren in den matrixreichen Bereichen im Tape.

Zusammengefasst wurde festgestellt, dass das verwendete PEKK-CF Tape auf Grund der hohen Rauigkeit, der unebenen Oberflächenbeschaffenheit und dem hohen Porenanteil eine große Herausforderung für die Weiterverarbeitung in einem Niederdruck-Konsolidier-Verfahren wie dem SVK-Prozess darstellt.

Bei dem ersten Schritt in der Weiterverarbeitung des Tapes, dem *Tapelegen*, stellt die Genauigkeit beim Ablegen der Tapestreifen einen relevanten prozessspezifischen Parameter dar. Hierdurch können Lücken (Gaps) zwischen zwei Streifen entstehen, die einen lokalen Hohlraum bilden und beim Konsolidieren durch transversalen Quetschfluss geschlossen werden müssen. Um den Einfluss solcher Fehler auf den resultierenden Porenanteil zu minimieren und die Genauigkeit des Legeprozesses zu optimieren, wurde eine eigene Methode entwickelt. Mit dieser können die Prozessparameter eingestellte Tapebreite und eingestellter Gap beim Tapelegen in Abhängigkeit des verwendeten Materialsystems so festgelegt werden, dass Gaps unterhalb eines ermittelten Maximums liegen.

Diese Methode wurde für das verwendete PEKK-CF Tape angewendet und validiert. Das ermittelte Maximum für einen Gap beträgt $0,40\text{ mm}$ bzw. unter Vernachlässigung des eigens auferlegten Sicherheitsfaktors ($S = 2$) $0,80\text{ mm}$. Weiterhin wurden für die eingestellte Tapebreite und für den eingestellten Gap die Werte $99,12\text{ mm}$ bzw. $0,11\text{ mm}$ festgelegt. Für diese Eingangsdaten berechnet die Methode einen maximalen Gap im Worst-Case von $1,34\text{ mm}$. Zusätzlich ergibt die Berechnung, dass 52% der Gaps kleiner als das Maximum von $0,40\text{ mm}$ und 97% kleiner als $0,80\text{ mm}$ sind. Die Validierung dieser Werte ergab, dass der maximal gemessenen Gap $1,107\text{ mm}$ beträgt und 63% der gemessenen Gaps kleiner als $0,40\text{ mm}$ bzw. 92% kleiner als $0,80\text{ mm}$ sind. Damit unterschätzt die Methode die Häufigkeit für das Maximum von $0,40\text{ mm}$ und überschätzt die Häufigkeit für den Wert $0,80\text{ mm}$. Mit wenigen Ausnahmen von 8% aller Gaps können somit unter Anwendung

der Methode die ermittelten Maxima eingehalten werden. Daher liefert die Methode einen wichtigen Beitrag, um den Einfluss der Genauigkeit beim Tapelegen auf den resultierenden Porenanteil zu minimieren.

Für den zweiten Prozessschritt, das *Konsolidieren im SVK-Prozess*, wurde zunächst verifiziert, dass die Prozessführung keinen Einfluss auf den resultierenden Porenanteil hat. Hierzu wurde gezeigt, dass der definierte Wert für den Prozessparameter Zieltemperatur homogen über die Laminatdicke und -fläche erreicht wird. Weiterhin wurde sichergestellt, dass die vorgegebene Haltezeit bei Zieltemperatur reproduzierbar eingehalten wurde. Zudem wurde für die konsolidierten Lamine nachgewiesen, dass die Prozessführung keinen Einfluss auf den Kristallisationsgrad hat und das Merkmal Porosität somit separat untersucht und bewertet werden kann.

Die prozessspezifischen Parameter mit Einfluss auf den Porenanteil reduzieren sich daher beim Konsolidieren auf die Zieltemperatur und die Haltezeit. Das Maximum des Einflusses ergibt sich an den Grenzen der Prozessfenster für diese Parameter. Für die Versuchsdurchführung wurden daher die Extremwerte vollfaktoriell miteinander kombiniert. Der Prozessparameter Zieltemperatur wurde in den zwei Stufen 375 °C sowie 395 °C und der Parameter Haltezeit bei Zieltemperatur in den zwei Stufen 1 s und 120 s variiert.

Im Rahmen der Untersuchungen wurde anschließend analysiert, ob die 8 % der resultierenden *Gaps*, die größer als das vorgegebene Maximum sind, den Porenanteil signifikant beeinflussen. Hierfür wurden Tapelege mit der Fiberforge gelegt sowie weitere Gelege manuell ohne Gaps hergestellt und alle Gelege nachfolgend im SVK-Prozess bei verschiedenen Zieltemperaturen und Haltezeiten konsolidiert. An den Stellen der Gaps wurden Probekörper entnommen und deren Porenanteil bestimmt. Die Ergebnisse haben gezeigt, dass kein signifikanter Unterschied zwischen den automatisiert und manuell hergestellten Tapelegen vorliegt. Dies zeigt, dass die unter Anwendung der Methodik resultierenden Gaps beim Tapelegen, keinen signifikanten Einfluss auf den prozentualen Porenanteil im konsolidierten Laminat haben.

Im Weiteren wurde untersucht, ob sich der mit dem Modell von Lee & Springer vorhergesagte Einfluss der Oberflächenbeschaffenheit beim Konsolidieren der Tapelege zu Laminen validieren lässt. Hierbei wurde festgestellt, dass für bestimmte Kombinationen der Oberflächenparameter interlaminare Poren auftreten, die auf Grund einer nicht abgeschlossenen Laminatverdichtung zustande kommen können. Wichtig ist, dass es sich hierbei um lokale Effekte handelt. Für das gesamte Laminat gesehen, können diese Effekte bei einer Haltezeit von einer Sekunde dennoch einen Einfluss auf die globale Porosität ausüben.

Um neben den lokalen Effekten auf Grund von Gaps und der Oberflächenbeschaffenheit, die im Rahmen der Arbeit in CT-Messungen untersucht wurden, die Analyse des gesamten Laminates zu ermöglichen, wurde eine eigene Methode auf Basis von Ultraschallmessungen entwickelt. Hierbei wird das gesamte Laminat mit Ultraschall vermessen, so dass die lokale Dämpfung als Farbwert in einer Skala und, über eine Zuordnung der Farben, als Wert in Dezibel vorliegt. Für die Korrelation mit dem jeweiligen Porenanteil wurden Probekörper aus dem Laminat entnommen und deren Porenanteil in Schlicfbildern bestimmt. Aus dem Ultraschallbild wurde für jeden Probekörper der zugehörige Bereich extrahiert

und mit einem Matlab-Tool die durchschnittliche Dämpfung ermittelt. Diesem Dämpfungswert wurde der Porenanteil aus dem Schlibbild zugeordnet. Aus der Zuordnung aller Dämpfungswerte und Porenanteile wurde eine Funktion abgeleitet, mit welcher der Porenanteil für einen bestimmten Dämpfungswert berechnet werden kann. Für jedes Ultraschallbild kann so mit dem Matlab-Tool der durchschnittliche Dämpfungswert berechnet und mit der Formel der zugehörige Porenanteil bestimmt werden.

Unter Verwendung dieser Methodik wurde der durchschnittliche Porenanteil für die verschiedenen Parameterkombinationen beim Konsolidieren berechnet. Der Porenanteil liegt zwischen 4,92 % für die Variante 375-1 und 3,69 % für die Variante 375-120. Der Porenanteil vom Tape wird daher von 6,04 % um 1,12 % bis 2,35 % reduziert. Der mittlere Porenanteil über alle Varianten beträgt 4,31 %.

Zusammengefasst zeigen die Ergebnisse, dass die Oberflächenbeschaffenheit einen zentralen Einfluss auf den resultierenden Porenanteil hat. Dies ist darauf zurückzuführen, dass sich der intime Kontakt bei der Laminatverdichtung nicht vollständig ausbildet und interlaminaire Poren im Laminat verbleiben. In Übereinstimmung mit dem Modell nach Lee & Springer sinkt der Porenanteil mit steigender Temperatur und längerer Haltezeit, wobei die Haltezeit den größeren Effekt auf den Porenanteil hat. Die Ergebnisse für den durchschnittlichen prozentualen Porenanteil, ermittelt am gesamten Laminat, spiegeln dies wider. Insgesamt wird der Porenanteil vom Tape zum konsolidierten Laminat im Mittel von 6,04 % um 1,73 % auf 4,31 % reduziert. Da auf Grund der Oberflächenbeschaffenheit interlaminaire Poren entstehen bedeutet die Reduktion gleichzeitig, dass der intralaminaire Porenanteil reduziert wird. Hierbei haben eine hohe Zieltemperatur sowie eine lange Haltezeit ebenfalls einen positiven Effekt, da sie die Diffusion der Poren begünstigen. Bei der höheren Zieltemperatur sinkt die Viskosität von 479 Pa·s um 128 Pa·s auf 351 Pa·s wodurch sich der Diffusionswiderstand reduziert. Eine längere Haltezeit ermöglicht hingegen längere Diffusionswege.

Die unter Variation der Prozessparameter Zieltemperatur und Haltezeit konsolidierten Lamine wurden im letzten Schritt der Prozesskette, dem *Bauteilherstellungsprozess*, zu zweidimensionalen Bauteilen verarbeitet. Dabei wurden Lamine aus jeder Parameterkombination mit derselben Vorgehensweise weiterverarbeitet, um zu untersuchen, wie sich der jeweilige Zustand im Laminat auf den Zustand im Bauteil auswirkt. Für die Bauteilherstellung wurden zwei verschiedenen Aufheizmethoden untersucht. Zum einen die Aufheizung in einem IR-Heizfeld. Diese ermöglicht im Allgemeinen kurze Zykluszeiten, jedoch findet das Aufheizen darin kontaktlos statt, weshalb es zum Dekonsolidieren kommen kann. Zum anderen wurde daher das Aufheizen in einem Kontaktzeitisch durchgeführt, um ein Dekonsolidieren zu verhindern. Hierbei wird das Laminat zwischen zwei Metallblechen aufgeheizt, die bei der Herstellung von dreidimensionalen Strukturen vor der Umformung wieder entfernt werden müssten.

Für den Bauteilherstellungsprozess wurde ebenfalls die Prozessführung verifiziert und auf Basis von Thermoelementmessungen gezeigt, dass die Zieltemperatur homogen erreicht wird. Weiterhin wurde auch sichergestellt, dass der Kristallisationsgrad durch die Prozessführung nicht beeinflusst wird.

Als erstes Fazit für den Einfluss der prozessspezifischen Parameter kann festgehalten werden, dass das Dekonsolidieren, das bei der IR-Aufheizmethode eintritt, keinen Einfluss auf

den resultierenden Porenanteil hat. Dies konnte mit Hilfe von Ultraschallmessungen der Bauteile, die mit dieser Aufheizmethode hergestellt wurden, gezeigt werden.

Für den resultierenden Porenanteil der Bauteile zeigt sich ein geringer Unterschied bei der Methode IR-Aufheizung für die zwei verschiedenen Zieltemperaturen beim Konsolidieren. So beträgt der Porenanteil 3,11 % bei der Zieltemperatur 375 °C und 2,33 % bei 395 °C. Der Unterschied liegt somit jedoch nur bei 0,78 % und wird daher auf Messungenauigkeiten zurückgeführt, u.a. möglich durch die Einkopplung des Ultraschalls in das Bauteil. Der Mittelwert aller Bauteile für die IR-Aufheizung beträgt insgesamt 2,72 %. Bei beiden Aufheizmethoden ist die Standardabweichung mit 0,41 % bzw. 0,08 % gering. Der resultierende durchschnittliche Porenanteil beträgt für die Kontakt-Aufheizung 2,21 %.

Zusammengefasst kann gezeigt werden, dass der Porenanteil bei der Weiterverarbeitung zum Bauteil reduziert wird. Während sich beim Konsolidieren noch Unterschiede für die verschiedenen Parameterkombinationen zeigen, wird der Porenanteil im Bauteilherstellungsprozess homogenisiert. Ausgehend von einem mittleren Porenanteil nach dem Konsolidieren von 4,31 % reduziert sich dieser im Bauteil um 1,59 % für die IR-Aufheizung bzw. 2,10 % für die Kontakt-Aufheizung. Verglichen mit dem Porenanteil im Tape von 6,04 % beträgt die gesamte Reduktion bei der Verarbeitung im Konsolidieren und der anschließenden Bauteilherstellung 3,32 % (IR-Aufheizung) bzw. 3,83 % (Kontakt-Aufheizung).

In einer abschließenden Untersuchung wurde ermittelt, wie sich die resultierenden Porenanteile der Lamine und Bauteile auf ausgewählte *mechanische Eigenschaften* auswirken. Hierfür wurden Probekörper für Zug-, Schub- und Druckprüfungen aus den Laminen und den daraus hergestellten Bauteilen entnommen. Unter Anwendung der entwickelten Methodik wurde für den Versagensbereich der Probekörper der durchschnittliche Porenanteil bestimmt und als Referenz bei der Bewertung der mechanischen Eigenschaften verwendet.

Die Analyse der mechanischen Eigenschaften der konsolidierten Lamine sowie der daraus hergestellten Bauteile in der IR- und Kontakt-Aufheizmethode hat gezeigt, dass die Porosität nur die Schubeigenschaften und die Druckfestigkeit beeinflusst. Die Überprüfung auf Korrelation mit dem Pearson-Korrelationskoeffizienten hat im Weiteren ergeben, dass die Reduktion der Eigenschaften einen nahezu linearen Zusammenhang mit dem Anstieg des Porenanteils aufweist.

Zusammengefasst zeigen die Ergebnisse, dass die Reduktion je Prozent Porenanteil beim Schubmodul 5,02 % beträgt, was vergleichbar zu den Literaturwerten von 4 % je Prozent Porenanteil ist. Bei der Druckprüfung reduziert sich die Druckfestigkeit um 11,64 % je Prozent Porenanteil, womit die Ergebnisse am oberen Rand der Vergleichswerte aus der Literatur liegen. Insgesamt verbessert der Bauteilherstellungsprozess den Schubmodul, die Schubfestigkeit sowie die Druckfestigkeit.

5.2 Prozess – Kristallisationsgrad – Mechanische Eigenschaften

Analog zur Vorgehensweise bei der Untersuchung des Morphologiemerkmals Porosität wurde auch bei der Analyse der Zusammenhänge für den Kristallisationsgrad zunächst das *Tape im Ausgangszustand* charakterisiert.

Im Kontext dieser Untersuchungen wurde festgestellt, dass das *Tape* einen Kristallisationsgrad von $X_c = 7,72\%$ bei einer Standardabweichung von $0,93\%$ aufweist. Dieser ist verglichen mit dem maximal möglichen Kristallisationsgrad von $X_c = 30\%$ gering. Die niedrige Kristallinität resultiert aus den hohen Abkühlraten bei der *Tape*-Herstellung, was im Rahmen von Untersuchungen zur Kristallisationskinetik festgestellt werden konnte. Demnach tritt ein niedriger Kristallisationsgrad vor allem bei Kühlraten $\geq 70\text{ °C/min}$ auf. Diese Kühlraten führen zu einer unvollständigen Kristallisation und damit zur kalten Kristallisation beim Wiederaufheizen des Materials. Bei hohen Kühlraten von 300 °C/min beträgt die Kristallinität durchschnittlich nur noch $X_c = 7,5\%$, was in etwa dem Kristallisationsgrad im Ausgangszustand entspricht.

Bei der Weiterverarbeitung im *Konsolidieren* wurden zunächst die erreichbaren Abkühlraten in Abhängigkeit der Kühlplattentemperaturen ermittelt. Diese stellen die prozessspezifischen Parameter dar, die den resultierenden Kristallisationsgrad definieren. Die Bestimmung erfolgte für die verschiedenen Kühlplattentemperaturen auf Basis von Thermoelementmessungen. Die Ergebnisse zeigen, dass die höchste durchschnittliche Abkühlrate $94,91\text{ °C/min}$ beträgt und bei der niedrigsten Kühlplattentemperatur von 25 °C auftritt. Die höchste Temperatur von 75 °C führt hingegen zu einer durchschnittlichen Abkühlrate von $67,45\text{ °C/min}$. Generell sind die erreichbaren Abkühlraten über die Laminatdicke homogen mit Standardabweichungen von $1,15$ bis $4,37\text{ °C/min}$. Zudem konnte gezeigt werden, dass der Porenanteil nicht durch die Versuchsdurchführung beeinflusst wird und somit die separate Bewertung des Kristallisationsgrades möglich ist.

Der resultierende Kristallisationsgrad wurde anschließend in DSC-Messungen bestimmt. Die Ergebnisse zeigen, dass die unterschiedliche Kühlplattentemperatur und die sich daraus ergebende Abkühlrate den Kristallisationsgrad beeinflusst. Bei der geringsten Temperatur von 25 °C fällt dieser auf ein Minimum von durchschnittlich $23,08\%$. Der höchste Wert beträgt durchschnittlich $27,45\%$ bei einer Kühlplattentemperatur von 75 °C .

Zusammengefasst zeigen die Ergebnisse, dass der Kristallisationsgrad mit der erreichten Abkühlrate korreliert. Je höher die Abkühlrate, desto niedriger der Kristallisationsgrad. Außerdem führt eine hohe Standardabweichung in der Abkühlrate zu einer hohen Standardabweichung im Kristallisationsgrad. Beim *Konsolidieren* wird die Kristallisation daher durch die nicht-isotherme Kristallisationskinetik des Matrixmaterials bestimmt.

Als prozessspezifische Parameter beim *Bauteilherstellungsprozess* wurden zunächst die erreichten Abkühlraten für die beiden Vorgehensweisen mit IR- und Kontakt-Aufheizung ermittelt. Die Ergebnisse zeigen, dass es hierbei zu Unterschieden auf Grund der verschiedenen Prozessführung kommt.

Bei der Aufheizmethode IR treten an den äußeren Schichten des Laminats hohe Abkühlraten von 471,40 °C/min an der Laminatunter- bzw. 373,39 °C/min an der Laminatoberseite auf. Die große Differenz von durchschnittlich 98,01 °C/min entsteht dabei durch die unterschiedliche Abkühlung während dem Transfer, dem einseitigen Werkzeugkontakt und dem vollständigem Werkzeugkontakt. Dies resultiert darüber hinaus in hohen Standardabweichungen von 59,58 °C/min für die Laminatunter- bzw. 41,47 °C/min für die Laminatoberseite. Die Abkühlung in der Laminatmitte beträgt 427,39 °C/min und weist eine geringere Standardabweichung von 0,95 °C/min auf, da sie von den äußeren Schichten umgeben ist. Daher ist die Wärmeleitfähigkeit geringer und somit auch die Abkühlung während dem Transfer und dem einseitigen Werkzeugkontakt. Bei der Aufheizmethode Kontakt zeigen die Ergebnisse eine homogenere Abkühlung da das Laminat durch die Metallbleche isoliert ist. Die Standardabweichungen liegen zwischen 1,26 und 2,79 °C/min und der Mittelwert beträgt für das gesamte Laminat 404,37 °C/min.

Zusammengefasst zeigen die Ergebnisse, dass der resultierende Kristallisationsgrad für beide Aufheizmethoden und alle Varianten auf einem vergleichbar hohen Niveau von 29,71 % für die IR-Methode bzw. 26,73 % für die Kontakt Methode liegt. Die Differenz zwischen den beiden Methoden ist auf die geringere Abkühlung bei der Aufheizmethode Kontakt während dem Transfer zurückzuführen, da sich das Laminat zwischen zwei ebenfalls aufgeheizten Metallblechen befindet. Der Kristallisationsgrad wird im Vergleich zu den konsolidierten Laminaten ebenfalls im Bauteilherstellungsprozess homogenisiert und liegt für alle Kombinationen über den Werten der konsolidierten Lamine. Die Kristallisation wird im Bauteil auf Grund der Kühlzeit von 300 s bei der Werkzeugtemperatur von 200 °C durch die isotherme Kristallisationskinetik der Matrix bestimmt.

Ein eindeutiger Zusammenhang zwischen dem Kristallisationsgrad und den im Rahmen der Arbeit untersuchten *mechanischen Eigenschaften* kann nicht festgestellt werden. Es liegt nur ein tendenzieller Zusammenhang zwischen dem Kristallisationsgrad und dem Biegemodul sowie der Biegefestigkeit vor. Die Korrelation ist statistisch gesehen vorhanden, jedoch überschneiden sich die Standardabweichungen der Ergebnisse, so dass keine eindeutige Aussage möglich ist.

5.3 Bewertung des Simulationsmodells

Für das auf den Vorarbeiten von D. Kugele und D. Dörr basierende Simulationsmodell wurden zunächst die relevanten thermischen Materialeigenschaften sowie die isotherme und nicht-isotherme Kristallisationskinetik des verwendeten Materialsystems untersucht. Dies erfolgte an Proben aus konsolidierten Laminaten. Auf Basis von Temperaturmessungen beim Konsolidieren der Tapegelege im SVK-Prozess wurden im Weiteren die Konvektions- und Strahlungskoeffizienten bestimmt. Mit den ermittelten Parametern und Kennwerten wurde das Modell anschließend parametrisiert.

Zur Validierung des Modells wurden Tapegelege im SVK-Prozess mit unterschiedlichen Abkühlraten zu Laminaten konsolidiert. Dabei wurde der Temperaturverlauf gemessen und als Input für das Simulationsmodell genutzt. Aus den konsolidierten Laminaten wurden Probekörper entnommen und in DSC-Messungen der Kristallisationsgrad bestimmt.

Die Ergebnisse wurden mit den simulativ berechneten Werten abgeglichen und als Kriterium für die Bewertung die Standardabweichung der Messwerte und Simulationsergebnisse ermittelt.

Die Abweichung der Simulation von den realen Werten liegt innerhalb der Standardabweichung der DSC-Messungen, weshalb das Modell eine sehr gute Vorhersagegüte aufweist. Somit kann es bei nicht-isothermen Temperaturverläufen, für welche die Randbedingungen Aufheiztemperatur, Werkzeugtemperatur, Umgebungstemperatur, Transfer- und Kühlzeit bekannt sind, den resultierenden Temperaturverlauf sowie den zu erwartenden Kristallisationsgrad zuverlässig berechnen.

5.4 Überprüfung der Hypothesen und Beantwortung der Forschungsfrage

Das Ziel der Arbeit war es, die prozessspezifischen Einflussgrößen auf die Morphologie kontinuierlich faserverstärkter thermoplastischer Halbzeuge zu identifizieren sowie deren Auswirkungen auf die mechanischen Eigenschaften zu bewerten. Hierbei standen die Morphologiemerkmale Porosität und Kristallisationsgrad im Fokus der Untersuchungen. Um prozessstufenübergreifende Erkenntnisse zu gewinnen, wurden diese beiden Merkmale konsequent über die Prozesskette Tapelegen – Konsolidieren – Bauteilherstellungsprozess analysiert und dabei der Einfluss verschiedener Prozessparameter auf die Änderungen der Merkmale bewertet.

Basierend auf den Ergebnissen aus Kapitel 4 wurde in den vorangegangenen Abschnitten der Zusammenhang zwischen Prozess, Morphologiemerkmal und mechanischen Eigenschaften zusammengefasst und diskutiert. Im Folgenden werden die hieraus erlangten Erkenntnisse genutzt, um die zu Beginn der Arbeit aufgestellten Hypothesen zu überprüfen und die definierte Forschungsfrage zu beantworten.

1. Hypothese:

Die Prozessparameter bei der Verarbeitung von Tapegelegten aus UD-Tapes zu Laminaten im Niederdruck-Konsolidier-Verfahren (SVK-Prozess) beeinflussen deren Morphologie im Sinne der Porosität und des Kristallisationsgrades.

Diese Hypothese kann mit den Ergebnissen aus den Abschnitten 4.1.3 und 4.2.2 verifiziert werden. Der für die Laminat berechnete Porenanteil unterscheidet sich für die verschiedenen Kombinationen der Prozessparameter Zieltemperatur und Haltezeit bei Zieltemperatur. Hierbei haben eine höhere Zieltemperatur sowie eine längere Haltezeit einen positiven Einfluss auf den prozentualen Porenanteil. Dies korreliert darüber hinaus mit den Vorhersagen auf Basis des Modells von Lee & Springer. Hierfür wurden mit einer eigens entwickelten Methode die Oberflächenparameter des verwendeten PEKK-CF Tapes ermittelt, um das Modell zu parametrisieren und die Zeit bis zur Erreichung des vollständigen intimen Kontaktes zu bestimmen. Die Berechnungen kommen zu dem Ergebnis, dass die gewählten Haltezeiten im SVK-Prozess für bestimmte Kombinationen der Oberflächenparameter zu gering sind, so dass die Laminatverdichtung nicht vollständig abgeschlossen werden kann. Daher verbleiben interlaminare Poren im Laminat, was mit der CT-Analyse von Probekörpern aus konsolidierten Laminaten belegt werden konnte.

Hinsichtlich des Kristallisationsgrades konnte gezeigt werden, dass durch Variation der Kühlplattentemperatur die Abkühlrate und damit die resultierende Kristallinität beeinflusst werden kann.

2. Hypothese:

Im Bauteilherstellungsprozess durch Stempelumformung werden unterschiedliche Porositäts- und Kristallisationsgrade von PEKK-CF Laminaten und daraus resultierende Unterschiede in den mechanischen Eigenschaften homogenisiert.

Die Überprüfung dieser Hypothese erfolgt in zwei Schritten. Im ersten Schritt wird geprüft, ob die Morphologiemerkmale im Bauteilherstellungsprozess homogenisiert werden.

Auf Basis der Ergebnisse für die Porosität und den Kristallisationsgrad, aus den Abschnitten 4.1.4 bzw. 4.2.3, kann dieser Teil der zweiten Hypothese verifiziert werden. Beim Bauteilherstellungsprozess mit der Aufheizmethode IR liegen zwar marginale Unterschiede im prozentualen Porenanteil zwischen den beiden Zieltemperaturen vor, die jedoch auf Messungenauigkeiten zurückzuführen sind. Gleiches gilt für die geringen Unterschiede im mittleren prozentualen Porenanteil zwischen den beiden Aufheizmethoden Kontakt und IR. Insgesamt wird der Porenanteil im Bauteilherstellungsprozess um ca. 30 – 50 % im Vergleich zu den konsolidierten Laminaten von durchschnittlich 4,31 % auf bis zu 2,21 % reduziert. In Bezug auf das Morphologiemerkmal Kristallisationsgrad gilt dieser Teil der zweiten Hypothese uneingeschränkt für beide Prozessrouten.

Im zweiten Schritt wird geprüft, ob in Folge der Homogenisierung der Morphologiemerkmale die daraus resultierenden mechanischen Eigenschaften ebenfalls homogenisiert werden. Basierend auf den Ergebnissen in den Abschnitten 4.1.5 und 4.2.4 kann auch dieser Teil der Hypothese verifiziert werden. Von den untersuchten mechanischen Eigenschaften zeigen insgesamt drei der sechs Kennwerte eine Sensitivität hinsichtlich der Porosität. Die Zugeigenschaften sowie der Druckmodul werden im Rahmen der hier durchgeführten Untersuchungen nicht durch den Porenanteil beeinflusst. Dahingegen verändern sich der Schubmodul, die Schubfestigkeit sowie die Druckfestigkeit in Abhängigkeit des prozentualen Porenanteils. Auf Grund der Tatsache, dass die entnommenen Probekörper aus den Laminaten einen vergleichbaren Porenanteil über die Parameterkombinationen hinweg aufweisen, liegen bereits nach dem Konsolidieren homogene Eigenschaften vor. Diese weisen jedoch für die Schubeigenschaften und die Druckfestigkeit durch den höheren Porenanteil im Laminat geringere Werte auf, als nach dem Bauteilherstellungsprozess. Die Ergebnisse für die Probekörper aus den Bauteilen sind ebenfalls zueinander homogen und unabhängig von der Parameterkombination.

Für das Morphologiemerkmal Kristallisationsgrad zeigen die Ergebnisse, dass nur ein tendenzieller Zusammenhang zu den resultierenden Biegeeigenschaften besteht. Daher ergeben sich für die unterschiedlichen Kristallisationsgrade im Laminat keine absoluten Unterschiede in der Biegefestigkeit oder dem Biegemodul. Im Bauteilherstellungsprozess wird der Kristallisationsgrad gesteigert und homogenisiert und auch die resultierenden Biegeeigenschaften liegen auf einem vergleichbaren Niveau. Auf Grund der geringen Sensitivität liegen jedoch keine signifikanten Unterschiede zwischen Laminat und Bauteil vor.

3. Hypothese:

Durch eine angepasste Kombination der Prozessparameter Zieltemperatur und Haltezeit beim Niederdruck-Konsolidier-Verfahren, kann die betrachtete Prozesskette hinsichtlich der Zykluszeit und den resultierenden mechanischen Eigenschaften optimiert werden.

Basierend auf den erzielten Ergebnissen aus den Untersuchungen der Morphologiemerkmale Porosität und Kristallisationsgrad ist festzustellen, dass die Variation der Prozessparameterkombinationen im SVK-Prozess keinen Einfluss auf die im Bauteil resultierenden Eigenschaften ausübt. Sowohl der prozentuale Porenanteil als auch der Kristallisationsgrad wird im Bauteilherstellungsprozess, unabhängig von der verwendeten Aufheizmethode, auf ein vergleichbares Niveau gebracht. Zudem zeigen auch die mechanischen Eigenschaften im Bauteil keine absoluten Unterschiede. Demzufolge, kann der SVK-Prozess zykluszeitoptimiert betrieben werden, was der Parameterkombination 375-1 entspricht.

Bei Berücksichtigung aller mechanischer Charakterisierungen kann aber die Tendenz abgeleitet werden, dass die Kombination 395-1 mit der Aufheizmethode IR zu den höchsten Mittelwerten der Eigenschaften im Bauteil führt. In Tabelle 5-1 werden daher die Morphologiemerkmale und resultierenden Zykluszeiten für diese beiden Kombinationen verglichen. Es werden jeweils die Mittelwerte der Merkmale und Zeiten dargestellt.

Tabelle 5-1: Prozessindikatoren für die Parameterkombinationen 375-1 und 395-1

Typ	Laminat (SVK-Prozess)			Bauteil (Aufheizmethode IR)		
	Porenanteil	Kristallisationsgrad	Zykluszeit	Porenanteil	Kristallisationsgrad	Gesamtzykluszeit
375-1	4,92 %	22,26 %	461 s	3,14 %	27,34 %	854 s
395-1	4,48 %	25,94 %	502 s	2,18 %	27,07 %	895 s

Die Gegenüberstellung zeigt, dass die im Mittel höheren mechanischen Eigenschaften des Typs 395-1 auf den geringeren Porenanteil im Bauteil zurückzuführen sind. Da es sich hierbei aber nur um tendenzielle Unterschiede handelt, werden die beiden dargestellten Kombinationen als gleichwertig angesehen und unterscheiden sich nur in der Zykluszeit beim Konsolidieren wobei der Unterschied 41 Sekunden beträgt. Die Typen 375-1 und 395-1 stellen daher die Prozessparameterkombinationen dar, für welche die gesamte Prozesskette hinsichtlich der Zykluszeit und den mechanischen Eigenschaften optimiert ist. Die dritte Hypothese kann somit ebenfalls verifiziert werden.

Zu Beginn der vorliegenden Arbeit wurde die zentrale Forschungsfrage gestellt, wie sich Parameterkombinationen entlang der angewendeten Prozesskette auf die Morphologie und die mechanischen Eigenschaften der hergestellten Bauteile auswirken. Zur Beantwortung dieser Frage wurden eigene Methoden entwickelt, auf das Materialsystem angewendet und validiert. In einem ganzheitlichen Ansatz wurden die Zusammenhänge untersucht und mit den Ergebnissen in Kapitel 4 detaillierte Antworten formuliert. Zusammengefasst kann am Ende festgehalten werden, dass sich Variationen in der Parameterkombination beim Niederdruck-Konsolidier-Verfahren nur auf die Morphologie der Lamine als Zwischenprodukt auswirken, jedoch keinen Effekt auf die morphologischen oder mechanischen Eigenschaften in den hergestellten Bauteilen haben.

6 Fazit und Ausblick

Die vorliegende Arbeit leistet durch den gewählten ganzheitlichen Ansatz einen wichtigen Beitrag zum Verständnis der prozessspezifischen Einflussgrößen auf die Morphologie kontinuierlich faserverstärkter thermoplastischer Halbzeuge sowie deren Auswirkungen auf die mechanischen Eigenschaften.

Auf Basis der Ergebnisse aus den Untersuchungen kann für die Morphologiemerkmale Porosität und Kristallisationsgrad das folgende Fazit gezogen werden:

Die Tapeeigenschaften, *Porosität* und Oberflächenbeschaffenheit, stellen eine Herausforderung für das Niederdruck-Konsolidier-Verfahren mit der SVK-Anlage dar. Der Porenanteil im Laminat wird auf Grund dieser Eigenschaften durch interlaminaire Poren bestimmt, wobei eine hohe Zieltemperatur und lange Haltezeit einen positiven Effekt auf den Porenanteil haben. Unabhängig vom Zustand im Laminat wird der Porenanteil bei der Bauteilherstellung homogenisiert. Für die hier betrachteten Fälle ist es daher nicht relevant, wie hoch der Porenanteil nach dem Konsolidieren ist, da er im Bauteilherstellungsprozess auf das in dieser Prozesskette mögliche Minimum reduziert wird. Hierbei liefert eine Aufheizmethode zur Vermeidung von Dekonsolidieren während dem Aufheizen keinen signifikanten Vorteil.

Beim Konsolidieren im SVK-Prozess wird der *Kristallisationsgrad* durch die nicht-isotherme Kristallisationskinetik der Matrix bestimmt und kann durch unterschiedliche Kühlplattentemperaturen beeinflusst werden. Für diesen Prozessschritt konnte das Simulationsmodell erfolgreich parametrisiert sowie validiert werden und zeigt eine hohe Vorhersagegenauigkeit mit Abweichungen von ca. 1 %. Im Bauteilherstellungsprozess wird die Kristallisation auf Grund der langen Kühlzeit durch isotherme Vorgänge bestimmt. Für den betrachteten Bereich der Kristallisationsgrade kann kein eindeutiger Zusammenhang mit den untersuchten mechanischen Eigenschaften nachgewiesen werden.

Als Fazit für den Prozess kann das Niederdruck-Konsolidier-Verfahren somit zykluszeitoptimiert durchgeführt werden. Dies führt für das Konsolidieren zu Zykluszeiten von 461 s bei der Variante 375-1 bzw. 502 s bei der Variante 395-1. Im Vergleich zu den aktuell eingesetzten Verfahren (siehe Tabelle 3-4, Abschnitt 3.2.3 auf Seite 67) stellt dies eine Reduktion von 215 Minuten (VBO), 82 Minuten (Autoklav) bzw. 13 Minuten (Presse) dar.

Die Untersuchungen im Rahmen dieser Arbeit wurden an zweidimensionalen Halbzeugen durchgeführt. Ein zukünftiger Schwerpunkt könnte daher darin bestehen, die Ergebnisse auf dreidimensionale Strukturen zu transferieren und den Einfluss der zusätzlichen Umformung auf den Porenanteil zu bewerten. Weiterhin könnte unter der Prämisse, dass der Zykluszeit-Vorteil bestehen bleibt, analysiert werden, wie sich eine noch längere Haltezeit im SVK-Prozess auf den Porenanteil auswirkt. Zusätzlich könnte ein Tape untersucht werden, das aus demselben Materialsystem (PEKK-CF) besteht aber eine geringere Oberflächenrauigkeit aufweist. Hinsichtlich des Simulationsmodells könnte in folgenden Arbeiten eine Modifikation implementiert werden, um Temperaturverläufe wie diese aus dem Bauteilherstellungsprozess mit isothermen Bereichen abzubilden.

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2-1: Prozessschema der Lösungsmittelimprägnierung [17]	5
Abbildung 2-2: Prozessschema der Prozessrouten zur Schmelzprägnierung mittels Doppelbandpresse (oben) und im Imprägnierwerkzeug (unten) [17; 18]	6
Abbildung 2-3: Prozessschemata der Prozessrouten zur Pulverimprägnierung mittels trockener Imprägnierung (oben) [19] und nasser Imprägnierung (unten) [20]	7
Abbildung 2-4: Prozessschema des Film-Stackings zur Herstellung von UD-Tapes [22] ...	8
Abbildung 2-5: Sequenzielle Prozesskette zur Verarbeitung von UD-Tapes. (Quellen Prozessschritt v.l.: Dieffenbacher, Fraunhofer ICT und KraussMaffei)	9
Abbildung 2-6: Verfahren zum Tapelegen von UD-Tapes. Beispielhafte Darstellung einer AFP Anlage (links, [34]) und ATL Anlage (rechts, [35])	10
Abbildung 2-7: Modellvorstellung der Laminatverdichtung nach Lee & Springer [38] ...	11
Abbildung 2-8: Transversaler Matrixfluss bzw. Quetschfluss und resultierende Faserverschiebung beim Konsolidieren nach [41]	13
Abbildung 2-9: Allgemeine Strukturformel eines Polyaryletherketons [44]	15
Abbildung 2-10: Vertreter der PAEK sowie deren Anteil an Keto-Verbindungen nach [74]	16
Abbildung 2-11: Thermische Eigenschaften von PAEK in Abhängigkeit des Ketoanteils [80]	16
Abbildung 2-12: a) Terephthaloyl Isomer und b) Isophthaloyl Isomer [80]	17
Abbildung 2-13: a) TT-Diade, aus zwei Terephthaloyl Molekülen und b) TI-Diade, aus einem Terephthaloyl und einem Isophthaloyl Molekül [80]	17
Abbildung 2-14: Kurven der Kristallisations-Halbzeit für PEKK Copolymere mit verschiedenen T/I-Verhältnissen im Vergleich zu PEEK [98]	19
Abbildung 2-15: Zeit bis zum Enthalpie-Peak über der Temperatur für die isotherme Kristallisation von PEKK Copolymeren mit verschiedenem T/I-Verhältnis [80]	20
Abbildung 2-16: Crosslinking-Prozess von PEEK [110]	22
Abbildung 3-1: APC (PEKK-FC) Konsolidierungszyklus im Autoklav nach [171]	32
Abbildung 3-2: APC-2 (PEEK-FC) Konsolidierungszyklus in einer Transfer-Pressenach [172]	33
Abbildung 3-3: Dieffenbacher Fiberforge im Technikum des Fraunhofer ICTs	34
Abbildung 3-4: SVK-Anlage: prototypische Umsetzung des strahlungsinduzierten Vakuumkonsolidierens	36
Abbildung 3-5: Bauteilherstellungsprozess am Fraunhofer ICT. Links: hydraulische Oberkolbenpresse DYL 630/500. Rechts: IR-Heizfeld mit Pyrometerregelung	39
Abbildung 3-6: Entstehende Querschnittsflächen bei Overlaps (links) und Gaps (rechts)	40

Abbildung 3-7: Schematische Darstellung eines Overlaps (links) und eines Overlaps mit darüber platziertem Tapestreifen (rechts)	41
Abbildung 3-8: Darstellung der Führungsgenauigkeit in y-Richtung mit Symmetrieachse des Tapes (blau), die Transportrichtung verläuft in x-Richtung.....	43
Abbildung 3-9: Schematische Darstellung der Wiederholgenauigkeit.....	44
Abbildung 3-10: Schematische Darstellung von Fall 1 $b_{\text{Tape}} = b_{\text{Soll}}$	45
Abbildung 3-11: Maximale Position in y-Richtung für Fall 1.....	45
Abbildung 3-12: Minimale Position in y-Richtung für Fall 1	46
Abbildung 3-13: Schematische Darstellung der maximalen Gapgröße für den Fall 1.....	47
Abbildung 3-14: Schematische Darstellung der minimalen Gapgröße für den Fall 1	47
Abbildung 3-15: Schematische Darstellung von Fall 2 $b_{\text{Tape}} < b_{\text{Soll}}$	48
Abbildung 3-16: Maximale Position in y-Richtung für Fall 2.....	49
Abbildung 3-17: Minimale Position in y-Richtung für Fall 2	49
Abbildung 3-18: Schematische Darstellung der maximalen Gapgröße für den Fall 2.....	49
Abbildung 3-19: Schematische Darstellung von Fall 3 $b_{\text{Tape}} > b_{\text{Soll}}$	50
Abbildung 3-20: Schematische Darstellung der maximalen Gapgröße für den Fall 3.....	50
Abbildung 3-21: Schematische Darstellung der minimalen Gapgröße für den Fall 3. Hier liegt $b_{\text{Gap,1st min}}$ als Overlap vor und wird als schraffierte Fläche dargestellt.....	51
Abbildung 3-22: Methodik zur Bestimmung der Prozessparameter beim Tapelegen in Abhängigkeit der prozess- und materialspezifischen Einflussfaktoren ..	55
Abbildung 3-23: REM-Aufnahme eines PEKK-CF Tapes (links) und isolierter Porenbereich durch Anpassung des Threshold (rechts)	57
Abbildung 3-24: Topografie der Tapeoberfläche (links) und Höhe des Profilschnitts über die Tapebreite (rechts).....	60
Abbildung 3-25: Skizze der Oberflächenwelligkeit. Tapeoberfläche als Polynom approximiert (rot), Abstand zwischen globalem Maximum und Minimum (grün), Breite eines Wellenbergs (blau), Breite eines Wellentals (orange)	61
Abbildung 3-26: Darstellung der Differenzen zwischen der realen Tapeoberfläche und dem Modell nach Lee & Springer (Erhebung = b_0 , Lücke = w_0).....	62
Abbildung 3-27: Flowchart zur Methode für die Bestimmung der Zeit t_{ic}	63
Abbildung 3-28: Bestimmung der Schmelztemperatur mittels DSC-Messung.....	65
Abbildung 3-29: Exemplarisches Ergebnis der TGA des PEKK-CF Tapes.....	66
Abbildung 4-1: Zusammenfassung der Inhalte in den Hauptabschnitten des Kapitels 4	72
Abbildung 4-2: Ergebnisse für die Messung der Tapedicke.....	74
Abbildung 4-3: Ergebnisse für die Messung der Tapebreite	75
Abbildung 4-4: Aufsicht des PEKK-CF Tapes.....	77
Abbildung 4-5: Aufsicht des PEKK-CF Tapes mit rückseitiger Beleuchtung.....	77
Abbildung 4-6: Schliffbilder des PEKK-CF Tapes mit matrixreichen Bereichen	77
Abbildung 4-7: Gemessenes Profil der Oberfläche eines Tapestreifens an Position 2 ...	78
Abbildung 4-8: Gemessenes Profil der Oberfläche eines Tapestreifens an Position 3 ...	78
Abbildung 4-9: Oberflächenprofil aus den Messdaten des Scanning-Profilometers	79
Abbildung 4-10: Ergebnis der Dichtemessung im Archimedes-Verfahren.....	82
Abbildung 4-11: Messung der Wiederholgenauigkeit beim Tapelegen	86
Abbildung 4-12: Auswertung der Wiederholgenauigkeit	86

Abbildung 4-13: Positionen der Gap Messung	87
Abbildung 4-14: Querschnitt eines Probekörpers aus der CT-Analyse mit nicht vollständig geschlossenen Gaps zwischen zwei Tapes in Lage 4 und 11	88
Abbildung 4-15: Wiederholung der schematischen Darstellung für die reale Tapebreite b_{Tape} im Vergleich zur eingestellten Tapebreite b_{Soll}	88
Abbildung 4-16: Verteilung der maximalen Gapgröße für den Fall 2 $b_{\text{Tape}} < b_{\text{Soll}}$	91
Abbildung 4-17: Verteilung der gemessenen Gaps aus den Validierungsversuchen.....	92
Abbildung 4-18: Auswertung Dicken und Gewichtsmessung der Tapegelege.....	93
Abbildung 4-19: Positionierung der Thermoelemente im Tapegelege	95
Abbildung 4-20: Temperaturkurven beim SVK-Prozess. Zieltemp.: 395 °C, Haltezeit: 120 s	96
Abbildung 4-21: Aufnahme der Infrarotkamera zur Darstellung der homogenen Temperaturverteilung über die Gelegefläche: links 375-1, rechts 395-1	97
Abbildung 4-22: Dickenmessung der Gelege (links) und der Laminare (rechts)	98
Abbildung 4-23: Messergebnisse zum Kristallisationsgrad der konsolidierten Laminare aus den Versuchen zur Untersuchung der Porosität	99
Abbildung 4-24: Oben: Schnittansicht eines Probekörpers vom Typ „Fiberforge 1“ im CT, unten: mit dem Algorithmus VGEasyPore detektierte Poren gelb markiert	101
Abbildung 4-25: Berechneter Porenanteil aus den Proben der CT-Messungen	101
Abbildung 4-26: Querschnitt aus dem CT-Bild eines Probekörpers vom Typ „Fiberforge 1“ (oben) und vom Typ „Fiberforge 2“ (unten).....	103
<i>Abbildung 4-27: Korrelation Porosität und Dämpfung auf Basis von Schlifffbildern.....</i>	<i>105</i>
Abbildung 4-28: Ergebnisse Porenanteil über Dämpfung aus Schlifffbildanalyse.....	105
<i>Abbildung 4-29: Korrelation Porosität und Dämpfung auf Basis von Dichtemessung</i>	<i>106</i>
Abbildung 4-30: Ergebnisse Porenanteil über Dämpfung aus Dichtemessung.....	107
Abbildung 4-31: Ergebnisse der Ultraschallmessungen für die konsolidierten Laminare	108
Abbildung 4-32: Berechneter durchschnittlicher Porenanteil der konsolidierten Laminare	108
Abbildung 4-33: Links: IR-Heizfeld für das kontaktlose Aufheizen im Bauteilherstellungsprozess, rechts: Zonenaufteilung der Strahlerarrays und eingestellte Leistung in Prozent	111
Abbildung 4-34: Temperaturverlauf mit zusätzlich applizierten Thermoelementen auf der Laminatoberseite (Zus. TE Oben) und -unterseite (Zus. TE Unten)	111
Abbildung 4-35: Blasenbildung als Zeichen der Dekonsolidierung an einer Laminatoberfläche nach dem Aufheizen im IR-Heizfeld.....	112
Abbildung 4-36: Thermografiebild eines Laminates nach dem Ausfahren aus dem Heizfeld	112
Abbildung 4-37: Heitzisch für das Aufheizen durch Kontakt im Bauteilherstellungsprozess.....	113
Abbildung 4-38: Temperaturverlauf für die Prozessroute mit Kontaktheitzisch und Abkühlung mit beidseitigem Werkzeugkontakt.....	113
Abbildung 4-39: Plattenwerkzeug für den Bauteilherstellungsprozess	114
Abbildung 4-40: Kristallisationsgrade der Bauteile nach dem Pressen: Aufheizung mit Infrarot (links) und Aufheizung mit Kontakt (rechts)	115

Abbildung 4-41: Vergleich der dekonsolidierten Bereiche mit den Ultraschallbildern...	116
Abbildung 4-42: Ultraschallbilder der hergestellten Bauteile für die Aufheizmethoden: IR-Heizfeld (oben), Kontaktheiztisch (unten)	117
Abbildung 4-43: Vergleich des durchschnittlichen Porenanteils für die Aufheizmethoden IR und Kontakt in Abhängigkeit der Parameter im SVK-Prozess	117
Abbildung 4-44: Veränderung des prozentualen Porenanteils vom Tape, über das konsolidierte Laminat (SVK-Prozess) zum Bauteil für die Aufheizmethode IR	118
Abbildung 4-45: Veränderung des prozentualen Porenanteils vom Tape, über das konsolidierte Laminat (SVK-Prozess) zum Bauteil für die Aufheizmethode Kontakt	119
Abbildung 4-46: Entnahme der relevanten Versagensbereiche der Probekörper aus den Ultraschallbildern des gesamten Laminats bzw. Bauteils	122
Abbildung 4-47: Vergleich des Porenanteils vom gesamten Laminat und den Probekörpern für den SVK-Prozess	123
Abbildung 4-48: Ergebnisse der Ultraschallmessung für die unterschiedlichen Prozessparameterkombinationen im SVK-Prozess	124
Abbildung 4-49: Vergleich des Porenanteils zwischen dem gesamten Bauteil und den Probekörpern für die Aufheizmethode IR	125
Abbildung 4-50: Vergleich des Porenanteils zwischen dem gesamten Bauteil und den Probekörpern für die Aufheizmethode Kontakt	125
Abbildung 4-51: Ergebnisse der Zugversuche: Porenanteil der Probekörper (oben), E- Modul (Mitte) und Zugfestigkeit (unten)	127
Abbildung 4-52: Ergebnisse der Schubversuche: Porenanteil der Probekörper (oben), Schubmodul (Mitte) und Schubfestigkeit (unten)	129
Abbildung 4-53: Ergebnisse der Druckprüfung: Porenanteil der Probekörper (oben), Druckmodul (Mitte) und Druckfestigkeit (unten)	130
Abbildung 4-54: DSC-Messung zur Bestimmung der Temperaturobergrenze	133
Abbildung 4-55: Ergebnis für die Messung der spez. Wärmekapazität des PEKK-CF Tapes	134
Abbildung 4-56: Ergebnisse der thermischen Ausdehnungsmessung	135
Abbildung 4-57: Relative Dichte in Abhängigkeit der Temperatur	135
Abbildung 4-58: Wärmeleitfähigkeit in Abhängigkeit der Temperatur	136
Abbildung 4-59: Ergebnisse der isothermen DSC-Messung für die Temperaturstufe 298 °C	137
Abbildung 4-60: Ergebnisse der nicht-isothermen DSC-Messungen	138
Abbildung 4-61: Ergebnis einer DSC-Messung des PEKK-CF Tapes	140
Abbildung 4-62: Kristallisationsgrad des PEKK-CF Tapes im Ausgangszustand	140
<i>Abbildung 4-63: Ultraschallbilder der Lamine aus der Versuchsreihe zur Untersuchung des Merkmals Kristallisationsgrad</i>	<i>143</i>
Abbildung 4-64: Porenanteil der Lamine aus den Versuchen zum Kristallisationsgrad	143
Abbildung 4-65: Kristallisationsgrad bei unterschiedlichen Abkühlraten im SVK- Prozess	144

Abbildung 4-66: Temperaturverläufe für die unterschiedlichen Kühlplattentemperaturen. 395-120_25 (oben), 395-120_60 (Mitte) und 395-120_75 (unten)	146
Abbildung 4-67: Gefittete Temperaturverläufe für die Bestimmung der Konvektions- und Strahlungskoeffizienten. Oben links: Typ 395-120_25, oben rechts: Typ 395-120_60, unten links: Typ 395-120_75.....	147
Abbildung 4-68: Aufbereitete und verwendbare Daten der isothermen DSC-Messung	148
Abbildung 4-69: Verlauf der relativen Kristallinität bei der isothermen DSC-Messung..	148
Abbildung 4-70: Fitting des Avrami Index.....	149
Abbildung 4-71: Datenaufbereitung der nicht-isothermen DSC-Messungen	149
Abbildung 4-72: Absolute Kristallinität bei der nicht-isothermen DSC-Messung	149
Abbildung 4-73: Fitting des Nakamura-Ziabicki-Modells.....	150
Abbildung 4-74: Temperaturverlauf (links) und Kristallisationsgrad (rechts) in Abhängigkeit der Zeit über die relative Laminatdicke	151
Abbildung 4-75: Ergebnisse der Ultraschallmessungen: Aufheizmethode IR (oben) und Aufheizmethode Kontakt (unten)	153
Abbildung 4-76: Porenanteil der Bauteile aus den Versuchen zum Kristallisationsgrad	154
Abbildung 4-77: Veränderung des Kristallisationsgrads vom Tape, über das konsolidierte Laminat (SVK-Prozess) zum Bauteil für die Aufheizmethode IR.....	154
Abbildung 4-78: Veränderung des Kristallisationsgrads vom Tape, über das konsolidierte Laminat (SVK-Prozess) zum Bauteil für die Aufheizmethode Kontakt	155
Abbildung 4-79: Kristallisationsgrad der verschiedenen Prozessparameter und -schritte.....	157
Abbildung 4-80: Ergebnisse der Biegeprüfung: Kristallisationsgrad der Platten (oben), Biegemodul (Mitte) und Biegefestigkeit (unten)	158

Tabellenverzeichnis

Tabelle 2-1:	Auswahl verschiedenen Prozesstechnologien zur Tape-Herstellung.....	5
Tabelle 2-2:	Verfahren zur Konsolidierung und vergleichende Bewertung nach [52; 53].....	14
Tabelle 2-3:	Thermische Eigenschaften verschiedener PAEKs [82–85]	18
Tabelle 2-4:	Kristallisationsgrad in Abhängigkeit der Abkühlrate für verschiedene PEKK Copolymere [75]	21
Tabelle 2-5:	Mechanische Eigenschaften bei 180 °C für PEKK 6002 in Abhängigkeit der Haltezeit bei 400 °C [75]	22
Tabelle 2-6:	Abgrenzung zum Stand der Wissenschaft und Technik (Überblick)	28
Tabelle 3-1:	Auszug aus dem Datenblatt von APC (PEKK-FC) [171]	31
Tabelle 3-2:	Querschnittsfläche A_{Overlap} für verschiedene Winkel α und die zugehörige Breite b_{Gap} für $A_{\text{Gap}} > A_{\text{Overlap}}$	41
Tabelle 3-3:	Übersicht der Formeln zur Berechnung der maximalen und minimalen Gaps für die Fälle 1 - 3b	53
Tabelle 3-4:	Berechnung der Zykluszeiten für Heiz- und Kühlrate.....	67
Tabelle 3-5:	Übersicht der Prozessfenster für den SVK-Prozess	68
Tabelle 3-6:	Übersicht der Prozessfenster für den Bauteilherstellungsprozess	68
Tabelle 4-1:	Statistische Auswertung der Dickenmessung des PEKK-CF Tapes	75
Tabelle 4-2:	Statistische Auswertung der Breitenmessung des PEKK-CF Tapes	76
Tabelle 4-3:	Berechnete Oberflächenparameter R_t und R_{sm} des PEKK-CF Tapes	79
Tabelle 4-4:	Flächendifferenzen zur Bewertung der Genauigkeit	80
Tabelle 4-5:	Oberflächenparameter für das PEKK-CF Tape.....	80
Tabelle 4-6:	Messprogramm der TGA zur Bestimmung des Fasermasseanteils.....	83
Tabelle 4-7:	Ermittelte Kennwerte bei der Charakterisierung des prozentualen Porenanteils im Archimedes-Verfahren.....	84
Tabelle 4-8:	Parametrisierung der Formeln zur Berechnung des minimalen Gaps ...	88
Tabelle 4-9:	Parametrisierung der Formeln zur Berechnung des maximalen Gaps ..	89
Tabelle 4-10:	Verteilung der absoluten und relativen Häufigkeiten für die Fälle 1 bis 3 bei einer eingestellten Tapebreite von 99,12 mm	89
Tabelle 4-11:	Eingangparameter und berechnete Prozessparameter für das Tapelegen	90
Tabelle 4-12:	Berechnung der maximal und minimal zu erwartenden Gaps.....	90
Tabelle 4-13:	Versuchsplan für die Untersuchung der Porosität beim Konsolidieren.	94
Tabelle 4-14:	Maximal erreichte Temperaturen im SVK-Prozess	96
Tabelle 4-15:	Erreichte Haltezeiten im SVK-Prozess	97
Tabelle 4-16:	Versuchsplan für die Analyse des Einflusses von Gaps auf die Porosität	100

Tabelle 4-17: Berechnete Ergebnisse für die Zeit bis zur Erreichung des intimen Kontaktes.....	102
Tabelle 4-18: Formeln zur Berechnung des analytischen Porenanteils auf Basis der gemessenen und analytischen Composite-Dichte	106
Tabelle 4-19: Übersicht der geprüften Prozessparameterkombinationen aus dem SVK-Prozess sowie dem Bauteilherstellungsprozess	126
Tabelle 4-20: Ermittelte Temperaturen und Enthalpien sowie der resultierende Kristallisationsgrad bei den nicht-isothermen DSC-Messungen	139
Tabelle 4-21: Versuchsplan für die Untersuchungen zum Kristallisationsgrad	141
Tabelle 4-22: Statistische Auswertung der Messergebnisse der Kühlplattentemperatur	142
Tabelle 4-23: Mittlere Abkühlrate in Abhängigkeit der Kühlplattentemperatur.....	142
Tabelle 4-24: Vergleich des Kristallisationsgrades auf Basis des Funktionsterms und der für die Lamine aus dem SVK-Prozess gemessenen Werte	145
Tabelle 4-25: Avrami Index und R-Wert für die einzelnen Temperaturstufen	149
Tabelle 4-26: Ermittelte Materialparameter des Nakamura-Ziabicki-Modells.....	150
Tabelle 4-27: Ergebnisse des Simulationsmodells für die Berechnung der Kristallinität	151
Tabelle 4-28: Vergleich der Kristallinität aus DSC-Messung und Simulationsmodell	151
Tabelle 4-29: Durchschnittliche Abkühlraten für die Aufheizmethode IR	152
Tabelle 4-30: Durchschnittliche Abkühlraten für die Aufheizmethode Kontakt.....	153
Tabelle 5-1: Prozessindikatoren für die Parameterkombinationen 375-1 und 395-1	168
Tabelle 0-1: Ergebnisse des berechneten prozentualen Porenanteils des Tapes im Ausgangszustand für die Methode auf Basis von REM-Aufnahmen.....	197
Tabelle 0-2: Messergebnisse zur Bestimmung der Führungsgenauigkeit.....	197

Literatur

- [1] Schürmann, H. (2007) *Konstruieren mit Faser-Kunststoff-Verbunden – Mit 39 Tabellen*. 2. Aufl. Berlin: Springer.
- [2] Fischer, F. J. C. (2018) *On readiness in advanced thermoplastic composite production*. Forschungsbericht / Deutsches Zentrum für Luft- und Raumfahrt.
- [3] Gilani, M.; Sinan Körpe, D. (2019) *Airline Weight Reduction to Minimize Direct Operating Cost* in: *4th International Aviation Management Conference (4th INTAVIC)*. Ankara.
- [4] Friedrich, H. E.; Kopp, G. (9.12.2008) *Trends, Bauweisen-Konzepte für neue Entwicklungen im Fahrzeugbau – FAT-Forum "CO₂-Reduzierung durch Leichtbau"*. Frankfurt.
- [5] Jiang, H. (2013) *Key Findings on Airplane Economic Life* [online]. http://www.boeing.com/assets/pdf/commercial/aircraft_economic_life_whitepaper.pdf [Zugriff am: 14. Jul. 2021].
- [6] Favaloro, M. (2018) *Thermoplastic composites in aerospace – the future looks bright – The real impediment to use of thermoplastic composites in critical control surfaces is an education gap* [online]. Composites World. <https://www.compositesworld.com/articles/thermoplastic-composites-in-aerospace-past-present-and-future> [Zugriff am: 14. Jul. 2021].
- [7] Päßler, M. (2016) *In-House Recycling Airbus: CF/PPS-Clips* [online]. Carbon Composites e.V. - AG Thermoplaste. <https://www.carbon-connected.de/Group/CCeV.AG.Thermoplaste.CC.SUeDWEST/geschuetzterAG-Bereich/File/Embedded/2FFA2D9D03BA5DD84EAD932983BCC25892> [Zugriff am: 14. Jul. 2021].
- [8] Dieffenbacher GmbH (2021) *Fiberforge – Tapegelege schneller fertigen* [online]. <https://dieffenbacher.com/de/composites/produkte/fiberforge> [Zugriff am: 2. Dez. 2021].
- [9] Coriolis Composites GmbH (2021) *Fiber Placement Machines* [online]. <https://www.coriolis-composites.com/fiber-placement-machines/> [Zugriff am: 14. Jul. 2021].
- [10] FILL Gesellschaft M.B.H. *MULTILAYER – DAS EFFIZIENTE LEGESYSTEM* [online]. <https://www.fill.co.at/de/aerospace/composites/tailored-blanks/multilayer/highlight/1526p572.html> [Zugriff am: 14. Jul. 2021].
- [11] American Society for Testing and Materials (2021) *Aerospace Material Standards* [online]. American Society for Testing and Materials. <https://www.astm.org/Standards/aerospace-material-standards.html> [Zugriff am: 14. Jul. 2021].

- [12] McCrea, T.; Leach, D.; Postera, R. (2020) *The Influence of Material and Blank on Rapid Fabrication of Continuous Fiber Reinforced Thermoplastic Composites* in: ITHC [Hrsg.] *5th International Conference & Exhibition on Thermoplastic Composites*. Bremen.
- [13] Henning, F.; Moeller, E. [Hrsg.] (2011) *Handbuch Leichtbau – Methoden, Werkstoffe, Fertigung*. München, Wien: Hanser.
- [14] Neitzel, M.; Mitschang, P.; Breuer, U. [Hrsg.] (2014) *Handbuch Verbundwerkstoffe – Werkstoffe, Verarbeitung, Anwendung*. 2. Aufl. München: Hanser.
- [15] Moeller, E. [Hrsg.] (2013) *Handbuch Konstruktionswerkstoffe – Auswahl, Eigenschaften, Anwendung*. 2. Aufl. München: Hanser.
- [16] (2010) *Handbuch Faserverbundkunststoffe – Grundlagen, Verarbeitung, Anwendungen ; mit 46 Tabellen*. 3. Aufl. Wiesbaden: Vieweg + Teubner.
- [17] Neitzel, M.; Breuer, U. (1997) *Die Verarbeitungstechnik der Faser-Kunststoff-Verbunde*. München: Hanser.
- [18] Flemming, M.; Ziegmann, G.; Roth, S. (1996) *Faserverbundbauweisen – Halbzeuge und Bauweisen*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg.
- [19] Varughese, B.; Muzzy, J.; Baucom, R. M. (1989) *Combining LaRC-TPI powder with carbon fiber by electrostatic fluidized bed coating* in: SAMPE [Hrsg.] *21. international conference of the Society for the Advancement of Materials and Process Engineering (SAMPE)*. Atlantic City, S. 536–543.
- [20] Vodermaier, A. M.; Kaerger, J. C.; Hinrichsen, G. (1993) *Manufacture of high performance fibre-reinforced thermoplastics by aqueous powder impregnation* in: *Composites Manufacturing* 4, H. 3, S. 123–132. [https://doi.org/10.1016/0956-7143\(93\)90096-Q](https://doi.org/10.1016/0956-7143(93)90096-Q)
- [21] Iyer, S. R.; Drzal, L. T. (1990) *Manufacture of Powder-Impregnated Thermoplastic Composites* in: *Journal of Thermoplastic Composite Materials* 3, H. 4, S. 325–355. <https://doi.org/10.1177/089270579000300404>
- [22] Reinhardt, M.; Kaufmann, J.; Kausch, M.; Kroll, L. (2013) *PLA-Viscose-Composites with Continuous Fibre Reinforcement for Structural Applications* in: *Procedia Materials Science* 2, S. 137–143. <https://doi.org/10.1016/j.mspro.2013.02.016>
- [23] Ostgathe, M. (1997) *Zur Serienfertigung gewebeverstärkter Halbzeuge für die Umformung*. Düsseldorf: VDI-Verl.
- [24] Tadros, A. (1994) *Mass Production of Advanced Composite Materials Technology and Economics of Consolidated Sheet Manufacturing* in: SAMPE [Hrsg.] *SAMPE Symposium*. Kyoto.
- [25] Hou, M.; Ye, L.; Lee, H. J.; Mai, Y. W. (1998) *Manufacture of a carbon-fabric-reinforced polyetherimide (CF/PEI) composite material* in: *Composites Science and Technology* 58, H. 2, S. 181–190. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(97\)00117-6](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(97)00117-6)
- [26] Mayer, C.; Wang, X.; Neitzel, M. (1998) *Macro- and micro-impregnation phenomena in continuous manufacturing of fabric reinforced thermoplastic composites* in: *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 29, H. 7, S. 783–793. [https://doi.org/10.1016/S1359-835X\(98\)00056-6](https://doi.org/10.1016/S1359-835X(98)00056-6)

- [27] Grouve, W. J. B.; Akkerman, R. (2010) *Consolidation process model for film stacking glass/PPS laminates* in: *Plastics, Rubber and Composites* 39, 3-5, S. 208–215. <https://doi.org/10.1179/174328910X12647080902457>
- [28] Joppich, T. D. (2019) *Beitrag zum Umformverhalten von PA6/CF Gelegelaminaten im nicht-isothermen Stempelumformprozess*. Karlsruhe: Karlsruher Institut für Technologie (KIT).
- [29] Peters, S. T. [Hrsg.] (1998) *Handbook of composites*. 2. Aufl. London: Chapman & Hall.
- [30] Beresheim, G. (2002) *Thermoplast-Tapelegen – Ganzheitliche Prozessanalyse und -entwicklung*. Kaiserslautern: IVW.
- [31] Steeg, M. (2017) *Wirtschaftlichkeit und flexible Herstellung von Organogelegen mittels Thermoplast-Tapelegen in Hochgeschwindigkeit* in: Veranstaltung der VDI Wissensforum GmbH [Hrsg.] *Composites effizient verarbeiten 2017*. Heidelberg.
- [32] MAI innovative automation *Tape-Legeanlage für Organobleche und UD-Tapes – Eine Verbindung für die Zukunft !* [online]. <https://www.m-a-i.de/blog-post/tape-legeanlage-fuer-organobleche-und-ud-tapes-eine-verbinding-fuer-die-zukunft/> [Zugriff am: 16. Jul. 2021].
- [33] Boikon B.V: *Automated Tape Layer – Automated Tape Laying Machine Falko ATL* [online]. <https://www.falko-technologies.com/our-products/automated-tape-layer/> [Zugriff am: 16. Jul. 2021].
- [34] Sloan, J. (2019) *JEC World 2019 preview: Victrex and Coriolis* [online]. <https://www.compositesworld.com/products/jec-world-2019-preview-victrex-and-coriolis> [Zugriff am: 16. Jul. 2021].
- [35] M.Torres Diseños Industriales SAU (2017) *New 2D Integrated Torreslayup System – An essential contribution to provide consistently highest quality at lowest parts cost gained by a lower invest and increased productivity* [online]. <https://www.mtorres.es/en/communication/news/new-2d-integrated-torreslayup-system> [Zugriff am: 16. Jul. 2021].
- [36] Thomann, U. I. (2003) *Direct stamp forming of non-consolidated carbon/thermoplastic fibre commingled yarns*. ETH Zurich.
- [37] Gutowski, T. G. [Hrsg.] (1997) *Advanced composites manufacturing*. New York, Chichester, Weinheim, Brisbane, Singapore, Toronto: John Wiley & Sons Inc.
- [38] Lee, W. I.; Springer, G. S. (1987) *A Model of the Manufacturing Process of Thermoplastic Matrix Composites* in: *Journal of Composite Materials* 21, H. 11, S. 1017–1055. <https://doi.org/10.1177/002199838702101103>
- [39] Ageorges, C.; Ye, L. (2002) *Fusion Bonding of Polymer Composites*. London: Springer.
- [40] Vojuckij, S. S. (1963) *Autohesion and adhesion of high polymers*. New York: Wiley.
- [41] Hou, M. (1993) *Zum Thermoformen und Widerstandsschweißen von Hochleistungsverbundwerkstoffen mit thermoplastischer Matrix* [Dissertation]. Universität Kaiserslautern.
- [42] Stanley, W. F.; Mallon, P. J. (2006) *Intraply shear characterisation of a fibre reinforced thermoplastic composite* in: *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 37, H. 6, S. 939–948. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2005.03.017>

- [43] Colton, J.; Muzzy, J.; Birger, S.; Yang, H.; Norpoth, L. (1992) *Processing parameters for consolidating PEEK/carbon fiber (APC-2) composites* in: *Polymer Composites* 13, H. 6, S. 421–426. <https://doi.org/10.1002/pc.750130604>
- [44] Domininghaus, H. et al. [Hrsg.] (2012) *Kunststoffe – Eigenschaften und Anwendungen ; mit 275 Tabellen*. 8. Aufl. Heidelberg u.a: Springer.
- [45] Hsiao, B. S.; Chang, I. Y.; Sauer, B. B. (1991) *Isothermal crystallization kinetics of poly(ether ketone ketone) and its carbon-fibre-reinforced composites* in: *Polymer* 32, H. 15, S. 2799–2805. [https://doi.org/10.1016/0032-3861\(91\)90111-U](https://doi.org/10.1016/0032-3861(91)90111-U)
- [46] Chang, I. Y.; Hsiao, B. S. (1991) *Thermal properties of high performance thermoplastic composites based on poly(ether ketone ketone) (PEKK)* in: Society for the Advancement of Material and Process Engineering [Hrsg.] *International SAMPE Symposium*. Corvina.
- [47] Hsiao, B. S.; Gardner, K. H.; Cheng, S. Z. D. (1994) *Crystallization of poly(aryl ether ketone ketone) copolymers containing terephthalate/isophthalate moieties* in: *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics* 32, H. 16, S. 2585–2594. <https://doi.org/10.1002/polb.1994.090321604>
- [48] Da Vasconcelos, G. C.; Mazur, R. L.; Botelho, E. C.; Rezende, M. C.; Costa, M. L. (2010) *Evaluation of crystallization kinetics of polymer of poly (ether-ketone-ketone) and poly (ether-ether-ketone) by DSC* in: *Journal of Aerospace Technology and Management* 2, H. 2, S. 155–162. <https://doi.org/10.5028/jatm.2010.02026310>
- [49] Kishore, V.; Ajinjeru, C.; Duty, C. (2017) *RHEOLOGICAL CHARACTERISTICS OF FIBER REINFORCED POLY(ETHER KETONE KETONE) (PEKK) FOR MELT EXTRUSION ADDITIVE MANUFACTURING* in: Society for the Advancement of Material and Process Engineering - North America [Hrsg.]. Seattle.
- [50] Chelaghma, S. A. et al. (2020) *Identification of isothermal crystallization kinetics of poly(ether-ketone-ketone) based on spherulite growth measurements and enthalpic data* in: *POLYMER CRYSTALLIZATION* 3, H. 4. <https://doi.org/10.1002/pcr2.10141>
- [51] Agius, S. L.; Magniez, K.; Fox, B. L. (2013) *Cure behaviour and void development within rapidly cured out-of-autoclave composites* in: *Composites Part B: Engineering* 47, S. 230–237. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2012.11.020>
- [52] Baumgärtner, S. (12.07.2017) *Beitrag zur Konsolidierung von thermoplastischen Hochleistungsfaserverbundwerkstoffen* [Dissertation]. Karlsruher Institut für Technologie KIT.
- [53] Baumgärtner, S.; Lohr, C.; Henning, F. (2016) *Development of a novel consolidation process for continuous-fiber-reinforced thermoplastics* in: . Augsburg: MAI Carbon Cluster Management GmbH.
- [54] Ye, L.; Chen, Z.-R.; Lu, M.; Hou, M. (2005) *De-consolidation and re-consolidation in CF/PPS thermoplastic matrix composites* in: *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 36, H. 7, S. 915–922. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2004.12.006>
- [55] Joppich, T.; Doerr, D.; van der Meulen, L.; Link, T.; Hangs, B.; Henning, F. *Layup and process dependent wrinkling behavior of PPS/CF UD tape-laminates during non-isothermal press forming into a complex component* in: , S. 170012.

- [56] Deinzer, G. et al. (2018) *BMBF Leuchtturmprojekt SMiLE – Werkstoff- und Prozesstechnologie zur kostenoptimierten Fertigung von endlosfaserverstärkten Kunststoffmodulen* in: . Düsseldorf: VDI Verlag GmbH, S. 293–303.
- [57] Müller, T. (2011) *Methodik zur Entwicklung von Hybridstrukturen auf Basis faserverstärkter Thermoplaste*. Erlangen: LKT.
- [58] Oberman, C. (2008) *Großserientauglicher Leichtbau mit Hybridbauteilen aus endlosfaserverstärkten Thermoplasten*. Fürth.
- [59] Al-Sheyyab, A.; Müller, T.; Kühnert, I.; Schamchtenberg, E. (2007) *In-Mold-Forming: Kurzer Prozess bei hybriden Strukturen*. in: *Kunststoffe* 97, H. 12, S. 120–124.
- [60] Würtele, M.; Holzinger, G. P.; Schneeberger, M. (2012) *Effiziente Verarbeitungsverfahren für kunststoffbasierte Hybridbauteile in der Großserie* in: . Hannover: Europ. Forschungsges. für Blechverarbeitung e.V.
- [61] Thienel, M. (09.05.2017) *Organosheet – The Future for Lightweight Doors in Mass Production – Composites Effizient verarbeiten - optimierte Prozesse auf dem Weg zur Serienfertigung*. Heidelberg.
- [62] Bonner, W. H., JR.; Wilmington, D. (1959-10-27) *Aromatic polyketones and preparation thereof – Patentschrift*. US3065205A, eingetragen 27. Okt. 1959, veröffentlicht 20. Nov. 1962.
- [63] Goodman, I.; McIntyre, J. E.; Russel, W. (1964) *Polymeric ketones – Patentschrift*. GB971227.
- [64] Salek, M. H.; Hoa, S. V. (2005) *Effects of processing parameters on the mechanical properties of carbon/PEKK thermoplastic composite materials* [Masterarbeit]. Concordia University. <https://spectrum.library.concordia.ca/id/eprint/8442/1/MR04429.pdf> [Zugriff am: 27. Mrz. 2022].
- [65] Cogswell, F. N. (1987) *The Processing Science of Thermoplastic Structural Composites* in: *International Polymer Processing* 1, H. 4, S. 157–165. <https://doi.org/10.3139/217.870157>
- [66] Jones, D. P.; Leach, D. C.; Moore, D. R. (1985) *Mechanical properties of poly(ether-ether-ketone) for engineering applications* in: *Polymer* 26, H. 9, S. 1385–1393. [https://doi.org/10.1016/0032-3861\(85\)90316-7](https://doi.org/10.1016/0032-3861(85)90316-7)
- [67] Leach, D. C.; Moore, D. R. (1985) *Toughness of aromatic polymer composites reinforced with carbon fibres* ☆ in: *Composites Science and Technology* 23, H. 2, S. 131–161. [https://doi.org/10.1016/0266-3538\(85\)90049-1](https://doi.org/10.1016/0266-3538(85)90049-1)
- [68] Leach, D. C.; Curtis, D. C.; Tamplin, D. R. (1987) *Delamination Behavior of Carbon Fiber/Poly(etheretherketone) (PEEK) Composites* in: Johnston, N. J. [Ed.] *Toughened composites: Symposium on Toughened Composites*. Philadelphia, Pa., W. Conshohocken, Pa.: American Society for Testing and Materials; ASTM International, pp. 358–380.
- [69] Denault, J.; Dumouchel, M. (1998) *Consolidation Process of PEEK/Carbon Composite for Aerospace Applications* in: *Advanced Performance Materials* 5, 1/2, S. 83–96. <https://doi.org/10.1023/A:1008638105370>

- [70] El Kadi, H.; Denault, J. (2001) *Effects of Processing Conditions on the Mechanical Behavior of Carbon-Fiber-Reinforced PEEK* in: Journal of Thermoplastic Composite Materials 14, H. 1, S. 34–53. <https://doi.org/10.1106/XDX9-U8K4-E0PM-70MX>
- [71] Ferrara, J. A.; Seferis, J. C.; Vassilatos, G. (1991) *Processing characteristics of PEKK matrices and their composites* in: Carri, R. L. [Ed.] *Advanced materials - affordable processes: Concord Resort Hotel, Kiamesha Lake, New York, October 21 - 24, 1991*. Covina, Calif.: SAMPE Internat. Business Office, pp. 1137–1148.
- [72] Bucher, R. A.; Hinkley, J. A. (1992) *Fiber/Matrix Adhesion in Graphite/PEKK Composites* in: Journal of Thermoplastic Composite Materials 5, H. 1, S. 2–13. <https://doi.org/10.1177/089270579200500101>
- [73] Gardiner, G. (2018) *PEEK vs. PEKK vs. PAEK and continuous compression molding – Suppliers of thermoplastics and carbon fiber chime in regarding PEEK vs. PEKK, and now PAEK, as well as in-situ consolidation – the supply chain for thermoplastic tape composites continues to evolve*. [online]. <https://www.compositesworld.com/articles/peek-vs-pekk-vs-paek-and-continuous-compression-molding> [Zugriff am: 27. Mrz. 2022].
- [74] Spahr, T. (19.10.2015) *An Introduction to the Polyether Ketone Ketone (PEKK) Co-Polymer*.
- [75] Choupin, T. (07.12.2017) *Mechanical performances of PEKK thermoplastic composites linked to their processing parameters* [Dissertation]. ParisTech. <https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-01882121/document> [Zugriff am: 31. Mrz. 2022].
- [76] Hay, J. N.; Kemmish, D. J.; Langford, J. I.; Rae, A. I. M. (1984) *The structure of crystalline PEEK* in: Polymer Communications (Guildford, England) 25, H. 6, S. 175–178.
- [77] Radhakrishnan, S.; Saini, D. R. (1993) *Polymer-induced crystallization of inorganic salts II. PEO-CaCl₂, PEO-K₂CO₃ and PEO-CaCO₃* in: Journal of Crystal Growth 129, 1-2, S. 191–201. [https://doi.org/10.1016/0022-0248\(93\)90448-6](https://doi.org/10.1016/0022-0248(93)90448-6)
- [78] Abraham, R. J.; Haworth, I. S. (1991) *Molecular modelling of poly(aryl ether ketones): 2. Chain packing in crystalline PEK and PEEK* in: Polymer 32, H. 1, S. 121–126. [https://doi.org/10.1016/0032-3861\(91\)90571-Y](https://doi.org/10.1016/0032-3861(91)90571-Y)
- [79] Jog, J. P.; Nadkarni, V. M. (1986) *Crystallization kinetics of polyaryl ether ketones* in: Journal of Applied Polymer Science 32, H. 1, S. 3317–3322. <https://doi.org/10.1002/app.1986.070320133>
- [80] Gardner, K. H.; Hsiao, B. S.; Matheson, R. R.; Wood, B. A. (1992) *Structure, crystallization and morphology of poly(aryl ether ketone ketone)* in: Polymer 33, H. 12, S. 2483–2495. [https://doi.org/10.1016/0032-3861\(92\)91128-O](https://doi.org/10.1016/0032-3861(92)91128-O)
- [81] Spahr, T. (2017) *Attributes of PEKK co-polymer based composites – Characteristics of the PEKK co-polymer*.
- [82] Arkema (2013) *KEPSTAN 6000 Series – Technical Data Sheet*.
- [83] Arkema (2013) *KEPSTAN 7000 Series – Technical Data Sheet*.
- [84] Arkema (2013) *KEPSTAN 8000 Series – Technical Data Sheet*.
- [85] Victrex (2013) *PEEK 450G – Technical Data Sheet*.
- [86] Kocic, N. (01.06.2015) *Bestimmung des Keimbildungsexponenten für die Kristallisation von Polymeren durch nicht-isotherme DSC-Analysen* [Dissertation]. Universität

- Würzburg. https://opus.bibliothek.uni-wuerzburg.de/opus4-wuerzburg/front-door/deliver/index/docId/11395/file/Kocic_Nikola_Kristallisation.pdf [Zugriff am: 2. Apr. 2022].
- [87] McPherson, A. (2009) *Introduction to macromolecular crystallography*. 2. ed. Hoboken, N.J.: Wiley-Blackwell.
- [88] Eyerer, P.; Hirth, T.; Elsner, P. (2008) *Polymer Engineering – Technologien und Praxis*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg.
- [89] Dawson, P. C.; Blundell, D. J. (1980) *X-ray data for poly(aryl ether ketones)* in: *Polymer* 21, H. 5, S. 577–578. [https://doi.org/10.1016/0032-3861\(80\)90228-1](https://doi.org/10.1016/0032-3861(80)90228-1)
- [90] Blundell, D. J.; Osborn, B. N. (1983) *The morphology of poly(aryl-ether-ether-ketone)* in: *Polymer* 24, H. 8, S. 953–958. [https://doi.org/10.1016/0032-3861\(83\)90144-1](https://doi.org/10.1016/0032-3861(83)90144-1)
- [91] Blundell, D. J.; Bayon, V. (1993) *The crystal structure of poly(ether ketone) copolymers* in: *Polymer* 34, H. 7, S. 1354–1360. [https://doi.org/10.1016/0032-3861\(93\)90845-2](https://doi.org/10.1016/0032-3861(93)90845-2)
- [92] Cheng, S. Z. D.; Ho, R.-M.; Hsiao, B. S.; Gardner, K. H. (1996) *Polymorphism and crystal structure identification in poly(aryl ether ketone)s* in: *Macromolecular Chemistry and Physics* 197, H. 1, S. 185–213. <https://doi.org/10.1002/macp.1996.021970115>
- [93] Gardner, K. H.; Hsiao, B. S.; Faron, K. L. (1994) *Polymorphism in poly(aryl ether ketone)s* in: *Polymer* 35, H. 11, S. 2290–2295. [https://doi.org/10.1016/0032-3861\(94\)90763-3](https://doi.org/10.1016/0032-3861(94)90763-3)
- [94] Ho, R.-M.; Cheng, S. Z. D.; Hsiao, B. S.; Gardner, K. H. (1995) *Crystal Morphology and Phase Identification in Poly(aryl ether ketone)s and Their Copolymers. 3. Polymorphism in a Polymer Containing Alternated Terephthalic Acid and Isophthalic Acid Isomers* in: *Macromolecules* 28, H. 6, S. 1938–1945. <https://doi.org/10.1021/ma00110a030>
- [95] Hsiao, B. S.; Ho, R.-M.; Cheng, S. Z. D. (1995) *Time-resolved synchrotron X-ray study of crystalline phase transition in poly(aryl ether ketone) containing alternated terephthalic/isophthalic moieties* in: *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics* 33, H. 17, S. 2439–2447. <https://doi.org/10.1002/polb.1995.090331715>
- [96] Blundell, D. J.; Newton, A. B. (1991) *Variations in the crystal lattice of PEEK and related para-substituted aromatic polymers: 2. Effect of sequence and proportion of ether and ketone links* in: *Polymer* 32, H. 2, S. 308–313. [https://doi.org/10.1016/0032-3861\(91\)90019-F](https://doi.org/10.1016/0032-3861(91)90019-F)
- [97] Quiroga Cortés, L.; Caussé, N.; Dantras, E.; Lonjon, A.; Lacabanne, C. (2016) *Morphology and dynamical mechanical properties of poly ether ketone ketone (PEKK) with meta phenyl links* in: *Journal of Applied Polymer Science* 133, H. 19, n/a-n/a. <https://doi.org/10.1002/app.43396>
- [98] Reber III, R.; Koo, B.; Liu, D. (04112019) *Polyetherketoneketone (PEKK), a Versatile Ultra-polymer for Additive Manufacturing* in: *SAMPE 2019 - Charlotte, NC*. SAMPE.
- [99] Frick, A.; Stern, C. (2006) *DSC-Prüfung in der Anwendung*. München: Hanser.
- [100] Ehrenstein, G. W.; Riedel, G.; Trawiel, P. (2004) *Thermal analysis of plastics – Theory and practice*. Munich: Hanser.

- [101] Spruiell, J. E. (2005) *A REVIEW OF THE MEASUREMENT AND DEVELOPMENT OF CRYSTALLINITY AND ITS RELATION TO PROPERTIES IN NEAT POLY(PHENYLENE SULFIDE) AND ITS FIBER REINFORCED COMPOSITES*. Oak Ridge National Lab. (ORNL), Oak Ridge, TN (United States) ORNL/TM-2004/304. <https://www.osti.gov/biblio/885940>.
- [102] Tregub, A.; Harel, H.; Marom, G.; Migliaresi, C. (1993) *The influence of thermal history on the mechanical properties of poly(ether ether ketone) matrix composite materials* in: *Composites Science and Technology* 48, 1-4, S. 185–190. [https://doi.org/10.1016/0266-3538\(93\)90135-4](https://doi.org/10.1016/0266-3538(93)90135-4)
- [103] Tregub, A.; Harel, H.; Marom, G. (1994) *Thermal treatment effects on the crystallinity and the mechanical behaviour of carbon fibre-poly(ether ether ketone) composites* in: *Journal of Materials Science Letters* 13, H. 5, S. 329–331. <https://doi.org/10.1007/BF00420788>
- [104] Parnas, R. S.; Phelan, F. R., JR. (1991) *The effect of heterogeneous porous media on mold filling in resin transfer molding* in: *SAMPE Quarterly (Society for the Advancement of Material and Process Engineering)* 22, H. 2, S. 53–60.
- [105] Gourichon, B.; Deléglise, M.; Binetruy, C.; Krawczak, P. (2008) *Dynamic void content prediction during radial injection in liquid composite molding* in: *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 39, H. 1, S. 46–55. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2007.09.008>
- [106] Schell, J.; Deleglise, M.; Binetruy, C.; Krawczak, P.; Ermanni, P. (2007) *Numerical prediction and experimental characterisation of meso-scale-voids in liquid composite moulding* in: *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 38, H. 12, S. 2460–2470. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2007.08.005>
- [107] Kuentzer, N.; Simacek, P.; Advani, S. G.; Walsh, S. (2007) *Correlation of void distribution to VARTM manufacturing techniques* in: *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 38, H. 3, S. 802–813. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2006.08.005>
- [108] Liu, Y.; Moulin, N.; Bruchon, J.; Liotier, P.-J.; Drapier, S. (2016) *Towards void formation and permeability predictions in LCM processes: A computational bifluid–solid mechanics framework dealing with capillarity and wetting issues* in: *Comptes Rendus Mécanique* 344, 4-5, S. 236–250. <https://doi.org/10.1016/j.crme.2016.02.004>
- [109] Patiño Arcila, I. D.; Power, H.; Nieto Londoño, C.; Flórez Escobar, W. F. (2016) *Boundary element simulation of void formation in fibrous reinforcements based on the Stokes–Darcy formulation* in: *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering* 304, S. 265–293. <https://doi.org/10.1016/j.cma.2016.02.010>
- [110] Staffan Lundström, T.; Frishfelds, V.; Jakovics, A. (2010) *Bubble formation and motion in non-crimp fabrics with perturbed bundle geometry* in: *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 41, H. 1, S. 83–92. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2009.05.012>
- [111] Potter, K.; Khan, B.; Wisnom, M.; Bell, T.; Stevens, J. (2008) *Variability, fibre waviness and misalignment in the determination of the properties of composite materials and structures* in: *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 39, H. 9, S. 1343–1354. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2008.04.016>

- [112] Huang, H.; Talreja, R. (2005) *Effects of void geometry on elastic properties of unidirectional fiber reinforced composites* in: *Composites Science and Technology* 65, H. 13, S. 1964–1981. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2005.02.019>
- [113] Kang, K.; Koelling, K. (2004) *Void transport in resin transfer molding* in: *Polymer Composites* 25, H. 4, S. 417–432. <https://doi.org/10.1002/pc.20035>
- [114] Lundström, T. S. (1996) *Bubble transport through constricted capillary tubes with application to resin transfer molding* in: *Polymer Composites* 17, H. 6, S. 770–779. <https://doi.org/10.1002/pc.10669>
- [115] Hou, M.; Weger, D. de (2011) *Optimisation of Manufacturing Conditions of Carbon Fibre Reinforced Polyetherketoneketone (PEKK) Composite* in: *Advanced Materials Research* 399-401, S. 289–293. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.399-401.289>
- [116] Judd, N. C. W.; Wright, W. W. (1978) *Voids and Their Effects on the Mechanical Properties of Composites - An Appraisal* in: *SAMPE Journal* 14, H. 1, S. 10–14.
- [117] Kardos, J. L.; Duduković, M. P.; Dave, R. (1986) *Void growth and resin transport during processing of thermosetting — Matrix composites* in: Benoit, H. et al. [Hrsg.] *Epoxy resins and composites*. Berlin: Springer, S. 101–123.
- [118] Uhl, K. M.; Lucht, B.; Jeong, H.; Hsu, D. K. (1988) *Mechanical Strength Degradation of Graphite Fiber Reinforced Thermoset Composites Due to Porosity* in: Thompson, D. O.; Chimenti, D. E. [Eds.] *Review of progress in quantitative nondestructive evaluation*. New York, New York, London, England: Plenum Press, pp. 1075–1082.
- [119] Mehdikhani, M.; Gorbatiikh, L.; Verpoest, I.; Lomov, S. V. (2019) *Voids in fiber-reinforced polymer composites: A review on their formation, characteristics, and effects on mechanical performance* in: *Journal of Composite Materials* 53, H. 12, S. 1579–1669. <https://doi.org/10.1177/0021998318772152>
- [120] Loos, A. C.; Springer, G. S. (1983) *Curing of Epoxy Matrix Composites* in: *Journal of Composite Materials* 17, H. 2, S. 135–169. <https://doi.org/10.1177/002199838301700204>
- [121] Tang, J.-M.; Lee, W. I.; Springer, G. S. (1987) *Effects of Cure Pressure on Resin Flow, Voids, and Mechanical Properties* in: *Journal of Composite Materials* 21, H. 5, S. 421–440. <https://doi.org/10.1177/002199838702100502>
- [122] Pitchumani, R.; Ranganathan, S.; Don, R. C.; Gillespie, J. W.; Lamontia, M. A. (1996) *Analysis of transport phenomena governing interfacial bonding and void dynamics during thermoplastic tow-placement* in: *International Journal of Heat and Mass Transfer* 39, H. 9, S. 1883–1897. [https://doi.org/10.1016/0017-9310\(95\)00271-5](https://doi.org/10.1016/0017-9310(95)00271-5)
- [123] Tierney, J.; Gillespie, J. W. (2003) *Modeling of Heat Transfer and Void Dynamics for the Thermoplastic Composite Tow-Placement Process* in: *Journal of Composite Materials* 37, H. 19, S. 1745–1768. <https://doi.org/10.1177/002199803035188>
- [124] Shim, S.-B.; Seferis, J. C.; Hudson, W. (1997) *Process induced void formation in a high performance structural composite system manufactured by autoclave lay-up processing* in: *Journal of Advanced Materials* 28, S. 26–36.
- [125] Wood, J. R.; Bader, M. G. (1994) *Void control for polymer-matrix composites (1): Theoretical and experimental methods for determining the growth and collapse of*

- gas bubbles* in: *Composites Manufacturing* 5, H. 3, S. 139–147. [https://doi.org/10.1016/0956-7143\(94\)90023-X](https://doi.org/10.1016/0956-7143(94)90023-X)
- [126] Kakakasery, J. et al. (2015) *Cure cycle effect on impact resistance under elevated temperatures in carbon prepreg laminates investigated using acoustic emission* in: *Composites Part B: Engineering* 75, S. 298–306. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2015.02.002>
- [127] Campbell, F. C.; Mallow, A. R.; Browning, C. E. (1995) *Porosity in Carbon Fiber Composites An Overview of Causes* in: *Journal of Advanced Materials* 26, H. 4, S. 18–33.
- [128] Helmus, R.; Kratz, J.; Potter, K.; Hubert, P.; Hinterhölzl, R. (2017) *An experimental technique to characterize interply void formation in unidirectional prepregs* in: *Journal of Composite Materials* 51, H. 5, S. 579–591. <https://doi.org/10.1177/0021998316650273>
- [129] Lamontia, M. A.; Gruber, M. B.; Tierney, J.; Gillespie, J. W.; Jensen, B. J.; Cano, R. J. (2009) *In Situ Thermoplastic ATP Needs Flat Tapes and Tows with Few Voids* in: SAMPE Europe Conference & Exhibition [Hrsg.]. Paris.
- [130] Lukaszewicz, D.-J.; Potter, K. D. (2011) *The internal structure and conformation of prepreg with respect to reliable automated processing* in: *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 42, H. 3, S. 283–292. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2010.11.014>
- [131] Park, C. H.; Woo, L. (2011) *Modeling void formation and unsaturated flow in liquid composite molding processes: a survey and review* in: *Journal of Reinforced Plastics and Composites* 30, H. 11, S. 957–977. <https://doi.org/10.1177/0731684411411338>
- [132] Tavares, S. S.; Michaud, V.; Månson, J.-A. (2009) *Through thickness air permeability of prepregs during cure* in: *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 40, H. 10, S. 1587–1596. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2009.07.004>
- [133] Simacek, P.; Advani, S. G.; Gruber, M.; Jensen, B. (2013) *A non-local void filling model to describe its dynamics during processing thermoplastic composites* in: *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 46, S. 154–165. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2012.10.015>
- [134] Madra, A.; Hajj, N. E.; Benzeggagh, M. (2014) *X-ray microtomography applications for quantitative and qualitative analysis of porosity in woven glass fiber reinforced thermoplastic* in: *Composites Science and Technology* 95, S. 50–58. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2014.02.009>
- [135] Kohn, E. J.; Sands, A. G.; Clark, R. C. (1968) *Quantitative Measurement of Void Content in Glass-Filament-Wound Composites and Correlation of Interlaminar Shear Strength with Void Content* in: *I&EC Product Research and Development* 7, H. 3, S. 179–183. <https://doi.org/10.1021/i360027a004>
- [136] Purslow, D. (1984) *On the optical assessment of the void content in composite materials* in: *Composites* 15, H. 3, S. 207–210. [https://doi.org/10.1016/0010-4361\(84\)90276-3](https://doi.org/10.1016/0010-4361(84)90276-3)
- [137] Gurdal, Z.; Tomasino, A. P.; Biggers, S. B. (1991) *Effects of processing induced defects on laminate response - Interlaminar tensile strength* in: *SAMPE Journal* 27, S. 39–49.
- [138] Dill, C. W.; Tipton, S. M.; Glaessgen, E. H.; Branscum, K. D. (1992) *Fatigue Strength Reduction Imposed by Porosity in a Fiberglass Composite* in: Masters, J. E. [Hrsg.]

- Damage Detection in Composite Materials*. 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959: ASTM International, 152-152-11.
- [139] Jeong, H. (1997) *Effects of Voids on the Mechanical Strength and Ultrasonic Attenuation of Laminated Composites* in: *Journal of Composite Materials* 31, H. 3, S. 276–292. <https://doi.org/10.1177/002199839703100303>
- [140] Hsu, D. K.; Uhl, K. M. (1987) *A Morphological Study of Porosity Defects in Graphite-Epoxy Composites* in: Thompson, D. O.; Chimenti, D. E. [Eds.] *Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation*. Boston, MA: Springer, pp. 1175–1184.
- [141] Bodaghi, M.; Cristóvão, C.; Gomes, R.; Correia, N. C. (2016) *Experimental characterization of voids in high fibre volume fraction composites processed by high injection pressure RTM* in: *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 82, S. 88–99. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.11.042>
- [142] Birt, E. A.; Smith, R. A. (2004) *A review of NDE methods for porosity measurement in fibre-reinforced polymer composites* in: *Insight - Non-Destructive Testing and Condition Monitoring* 46, H. 11, S. 681–686. <https://doi.org/10.1784/insi.46.11.681.52280>
- [143] Stone, D.; Clarke, B. (1975) *Ultrasonic attenuation as a measure of void content in carbon-fibre reinforced plastics* in: *Non-Destructive Testing* 8, H. 3, S. 137–145. [https://doi.org/10.1016/0029-1021\(75\)90023-7](https://doi.org/10.1016/0029-1021(75)90023-7)
- [144] Nikishkov, Y.; Airoidi, L.; Makeev, A. (2013) *Measurement of voids in composites by X-ray Computed Tomography* in: *Composites Science and Technology* 89, S. 89–97. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2013.09.019>
- [145] Yang, J. (1998) *Part I: Synthesis of Aromatic Polyketones Via Soluble Precursors Derived from Bis(A-Aminitrile)S; Part II: Modifications of Epoxy Resins with Functional Hyperbranched Poly(Arylene Ester)s* [Dissertation]. Virginia Polytechnic Institute and State University. <https://vtechworks.lib.vt.edu/handle/10919/30440> [Zugriff am: 27. Mrz. 2022].
- [146] Adams, R. D.; Cawley, P. (1988) *A review of defect types and nondestructive testing techniques for composites and bonded joints* in: *NDT International* 21, H. 4, S. 208–222. [https://doi.org/10.1016/0308-9126\(88\)90333-1](https://doi.org/10.1016/0308-9126(88)90333-1)
- [147] Prakash, R. (1980) *Non-destructive testing of composites* in: *Composites* 11, H. 4, S. 217–224. [https://doi.org/10.1016/0010-4361\(80\)90428-0](https://doi.org/10.1016/0010-4361(80)90428-0)
- [148] Little, J. E.; Yuan, X.; Jones, M. I. (2012) *Characterisation of voids in fibre reinforced composite materials* in: *NDT & E International* 46, S. 122–127. <https://doi.org/10.1016/j.ndteint.2011.11.011>
- [149] Saenz-Castillo, D.; Martín, M. I.; Calvo, S.; Rodríguez-Lence, F.; Güemes, A. (2019) *Effect of processing parameters and void content on mechanical properties and NDI of thermoplastic composites* in: *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 121, S. 308–320. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2019.03.035>
- [150] Saenz-Castillo, D.; García-Martínez, V.; Calvo, S.; Rodríguez-Lence, F.; Güemes, A. (2019) *Critical void content of CF/PEEK thermoplastic composites: Impact on NDT and mechanical properties* in: *Engineers Australia [Hrsg.] International Conference on Composite Materials*. Melbourne, VIC, S. 3826–3834.

- [151] Schadow, F.; Brackrock, D.; Gaal, M.; Heckel, T. (2017) *Ultrasonic Inspection and Data Analysis of Glass- and Carbon-Fibre-Reinforced Plastics* in: *Procedia Structural Integrity* 7, S. 299–306. <https://doi.org/10.1016/j.prostr.2017.11.092>
- [152] Zhang, D.; Heider, D.; Gillespie, J. W. (2017) *Determination of void statistics and statistical representative volume elements in carbon fiber-reinforced thermoplastic pre-pregs* in: *Journal of Thermoplastic Composite Materials* 30, H. 8, S. 1103–1119. <https://doi.org/10.1177/0892705715618002>
- [153] Kurz, J. H.; Rabe, U. (2016) *Porosity determination of carbon fiber reinforced plastics (CFRP) in aviation applications using ultrasound without a back wall echo* in: WCNDT [Hrsg.] *19th World Conference on Non-Destructive Testing (WCNDT 2016)*. München.
- [154] Mayr, G.; Plank, B.; Sekelja, J.; Hendorfer, G. (2011) *Active thermography as a quantitative method for non-destructive evaluation of porous carbon fiber reinforced polymers* in: *NDT & E International* 44, H. 7, S. 537–543. <https://doi.org/10.1016/j.ndteint.2011.05.012>
- [155] Gehrig, F. (2011) *Einfluss von Poren auf das Schädigungsverhalten von kohlenstofffaserverstärkten Kunststoffen*. Hamburg: TuTech Innovation.
- [156] Olivier, P. A.; Mascaro, B.; Margueres, P.; Collombet, F. (2007) *CFRP with voids: Ultrasonic characterization of localized porosity, acceptance criteria and mechanical characteristics* in: ICCM [Hrsg.] *16 th International Conference on Composite Materials*. Kyoto, Japan.
- [157] Slange, T. K. (08.03.2019) *Rapid Manufacturing of Tailored Thermoplastic Composites by Automated Lay-up and Stamp Forming – A study on the Consolidation Mechanisms* [Dissertation]. University of Twente.
- [158] Liebig, W. (2019) *Mikrostrukturelle Betrachtung des Einflusses von Poren auf die mechanischen Eigenschaften von faserverstärkten Kunststoffen*. TuTech Verlag.
- [159] Chang, I. Y. (1988) *PEKK as a new thermoplastic matrix for high performance composites* in: *SAMEP Quaterly* 19, H. 4, S. 29–34.
- [160] Chang, I. Y.; Krueger, W. H.; Pratte, J. F. (1989) *High performance thermoplastic composites with poly (ether ketone ketone) matrix* in: *SAMPE* [Hrsg.]. Reno, Nevada, S. 2229–2242.
- [161] Wakeman, M. D.; Blanchard, P.; Månson, J.-A. (2005) *Void evolution during stamp-forming of thermoplastic composites* in: ICCM [Hrsg.] *15th International Conference on Composite Materials*. Durban, Südafrika.
- [162] Zhang, D.; Heider, D.; Gillespie, J. W. (2017) *Void reduction of high-performance thermoplastic composites via oven vacuum bag processing* in: *Journal of Composite Materials* 51, H. 30, S. 4219–4230. <https://doi.org/10.1177/0021998317700700>
- [163] Zhang, D.; Heider, D.; Advani, S. G.; Gillespie, J. W. (2013) *Out of Autoclave Consolidation of Voids in Continuous Fiber Reinforced Thermoplastic Composites*.
- [164] Hernández, S.; Sket, F.; González, C.; LLorca, J. (2013) *Optimization of curing cycle in carbon fiber-reinforced laminates: Void distribution and mechanical properties* in: *Composites Science and Technology* 85, S. 73–82. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2013.06.005>

- [165] Donadei, V.; Lionetto, F.; Wielandt, M.; Offringa, A.; Maffezzoli, A. (2018) *Effects of Blank Quality on Press-Formed PEKK/Carbon Composite Parts* in: *Materials* (Basel, Switzerland) 11, Nr. 7. <https://doi.org/10.3390/ma11071063>
- [166] Centea, T.; Hubert, P. (2014) *Out-of-autoclave prepreg consolidation under deficient pressure conditions* in: *Journal of Composite Materials* 48, H. 16, S. 2033–2045. <https://doi.org/10.1177/0021998313494101>
- [167] Lystrup, A.; Andersen, T. L. (1998) *Autoclave consolidation of fibre composites with a high temperature thermoplastic matrix* in: *Journal of Materials Processing Technology* 77, 1-3, S. 80–85. [https://doi.org/10.1016/S0924-0136\(97\)00398-1](https://doi.org/10.1016/S0924-0136(97)00398-1)
- [168] Almeida, O. de; Bessard, E.; Bernhart, G. (2012) *Influence of processing parameters and semi-finished product on consolidation of carbon/PEEK laminates* in: *European Conference on Composite Materials [Hrsg.] ECCM 15 -15th European Conference on Composite Materials*. Venedig, Italien.
- [169] Slange, T. K.; Warnet, L.; Groupe, W. J. B.; Akkerman, R. (2016) *Influence of preconsolidation on consolidation quality after stamp forming of C/PEEK composites* in: *ESAFORM [Hrsg.] ESAFORM 2016: Proceedings of the 19th International ESAFORM Conference on Material Forming*. Nantes, France. Author(s), S. 170022.
- [170] Saffar, F.; Sonnenfeld, C.; Beauchêne, P.; Park, C. H. (2020) *In-situ Monitoring of the Out-Of-Autoclave Consolidation of Carbon/Poly-Ether-Ketone-Ketone Prepreg Laminate* in: *Frontiers in Materials* 7. <https://doi.org/10.3389/fmats.2020.00195>
- [171] Solvay (2017) *APC (PEKK-FC) – PEKK-FC Thermoplastic Polymer Prepreg*.
- [172] Cytec Engineered Materials (2012) *APC-2-PEEK Thermoplastic Polymer – Technical Data Sheet*.
- [173] Solvay (2017) *APC-2 – PEEK Thermoplastic Polymer Prepreg*.
- [174] Dieffenbacher GmbH (2021) *Tapelege-Verfahren – Höhere Qualität in kürzeren Takzeiten – die Tapelege-Technologie* [online]. <https://dieffenbacher.com/de/composites/technologien/tapelege-verfahren> [Zugriff am: 2. Dez. 2021].
- [175] Graf, M.; Baumgärtner, S.; Henning, F. (2017) *New benchmark in the tailored blank manufacturing - high volume production in an exceptional quality* in: *Society for the Advancement of Material and Process Engineering - North America [Hrsg.]*. Seattle.
- [176] Baumgärtner, S.; Henning, F.; Lohr, C. *Verfahren und Vorrichtung zur Konsolidierung von imprägnierten Faserverbundstrukturen – Patentschrift*. DE102015014512B4.
- [177] Baumgärtner, S.; John, J.; Henning, F.; Huber, T.; Hangs, B. (2016) *Effizient zum maßgeschneiderten Organoblech – Wirtschaftliche CFK-Herstellung im Vakuum mit Infrarotstrahlung* in: *Kunststoffe*, H. 10, S. 180–184.
- [178] Link, T. (2019) *UD-Tape basierte Bauteile in kurzer Zykluszeit – Strahlungsinduzierte Vakuumkonsolidierung beschleunigt UD-Tape-Verarbeitung* [online]. <https://www.plastverarbeiter.de/verarbeitungsverfahren/ud-tape-basierte-bauteile-in-kurzer-zykluszeit.html> [Zugriff am: 1. Dez. 2021].
- [179] K-Aktuell (2015) *Wickert: Technologie für Hochleistungs-Faserverbundwerkstoffe* [online]. <https://www.k-aktuell.de/technologie/wickert-technologie-fuer-hochleistungs-faserverbundwerkstoffe-17845/> [Zugriff am: 8. Apr. 2022].

- [180] Link, T.; Rosenberg, P.; Henning, F. (2022) *Prediction of Gaps in Automated Tape Laying and Their Influence on Porosity in Consolidated Laminates* in: *Journal of Composites Science* 6, H. 7, S. 207. <https://doi.org/10.3390/jcs6070207>
- [181] *DIN EN 2564:2019-08, Luft- und Raumfahrt_- Kohlenstofffaser-Laminat_- Bestimmung der Faser-, Harz- und Porenanteile; Deutsche und Englische Fassung EN_2564:2018*. Berlin: Beuth Verlag GmbH.
- [182] Krimmer, A. (2014) *Mikromechanische Modellierung von Fasergelege-Kunststoff-Verbunden auf Basis von Normprüfungen unter Berücksichtigung der in-situ-Eigenschaften der Matrix*. Berlin: Univ.-Verl. der TU Berlin.
- [183] Herrmann, C.; Hausherr, J. M.; Krenkel, W. (2009) *Einsatz Der Computertomografie Zur Zerstörungsfreien Prüfung und Charakterisierung Von Faserverbundwerkstoffen* in: Krenkel, W. [Hrsg.] *Verbundwerkstoffe: 17. Symposium Verbundwerkstoffe und Werkstoffverbunde ; [1. bis 3. April 2009 an der Universität Bayreuth*. Weinheim: Wiley-VCH, S. 249–256.
- [184] Flisch, A.; Wyss, P.; Lüthi, T.; Thierry, R.; Miceli, A.; Hofmann, J. (2008) *Möglichkeiten der Industriellen Röntgen-Computertomografie für Wirtschaft und Wissenschaft in: Proceedings / Industrielle Computertomografie Tagung: Zerstörungsfreie Werkstoffprüfung, 3D-Materialcharakterisierung und Geometriebestimmung* ; 26. - 28. Februar 2008 [i.e. 27. - 28. Februar 2008, Wels/Austria] ; Sessions: Zerstörungsfreie Prüfung von Verbundwerkstoffen - spezielle tomografische Verfahren. Aachen, Wels: Shaker; FH Oberösterreich, S. 13–16.
- [185] Prakash, R.; Owston, C. N. (1977) *Ultrasonic determination of lay-up order in cross-plyed cfrp* in: *Composites* 8, H. 2, S. 100–102. [https://doi.org/10.1016/0010-4361\(77\)90066-0](https://doi.org/10.1016/0010-4361(77)90066-0)
- [186] Koster, D. et al. (2021) *Inlinetauglichkeit von zerstörungsfreien Prüfmethode für den digitalen Zwilling von thermoplastischen Carbonfaser-Tapes* in: Deutsche Gesellschaft für Zerstörungsfreie Prüfung [Hrsg.] *DGZfP-Jahrestagung 2021*. Virtuell.
- [187] NanoFocus AG (2022) *Produkte – 3D-Oberflächenmesstechnik – μ scan sensor* [online]. <https://www.nanofocus.de/produkte/uscan/mscan-sensor/> [Zugriff am: 8. Apr. 2022].
- [188] Tadini, P.; Grange, N.; Chetehouna, K.; Gascoin, N.; Senave, S.; Reynaud, I. (2017) *Thermal degradation analysis of innovative PEKK-based carbon composites for high-temperature aeronautical components* in: *Aerospace Science and Technology* 65, S. 106–116. <https://doi.org/10.1016/j.ast.2017.02.011>
- [189] Kugele, D. (11.05.2020) *Experimentelle und numerische Untersuchung des Abkühlverhaltens thermoplastischer Gelegelaminat in der Prozesskette* [Dissertation]. Karlsruher Institut für Technologie KIT.
- [190] Dörr, D. (11.10.2019) *Simulation of the thermoforming process of UD fiber-reinforced thermoplastic tape laminates* [Dissertation]. Karlsruher Institut für Technologie KIT.
- [191] Baehr, H. D. (2006) *Heat and Mass Transfer*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg.
- [192] Dörr, D. et al. (2022) *Experimental and predictive analysis of the molding behavior of a PA6 Glass Mat Thermoplastic (GMT)* in: Submitted to Elsevier.

- [193] Di Lorenzo, M. L.; Silvestre, C. (1999) *Non-isothermal crystallization of polymers* in: Progress in Polymer Science 24, H. 6, S. 917–950. [https://doi.org/10.1016/S0079-6700\(99\)00019-2](https://doi.org/10.1016/S0079-6700(99)00019-2)
- [194] Long, Y.; Shanks, R. A.; Stachurski, Z. H. (1995) *Kinetics of polymer crystallisation* in: Progress in Polymer Science 20, H. 4, S. 651–701. [https://doi.org/10.1016/0079-6700\(95\)00002-W](https://doi.org/10.1016/0079-6700(95)00002-W)
- [195] Ding, Z.; Spruiell, J. E. (1997) *Interpretation of the nonisothermal crystallization kinetics of polypropylene using a power law nucleation rate function* in: Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics 35, H. 7, S. 1077–1093. [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1099-0488\(199705\)35:7<1077::AID-POLB7>3.0.CO;2-T](https://doi.org/10.1002/(SICI)1099-0488(199705)35:7<1077::AID-POLB7>3.0.CO;2-T)
- [196] Kolmogorov, A. N. (1937) *On the Statistical Theory of the Crystallization of Metals* in: Bulletin of the Academy of Sciences of the USSR 1, S. 355–359.
- [197] Avrami, M. (1939) *Kinetics of Phase Change. I General Theory* in: The Journal of Chemical Physics 7, H. 12, S. 1103–1112. <https://doi.org/10.1063/1.1750380>
- [198] Avrami, M. (1940) *Kinetics of Phase Change. II Transformation-Time Relations for Random Distribution of Nuclei* in: The Journal of Chemical Physics 8, H. 2, S. 212–224. <https://doi.org/10.1063/1.1750631>
- [199] Avrami, M. (1941) *Granulation, Phase Change, and Microstructure Kinetics of Phase Change. III* in: The Journal of Chemical Physics 9, H. 2, S. 177–184. <https://doi.org/10.1063/1.1750872>
- [200] Nakamura, K.; Watanabe, T.; Katayama, K.; Amano, T. (1972) *Some aspects of nonisothermal crystallization of polymers. I. Relationship between crystallization temperature, crystallinity, and cooling conditions* in: Journal of Applied Polymer Science 16, H. 5, S. 1077–1091. <https://doi.org/10.1002/app.1972.070160503>
- [201] Nakamura, K.; Katayama, K.; Amano, T. (1973) *Some aspects of nonisothermal crystallization of polymers. II. Consideration of the isokinetic condition* in: Journal of Applied Polymer Science 17, H. 4, S. 1031–1041. <https://doi.org/10.1002/app.1973.070170404>
- [202] Nakamura, K.; Watanabe, T.; Amano, T.; Katayama, K. (1974) *Some aspects of nonisothermal crystallization of polymers. III. Crystallization during melt spinning* in: Journal of Applied Polymer Science 18, H. 2, S. 615–623. <https://doi.org/10.1002/APP.1974.070180223>
- [203] Ziabicki, A. (1976) *Fundamentals of fibre formation – The science of fibre spinning and drawing*. London: John Wiley.
- [204] Ziabicki, A. (1996) *Crystallization of polymers in variable external conditions* in: Colloid & Polymer Science 274, H. 3, S. 209–217. <https://doi.org/10.1007/BF00665637>
- [205] Kugele, D. et al. (2017) *Modeling of the non-isothermal crystallization kinetics of polyamide 6 composites during thermoforming* in: PROCEEDINGS OF THE INTERNATIONAL CONFERENCE OF GLOBAL NETWORK FOR INNOVATIVE TECHNOLOGY AND AWAM INTERNATIONAL CONFERENCE IN CIVIL ENGINEERING (IGNITE-AICCE'17): Sustainable Technology And Practice For Infrastructure and Community Resilience. Penang, Malaysia. Author(s), S. 30005.

- [206] Hoffmann, S. (2003) *Berechnung von Kristallisationsvorgängen in Kunststoffformteilen – Calculation of crystallisation in thermoplastic mouldings*. Aachen: Mainz.
- [207] Sierra, J. D.; Noriega, M. d. P.; Gomez, J. F. (2006) *Isothermal and non-isothermal crystallization kinetics of polyamide 6 and polypropylene* in: *Kunststofftechnik* 5, S. 1–21.
- [208] Hillier, I. H. (1965) *Modified avrami equation for the bulk crystallization kinetics of spherulitic polymers* in: *Journal of Polymer Science Part A: General Papers* 3, H. 9, S. 3067–3078. <https://doi.org/10.1002/pol.1965.100030902>
- [209] Hexcel (2020) *HexTow AS4D – Carbon Fiber*.
- [210] Olivier, P.; Cottu, J. P.; Ferret, B. (1995) *Effects of cure cycle pressure and voids on some mechanical properties of carbon/epoxy laminates* in: *Composites* 26, H. 7, S. 509–515. [https://doi.org/10.1016/0010-4361\(95\)96808-J](https://doi.org/10.1016/0010-4361(95)96808-J)
- [211] Harper, B. D.; Staab, G. H.; Chen, R. S. (1987) *A Note on the Effects of Voids Upon the Hygral and Mechanical Properties of AS4/3502 Graphite/Epoxy* in: *Journal of Composite Materials* 21, H. 3, S. 280–289. <https://doi.org/10.1177/002199838702100306>
- [212] Hapke, J.; Gehrig, F.; Huber, N.; Schulte, K.; Lilleodden, E. T. (2011) *Compressive failure of UD-CFRP containing void defects: In situ SEM microanalysis* in: *Composites Science and Technology* 71, H. 9, S. 1242–1249. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2011.04.009>
- [213] Lee, J.; Soutis, C. (2007) *A study on the compressive strength of thick carbon fibre–epoxy laminates* in: *Composites Science and Technology* 67, H. 10, S. 2015–2026. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2006.12.001>
- [214] van den Broucke, B.; Hegemann, J.; Das, R.; Oster, R.; Hackl, K.; Stößel, R. (2007) *Modelling of textile reinforced composites using finite element tools and investigation of the influence of porosity on mechanical properties* in: *Finite element modelling of textiles and textile composites*. St. Petersburg, Russland.
- [215] Cinquin, J.; Triquenaux, V.; Rouesne, Y. (2007) *Porosity influence on organic composite material mechanical properties* in: ICCM [Hrsg.] *16 th International Conference on Composite Materials*. Kyoto, Japan.
- [216] Fedulov, B. N.; Antonov, F. K.; Safonov, A. A.; Ushakov, A. E.; Lomov, S. V. (2015) *Influence of fibre misalignment and voids on composite laminate strength* in: *Journal of Composite Materials* 49, H. 23, S. 2887–2896. <https://doi.org/10.1177/0021998314557533>
- [217] Ashouri Vajari, D. (2015) *A micromechanical study of porous composites under longitudinal shear and transverse normal loading* in: *Composite Structures* 125, S. 266–276. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2015.02.026>
- [218] Arif, M. F.; Alhashmi, H.; Varadarajan, K. M.; Koo, J. H.; Hart, A. J.; Kumar, S. (2020) *Multifunctional performance of carbon nanotubes and graphene nanoplatelets reinforced PEEK composites enabled via FFF additive manufacturing* in: *Composites Part B: Engineering* 184, S. 107625. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.107625>

-
- [219] Lu, S. X.; Cebe, P.; Capel, M. (1996) *Thermal stability and thermal expansion studies of PEEK and related polyimides* in: *Polymer* 37, H. 14, S. 2999–3009. [https://doi.org/10.1016/0032-3861\(96\)89397-9](https://doi.org/10.1016/0032-3861(96)89397-9)
- [220] Kastner, J.; Plank, B.; Salaberger, D.; & Sekelja, J. (2010) *Defect and Porosity Determination of Fibre Reinforced Polymers by X-ray Computed Tomography* in: *NDT [Hrsg.] 2nd Int. Symposium on NDT in Aerospace*. Hamburg.

Liste der eigenen Veröffentlichungen

Publikationen

- Link, Tobias; Hangs, Benjamin. *Analyse und Bewertung des Verzugs von lokal verstärkten Gelegelaminaten aus CF/PPS*. Karlsruhe, Karlsruher Institut für Technologie, Master Thesis, 2015.
- Joppich, Tobias; Dörr, Dominik, Van der Meulen, Leonie; Link, Tobias; Hangs, Benjamin; Henning, Frank. *Layup and Process Dependent Wrinkling Behavior of PPS/CF UD Tape-laminates during Non-isothermal Press Forming into a Complex Component*. AIP Conference Proceedings 1769, no. 1 (2016): AIP Conference Proceedings, 2016-10-19, Vol.1769 (1), <https://doi.org/10.1063/1.4963568>.
- Hangs, Benjamin; Link, Tobias; Henning, Frank. *Process-parameter-dependent Spring-in and Warpage of Locally Reinforced UD Tape Laminates and V-shaped Profiles*. ECCM 2016 - Proceeding of the 17th European Conference on Composite Materials, 2016. 26. bis 30. Juni 2016, München.
- Link, Tobias; Baumgärtner, Sebastian; Dörr, Dominik; Hohberg, Martin; Henning, Frank. *Hybrid Thermoplastic Composites for Automotive Applications – Development and Manufacture of a Lightweight Rear Floor Structure in Multi-material Design*. ECCM 18th European Conference on Composite Materials (ECCM 2018); June 24-28, 2018; Athen, Griechenland.
- Günter, Deinzer; Kothmann, Martin H.; Rausch, Julius; Diebold, Felix; Roquette, David; Baumgärtner, Sebastian; Rosenberg, Philipp; Link, Tobias; Behnisch, Felix; Henning, Frank. *BMBF Lighthouse Project Smile: Material and Process Development for the Cost-optimized Serial Production of End-less-fiber-reinforced Composite Structures*. VDI Berichte 2018, No. 2320 (2018): 293-312.
- Link, Tobias. *UD-Tape basierte Bauteile in kurzer Zykluszeit. Strahlungsinduzierte Vakuumkonsolidierung beschleunigt UD-Tape-Verarbeitung*. Beitrag auf der Internetseite Plastverarbeiter (<https://www.plastverarbeiter.de>), 23. April 2019.
- Link, Tobias; Behnisch, Felix; Rosenberg, Philipp; Seuffert, Julian; Dörr, Dominik; Hohberg, Martin; Joppich, Tobias; Henning, Frank. *Hybrid Composites for Automotive Applications-Development and Manufacture of a System-Integrated Lightweight Floor Structure in Multi Material Design*. SPE ACCE 19th Annual Automotive Composites Conference & Exhibition; 4. bis 6. September 2019; Novi, Michigan, USA.

- Koster, Dirk; Summa, Jannik; Jungmann, Christian; Rabe, Ute; Herrmann, Hans-Georg; Link, Tobias; John, Marianne; Nagel, Frank; Schlimper, Ralf; Delforouzi, Ahmad; Roggenbuck, Josef; Wolf, Klaus. *Inlinetauglichkeit von zerstörungsfreien Prüfmethode für den digitalen Zwilling von thermoplastischen Carbonfaser-Tapes*. Erhard, Anton (Ed.): DGZfP-Jahrestagung 2021 - Zerstörungsfreie Materialprüfung. Online Resource: Virtuell, 10./11. Mai 2021. Berlin: DGZfP, 2021. (DGZfP-Berichtsbände BB 176), Paper 23, 10 Pp.
- Summa, Jannik; Rabe, Ute; Pudovikov, Sergey; Jungmann, Christian; Koster, Dirk; Herrmann, Hans-Georg; Link, Tobias; John, Marianne; Nagel, Frank; Schlimper, Ralf; Delforouzi, Ahmad; Roggenbuck, Josef; Wolf, Klaus. *Zerstörungsfreie Prüfmethode zur Merkmalsextraktion für den digitalen Zwilling der Thermoplast-Composite Wertschöpfungskette*. Erhard, Anton (Ed.): DGZfP-Jahrestagung 2021 - Zerstörungsfreie Materialprüfung. Online Resource: Virtuell, 10./11. Mai 2021. Berlin: DGZfP, 2021. (DGZfP-Berichtsbände BB 176), Paper P71, 2 Pp.
- Link, Tobias; Rosenberg, Philipp; Henning, Frank. *Prediction of Gaps in Automated Tape Laying and Their Influence on Porosity in Consolidated Laminates*. J. Compos. Sci. 2022, 6, 207. <https://doi.org/10.3390/jcs6070207>

Fachvorträge

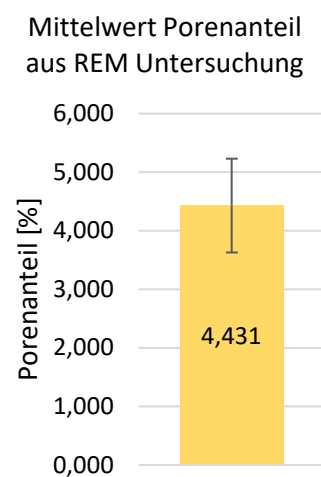
- WerkstoffPlus Auto 2018, Stuttgart
Thermoplastic high-performance composites for automotive large-scale production – Development and manufacturing of a composite floor structure in multi-material design
- ECCM – European Conference on Composite Materials 2018, Athen
Hybrid thermoplastic composites for automotive applications Development and manufacture of a lightweight rear floor structure in multi-material design
- ITHEC – International Conference and Exhibition on Thermoplastic Composites 2018, Bremen
Hybrid Thermoplastic Composites for E-mobility - A novel Approach for a One-shot Process Route Including a Holistic Virtual Design
- GALM – Global Automotive Lightweight Materials 2019, München
The latest research advancements in multi-material lightweight design – Hybrid Thermoplastic Composites for Automotive Applications
- SPE ACCE – Society of Plastics Engineers Automotive Composites Conference & Expo 2019, Novi, Michigan, USA
Hybrid composites for automotive applications – Development and manufacture of a system-integrated lightweight floor structure in multi-material design

Anhang

A1: Prozentualer Porenanteil des Tapes im Ausgangszustand

Table 0-1: Ergebnisse des berechneten prozentualen Porenanteils des Tapes im Ausgangszustand für die Methode auf Basis von REM-Aufnahmen

Probe	Probenfoto	Selektierte Fläche Tape [px]	Fläche Poren [px]	Anteil Poren [%]
1	S3 48	227341	7464	3,283
	S3 52	283080	8096	2,860
	S3 62	272248	12684	4,659
2	S3 04	306347	11955	3,902
	S3 12	274274	16492	6,013
	S3 18	278307	12949	4,653
3	S3 12	261280	10550	4,038
	S3 16	296405	14244	4,806
	S3 52	247188	9390	3,799
4	S3 08	300687	16484	5,482
	S3 15	270245	13470	4,984
	S3 27	309494	13538	4,374
5	S3 10	274564	11719	4,268
	S3 17	257811	13604	5,277
	S3 23	287490	11700	4,070



A2: Bestimmung der Führungsgenauigkeit

Table 0-2: Messergebnisse zur Bestimmung der Führungsgenauigkeit

Versuch	Verstellung [mm]	eingestellter Wert [mm]	Zielwert [mm]	gemessener Wert [mm]	Abweichung [mm]
1	+45	144	99	99,03	0,03
2	+45	144	99	99,11	0,11
3	+45	144	99	99,12	0,12
4	+45	144	99	99,14	0,14
5	+45	144	99	99,07	0,07
6	-45	54	99	99,19	0,19
7	-45	54	99	99,06	0,06
8	-45	54	99	99,13	0,13
9	-45	54	99	99,08	0,08
10	-45	54	99	99,11	0,11
Mittelwert [mm]:					0,10