

IVW - Schriftenreihe Band 136

Institut für Verbundwerkstoffe GmbH - Kaiserslautern

Florian Tobias Rieger

**Entwicklung eines modifizierten
Co-Curing-Verfahrens zur Her-
stellung von Komponenten aus
kohlenstofffaserverstärktem
Kunststoff**

Bibliografische Information Der Deutschen Bibliothek

Die Deutsche Bibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.ddb.de> abrufbar.

Bibliographic information published by Die Deutsche Bibliothek

Die Deutsche Bibliothek lists this publication in the Deutsche Nationalbibliografie; detailed bibliographic data is available in the Internet at <http://dnb.ddb.de>.

Herausgeber: Institut für Verbundwerkstoffe GmbH
Prof. Dr.-Ing. Ulf Breuer
Erwin-Schrödinger-Straße
TU Kaiserslautern, Gebäude 58
67663 Kaiserslautern
<http://www.ivw.uni-kl.de>

Verlag: Institut für Verbundwerkstoffe GmbH

Druck: pri-me Printservice & Medienservice
Barbarossastr. 1
67655 Kaiserslautern

© Institut für Verbundwerkstoffe GmbH, Kaiserslautern 2019

Alle Rechte vorbehalten, auch das des auszugsweisen Nachdrucks, der auszugsweisen oder vollständigen Wiedergabe (Photographie, Mikroskopie), der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen und das der Übersetzung.

Als Manuskript gedruckt. Printed in Germany.
ISSN 1615-021X
ISBN 978-3-944440-33-0

Entwicklung eines modifizierten Co-Curing-Verfahrens zur Herstellung von Komponenten aus kohlenstofffaserverstärktem Kunststoff

Vom Fachbereich Maschinenbau und Verfahrenstechnik
der Technischen Universität Kaiserslautern
zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor-Ingenieur (Dr.-Ing.)

genehmigte Dissertation

von

Herrn

Dipl.-Wirtsch.-Ing. Florian Tobias Rieger
aus Freiburg im Breisgau

Tag der mündlichen Prüfung:	14.06.2019
Prüfungsvorsitzender:	Prof. Dr.-Ing. Peter Mitschang
1. Berichterstatter:	Prof. Dr.-Ing. Joachim Hausmann
2. Berichterstatter:	Univ.-Prof. Dr.-Ing. Paul Ludwig Geiß
Dekan:	Prof. Dr.-Ing. Jörg Seewig

Vorwort

Die vorliegende Arbeit entstand im Rahmen meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter an der Institut für Verbundwerkstoffe GmbH (IVW) in der Abteilung Bauteilentwicklung.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Prof. Dr.-Ing Joachim Hausmann für die Betreuung der Promotion, die gewährten Freiräume und die angenehmen, fachlich stets kompetenten Diskussionen. Außerdem danke ich Herrn Univ.-Prof. Dr.-Ing. Paul Ludwig Geiß für die Übernahme des Zweitgutachtens und für den freundlichen und anregenden Austausch. Bei Herrn Prof. Dr.-Ing. Peter Mitschang bedanke ich mich für die Übernahme des Prüfungsvorsitzes.

Bei Nicole Motsch und Michael Magin bedanke ich mich besonders für die fachliche und persönliche Unterstützung bei meiner Forschungstätigkeit und das entgegengebrachte Vertrauen. Ich bedanke mich bei allen Kolleginnen und Kollegen am Institut für die unkomplizierte und fruchtbare Zusammenarbeit und besonders bei den Kollegen Constantin Bauer, Andreas Baumann, Yves Becker, Marcel Bücker, Ulrich Blass, Tobias Donhauser, Nora Feiden, Holger Franz, Stefan Gabriel, Werner Gölzer, Benedikt Hannemann, Bernhard Helfrich, Torsten Heydt, Alexander Huf, Andreas Kenf, Valentine Kessler, Andreas Klingler, Regina Köhne, Janna Krummenacker, David May, Konstantin Mehl, Florian Mischo, Lukas Münch, Thomas Pfaff, Jan Rehra, Thomas Rief, David Scheliga, Florian Schimmer, Sebastian Schmeer, Stefan Schmidt, Stefan Schmitt, Uwe Schmitt, Ralph Schneider, Dominic Schommer und Liubov Sorochynska für die kollegiale Unterstützung, die konstruktiven Diskussionen und die freundschaftliche Atmosphäre. Bei Mertcan Kaya, Maximilian Eckrich, Paul Cayet, Rohil Desai und Vamshi Thatikonda bedanke ich mich für die tatkräftige Unterstützung bei den Forschungsarbeiten.

Allen Beteiligten am Forschungsprojekt Next-Move möchte ich meinen Dank aussprechen für die gute Zusammenarbeit und für den wertvollen fachlichen Austausch.

Meiner Familie und meiner Partnerin Kathrin danke ich für die moralische Unterstützung und den Rückhalt bei der Erstellung dieser Arbeit.

Kaiserslautern, Juni 2019

Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis	I
Abstract	V
Nomenklatur	IX
1 Einleitung	1
1.1 Einsatz von kohlenstofffaserverstärkten Kunststoffen	1
1.2 Aufbau der Arbeit	3
2 Herstellungs- und Integrationsverfahren	5
2.1 Halbzeuge und Verarbeitungsprozesse	5
2.1.1 Prepreg-Halbzeuge	5
2.1.2 Textile Verstärkungen	7
2.1.3 Harzinjektions-Technologien	8
2.1.4 Autoklavtechnik	8
2.2 Werkstoffgerechte Integrationsverfahren	9
2.2.1 Klebungen	10
2.2.2 Mechanische Verbindung	11
2.2.3 Co-Bonding	11
2.2.4 Co-Curing	12
2.2.5 Kombinierte Verfahren	12
2.2.6 Modifiziertes Co-Curing	13
2.2.7 Vergleich der Verfahren	14
2.2.8 Anwendungsbeispiel Landeklappe	16
2.3 Phänomene und Mechanismen der Grenzflächeninteraktion	18
3 Grundlagen und Charakterisierung der Vernetzung von Duromeren	20
3.1 Betrachtete Materialien	20
3.2 Ablauf der Vernetzung	21
3.2.1 Entwicklung der mechanischen Eigenschaften	24

3.2.2	Entwicklung der Feuchtigkeitsaufnahme	26
3.2.3	Alterung	28
3.2.4	Mehrstufige Aushärtung	29
3.3	Charakterisierung der Aushärtung	29
3.3.1	Reaktionswärme	31
3.3.2	Dielektrische Eigenschaften	36
3.3.3	Rheologische Eigenschaften	41
3.3.4	Entwicklung der Glasübergangstemperatur	43
3.3.5	Prozessrelevante Zeitpunkte	46
3.4	Charakterisierung der Eigenschaften in der Aushärtung	47
3.4.1	Mechanische Harzeigenschaften	51
3.4.2	Mechanische Laminateneigenschaften	56
3.4.3	Mechanische Eigenschaften bei erhöhter Temperatur	59
3.4.4	Zwischenfazit	60
4	Experimentelle Charakterisierung des modifizierten Co-Curings	62
4.1	Probekörperherstellung	62
4.1.1	Prozessschritte im Autoklavprozess	64
4.1.2	Prozessschritte im Resin Transfer Molding	65
4.2	Untersuchung der Laminat	69
4.2.1	Laminatqualität	70
4.2.2	Dichte und Faservolumengehalt	71
4.3	Prüfverfahren auf Couponebene	72
4.3.1	Ermittlung der kritischen Energiefreisetzungsrate unter Mode I- Belastung	72
4.3.2	Ermittlung der interlaminaren Scherfestigkeit	74
4.4	Einfluss des Aushärtegrads	75
4.4.1	Autoklav-Laminat	77
4.4.2	RTM-Laminat	78

4.4.3	Bruchflächenanalyse	80
4.5	Einfluss der Oberflächenvorbehandlung	84
4.5.1	Oberflächenvorbehandlung durch Abreißgewebe	85
4.5.2	Mechanische Oberflächenvorbehandlung	88
4.6	Einfluss der Diffusionszeit	90
4.7	Charakterisierung der Oberflächeneigenschaften	90
4.7.1	Oberflächenenergie	91
4.7.2	Oberflächentopografie und Rauheit	95
4.7.3	Chemische Oberflächenzusammensetzung	101
5	Validierung auf Detailebene	104
5.1	Bauteil- und Probekörperfertigung	105
5.2	Prüfaufbau	107
5.3	Ergebnisse der Prüfungen	108
5.3.1	Versagensverhalten	108
5.3.2	Gemessene Festigkeiten und Steifigkeiten	112
6	Diskussion und Ausblick	114
7	Zusammenfassung	123
	Anhang	126
	Anhang A.1: Probekörpergeometrien (alle Maße in mm)	126
	Quellen	129
	Betreute studentische Arbeiten	141
	Veröffentlichungen	142
	Lebenslauf	143

Abstract

Due to their superior weight-specific stiffness and strength, fiber-reinforced polymers (FRP) are increasingly applied in a wide range of industries, among them aviation, automotive and sports industry. Compared to conventionally employed metallic materials, FRPs allow for weight savings and tailoring of mechanical properties to the requirements posed by the application and can thus contribute to the achievement of significant emission reductions in transportation. Hence, the content of FRPs in new aircraft structures of up to 50 % documents the widespread application in modern designs. The full utilization of the properties of FRPs, however, also necessitates adaptations in part design, especially with respect to load introduction and joining concepts. Joining technologies established for metallic parts, such as mechanical fastening using rivets or bolts, can pose problems in FRP parts due to their anisotropic mechanical properties with low plasticity. Differential design, the production of complex parts by separate manufacturing of sub-structures which are joined subsequently, requires applicable joining technologies. Adhesive joining is adopted successfully in numerous applications, but especially in the aerospace industry, the quality assurance of adhesively bonded parts poses challenges yet to be solved. For integral design, which denotes the curing of complex parts in one piece, the tools needed for the curing process of the polymeric matrix can be complex and thus costly.

In an attempt to combine the advantages of the aforementioned design alternatives, a method called 'modified co-curing' is analyzed in this work. It is based on partial curing of composite material structures to defined degrees of cure and subsequent joining to uncured structures by a joint curing process. To assess the potential of this method, the curing process of epoxy resin is analyzed first and the mechanical properties of the resin and laminates reinforced by carbon fibers are determined experimentally at different states of cure. Subsequently, the properties of laminates manufactured by modified co-curing are characterized experimentally and key influence parameters like degree of cure, surface energy, and surface topography are investigated. Finally, the feasibility of the method is demonstrated using an example structure common in semi-monocoque designs, which are typically employed in aircrafts.

The materials reviewed in this work are the two-component epoxy resin RTM6-2K (Hexcel Corporation, Stamford) typically used in injection processes reinforced with a biaxial carbon fiber non-crimp fabric and an interleaved prepreg system based on an epoxy resin with an unidirectional reinforcement by carbon fibers. The established manufacturing processes Resin Transfer Molding (RTM) and autoclave curing were used for the injection resin and the prepreg, respectively.

The analysis of the curing process was carried out applying differential scanning calorimetry, dielectric measurements, and rheology and shows that the progression of the degree of cure is significantly influenced by the curing temperature. Decreasing the curing temperature slows down the curing reaction, but also lowers the achievable degree of cure. Of the compared curing temperatures between 180 °C and 120 °C, 140 °C was selected due to the decelerated reaction that enables achieving the targeted degree of cure accurately, but also allows for sufficient crosslinking. The degree of cure can be quantified ex-post by measuring the glass transition temperature based on the calibrated DiBenedetto model.

Subsequently, the mechanical properties were investigated at different states of cure ranging from shortly after gelation until standard cure. For both the injection resin and the prepreg laminate, the stiffness is highest after gelation and decreases about 10 % until full cure. The resin samples also exhibit minor differences in tensile strength, but a significant increase in elongation and toughness with advancing cure. The tensile strength and elongation on laminate level increase with degree of cure, which hints at an insufficient strain at failure of the matrix at lower degrees of cure.

Following these results, the modified curing process was carried out for both materials employing different degrees of cure attained by curing at 140 °C. For reference, laminates of two uncured halves (co-curing) and one fully cured half joined with an uncured half (co-bonding) were included in the tests. The interlaminar fracture toughness under mode I loading, G_{IC} , was tested in double cantilever beam (DCB) tests. G_{IC} displays a correlation of the degree of cure and the joint properties, with the co-curing laminates having 11 % and 33 % higher fracture toughness than the modified co-curing configurations. However, modified co-curing in all cases yields results superior or equal to co-bonding. Analysis of the fracture surfaces highlights that failure happens partially at the fiber-matrix-interface and partially at the interface of the laminates, with the portion of the latter increasing with degree of cure.

To assess the influence of surface properties for the process, different peel plies were compared with respect to the resulting joint properties. The results with up to 50 % loss in G_{IC} indicate the high importance of appropriate surface preparation. Subsequent tests also show that the influence of the peel ply on the joint properties can be reversed by abrasion.

In an attempt to understand the mechanisms causing this behavior, surface energy, topography and chemical composition of partly cured laminate surfaces were examined. Surface energy was measured using the sessile drop method with three different liquids. The obtained surface energies show trends similar to the DCB results, but are not suitable for predicting the joint properties for different degrees of cure. The surface topography studied for laminates of different degrees of cure using white light interferometry displays different mechanisms of peel ply removal depending on the degree of cure. For laminates with low degree of cure, the brittle matrix behavior induces cohesive matrix failure resulting in a surface with lower roughness when compared to laminates with higher degree of cure, where failure occurs at the interface between peel ply and laminate. The chemical composition of the surface was studied in order to understand the difference in joint properties caused by the peel plies. Contamination of the surfaces as a consequence of peel ply coating could not be detected, though silicon-based coating was found on one of the peel plies and the release agent used.

To demonstrate the potentials of modified co-curing at detail level, a typical combination of a shell and a stiffener was produced in the autoclave process. The shell was partly cured and then joined to the T-shaped stiffeners by modified co-curing. The performed T-pull tests, where a tensile load is applied to the stiffener acting perpendicular to the shell plane, reveal a strength difference of 9 % for the specimens produced by modified co-curing as compared to the co-cured reference. This confirms that modified co-curing is a viable option for producing complex structures with minor difference in mechanical performance compared to established methods. Furthermore, it offers possibilities for novel design features in integral designs such as internal stiffeners through the use of partially cured substructures.

Kurzfassung

Faser-Kunststoff-Verbunde erfahren aufgrund ihrer guten gewichtsspezifischen mechanischen Kennwerte eine zunehmende Verbreitung in verschiedensten Anwendungsfeldern. Eine Voraussetzung für die Ausnutzung der Leichtbaupotenziale bei gleichzeitiger Begrenzung der Herstellkosten ist jedoch eine werkstoffgerechte Lasteinleitung durch geeignete Verbindungsverfahren.

Gegenstand dieser Arbeit ist die Untersuchung eines Ansatzes zur Herstellung von Strukturen aus Faser-Kunststoff-Verbund durch eine getrennte Herstellung von teilausgehärteten Substrukturen mit anschließender Verbindung durch gemeinsame Vollaushärtung. Zur umfassenden Analyse der Prozessfenster und Potenziale werden zunächst am Beispiel eines faserverstärkten Werkstoffes auf Epoxidharzbasis die wichtigsten Zustands- und Eigenschaftsänderungen während der Vernetzung des Matrixharzes charakterisiert. Als Resultat dieser Analysen können die Entwicklung des Aushärtegrads bei verschiedener Temperaturführung im Aushärteprozess sowie die grundlegenden mechanischen Eigenschaften von Matrixwerkstoff und Verbund bei verschiedenen Aushärtegraden quantifiziert werden.

Aufbauend auf diesen Ergebnissen werden anhand experimenteller Untersuchungen an durch gemeinsame Aushärtung hergestellten Laminaten die Verbindungseigenschaften in Abhängigkeit von unterschiedlichen Einflussfaktoren ermittelt. Für die zwei Prozessvarianten Autoklavprozess und Resin Transfer Molding (RTM) wird die Energiefreisetzungsrates unter Mode I-Belastung bei Variation des Aushärtegrads der zu verbindenden Laminaten analysiert. Die Variation der Verbindungseigenschaften wird anhand von rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen der Bruchfläche erklärt. Weiterhin wird der Einfluss der Oberflächeneigenschaften durch Anwendung verschiedener Vorbehandlungen analysiert. Die Oberflächeneigenschaften Oberflächenspannung, Topografie und chemische Zusammensetzung werden gemessen und hinsichtlich ihrer Prognosefähigkeit für die Verbindungseigenschaften diskutiert.

Zur Demonstration der Umsetzbarkeit der Herstellmethode auf Bauteilebene werden für den Einsatz im Luftfahrtbereich typische Details hergestellt und mechanisch geprüft. Die Eigenschaften der in der hier untersuchten Methodik hergestellten Details zeigen nur geringe Abweichungen im Vergleich zu denen der Referenzmethode.

Nomenklatur

Abkürzungen

CF	Kohlenstofffaser
CFK	Kohlenstofffaserverstärkter Kunststoff
CTT	Conversion-Temperature-Transition
DCB	Double Cantilever Beam
DEA	Dielektrische Analyse
DIC	Digital Image Correlation (digitale Bildkorrelation)
DMA	Dynamisch-Mechanische Analyse
DMTA	Dynamisch-Mechanisch-Thermische Analyse
DSC	Differential Scanning Calorimetry (dynamische Differenzkalorimetrie)
EDX	Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (energiedispersive Röntgenspektroskopie)
FEA	Finite Elemente Analyse
FKV	Faser-Kunststoff-Verbund
FVG	Faservolumengehalt
GF	Glasfaser
GFK	Glasfaserverstärkter Kunststoff
ILSS	Interlaminare Scherfestigkeit
MBT	Modified Beam Theory
NCF	Non-Crimp Fabric (Gelege)
RTM	Resin Transfer Moulding
REM	Rasterelektronenmikroskop
TTT	Time-Temperature-Transition
TMDSC	Temperature Modulated Differential Scanning Calorimetry (temperaturmodulierte DSC)
UD	Unidirektional
WLI	Weißlichtinterferometrie
XPS	X-ray Photoelectron Spectroscopy (Röntgenphotoelektronenspektroskopie)

Lateinische Symbole

E	GPa	Elastizitätsmodul
c_p	J/(kg*K)	Spezifische Wärme
FAW	g/m ²	Fiber Areal Weight (Flächengewicht)
F_{max}	N	Maximallast
G	Pa	Schubmodul
G'_s	Pa	Schub-Speichermodul
G''_s	Pa	Schub-Verlustmodul
G^*	Pa	Komplexer Schubmodul
G_{Ic}	J/mm ²	Energiefreisetzungsrate unter Mode I-Belastung
G_{IP}	J/mm ²	Energiefreisetzungsrate im Bereich des Rissfortschritts
G_{IIc}	J/mm ²	Energiefreisetzungsrate unter Mode II-Belastung
K_{Ic}	Pa*m ^{0,5}	Kritischer Spannungsintensitätsfaktor
M	Nm	Biegemoment
t	min	Dauer
\dot{q}	W/g	Gewichtsspezifischer Wärmestrom
Q	J	Wärme
R	MPa	Festigkeit
S_a	µm	Arithmetische Rauheit
S_z	µm	Maximale Höhe
T	K	Temperatur
T_g	K	Glasübergangstemperatur

Griechische Symbole

α		Aushärtegrad
δ	mm	Traversenweg bei DCB-Prüfung
ε	%	Dehnung
η	Pa*s	Rheologische Viskosität
ζ	Ωcm	Ionenviskosität
ν	-	Poissonzahl
ρ	g/cm ³	Dichte
σ	MPa	Spannung
τ	MPa	Schubspannung
φ	Vol.%	Faservolumenanteil
ψ	Gew.%	Fasermassenanteil

Indizes

0	Ausgangszustand
1,2,3	Orthogonale Raumrichtungen bzgl. Lagenausrichtung (1=faserparallel)
∞	Vollausgehärtet
\perp	Orthogonal zur Faserrichtung
\parallel	Parallel zur Faserrichtung
A	Aufheizen
dyn	Dynamisch gemessen
g	Bei Glasübergang
gel	Bei Gelierung
H	Haltestufe
iso	Isotherm gemessen
K	Abkühlen
P	Prozess
T	Bei Temperatur T
ult	Ultimativ

Hochgestellte Indizes

+	Unter Zugbelastung
-	Unter Druckbelastung

Mathematische Symbole

\int	Integral
Δ	Differenz
π	Kreiszahl, $\pi \approx 3.1415$

1 Einleitung

1.1 Einsatz von kohlenstofffaserverstärkten Kunststoffen

Seit mehr als 80 Jahren werden Faser-Kunststoff-Verbunde (FKV) in Deutschland verwendet [1] und erfahren seit diesen Anfängen eine kontinuierlich wachsende Verbreitung. Waren bereits die ersten Anwendungen von glasfaser- und kohlenstofffaserverstärkten Kunststoffen (CFK) im Flugzeugbau zu finden, so hält die große Bedeutung des Luftfahrtbereichs bis heute an, wie sich in der branchenspezifischen Verteilung des CFK-Bedarfes (siehe Abbildung 1) zeigt. Nach Gewichtsbedarf und Umsatz bilden der Luft-, Raumfahrt- und Verteidigungssektor das größte Anwendungsgebiet für kohlenstofffaserverstärkte Kunststoffe.

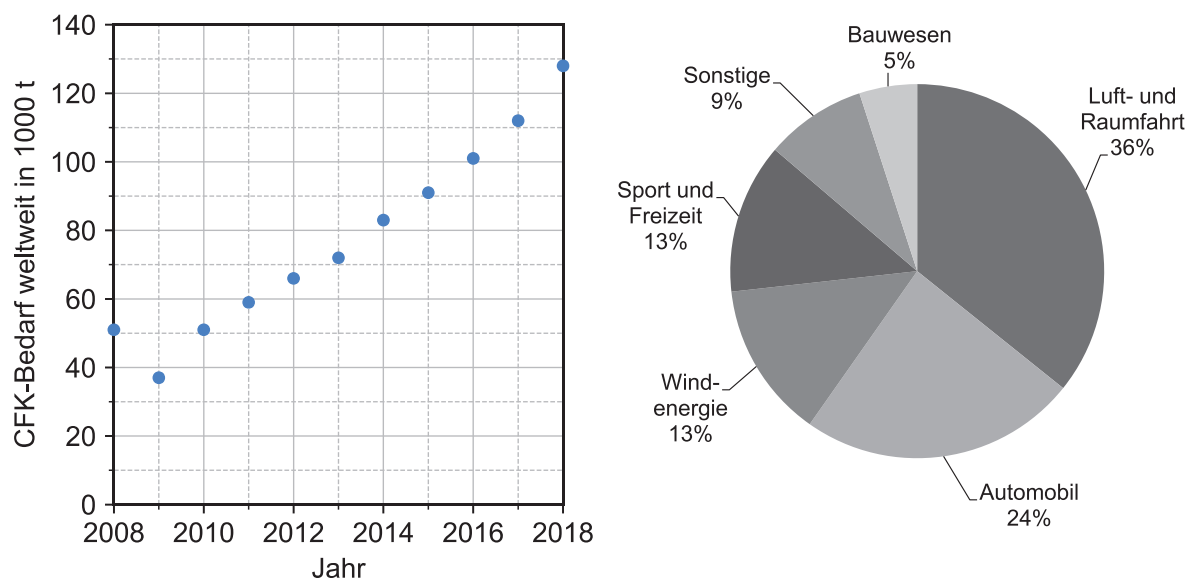


Abbildung 1: Entwicklung (links) und Verteilung im Jahr 2018 (rechts) des CFK-Bedarfs weltweit nach Anwendungsgebieten [2]

Aufgrund der im Vergleich zu metallischen Werkstoffen überlegenen gewichtsspezifischen mechanischen Eigenschaften und der damit verbundenen Gewichtseinsparungspotenziale steigt der Masseanteil von CFK in Flugzeugen kontinuierlich. Seit dem ersten Einsatz von CFK an der Seitenleitwerksvorderkante des Airbus A300B in den 1970er Jahren, erhöhte sich der Gewichtsanteil von FKV in der Struktur moderner Flugzeuge auf mehr als 50 % in der Struktur der Modelle Boeing 787 und Airbus A350 XWB (siehe Abbildung 2). Bei den Mitbewerbern werden ebenfalls zunehmend Verbundwerkstoffbauteile eingesetzt. So liegen die

Gewichtsanteile bei den Modellen Irkut MC-21 bei 20 – 30 % und beim Mitsubishi Regional Jet (MRJ) bei 10 bis 15 %. Die Senkung des Treibstoffverbrauchs und die Erhöhung der Nutzlast dank erzielter Gewichtseinsparungen sind – neben anderen Möglichkeiten wie der gezielten Einstellung von Steifigkeitseigenschaften von Bauteilen – Hauptgründe für den Einsatz von FKV. Auch im Helikopterbereich werden zunehmend FKV eingesetzt, wie beispielsweise im Modell H160 des Herstellers Airbus Helicopters, dessen Zelle komplett aus FKV gefertigt wird [3].

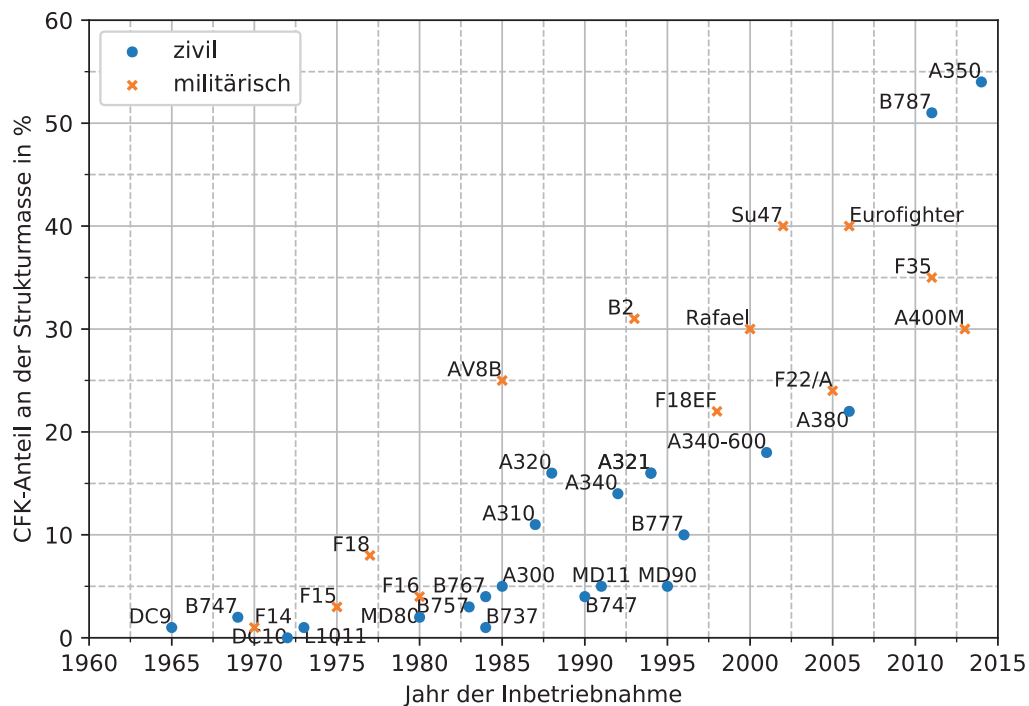


Abbildung 2: Entwicklung des CFK-Gewichtsanteils an der Flugzeugstruktur [4, 5]

Auch im Automobilbereich ist ein wachsender Einsatz von FKV zu erwarten. Dort werden für die nächsten 10 bis 15 Jahre die Anforderungen an den Leichtbaugrad als eine der wichtigsten Anforderungen eingeschätzt [6]. Aufgrund der zunehmenden Elektromobilität ist die Unterbringung schwerer Batteriepakete erforderlich, wodurch die Akzeptanz für Mehrkosten für Leichtbau steigt, wenngleich auf deutlich niedrigerem Niveau im Vergleich zur Luft- und Raumfahrt [7].

Mit dem vermehrten Einsatz steigt auch die Relevanz der Herstellkosten von FKV-Bauteilen. Diese Kosten werden im Luftfahrtbereich zu großen Teilen von den Kosten für Arbeit (35 – 45 %) und Material (35 – 40 %) beeinflusst, allerdings auch von Zusammenbau und Integration (15 – 20 %) [8]. Durch optimierte Herstellungsprozesse kann demnach mehr als die Hälfte der Herstellkosten gesenkt

werden. Folgerichtig ist ein großes Interesse an der Abkehr von kostenintensiven Autoklavprozessen erkennbar, wobei insbesondere Infusionsverfahren als Ersatz eingesetzt werden. So wird beispielsweise beim Irkut MC-21 ein Teil der Flügelstruktur in einem Out-of-Autoclave-Infusionsverfahren ausgehärtet und beim MRJ das Leitwerk im vakuumunterstützten Resin Transfer Molding (RTM) gefertigt [9].

Neben der Änderung des Aushärteprozesses können die Herstellkosten auch durch die bauweisengerechte Anpassung der Bauteilkonstruktion gesenkt werden. Große und komplexe Strukturen erfordern ebenso große und komplexe Fertigungsmittel wie beispielsweise Werkzeuge und Autoklaven. Eine Möglichkeit zur Reduktion der Komplexität und Kosten ist die Aufteilung in Substrukturen, die in spezialisierten Prozessen hergestellt werden können. Die bei separater Herstellung dieser Substrukturen anschließend erforderlichen Verbindungsprozesse führen dann allerdings zu erhöhten Kosten für die Kombination der Substrukturen zur Gesamtstruktur. Um diesen Konflikt zu lösen, wird in dieser Arbeit eine Methode untersucht, die die Schritte der Aushärtung und Integration kombiniert.

1.2 Aufbau der Arbeit

Nach der Einleitung werden im zweiten Abschnitt dieser Arbeit relevante **Begriffe und Methoden** erläutert. Dies umfasst neben Halbzeugen und Aushärtungsverfahren insbesondere Herstellungsmethoden für komplexe FKV-Bauteile und deren Vor- und Nachteile. Darauf aufbauend werden eine Einordnung der in dieser Arbeit untersuchten Herstellungsmethode vorgenommen und die Vor- und Nachteile herausgearbeitet.

Im dritten Abschnitt wird eine **Charakterisierung der Aushärtung** von Laminaten aus Kohlenstofffaserverstärkung und Epoxidharzmatrix durchgeführt. Bei der Aushärtung von Epoxidharzen findet eine Vernetzung statt, welche die Ausbildung eines dreidimensionalen Netzwerks bedeutet. Hieraus resultierend erfolgt der Wechsel in den festen Zustand. Der Vorgang der Aushärtung kann basierend auf der chemischen Struktur, den physikalischen Eigenschaften oder der durch die Reaktion freiwerdenden Wärme gemessen werden. In diesem Abschnitt werden verschiedene Verfahren, unter ihnen dynamische Differenz-Kalorimetrie (DDK, engl. DSC), Rheologie und dielektrische Analyse (DEA) eingesetzt, um die Aushärtung der

verwendeten Epoxidharze zu untersuchen. Hierauf aufbauend werden die Eigenschaften in unterschiedlichen Zuständen der Aushärtung an Proben mit und ohne Faserverstärkung untersucht.

Im vierten Abschnitt werden die **Verbindungseigenschaften** von Verbindungen teilausgehärteter Lamine mit unausgehärteten Laminen durch gemeinsame Aushärtung (nachfolgend modifiziertes Co-Curing genannt) untersucht. Die Einflussfaktoren Aushärtegrad und Oberflächenvorbehandlung stehen dabei im Fokus. Zur Evaluierung des Einflusses des Aushärtegrads werden die Eigenschaften von Laminen verglichen, die bei unterschiedlichen Aushärtegraden im modifizierten Co-Curing verarbeitet wurden. Anschließend werden die Versagensmechanismen anhand der Bruchflächen der Proben beurteilt. Die Auswirkungen der Oberflächenvorbehandlung werden anhand von Laminen ermittelt, die nach Anwendung verschiedener Abreißgewebe und mechanischer Verfahren verbunden werden. Aufbauend auf diesen Ergebnissen werden die Oberflächeneigenschaften anhand verschiedener Methoden experimentell charakterisiert und Korrelationen zwischen Oberflächen- und Verbindungseigenschaften aufgezeigt.

Die auf Couponebene erzeugten Ergebnisse werden im fünften Kapitel auf **Detailenebene** auf einen generischen Bauteilausschnitt angewendet, der für Luftfahrtanwendungen typisch ist. Zur Prüfung der Übertragbarkeit wird eine Schale mit aufgesetztem Versteifungsprofil in zwei Prozesskonfigurationen hergestellt und die Ergebnisse von mechanischen Prüfungen dieses Bauteils mit den Ergebnissen auf Couponebene verglichen.

Im sechsten Kapitel werden die gewonnenen Erkenntnisse diskutiert und es werden Empfehlungen für relevante Themenfelder zum Ausbau der Untersuchungen gegeben. Auf dieser Basis wird die Bauweise in einer **Gesamtbetrachtung** bewertet und es werden Chancen und Grenzen der Anwendung diskutiert.

2 Herstellungs- und Integrationsverfahren

2.1 Halbzeuge und Verarbeitungsprozesse

Da Faser-Kunststoff-Verbunde aus den Komponenten Harz und Faserverstärkung bestehen, ergeben sich Freiheiten bei der Wahl der Werkstoffe für die beiden Komponenten, der Art und Struktur der Faserverstärkung und des Verhältnisses der beiden Komponenten. Je nach Wahl des Fertigungsprozesses können imprägnierte Faser-Matrix-Halbzeuge oder textile Faser-Halbzeuge eingesetzt werden. Im Rahmen dieser Arbeit werden als Matrixwerkstoffe duroplastische Epoxidharze und als Faserverstärkung orientierte Endlosfasern aus Kohlenstoff verwendet. Um die Eigenschaften des modifizierten Co-Curings in zwei Prozessen zu untersuchen, werden vorimprägnierte Faser-Matrix-Halbzeuge mit unidirektionaler (UD) Faserverstärkung in einem Autoklavprozess verarbeitet, sowie trockene bidirektionale Gelege im Resin-Transfer-Molding mit einem Injektionsharz imprägniert. Die eingesetzten Halbzeuge und Verarbeitungsprozesse werden im Folgenden kurz vorgestellt.

2.1.1 Prepreg-Halbzeuge

Seit ihrer Entwicklung um 1960 bei der Firma Boeing werden die sogenannten Prepregs (englisch für preimpregnated fibers) verwendet. Es handelt sich hierbei um mit thermoplastischem oder duroplastischem Harz vorimprägnierte Halbzeuge, bei denen Faserverstärkung und Matrix auf einen definierten Faservolumengehalt eingestellt sind. Die Faserverstärkung kann orientiert in Form von Gelegen und Geweben oder auch als Vlies oder Wirrfasermatte vorliegen. [10, 11]

Zur Herstellung von Prepregs existieren verschiedene Verfahren, wobei vorrangig die Lösemittelimprägnierung und die Schmelzharzimprägnierung im Einsatz sind. Während das Lösemittel-Verfahren vor allem zur Verarbeitung von Geweben geeignet ist, hat sich die Schmelzharzimprägnierung zur Herstellung von UD-Prepregs im Serienmaßstab durchgesetzt [10-12]. Hierfür werden Harzfilme hergestellt und auf silikonisiertes Trägerpapier aufgebracht. Wie in Abbildung 3 dargestellt werden im folgenden Schritt Verstärkungsfasern von Spulen mit kontrollierter Fadenspannung abgerollt und zu einem Faserbett gespreizt. In der

Imprägnierzone werden Faserbett und Harzfilme erwärmt, um durch eine Viskositätssenkung des Harzes die Imprägnierung zu erleichtern, und das Harz wird durch Kalanderrollen in das Faserbett gedrückt. Bei diesem Schritt schreitet die Aushärtereaktion des Harzes durch die Temperaturerhöhung voran, was zum Teil gewünscht ist, um den Harzfluss im Aushärtezyklus zu verringern. Anschließend wird das Material abgekühlt und tiefgefroren, um die Lagerfähigkeit zu verbessern. [13]

Aufgrund der eingeschränkten Drapierbarkeit sind Prepregs hauptsächlich für geometrisch einfache Teile geeignet, z. B. Schalenstrukturen [10]. Aufgrund der sehr guten mechanischen Eigenschaften wird nichtsdestotrotz die Mehrheit der Strukturbauteile in Flugzeugen im Prepreg/Autoklav-Verfahren produziert (siehe Kapitel 2.1.4).

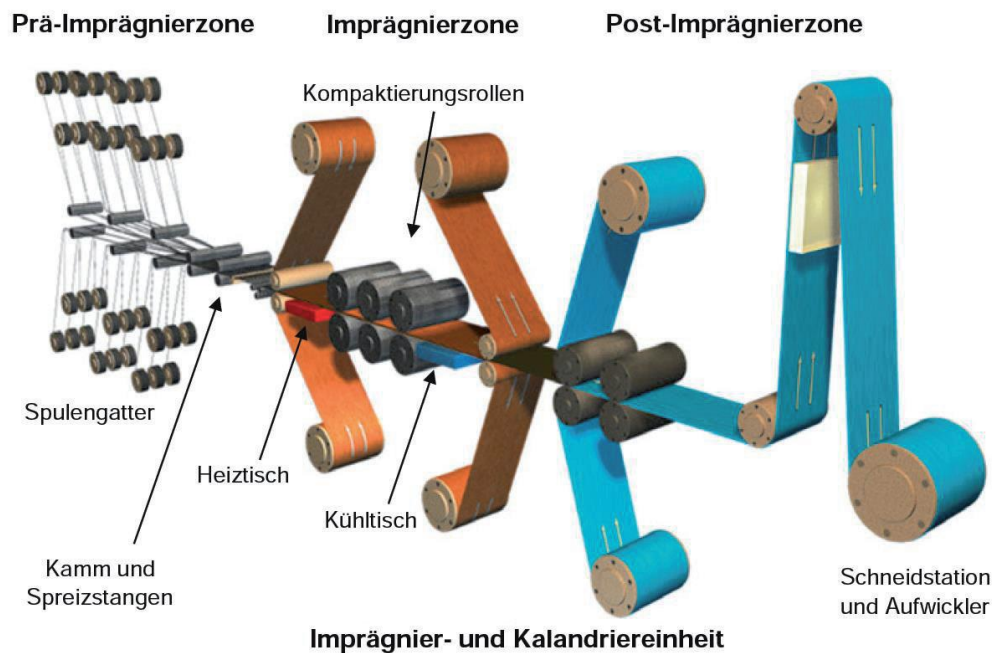


Abbildung 3: Prozessschema der Schmelzharz Imprägnierung [13]

Die kommerziell eingesetzten Prepregs werden kontinuierlich weiterentwickelt, um gestiegene und neu hinzugekommene Anforderungen (z. B. elektrische Leitfähigkeit) zu erfüllen. Nach [13] können vier Generationen unterschieden werden:

- Prepregs als Fasermaterial mit Harz und Härter:
begrenzte Bruchzähigkeit aufgrund der Sprödeheit des Matrixmaterials
- Prepregs mit gelösten Zähigkeits-Modifikatoren (engl. „toughenern“):
häufig thermoplastische oder Kautschuk-Zusätze zur Erhöhung der Zähigkeit
- Prepregs mit gelösten und unlöslichen Modifikatoren:
bei diesen Prepregs ist zwischen den Schichten eine zusätzliche Schicht (das sogenannte interleaf) eingebracht, die eine hohe Schubdehnung aufweisen sollte. Im Falle eines Impacts verhindert diese zähe Schicht eine Delamination der Laminatschichten, wodurch der Schaden im Laminat auf Risse innerhalb der Schichten begrenzt bleibt [14]. Weiterhin können in die Matrix eingebettete Partikel oder Phasen die Risszähigkeit durch Mechanismen wie Crack deflection, Crack-Pinning, Particle-Bridging u.a. erhöhen [12]
- Interleaf-Prepregs mit verbesserter elektrischer Leitfähigkeit in Dickenrichtung:
noch im Entwicklungsstadium.

2.1.2 Textile Verstärkungen

Textile Faserhalbzeuge werden in Injektions- und Infusionsprozessen eingesetzt. Faserhalbzeuge aus Endlosfasern können je nach Architektur unterteilt werden in Gelege, Gewebe und weitere Formen, wie beispielsweise Geflechte, Matten und Gestricke. Als Fasern kommen üblicherweise Kohlenstofffasern, Glasfasern oder Aramidfasern zum Einsatz.

Gewebe sind Flächengebilde aus Fäden zweier Fadensysteme, die sich rechtwinklig verkreuzen. Je nach Anforderungen an Verschiebefestigkeit und Drapierbarkeit können Leinwand-, Köper- und Atlasbindung eingesetzt werden [11]. Gewebe lassen sich bedingt durch ihre Scherverformbarkeit auf komplex gekrümmte Oberflächen drapieren. Aufgrund der Krümmung der Fäden sind die Festigkeiten um 5 bis 20 % reduziert im Vergleich zu unidirektionalen Architekturen und die erreichbaren Faservolumengehalte sind geringer als bei UD-Schichten [1].

Als Gelege werden durch ein Maschensystem oder ein chemisches Bindemittel fixierte, textile Strukturen bezeichnet, die aus einer Zahl von parallelen,

unterschiedlich orientierten Lagen gestreckter, nicht gewebter Fäden bestehen [15]. Durch die nicht gewebte Struktur sind die Fasern gestreckt und die mechanischen Kennwerte nah an denen unidirektionaler Verstärkungen [11]. Aufgrund der guten mechanischen Eigenschaften werden in dieser Arbeit Gelege aus Kohlenstofffasern eingesetzt. Die chemische Fixierung kann z. B. durch Schmelzfäden realisiert sein, während bei der Fixierung durch ein Maschensystem unterschiedliche Bindungstypen (u.a. Franse, Trikotbindung) eingesetzt werden [11]. Wegen der im Vergleich zu Infusionsprozessen hohen erreichbaren Faservolumengehalte und der größeren Praxisrelevanz für den Luftfahrtbereich wurden die textilen Halbzeuge in der vorliegenden Arbeit in dem im folgenden Abschnitt vorgestellten Harzinjektionsverfahren verarbeitet.

2.1.3 Harzinjektions-Technologien

Bei den Harzinjektionsverfahren wird die Faserverstärkung im Prozess der Bauteilherstellung mit dem Harz infiltriert. Bei dem im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Resin Transfer Molding (RTM) wird die trockene Faserverstärkung geometrisch an die Bauteilendkontur angepasst und als sogenannte Preform in das Werkzeug eingelegt. Anschließend wird das Harz mit Überdruck in das geschlossene Werkzeug eingespritzt.

Im Vergleich zur Verwendung von Prepregs ergeben sich Vorteile, wie z. B. die längere Lagerfähigkeit der Halbzeuge, Freiheiten bei der Kombination von Faserverstärkung und Matrixmaterial, bessere Automatisierbarkeit und geringere Halbzeugkosten [11, 12]. Nachteile des Verfahrens sind das Risiko einer Fehlausrichtung der Faserverstärkung im Bauteil aufgrund einer Verschiebung derselben im Infusionsschritt und das Risiko von Imprägnierungsproblemen, die zur Entstehung von trockenen Stellen im Laminat führen können. Die Anwendung des RTM-Verfahrens wurde im Flugzeugbereich unter anderem am Beispiel einer Integralbauweise von 7,5 m langen Landeklappen des A320 demonstriert [16, 17].

2.1.4 Autoklavtechnik

Bei der Autoklavtechnik werden FKV-Bauteile in einem Druckkessel mit definierter Heiz- und Kühlrate hergestellt. Das auszuhärtende Laminat befindet sich in einem Vakuumaufbau und wird durch die Druckerhöhung im Autoklav mit einem Druck

beaufschlagt, der zu einer Imprägnierung und Konsolidierung des Laminats führt. Durch die realisierbaren Drücke sind hohe, über das Bauteil homogene Faservolumenanteile und geringe Porosität und damit hohe Festigkeiten und Steifigkeiten erreichbar. Allerdings verursacht der notwendige Vakuumaufbau erhöhte Rüstzeiten und hohen Aufwand für Vorbereitung und Hilfsstoffe. Zusätzlich sind die Investitionskosten nachteilig. [10, 13]

2.2 Werkstoffgerechte Integrationsverfahren

FKV-Bauteile können in einer Vielzahl von Herstellungs- oder Integrationsprozessen produziert werden. Bei Integralbauweisen erfolgen Aushärtung (die Umwandlung der Halbzeuge in Strukturen mit definierter Kontur und Aushärtezustand) und Integration (also die Verbindung eventueller Substrukturen reduzierter Komplexität) in einem Schritt, bei Differentialbauweisen unterteilt sich die Bauteilherstellung in einen Aushärtungs- und einen Integrationsschritt.

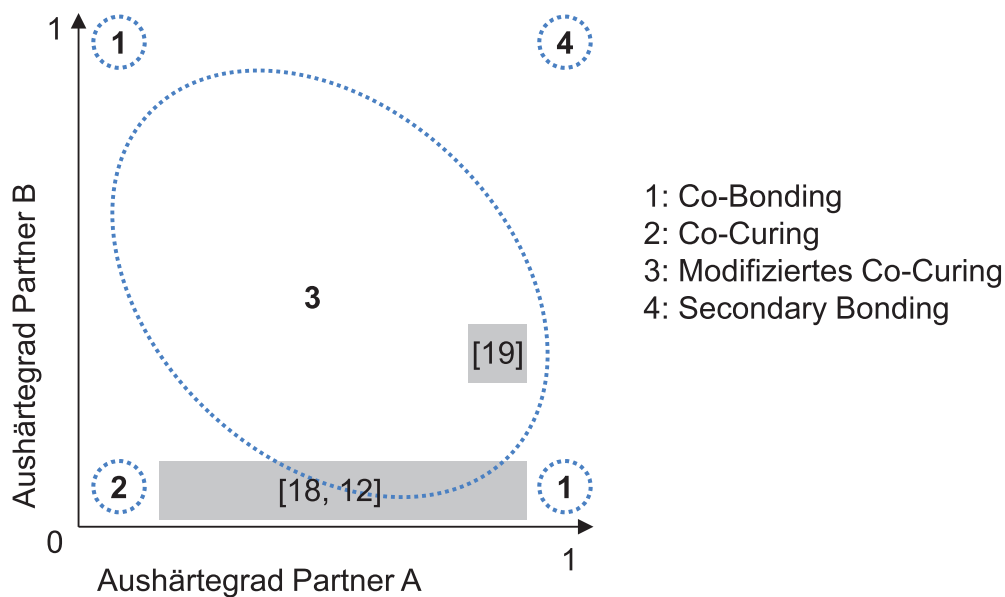


Abbildung 4: Systematik der Verbindungsverfahren (blau) mit Vorarbeiten zum modifizierten Co-Curing (grau)

Im Folgenden sollen die wichtigsten Verfahren kurz dargestellt werden. Zuerst werden hierbei mit mechanischen Verbindungen und Klebeverbindungen (siehe Secondary Bonding (4) in Abbildung 4) Verfahren des Differentialdesigns vorgestellt, danach Co-Bonding, Co-Curing und modifiziertes Co-Curing sowie die Kombination dieser Verfahren als Varianten für integrales Design.

2.2.1 Klebungen

Bei Klebungen werden ausgehärtete Teile mittels einer Klebstoffschicht über Adhäsion verbunden [20]. Aus mechanischer Sicht bietet die Verbindung von FKV-Bauteilen durch Klebungen große Vorteile. Gerade bei schalenförmigen Bauteilen lassen sich durch Klebungen flächige Lasteinleitungen ohne Kerbwirkungen realisieren, wodurch die Notwendigkeit für Aufdickungen oder Verstärkungen verringert und damit die Leichtbaugüte erhöht werden kann [1]. Am Beispiel der „Advanced Composite Cargo Aircraft“ wurde bereits 2009 demonstriert, dass durch Klebungen 98 % der Verbindungselemente im Rumpf eingespart werden können [21].

Allerdings gibt es weder ein allgemeingültiges Modell noch ein direktes Messverfahren für die Adhäsion (siehe Kapitel 2.3), so dass Vorhersagen über die Festigkeit von Klebeverbindungen mit Unsicherheiten behaftet sind [22]. Hinzu kommt, dass Oberflächenverunreinigungen bei der Verklebung ebenso wie Umweltbedingungen eine Degradation der Verbindung hervorrufen können [5, 22] sowie die eingeschränkte Demontier- und Reparierbarkeit von Klebeverbindungen. In einer umfassenden Betrachtung der Herausforderungen bei der Zertifizierung geklebter Verbindungen für Luftfahrzeuge beschreiben *Kruse et al.* den geforderten Nachweis der damage tolerance (die Fähigkeit einer Struktur mit einer definierten Schädigung durch Ermüdung, Korrosion, Unfall oder sonstige Quellen, die geforderten Strukturfestigkeiten für eine definierte Zeit zu erhalten [23]) aus [24] als hauptsächliches Hindernis. Zur Erfüllung der Anforderungen gibt es drei mögliche Wege [25, 26]:

- Einsatz geeigneter zerstörungsfreier Prüfverfahren. Solche Verfahren sind für die Langzeitfestigkeit bzw. Robustheit von Klebungen aktuell nicht verfügbar, womöglich niemals [27]
- Experimenteller Nachweis der Festigkeit jeder kritischen Klebeverbindung. Bei der Anzahl der notwendigen Verbindungen führt dies zu inakzeptablen Kosten
- Vorbeugung der Schadensausbreitung durch Design-Features. Diese werden aktuell erforscht, sind aber noch nicht serienreif

Insgesamt bieten Klebeverbindungen ein großes Leichtbaupotential, doch die Schwierigkeiten bei der Zertifizierung und die hohe Komplexität, die aus der Anforderung resultiert, alle zu verbindenden, separat hergestellten Bauteile mit

definiertem und zerstörungsfrei überwachtem Oberflächenzustand bereit zu stellen, hemmen den Einsatz in Luftfahrtanwendungen.

2.2.2 Mechanische Verbindung

Eine weitverbreitete Möglichkeit der Umsetzung differentiellen Designs ist die Verwendung mechanischer Verbindungselemente wie beispielsweise Nieten oder Schrauben. Hierbei kann unterschieden werden zwischen formschlüssigen Verfahren (Bolzenverbindung) und kraftschlüssigen Verbindungen, bei denen Kräfte über Reibung übertragen werden. Letztere Verbindungen spielen im Luftfahrtbereich für FKV-Bauteile aufgrund des möglichen Abbaus der Vorspannkraft durch Kriechvorgänge eine untergeordnete Rolle [4].

Bei der Substitution metallischer Werkstoffe durch faserverstärkte Kunststoffe im Luftfahrtbereich wurden oftmals die Verbindungstechnologien der metallischen Bauweisen übernommen. Dadurch entstand die starke Verbreitung genieteteter Verbindungen; ein aktuelles Flugzeug enthält mehr als 100.000 Titan-Nieten [4]. Im Unterschied zu den meisten stoffschlüssigen Verbindungstechnologien bieten Bolzenverbindungen den Vorteil der Lösbarkeit und der Anwendbarkeit bei Verbindungen von Fügepartnern aus unterschiedlichen Materialien. Nicht zuletzt bieten sie die Möglichkeit der visuellen Kontrolle der Fügequalität und der gezielten Ausnutzung der Plastizität der Verbinder zur Erreichung eines gutmütigen Versagens [1].

Allerdings eignen sich FKV aufgrund ihrer anisotropen Eigenschaften sowie der geringen Plastizität nur schlecht für solche Verbindungen [28]. Die Notwendigkeit des Einbringens von Löchern für eine genietetete oder geschraubte Verbindung führt zudem zur Durchtrennung von Fasern sowie eventuell zu Delaminationen [29]. Nicht zuletzt erfordern die Spannungsüberhöhungen infolge der Kerbwirkung und die Gefahr des Lochleibungsversagens eine Aufdickung im Verbindungsbereich über die strukturell notwendige Dicke hinaus und verringern somit die Leichtbaugüte. Bolzenverbindungen sind daher eher für dickwandige Teile geeignet, wohingegen Klebeverbindungen sich eher für dünnwandige Fügebauteile eignen [1].

2.2.3 Co-Bonding

Beim Co-Bonding werden ausgehärtete Strukturen zusammen mit nicht

ausgehärteten Strukturen ausgehärtet. Dabei kann ein Klebefilm in der Verbindungszone eingesetzt werden, um die Verbindung zu verbessern. Zwischen dem unausgehärteten Teil und dem Kleber findet eine zusätzliche Vernetzung statt, die Verbindung zwischen ausgehärtetem Teil und Kleber basiert auf sonstigen Adhäsionsmechanismen [26, 29].

Co-Bonding wird im Luftfahrtbereich bereits in der Fertigung eingesetzt, unter anderem zur Verbindung von Haut und Stringern am Leitwerk der Boeing 777 [30] und der Verbindung von Stringern und Schale des Druckschotts des Airbus A380 [12]. Das Verfahren erlaubt die Reduktion von Zykluszeiten und Fertigungskosten, da Bauteile aus verschiedenen Herstellungsverfahren oder Halbzeugen miteinander verbunden werden können, wie von *Kaps* am Beispiel von Stringern aus kontinuierlichen Prozessen mit schalenförmigen Strukturen gezeigt [12]. Eine ausführliche Diskussion der Vor- und Nachteile von Co-Bonding-Verfahren im Vergleich mit anderen Konzepten am Beispiel einer Tragflächenstruktur wird in [4] gegeben. Auch für Raumfahrtanwendungen wurde eine mögliche Kosten- und Zykluszeitreduktion aufgezeigt [31]. Neben Fertigungsanwendungen ist dieser Prozess auch für Reparaturen im Luftfahrtbereich anwendbar [32, 33].

2.2.4 Co-Curing

Co-Curing bezeichnet die gemeinsame Aushärtung mehrerer nicht ausgehärteter Teile in einem Aushärtezyklus, als Verbindungsmechanismus dient dabei chemische Vernetzung [4, 26]. Das Co-Curing Verfahren ist effizient, da nur ein Aushärtezyklus notwendig ist. Dagegen sind Fertigungsaufwand und Prozessrisiko hoch, da bei Fehlern ein Verlust der gesamten Baugruppe droht [12].

In aktuellen Flugzeuggenerationen wird Co-Curing unter anderem beim A350 XWB eingesetzt, um Stringer und Häute im Rumpfbereich zu verbinden [34]. Frühere Anwendungsgebiete sind z. B. Frachttore beim A400M oder als erste Anwendung die Seitenleitwerkschalen des A310/300 [12]. Wird das Verfahren bei komplexen Bauteilen eingesetzt, resultiert daraus allerdings eine hohe Werkzeugkomplexität, wie in [35] am Beispiel einer Flügelstruktur gezeigt.

2.2.5 Kombinierte Verfahren

Erweiterte Möglichkeiten bei der Halbzeugauswahl eröffnet das Coinjection-

Verfahren, bei dem beispielsweise Halbzeuge aus Prepreg in einem Infusionsschritt mit weiteren Substrukturen verbunden werden. Dies erlaubt die Kombination effizienter, aber spezialisierter Prozesse, wie beispielsweise von Pultrusionsverfahren für Bauteile mit konstanter Querschnittsgeometrie mit Infusionsverfahren für komplex gekrümmte Bauteile. Als Varianten dieses Verfahrens wurden beispielsweise Kombinationen von Nasswickel- und Prepregtechnologie [36] sowie von Infusions- und Prepregtechnologie untersucht [12, 37].

2.2.6 Modifiziertes Co-Curing

Beim in dieser Arbeit untersuchten modifizierten Co-Curing handelt es sich um eine Adaption des Co-Curing, bei der einer der Partner vor der gemeinsamen Aushärtung bis zu einem definierten Grad vorausgehärtet wird. Es bildet somit eine Prozessvariante, die, wie in Abbildung 4 dargestellt, je nach Aushärtegrad des vorausgehärteten Partners an die „Extreme“ Co-Curing und Co-Bonding angrenzt.

Durch die Voraushärtung eines Verbindungspartners ist die Imprägnierung abgeschlossen und eine Formstabilität gegeben, was eine Reduktion der Werkzeugkomplexität erlaubt. Gleichzeitig erlaubt die nicht abgeschlossene Aushärtungsreaktion eine Vernetzung zwischen den Verbindungspartnern und damit bessere Verbindungseigenschaften als im Co-Bonding erreichbar.

Moosburger-Will et al. zeigen die Anwendbarkeit des modifizierten Co-Curing am Beispiel eines Vakuuminfusionsprozesses für drei verschiedene Teilaushärtegrade der teilausgehärteten Lamine zwischen 60 % und 80 %. Die hergestellten Lamine weisen kritische Energiefreisetzungsraten unter Mode I-Belastung auf, die nahe an oder über der im Co-Curing hergestellten Referenzkonfiguration liegen und die Ergebnisse im Co-Bonding deutlich übertreffen (dargestellt in Abbildung 5 links) [18]. An anderer Stelle wird für die Verbindung teilausgehärteter Prepreg-Lamine im Infusionsprozess ebenfalls eine Abhängigkeit der kritischen Energiefreisetzungsraten vom Aushärtegrad des teilausgehärteten Laminats gezeigt, wobei die Abnahme der kritischen Energiefreisetzungsraten im Vergleich zum Co-Curing deutlich größer ist (ca. 40 % bei einem Aushärtegrad von 0,35, siehe Abbildung 7 rechts) [12]. In [19] wird ebenfalls für einen Infusionsprozess die Anwendbarkeit des modifizierten Co-Curings gezeigt. Bei einem Teilaushärtegrad von 0,75 konnten porenfreie Verbindungen hergestellt werden, die unter Druckbelastung im Verbindungsbereich

kein Versagen zeigten.

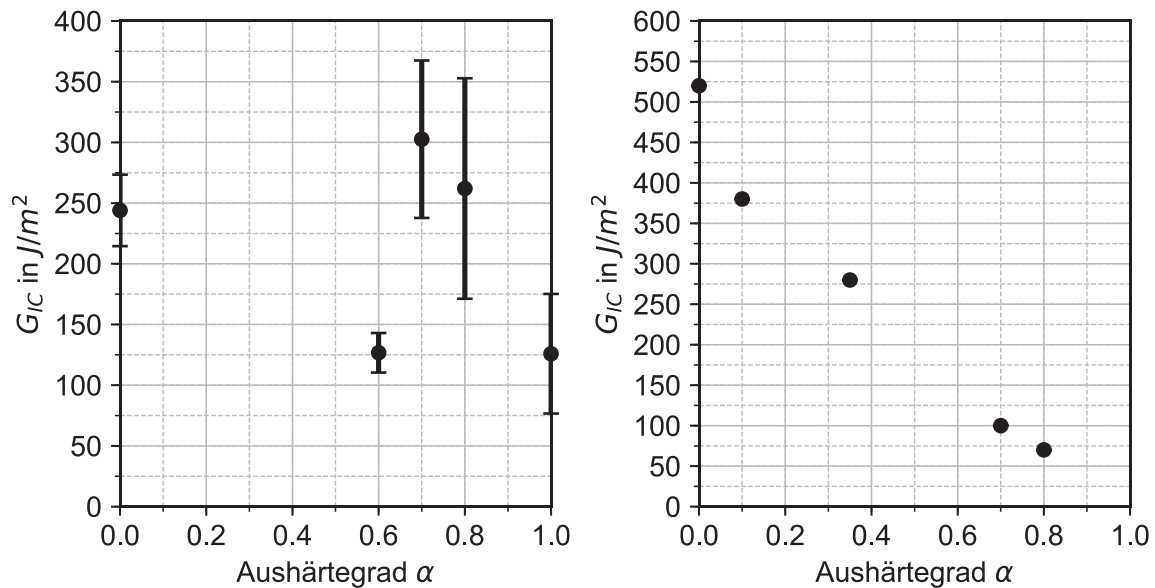


Abbildung 5: Kritische Energiefreisetzungsraten bei modifiziertem Co-Curing in Abhängigkeit des Teilaushärtegrads vor der Verbindung (links [18], rechts [12])

2.2.7 Vergleich der Verfahren

Die erreichbare Festigkeit der Verbindung hängt sehr stark von den Prozessparametern ab, dennoch lassen sich einige allgemeine Tendenzen ableiten. *Song et al.* erzielten in einem Vergleich die höchsten Festigkeiten in Prüfungen an einschnittig überlappten Probekörpern für im Co-Curing hergestellte Laminat aus CFK mit Epoxidharzmatrix, und für Secondary Bonding und Co-Bonding (mit Kleber) 12 % beziehungsweise 41 % geringere Festigkeiten [29]. In ähnlichen Versuchen ermittelten *Kim et al.* für Secondary Bonding 15 % geringere Festigkeiten als für im Co-Curing hergestellte Verbindungen [38]. Die Festigkeiten bei Co-Curing mit Klebstoff liegen unter denen des Co-Curing ohne Klebstoff [29, 38] und unter denen des Secondary Bonding [29, 38, 39]. Bei der Verwendung von Klebstoff im Co-Curing ist zudem ein Einfluss der Lagerbedingungen des Prepreg zu beachten, wie *Mohan et al.* am Beispiel der kritischen Energiefreisetzungsraten G_{IC} und G_{IIc} zeigen, die bei Lagerung bei 98 % Luftfeuchtigkeit um 20 % beziehungsweise 50 % abnehmen [40]. Auch beim Co-Bonding mit Klebstoff kann sich Feuchtigkeit negativ auf die Verbindungseigenschaften auswirken [41].

Für die Beurteilung des Aufwands zur Bauteilherstellung muss differenziert werden

zwischen dem Aufwand im Aushärtungsschritt und im Integrationsschritt. Bei mechanischer Verbindung und Klebverbindung ist die Komplexität der auszuhärtenden Teile geringer, entsprechend ist die Komplexität der Formwerkzeuge geringer. Im folgenden Integrationsschritt ist allerdings der Aufwand höher, da die zu verbindenden Teile vorbereitet werden müssen, z. B. durch Einbringen von Bohrungen oder durch die Durchführung von Oberflächenvorbehandlungen. Im direkten Vergleich von mechanischen Verbindungen und Klebeverbindungen bieten Klebeverbindungen die werkstoffgerechtere Kraftübertragung, weisen allerdings eine höhere Zahl von Einflussfaktoren auf (Oberflächenzustand, Klebefilmdicke, etc.) und eine höhere Empfindlichkeit gegenüber Umgebungsbedingungen wie Temperatur und Feuchtigkeit [29, 38]. Zudem sind mechanische Verbindungen als einzige demontierbar.

Beim Co-Curing müssen im Aushärtungsschritt komplexere Werkzeuge verwendet werden, dafür ist kein separater Integrationsschritt notwendig. Zudem ist das Co-Curing weniger anfällig als Klebeverbindungen gegenüber typischen Verunreinigungen in Produktionsumgebungen [23]. Allerdings bedeutet die gleichzeitige Ausführung von Aushärte- und Integrationsschritt das Risiko eines Totalverlusts des Bauteils, wogegen bei Differenzialbauweise einzelne, defekte Teile vor dem Integrationsschritt ausgetauscht oder repariert werden können.

Im Co-Bonding kann die Werkzeugkomplexität im Vergleich zum Co-Curing reduziert werden durch Ausnutzung der Formstabilität der bereits ausgehärteten Teile [42]. Dem gegenüber stehen allerdings die im Vergleich zu den anderen Verfahren schlechteren gemessenen Verbindungseigenschaften.

Durch den hier vorgestellten Prozess des modifizierten Co-Curings sollen die vorteilhaften Eigenschaften der vorgestellten Prozesse kombiniert werden. Durch die Verwendung teilausgehärteter Strukturen kann im Vergleich zum Co-Curing die Werkzeugkomplexität gesenkt werden. Gleichzeitig können die Verbindungseigenschaften durch geeignete Wahl des Teilaushärtungsgrades über das im Co-Bonding erreichbare Niveau gesteigert werden, ohne den mit Klebeverbindungen verbundenen Aufwand des Integrationsschritts [12, 18]. Es ergeben sich allerdings neue Fragestellungen bezüglich der chemischen Stabilität und mechanischen Eigenschaften der teilausgehärteten Strukturen, der Prozesssteuerung zur Erreichung definierter Teilaushärtungsgrade sowie der optimalen

Auswahl des Teilaushärtegrads und der Oberflächeneigenschaften der zu verbindenden Flächen.

2.2.8 Anwendungsbeispiel Landeklappe

Die Potenziale des modifizierten Co-Curings für die Umsetzung neuer Bauweisen lassen sich beispielsweise an einer Flugzeug-Landeklappe aufzeigen. Eine detaillierte Diskussion möglicher Bauweisen und der Auswirkungen auf das Bauteildesign findet sich in [4]. Das Bauteil muss verschiedene Anforderungen erfüllen, die sich aus dem Einsatzzweck ergeben. Unter diesen sind:

- Erfüllung von Steifigkeitsanforderungen, um Verformungsgrenzen im Flug nicht zu überschreiten
- Geometrische Restriktionen aus aerodynamischen Gründen
- Inkonstanter Bauteilquerschnitt

Bei einer Herstellung in Integralbauweise mittels eines Infusionsverfahrens ergeben sich als interne Versteifungsstrukturen die in Abbildung 6 rechts oben dargestellten Holme in Längsrichtung. Diese werden mittels metallischer Kerne realisiert. Aufgrund der notwendigen Entfernung der Kerne ist eine Integration von Versteifungsstrukturen orthogonal hierzu nur begrenzt möglich, ebenso wie Dickensprünge in der Bauteilstruktur.

Insbesondere für schlanke, gebogene Flügelstrukturen ergeben sich aus dieser Bauweise Einschränkungen für die Bauteilgeometrie, da die Kerne länger und zur Sicherstellung der Entformbarkeit bei gebogenen Strukturen teilbar ausgeführt werden müssen. Dies macht Einbau und Entnahme der Kerne aufwendiger. Weiterhin stellen neue Ansätze zur Kraftstoffeinsparung durch laminare Strömung hohe Anforderungen an die Oberflächenqualität und machen damit Nacharbeiten bei Verwendung mechanischer Verbindungselemente in einer Differentialbauweise notwendig.

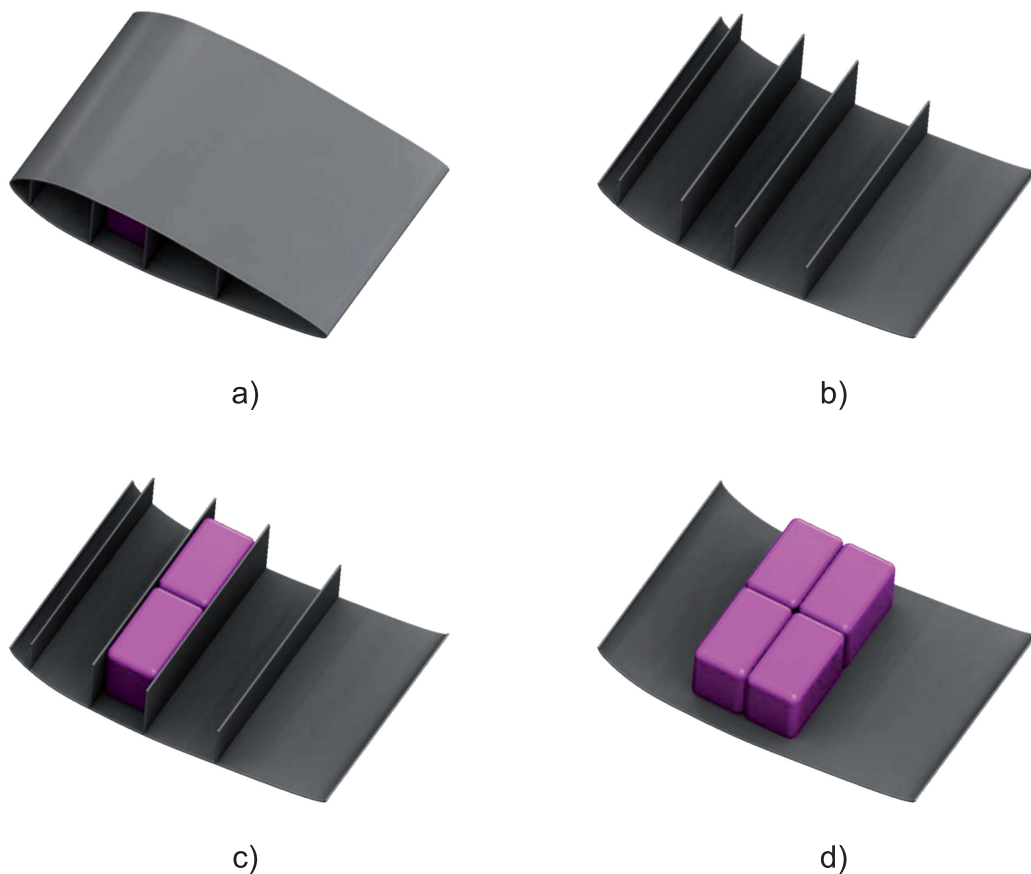


Abbildung 6: Anwendung des modifizierten Co-Curings am Beispiel einer generischen Landeklappengeometrie: a) Bauteilkontur – b) bisherige Bauweise – c) Hybridbauweise mit Kernen und Holmen – d) Bauweise mit Kernen

Angesichts dieses Anforderungsprofils können durch das modifizierte Co-Curing wesentliche Verbesserungen für die Bauweise erreicht werden. Werden die internen Versteifungsstrukturen durch teilausgehärtete Kernstrukturen aus geeigneten Verbundwerkstoffen ersetzt, können diese durch modifiziertes Co-Curing mit den Deckschichten verbunden werden. Folglich ist eine Entformung der Kernstrukturen nach der Aushärtung nicht mehr notwendig. Das eröffnet die Option, die Laminatdicke lokal an Steifigkeits- und Festigkeitsanforderungen anzupassen, sowie Krümmungen und inkonstante Querschnittsformen umzusetzen. Darüber hinaus ergibt sich die Möglichkeit, Versteifungsstrukturen in zwei Richtungen zu realisieren, wie in Abbildung 6 unten rechts angedeutet. Ein Toleranzausgleich könnte durch die gezielte Flexibilisierung durch Erhitzung der teilausgehärteten Kerne in den gummielastischen Bereich umgesetzt werden.

2.3 Phänomene und Mechanismen der Grenzflächeninteraktion

Die Mechanismen der Entstehung von Verbindungskräften bei stoffschlüssigen Verbindungen polymerbasierter Werkstoffe sind seit Jahrzehnten Gegenstand der Forschung [43, 44]. Im Allgemeinen werden die Phänomene der Interaktion an der Grenzfläche unter dem Überbegriff der Adhäsion, nach [45] verstanden als das „makroskopisch zweidimensionale [...] Aneinanderhaften artgleicher oder artfremder Substanzen“, untersucht. In Hinblick auf duroplastische Werkstoffe waren in diesem Bereich bisher vor allem Klebeverbindungen Gegenstand der Betrachtungen. Diese weisen Ähnlichkeiten zu der hier untersuchten Verbindung auf, da bei einigen Klebeverbindungen ebenfalls Laminatoberflächen mittels epoxidbasierter (wenngleich im Allgemeinen nicht identischer) Stoffe verbunden werden. Beim modifizierten Co-Curing besteht im Unterschied zur Klebeverbindung voll ausgehärteter Fügepartner allerdings ein Potenzial zur Ausbildung der Verbindung durch Vernetzung der identischen Matrixwerkstoffe über die Laminatgrenzen hinweg.

Bisher ist es nicht gelungen, eine einheitliche Theorie der Mechanismen der Adhäsion zu formulieren [22, 43-46]. Nach gängigen Modellvorstellungen umfasst Adhäsion daher eine Vielzahl von Oberflächeninteraktionen, die im Einzelfall unterschiedlich stark ausgeprägt sind. Aus Platzgründen sollen im Folgenden ausgewählte, für das modifizierte Co-Curing relevante Konzepte vorgestellt werden. Für eine ausführliche Diskussion siehe [45] oder [22]. Neben der mechanischen Adhäsion, die auf formschlüssigen Verankerungen von Fügepartnern und ausgehärtetem Klebstoff in Oberflächenrauheiten basiert (siehe Abschnitt 4.7.2), werden unter dem Oberbegriff spezifische Adhäsion unter anderem Diffusionstheorie, chemische Bindungen und die Thermodynamik der Phasengrenzen subsummiert [45].

Nach der von *Voyutskii* begründeten Diffusionstheorie bilden sich Verbindungen durch Interdiffusion und Verklammerung von Molekülketten an sich berührenden Oberflächen gleichartiger oder verschiedenartiger Polymere [47]. Die als Autohäsion bezeichnete Ausbildung einer Verbindung gleichartiger Polymere basiert auf Diffusionsprozessen und wird von Kontaktzeit, Temperatur und Druck positiv beeinflusst. Vorgänge, die die Molekülbeweglichkeit verringern, beispielsweise die Zunahme des Vernetzungsgrades, behindern dagegen die Autohäsion [47, 48]. Bei den in Kapitel 4 beschriebenen Laminaten wird der teilausgehärtete Partner (mit

Ausnahme des Co-Bondings) im zweiten Zyklus über die Glasübergangstemperatur erhitzt. Wie in Kapitel 3.2 dargestellt erhöht sich hierdurch die Molekülbeweglichkeit deutlich und die Interdiffusion wird erleichtert. Auch die Bewegung von oberflächlichen Kontaminationen in tiefere Schichten kann hierdurch erreicht werden, wie in [49] modelliert. Eine mögliche Verbesserung der Verbindungseigenschaften durch eine diffusionsfördernde Haltestufe wird in Kapitel 4.6 überprüft. Für eine Diskussion und simulative Abbildung der Diffusion beim modifizierten Co-Curing siehe auch [12].

Die Ausbildung von chemischen Bindungen wurde auch bei werkstofflich verschiedenen Fügepartnern beobachtet und erklärt Adhäsionskräfte über – beispielweise kovalente oder ionische – chemische Bindungen. Im Rahmen dieses Modells lässt sich auch die Vernetzung über die Laminatgrenzen hinweg einordnen.

Alternativ wird die Entstehung von adhäsiven Kräften auch über eine thermodynamische Betrachtung der Oberflächenenergien erklärt. Bei geeigneten Oberflächenspannungen von Flüssigkeit und fester Oberfläche findet eine Benetzung statt und polare und dispersive Wechselwirkungen führen zur Ausbildung von Adhäsionskräften. Diese Theorie wird zwar nicht als geeignet zur alleinigen Erklärung der Adhäsion angesehen [45, 46], die Messung der Oberflächenspannung als Methode zur Kontrolle des Oberflächenzustands wird jedoch weit verbreitet eingesetzt (siehe Abschnitt 4.7.1).

Zusammenfassend ist also davon auszugehen, dass verschiedene Mechanismen der Adhäsion neben der Vernetzung die Entstehung der Verbindung beeinflussen. Daher werden in den Kapiteln 4.5 und 4.7 einige Verfahren aus der Adhäsionsforschung hinsichtlich ihrer Aussagekraft für das modifizierte Co-Curing untersucht.

3 Grundlagen und Charakterisierung der Vernetzung von Duromeren

Epoxidharze durchlaufen während der Aushärtung eine Vernetzungsreaktion, in deren Verlauf aus den Mono- oder Oligomeren eine amorphe Struktur gebildet wird. Um Kenntnisse über den Verlauf der Aushärtung zu erhalten und die Prozessfenster und Einsatzgrenzen des modifizierten Co-Curing zu bestimmen, wird im Folgenden eine Charakterisierung der Aushärtung vorgenommen. Ziel ist die Bestimmung des Aushärtegradverlaufs bei verschiedenen Temperaturführungen im Aushärteprozess sowie die Beschreibung der Entwicklung prozessrelevanter physikalischer und mechanischer Eigenschaften des Harzes während der Aushärtung.

3.1 Betrachtete Materialien

Im Rahmen dieser Arbeit werden kohlenstofffaserverstärkte Lamine auf Basis von Epoxidharzen betrachtet. Diese sind aufgrund ihrer guten mechanischen Kenngrößen, Prozessierbarkeit und Beständigkeit im Luftfahrtbereich die am weitesten verbreiteten Harze [5].

Für die experimentellen Arbeiten wurden zwei verschiedene Halbzeuge und entsprechende Aushärtungsprozesse eingesetzt, um die Anwendbarkeit des Verfahrens unabhängig vom Prozess zu analysieren.

Im Autoklavprozess wurde ein Prepreg auf Epoxidharzbasis mit 34 % Harz-Gewichtsanteil und einer unidirektionalen Kohlenstofffaserverstärkung des Typs IMA-12K (siehe Tabelle 1) verwendet. Das Prepreg ist ein Interleaf-System (siehe Kapitel 2.1.1), bei dem an der Grenzfläche der einzelnen Lagen des Laminats Partikel im Harz eingebracht sind, um eine Rissausbreitung zu verlangsamen [13].

Als zweites Materialsystem kam das 2-Komponenten-Injektionsharz RTM6-2K (Hexcel Corporation, Stamford) mit einer Faserverstärkung aus biaxialer Kohlenstofffasergelege zum Einsatz. Das Gelege ist mit PES-Fäden in Fransenbindung fixiert. Dieses Materialsystem wurde im Resin-Transfer-Molding (RTM) verarbeitet. Die Materialdaten sind in Tabelle 1 zusammengefasst.

Tabelle 1: Daten der eingesetzten Materialien

	Prepreg	Injektionsharz/NCF
Matrixsystem	Epoxidharz	Epoxidharz
Fasertyp	IMA	HTS40
Flächengewicht der Faserverstärkung in g/m ²	268	330
Filamentzahl	12K	12K
Verstärkungstyp	unidirektional	biaxial
Verarbeitungsprozess	Autoklav	RTM

3.2 Ablauf der Vernetzung

Im Verlauf der Aushärtung eines duroplastischen Harzsystems werden die Zwischenzustände in A-Stage, B-Stage und C-Stage unterteilt, die sich hinsichtlich der physikalischen und chemischen Eigenschaften unterscheiden. Zu Beginn der Aushärtung liegt das Harz als Mischung aus Harz- und Härtermolekülen vor, wie in Abbildung 7 veranschaulicht. Im unreaktierten Zustand (A-Stage) verhalten sich die Monomere wie eine niedrigviskose Flüssigkeit. Molekulgewicht, Ionenmobilität, Glasübergangstemperatur und Aushärtegrad sind niedrig. Im Verlauf der Vernetzung bilden sich zunehmend Ketten aus den Monomeren und Oligomeren. Bei Epoxiden geschieht die Vernetzung meist durch Polyaddition, wodurch die Reaktion im Vergleich zur radikalischen Vernetzungsreaktion langsamer ist und hohe Molekulgewichte erst gegen Ende der Reaktion erreicht werden [50]. Mit Beginn der Aushärtung (im sog. B-Stage) steigen Molekulgewicht, Glasübergangstemperatur und Aushärtegrad an, Diffusionskoeffizient und Ionenmobilität sinken [51]. Die Moleküle verknäulen sich und bilden Verschlaufungen und Verhakungen, wodurch physikalische Bindungen entstehen [50]. Der Aushärtegrad kann mit verschiedenen Verfahren gemessen werden (siehe Abschnitt 3.3) und liegt zwischen 0 (im Zustand eines unreaktierten Harzes) und 1 (im Zustand vollständiger Vernetzung).

Mit zunehmender Vernetzung bildet sich ein durchgängiges Molekül mit gegen Unendlichkeit strebendem Molekulgewicht und die Viskosität erhöht sich sehr schnell. Dieser Punkt wird als Gelpunkt bezeichnet, die entsprechende Zustandsänderung als Gelierung. Nach der Gelierung ist das Harz erstmalig in der Lage, mechanische Lasten zu tragen und weist einen Modul auf [52, 53]. Der Aushärtegrad, bei dem die Gelierung auftritt, ist abhängig vom Harztyp. Bei

Epoxidharze liegen aufgrund der kurzen Kettenlänge der Epoxidmoleküle mit 0,6-0,7 vergleichsweise hoch [50]. Im Rahmen dieser Arbeit wird sowohl die unvernetzte Mischung aus Epoxidmolekülen und Härter als auch das vernetzte Produkt als Epoxidharz bezeichnet.

Im folgenden C-Stage erfolgt eine weitere Verlängerung und Verzweigung der Molekülketten, Glasübergangstemperatur und Aushärtegrad steigen bis zu dem bei der Aushärtungstemperatur erreichbaren Maximum. Diffusionskoeffizient und Ionenmobilität nehmen ab. [51]

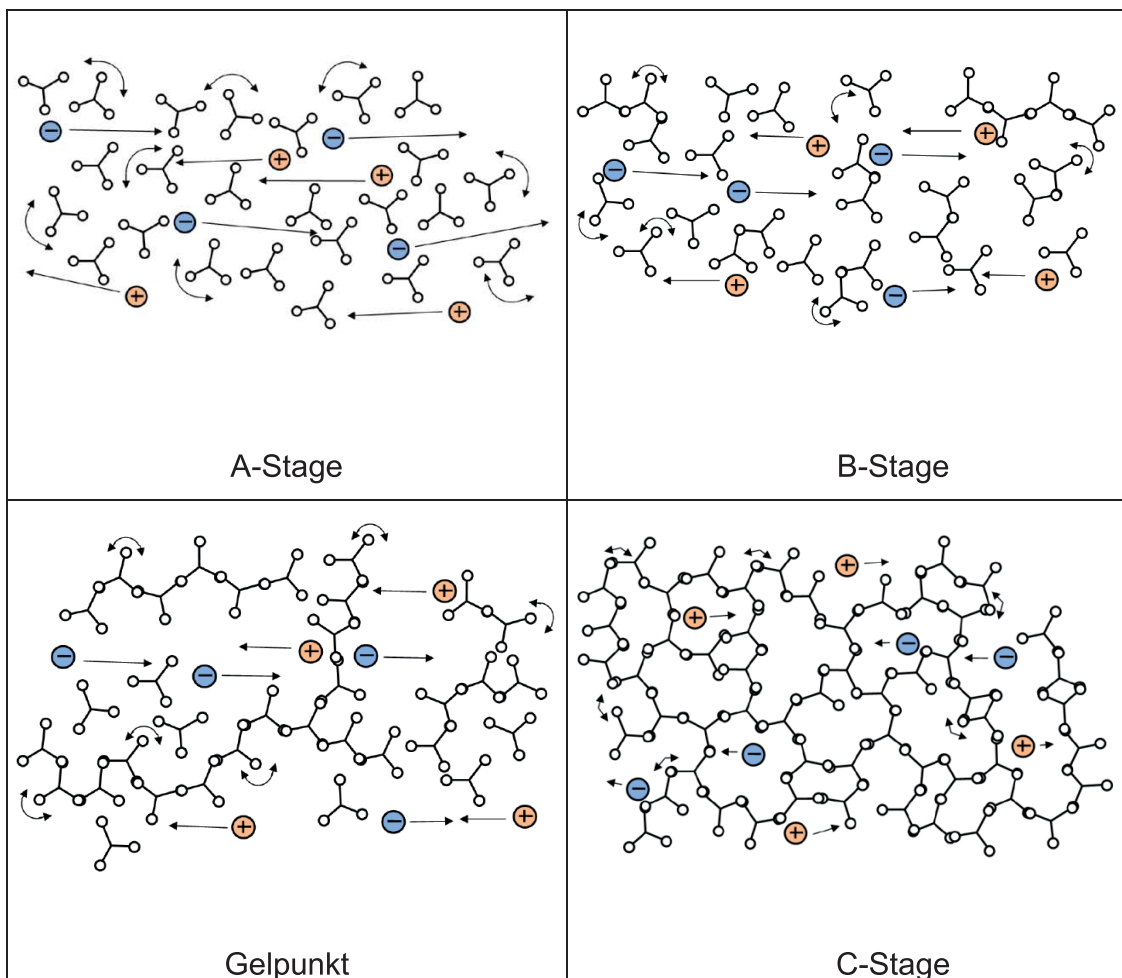


Abbildung 7: Entwicklung der Netzwerkstruktur eines duroplastischen Harzes während der Aushärtung [51]

Die verschiedenen Zustände des Harzes werden üblicherweise für verschiedene Aushärtungstemperaturen bei isothermer Aushärtung im Time-Temperature-Transition (TTT)-Diagramm dargestellt. Da bei der vorliegenden Arbeit nicht mit einer isothermen Aushärtung gearbeitet wird, ist die Darstellung im CTT (Conversion-Temperature-Transition)-Diagramm zielführender. Hier sind die Zustände des Harzes

im Laufe der Aushärtung in Abhängigkeit von Aushärtungstemperatur und Vernetzungsgrad dargestellt (siehe Abbildung 8).

Im unausgehärteten Zustand liegt das Harz unterhalb der unausgehärteten Glasübergangstemperatur T_{g0} als ungeliertes, glasartiges Sol vor. Oberhalb von T_{g0} liegt es als flüssiges Sol vor, bis bei zunehmender Vernetzung die Gelierungslinie übertreten wird. An diesem Punkt geliert das Harz, es bildet sich also ein zusammenhängendes Makromolekül (siehe Abbildung 7) und der Zustand wechselt von einer viskosen Flüssigkeit zu einem gummielastischen Sol-Gel. Zusätzlich steigt bei zunehmender Vernetzung auch die aktuelle Glasübergangstemperatur des Harzes an, bis sie die Aushärtungstemperatur erreicht. An diesem Punkt verglast das Harz, was als Vitrifikation bezeichnet wird. Nach der Vitrifikation wechselt die Reaktionskinetik von chemisch bestimmt zu diffusionsgesteuert und die Reaktionsgeschwindigkeit sinkt erheblich [53, 54]. Bei vollständig abgeschlossener Vernetzung wechselt das Harz in den Zustand eines Gels, das die maximal erreichbare Glasübergangstemperatur $T_{g\infty}$ besitzt [55].

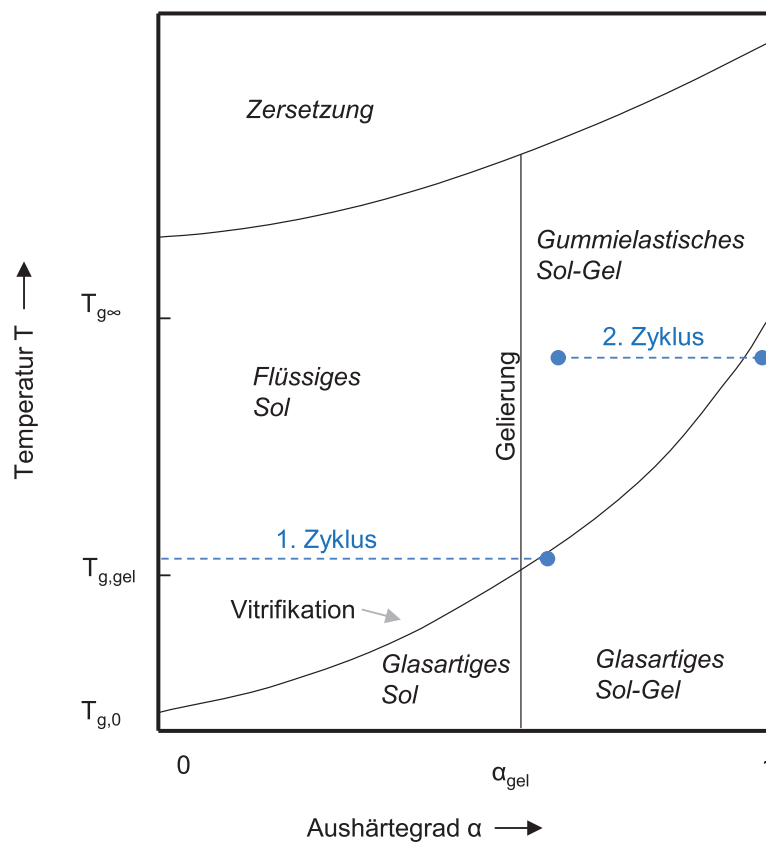


Abbildung 8: CTT-Diagramm nach [56] mit beispielhaften Aushärtezyklen für einen modifizierten Co-Curing-Prozess (siehe Kapitel 4.1)

3.2.1 Entwicklung der mechanischen Eigenschaften

Mit zunehmender Aushärtung steigt der Vernetzungsgrad (gleichbedeutend mit der Vernetzungsdichte) der Epoxidharzmatrix, der maßgeblich die physikalischen, thermischen und mechanischen Eigenschaften der Matrix und damit auch des Verbundwerkstoffs beeinflusst. Für eine Verwendung teilausgehärteter Strukturen im modifizierten Co-Curing ist deren Beständigkeit unter den mechanischen Beanspruchungen, die durch Fertigungsprozesse entstehen (beispielsweise infolge des Injektionsdrucks), entscheidend. Daher sollen im Folgenden kurz Literaturergebnisse zur Variation der mechanischen Eigenschaften, insbesondere Steifigkeit und Brucheigenschaften, in Abhängigkeit vom Vernetzungsgrad diskutiert werden. Der Vernetzungsgrad kann auf verschiedene Weisen gesteuert werden, unter anderem durch Variation der Aushärtetemperatur oder -dauer, der chemischen Zusammensetzung oder des Verhältnisses von Harz und Härter [57].

Die elastischen Kennwerte von FKV werden üblicherweise für den Temperaturbereich unterhalb des Glasübergangs angegeben, oberhalb dessen die matrixdominierten Eigenschaften stark abnehmen [1]. Daher werden hier nur die Ergebnisse im Glaszustand betrachtet, wenngleich die thermischen Grenzen dieses Bereiches wiederum vom Vernetzungsgrad abhängen (siehe Abschnitt 3.3.4). Werden die mechanischen Eigenschaften in unterschiedlichen Aushärtungsstadien verglichen, so überlagern sich Effekte der Verglasung und der Vernetzung. *Venditti et al.* analysieren die Entwicklung der Steifigkeit eines Epoxidharzes bei Raumtemperatur in Abhängigkeit von der (sich mit zunehmender Aushärtung erhöhenden) Glasübergangstemperatur T_g [58]. Die verschiedenen Aushärtegrade wurden durch Variation der Aushärtetemperatur erreicht. Es ist zu beachten, dass der Zusammenhang zwischen T_g und Aushärtegrad nicht linear ist (siehe DiBenedetto-Modell, Abschnitt 3.3.4). Wie in Abbildung 9 ersichtlich, zeigt der gemessene Modul einen steilen Anstieg, wenn die Glasübergangstemperatur die Messtemperatur erreicht und das Harz verglast (vitrifiziert).

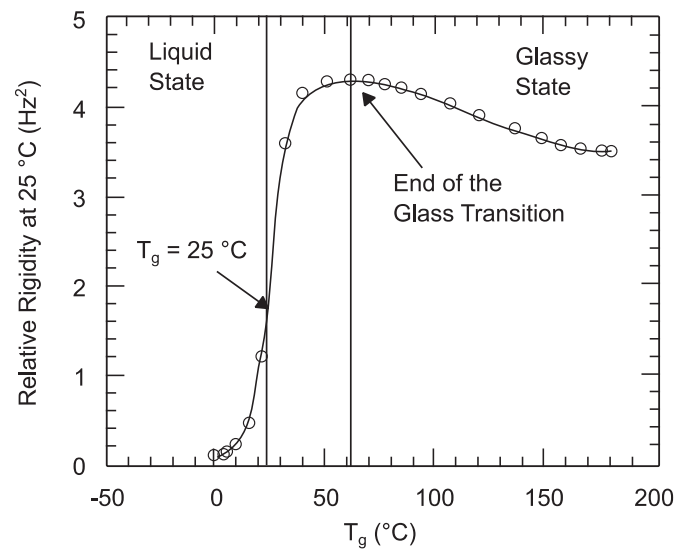


Abbildung 9: Modul eines stöchiometrischen Epoxidharzes vs. T_g, gemessen bei Raumtemperatur nach [58]

Die Steifigkeit ist kurz nach der Vitrifikation deutlich überhöht im Vergleich zum Zustand völliger Aushärtung, was auf einen antiplastifizierten Zustand des Harzes hinweist. Eine Antiplastifizierung zeigt sich meist durch eine Erhöhung von Steifigkeit und Dichte bei gleichzeitiger Senkung der Steifigkeit im gummielastischen Zustand, der β -Transition und der Bruchdehnung [59] (siehe Abbildung 10) und kann erklärt werden durch eine Einlagerung unreaktierter Bestandteile in freie Volumina [59, 60]. Bei einer elastischen Verformung behindern diese die Verschiebung der Netzknoten und bewirken dadurch eine Versteifung [12]. Antiplastifizierung kann beispielsweise bei nicht vollständiger Vernetzung oder bei nicht-stöchiometrischen Gemischen auftreten.

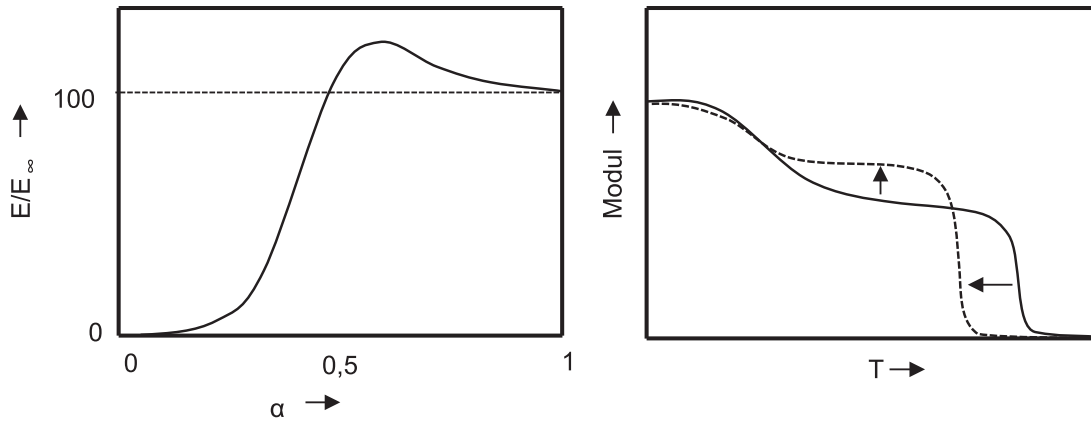


Abbildung 10: Typischer Verlauf des Moduls vs. Aushärtegrad (links) und Modul vs. Temperatur (rechts) für ein Polymer und plastifiziertes Analog (gestrichelt) nach [56]

Die veröffentlichten Untersuchungen der Brucheigenschaften in Abhängigkeit vom Vernetzungsgrad ergeben ein komplexes Bild. Für die kritische Energiefreisetzungsrate G_{IC} bei Rissstopp wurde von *Vakil und Martin* an Blends verschiedener Epoxidharzsysteme eine Zunahme mit abnehmender Vernetzungsdichte gezeigt [61]. *Rahul und Kitey* ermittelten an nicht-stöchiometrischen Epoxidharzsystemen unterschiedlicher Vernetzungsdichten ebenfalls eine Abnahme des kritischen Spannungsintensitätsfaktors K_{IC} bei steigender Vernetzungsdichte [57], ebenso wie *Plangsangmas et al.* durch Variation der Aushärtedauer [62] und *Levita et al.* durch Variation der chemischen Zusammensetzung [63]. *Gupta et al.* maßen durch Variation des Härtergehalts keinen eindeutigen Zusammenhang zwischen K_{IC} und Vernetzungsdichte und postulierten eine Korrelation von K_{IC} mit der Bruchdehnung [64]. *Min et al.* stellten dagegen einen positiven Zusammenhang zwischen G_{IC} und Vernetzungsdichte (variiert durch die Aushärtetemperatur) fest [65]. Insgesamt ergibt sich kein konsistentes Bild, daher wurden die mechanischen Eigenschaften bei verschiedenen Aushärtegraden experimentell überprüft (siehe Kapitel 3.4).

3.2.2 Entwicklung der Feuchtigkeitsaufnahme

Ein wichtiger Aspekt für die praktische Anwendung teilausgehärteter Strukturen ist deren Lagerbarkeit. Insbesondere die Auswirkungen von Feuchtigkeitsexposition und Alterung sind zu beachten, um eine ungewollte Veränderung der Materialeigenschaften durch Lagerung einschätzen zu können.

In vorherigen Veröffentlichungen wurde die Feuchtigkeitsaufnahme an Epoxidharzen bei verschiedenen Aushärtegraden untersucht. Dabei wurden die Harze unter Variation der Haltedauer isotherm bei einer Temperatur unterhalb von $T_{g\infty}$ ausgehärtet [66] sowie bei einer Temperatur über $T_{g\infty}$ [67]. Die Feuchtigkeitsaufnahme im Gleichgewichtszustand nimmt mit wachsendem Aushärtegrad zu, unabhängig von der relativen Feuchtigkeit der Umgebung. Ebenso steigt die Feuchtigkeitsaufnahme bei zeitlich definierter Exposition mit dem Aushärtegrad. Dieser Zusammenhang wird erklärt über das Vorliegen geeigneter „Leerstellen“, die zur Einlagerung von Wasser notwendig sind. Das Vorliegen eines größeren freien Volumens ist konsistent mit der gemessenen Abnahme der Dichte mit steigendem Aushärtegrad [66-68]. Folglich ist bei teilausgehärteten Strukturen keine höhere Feuchtigkeitsaufnahme zu erwarten als bei voll ausgehärteten Strukturen.

In vorherigen Untersuchungen wurde eine Reduktion der Steifigkeit und Festigkeit eines Epoxidharzes infolge einer Feuchtigkeitsaufnahme vor Aushärtung festgestellt [69] sowie eine Änderung der Reaktivität [70] und eine geringe Abnahme der Glasübergangstemperatur [71]. Dieser Effekt wird erklärt durch Reaktionen zwischen Wassermolekülen und dem Aminhärter und Beschleunigern, die in der folgenden Aushärtung die Reaktion zwischen Aminhärter und Epoxiden beeinflussen [70, 71]. An Prepregs wurde eine Zunahme des Porengehalts bei Konditionierung in feuchter Atmosphäre vor der Aushärtung unter Vakuum festgestellt, wobei eine Aushärtung im Autoklav die Porenbildung unterdrückt [72]. Um den Einfluss der Feuchtigkeitsaufnahme im teilausgehärteten Zustand auf die Vernetzung zu überprüfen, wurden gemeinsam hergestellte, teilausgehärtete Proben des Injektionsharzes im trockenen und feuchten Zustand (Trocknung für 1000 h bei 35 °C bzw. Auslagerung in destilliertem Wasser für 1000 h von jeweils zwei Proben) ausgehärtet. Anschließend wurde der T_g per DSC und die Dichte bei Raumklima nach DIN EN ISO 1183-1:2004 Verfahren A [73] bestimmt. Dabei wurde ein um 9,2 °C niedrigerer T_g an den im feuchten Zustand ausgehärteten Proben gemessen (siehe Tabelle 2), wohingegen die Dichte sich lediglich um 0,001 % unterschied und der Herstellerangabe von 1,14 g/cm³ entspricht. Diese Ergebnisse deuten nicht auf eine Porenbildung durch die Feuchtigkeit bei der Aushärtung hin, allerdings existiert offensichtlich ein Unterschied im erreichten T_g aufgrund der Feuchtigkeit. Deswegen wurde bei den nachfolgend beschriebenen Untersuchungen eine

Feuchtigkeitsexposition im teilausgehärteten Zustand vermieden.

Tabelle 2: Dichte und T_g feucht bzw. trocken ausgehärteter Reinharzproben

Konditionierung	T_g in °C (vollausgehärtet)	Dichte in g/cm ³ (vollausgehärtet)
trocken	212,14	1,145 ± 0,0003
feucht	202,97	1,146 ± 0,0006

3.2.3 Alterung

Ebenso wie die Feuchtigkeitsaufnahme wurde die Alterung von Epoxidharzen bei niedrigen Temperaturen zuvor untersucht. Alterung ist dabei definiert als Annäherung an einen Gleichgewichtszustand durch den Verlust freien Volumens und erfolgt immer im Glaszustand [74, 75]. Für Epoxidharzproben verschiedener Aushärtegrade bei Lagerung bei 14 °C unterhalb des T_g im teilausgehärteten Zustand erhöht sich durch Alterung der Modul (im Falle der voll ausgehärteten Proben um 1,6 % in 20 h, sowie zwischen 1 % und maximal 3,5 % bei teilausgehärteten Proben), die relative Modulerhöhung verhält sich hierbei linear zum Logarithmus der Alterungsdauer [68]. Wie *Lee und Gillham* zeigen, hängt die Alterungsrate hauptsächlich von der Differenz zwischen Alterungstemperatur und dem T_g des Epoxidharzes ab. Der Mechanismus der Alterung ist unabhängig von Aushärtegrad und Alterungstemperatur, wobei bei niedrigen Temperaturen die Alterungsrate durch aufgenommenes Wasser verringert wird. [74]

Für RTM6-Harz wird in [76] ebenfalls eine Zunahme des Moduls durch Alterung bei Raumtemperatur beobachtet. Dabei tritt ein Maximum nach etwa 90 Tagen auf, bevor nach 150 Tagen ein Gleichgewichtszustand mit ca. 16 % erhöhtem Modul erreicht ist. Das Alterungsverhalten von epoxidharzbasierten Faser-Kunststoff-Verbunden unterscheidet sich nur wenig vom Alterungsverhalten des reinen Matrixmaterials und die Änderungen in der Faser-Matrix-Haftung sind so gering, dass sich die Lastübertragung nicht ändert [77].

Bei einer Lagerung über im Verarbeitungsprozess übliche Dauer bei niedriger Temperatur ist also eine geringfügige Alterung der teilausgehärteten Strukturen zu erwarten, wobei die zu erwartende Alterung mit steigendem (Teil-)Aushärtegrad abnimmt. Für die Lagerung bei Temperaturen unterhalb von -20 °C im Rahmen der

hier beschriebenen Untersuchungen sind keine relevanten Eigenschaftsveränderungen zu erwarten.

3.2.4 Mehrstufige Aushärtung

Die Unterbrechung des Aushärtevorgangs von Laminaten aus Epoxidharzen wird bei der Herstellung dickwandiger Bauteile bereits eingesetzt. Durch die Aufteilung des Aushärtezyklus in mehrere Zyklen kann eine Reduktion der Temperaturspitzen im Laminat während des finalen Aushärtungsschritts erreicht werden sowie eine Verbesserung der Konsolidierung, da diese an den dünneren Teillaminaten stattfindet. Bei einer Unterteilung des Herstellungsprozesses eines dickwandigen Laminats in mehrere Teillamine, die bei reduzierter Temperatur einzeln teilausgehärtet und anschließend im Verbund bei erhöhter Temperatur voll ausgehärtet wurden, resultiert nach Messungen von *White et al.* eine Verbesserung der interlaminaren Scherfestigkeit um 20 % (vermutlich begründet durch geringeren Porengehalt) bei nicht signifikanter Verschlechterung der kritischen interlaminaren Energiefreisetzungsrates G_{IC} im Vergleich zum Referenzprozess [78]. In Messungen der Glasübergangstemperatur zeigt sich nach [66] kein Unterschied zwischen einer Teilaushärtung mit anschließender Vollaushärtung und einer vollständigen Aushärtung in einem Schritt.

Nicht nur das schrittweise Aufbauen des Laminats, sondern auch die Änderung des Aushärtezyklus kann dabei die interlaminare Energiefreisetzungsrates beeinflussen. *Hunt et al.* zeigen am Beispiel eines mit Thermoplastpartikeln modifizierten Interleaf-Prepregs, dass sich bei einer Unterbrechung des Aushärtezyklus und Einführung eines Halteschritts bei reduzierter Temperatur (150°C) eine Reduktion der Energiefreisetzungsrates im Bereich des Risswachstums G_{IP} ergibt [79]. Die Auswirkungen der mehrstufigen Aushärtung werden in der mechanischen Charakterisierung in Abschnitt 3.4.2 überprüft.

3.3 Charakterisierung der Aushärtung

Das Prozessfenster für den modifizierten Co-Curing Prozess hängt von der Entwicklung relevanter mechanischer und physikalischer Eigenschaften ab. Aus diesem Grund wurde in diesem Kapitel schwerpunktmäßig an der Quantifizierung des Aushärtegrads und der Bestimmung der quantitativen und qualitativen

Entwicklung mechanischer Eigenschaften des Harzes in verschiedenen Aushärtzuständen gearbeitet.

Die Charakterisierung der Aushärtungsreaktion ist aufgrund ihrer Relevanz für die Optimierung von Aushärteprozessen ein umfassend erschlossenes Themengebiet. Je nach Zielsetzung der Untersuchung (z. B. quantitative Bestimmung des Aushärtegrads, in situ-Messung im Fertigungsmittel) können verschiedene Verfahren eingesetzt werden. Diese können auf Messungen der physikalischen Eigenschaften beruhen (Dielektrische Analyse, Rheologie, Ultraschall, Dynamisch-Mechanische Analyse, Torsional Braid Analysis [68, 74]), Messungen der Exothermie der Reaktion (Dynamische Differenzkalorimetrie), oder der chemischen Struktur des Harzes (Raman-Spektroskopie, IR-Spektroskopie, Kernspinresonanzspektroskopie, Gelpermeationschromatographie). Aufgrund der Verbreitung der dynamischen Differenzkalorimetrie (engl. Differential Scanning Calorimetry, DSC) wurde diese als Referenzmethode genutzt. Um die physikalischen Eigenschaften des Harzes während der Aushärtung zu bestimmen, wurden zusätzlich Messungen durch Dielektrische Analyse (DEA) und Rheologie durchgeführt. Als Reaktionsende und vollständige Aushärtung wurde der Zeitpunkt definiert, ab dem keine Änderungen der Wärme oder der physikalischen Eigenschaften mehr beobachtet werden. Theoretisch beschreibt ein Aushärtegrad von 100 % einen Zustand, in dem sämtliche reaktionsfähigen Gruppen reagiert haben; dies ist allerdings in der Realität unwahrscheinlich [50]. Eine Bestimmung der vollständigen Vernetzung anhand der Molekülstruktur, beispielsweise per Gelpermeationschromatographie wie in [80] gezeigt, wurde nicht unternommen. In der vorliegenden Arbeit bezeichnet der Aushärtegrad, sofern nicht anders angegeben, den per DSC aus der freiwerdenden Reaktionswärme berechneten Aushärtegrad (siehe Kapitel 3.3.1 für genauere Erläuterung).

Im Folgenden werden die Grundlagen der Verfahren und die Ergebnisse der Messungen zusammengefasst. Bedingt durch den Herstellungsprozess, bei dem die Vernetzungsreaktion startet und die Struktur des Prepregs als Mischung aus Harz und Fasern traten bei den nachfolgend beschriebenen Analysen höhere Streuungen auf, als bei dem Infusionsharz. Aufgrund dieser Umstände wurde eine ausführliche Charakterisierung am Infusionsharz durchgeführt. Für das Prepreg wurde die Übertragbarkeit der Ergebnisse anhand eines reduzierten Versuchsprogramms mit Fokussierung auf die prozessrelevanten Eigenschaften untersucht.

3.3.1 Reaktionswärme

Die kalorimetrische Messung ist ein Standardverfahren für die Charakterisierung der Aushärtung. Sie basiert auf der Messung des thermischen Verhaltens einer Probe des zu untersuchenden Stoffes, während diese einem Temperaturprofil ausgesetzt wird. Bei der eingesetzten Methode der dynamischen Wärmestromdifferenzkalorimetrie werden ein mit dem zu untersuchenden Stoff befüllter Tiegel und ein leerer Referenztiegel dem gleichen Temperaturprofil ausgesetzt, die Temperaturdifferenzen zwischen Probe und Referenz werden aufgezeichnet und hieraus der auf das Probengewicht normierte Wärmestrom berechnet. So können die im Rahmen der Aushärtung ablaufenden endo- und exothermen Prozesse quantifiziert werden.

Die Messungen wurden auf einem Gerät des Modells DSC 1 (Mettler Toledo GmbH, Gießen) durchgeführt. Zur Durchführung wurden Proben von etwa 5 mg in einem Aluminium-Tiegel (40 μ l) platziert. Aufgrund der honigähnlichen Konsistenz bei Raumtemperatur konnte das Infusionsharz in den Tiegel getropft werden. Die Proben aus dem Prepreg wurden mit Hilfe eines Stanzeisens entnommen. Durch diese Art der Probenpräparation wurde die Kontaktfläche der Probe mit dem Tiegelboden maximiert, wenngleich die Steifigkeit der Verstärkungsfasern des Prepregs Unterschiede darin verursachen kann. Zudem besteht die Möglichkeit von Schwankungen des Faservolumengehalts in der entnommenen Probe. Wie auch in [81] festgestellt, können diese Einflüsse die beobachtete erhöhte Streuung der Messergebnisse des Prepregs im Vergleich zum Infusionsharz begründen. Die Proben wurden gemeinsam aus der Prepreg-Rolle beziehungsweise dem Harzgefäß entnommen und bis zur Messung einzeln wieder eingefroren, um eine Veränderung des Aushärtungszustands durch die wiederholte Entnahme der Prepreg-Rolle oder des Harzgefäßes aus der Kühlung zu verhindern.

Die Messungen wurden unter Anwendung der TOPEM-Methode durchgeführt mit den in Tabelle 3 aufgeführten Parametern. Bei dieser Variante der temperaturmodulierten DSC (TMDSC) wird das definierte Temperaturprofil mit stochastischen Temperaturpulsen verschiedener Frequenz überlagert [82]. Dadurch können reversible und irreversible Prozesse unterschieden werden. Die Anwendung von TOPEM bei der Aushärtungscharakterisierung von Epoxidharzen wurde in verschiedenen Arbeiten demonstriert, wobei insbesondere die Möglichkeit der

Detektion der Verglasung (Vitrifikation) als Vorteil zu sehen ist [83, 84]. Die Differenzierung zwischen reversiblen und irreversiblen Vorgängen erwies sich insbesondere bei dem Prepreg als erforderlich, da die Modifikatoren mit der Aushärtung überlagerte Reaktionen zeigten, die die gemessene Gesamtwärme beeinflussen.

Tabelle 3: Messparameter der TMDSC-Messungen

Spülgas	Kühlmedium	Pulshöhe	Pulsbreite
Stickstoff (Flussrate 30 ml/min)	Stickstoff (flüssig)	1 K	15-30 s

Zur Charakterisierung der Aushärtung wurde auf die in [19] genutzte Methodik und Nomenklatur zurückgegriffen. Hierzu wurden für die untersuchten Materialien Messungen unter verschiedenen Temperaturprofilen durchgeführt:

- Dynamische Messungen
- Isotherme Messungen
- Zyklus-Messungen

Bei den dynamischen Messungen wurde eine Aufheizung von -30 °C auf 300 °C mit konstanter Heizrate von 2 K/min durchgeführt. Diese ermöglichen die Bestimmung der Glasübergangstemperatur und der maximal freiwerdenden Wärme ΔH_{ult} . Die isothermen Messungen wurden zur Charakterisierung der Aushärtung bei den Temperaturen 120 °C , 140 °C , 160 °C und 180 °C durchgeführt. Die Haltezeit wurde an die mit der Aushärtetemperatur variierende Reaktionsdauer angepasst. Bei den Zyklusmessungen wurde zur Simulation der Aushärtung in realen Herstellungsprozessen eine Aufheizung von 25 °C bis zur Aushärtetemperatur mit einer Heizrate von 2 K/min mit anschließender isothermer Haltestufe durchgeführt. Die einheitliche Heizrate wurde gewählt, um einen Aufheizverlauf wie im Autoklavprozess abzubilden und somit Aussagen über die Zeitpunkte der prozessrelevanten Vorgänge wie beispielsweise der Verglasung während des Aushärteprozesses treffen zu können. Die Haltezeit wurde entsprechend der Reaktionsdauer gewählt. In Abbildung 11 sind beispielhaft die Ergebnisse isothermer Messungen am RTM6-Harz gezeigt. Anhand von Profilhöhe und -breite der Messkurve ist ersichtlich, dass die Reaktion mit zunehmender Aushärtetemperatur einen höheren maximalen Wärmestrom generiert, während die Reaktionsdauer abnimmt.

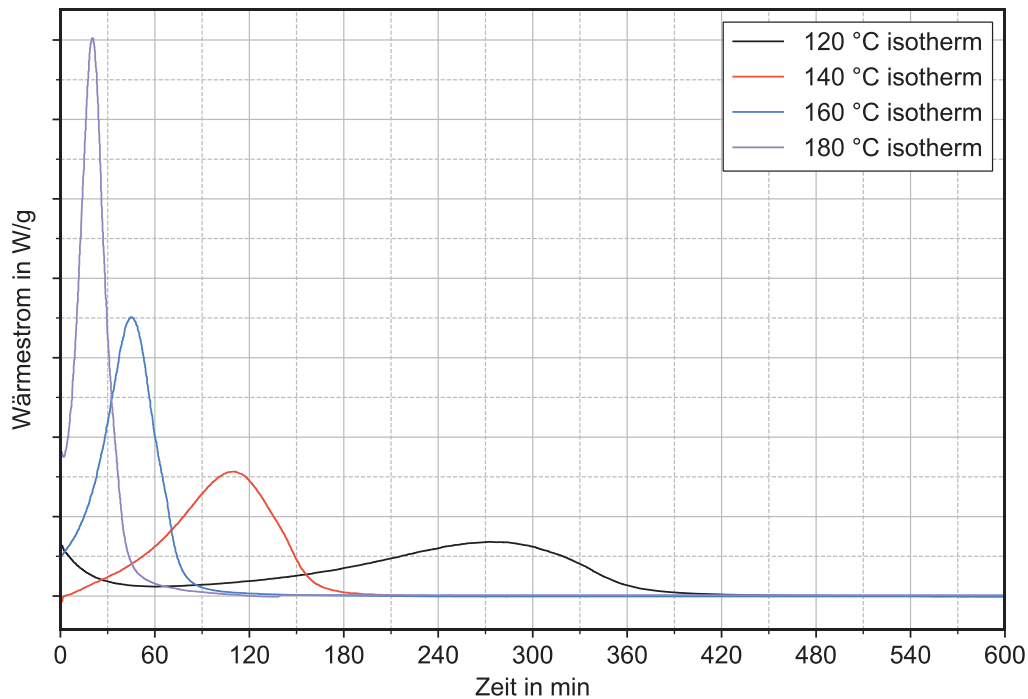


Abbildung 11: gemessener Wärmestrom bei isothermer Aushärtung (Injektionsharz)

Zur Quantifizierung des Aushärtegrads α wurde die bei der Reaktion freiwerdende Wärme H durch Integration des gemessenen irreversiblen Wärmestroms bis zum Auswertzeitpunkt t_e berechnet:

$$\Delta H_{dyn,t_e} = \int_0^{t_e} \frac{dH}{dt} \quad (3.1)$$

Der Aushärtegrad α wurde hieraus durch Normalisierung auf ΔH_{ult} berechnet:

$$\alpha = \frac{\Delta H_{dyn,t_e}}{\Delta H_{ult}} \quad (3.2)$$

Im Falle des Prepregs ergibt sich hierbei die Besonderheit, dass die gemessenen ΔH_{ult} und $\Delta H_{dyn,t_e}$ höchstwahrscheinlich einen nicht messbaren, festen Fehlbetrag aufweisen, da die Reaktion während der Herstellung des Prepregs bis zu einem unbekanntem Grad fortgeschritten ist. Folglich wird ein zu geringer Aushärtegrad berechnet, wobei der Fehler mit zunehmender Aushärtung kleiner wird. Dieser Aushärtungszustand ist allerdings über den T_g des Prepregs im Anlieferungszustand charakterisiert (siehe Abschnitt 3.3.4).

Die Ergebnisse der isothermen Messungen für das RTM6-Harz sind in Abbildung 12 in Form des Mittelwerts aus jeweils zwei Messungen für jede Temperatur dargestellt. Die an den Messkurven beobachteten Tendenzen werden hier bestätigt: Die höhere Exothermie bei höheren Aushärtetemperaturen geht einher mit einem höheren erreichbaren Aushärtegrad nach Formel (3.2). Bei 180 °C ist ein Aushärtegrad von 0,86 erreichbar, bei 120 °C beträgt der erreichbare Aushärtegrad 0,6. Die Breite des Peaks im Wärmestrom entspricht einer längeren Dauer bis zum Abschluss der Aushärtereaktion. Bei 180 °C ist die Reaktion in etwa 45 min abgeschlossen, während sie bei 120 °C etwa 390 min dauert. Im Vergleich zu Literaturquellen [19, 85] sind die erreichten Aushärtegrade bei isothermer Aushärtung niedriger. Ein möglicher Grund hierfür ist, dass jeweils nur bis zur Vitrifikation ausgewertet wurde. Bei längerer Haltedauer kann der Aushärtegrad gesteigert werden, da auch im Bereich der diffusionsgesteuerten Reaktion (siehe Abschnitt 3.2) der Aushärtegrad gesteigert wird. Allerdings ist die Reaktionsgeschwindigkeit deutlich verringert und damit die Attraktivität aus wirtschaftlicher Sicht geringer.

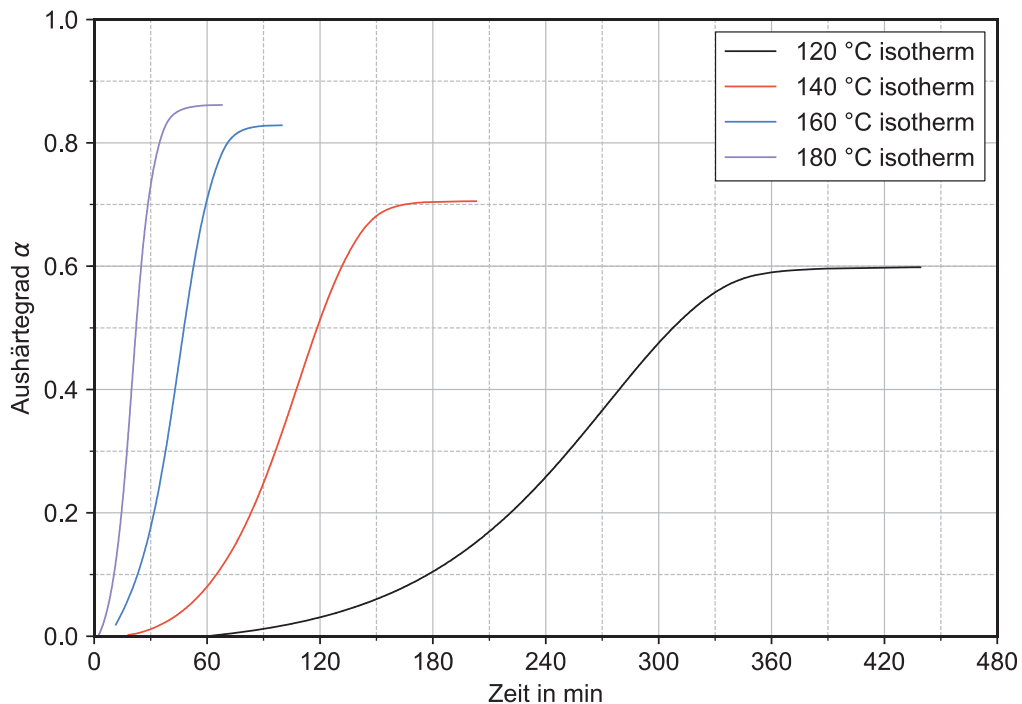


Abbildung 12: Entwicklung des Aushärtegrads bei isothermer Aushärtung (Injektionsharz)

Entsprechende Darstellungen (Mittelwertkurven aus drei Messungen) der Entwicklung des Aushärtegrades während eines Zyklus aus Aufheizung und isothermer Haltestufe sind in Abbildung 13 und Abbildung 14 dargestellt. Bei den

Zyklusmessungen des Injektionsharzes ist der erreichbare Aushärtegrad ähnlich den isothermen Messungen, wobei der erreichbare Aushärtegrad bei 180 °C geringer ist als bei isothermer Messung. Allgemein ist zu beachten, dass die Bestimmung des finalen Aushärtegrads durch die geringen, schwer messbaren Wärmeströme bei fortgeschrittener Aushärtung eine eingeschränkte Sensitivität aufweist [86]. Der zeitliche Verlauf der Aushärtung wird durch die Aufheizdauer verzögert. Beim Vergleich von Prepreg und Injektionsharz fällt die langsamere Reaktion des Prepregs auf, zudem ist der erreichte finale Aushärtegrad geringer. Dies kann allerdings auf die im Anlieferungszustand vorliegende Aushärtung zurückzuführen sein.

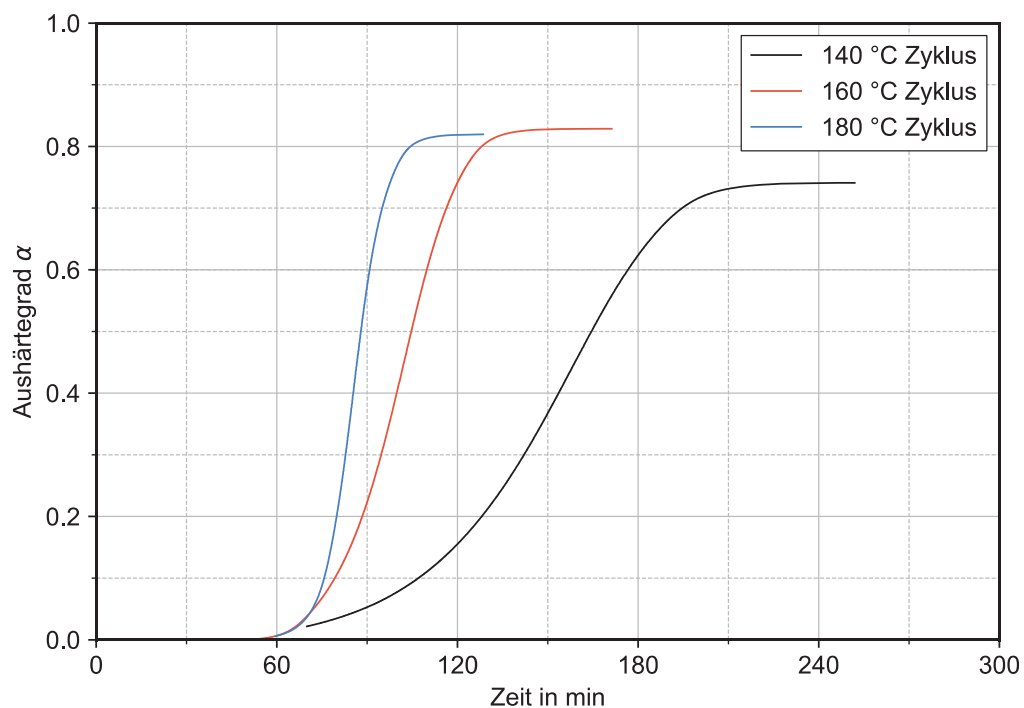


Abbildung 13: Entwicklung des Aushärtegrads des Injektionsharzes bei Zyklusmessung (inklusive Aufheizung)

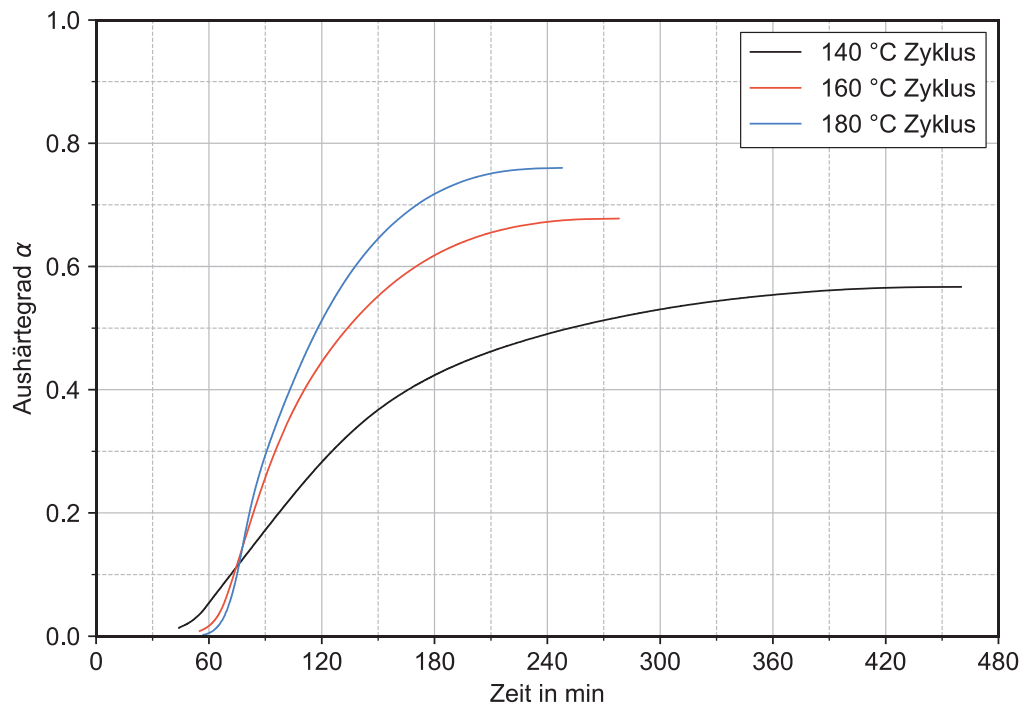


Abbildung 14: Entwicklung des Aushärtegrads des Prepregs bei Zyklusmessung (inklusive Aufheizung)

3.3.2 Dielektrische Eigenschaften

Die dielektrische Analyse (DEA) als Methode zur Messung der Vernetzung von Polymeren ist insbesondere aufgrund der Möglichkeit der Integration der benötigten Elektroden in Fertigungsmittel und damit der in-situ-Messung des Aushärtevorgangs interessant. Die Messung erfolgt durch Anlegen einer sinusförmigen Spannung an das zu untersuchende Material und Messung des resultierenden Stroms. Aus Amplitude und Phasenverschiebung können die elektrischen Eigenschaften des Materials bestimmt werden und aus diesen wiederum die dielektrischen Kenngrößen Ionenviskosität und Verlustfaktor. Die elektrischen Eigenschaften werden durch die frequenzunabhängige Bewegung von Ionen beeinflusst, die aus der Synthese resultieren und durch die frequenzabhängige Ausrichtung von Dipolen infolge des angelegten elektrischen Felds. Demzufolge ist der Verlustfaktor abhängig von der Ionenbeweglichkeit und erlaubt somit Rückschlüsse auf die dynamische Viskosität. [87]

Die Ionenviskosität erlaubt zu Beginn der Aushärtung Rückschlüsse auf die Viskosität [87] und im Folgenden Teil auf den T_g des Materials [88]. Ionenviskosität und Verlustfaktor eignen sich dadurch zur Berechnung des Aushärtegrads und zur

Überwachung von Aushärteprozessen, wie in [88-92] gezeigt. Im Unterschied zu alternativen Messmethoden wie DSC oder DMA erlaubt die DEA dank der Möglichkeit der Integration der Sensoren in Fertigungswerkzeuge eine zerstörungsfreie Überwachung der Aushärtung während der Bauteilherstellung.

Die Messungen des Injektionsharzes wurden in einem Gerät des Modells DEA 230 (Netzsch-Gerätebau GmbH, Selb) durchgeführt. Das Harz wurde im Ofen bei Raumtemperatur direkt auf den IDEX-Sensor aufgebracht. Für die isothermen Messungen wurde der Ofen mit einer Heizrate von 20 K/min auf die Aushärtetemperatur aufgeheizt. Bei dieser Heizrate war ein schnelles Erreichen der Zieltemperatur mit kleinem Überschwingen realisierbar (siehe Abbildung 15). Die Messungen des Prepregs wurden durch Netzsch auf einem Gerät des Typs DEA 288 durchgeführt mit Sensoren des Typs Mini-IDEX 100/35.

Aus den DEA-Messungen lassen sich Gelpunkt und Ende der Reaktion ablesen. Der Gelpunkt kann aus dem Wendepunkt in der Ionenviskositätskurve bestimmt werden, wenngleich kein direkter funktionaler Zusammenhang besteht [93, 94]. Die ermittelten Zeitspannen bis zur Gelierung für die Zyklusmessungen sind in Tabelle 4 aufgeführt. Die Prozesszeit ergibt sich aus der Haltezeit zuzüglich der Aufheizdauer von 55 min auf 140 °C und 78 min auf 180 °C beim Injektionsharz (58 min auf 140 °C bzw. 78 min auf 180 °C beim Prepreg).

Tabelle 4: Zeitpunkte der Gelierung

	Messfrequenz in Hz	Haltezeit t_H bis zur Gelierung in min	
		140 °C-Zyklus	180 °C-Zyklus
Injektionsharz	1	117,9	16,3
	10	117,3	16,6
	1000	117,4	16
Prepreg	1	63,6	4,2
	10	51,4	3,9
	1000	23,7	3,7

Die Unterschiede der Kurven der verschiedenen Messfrequenzen und die daraus resultierende Abweichung des detektierten Gelpunkts folgen aus der Vernetzung. Mit wachsender Molekülgröße steigen die Relaxationszeiten der Dipole und können den

höheren Messfrequenzen nicht mehr folgen [90]. Das Ende der Reaktion äußert sich durch Konstanz der Ionenviskosität. Die im Folgenden dargestellten Messungen wurden jeweils mindestens bis zur Konstanz der Ionenviskosität (festgestellt durch Differentiation der Ionenviskosität nach der Zeit) durchgeführt.

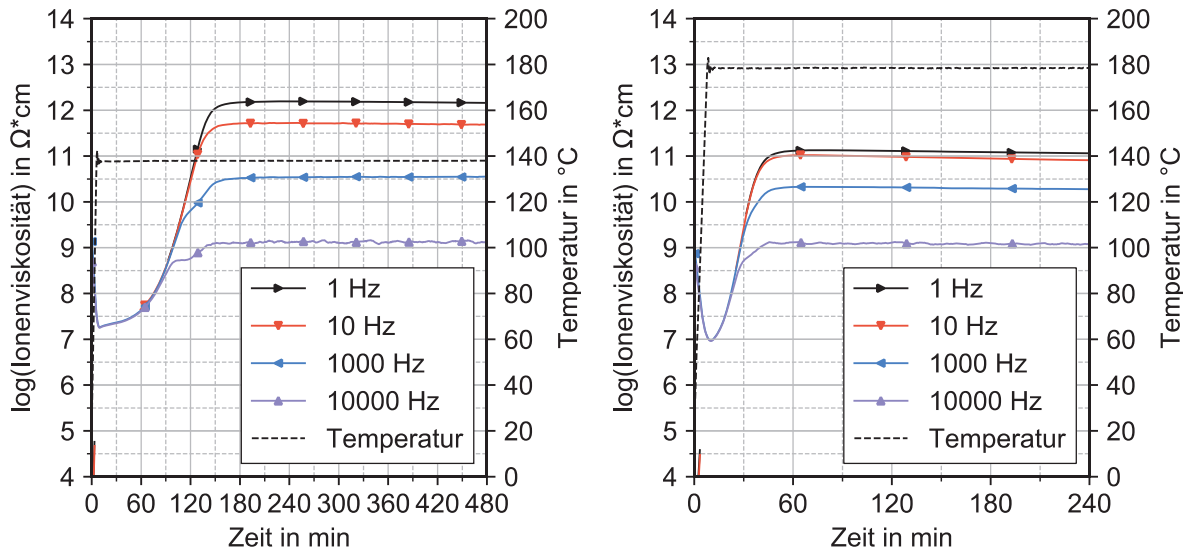


Abbildung 15: Ionenviskosität bei isothermen Messungen 140 °C (links) und 180 °C (rechts) (Injektionsharz)

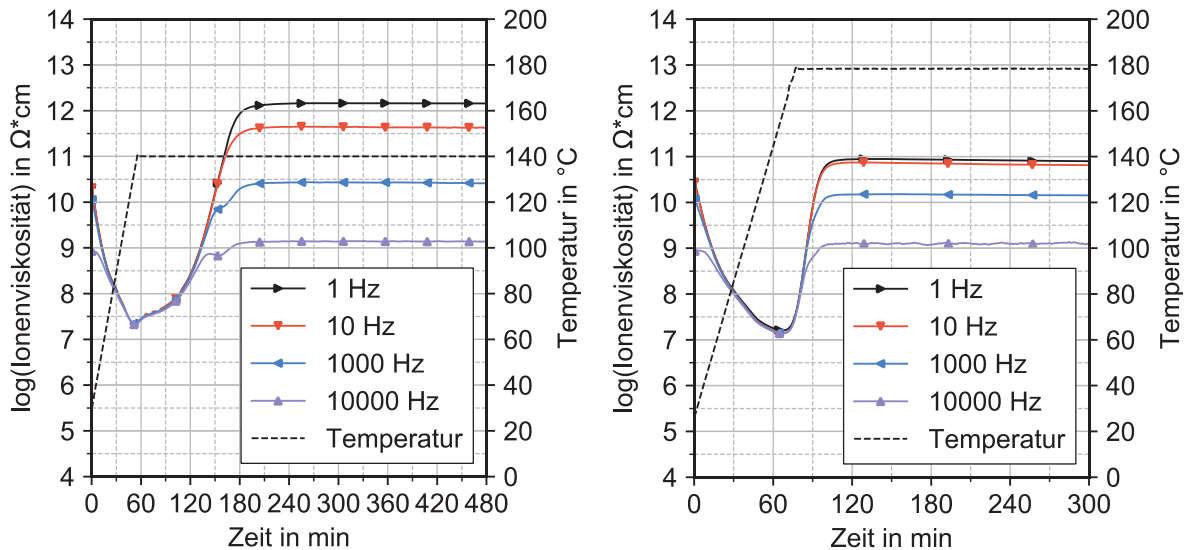


Abbildung 16: Ionenviskosität bei Zyklusmessungen 140 °C (links) und 180 °C (rechts) (Injektionsharz)

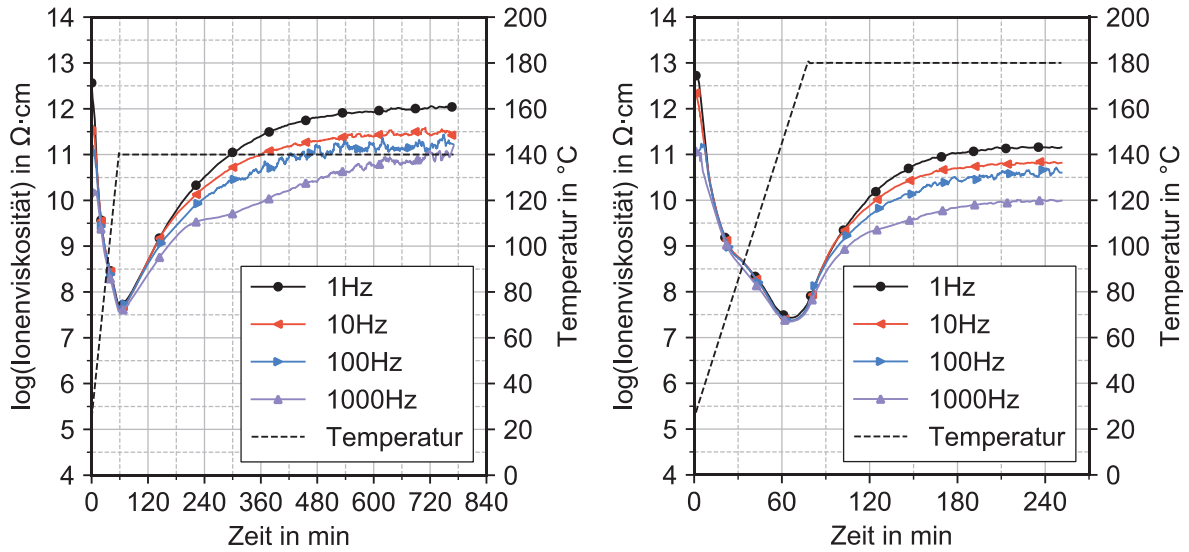


Abbildung 17: Ionenviskosität bei Zyklusmessungen 140 °C (links) und 180 °C (rechts) (Prepreg)

Zur Berechnung des Aushärtegrads wurde auf eine Berechnungsmethode auf Basis des Verlustfaktors ϵ'' zurückgegriffen, deren Anwendbarkeit für die Aushärtegradbestimmung von Epoxidharzen von *Hardis et al.* gezeigt wurde [89]:

$$\alpha(t) = \frac{\log(\epsilon_0'') - \log(\epsilon_t'')}{\log(\epsilon_0'') - \log(\epsilon_\infty'')} \quad (3.3)$$

Da die Anwendbarkeit dieser Formel für Systeme gezeigt wurde, die bei der untersuchten Temperatur vollständig aushärten, wurde sie um den – aus den DSC-Messungen entnommenen – maximal erreichbaren Aushärtegrad bei der betrachteten Temperatur T ($\alpha_{ult,T}$) erweitert:

$$\alpha(t) = \alpha_{ult,T} \frac{\log(\epsilon_0'') - \log(\epsilon_t'')}{\log(\epsilon_0'') - \log(\epsilon_\infty'')} \quad (3.4)$$

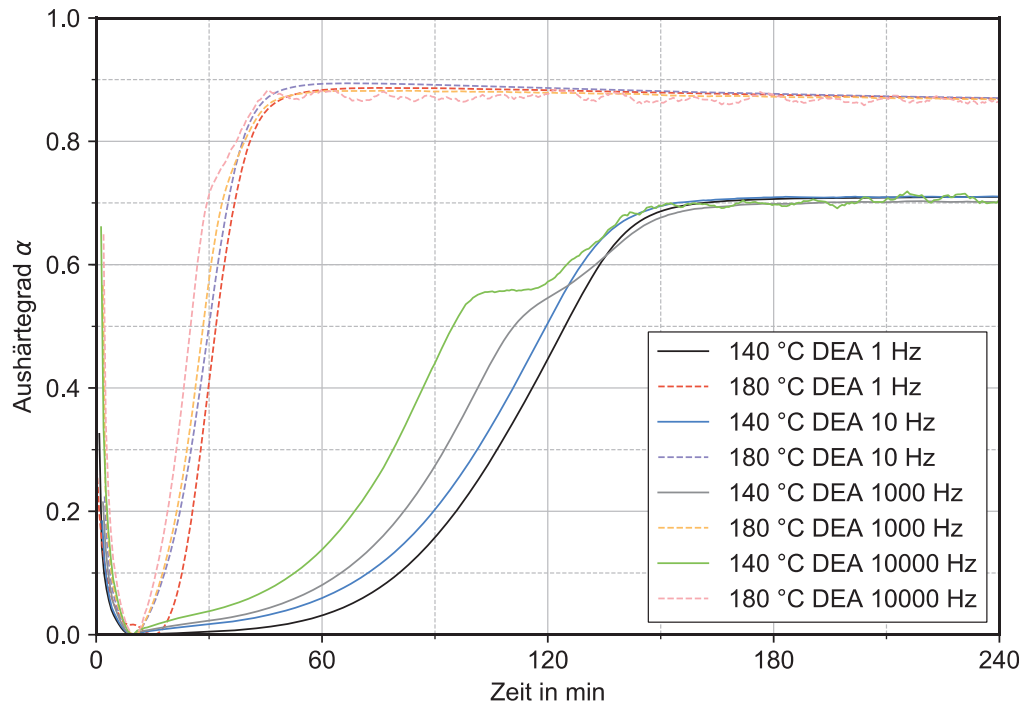


Abbildung 18: Entwicklung des Aushärtegrads bei isothermer Messung (Injektionsharz)

In Abbildung 18 ist der nach Formel (3.4) berechnete Aushärtegrad bei isothermer Aushärtung abgebildet. Die ermittelten Aushärtegrade sind im Anfangsbereich abhängig von der Messfrequenz, wobei der ermittelte Aushärtegrad mit der Messfrequenz zunimmt. Nach dem Erreichen des Plateaus sind die Aushärtegrade identisch. Dies weist auf einen Einfluss des zuvor erwähnten Zusammenhangs zwischen Anregbarkeit unterschiedlich großer Moleküle und der Messfrequenz hin. Die in den Kurven des 180 °C-Zyklus beobachtete Verringerung des Aushärtegrads folgt aus einer Verringerung des gemessenen Verlustfaktors. In der Realität ist ein Sinken des Aushärtegrads nicht zu erwarten.

Abbildung 19 zeigt vergleichend die Ergebnisse der DEA- und DSC-Messungen. Aus Gründen der Übersichtlichkeit ist nur der Verlauf der DEA-Messungen für 1 Hz und 10 Hz Messfrequenz dargestellt. Zur Beurteilung der Genauigkeit sind die Ergebnisse der DSC-Messungen ebenfalls abgebildet. Für die Aushärtung bei 140 °C ergibt sich eine gute Übereinstimmung, wobei der per DSC ermittelte Aushärtegrad bis 120 min Aushärtedauer über dem der DEA-Messungen liegt. Bei 180 °C zeigen die DSC-Messungen ebenfalls zu Beginn höhere Aushärtegrade. Eine mögliche Erklärung hierfür ist die Wahl der dargestellten DEA-Frequenzen. Wie zuvor erläutert, resultieren die Messungen bei niedrigeren Frequenzen zu Beginn in

niedrigeren Aushärtegraden. Bei nicht-isothermen Messungen ist die verwendete Berechnungsmethode nicht anwendbar, da die Ionenviskosität temperaturabhängig ist.

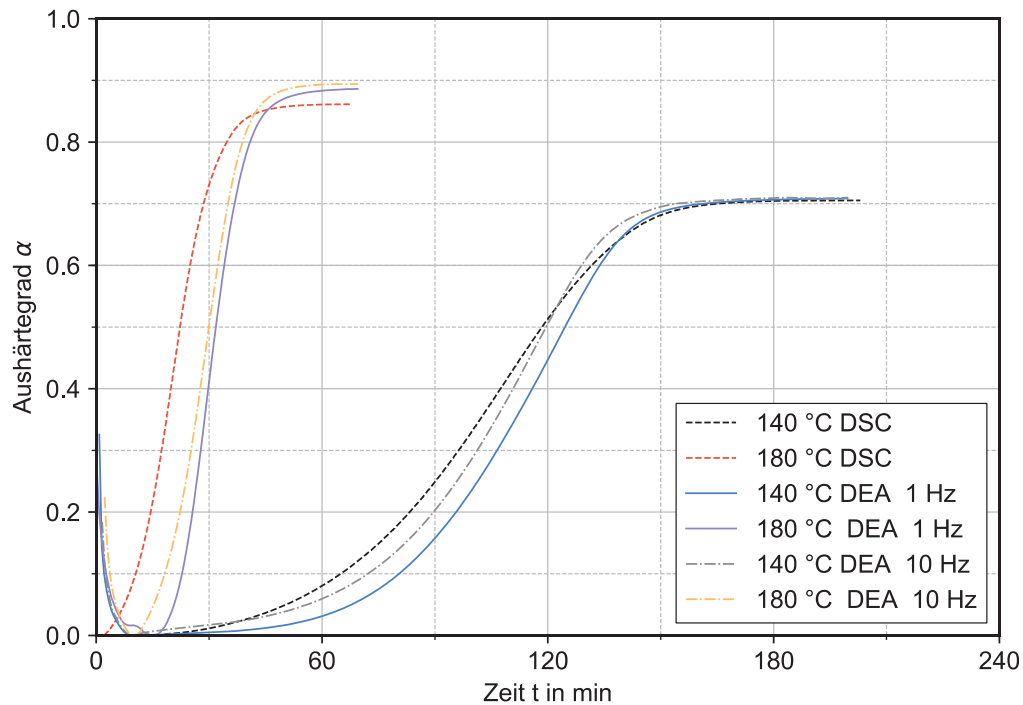


Abbildung 19: Entwicklung des Aushärtegrads bei isothermer Messung (Injektionsharz)

3.3.3 Rheologische Eigenschaften

Für das Injektionsharz wurden Versuche zur Bestimmung der Viskosität bei verschiedenen Temperaturzyklen und des Gelpunkts in einem Rheometer, Modell ARES (Rheometric Scientific Inc, Piscataway) in Platte/Platte-Anordnung mit den in Tabelle 5 zusammengefassten Messparametern durchgeführt. Vor Beginn der Messung wurde das Harz bei Raumtemperatur auf die untere Platte aufgebracht und eine oszillierende Messung gestartet. Der Gelpunkt wurde aus dem Schnittpunkt der Kurven des Speichermoduls unter Scherbelastung G'_s und des Verlustmoduls G''_s nach [95] bestimmt.

Tabelle 5: Messparameter der Viskositätsmessungen

Plattendurchmesser	Frequenz	Dehnung	Spalthöhe
45 mm	136,4 rad/s	60 %	0,5 mm

niedrigeren Aushärtegraden. Bei nicht-isothermen Messungen ist die verwendete Berechnungsmethode nicht anwendbar, da die Ionenviskosität temperaturabhängig ist.

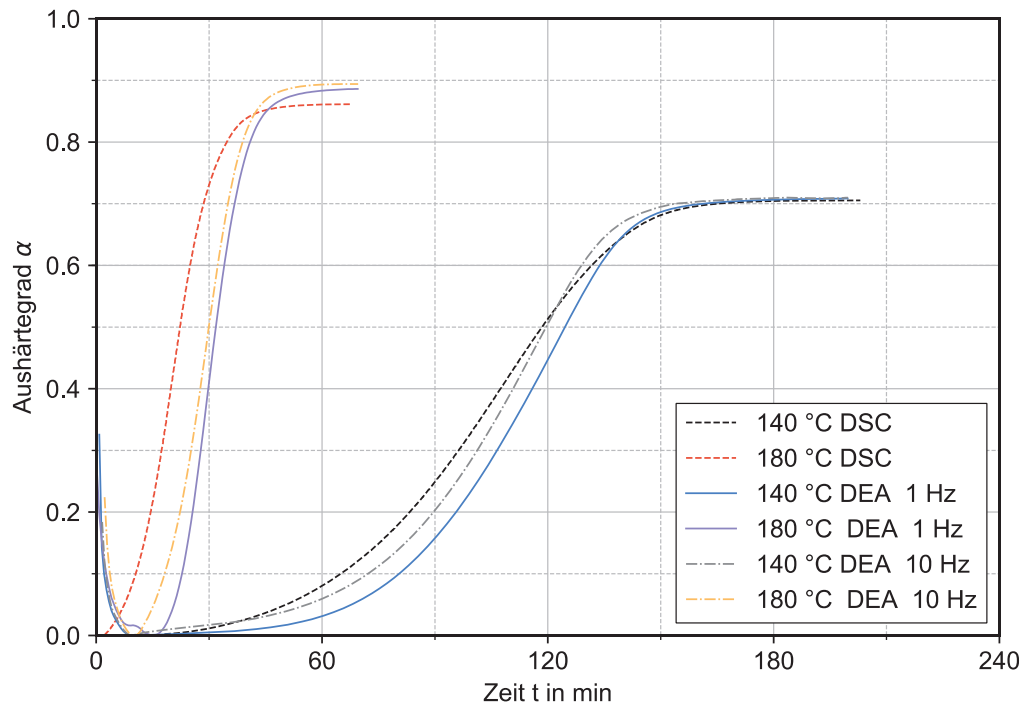


Abbildung 19: Entwicklung des Aushärtegrads bei isothermer Messung (Injektionsharz)

3.3.3 Rheologische Eigenschaften

Für das Injektionsharz wurden Versuche zur Bestimmung der Viskosität bei verschiedenen Temperaturzyklen und des Gelpunkts in einem Rheometer, Modell ARES (Rheometric Scientific Inc, Piscataway) in Platte/Platte-Anordnung mit den in Tabelle 5 zusammengefassten Messparametern durchgeführt. Vor Beginn der Messung wurde das Harz bei Raumtemperatur auf die untere Platte aufgebracht und eine oszillierende Messung gestartet. Der Gelpunkt wurde aus dem Schnittpunkt der Kurven des Speichermoduls unter Scherbelastung G'_s und des Verlustmoduls G''_s nach [95] bestimmt.

Tabelle 5: Messparameter der Viskositätsmessungen

Plattendurchmesser	Frequenz	Dehnung	Spalthöhe
45 mm	136,4 rad/s	60 %	0,5 mm

Tabelle 6: Literaturwerte für RTM6

T_{g0} in °C	$T_{g\infty}$ in °C	α_{gel}	Quelle
$-16,9 \pm 0,7$	$212 \pm 0,01$		eigene Messung
$-17,5 \pm 1,0$			[97]
-11,0	206		[98]
-15,5	245		[19]
		0,500 – 0,600	[85]
		0,590	[99]
		0,577	[96]

3.3.4 Entwicklung der Glasübergangstemperatur

Die Kontrolle des Aushärtegrads an hergestellten Bauteilen per DSC ist mit Schwierigkeiten behaftet. So ist die Messung des Aushärtegrads über eine Bestimmung der Restwärme bei erneuter Aufheizung mit hohem Aufwand verbunden, da die gemessene Restwärme vom Faservolumengehalt der Probe abhängt und somit eine Bestimmung beider Größen für eine verlässliche Bestimmung des Aushärtegrads notwendig ist. Hinzu kommt die zuvor erwähnte geringe Sensitivität der Restwärmebestimmung per DSC im Bereich fortgeschrittener Aushärtung [86]. Aus diesen Gründen wurde der Zusammenhang zwischen Aushärtegrad α und der Glasübergangstemperatur T_g auf Basis des DiBenedetto-Modells ermittelt.

Die Glasübergangstemperatur kann auf verschiedene Arten bestimmt werden, unter anderem über die Änderung der spezifischen Wärme c_p beim Übergang vom glasförmigen Zustand in den gummielastischen Zustand, welche in DSC-Messungen bestimmt werden kann. Alternativ kann die Glasübergangstemperatur anhand einer Änderung der mechanischen Eigenschaften gemessen werden. Auf diesem Prinzip beruht die Bestimmung per dynamisch-mechanisch-thermischer Analyse (DMTA).

Da der Glasübergang in der Realität nicht schlagartig passiert, sondern über einen Bereich hinweg, existieren verschiedene Bestimmungsverfahren, wie in [86] beschrieben. In dieser Arbeit ist, wenn nicht anders angegeben, der T_g per DSC aus dem Wendepunkt der c_p -Kurve bestimmt. Dies ergibt eine Glasübergangstemperatur, die im Vergleich zur Bestimmung nach Tangenten- oder 2 %-Methode bei höherer

Temperatur und im erweichten Zustand liegt [50], doch aufgrund der nicht notwendigen Tangentendefinition ist der Benutzereinfluss kleiner. Da die gemessene Glasübergangstemperatur durch die Heizrate beeinflusst wird [86], wurden die Messungen mit einer Heizrate von 2 K/min durchgeführt.

Abgesehen vom Aushärtegrad wird der T_g auch von anderen Parametern beeinflusst, die für eine exakte Bestimmung beachtet werden müssen. So ist an verschiedener Stelle diskutiert worden, dass Wasseraufnahme bei Epoxiden den T_g senkt [1, 100-103]. Bei einer Auslagerung in Wasser bei erhöhter Temperatur kann die Änderung durchaus mehr als 100 °C betragen. Diese Änderung ist allerdings reversibel, wie durch T_g -Messung an rückgetrockneten Proben gezeigt werden kann [102]. In Messungen an den hergestellten Laminaten wurde maximal ein Feuchtigkeitsgehalt von 0,13 % beim Prepreg und 0,05 % beim Injektionsharz festgestellt, weshalb der Einfluss der Feuchtigkeit vernachlässigt werden kann.

Das DiBenedetto-Modell (auch Couchmann-Ansatz [104]), entwickelt von *DiBenedetto* [105], gibt die Entwicklung des T_g mit steigender Aushärtung von der Glasübergangstemperatur des unausgehärteten Harzes, T_{g0} , bis hin zur Glasübergangstemperatur bei vollständiger Aushärtung, $T_{g\infty}$, an und wurde in mehreren Arbeiten zur Charakterisierung des Aushärtegrads eingesetzt [19, 89, 104]

$$T_g = T_{g0} + \frac{(T_{g\infty} - T_{g0})\lambda\alpha}{1 - (1 - \lambda)\alpha} \quad (3.5)$$

Zur Adaption des Modells wurden Proben mit variabler Haltedauer ausgehärtet und in einer anschließenden dynamischen Messung die resultierende Glasübergangstemperatur gemessen. Anschließend wurde auf Basis der Mittelwerte von drei Proben pro Haltedauer für T_g und Aushärtegrad mittels eines nichtlinearen least-squares-fit der Parameter λ des DiBenedetto-Modells ermittelt.¹ Im Falle des Prepregs war eine direkte Bestimmung des T_{g0} nicht möglich, da der Aushärtegrad des Prepregs im Rahmen der Herstellung (siehe 2.1.1) um einen unbekanntem Betrag voranschreitet. Für die folgenden Untersuchungen wurde der Aushärtegrad im Anlieferungszustand als 0 angenommen. Ein Vergleich des Aushärtegrads von

¹ Der Parameter λ kann alternativ berechnet werden nach [106] aus den Gitterenergien im vernetzten und im unvernetzten Zustand oder nach [89] mit Hilfe der Wärmekapazitäten in glasförmigem und gummielastischem Zustand des unausgehärteten und vollausgehärteten Polymers.

Laminaten, die aus verschiedenen Chargen des Prepregs (mit unterschiedlichen produktionsbedingten Aushärtegraden) hergestellt wurden, ist über den T_g möglich. Die Glasübergangstemperatur bei vollständiger Aushärtung wurde bestimmt an Proben, die bei 180 °C bis über das Reaktionsende hinaus ausgehärtet wurden.

Abbildung 21 und Abbildung 22 zeigen die gemessenen Glasübergangstemperaturen und das DiBenedetto-Modell. Die Sensitivität des T_g gegen Ende der Reaktion ist ersichtlich aus der Steigung der Kurve im letzten Drittel. Somit können auch hohe Aushärtegrade exakt bestimmt werden.

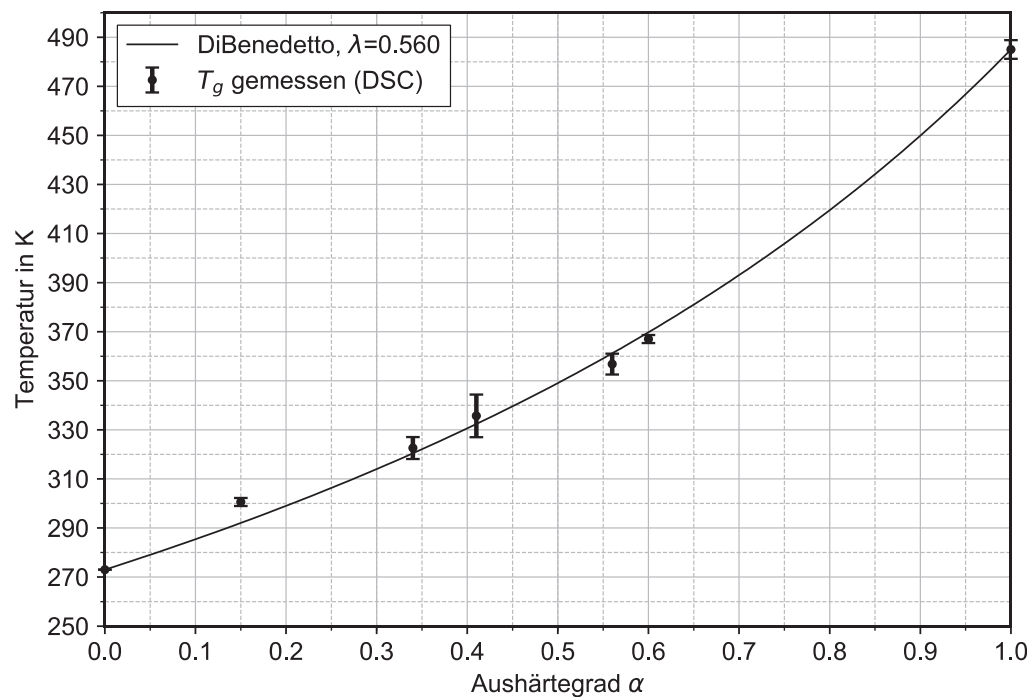


Abbildung 21: DiBenedetto-Modell für das Prepreg-Material

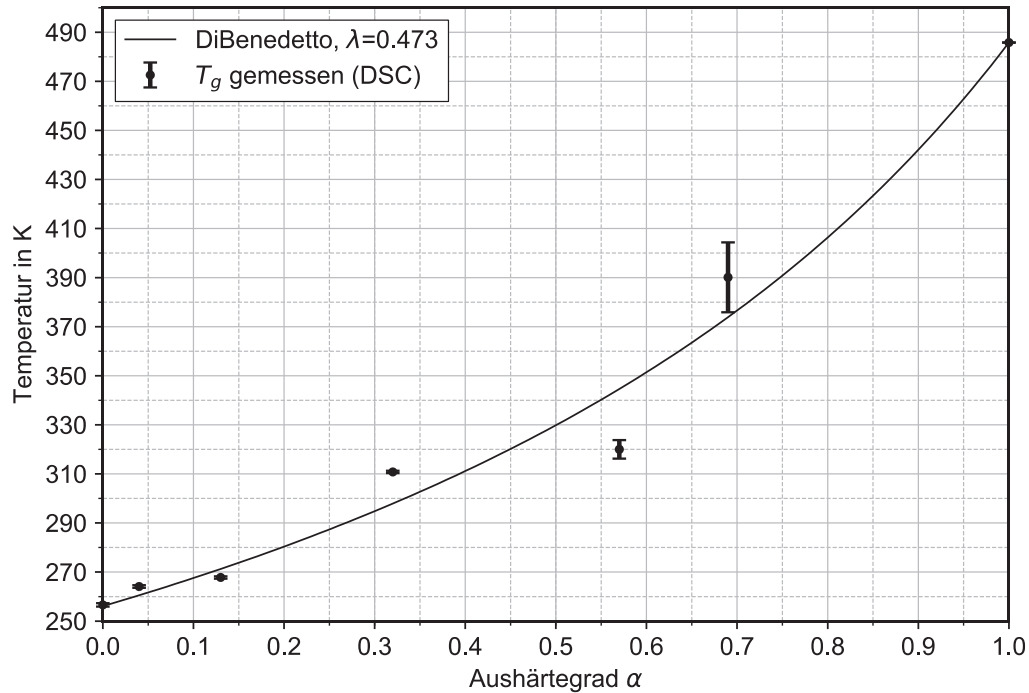


Abbildung 22: DiBenedetto Modell für das Injektionsharz

3.3.5 Prozessrelevante Zeitpunkte

Wie gezeigt, hängt die Reaktionsgeschwindigkeit maßgeblich von der Aushärtetemperatur ab. Die benötigte Zeit zur Erreichung eines definierten Aushärtegrads oder Zustandsbereichs ist bei höherer Temperatur kürzer (siehe Tabelle 7). Aufgrund der kürzeren Gesamtprozessdauer ist dies vorteilhaft, allerdings steigt mit der Temperatur auch die Differenz im Aushärtegrad bei einer Variation der Haltedauer. Gerade bei Werkzeugen für komplexe Bauteile, für die die Vorteile des modifizierten Co-Curings ausgeprägt sind, ist die Abkühlrate durch die thermische Trägheit des Werkzeugs begrenzt und eine schlagartige, homogene Abkühlung schwierig. Dies kann zu größeren Abweichungen im Aushärtegrad führen als bei niedrigeren Aushärtungstemperaturen. Bei geringer Aushärtetemperatur ist allerdings auch der erreichbare Aushärtegrad geringer und die Dauer des Teilaushärtungsschritts steigt stark an. Die Ziele einer kurzen Prozesszeit und der Robustheit stehen folglich im Konflikt.

Tabelle 7: Ermittelte, isotherme Haltedauern für prozessrelevante Ereignisse

Material	Zyklus	Haltedauer t_H bis Gelierung in min	Haltedauer t_H bis Vitrifikation in min	Haltedauer t_H bis Reaktionsende in min
Prepreg	140 °C	46,2	393	600
	180 °C	3,9	162	168
Injektionsharz	140 °C	117,5	142	185
	180 °C	16,3	22	47
Methode		DEA	DSC	DEA

Eine Verwendung von Matrices mit Aushärtegraden unterhalb des Gelpunkts ist aufgrund der nicht ausgebildeten mechanischen Eigenschaften wenig sinnvoll. Aus diesem Grund wurde der Aushärtegrad bei Gelierung α_{gel} im Folgenden als minimaler Aushärtegrad festgelegt. Im Falle des Prepregs konnte dieser Aushärtegrad nicht direkt gemessen werden, weshalb die Haltedauer bis Gelierung als minimale Haltedauer festgelegt wurde. Für eine Aushärtetemperatur von 120 °C wird α_{gel} erst nach ca. 360 min erreicht (siehe Abbildung 12), zudem ist die Steigung des Aushärtegrads in diesem Bereich sehr gering. Folglich ist bei 120 °C eine weitergehende Aushärtung nach der Gelierung sehr zeitaufwendig.

Um den Einfluss einer langsameren oder inhomogenen Abkühlung auf den Aushärtegrad zu begrenzen, aber gleichzeitig ausreichend hohe Aushärtegrade erreichen zu können, wurde die Prozesstemperatur für die Teilaushärtung für die weiteren Untersuchungen auf 140 °C festgelegt.

3.4 Charakterisierung der Eigenschaften in der Aushärtung

Die mechanischen Eigenschaften der Lamine im teilausgehärteten Zustand sind von großer Bedeutung für das modifizierte Co-Curing, da sie begrenzen, in welchem Maße Werkzeugstrukturen zur Formgebung im Aushärteprozess eingespart werden können. Wie zuvor schon beschrieben, weisen die mechanischen Eigenschaften eines Laminats eine Vielzahl von Einflussfaktoren auf, wie beispielweise Temperatur, Feuchtigkeit, Aushärtegrad und Orientierung der Faserverstärkung. Die in Abschnitt 3.2.1 zusammengefassten theoretischen Betrachtungen und Literaturergebnisse zeigen widersprüchliche Zusammenhänge. Deswegen wurde ergänzend eine experimentelle Überprüfung des Einflusses einer Variation des Vernetzungsgrades

durch Änderung der Haltedauer bei konstanter Aushärtetemperatur auf die mechanischen Eigenschaften durchgeführt. In Anhang A.2 sind Zeichnungen der verwendeten Probekörpergeometrien zusammengestellt.

Für die Prüfungen wurden in einem Autoklavprozess teilausgehärtete Lamine (im Fall des Prepregs) und in einem Ofen Reinharzplatten (aus dem Injektionsharz) hergestellt. Wie in Abbildung 23 am Beispiel jeweils zweier Aushärtezyklen dargestellt, wurde der zuvor für den ersten Aushärteschritt des modifizierten Co-Curing definierte Aushärtezyklus bei 140 °C eingesetzt mit einer Variation der Haltezeit. Das Druckprofil im Autoklav ist bei Teil- und Vollaushärtung identisch. Die Aushärtegrade wurden anhand des T_g bestimmt. Abbildung 24 und Abbildung 25 zeigen die gemessenen Glasübergangstemperaturen der Probekörper. Die voll ausgehärteten Proben wurden als Referenz in einem 180 °C-Zyklus hergestellt. Die niedrigsten ermittelten Aushärtegrade der Reinharzproben liegen wie angestrebt oberhalb des Aushärtegrads bei Gelierung. Beim Prepreg wurde die durch DEA ermittelte Haltezeit bis zur Gelierung als Untergrenze genutzt. Die Haltedauern der im Folgenden benutzten Aushärtezyklen sind teilweise länger als bis zur Vitrifikation. Dadurch sind die erreichbaren Aushärtegrade höher, als die in Abschnitt 3.3.1 ermittelten.

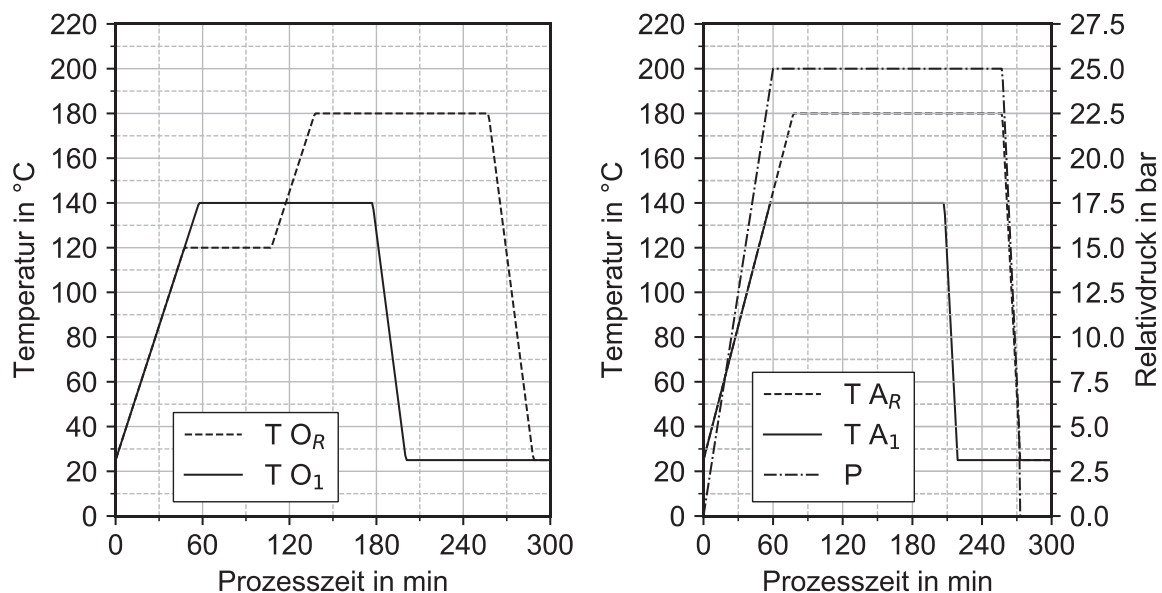


Abbildung 23: Profile von Temperatur (T) und Druck (P) für die Herstellung der teil- und vollausgehärteten Reinharzproben (links) und der Lamine (rechts)

Bei der Übertragung der Ergebnisse ist zu beachten, dass das Matrixsystem des

Prepregs neben Epoxidharz noch Modifikatoren enthält, deren Eigenschaften sich im Laufe der Aushärtung abweichend von denen des Epoxidharzes entwickeln.

Die Probekörper wurden bis zur Prüfung bei einer Temperatur von -30 °C gelagert, um das Fortschreiten der Aushärtereaktion zu verzögern. Hierdurch konnten die Probekörper vor der Prüfung nicht getrocknet werden. Zur Kontrolle wurde der Feuchtegehalt der Lamine durch Rücktrocknung an Proben bestimmt, die die Aushärte- und Probekörperpräparationsschritte mit durchlaufen hatten. Die Ergebnisse zeigten bei einem Gewichtsverlust von $0,05\text{ Gew.-%}$ keine Unterschiede zwischen den Platten verschiedener Aushärtegrade.

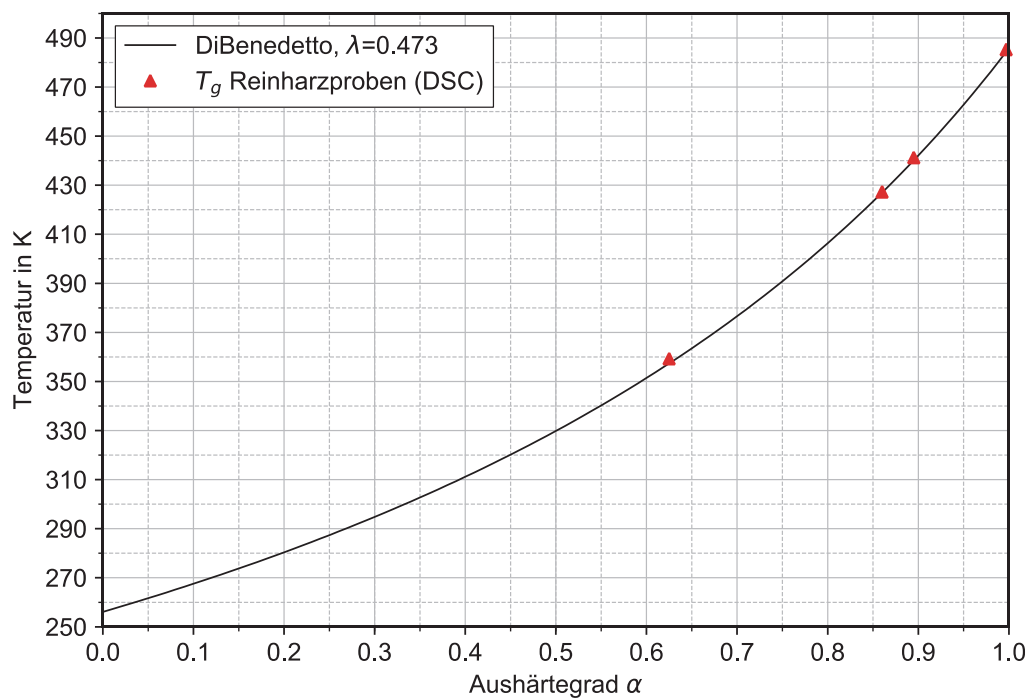


Abbildung 24: Gemessene Glasübergangstemperaturen der Reinharzproben

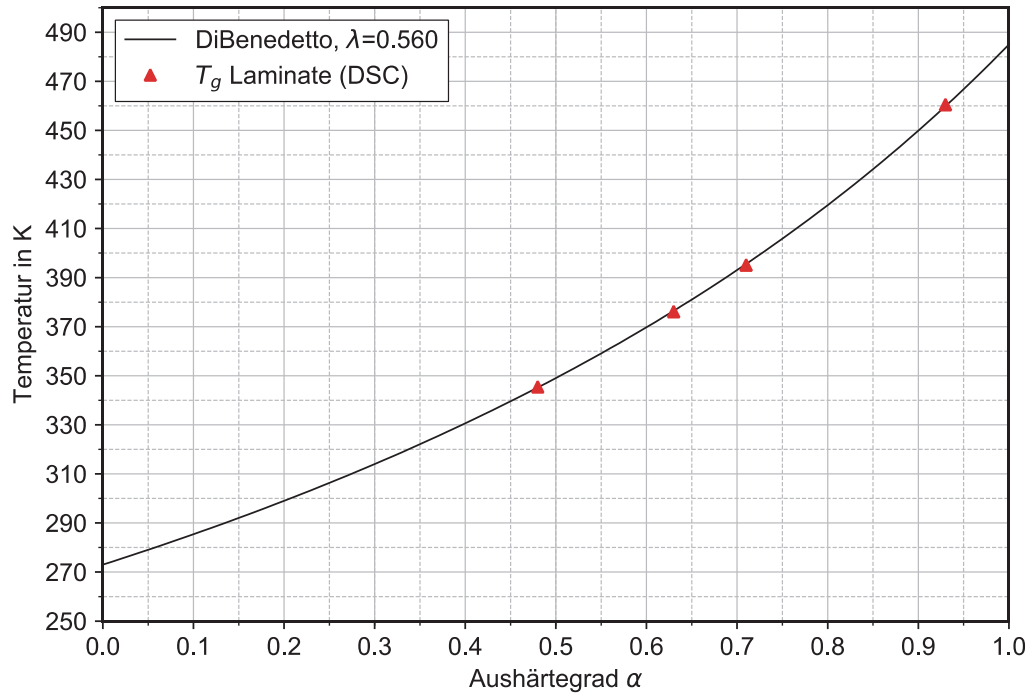


Abbildung 25: Gemessene Glasübergangstemperaturen der Prepreg-Laminat

Tabelle 8: Aushärtezyklen und Glasübergangstemperaturen der Testplatten

	Zyklus	Haltetemperatur in °C	Haltedauer in min	T _g in °C	Aushärtegrad
Reinharz ¹	O ₁	140	120	86,13	0,63
	O ₂	140	180	168,47	0,90
	O ₃	140	150	154,14	0,86
	O _R	180	120	212,17	0,99
Laminat ²	A ₁	140	150	72,47	0,48
	A ₂	140	240	103,14	0,63
	A ₃	140	330	122,14	0,71
	A _R	180	180	187,49	0,93

¹ hergestellt aus Injektionsharz

² hergestellt aus Prepreg

Die Reinharzplatten wiesen keine optisch erkennbaren Poren auf, im Randbereich lagen jedoch lokal oberflächliche Einfallstellen durch Schrumpfung vor. Die Orientierung und Homogenität der Faserverstärkung der Laminat wurde in Schliffbildern verifiziert. Zur Überprüfung des Porengehalts wurden Dichtemessungen nach DIN EN ISO 1183-1:2004 Verfahren A [73] bei Raumklima durchgeführt. Die gemessenen

Dichten in Tabelle 9 zeigen keine Hinweise auf unterschiedliche Porengehalte der Reinharzplatten. Für die Lamine wurde aus der gemessenen Dichte unter Einsatz der bekannten Faser- und Matrixdichten der Faservolumengehalt rechnerisch bestimmt und mikroskopisch mittels Flächenmethode überprüft.

Tabelle 9: Dichten und rechnerische Faservolumengehalte der Testplatten

	Zyklus	Dichte in g/cm ³	Faservolumengehalt in %
Reinharz	O _R	1,147 ± 0,0003	-
	O ₁	1,148 ± 0,0002	-
	O ₂	1,145 ± 0,0001	-
	O ₃	1,145 ± 0,0002	-
Laminat	A ₁	1,587 ± 0,0003	61
	A ₂	1,591 ± 0,0008	61
	A ₃	1,587 ± 0,0011	61
	A _R	1,593 ± 0,0004	61
	A ₂ & A _R	1,590 ± 0,0002	61

Sofern nicht anders angegeben, sind im Folgenden jeweils arithmetischer Mittelwert und Standardabweichung der Messergebnisse der Proben eines Aushärtegrads beziehungsweise eines Aushärtezyklus abgebildet.

3.4.1 Mechanische Harzeigenschaften

Die Entwicklung des Moduls wurde durch Zugprüfungen nach DIN EN ISO 527-2 [107] charakterisiert. Die in Abbildung 69 gezeichneten Proben des Typs 1B (Gesamtlänge l_3 : 150 mm; Dicke h : 3,8 mm; Breite b_1 : 10,2 mm) wurden aus den Reinharzplatten ausgefräst und an einer Prüfmaschine des Typs 1445 Retroline (ZwickRoell GmbH & Co. KG, Ulm) mit einer 10 kN-Kraftmessdose bei Raumklima mit einer Geschwindigkeit von 1 mm/min geprüft. Pro Konfiguration wurden fünf Probekörper getestet. Die Dehnungen im Messbereich wurden durch digitale Bildkorrelation mit einem ARAMIS 4M-System (gom GmbH, Braunschweig) optisch gemessen. Die Steifigkeiten aller Zugversuche wurden aus den gemessenen (technischen) Spannungs- und Dehnungswerten durch lineare Regression im Bereich zwischen 0,05 % und 0,25 % Dehnung bestimmt.

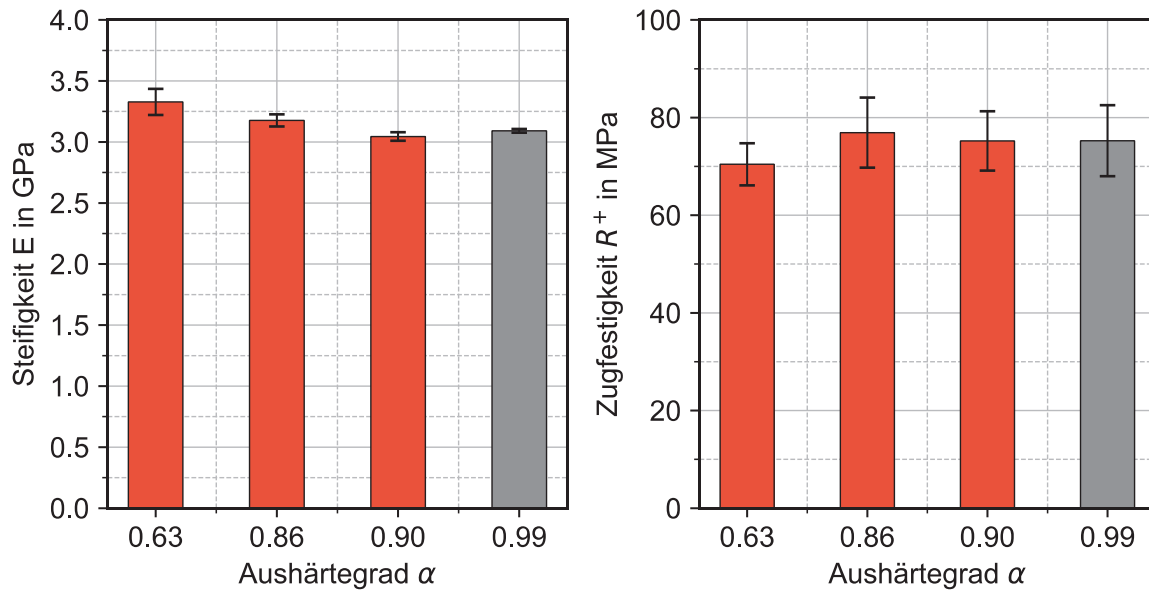


Abbildung 26: Gemessene Steifigkeit (links) und Festigkeit (rechts) der Reinharzproben unter Zugbelastung

Die mittlere gemessene Steifigkeit der Proben mit einem Aushärtegrad von 0,63 zeigt eine Überhöhung von 8 % im Vergleich zu den voll ausgehärteten Referenzproben, die bis zur Vollaushärtung zurückgeht. Dieses zuvor als Antiplastifizierung beschriebene Phänomen (siehe Abschnitt 3.2.1) wurde für RTM6-Harz von *Magniez et al.* in Messungen des Volumenschrumpfs dokumentiert [60].

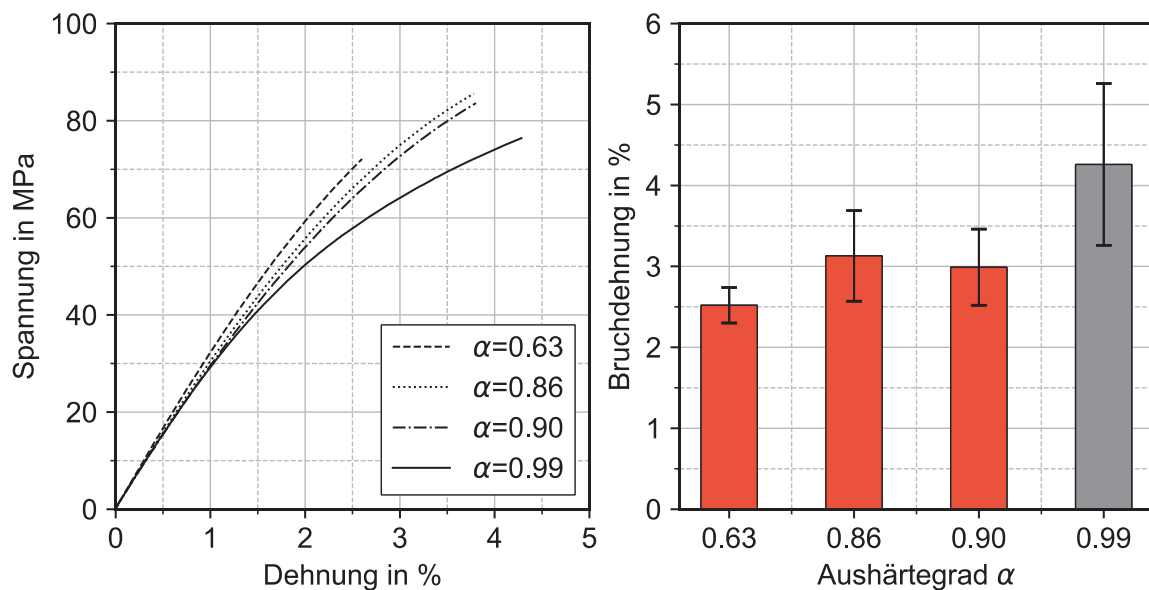


Abbildung 27: Gemessene Bruchdehnung der Reinharzproben und beispielhafte Spannungs-Dehnungs-Kurven

Die mittlere Zugfestigkeit beim Aushärtegrad 0,63 hat ein um 7 % geringeres Niveau als die voll ausgehärtete Referenz, die weiter ausgehärteten Proben besitzen mit der Referenz vergleichbare oder höhere mittlere Festigkeiten. Dagegen zeigt sich bei den Mittelwerten der Bruchdehnung (bei erhöhter Standardabweichung) ein Anstieg mit dem Aushärtegrad. In den Spannungs-Dehnungs-Kurven in Abbildung 27 äußert sich dies durch das Vorliegen eines ausgeprägten plastischen Bereichs, wodurch die Probensteifigkeit ab etwa 1 % Dehnung abnimmt, aber eine höhere Bruchdehnung aufweist. Zu beachten ist, dass aufgrund des spröden Verhaltens des Epoxidharzes der Einfluss von Kerben im Probekörper (beispielsweise resultierend aus der Probekörperherstellung) hoch ist, was zu einer erhöhten Streuung der Festigkeits- und Bruchdehnungswerte führt. Die geschilderten Ergebnisse weisen Parallelen zu denen von *Min et al.* auf, die die Zugeigenschaften von Epoxidharzen mit unterschiedlicher Vernetzungsdichte infolge unterschiedlicher Aushärtetemperaturen ermittelten [65]. Ebenso wurde an anderer Stelle zuvor eine Erhöhung der Bruchdehnung bei Erhöhung des Aushärtegrads durch längere Aushärtung gezeigt, allerdings verbunden mit einem Anstieg der Festigkeit [62].

Tabelle 10: Probekörper- und Prüfvorrichtungsgeometrie der Bruchzähigkeitsprüfungen

Vorrichtung		Probekörper			
Spannweite L in mm	Radius R in mm	Gesamtlänge l in mm	Kerbspitzen- radius in mm	Höhe w in mm	Dicke h in mm
40	5	50	0,25	10	3,7

Diese Ergebnisse wurden in Messungen der kritischen Energiefreisetzungsrate G_{IC} nach ISO 13586 in Dreipunkt-Biegeprüfungen an sechs "Single-Edge-Notched Bend" (SENB)-Prüfkörpern pro Aushärtegrad überprüft. Die Probekörper wurden aus den Platten gefräst. Anschließend wurden die Kerben durch eine Kreissäge mit Hartmetallsägeblatt eingebracht und der Anriss durch Klopfen mit einer Rasierklinge erzeugt. Eine Zeichnung der Probekörper ist in Abbildung 70 gegeben. Die Prüfungen wurden auf einer Universalprüfmaschine des Typs 1485 (ZwickRoell GmbH & Co. KG, Ulm) mit einer 1 kN-Kraftmessdose und einer Prüfgeschwindigkeit von 1 mm/min durchgeführt. Die Probekörpergeometrie ist in Tabelle 10 spezifiziert. Die Korrektur der Maschinensteifigkeit und der Nachgiebigkeit der Probekörper erfolgte durch Ermittlung einer Korrekturkurve an einem nicht gekerbten Probekörper

mit reduziertem Auflagerabstand.

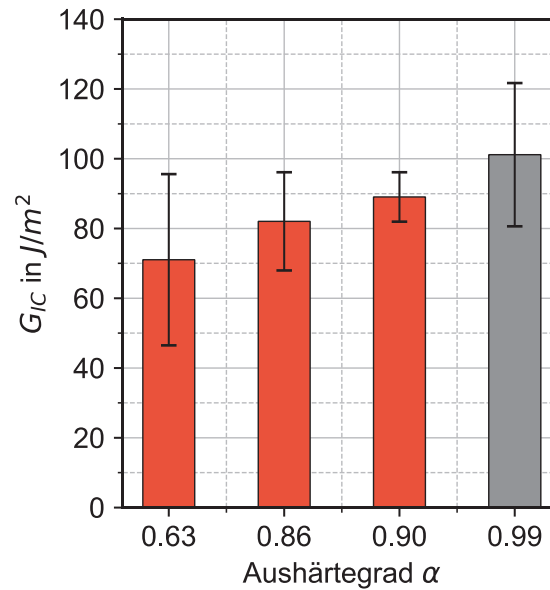


Abbildung 28: Gemessene kritische Energiefreisetzungsraten G_{IC} (links) der Reinharzproben nach ISO 13586

Die Messergebnisse in Abbildung 28 weisen eine Zunahme der mittleren kritischen Energiefreisetzungsrates G_{IC} mit dem Aushärtegrad aus, wenngleich die erhöhten Standardabweichungen die Aussagekraft des Quervergleichs einschränken. Im Zustand mit dem geringsten Aushärtegrad 0,63 ist G_{IC} um 30 % geringer als bei vollständiger Aushärtung. Der gezeigte Zusammenhang entspricht den Ergebnissen von [65], siehe Abschnitt 3.2.1. Der gemessene Mittelwert für das voll ausgehärtete Harz zeigt eine positive Abweichung von ca. 10 % im Vergleich zum vom Hersteller angegebenen Wert [108].

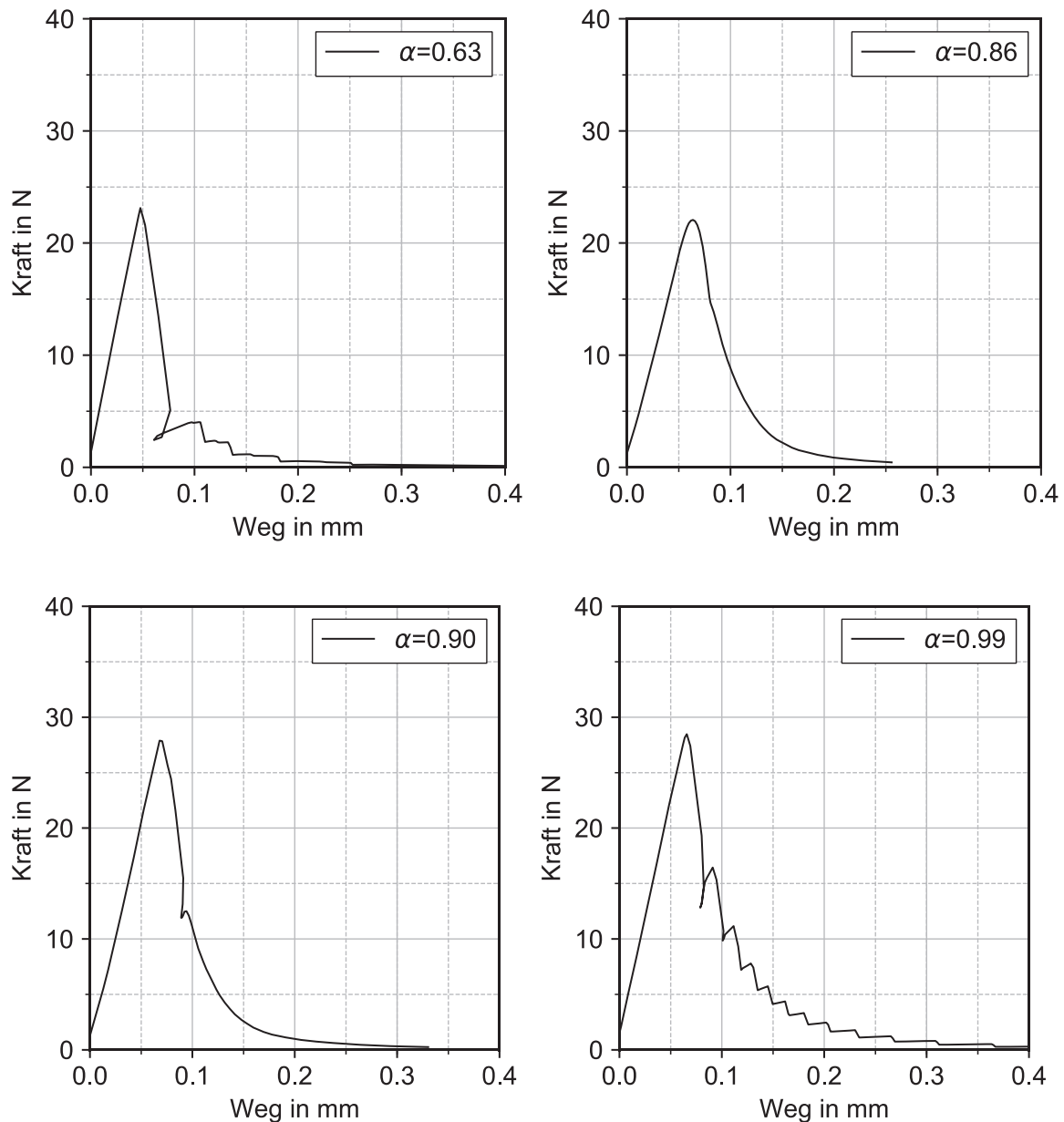


Abbildung 29: Kraft-Weg-Kurven der SENB-Prüfungen von Probekörpern unterschiedlicher Aushärtegrade

Die gemessenen Unterschiede im Werkstoffverhalten drücken sich auch im Verlauf der Kraft-Weg-Kurven in Abbildung 29 aus. Für die Probekörper mit dem niedrigen Aushärtegrad 0,63 (im Bild links oben) zeigt die Kurve einen spitzen Verlauf und einen schlagartigen Abfall. Dieses Verhalten wird als kontinuierlich-sprödes Risswachstum bezeichnet [109]. Bei den weiter ausgehärteten Proben der Platten mit den Aushärtegraden 0,86 und 0,9 kommt es zu einer Abflachung der Kurve im Bereich des Maximums. Bei den voll ausgehärteten Prüfkörpern tritt ein Stick-Slip-Verhalten auf, welches auf eine Plastifizierung an der Risspitze hindeutet und als

diskontinuierlich-sprödes Risswachstum bezeichnet wird [109]. Der Wechsel von kontinuierlich-sprödem Risswachstum zu diskontinuierlich-sprödem Risswachstum wird bei Epoxidharzen auch bei einer Erhöhung der Temperatur beobachtet [61] oder einer Verringerung der Prüfgeschwindigkeit [109]. Aufgrund der Prüfung bei Raumklima ist ein Glasübergang des Materials während der Prüfung nicht anzunehmen, da zum niedrigsten T_g der Testplatten eine Temperaturdifferenz von 60 K eingehalten wurde.

3.4.2 Mechanische Laminateneigenschaften

Um die Übertragbarkeit der Reinharzerggebnisse auf die Ebene eines Faser-Kunststoff-Verbundes zu überprüfen, wurden im Folgenden die mechanischen Eigenschaften unidirektional kohlenstofffaserverstärkter Laminats mit unterschiedlichen Aushärtegraden ermittelt. Dabei wurde von einer Konstanz der mechanischen Fasereigenschaften unabhängig vom Aushärtezyklus ausgegangen. Dementsprechend wurden vorrangig Prüfungen der Querkzug- und Biegeeigenschaften durchgeführt, die eine erhöhte Abhängigkeit von den Matriceigenschaften aufweisen. Es ist zu beachten, dass die angegebenen Aushärtegrade des Prepregs und des Reinharzes nicht exakt vergleichbar sind, da beim Prepreg der reale Aushärtegrad höher angenommen wird, als der gemessene (siehe Abschnitt 3.3.1). Die Querkzugprüfungen wurden nach DIN EN ISO 527-5 an Probekörpern des Typs B (vergleiche Abbildung 71) an einer Universal-Prüfmaschine des Typs 1445 Retroline (ZwickRoell GmbH & Co. KG, Ulm) mit einer 10 kN-Kraftmessdose und optischer Dehnungsmessung mittels digitaler Bildkorrelation durchgeführt. Die Steifigkeits- und Festigkeitswerte des Prepregs sind jeweils auf die Ergebnisse des im Standardzyklus A_R ausgehärteten Laminats (Aushärtegrad 0,93) normiert.

Zur Analyse des Einflusses einer mehrstufigen Aushärtung wurden zusätzlich Prüfkörper im Zyklus A_2 teilausgehärtet, anschließend aus dem Autoklav entnommen, neu vorbereitet und im Zyklus A_R vollständig ausgehärtet. Die Ergebnisse dieser zweistufig vollausgehärteten Proben sind blau dargestellt.

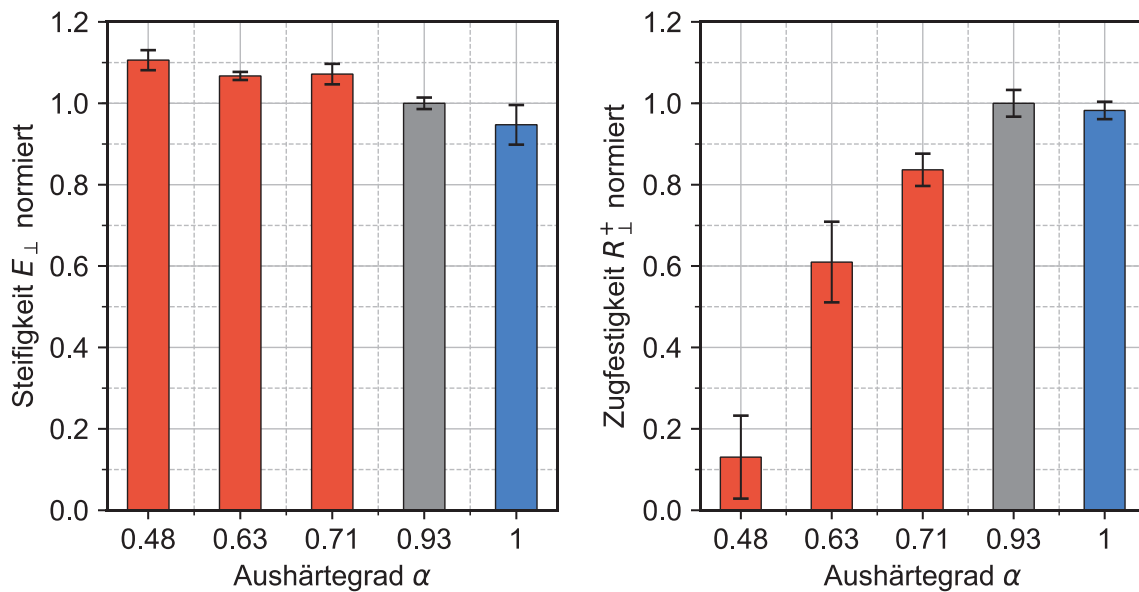


Abbildung 30: Normierte Querzugsteifigkeit (links) und -festigkeit (rechts)

Die Ergebnisse (siehe Abbildung 30) zeigen, dass die durchschnittlichen Steifigkeiten – ausgehend vom niedrigsten Aushärtegrad 0,48 – wiederum mit Zunahme des Aushärtegrads um 10 % abnehmen, während die Bruchdehnung und in diesem Fall auch die Festigkeit eine deutliche Abhängigkeit von der Aushärtung zeigen. In den Kraft-Weg-Kurven zeigt sich mit zunehmender Aushärtung wiederum die Ausbildung eines plastischen Bereichs. Die zweistufig ausgehärteten Probekörper besitzen bei einem Aushärtegrad von 1 dem Trend entsprechend eine um 5 % geringere mittlere Steifigkeit als die Referenz, allerdings eine um 1 % geringere mittlere Festigkeit.

Eine Beeinflussung durch Volumengehalt oder Orientierungsabweichungen der Faserverstärkung wurde durch Dichtemessungen und Schlifffbilder ausgeschlossen, wie zuvor beschrieben. In rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen der Bruchfläche lässt sich anhand der Matrixrückstände an den Fasern eine geringfügig schlechtere Faser-Matrix-Haftung für die Proben mit Aushärtegrad 0,48 beobachten. Im Interleaf drückt sich deutlich ein spröderes Bruchverhalten der Matrix für diese Proben in einer glatten Bruchfläche aus, während die weiter ausgehärteten Proben stärker strukturierte Bruchflächen aufweisen.

Zur weiteren Analyse wurden die Biegeeigenschaften nach DIN EN ISO 14125 [110] in einer Vierpunkt-Biegeprüfung geprüft (Prüfparameter siehe Tabelle 11, für eine Zeichnung siehe Abbildung 72). Im Unterschied zu den bisherigen Prüfungen wurden hier jeweils einstufig teilausgehärtete Lamine geprüft sowie zweistufig

Bruchdehnungen nach (11a) aus DIN EN ISO 14125 [110] dargestellt. Die zweistufig ausgehärteten Lamine (in Abbildung 31 blau dargestellt) zeigen keine signifikanten Unterschiede in der Festigkeit verglichen mit den Referenzproben (grau). Bei den teilausgehärteten Probekörpern (rot dargestellt) zeigen sich bei den Zyklen A₂ und A₃ keine Unterschiede zur Referenz (wenngleich bei A₃ die erhöhte Standardabweichung die Aussagekraft des Mittelwerts einschränkt). Beim Zyklus A₁ liegt die durchschnittliche Festigkeit um 9 % niedriger. Im Vergleich zu den Quersugprüfungen sind die gemessenen Festigkeitsunterschiede zwischen teil- und voll ausgehärteten Probekörpern somit geringer. Bei der Bruchdehnung zeigen angesichts der erhöhten Standardabweichungen keine signifikanten Unterschiede.

3.4.3 Mechanische Eigenschaften bei erhöhter Temperatur

Bisher wurden die Eigenschaften der Lamine unterschiedlicher Aushärtegrade nur bei Raumklima untersucht. Bei Anwendung der vom Hersteller empfohlenen Aushärtungszyklen zur Vollaushärtung ist allerdings eine Erhitzung über den T_g der teilausgehärteten Lamine notwendig. Hierdurch wechselt das Harz in den gummielastischen Zustand (siehe Kapitel 3.2), was mit einer Veränderung der mechanischen Eigenschaften einhergeht. Diese Veränderung wurde mittels dynamisch-mechanisch-thermischer Analyse untersucht. In einem Dreipunkt-Biegeaufbau wurden hierbei unidirektional verstärkte Proben des Prepregs mit einer Frequenz von 1 Hz belastet, während die Temperatur mit der Heizrate 2 K/min von -130 °C auf 300 °C erhöht wurde. Der Speichermodul E' kennzeichnet nach *Ehrenstein* die Steifigkeit und entspricht in etwa dem Elastizitätsmodul [50]. E' fällt, wie in Abbildung 32 links dargestellt, bei Überschreitung der Glasübergangstemperatur auf circa ein Zehntel ab. Der reduzierte Speichermodul ist bei den unterschiedlich ausgehärteten Proben gleich, trotz der Differenzen bei Raumtemperatur.

Bruchdehnungen nach (11a) aus DIN EN ISO 14125 [110] dargestellt. Die zweistufig ausgehärteten Lamine (in Abbildung 31 blau dargestellt) zeigen keine signifikanten Unterschiede in der Festigkeit verglichen mit den Referenzproben (grau). Bei den teilausgehärteten Probekörpern (rot dargestellt) zeigen sich bei den Zyklen A₂ und A₃ keine Unterschiede zur Referenz (wenngleich bei A₃ die erhöhte Standardabweichung die Aussagekraft des Mittelwerts einschränkt). Beim Zyklus A₁ liegt die durchschnittliche Festigkeit um 9 % niedriger. Im Vergleich zu den Quersugprüfungen sind die gemessenen Festigkeitsunterschiede zwischen teil- und voll ausgehärteten Probekörpern somit geringer. Bei der Bruchdehnung zeigen angesichts der erhöhten Standardabweichungen keine signifikanten Unterschiede.

3.4.3 Mechanische Eigenschaften bei erhöhter Temperatur

Bisher wurden die Eigenschaften der Lamine unterschiedlicher Aushärtegrade nur bei Raumklima untersucht. Bei Anwendung der vom Hersteller empfohlenen Aushärtungszyklen zur Vollaushärtung ist allerdings eine Erhitzung über den T_g der teilausgehärteten Lamine notwendig. Hierdurch wechselt das Harz in den gummielastischen Zustand (siehe Kapitel 3.2), was mit einer Veränderung der mechanischen Eigenschaften einhergeht. Diese Veränderung wurde mittels dynamisch-mechanisch-thermischer Analyse untersucht. In einem Dreipunkt-Biegeaufbau wurden hierbei unidirektional verstärkte Proben des Prepregs mit einer Frequenz von 1 Hz belastet, während die Temperatur mit der Heizrate 2 K/min von -130 °C auf 300 °C erhöht wurde. Der Speichermodul E' kennzeichnet nach *Ehrenstein* die Steifigkeit und entspricht in etwa dem Elastizitätsmodul [50]. E' fällt, wie in Abbildung 32 links dargestellt, bei Überschreitung der Glasübergangstemperatur auf circa ein Zehntel ab. Der reduzierte Speichermodul ist bei den unterschiedlich ausgehärteten Proben gleich, trotz der Differenzen bei Raumtemperatur.

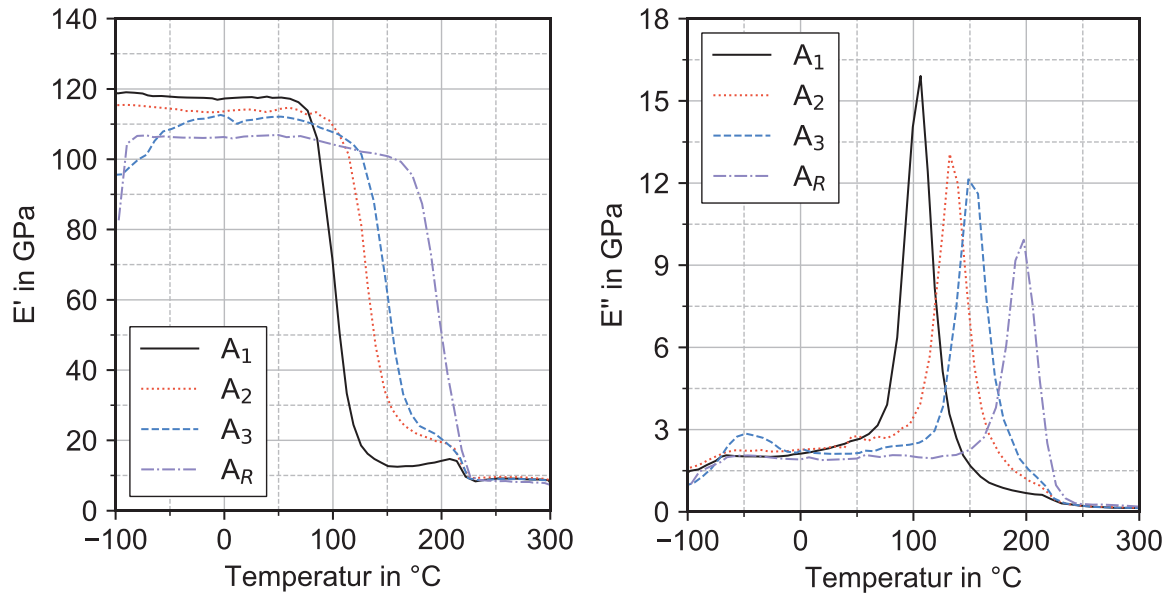


Abbildung 32: Speicher- (links) und Verlustmodul (rechts) verschieden ausgehärteter Laminatproben aus DMTA-Messungen

3.4.4 Zwischenfazit

Insgesamt dokumentieren die mechanischen Prüfungen auf Reinharz- und Laminebene, dass die Steifigkeit E teilausgehärteter Harze und Lamine nur schwach vom Aushärtegrad beeinflusst wird und kurz nach der Gelierung über der des vollausgehärteten Zustands liegt. Bei der Festigkeit R ergeben sich für das unverstärkte Epoxidharz Unterschiede von weniger als 10 % zwischen den niedrig ausgehärteten Probekörpern (Aushärtegrad 0,63) und der Referenz, während die teilausgehärteten Harzproben höheren Aushärtegrads eine vergleichbare Festigkeit aufweisen. Bei der Bruchdehnung ε ist ein Anstieg mit zunehmendem Aushärtegrad messbar und das Entstehen eines plastischen Bereichs bei höheren Aushärtegraden ist erkennbar. Dieser Trend zeigt sich auch in einem Anstieg der kritischen Energiefreisetzungsrate mit steigendem Aushärtegrad. Auf Ebene eines unidirektionalen Laminats ist ebenfalls ein leichtes Sinken der Steifigkeit E_{\perp} mit zunehmender Aushärtung feststellbar. Die Festigkeit R_{\perp}^{+} weist eine starke Abhängigkeit vom Aushärtegrad auf, ebenso wie die Bruchdehnung.

Bei Quersugbelastung eines unidirektionalen Laminats erfährt die Matrix aufgrund des Steifigkeitsunterschieds zwischen Faser und Matrix eine Dehnungsüberhöhung. Deren Betrag ist für die höhere Steifigkeit bei niedrigeren Aushärtegraden zwar geringfügig niedriger, es ist allerdings von einer Überhöhung um circa das 3fache

auszugehen². Verbunden mit lokalen Spannungskonzentrationen durch die Fasern, die bei Querkzugbelastung als Fehlstelle wirken [1], und durch Imperfektionen im Material kann die geringe Bruchdehnung und ausgeprägte Sprödigkeit des Matrixwerkstoffes bei niedrigem Aushärtegrad dazu führen, dass lokale Überhöhungen zu einem globalen Versagen führen. Bei weiter ausgehärtetem Werkstoff können diese hingegen durch lokale Plastifizierung des Harzes reduziert werden. Hierauf deutet die beobachtete zunehmende Ausbildung eines plastischen Bereichs bei höher ausgehärteten Proben hin, wie auch die beobachteten Unterschiede in der Bruchfläche.

Die Festigkeit der Lamine unter Biegebelastung ist dagegen nur bei niedrig ausgehärteten Proben geringer als bei den Referenzproben. Die Auswirkungen unterschiedlicher Aushärtegrade sind folglich bei weniger matrixdominierter Belastung geringer.

Der Vergleich einstufiger und mehrstufiger vollständiger Aushärtung liefert keine signifikanten Unterschiede in der Festigkeit. Die Steifigkeit E_{\perp} ist verringert, was in Anbetracht der Ergebnisse der teilausgehärteten Proben durch den höheren Aushärtegrad des zweistufig ausgehärteten Laminats im Vergleich zur Referenz erklärt werden kann. Die Festigkeit zeigt eine Abnahme um 1 % im Vergleich zum voll ausgehärteten Zustand.

Die Untersuchung der mechanischen Eigenschaften bei erhöhter Temperatur ergibt einen Abfall des Speichermoduls um eine Dekade. Sollen teilausgehärtete Strukturen in einem modifizierten Co-Curing-Prozess ohne weitere Stabilisierung eingesetzt werden, ist die Steifigkeit des Materials entscheidend für die Formtreue des Bauteils bei den Prozessbedingungen, insbesondere Temperatur und Druck. Ob die reduzierte Steifigkeit im gummielastischen Zustand unter diesen Bedingungen ausreicht, oder ob eine Stabilisierung notwendig ist, ist daher im Einzelfall zu prüfen.

² Für die Berechnung siehe [1], Formel (16.16). Steifigkeit der Fasern E_{\perp} mit konstant 15 GPa angenommen, Steifigkeit der Matrix E_m wie in Abbildung 26.

4 Experimentelle Charakterisierung des modifizierten Co-Curings

Im folgenden Abschnitt werden die Prozessschritte und -parameter des modifizierten Co-Curings beschrieben und ihr Einfluss auf die Verbindungseigenschaften analysiert. Die Methode wird für zwei Prozessrouten erläutert und die Ergebnisse werden in mechanischen Prüfungen auf Couponebene analysiert. Hierzu wurden Lamine im modifizierten Co-Curing, Co-Curing und Co-Bonding hergestellt, mittels zerstörungsfreier Prüfmethoden untersucht und anschließend entnommene Probekörper geprüft. Anhand der kritischen Energiefreisetzungsrate unter Mode I-Belastung und der Analyse der entsprechenden Bruchflächen lassen sich Rückschlüsse auf die Versagensmechanismen ziehen. Zur umfassenden Beurteilung wurden anschließend ausgewählte Einflussfaktoren hinsichtlich ihrer Auswirkungen auf den Oberflächenzustand und die Verbindungseigenschaften experimentell überprüft und ihre Eignung zur Prognose der Verbindungseigenschaften evaluiert.

4.1 Probekörperherstellung

Zur Analyse der Verbindungseigenschaften wurden Lamine vergleichend im Co-Curing, modifizierten Co-Curing und im Co-Bonding (ohne Einsatz von Klebstoff) hergestellt. Abbildung 33 zeigt die Schritte der Plattenherstellung schematisch für modifiziertes Co-Curing und Co-Bonding. Zu Beginn wurde ein Stack (hier als Stack A bezeichnet) aus dem Prepreg beziehungsweise Gelege vorbereitet, dessen Lagenaufbau einer Hälfte der herzustellenden Platte entspricht. Dieser Stack wurde anschließend in Zyklus I bis zu einem definierten Aushärtegrad ausgehärtet durch Anwendung angepasster Aushärtezyklen (siehe R_1 - R_3 sowie A_1 - A_3 in Tabelle 12). Im Falle des Co-Bondings wurden Zyklen R_R beziehungsweise A_R zur vollständigen Aushärtung in Zyklus I eingesetzt. Beim Co-Curing entfällt der erste Zyklus, hier wurde die ganze Platte in einem Schritt aus zwei unausgehärteten Hälften hergestellt.

Zur Sicherung reproduzierbarer Oberflächeneigenschaften wurde auf den Oberflächen von Stack A ein Abreißgewebe eingesetzt, das kurz vor dem Auflegen des zweiten Stacks (Stack B) entfernt wurde. Bei den Autoklav-Laminaten wurde das Polyamid-Abreißgewebe PA-83 verwendet, bei den RTM-Laminaten das Polyester-

Abreißgewebe PE-85. Für weitere Informationen zu den Abreißgeweben siehe Abschnitt 4.5.1. Nach der Entfernung wurde der unausgehärtete Stack B auf den Stack A gelegt und die Verbindung wurde durch Aushärtung in den Referenzzyklen R_R beziehungsweise A_R im Zyklus II hergestellt. Die beiden Zyklen für das modifizierte Co-Curing sind beispielhaft in Abbildung 8 eingezeichnet. Zur Sicherstellung der Entformbarkeit wurde die Formoberfläche mit dem Trennmittel Freekote 770 NC behandelt.

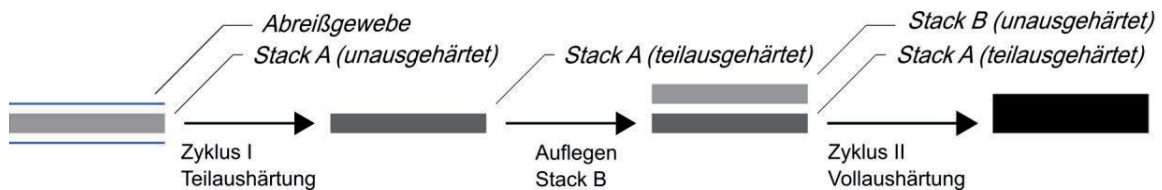


Abbildung 33: Schema der Plattenherstellung für modifiziertes Co-Curing und Co-Bonding

Zur eindeutigen Benennung soll im Folgenden in Anlehnung an das in [18] verwendete Benennungsschema eine Zahlenkombination verwendet werden, die die gemessenen Aushärtegrade der beiden zu verbindenden Partner Stack A und Stack B vor dem Co-Curing in Zyklus II beschreibt. Die Co-Curing-Konfiguration als Verbindung zweier unausgehärteter Stacks wird daher als 0/0 bezeichnet, die Co-Bonding-Konfiguration mit einem voll ausgehärteten Stack und einem unausgehärteten Stack als 0,99/0 (im Falle des RTM-Prozesses) beziehungsweise als 0,93/0 (im Falle des Autoklav-Prozesses) und die Konfigurationen des modifizierten Co-Curings beispielsweise als 0,63/0. Hiermit ist eine eindeutige Kennzeichnung der Konfiguration möglich.

Tabelle 12: Aushärtezyklen der Testplatten

	Zyklus	Haltetemperatur in °C	Haltedauer in min	Einsatzbereich
RTM	R ₁	140	90	Zyklus I (mod. Co-Curing)
	R ₂	140	120	Zyklus I (mod. Co-Curing)
	R ₃	140	180	Zyklus I (mod. Co-Curing)
	R _R	180	120	Zyklus II (alle) Zyklus I (Co-Bonding)
Autoklav	A ₁	140	150	Zyklus I (mod. Co-Curing)
	A ₂	140	240	Zyklus I (mod. Co-Curing)
	A ₃	140	330	Zyklus I (mod. Co-Curing)
	A _R	180	180	Zyklus II (alle) Zyklus I (Co-Bonding)

4.1.1 Prozessschritte im Autoklavprozess

Die Probekörper aus Prepreg wurden im Autoklavprozess verarbeitet. Es wurde eine dünne Form aus Stahl verwendet, um die Wärmekapazität gering zu halten und thermische Eigenspannungen zu verringern. Die Schritte zur Herstellung einer Platte zur Entnahme von Probekörpern sind nachfolgend aufgeführt:

Herstellung der teilausgehärteten Platte:

- Reinigung der Form und Trennmittelauftrag
- Auftauen der Prepregzuschnitte und Laminieren des Stacks A inklusive Abreißgewebe
- Auflegen des Stacks auf die Form, Anfertigen des Vakuumsacks
- Aushärten des Laminats im Zyklus A₁, A₂, A₃ oder A_R, danach schnelle Abkühlung durch Abblasen des Autoklavs

Herstellung der Verbundplatte:

- Auftauen des teilausgehärteten Laminats und der Prepregzuschnitte und Laminieren des Stacks B
- Reinigung der Form und Trennmittelauftrag
- Entfernung des Abreißgewebes der teilausgehärteten Platte
- Auflegen des teilausgehärteten Laminats auf die Form, ggf. Positionierung der

Trennfolie und Auflegen des Stacks B

- Anfertigen des Vakuumsacks
- Aushärten des Laminats mit dem Referenzzyklus A_R

Zur Vermeidung von Unterschieden in den Oberflächeneigenschaften wurde die Form vor jedem Zyklus gereinigt und das Trennmittel aufgetragen. Die Entfernung des Abreißgewebes erfolgte in Richtung der Fasern auf der Plattenoberfläche. Die teilausgehärteten Lamine wurden bis zur Herstellung der vollständigen Platte temperiert bei -17 °C gelagert, um das Fortschreiten der Aushärtungsreaktion zu verlangsamen.

4.1.2 Prozessschritte im Resin Transfer Molding

Die Platten zur mechanischen Charakterisierung der Anbindung im RTM-Verfahren wurden unter Einsatz eines hierfür gefertigten Werkzeugs hergestellt, wie in Abbildung 36 gezeigt. Die Kavitätsleisten wurden zur Einstellung der Kavitätshöhe genutzt, um bei teilausgehärteten sowie Verbundplatten einen vergleichbaren Faservolumengehalt zu erreichen. Aufgrund von Problemen mit Imprägnierung und Verschiebung von reinem UD-Material wurde biaxiales CF-Gelege eingesetzt. Die Stapelfolge wurde so definiert, dass in der Verbindungszone die Faserrichtung parallel zur Längsachse der DCB-Probekörper ist. Um die definierten Temperaturzyklen möglichst genau einzuhalten wurde das Aufheiz- und Abkühlverhalten des Werkzeugs gemessen und bei der Definition der Ofentemperaturen berücksichtigt. Die Temperaturmessung während des Injektionsprozesses erfolgte in der Ofenluft und im Werkzeug nahe des Angusses.

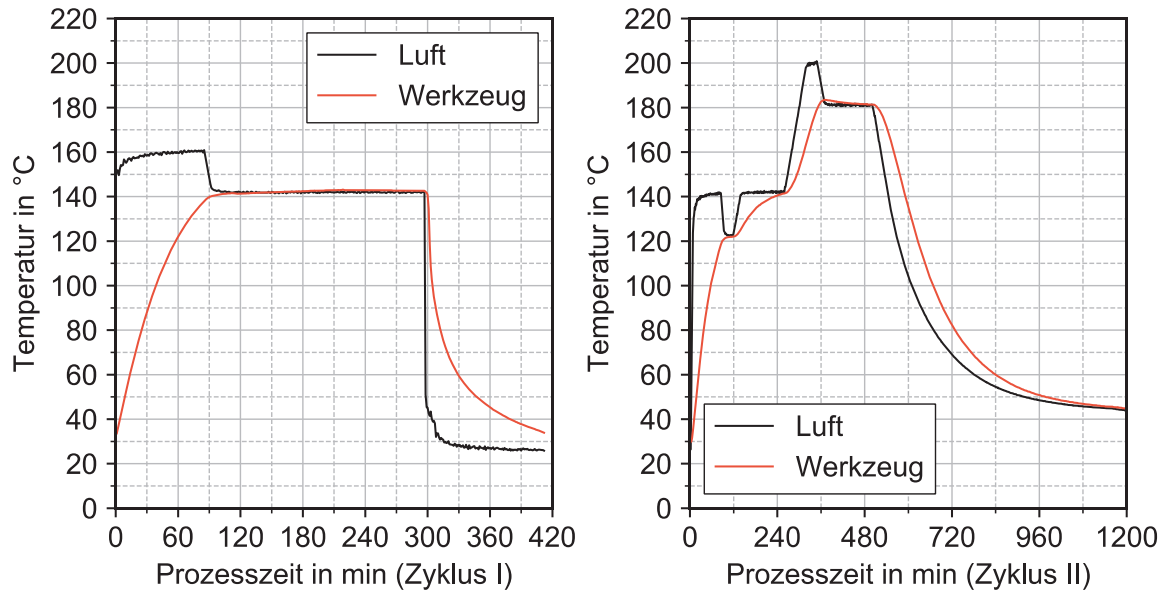


Abbildung 34: Gemessene Temperaturprofile der Zyklen zur Teilaushärtung (I) des Stacks A und zur Vollaushärtung (II) des Verbunds aus Stack A und Stack B

Vor der Injektion muss das Harz erwärmt werden, um eine für die Verarbeitung geeignete Viskosität zu erreichen. Um eine hohe Reproduzierbarkeit zu erreichen, wurde diese Erhitzung bei 80 °C durchgeführt. Diese Temperatur wird vom Hersteller Hexcel empfohlen und es wurde in Untersuchungen gezeigt, dass bei einer isothermen Haltedauer von bis zu 10 h keine Reaktion des Harzes stattfindet [97], so dass die Zeitdauer zwischen Aufheizung des Harzes und Injektionsbeginn den Aushärtegrad der Lamine nicht beeinflusst.

Die Injektion wurde gestartet, sobald das Werkzeug die Zieltemperatur erreichte. Der Injektionsdruck wurde in vier Stufen gesteigert (siehe Abbildung 35) bis zum Injektionsdruck von 4 bar. Da das Werkzeug nach etwa 3 min vollständig gefüllt war, wurde nach einer einheitlichen Injektionsdauer von 5 min der Vakuumschluss geschlossen und die Haltezeit gestartet. Nach Ende der Haltedauer wurde das Werkzeug aus dem Ofen entnommen und mit Hilfe erzwungener Konvektion beschleunigt auf Raumtemperatur abgekühlt.

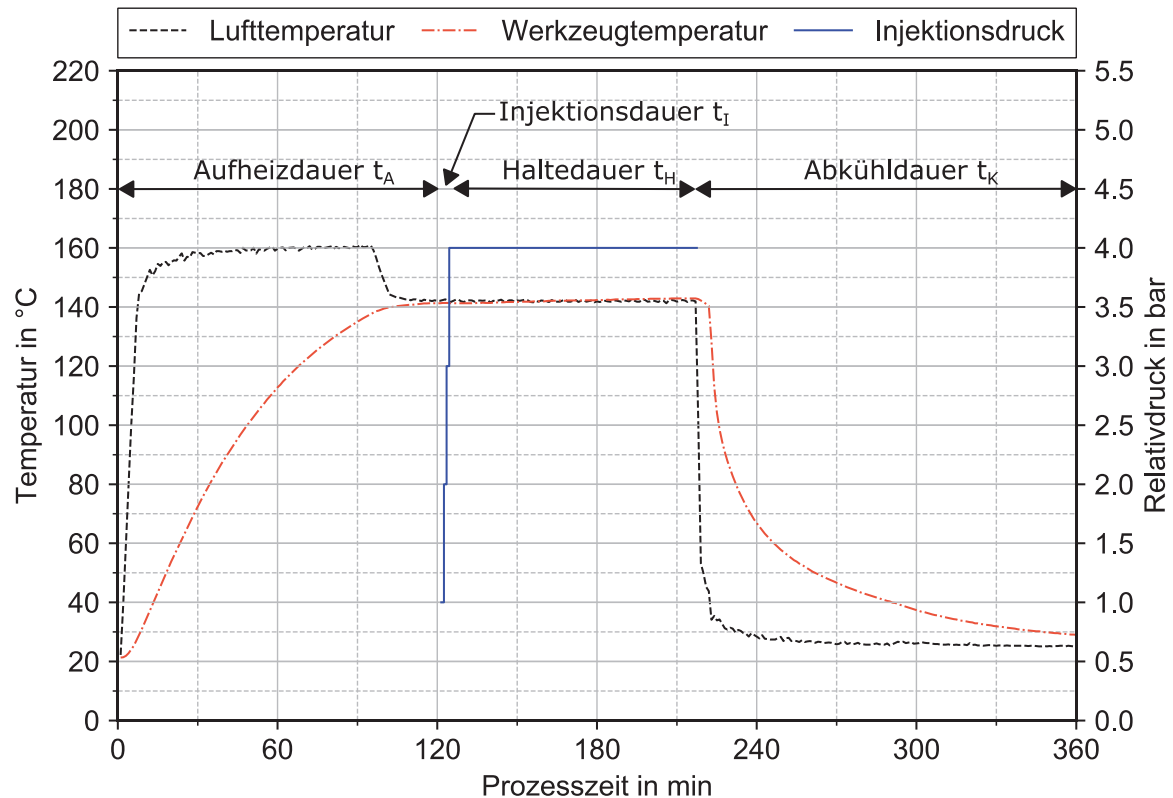


Abbildung 35: Temperatur- und Injektionsdruckverlauf bei Zyklus R₁

Die teilausgehärteten Lamine wurden gekühlt gelagert. An der Platte mit der längsten Lagerdauer wurde der T_g am Anfang und Ende der Lagerung gemessen, um einen möglichen Unterschied im Aushärtegrad zu ermitteln. Die Messungen ergaben eine Erhöhung des T_g um 1 °C nach einer Lagerdauer von 144 h bei der Platte mit einem Aushärtegrad von 0,9.

Nach dem einseitigen Entfernen des Abreißgewebes zeigten die teilausgehärteten Platten teilweise eine Wölbung im Bereich von etwa 4 mm bei einer Kantenlänge von 400 mm. Die Platte wurde zur Vorbereitung für den zweiten Aushärtezyklus in eine ebene Form gelegt und in dieser Form fixiert im Co-Curing-Zyklus prozessiert. Aufgrund der auf etwa 5 min verlängerten Dauer bis zur Füllung des Werkzeugs wurde die Injektionsdauer bei den Verbundplatten auf 10 min erhöht. Bei der Aufheizung zur 180 °C -Haltestufe des Zyklus zur Vollaushärtung wird der T_g aller teilausgehärteten Platten überschritten. An diesem Punkt wechselt die Platte vom glasartigen in den gummielastischen Zustand und die Steifigkeit des Harzes fällt deutlich ab. Da das Laminat in der verformten Geometrie mit dem zweiten Stack verbunden wird, wird der mechanische Spannungszustand eingefroren. Nach dem erneuten Abkühlen in den glasartigen Zustand können Eigenspannungen resultieren.

Dieses Phänomen wird von *Schmidt* untersucht [111].

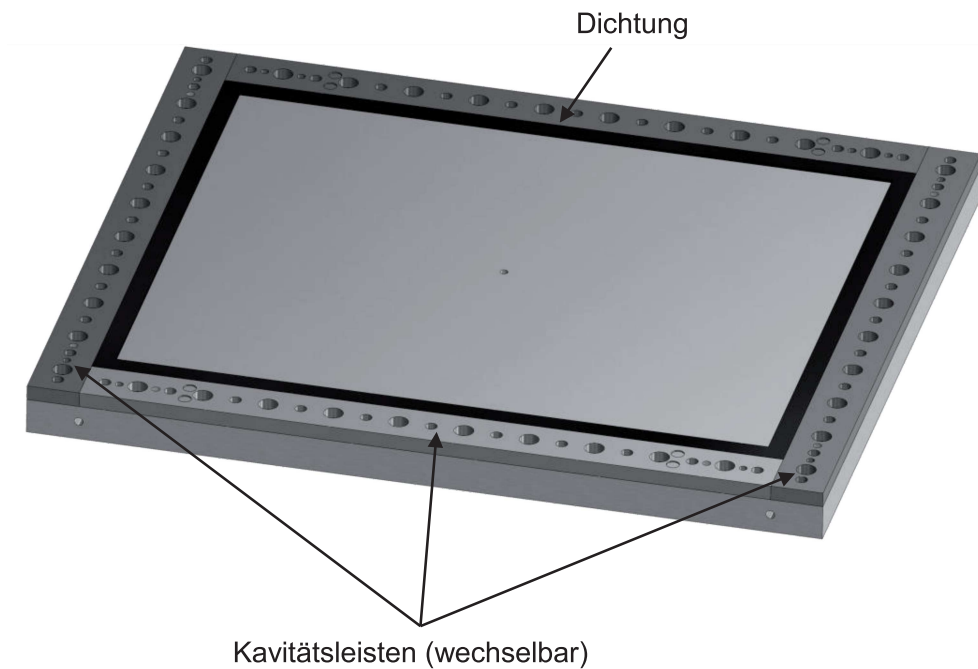


Abbildung 36: RTM-Werkzeug zur Plattenherstellung

Die Herstellungsschritte zur Herstellung einer Verbundplatte sind wie folgt:

Herstellung der teilausgehärteten Platte:

- Reinigung und Vorbereiten des Werkzeugs, Trennmittelauftrag
- Stapeln des Abreißgewebes und des CF-Geleges (Stapelfolge $[90/0]_4$)
- Einlegen des Stapels ins Werkzeug
- Schließen des Werkzeugs und Vorheizen auf 140 °C
- Injektion bei 140 °C, Aushärtung im Zyklus R_1 , R_2 , R_3 oder R_R und anschließend schnelle Abkühlung

Herstellung der Verbundplatte:

- Reinigung und Vorbereiten des Werkzeugs (Tausch der Kavitätsleisten und Dichtung), Trennmittelauftrag
- Auftauen des Laminats, Entfernen des Abreißgewebes einseitig
- Stapeln des CF-Geleges (Stapelfolge $[0/90]_4$) inkl. Abreißgewebe einseitig
- Einlegen des teilausgehärteten Laminats ins Werkzeug
- Positionierung der Trennfolie
- Auflegen des gestapelten Geleges auf das teilausgehärtete Laminat
- Schließen des Werkzeugs und Vorheizen auf 120 °C

- Injektion bei 120 °C und Aushärtung im Referenzzyklus R_R

Die Aushärtegrade der Lamine im modifizierten Co-Curing wurden durch Messung des T_g überprüft und sind in Tabelle 13 aufgelistet. Im Unterschied zu den Reinharzplatten wurden ein anderes Werkzeug mit entsprechender thermischer Trägheit und angepasste Aushärtezyklen eingesetzt, dementsprechend weichen die Aushärtegrade von denen der Reinharzplatten ab.

4.2 Untersuchung der Lamine

Um sicherzustellen, dass die experimentell ermittelten Kennwerte nicht durch Unterschiede in Porengehalt, Lage und Volumengehalt der Faserverstärkung beeinflusst werden, wurden die hergestellten Lamine anhand von Schliffbildern auf Porenfreiheit und Orientierung der Faserverstärkung kontrolliert, sowie in Dichtemessungen auf den erreichten Faservolumengehalt. Die Positionierung des Inserts, das für die DCB-Prüfungen erforderlich ist (siehe Abschnitt 4.3.1), sowie die Abwesenheit von größeren Fehlstellen und Delaminationen wurde in Ultraschalluntersuchungen überprüft. Aus Platzgründen werden im Folgenden die Schliffbilder und die Ergebnisse der Dichtemessungen exemplarisch anhand der per RTM hergestellten Lamine dargestellt. Die beschriebenen Beobachtungen sind auch für die im Autoklav hergestellten Lamine gültig, soweit nichts anderes angemerkt ist.

4.2.1 Laminatqualität

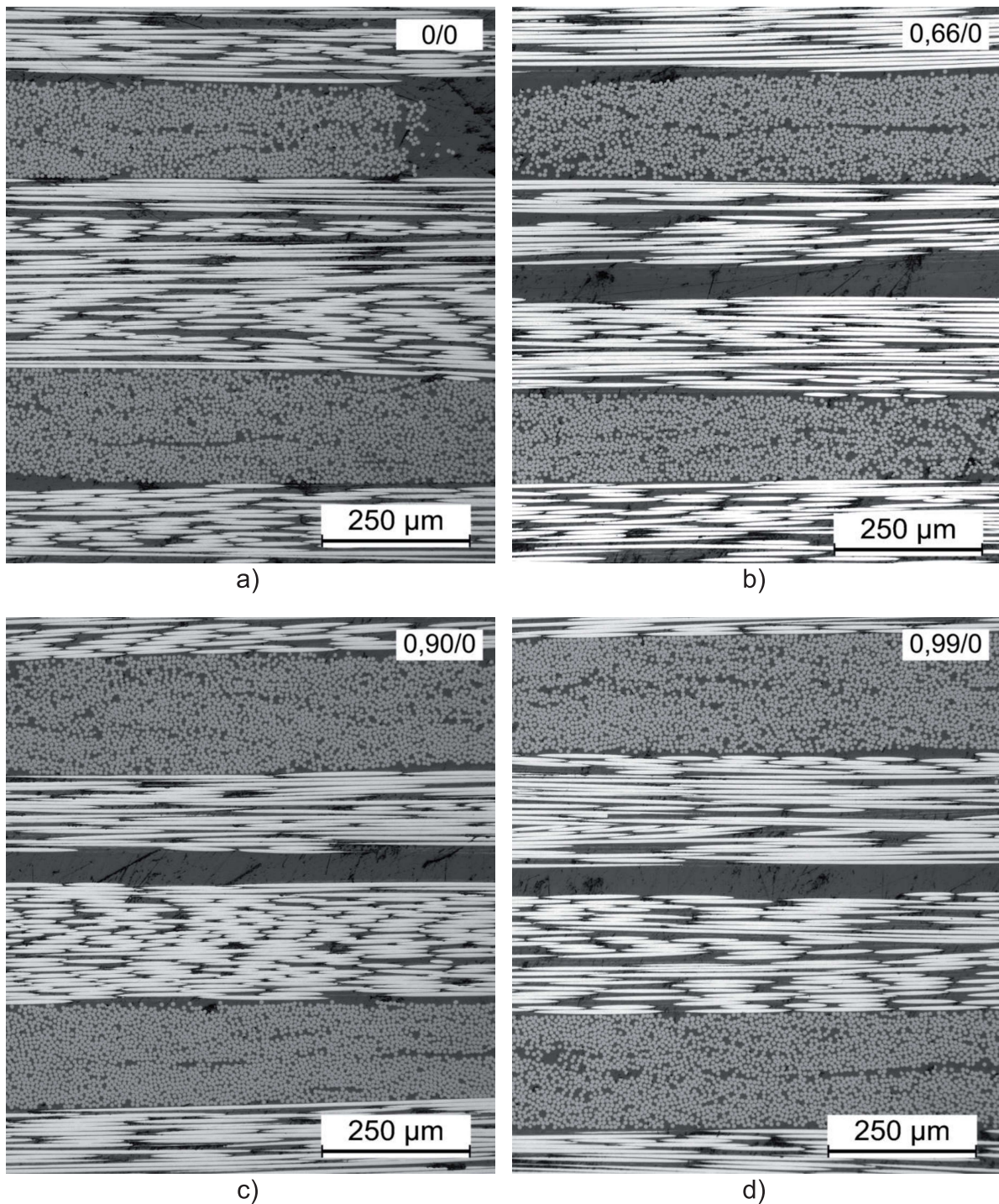


Abbildung 37: Schliffbilder der Verbindungszone der RTM hergestellten Lamine: a) Co-Curing – b) mod. Co-Curing mit Aushärtegrad 0,66 – c) mod. Co-Curing mit Aushärtegrad 0,9 – d) Co-Bonding

Abbildung 37 zeigt Schliffbilder des Mittenbereichs der im RTM-Verfahren hergestellten Lamine. Die Bilder sind angeordnet in Reihenfolge steigenden Teilaushärtegrads. Im Unterschied zu den restlichen Laminaten ist das im Co-Curing

hergestellte Laminat über die gesamte Dicke homogen. Bei den im modifizierten Co-Curing und im Co-Bonding hergestellten Laminaten bildet sich in der Verbindungszone der beiden Stacks eine harzreiche Zwischenzone aus. Diese kann zurückgeführt werden auf die Ablösung des Abreißgewebes vor der gemeinsamen Aushärtung. Im ersten Aushärtezyklus infiltriert das Harz das Abreißgewebe. Bei der Ablösung des Abreißgewebes bleibt eine Harzschicht auf der Laminatoberfläche zurück, wie in Abschnitt 4.7.2 beschrieben. Diese Schicht bildet im zweiten Infusionsschritt dann die Verbindungsschicht zur hinzugekommenen Laminathälfte und bleibt als Zwischenzone mit etwa der halben Dicke einer Lage erhalten (siehe Dickenmessungen in Tabelle 13). Innerhalb der Schicht ist optisch keine Grenze erkennbar. Poren oder sonstige Hinweise auf Fehlstellen wurden in den Schliffbildern nicht beobachtet. Der in Abbildung 37 bei Konfiguration 0/0 im rechten Bildteil sichtbare faserarme Bereich ist vermutlich auf die Umlenkung der Fasern durch den Fixierungsfaden des Geleges zurückzuführen.

Tabelle 13: Dicken der Zwischenzone

Konfiguration	0,66/0	0,84/0	0,90/0	0,99/0
Aushärtegrad vor Co-Curing	0,66	0,84	0,9	0,99
Dicke der Zwischenzone in mm	0,046	0,067	0,057	0,054

4.2.2 Dichte und Faservolumengehalt

An Ausschnitten aus den hergestellten RTM-Laminaten wurde durch Dichtemessungen der Faservolumengehalt von der einstufig und der zweistufig hergestellten Hälfte des Laminat gemessen. Die in Tabelle 14 zusammengefassten Ergebnisse zeigen eine Schwankung des Faservolumengehalts zwischen 46 % und 52 %, und, mit Ausnahme einer Platte, einen höheren Faservolumengehalt der einstufig hergestellten Hälfte. Eine Verursachung dieses Unterschieds durch den Aushärtezyklus ist unwahrscheinlich, da er bei der im Co-Bonding hergestellten Platte auch vorliegt. Möglicherweise sind Unterschiede in der Kompaktierung begründet durch das zusätzliche Einlegen des teilausgehärteten Laminats mit einem im Vergleich zum Stahlwerkzeug unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizient.

Tabelle 14: Gemessene Dichten und errechnete Faservolumenanteile

	Aushärtung	Aushärtegrad vor Co-Curing	Dichte in g/cm ³	Faservolumenanteil in %
0/0	einstufig	0	1,4481±0,0004	50
	einstufig	0	1,4523±0,0001	51
0,66/0	einstufig	0,66	1,4438±0,0009	49
	zweistufig	0	1,4256±0,0006	47
0,84/0	einstufig	0,84	1,4471±0,0003	50
	zweistufig	0	1,4635±0,0005	52
0,90/0	einstufig	0,9	1,4591±0,0001	52
	zweistufig	0	1,4436±0,0002	49
0,99/0	einstufig	0,99	1,4433±0,0003	49
	zweistufig	0	1,4253±0,0005	46

4.3 Prüfverfahren auf Couponebene

Die experimentelle Charakterisierung der mechanischen Verbindungseigenschaften erfolgte auf Basis von Messungen der interlaminaren Schubfestigkeit, sowie Double Cantilever Beam (DCB)-Prüfungen der kritischen interlaminaren Energiefreisetzungsrate unter Mode I-Belastung.

4.3.1 Ermittlung der kritischen Energiefreisetzungsrate unter Mode I-Belastung

Die kritische Energiefreisetzungsrate unter Mode I-Belastung wurde an DCB-Probekörpern nach ASTM D5528 (im Fall der Prepreg-Messungen unterschiedlicher Aushärtegrade abweichend nach DIN EN 6033) gemessen. Die Probekörper (siehe Abbildung 73) mit einer Breite von 25 mm, einer Dicke von 3 mm und einer Länge von 150 mm (für Prüfungen nach ASTM D5528) respektive 250 mm (für Prüfungen nach DIN EN 6033) wurden mit einer Kreissäge mit Diamantsägeblatt aus den Platten entnommen, nachdem die Lage und Faltenfreiheit des Inserts zur Rissinitiierung durch Ultraschallprüfungen kontrolliert worden war. Die Prüfungen wurden bei einer Geschwindigkeit von 5 mm/min (ASTM D5528) beziehungsweise 10 mm/min (DIN EN 6033) durchgeführt.

Aus prozesstechnischen Gründen wurden bei den per RTM-Verfahren hergestellten

Platten bidirektionale Gelege verwendet (Gelegedaten siehe Abschnitt 3.1), daraus ergibt sich eine Abweichung von dem in der Norm vorgegebenen unidirektionalen Aufbau. Die Faserrichtung der Lagen in der Verbindungszone liegt parallel zur Rissfortschrittsrichtung, dadurch wurde eine Verzweigung des Risses in angrenzende Schichten verhindert. Der Einfluss eines Unterschieds in der Biegelinie im Vergleich zu unidirektionalen DCB-Probekörpern wurde vernachlässigt, da der Relativvergleich der Probekörper im Mittelpunkt der Untersuchung stand. Der Einfluss der Probekörpersteifigkeit wird durch die Korrekturfaktoren nach ASTM D5528, Anhang A1 [112] berücksichtigt.

Die Prüfungen wurden auf einem hydraulischen Prüfzylinder mit einer 1 kN-Kraftmessdose durchgeführt. Die Risslänge wurde durch eine Kamera mit einer Auflösung von 11 Megapixeln aufgezeichnet und nach der Auswertung mittels der Prüfzeit mit den Kraft-Weg-Daten korreliert.

Für die Auswertung nach DIN EN 6033 wurde die Fläche unter der Kraft-Weg-Kurve bis zu einem Rissfortschritt von 100 mm nach der Trapezregel numerisch integriert mit einer Weg-Auflösung von 1,5 μm .

Die Auswertung nach ASTM D5528 wurde nach der „Modified Beam Theory“ (MBT, siehe [112] Abschnitt 12.1.1) mit Hilfe eines Python-Scripts durchgeführt. Die Berechnung der virtuellen Risslänge Δ erfolgte durch least-squares-Regression der Nachgiebigkeit $C^{1/3}$ gegen a unter Berücksichtigung der Korrekturfaktoren für große Verformungen und für die Lasteinleitungselemente nach Formeln (A1.1) beziehungsweise (A1.2) in ASTM D5528. Zur Berechnung der kritischen interlaminaren Energiefreisetzungsrates wurde aus der R-Kurve (siehe Abbildung 38) der Mittelwert der G_{IC} -Werte für eine Risslänge $a > 55$ mm errechnet, da die Kurven in den ersten 5 mm des Risswachstums meist einen stark ansteigenden Verlauf aufweisen, bevor sich ein Plateau bildet.

Wie *Wetzel et al.* feststellen, kann bei Auftreten von instabilem Risswachstum die Auswertung nach MBT, wie in ASTM D5528 vorgesehen, zu inkorrekten Werten für die kritische Energiefreisetzungsrates führen [113]. Je nachdem, ob die Auswertung bei Rissinitiierung (auf die ein starker Kraftabfall folgt) oder bei Rissstopp erfolgt, ergibt sich ein signifikanter Unterschied in der ermittelten kritischen Energiefreisetzungsrates. Daher wurde bei instabilem Risswachstum für die Prüfserie die Flächenmethode angewandt wie oben beschrieben. Im Allgemeinen liefern

Flächenmethode und MBT innerhalb statistischer Grenzen konsistente Werte mit Unterschieden in der Standardabweichung [114, 115]. Bei den RTM-Laminaten wurde die Äquivalenz der Ergebnisse von Flächenmethode und der MBT (inklusive Steifigkeitskorrektur) anhand der Referenzkonfiguration bestätigt, bei der stabiles Risswachstum auftrat.

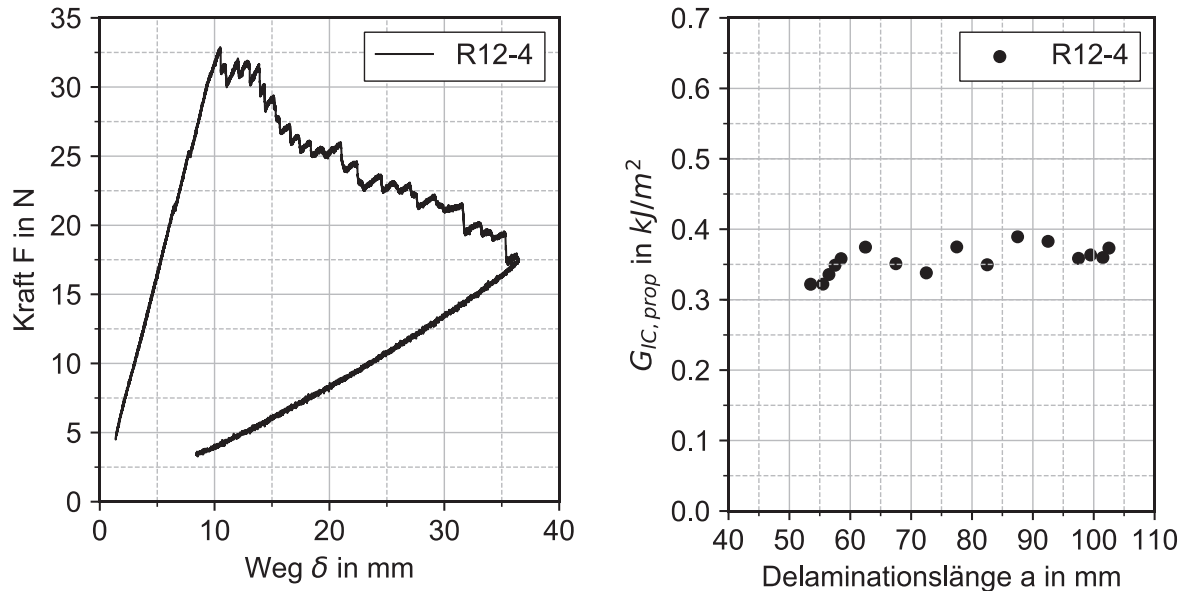


Abbildung 38: Kraft-Weg-Kurve und abgeleitete R-Kurve einer DCB-Prüfung

4.3.2 Ermittlung der interlaminaren Scherfestigkeit

Die scheinbare interlaminare Scherfestigkeit (engl. „interlaminar shear strength“, ILSS) wurde nach DIN EN ISO 14130 [116] durch Kurzbiegeprüfungen in einem Dreipunkt-Biege-Setup gemessen. Für die Prüfung der im Autoklav hergestellten Laminat wurden Probekörper mit der in Tabelle 15 angegebenen Geometrie bei einer Prüfgeschwindigkeit von 1 mm/min geprüft.

Tabelle 15: Probekörper- und Prüfvorrichtungsgometrie der Kurzbiegeprüfungen (siehe auch Abbildung 74)

Druckfinnen- radius in mm	Vorrichtung		Probekörper		
	Auflagerradius in mm	Stützweite in mm	Breite b in mm	Länge l in mm	Dicke h in mm
5	2	10	10	20	2

Für die im RTM-Verfahren hergestellten Laminat waren aufgrund des nicht unidirektionalen Lagenaufbaus keine Tests möglich, da die Zwischenfaserbrüche in

den 90°-Lagen bei geringerer Durchbiegung entstehen als das interlaminareschubbedingte Versagen. Durch die einhergehende Änderung der Probekörpersteifigkeit konnte nach dem intralaminaren Versagen nicht mehr das erwünschte, interlaminares Versagen in der Verbindungszone beobachtet werden.

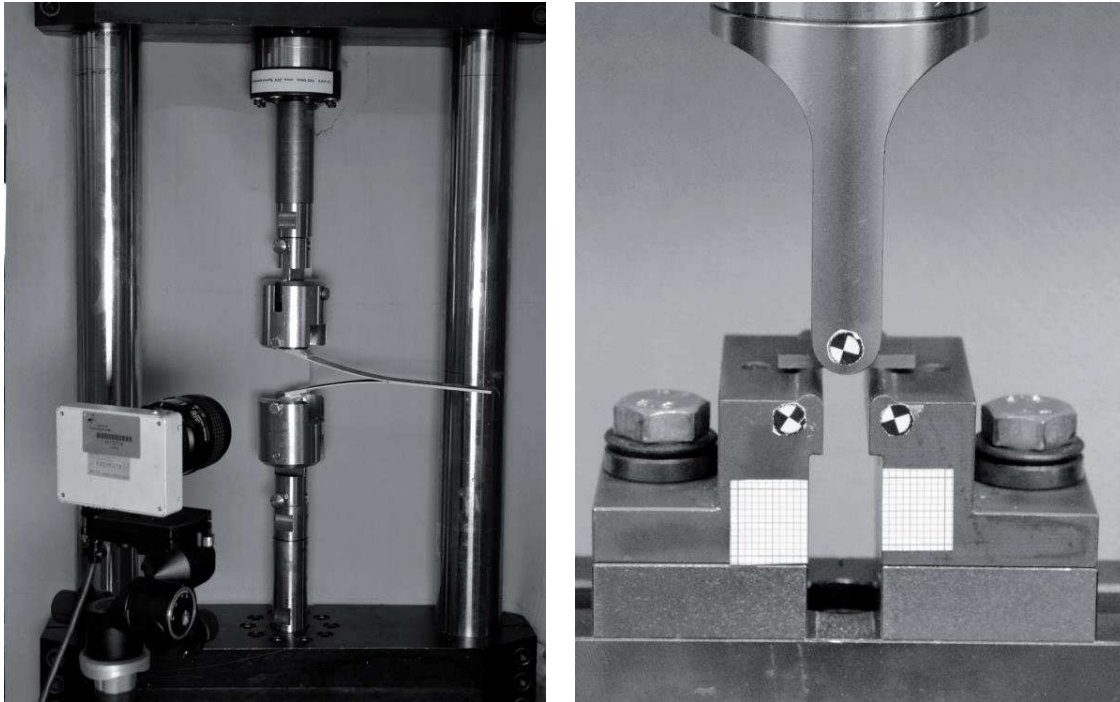


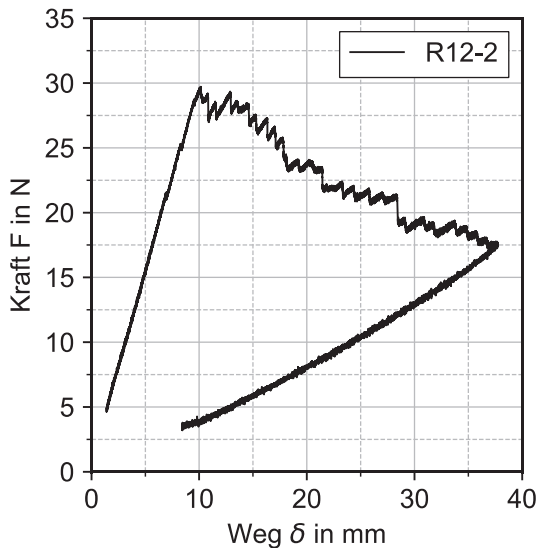
Abbildung 39: Prüfaufbau der DCB-Prüfungen (links) und ILSS-Prüfungen (rechts)

4.4 Einfluss des Aushärtegrads

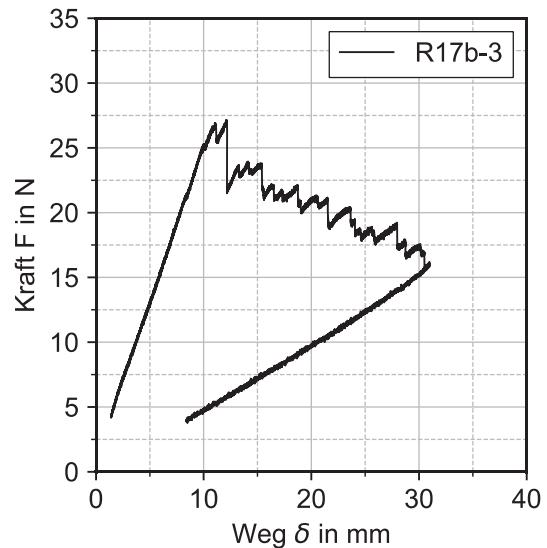
Beim Vergleich der Energiefreisetzungsraten ist zu beachten, dass die Probekörper, wie in Abschnitt 4.2.1 beschrieben, teilweise eine harzreiche Zwischenzone aufweisen, die zu einer geometrischen Abweichung zwischen den Probekörpern und zu einer Änderung der Biegesteifigkeit führt, da der Modul des Harzes wesentlich kleiner ist als der des Verbunds aus Faser und Matrix. Es wurde allerdings am Beispiel von Probekörpern mit einer Zwischenzone aus Klebstoff gezeigt, dass für DCB-Prüfungen mit der hier verwendeten Geometrie keine Korrektur der Berechnungsformel aufgrund der Zwischenzone notwendig ist [114, 117]. Daher wird der geometrische Unterschied im Folgenden vernachlässigt.

Beim Vergleich der Kraft-Weg-Kurven fällt die unterschiedliche Kurvenform auf. Eine Übersicht über die Kraft-Weg-Kurven der RTM-Laminat unterschiedlicher Konfigurationen ist in Abbildung 40 gegeben. Deutlich zu erkennen ist, dass die Form

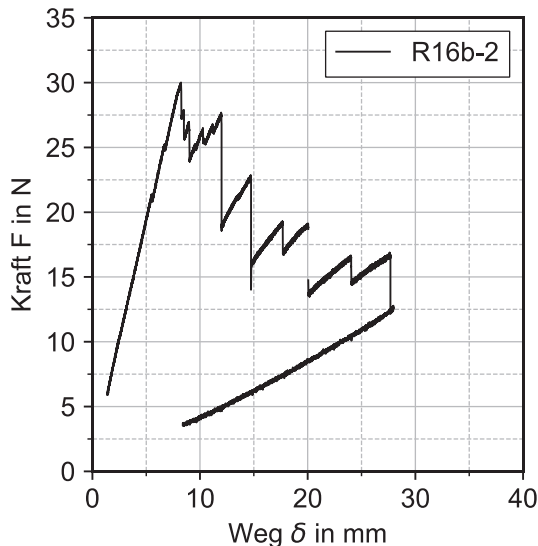
der Kurve in Abhängigkeit von der Probekörpergruppe einen sprunghaften Verlauf annimmt. Dieser ist ein Hinweis auf das instabile Risswachstum, das in den vorliegenden Prüfungen insbesondere an den Platten der Konfigurationen 0,84/0 und 0,90/0 beobachtet wurde. Dieser Wechsel könnte durch die Struktur des Laminats, den Wechsel im Aushärteprogramm oder die Struktur der Faserverstärkung begründet sein.



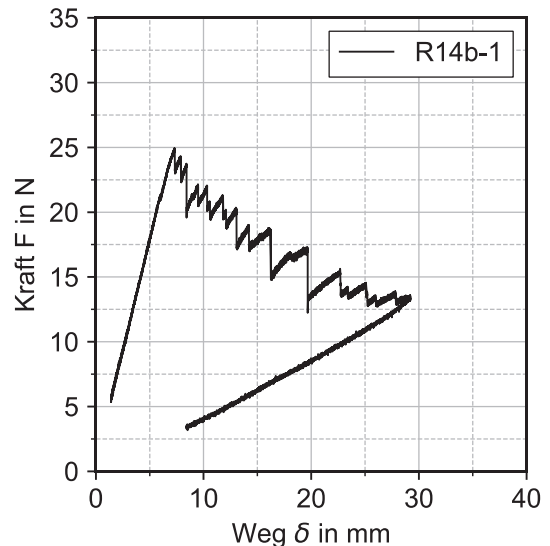
a) 0/0



b) 0,66/0



d) 0,9/0



c) 0,99/0

Abbildung 40: Kraft-Weg-Kurven der DCB-Prüfungen an Probekörpern verschiedener Konfigurationen

Bei der Struktur des Laminats könnte wiederum die harzreiche Zone einen Einfluss haben, da der Riss in dieser Zone fortschreitet. *Sela et al.* zeigen am Beispiel einer

orthotropen Platte, dass die Einbringung einer Zwischenlage den Spannungskonzentrationsfaktor unter Mode I-Belastung senkt [118] und weisen den Effekt durch Mode I und Mode II-Prüfungen nach [117]. Im Falle des modifizierten Co-Curings unterscheidet sich das Harz der Zwischenzone allerdings mechanisch nicht vom Harz des Laminats, insofern ist die Übertragbarkeit dieser Ergebnisse eingeschränkt. Zur Untersuchung des Einflusses der mechanischen Eigenschaften der Zwischenzone wurden von *Hojo et al.* Untersuchungen an CFK-Laminaten auf Epoxidharzbasis mit einer 50 µm dicken Zwischenschicht aus identischem Harz durchgeführt. Die Zwischenschicht führt unter Mode I-Belastung zu einer nur geringfügigen Erhöhung der kritischen Energiefreisetzungsrate, aber zu einem Wechsel von stabilem Risswachstum zu instabilem Risswachstum, während die kritische Energiefreisetzungsrate unter Mode II-Belastung um Faktor 3,4 erhöht wird [119]. Eine Erhöhung der interlaminaren Mode I-Energiefreisetzungsrate durch Einbringen einer Zwischenzone wird auch für andere Harzsysteme von *Singh et al.* und *Sacchetti et al.* beschrieben [120, 121].

Der Wechsel des Risswachstums von stabilem zu instabilem Wachstum kann alternativ auch aus der zweistufigen Aushärtung resultieren, wie von *Hunt et al.* am Beispiel des Interleaf-Prepregs HexPly M21 (Hexcel Corporation, Stamford) gezeigt [79]. Schließlich kann auch die Struktur der Faserverstärkung einen Wechsel zwischen stabilem und instabilem Risswachstum verursachen, wie *Kuwata und Hogg* demonstrieren. In DCB-Prüfungen konnten sie zeigen, dass bei Verwendung eines Epoxidharzes ein Wechsel von einer unidirektionalen Faserverstärkung auf ein Gewebe eine Änderung des Rissfortschritts von stabil zu instabil verursachte. Zusätzlich kann bei unidirektionaler Faserverstärkung das Einbringen einer Matte aus Kohlenstofffaser als interleaf einen Wechsel zu instabilem Risswachstum verursachen. [122]

Im vorliegenden Fall ist eine Verursachung des instabilen Risswachstums durch unterschiedliche Verstärkungsarchitekturen ausgeschlossen. In Abschnitt 4.4.3 wird erklärt, wie Unterschiede im Risswachstum die unterschiedlichen Kraft-Weg-Kurven verursachen und wie diese zustande kommen.

4.4.1 Autoklav-Lamine

Die Ergebnisse der DCB-Prüfungen und der Kurzbiegeprüfungen an den Autoklav-

Laminaten sind in Abbildung 41 dargestellt. Die Werte aller Konfigurationen sind auf die Ergebnisse der im Co-Curing hergestellten Referenzproben normiert. Die Standardabweichung der ermittelten kritischen Energiefreisetzungsrate G_{IC} für die Konfiguration 0,63/0 ist erhöht, wodurch die Aussagekraft dieses Ergebnisses eingeschränkt ist. Es zeigt sich allerdings, dass die zwei getesteten Konfigurationen des modifizierten Co-Curings im schlechteren Fall eine um 11 % geringere mittlere G_{IC} aufweisen als die grau dargestellte Referenz, während die mittlere G_{IC} der im Co-Bonding hergestellten Proben um 30 % geringer ist. Die scheinbaren interlaminaren Scherfestigkeiten, bei denen eine zusätzliche Konfiguration des modifizierten Co-Curings geprüft wurde, teilen diese Tendenz. Hier haben die im modifizierten Co-Curing hergestellten Proben im schlechtesten Fall eine um 5 % niedrigere mittlere Festigkeit als die Referenz, wogegen die der im Co-Bonding hergestellten Proben um 21 % geringer ist als der Referenzwert. Insgesamt zeigt sich in beiden Prüfungen eine Abnahme der Verbindungseigenschaften mit zunehmendem Teilaushärtegrad des Stacks A vor der gemeinsamen Aushärtung.

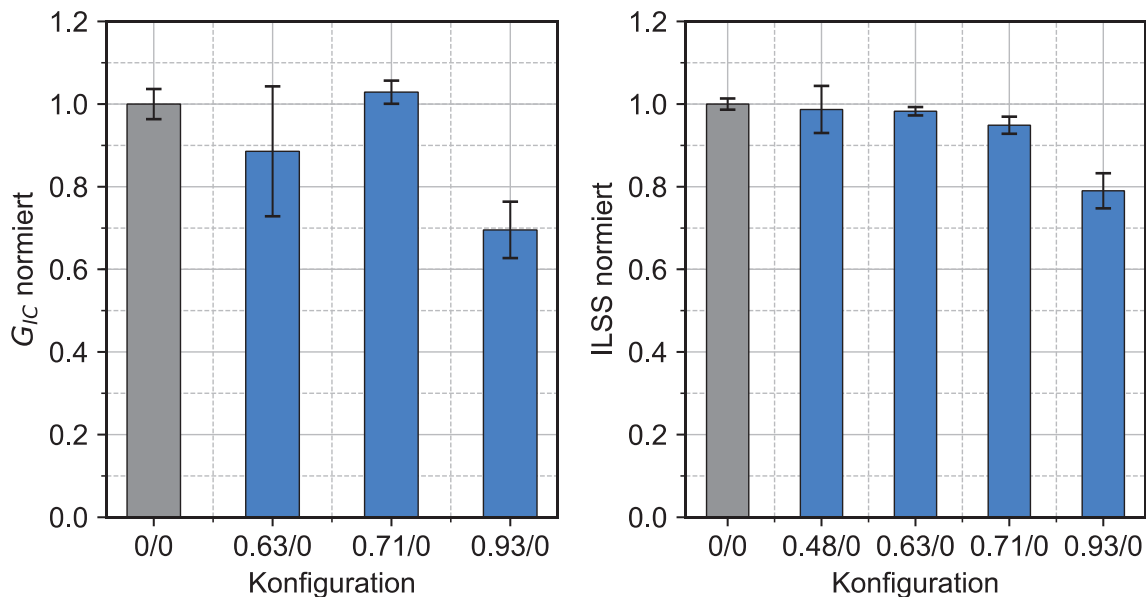


Abbildung 41: Kritische Energiefreisetzungsrate (links) und scheinbare interlaminare Scherfestigkeit (rechts) für verschiedene Konfigurationen des Co-Curing

4.4.2 RTM-Laminat

Wie zuvor erwähnt, war bei den RTM-Laminaten keine Bestimmung der scheinbaren interlaminaren Scherfestigkeit möglich. In Abbildung 42 sind daher nur die

Ergebnisse der DCB-Prüfungen nach ASTM D5528 abgebildet. Da bei einigen Proben das oben erörterte instabile Risswachstum auftrat, wurden die Messungen nach der Flächenmethode ausgewertet. Wie bei den im Autoklav hergestellten Proben zeigt sich eine Abnahme der kritischen Energiefreisetzungsrate G_{IC} mit zunehmender Aushärtung vor dem Co-Curing-Zyklus. Hier ist allerdings der Abfall der mittleren G_{IC} beim modifizierten Co-Curing im Vergleich zur Referenz mit mindestens 27 % deutlich erhöht. Die Ergebnisse der beiden Konfigurationen 0,84/0 und 0,90/0 liegen mit 31 % beziehungsweise 33 % Reduktion im Bereich des Co-Bonding mit 32 % Abnahme. Aufgetragen über dem Teilaushärtegrad von Stack A, wie in Abbildung 42 rechts dargestellt, zeigen die Ergebnisse eine monotone Abnahme der kritischen Energiefreisetzungsrate, mit Ausnahme der im Co-Bonding hergestellten Proben.

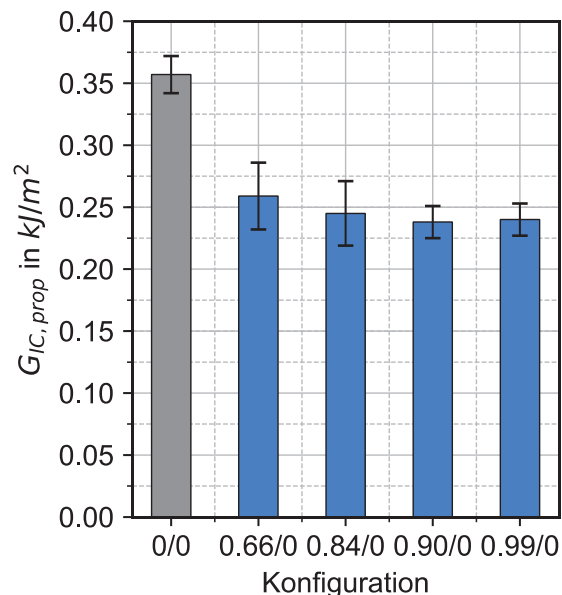


Abbildung 42: Kritische Energiefreisetzungsrate für verschiedene Konfigurationen des Co-Curing

Der – verglichen mit den Autoklavproben – größere Unterschied zwischen Co-Curing und den anderen Konfigurationen lässt sich teilweise mit dem Einsatz des Abreißgewebes erklären. Wie nachfolgend in Kapitel 4.5 nachgewiesen, verursacht das hier verwendete Abreißgewebe PE-85 schlechtere Verbindungseigenschaften als das bei den Autoklavlaminate verwendeten vom Typ PA-83.

4.4.3 Bruchflächenanalyse

Um die Unterschiede in gemessener Energiefreisetzungsrate und der Form der Kraft-Weg-Kurven zu analysieren, wurden Untersuchungen der Bruchflächen an geprüften DCB-Proben mit Hilfe eines Rasterelektronenmikroskops des Typs Supra 40 VP (Carl Zeiss Microscopy GmbH, Jena) durchgeführt. Betrachtet wurde der Anfangsbereich der Rissfläche (siehe Abbildung 43), wobei die Übertragbarkeit der Beobachtungen jeweils an verschiedenen Stellen der Bruchfläche bestätigt wurde. Neben den Kohlenstofffasern des Geleges sind die Fixierfäden des Geleges unter einem Winkel von 45° und die Kohlenstofffasern in Probekörperlängsrichtung zu erkennen, sowie in einigen Fällen Abdrücke oder Rückstände des Abreißgewebes.

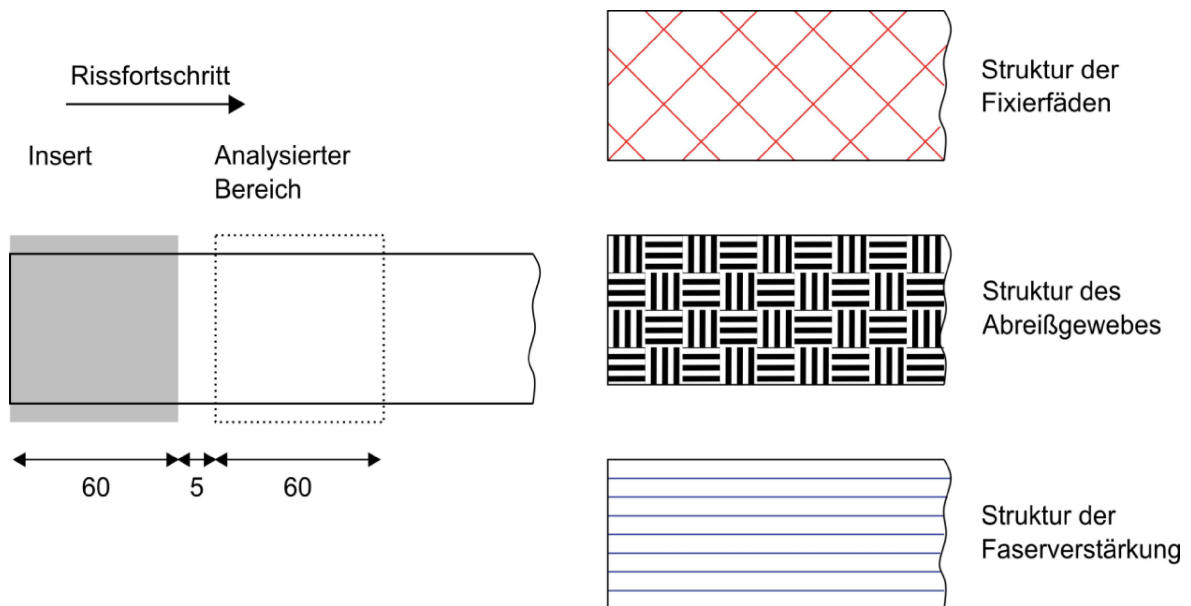
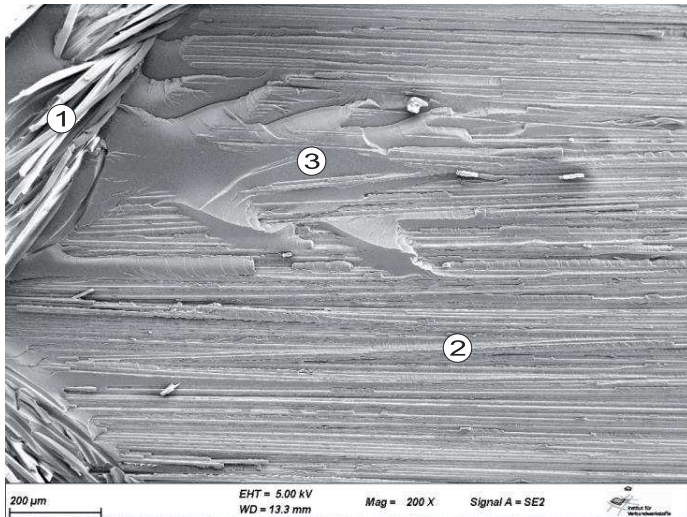
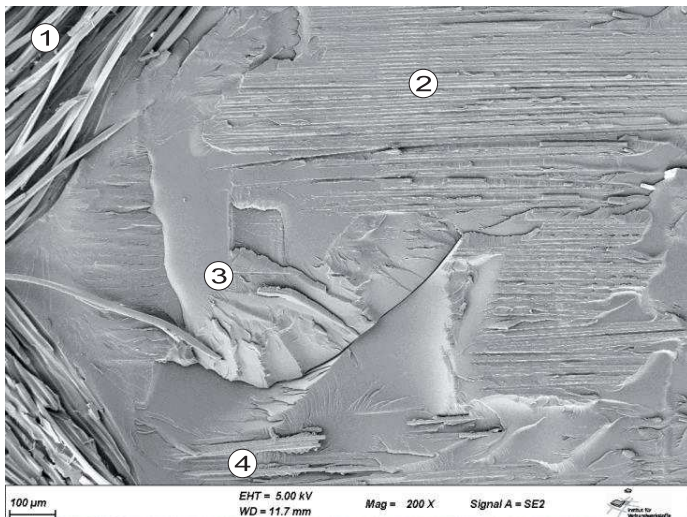


Abbildung 43: Analysierter Bereich der REM-Aufnahmen und überlagerte Strukturen in der Bruchfläche der RTM-Probekörper



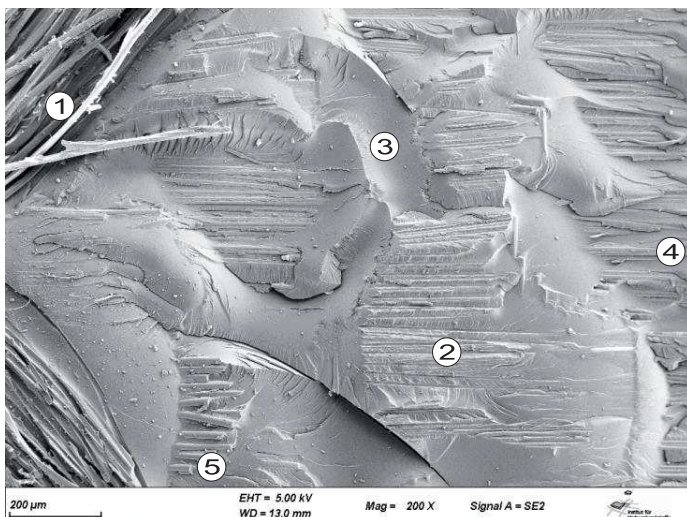
0/0

- 1 - Fixierfaden
- 2 - C-Faserbetten
- 3 - Kohäsives Versagen der Matrix



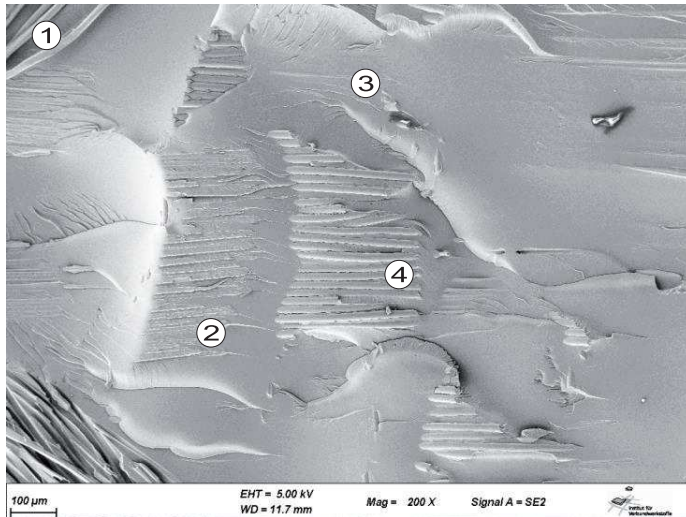
0,66/0

- 1 - Fixierfaden
- 2 - C-Faserbetten (Gegenseite)
- 3 - Kohäsives Versagen der Matrix
- 4 - C-Fasern



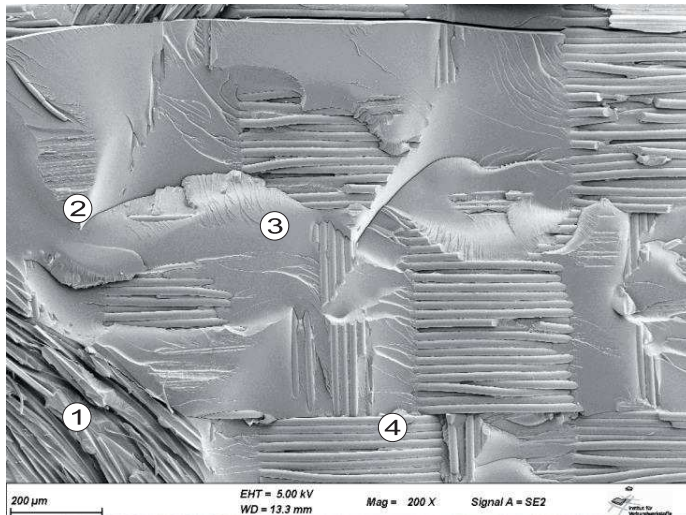
0,84/0

- 1 - Fixierfaden
- 2 - C-Faserbetten (Gegenseite)
- 3 - Kohäsives Versagen der Matrix
- 4 - C-Fasern
- 5 - Abreißgewebe-Rückstände



0,90/0

- 1 - Fixierfaden
- 2 - C-Faserbetten (Gegenseite)
- 3 - Kohäsives Versagen der Matrix
- 4 - Abreißgewebe-Rückstände



0,99/0

- 1 - Faserbetten des Fixierfadens
- 2 - C-Faserbetten (Gegenseite)
- 3 - Kohäsives Versagen der Matrix
- 4 - Abreißgewebe-Rückstände

Abbildung 44: REM-Aufnahmen der Bruchflächen der einstufig ausgehärteten Seite der RTM-Laminat

Die Aufnahmen zeigen jeweils die Bruchflächen der einstufigen Hälfte des Laminats, die im zweiten Schritt mit der teilausgehärteten Seite verbunden wurde. Die Bruchfläche der Konfiguration 0/0 zeigt, wie der Riss sich nach der Ablenkung durch den Fixierfaden hauptsächlich im Faser-Matrix-Interface fortsetzt. Bei den im modifizierten Co-Curing hergestellten Laminaten dagegen gibt es keine homogene Bruchfläche. Nach dem Bereich des Fixierfadens wechselt der Riss hier durch die Zwischenzone hindurch, was sich als kohäsives Versagen der Matrix zeigt. Je nach Grad der Teilaushärtung finden sich zudem Rückstände des Abreißgewebes in der Bruchfläche. Bei der Konfiguration 0,66/0 sind sowohl Faserbetten der Faserverstärkung der gegenüberliegenden (also der zweistufig ausgehärteten) Seite sichtbar, wie mit (2) markiert, als auch Verstärkungsfasern der einstufigen Seite, wie mit (4) gekennzeichnet. Der Riss wechselt also vom Faser-Matrix-Interface der

einstufigen Seite durch die Zwischenzone hindurch zum Faser-Matrix-Interface der zweistufigen Seite. Die glatte Bruchfläche in der Matrix deutet auf ein sprödes Versagen hin. Bei den Konfigurationen 0,84/0 und 0,90/0 sind zudem Rückstände des Abreißgewebes sichtbar, die glatte Bruchflächen mit geringen Matrixanhaftungen an den Faseroberflächen zeigen. Offensichtlich ergibt sich aufgrund der Vorbehandlung des Abreißgewebes eine (erwünschte) schlechtere Faser-Matrix-Haftung als bei den Kohlenstofffasern und damit auch eine geringere Bruchenergie, wenn der Riss entlang dieses Interfaces verläuft. Weiterhin wurden die Rückstände des Abreißgewebes auf der einstufig ausgehärteten Seite der Probekörper gefunden, folglich findet im Co-Curing-Zyklus eine Verbindung der Rückstände mit dem unausgehärteten Laminat statt, die fester ist als die mit dem teilausgehärteten Laminat. Die Bruchfläche der Konfiguration 0,99/0 verläuft zu großen Teilen in der Grenzfläche zu Rückständen des Abreißgewebes. Je höher der Teilaushärtegrad ist, desto mehr Rückstände des Abreißgewebes sind in der Bruchfläche zu finden. Die niedrige gemessene kritische Energiefreisetzungsrate kann also neben einer verringerten chemischen Vernetzung auch auf den störenden Einfluss der Abreißgewebe-Rückstände und die Beeinflussung der Oberflächeneigenschaften durch das Abreißgewebe zurückzuführen sein. Dies wird später in Abschnitt 4.5.1 weiter analysiert durch den Vergleich verschiedener Abreißgewebe. Die Form der Kraft-Weg-Kurven lässt sich ebenfalls mit den Bruchflächen erklären. Die im Vergleich glatteste Kraft-Weg-Kurve der im Co-Curing hergestellten Proben resultiert aus der homogenen Bruchfläche, die nur durch die Fixierfäden gestört wird. Die bei Konfiguration 0,90/0 und 0,99/0 beobachteten Sprünge in der Kraft-Weg-Kurve können dagegen durch den Rissfortschritt an den Abreißgewebe-Rückständen oder in der Matrix verursacht sein, die jeweils glattere Bruchflächen ergeben. Abbildung 45 visualisiert die Beobachtungen bezüglich des Rissverlaufs.

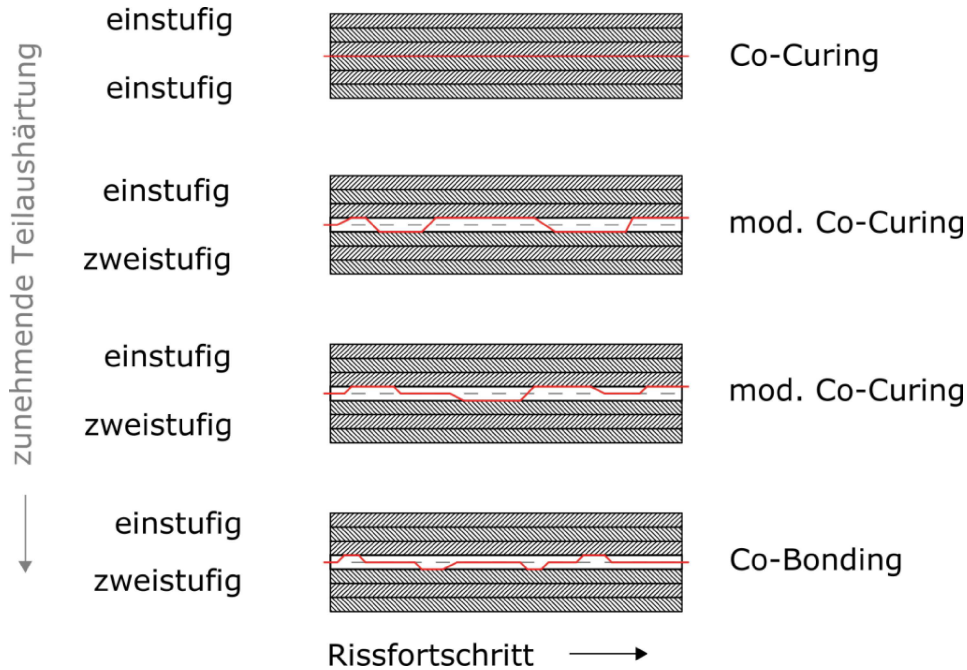


Abbildung 45: Bruchflächen in DCB-Prüfung

In den Bruchflächen der Autoklav-Proben lassen sich ebenfalls mit zunehmendem Teilaushärtegrad Rückstände des Abreißgewebes beobachten bis hin zur Konfiguration 0,93/0, bei der die Bruchfläche vorrangig Abreißgewebe-Rückstände zeigt. Ebenso findet hier der Übertrag der Rückstände auf den einstufig ausgehärteten Teil des Laminats statt. Im Unterschied zu dem spröden Verhalten des Injektionsharzes besitzt das modifizierte Harz des Prepregs allerdings ein duktileres Versagen und eine stärker strukturierte Bruchfläche. Vermutlich aufgrund der risshemmenden Wirkung der Modifikatoren wird ein Wechsel der Rissfläche durch die Zwischenzone hindurch nicht beobachtet.

4.5 Einfluss der Oberflächenvorbehandlung

Wie im vorherigen Kapitel erläutert, findet das Risswachstum bei Verbindungen von Laminaten höheren Teilaushärtegrades stellenweise an der vorherigen Oberfläche des teilausgehärteten Laminats statt. Daher werden im Folgenden die Eigenschaften dieser Oberfläche analysiert und modifiziert, um deren Relevanz für die Verbindungseigenschaften und einhergehende Verbesserungspotenziale zu evaluieren. Auf Basis der in Kapitel 2.3 umrissenen Überlegungen wurde auf Methoden und Erkenntnisse aus der Untersuchung von Klebeverbindungen von Laminaten zurückgegriffen.

4.5.1 Oberflächenvorbehandlung durch Abreißgewebe

Der Einsatz von Abreißgeweben als äußere Lage bei der Produktion von FKV-Teilen ist eines der am weitesten verbreiteten Verfahren zur Oberflächenvorbehandlung [123]. Abreißgewebe schützen das Laminat in weiteren Arbeitsschritten vor Verschmutzung und erzeugen eine homogen strukturierte Oberfläche definierter Rauheit [20, 123-125]. Beim Entfernen des Abreißgewebes bricht die Matrix, dadurch entsteht eine strukturierte Bruchfläche und es kann laut einer Modellvorstellung eine Oberflächenaktivierung durch das Aufbrechen von Bindungen verursacht werden [45, 124], wenngleich Hinweise darauf von *Holtmannspötter et al.* nur für eins von fünf untersuchten Abreißgeweben festgestellt wurde [126]. Bei vielen Abreißgeweben werden die Fasern mit Beschichtungen auf Fluor- oder Silikonbasis versehen, um die Ablösung zu erleichtern und eine Beschädigung des Laminats (etwa durch Ausbrüche der Verstärkungsfasern an der Laminatoberfläche) zu verhindern. Diese Beschichtung kann in vielen Fällen nach der Entfernung auf der Laminatoberfläche als Kontamination nachgewiesen werden [126-129] und die Benetzbarkeit verringern [130]. Am Beispiel von Klebeverbindungen mit epoxidbasierten Klebstoffen wurde festgestellt, dass diese Rückstände die Festigkeit der Verbindung signifikant verringern können [127, 131].

Auch das Material des Abreißgewebes hat einen Einfluss auf die Eigenschaften der Laminatoberfläche (siehe Abschnitt 4.7.1). Aufgrund dieser Beeinflussung der Eigenschaften der Laminatoberfläche durch das Abreißgewebe wird deren Benetzbarkeit durch Epoxidharze potentiell verringert [123, 128, 130, 132]. Es bleibt zu untersuchen, in wie weit die nachgewiesenen negativen Auswirkungen auf die Festigkeit von Klebeverbindungen auch auf das modifizierte Co-Curing übertragbar sind, das die Möglichkeit der Quervernetzung zwischen den Matrixmaterialien in größerem Maße bietet.

Um die Auswirkung unterschiedlicher Oberflächenzustände auf die Verbindung im modifizierten Co-Curing zu untersuchen wurden daher verschiedene Abreißgewebe eingesetzt, um Oberflächen zu erzeugen, die in reproduzierbarer Art kontaminiert und strukturiert sind [126]. Die in Tabelle 16 aufgeführten trockenen Abreißgewebe wurden im modifizierten Co-Curing in dem Autoklavprozess mit dem Aushärtezyklus A₁ (siehe Kapitel 4.1) verwendet. Als weitere Referenz wurde Teflon-Folie (PTFE) eingesetzt, um eine nicht strukturierte Oberfläche zu erhalten. Das Abreißgewebe

PA-60 ist nach Herstellerangabe mit einer silikonbasierten Beschichtung behandelt, die die Ablösung erleichtert. Das Abreißgewebe PE-85 ist laut Hersteller geeignet zur Oberflächenvorbereitung für Klebungen. *Flinn et al.* stellten für dieses Abreißgewebe bei Untersuchungen an Epoxidharz-Laminaten nichtsdestotrotz bei einem von zwei Harzsystemen einen Übertrag von Silikon auf die Laminatoberfläche fest [128].

Tabelle 16: Eingesetzte Abreißgewebe

Kürzel	Hersteller	Bezeichnung	Material	Flächengewicht in g/m ²	Faserdurchmesser in µm ⁴
PA-83	WELA ¹	T0470	Polyamid	83	35
PE-85	Precision Fabrics ²	60001	Polyester	84,8	23
PA-60	Tygavac ³	60 BR	Polyamid	60	27

¹ WELA Handelsgesellschaft mbH, Geesthacht

² Precision Fabrics Group Inc., Greenboro

³ Tygavac Advanced Material LTD, Chadderton

⁴ gemessen am Schlibbild

Es wurden Messungen der kritischen Energiefreisetzungsrate unter Mode I-Belastung durchgeführt, da aufgrund von deren erwiesener Sensitivität gegenüber dem Einfluss von Verschmutzungen bei Klebungen von CFK-Laminaten [113, 114, 131] von einer hohen Aussagekraft für die vorliegende Untersuchung ausgegangen werden konnte. Die DCB-Messungen nach ASTM D5528 zeigen, wie in Abbildung 46 dargestellt, einen starken Einfluss des Abreißgewebes auf die kritische Energiefreisetzungsrate. Die Ergebnisse sind jeweils normiert auf den Mittelwert des Laminats mit PA-83, welches die Referenz für den Autoklav-Prozess bildet. Bei Verwendung des Polyester-Abreißgewebes PE-85 sinkt die mittlere kritische Energiefreisetzungsrate um 25 %. Durch Applikation des Polyamid-Abreißgewebes PA-60, das laut Hersteller mit einem silikonbasierten Trennmittel behandelt ist, verringert sich die mittlere kritische Energiefreisetzungsrate um 12 %. Die niedrigste mittlere kritische Energiefreisetzungsrate mit einer Reduktion von 52 % ergibt sich bei Verwendung von Teflonfolie (PTFE), bei der es nicht zu einer Strukturierung der Oberfläche durch Entfernung des Abreißgewebes kommt. Die Eigenschaften der erzeugten Oberflächen werden in Kapitel 4.7 im Detail charakterisiert.

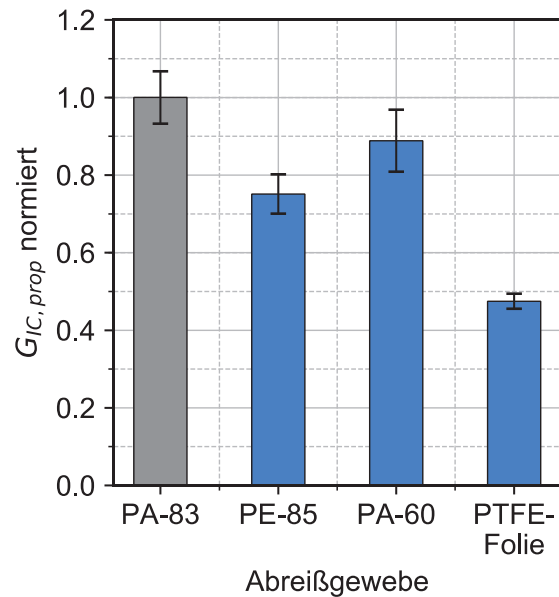


Abbildung 46: Kritische Energiefreisetzungsraten für verschiedene Abreißgewebe

Bei der Analyse der Bruchflächen zeigt sich, dass bei Verwendung des Abreißgewebes PA-83 die Bruchfläche überwiegend im Faser-Matrix-Interface verläuft, ebenso bei PA-60. In den Bruchflächen der Matrix zeigt sich eine starke Strukturierung und duktiles Verhalten. Beim Abreißgewebe PE-85 verläuft die Bruchfläche dagegen in der Zwischenzone und zeigt größere Flächen mit einem spröden Bruchgeschehen als bei den vorher genannten Proben. Bei der Verwendung der Teflonfolie verläuft der Riss ebenfalls innerhalb der Matrix und zeigt in großen Bereichen der Bruchfläche abgerundete, nicht gebrochene Bereiche, die nicht am Bruchgeschehen beteiligt sind. Die restliche Fläche zeigt eine höhere Duktilität als bei den Proben mit PE-85. In Aufnahmen der Laminatoberfläche nach Ablösen des Abreißgewebes in Abbildung 47 zeigen sich für das Polyester-Abreißgewebe fadenförmige Rückstände (im Bild markiert). Ähnliche Rückstände wurden für dieses Abreißgewebe auch an anderen Prepreg-Materialien beobachtet und auf ein duktiles Versagen der Abreißgewebe-Fäden zurückgeführt [128]. Für Klebeverbindungen zeigen diese Rückstände eine negative Auswirkung auf die Verbindungseigenschaften [124, 127] und bieten somit eine mögliche Erklärung der im Vergleich geringen kritischen Energiefreisetzungsraten.

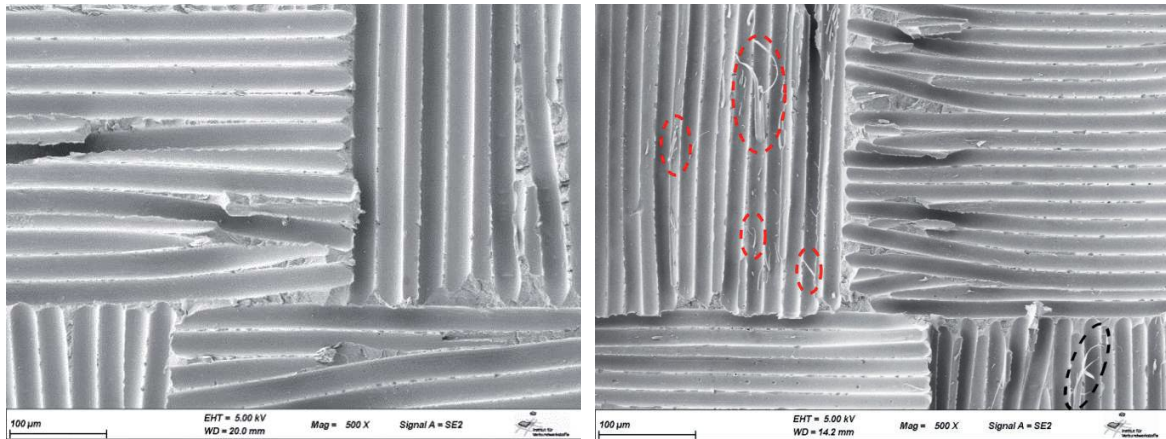


Abbildung 47: REM-Aufnahmen der Laminatoberfläche nach Entfernung des Abreißgewebes PA-83 (links) und PE-85 (rechts), Rückstände des Abreißgewebes im rechten Bild markiert

4.5.2 Mechanische Oberflächenvorbehandlung

Im Allgemeinen wird durch Oberflächenvorbehandlungsverfahren sowohl eine Reinigung, als auch ein Aufrauen und Aktivieren der Oberfläche angestrebt [20, 132]. Für die Aktivierung der Oberfläche mit geringer Änderung der mikroskopischen Topografie hat sich die Behandlung mit Atmosphärendruckplasma als sehr effektiv erwiesen [113, 133].

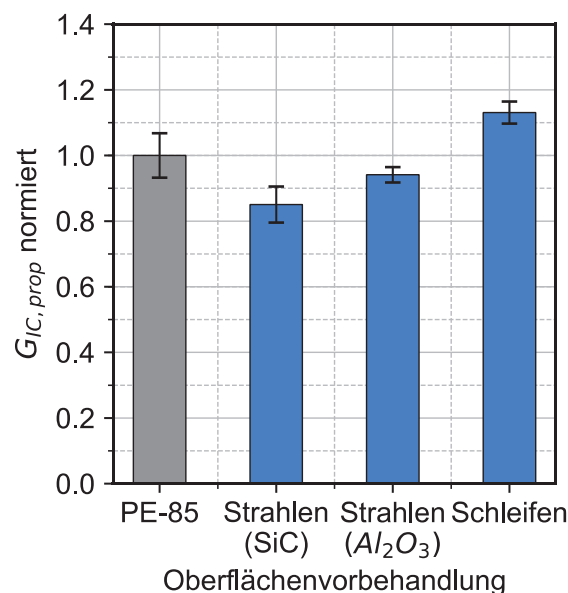
Aufgrund des zuvor festgestellten Einflusses des Oberflächenzustands wurde am Beispiel des Abreißgewebes PE-85 untersucht, ob die Verbindungseigenschaften durch Oberflächenvorbehandlung nach Entfernung des Abreißgewebes verbessert werden können. Da in Abschnitt 4.4.3 festgestellt wurde, dass bei Erhöhung des Teilaushärtegrads erhöhte Rückstände des Abreißgewebes in der Bruchfläche zurückbleiben, wurde der Aushärtezyklus A₂ (siehe Tabelle 8) gewählt, um solche Rückstände zu erzeugen. An identisch hergestellten Laminaten wurde untersucht, ob die Verbindungseigenschaften durch Abtrag der Abreißgeweberückstände erhöht werden können. Die mechanischen Verfahren Druckluftstrahlen und Schleifen wurden ausgewählt aufgrund ihrer Eignung zur Entfernung von oberflächlichen Kontaminationen [133, 134].

Tabelle 17: Prozessparameter beim Druckluftstrahlen

Strahlmittel	Korngröße in μm	Strahlwinkel	Abstand in mm
Al_2O_3	800-1200	90°	400
SiC	600-850	90°	400

Die Lamine wurden nach der Teilaushärtung auf der zu verbindenden Oberfläche behandelt und nachfolgend durch Abwischen mit Isopropylalkohol gereinigt. Anschließend wurden die restlichen Schritte des modifizierten Co-Curings ausgeführt, wie in Kapitel 4.1 beschrieben.

Die Prozessparameter der Vorbehandlungsverfahren waren in Vorversuchen so optimiert worden, dass ein gleichmäßiger Abtrag der obersten Harzschicht ohne Freilegung der Verstärkungsfasern erfolgte. Für das Druckluftstrahlen wurden die zwei Strahlmittel Aluminiumoxid (Al_2O_3) und Siliziumkarbid (SiC) verwendet mit den in Tabelle 17 angegebenen Prozessparametern. Die durch Schleifen behandelten Probekörper wurden manuell abgeschliffen mit SiC-Schleifpapier der Korngröße $25,8 \mu\text{m}$ (Körnung P600). Bei allen Laminaten wurde anhand von Schliffbildern kontrolliert, dass keine Fremdkörper ins Laminat eingebracht wurden.

**Abbildung 48: Kritische Energiefreisetzungsraten für unterschiedliche Oberflächen-vorbehandlungen**

Die Ergebnisse in Abbildung 48 zeigen, dass durch das Abschleifen der Oberfläche die kritische Energiefreisetzungsraten gegenüber der unbehandelten Konfiguration im

Mittel um 13 % gesteigert werden kann. Beim Druckluftstrahlen zeigt die Abnahme der kritischen Energiefreisetzungsrate dagegen Hinweise auf eine Schädigung der Oberfläche durch die Bestrahlung, wie sie auch in [130, 132] beschrieben wird.

Die Ursache für die Erhöhung könnte neben der Entfernung von Abreißgewebe-Rückständen und Kontaminationen allerdings auch eine Vergrößerung oder Aktivierung der Oberfläche sein.

4.6 Einfluss der Diffusionszeit

Um die Möglichkeit der Verbesserung der Verbindungseigenschaften durch Interdiffusion zu überprüfen, wurde der Aushärtezyklus A_1 beim modifizierten Co-Curing um eine isotherme Stufe bei 120 °C und 25 bar Autoklavdruck mit einer Länge von 60 min erweitert (entsprechend Zyklus O_R in Abbildung 23). Bei dieser Temperatur befindet sich das teilausgehärtete Laminat im gummielastischen Zustand, so dass eine erhöhte Mobilität der Moleküle gegeben ist. Die Haltestufe ermöglicht eine Diffusion, bevor die Aushärtereaktion durch weitere Temperaturerhöhung einsetzt. Alle restlichen Parameter entsprachen der Referenzkonfiguration, wie in Abschnitt 4.5.1 beschrieben.

Die Haltestufe führte zu einer geringen Erhöhung der kritischen Energiefreisetzungsrate G_{IC} um 3 % im Mittelwert. In Anbetracht der negativen Auswirkungen auf die Gesamtprozessdauer wurde dieser Ansatz daher nicht weiter verfolgt.

4.7 Charakterisierung der Oberflächeneigenschaften

Die Wechselwirkung zwischen Oberflächeneigenschaften und Eigenschaften von Klebverbindungen bei FKV-Teilen wird in vielen Veröffentlichungen untersucht, meist im Hinblick auf den Einsatz von Klebverbindungen zur Bauteilherstellung (Secondary bonding) oder für die Reparatur solcher Bauteile. Aufgrund der zuvor beschriebenen Ähnlichkeiten der Verbindungsmechanismen wird auch in der vorliegenden Arbeit eine Charakterisierung der Oberflächenenergie, der Oberflächentopografie und der chemischen Zusammensetzung an der Oberfläche unternommen, um die Anwendbarkeit dieser Kennwerte zur Erklärung und Prognose der Verbindungseigenschaften zu analysieren.

4.7.1 Oberflächenenergie

Eine Standardmethode zur Charakterisierung von Oberflächen ist die Bestimmung der freien Oberflächenenergie inklusive ihrer polaren Anteile (beispielsweise auf Dipol-Dipol-Wechselwirkungen, Wasserstoffbrückenbindungen und Säure-Base-Wechselwirkungen zurückzuführen [135, 136]) und dispersiven Anteile (verursacht durch van der Waals-Wechselwirkungen [44, 136]). Je größer die gesamte Oberflächenenergie ist, desto besser ist die Benetzbarkeit [126, 133]. Darüber hinaus wird bei Klebstoffen auf Epoxidharzbasis in einigen Arbeiten betont, dass eine Oberflächenvorbehandlung den polaren Anteil erhöhen sollte, da dies die Benetzung mit dem apolaren Epoxidharz verbessert [123, 127]. Zur Erzeugung eines solchen, polar geprägten Oberflächenenergiezustands eignen sich laut [123, 127] Abreißgewebe auf Polyamidbasis besser als solche aus Polyester. Insgesamt ist die Oberflächenenergie zwar gut geeignet zur Unterscheidung von Oberflächenvorbehandlungen, allerdings weniger gut zur Prognose von Verbindungseigenschaften bei Klebeverbindungen [113, 131], da die Benetzbarkeit nur eine notwendige und nicht hinreichende Voraussetzung der Adhäsion ist [45].

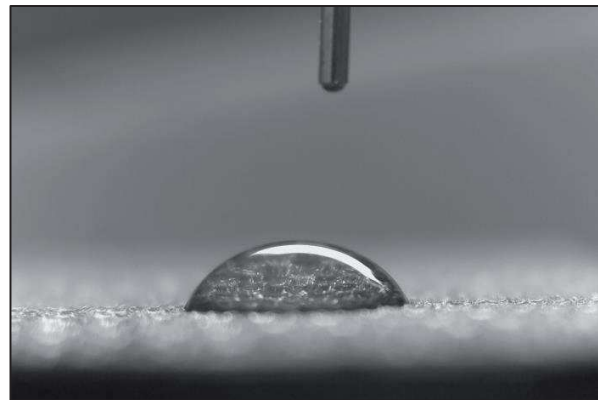
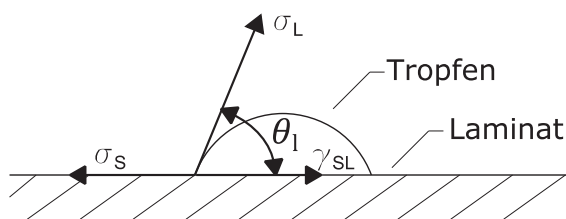


Abbildung 49: Bestimmung des linken Kontaktwinkels am Flüssigkeitstropfen nach [135] (links) und reales Bild (rechts)

Die Oberflächenspannung wurde durch Kontaktwinkelmessungen am liegenden Tropfen nach DIN EN 828 [135] bei Raumklima charakterisiert. Die Anwendbarkeit dieser Methode bei strukturierten Oberflächen von epoxidharzbasierten Laminaten mit unterschiedlichen Oberflächenvorbehandlungen wurde zuvor an verschiedener Stelle demonstriert [126, 131, 133, 137-138], wobei insbesondere bei Einsatz von Abreißgeweben einige Besonderheiten zu beachten sind [131, 139]. Die Messungen wurden mit Hilfe eines Goniometers durchgeführt. Für die Messungen wurde das

Abreißgewebe entfernt und direkt im Anschluss wurden von den drei Flüssigkeiten in Tabelle 18 jeweils zehn Tropfen auf das waagrecht ausgerichtete Laminat aufgebracht, wie in Abbildung 49 gezeigt. Mit einer parallel zum Laminat positionierten Kamera wurden zu festgelegten Zeitpunkten nach Absetzen des Tropfens Aufnahmen der Tropfenform erstellt. Anschließend wurden die Kontaktwinkel des Tropfens mittels des „Contact Angle“-Plugins der Software ImageJ berechnet. Die Berechnung der polaren und dispersiven Komponenten σ_S^p und σ_S^d der Oberflächenspannung des Laminats erfolgte entsprechend DIN EN 828 mit dem Owens-Wendt-Rabel-Kaelble-Modell nach (4.1) aus dem Mittelwert des linken und rechten Kontaktwinkels θ und den bekannten Oberflächenspannungen σ_L^p und σ_L^d der Testflüssigkeiten.

$$\frac{(1+\cos\theta)\sigma_L}{2\sqrt{\sigma_L^d}} = \sqrt{\sigma_S^p} \frac{\sqrt{\sigma_L^p}}{\sqrt{\sigma_L^d}} + \sqrt{\sigma_S^d} \quad (4.1)$$

Die Gleichung (4.1) wurde durch lineare Regression nach der Methode der kleinsten Quadrate zur Bestimmung der Geradensteigung gelöst. Zur Beurteilung der Güte der Approximation der polaren und dispersiven Komponente wird das Bestimmtheitsmaß R^2 der linearen Regression mit angegeben.

Tabelle 18: Messflüssigkeiten und Oberflächenspannung nach [135]

Flüssigkeit	Dispersive Oberflächenspannung σ_L^d in mN/m	Polare Oberflächenspannung σ_L^p in mN/m
Wasser	21.8	51.0
Glycerin	37	26.4
Diiodmethan	50.8	0

Bei Messungen von Kontaktwinkeln auf Polymeroberflächen mit Abreißgewebe ist zu beachten, dass Ausrichtung des Abreißgewebes und die Zeit zwischen Absetzen des Tropfens und Kontaktwinkelbestimmung das Ergebnis beeinflussen [139, 140] Daher wurde die Kameraachse parallel zu einer Hauptachse der Abdrücke des Abreißgewebes ausgerichtet und die Bestimmung des Kontaktwinkels erfolgte nach 90 Sekunden. Weiterhin können Unterschiede in der Oberflächenrauheit die Anwendbarkeit der Oberflächenenergieberechnung beeinträchtigen, wobei sie

trotzdem zur Orientierung genutzt werden kann [136].

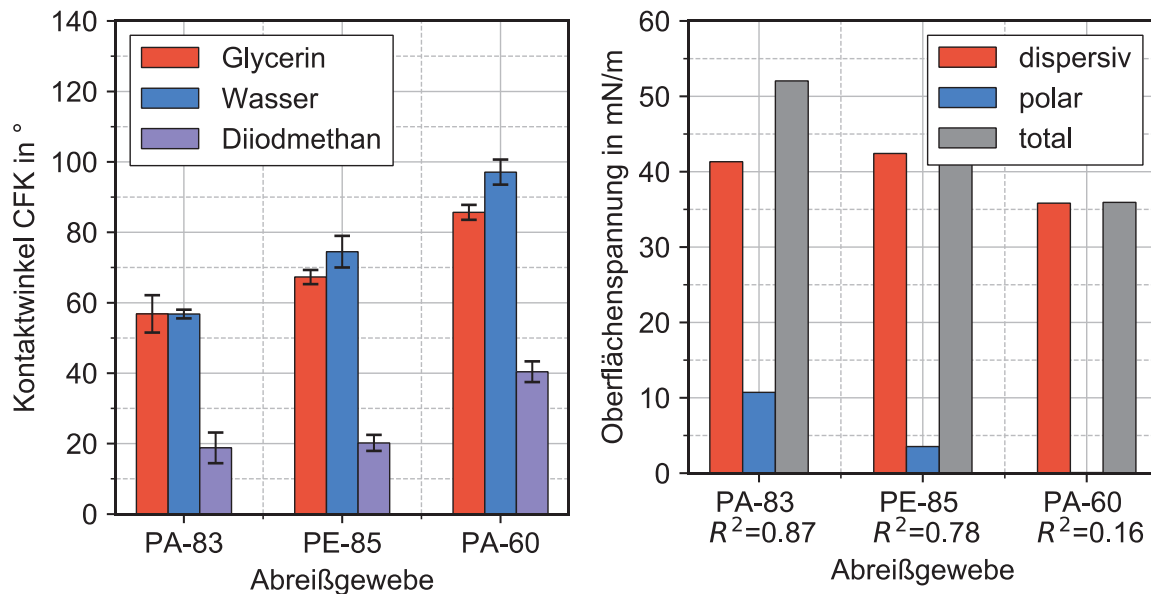


Abbildung 50: Gemessene Kontaktwinkel (links) und berechnete Oberflächenspannungen (rechts) an vollaushärteten Laminaten mit verschiedenen Abreißgeweben

Die Messungen wurden an Laminaten durchgeführt, die im Standardzyklus bei 180 °C Aushärtetemperatur ausgehärtet wurden (Abbildung 50), sowie teilaushärteten Laminaten, die bei 140 °C ausgehärtet wurden (Abbildung 51). Die Auswirkung einer Variation der Aushärtetemperatur sind nach *Blass et al.* ambivalent: Durch die schnellere Erreichung des Gelpunkts bei höherer Aushärtetemperatur wird die Zeit, in der eine Diffusion von Kontaminationen ins Laminat erleichtert ist, begrenzt. Andererseits ist die Viskosität des Harzes bei höherer Aushärtetemperatur niedriger, was die Diffusion erleichtert [49].

Abbildung 51 zeigt die gemessenen Kontaktwinkel an teilaushärteten Laminaten mit verschiedenen Abreißgeweben sowie Teflonfolie. Die Messungen wurden an Ausschnitten der Laminare durchgeführt, aus denen die Probekörper für die in Abschnitt 4.5.1 beschriebenen Prüfungen hergestellt wurden. Die mit dem Polyamid-Abreißgewebe PA-83 hergestellten Laminare zeigen die beste Benetzbarkeit und die höchste Oberflächenspannung. Die mit PE-85 und PA-60 hergestellten Laminare zeigen jeweils geringere polare, disperse und gesamte Oberflächenspannungen. Die Messungen an den mit PTFE-Folie hergestellten Laminaten zeigen vergleichbare Ergebnisse zu denen der mit PA-60 ausgehärteten, allerdings sind hier deutliche Unterschiede in der Oberflächentopografie vorhanden (siehe Abschnitt 4.7.2). Die

Ergebnisse bestätigen für den Vergleich zwischen PE-85 und PA-60 nicht die Erwartung, dass das PA-Abreißgewebe zu einer polarer geprägten Oberfläche führt. Für Kontaminationen mit silikonbasiertem Trennmittel wurde zuvor eine Erhöhung des Kontaktwinkels festgestellt [141], die erhöhten Kontaktwinkel beim Abreißgewebe PA-60 können folglich durch die Kontamination mit Silikon verursacht sein. Zu beachten ist außerdem das geringere Bestimmtheitsmaß bei den Oberflächenspannungen von PA-60. Die Kontaktwinkelmessungen an den Abreißgeweben in Abbildung 52 zeigen, dass die Benetzbarkeit der Lamine qualitativ der der Abreißgewebe entspricht, insofern bilden die Lamine einen „Abdruck“ der Eigenschaften des Abreißgewebes, so wie es an anderer Stelle schon beobachtet wurde [123, 126]. Zur Erklärung (und damit auch Prognose) der Verbindungseigenschaften, wie sie in Abschnitt 4.5.1 zusammengefasst wurden, eignet sich die Oberflächenspannung allerdings nur bedingt. Im Relativvergleich korrespondiert die Abnahme der Oberflächenspannungen der Lamine mit den Abreißgeweben PA-83, PE-85 und PTFE-Folie zwar mit der Abnahme der entsprechenden kritischen Energiefreisetzungsraten, doch für das Laminat mit dem Abreißgewebe PA-60 korrespondiert eine niedrige Oberflächenspannung mit guten gemessenen Verbindungseigenschaften.

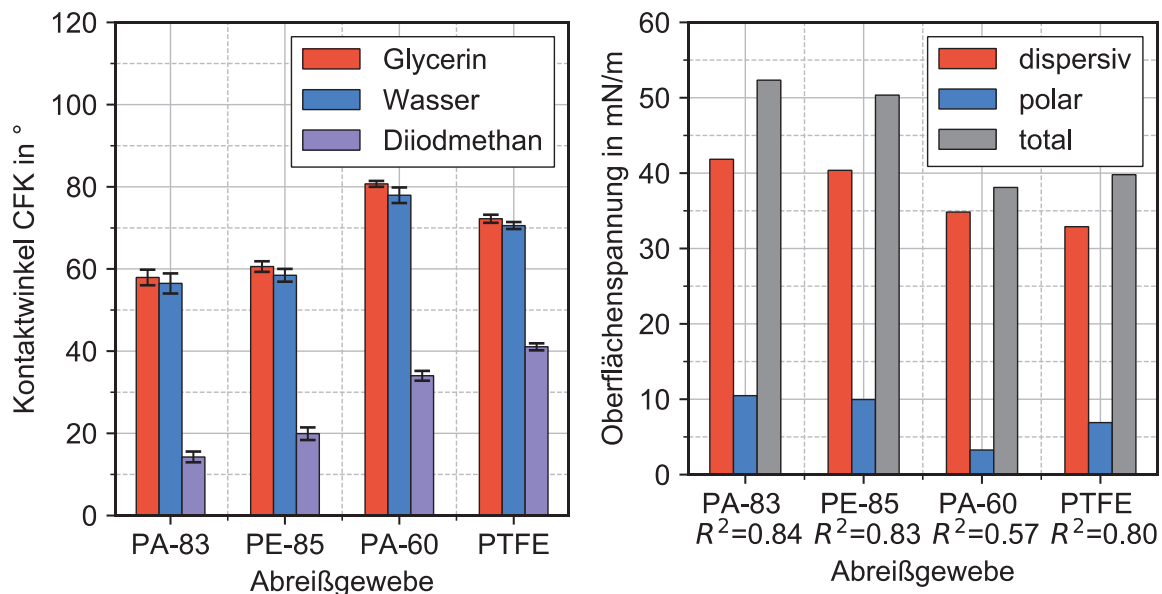


Abbildung 51: Gemessene Kontaktwinkel (links) und berechnete Oberflächenspannungen (rechts) an teilausgehärteten Laminaten mit verschiedenen Abreißgeweben

Neben dem Abreißgewebe beeinflussen Temperatur und Aushärtegrad die

Oberflächenspannung von Epoxiden. Die Oberflächenspannung von Epoxidharzen verringert sich bei Temperaturerhöhung [142, 143], folglich ist sie bei den Aushärtetemperaturen des Zyklus II im modifizierten Co-Curing niedriger als die hier bei Raumtemperatur gemessene. Weiterhin steigt die Oberflächenspannung bei isothermer Aushärtung [142-145], wobei die Änderung auf eine Migration der Amine [145] oder auf die Verringerung der Aminkonzentration zurückgeführt wird [142]. Das Verhalten von modifizierten Systemen kann hiervon abweichen [144]. Bei Messungen an unterschiedlich teilausgehärteten Laminaten (siehe Abbildung 52) wurde eine nicht signifikante Zunahme der Oberflächenenergie beim Vergleich der 140 °C-Zyklen A_1 , A_2 und A_3 beobachtet, sowie eine nicht signifikante Abnahme beim Referenzzyklus A_R . Wie auch bei den unterschiedlichen Oberflächenvorbehandlungen kann die kritische Energiefreisetzungsrate nicht anhand der Oberflächenspannung prognostiziert werden.

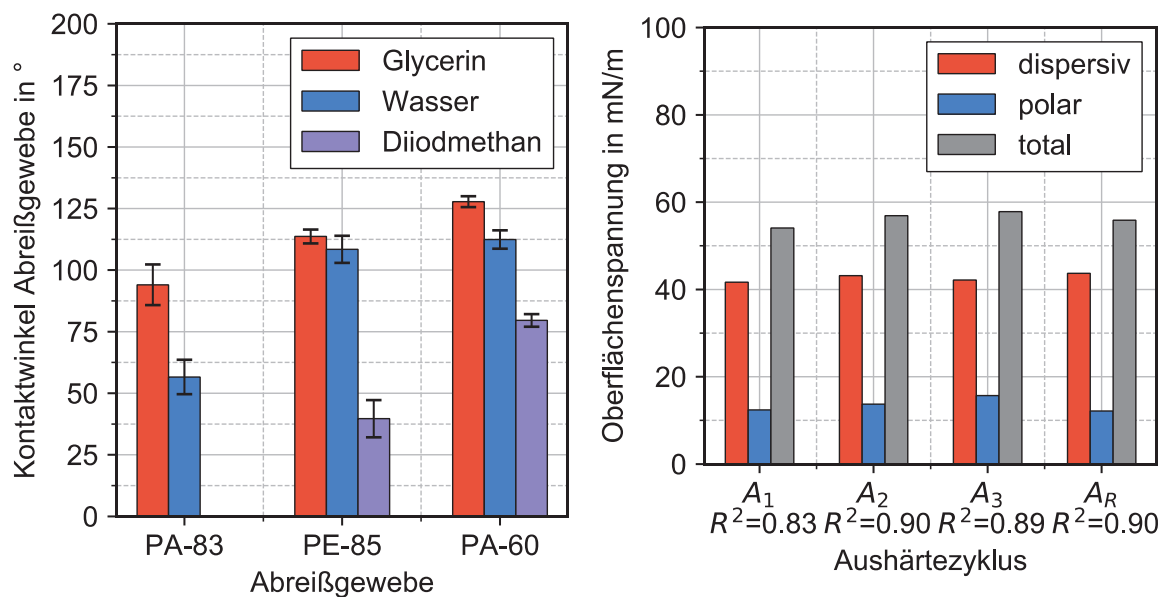


Abbildung 52: Gemessene Kontaktwinkel an verschiedenen Abreißgeweben (links) und berechnete Oberflächenspannungen von teilausgehärteten Laminaten unterschiedlicher Aushärtegrade (rechts)

4.7.2 Oberflächentopografie und Rauheit

Der Einfluss der mikroskopischen Rauheit auf die Adhäsion wird diskutiert, seit *McBain et al.* 1925 eine mechanische Verzahnung von Oberflächenunebenheiten als Ursache für Adhäsionskräfte beschrieben haben [146]. Der Zusammenhang von Oberflächenrauheit und Topografie und den Verbindungseigenschaften von

Klebung bei Polymeren wurde in zahlreichen Arbeiten untersucht, ohne dass ein eindeutiges Modell bestätigt werden konnte. In einigen Studien wird ein positiver Zusammenhang zwischen Rauheit und Verbindungseigenschaften beschrieben [123, 147], in anderen ein negativer [123, 148]. Insgesamt eignet sich die mechanische Verzahnung nicht als alleiniges Erklärungsmodell [43, 44]. Im Folgenden wird die Entwicklung der Laminatoberfläche dennoch hinsichtlich ihrer Eignung als Indikator für die Verbindungseigenschaften diskutiert, da die durch die Entfernung des Abreißgewebes entstehende Oberflächentopografie vom Aushärtegrad abhängt.

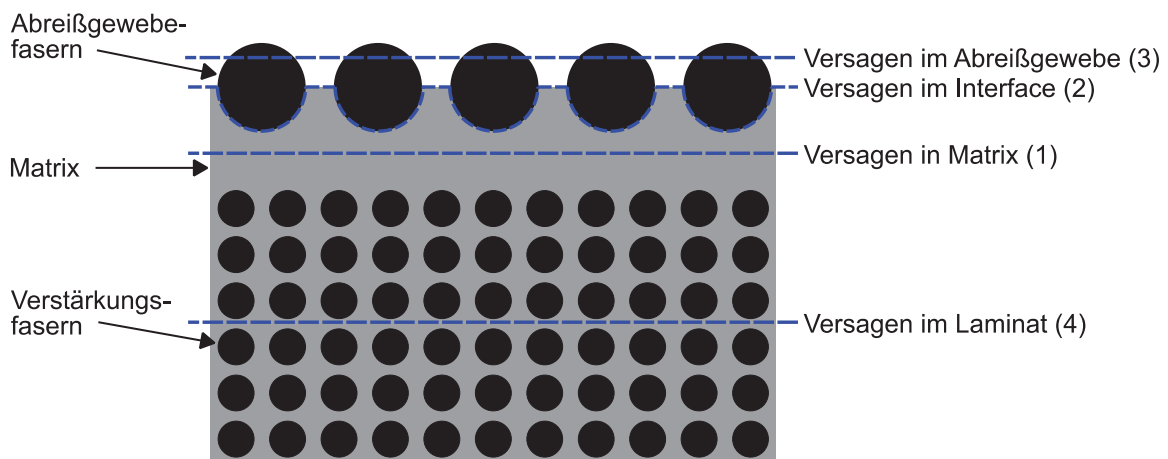


Abbildung 53: Versagensmodi bei Abreißgewebeentfernung nach [128]

Wie in Abbildung 53 visualisiert, erfolgt beim Abziehen des Abreißgewebes ein Bruch im Laminat, im Abreißgewebe oder im dazwischen liegenden Interface. Wie *Flinn et al.* zeigen, unterscheidet sich die entstehende Bruchfläche je nach Aushärtetemperatur und Aushärtegrad des Laminats. Bei niedrigerem Aushärtegrad ereignet sich der Bruch bei Ablösung des Abreißgewebes sowohl im Interface zwischen Abreißgewebe und Laminat (in Abbildung 53 mit (2) markiert) als auch in der Matrix (mit (1) markiert). Bei höheren Aushärtegraden verschiebt sich die Bruchfläche stärker in das Interface und in das Abreißgewebe (markiert mit (3)), was sich in Rückständen des Abreißgewebes auf der Laminatoberfläche äußert [138]. Das mit (4) markierte interlaminaire Versagen innerhalb des Laminats ist unerwünscht. *Moosburger et al.* beschreiben anhand von Schlifffildern ebenfalls bei niedrigeren Aushärtegraden eine glattere Oberfläche des Laminats, deren Strukturierung zunimmt bei Ablösung des Abreißgewebes bei höheren Aushärtegraden [18]. Im Allgemeinen wird die Ablösung des Abreißgewebes vom

Laminat von vielen Faktoren beeinflusst. Die Kraft, die zum Entfernen notwendig ist, hängt neben dem Winkel des Abziehens und der Abziehrate auch von Orientierung (bezüglich der Kettrichtung) und Material des Abreißgewebes und dessen Faserdurchmesser ab [124]. Bei Entfernung des Abreißgewebes an den teilausgehärteten Laminaten wurde auch bei Gleichhaltung dieser Parameter ein signifikanter Unterschied in der notwendigen Kraft festgestellt, der auf einen Unterschied im Versagensmodus nach Abbildung 53 hinweist. Die Kraft stieg dabei mit dem Aushärtegrad an. Dieses Phänomen wurde anhand von REM-Aufnahmen der Laminatoberflächen und anhand der Oberflächentopografie analysiert.

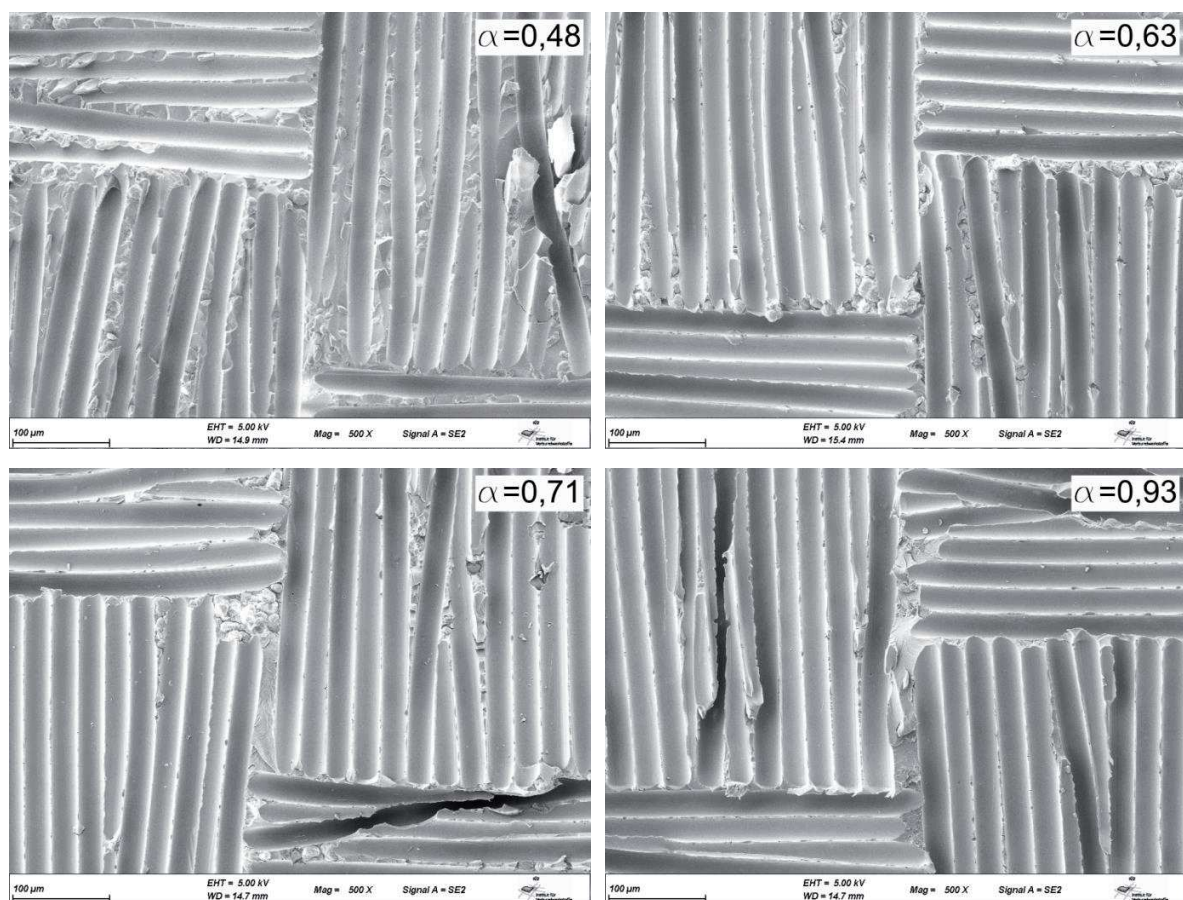


Abbildung 54: REM-Aufnahmen der Laminatoberfläche nach Entfernung des Abreißgewebes PA-83 bei unterschiedlichen Aushärtegraden

Abbildung 54 zeigt REM-Aufnahmen der Laminatoberfläche nach Entfernung des Abreißgewebes. Die Zunahme der erforderlichen Abziehungskraft begründet sich durch die unterschiedlichen Versagensmodi, wie in Abbildung 54 erkennbar. Bei dem Laminat mit niedrigem Aushärtegrad erfolgt ein kohäsives Versagen der Matrix im Bereich der Spitzen des Abdrucks des Abreißgewebes. Mit zunehmendem

Aushärtegrad bleibt der Abdruck vollständiger erhalten, kohäsives Versagen der Matrix erfolgt nur noch lokal im Bereich der Spitzen. Die abnehmende Sprödigkeit der Matrix führt offensichtlich zu einer Verlagerung des Versagens in das Interface zwischen Abreißgewebe und Matrix. Beim Polyester-Abreißgewebe PE-85 zeigen die in Abbildung 47 markierten Rückstände zudem ein kohäsives Versagen der Abreißgewebefasern. Da die Oberflächeneigenschaften des Laminats in den Faserbetten des Abreißgewebes besonders stark vom Abreißgewebe verändert werden [123, 129], kann die in Abschnitt 4.7.1 beschriebene, geringfügige Zunahme der Oberflächenenergie bei zunehmender Teilaushärtung mit dem Aushärtegrad auch durch die mit steigender Aushärtung großflächiger erhaltenen Flächen begründet sein, die in direktem Kontakt zum Abreißgewebe standen.

Auf Basis dieser Erkenntnisse wurde analysiert, ob die Oberflächentopografie nach Entfernung des Abreißgewebes als Indikator für den Aushärtegrad geeignet ist, wenn die genannten, restlichen Einflussfaktoren (Typ des Abreißgewebes, Abziehwinkel, Abziehrate) identisch sind. Die Oberflächentopografie eignet sich besonders für eine Kontrolle im Fertigungsprozess, da sie berührungs-, kontaminations- und zerstörungsfrei gemessen werden kann.

Zur Überprüfung der Oberflächentopografie wurde an den in Tabelle 9 aufgeführten, einstufig ausgehärteten Laminaten nach Entfernung des Abreißgewebes die Oberflächentopografie mittels eines Weißlichtprofilometers des Typs MicroProf® (FRT GmbH, Bergisch Gladbach) optisch gemessen. Abbildung 55 zeigt am Beispiel eines niedrig ausgehärteten Laminats und eines im Standardzyklus ausgehärteten Laminats die Veränderung der Oberflächentopografie. Bei dem niedrig ausgehärteten Laminat zeigt sich eine insgesamt niedrigere Höhe der Spitzen im Abdruck des Abreißgewebes und stumpfere Spitzen im Bereich der Kreuzungspunkte des Abreißgewebes. Bei dem höher ausgehärteten Laminat sind die Spitzen insgesamt höher und spitzer, was sich in punktueller verteilten Helligkeitsspitzen äußert.

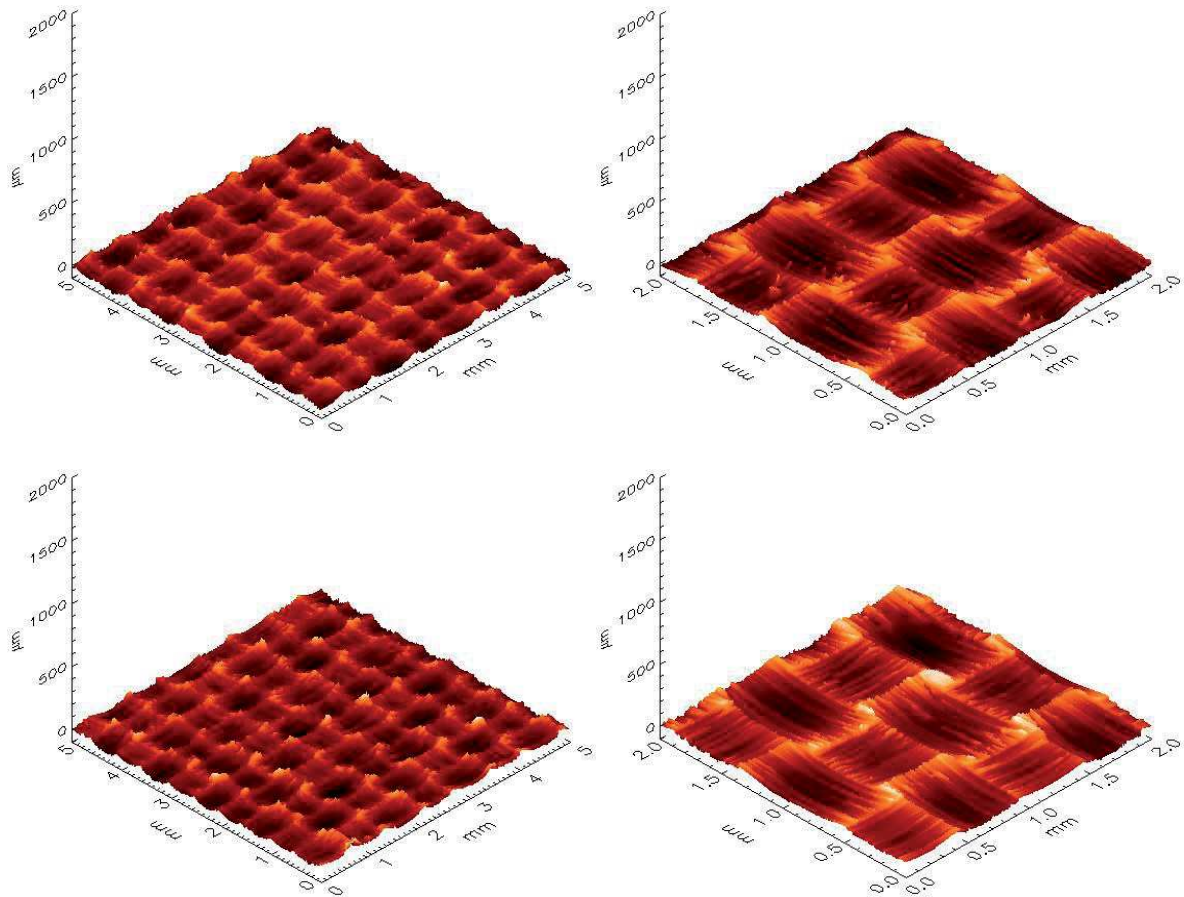


Abbildung 55: Gemessene Oberflächentopografie des Laminats mit Aushärtegrad 0,48 (erste Zeile) und mit einem Aushärtegrad von 0,93 (zweite Zeile). Erhebungen sind hell dargestellt

Auf Basis von Vorversuchen wurde die Messauflösung auf $3,3 \mu\text{m}$ festgelegt. Mit dieser Auflösung ist eine gute Abbildung der Faserbetten des Abreißgewebes mit einem Faserdurchmesser von $35 \mu\text{m}$ möglich. Die Messungen wurden für jede Oberfläche an drei quadratischen Bereichen mit einer Kantenlänge von 2 mm unter Ausrichtung der y-Richtung parallel zur Faserrichtung durchgeführt. Es wurden die flächenbezogenen Rauheitskenngrößen S_a und S_z nach DIN EN ISO 25178 [149] ausgewertet, da diese besser geeignet sind für Abreißgewebeoberflächen als die orientierungsabhängigen, linienbezogenen Größen R_a und R_z [123, 150]. S_a bezeichnet den arithmetischen Mittelwert der absoluten Höhenwerte $z(x,y)$ innerhalb des gemessenen Bereichs A und wird nach Formel (4.2) berechnet. S_z bezeichnet die Summe des höchsten Wertes der Spitzenhöhe und des größten Wertes der Senkenhöhe und ist sensitiver gegenüber Spitzen und Tälern des Profils [150].

Tabelle 19: Auswerte- und Filterparameter der Rauheitsmessungen

Oberflächentyp	Verfeinerungsindex in mm		
	L-Filter	F-Operator	S-Filter
S-L	2,0	2,0	0,0067

Die verwendeten Parameter zur Berechnung der Rauheit wurden nach den Vorgaben in DIN EN ISO 25178-3, Abschnitt 4.3 [151] gewählt und sind in Tabelle 19 angegeben.

$$S_a = \frac{1}{A} \iint_A |z(x, y)| dx dy \quad (4.2)$$

Im Folgenden werden jeweils die Mittelwerte und Standardabweichungen der Rauheiten aus den drei Messungen angegeben.

Tabelle 20: Oberflächenrauheiten der Lamine nach Entfernung des Abreißgewebes

Aushärtegrad	Zyklus	S_a in μm	S_z in μm
0,48	A ₁	16,62±0,2	117,26±2,2
0,63	A ₂	16,35±0,2	123,51±2,5
0,71	A ₃	16,9±0,4	127,52±2,9
0,93	A _R	17,84±1,1	140,73±9,8

Bei beiden Rauheitskenngrößen ist eine Korrelation der Rauheit mit dem Aushärtegrad erkennbar. In der mittleren arithmetischen Rauheit S_a hebt sich das am höchsten ausgehärtete Laminat mit seinen zahlreichen, fein ausgeprägten Spitzen von den teilausgehärteten Laminaten ab. Deutlicher drücken sich die in den Mikroskopbildern und den Topografien erkennbaren Unterschiede in der Spitzenhöhe mit einer zunehmenden Ausprägung der Spitzen bei fortschreitender Aushärtung allerdings in einer Zunahme des S_z -Werts aus. Die Signifikanz der Korrelation zwischen Aushärtegrad und Rauheit ist beim S_z -Wert höher, bei Zugrundelegung eines linearen Zusammenhangs beträgt das Bestimmtheitsmaß der Korrelation $R^2=0,99$ (wenngleich auch hier für den Aushärtegrad die in Abschnitt 3.3.1 geschilderte Einschränkung gilt).

Angesichts der Korrelation zwischen Aushärtegrad und S_z -Wert kann eine Messung der Oberflächentopografie als zerstörungsfreies Prüfverfahren eingesetzt werden, um den Zustand von zu verbindenden Strukturen zu überprüfen. Dies setzt allerdings eine Konstanz aller anderen Parameter, unter anderem Abreißgewebe, Abziehwinkel und -rate und Werkzeugoberfläche, voraus. Ergänzende Untersuchungen bezüglich der Auswirkungen weiterer Einflussfaktoren wie beispielsweise Oberflächenkontaminationen auf die Rauheit sind für eine abschließende Beurteilung der Eignung der Rauheit zur Prognose des Aushärtegrads in einer Produktionsumgebung notwendig.

4.7.3 Chemische Oberflächenzusammensetzung

Neben der Topografie beeinflusst der Einsatz von Abreißgeweben auch die chemische Zusammensetzung der Laminatoberfläche. Im Fokus der Untersuchungen standen die zuvor in Abschnitt 4.5.1 erwähnten, von den Abreißgeweben übertragenen Kontaminationen von Beschichtungen auf Silikon- oder Fluorbasis. Neben den Abreißgeweben können auch Trennmittel, die die Entformung ermöglichen, Kontaminationen verursachen [141, 152].

In der Literatur wurde die Nachweisbarkeit von solchen Rückständen mittels Röntgenphotoelektronenspektroskopie (englisch X-ray Photoelectron Spectroscopy, XPS) demonstriert [127, 131, 153], der experimentelle Aufwand ist allerdings hoch. Um eine effizientere Überprüfung der Oberflächenzusammensetzung zu erreichen, wurden die Untersuchungen hier mittels energiedispersiver Röntgenspektroskopie (englisch Energy Dispersive X-ray Spectroscopy, EDX) unternommen. Die Anwendbarkeit wurde zuvor in [126, 129] gezeigt. Es ist zu beachten, dass bei EDX-Messungen der Oberflächenzusammensetzung ein Zielkonflikt besteht zwischen der Tiefe der Messung und der Detektierbarkeit. Eine größere Beschleunigungsspannung führt zu einer Erhöhung der Eindringtiefe und damit einer geringeren Sensitivität gegenüber nur an der Oberfläche vorhandenen Elementen, gleichzeitig verbessert sie aber die Detektion allgemein [154].

Bei der Untersuchung der Abreißgewebe PA-83, PE-85 und PA-60 und des verwendeten Trennmittels Freekote 770 NC (aufgebracht auf ein PU-Substrat) zeigen die per EDX ermittelten Spektren (siehe Abbildung 56) für PA-60 und das Trennmittel die Anwesenheit von Si, das in Silikonen zur Haftungsverminderung

eingesetzt wird [126, 127, 129].

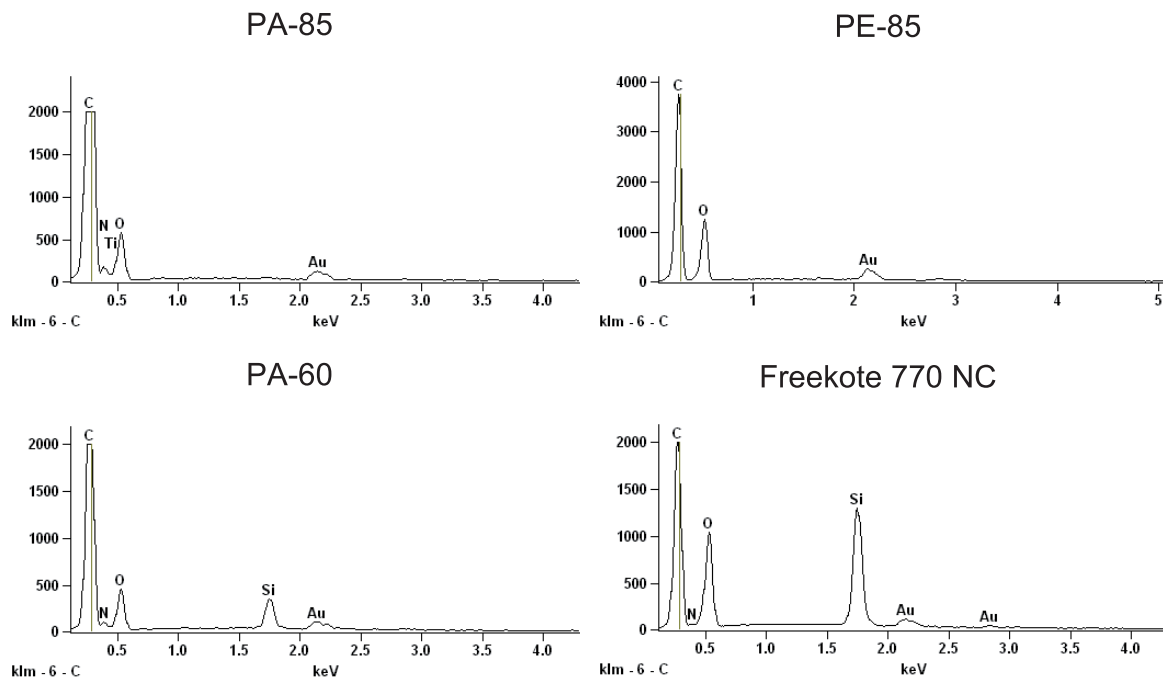


Abbildung 56: Per EDX gemessene Spektren der Abreißgewebe und Trennmittel (Beschleunigungsspannung 12 kV)

Der Übertrag dieser Silikone auf die Laminatoberfläche nach Entfernung des Abreißgewebes wurde in Scans der Laminatoberfläche überprüft. Angesichts des oben beschriebenen Zielkonflikts bei der Festlegung der Beschleunigungsspannung wurde die Messung mit den Beschleunigungsspannungen 12 kV und 5 kV durchgeführt. Bei beiden Beschleunigungsspannungen war es nicht möglich, die Übertragung von Si auf die Laminatoberfläche zweifelsfrei nachzuweisen, wie in Abbildung 57 ersichtlich. Lediglich beim Abreißgewebe PA-60 deutet ein kleines, nicht quantifizierbares Signal auf die Übertragung von Si hin. Die Markierungen im Spektrum zeigen die Stelle, an der der Peak von Si-Atomen erwartet wird.

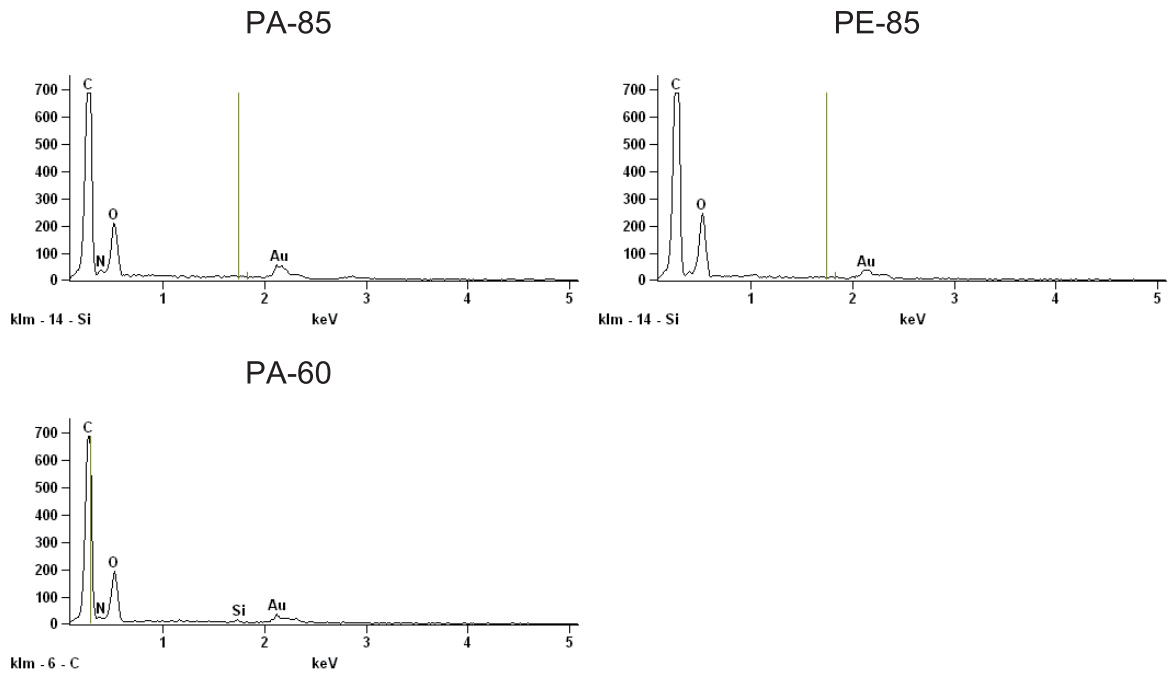


Abbildung 57: Per EDX gemessene Spektren der Laminatoberflächen (Beschleunigungsspannung 5 kV)

5 Validierung auf Detailebene

Bei den Untersuchungen auf Couponebene wurden die Umsetzbarkeit und Verbindungseigenschaften des modifizierten Co-Curings am Beispiel ebener Lamine bestätigt. Im Folgenden werden diese für erhöhte geometrische Komplexität auf Detailebene am Beispiel eines Ausschnitts überprüft, der die Verbindung einer Schale (Haut) mit einem Versteifungsprofil repräsentiert. Diese wird typischerweise in der im Luftfahrtbereich verbreiteten Halbschalenbauweise eingesetzt. Die effiziente Herstellung solcher Verbindungen ist mit großen Herausforderungen verbunden, da für die Produktion der Haut als großflächiges, schalenförmiges Bauteil mit geringer Dicke und geometrischer Komplexität andere Verfahren geeignet sind als für die Herstellung des geometrisch komplexeren Versteifungsprofils, das ein gedrungenes Bauteil mit größeren Laminatdicken darstellt. Der Querschnitt des Versteifungsprofils kann je nach Einsatzgebiet verschiedene Geometrien annehmen, beispielsweise L-Form, Omega-Form, Hut-Form oder T-Form (siehe Abbildung 58). Für die Herstellung der Haut sind beispielweise Infusionsverfahren oder automatisierbare Ablageverfahren vorteilhaft, wohingegen das Versteifungsprofil effizienter durch kontinuierliche Prozesse wie Pultrusion oder Intervallheißpressen produziert werden kann. Bei einer Umsetzung im Co-Curing muss das Fertigungswerkzeug sowohl die Dimensionen der Haut als auch die geometrische Komplexität des Versteifungsprofils abbilden, was die Komplexität und Kosten des Werkzeugs erhöht. Werden die Elemente separat hergestellt und anschließend verbunden, verursacht der Fügeprozess zusätzliche Kosten für die Integration.



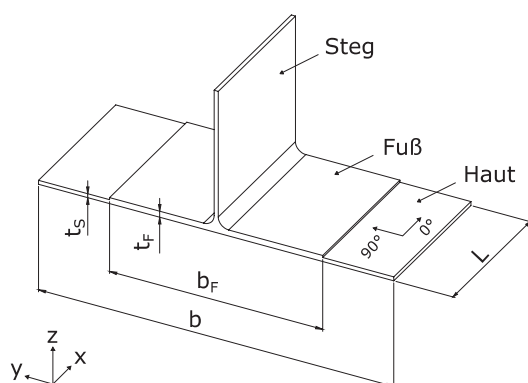
Abbildung 58: Versteifungsprofile mit Schale

Bei einer Herstellung im modifizierten Co-Curing werden dagegen die Versteifungsprofile in einem separaten Prozess teilausgehärtet und anschließend mit der Haut gemeinsam voll ausgehärtet. Durch die Voraushärtung des

Versteifungsprofils kann die Komplexität des Werkzeugs zur Herstellung des Zusammenbaus reduziert werden. Zusätzlich wird das Prozessrisiko reduziert, da fehlerhafte Versteifungsprofile vor dem Verbindungsschritt identifiziert werden können und nicht zum Aussortieren des Zusammenbaus führen.

5.1 Bauteil- und Probekörperfertigung

Die in Abbildung 59 dargestellten Bauteile wurden im Autoklav hergestellt. Das Bauteil wurde in Haut und Versteifung unterteilt, wobei die Haut als Substruktur für das modifizierte Co-Curing teilausgehärtet wurde. Das Versteifungsprofil besteht aus einem Fußbereich, der mit der Haut verbunden ist, und einem Stegbereich, in dem die beiden Hälften des Versteifungsprofils verbunden sind. Am Übergang zwischen den Bereichen sitzt ein Zwickel. Der in Abbildung 59 definierte Lagenaufbau wurde vereinfacht, da die mechanischen Eigenschaften des Bauteils ausschließlich im Rahmen des hier geprüften Lastfalls relevant sind. Die gemessenen Anbindungseigenschaften sind prinzipiell auf die in der Realität auftretenden quasiisotropen Lagenaufbauten übertragbar, solange die Faserorientierung der beiden zu verbindenden Lagen identisch ist.



Bereich	Lagenaufbau
Versteifung	[90/0 ₂ /90/0/90]
Haut	[90/0/90/0/90/0] _s

Abbildung 59: Geometrie und Lagenaufbau der Probekörper im Fußbereich

Beim modifizierten Co-Curing wurde das Hautlaminat im ersten Schritt laminiert und im Autoklavzyklus A₂ teilausgehärtet. Die restlichen Schritte sind für modifiziertes Co-Curing und Co-Curing identisch. Zur Formgebung des Versteifungsprofils wurden Aluminium-Formwerkzeuge genutzt. Die Lagen des Versteifungslaminats wurden auf die beiden L-förmigen Formwerkzeuge abgelegt und danach zusammengeführt. Der Zwickelbereich wurde mit der rechnerisch notwendigen Menge des Prepregs in gerollter Form gefüllt. Anschließend wurde der Verbund auf das unausgehärtete (im

Falle des Co-Curings als Referenz) beziehungsweise auf das teilausgehärtete Hautlaminat aufgesetzt. Der Zusammenbau wurde unter Verwendung des Referenzzyklus A_R ausgehärtet.

Nach der Herstellung wurden die Bauteile in Ultraschallprüfungen auf Fehlstellen untersucht. Erkannte Fehlstellen wurden bei der Entnahme der Probekörper berücksichtigt. Beim im modifizierten Co-Curing hergestellten Bauteil wurden keine lokalen Fehlstellen festgestellt, allerdings war das Rückwandecho im Bereich der Verbindung schwächer ausgeprägt als beim Referenzbauteil. Dies könnte auf die strukturierte Oberfläche des Hautlaminats zurückzuführen sein oder auf Unterschiede in der Verbindungszone. In Schlifffbildern der Verbindungszone im Bereich des Fußes der Versteifung wurden bei dem im modifizierten Co-Curing hergestellten Bauteil Poren identifiziert. Da diese auf Couponebene nicht auftraten, liegt eine Verursachung durch das Aluminiumwerkzeug nahe, welches die Entfernung von gasförmigen Einschlüssen in Dickenrichtung des Laminats behindert. Durch den Einsatz eines teilausgehärteten Laminats als Hautlaminat kann dieses im Zwickelbereich nicht so stark verformt werden wie ein unausgehärtetes Laminat. Hierdurch bedingt weisen die Probekörper im modifizierten Co-Curing keine Welligkeit des Hautlaminats unter dem Zwickelbereich auf, im Gegensatz zum Referenzbauteil. Oberhalb des Zwickelbereichs ist bei allen Probekörpern eine Welligkeit des Laminats festzustellen, wie in Abbildung 60 sichtbar. Abgesehen hiervon wurden keine Auffälligkeiten hinsichtlich der Laminatqualität festgestellt. Im Anschluss an die Qualitätskontrolle wurden mit einer Säge mit Diamantblatt aus den Bauteilen jeweils sechs Probekörper entnommen.

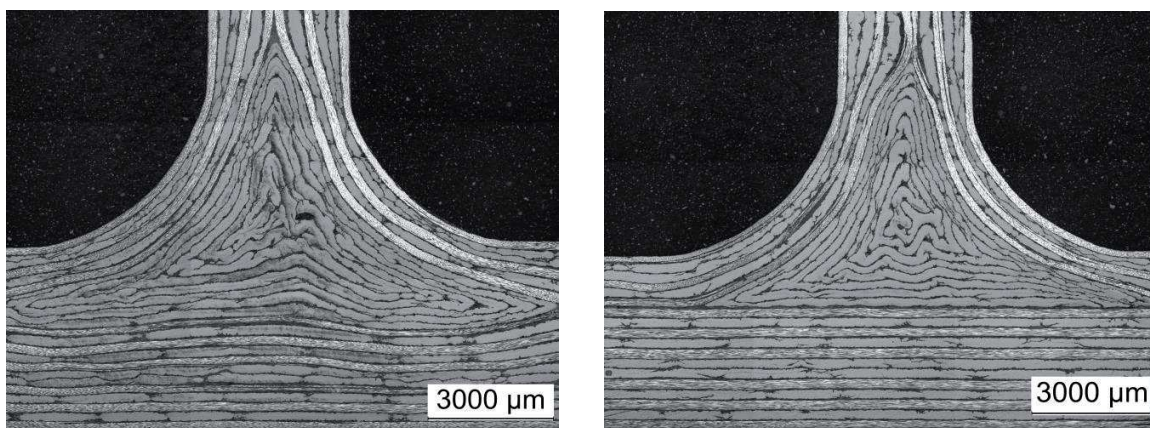


Abbildung 60: Schlifffbilder des Laminats im Zwickelbereich. Links Referenzbauteil, rechts Bauteil im mod. Co-Curing

Die Länge L der Probekörper weist durch den Zuschnitt der Probekörper bedingte Unterschiede auf. Die Breite des Versteifungsprofils im Fußbereich b_F ist durch das Werkzeug vorgegeben, deswegen gibt es hier keine Unterschiede zwischen den Probekörpern.

Tabelle 21: Gemessene Probekörpergeometrien

Gruppe	t_F in mm	t_S in mm	b in mm	L in mm
Co-Curing	4,62±0,05	3,08±0,02	149,19±0,1	44,99±0,03
Mod. Co-Curing	4,49±0,02	3,09±0,02	148,46±0,3	44,96±0,11

5.2 Prüfaufbau

Die Probekörper wurden unter dem in Abbildung 61 dargestellten Lastfall geprüft, bei dem der Fußbereich auf zwei linienförmigen Auflagern fixiert wird und am Steg eine Zugkraft in Stegrichtung aufgebracht wird. Durch diese Belastung wird ein Versagen an der Grenze zwischen Versteifungsprofil und Haut begünstigt und somit gezielt die durch das modifizierte Co-Curing hergestellte Verbindung unter kombinierter Mode I und Mode II-Belastung geprüft.

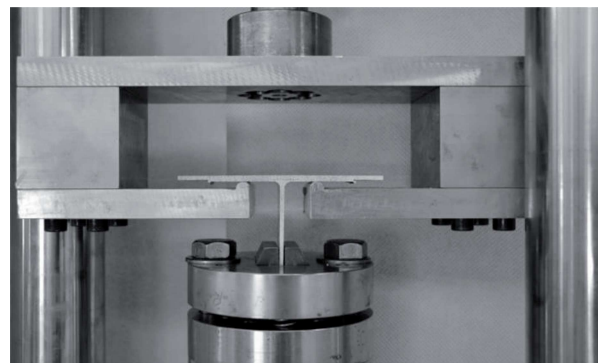
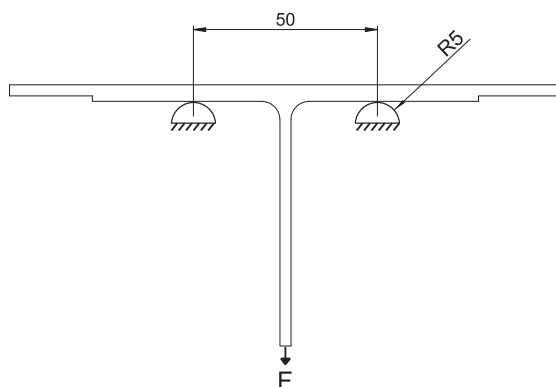


Abbildung 61: Schematisches (links) und reales Bild (rechts) des Prüfaufbaus

Die Probekörper wurden auf einem hydraulischen Prüfzylinder mit einer Prüfgeschwindigkeit von 2 mm/min belastet. Die Prüfung erfolgte in einer Stahlvorrichtung, die die Beobachtung der Seitenflächen des Bauteils während der Prüfung ermöglicht. Kraft- und Wegsignal wurden durch die Zylindersteuerung erfasst. Zusätzlich wurden die dreidimensionalen Oberflächendehnungen auf einer Stirnfläche des Bauteils mittels eines ARAMIS 4M-Systems (gom GmbH,

Braunschweig) mit einer Frequenz von 5 Hz optisch durch digitale Bildkorrelation gemessen. Auf der gegenüberliegenden Stirnfläche wurde mit einem Mikroskop die Rissentstehung und -ausbreitung mit einer Frequenz von 0,5 Hz aufgenommen. Durch dieses Setup konnten die Dehnungskonzentration und die Verformung des Bauteils parallel zu Zeitpunkten und Orten des Versagens aufgezeichnet werden.

5.3 Ergebnisse der Prüfungen

5.3.1 Versagensverhalten

In den Prüfungen konzentrieren sich die Dehnungen stark im Zwickelbereich, wie in den Oberflächendehnungen 0,2 s vor der Rissbildung in Abbildung 62 erkennbar. Dementsprechend entstanden die Risse bei allen Probekörpern in diesem Bereich. Anhand der Position und Reihenfolge der Rissentstehung können die Probekörper in drei Gruppen eingeteilt werden:

- einstufiges Versagen an Grenzschicht Fuß – Haut (entspricht Ziffer 3 in Abbildung 63)
- zweistufiges Versagen mit Rissentstehung innerhalb Steg und anschließender Rissentstehung an Grenzschicht Fuß – Haut (entsprechend Ziffern 1 und 3 in Abbildung 63)
- zweistufiges Versagen mit Rissentstehung interlaminar im Radiusbereich und anschließender Rissentstehung an Grenzschicht Fuß – Haut (markiert durch Ziffern 2 und 3 in Abbildung 63)

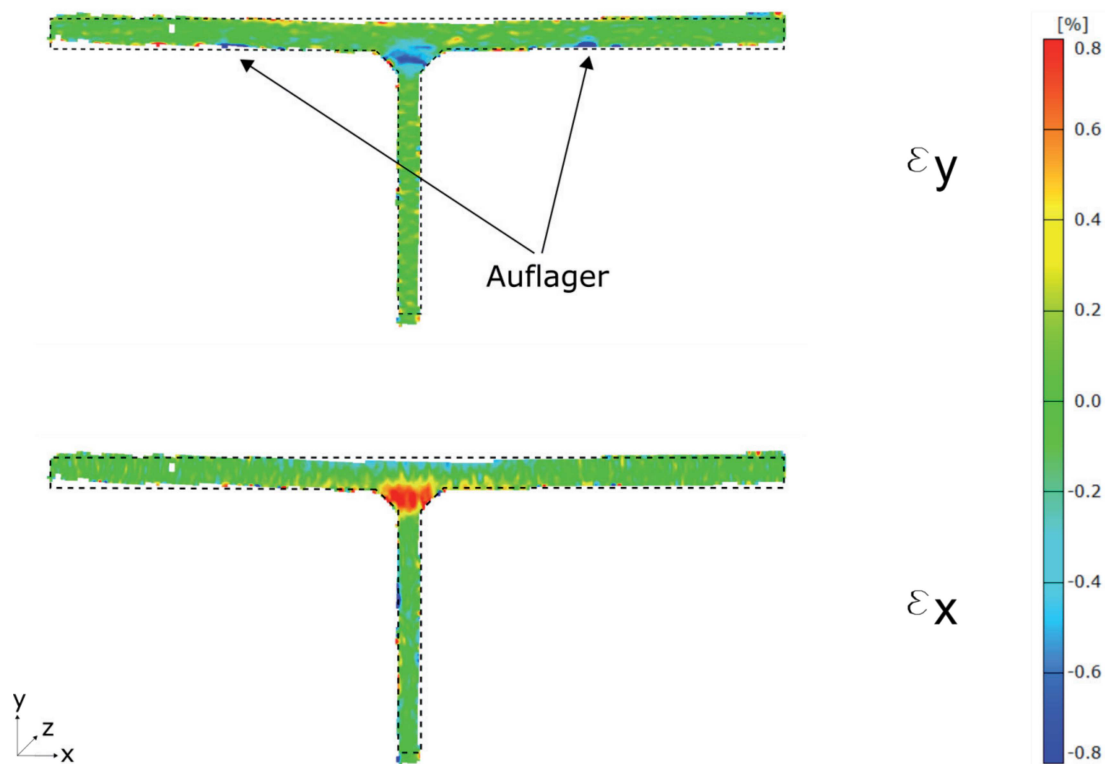


Abbildung 62: Optisch gemessene Dehnungen vor Rissbildung (unverformte Geometrie schematisch skizziert)

In Abbildung 63 sind die Orte der Rissentstehung schematisch dargestellt. Die unterschiedlichen Versagensverhalten äußern sich in verschiedenen Verläufen der Kraft-Weg-Kurven mit einem oder mehreren Maxima, die jeweils mit der Ausbreitung eines Risses korrespondieren. Jeder der Spitzen folgt ein Abfall der Kraft, wobei der Betrag des Kraftabfalls bei der letzten mehr als 60 % beträgt. Dies wurde als Versagen des Probekörpers definiert. Das Versagen tritt bei allen Probekörpern durch Rissausbreitung an der Grenzschicht zwischen Fuß, der Versteifung und der Haut auf. Daher erlauben die gemessenen Festigkeiten Rückschlüsse auf die Eigenschaften der durch modifiziertes Co-Curing beziehungsweise Co-Curing hergestellten Verbindung. Aufgrund der zuvor beschriebenen Unterschiede in der Länge L der Probekörper werden die gemessenen Kräfte bei den Versagensereignissen im Folgenden auf die Länge bezogen angegeben. Aufgrund der geringen Unterschiede muss nicht von einer Änderung des Spannungszustandes ausgegangen werden.

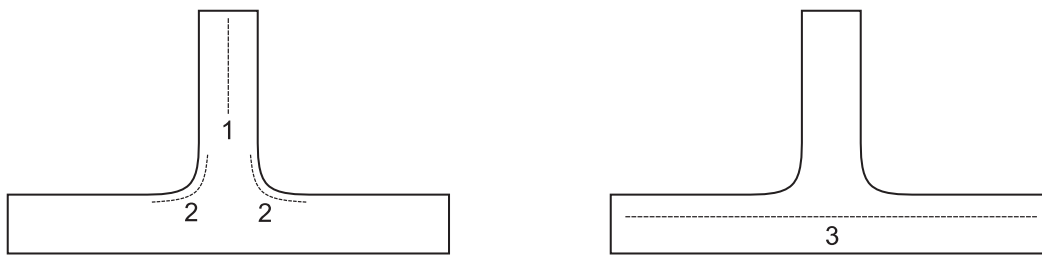


Abbildung 63: Rissentstehung innerhalb Steg (1), interlaminar im Radiusbereich (2), an Grenzschicht Fuß - Haut (3)

Im Folgenden sind beispielhaft drei Kraft-Weg-Kurven und Bilder aus dem Zwickelbereich der Probekörper dargestellt, die je einem der drei oben genannten Versagensverhalten entsprechen. Abbildung 64 weist ein einstufiges Versagen auf, Abbildung 65 bildet zweistufiges Versagen mit Rissbildung im Stegbereich (Position 1) und anschließendem Versagen an der Grenzschicht ab und Abbildung 66 zeigt Rissbildung im Radiusbereich (Position 2) mit finalem Versagen in der Grenzschicht (Position 3).

Der unterschiedliche Verlauf des Risses an der Grenzschicht Fuß-Haut (in den Mikroskopbildern waagrecht) ist zurückzuführen auf die zuvor geschilderte Verformung des Hautlaminats durch den Zwickel bei den Referenzproben (gezeigt in Abbildung 60 links). Die eingebrachte Welligkeit drückt sich hier im unebenen Verlauf des Risses aus, der an der Lagengrenze verläuft. Beim modifizierten Co-Curing sind die Lagen eben und demzufolge ist auch der Rissverlauf bei den so hergestellten Probekörpern eben.

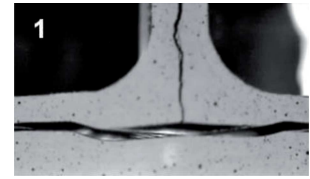
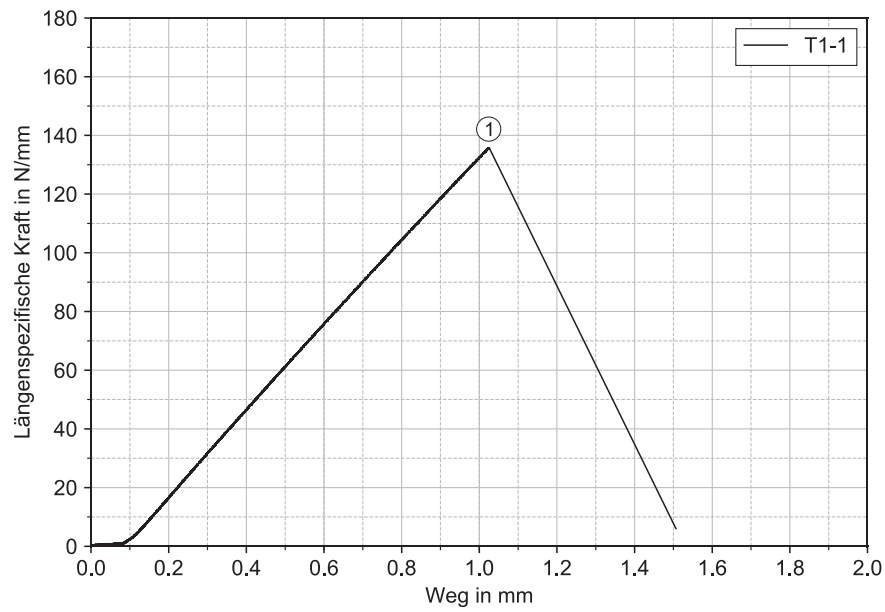


Abbildung 64: Typische Kraft-Weg-Kurve und Mikroskopbilder bei einstufigem Versagen

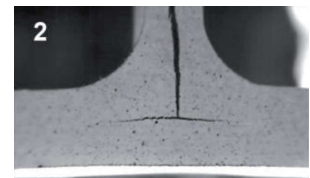
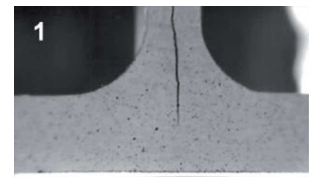
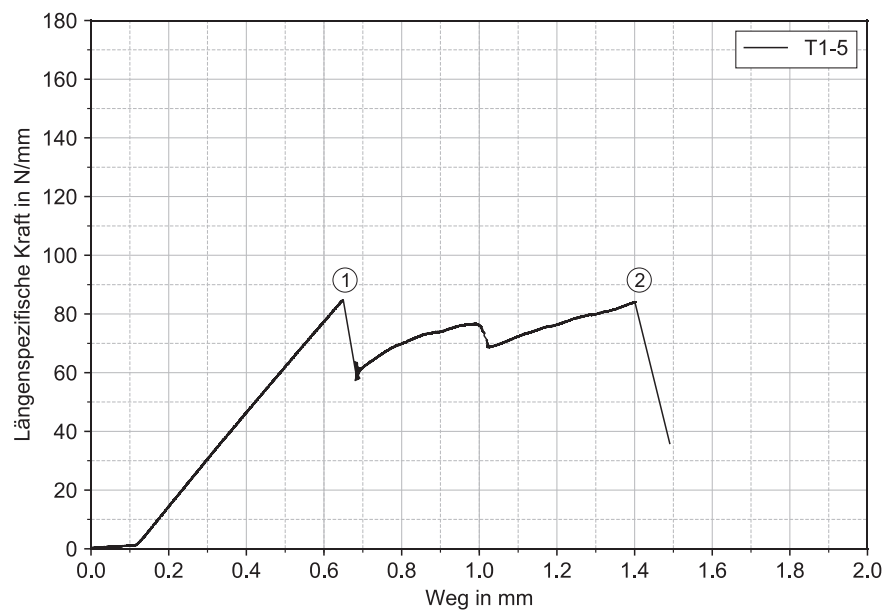


Abbildung 65: Typische Kraft-Weg-Kurve und Mikroskopbilder bei Rissbildung im Steg

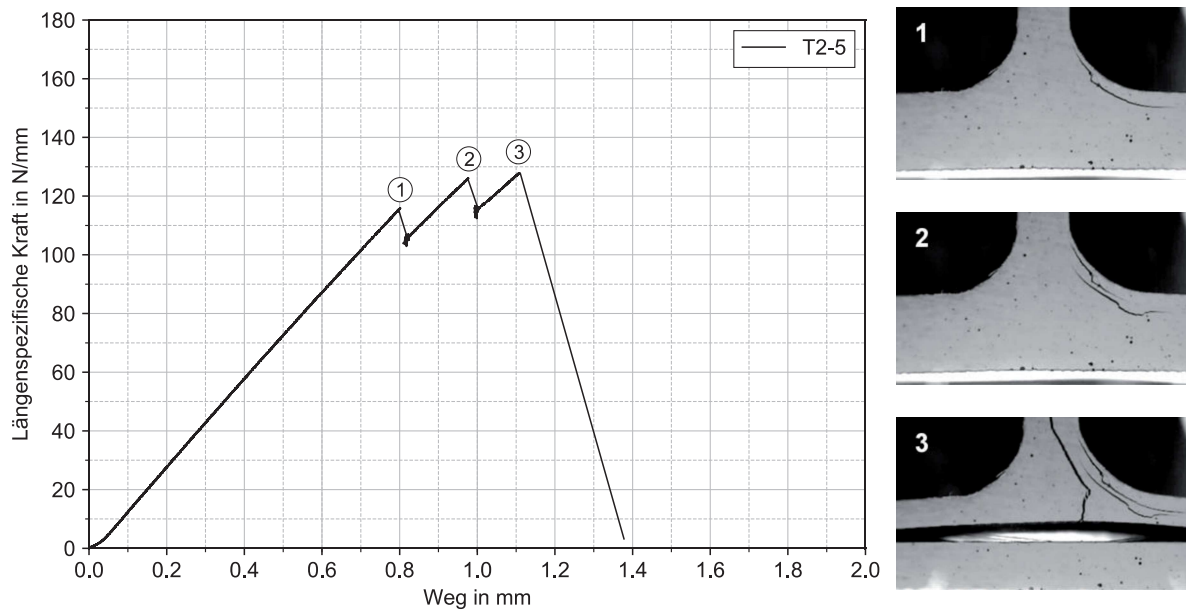


Abbildung 66: Typische Kraft-Weg-Kurve und Mikroskopbilder bei Rissbildung im Radiusbereich

5.3.2 Gemessene Festigkeiten und Steifigkeiten

Zur Analyse der Festigkeiten wurden die Kraft-Weg-Kurven anhand der Phasen des Versagens unterteilt. Die Maximalwerte der Kraft wurden ausgewertet und anhand des Rissortes gruppiert. Durch Mittelwertbildung über alle Probekörper mit übereinstimmendem Versagensverhalten wurde die Kraft beim Auftreten bestimmter Versagensereignisse ermittelt. Zusätzlich wurden die Steifigkeiten in den Zwischenbereichen der Kraft-Weg-Kurve zwischen den Versagensereignissen ausgewertet. Die Ergebnisse in Tabelle 22 dokumentieren, dass einstufiges Versagen sowie das zweistufige Versagen mit Rissbildung im Steg nur bei Probekörpern aus dem Co-Curing auftritt. Alle im modifizierten Co-Curing hergestellten Probekörper versagen zweistufig mit interlaminarer Rissbildung im Radiusbereich. Dies deutet darauf hin, dass die unterschiedlichen Versagensformen durch Herstellungseinflüsse gefördert werden. Die Rissbildung im Steg bei den im Co-Curing produzierten Probekörpern kann durch die beobachtete Welligkeit im Übergang vom Zwickel zum Steg begünstigt sein oder durch eine geringere Kompaktierung durch das Formwerkzeug im Stegbereich. Wie an den Spitzen im Kraftverlauf sichtbar ist, tritt die Rissbildung im Steg bei 60 % der Maximalkraft der einstufig versagenden Probekörper auf und verursacht einen starken Abfall der Bauteilsteifigkeit. Das folgende, finale Versagen tritt bei 65 % dieser Maximalkraft

auf, wie in Abbildung 65 beispielhaft dargestellt. Die Steifigkeit vor dem Versagen weist nur eine Differenz von etwa 3 % zu der der einstufig versagenden Probekörpern auf, nach der Rissentstehung fällt sie um 73 %. Da nicht ausgeschlossen werden kann, dass das Versagen im Steg durch Herstellungseffekte ausgelöst wird, werden im Folgenden die einstufig versagenden Probekörper als Referenz herangezogen, wengleich deren Anzahl von zwei Probekörpern die Aussagekraft statistischer Auswertungen einschränkt.

Die im modifizierten Co-Curing hergestellten Probekörper besitzen eine um 5 % geringe Steifigkeit vor dem Versagen als die einstufig versagenden, im Co-Curing produzierten Probekörper und eine um 9 % geringere Maximalkraft als diese. Da die Risse in den äußeren Lagen auftreten, verringern sie die Steifigkeit (diese fällt um 18 %) und ertragbare Kraft nicht in gleichem Maße wie Risse im Steg.

Tabelle 22: Ergebnisse der Detailprüfungen

Versagen	Einstufig	Zweistufig	
		In Steg	Interlaminar
Methode	Co-Curing	Co-Curing	Mod. Co-Curing
Probekörperanzahl	2	3	5
Kraft bei Erstversagen (längenspezifisch) in N/mm	-	82,30 ± 14,84	119,00 ± 17,06
Kraft bei finalem Versagen (längenspezifisch) in N/mm	135,50 ± 2,12	87,70 ± 3,79	126,80 ± 8,07
Steifigkeit initial (längenspezifisch) in N/mm ²	15,31 ± 0,75	15,71 ± 0,03	14,50 ± 0,16
Steifigkeit nach erstem Riss (längenspezifisch) in N/mm ²	-	4,24 ± 0,12	11,84 ± 0,81

Insgesamt demonstriert die Probekörperherstellung auf Detailebene, dass das modifizierte Co-Curing auch bei komplexeren Geometrien anwendbar ist und die Herstellung von fehlerarmen Bauteilen möglich ist, wengleich noch Verbesserungen im Prozess zur Senkung des Porengehalts in der Verbindungszone notwendig sind. Die Prüfung der Bauteile im betrachteten Lastfall ergibt im Vergleich zum Co-Curing im untersuchten Lastfall eine nur um 9 % niedrigere ertragbare Maximalkraft, wobei durch Optimierungen im Prozess auch hier eine Steigerung zu erwarten ist.

6 Diskussion und Ausblick

Für eine umfassende Bewertung der Methodik des modifizierten Co-Curing wurden in der vorliegenden Arbeit drei Themenfelder schwerpunktmäßig betrachtet. Das erste Themenfeld umfasst die Charakterisierung der Aushärtereaktion inklusive der Evaluation verschiedener Methoden zur Bestimmung des Aushärtegrads von Laminaten sowie die Ermittlung mechanischer Eigenschaften in verschiedenen Aushärtungszuständen. Die Charakterisierung per DSC auf Basis der Reaktionsenthalpie wurde erfolgreich zur Ermittlung des Zusammenhangs zwischen Aushärtegrad und Prozesszeit genutzt. Wie beschrieben können sowohl Ausmaß als auch Geschwindigkeit der Reaktion durch die Aushärtetemperatur gesteuert werden.

Bei der Festlegung der Aushärtetemperatur für den Schritt der Teilaushärtung muss folglich eine Abwägung zwischen einer schnelleren Reaktion mit größerer Flexibilität hinsichtlich des erreichbaren Aushärtegrads und einer langsameren, leichter zu beherrschenden Reaktion getroffen werden. Eine Absenkung der Aushärtetemperatur von 180 °C auf 120 °C bedeutet im Falle des Injektionsharzes eine Erhöhung der Zeit bis zur Gelierung um 1100 % und eine Verringerung des zu erreichenden Aushärtegrads um 30 %. Unter Einbezug dieser Resultate wurde die Aushärtetemperatur zur Teilaushärtung auf 140 °C festgesetzt. Für das Injektionsharz wurde durch Viskositätsmessung sichergestellt, dass die Viskosität bei dieser Temperatur für den Injektionsprozess ausreichend gering ist.

Die Ermittlung des Aushärtegrads von Laminaten anhand der Restenthalpie wurde aufgrund der zu berücksichtigenden weiteren Einflussfaktoren wie Fasermassengehalt zugunsten einer Ermittlung über die Glasübergangstemperatur T_g verworfen. Mit Hilfe des für das Harzsystem kalibrierten DiBenedetto-Modells ist eine eindeutige Ermittlung des Aushärtegrads aus dem gemessenen T_g möglich. Zusätzlich kann der Verlauf der Aushärtung durch Messung des dielektrischen Verlustfaktors mittels DEA, beispielweise durch Integration von dielektrischen Sensoren in das Aushärtewerkzeug, unter Einsatz des hier vorgestellten Modells überwacht werden. Vergleichende Messungen mit DSC und DEA zeigen eine sehr gute Übereinstimmung.

Durch Einsatz von DSC, DEA und Rheologie konnten somit alle prozessrelevanten Ereignisse und die zugehörigen Zeitpunkte bestimmt werden. Für das eingesetzte

Prepreg ist die Ermittlung von Aushärtegraden allerdings dadurch eingeschränkt, dass das Harzmaterial im Anlieferungszustand bedingt durch den Herstellungsprozess einen unbekanntem Aushärtegrad aufweist. Die ermittelte Gesamtenthalpie ist daher zu niedrig. Anhand der gemessenen Glasübergangstemperatur im Anlieferungszustand ist dieser allerdings charakterisiert, so dass eine Korrektur der hier angegebenen Aushärtegrade mit Hilfe des DiBenedetto-Modells möglich ist, wenn die Glasübergangstemperatur oder Gesamtenthalpie für den unausgehärteten Zustand bekannt sind.

Zur zusätzlichen Absicherung der Bestimmung des Aushärtegrads aus der Glasübergangstemperatur sollte vor einem Einsatz im Produktionsumfeld noch eine quantitative Analyse des Einflusses von realistisch zu erwartenden Feuchtigkeitsgehalten auf den Glasübergang angeschlossen werden.

Die Eigenschaften im teilausgehärteten Zustand wurden an Reinharz- und Laminatproben mit Aushärtungszuständen zwischen Gelierung und vollständiger Aushärtung experimentell überprüft. Die gemessene, beim Injektionsharz um 8 % (im Fall des Prepregs um 10 %) überhöhte, Steifigkeit bereits nach Gelierung bedeutet für die Nutzung von teilausgehärteten Substrukturen, dass bei Raumtemperatur keine Stabilisierung notwendig ist. Bei der Festigkeit ergibt sich ein komplexeres Bild. Einer nur geringen Erhöhung von 10 % bis zur Vollaushärtung beim Injektionsharz steht eine deutliche Zunahme beim Prepreg entgegen. In beiden Fällen zeigt sich eine geringe Bruchdehnung bei niedrigen Aushärtegraden, die mit dem Aushärtegrad ansteigt. Für die Steifigkeit bei hohen Temperaturen geht aus den Messungen ein Abfall um eine Dekade hervor.

Um ein abschließendes Urteil über die Belastbarkeit teilausgehärteter Lamine fällen zu können, sollten diese Prüfungen ausgeweitet werden. Es ist zu untersuchen, ob die Sprödigkeit durch Änderungen am Aushärteprozess, beispielsweise durch Anpassung der Abkühlrate, verringert werden kann, wie für Thermoplaste bereits belegt wurde [155, 156]. Zudem könnte der Wechsel auf andere Prüfverfahren weiteren Aufschluss über das Verhalten des Matrixmaterials im Verbund liefern, wie die in [157] gezeigte Prüfung von mikroskaligen Probekörpern. Nicht zuletzt sollten die mechanischen Eigenschaften von Laminaten verschiedener Aushärtegrade bei Erwärmung in den gummielastischen Zustandsbereich umfassend unter verschiedenen Belastungen charakterisiert werden, um das Verhalten

teilausgehärteter Lamine im zweiten Zyklus des modifizierten Co-Curing verstehen und simulieren zu können. In diesem Zusammenhang ist auch zu ermitteln, wie sich eine Verformung im gummielastischen Zustand auf die Eigenschaften bei Raumtemperatur auswirkt, wie in [111] erläutert. Zusätzlich sollte analysiert werden, ob durch unterschiedliche thermische Ausdehnungskoeffizienten der beiden zu verbindenden Lamine im gummielastischen Zustand (siehe [158]) oder durch Unterschiede im chemischen Schrumpf Eigenspannungen entstehen.

Die Auswirkungen von Feuchtigkeitsexposition vor der Aushärtung wurden in vorherigen Arbeiten für nicht ausgehärtete Epoxidharze untersucht [69-71]. Es ist allerdings zu überprüfen, in wie weit sich die dortigen negativen Ergebnisse auf den teilausgehärteten Zustand nach der Gelierung übertragen lassen, da der Zeitraum vor dem Gelpunkt für Bildung und Transport von Poren entscheidend ist [72, 159]. In den hier durchgeführten Experimenten konnte keine Porenbildung festgestellt werden, eine Überprüfung der mechanischen Eigenschaften im ausgehärteten Zustand würde allerdings weiteren Aufschluss bringen.

Aufbauend auf diesen Erkenntnissen wurde im zweiten Themenfeld eine experimentelle Überprüfung ausgewählter Einflussparameter auf die Verbindungseigenschaften im modifizierten Co-Curing unternommen. Wegen der hohen ermittelten Steifigkeit schon bei niedrigen Aushärtegraden wurden bei der Überprüfung des Einflusses des Aushärtegrads Lamine im Aushärtungszustand zwischen Gelierung und vollständiger Aushärtung analysiert. Die Ergebnisse der Prüfungen zeigen jeweils eine Abnahme der Verbindungseigenschaften mit zunehmender Teilaushärtung, wie sie für andere Herstellprozesse auch in [12, 18] berichtet wurde. Das modifizierte Co-Curing führt bei der kritischen Energiefreisetzungsrates zu einer Veränderung von -11 % bis +3 % beim Autoklavprozess (-27 % bis -33 % beim RTM-Prozess), während das Co-Bonding eine Verringerung um 30 % (32 %) zur Folge hat. Demnach zeigen die im RTM-Verfahren hergestellten Lamine eine deutlicher ausgeprägte Abnahme der Verbindungseigenschaften bei modifiziertem Co-Curing im Vergleich zur Referenzmethode Co-Curing als die im Autoklav hergestellten Prepreg-Lamine. Neben dem höheren Druck im Autoklavprozess, der die Interaktion der Lamine in der Verbindungszone verbessert (allerdings auch die Matrixviskosität erhöht) [49] unterscheiden sich die Lamine auch hinsichtlich des eingesetzten Abreißgewebes und der Modifikatoren, die in der Verbindungszone des Prepregs eingebracht sind.

Die Bruchflächenanalyse zeigt, dass die Abnahme der Verbindungseigenschaften mit einer Verlagerung des Versagens in die Verbindungszone einhergeht und dass mit zunehmender Aushärtung Rückstände und Abdrücke des Abreißgewebes in der Bruchfläche nachgewiesen werden können.

Nach dem Aushärtegrad wurde daher der Einflussfaktor der Oberflächenvorbehandlung untersucht. An den Ergebnissen, die bei identisch im Autoklav hergestellten Laminaten eine Variation der kritischen Energiefreisetzungsrates um 50 % zeigen, lässt sich der Einfluss der Oberflächeneigenschaften ablesen. Zusätzlich wurde ermittelt, dass sich die kritische Energiefreisetzungsrates bei dem in den schlechtesten Verbindungseigenschaften resultierenden Abreißgewebe durch mechanische Oberflächenbehandlung wieder erhöhen lässt. Diese Erkenntnisse zeigen, dass die Oberflächenbeeinflussung durch das Fertigungsmittel einen nicht zu vernachlässigenden Einfluss ausübt. Um die „wahren“ (von Oberflächenkontaminationen unbeeinflussten) Verbindungseigenschaften zu ermitteln, müsste daher ein neues Verfahren zur Probekörperherstellung entwickelt werden. Dies könnte beispielsweise durch Durchführung eines Schältests realisiert werden bei dem eine nicht kontaminierte Bruchfläche entsteht, die anschließend für das modifizierte Co-Curing genutzt wird. Alternativ könnte die Oberfläche auch durch Abfräsen oder durch mechanische Behandlung vorbereitet werden, wobei sichergestellt werden muss, dass dies keine Kontamination verursacht. Aus Sicht der Anwendung ist allerdings eine Berücksichtigung der in der Realität eingesetzten Oberflächenvorbehandlung zielführender. Wie für Klebeverbindungen in [128] dargelegt, können durch eine experimentell optimierte Kombination aus Abreißgewebe und dem eingesetzten Matrixwerkstoff die Verbindungseigenschaften wesentlich verbessert werden.

Keine signifikante Verbesserung konnte dagegen durch eine Haltestufe im gummielastischen Zustand erzielt werden, die eine Diffusion an der Verbindungsfläche vor dem Einsetzen der weiteren Aushärtung fördern sollte.

Die Entwicklung der Oberflächeneigenschaften wurde hinsichtlich der Oberflächenspannung, der Oberflächentopografie und der chemischen Zusammensetzung der Oberfläche charakterisiert. Die per Kontaktwinkelmessung nach dem Modell von Owens-Wendt-Rabel-Kaelble bestimmte Oberflächenspannung zeigt eine geringfügige Zunahme der Oberflächenspannung mit steigender

Teilaushärtung und eine Abnahme bei vollständiger Aushärtung, die nach dem Modell von *Blass et al.* [49] auf Veränderungen in der Übertragung der Kontaminationen durch die höhere Aushärtetemperatur zurückzuführen sein kann. Insgesamt sind die Unterschiede allerdings kaum nachweisbar. Bei dem Vergleich der Oberflächenspannung nach Vorbehandlung mit unterschiedlichen Abreißgeweben und Teflonfolie zeigen sich hingegen signifikante Unterschiede. Der Trend in den Oberflächenspannungen entspricht dem Trend in den kritischen Energiefreisetzungsraten mit Ausnahme des Abreißgewebes PA-60. Die Abweichung für dieses Abreißgewebe könnte auf Übertragung der silikonbasierten Beschichtung zurückzuführen sein, die in dessen chemischer Oberflächenzusammensetzung durch EDX nachgewiesen wurde. In den per Weißlichtinterferometrie gemessenen Oberflächentopografien zeigen sich unterschiedliche Versagensverhalten bei der Entfernung des Abreißgewebes. Das niedrig ausgehärtete, spröde Harz weist in rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen der Oberfläche verstärkt kohäsives Versagen mit einem geringer erhaltenen Abdruck des Abreißgewebes auf. Mit fortschreitender Aushärtung bleibt auch der Abdruck des Abreißgewebes besser erhalten, was sich in einer Zunahme der Rauheit S_z ausdrückt. Diese Veränderung geht einher mit einer Zunahme der Kraft, die zum Entfernen des Abreißgewebes notwendig ist. Für die Überwachung des Oberflächenzustands bietet die Nutzung von Abreißgeweben daher neue Möglichkeiten: Durch Messung der Schälkraft oder der Oberflächentopografie könnte die Eignung teilausgehärteter Lamine für das modifizierte Co-Curing überwacht werden. Hierzu sind allerdings umfassendere Analysen unter Berücksichtigung der Einflüsse von Kontaminationen notwendig. Die chemische Oberflächenzusammensetzung, gemessen per energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX), zeigt auf dem Abreißgewebe PA-60 die zuvor erwähnte Beschichtung anhand von Si-Spuren, ebenso wie für das hier eingesetzte Trennmittel. Auf den untersuchten Laminatoberflächen konnte kein Übertrag von Beschichtungen der Abreißgewebe oder des Trennmittels zweifelsfrei nachgewiesen werden. Hierbei ist zu beachten, dass per EDX keine ausschließliche Messung der Oberfläche möglich ist und dadurch geringe, ausschließlich oberflächlich vorhandene Anteile von Elementen nur eingeschränkt feststellbar sind. Eine zusätzliche Überprüfung durch Röntgenphotoelektronenspektroskopie (XPS) würde bei höherem experimentellem Aufwand eine zielgenauere Analyse der chemischen Zusammensetzung im Oberflächenbereich ermöglichen.

Die Übertragbarkeit der zuvor auf Couponebene durchgeführten Untersuchungen auf ein Bauteil wurde im dritten Themengebiet am Beispiel eines Ausschnitts aus einer schalenförmigen Haut mit einem aufgesetzten Versteifungselement überprüft. Dieses Anwendungsbeispiel ist von besonderem Interesse, da für die beiden Substrukturen unterschiedliche Fertigungsprozesse optimal und aufgrund der großen Ausdehnungen in praktischen Anwendungen aufwendige Werkzeuge erforderlich sind. Zur Herstellung im modifizierten Co-Curing wurde das Hautlaminat im Zyklus A₂ teilausgehärtet, was nach den Untersuchungen in Abschnitt 3.4.2 vergleichbare Steifigkeiten und abhängig von der Belastungsart Festigkeiten von mindestens 60 % relativ zum voll ausgehärteten Zustand bietet und somit ein problemloses Handling ermöglicht. Die beim modifizierten Co-Curing aufgetretenen Poren in der Verbindungszone könnten durch zusätzliche Zwischenkompaktierungsschritte reduziert werden oder durch eine Verkürzung der Diffusionswege [159]. In den mechanischen Prüfungen zeigen sich bei den Referenzprobekörpern zwei unterschiedliche Versagensformen. Eine Gruppe mit geringerer Festigkeit versagt zuerst im Versteifungsprofil und anschließend an der Verbindung zwischen Schale und Versteifungselement, während die ausschließlich an dieser Stelle versagenden Probekörper eine höhere Festigkeit aufweisen. Die im modifizierten Co-Curing hergestellten Probekörper versagen zuerst interlaminar im Radiusbereich des Versteifungsprofils und anschließend in der Verbindung zwischen Schale und Versteifungsprofil. Verglichen mit der Gruppe der einstufig versagenden Referenzprobekörper weisen sie eine um 9 % geringere Maximalkraft im betrachteten Lastfall auf. Für den realen Betrieb eines Bauteils kann die ermittelte Differenz in der hier durchgeführten, eng auf die Verbindungsstelle fokussierten Prüfung irrelevant sein, sofern andere Versagensformen auf Bauteilebene die Festigkeit begrenzen. Insbesondere bei weiterer Optimierung des Fertigungsprozesses zur Reduktion der Porenbildung ist somit eine Produktion von Bauteilen mit vergleichbaren mechanischen Eigenschaften möglich. Zusätzlich wird die Umsetzung von neuen Designelementen wie internen Versteifungen in Integralbauweise möglich.

Aus der Übertragung dieser Ergebnisse auf den Gesamtprozess folgt, dass die Wahl des optimalen Aushärtegrades für Substrukturen, die durch modifiziertes Co-Curing zu einer Gesamtstruktur integriert werden sollen, ein mehrdimensionales Optimierungsproblem ist.

Für das Ziel der Komplexitätsreduktion von Werkzeugen durch Ausnutzen der mechanischen Steifigkeit und Festigkeit der teilausgehärteten Substruktur im glasartigen Zustand ist ein möglichst hoher T_g erforderlich, was einem möglichst hohen Aushärtegrad entspricht. Bei den hier untersuchten Materialien liegt allerdings die Aushärtetemperatur zur Vollaushärtung geringfügig unter dem T_g des vollausgehärteten Matrixwerkstoffs. Wenn im Teilaushärtezyklus bei reduzierter Temperatur eine Aushärtung in solchem Maß erfolgen soll, dass ein Wechsel in den gummielastischen Bereich im zweiten Zyklus vermieden wird, so erfordert dies einerseits einen hohen Aushärtegrad und andererseits ist eine Vitrifikation im ersten Zyklus unumgänglich, was aufgrund des Wechsels zur diffusionsgesteuerten Reaktion eine lange Haltezeit notwendig macht. Dank des bereits gelierten Matrixwerkstoffes könnte allerdings auch bei einem Wechsel in den gummielastischen Bereich im zweiten Aushärtungsschritt eine Stabilisierung mit reduziertem Aufwand, beispielsweise durch einen Blasschlauch, erfolgen.

Hierneben ist die Möglichkeit von Schädigungen des Laminats bei Entfernung des Abreißgewebes oder mechanischen Oberflächenvorbearbeitungen zu beachten, die bei gering ausgeprägten Festigkeiten entstehen können.

Zur Optimierung der Verbindungseigenschaften wiederum ist ein möglichst geringer Aushärtegrad notwendig, wobei der Unterschied in der kritischen Energiefreisetzungsrate durch Variation des Teilaushärtegrads bezogen auf den Referenzwert maximal 13 % bei den Prepreg-Laminaten und 6 % bei den RTM Laminaten beträgt.

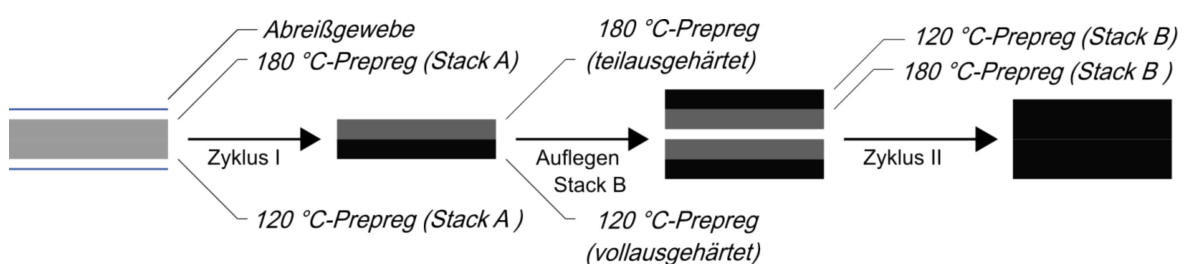


Abbildung 67: Herstellung der Hybridlaminat

Eine weitere Möglichkeit zur Lösung dieses Zielkonflikts ist die Nutzung eines

Verbunds aus Laminaten mit für unterschiedliche Aushärtetemperaturen konzipierten Matrixwerkstoffen. Hierfür wurden Untersuchungen an einem Verbund aus zwei Prepreg-Materialien durchgeführt, wie in Abbildung 67 schematisch skizziert. Das hier beschriebene Prepreg für eine Aushärtung bei 180 °C wurde kombiniert mit einem Prepreg auf Basis des Harzsystems M9.6 (Hexcel Corporation, Stamford) für eine Aushärtung bei 120 °C. Bei dem 120 °C-Zyklus wird das M9.6 vollständig ausgehärtet, während das 180 °C-Prepreg nur eine geringe Aushärtung erfährt. Die in diesem Verfahren hergestellten Lamine zeigen nach der Verbindung im modifizierten Co-Curing eine um 3 % höhere kritische Energiefreisetzungsrate als das Co-Curing des 180 °C-Prepregs, sowohl bei Verbindung zweier bei 120 °C ausgehärteter Hybridlamine als auch bei Verbindung eines bei 120 °C ausgehärteten Laminats mit einem unausgehärteten Verbund [160]. Eine thermische Schädigung des 120 °C-Prepregs wurde in thermogravimetrischen Analysen nicht festgestellt.

Somit entsteht bei kurzer Zyklusdauer ein Laminat, das zum Teil schon vollständig ausgehärtet ist und entsprechende mechanische Eigenschaften aufweist und zum anderen Teil erst geringfügig ausgehärtet ist und die Herstellung einer Verbindung durch gemeinsame Aushärtung im folgenden Zyklus erlaubt. Für Hochtemperatur-Anwendungen ist allerdings die verringerte Glasübergangstemperatur eines Teils des Laminats zu beachten.

Zusammenfassend wurden in der vorliegenden Arbeit grundlegende Erkenntnisse zu den Themengebieten Charakterisierung der Aushärtung und mechanischer Eigenschaften sowie Bestimmung der Verbindungseigenschaften unter Variation der Einflussfaktoren Aushärtegrad und Oberflächenzustand erlangt. Die gefundenen Wechselwirkungen sind in Abbildung 68 visualisiert. In den einzelnen Bereichen wurden außerdem Zielbereiche für weitergehende Untersuchungen identifiziert und Lösungsansätze aufgezeigt. Die gewonnenen Erkenntnisse wurden auf Detailebene angewandt zur Herstellung eines Ausschnitts einer Verbindung von einem Versteifungselement mit einer Schale im modifizierten Co-Curing. Die folgenden mechanischen Prüfungen zeigen die Umsetzbarkeit und das Potenzial des Konzepts des modifizierten Co-Curings.

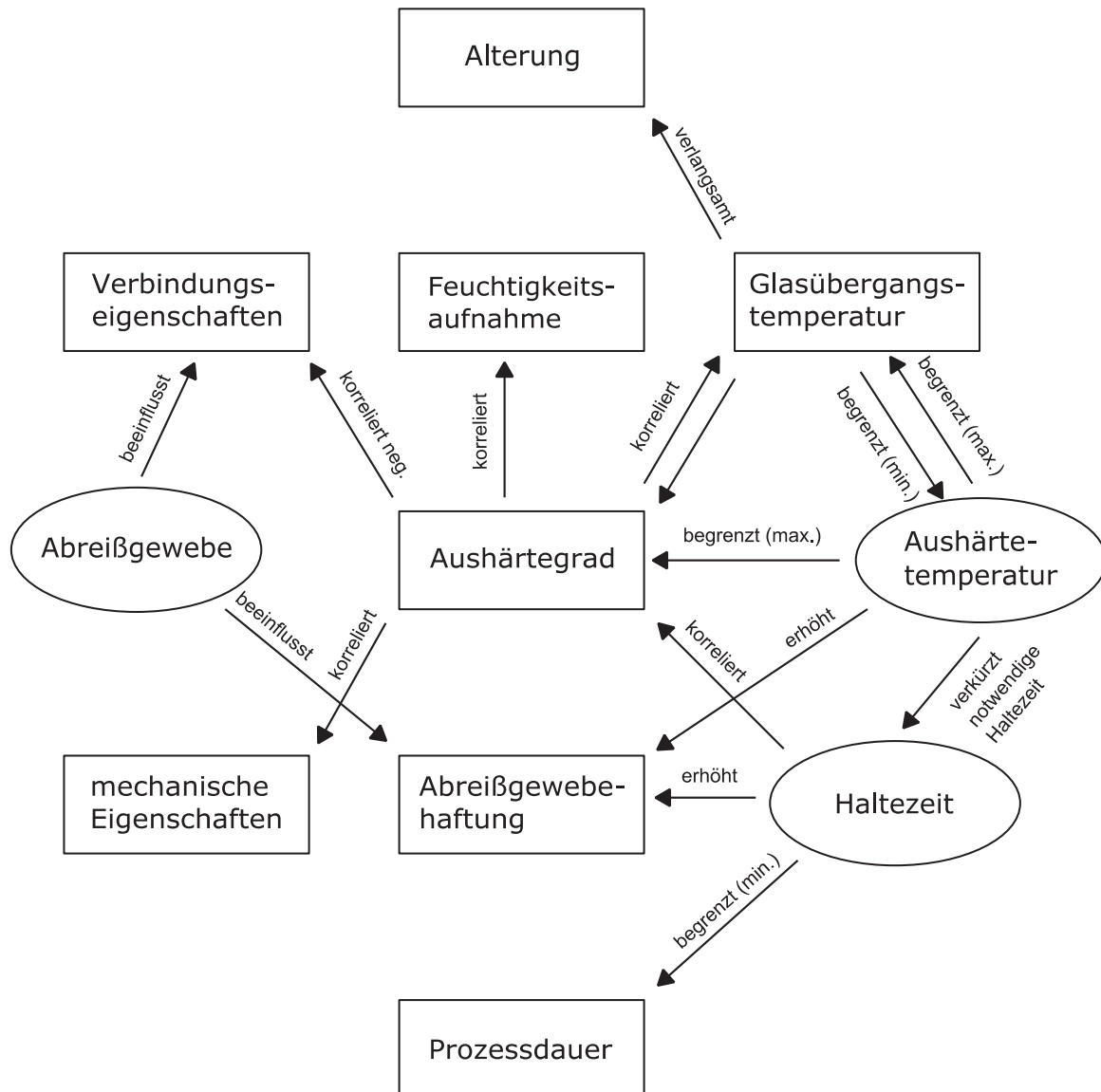


Abbildung 68: Schematische Darstellung der Interdependenzen

7 Zusammenfassung

Eine Herausforderung für die weitere Verbreitung von endlosfaserverstärkten Polymerwerkstoffen sind die Herstellkosten, die durch aufwendige Aushärtungs- oder Integrationsschritte entstehen. In der vorliegenden Arbeit wurden die Eigenschaften und Grenzen einer Herstellungsmethode analysiert, die durch die Verbindung teilausgehärteter Strukturen mittels gemeinsamer Aushärtung den Aufwand für Aushärtung und Verbindung reduzieren soll. Die Untersuchungen wurden an einem duromeren Prepreg mit unidirektionaler Kohlenstoffaserverstärkung und an einem Verbund aus Injektionsharz und biaxial aufgebautem Gelege aus Kohlenstoffasern durchgeführt.

Bei der Charakterisierung der Aushärtung zeigt sich der dominierende Einfluss der Aushärtetemperatur auf den Reaktionsverlauf. Je höher die Temperatur, desto schneller werden die prozessrelevanten Zeitpunkte der Gelierung und Verglasung erreicht und desto höher ist der erreichte Aushärtegrad. Allerdings ergeben sich durch die schnelle Reaktion bei höheren Temperaturen Probleme für die Realisation eines zuvor definierten Aushärtegrads. Vor diesem Hintergrund wurde 140 °C als Temperatur für die Teilaushärtung gewählt. Bei der Überwachung des Reaktionsverlaufs untermauert die gute Übereinstimmung der Messungen mit DSC und DEA das Potenzial der DEA für die Prozessüberwachung im Werkzeug. Zur Bestimmung des Aushärtegrads an ausgehärteten Laminaten wurde das DiBenedetto-Modell für beide Materialien kalibriert, welches eine Berechnung des Aushärtegrads aus der Glasübergangstemperatur erlaubt.

Die Entwicklung der mechanischen Eigenschaften im Verlauf der Aushärtung wurde durch mechanische Prüfungen auf Reinharz- und Laminalebene charakterisiert. Die Reinharzprüfungen des Injektionsharzes zeigen eine um 8 % überhöhte Steifigkeit direkt nach Gelierung, die zur vollständigen Aushärtung hin abnimmt. Die Zugfestigkeit ist direkt nach der Gelierung 10 % unter dem Niveau der vollausgehärteten Probekörper. Bei höheren Aushärtegraden ist sie vergleichbar. Die Bruchdehnung und die kritische Energiefreisetzungsrate nehmen mit dem Aushärtegrad zu. In den Prüfungen auf Ebene unidirektionaler Lamine des Prepregs äußert sich ebenfalls eine leichte Überhöhung der Steifigkeit direkt nach der Gelierung, sowie eine Zunahme der Bruchdehnung mit zunehmender Aushärtung. Die Zugfestigkeit R_{\perp}^{\dagger} zeigt einen Anstieg und die Ausbildung eines

plastischen Bereiches mit zunehmender Aushärtung. Dies weist darauf hin, dass die infolge der Dehnungsüberhöhung nicht ausreichende Bruchdehnung der Matrix die Festigkeit des Verbunds bei niedriger Aushärtung begrenzt. Bei der weniger matrixdominierten Biegeprüfung ergibt sich ein Unterschied der Festigkeit nur für geringe Aushärtegrade.

Zur Ermittlung der Verbindungseigenschaften wurden Lamine aus den zwei Werkstoffen mit verschiedenen Aushärtegraden im Bereich zwischen Gelpunkt und vollständiger Aushärtung im modifizierten Co-Curing verarbeitet. Bei beiden Materialsystemen ist eine Abnahme der Verbindungseigenschaften mit zunehmender Teilaushärtung erkennbar, wobei die gemessenen Kennwerte im modifizierten Co-Curing im Vergleich zu denen im Co-Bonding mindestens gleichwertig sind. Bei den im Autoklav prozessierten Prepreg-Laminen liegt die Abnahme der kritischen interlaminaren Energiefreisetzungsrates unter Mode I-Belastung beim modifizierten Co-Curing bei maximal 11 % (interlaminare Scherfestigkeit ILSS: 5 %) verglichen mit dem im Co-Curing hergestellten Referenzlaminat, während beim Co-Bonding die Abnahme 30 % (ILSS: 21 %) beträgt. Bei den im RTM-Verfahren verarbeiteten Laminen liegt der beste Wert des modifizierten Co-Curings 27 % niedriger als der der Referenz, die schlechteren Konfigurationen sind mit einer Reduktion von 32 % vergleichbar mit dem Co-Bonding. Die Bruchflächen zeigen bei beiden Materialien eine Verlagerung des Versagens von der Faser-Matrix-Grenzfläche beim Co-Curing hin zu einem partiellen Versagen in der Verbindungszone mit zunehmender Teilaushärtung.

Der Vergleich identisch hergestellter Lamine mit unterschiedlichen Oberflächenvorbehandlungen belegt einen erheblichen Einfluss des Oberflächenzustands auf die Verbindungseigenschaften. Infolge einer Variation des Abreißgewebes im Teilaushärtezyklus verringert sich die kritische Energiefreisetzungsrates um 25 %, bei Verwendung von glatter PTFE-Folie um 52 %. Bei Verwendung des schlechtesten Abreißgewebes können die Verbindungseigenschaften durch Abschleifen der Oberfläche wiederum um 13 % erhöht werden, was die Relevanz der Oberflächenbeeinflussung durch das Abreißgewebe darlegt.

In Kontaktwinkelmessungen resultiert aus den verschiedenen Abreißgeweben ein signifikanter Unterschied in der Oberflächenspannung, nicht allerdings aus

unterschiedlichen Aushärtegraden. Der Trend in den Oberflächenspannungen entspricht jeweils dem Trend in den gemessenen Verbindungseigenschaften, mit Ausnahme eines Abreißgewebes. Auf diesem wurden mittels energiedispersiver Röntgenspektroskopie Spuren einer silikonbasierten Beschichtung gefunden, bei den restlichen Abreißgeweben sowie auf den Laminatoberflächen war ein Nachweis nicht möglich. In den per Weißlichtinterferometrie ermittelten Oberflächentopografien ist ein Unterschied in Rauheit und Form der Oberfläche nach Entfernung des Abreißgewebes erkennbar, der mit einer Veränderung im Versagensverhalten des Harzes infolge der Entwicklung der mechanischen Eigenschaften erklärt werden kann.

Aufbauend auf den gewonnenen Erkenntnissen wurde die Anwendbarkeit des modifizierten Co-Curings am Beispiel einer für Halbschalenbauweisen typischen Verbindung evaluiert. Die Probekörper bilden einen Ausschnitt aus einer Schale mit aufgesetztem Versteifungsprofil ab, wobei die Verbindung zwischen Schale und Versteifungsprofil durch modifiziertes Co-Curing realisiert wurde. Die Prüfung unter Zugbelastung orthogonal zur Schalenrichtung ergibt für die im modifizierten Co-Curing hergestellten Probekörper eine um 9 % geringere Maximalkraft als für die im Co-Curing hergestellten Probekörper. Hierdurch lässt sich demonstrieren, dass das modifizierte Co-Curing auch auf Bauteilebene umsetzbar und zur Produktion von Bauteilen mit geringen Abschlägen in den mechanischen Eigenschaften nutzbar ist. Folglich werden nicht nur eine kostenoptimierte Bauteilherstellung unter Kombinationen verschiedener Prozesse ermöglicht, sondern auch neue Freiheiten für die Konstruktion durch Nutzung interner Versteifungselemente in Integralbauweise eröffnet.

Anhang

Anhang A.1: Probekörpergeometrien (alle Maße in mm)

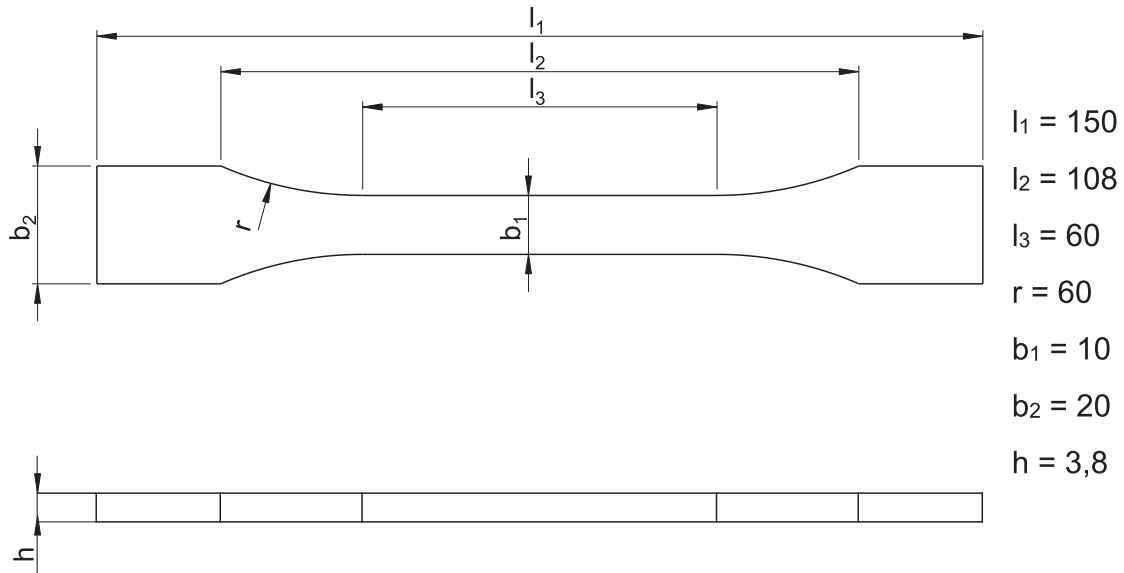


Abbildung 69: Zug-Probekörper nach DIN EN ISO 527-2

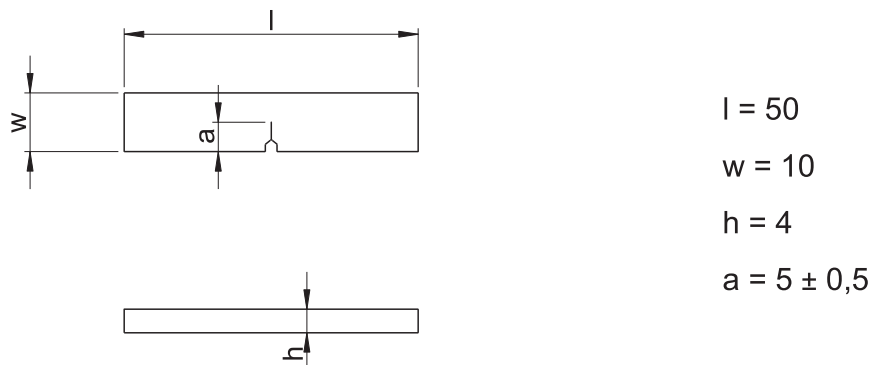


Abbildung 70: Single End Notched Bending-Probekörper nach ISO 13586

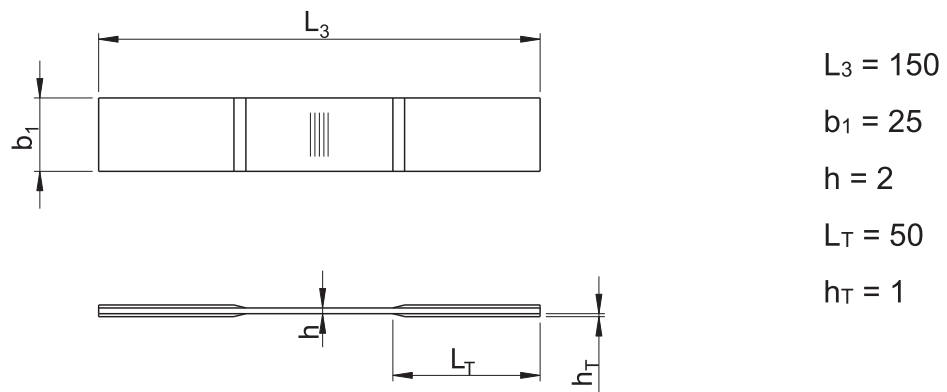


Abbildung 71: Zugprobekörper nach DIN EN ISO 527-5

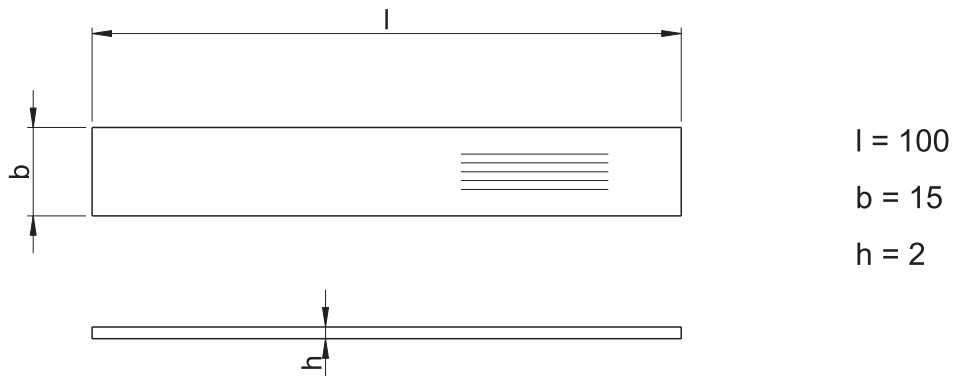


Abbildung 72: Biegeprobekörper nach DIN EN ISO 14125

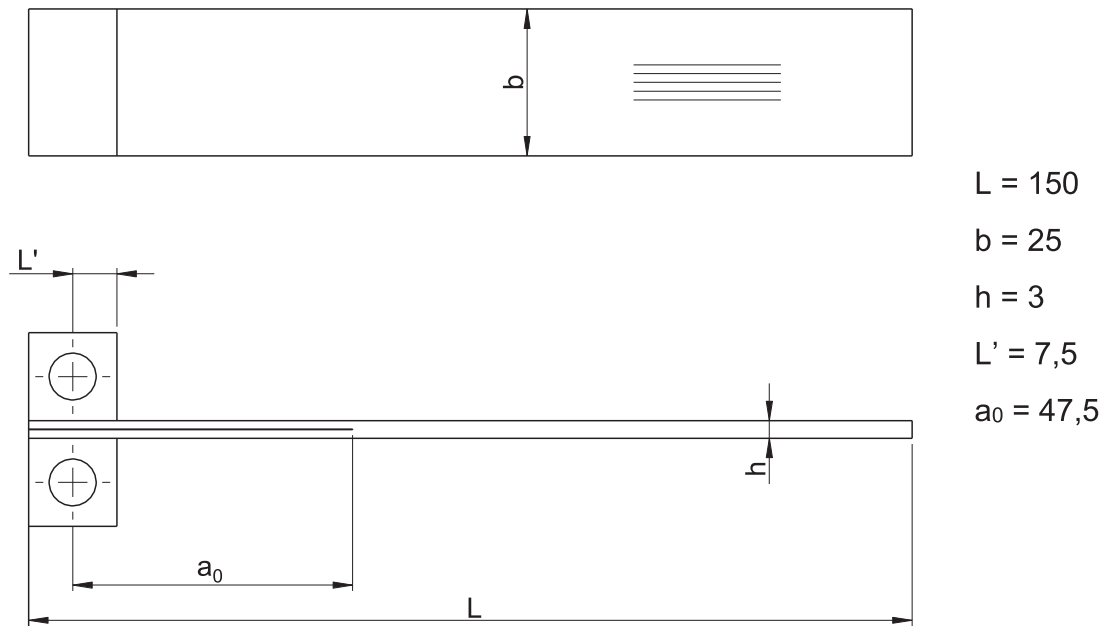


Abbildung 73: Double Cantilever Beam-Proben nach ASTM S5528



Abbildung 74: Kurzbiegeproben nach DIN EN ISO 14130

Quellen

- [1] Schürmann, H.: Konstruieren mit Faser-Kunststoff-Verbunden. 2. Auflage, Berlin: Springer, 2007
- [2] Witten, E.; Sauer, M.; Kühnel, M.: Composites Marktbericht 2018. Marktentwicklungen, 2018
- [3] Airbus Helicopters unveils new H160 medium-class rotorcraft. Composites World, 2015
- [4] Breuer, U.: Commercial Aircraft Composite Technology 2016. Cham: Springer International Publishing AG, 2016
- [5] Baker, A. A.; Scott, M. L. (Hrsg.): Composite materials for aircraft structures. 3. Auflage, Reston: AIAA Inc., 2016
- [6] Gude, M. et al.: Perspektiven des Leichtbaus im Technologiewandel. In: Gude, M. et al. (Hrsg.): Ressourceneffizienter Leichtbau für die Mobilität. FOREL Studie. Dresden, 2018, S. 7–25
- [7] Gude, M. et al.: Werkstoffeinsatz und Fertigungstechnologien. In: Gude, M. et al. (Hrsg.): Chancen und Herausforderungen im ressourceneffizienten Leichtbau für die Elektromobilität. FOREL Studie. Dresden, 2015, S. 11–29
- [8] Breuer, U.: Commercial Composite Aircraft Technology. unveröffentlichtes Vorlesungsskript, Kaiserslautern, Technische Universität, 2017
- [9] Marsh, G.: Composites consolidate in commercial aviation. Reinforced Plastics 60 (2016), Heft 5, S. 302–305
- [10] Neitzel, M.; Mitschang, P.; Breuer, U.: Handbuch Verbundwerkstoffe. 2. Auflage, München: Hanser, 2014
- [11] Industrievereinigung Verstärkte Kunststoffe e.V. (Hrsg.): Handbuch Faserverbundkunststoffe. Grundlagen, Verarbeitung, Anwendungen. 4. Auflage, Wiesbaden: Springer Vieweg, 2014
- [12] Kaps, R.: Kombinierte Prepreg- und Infusionstechnologie für integrale Faserverbundstrukturen. Dissertation, Braunschweig, DLR-Forschungsbericht 2010-34, 2010
- [13] Lengsfeld, H.: Faserverbundwerkstoffe. Prepregs und ihre Verarbeitung. München: Hanser, 2015
- [14] Gilliot, A.: Matrix Influence on the Impact Tolerance of Carbon Composites made of Non-crimp Fabric. Dissertation, Magdeburg, DLR Forschungsbericht 2010-03, 2010
- [15] DIN EN ISO 13473-1:2001-11 - Verstärkungen - Spezifikation für Multiaxialgelege - Teil 1: Bezeichnung

- [16] Brauner, C.; Bauer, S.; Herrmann, A. S.: Analysing process-induced deformation and stresses using a simulated manufacturing process for composite multispar flaps. *Journal of Composite Materials* 49 (2015), Heft 4, S. 387–402
- [17] Gardiner, G.: Reducing manufacturing cost via RTM. *Composites World*, 2015
- [18] Moosburger-Will, J. et al.: Joining of carbon fiber reinforced polymer laminates by a novel partial cross-linking process. *Journal of Applied Polymer Science* 132 (2015), Heft 27, S. 42159
- [19] Studer, J.; Dransfeld, C.; Masania, K.: An analytical model for B-stage joining and co-curing of carbon fibre epoxy composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 87 (2016), S. 282–289
- [20] Budhe, S. et al.: An updated review of adhesively bonded joints in composite materials. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 72 (2017), S. 30-42
- [21] Russell, J.: Advanced Composite Cargo Aircraft proves large structure practicality. *Composites World*, 2009
- [22] Habenicht, G.: *Kleben. Grundlagen, Technologien, Anwendungen*. 6. Auflage, Berlin: Springer, 2009
- [23] *Composite Materials Handbook -17. Volume 3 - Polymer Matrix Composites - Materials Usage, Design, and Analysis: Society of Automotive Engineers Inc*, 2012
- [24] AC 20-107B - Composite Aircraft Structure
- [25] Piehl, M. J. et al.: Efficient certification of bonded primary structure. In: *SAMPE North America: SAMPE 2013 Proceedings. Education & green sky—materials technology for a better world*, Long Beach (USA), 2013, S. 649-658
- [26] Kruse, T. et al.: Bonding of CFRP primary aerospace structures – discussion of the certification boundary conditions and related technology fields addressing the needs for development. In: *ECCM16 Proceedings. 16th European Conference on Composite Materials*, Sevilla (Spanien), 2014
- [27] Holtmannspötter, J.: How surfaces of carbon fiber reinforced plastics with thermoset matrices need to be treated for structural adhesive bonding. *The Journal of Adhesion* (2018), S. 1–16
- [28] Fink, A.; Camanho, P. P.: Reinforcement of composite bolted joints by means of local metal hybridization. In: *Camanho, P. P.; Tong, L. (Hrsg.): Composite Joints and Connections. Principles, modelling and testing*. Oxford: Woodhead, 2016, S. 3–34
- [29] Song, M.-G. et al.: Effect of manufacturing methods on the shear strength of composite single-lap bonded joints. *Composite Structures* 92 (2010), Heft 9, S. 2194–2202

- [30] Lathrop, P. K.: Effect of variations to a co-bonding process on bond strength. In: SAMPE North America: SAMPE 2000 Proceedings. Bridging the centuries with SAMPE's materials and processes technology, Long Beach (USA), 2000, S. 802–808
- [31] Trigo, J.: Use of resin transfer moulding and cobonding technologies in integrated CFRP interface rings. In: Fletcher, K.: Proceedings of the European Conference on Spacecraft Structures, Materials & Mechanical Testing 2005. Noordwijk (Niederlande): ESA Publications Div, 2005
- [32] Sherrick, G. O.; Susnik, R. A.: Process for Bonding Staged Composites with a Cobonded Staged Adhesive and Article. B32B5/12, 1989
- [33] Linke, M. et al.: Experimental and numerical investigation into co-bonded patch repairs for structural composites additionally reinforced with high performance multifilament yarn. In: ICCM20 Proceedings. 20th International Conference on Composite Materials, Copenhagen (Dänemark), 2015
- [34] Marsh, G.: Airbus A350 XWB update. Reinforced Plastics 54 (2010), Heft 6, S. 20–24
- [35] Grote, M.: Das zellulare Formwerkzeug. Dissertation, Braunschweig, Technische Universität, DLR-Forschungsbericht 2017-25, 2017
- [36] Di Frata, C. et al.: Approach to Optimizing a Combined Out-of-Autoclave (OOA) Prepreg/Liquid Composite Molding (LCM) Process for Integrated Structures. SAMPE journal 48 (2012), Heft 5, S. 40–46
- [37] Ma, X. et al.: Manufacture and characterization of carbon fiber composite stiffened skin by resin film infusion/prepreg co-curing process. Journal of Reinforced Plastics and Composites 33 (2014), Heft 17, S. 1559–1573
- [38] Kim, K.-S. et al.: Failure mode and strength of uni-directional composite single lap bonded joints with different bonding methods. Composite Structures 72 (2006), Heft 4, S. 477–485
- [39] Mohan, J.; Ivanković, A.; Murphy, N.: Mixed-mode fracture toughness of co-cured and secondary bonded composite joints. Engineering Fracture Mechanics 134 (2015), S. 148–167
- [40] Mohan, J.; Ivanković, A.; Murphy, N.: Effect of prepreg storage humidity on the mixed-mode fracture toughness of a co-cured composite joint. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 45 (2013), S. 23–34
- [41] Brito, C. B. et al.: Mode I Interlaminar Fracture Toughness Analysis of Co-Bonded and Secondary Bonded Carbon Fiber Reinforced Composites Joints. Materials Research 20 (2017), Heft 2, S. 873–882
- [42] Clay, S.; Pommer, A.: Co-Bonded Composite Joints Using Through Thickness Z-Fiber™ Stubble. In: 47th AIAA/ASME/ASCE/AHS/ASC Structures, Structural Dynamics, and Materials Conference, Rhode Island (USA), 2006

- [43] Awaja, F. et al.: Adhesion of polymers. *Progress in Polymer Science* 34 (2009), Heft 9, S. 948–968
- [44] Baldan, A.: Adhesion phenomena in bonded joints. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 38 (2012), S. 95–116
- [45] Brockmann, W. et al.: *Klebtechnik*. Weinheim: Wiley-VCH, 2005
- [46] Achereiner, F.: Verbesserung von Adhäsionseigenschaften verschiedener Polymerwerkstoffe durch Gasphasenfluorierung. Dissertation, Erlangen-Nürnberg, Universität, Technische Fakultät, 2009
- [47] Voyutskii, S. S.: *Autohesion and Adhesion of High Polymers*. New York: Interscience Publishers, 1963
- [48] Awaja, F.: Autohesion of polymers. *Polymer* 97 (2016), S. 387–407
- [49] Blass, D.; Hartwig, S.; Dilger, K.: A qualitative, process-parameter-based model for the release agent transfer during CFRP-part production: an approach to increase the initial bondability. *Applied Adhesion Science* 5 (2017), Heft 16, S. 1–14
- [50] Ehrenstein, G. W.: *Polymer-Werkstoffe. Struktur ; Eigenschaften ; Anwendung*. 3. Auflage, München: Hanser, 2011
- [51] Lambient Technologies LLC: *Basics Of Thermoset Cure And Dielectric Measurements*. Application Note 2.02, 2017 - Firmenschrift
- [52] Baran, I. et al.: A Review on the Mechanical Modeling of Composite Manufacturing Processes. *Archives of Computational Methods in Engineering* 24 (2017), Heft 2, S. 365–395
- [53] Harsch, M.: Methoden und Ansätze zur spannungsarmen Vernetzung von Epoxidharzen. Dissertation, Kaiserslautern, IVW-Schriftenreihe Band 76, 2008
- [54] Sia, T. F. et al.: Glass transition and viscoelastic behaviour of partially cured composites. *Composite Structures* 57 (2002), Heft1–4, S. 489–493
- [55] Wacker, M.; Trawiel, P.; Ehrenstein, G. W.: *Härtung von Reaktionsharzen. Time-Temperature-Transition-Diagramm*, Erlangen, 2017
- [56] Pascault, J. P. et al.: *Thermosetting polymers*. New York: Marcel Dekker Inc., 2002
- [57] Rahul, R.; Kitey, R.: Effect of cross-linking on dynamic mechanical and fracture behavior of epoxy variants. *Composites Part B: Engineering* 85 (2016), S. 336–342
- [58] Venditti, R. A.; Gillham, J. K.: Anomalous behavior of thermosetting systems after cure vs. chemical conversion. A normalized conversion–temperature–property diagram. *Journal of Applied Polymer Science* 56 (1995), Heft 13, S. 1687–1705

- [59] Ramsdale-Capper, R.; Foreman, J. P.: Internal antiplasticisation in highly crosslinked amine cured multifunctional epoxy resins. *Polymer* 146 (2018), S. 321–330
- [60] Magniez, K.; Vijayan, A.; Finn, N.: Apparent volumetric shrinkage study of RTM6 resin during the curing process and its effect on the residual stresses in a composite. *Polymer Engineering & Science* 52 (2012), Heft 2, S. 346-351
- [61] Vakil, U. M.; Martin, G. C.: Yield and fracture behaviour of cross-linked epoxies. *Journal of Materials Science* 28 (1993), Heft 16, S. 4442–4450
- [62] Plangsangmas, L.; Mecholsky, J. J.; Brennan, A. B.: Determination of fracture toughness of epoxy using fractography. *Journal of Applied Polymer Science* 72 (1999), Heft 2, S. 257–268
- [63] Levita, G. et al.: Crosslink density and fracture toughness of epoxy resins. *Journal of Materials Science* 26 (1991), Heft 9, S. 2348–2352
- [64] Gupta, V. B. et al.: The temperature-dependence of some mechanical properties of a cured epoxy resin system. *Polymer Engineering and Science* 25 (1985), Heft 13, S. 812–823
- [65] Min, B.-G.; Hodgkin, J. H.; Stachurski, Z. H.: The dependence of fracture properties on cure temperature in a DGEBA/DDS epoxy system. *Journal of Applied Polymer Science* 48 (1993), Heft 7, S. 1303–1312
- [66] Enns, J. B.; Gillham, J. K.: Effect of the extent of cure on the modulus, glass transition, water absorptio, and density of an amine-cured epoxy. *Journal of Applied Polymer Science* 28 (1983), Heft 9, S. 2831–2846
- [67] Aronhime, M. T. et al.: Effect of time-temperature path of cure on the water absorption of high Tg epoxy resins. *Journal of Applied Polymer Science* 32 (1986), Heft 2, S. 3589–3626
- [68] Wang, X.; Gillham, J. K.: TG–Temperature property (TgTP) diagram for thermosetting systems: Anomalous behavior of physical properties vs. extent of cure. *Journal of Applied Polymer Science* 47 (1993), Heft 3, S. 425–446
- [69] Reimers J.; Ziegmann, G.: Moisture absorption of an amine curing agent and the influence on the properties of cured epoxy resins. *Journal of Plastics Technolgy* 8 (2012), Heft 2, S. 75–90
- [70] Sanjana, Z. N.; Schaefer, W. H.; Ray, J. R.: Effect of aging and moisture on the reactivity of a graphite epoxy prepreg. *Polymer Engineering & Science* 21 (1981), Heft 8, S. 474–482
- [71] Stark, E. B. et al.: Moisture effects during cure of high-performance epoxy matrices. *Journal of Applied Polymer Science* 30 (1985), Heft 4, S. 1717-1731

- [72] Grunenfelder, L. K.; Nutt, S. R.: Void formation in composite prepregs – Effect of dissolved moisture. *Composites Science and Technology* 70 (2010), Heft 16, S. 2304–2309
- [73] DIN EN ISO 1183-1:2013-04 - Kunststoffe - Verfahren zur Bestimmung der Dichte von nicht verschäumten Kunststoffen - Teil 1: Eintauchverfahren, Verfahren mit Flüssigkeitspyknometer und Titrationsverfahren
- [74] Lee, J. K.; Gillham, J. K.: Evolution of properties with increasing cure of a thermosetting epoxy/aromatic amine system: Physical ageing. *Journal of Applied Polymer Science* 90 (2003), Heft 10, S. 2665–2675
- [75] Lin, Y. G.; Sautereau, H.; Pascault, J. P.: Epoxy network structure effect on physical aging behavior. *Journal of Applied Polymer Science* 32 (1986), Heft 4, S. 4595–4605
- [76] Moosburger-Will, J.; Greisel, M.; Horn, S.: Physical aging of partially crosslinked RTM6 epoxy resin. *Journal of Applied Polymer Science* 131 (2014), Heft 23, S. 41121
- [77] Odegard, G. M.; Bandyopadhyay, A.: Physical aging of epoxy polymers and their composites. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics* 49 (2011), Heft 24, S. 1695–1716
- [78] White, S. R.; Kim, Y. K.: Staged curing of composite materials. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 27 (1996), Heft 3, S. 219–227
- [79] Hunt, C.; Kratz, J.; Partridge, I. K.: Cure path dependency of mode I fracture toughness in thermoplastic particle interleaved toughened prepreg laminates. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 87 (2016), S. 109-114
- [80] Timm, D. C. et al.: Thermoset resin microstructure by gel-permeation chromatography: an anhydride-cured epoxy. *Journal of Chromatography A* 316 (1984), S. 343–358
- [81] Riesen, R.: Wahl der Basislinien, Gießen: Mettler-Toledo GmbH, 2007 - Firmenschrift
- [82] Mettler-Toledo GmbH: TOPEM® - the new advanced multi-frequency TMDSC technique, Schwerzenbach: Mettler-Toledo GmbH, 2005 - Firmenschrift
- [83] Hutchinson, J. M. et al.: Isothermal and non-isothermal cure of a tri-functional epoxy resin (TGAP): A stochastic TMDSC study. *Thermochimica Acta* 529 (2012), S. 14–21
- [84] Fraga, I.; Montserrat, S.; Hutchinson, J. M.: Vitrification during the Isothermal Cure of Thermosets: Comparison of Theoretical Simulations with Temperature-Modulated DSC and Dielectric Analysis. *Macromolecular Chemistry and Physics* 209 (2008), Heft 19, S. 2003–2011

- [85] Moosburger-Will, J. et al.: Influence of partial cross-linking degree on basic physical properties of RTM6 epoxy resin. *Journal of Applied Polymer Science* 130 (2013), Heft 6, S. 4338–4346
- [86] Höhne, G.; Hemminger, W.; Flammersheim, H.-J.: *Differential scanning calorimetry*. 2. Auflage, Heidelberg, New York: Springer, 2010
- [87] Gotro, J.; Yandrasits, M.: Simultaneous dielectric and dynamic mechanical analysis of thermosetting polymers. *Polymer Engineering and Science* 29 (1989), Heft 5, S. 278–284
- [88] Lambient Technologies LLC: *Measuring Degree of Cure with DEA*. Application Note 2.11, 2017 - Firmenschrift
- [89] Hardis, R. et al.: Cure kinetics characterization and monitoring of an epoxy resin using DSC, Raman spectroscopy, and DEA. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 49 (2013), S. 100–108
- [90] Eggers, A. et al.: Correlation of the Cure Degree of an Epoxy Resin with the Dielectric Properties. In: *Proceedings of the 21st International Conference on Composite Materials ICCM-21, Xi'An (China), 2017*
- [91] McIlhagger, A.; Brown, D.; Hill, B.: The development of a dielectric system for the on-line cure monitoring of the resin transfer moulding process. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 31 (2000), Heft 12, S. 1373–1381
- [92] Maistros, G. M.; Partridge, I. K.: Dielectric monitoring of cure in a commercial carbon-fibre composite. *Composites Science and Technology* 53 (1995), Heft 4, S. 355–359
- [93] Boiteux, G. et al.: Dielectric and viscoelastic studies of curing epoxy-amine model systems. *Polymer Bulletin* 30 (1993), Heft 4, S. 441–447
- [94] Kranbuehl, D. et al.: *In Situ Monitoring of Polymer Processing Properties*. *Polymers for Advanced Technologies* 8 (1997), Heft 2, S. 93–99
- [95] Mezger, T.: *Das Rheologie Handbuch. Für Anwender von Rotations- und Oszillations-Rheometern*. 5. Auflage, Hannover: Vincentz Network, 2016
- [96] Demleitner, M.: *Dielectric Analysis for Thermoset Cure Monitoring in the Resin Transfer Moulding Process*, Bayreuth, Universität, Polymer Engineering, 2016
- [97] Causse, N. et al.: Polymerization study and rheological behavior of a RTM6 epoxy resin system during preprocessing step. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry* 119 (2015), Heft 1, S. 329–336
- [98] Struzziero, G.; Skordos, A. A.: Multi-objective optimisation of the cure of thick components. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 93 (2017), S. 126–136

- [99] Karkanias, P. I.; Partridge, I. K.: Cure modeling and monitoring of epoxy/amine resin systems. I. Cure kinetics modeling. *Journal of Applied Polymer Science* 77 (2000), Heft 7, S. 1419–1431
- [100] Browning, C. E.: The mechanisms of elevated temperature property losses in high performance structural epoxy resin matrix materials after exposures to high humidity environments. *Polymer Engineering and Science* 18 (1978), Heft 1, S. 16–24
- [101] McKague, E. L.; Reynolds, J. D.; Halkias, J. E.: Swelling and glass transition relations for epoxy matrix material in humid environments. *Journal of Applied Polymer Science* 22 (1978), Heft 6, S. 1643–1654
- [102] Zhou, J.; Lucas, J. P.: Hygrothermal effects of epoxy resin. Part II. Variations of glass transition temperature. *Polymer* 40 (1999), Heft 20, S. 5513–5522
- [103] Blackburn, B. P. et al.: Effects of hygrothermal conditioning on epoxy adhesives used in FRP composites. *Construction and Building Materials* 96 (2015), S. 679–689
- [104] Pascault, J. P.; Williams, R. J. J.: Relationships between glass transition temperature and conversion. *Polymer Bulletin* 24 (1990), Heft 1, S. 115–121
- [105] DiBenedetto, A. T.: Prediction of the glass transition temperature of polymers: A model based on the principle of corresponding states. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics* 25 (1987), Heft 9, S. 1949–1969
- [106] Nielsen, L. E.: Cross-Linking–Effect on Physical Properties of Polymers. *Journal of Macromolecular Science, Part C* 3 (1969), Heft 1, S. 69–103
- [107] DIN EN ISO 527-2:2012-06 - Kunststoffe - Bestimmung der Zugeigenschaften - Teil 2: Prüfbedingungen für Form- und Extrusionsmassen
- [108] Hexcel Corporation: HexFlow® RTM6-2 Product Data, 2015 - Firmenschrift
- [109] Walter, H.: Morphologie-Zähigkeits-Korrelationen von modifizierten Epoxidharzsystemen mittels bruchmechanischer Prüfmethode an Miniaturprüfkörpern. Dissertation, Halle-Wittenberg, Martin-Luther-Universität, 2003
- [110] DIN EN ISO 14125:2011-05 - Faserverstärkte Kunststoffe - Bestimmung der Biegeeigenschaften
- [111] Schmidt, J.: Shape Adjustment Process for Epoxy Composites During Post Cure. In: SAMPE North America: SAMPE 2016 Proceedings, Long Beach (USA), 2016
- [112] D5528-13 - Test Method for Mode I Interlaminar Fracture Toughness of Unidirectional Fiber-Reinforced Polymer Matrix Composites
- [113] Wetzel, M. et al.: Sensitivity of double cantilever beam test to surface contamination and surface pretreatment. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 46 (2013), S. 114–121

- [114] Bardis, J.; Kedward, K. T.: Surface Preparation Effects on Mode I Testing of Adhesively Bonded Composite Joints. *Journal of Composites Technology and Research* 24 (2002), Heft 1, S. 30–37
- [115] Merzkirch, M.; Ahure Powell, L.; Foecke, T.: Measurements of Mode I Interlaminar Properties of Carbon Fiber Reinforced Polymers Using Digital Image Correlation. *Key Engineering Materials* 742 (2017), S. 652–659
- [116] DIN EN ISO 14130:1998-02 - Faserverstärkte Kunststoffe - Bestimmung der scheinbaren interlaminaren Scherfestigkeit nach dem Dreipunktverfahren mit kurzem Balken
- [117] Sela, N.; Ishai, O.; Banks-Sills, L.: The effect of adhesive thickness on interlaminar fracture toughness of interleaved cfrp specimens. *Composites* 20 (1989), Heft 3, S. 257–264
- [118] Sela, N.; Banks-Sills, L.; Ishai, O.: Influence of a tough layer within an orthotropic plate on the mode I stress intensity factor. *Engineering Fracture Mechanics* 32 (1989), Heft 4, S. 533–543
- [119] Hojo, M. et al.: Modes I and II interlaminar fracture toughness and fatigue delamination of CF/epoxy laminates with self-same epoxy interleaf. *International Journal of Fatigue* 28 (2006), Heft 10, S. 1154–1165
- [120] Singh, S.; Partridge, I. K.: Mixed-mode fracture in an interleaved carbon-fibre/epoxy composite. *Composites Science and Technology* 55 (1995), Heft 4, S. 319–327
- [121] Sacchetti, F. et al.: Effect of resin-rich bond line thickness and fibre migration on the toughness of unidirectional Carbon/PEEK joints. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 109 (2018), S. 197–206
- [122] Kuwata, M.; Hogg, P. J.: Interlaminar toughness of interleaved CFRP using non-woven veils: Part 1. Mode-I testing. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 42 (2011), Heft 10, S. 1551–1559
- [123] Bénard, Q.; Fois, M.; Grisel, M.: Peel ply surface treatment for composite assemblies: Chemistry and morphology effects. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 36 (2005), Heft 11, S. 1562–1568
- [124] Buchmann, C. et al.: Analysis of the removal of peel ply from CFRP surfaces. *Composites Part B: Engineering* 89 (2016), S. 352–361
- [125] Prolongo, S. G. et al.: Surface Pretreatments for Composite Joints. Study of Surface Profile by SEM Image Analysis. *Journal of Adhesion Science and Technology* 24 (2010), Heft 11-12, S. 1855–1867
- [126] Holtmannspötter, J. et al.: The Use of Peel Ply as a Method to Create Reproduceable But Contaminated Surfaces for Structural Adhesive Bonding of Carbon Fiber Reinforced Plastics. *The Journal of Adhesion* 89 (2013), Heft 2, S. 96–110

- [127] Kanerva, M.; Saarela, O.: The peel ply surface treatment for adhesive bonding of composites. A review. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 43 (2013), S. 60–69
- [128] Flinn, B. D. et al.: Influence Of Peel Ply Type On Adhesive Bonding Of Composites. In: *SAMPE North America: SAMPE 2007 Proceedings*, Baltimore (USA), 2007, S. 1–26
- [129] Hart-Smith, L. J.; Redmond, G.; Davis, M.: Curse of the nylon peel ply. Technical Report MDC 95K0072, 1996
- [130] Chin, J. W.; Wightman, J. P.: Surface characterization and adhesive bonding of toughened bismaleimide composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 27 (1996), Heft 6, S. 419–428
- [131] Kutscha, E. O. et al.: Contamination and surface preparation effects on composite bonding. In: *SAMPE North America: SAMPE 2017 Proceedings*, Seattle (USA), 2017
- [132] Carnes, M. D.; Mtenga, P. V.: The effect of materials and surface preparation on joining methods: A review. *Journal of Reinforced Plast and Composites* 34 (2015), Heft 14, S. 1167–1178
- [133] Encinas, N. et al.: Surface modification of aircraft used composites for adhesive bonding. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 50 (2014), S. 157–163
- [134] Dillingham, R. G. et al.: Surface treatment and adhesive bonding techniques for repair of high-temperature composite materials. *Journal of Composite Materials* 48 (2014), Heft 7, S. 853–859
- [135] DIN EN 828:2013-04 - Klebstoffe - Benetzbarkeit - Bestimmung durch Messung des Kontaktwinkels und der freien Oberflächenenergie fester Oberflächen
- [136] Krüss GmbH: Models for Surface Free Energy Calculation. Technical Note, Hamburg: Krüss GmbH, 1999 - Firmenschrift
- [137] Kim, H. G.; Lee, D. G.: Dielectric cure monitoring for glass/polyester prepreg composites. *Composite Structures* 57 (2002), Heft 1–4, S. 91–99
- [138] Flinn, B. D. et al.: Effect of laminate cure conditions on bond quality of peel ply prepared surfaces. In: *SAMPE North America: SAMPE 2009 Proceedings. Changing times. New opportunities. Are you prepared?*, Baltimore (USA). Covina: Society for the Advancement of Material and Process Engineering, 2009
- [139] Tracey, A. et al.: Effect of variables on contact angle measurements for peel ply composite surfaces. In: *SAMPE North America: SAMPE 2010 Proceedings. New materials and processes for a new economy*, Seattle (USA). Covina: Society for the Advancement of Material and Process Engineering, 2010

- [140] Varennes, S.; Schreiber, H. P.: On Origins of Time-Dependence in Contact Angle Measurements. *The Journal of Adhesion* 76 (2001), Heft 4, S. 293-306
- [141] Dillingham, R. G.; Oakley, B. R.: Surface Energy and Adhesion in Composite–Composite Adhesive Bonds. *The Journal of Adhesion* 82 (2006), Heft 4, S. 407–426
- [142] Li, M. et al.: Evolution of the wettability between carbon fiber and epoxy as a function of temperature and resin curing. *Journal of Applied Polymer Science* 128 (2013), Heft 6, S. 4095–4101
- [143] Abbott, J. R.; Higgins, B. G.: Surface tension of a curing epoxy. *Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry* 26 (1988), Heft 7, S. 1985–1988
- [144] Chen, D.; Pascault, J. P.; Sage, D.: Surface properties of epoxy systems. 2. Evolution of epoxy-amine system with reaction time. *Die Makromolekulare Chemie* 192 (1991), Heft 4, S. 883–899
- [145] Synytska, A. et al.: Monitoring the Surface Tension of Reactive Epoxy-Amine Systems Under Different Environmental Conditions. *The Journal of Adhesion* 80 (2004), Heft 8, S. 667–683
- [146] McBain, J. W.; Hopkins, D. G.: On Adhesives and Adhesive Action. *The Journal of Physical Chemistry* 29 (1924), Heft 2, S. 188–204
- [147] Packham, D.E.: Surface energy, surface topography and adhesion. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 23 (2003), Heft 6, S. 437-448
- [148] Gude, M. R.; Prolongo, S. G.; Ureña, A.: Adhesive bonding of carbon fibre/epoxy laminates. Correlation between surface and mechanical properties. *Surface and Coatings Technology* 207 (2012), S. 602–607
- [149] DIN EN ISO 25178-2:2012-09 - Geometrische Produktspezifikation (GPS) - Oberflächenbeschaffenheit: Flächenhaft. Teil 2: Begriffe und Oberflächen-Kenngrößen
- [150] Weiß, L. et al.: Characterisation of the sliding friction response of peel-ply textured surfaces. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 63 (2014), S. 123–132
- [151] DIN EN ISO 25178-3:2012-11 - Geometrische Produktspezifikation (GPS) - Oberflächenbeschaffenheit: Flächenhaft. Teil 2: Spezifikationsoperatoren
- [152] Blass, D.; Dilger, K.: CFRP-Part Quality as the Result of Release Agent Application – Demoldability, Contamination Level, Bondability. *Procedia CIRP* 66 (2017), S. 33–38
- [153] Flinn, B. D.; Phariss, M. K.: The effect of peel-ply surface preparation variables on bond quality. Final Report, Washington, D.C: FAA, 2006
- [154] Garratt-Reed, A. J.; Bell, D. C.: Energy-dispersive X-ray analysis in the electron microscope. Oxford: BIOS, 2003

-
- [155] Jacob, G. C. et al.: Energy Absorption in Polymer Composites for Automotive Crashworthiness. *Journal of Composite Materials* 36 (2002), Heft 7, S. 813-850
- [156] Pick, L. T. et al.: The effect of cooling rate on the impact performance and dynamic mechanical properties of rotationally molded metallocene catalyzed linear low density polyethylene. *Journal of Applied Polymer Science* 101 (2006), Heft 3, S. 1963–1971
- [157] Hobbiebrunken, T. et al.: Experimental determination of the true epoxy resin strength using micro-scaled specimens. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 38 (2007), Heft 3, S. 814–818
- [158] Masoumi, S.; Arab, B.; Valipour, H.: A study of thermo-mechanical properties of the cross-linked epoxy: An atomistic simulation. *Polymer* 70 (2015), S. 351–360
- [159] Mehdikhani, M. et al.: Voids in fiber-reinforced polymer composites: A review on their formation, characteristics, and effects on mechanical performance. *Journal of Composite Materials* 14 (2018), S. 1-91
- [160] Layes, T.: Entwicklung und experimentelle Charakterisierung einer Hybridverbindung für FKV-Komponenten. Bachelorarbeit, Kaiserslautern, IVW-Bericht 19-022, 2019

Betreute studentische Arbeiten

Petersen, J.: Mechanische Charakterisierung einer durch Induktionsschweißen hergestellten Verbindung zwischen Duroplasten und Thermoplasten. Studienarbeit, Kaiserslautern, IVW-Bericht 15-021, 2015

Gärtner, N.: Experimentell und simulative Untersuchung der Festigkeit von gewickelten Ringen aus CFK. Studienarbeit, Kaiserslautern, IVW-Bericht 15-068, 2015

Becker, Y.: Numerische Simulation und experimentelle Validierung werkstoffgerechter Fügetechniken von CFK-Leichtbauteilen. Diplomarbeit, Kaiserslautern, IVW-Bericht 16-011, 2016

Toukabri, W.: Konzeptentwicklung und Finite-Elemente-Modellierung einer komfortorientierten Fahrradgabel aus Faser-Kunststoff-Verbund. Diplomarbeit, Kaiserslautern, IVW-Bericht 16-047, 2016

Eckrich, M.: Experimentelle Untersuchung der Anbindung zwischen teilausgehärteten FKV-Komponenten für den Luftfahrtbereich, Studienarbeit, Kaiserslautern, IVW-Bericht 16-074, 2017

Belan, A.: Konstruktive Auslegung des Fahrwerksstabilisators der Hinterachse eines Formula Student Rennfahrzeuges aus kohlenstofffaserverstärktem Kunststoff. Studienarbeit, Kaiserslautern, IVW-Bericht 17-033, 2017

Collet, P.: Numerische Simulation einer Landeklappe aus Faser-Kunststoff-Verbund. Studienarbeit, Kaiserslautern, IVW-Bericht 17-034, 2017

Cayet, P.: Experimentelle Untersuchung der Anbindung zwischen teilweise ausgehärteten FKV-Komponenten für den Luftfahrtbereich. Studienarbeit, Kaiserslautern, IVV-Bericht 17-061, 2017

Desai, R.: Experimental Investigation and Improvement of Surface Properties and Bondability of Carbon Fiber Reinforced Plastics. Masterarbeit, Kaiserslautern, IVW-Bericht 18-048, 2018

Thatikonda, V.: Experimental Characterization of Surface Preparation Methods and Bondability of Carbon Fiber Reinforced Plastics. Masterarbeit, Kaiserslautern, IVW-Bericht 18-049, 2018

Veröffentlichungen

Inhalte der Arbeit wurden in den folgenden Veröffentlichungen vorgestellt:

Rieger, F.; Soroachynska, L.; Magin, M.; Motsch, N.; López Alba, E.; Wetzel, B.; Hausmann, J.: Induction welding of carbon fiber reinforced thermoset composites via thermoplastics: Overview of experimental analysis on induction welded single-lap joints. 17th European Conference on Composite Materials, München, 26.–30. Juni 2016

Rieger, F.; Helfrich, B.; Motsch, N.; Kaiser, M.; Adomeit, M.: Werkstoffgerechte Lasteinleitung bei Schraubverbindungen im Fahrradbereich. 6. Workshop des DVM-Arbeitskreises „Fahrradsicherheit“, Berlin, 17.–18. November 2016

Rieger, F.; Soroachynska, L.; Mang, P.; Motsch, N.: Schweißen von duromeren Werkstoffen mittels Thermoplasten. Technischer Bericht, Kaiserslautern, IVW-Bericht 16-014, 2016

Rimmel, O.; Rieger, F.; Gemperlein, C.: Prozessentwicklung für kosten- und energieeffiziente Leichtbauanwendungen, Technischer Bericht, Kaiserslautern, IVW-Bericht 17-012, 2017

Rieger, F.; Rief, T.; Motsch, N.; Hausmann, J.: Integral design of composite structures using a modified co-curing Process. 21st International Conference on Composite Materials (ICCM), Xi'an, China, 20.–25. August 2017

Rieger, F.; Rief, T.; Motsch, N.; Hausmann, J.: Modified co-curing process using partially cured composite structures. In: Proceedings of the 20th International Conference on Composite Structures, Paris, Frankreich, 4.–7. September 2017

Rieger, F.; Rief, T.; Motsch, N.; Hausmann, J.: Investigation of pre-cured carbon fiber/epoxy-laminates for modified co-curing process. 18th European Conference on Composite Materials, Athen, Griechenland, 24.–28. Juni 2018

Rief, T.; Rieger, F.; Motsch, N.; May, D.; Schmitt, U.; Franz, H.; Disandt, V.: Entwicklung einer neuen Methodik zur Herstellung hohlförmiger FKV-Strukturen zum Einsatz in strukturellen Komponenten in der Luftfahrt (Poster). Deutscher Luft- und Raumfahrtkongress 2018, Friedrichshafen, 4.–6. September 2018

Rieger, F.; Rief, T.; Motsch, N.; Hausmann, J.: Grundlagenanalyse einer Bauweise zur Herstellung von CFK-Bauteilen mit strukturellem Kern in einem modifizierten Co-Curing-Verfahren. Deutscher Luft- und Raumfahrtkongress 2018, Friedrichshafen, 4.–6. September 2018

Motsch, N.; Rieger, F.; Rief, T.: Load carrying composite cores. expoAIR 2018, München, 20.–22. November 2018

Rieger, F.; Rief, T.; Motsch, N.; Hausmann, J.: Manufacturing CFRP-Parts Using a Modified Co-Curing Method – Fundamental Experimental Analysis. In: Hermann, A. (Hrsg.): 22nd Symposium on Composites, 2019 (in Druck)

Lebenslauf

Schulbildung

- 09/1992 – 07/1994 Schiller-Grundschule Wiesloch
09/1994 – 07/1996 Woogbachschule, Grundschule Speyer
09/1996 – 03/2005 Hans-Purrmann-Gymnasium Speyer, Abschluss Abitur

Hochschulausbildung

- 10/2006 – 12/2012 Technische Universität Kaiserslautern, Studium des
Wirtschaftsingenieurwesens mit Fachrichtung
Maschinenbau, Abschluss als Diplom-Wirtschaftsingenieur
(Dipl.-Wirtsch.-Ing.)
09/2010 – 02/2011 University of Southampton, Auslandssemester

Diplomarbeit

- 04/2011 – 10/2011 Optimierung einer geschlitzten CFK-/Aluminium-
Klemmverbindung mittels FE-Analyse, Institut für
Verbundwerkstoffe GmbH, Kaiserslautern, Abteilung
Bauteilentwicklung, Kompetenzfeld Bauweisen

Berufliche Tätigkeiten

- 01/2013 – 12/2018 Wissenschaftlicher Mitarbeiter und Doktorand an der Institut
für Verbundwerkstoffe GmbH, Kaiserslautern, Abteilung
Bauteilentwicklung, Kompetenzfeld Bauweisen

Kaiserslautern, Juni 2019