וחחו

Fakultät für Maschinenwesen Lehrstuhl für Carbon Composites

#### Verbesserung der Materialeigenschaften von CFK durch den gezielten Einsatz von thermoplastischen Fadengelegen

#### **Marcus Alois Arnold**

Vollständiger Abdruck der von der Fakultät für Maschinenwesen der Technischen Universität München zur Erlangung des akademischen Grades eines

#### **Doktor-Ingenieurs (Dr.-Ing.)**

genehmigten Dissertation.

Vorsitzender:	Prof. DrIng. Oskar Haidn
---------------	--------------------------

Prüfer der Dissertation:

1. Prof. Dr.-Ing. Klaus Drechsler

2. Prof. Dr.-Ing. Gerhard Ziegmann

3. Prof. Dr. sc. techn. Markus Henne

Die Dissertation wurde am 12.07.2016 bei der Technischen Universität München eingereicht und durch die Fakultät für Maschinenwesen am 03.04.2017 angenommen.

Technische Universität München Fakultät für Maschinenwesen Lehrstuhl für Carbon Composites Boltzmannstraße 15 D-85748 Garching bei München

Tel.: +49 (0) 89 / 289 - 15092 Fax.: +49 (0) 89 / 289 - 15097 Email: info@lcc.mw.tum.de Web: www.lcc.mw.tum.de

## Danksagung

Nach Abschluss meiner Arbeit möchte ich hiermit allen herzlich danken, die mich bei der Durchführung und Fertigstellung dieser Arbeit unterstützt haben.

Mein aufrichtiger Dank gilt meinem Doktorvater Herrn Prof. Dr.-Ing. Klaus Drechsler, der sich bereit erklärt hat diese Arbeit zu betreuen und mit wertvollen Hinweisen und Anregungen gefördert hat. Für die schnelle Erstellung des Zweitgutachtens bedanke ich mich außerdem bei Herrn Prof. Dr.-Ing. Gerhard Ziegmann.

Ganz besonders möchte ich mich bei Prof. Dr. Markus Henne bedanken, der mir die Möglichkeit bot an seinem Institut diese Arbeit durchzuführen und mich zu jeder Zeit mit seinem Wissen und seiner großen Erfahrung unterstütze.

Mein Dank gilt auch allen Mitarbeitern des Instituts für Werkstofftechnik und Kunststoffverarbeitung (IWK), insbesondere Gion, Dominik, Yves und Michael, die immer die passende Mischung aus Ratschlägen, Motivation und Ablenkung zur Hand hatten. Ebenfalls ein großer Dank gebührt den Mitarbeitern des Lehrstuhls für Carbon Composites (LCC), wobei hier besonders Swen und Fr. Filker zu erwähnen sind.

Von allen Projektpartner, mit denen ich im Verlauf meiner Dissertation zusammen arbeiten durfte, möchte ich hier insbesondere Dr. Klaus Bender (EMS-CHEMIE AG), Dr. Fabrice Gaille (Airbus Helicopters), Paolo Ballocchi und Daniel Breen (Bombardier Aerospace), Stefan Frei (RUAG Aviation) sowie Volker Günther (BAFATEX Bellingroth GmbH & Co. KG) erwähnen. Vielen Dank für die tolle Zusammenarbeit sowie die großzügige und unkomplizierte Unterstützung.

Zum Schluss noch vielen herzlichen Dank an meine Frau Daniela und meine Kinder Vincent und Valeska, die mir auch in anstrengenden Zeiten den Rücken stärkten – euch ist diese Arbeit gewidmet.

## Zusammenfassung

Die Anforderungen an zivile Verkehrsflugzeuge steigen stetig an. Kunden und Gesetzgeber fordern dabei von den Herstellern unter anderem eine laufend verbesserte Energieeffizienz. Um diese Vorgabe zu erfüllen, kommen bei der Herstellung der Flugzeugstrukturen vermehrt Carbonfaserverstärkte Kunststoffe (CFK) zum Einsatz. Dabei werden häufig Carbonfasern zusammen mit Epoxidharzen verarbeitet, wobei das vorgesehene Einsatzgebiet und die damit verbundenen Anforderungen an die mechanischen Eigenschaften einen großen Einfluss auf die Fertigungsprozesse ausüben. Für Bauteile in mittleren Stückzahlen (1'000 bis 20'000 Stk./Jahr) kommen aus Gründen der Bauteilqualität und der Kosteneffizienz Verfahren aus der Familie der Liquid Composite Moulding (LCM) zur Anwendung.

Robustheit und Langlebigkeit sind sehr wichtige Anforderungen an diese Materialien. So kombiniert CFK hervorragende mechanischen Eigenschafen zusätzlich mit außergewöhnlich niedrigem Gewicht. Die Sprödheit des Epoxidharzes führt jedoch zu bedeutenden Nachteilen bei schlagartigen Belastungen. So werden die Schädigungsenergien innerhalb der Struktur unter anderem durch die Entstehung von Delaminationen abgebaut. Diese Schäden sind jedoch durch visuelle Prüfungen nur schlecht zu erkennen und führen außerdem zu einer deutlichen Reduktion der Druckfestigkeit des Bauteils. Dieser Nachteil bezüglich der Widerstandsfestigkeit gegenüber schlagartigen Belastungen lässt sich durch unterschiedliche Strategien bekämpfen. Eine relativ simple Methode zur Erhöhung der Schlagzähigkeit beschreibt die Einbringung von Einlegern zwischen die einzelnen Faserlagen. Diese Modifikation der sogenannten interlaminaren Schicht sorgt für eine erhöhte Energievernichtung an der Rissspitze und somit zu einem verringerten Risswachstum.

Im Rahmen dieser Arbeit wird untersucht, welches der verfügbaren Polymere sich für die Modifikation der interlaminaren Schicht am besten Eignet. Die Polymere unterscheiden sich dabei neben den Schmelzpunkten auch in ihrem Anbindungsverhalten an das Epoxidharz. Dabei gehen sie in Lösung, bleiben nach dem Schmelzen in einer eigenen Phase bestehen oder sie schmelzen nicht während des Aushärtezyklus. Außerdem soll aufgezeigt werden, wie sich die Anwesenheit von graphitbasierten Additiven im Thermoplast zusätzlich auf die Materialeigenschaften von CFK auswirkt. Ziel dieser Arbeit ist daher die Grundlagen für die Entwicklung eines geeigneten thermoplastischen Halbzeuges zu erarbeiten, welches die Schlagzähigkeit von CFK effektiv steigert. Zusätzlich soll sich dieses Halbzeug zu einem späteren Zeitpunkt in ein textiles Carbonfaser-Halbzeug integrieren lassen, so dass dessen Verarbeitung in einer Serienproduktion möglich ist. Hierzu wird anhand von Vorversuchen der Einfluss der Thermoplaste auf die Materialeigenschaften sowie den Herstellungsprozess untersucht und daraus folgend ein optimaler Anteil in der interlaminaren Schicht erarbeitet. Aufgrund dieser Erkenntnisse wurden anschließend spezifische Halbzeuge in Form von Vliesen und Fadengelegen hergestellt und ebenfalls getestet. Zusätzlich wurde neben den mechanischen Eigenschaften auch der Einfluss auf die Permeabilität der Preforms und die elektrische Leitfähigkeit der Proben überprüft. Dabei stellte sich heraus, dass Polyamid 12 (PA12) in Form eines Fadengeleges die leistungsfähigste Kombination darstellt.

Die in den Laborversuchen gewonnen Ergebnisse wurden im Rahmen einer Machbarkeitsstudie angewendet. Dabei wurde der Preform einer Luftfahrtstruktur gezielt modifiziert und das Bauteil mittels eines LCM-Prozesses hergestellt. Nachfolgende Untersuchungen zeigten eine signifikante Reduktion der Delaminationen infolge von schlagartigen Belastungen. Somit konnte die Einsatztauglichkeit des PA12-Fadengeleges aufgezeigt werden.

## Abstract

In order both to meet customers' specifications concerning energy efficiency and to comply with the requirements of the law in this regard, carbon-fibre reinforced plastics (CFRP) are increasingly coming into use in various industries. A combination of carbon fibres with epoxy resin is often used the particular application and its associated required mechanical properties having a considerable influence on the choice of the manufacturing process. For components produced in moderate production runs of from one to twenty thousand per year, the processes known collectively as Liquid Composite Moulding (LCM) are used because of their low cost and high product quality.

Robustness and durability are very important requirements for these materials. Now CFRP possess good stiffness and strength in relation to their weight, but they do not perform well under impact loading. The impact energy is absorbed within the structure of the material, notably by delamination; and besides significantly reducing the compressive strength of the component, such damage is difficult to recognise by visual inspection. There are a number of strategies available for dealing with this poor resistance to impact loading, one of the simpler methods being to introduce intermediate layers of material – known as inlayers – between the individual layers of reinforcing fibre. Modifying the so-called interlaminar layer in this way increases the dissipation of energy at the tip of a crack and so limiting its tendency to propagate.

The work presented here seeks to find out which of the available polymers are best suited to modifying the interlaminar layer. These polymers differ not only in their melting points, but also in the way they bind to the epoxy resin. They may go into solution, or remain as a separate phase after melting, or else not melt at all during the curing cycle of the resin. The work described also seeks to show how the presence of graphite-based additives in the thermoplastic affects the other mechanical properties of CFRP.

The object of this work is thus to develop a technological basics for a thermoplastic insert which will effectively increase the impact toughness of CFRP, and furthermore to ensure that this insert can at a later stage be built into a textile carbon-fibre insert. To do this, preliminary testing investigated the influence of the thermoplastic on the material properties as well as on the production process, in order to define an optimal level of it in the interlaminar layer. In the light of this knowledge, sample inserts in the form both of non-woven fabrics (NWF) and of laid scrims were produced and tested. This testing covered not just the mechanical properties, but also the effect of the inserts on the permeability of the preforms and on the electrical conductivity of the samples. The result was that a laid scrim of Polyamide 12 (PA12) performed best.

These results from laboratory testing were then applied in a feasibility study, in which the preform for an aircraft structural part was modified with a laid scrim of PA12 and the component produced by means of an LCM process. Subsequent investigations revealed a significant reduction in delamination under impact loading, so confirming the suitability of the PA12 laid scrim for such use.

# Inhaltsangabe

1.	Einleitung	1
	1.1. Zielsetzung der Arbeit	4
	1.2. Gliederung des Inhaltes	5
2.	Stand der Technik	7
	2.1. Herstellungsverfahren für Hochleistungs-CFK Verbundwerkstoff	e7
	2.1.1. Prepreg-Autoklav-Verfahren	8
	2.1.2. Liquid Composite Moulding (LCM)	9
	2.2. Steigerung der Schlagzähigkeit von CFK	11
	2.2.1. Modifikation des Harzsystems	15
	2.2.2. Partikel und Füllstoffe	16
	2.2.3. Modifikation des Preforms	17
	2.2.4. Modifikation der interlaminaren Schicht	20
	2.3. Elektrische Leitfähigkeit von CFK	22
	2.3.1. Bedeutung bei Luftfahrtstrukturen	23
	2.3.2. Maßnahmen zur Steigerung der Leitfähigkeit von CFK	27
3.	Materialien	29
	3.1. Thermoplastische Ausgangsmaterialien für die Einleger	29
	3.2. Thermoplastische Halbzeuge	31
	3.2.1. Pulver	31
	3.2.2. Vlies	31
	3.2.3. Fadengelege	32
	3.3. Graphitbasierte Additive	34
	3.4. Fasern	
	3.5. Harzsysteme	36
4.	Experimentelle Details	37
	4.1. Herstellung der Proben	37
	4.2. Charakterisierung	38
	4.2.1. Aufschmelzverhalten der untersuchten Thermoplasten	38
	4.2.2. Differential Scanning Calorimetry (DSC)	
	4.2.3. Mechanische Prüfungen	
	4.2.4. Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit	
	4.2.5. Bestimmung der Permeabilität	44

	4.2.6. Zerstörungsfreie Prüfungen	
5.	Selektion geeigneter Thermoplaste zur Schlagzähigkeitsmodifiz	ierung
	von CFK	47
	5.1. Interaktion der Thermoplaste mit den Harzsystemen	
	5.1.1. Aufschmelzverhalten der Thermoplaste	
	5.1.2. Beeinflussung der Harzviskosität	
	5.1.3. Beeinflussung der Glasübergangstemperatur	55
	5.2. Steigerung der Schlagzähigkeit von CFK	
	5.3. Ermittlung des optimalen Flächengewichtes	60
	5.4. Diskussion und Zusammenfassung	64
6.	Modifikation von PA12 mittels graphitbasierter Additiven zur	
	Erhöhung der elektrischen Leitfähigkeit	67
	6.1. Beeinflussung der Leitfähigkeit von PA12 durch Zusätze	
	6.2. Einfluss auf die elektrische Leitfähigkeit von CFK	69
	6.2.1. Prüfverfahren für reproduzierbare Messungen	69
	6.2.2. Ergebnisse der durchgeführten Messungen	71
	6.3. Auswirkung auf die Schlagzähigkeit von CFK	74
	6.4. Diskussion und Zusammenfassung	80
7.	Einfluss unterschiedlicher PA12-Halbzeuge auf die Verarbeitun	ıg,
	Schlagzähigkeit sowie elektrische Leitfähigkeit	82
	7.1. Permeabilität des Preforms	
	7.2. Schlagzähigkeit von CFK	
	7.3. Einfluss der Halbzeuge auf die Schädigungsvorgänge	
	7.4. Elektrische Leitfähigkeit von CFK	110
	7.5. Diskussion	111
8.	Umsetzung an einem Demonstratorbauteil	113
9.	Zusammenfassung und Ausblick	122
A.	Anhang	126
	a. Eigene Publikationen im Zusammenhang der Dissertation	126
	b. Betreute Studienarbeiten	128
	c. Experimentelle Bestimmung der Permeabilität	129
B.	Literaturverzeichnis	135

## Nomenklatur

Formelzeichen	Einheit	Kurzbezeichnung
b	[m]	Breite
d	[m]	Kavitätshöhe
E	[GPa]	Elastizitätsmodul
f	$\left[\frac{kg}{m^2}\right]$	Flächengewicht
$F_{s}$	[GPa]	Interlaminare Scherfestigkeit
g	$\left[\frac{m}{s^2}\right]$	Erdbeschleunigung
K	[ <i>m</i> <sup>2</sup> ]	Permeabilität
$k_c$	[-]	Beulfaktor
l	[m]	Länge
n	[-]	Anzahl Faserlagen
$P_{krit}$	[GPa]	Minimale Beullast
$P_m$	[GPa]	Bruchkraft
abla p	$\left[\frac{Pa}{m}\right]$	Druckgradient
R	[Ω]	Elektrischer Wiederstand
$R_0$	[m]	Angussradius
S	$[m^{2}]$	Fläche
Т	[ <i>s</i> ]	Zeit

t	[m]	Dicke
v	$\left[\frac{m}{s}\right]$	Fließgeschwindigkeit
Е	[%]	Porosität
η	[Pa·s]	Dynamische Viskosität
$ ho_{el}$	$[\Omega \cdot m]$	Spezifischer elektrischer Wiederstand
$ ho_f$	$\left[\frac{kg}{m^3}\right]$	Dichte Fasern
$ ho_{fl}$	$\left[\frac{kg}{m^3}\right]$	Dichte Fluid
σ	$\left[\frac{s}{m}\right]$	Spezifischer elektrischer Wiederstand
Φ	[-]	Dimensionslose Zeit
arphi	[%]	Faservolumengehalt

# Abkürzungsverzeichnis

Abkürzung	Bezeichnung
3D	3-dimensional
CAI	Compression after Impact
CFK	Carbonfaserverstärkter Kunststoff
CNT	PA12 versehen mit einem Carbon Nanotubes-Anteil von 20 Gew%
CoPA	Copolyamid
CoPA HT	Hochtemperatur Copolyamid
DSC	Differential scanning calorimetry
LCM	Liquid composite moulding
FG 1	Fadengelege 1
FG 2	Fadengelege 2
FVG	Faservolumengehalt
GIc	Interlaminare Energiefreisetzungsrate Mode I
GIIc	Interlaminare Energiefreisetzungsrate Mode II
G10	PA12 versehen mit einem Graphitanteil von 10 Gew%
G20	PA12 versehen mit einem Graphitanteil von 20 Gew%
G30	PA12 versehen mit einem Graphitanteil von 30 Gew%
ILSS	Interlaminare Scherfestigkeit
PA12	Polyamid 12

PA12 UM	Polyamid 12 ohne zusätzliche Additive
Phenoxy	Polyhydroxyether
РОМ	Polyoxymethylen
RTI	Resin transfer infusion
RTM	Resin transfer moulding
REM	Rasterelektronenmikroskop
Tg	Glasübergangstemperatur

## 1. Einleitung

Während der letzten Jahrzehnte wurde bei der Entwicklung von luftfahrtspezifischen Werkstoffen laufend Fortschritte gemacht. Diese Verbesserungen wirkten sich nicht nur positiv auf das Gewicht des Flugzeuges in Relation zu seiner Transportkapazität aus (siehe Abbildung 1-1), auch die Konstruktionsphilosophien im Flugzeugbau wurden davon beeinflusst. Die anfängliche "Safe Life" Philosophie, bei der keine Rissbildung in der Struktur erlaubt und die Konstruktionen dementsprechend schwer sind, wurde ab den 1960er Jahren von der "Fail Safe" Philosophie abgelöst [1]. Dabei ist die Entstehung von Rissen zugelassen, ebenso das Versagen einzelner Strukturteile oder –Komponenten, ohne dass die Funktion des Gesamtsystems in Frage stand.



Abbildung 1-1: Gewichtsentwicklung im Flugzeugbau [2]

Heute gilt die Philosophie "Damage Tolerance", bei der man von der realistischen Annahme ausgeht, dass jede mechanische Struktur nicht fehlerfrei sein kann, sondern im Laufe der Zeit durch Verschleiß und Alterung geschädigt wird. Mit modernen Methoden lassen sich die Wachstumsraten potentieller Risse aufgrund der zu erwartenden Belastungen analytisch und empirisch erfassen und davon abhängig Wartungsintervalle und zerstörungsfreie Prüfmethoden definieren [3].

Die Luftfahrtindustrie wird in den letzten Jahren vermehrt mit gesteigerten Anforderungen an die Effizienz der Flugzeuge sowie deren Emissionsausstoß konfrontiert. Neben der Optimierung der Triebwerke bieten Gewichtsreduktionen an der Flugzeugstruktur eine zusätzliche Möglichkeit, die hoch gesteckten Ziele von Kunden und Gesetzgeber zu erreichen. Um die Gewichtsreduktion zu realisieren, kommen dazu vermehrt Carbonfaserverstärkte Kunststoffe (CFK) zum Einsatz,

So bieten CFK, die in den überwiegenden Fällen mit einer Matrix aus Epoxidharz versehen werden, gegenüber den bewährten metallischen Strukturen weitreichende Vorteile. Epoxidpolymere sind amorphe und hochvernetzende Duroplaste. In dieser chemischen Struktur resultieren gewünschte Eigenschaften wie hoher E-Modul und Bruchfestigkeit, geringe Kriechneigung und gute Leistungen bei erhöhten Temperaturen. Um allerdings das volle Potential dieser Materialien ausschöpfen zu können, bedarf es die Nachteile, wie die relativ hohen Material-, und Herstellungskosten, sowie die Anfälligkeit auf schlagartige Belastungen zu kompensieren.

Erschwerend kommt hinzu, dass die Konstruktionsphilosophien auf metallische Strukturen ausgelegt sind, da diese bei einem Risswachstum unter Dauerbelastung zu einem frühzeitigen Versagen neigen. Das Risswachstum in einer CFK-Struktur hingegen muss nicht zwangsläufig zu einem Versagen führen. So kann eine Beschädigte Struktur über einen längeren Zeitpunkt die vorgeschrieben Lasten aufnehmen, ohne dass der Riss in der Zwischenzeit weiterwächst [4]. Da diese Konstruktionsrichtlinien jedoch noch nicht an das Verhalten von CFK angepasst worden sind, wird für das Vermeiden eines möglichen Risswachstumsmittels durch unterschiedliche Verminderungsfaktoren die zulässige Bruchdehnung drastisch reduziert (siehe Abbildung 1-2). Der neben dem erforderlichen Sicherheitsfaktor größte Verminderungsfaktor bildet dabei die hohe Empfindlichkeit von CFK gegenüber schlagartigen Belastungen und Kerben.



Abbildung 1-2: Auswirkung von luftfahrtspezifischen Verminderungsfaktoren auf die Belastungsniveaus von Composites [5]

CFK sind sehr fest und steif bei geringem Gewicht, weisen aber bei schlagartiger Beanspruchung (Hagelschlag, Vogelschlag, fallengelassene Werkzeuge) typischerweise ein sprödes Versagensverhalten auf, welches zu großen Schäden an den Bauteilen führen kann [6]. Bei metallischen Werkstoffen entstehen bei dieser Art von Belastungen Beulen, die optisch einfach zu erkennen sind. Im Gegensatz dazu sind CFK anfällig auf schlagartige Belastungen, bei denen die Schädigungsenergie über verschiedene Möglichkeiten (Delaminationen, Querrissbildungen, Ablösen von Faser und Matrix, Faserbruch) durch die Struktur abgebaut werden. Diese Schäden sind jedoch von außen nicht oder nur schwer zu erkennen und entsprechend aufwendig fallen die Inspektionen nach einem Zwischenfall aus. Einschläge in die Struktur des Flugzeuges sind im Verlauf der Einsatzdauer allerdings nicht zu vermeiden. Somit ist der Abbau der Schädigungsenergie aufgrund von Delaminationen erstrebenswert, wenn diese in einer kontrollierbaren und vorhersagbaren Weise auftreten. Dies erfordert jedoch eine Anpassung der Richtlinien, so dass ein gewisser Beschädigungsgrad aufgrund von Einschlägen zulässig ist und zusätzlich muss sich die Rissausbreitung im Werkstoff effektiv steuern lassen. Dies würde den entsprechenden Verminderungsfaktor reduzieren, erhebliche Gewichts-, sowie Kosteneinsparungen mit sich bringen und zu weiteren innovativen Lösungen bei CFK-Strukturen beitragen.

Neben den Risiken einer Beschädigung infolge mechanischen Belastungen sind Flugzeuge zusätzlich den Gefahren durch Blitzschläge ausgesetzt. Solche Ereignisse treten insbesondere bei Verkehrsflugzeugen regelmäßig auf und dabei werden sehr hohe Ströme generiert. Diese müssen möglichst Verlustfrei über die Oberfläche abgeleitet werden, so dass eine Beschädigung der Struktur sowie elektronischer Komponenten und damit eine Gefährdung der Passagiere verhindert wird. Da jedoch CFK eine deutlich geringere elektrische Leitfähigkeit aufweisen als die bisher beim Flugzeugbau verwendeten Metalle, stehen Maßnahmen zur Sicherstellung des Blitzschutzes zusätzlich im Fokus der Forschung.

## 1.1. Zielsetzung der Arbeit

Diese Arbeit soll einen Beitrag leisten, dass sich der konservative Ansatz bei der Dimensionierung von CFK-Strukturen in der Luftfahrt überwinden lässt und somit das Leichtbaupotential von CFK weiter gesteigert wird. Dafür kommt ein neuartiger Ansatz zur Modifikation der Schlagzähigkeit von CFK zum Einsatz. Dieser beruht darin, dass nicht das Epoxidharz mit den schlagzähigkeitsmodifizierenden Komponenten versehen wird, sondern diese direkt in das textile Halbzeug integriert werden. Dieses Vorgehen bringt die folgenden Vorteile mit sich: Es lassen sich weiterhin nichtmodifizierte Harze mit niedriger Viskosität einsetzen und zusätzlich wird das Additiv bedingt durch den Produktionsprozess gleichmäßig im Faserverbundbauteil verteilt. Die dabei zum Einsatz kommenden Thermoplaste unterscheiden sich nicht nur durch ihren Schmelzpunkt, sondern auch durch ihr Verhalten während des Aushärtezyklus. Diese schmelzen während des Aushärtezyklus, lösen sich im Epoxidharz auf oder bleiben aufgrund des hohen Schmelzpunktes in ihrer ursprünglichen Struktur bestehen. In einer ersten Versuchsreihe wurde aus den zur Verfügung stehenden Polymeren das Leistungsfähigste bezüglich der Steigerung der Schlagzähigkeit ausgewählt.

Aufgrund der homogenen Verteilung des Thermoplasts im Bauteil bietet sich dieser ebenfalls als Trägermaterial für Nanopartikel an, die nachweislich einen positiven Einfluss auf die Materialeigenschaften von CKF ausüben. Aus diesem Grund wurde der zuvor gewählte Thermoplast mit unterschiedlichen, auf Graphit basierenden Additiven versehen und wiederum in die interlaminare Schicht eingebracht. Eine Untersuchung bezüglich Schlagzähigkeit und elektrische Leitfähigkeit zeigte das Potential für spätere Anwendungen im textilen Halbzeug auf.

Neben den Thermoplasten selbst wurde auch die Auswirkung deren Anordnung in der interlaminaren Schicht auf das Materialverhalten der getesteten CFK-Proben untersucht. Dabei wurde eruiert, inwieweit sich ein diskretes Fadengelege und ein zusammenhängender Vliesstoff auf die mechanischen sowie elektrischen Eigenschaften auswirken und im direkten Vergleich abscheiden. Das primäre Ziel dieser Arbeit war die Reduktion der Schädigungsfläche sowie die Erhöhung der Restdruckfestigkeit von Proben, die gemäß der Compression after Impact (CAI) Norm geprüft wurden. Da sich die Schlagzähigkeit von CFK nicht nur über den CAI-Wert definieren lässt, wurden mit GIc, GIIc und ILSS weitere Tests durchgeführt, die einen Rückschluss auf die Energieabsorption des Thermoplastes in der interlaminaren Schicht liefern. Die Einsatztauglichkeit des vielversprechendsten thermoplastischen Halbzeuges wurde mit der Fertigung und mechanischen Prüfung einer Flügelkomponente als Demonstrator analysiert.

Hinzu kommt, dass Flugzeuge im Betrieb durch Blitze getroffen werden können. Dies Bedeutet, dass die CFK Komponenten ebenfalls hinsichtlich ihrer elektrischen Leitfähigkeit optimiert werden müssen. Herkömmliche Verfahren zur Schlagzähigkeitsmodifizierung von CFK Strukturen vermindern üblicherweise die elektrische Leitfähigkeit, was das Anwendungspotential der Technologie reduziert. Im Rahmen dieser Arbeit soll dieser Aspekt aufgegriffen und untersucht werden, um diesen Wiederspruch zu überwinden.

### 1.2. Gliederung des Inhaltes

**Stand der Technik.** Kapitel 2 zeigt einen Überblick über die Forschung auf dem Gebiet der Erhöhung der Schlagzähigkeit sowie der elektrischen Leitfähigkeit von CFK.

**Materialien und experimentelle Details.** Eine Vorstellung der verwendeten Materialien sowie der für die Steigerung der Schlagzähigkeit eingesetzten Polymere findet sich in Kapitel 3. Kapitel 4 zeigt außerdem, wie die Proben hergestellt wurden, was für Versuche zur Anwendung kamen und wie diese ausgeführt wurden.

Auswahl der geeignetsten Thermoplaste. Es gibt eine große Variation an Thermoplasten mit unterschiedlichen Auswirkungen auf die Materialeigenschaften von CFK. Kapitel 5 zeigt die Vorzüge der untersuchten Thermoplaste sowie deren Evaluation durch unterschiedliche mechanische Prüfungen. Zusätzlich wurde der optimale Anteil der thermoplastischen Einleger in der interlaminaren Schicht erarbeitet.

**Integration von graphitbasierten Additiven in den Thermoplast.** Der positive Einfluss von Nanopartikeln auf die Materialeigenschaften von CFK ist hinlänglich bekannt. In Kapitel 6 wird Untersucht, wie sich mit Graphen, Graphit und Carbon Nanotubes modifiziertes PA12, das zuvor in die interlaminare Schicht eingebracht wurde, auf die mechanischen sowie elektrischen Eigenschaften von CFK auswirkt.

**Variation der thermoplastischen Halbzeuge.** Neben dem Thermoplast selbst zeigt auch dessen Anordnung in der interlaminaren Schicht eine Auswirkung auf die mechanischen Eigenschaften (Kapitel 7). Dabei kommt PA12 neben Pulver auch als Vlies sowie zwei Fadengelege mit unterschiedlichen Konstruktionen zum Einsatz.

**Umsetzung der Erkenntnisse an einem Demonstrator-Bauteil.** Die Vorzüge des Fadengelege sollen anhand eines Demonstratorbauteils aus der Luftfahrt aufgezeigt werden. Dazu wird eine mit Stringer versteifte Platte hergestellt und gemäß der CAI-Norm getestet (Kapitel 8).

## 2. Stand der Technik

Im folgenden Kapitel werden die gängigen Verfahren zur Herstellung von CFK-Bauteilen in der Luftfahrtindustrie vorgestellt. Außerdem werden die jeweiligen Strategien zur Steigerung der Schlagzähigkeit der entsprechenden Strukturen erläutert. Ebenfalls wird auf die Gefährdung von Flugzeugen durch Blitzschlag eingegangen und wie die Steigerung der Schlagzähigkeit von CFK diese Problematik zusätzlich beeinflusst.

# 2.1. Herstellungsverfahren für Hochleistungs-CFK Verbundwerkstoffe

Bei der Auswahl von geeigneten Materialen für strukturelle Anwendungen sind zwei Parameter entscheidend; die physikalischen Eigenschaften und die Kosteneffizienz. Aufgrund der Einzug haltenden Massenproduktion, neben der Flugzeugindustrie insbesondere auch bei der Automobilindustrie, führt dies zu einem Anstieg des Kostendrucks. Diese anspruchsvollen Anforderungen werden dadurch begleitet, dass der zunehmende Automatisierungsgrad der Fertigungsprozesse finanziell lohnenswert wird. Aus diesem Grund haben sich zahlreiche Studien der Thematik gewidmet, wie unterschiedliche Herstellungsmethoden für thermoplastische und duroplastische Matrixsysteme den Weg in die Produktion finden.

Aufgrund ihrer reversiblen Aufschmelzbarkeit bieten thermoplastische Matrixsysteme Vorteile bei den Herstellungsprozessen. So lassen sich die Strukturen in mehreren Schritten verformen sowie verschweißen und die Produktionsprozesse weisen deutlich kürzere Zykluszeiten auf. Das Abkühlen der Thermoplaste unter deren Schmelztemperatur dauert typischerweise weniger lange als die auf chemischen Reaktion basierte Aushärtung der Duroplasten. Für die Luftfahrt sind zusätzlich die im Vergleich zu Duroplasten deutlich höhere Schlagzähigkeit, ein besseres Feuer-, Rauch- und Toxizitätsverhalten sowie eine hohe Temperaturbeständigkeit von großer Bedeutung [7]. Außerdem sind Thermopaste bei Raumtemperatur unbegrenzt haltbar. Nachteile ergeben sich jedoch bei der Faser-Matrix-Haftung und der Herstellung von komplexen Strukturen bei Verwendung von Endlosfasern aufgrund der hohen Viskosität der geschmolzenen Polymere.

Im Gegensatz dazu kommen bei der Herstellung von CFK auf Duroplastbasis niedrigviskose Monomere oder Oligomere zum Einsatz. Nach der Benetzung der trockenen Fasern härten diese aufgrund von chemischen Vernetzungen aus. Die einfache Verarbeitung und die Möglichkeit zur Herstellung von komplexen Strukturbauteilen machen sie für unterschiedliche Luftfahrtanwendungen besonders interessant. Die inhärente Sprödheit der Duroplasten erfordert jedoch eine besondere Aufmerksamkeit.

Nachfolgend wird das Prepreg-Autoklav-Verfahren sowie die Liquid Composite Moulding Verfahren genauer vorgestellt. Diese Herstellungsverfahren sind momentan in der Luftfahrt am weitesten verbreitet.

### 2.1.1. Prepreg-Autoklav-Verfahren

Die klassische Methode um Hochleistungs-CFK Verbundwerkstoffe herzustellen, bildet seit den 1960er Jahren die Autoklav-Technologie. Dieser Prozess basiert auf Endlosfasern, die mit einer ungehärteten duroplastischen Matrix versehen werden. Diese sogenannten Prepregs werden entweder durch Schmelzimprägnierung oder mittels Lösungsmittelmethode hergestellt, wobei die Viskosität des Harzsystems Prozessbedingt eine untergeordnete Rolle spielt. Somit lassen sich auch bezüglich der Schlagzähigkeit modifizierte Harzsysteme ohne zusätzlichen Aufwand verarbeiten, obwohl diese eine erhöhte Harzviskosität aufweisen.

Die Prepregs werden dann in einem spezifischen Lagenaufbau auf einem entsprechenden Werkzeug aufgebaut. Um eine Aushärtung im Autoklav zu ermöglichen, muss der Lagenaufbau zusätzlich mit einem Vakuumsack versehen werden, damit der Lagenaufbau kompaktiert sowie zwischen den Lagen eingeschlossene Luft entfernt werden kann (siehe Abbildung 2-1).

Prepreg-Autoklav basierte Verbundwerkstoffe weisen in der Regel eine hohe Qualität sowie hervorragende mechanische Eigenschaften auf. Die vergleichsweise hohen Kosten der Handarbeit, der Prepreg-Materialien, der Materiallagerung, sowie Investitionskosten und Energieverbrauch von großen Autoklaven führten in den letzten Jahren zu neuen Entwicklungen. Innovationen wie Automated Tape Laying (ATL) oder Automated Fibre Placement (AFP) sind vielversprechend, aber besser geeignet in der Produktion von großen und nur mäßig gebogenen Bauteilen wie zum Beispiel Rumpfstrukturen [9].



Abbildung 2-1: Prepreg Verarbeitungsprozess, beginnend mit einem manuellen oder automatisierten Auflegen der einzelnen Lagen, gefolgt von der Anbringung des Vakuumsackes mit nachfolgender Aushärtung im Autoklaven [8]

## 2.1.2. Liquid Composite Moulding (LCM)

Neben den vorimprägnierten Prepregs kommen bei der Herstellung von Epoxidharz-Basierten Composites auch sogenannte Liquid Composites Moulding (LCM) Prozesse zum Einsatz. Bei diesen Prozessen werden trockene Faserpreforms durch einen niedrigviskosen Duroplast-Werkstoff benetzt und anschließend im Werkzeug ausgehärtet. LCM lässt sich zusätzlich in Varianten mit offenen Werkzeugen wie Resin Transfer Infusion (RTI) und Konzepte mit geschlossenen Werkzeugen wie Resin Transfer Moulding (RTM) einteilen. Alle LCM Prozesse teilen sich jedoch die grundsätzlichen, für die Bauteilproduktion notwendigen Herstellungsschritte (siehe Abbildung 2-2):

- Herstellung des Preforms
- Einlegen des Preforms in das Werkzeug inklusive Verpressen
- Harzinjektion (bei offenen Werkzeugen erfolgt eine Harzinfusion)
- Vernetzen / Aushärten des Harzes

• Bauteil entformen, ein anschließendes Tempern und Nachbearbeiten kann notwendig sein



Abbildung 2-2: Ablauf des RTM Prozess [10]

LCM Prozesse weisen gegenüber der Prepreg-Autoklav-Technik einige Vorteile auf. So kann prozessbedingt in den meisten Anwendungen auf den kostenintensiven Autoklav verzichtet werden. Zusätzlich lassen sich zweikomponenten Harzsysteme einsetzen, die aufgrund ihrer hohen Reaktivität den Aushärtezyklus sehr stark reduzieren und so Stückzahlen von über 20'000 Bauteilen pro Jahr ermöglichen.

Nachteilhaft ist die prozessbedingte Notwendigkeit von niedrigviskosen Harzsystemen. Diese zeigen aufgrund ihrer chemischen Formulierung geringere Festigkeiten sowie tiefere Schlagzähigkeiten, wodurch sich schlechtere Materialeigenschaften als bei Prepreg-Materialien ergeben [11]. Zudem verlangt die Einbringung solcher Harze während eines LCM-Prozesses die gesonderte Betrachtung einiger wichtiger Prozessparameter wie Harzviskosität, Aushärtungskinematik des Harzes, Permeabilität des trockenen Preforms, Injektionsdruck des Harzes (bei geschlossenen Werkzeugen) sowie die Temperaturverteilung im Werkzeug. Eine zusätzliche Problematik betrifft die Herstellung großflächiger Bauteile. Bei geschlossenen Werkzeugen lässt sich relativ einfach Druck auf das Werkzeug ausüben, so dass sich ein hoher Faservolumengehalt, ein schnelles benetzten der Fasern sowie ein niedriger Porengehalt realisieren lässt. Bei einem offenen Werkzeug hingegen wird wiederum ein Autoklav benötigt, damit der Vakuumsack nach dem Abschluss der Faserbenetzung weiterhin unter Druck gesetzt werden kann.

## 2.2. Steigerung der Schlagzähigkeit von CFK

Versuche haben gezeigt, dass bei einem Einschlag mit niedriger Geschwindigkeit eine Aufprallenergie von 10 J ausreicht, um die Restdruckfestigkeit von CAI-Proben um bis zu 35% zu reduzieren [11]. Eine solche Sensibilität bezüglich der Anwesenheit von Delaminationen verhindert die weitere Verbreitung von CFK in sicherheitskritischen Anwendungen. Aus diesem Grund wurden Schäden an CFK bedingt durch schlagartige Belastungen Gegenstand von umfangreichen Forschungsarbeiten im Verlauf der letzten Jahre, wobei sich diese in zwei unterschiedliche Klassen einteilen lassen; Einschläge mit niedriger sowie mit hoher Aufprallgeschwindigkeit [13]. In welchem Bereich der Übergang zwischen niedriger und hoher Aufprallgeschwindigkeit definiert wird, ist Gegenstand von Diskussionen. Jedoch ist bekannt, dass dieser Übergang davon Abhängig ist, wie sich Stoßwellen im Material ausbreiten. Dies Bedeutet, dass bei einem Einschlag mit hoher Geschwindigkeit die kurze Zeitspanne des Aufpralls nicht ausreichend ist, dass die Struktur global auf das Ereignis reagieren kann. Ein solches Verhalten führt zu einer lokalen Beschädigung und zu einem Eindringen in die Struktur, wobei dies in Abhängigkeit von der Testkonfiguration sowie den verwendeten Materialien steht [14]. Abbildung 2-3 zeigt schematisch die entsprechende Reaktion einer Struktur auf unterschiedliche Einschlaggeschwindigkeiten.



Abbildung 2-3: Auswirkung der Einschlaggeschwindigkeit auf das Schädigungsverhalten der CFK-Struktur, (A): tiefe Einschlaggeschwindigkeit, (B): hohe Einschlaggeschwindigkeit [15]

Bei einem Einschlag mit niedriger Geschwindigkeit hingegen breitet sich die Belastung über die gesamte Struktur aus. Dabei entstehen Schädigungen in Dickenrichtung in Form von Matrix-, und Faserbrüchen sowie Delaminationen [15]. Über die Abmessung der Schadensfläche lässt sich außerdem das Schadensausmaß innerhalb der Struktur ableiten [11]. Dabei wird die Schadensfläche durch unterschiedliche Einflussfaktoren wie Lagenaufbau, Materialeigenschaften (Steifigkeit, interlaminare Bruchfestigkeit, Dichte, usw.), sowie der Probendicke beeinflusst [16].

Delaminationen können einen großen Einfluss auf die Festigkeit einer CFK-Struktur ausüben. So laufen im Einsatz stehende Strukturen dauernd in Gefahr, einer schlagartigen Belastung infolge Einwirkung von Fremdkörpern ausgesetzt zu werden. Wenn solche Schäden unentdeckt bleiben, besteht die Möglichkeit, dass die Leistungsfähigkeit der CFK-Struktur stark reduziert wird und schlussendlich in einem vorzeitigen Versagen endet. Warum in Bezug zur Festigkeit insbesondere während den Druckbeanspruchungen Delaminationen zu vermeiden sind, soll das nachfolgende Berechnungsbeispiel zeigen:

Gemäß Gerard et al. [17] lautet für dünne Platten mit der Plattendicke t unter Voraussetzung der Gültigkeit des Hooke'schen Gesetztes die folgende Differentialgleichung:

$$D \cdot \Delta \Delta w + t \left( \sigma_x \cdot \frac{\partial^2 w}{\partial x^2} + \sigma_y \cdot \frac{\partial^2 w}{\partial y^2} + \tau \cdot \frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y} \right) = 0$$
(2-1)

Dabei ist die Plattensteifigkeit D wie folgt definiert:

$$D = \frac{E \cdot t^3}{12 \cdot (1 - \nu^2)}$$
(2-2)

wobei E für den E-Modul der Platte, t für deren Dicke und v für die Poissonzahl steht. Für eine einseitig eingespannte Platte unter Druckbelastung, wie es in Abbildung 2-4 dargestellt ist, lässt sich die folgende minimale Beullast  $P_{krit}$  herleiten:

$$P_{krit} = k_c \cdot \left(\frac{\pi}{b}\right)^2 \cdot D \tag{2-3}$$

Dabei definiert  $k_c$  den Beulfaktor, mit dem der Einfluss der Randbedingungen erfasst werden kann. Beim Einsetzten von (2-2) in (2-3) folgt:

$$P_{krit} = k_c \cdot \frac{E \cdot \pi^2 \cdot t^3}{(1 - \nu^2) \cdot b^2} \tag{2-4}$$

Dabei fließt mit b zusätzlich die Breite der Platte mit ein.



Abbildung 2-4: Einseitig eingespannte Platte unter Druckbelastung

Es ist ersichtlich, dass die kritische Beullast proportional zur Dicke in der dritten Potenz ist. Bei der Beschädigung der Probe infolge eines Einschlages wird die Schädigungsenergie durch eine Delamination in der interlaminaren Schicht abgebaut. Die Delamination separiert dabei die Platte lokal in zwei Hälften. Wenn nun, wie in Abbildung 2-5 ersichtlich, für den Bereich ohne Schädigung die Dicke  $t_1$ =t und für den delaminierten Bereich die Dicke  $t_2$ =2·(t/2) eingesetzt wird, ergibt dies folgende Abhängigkeiten:

$$P_{krit,1} \propto t^3 \tag{2-5}$$

$$P_{krit,2} \propto \frac{t^3}{4} \tag{2-6}$$

Dies bedeutet, dass der delaminierte Bereich im Vergleich zur den Bereichen ohne Schädigung 75% der ursprünglichen Druckfestigkeit einbüßt. Auch wenn dieses Beispiel eine starke Vereinfachung der Realität ist, zeigt es doch deutlich die Gefahren einer delaminierten Struktur sowie deren Einfluss auf die Druckfestigkeit auf. Aus diesem Grund ist es erstrebenswert, dass in Bezug auf die Druckfestigkeit der Strukturen die Delamination so gut wie möglich verhindert werden können.



Abbildung 2-5: Einfluss einer Delamination auf die Druckfestigkeit von CFK

In den folgenden Abschnitten sollen die wichtigsten Ansätze zur Steigerung der Schlagzähigkeit von CFK aufgezeigt und deren Wirkungsweisen erläutert werden.

#### 2.2.1. Modifikation des Harzsystems

Die Steigerung der Schlagzähigkeit geht einher mit der Erhöhung der Energieabsorption im Bauteil. Dies lässt sich durch unterschiedliche Deformationsmechanismen erreichen. So kann eine Verringerung der Vernetzungsdichte oder die Verwendung von Weichmachern zu einer Erhöhung der plastischen Deformation in den interlaminaren Schichten führen.

Die Erhöhung der Schlagzähigkeit steht schon seit den 1960er im Fokus der Forschung, wobei erhebliche Fortschritte in der Verbesserung der Eigenschaften sowie dem Verständnis der Materialien gemacht worden sind [18-20]. In dieser Zeit versuchte man die Materialien durch die Zugabe einer zweiten Polymerphase zu modifizieren. Dies gelang durch beimengen eines duktilen Werkstoffes in Form von elastischen Copolymeren wie z.B. Ethylen-Propylen-Dien-Monomer (EPDM) oder Acrylkautschuk. Der Einsatz von Copolymeren für die Erhöhung der Schlagzähigkeit ist jedoch begrenzt da entweder die Glasübergangstemperatur (Tg) oder der E-Modul verringert werden. Ein solches Verhalten ist für Matrizen, die in hochentwickelten Faserverbundwerkstoffen zum Einsatz kommen, nicht zulässig. Als Alternative dazu wurden seit den 1980er Jahre thermoplastische Systeme für die Erhöhung der Schlagzähigkeit entwickelt. Sie durchlaufen wie die Copolymere während des Härtezyklus eine Phasenänderung, besitzen jedoch den Vorteil dass die Schlagzähigkeit gesteigert werden kann ohne andere erstrebenswerte Eigenschaften zu beeinträchtigen [18, 21, 22]. Die am meisten verbreiteten Systeme sind Polyethersulfon (PES) [21], Polysulfon (PSU) [23] und Polyetherimid (PEI) [24] während andere Polymere wie Polyphenylenether (PPE) [25], Polyethylenterephthalat (PET) [26], Polyhydroxyether (Phenoxy) [27, 28] und Polycarbonat (PC) [29] ebenfalls untersucht wurden.

Die Erhöhung der Schlagzähigkeit mittels Modifikation des Harzsystems ist ebenfalls eine sehr zielführende Methode. Dies führt normalerweise zu einer Veränderung der physikalischen Eigenschaften, sowie zu einem Anstieg der Harzviskosität und damit zu Problemen mit dem Benetzen der Fasern. Darüber hinaus besteht die Gefahr, dass die Zusätze während der Harzinjektion durch die Fasern gefiltert werden und dadurch eine homogene Verteilung im Bauteil verhindert wird. Somit wäre der Einsatz eines Materials sinnvoll, dass keinen Einfluss auf die Viskosität des noch flüssigen Harzsystems ausübt und zusätzlich nicht frühzeitig ausgeschieden oder gefiltert wird. Dies wird durch ein Auflösen der Additive im flüssigen Harzsystem erreicht. Die Phasentrennung tritt erst im Anschluss während des Aushärtezyklus auf, wie es in Abbildung 2-6 ersichtlich ist. Dieses Verhalten kann bei der Modifikation der Matrix durch hochverzweigte, sogenannte dendritische Polymere beobachtet werden [30-32].



Abbildung 2-6: Modell eines Prozess zur Phasentrennung bei der Harzmodifikation durch dendritischen Polymere [30]

## 2.2.2. Partikel und Füllstoffe

Eine Erhöhung der Schlagzähigkeit lässt sich ebenfalls durch die Zugabe von anorganischen Füllstoffen wie Glaspartikel, Quarz oder Oxyde erreichen [33, 34]. Spanoudakis et al. [33] untersuchten den Einfluss von Glaspartikel auf die Schlagzähigkeit von Epoxidharz, wobei sie sich auf die Größe der Partikel, deren Anteil am Gesamtvolumen sowie die Partikel/Matrix Haftung fokussierten. Als Hauptmechanismus zur Steigerung der Schlagzähigkeit wurde dabei die Bruchumleitung identifiziert, wobei diese in Abhängigkeit der Partikelgröße sowie deren Anteil am Gesamtvolumen steht. Zusätzlich beeinflusst die Stärkte der Partikel/Matrix Haftung das Rissausbreitungsverhalten sowie das Aussehen der Bruchfläche. In der Mitte der 1990er Jahre wurde der Einfluss von Aramid-Kurzfasern mit einer Länge von 5-15mm auf die interlaminare Bruchzähigkeit untersucht [35]. Dabei stellte sich heraus dass die Steigerung der Schlagzähigkeit hauptsächlich auf dem Phänomen der Partikel-Brückenbildung beruht. Auch anhand von anderen Materialien wurden ähnliche Studien durchgeführt. Dabei kamen Aluminiumfasern [36], Glasfasern [37] oder auch Zylonfasern [35] zum Einsatz. Sohn et al. [35] stellten bei ihren Untersuchungen fest, dass die Zugabe von Kurzfasern zu einer zufällig ausgerichteten, homogenen Schicht führt. Dies wiederum bedingt zufällig und über die Bruchfläche verteilte Risspfade.

In der letzten Zeit rückte die Schlagzähigkeitsmodifikation mittels Nanopartikel immer mehr in den Vordergrund. Dabei wurde zunächst nur das Epoxidharz einer Modifikation unterzogen. Dazu kamen neben Ruß und Nanoclay [38] vor allem Carbon Nanotubes zum Einsatz. Diese wurden nach der Funktionalisierung mit aufwendigen Methoden wie Ultraschalldispersion oder Kalandrieren homogen im Harz verteilt [39]. Dabei zeigte sich, dass bereits ein geringer Carbon Nanotubes-Anteil von 0.1Gew.-% für eine Steigerung der Bruchzähigkeit (K1c) um 20% erzielen lässt

Verschiedene Studien untersuchten außerdem die Auswirkung dieser Nanopartikel auf Schlagzähigkeit von Faserverbundwerkstoffen. Dabei kamen unterschiedliche Produktionsverfahren wie das Handlaminierverfahren [40], Harzinfusion [41] sowie RTM [42] zum Einsatz. Die meisten Infusionsprozesse sind jedoch auf ein Harz mit niedriger Viskosität angewiesen. So kann die geringe Zugabe von Nanopartikeln zu einer signifikanten Erhöhung der Harzviskosität führen und zusätzlich ist eine inhomogene Verteilung der Partikel innerhalb des Bauteils auf Grund von Filtereffekten der Fasern möglich [39, 42]. Insbesondere beim RTM Verfahren hat sich herausgestellt, dass die Verarbeitung von modifizierten Harzen mit einem Carbon Nanotubes-Anteil von mehr als 0.5% aufgrund des starken Anstiegs der Viskosität zu einer großen Herausforderung wird. Trotz diesen Schwierigkeiten wird an schlagzähigkeitserhöhenden Systemen gearbeitet, die mit den Infusionsprozessen kompatibel sind und es sind bereits kommerzielle Produkte erhältlich [43].

#### 2.2.3. Modifikation des Preforms

Beim Aufbau des Preforms bieten sich ebenfalls verschiedene Möglichkeiten, Einfluss auf die Schlagzähigkeit von Faserverbundwerkstoffen zu nehmen [44, 45]. So untersuchten Briscoe et al. [46] den Zusammenhang zwischen den Oberflächeneigenschaften von unterschiedlichen textilen Halbzeugen und dessen Auswirkungen auf die Schlagzähigkeit. Dabei stellte sich heraus, dass grobe Gewebe mit höheren Flächengewichten eine höhere Bruchzähigkeit als feine Gewebe mit geringeren Flächengewichten aufweisen. Die Art der Gewebebindung hat dabei nur einen geringen Effekt auf die Bruchzähigkeit. Vielmehr verursachte die raue Oberfläche den Anstieg der interlaminaren Schichtdicke wodurch sich während der Delamination eine plastische Zone vor der Rissspitze entwickeln konnte [47]. Auch alternative Materialen wie Carbonfaser Filze konnten ihre Leistungsfähigkeit unter Beweis stellen. So stellten Kim et al. [48] Carbonfaser Filz durch Vernadeln eines Stapels von losen Carbonfasern sowie Carbonfasergelegen her. Die Untersuchungen zeigten, dass der Filz-Epoxid Verbund gegenüber den übrigen Gelegearten eine deutlich gesteigerte Schlagzähigkeit aufweist.



Abbildung 2-7: Herstellung einer Querträgerstruktur in einem kombinierten Flecht-, und Wickelprozess [55]

Moderne Fertigungsmethoden wie Stricken, Flechten oder Vernähen bieten die Möglichkeit drei Dimensionale (3D) Preforms herzustellen und somit den Preform gezielt zu modifizieren (siehe Abbildung 2-7). Die 3D-Struktur setzt sich dabei aus flächigen Faserlagen für (Steifigkeit und Festigkeit) sowie Bindefäden in Z-Richtung (Verstärkung in Dickenrichtung) zusammen [49, 50]. Diese 3D-Preforms weisen im Vergleich mit dem herkömmlichen Laminataufbau zwei gewichtige Vorteile auf. So lassen sich komplex geformte Komponenten wie Versteifungsrippen, Zylinder und Düsen deutlich schneller Herstellen und die Schlagzähigkeit verbessert sich aufgrund der Verstärkungen in Dickenrichtung [51-53]. So Untersuchten Kim et al. [54] das Delaminationsverhalten von unterschiedlichen Gestricken und konnten da bei aufzeigen, dass die GIc-Werte der aus gestrickten Preforms hergestellten Proben zwischen 10- bis 20-mal höher ausfallen als bei den Referenzproben.

Die klassischen Ziele beim Vernähen von Preforms sind die Verbindung und Stabilisierung der Faserlagen. Die Vorteile einer solchen Vernähung in Dickenrichtung zeigen sich in einer kostengünstigen Verbindung der einzelnen Faserlagen mit einer verbesserten Handhabung des trockenen Preforms. Außerdem lassen sich Verbundstrukturen zusammenfügen wobei sich die Möglichkeit bietet, mechanischen Befestigungselementen zu Ersetzen. Insbesondere beinhaltet diese Technologie auch die Möglichkeit zur Steigerung der interlaminaren Bruchzähigkeit sowie die Erhöhung des Widerstandes gegenüber Einschlägen von Fremdkörpern [56-58]. Aus diesen Gründen kommt das Vernähen der Preforms bei zahlreichen Anwendungen zum Einsatz, wie beispielsweise die hintere Druckkalotte des Airbus A380 [59].



Abbildung 2-8: Einfluss der Impactenergie auf die Restdruckfestigkeit von unterschiedlichen Composite-Varianten: (A) Thermoplastische Matrix, (B) vernähter Preform, (C) Schlagzähigkeitsmodifiziertes Prepreg und (D) Prepreg [60]

Abbildung 2-8 zeigt das CAI Leistungsniveau von vernähten Composites im Vergleich mit schlagzähigkeitsmodifizierten Prepregs und Composites mit thermoplastischer Matrix.

Es ist ersichtlich, dass die Werte der vernähten Composites (B) diejenigen der schlagzähigkeitsmodifizierten Prepregs bei allen Schlagenergien übertreffen. Außerdem befinden sich die vernähten Proben bei hohen Schlagenergien auf einem ähnlichen Niveau wie die Proben mit einer thermoplastischen Matrix, obwohl deren Schädigungsflächen deutlich grösser ausfallen. Trotz den vielfältigen Vorteilen, die der Einsatz von 3D-Preforms mit sich bringt, sind die Nachteile dieser Technologien ebenfalls zu erwähnen. Die Nähnadel sowie das Nähgarn fallen sehr dick im Vergleich zu den Verstärkungsfasern aus. Dies führt zu ondulierten Fasern in Faserrichtung sowie in der Dickenrichtung. Diese Ondulationen fallen während des Nähprozesses an, wobei die Nadel sowie der Faden mit relativ großen Kräften durch den Lagenaufbau getrieben werden. Dabei auftretende Schäden sind in Abbildung 2-9 ersichtlich. Außerdem bedeutet das vernähen der Preforms einen zusätzlichen Handlingsschritt, die die Herstellungsdauer der Strukturen entsprechend verlängert.



Abbildung 2-9: Einfluss des Nähfadens auf die Ondulation der Verstärkungsfasern in Abhängigkeit der Fadenstärke (A,B) sowie der Fadenspannung (C,D) [56]

### 2.2.4. Modifikation der interlaminaren Schicht

Die Erhöhung der Schlagzähigkeit lässt sich auch mittels Modifikation der interlaminaren Schicht erreichen. Diese harzreiche Schicht liegt zwischen den Faserlagen und wird dazu mit einem Einleger versehen. Dieser wird während des Lagenaufbaus zwischen die Faserlagen eingebracht. Verschiedene Untersuchungen dazu konnten erhebliche Verbesserungen sowohl bei der Schlagzähigkeit als auch bei der interlaminaren Zähigkeit von CFK aufzeigen [61, 62].

Als einfachste Methode zeigt sich die Verwendung von zusätzlichem Matrixmaterial, um die Dicke der interlaminaren Schicht zu erhöhen. Untersuchen haben gezeigt, dass sich so die interlaminaren Energiefreisetzungsrate GIc und GIIc um bis zu 70% beziehungsweise 200% steigern lassen, wobei ein Einleger mit einer Schichtdicke von 0.2mm zum Einsatz gekommen ist [63]. Die plastische Fließzone vor der Rissspitze ist dabei der wesentliche Mechanismus, der den Verlauf der Rissausbreitung durch die harzreiche Schicht bestimmt [64]. Wenn die Dicke des Einlegers dabei geringer als der Durchmesser der plastischen Fließzone ausfällt, wandert der Riss in Richtung des schwächsten Bereichs des Verbundes. Dies ist in diesem Fall die Grenzschicht zwischen Fasern und Matrix, was zu einem Versagen der Zwischenschicht-Verklebung führt.



Abbildung 2-10: Schematische Darstellung der Interaktion der plastischen Fließzone mit der Zwischenschicht bei unterschiedlichen Schichtdicken. (A) Versagen der Verklebung zwischen Matrix und Fasern, (B) kohäsives Versagen der Matrix [65]

Yasaee et al. [65] haben in ihren Untersuchungen gezeigt, dass die Bruchzähigkeit für ein Kohäsionsversagen der Zwischenschicht im Allgemeinen höher ausfällt als für Klebeversagen an der Grenzschicht zwischen Fasern und Matrix. Aus diesem Grund gibt die Bruchzähigkeit für dünne Schichtdicken die Haftungsfestigkeit zwischen Fasern und Matrix wieder, während bei höheren Schichtdicken der Riss in der Schicht eingeschränkt wandern kann und somit durch das kohäsive Schichtversagen die Interlaminare Energiefreisetzungsrate GIc gesteigert wird [66].

Mittlerweile sind unterschiedliche Materialien für den Einsatz als Zwischenschicht entwickelt worden. Darunter befinden sich thermoplastische Schichten bestehend aus Polyurethan (PU) [67], Polyethylenterephthalat (PET) [68], Polyetheretherketon (PEEK) [69], duroplastische Schichten [64, 71] sowie Vliesgewebe [61].

Kuwata et al. [70] zeigen in ihren Untersuchungen, dass die Einbringung der Zwischenschicht jedoch auch negative Auswirkungen auf die Eigenschaften der Composites mit sich bringt. So kann die Integration von zusätzlichen Materialien eine niedrigere globale Steifigkeit, Festigkeit sowie eine Änderung des globalen Faservolumenanteils des Laminates hervorrufen. Die Einarbeitung von zusätzlichen Faserlagen kann diesen Effekt lindern, jedoch führt dies wiederum zu einem Gewichtsnachteil. Außerdem berichten Sela et al. [71] über eine Gewichtszunahme bedingt durch einen Anstieg der Bauteildicke. Zusätzlich konnten Odzil et al. [72] in ihren Untersuchungen nachweisen, dass eine geringe Haftung zwischen der Zwischenschicht und der Matrix häufig eine verminderte Zähigkeit verursacht. Somit liegt der Schluss nahe, dass neben der hohen Zähigkeit auch ein hohes Haftvermögen der Zwischenschicht erforderlich ist, um die Schlagzähigkeit von CFK zu Verbessern.

## 2.3. Elektrische Leitfähigkeit von CFK

CFK Komponenten haben neben vielen Vorteilen ebenfalls gewichtige Nachteile; einer davon ist die tiefe elektrische Eigenleitfähigkeit des Verbundwerkstoffes [73]. Dies hat einen direkten Einfluss auf die elektrischen Funktionen der Strukturen, wie elektrostatische Entladung (ESD), elektrische Kontaktierung, Abschirmung gegenüber elektromagnetischen Interferenzen sowie insbesondere die Wirksamkeit gegenüber Blitzschlag. [74].

Der Grund für die Reduktion der Leitfähigkeit ist im Aufbau von CFK zu suchen. Kohlenstofffasern, die im Vergleich zu Metallen eine deutlich reduzierte elektrische Leitfähigkeit aufweisen, werden bei der Herstellung der Strukturen mit einer elektrisch isolierenden Matrix umgeben. Dabei handelt es sich typischerweise um Epoxidharz. Die isolierende Matrix und der asymmetrische Aufbau der Faserlagen beeinflussen somit die elektrische Leitfähigkeit, insbesondere in Dickenrichtung des Materials. In den folgenden Abschnitten soll die Bedeutung der elektrischen Leitfähigkeit bei Luftfahrtstrukturen sowie die wichtigsten Ansätze zur Steigerung der elektrischen Leitfähigkeit von CFK aufgezeigt und deren Wirkungsweisen erläutert werden.

#### 2.3.1. Bedeutung bei Luftfahrtstrukturen

Die Gefahren eines Blitzschlages begleitet die Luftfahrtindustrie schon seit ihren Anfängen. Zu dieser Zeit waren Blitze jedoch aufgrund der großen Gefahren sowie unzureichenden Messmethoden ein mangelhaft erforschtes Phänomen [75]. Wie und wo ein Flugzeug durch einen Blitz getroffen wird, was dabei die zu erwartenden Folgen für die Flugsicherheit sind und welche Schäden daraus resultieren, waren am Anfang der 1980er Jahre noch offene Fragen. Bis zu diesem Zeitpunkt wurden die Luftfahrzeuge durch den großzügigen Einsatz von metallischen Schutzeinrichtungen gegen Blitzschlag abgesichert. Mit dem Einzug des modernen Zeitalters der Luftfahrt, bei dem der Aspekt der Sicherheit immer eine gewichtigere Rolle einnahm, waren solche Ansätze nicht mehr zulässig [76].

Flugzeuge werden vor allem im Flugbetrieb durch Blitze getroffen. Dies weil das Flugzeug im Flug die elektrischen Felder in der Umgebung verändert und so als Katalysator für Blitzeinschläge fungiert. Dabei wird ein ungeladenes Flugzeug in einem elektrischen Feld polarisiert und die lokalen elektrischen Feldwerte der Flugzeugoberfläche an den jeweiligen Enden durch das Feld ausgerichtet [77]. Dabei reicht eine elektrische Feldstärke von 30 bis 300 kV/m aus, so wie sie typischerweise innerhalb einer Gewitterwolke auftritt, um an den Flugzeugextremitäten eine Koronaentladung zu verursachen.

Diese wiederum führt zu der Entstehung von bidirektionalen Leitblitzen die anschließend die unterschiedlichen Ladungszentren in der Wolke miteinander verbinden, wie es in Abbildung 2-11 ersichtlich ist [78]. Bei leitenden Geometrien, die einen kleinen Krümmungsradius aufweisen wie z.B. Flügelspitzen, Höhenruder, Radom usw. wird diese Tendenz besonders verstärkt [79]. Suzuki et al. [80] untersuchten die von einem Blitz getroffenen Verkehrsflugzeuge in Japan zwischen 1980 und 1991. Dabei zeigt sich dass die meisten Vorfälle unabhängig von den Jahreszeiten bei einer Außentemperatur zwischen -5 und 0°C und einer Flughöhe von 3000 bis 6000 m aufgetreten sind. Außerdem konnte gezeigt werden dass es auch bei Temperaturen unterhalb von -20°C ein Blitzschlag auftreten kann.


Abbildung 2-11: Die Entstehung eines bidirektionalen Leitblitzes durch Koronaentladung am Flugzeug [79]

Blitzschlag ist in der Luftfahrt ein regelmäßig auftretendes Phänomen. So wird ein Flugzeug gemäß Statistiken alle 3000 Flugstunden von einem Blitz getroffen, dies bedeutet für ein Verkehrsflugzeug einmal pro Jahr [81]. Der Blitz verursacht bei einem Einschlag einen Strom mit hoher Intensität, der durch die Bauteile mit dem geringsten Widerstand fließt. Wenn dabei die Flugzeugoberfläche keinen genügenden Schutz aufweist, kann der Strom zu schweren Folgen wie Verdampfung von Metall, Steuerleitungen oder anderen kritischen Flugzeugteilen führen [82]. Metallische Flugzeugstrukturen, die normalerweise aus Aluminium bestehen, weisen eine hervorragende elektrische Leitfähigkeit auf und bieten automatisch einen guten Schutz gegen Blitzschlag [83].

Aluminium ist in der Lage auch hohe Ströme, die aus einem Blitzschlag resultieren, mit relativ wenigen Nebenwirkungen abzuleiten. Die hohen Leiteigenschaften von Aluminium ermöglicht es diese Ströme über die Struktur abzuführen, wobei der Großteil dabei über die Außenhaut des Flugzeuges abfließt.

Der Blitzschutz von CFK ist aufgrund des internen hohen elektrischen Widerstands von Kohlenstoffasern und Epoxidharz, dem Schichtaufbau sowie der



Abbildung 2-12: (A): unbeschädigte Probe, (B): Probe nach Blitzschlag, ohne Blitzschutzvorrichtung, (C): Probe mit integriertem Blitzschutz, (D): Nahaufnahme der beschädigten Zone von (C) [87]

anisotropen Natur der Struktur sehr komplex. CFK zeigt einen rund 2000mal höheren elektrischen Widerstand als Aluminium. Epoxidharz, das sogar einen um 1 Million Mal gesteigerten elektrischen Widerstands gegenüber Aluminium aufweist, zählt schon zu der Gruppe der Isolatoren [80]. Aus diesem Grund können aus Blitzen resultierende Ströme nicht genügend schnell über eine CFK-Außenhaut abgeführt werden, um einen Schaden an der Struktur zu verhindern. Dies kann zu Schäden an der Oberfläche wie Versprödung der Matrix, Delamination oder zum Versagen der Struktur führen [84-86].In Abbildung 2-12 sind solche Schäden an CFK-Proben ersichtlich. Zusätzlich kann der Strom in die Unterkonstruktion wie Rippen und Holmen eindringen (Abbildung 2-13). Dieser sogenannte "Edge-Glow-Effect" führt dann zwischen den verbundenen Strukturen wiederum zu Spannungsabfällen, die groß genug sind so dass ein Lichtbogen gebildet wird (Abbildung 2-14).



Abbildung 2-13: Edge-Glow Effekt: Gefahr durch Funkenflug bei Bauteilfugen während eines Blitzeinschlags



Abbildung 2-14: Lichtbogen bei einem Befestigungselement während eines Blitzschlages [90]

Die in Kapitel 2.2.4 vorgestellte Schlagzähigkeitsmodifikation mittels Einlegern kann diesen Effekt noch zusätzlich Verstärkten. Der Einsatz von Einlegern führt zu einer verstärkten elektrischen Isolierung zwischen den einzelnen Faserlagen. Dies zeigt sich ein einer reduzierten Leitfähigkeit der CFK in Dickenrichtung, die zu einer Isolierung der Fasern führen kann [88]

Als Folge des Blitzschlages wird zwischen den isolierten Lagen ein starkes elektrisches Feld gebildet, wobei ein abfließen der Elektronen über die Faserlagen an den Bauteilkanten wiederum zu einer Funkenbildung führen kann [89]. Edge-Glow muss also vor allem im Bereich der Treibstofftanks wie z.B. beim Flügelkasten vermieden werden. Aus diesen Gründen und der zunehmenden Abhängigkeit von elektronischen Avioniksystemen für die primäre Steuerung des Flugzeuges ist der Einsatz von Blitzschutzvorrichtungen notwendig, damit der Storm sowie die elektromagnetischen Störungen über die Außenhaut abfließen und das Flugzeug Richtung Erde verlassen können, ohne dabei Schaden anzurichten.

# 2.3.2. Maßnahmen zur Steigerung der Leitfähigkeit von CFK

Es werden unterschiedliche Strategien verfolgt, um die elektrische Leitfähigkeit von CFK zu steigern. Diese lassen sich dabei grob in zwei unterschiedliche Gruppen aufteilen:

- Modifikation der Matrix mit leitfähigen Partikeln
- Zugabe von leitfähigen Materialien in die interlaminare Schicht

Die Zugabe von leitfähigen, auf Kohlenstoff basierenden Partikeln zur Matrix ist ein typisches Vorgehen um deren Leitfähigkeit zu erhöhen. Intensiv wurde dabei die Wirkungsweise von Graphit-Fasern, Ruß sowie Carbon-Nanotubes auf die elektrischen Eigenschaften der Epoxidmatrix untersucht. Dabei zeigte sich, dass sich bei der Verarbeitung von CNT schon mit einer geringen Zugabe von 0.3 Gew.-% die Leitfähigkeit der Matrix um mehrere Größenordnungen steigern lässt [42]. Als Nachteilig stellte sich jedoch heraus, dass die Zugabe dieser Partikel zu einem Anstieg der Harzviskosität führt. Dieses Verhalten kann insbesondere bei der Verwendung von Harzinfusionsprozessen nicht akzeptiert werden (siehe Kapitel 2.2.2). Außerdem können bedingt durch den Preform Filtereffekte auftreten, so dass es die Füllstoffe nicht homogen im Material verteilt werden [91]. Dieser Effekt basiert auf den physikalischen Eigenschaften der Nanopartikel, die eine große spezifische Oberfläche aufweisen und so durch die dichten Kohlenstofffaserbündel gefiltert werden [92].

Eine weitere Möglichkeit die Leitfähigkeit zu erhöhen, bietet die Zugabe von leitfähigen Materialien in die interlaminare Schicht. Dazu stehen unterschiedliche Vorgehensweisen zur Verfügung. So lassen sich die elektrischen Eigenschaften von CFK durch die Zugabe von leitfähigen Polymeren [88, 93] gezielt steigern. Auch die direkte Applikation von leitfähigen Partikeln auf die Oberfläche des textilen Halbzeuges, die mittels Dispersion und Spritzpistole erfolgte, zeigte vielversprechende Resultate im Labormaßstab [94, 95].

Unabhängig von diesen Untersuchungen haben sich in der Luftfahrtindustrie unterschiedliche Präventionsmaßnahmen zum Schutz der Strukturen etabliert. Damit die modernen Verkehrsflugzeuge, deren Außenhaut immer öfters aus CFK besteht, trotzdem gegenüber einem Blitzschlag geschützt sind, werden typischerweise deren elektrische Leitfähigkeit mit einem metallischen Einleger in der äußersten Lage modifiziert [81]. Dabei kommen beispielsweise Bronzefolie (Airbus A380), Kupferfolie (Airbus A350 XWB) sowie Kupfergitter (Boeing 787) zum Einsatz [96, 97].

Eine weitere Möglichkeit, die Leitfähigkeit auf der Oberfläche der Strukturen zu erhöhen, bietet der Einsatz von leitfähigen Beschichtungen. Hier kommen Lacksysteme zum Einsatz, deren elektrischen Eigenschaften mit bestimmen Zusatzstoffen gezielt modifiziert werden [98]. Auch eine Beschichtung der Oberfläche mit dem sogenannten Kaltgasspritzen schützt die Struktur gegen Blitzschlag. Dazu wird das Metall in Pulverform unter Zunahme eines auf wenige hundert Grad aufgeheiztes Prozessgas mit sehr hoher Geschwindigkeit auf die Oberfläche aufgebracht. Die kinetische Energie zum Zeitpunkt des Aufpralls reicht dabei für ein vollständiges Aufschmelzen der Partikel nicht aus [99]. Untersuchungen haben jedoch gezeigt, dass dieses Verfahren die Oberfläche der CFK-Struktur durch Erosion beschädigen kann und nur leichte sowie weiche Metalle für diesen Prozess in Frage kommen [100].

# 3. Materialien

Neben der gezielten Erhöhung der Schlagzähigkeit von CFK soll auch das Potential zur Verbesserung deren elektrischen Leitfähigkeit untersucht werden. In diesem Kapitel werden die dazu benutzten Materialien sowie die Thermoplaste vorgestellt. Diese kommen dabei als unterschiedliche Halbzeuge zum Einsatz. Für die Untersuchungen zu Steigerung der elektrischen Leitfähigkeit wurden zusätzlich graphitbasierte Additive in das entsprechende Polymer integriert.

## 3.1. Thermoplastische Ausgangsmaterialien für die Einleger

Die Einleger sollen in der interlaminaren Schicht verschiedene Funktionen übernehmen. Die primäre Aufgabe des Thermoplasts ist die Verminderung der Rissausbreitung in der harzreichen Zwischenschicht aufgrund seiner zäh-elastischen Eigenschaften. Dadurch soll bei einer Schädigung der Struktur, z.B. durch einen Impact, die beschädigte Fläche möglichst gering ausfallen. Außerdem darf die Zugabe des Polymers die globalen mechanischen Eigenschaften des CFK nicht übermäßig reduzieren, sei dies bei Umgebungstemperaturen oder auch bei erhöhten Prüftemperaturen (>100°C). Zusätzlich bietet sich ein Thermoplast mit einem niedrigen Schmelzpunkt (<100°C) als Binder an, der die einzelnen Faserlagen fixiert und somit das Handling des Preforms vereinfacht. Dies wurde bei der Wahl der Polymere berücksichtigt, so dass die gewählten Materialien einen großen Anwendungsbereich abdecken. Folgende Thermoplaste wurden für die Untersuchungen ausgewählt:

- Polyhydroxyether (Phenoxy)
- Co-Polyamid mit einer tiefen Schmelztemperatur (CoPA)
- Polyamid 12 (PA12)
- Co-Polyamid mit einer hohen Schmelztemperatur (CoPA HT)

Phenoxy ist ein themoplastischer Polyhydroxyether mit einer amorphen Struktur, bestehend aus Bisphenol A und Isopropylalkohol [101]. Es wird als Verarbeitungshilfe in der Composite Industrie verwendet und unter anderem zur temporären Fixierung der Faserlagen eingesetzt. Phenoxy hat die interessante Eigenschaft, dass es sich in Epoxidharz auflöst, wobei das Polymer bereits unterhalb der Glasübergangstemperatur durch das flüssige und reaktive Epoxidharz angelöst wird. Der Lösungsvorgang ist dabei hauptsächlich abhängig von der Temperatur, der Viskosität des Epoxidharzes und dem Faserdurchmesser [28, 102]. Idealerweise lösen sich die Phenoxyfäden während des Harzinjektionsvorgangs und anschließendem Aushärtevorgang komplett auf und sind nicht mehr als eigene Phase sichtbar. Dies wirkt sich positiv auf die mechanischen Eigenschaften des Bauteiles mit sich, da die Ondulation der lasttragenden Fasern durch Bindefäden reduziert wird.



Abbildung 3-1: Einfluss der Zusammensetzung der Co-Polyamide auf deren Schmelzpunkt [103]

Neben Phenoxy sollen im Rahmen dieser Untersuchung ebenfalls teilkristalline Polyamide für die Steigerung der Schlagzähigkeit eingesetzt werden. Dabei handelt es sich um PA12 sowie zwei Copolyamide, die anhand ihrer Schmelztemperatur ausgewählt wurden. So kommt ein Copolyamid mit einer tiefen Schmelztemperatur von unter 130°C (CoPA) sowie ein Copolyamid mit einer hohen Schmelztemperatur von über 280°C (CoPA HT) zur Anwendung. Die Copolyamide bestehen aus mehreren Monomeren und sie besitzen den Vorteil, dass bei der Produktion anhand der Zusammensetzung gezielt Einfluss auf den Schmelzpunkt sowie sonstige Eigenschaften genommen werden kann (siehe Abbildung 3-1).

## 3.2. Thermoplastische Halbzeuge

Neben der Variation der Thermoplaste soll auch der Einfluss der Art des Halbzeuges auf die Materialeigenschaften untersucht werden. Dazu stehen neben Pulver auch Vliesstoffe und Fadengelege zur Verfügung. Aufgrund der besseren Verfügbarkeit wurden die ersten Versuche mit Pulver durchgeführt und anhand der Resultate das weitere Vorgehen definiert. Aus diesem Grund wurde bei den Vliesstoffen und Fadengelegen nicht mehr auf alle Ausgangsstoffe zurückgegriffen.

#### 3.2.1. Pulver

Tabelle 3-1 zeigt den Vergleich der Partikelgrößen sowie die Partikelverteilung der eingesetzten Polymere. Die Bestimmung der Partikelgrößen sowie der Partikelverteilung wurde mit einem Granulometer 1064 der Firma CILAS durchgeführt.

Polymer	Standard _ Partikelgröße [µm]	Partikelgrößenverteilung			
		10% kleiner als [µm]	50% kleiner als [µm]	90% kleiner als [µm]	
Phenoxy	0-100	26	66	109	
CoPA	0-100	13	48	84	
PA12	0-100	26	69	122	
CoPA HT	0-20	1	6	13	

Tabelle 3-1: Vergleich der Partikelverteilung der untersuchten Polymere

#### 3.2.2. Vlies

Ein Vlies ist gemäß Definition ein Flächengebilde aus Fasern, Endlosfilamenten oder geschnittenen Garnen jedweder Natur oder jedweden Ursprungs, die in ein Vlies geformt und verfestigt worden sind, mit allen möglichen Mitteln, außer durch Weben, Wirken oder Stricken [104].

Diese zeichnen sich durch ihre flächige und zusammenhängende Form aus und eigenen sich für eine spätere Integration in einen automatisierten Produktionsprozess (siehe Abbildung 3-2).



Abbildung 3-2: Flächiger Vliesstoff, der als interlaminarer Einleger dient

Bei den Versuchen kam aufgrund der Untersuchungsergebnisse der zuvor vorgestellten Pulver ein aus PA12 bestehendes Vlies mit einem Flächengewicht von 19  $g/m^2$  zum Einsatz.

### 3.2.3. Fadengelege

Wie beim Vlies kam bei der Produktion der Fadengelege ebenfalls PA12 zur Anwendung. Anders als Gewebe oder rechtwinklige Gelege bestehen Fadengelege aus sich diagonal kreuzenden Fäden. Diese werden an den Kreuzungspunkten mit stark haftenden Bindemitteln fixiert (siehe Abbildung 3-3). So entsteht je nach Anzahl der Längs- und Diagonalfäden eine eng- oder weitmaschige Rautenstruktur [105].

Für die Untersuchungen wurde PA12 Garn mit verschiedenen Feinheiten (75 dtex, 300 dtex) zu zwei Fadengelegen verarbeitet, die sich im Flächengewicht sowie im Garnabstand unterscheiden (siehe Tabelle 3-2). Dtex definiert dabei das Gewicht von 10000 m des entsprechenden Fadens in Gramm.



Abbildung 3-3: Fadengelege mit Kettenbreite a sowie Schussbreite b

Fadengelege 1 besteht aus 300 dtex Garn und weist bei einem Flächengewicht von 12 g/m<sup>2</sup> einen Abstand des Kettgarns (a) von 5.5 mm sowie einen Abstand des Schussgarns (b) von 13 mm auf (siehe Abbildung 3-4). Fadengelege 2 hingegen besteht aus 75 dtex Garn was zusammen mit dem Kettgarnabstand von 1.4 mm sowie einem Schussgarnabstand von 14mm zu einem Flächengewicht von 10 g/m<sup>2</sup> führt. Der Winkel  $\alpha$  ist in beiden Fällen mit 150° identisch. Als Bindemittel kam ein Thermoplast mit einem Schmelzpunkt von unter 80°C zum Einsatz.

Fadengelege	Flächenge- wicht [g/m <sup>2</sup> ]	Garnstärke [dtex]	Kettgarnab- stand [mm]	Schussgarn- abstand [mm]	
1	12	300	5.5	13	
2	10	75	1.4	14	



Abbildung 3-4: Vergleich der verwendeten Fadengelege: Fadengelege 1 (12 g/m<sup>2</sup>, oben), Fadengelege 2 (10 g/m<sup>2</sup>, unten)

# 3.3. Graphitbasierte Additive

Die Zugabe von graphitbasierten Additiven in die thermoplastischen Einleger bietet die Möglichkeit, diese bezüglich ihrer Eigenschaften zu modifizieren. Für die vorliegenden Untersuchungen stehen dabei insbesondere die Steigerung der mechanischen Festigkeit sowie die Erhöhung der elektrischen Leitfähigkeit im Fokus. Folgende Additive kamen im Rahmen der Untersuchungen zum Einsatz:

- Graphen
- Graphit
- Carbon Nanotubes

Compounds						
		Standard	Partikelgrößenverteilung			
Polymer			10% kleiner als [µm]	50% kleiner als [µm]	90% kleiner als µm]	
PA12/Graphit (10 Gew%)	G10	0-80	19	48	84	
PA12/Graphit (20 Gew%)	G20	0-80	19	46	78	
PA12/Graphit (30 Gew%)	G30	0-80	20	48	85	
PA12/Graphen (15 Gew%)	Graphen	0-80	21	60	104	
PA12/Carbon Nanotubes (20 Gew%)	CNT	0-80	32	61	96	

#### Tabelle 3-3: Vergleich der Partikelgrößen sowie die Partikelverteilung der untersuchten Compounds

Der Graphen-Masterbatch, der einen Graphenanteil von 15 Gew.% aufweist, wurde von der Firma Ovation Polymers Inc. geliefert. Der Carbon Nanotubes-Masterbatch, der einen Carbon Nanotubes-Anteil von 20% aufweist, stammt von der Firma EMS-CHEMIE AG. Das Graphitpulver C-Therm 001 wurde von der Firma Timcal AG geliefert und in einem gleichlaufenden Doppelschneckenextruder Coperion ZSK 26 zusammen mit PA12 zu Compounds mit unterschiedlichen Graphit-Anteilen verarbeitet. Dabei wurde Granulat mit einem Graphit-Gewichtsanteil von 10%, 20% und 30% hergestellt. Alle Granulate sowie die beiden Masterbatch wurden im Anschluss durch die Firma EMS-CHEMIE AG mittels einer Cryogen Mühle zu Pulver verarbeitet und mit einer Partikelgröße von 0 - 80  $\mu$ m ausgesiebt. Tabelle 3-3 zeigt den Vergleich der Partikelgrößen sowie die Partikelverteilung der eingesetzten Compounds.

## 3.4. Fasern

Die Verstärkungsfasern des Epoxidlaminates wurden aus einem unidirektionalen Kohlenfasergelege mit einem Flächengewicht von 298 g/m<sup>2</sup> aufgebaut. Dieses Gelege basiert auf den Toho Tenax® J IMS60 E13-Fasern, wobei diese mit einem Flächengewicht von 274 g/m<sup>2</sup> den größten Anteil ausmachen. Für eine bessere Drapierbarkeit wurden zusätzlich 20 g/m<sup>2</sup> E-Glasfasern sowie PES Nähfäden mit einem Flächengewicht von 4 g/m<sup>2</sup> verarbeitet. Das Gelege ist kommerziell erhältlich und wurde von der Firma SAERTEX GmbH & Co. KG geliefert.

# 3.5. Harzsysteme

Die Proben für die Versuche wurden mit den folgenden einkomponenten Harzsystemen hergestellt: HEXFLOW RTM6 (RTM6), geliefert von Hexcel, und Cycom 890 RTM (Cycom 890), geliefert von Cytec. Beide Systeme, insbesondere jedoch RTM6, werden weit verbreitet in der Herstellung von Aerospace Applikationen eingesetzt und zeichnen sich durch eine gute Verarbeitbarkeit in den LCM (liquid composite moulding) Prozessen aus. Die Harzsysteme wurden so verarbeitet wie sie angeliefert wurden.

# 4. Experimentelle Details

## 4.1. Herstellung der Proben

Alle Proben wurden mittels Resin Transfer Infusion (RTI) Prozess hergestellt. Dabei wird der Preform mittels eines Infusionsprozesses mit dem Epoxidharz benetzt und im Anschluss im Autoklaven ausgehärtet. Eine mit Trennmittel (Frekote 770-NC) behandelte Stahlplatte diente bei der Herstellung als Werkzeug. Dieses wurde im Anschluss auf 120°C, das Harz auf 80°C vorgewärmt. Als Lagenaufbau für die CAI und ILSS Laminate wurde ein quasi-isotroper Aufbau [0/+45/-45/90]<sub>28</sub> bestehend aus 16 Lagen gewählt, für die Laminate der Versuche GIc und GIIc sowie zur Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit kam ein Aufbau bestehend aus 10 Lagen [0]<sub>10</sub> zum Einsatz. Alle Faserzuschnitte wiesen dabei eine Größe von 330 x 330mm auf.

Die unterschiedlichen Pulver wurden mit dem entsprechenden Flächengewicht mit Hilfe eines feinmaschigen Siebes in der interlaminaren Schicht homogen verteilt, die Fadengelege sowie das Vlies während des Lagenaufbaus in die interlaminare Schicht eingebracht. Nach dem der Preform mittels Infusion komplett Getränkt wurde, folgte die Aushärtung im Autoklaven. Dieser wurde dazu mit einer Heizrate von 1.5°C/min auf 120°C erwärmt. Nach einer Haltephase von 90 min wurde der Innendruck des Autoklaven auf 60 kPa erhöht und im Anschluss die Temperatur mit 1.5°C/min auf 180°C angehoben. Dieser Zustand wurde während 90 min (RTM6) oder 120 min (Cycom 890) gehalten, gefolgt von einem langsamen Abkühlen auf Umgebungstemperatur.

Nach ihrer Fertigstellung wurden die Composites-Laminate in Hinsicht auf Porosität, Homogenität sowie Delaminationen untersucht. Dies geschah durch einen Ultraschall-Scan (Olympus OmniScan MX2 mit Phased-array-Prüfkopf) den alle Proben durchlaufen haben. Anschließend wurden alle Proben mit einer wassergekühlten Diamantsäge (Mutronic DIADISC 5200) aus den Composite Laminaten geschnitten.

## 4.2. Charakterisierung

Damit genügend Datenmaterial für eine schlüssige Wissenschaftliche Evaluation geliefert werden kann, wird neben den Mechanischen Prüfungen sowie der Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit auch eine Charakterisierung des Zusammenspiels zwischen Thermoplast und Epoxidharz durchgeführt.

#### 4.2.1. Aufschmelzverhalten der untersuchten Thermoplasten

Die Untersuchung des Aufschmelzverhaltens der Thermoplaste im Epoxidharz erfolgte durch ein Heiztischmikroskop. Dazu wurde 10 Gew.% des thermoplastischen Materials mit 90 Gew.% des Epoxidharzes vermengt und für 30 Sekunden bei 3'500 Umdrehungen pro Minute in einem Speedmixer (Hauschild Engineering DAC 150) gemischt. Anschließend wurde das Gemisch auf ein Probenglas aufgebracht, mit einem zweiten Probenglas bedeckt und in die Linkam Temperierkammer eines Zeiss AXIO Imager.A1m Lichtmikroskop gegeben. Der nachfolgende Aufheizprozess lässt sich dabei in zwei Schritte unterteilen; Erhitzen der Proben von der Umgebungstemperatur bis 20°C unter die Glastemperatur. Reduktion der Heizrate bei weiterem Aufheizen bis 10°C über die Glastemperatur. Da CoPA HT einen größeren Temperaturbereich als die anderen zu untersuchenden Polymere aufweist, wurde die Heizrate dementsprechend erhöht. Die jeweiligen Heizrampen sind in Tabelle 4-1 ersichtlich.

	Thermoplast			
	Phenoxy	CoPA	PA12	CoPA HT
Heiz- rampe 1	RT-80°C	RT-110°C	RT-160°C	RT-250°C
	5°C/min	5°C/min	5°C/min	10°C/min
Heiz- rampe 2	80°C-105°C	110°C-135°C	160°C-190°C	250°C-350°C
	2°C/min	2°C/min	2°C/min	5°C/min

Tabelle 4-1: Aufheizraten bei Löslichkeitsuntersuchung

## 4.2.2. Differential Scanning Calorimetry (DSC)

Zur Bestimmung des Einflusses der untersuchten Thermoplaste auf die Glasübergangstemperaur (Tg) des Epoxidharzes kam das Differential Scanning Calorimetry Verfahren (DSC) zum Einsatz. Dabei wurde das Epoxidharz vor der Zugabe des Thermoplasts auf Raumtemperatur gebracht und daraufhin zusammen mit dem jeweiligen Thermoplast in einem geeigneten Gefäß abgewogen. In einem nachfolgenden Schritt wurde die Mischung im Speedmixer für 30 Sekunden bei 3'500 Umdrehungen pro Minute vermengt. Die Mischung wurde in ein Metallgefäß gegeben und in einem Trockenschrank mit 1°C/min auf 180°C erwärmt. Diese Temperatur wurde während 90min (RTM6) respektive 120min (Cycom 890) gehalten und anschließend mit 2°C/min auf Umgebungstemperatur abgekühlt. Die Glasübergangstemperaturen wurden mit einem DSC-Gerät der Firma Netzsch (DSC 204 F1) durchgeführt. Die dazu verwendeten Heizrampen sahen folgendermaßen aus; Aufheizen der Proben mit 10°C/min auf 200°C und nachfolgende Abkühlung mit -10°C/min auf 25°C. Die Messung erfolgte im Anschluss, wobei die Probe mit 10°C/min auf 300°C erwärmt wird. Dieses Vorgehen ist notwendig da bei der ersten Aufheizphase die Glasübergangstemperatur von Relaxationseffekten überlagert wird, die auf der mechanischen Vorgeschichte der Materialien basieren und sich so beseitigen lassen [106, 107].

#### 4.2.3. Mechanische Prüfungen

Die CAI Proben wiesen eine Länge von 150 mm und eine Breite von 100 mm auf. Die Schädigung der Proben, die anschließende Messung der Einschlagtiefe, die Analyse der Schädigungsfläche sowie die Kompressionsversuche orientieren sich an der Prüfvorschrift Airbus Industries Test Method (AITM) 1-0010. Die Schädigung der Proben erfolgte mit einem Fallgewicht, wobei die Proben dazu auf eine massive Platte geklemmt wurden. Die Masse des Fallgewichtes betrug 4.45 kg und sie wies einen hemisphärischen Radius von 8mm auf. Eine Anti-Rückprallvorrichtung verhinderte ein mehrmaliges einschlagen des Fallgewichtes auf die Probe. Für alle Proben betrug die Einschlagenergie 30 J. Im Anschluss wurde die Einschlagtiefe bestimmt und die Proben einer erneuten Ultraschallprüfung unterzogen. Dabei wurde die Delaminationsfläche mittels der Halbwertsmethode detektiert und im Anschluss numerisch erfasst. Die Kompressionsversuche wurden mit einem normgerechten Werkzeug und einer Shimadzu AG-250kNX Materialprüfmaschine durchgeführt. Diese wies eine konstante Prüfgeschwindigkeit von 0.5 mm/min auf. Für jeden Composite-Typ wurden fünf Proben hergestellt und getestet.

Der ILSS Test wurde gemäß der Norm ASTM D2344 durchgeführt, dabei kam eine Shimadzu AG-X 10kN Zugprüfmaschine mit einer konstanten Prüfgeschwindigkeit von 1 mm/min zum Einsatz. Zusätzlich wurde ein standardisiertes Werkzeug der Firma Wyoming Test Fixtures verwendet. Der Abstand zwischen den zylindrischen Auflagen betrug 18mm, daraus Resultiert ein Spannweite-zu-Dicken Verhältnis von circa 4. Die in der Mittelebene auftretende interlaminare Scherfestigkeit F<sub>s</sub> lässt sich mit der Euler-Bernoulli Balkentheorie berechnen:

$$F_s = \frac{3 \cdot P_m}{4 \cdot b \cdot t} \tag{4-1}$$

wobei  $P_m$  die Bruchkraft darstellt, b die Breite und t die Dicke der Probe definiert. Die ILSS Proben wurden mit der folgenden Geometrie aus den Laminaten geschnitten: 9mm Breit und 27mm Lang. Der Einfluss von erhöhten Prüftemperaturen auf die interlaminare Scherfestigkeit wurde ebenfalls untersucht. Dazu kam eine Shimadzu TCE-N300 Temperaturkammer zum Einsatz, in der die Proben bei 80°C respektive 120°C währen einer Stunde vorkonditioniert wurden und anschließend auch die Versuche erfolgten. Für jeden Composite-Typ und Prüftemperatur wurden fünf Proben hergestellt und getestet.

Die interlaminaren Energiefreisetzungsraten Mode I und Mode II (GIc, GIIc) wurden gemäß den Normen DIN 6033 und DIN 6034 bestimmt. Dabei wurden die Proben mit einer Shimadzu AG-X 10kN Zugprüfmaschine getestet, wobei eine konstante Prüfgeschwindigkeit von 10mm/min (GIc) beziehungsweise 1mm/min (GIIc) zum Einsatz kam. Die geprüften Proben wiesen eine Länge von 110mm und eine Breite von 25mm auf. Für jeden Composite-Typ wurden fünf Proben hergestellt und geprüft.

#### 4.2.4. Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit

#### **Modifiziertes PA12 in Pulverform**

In unterschiedlichen Studien wurde die elektrische Leitfähigkeit von Graphit, Graphen und Carbon Nanotubes in Pulverform untersucht [89, 108]. Dabei hat

sich herausgestellt, dass die während der Prüfung verwendete Menge an Pulver so wie die ausgeübte Druckkraft einen bedeutenden Einfluss auf die Messresultate zeigt.

Versuche mit dem unterschiedlich modifizierten PA12 haben gezeigt, dass bei einer Menge von 0.1 Gramm eine reproduzierbare Messung der Leitfähigkeit möglich ist. Die Druckversuche wurden gemäß den Vorgaben in [109][108][108] durchgeführt, wobei der schematische Versuchsaufbau in Abbildung 4-1 dargestellt ist. Der Aufbau besteht aus einer massiven Polyoxymethylen-Form (POM), die einen inneren Durchmesser von 12 mm aufweist. Diese wird durch eine aus Kupfer bestehenden zylindrischen Aufnahme axial sowie vertikal fixiert. Dabei beinhaltet die Aufnahme zusätzlich einen stationären Bolzen mit einem Durchmesser von 11.9 mm und einer Länge von 15 mm. Die Form wird durch einen Bolzen mit einem Durchmesser von 11.9 mm und einer Länge von 40 mm geschlossen, wobei dieser ebenfalls aus Kupfer besteht. Um den elektrischen Kontakt zwischen den Proben und den Kupferbolzen zu erhöhen, wurden die Oberflächen der Bolzen zusätzlich poliert. Nach dem Füllen der Kavität mit 0.100±0.001 Gramm Pulver, wurde ein ansteigender Druck zwischen 0.25 MPa und 50 MPa auf das Pulver ausgeübt und dabei die Pulverdicke gemessen. Dies geschah mit Hilfe einer Shimadzu AG-10kNX Universalprüfmaschine.



Abbildung 4-1: Schematischer Aufbau der Messzelle zu Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit unterschiedlich modifizierter PA12 Pulver

Der elektrische Widerstand der komprimierten Pulver wurde mit Hilfe eines Microohmmeter MGR10 der Firma SEFELEC bestimmt. Dabei kam die Vierleitermessung zum Einsatz, wobei zwei Leiter einen Gleichstrom zwischen 0.1 mA und 10 A in den Schaltkreis einbringen und über die anderen beiden Leiter die Spannung gemessen wird. Mit dieser Methode lässt sich der elektrische Widerstand der Leiter eliminieren. Für jedes Material wurden Messungen an fünf Proben durchgeführt.

Die elektrische Leitfähigkeit  $\sigma$  lässt sich im Anschluss anhand der Probengeometrie und des gemessenen Wiederstandes berechnen:

$$\sigma = \frac{L}{R \cdot S} \tag{4-2}$$

Wobei L die Länge der Probe angibt, über welche der Strom geflossen ist, S die Querschnittsfläche der Probe definiert und R den gemessenen Wiederstand angibt.

#### Modifiziertes PA12 nach Integration in die interlaminare Schicht

Untersuchungen haben gezeigt, dass bei der Messung der elektrischen Leitfähigkeit von CFK die Probengröße einen entscheidenden Einfluss auf das Resultat haben kann [110]. Unterschiedliche Proben, die aus demselben Laminat hergestellt und mit der gleichen Oberflächenbehandlung versehen wurden, können bei der Messung unterschiedliche Resultate aufzeigen. Die Struktur der jeweiligen Proben mit einem entsprechenden Zwischenfaserabstand ist ebenfalls ein Schlüsselparameter und kann die Messresultate der unterschiedlichen Proben stark beeinflussen. Um diesem Umstand gerecht zu werden, wurde die Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit an je fünf Proben durchgeführt, die aus demselben Laminat hergestellt wurden. Dabei wiesen die Proben eine Länge sowie eine Breite von 25mm auf, wobei ein aus 10 Lagen bestehender unidirektionaler [0]<sub>10</sub> Lagenaufbau zum Einsatz kann. Dieser unidirektionale Aufbau wurde aufgrund der unterschiedlichen Materialeigenschaften entlang der jeweiligen Hauptachsen der Composites gewählt. Somit soll ermittelt werden, ob das leitfähige PA12 Pulver einen positiven Einfluss auf elektrische Leitfähigkeit der Composites entlang ihrer drei Hauptachsen ausübt. Die Hauptachsen der Composites sind in Abbildung 4-2 ersichtlich.



Abbildung 4-2: Das Hauptachsensystem des Laminates



Abbildung 4-3: Schematischer Aufbau der Messzelle zur Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeiten der Carbon Composites entsprechend ihren Hauptachsen

Neben der Probengeometrie weist auch die Kontaktierung der Probe über das Messgerät eine wichtige Bedeutung auf. Untersuchungen haben gezeigt, dass für reproduzierbare Messungen eine Vorbehandlung der Oberfläche notwendig ist [110-112]. Neben dem Auftragen einer Nickelschicht auf die Oberfläche kann diese auch mit einer Silberleitpaste versehen werden. Dabei ist jedoch die Probe bei der Messung mit einer Druckkraft zu versehen, da ein nicht kontinuierliches Aufliegen der Probe während der Messung das Resultat verfälschen kann. Damit die Oberflächen der Proben einen möglichst geringen Einfluss auf die Messungen ausüben und somit reproduzierbare Resultate ermöglicht werden, wurden die Oberflächen zunächst mit Schleifpapier P150 und P400 bearbeitet und im Anschluss mit Aceton gereinigt. Nachfolgend wurden die Proben in einer Temperaturkammer bei 65°C während einer Stunde getrocknet. Die zu messenden Oberflächen wurden im Anschluss mit einer Suspension bestehend aus Silber und Methylisobutylketon (Acheson Electrodag 1415M) behandelt. Der schematische Aufbau der Messeinrichtung ist in Abbildung 4-3 ersichtlich. Die Bestimmung der Leitfähigkeit wurde mit einem Microohmmeter MGR10 der Firma SEFELEC durchgeführt. Dabei kam die Vierleitermessung zum Einsatz, wobei zwei Leiter einen Gleichstrom von 10 mA in den Schaltkreis einbringen und über die anderen beiden Leiter die Spannung gemessen wird.

Um den Kontaktwiderstand während der Einspeisung des Messstromes zu minimieren wurde mit Hilfe einer Shimadzu AG-250kNX Universalprüfmaschine sowie massiven Kupferelektroden eine kontrollierte Druckkraft auf die Proben aufgebracht. Bei Vorversuchen (siehe Kapitel 6.2.1) stellte sich heraus, dass ab einer Druckkraft von mehr als 50 MPa in X-, und Z-Richtung sowie ab 10 MPa in Y-Richtung der elektrische Widerstand der jeweiligen Proben nicht mehr weiter reduziert werden kann. Aus diesem Grund wurde die Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit bei einem diesen entsprechenden Prüfdrücken durchgeführt.

## 4.2.5. Bestimmung der Permeabilität

Die Permeabilität ist für Harzinfusionsprozesse neben den mechanischen Eigenschaften von großer Bedeutung. Sie wird zur Quantifizierung der Durchlässigkeit von Faserstrukturen gegenüber durchströmenden Flüssigkeiten benutzt und ist abhängig von unterschiedlichen Parametern [113]:

- Art und Aufbau der Textilien
- Faserwerkstoff
- Schlichte und Haftvermittler auf den Fasern
- Oberflächenspannung der Fasern

Bürzle et al. [113] haben für die Bestimmung der Permeabilität ein Permeabilitätsmesswerkzeug entwickelt (siehe Abbildung 4-4). Der Vorteil dieses Versuchsaufbaus liegt darin, dass sich aufgrund der kreisförmigen Fließfront die Permeabilität der beiden Hauptrichtungen (Kx, Ky) in einer Versuchsdurchführung bestimmen lassen. Der Versuchsaufbau besteht dabei aus einer oberen und unteren Werkzeughälfte, wobei die untere Hälfte mittels einer einstellbaren Kavität die Fasern aufnimmt. Die obere Werkzeughälfte setzt sich aus einer transparenten Glasplatte und einer metallischen Versteifung zusammen, die untere Werkzeughälfte ist eine Stahlplatte, die ebenfalls zusätzlich Versteift wurde.



Abbildung 4-4: Schematischer Aufbau der Messzelle zur Bestimmung der Permeabilität der Faserhalbzeuge

Das Werkzeug bietet einen zentralen Einspritzkanal, der einen Durchmesser von 60 mm aufweist und mit der unteren Werkzeughälfte verbunden ist. Um ein Aufbiegen der oberen Werkzeughälfte während des Versuchs zu verhindern, was zu einer Verfälschung der Messresultate führen würde, wird diese mit dem Einspritzkanal verschraubt. Als Versuchsflüssigkeit kam ein Glycerin-Wasser Gemisch zum Einsatz, welches über den Einspritzkanal eingespritzt wurde. Eine Zahnradpumpe sorgt dabei für einen konstanten Volumenstrom während der Druck permanent überwacht wird. Mit einer Videokamera wird während des Versuches die Ausbreitung der Versuchsflüssigkeit überwacht. Der bei den Messungen zum Einsatz kommende quasi-isotrope Lagenaufbau besteht aus acht Lagen [0/+45/-45/90]s, wobei die einzelnen Lagen eine quadratische Form mit einer Kantenlänge von 400 mm aufweisen.

#### 4.2.6. Zerstörungsfreie Prüfungen

Die Qualität aller Hergestellten CFK-Platten im Hinblick auf Homogenität, Delaminationen und Porosität wurde mittels Ultraschalluntersuchungen überprüft. Dazu kam ein OmniScan MX2 der Firma Olympus zum Einsatz, das mit einem Phased-array-Prüfkopf ausgestattet ist. Um die Genauigkeit der Prüfungen zu erhöhen, wurde der Prüfkopf mit einem NC-Gesteuerten Zünd M1600 Flachbett-Plotter verbunden. Für eine bessere Reproduzierbarkeit fanden die Prüfungen in einem Wasserbad statt. Zusätzlich wurden polierte Schliffproben angefertigt und mit einem Keyence VHX-600 Digital-Mikroskop untersucht.

Für die detaillierte Untersuchung der Bruchflächen kam ein Hitachi Tabletop Microscope TM-1000 Rasterelektronenmikroskop (REM) zum Einsatz, wobei dieses mit einer Beschleunigungsspannung von 15 kV arbeitet.

# 5. Selektion geeigneter Thermoplaste zur Schlagzähigkeitsmodifizierung von CFK

In Kapitel 2.2 wurden unterschiedliche Strategien bezüglich der Steigerung der interlaminaren Schlagzähigkeit aufgezeigt. Im vorliegenden Kapitel wird untersucht, wie die Polymere mit den Harzsystemen interagieren, welcher der zu untersuchenden Thermoplasten sich am besten für die Steigerung der Schlagzähigkeit von CFK eignet und welche Flächengewichte sinnvollerweise zum Einsatz kommen.

Dieses Kapitel zeigt den Einfluss von Thermoplasten mit unterschiedlichen Aufschmelzverhalten auf die Schlagzähigkeit von CFK auf. Die Modifikation des Epoxidharzes geschieht während des Aushärtezyklus im Inneren des Bauteils. Die dazu in Pulverform vorliegenden Thermoplaste wurden nach deren Charakterisierung (Partikelgrößenverteilung, Löslichkeit im Epoxidharz in Abhängigkeit der Temperatur, Einfluss auf die Glasübergangstemperatur des Polymer/Epoxidharzgemisches) bei der Herstellung der Proben zwischen die einzelnen Faserlagen gestreut. Dabei wurden die Auswirkungen auf die Restdruckfestigkeit sowie die Delaminationsfläche bei unterschiedlichen Flächengewichten der verarbeiteten Pulver untersucht.

# 5.1. Interaktion der Thermoplaste mit den Harzsystemen

#### 5.1.1. Aufschmelzverhalten der Thermoplaste

Die Untersuchungen zeigen, dass sich Phenoxy komplett im jeweiligen Harzsystem löst, CoPA und PA 12 schmelzen aber sich nicht auflösen bevor das Harz ausgehärtet ist und CoPA HT keine Reaktion zeigt.

Abbildung 5-1 zeigt den Schmelzvorgang von Phenoxy im Harzsystem RTM6. Dabei lässt sich feststellen, dass sich Phenoxy schon unterhalb der eigentlichen Schmelztemperatur mit der Auflösung beginnt und oberhalb von 98°C komplett im Harz gelöst ist. PA12 und CoPA zeigen während den Versuchen ein ähnliches Verhalten; beide Schmelzen während der Untersuchung, bleiben jedoch in ihrer eigenen Phase bestehen (siehe Abbildung 5-2). Eine Auflösung im Harz, wie es bei Phenoxy auftritt, konnte nicht beobachtet werden. Da der verwendete Heizverlauf steiler ausfällt als bei einem adäquaten Aushärtezyklus im Autoklav, vermochte das PA12 aufzuschmelzen bevor die Aushärtung von RTM6 begonnen hat. Dies zeigt sich in der homogenen Form des geschmolzenen PA12.



Abbildung 5-1: Aufschmelzverlauf von Phenoxy im Harzsystem RTM6

Die untersuchten Polymere unterscheiden sich sowohl in ihrem Schmelzpunkt als auch in der Interaktion mit dem Epoxidharz während des Aushärtezyklus (siehe Tabelle 5-1). So schmilzt Phenoxy, das eine Schmelztemperatur von 98°C aufweist, bereits vor der Harzinfusion (siehe Punkt A in Abbildung 5-3). Dabei besteht insbesondere bei großen Bauteilen mit langen Fließwegen die Gefahr, dass dieses Verhalten zu Problemen bei der Harzinfusion führen kann. Das geschmolzene Phenoxy diffundiert dabei in das Epoxidharz und führt zu einem Anstieg der Viskosität des Harzes.



Abbildung 5-2: Resultate Löslichkeitsuntersuchung (Links: geschmolzenes PA12, Rechts: ungelöstes CoPA HT, Harzsystem jeweils RTM6)

	Thermoplast				
	Phenoxy CoPA PA12		PA12	CoPA HT	
Schmelz- punkt [°C]	98	127	172	289	
Phasenän- derung	Löst sich in Epoxidmatrix auf	Schmilzt, bleibt in eigener Phase bestehen	Schmilzt, bleibt in eigener Phase bestehen	Schmilzt nicht	
Zeitpunkt der Aus- härtung	[A]: Vor der Harzinfusion	[B]: Nach Harz- infusion, wäh- rend Tempera- turerhöhung	[C]: Vor Errei- chen der Aus- härtetemperatur	Schmilzt nicht	

Tabelle 5-1: Vergleich des Aufschmelzverhaltens der untersuchten Polymere w	vährend
des Aushärtezyklus	

Henne et al. [28] untersuchten den Einfluss von Phenoxy auf den RTM Prozess und konnten nachweisen, dass die Kombination von Injektionstemperaturen über 70°C und langen Fließwegen zu einer Abtragung des Phenoxys führt. Da die gängigsten luftfahrspezifizierten Epoxidharzsysteme jedoch eine Injektionstemperatur von 80°C verlangen, ist der Einsatz von Phenoxy zur Steigerung der Schlagzähigkeit nur in Verbindung mit kurzen Fließwegen sinnvoll, so wie sie zum Beispiel bei den Herstellungsprozessen VAP und RTI der Fall ist.

CoPA hingegen, das eine Schmelztemperatur von 127°C aufweist, mischt sich nicht mit dem Epoxidharz und bleibt in seiner eigenen Phase bestehen. Durch seinen höheren Schmelzpunkt verflüssigt es sich erst nach der Infusion, während die Prozesstemperatur gesteigert wird (siehe Punkt B in Abbildung 5-3). Somit lässt sich dieses Polymer als Bindermaterial für die Fixierung der Faserlagen nutzen und die Aufschmelzung findet erst statt, wenn der Preform vollständig Benetzt ist.



Abbildung 5-3: Auswirkung der Glasübergangstemperatur auf den Zeitpunkt des Aufschmelzens während des Aushärtezyklus

Im Gegensatz dazu kann PA12 nicht als Binder für die Preformherstellung genutzt werden. Die Schmelztemperatur von über 170°C ist für industrielle Anwendungen nicht geeignet. Ein Einsatz zur Steigerung der Schlagzähigkeit ist jedoch durchaus denkbar, so schmilzt das Polymer bevor die Aushärtetemperatur von RTM6 oder Cycom 890 erreicht wird (siehe Punkt C in Abbildung 5-3). Wenn die Verwendung von Bindern prozesstechnisch Notwendig ist, lässt sich jedoch auf ein entsprechendes Zusatzmaterial ausweichen. Der Schmelzpunkt von CoPA

HT hingegen wird während der gesamten Aushärtezyklen der untersuchten Harzsysteme nicht erreicht. Somit bleibt es in seiner ursprünglichen Form bestehen und führt daher nicht zu einer Modifikation des Epoxidharzes.

Die Durchführung der in diesem Kapitel beschriebenen Versuche mit dem Harzsystem Cycom 890 führte zu identischen Ergebnissen. Der Einfachheit halber wird jedoch nur auf die Resultate der Untersuchungen mit dem Harzsystem RTM6 eingegangen.

#### 5.1.2. Beeinflussung der Harzviskosität

Für die Bestimmung der Viskositätsverlaufs der beiden Harzsysteme während des Autoklav-Prozesses kam ein Reologica Stress Tech Rheometer zum Einsatz. Bei den scherratengesteuerten Versuchen wurde nach dem Messprinzip Platte/Platte gemessen (siehe Abbildung 5-4). Während den Versuchen wurde der folgende thermische Zyklus abgefahren: Die Plattentemperatur wird während 90 min konstant auf 120°C gehalten. Dies simuliert die Harzinfusion, die anschließende Benetzungszeit der Fasern sowie die Phase des Druckaufbaus im Autoklav. Im Anschluss folgt die Erhöhung der Temperatur auf 180°C während einer Dauer von 30 min, gefolgt von einer stationären Phase bei 180°C bis zur vollständigen Aushärtung des Harzes.



Abbildung 5-4: Schematischer Aufbau des Plattenrheometers

Die Resultate der Viskositätsanalyse der beiden Harzsysteme sind in Abbildung 5-5 ersichtlich. Zu beachten ist dabei die logarithmische Aufführung der Viskosität. Die Messkurve der jeweiligen Viskositäten wurde durch das Mittel der drei Messungen gebildet. Es lässt sich feststellen dass die Viskosität von RTM6 während der ersten 120 Minuten um über 100% ansteigt. Die anschließende Erhöhung der Temperatur führt zunächst zu einem Abfall der Viskosität, wobei Aufgrund der fortschreitenden Vernetzung des Harzes das ursprüngliche Niveau nicht mehr erreicht wird.



Abbildung 5-5: Aushärtekurven von RTM6 und Cycom 890 während des RTI-Prozesses

Aus dieser Kurve kann abgeleitet werden dass die Aushärtung des Harzes gerade auf den Schmelzbereich des PA12 fällt, welcher bei 178°C liegt [114]. Somit liegt der Schluss nahe dass der Thermoplast durch die fortschreitende Vernetzung des RTM6 gekapselt wird und somit eine Interaktion des geschmolzenen PA12 mit dem RTM6 nicht möglich ist.

#### Auswirkung von Phenoxy auf die Viskosität der Harzsysteme

Die Eigenschaft von Phenoxy, dass es in Epoxidharz löslich ist, wurde schon im vorangehenden Kapitel aufgezeigt. Anhand einer Viskositätsmessung soll bestimmt werden, wie groß der Einfluss des gelösten Phenoxy auf die Viskosität der untersuchten Epoxidharze ist. Dazu wurden die beiden Harzsysteme mit 5 Gew.-% respektive 10 Gew.-% Phenoxy vermengt und im Anschluss die Viskosität dieses Gemisches bestimmt. Dies geschah wiederum durch die Nachbildung der Aushärtekurven mittels des Reologica Stress Tech Rheometer. Die Versuche wurden für jede Materialkombination dreimal wiederholt, wobei die Kurven die Durchschnittswerte der drei Messungen zeigen.

Der Einfluss von Phenoxy auf den Verlauf der Harzviskositäten ist in Abbildung 5-6 ersichtlich. Dabei zeigt sich, dass schon die Zugabe von Phenoxy bei beiden Harzsystemen zu einem deutlichen Anstieg der Viskosität führt. So liegen die Viskositätswerte von RTM6 bei einem Phenoxy-Gehalt von 5 Gew.-% bei Messbeginn um mehr als 230% über dem Referenzwert, bei Cycom 890 steigt die Viskosität sogar um 350% an. Bei der Erhöhung des Phenoxy-Gehaltes auf 10 Gew.-% steigt bei beiden Harzsystemen die Viskosität um mehr als 400%.

Die Ergebnisse belegen, dass schon ein geringer Anteil Phenoxy die Harzviskosität stark beeinflussen kann. Da die in diesem Kapitel getesteten CFK-Proben im RTI Verfahren hergestellt werden und sich dieses Verfahren durch kurze Infusionswege auszeichnet, führten die Viskositätsmessungen nicht zu einem vorzeitigen Ausschluss von Phenoxy.



Abbildung 5-6: Auswirkung von Phenoxy auf die Viskosität der Harzsysteme (oben: RTM6, unten: Cycom 890)

#### 5.1.3. Beeinflussung der Glasübergangstemperatur

Die Auswirkung auf die Glasübergangstemperatur (Tg) des Epoxidharzes durch die Zugabe von Thermoplastpulver war ebenfalls Gegenstand der Untersuchungen. Der Einfluss der Thermoplaste soll dabei möglichst gering ausfallen, so dass keine negativen Einflüsse auf die mechanischen Eigenschaften der CFK-Strukturen zu erwarten sind. In einem ersten Schritt wurde dazu eine Reinharzprobe als Referenz mittels DSC untersucht. Anschließend erfolgte die Herstellung von Proben, bei denen das Thermoplastpulver mit einem Anteil von 20 Gew.% (RTM6), bzw. 22 Gew.% (Cycom 890) vor dem Härtezyklus unter das Harz gemengt wurde. Der gesteigerte Gewichtsanteil des Polymers soll dabei den erhöhten Polymeranteil in der interlaminaren Schicht in Abhängigkeit der Dichte des Harzes simulieren. Die Resultate der DSC-Messungen sind in Tabelle 5-2 ersichtlich. Die Ergebnisse belegen, dass die Polymere die Glasübergangstemperatur von RTM6 nur geringfügig beeinflussen. Im Gegensatz dazu reduziert Phenoxy die Glasübergangstemperatur von Cycom 890 um 21°C, was einer Reduktion von 10% entspricht. Generell lässt dies den Schluss zu, dass Cycom 890 bezüglich der Glasübergangstemperatur sensibler auf die Zugabe von Thermoplasten reagiert.

Harz- system	Cowichteen	Glasübergangstemperatur (Tg)				
	teil Thermo- plast (%)	Epoxid-	Epoxidharz mit Thermoplastzusatz			
		harz	Phenoxy	CoPA	PA12	CoPA HT
RTM6	80	218°C	211°C	216°C	218°C	218°C
Cycom 890	78	210°C	190°C	209°C	204°C	209°C

Tabelle 5-2: Beeinflussung der Glasübergangstemperatur der Harzsysteme durch Thermoplastzusatz

## 5.2. Steigerung der Schlagzähigkeit von CFK

In zwei Versuchsreihen wurde der Einfluss der untersuchten Thermoplaste sowie deren Flächengewichte auf die Schadenstoleranz analysiert, wobei beide Versuchsreihen mit den Harzsystemen RTM6 und Cycom 890 durchgeführt wurden. Zunächst wurden Proben ohne Zugabe von Thermoplast hergestellt. Diese dienen als Referenz und zeigen zudem bei den CAI-Versuchen die untere Grenze (geschädigte Proben) sowie die obere Grenze (ungeschädigte Proben) der Restdruckfestigkeit auf. In jeder Versuchsreihe wurden die Proben bezüglich CAI und ILSS pro Materialpaarung und Prüftemperatur fünf Proben getestet.

Die CAI-Resultate der ersten Versuchsreihe, bei der die unterschiedlichen Thermoplasten in Pulverform mit einem konstanten Flächengewicht von 18 g/m<sup>2</sup> in die interlaminare Schicht eingebracht wurden, sind in Abbildung 5-7 dargestellt. Es ist ersichtlich, dass die Zugabe aller Thermoplast-Pulver zu einer Reduktion der Delaminationsfläche führt, wobei PA12 und CoPA die größte Verbesserung aufweisen. So konnte die geschädigte Fläche bei beiden Harzsystemen durch die Zugabe dieser Polymere um mehr als 75% reduziert werden. Außerdem reduzierte sich die Streuung der Delaminationsflächen im Vergleich zu den Referenzproben deutlich.



Abbildung 5-7: Einfluss auf Schadensfläche bei Zugabe von 18 g/m<sup>2</sup> Thermoplast in die zwischenlaminare Schicht

Abbildung 5-8 zeigt den Einfluss der Thermoplaste auf die Restdruckfestigkeit auf. Analog zu den Delaminationsflächen führen wiederum PA12 und CoPA zu

der effektivsten Steigerung der Restdruckfestigkeit. Es lässt sich ebenfalls feststellen, dass die Eigenschaft von Phenoxy, sich im Epoxidharz komplett aufzulösen, bezüglich den CAI-Versuchen keine zusätzlichen Vorteile mit sich bringt. Außerdem zeigt sich, dass die Zugabe des nicht schmelzenden CoPA HT nur geringfügige Verbesserungen bezüglich der Restdruckfestigkeit mit sich bringt. Beim Vergleich der beiden Harzsysteme lässt sich erkennen, dass sich die Harze grundsätzlich gleich Verhalten, jedoch in Kombination mit Cycom 890 die besseren Resultate erzielt werden. Dies zeigt sich vor allem bei den mit CoPA modifizierten Proben, die eine Steigerung der Restdruckfestigkeit von über 80% erreichten.



Abbildung 5-8: Einfluss auf die Restdruckfestigkeit bei Zugabe von 18 g/m<sup>2</sup> Thermoplast in die zwischenlaminare Schicht

Abbildung 5-9 und Abbildung 5-10 zeigen die Resultate der ILSS Untersuchungen. Bei den Proben wurden wiederum die jeweiligen Polymere mit einem Flächengewicht von 18 g/m<sup>2</sup> in die interlaminare Schicht integriert. Auffällig ist der hohe Abfall der Scherfestigkeit von PA12 und insbesondere CoPA bei den erhöhten Prüftemperaturen. So reduziert CoPA bei der Verwendung von RTM6 als Harzsystem die Scherfestigkeit um mehr als 60%, bei Cycom 890 liegt der Abfall sogar bei 75%. Dies wird durch den tiefen Schmelzpunkt von CoPA und dessen Eigenschaft, im geschmolzenen Zustand als eigene Phase im Epoxidharz bestehen zu bleiben, hervorgerufen. Phenoxy, dessen Schmelzpunkt unterhalb der Prüftemperatur von 120°C liegt, zeigt bei beiden Harzsystemen eine maximale Einbuße der Scherfestigkeit von 30%. Somit führt die Auflösung von Phenoxy im Epoxidharz zu einer deutlich geringeren Temperaturabhängigkeit des Harzsystems bezüglich der Scherfestigkeit.



Abbildung 5-9: Auswirkung der von Zugabe von 18 g/m<sup>2</sup> der untersuchten Polymere auf die interlaminare Scherfestigkeit

Die Zugabe von PA12 führt ebenfalls zu einer Reduktion der Scherfestigkeit bei erhöhen Prüftemperaturen. So wird die Scherfestigkeit bei RTM6 um maximal 38%, bei Cycom 890 um maximal 57% reduziert. Obwohl die Schmelztemperatur von PA12 deutlich über 120°C liegt, fallen diese Reduktionen erstaunlich hoch aus. Das bessere Abschneiden der mit RTM6 gefertigten Proben lässt sich mit der Temperaturabhängigkeit des E-Moduls von PA12 (siehe Abbildung 5-11) und dessen Aufschmelzverhalten während des Aushärtezyklus von Cycom 890 erklären; der dünne, quasi flächige Anteil PA12 in der interlaminaren Schicht büßt bei der Erhöhung der Prüftemperatur von 20°C auf 120°C rund 80% des E-Moduls ein. Die schubsteife interlaminare Harzschicht ist dabei durch den schubweichen Thermoplast unterbrochen. Bei den mit RTM6 gefertigten Proben hingegen Härtet das Harz vor dem Aufschmelzen von PA12 aus, der Thermoplast wird eingekapselt und eine Kompaktierung des Halbzeuges während des Aushärtezyklus verhindert (siehe Abbildung 5-12). Die schubsteife Harzschicht wird dadurch nur partiell unterbrochen was die Reduktion der Schubfestigkeit vermindert



Abbildung 5-10: Auswirkung von Zugabe der Polymer auf interlaminare Scherfestigkeit von Cycom 890

Die Auswirkung der Einkapselung von PA12 während des Aushärtezyklus lässt sich ebenfalls bei den CAI feststellen Proben. So schneiden die Kombination von RTM6 und PA12 bezüglich Delaminationsfläche und Restdruckfestigkeit schlechter ab als RTM6 kombiniert mit CoPA. Wenn allerdings PA12 während des Aushärtezyklus aufschmilzt, so wie es in Verbindung mit Cycom 890 geschieht, zeigen die Resultate ein gegenteiliges Verhalten.


Abbildung 5-11: Temperaturabhängigkeit des E-Moduls von Polyamid 12 [114]



Abbildung 5-12: Einfluss des Aufschmelzverhalten von PA12 auf die interlaminare Schichtdicke (RTM6: links, Cycom 890: rechts)

## 5.3. Ermittlung des optimalen Flächengewichtes

Aufgrund der vorliegenden Resultate wurde die Anzahl der zu untersuchenden Polymere auf diejenigen mit dem höchsten Potential reduziert. Diese sind PA12 und CoPA. Obwohl sich insbesondere bei CoPA ein hoher Abfall der interlaminaren Scherfestigkeit bei erhöhten Prüftemperaturen feststellen ließ, wurde CoPA aufgrund des guten Abschneidens bei den CAI-Versuchen sowie durch seine Doppelfunktion von Faserfixierung und Modifikation der Schlagzähigkeit für die nachfolgenden Versuche nominiert. Die Variation des Flächengewichtes soll Aufschluss darüber geben, ob ein lineares Verhalten der Polymere bezüglich den mechanischen Eigenschaften in Abhängigkeit des Thermoplastanteils auftreten wird. In der vorliegenden Versuchsreihe stand der Einfluss von verschiedenen Flächengewichten der eingesetzten Polymere im Zentrum des Interesses. Dazu wurde die Menge an Polymer, das in die interlaminare Schicht eingebracht wird, auf  $12 \text{ g/m}^2$ sowie 6 g/m<sup>2</sup> reduziert. In Abbildung 5-13 und Abbildung 5-14 lässt sich erkennen, dass sich bei den CAI-Versuchen bereits mit einem Flächengewicht von 6 g/m<sup>2</sup> die Delaminationsfläche um über 60% verringert und die Restdruckfestigkeit um mehr als 50% steigern lässt. Ebenfalls ist ein degressives Verhalten bei den Resultaten ersichtlich; die Restdruckfestigkeit nähert sich asymptotisch dem Wert der ungeschädigten Probe. Dieses Verhalten kann ebenfalls bei der Reduktion der Delaminationsfläche beobachtet werden und ist unabhängig vom Harzsystem.



Abbildung 5-13: Einfluss auf Delaminationsfläche bei Variation der Thermoplastmenge



Abbildung 5-14: Einfluss auf Restdruckfestigkeit bei Variation der Thermoplast-menge

Mit den reduzierten Flächengewichten wurden ebenfalls Versuche bezüglich der interlaminaren Scherfestigkeiten durchgeführt. Die Resultate zeigen, dass die Reduktion der Menge in Verbindung mit RTM6 bei CoPA nur einen sehr geringen Einfluss auf die Scherfestigkeit ausübt (siehe Abbildung 5-15). Im Gegensatz dazu stehen die Resultate mit PA12, die eine deutliche Steigerung der Scherfestigkeit bei gleichzeitiger Reduktion des Flächengewichtes aufzeigen. So büßt die Scherfestigkeit der Proben bei einem Flächengewicht von 6 g/m<sup>2</sup> bei Erhöhung der Prüftemperatur weniger als 20% ein. Im direkten Vergleich mit den Referenzproben fällt der Abfall der Scherfestigkeit bei 120°C mit 11% noch geringer aus. Die Erhöhung des Flächengewichtes auf 12 g/m<sup>2</sup> hingegen führt wiederum zu einer Reduktion der Scherfestigkeit um maximal 35%. Bei den mit CoPA modifizierten Proben hingegen liegen die entsprechenden Restdruckfestigkeit allesamt auf demselben Niveau. Es zeigt sich wiederum, dass das Zusammenspiel zwischen Harz und Thermoplast während des Aushärtezyklus einen bedeutenden Einfluss auf die Scherfestigkeit ausübt.



Abbildung 5-15: Variation Flächengewicht Einleger RTM6



Abbildung 5-16: Variation Flächengewicht Einleger Cycom 890

Bei den mit Cycom 890 hergestellten Proben zeigt sich hingegen ein anderes Bild (siehe Abbildung 5-16). Die Reduktion des Flächengewichtes von PA12 in der interlaminaren Schicht zeigt nur eine sehr geringe Auswirkung auf die Scherfestigkeit. CoPA hingegen scheint auf die Reduktion des Flächengewichtes positiv anzusprechen. Jedoch führt ein Flächengewicht von 6 g/m<sup>2</sup> bei einer Prüftemperatur von 120°C in jedem Fall zu einer Reduktion der Scherfestigkeit um rund 60%, was wiederum einen zu großen Abfall für eine industrielle Anwendung bedeutet

## 5.4. Diskussion und Zusammenfassung

Die Zugabe von Thermoplasten in die interlaminare Schicht von Composites hat sich als erfolgreiche Möglichkeit herausgestellt, deren Schlagzähigkeit zum Teil deutlich zu steigern. Jedoch darf die Schlagzähigkeit nicht als einzige Referenz dienen, insbesondere wenn luftfahrtspezifische Materialien involviert sind. So zeigt CoPA ein hohes Potential um Schädigungen infolge schlagartiger Belastungen an Strukturen gezielt verringern zu können. Aufgrund des hohen Abfalls der interlaminaren Scherfestigkeit, bedingt durch den relativ tiefen Schmelzpunkt und die Eigenschaft, sich nicht im Epoxidharz aufzulösen, muss jedoch der Einsatz zur Erhöhung der Schlagzähigkeit ausgeschlossen werden.

Im Gegensatz dazu zeigt Phenoxy, das sich im Epoxidharz auflöst, nur einen geringen Abfall der Scherfestigkeit. Das aufgelöste Polymer führt jedoch ebenfalls zu einer Reduktion der Scherfestigkeit, aber da es als Lösung keine flächige, erweichende Schicht darstellt, hält sich die Reduktion in Grenzen. Die epoxidlösliche Eigenschaft hingegen führt jedoch zu einer negativen Beeinflussung der Harzviskosität. Diese steigt durch das gelöste Phenoxy deutlich an, so dass eine Beeinträchtigung des Harzinfusions-, oder Injektionsprozesses nicht ausgeschlossen werden kann. Dies ist jedoch gerade bei der Herstellung von großen Bauteilen, wie zum Beispiel der Flügelhaut, von großer Wichtigkeit. Auch ein hoher Abfall der Glasübergangstemperatur des Epoxidharzes durch die Zugabe von Phenoxy, so wie es in Verbindung mit Cycom 890 nachgewiesen wurde, ist für die Verwendung in Luftfahrtstrukturen nicht akzeptierbar.

CoPA HT hingegen, das weder bei der Glasübergangstemperatur noch bei den interlaminaren Scherfestigkeit zu größeren Abstrichen führte, wird aufgrund seines relativ geringen Steigerungspotentials bezüglich der Schlagzähigkeit ebenfalls nicht weiter verfolgt. Aufgrund dieser Kriterien wurde PA12 als aussichtsreichstes Material für die nachfolgenden Untersuchungen ausgewählt. Jedoch zeigen die Ergebnisse auch Schwächen von PA12 auf. In Kombination mit Cycom 890 zeigt PA12 ebenfalls einen deutlichen Abfall der interlaminaren Scherfestigkeit. Dies basiert auf dem Aushärtezyklus von Cycom 890, während dem das Polymer aufschmilzt und sich in einer zusammenhängenden Schicht ablagert (siehe Abbildung 5-17). Bei erhöhten Temperaturen wirkt diese Schicht aufgrund eines stark abfallenden E-Moduls von PA12 als Gleitschicht und sorgt somit für eine entsprechend reduzierte Scherfestigkeit der Probe. Zusätzlich kann PA12 aufgrund seines hohen Schmelzpunktes nicht als Bindermaterial zum Verkleben des trockenen Faserpreforms verwendet werden. Hier muss auf eine alternative Lösung zurückgegriffen werden, wie zum Beispiel die Verwendung eines Schmelzklebers mit einem tiefen Schmelzpunkt, der auf Bisphenol-A basiert sich während des Aushärtezyklus im Epoxidharz auflöst. Diese Art von Schmelzklebern wird so in aktuellen Flugzeugstrukturen eingesetzt und zeichnen sich dadurch aus, dass Sie die Materialeigenschaften der Struktur nicht negativ beeinflussen [7].



Abbildung 5-17: Vergleich des Aufschmelzverhaltens von PA12. Links: diskret verteilte Partikel (RTM6), rechts: kontinuierliche Schicht (Cycom 890)

Anhand der Resultate konnte ein Flächengewicht von 12 g/m<sup>2</sup> als guter Kompromiss bezüglich Materialmenge und Steigerung der Schlagzähigkeit ausgewählt werden. Somit dient dieser Wert als Richtwert für die nachfolgenden Versuche.

Festzuhalten ist zudem, dass die Notwendigkeit besteht, jede Materialkombination nicht nur bezüglich der gewünschten mechanischen Eigenschaft zu untersuchen, sondern für eine abschließende Aussage müssen alle mechanischen Eigenschaften inklusive des Produktionsprozesses auf die Tauglichkeit hin untersucht werden.

# 6. Modifikation von PA12 mittels graphitbasierter Additiven zur Erhöhung der elektrischen Leitfähigkeit

Das Potential von PA12 zur Steigerung der Schlagzähigkeit konnte im vorhergehenden Kapitel aufgezeigt werden. Die Zugabe von PA12 zwischen die einzelnen Faserlagen führte jedoch zu einem deutlichen Anstieg der interlaminaren Schichtdicke, insbesondere in Verbindung mit dem Harzsystem RTM6. Dieser Anstieg wiederum kann eine elektrische Isolierung der einzelnen Faserlagen hervorrufen und damit eine Gefährdung aufgrund des Edge-Glow-Effektes erhöhen (siehe Kapitel 2.3.1).

Anhand von verschiedenen Studien konnte der positive Einfluss von graphitbasierten Additiven auf die Schlagzähigkeit von CFK nachgewiesen werden. Da diese Partikel im Vergleich zu PA12 zusätzlich eine hohe elektrische Leifähigkeit aufweisen, liegt der Schluss nahe, die Eigenschaften dieser Materialien miteinander zu kombinieren.

Im folgenden Kapitel wird aufgezeigt, wie sich Graphit, Graphen und Carbon Nanotubes, auf die elektrische Leitfähigkeit von PA12 auswirken. Generell sollen die Versuche einen Aufschluss darüber geben wie hoch der Anteil der Additive in PA12 sein muss, damit eine Verbesserung der elektrischen Leitfähigkeit in den drei Hauptrichtungen des Laminates erreicht werden kann. Dazu werden die Partikel mit unterschiedlichen Gewichtsanteilen zwischen 10% und 30%, in PA12 eincompoundiert und im Anschluss zu Pulver vermahlen.

Die Compounds wurden schlussendlich mit einem Flächengewicht von jeweils 12 g/m<sup>2</sup> in die interlaminare Schicht eingebracht und die daraus resultierenden Proben charakterisiert. Für die Produktion der Proben wurde das Harzsystem RTM6 eingesetzt, da seine Aushärtungscharakteristik in Kombination mit PA12 zu einem zusätzlichen Anstieg der interlaminaren Schicht führt.

Zunächst wurden jedoch die mit Additiven versehenen Pulver bezüglich ihrer elektrischen Leitfähigkeit analysiert, damit sich die Resultate der modifizierten CFK-Proben besser in Relation setzen lassen.

## 6.1. Beeinflussung der Leitfähigkeit von PA12 durch Zusätze

Die Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit der modifizierten PA12 ist in Abbildung 6-1 ersichtlich. Zu beachten ist dabei die logarithmische Aufführung der Leitfähigkeit, wobei die Messkurve der jeweiligen Leitfähigkeiten durch das Mittel von fünf Messungen gebildet wurde. Die Streuung der jeweiligen Kurven lag dabei innerhalb von 5%. Die genaue Bezeichnung der verwendeten Werkstoffe findet sich in Tabelle 3-3. Es lässt sich feststellen, dass die Erhöhung des Druckes bei allen Materialien zu einem Anstieg der elektrischen Leitfähigkeit führt. Insbesondere Graphen profitiert von einem ansteigenden Prüfdruck, wobei dessen Leitfähigkeit zwischen 0.25 MPa und 50 MPa um vier Größenordnungen zunimmt. Ebenfalls lässt sich feststellen, dass bei allen Materialien der höchste Anstieg der Leitfähigkeit zwischen 0.25 MPa und 10 MPa vorliegt.



Abbildung 6-1: Einfluss der Komprimierung auf die elektrische Leitfähigkeit von modifiziertem PA12.

Unabhängig vom Druck hingegen lässt sich erkennen, dass die mit Graphit modifizierten Proben die höchste elektrische Leitfähigkeit aufweisen. Die Erhöhung des Graphitanteils führt insbesondere bei Prüfdrücken unter 10 MPa zu einem stärkeren Anstieg der Leitfähigkeit, dieses Verhalten reduziert sich aber ab einer Druckkraft von 20 MPa deutlich. CNT zeigt unterhalb von 10 MPa Prüfdruck eine höhere Leitfähigkeit als Graphen. Sobald jedoch ein Druck von10 MPa überschritten wird, fällt der Anstieg der Leitfähigkeit bei zunehmendem Druck immer geringer aus bis er unterhalb von1 S/m zu liegen kommt.

# 6.2. Einfluss auf die elektrische Leitfähigkeit von CFK

#### 6.2.1. Prüfverfahren für reproduzierbare Messungen

In Kapitel 6.1 konnte aufgezeigt werden, dass der Prüfdruck bei der Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit einen bedeutenden Einfluss hat. Damit bei der Analyse der CFK-Proben auf ein reproduzierbares Prozedere zurückgreifen zu können, wurde für jede der drei Hauptrichtungen ein entsprechendes Prüfprogramm gefahren und dabei ebenfalls die Druckkraft zwischen 0.25 MPa und 70 MPa variiert. Zusätzlich wurde der Einfluss des Leitsilbers auf die Leitfähigkeit untersucht.

Die Ergebnisse zeigen, dass die elektrischen Leitfähigkeiten der jeweiligen Hauptrichtungen unterschiedlich auf die Silberbeschichtung sowie den Prüfdruck reagieren (siehe Abbildung 6-2).

Die Kontaktflächen in Y-, und Z-Richtung zeigen während den Versuchen ein analoges Verhalten auf. So weist der Prüfdruck bei den beschichteten Proben nur einen geringen Einfluss auf die Leitfähigkeit auf. Die Proben ohne Beschichtung zeigen eine gute Konvergenz zu den entsprechenden Messwerten der beschichteten Proben, jedoch lassen sich diese nicht erreichen. So weichen die Resultate der beiden Kurven bei maximalem Prüfdruck in Y-Richtung um 2%, in Z-Richtung um 5% ab.

In X-Richtung, die entsprechend der Faserhauptrichtung definiert ist, zeigt die elektrische Leitfähigkeit eine größere Abhängigkeit gegenüber dem Prüfdruck. So fällt bei der unbeschichteten Probe die maximale Leitfähigkeit mit dem höchsten Prüfdruck zusammen. Bei der beschichteten Probe lässt sich erst ab einem Prüfdruck von 50 MPa die Leitfähigkeit nicht mehr zusätzlich steigern. Außerdem zeigen die beiden Proben untereinander eine deutliche Abweichung der Messwerte auf. Diese beträgt bei maximalem Prüfdruck von 70 MPa rund 57%.



Abbildung 6-2: Einfluss des Prüfdruckes und der Silberbeschichtung auf die Leitfähigkeit der Referenzprobe

Diese Resultate zeigen auf, dass die Beschichtung der zu kontaktierenden Oberflächen mit Silber für eine reproduzierbare Messung von großer Bedeutung ist, insbesondere in X-Richtung. Außerdem wurden für die Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit der Composites die folgenden Prüfdrücke definiert:

- X-Richtung: 50 MPa
- Y-Richtung: 10 MPa (Druckkräfte über 30 MPa führen aufgrund der schlanken geometrischen Abmessungen zu einem Ausknicken der Proben)
- Z-Richtung: 50 MPa

## 6.2.2. Ergebnisse der durchgeführten Messungen

Tabelle 6-1 zeigt den Vergleich der Dicke sowie des Faservolumengehaltes aller untersuchten Proben. Die Dicke wird dabei aus dem Durchschnitt der fünf Proben gebildet.

		<b>T</b>	( <b>1</b>			
			45/00	Lagenaufbau: [0] <sub>10</sub>		
	Abkürzung	[0/+43/	-43/90]28			
	ç	Dicke [mm]	FVG	Dicke [mm]	FVG	
Referenz	Ref	4.2	0.63	2.8	0.60	
PA12 unmodifiziert	PA12 UM	4.7	0.56	3.0	0.55	
PA12/Graphit (10 Gew%)	G10	4.8	0.55	3.0	0.56	
PA12/Graphit (20 Gew%)	G20	4.6	0.57	3.0	0.55	
PA12/Graphit (30 Gew%)	G30	4.6	0.57	2.9	0.56	
PA12/Graphen (15 Gew%)	Graphen	4.8	0.55	2.9	0.57	
PA12/Carbon Nanotubes (20 Gew%)	CNT	4.9	0.54	3.1	0.53	

Tabelle 6-1: Vergleich der unterschiedlichen Dicken und Faservolumengehalt der getes	s-
teten Proben	

Die elektrischen Leitfähigkeiten der untersuchten Composites entsprechend den drei Hauptrichtungen sind in Abbildung 6-3 ersichtlich. Zu beachten ist dabei die logarithmische Aufführung der Leitfähigkeit. Der Messstrom lag für die Messungen in Dickenrichtung (Z) sowie in Faserrichtung (X) jeweils bei 1 A, senkrecht zur Faserrichtung (Y) bei 0.1 A.



Abbildung 6-3: Vergleich der elektrischen Leitfähigkeit in den drei Hauptrichtungen X,Y und Z

Die Resultate zeigen, dass sämtliche Additive, d.h. Thermoplaste mit und ohne Additive, nicht in der Lage sind die Leitfähigkeit in Faserrichtung (X) sowie quer zur Faserrichtung (Y) bedeutend zu beeinflussen. Die Abweichungen der Resultate innerhalb der jeweiligen Messreihen liegt in beiden Fällen bei weniger als  $\pm 10\%$ . Dabei lässt sich keine eindeutige Tendenz bezüglich einer idealen Materialkombination ausmachen. Somit zeigt sich, dass sich mit dem modifizierten PA12 die elektrische Leitfähigkeit in Faserrichtung (X) und quer zur Faserrichtung (Y) durch die Thermoplasten nicht vermindert und durch die Additive nicht verbessert wird. In Faserrichtung (X) fällt die Modifikation durch die hohe inhärente Leifähigkeit der Carbon Fasern erfolglos aus. Quer zur Faserrichtung (Y) hingegen wäre eine Modifikation der Leitfähigkeit mittels modifizierter PA12 Pulver denkbar. Jedoch wird dies durch die diskrete Verteilung der unterschiedlichen PA12 bedingt durch ihre Pulverform verhindert. Ein flächiges Halbzeug, wie zum Beispiel eine Folie, könnte dabei Abhilfe schaffen.

In Dickenrichtung (Z) liegt die Leitfähigkeit der Referenzprobe nochmals um 85% tiefer als quer zur Faserrichtung (Y). Die mit PA12 modifizierten Proben zeigen außerdem einen zusätzlichen Abfall der elektrischen Leitfähigkeit gegenüber der Referenzprobe. Bei einem Vergleich der unterschiedlichen Graphitgehalte lässt sich jedoch erkennen, dass sich die Erhöhung des Graphitgehaltes in PA12 zu einem Anstieg der elektrischen Leitfähigkeit führt. Im Vergleich PA21 UM führt ein Graphitgehalt von 20% zu einer Erhöhung der Leifähigkeit um 250%, ein Gehalt von 30% gar zu einer Erhöhung von 500%. Die Leitfähigkeit von G30 liegt dabei jedoch noch immer eine Größenordnung tiefer als bei der Referenzprobe.

Bei den in Kapitel 6.1 beschriebenen Druckversuchen mit trockenem Pulver liegt die Leitfähigkeit von CNT um mehr als eine Größenordnung tiefer als bei dem mit Graphit modifizierten PA12. Eine solche Abweichung lässt sich bei den Messwerten der CFK Proben jedoch nicht mehr feststellen. Dieser vermeidliche Widerspruch fußt in der unterschiedlichen Partikelform der eingesetzten Pulver. Abbildung 6-4 zeigt Schliffbilder der untersuchen Proben. Dabei ist ersichtlich, dass die CNT-Partikel einen deutlich größeren Grunddurchmesser aufweisen als z.B. die Graphit-Partikel. Der Durchmesser übersteigt außerdem die interlaminare Schichtdicke. Daher führen die CNT-Partikel zu einer Brückenbildung und verbinden die benachbarten Faserlagen. Diese Verbindung bewirkt eine verbesserte Vernetzung der einzelnen Schichten der Proben, wodurch die elektrische Leitfähigkeit in Dickenrichtung gesteigert wird. Somit weist CNT, das einen Carbon Nanotubes-Anteil von 20 Gew.-% aufweist, dieselbe Leitfähigkeit auf wie G30, das mit 30 Gew.-% Graphit versehen worden ist. Auch die Integration von Graphen in die interlaminare Schicht führt zu einem Anstieg der Leitfähigkeit. Im Vergleich mit den getesteten Leitfähigkeiten von reinem PA12 steigt dabei die Leitfähigkeit um 20%.



Abbildung 6-4: Vergleich von Schliffbilder der untersuchten Proben. Die Proben wurden mit einer 16% Salzsäure (HCI) während 20 Minuten geätzt.

## 6.3. Auswirkung auf die Schlagzähigkeit von CFK

#### **Compression after Impact CAI**

Bei den CAI-Versuchen lag neben der Erhöhung der Restdruckfestigkeit ebenfalls die Reduktion der Delaminationsfläche im Zentrum des Interesses. Die Referenzproben, die ohne thermoplastischen Einleger hergestellt wurden dienen dabei als Basiswert. Abbildung 6-5 zeigt offensichtlich dass jedes Additiv zu einer Reduktion der Delaminationsfläche führt. Außerdem fällt auf, dass die Unterschiede zwischen den einzelnen Additive im Vergleich zu PA12 UM eher gering ausfallen. So zeigen die mit Graphen modifizierten Proben eine Reduktion der Delaminationsfläche um 10%. Bei den Proben CNT und G30 resultiert hingegen eine Steigerung der Delaminationsfläche im Vergleich zu PA12 UM um mehr als 20%.



Abbildung 6-5: Vergleich der Delaminationsflächen bei den CAI-Versuchen

Dieses Verhalten lässt sich bei der Restdruckfestigkeit ebenfalls beobachten (Abbildung 6-6). Die Steigerung der Restdruckfestigkeit liegt bei allen Proben auf einem ähnlichen Niveau. Wiederum fällt auf, dass die Modifikation der Referenzprobe mittels CNT bezüglich der Restdruckfestigkeit mit 14% die geringste Steigerung der untersuchten PA12 Pulver mit sich bringt. Dies entspricht einer Reduktion um 9% gegenüber den PA12 UM Proben. Graphen und G10 hingegen führen zu einer Steigerung von über 30% gegenüber den Referenzproben, was wiederum eine Steigerung von rund 7% gegenüber den PA12 UM Proben entspricht. Ein Anstieg des Graphit-Gehaltes führt hingegen zu einer Reduktion der Restdruckfestigkeit. So sinkt diese bei der Erhöhung von 10 Gew.-% auf 30 Gew.-% um annähernd 10%.



Abbildung 6-6: Vergleich der Restdruckfestigkeiten bei den CAI-Versuchen

#### Interlaminare Scherfestigkeit ILSS

In Abbildung 6-7 sind die Resultate der ILSS Prüfung ersichtlich. Dabei zeigt sich, dass die Integration von PA12 in die interlaminare Schicht bei der Prüftemperatur von 120°C generell zu einem Abfall der Scherfestigkeit führt. Dies lässt sich wiederum mit der Temperaturabhängigkeit des E-Moduls von PA12 erklären (siehe Kapitel 5.2).

Dieser Abfall beträgt bei den nicht modifizierten PA12 Proben rund 17%. Bei den modifizierten PA12 Proben liegt der Abfall zwischen 12 und 28%, wobei die mit CNT modifizierten Proben mit einem Abfall von 12% die geringste Reaktion auf die unterschiedlichen Prüftemperaturen zeigen. Somit liegt der Schluss nahe, dass die Einbuße des E-Moduls aufgrund der erhöhten Prüftemperaturen sich durch die Zugabe von Additiven nicht komplett kompensieren lässt.



Abbildung 6-7: Übersicht der interlaminaren Scherfestigkeit bei unterschiedlichen Prüftemperaturen



Abbildung 6-8: Vergleich der interlaminaren Energiefreisetzungsraten Mode I

#### Interlaminare Energiefreisetzungsrate GIc

Die Energiefreisetzungsraten der untersuchten CFK-Proben sind in Abbildung 6-8 aufgeführt. Dabei ist ersichtlich, dass sich die GIc-Werte der Referenzprobe

durch die Zugabe von PA12 deutlich steigern lassen. Dies ist bei allen PA12 Varianten der Fall. Dabei führt PA12 UM zur effektivsten Rissumlenkung und damit verbunden zu einer Erhöhung der Energiefreisetzungsrate um 44%.

Ebenfalls lässt sich feststellen, dass sich die Modifikation von PA12 mit Graphit einen negativen Einfluss auf die Energiefreisetzungsrate zeigt. Die Erhöhung des Graphitanteils von 10% auf 30% bedingt einen Abfall des GIc-Wertes von 14%. Der Anstieg des Graphitgehaltes reduziert dabei die Festigkeit in der interlaminaren Schicht.



Abbildung 6-9: Vergleich Oberflächenbeschaffenheit nach GIc

Abbildung 6-9 zeigt die Bruchbilder der untersuchten Proben. Dabei sind deutliche Unterschiede in der Oberflächenstruktur ersichtlich. Beim Bruchbild von CNT hinterlassen die großen Partikel des Pulvers kraterartige Gebilde in der Oberfläche. Die nicht modifizierte interlaminare Schicht, die sich durch eine glatte Oberfläche auszeichnet, nimmt dabei einen großen Anteil ein. Im Gegensatz dazu zeigen G30 und Graphen eine ausgeprägte Struktur, die nur einen geringen Anteil der nicht modifizierten interlaminaren Schicht aufweist. Dabei lässt sich der Einfluss des durchschnittlich tieferen Partikeldurchmessers erkennen, die sich in der Oberflächenbeschaffenheit niederschlägt (siehe Abbildung 6-4).

Bei PA12 UM ist die Haftung zwischen dem Einleger und den Fasern auf einem solch hohen Niveau, dass einzelne Faserbündel aus dem Gelege herausgerissen werden. Dies wirkt sich positiv auf die Energiefreisetzungsrate aus; PA12 UM weist die im Vergleich höchsten GIc-Werte auf. Bei den übrigen Proben lässt sich ein kohäsives Versagen der Matrix feststellen. Dies zeigt jedoch keinen Vorteil gegenüber den Referenzproben auf; die Werte kommen auf einem ähnlichen Niveau zu liegen. Somit ist die Zugabe von Additiven zu PA12 nicht mit einem Vorteil bezüglich der interlaminaren Freisetzungsrate GIc verbunden.

#### Interlaminare Energiefreisetzungsrate GIIc

In Abbildung 6-10 sind die Resultate der Energiefreisetzungsraten GIIc ersichtlich. Dabei zeigt sich, dass sich die GIIc-Werte der Referenzproben durch die Zugabe der modifizierten PA12 deutlich steigern lassen. Zusätzlich lässt sich erkennen, dass die Energiefreisetzungsrate durch die Verarbeitung von PA12 UM am effektivsten Modifiziert wird. Außerdem zeigen die mit Graphen modifizierten



Abbildung 6-10: Vergleich der interlaminaren Energiefreisetzungsraten Mode II

Proben ein ähnliches Verhalten wie bei den GIc-Versuchen auf; die Erhöhung des Graphitanteils von 10% auf 30% führt zu einem Abfall des GIc-Wertes von 22%. PA12 UM, Graphen und CNT bringen mit einer Erhöhung der Bruchzähigkeit um mehr als 250% eine deutliche Steigerung mit sich. PA12 UM erreicht jedoch nicht mehr die Resultate der GIc Versuche, wo es deutlich über dem Niveau von Graphen und CNT zu liegen kommt. Somit liegt der Schluss nahe, dass Graphen und CNT keine zusätzliche Modifikation des PA12 bezüglich der Schubspannung bedingten Energiefreisetzungsrate darstellen und Graphit diese zusätzlich verringert.

## 6.4. Diskussion und Zusammenfassung

Die Mischung von graphitbasierten Additiven und PA12 ist eine zielführende Möglichkeit, die elektrische Leitfähigkeit des Polymers zu steigern. Die Charakterisierung der modifizierten PA12 hat dabei gezeigt, dass sich mit der Zugabe von Graphit die höchste Leitfähigkeit erzielen lässt; Graphit zeigt bereits ab einem Gewichtsanteil von 10% eine höhere Leitfähigkeit als Graphen oder CNT mit höheren Gewichtsanteilen.

Die zum Teil hohe Leitfähigkeit der modifizierten PA12-Pulver konnten nur partiell auf die Eigenschaften der CFK-Proben übertragen werden. Aufgrund der diskreten Anordnung der Pulver in der interlaminaren Schicht ließ sich die Leitfähigkeit in Faserrichtung (X) und quer zur Faserrichtung (Y) nicht beeinflussen. Aufgrund der hohen Leitfähigkeit der Carbonfasern in Faserrichtung ist allerdings mit den untersuchten Materialien nur eine Steigerung quer zur Faserrichtung (Y) denkbar.

Die Leitfähigkeit in Dickenrichtung (Z) konnte durch den Einsatz von G30 und CNT um Vergleich zu PA12 UM um beinahe eine Größenordnung gesteigert werden. Der Vergleich mit der Referenzprobe zeigt jedoch, dass deren Leitfähigkeit trotzdem eine Größenordnung höher ausfällt. Es stellte sich ebenfalls heraus, dass neben der Leitfähigkeit der modifizierten PA12 auch deren Partikelgröße die Leitfähigkeit in Dickenrichtung entscheidend beeinflussen. Insbesondere CNT, das bei der Analyse der Pulver gegenüber Graphit deutlich tiefere Werte aufzeigte, führte bei der Integration in die interlaminare Schicht zu der höchsten Leitfähigkeit im Vergleich der modifizierten PA12. Dies lässt sich mit der Partikelgröße von CNT erklären. Bedingt durch den Einfluss der Carbon Nanotubes auf die Schmelzviskosität von PA12, fallen bei der Vermahlung im Durchschnitt größere Körner an. Dieser höhere Partikeldurchmesser führt zu einer effizienteren Überbrückung der harzreichen Schicht und somit zu einer besseren Ausnutzung der Leitfähigkeit von CNT.

Die mechanischen Untersuchungen veranschaulichten, dass die Zugabe von modifiziertem PA12 in die interlaminare Schicht zum Teil mit negativen Effekten verbunden ist. Insbesondere bei den interlaminaren Energiefreisetzungsraten GIc und GIIc zeigte sich, dass ein steigender Anteil Graphit zu einer Reduktion der Energiefreisetzungsrate gegenüber PA12 UM führt. Auch Graphen und CNT konnten bei diesem Versuch PA12 UM nicht übertreffen.

Dies führt zur Erkenntnis, dass das Einbringen von graphitbasierten Additiven keine zusätzlichen Verbesserungen der mechanischen Eigenschaften mit sich bringt. Bezüglich der elektrischen Leitfähigkeit konnte allerdings eine Steigerung realisiert werden, wobei durch dieses Vorgehen die Leitwerte der Referenzprobe nicht erreicht werden konnten.

Aufgrund des geringen Einflusses der modifizierten PA12 auf die elektrische Leitfähigkeit in Dickenrichtung (Z) wurde auf die Herstellung und Prüfung von Proben, die auf Cycom 890 basieren, verzichtet. Zusätzlich wird die Verwendung der Additive in PA12 nicht weiter verfolgt.

# 7. Einfluss unterschiedlicher PA12-Halbzeuge auf die Verarbeitung, Schlagzähigkeit sowie elektrische Leitfähigkeit

Die Auswahl eines geeigneten Polymers zur Steigerung der Schlagfestigkeit ist mit PA12 erfolgt und eine zusätzliche Untersuchung zeigte, wie sich der negative Einfluss von PA12 bezüglich der Reduktion der elektrischen Leitfähigkeit von CFK zumindest teilweise mit der Zugabe von Additiven einschränken lässt.

Wie in Kapitel 2 schon erwähnt, sind bei der Auswahl von geeigneten Materialen für strukturelle Anwendungen schlussendlich zwei Parameter entscheidend; die mechanischen Eigenschaften und die Kosteneffizienz. Damit die Kosteneffizienz der PA12-Halbzeuge zusätzlich gesteigert werden kann, sollen diese direkt in das Faserhalbzeug integriert werden. Somit fallen bei der Herstellung der Preforms keine zusätzlichen Schritte bezüglich der Modifikation der Schlagzähigkeit mehr an.

In diesem Kapitel soll abgeklärt werden, auf welche Weise sich PA12 am effizientesten in das textile Halbzeug integrieren lässt. Generell sollen die Untersuchungen in diesem Kapitel einen Aufschluss darüber geben, ob der modifizierende Thermoplast notwendigerweise als flächiges Halbzeug zum Einsatz kommen muss. Die Modifikation mittels Pulver, Vlies oder geschnittener Fasern ist hinlänglich bekannt [58, 61, 102] wobei die Möglichkeiten von nicht kontinuierlichen Halbzeugen bis anhin nicht untersucht wurde. Gerade das Fadengelege bietet hier die Möglichkeit als preisgünstiges Halbzeug zukünftig direkt in das textile Halbzeug integriert zu werden.

Die Wahl der möglichen Halbzeuge fiel dabei auf ein flächiges Vlies sowie zwei diskrete Fadengelege, die sich im Aufbau und daraus folgend im Flächengewicht unterscheiden. Somit wird PA12 in Form von Vlies und Fadengelege in die interlaminare Schicht von CFK eingebracht und die daraus resultierenden Proben charakterisiert, wobei die folgenden, für eine zukünftige Anwendung relevanten Punkte untersucht wurden:

- Auswirkung der Halbzeuge auf die Permeabilität des Preforms
- Steigerung der Schlagzähigkeit (CAI, ILSS, GIc. GIIc)
- Beeinflussung der elektrischen Leitfähigkeit der CFK-Proben

## 7.1. Permeabilität des Preforms

In textilen Halbzeugen wird das Fließen der Matrix als Fluss durch ein poröses Medium modelliert, wobei das Gesetz von Darcy zur Anwendung kommt [115]. Dieses setzt die Fließgeschwindigkeit in eine direkt proportionale Abhängigkeit zum vorliegenden Druckgradienten und wird wie folgt formuliert:

$$v = -\frac{K}{\eta} \cdot (\nabla p - \rho_{fl} \cdot g) \tag{7-1}$$

Dabei beschreibt K die Permeabilität des textilen Halbzeuges,  $\eta$  die dynamische Viskosität des Harzes,  $\nabla p$  stellt den vorliegenden Druckunterschied dar,  $\rho_{fl}$  die Dichte des Fluides und g definiert die Schwerkraft. Carman et al. [116] konnten zusätzlich aufzeigen, dass der Faservolumengehalt einen gewichtigen Einfluss auf die Permeabilität ausübt:

$$K = \frac{R^2}{4c} \cdot \frac{(1-\varphi)^3}{\varphi^2}$$
(7-2)

wobei  $\varphi$  den Faservolumengehalt darstellt, R den Faserradius und c die Kozeny-Konstante definiert. Diese Eigenschaft wiederum erleichtert die experimentelle Bestimmung der Permeabilität. So lässt sich der bei einem bestimmten Faservolumengehalt gemessene Permeabilitätswert auf eine neue Permeabilität bei einem gewünschten Faservolumengehalt umrechnen. Dabei wird die Kenntnis der Faserradien und der Kozeny-Konstante hinfällig:

$$K^* = \frac{K_0 \cdot \varphi_0^2}{(1 - \varphi_0)^3} \cdot \frac{(1 - \varphi)^3}{\varphi^2}$$
(7-3)

Wobei  $K_0$  die gemessene Permeabilität,  $\varphi 0$  den Faservolumengehalt während der Messung, K\* die neue Permeabilität und  $\varphi$  den gewünschten Faservolumengehalt definieren. Der Faservolumengehalt selbst wird wie folgt bestimmt:

$$\varphi = \frac{n \cdot f}{\rho_f \cdot d} \tag{7-4}$$

Dabei ist n die Anzahl der Faserlagen, f das Flächengewicht der einzelnen Faserlage,  $\rho_f$  die Dichte der Fasern und d die Kavitätshöhe.



Abbildung 7-1: Verlauf der Permeabilität während einer Messung

Abbildung 7-1 zeigt den Verlauf der Permeabilität während einer Messung, wobei sich die Zeitabhängigkeit der Permeabilität erkennen lässt. Dabei ist zwischen der

anfänglichen ungesättigten Permeabilität und der gesättigten Permeabilität im Bereich der konstanten Werte zu unterscheiden.

Zu Beginn der Messung strömt das Fluid durch die trockenen Fasern. Der Fließfrontverlauf ist stark von Kapillareffekten überlagert, weshalb die Faserstruktur eine höhere Permeabilität aufweist. Je länger die Messung dauert, umso mehr Fluid muss durch die bereits getränkten Fasern nachgedrückt werden. Aus diesem Grund sinkt die Permeabilität. Wird eine Faserstruktur mit einem Permeabilitätswert charakterisiert, so gibt man den Mittelwert der gesättigten Permeabilität an [113]. In Anhang A wird detailliert auf die experimentelle Bestimmung der Permeabilität eingegangen.

Abbildung 7-2 zeigt die Resultate der Permeabilitätsmessungen. Dabei wurden die Messwerte auf einen Faservolumengehalt von 50% normiert.



Abbildung 7-2: Resultate der Permeabilitätsbestimmungen der untersuchten Halbzeuge

Die Auswirkung der untersuchten thermoplastischen Halbzeuge auf die Permeabilität der Carbon-Gelege wurde bei folgenden Halbzeugen bestimmt: Fadengelege 1, Fadengelege 2 und Vlies. Als Referenzwert wurden zusätzliche Messungen des Carbon-Geleges ohne thermoplastischen Einleger durchgeführt. Jeder Versuch wurde drei Mal wiederholt, wobei das Ergebnis aus dem Mittel der drei Messungen gebildet wird. Die Kavitätshöhen und die damit verbundenen Faservolumengehalte der jeweiligen Versuche sind in Tabelle 7-1 ersichtlich. Die Versuche zeigen, dass Fadengelege 2 nur einen geringen Einfluss auf die Permeabilität ausübt. Die Permeabilität in X-Richtung (Kx) zeigt keinen Unterschied zu den Referenzwerten, wobei die Permeabilität in Y-Richtung (Ky) um 9% ansteigt. Im Gegensatz dazu steigert Fadengelege 1 Kx um mehr als 100%, Ky sogar um mehr als 200%.

		Sungen		
	Referenz	Fadengelege 1 Fac	lengelege 2	Vlies
d [mm]	2.5	3	2.5	3
FVG	0.53	0.46	0.55	0.47

Tabelle 7-1: Kavitätshöhen und Faservolumengehalte während der Permeabilitätsmessungen

Der positive Einfluss von Fadengelege 1 lässt sich trotz des hohen Gitterabstandes mit dem verhältnismäßig großen Garndurchmesser erklären. Die Carbonfasern können aufgrund ihrer inhärenten Steifheit nicht den Biegeradius des Garns annehmen. Somit bilden sich entlang der Garne Fließkanäle, die dem Fluid erlauben einfacher durch den Preform zu fließen und sich somit positiv auf die Permeabilität auswirken (Abbildung 7-3).



Abbildung 7-3: Einfluss des Fadengeleges auf die Permeabilität

Auch das flächige Vlies führt zu einer Verbesserung der Permeabilität; Kx wird um 21% und Ky um 78% angehoben. Zusätzlich lässt sich feststellen, dass die Integration der thermoplastischen Halbzeuge einen positiven Effekt auf die Streuung der Messwerte aufzeigt; sie konnten bei allen Messungen gegenüber den Referenzproben reduziert werden.

## 7.2. Schlagzähigkeit von CFK

Tabelle 7-2 und Tabelle 7-3 zeigen den Vergleich der Dicke sowie des Faservolumengehaltes aller untersuchten Proben. Die Dicke wird dabei aus dem Durchschnitt der fünf Proben gebildet. Außerdem zeigt sich, dass die Zugabe eines thermoplastischen Halbzeuges in die interlaminare Schicht zu einer Zunahme der Probendicke und so zu einer Reduktion des Faservolumengehaltes führt. Dies wird wiederum durch das unterschiedliche Zusammenspiel von PA12 und der beiden Harzsysteme während des Aushärtezyklus hervorgerufen (siehe Kapitel 5.1). Insbesondere die mit einem quasi-isotropen Lagenaufbau versehenen Proben bestehend aus Cycom 890 weisen eine geringere Zunahme der Dicke auf als die entsprechend aus RTM6 gefertigten Proben. Abbildung 7-4 zeigt Schliffbilder der modifizierten Proben, wobei diese mit einer 16% Salzsäure (HCI) während 20 Minuten geätzt wurden.



Abbildung 7-4: Schliffbilder der untersuchten Proben

Dabei ist ersichtlich dass das Garn sowie das Vlies in Verbindung mit RTM6 ihre ursprüngliche Form beibehalten und zu einem Anstieg der Dicke der interlaminaren Schicht führen. Diese Zunahme der Dicke geschieht auch in Verbindung mit dem Harzsystem Cycom 890. Da jedoch Cycom 890 nach Erreichen von 180°C im Autoklaven ein niedrigviskoses Verhalten aufzeigt, lässt das Garn aufgrund des Innendruckes von 6 bar kompaktieren. Dadurch verringert sich seine Dicke und zusätzlich erhöht sich die Auflagefläche in der interlaminaren Schicht. Dies trifft auch für die Verwendung von Fadengelege 2, Pulver und Vlies zu.

	- Abkürzung	Lagenaufbau: [0/+45/-45/90] <sub>2S</sub>			
Einleger		RTM6		Cycom 890	
(Flächengewicht)		Dicke [mm]	FVG	Dicke [mm]	FVG
Referenz (-)	Ref	4.2	0.63	4.3	0.61
Fadengelege 1 (12 g/m <sup>2</sup> )	FG 1	4.9	0.54	4.7	0.57
Fadengelege 2 (10 g/m <sup>2</sup> )	FG 2	4.8	0.56	4.6	0.57
Pulver (12 g/m <sup>2</sup> )	PA12 UM	4.7	0.56	4.6	0.58
Vlies (19 g/m <sup>2</sup> )	Vlies	5.1	0.52	4.6	0.58

Tabelle 7-2: Vergleich der unterschiedlichen Dicken und Faservolumengehalt der getes-<br/>teten Proben mit Lagenaufbau [0/+45/-45/90]28

	Abkürzung	Lagenaufbau: [0] <sub>10</sub>			
Einleger (Flächengewicht)		RTM6		Cycom 890	
		Dicke [mm]	FVG	Dicke [mm]	FVG
Referenz (-)	Ref	2.8	0.60	2.7	0.62
Fadengelege 1 (12 g/m <sup>2</sup> )	FG 1	3.3	0.51	3.0	0.55
Fadengelege 2 (10 g/m <sup>2</sup> )	FG 2	3.0	0.56	3.0	0.55
Pulver (12 g/m <sup>2</sup> )	PA12 UM	3.0	0.55	3.1	0.54
Vlies (19 g/m <sup>2</sup> )	Vlies	3.3	0.51	3.0	0.55

Tabelle 7-3: Vergleich der unterschiedlichen Dicken und I	Faservolumengehalt der getes-
teten Proben mit Lagenaufbau [	[0]10

#### **Compression after Impact CAI**

Bei den CAI-Versuchen wurde die Einbringung der thermoplastischen Halbzeuge in die interlaminare Schicht und deren Einfluss auf die Restdruckfestigkeit sowie die Delaminationsfläche untersucht. Die Referenzproben, die ohne Einleger hergestellt wurden dienen dabei als Basiswert. Abbildung 7-5 zeigt offensichtlich dass jedes Halbzeug unabhängig von Harzsystem zu einer Reduktion der Delaminationsfläche führt. Dabei reduzieren Fadengelege 2, Pulver sowie Vlies die Delaminationsfläche zwischen 75% und 85%, wobei die aus dem Harzsystem Cycom 890 bestehenden Proben nochmals um 6% tiefere Werte aufweisen als die Proben bestehend aus dem Harzsystem RTM6. Das Fadengelege 1 zeigt bei diesen Versuchen eine geringere Leistungsfähigkeit auf und führt zu einer Reduktion der Delaminationsfläche zwischen 33% (Cycom 890) und 67% (RTM6).



Abbildung 7-5: Vergleich der Delaminationsflächen bei den CAI-Versuchen



Abbildung 7-6: Vergleich der Restdruckfestigkeiten bei den CAI-Versuchen

Dieses Verhalten lässt sich bei der Restdruckfestigkeit ebenfalls beobachten (Abbildung 7-6). In Verbindung mit Cycom 890 führt das Fadengelege 1 zu einer vergleichsweise moderaten Steigerung der Restdruckfestigkeit von 22%, bei RTM6 resultiert eine Reduktion der Restdruckfestigkeit um 14%.

Diese Reduktion wird durch die Bildung einer harzreichen Schicht rund um das Garn gefolgt von einer Rissbildung am Übergang Thermoplast/Harz hervorgerufen (siehe Abbildung 7-4). Die Resultate von Fadengelege 2, Pulver und Vlies zeigen ebenfalls eine Steigerung der Restdruckfestigkeit; in Verbindung mit RTM6 führt das PA12 zu einer Steigerung zwischen 29% (Fadengelege 2) und 38% (Pulver), in Kombination mit Cycom 890 liegen diese Werte zwischen 69% (Fadengelege 2) und 96% (Vlies). Grundsätzlich lässt sich bei diesen Versuchen beobachten, dass bei den Proben bestehend aus Cycom 890 bessere Resultate bezüglich Delaminationsfläche wie auch der Restdruckfestigkeit erreicht wurden. Dies lässt sich mit dem Kompaktieren des Halbzeuges in der interlaminaren Schicht während des Aushärtezyklus im Autoklav erklären. Die Dicke der interlaminaren Schicht wird dadurch wesentlich reduziert was zu einem höheren Anteil des Thermoplastes in jener Schicht führt. Das duktile Verhalten von PA12 erschwert den Risswachstum während des Impacts sowie der Prüfung der Druckfestigkeit und führt so zu einem besseren Abschneiden der Proben.

#### Interlaminare Energiefreisetzungsrate GIc

Die Energiefreisetzungsraten der untersuchten Proben sind in Abbildung 7-7 aufgeführt. Dabei ist ersichtlich, dass sich die GIc Eigenschaften der Referenzprobe durch die Zugabe von PA12 deutlich steigern lassen. Es zeigt sich außerdem ein unterschiedliches Verhalten der untersuchten Harzsysteme. Während bei den mit RTM6 gefertigten Proben das diskrete Fadengelege 1 die höchste Steigerung der Messwerte mit sich bringt (75%), lassen sich mit den flächigen Halbzeugen Pulver (44%) und Vlies (31%) hingegen deutlich geringere Verbesserungen realisieren. Bei der Verwendung von Cycom 890 hingegen führt die Integration von Pulver (56%) und Vlies (62%) in die interlaminare Schicht zu der höchsten Zunahme der Messwerte.



Abbildung 7-7: Vergleich der interlaminaren Energiefreisetzungsraten Mode I

Dieses Verhalten ist auf die Interaktion von PA12 mit der interlaminaren Schicht zurückzuführen. In Verbindung mit RTM6 bleiben die thermoplastischen Halbzeuge in ihrer ursprünglichen Form bestehen. Somit ist es dem Polymer nicht möglich, dessen flächenmäßigen Anteil in der interlaminaren Schicht während des Aushärtezyklus zu erhöhen. Die Garne der Fadengelege, die zu einer lokalen Steigerung des Faservolumengehaltes beitragen, sorgen während des Schädigungsvorganges besonders effektiv für eine Rissumlenkung und somit für eine gesteigerte Energiefreisetzungsrate (siehe Abbildung 7-8).

Zusätzlich entsteht bei Fadengelege 1 durch ein Ausreißen des Garns aus der interlaminaren Schicht eine Brückenbildung zwischen den beiden Probenhälften (siehe Abbildung 7-9). Dies wirkt sich positiv auf die Energiefreisetzungsrate aus; die mittels Fadengelege 1 modifizierten Proben erreichen die höchste Steigerung der untersuchten Proben. Die Zugabe von Vlies hingegen führt zu einer Ablenkung des Risses in die intralaminare Schicht, was sich in durch ein Ablösen der Kohlenstofffasern bemerkbar macht. Dieses Verhalten ist jedoch bezüglich der Energiefreisetzungsrate weniger effektiv, was sich in den Resultaten bemerkbar macht.



Abbildung 7-8: Vergleich Oberflächenbeschaffenheit nach GIc (Fadengelege 1 oben, Pulver unten)

Bei den aus Cycom 890 hergestellten Proben wird dieser Effekt durch das Verschmelzen der einzelnen Garnfilamente vor der Kapselung durch das Epoxidharz verringert, was sich bei Fadengelege 1 mit einer Steigerung von 38% bemerkbar macht. Bei den flächigen Halbzeugen hingegen wirkt sich dieses Zusammenspiel positiv auf deren Leistungsfähigkeit aus. Aufgrund des erhöhten Flächenanteils von PA12 in der interlaminaren Schicht kann dieses effektiver zu einer Energievernichtung an der Rissspitze beitragen und somit die Energiefreisetzungsrate gezielt steigern.



Abbildung 7-9: Vergleich von GIc-Bruchflächen: Fadengelege 1 / RTM6 (links), Vlies / RTM6 (rechts)

#### Interlaminare Energiefreisetzungsrate GIIc

Die Resultate der GIIc Versuche zeigen ein simultanes Verhalten der beiden Harzsysteme auf (siehe Abbildung 7-10). Dabei lässt sich erkennen dass unabhängig vom Harzsystem die Energiefreisetzungsrate durch die Verarbeitung von Vlies am effektivsten Modifiziert wird.



Abbildung 7-10: Vergleich der interlaminaren Energiefreisetzungsraten Mode II
Die Bruchzähigkeit lässt sich dabei um 230% (RTM6) und um 400% (Cycom 890) steigern. Generell lässt sich feststellen, dass bei den GIIc-Proben die Erhöhung der Bruchzähigkeit in direktem Zusammenhang mit dem Halbzeug des PA12 steht; je kontinuierlicher das eingesetzte Halbzeug ist, umso effektiver erhöht es die Bruchzähigkeit. Das Aufschmelzverhalten von PA12 bei der Aushärtung von Cycom 890 unterstützt diesen Effekt noch zusätzlich (siehe Abbildung 7-11).



Abbildung 7-11: Vergleich Oberflächenbeschaffenheit nach GIIc (Fadengelege2 oben, Vlies unten)

Das Garn von Fadengelege 2, das offensichtlich während des Aushärtezyklus geschmolzen ist, zeigt einen erhöhten Anteil an der Bruchfläche auf als bei der mit RTM6 hergestellten Probe. Bei dem mit Vlies modifizierten Proben führt der Thermoplast in Zusammenspiel mit Cycom 890 zu einer deutlich strukturierten Bruchoberfläche. Die Rissausbreitung während der Versuche wird somit erschwert und es kommt zu einem markanten Anstieg der Energiefreisetzungsrate. Aufgrund der nicht kontinuierlichen Struktur der Fadengelege kann im Vergleich zu Pulver und Vlies nur ein geringerer Anteil der interlaminaren Fläche modifiziert werden. Die Resultate der Fadengelege liegen unabhängig vom Harzsystem zwischen Pulver und der Referenz.

#### ILSS

Bei der Betrachtung von Abbildung 7-12 ist ersichtlich dass bei den aus RTM6 hergestellten Proben nur die mit dem Fadengelege 1 modifizierten Proben deutlich von der Referenz abweichen. Bei Raumtemperatur führt die Modifikation mittels Fadengelege zu einem Abfall der Schubfestigkeit von 9%, wobei dieser Abfall bei höheren Prüftemperaturen noch ansteigt und bei 80°C sowie 120°C bei über 25% liegt. Die restlichen Proben zeigen einen geringen Einfluss des thermoplastischen Einlegers auf. Bei Raumtemperatur lässt sich eine geringfügig gesteigerte Scherfestigkeit feststellen, diese kommt jedoch bei einer Erhöhung der Prüftemperaturen auf dem Niveau der Referenzproben zu liegen.



Abbildung 7-12: Übersicht der interlaminaren Scherfestigkeit der Proben Hergestellt aus RTM6

Abbildung 7-13 zeigt die Resultate der ILSS Proben die mit Cycom 890 gefertigt wurden. Wiederum führt die Integration von PA12 in die interlaminare Schicht

bei den Halbzeugen Fadengelege 2, Pulver und Vlies zu einem Anstieg der Scherfestigkeit um bis zu 20%. Auffällig ist jedoch der ausgeprägte Abfall der Scherfestigkeit der Proben bei der Erhöhung der Prüftemperatur. Bei den Halbzeugen Pulver und Vlies kann die Reduktion, im Vergleich mit den Referenzwerten, mehr als 55% betragen. Dieses Verhalten lässt sich wiederum mit der Absenkung des E-Moduls von PA12 bei einem Anstieg der Prüftemperaturen erklären (siehe Kapitel 5.1).



Abbildung 7-13: Übersicht der interlaminaren Scherfestigkeit der Proben Hergestellt aus Cycom 890

Es zeigt sich ebenfalls, dass bei diesen Versuchen die Fadengelege im Vergleich zu den andern Halbzeugen einen deutlich geringeren Abfall der Scherfestigkeit aufweisen. Die Diskontinuität dieser Halbzeuge verhindert, dass während des Aushärtezyklus eine flächendeckende Lage PA12 in der interlaminaren Schicht entsteht. Der dabei hervorgerufene Interlocking-Effekt führt dazu, dass zwischen den geschmolzenen Garnen eine ausreichend große Fläche bestehen bleibt, die nicht mit PA12 modifiziert ist und somit bei der Erhöhung der Prüftemperatur keine Einbuße der Schubsteifigkeit erleidet (siehe Abbildung 7-14).



Abbildung 7-14: Verhalten des Fadengeleges nach Überschreiten der Schmelztemperatur des Thermoplastes

## 7.3. Einfluss der Halbzeuge auf die Schädigungsvorgänge

In diesem Kapitel wird die Auswirkung der PA12-Halbzeuge auf die Zähigkeit der interlaminaren Schicht analysiert. Zunächst werden anhand der Versuche GIc und GIIc die Schädigungsmechanismen in einer einzelnen interlaminaren Schicht betrachtet, um im Anschluss bei den CAI-Proben eine Kombination der Rissausbreitung sowohl in horizontaler sowie auch in vertikaler Richtung unter dynamischen Belastungen zu untersuchen.

Um den Einfluss der Halbzeuge auf den Schädigung von CFK näher verstehen zu können, muss zunächst ein Blick auf die Schädigungsvorgänge innerhalb des Materials geworfen werden. Walter et al. [117] sowie Höfflin et al. [118] untersuchten in ihren Arbeiten die Schlagzähigkeit von Epoxidharz-Verbundwerkstoffen, wobei sie unterschiedliche Mechanismen für einen Zähigkeitsanstieg der interlaminaren Schicht definieren (siehe Abbildung 7-15):

- Fließprozesse in der Matrix bedingt durch Ablösungen an der Partikel/Matrix-Grenzfläche. Dabei wird zwischen Scherfließen (a) und Scherbändern (b) unterschieden.
- Deformation der Füllstoffe, die in Voiding (c) und Kavitation des Partikels (d) eingeteilt wird.
- Mikrorissbildung im Umfeld der Partikel (e)
- Brückenbildungsmechanismen durch Durchtrennung des Partikels (f)
- Ablenkung oder Verzweigung des Risses (g)



Abbildung 7-15: Schematische Darstellung von Zähigkeitsmechanismen von elastomergefüllten Epoxidharzen [118]

Bei diesen Arbeiten erfolgte die Optimierung der Zähigkeitseigenschaften der Epoxidharze durch chemische Modifikatoren, anorganische Füllstoffe sowie Polymeren. Gemäß Hamer et al. [119] lässt sich die Steigerung der Schlagzähigkeit durch die Zugabe von Zwischenschichten in die interlaminaren Schichten anhand von drei Hauptfaktoren erklären. Der erste Faktor beruht auf der hohen Energieaufnahme aufgrund der Brückenbildung der thermoplastischen Einleger [120]. Der zweite Faktor bezieht sich auf die Schaffung einer plastischen Zone in der Nähe der Rissspitze, die eine abstumpfende Wirkung hervorruft [64]. Als dritter Faktor wird eine mechanische Zähigkeitssteigerung genannt, wobei die Zwischenschichten durch die Ablenkung der Risse mehr Energie pro Flächeneinheit erfordern [61].

#### GIc

Der durch die Zugbelastung hervorgerufene Riss wandert in der interlaminaren Schicht parallel zu den Faserlagen, bis er aufgrund eines Hindernisses umgelenkt wird (siehe Abbildung 7-16). Die dazu zusätzlich benötigte Energie reduziert die Rissausbreitung in der Probe. Dabei zeigt sich ein unterschiedliches Verhalten in Abhängigkeit der Hindernisse, deren Anteil in der interlaminaren Schicht sowie der verwendeten Harzsysteme.



Abbildung 7-16: Vergleich der Rissausbreitung bei GIc

Das vergleichsweise voluminöse Garn von Fadengelege 1 zeigt in Verbindung mit RTM6 den höchsten Anstieg der interlaminaren Freisetzungsrate Mode I. Dieses Resultat basiert auf zwei Effekten. So wird der Riss durch das Fadengelege gezielt umgelenkt und zusätzlich werden Garne während des Schälversuches aus der harzreichen Schicht herausgerissen, wobei sie die beiden Probenhälften weiterhin verbinden. Bei der Verwendung von Fadengelege 2 tritt dieser Effekt nicht auf, jedoch wird der Riss aufgrund der größeren Anzahl Garne öfter umgelenkt und dadurch ein hohes Niveau bezüglich der Energiefreisetzungsrate erreicht. Die Zugabe von Pulver in die interlaminare Schicht führt zu einer Ausbreitung des Risses entlang der Polymerpartikeln oder zum Teil auch durch diese hindurch. Die gesteigerte Zähigkeit der interlaminaren Schicht bewirkt partiell zusätzlich eine Umlenkung des Risses in die intralaminare Schicht. Da die Pulverpartikel aufgrund der Verkapselung durch RTM6 während des Aushärtezyklus keine zusammenhängende Schicht bilden können, zeigen die Resultate eine tiefere Energiefreisetzungsrate als die vergleichbaren Versuche mit den Fadengelegen.

Das Vlies hingegen besteht aus einer großen Anzahl feiner Filamente, die neben dem Fadengelege 1 zum größten Anstieg der interlaminaren Schichtdicke führen. Zusätzlich bewirken die Filamente aufgrund ihrer, im Vergleich zu den restlichen Halbzeugen, hohen spezifischen Oberfläche eine nochmals gesteigerte Zähigkeit der interlaminaren Schicht. Dies bedingt eine großflächige Ablenkung des Risses in die intralaminare Schicht, was sich jedoch negativ auf die Energiefreisetzungsrate auswirkt; sie ist die tiefste der modifizierten Proben im Vergleich.

Im Gegensatz zu RTM6, bei dem die Verkapselung von PA12 stattfindet bevor dieses aufschmilzt, lässt sich bei der Verwendung von Cycom 890 als Harzsystem ein gegenläufiges Verhalten beobachten. Aufgrund des Aufschmelzens des Polymers vor dem Aushärten des Epoxidharzes wird die interlaminare Schichtdicke reduziert und somit ergibt sich ein erhöhter Thermoplastanteil in der interlaminaren Schichten. Zusätzlich verlieren die Halbzeuge ihre ursprüngliche Struktur und verteilen sich im Vergleich zu den mit RTM6 gefertigten Proben homogener in der interlaminaren Schicht.

Das Garn von Fadengelege 1 kann dadurch die beiden Probenhälften während des Auseinanderreißens nicht mehr miteinander verbinden und die GIc-Werte kommen auf einem tieferen Niveau zu liegen. Die anderen Halbzeuge hingegen profitieren vom erhöhten Anteil des Polymers in der interlaminaren Schicht. Es zeigt sich dabei, dass aufgrund der nun verstärkt zusammenhängenden PA12-Schichten der Riss nicht mehr in die intralaminare Schicht abgelenkt wird und dadurch das Energieniveau der jeweiligen Proben im Vergleich zu RTM6 angehoben wird.

#### GIIc

Groleau et al. [121] haben die Mechanismen für einen Zähigkeitsanstieg bei GIIc-Proben mittels Zugabe von Polyamid 6-6 Partikeln in die interlaminare Schicht untersucht. Dabei konnte aufgezeigt werden, dass die Steigerung der interlaminaren Schichtdicke zu einer erhöhten plastischen Fließzone vor der Rissspitze führt. Die Autoren kamen zum Schluss, dass die Geometrie und mechanischen Eigenschaften der jeweiligen Zwischenschicht soweit angepasst werden muss, damit bei einer Schädigung zunächst Mikrorisse in der Matrix initiiert werden um im Anschluss eine ausgiebige plastische Deformation des Polymers zu ermöglichen.

Die Auswertung der GIIc-Versuche zeigt, dass die flächigen Halbzeuge Vlies und Pulver die höchsten Steigerungen der Energiefreisetzungsrate mit sich bringen. Im Gegensatz zu den GIc-Versuchen profitieren die mittels Fadengelegen modifizierten GIIc-Proben nicht von der disktreten Gitterstruktur. Die interlaminare Zähigkeit lässt sich aufgrund des relativ hohen Flächenanteils ohne thermoplastische Modifikation nicht im selben Maße erhöhen, da aufgrund der Scherbelastung das Fadengelege nicht entsprechend aus der interlaminaren Schicht herausgerissen wird.



Abbildung 7-17: Schematische Darstellung der Bildung von Scherlippen in einem duktilen Polymer während einer Scherbelastung [122]

Bei den Fadengelegen wird somit die plastische Verformung aufgrund der Mikrorissbildung nur in unmittelbarer Umgebung zu den Garnen ermöglicht, wobei Fadengelege 2 aufgrund der höheren Garnanzahl ein besseres Abschneiden als Fadengelege 1 zeigt. Außerdem lässt sich aufgrund der Scherbelastung die Bildung von Scherlippen im Bereich der Garne erkennen, so wie sie in einem auf Scherung belasteten Polymer auftreten (siehe Abbildung 7-17 sowie Abbildung 7-18). Dieses Verhalten tritt ebenfalls bei den übrigen Proben auf, die mit PA12 modifiziert wurden.



Abbildung 7-18: Ausbildung von Scherlippen bei GIIc-Proben

Somit führen die flächigen Halbzeuge zu einer besonders effektiven Steigerung der duktilen Zone. Dieser Effekt lässt sich durch den Einsatz des Harzsystems Cycom 890 zusätzlich erhöhen. So führt das Aufschmelzen des Polymers vor der beginnenden Aushärtung des Epoxidharzes und der damit verbundenen Reduktion der Schichtdicken im Vergleich zu RTM6 nochmals zu einem gesteigerten Anteil in der interlaminaren Schicht (siehe Abbildung 7-19). Außerdem zeigt sich, dass der Riss nur innerhalb der interlaminaren Schicht verläuft und diese nicht verlässt.



Abbildung 7-19: Vergleich der Rissausbreitung bei GIIc

### CAI

Tsotsis et al. [61] untersuchten in ihrer Arbeit die Auswirkungen von unterschiedlichen Zwischenschichten auf die Schlagzähigkeit von CAI-Proben. Da bei schlagartigen Belastungen von CFK-Proben das Risswachstum eine Kombination unterschiedlicher Rissmodi ist, teilten sie den Vorgang in zwei unterschiedliche Risstypen ein;

- Mode I-Risse (vertikale Rissfortschreitung)
- Mode II-Risse (horizontale Rissfortschreitung)

Mode I-Risse basierend auf Zugspannungen, die senkrecht zu der Oberfläche des Laminates verlaufen (siehe Abbildung 7-20). Diese Risse treten auf, wenn inplanare Normalspannungen die Querzugfestigkeit der Lage übersteigen. Mode II-Risse entstehen aufgrund von Querschubspannugen, wobei diese Risse parallel zur Oberfläche entlang der interlaminaren Schicht verlaufen [14].



Abbildung 7-20: Schädiungsarten bei einem Aufprall mit tiefer Geschwindigkeit: (A) Mode I-Riss, (B) Mode II-Riss [14]

Liu et al. [123] konnten anhand ihrer Forschungsergebnisse zeigen, dass das orthotrope Verhalten der einzelnen Faserlagen und deren Diskrepanz bezüglich der Biegesteifigkeit als grundlegende Ursache für Delaminationen angenommen werden kann.

Da sich die Mode I-Risse durch die intralaminare Schicht fortpflanzen und sich diese Schicht aufgrund von Filtereffekten weder mit Partikeln im Epoxidharz noch mit Zwischenschichten modifizieren lässt, ist eine Modifikation der Schlagzähigkeit gegenüber Mode II-Rissen bei schlagartigen Belastungen besonders erstrebenswert (siehe Abbildung 7-21).





Bei den nicht modifizierten Basisproben wird die Rissfortschreitung in horizontaler Richtung deutlich weniger eingeschränkt. Dies zeigt sich in vergleichsweise großen Bruchflächen der entsprechenden CAI-Proben. Die Zugabe der PA12-Halbzeuge hingegen führt in jedem Fall zu einer Steigerung der Bruchzähigkeit der interlaminaren Schicht, was in einer Reduktion der Bruchflächen resultiert. Zusätzlich zeigt sich, dass sich eine homogene Verteilung des Polymers wiederum positiv auf die Materialeigenschaften auswirkt. Der Riss wird somit durch den Anstieg der interlaminaren Bruchzähigkeit vermehrt in die intralaminare Schicht abgelenkt und dadurch die Schädigungsfläche verringert.

Beim Vergleich der GIIc und der CAI Resultate lässt sich eine Korrelation zwischen den jeweiligen Messwerten feststellen (siehe Abbildung 7-22). So besteht ein Zusammenhang zwischen der Steigerung der GIIc-Werte und der Reduktion der Delaminationsfläche der CAI-Proben. Es zeigt sich jedoch, dass die Delaminationsflächen der Fadengelege 2 Proben im Verhältnis nicht mit den GIIc-Resultaten übereinstimmen; die Reduktion der Delaminationsflächen fällt am höchsten aus, wobei die GIIc-Werte nur im Mittelfeld zu liegen kommen.

Ein Vergleich der GIc-Proben mit den Delaminationsflächen zeigt, dass eine Korrelation der Messwerte nur in Zusammenhang mit dem Harzsystem Cycom 890 auftritt. Wiederum besteht eine Relation zwischen der Erhöhung der GIc-Messwerte und der Reduktion der Schädigungsfläche der CAI-Proben. Bei der Verwendung des Harzsystems RTM6 hingegen lässt sich kein solcher Zusammenhang beobachten. Der Effekt der Brückenbildung zwischen den Probenhälften, der bei den GIc-Proben durch die Fadengelege hervorgerufen werden, führt bei der Reduktion der Delaminationsfläche nicht zu den gewünschten Verbesserungen.

#### Fazit

Bei der Integration der untersuchten Halbzeuge führen mehrere Zähigkeitsmechanismen zu einer Steigerung der Materialeigenschaften der CFK-Proben. Das Auftreten dieser Mechanismen hängt jedoch von unterschiedlichen Faktoren ab. Dies sind die Art der mechanischen Prüfung, das verwendete Halbzeug und die damit verbundene Verteilung des Polymers in der interlaminaren Schicht sowie das Zusammenspiel von Polymer und Epoxidharz während des Aushärtezyklus.

Die Versuche haben ergeben, dass für jede Materialkombination eine ideale Kombination zwischen Flächengewicht des verwendeten Polymers und dessen Verteilung in der interlaminaren Schicht erarbeitet werden muss. Außerdem hat sich ebenfalls gezeigt, dass der Einfluss von Zwischenschichten auf die Schlagzähigkeit und die damit verbundenen Mechanismen noch nicht vollständig verstanden und daher Gegenstand von fortlaufenden Untersuchungen sind.



Abbildung 7-22: Vergleich zwischen den Delaminationsflächen und den GIc-Resultaten (oben) sowie den GIIc-Resultaten (unten)

### 7.4. Elektrische Leitfähigkeit von CFK

Neben den mechanischen Eigenschaften soll analog zu Kapitel 6 auch der Einfluss des thermoplastischen Halbzeugs auf die elektrische Leitfähigkeit der CFK hin untersucht werden. Dazu wurden aus den jeweiligen Laminaten, die mittels Harzsystem RTM6 hergestellt und mit einem Lagenaufbau von [0]<sub>10</sub> versehen sind, entsprechende Proben hergestellt und getestet. Abbildung 7-23 zeigt die Resultate der Untersuchungen. Dabei stellt sich heraus, dass die Integration von Vlies in die interlaminare Schicht zu einer deutlichen Verringerung der elektrischen Leitfähigkeit führt. Die Leitfähigkeit der Proben sinkt im Vergleich zu der Referenz um mehr als drei Größenordnungen ab. Dies ist auf einen deutlichen Anstieg der interlaminaren Schichtdicken zurückzuführen (siehe Abbildung 7-4).



Abbildung 7-23: Vergleich der elektrischen Leitfähigkeiten

Im Gegensatz dazu hat die Anwesenheit der Fadengelege in der interlaminaren Schicht einen geringen Einfluss auf die Leitfähigkeit. Fadengelege 1 führt im Vergleich zu den Referenzproben zu einer Reduktion der Leitfähigkeit um 31%. Dies ist die geringste Reduktion aller untersuchten Proben. Dieses gute Abschneiden von Fadengelege 1 basiert auf dem Zusammenspiel zwischen den Carbonfasern und dem Thermoplastgarn. Das Garn führt zu einem lokalen Anstieg des Faservolumengehaltes. Zusätzlich bildet sich eine harzreiche Schicht rund um das Garn. Dieses Verhalten ist aber auf einen Bereich in unmittelbarer Nähe zum Garn beschränkt (siehe Abbildung 7-24).

Im restlichen Bereich der interlaminaren Schicht, der nicht mittels Polyamid modifiziert ist, reduziert sich die Schichtdicke auf den Wert der Referenzprobe. Durch den Interlocking-Effekt bleibt zwischen den geschmolzenen Garnen eine ausreichend große Fläche bestehen die nicht mit PA12 modifiziert ist. Somit ist der größere Teil der interlaminaren Schicht nicht beeinträchtigt und dies zeigt sich im geringen Abfall der elektrischen Leitfähigkeit in Dickenrichtung der Proben. Die Leitfähigkeit von Fadengelege 2 hingegen, sinkt aufgrund der größeren Anzahl Garne in der interlaminaren Schicht im Vergleich zu Fadengelege 1 deutlicher ab.



Abbildung 7-24: Einfluss des Fadengeleges auf die interlaminare Schichtdicke

### 7.5. Diskussion

Anhand der Versuche konnte aufgezeigt werden, dass sich die Form des Fadengeleges vorteilhaft auf die Eigenschaften der CFK-Proben auswirkt. Das diskrete Fadengelege führt zu einer lokal beschränkten Modifikation der interlaminaren Schicht in unmittelbarer Umgebung des Garns. Zwischen den einzelnen Garnen sorgt der Interlocking-Effekt dafür, dass die Schichtdicke nicht beeinflusst wird und somit auf dem Niveau der Referenzprobe verbleibt. Dieses Verhalten zeigt deutliche Vorteile bei der elektrischen Leitfähigkeit in Dickenrichtung (Z) sowie der interlaminaren Scherfestigkeit. Aufgrund der geringen Schichtdicke werden die Elektronen deutlich weniger stark in ihrer Bewegungsfreiheit eingeschränkt als bei den kontinuierlichen Halbzeugen. Dies führt zu einer entsprechend geringeren Reduktion der Leitfähigkeit als bei Pulver und Vlies. Ebenfalls fällt bei der interlaminaren Scherfestigkeit eine mögliche Reduktion des E-Moduls infolge einer Temperaturerhöhung weniger stark ins Gewicht, da beim Fadengelege die Verminderung der Materialeigenschaften lokal begrenzt ist und somit der Großteil der interlaminaren Schicht nicht beeinträchtigt wird.

Außerdem zeigen die unterschiedlichen Garndurchmesser der beiden Fadengelege deutlich die jeweiligen Stärken und Schwächen auf. So ist Fadengelege 1, das mit 300 dtex über ein Garn mit einem großen Durchmesser und dementsprechend bei gleichem Flächengewicht über eine geringere Anzahl an Fäden verfügt, bei der elektrischen Leitfähigkeit, der interlaminaren Scherfestigkeit bei erhöhten Prüftemperaturen sowie der Permeabilität des Preforms im Vorteil. Sobald jedoch die homogene Verteilung des Polymers in der interlaminaren Schicht von Vorteil ist, konnte Fadengelege 2 die Vorteile ausspielen. So schnitt es bei den Versuchen zu CAI und GIIc besser ab und lag auf einem ähnlichen Niveau wie Pulver und Vlies.

Generell lassen die Resultate den Schluss zu, dass die ideale Kombination aus Garnstärke, Garnabstand und dem daraus resultierenden Flächengewicht im Verlauf dieser Arbeit nicht ermittelt werden konnte. Das Fadengelege zeigt jedoch, dass aufgrund seiner Vorteile gegenüber flächigen Halbzeugen in Zukunft eine luftfahrtspezifische Anwendung denkbar ist.

## 8. Umsetzung an einem Demonstratorbauteil

Dieses Kapitel beinhaltet die Umsetzung des Know-hows bezüglich der Steigerung der Schlagzähigkeit von CFK an einem geeigneten Demonstratorbauteil. Dazu fließen die im Rahmen dieser Arbeit gewonnenen Erkenntnisse in die Herstellung einer Flügelkomponente ein, die im Anschluss mittels CAI-Versuchs getestet werden.

So soll anhand eines Demonstrators gezeigt werden, ob sich die in den vorherigen Kapiteln gewonnenen Erkenntnisse in einem industriellen Umfeld eingesetzten lassen und die Fadengelege nicht nur in kleinen, ebenen Proben sondern auch in großen, dreidimensionalen Strukturen ihre Leistungsfähigkeit aufzeigen können. Dazu wurde die Validierung der Steigerung der Schlagzähigkeit anhand eines Demonstrators aus dem Bereich Luftfahrt durchgeführt. Hierbei handelt es sich um eine Unterkonstruktion eines Flugzeugflügels (Abbildung 8-1).



Abbildung 8-1: Flügelkomponente, die als Demonstrator ausgewählt wurde

Neben der Erhöhung der Schlagzähigkeit ist die Bauteilqualität ebenfalls von großer Bedeutung. Aus diesem Grund wurde Fadengelege 1 als thermoplastisches Halbzeug für diese Versuche ausgewählt, da es neben der Reduktion der Schädi-

gungsflächen insbesondere bei der Steigerung der Permeabilität ein großes Potential aufzeigt. Aufgrund der aufwändigen Versuche wurde die Untersuchung möglicher Einleger auf Fadengelege 1 reduziert.

Um einen aussagekräftigen Vergleich der Resultate zu erhalten, sollen mittels Fadengelege modifizierte Demonstratoren mit nicht modifizierten Referenzbauteilen verglichen werden. Damit sich die Restdruckfestigkeit besser bewerten lässt, sollen zusätzliche Demonstratoren ohne Schädigung auf ihr Versagen getestet werden. Somit sind zusätzlich je ein Referenz-, sowie ein modifizierter Probekörper zu prüfen. Die Aufschlüsselung des Versuchsprogramms ist in Tabelle 8-1 ersichtlich.

Demonstrator	1	2	3	4	5	6	7	8
Einleger	Nein	Nein	Nein	Nein	FG 1	FG 1	FG 1	FG1
Schädigung	Nein	Ja	Ja	Ja	Nein	Ja	Ja	Ja

Tabelle 8-1: Versuchsprogramm Demonstratorbauteil



Abbildung 8-2: In die interlaminare Schicht integriertes Fadengelege.

Der Demonstrator wurde durch die Zugabe von Fadengelege 1 verstärkt, das dazu in die interlaminare Schicht eingebracht wurde (siehe Abbildung 8-2).

Wie in den vorherigen Kapiteln kam als Faserhalbzeug ein Unidirektionales Carbon-Gelege mit einem Flächengewicht von 298 g/m<sup>2</sup> zum Einsatz, das von der Firma SAERTEX GmbH & Co. KG geliefert wurde. Als Harzsystem wurde Cycom 890 eingesetzt.

Für den Lagenaufbau wurde eine symmetrische Anordnung der Fasern gewählt, wobei die Grundplatte aus 15 Lagen und die Rippen aus je 18 Lagen aufgebaut sind (siehe Abbildung 8-3). Die Herstellung der Demonstratoren erfolgte anhand des in Kapitel 4.1 beschrieben RTI-Verfahrens, wobei die Aushärtung der Bauteile wiederum im Autoklav stattgefunden hat. Abbildung 8-4 zeigt die Herstellung eines Demonstrators.



Abbildung 8-3: Lagenaufbau der Grundplatte sowie der Rippen

Bei der nachfolgenden CAI-Prüfung soll der Demonstrator bezüglich der Steigerung der Schlagzähigkeit untersucht werden. Dazu wird dieser an zwei unterschiedlichen Stellen gezielt mit einem Fallturm geschädigt. Die dazu gewählten Einschlagpunkte werden in Abbildung 8-5 gezeigt. Dabei wird als Einschlagpunkt 1 der Rippenfuß beim Übergang zwischen Rippe und Grundplatte gewählt, während bei Einschlagpunkt 2 der unversteifte Bereich zwischen zwei Rippen genauer untersucht werden soll. Die Schädigungsenergie beträgt in jedem Fall 37 J. Nach der Schädigung wurden die Demonstratoren mittels Ultraschall geprüft und die Delaminationsflächen ermittelt.



Abbildung 8-4: Demonstratorbauteil vor der Harzinfusion

Abbildung 8-6 zeigt die Delaminationsflächen der untersuchten Probekörper. Dabei bildet der Durschnitt die jeweiligen Resultate der Messreihen 2 bis 4 einen Referenzwert, der mit den Durchschnittswerten der Messreihen 5 bis 7 verglichen wird. Während der Schädigung der Demonstratoren mittels Fallturm ergab sich bei Demonstrator 7 aufgrund eines Handhabungsfehlers eine erhöhte Schädigungsfläche. So fällt bei Einschlagpunkt 2 die Delaminationsfläche um einen Faktor 12 grösser aus als die entsprechenden Werte der Demonstratoren 5 und 6. Aus diesem Grund wird dieser Messwert von Demonstrator 7 im Vergleich mit den Referenzwerten nicht berücksichtigt. Die Resultate belegen, dass sich die Anwesenheit des Fadengeleges in der interlaminaren Schicht positiv auf die Reduktion der Delaminationsfläche auswirkt. Im Vergleich der beiden Einschlagpunkte zeigt sich außerdem, dass das Ausmaß der Schädigung ebenfalls durch die Steifigkeit der Einschlagstelle beeinflusst wird. Einschlagpunkt 1 liegt in unmittelbarer Umgebung einer der Rippen. Diese steigert entsprechend die Biegesteifigkeit und führt dazu, dass die Einschlagsenergie primär durch die Schädigung der Struktur abgebaut wird. Entsprechend groß ist daher die Auswirkung von Fadengelege 1; die Schädigungsfläche wird im Vergleich zur Referenzprobe um mehr als 95% reduziert.



Abbildung 8-5: Einschlagpunkte während CAI-Prüfung der Demonstratoren

Im Gegensatz dazu liegt Einschlagpunkt 2 zwischen zwei Rippen und somit in einem beigeweicheren Bereich. Die Einschlagsenergie wird neben der Entstehung von Delaminationsflächen zusätzlich durch Verformung des Bauteils abgebaut. Aufgrund dieses Verhaltens lässt sich die in Vergleich zu Einschlagpunkt 1 deutlich geringere Schädigungsfläche nicht im selben Masse verringern.



□ Einschlagpunkt 1 ■ Einschlagpunkt 2

#### Abbildung 8-6: Vergleich der Delaminationsflächen

Die Delaminationsfläche wird bei Einschlagpunkt 2 um mehr als 27% reduziert. Diese Werte zeigen ein ähnliches Verhalten wie die CAI-Proben in Kapitel 7.2. Dort führt die Integration von Fadengelege 1 in die interlaminare Schicht zu einer Reduktion der Delaminationsfläche um mehr als 33%, wobei auf Grund der Einspannung eine Durchbiegung der ebenen Proben ebenfalls möglich ist. Abbildung 8-7 zeigt die Auswertung der Ultraschalluntersuchungen sowie einen Vergleich zwischen der nicht modifizierten Referenzprobe und einer mit Fadengelege modifizierten Probe.



Abbildung 8-7: Bestimmung der Delaminationflächen durch Ultraschalluntersuchung. Nicht modifizierte Probe: links, mit Fadengelege modifizierte Probe: rechts

In Abbildung 8-8 sind die Restdruckfestigkeiten der Demonstratorbauteile ersichtlich. Der Messwert des nicht modifizierten und ungeschädigten Demonstrator 1 dient dabei als Referenzwert. Die Abweichung von Demonstrator 2 lässt sich durch ein Gleiten der Probe im Prüfwerkzeug erklären. So zeigt sich, dass die Resultate der Demonstratoren 3 und 4 nahezu identisch sind mit derjenigen der Referenzprobe. Bei den modifizierten Proben 5 bis 7 zeigt sich ein ähnliches Verhalten, wobei die durchschnittliche Abweichung zur Referenzprobe mit 5% ebenfalls gering ausfällt.



Abbildung 8-8: Vergleich der Restdruckfestigkeiten

Riegert et al. [124] zeigten in ihrer Studie den Einfluss der Schädigungsenergie auf die Restdruckfestigkeit. Die Versuche haben gezeigt, dass unterhalb eines bestimmten Niveaus der Schädigungsenergie keine Beeinträchtigung der Restdruckfestigkeit auftritt (Abbildung 8-9). Dieses Verhalten erklärt die geringe Variation der getesteten Demonstratoren. Bei dieser Geometrie fällt die durch den Einschlag hervorgerufene Schädigungsfläche in Relation zur Gesamtfläche deutlich geringer aus als bei den ebenen CAI Proben. Somit verbleibt die Restdruckfestigkeit in einem Bereich, der nicht von der Einschlagenergie beeinträchtigt wird.



Einschlagenergie

Abbildung 8-9: Einfluss der Einschlagenergie auf die Restdruckfestigkeit der CAI- Proben

Die vielversprechenden Resultate aus Kapitel 7.2 ließen sich anhand eines Demonstratorbauteils bestätigen. So konnte die Erhöhung der Schlagzähigkeit mittels thermoplastischer Fadengelege anstatt an kleinen, ebenen Proben auch an größeren, dreidimensionalen Strukturen nachgewiesen werden. Eine Flügelkomponente diente dazu als Demonstrator, an dem die CAI-Prüfung durchgeführt wurde. Dabei bewirkte der Einsatz des Fadengeleges eine Erhöhung der Schadenstoleranz. So konnte die Delaminationsfläche im Bereich zwischen den Verstärkungsrippen um 26%, im Bereich des Rippenfußes sogar um 95% reduziert werden. Die Reduktion der Delaminationsfläche hingegen führte jedoch nicht zwangsläufig zu einer Steigerung der Restdruckfestigkeit. Die im Vergleich zu den Abmessungen geringen Schädigungsflächen reichen nicht aus, um einen deutlichen Einfluss auf die Restdruckfestigkeit hervorzurufen. Anhand dieser Versuche zeigt sich die potentielle Einsatzmöglichkeit der Fadengelege im einen industriellen Umfeld.

# 9. Zusammenfassung und Ausblick

Die Verwendung von Fadengelegen als Zwischenschicht zur Verbesserung der Materialeigenschaften von CFK ist eine neuartige und zusätzliche Möglichkeit, die breite Anwendung dieser Hochleistungsmaterialien in den unterschiedlichen Branchen zu Unterstützen.

Die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen zeigen eindrücklich, dass durch das Fadengelege das Schadensausmaß an den CFK-Proben deutlich reduziert werden kann. Das Fadengelege, anfänglich noch Bestandteil des Faserhalbzeuges, ist nach der Verarbeitung im RTI Prozess ein Bestandteil des Harzes und führt so zur Steigerung der Schlagzähigkeit der spröden Epoxidmatrix.

Dabei ist die optimale Anbindung des Polymers an die Epoxidmatrix entscheidend. Diese kommt nur zustande, wenn der Thermoplast während der Vernetzung des Epoxidharzes aufschmilzt und somit eine Interaktion zwischen den flüssigen Komponenten Harz und Thermoplast möglich wird. Demzufolge muss die Aushärtetemperatur der Epoxidmatrix oberhalb der Schmelztemperatur des Thermoplasts liegen. Schmilzt dieser jedoch nicht auf, so fällt die Modifizierung der Schlagzähigkeit deutlich geringer aus. Die Einbringung eines duktilen thermoplastischen Materials, in diesem Fall PA12, brachte somit eine deutliche Steigerung der Schlagzähigkeit mit sich.

Das Fadengelege führt bei der Integration in die interlaminare Schicht zu einem lokal begrenzten Anstieg des Faservolumengehaltes, sowie zur Bildung einer harzreichen Schicht um das Garn. Der verbleibende Teil der interlaminaren Schicht weißt dieselbe Dicke wie die Referenzprobe auf. Durch diesen Interlocking-Effekt bleibt zwischen den Garnen eine ausreichend große Fläche bestehen, die nicht mit PA12 modifiziert ist. Dieser Vorteil zeigt sich insbesondere bei den Untersuchungen betreffend der interlaminaren Scherfestigkeit und der elektrischen Leitfähigkeit in Dickenrichtung (Z).

Der E-Modul von PA12 besitzt eine starke Temperaturabhängigkeit; dieser wird bei einem Anstieg der Prüftemperatur stark Reduziert. Dies führt bei zusammenhängenden Zwischenschichten wie Vliese zu einer signifikanten Reduktion der interlaminaren Scherfestigkeit. Das Aufweichen von PA12 wirkt somit wie eine Gleitebene zwischen den einzelnen Faserlagen. Durch die diskrete Form des Fadengeleges und des damit verbundenen Interlocking-Effekts ist jedoch der mittels PA12 modifizierte Anteil der interlaminaren Schicht begrenzt. Diese Eingrenzung sorgt dafür, dass somit die Scherfestigkeit in einem deutlich geringeren Masse abfällt.

Dieses Phänomen lässt sich in einer ähnlichen Weise bei der elektrischen Leitfähigkeit der Proben in Dickenrichtung (Z) beobachten. PA12 in der interlaminaren Schicht sorgt für eine Reduktion der elektrischen Leitfähigkeit, wobei wiederum das flächige Vlies diesen Effekt am stärksten hervorruft. Auf Grund des Interlocking-Effekts reduziert sich die interlaminare Schichtdicke zwischen den Garnen auf das Niveau der Referenzprobe und durch den Kontakt der Faserlagen wird die elektrische Leitfähigkeit nur in geringem Maß reduziert. Auf den Einsatz von Additiven auf Graphitbasis, die eine Leitfähigkeit des PA12 ermöglichen sollen, kann somit verzichtet werden. Bei der Herstellung von Thermoplast-Garn lassen sich bei Bedarf jedoch trotzdem Partikel in das Garn einarbeiten. Somit bietet sich die Möglichkeit, dass bei der Anwendung dieser modifizierten Garne als Fadengelege die Partikel homogen im Bauteil verteilt werden.

Obschon im Rahmen dieser Arbeit die ideale Kombination aus Garnstärke, Garnabstand und dem daraus resultierenden Flächengewicht nicht ermittelt werden konnte, zeigen doch die Versuche die Leistungsfähigkeit dieses Halbzeuges auf. Generell lässt sich das Potential der Verwendung von thermoplastischen Fadengelegen anhand von vier Vorteilen aufzeigen:

- Die Schlagzähigkeit wird durch den thermoplastischen Anteil in der interlaminaren Schicht erhöht.
- Der Interlocking-Effekt sorgt für einen geringeren Abfall der interlaminaren Scherfestigkeit bei erhöhten Prüftemperaturen.
- Der Interlocking-Effekt sorgt außerdem für einen geringeren Abfall der elektrischen Leitfähigkeit in Dickenrichtung (Z) der CFK-Proben. Somit kann in Bezug auf die Steigerung der elektrischen Leitfähigkeit auf den Einsatz von kostenintensiven Additiven verzichtet werden.
- Zusätzlich kann die Integration von Fadengelegen zu einer Verbesserung der Permeabilität des Preforms führen.

Die Fadengelege lassen sich zur Steigerung der Schlagzähigkeit auch in anderen Brachen anwenden, z.B. in der der Automobilindustrie. Jedoch weichen die automobilen Lastenhefte in Bezug auf die Einsatzgebiete und somit auch auf die Temperaturbereiche deutlich von den Lastenheften der Luftfahrtindustrie ab. Zusätzlich unterscheiden sich die jeweiligen Produktionsraten zum Teil deutlich voneinander. Aus diesen Gründen stellen diese Bereiche stark unterschiedliche Anforderungen an die mechanischen Eigenschaften der Harzsysteme sowie an die Länge der jeweiligen Aushärtezyklen. Da es sich herausgestellt hat, dass der Aushärtezyklus des verwendeten Epoxidharz und die Schmelztemperatur des schlagzähigkeitsmodifizierenden Thermoplasten aufeinander abgestimmt werden müssen, sind die vorliegenden Erkenntnisse nicht ohne weiteres auf andere Epoxidharzsysteme übertragbar.

Auch wenn die Resultate den Fadengelegen ein großes Potential vorhersagen, so ist der Weg für eine verbreitete Anwendung in der Fertigung von Luftfahrtstrukturen noch weit. Dabei ist insbesondere die Qualifizierung des neuen Materialsystems die größte Hürde. In diesem Zusammenhang ist es jedoch von Vorteil, dass bis zum jetzigen Zeitpunkt nur wenige LCM-taugliche Harzsysteme in der Luftfahrt qualifiziert worden sind. Dies führt bei einer Zertifizierung zu einer Einschränkung der möglichen Materialkombinationen.

Vom produktionstechnischen Standpunkt stellt die Integration der Fadengelege in ein Carbonfaser-Gelege keine große Herausforderung dar. Die Fadengelege sind kostengünstig in der Herstellung und sie lassen sich vorkonfektioniert bei der Produktion von Gelegen direkt zwischen die einzelnen Faserlagen sowie auf die gewünschte Außenseite einarbeiten. Oder das entsprechende Garn wird bei der Gelegeherstellung von Spulen abgezogen und direkt integriert.

Wie bereits erwähnt kommen in den LCM Prozessen, insbesondere im RTM Prozess, typischerweise Epoxidharze zur Anwendung. Neuerdings werden aber auch injektionsfähige Polyurethanharzsysteme von unterschiedlichen Rohstoffherstellern angeboten. Eine Besonderheit der Polyurethanmatrix zeigt sich in der hohen Schlagzähigkeit sowie der gesteigerten Dauerfestigkeit gegenüber Epoxidharzsystemen [125]. Die spezifischen Wechselwirkungen der Polyurethanmoleküle, welche zusätzlich zur chemischen Vernetzung wirken, tragen zu diesen Eigenschaften bei [126]. Somit eröffnen sich auf dem Gebiet der Harzsysteme gänzlich neue Möglichkeiten für die Herstellung von schlagzähen Faserverbundsystemen. Inwieweit diese wiederum durch thermoplastische Zusätze modifizieren lassen, muss anhand von weiterführenden Untersuchungen gezeigt werden

## A. Anhang

## a. Eigene Publikationen im Zusammenhang der Dissertation

- [1] Arnold M, Stapf D, Henne M, Bender K, Frei S, Drechsler K. Improvement of the Toughness of Epoxy Resin Systems Using Thermoplastic Binders. In Proc. 33<sup>rd</sup> International SAMPE EUROPE International Technical Conference and Forum, SAMPE EUROPE, 26-27 March 2012, Paris, France, pp. 395-400.
- [2] Arnold M, Stapf D, Henne M, Bender K, Frei S, Drechsler K. Interlayer Toughening: Influence on the Impact Strength when using various Thermoplastic Semi-finished Products. In Proc. 7th SETEC International Technical Conference, SAMPE EUROPE, 19-20 September 2012, Lucerne, Switzerland, pp. 135–140.
- [3] Arnold M, Henne M, Bender K, Drechsler K. The Influence of Various Kinds of PA12 Interlayer on the Interlaminar Toughness of Carbon Fiber-Reinforced Epoxy Composites. Polymer Composites, 2015;36:1249-1257.
- [4] Arnold M, Stapf D, Henne M, Bender K, Drechsler K. Interlayer Toughening: Improvement of the Impact Strength by Integrating a Thermoplastic Laid Scrim into the Carbon Textile. In Proc. 34<sup>rd</sup> International SAMPE EUROPE International Technical Conference and Forum, SAMPE EUROPE, 10-11 March 2013, Paris, France, pp. 133-138.
- [5] Henne M, Arnold M, Bender K. Thermoplastische Gitter, Neue Ansätze zur Schlagzähigkeitsmodifizierung von RTM Bauteilen. Lightweight-design 2014;4:18-22.
- [6] Henne M, Arnold M, Bender K. New approaches to modifying the impact toughness of RTM components, JEC Composites Magazine 2014;90:45-47.
- [7] Arnold M, Henne M, Bender K, Drechsler K. PA12 modified with nanoparticles: effect on impact behaviour and on the electrical conductivity of

carbon fibre reinforced epoxy composites. Journal of Composite Materials 2016;50:159-171.

Arbeit	Jahr	Name	Titel der Arbeit
MA	2011	Markus Geser	Entwicklung eines Faserverbundteiles mit verbes- sertem Schlagzähigkeitsverhalten für die Luftfahrt
DA	2011	Dominik Stapf	Vergleich des Versagensverhaltens von schlagzä- higkeitsmodifizierten Faserverbundbauteilen aus Geweben und Gelegen
SA	2011	Mark Oberholzer	Einfluss von Thermoplasten in den interlaminaren Schichten von Faserverbundbauteilen auf das Bin- dern im Preformingprozess, sowie auf die interla- minare Scherfestigkeit.
BA	2012	Sritharan Gopikanth	FEA-Simulation von Druckversuchen an einem mittels Thermoplasten modifizierten CFK-Paneel
BA	2012	Yves Müller	Konstruktion und mechanische Auslegung einer Kunststofffelge
SA	2012	Stephan Grendelmeier	FEA-Simulation der Druckversuche an unbeschä- digten und geschädigten Faserverbundpaneelen
SA	2012	Lukas Pauli	Einfluss von Thermoplasten in den interlaminaren Schichten von Faserverbundwerkstoffen der auf die Restdruckfestigkeit und interlaminare Scher- festigkeit
BA	2013	Jonas Dürst	Schlagzähigkeitsmodifizierung von RTM Bautei- len - Anwendung an Automobilharzen
SA	2013	Danick Brühlmann	Untersuchung der elektrischen Leitfähigkeit von Composites bei verschiedenen Additiven
BA	2013	Cinzia Durrer	Einfluss von thermoplastischen Additiven auf die Schlagzähigkeit von duroplastischen Faserver- bundwerkstoffen
SA	2014	Elias Brunt	Schlagzähigkeitsmodifizierung von RTM Bautei- len – Auswirkung von Tempern auf die mechani- schen Eigenschaften

## b. Betreute Studienarbeiten

#### c. Experimentelle Bestimmung der Permeabilität

Chan et al. [127] leiten in ihren Versuchen eine Möglichkeit her, die Permeabilität eines trockenen Faserpreform anhand einer zentralen Injektion zu berechnen. Diese Berechnungen basieren dabei auf der Ausbreitung der Fließfront sowie des Injektionsdruckes. Die Grundlage dieser Herleitung bildet dabei das Permeabilitäts-Gesetz von Darcy [115]:

$$\nu = \frac{-k}{\eta} \cdot \nabla p \tag{A-1}$$

wobei v die Oberflächengeschwindigkeit, k die Permeabilität,  $\mu$  die Viskosität der Flüssigkeit und  $\nabla p$  den Druckunterschied darstellen. Gemäß Chan et al. lässt sich für ein orthotropes textiles Halbzeug die folgende Gleichung aufstellen:

$$K_x \frac{\partial^2 P}{\partial x^2} + K_y \frac{\partial^2 P}{\partial y^2} = 0$$
 (A-2)

Die Transformation von Gleichung (A-2) in ein äquivalentes isotropisches System (EIS) überführt diese in eine Laplace-Gleichung. Für einen Punkt (x, y) und dessen äquivalent  $(x_e, y_e)$  gelten im EIS nach Auflösung von Gleichung (A-2) die folgenden Bedingungen:

$$y = \left(\frac{K_y}{K_x}\right)^{1/2} \cdot x \tag{A-3}$$

$$K_e = \left(K_x \cdot K_y\right)^{1/2} \tag{A-4}$$

$$x_e = \left(\frac{K_y}{K_x}\right)^{1/4} \cdot x \tag{A-5}$$

Durch Einsetzen von (A-3) in (A-4) ergeben sich für die Permeabilität entsprechend der Hauptrichtungen die folgenden Abhängigkeiten:

$$K_x = \frac{K_e}{m_1} \tag{A-6}$$

$$K_{\gamma} = K_e \cdot m_1 \tag{A-7}$$

Abbildung A-1 zeigt die mittels Experimenten ermittelten Radien der Fließfront.



Abbildung A-1: Ebener Fluss einer Flüssigkeit durch ein anisotropes textiles Halbzeug

Diese werden in einer Grafik aufgetragen, wobei die entsprechenden Punkte gemäß den übereinstimmenden Zeiten zu berücksichtigen sind (siehe Abbildung A-2).



Abbildung A-2: Verhältnis der Fließradien während der Permeabilitätsmessung

Durch die Kurve wird eine Trendlinie gezeichnet, wobei diese durch folgende Gleichung definiert wird:

$$y = m_1 \cdot x + b_1 \tag{A-8}$$

Der Vergleich der Gleichungen (A-3) und (A-8) zeigt dabei die folgende Abhängigkeit:

$$m_1 = \left(\frac{K_y}{K_x}\right)^{1/2} \tag{A-9}$$

Die Steigung  $m_1$  und die Konstante  $b_1$  lassen sich mittels numerischer Methoden einfach berechnen. Zusätzlich lässt sich aus Gleichung (A-5) die folgende Beziehung herleiten:
$$R_{xe} = \left(\frac{K_y}{K_x}\right)^{1/4} \cdot R_x \tag{A-10}$$

Durch Einsetzen von (A-9) in (A-10) folgt:

$$R_{xe} = (m_1)^{1/2} \cdot R_x \tag{A-11}$$

Adams et al. [128] konnten in ihren Untersuchungen für ein isotropes textiles Halbzeug die folgende Beziehung herleiten:

$$F = \rho_f^2 \left( 2 \cdot ln\rho_f - 1 \right) = 4 \cdot \Phi \tag{A-12}$$

dabei definiert  $\rho_f$  den dimensionslosen Radius und  $R_{x0,e}$  den äquivalenten Angussradius definiert

$$\rho_f = \frac{R_{xe}}{R_{x0,e}} \tag{A-13}$$

$$R_{xe,0} = m_1 \cdot R_0 \tag{A-14}$$

Dabei ist  $\Phi$  die dimensionslose Zeit, die durch die folgende Gleichung berechnet wird:

$$\phi = \frac{K_e \cdot \Delta p \cdot t}{\varepsilon \cdot \mu \cdot R_0^2} \tag{A-15}$$

Nun wird F für jeden möglichen dimensionslosen Radius  $\rho_f$  berechnet und im Verhältnis zu der Zeit t in einer Grafik dargestellt (siehe Abbildung A-3).



Abbildung A-3: Verhältnis der Funktion F und der Zeit

Durch die Kurve wird wiederum eine Trendlinie gezeichnet, wobei diese durch folgende Gleichung definiert wird:

$$y = m_2 \cdot x + b_2 \tag{A-16}$$

Diese Gleichung lässt sich ebenfalls unter Zuhilfenahme numerischer Methoden und den bisherigen Resultaten auflösen und die Steigung  $m_2$  sowie die Konstante  $b_2$  bestimmen. Damit lässt sich nun aus Gleichung (A-15) die äquivalente Permeabilität berechnen:

$$K_e = \frac{m_2 \cdot \varepsilon \cdot \mu \cdot R_{x0,e}^2}{4 \cdot \Delta p} \tag{A-17}$$

Das Einsetzten der Resultate aus (A-17) in (A-3) und (A-4) liefert im Anschluss die Ergebnisse für die Permeabilität in Abhängigkeit der beiden Hauptrichtungen. Für die Berechnung der Permeabilitäten K<sub>x</sub> und K<sub>y</sub> werden schlussendlich aus den Versuchen die folgenden Daten benötigt:

R<sub>x</sub>: Ausbreitung der Fließfront in x-Richtung

Ry: Ausbreitung der Fließfront in y-Richtung

R<sub>0</sub>: Angussradius

 $\Delta p$ : Druckunterschied zwischen Einspritzdruck und Umgebungsdruck bei den entsprechenden Positionen der Fließfront

- T: Zeit seit Einspritzbeginn
- ε: Porosität des trockenen Faserpreforms
- µ: Viskosität des Testfluids

Die für die Berechnung der Permeabilität notwendige Viskosität ist temperaturabhängig und wird somit von den Bedingungen während der Messung beeinflusst. Tabelle A-1 zeigt den Einfluss der Temperatur auf das zum Einsatz kommende Wasser-Glycerin Gemisch (Glycerinanteil: 86.5%).

Tabelle A-1: Einfluss der Temperatur auf die Viskosität des Wasser-Glycerin Gemisches

Temperatur [°C]	20	25	30	40	60
Viskosität [mPa·s]	122.48	91.95	69.67	40.84	19.48

Die Zahlenwerte dieser Herleitung basieren auf den Messresultaten der Referenzprobe.

## B. Literaturverzeichnis

- [1] Mensen H. Handbuch der Luftfahrt. Springer-Verlag: Berlin Heidelberg; 2013.
- [2] Busse G, Middendorf P., FASERVERBUNDLEICHTBAU FÜR FLUG-ZEUGSTRUKTUREN. In Proc. of 2. Bodensee Aerospace Meeting, BodenseeAIRea, 13 March 2013, Friedrichshafen, Germany.
- [3] Klußmann N, Malik A. Lexikon der Luftfahrt. Springer-Verlag; Berlin Heidelberg; 2007.
- [4] Anon. Polymer matrix composites Vol. I: Guidelines for characterization of structural materials. MIL-HDBK-17-1D U.S.: Department of Defense; 1994.
- [5] Hachenberg D. The Role of Advanced Numerical Methods in the Design and Certification of Future Composite Aircraft Structures. In Proc. of 5th, World congress on computational mechanics, WCCM V, 7-12 July 2002, Vienna. Austria.
- [6] Cantwell WJ, Curtis P, Morton J. An assessment of the impact performance of CFRP reinforced with high-strain carbon fibers. Composites Science and Technology 1986;25:133–148.
- [7] Brauner C. Analysis of process-induced distortions and residual stresses of composite structures. Dissertation. Universität Bremen; 2013.
- [8] Beier U. High-performance fibre-reinforced composites prepared by a novel preform manufacturing routine. Dissertation. Universität Bayreuth; 2010.
- [9] Ermanni P. Composites Technologien: Verlesungsskript ETH Zürich; 2007.
- [10] Henne M. Modelling of Thermal Aspects in Liquid Composite Moudling for Industrial Applications. Dissertation. ETH Zürich; 2003.
- [11] Schubert M. Vergleich eines Resin Transfer Moulding Expoxidharzsystems mit einem Prepregharzsystem. In Proc. of 17. Symposium Verbundwerkstoffe und Werkstoffverbunde. DGM – Deutsche Gesellschaft für Materialkunde e.V., 1 April 2009, Bayreuth. Germany.
- [12] Prichard J, Hogg PJ. The role of impact damage in post-impact compression testing. Composites 1990;26(6):503–511.
- [13] Richardson MOW, Wisheart MJ. Review of low-velocity impact properties of composite materials. Composites: Part A 1996;27(12):1123–1131.

- [14] Abrate S. Impact on composite structures. Cambridge Univ Pr; 1998.
- [15] Cantwell WJ, Morton J. Comparison of the low and high velocity impact response of cfrp. Composites 1989;20(6):545–551.
- [16] Hull D, Clyne TW. An Introduction To Composite Materials. Cambridge: Cambridge University Press; 1996.
- [17] Gerard G, Becker H. Handbook of Structural Stability. New York: New York University; 1954.
- [18] Utracki LA. Polymer Alloys and Bends: Thermodynamics and Rheology. New York: Hanser Publishers; 1989.
- [19] Pearson RA, Sue HJ, Yee AF. Toughening of plastics. Oxford: Oxford University Press; 2000.
- [20] Hodgkin JH, Simon GP, Varley RJ. Thermoplastic toughening of epoxy resins: a critical review. Polymers for Advanced Technologies 1998;9:3– 10.
- Bucknall CB, Partridge IK. Effects of morphology in the epoxy/PES matrix on the fatigue behaviour of uniaxial CFRP. Composites 1984;15:129–133.
- [22] Inoue T. Reaction-induced phase decomposition in polymer blends. Progress in Polymer Science 1995;20:119–153.
- [23] Di Pasquale G, Motto O, Rocca A, Carter JT, McGrail PT, Acierno D. New high-performance thermoplastic toughened epoxy thermo-sets. Polymer 1997;38(17):4345–4353.
- [24] Turmel DJP, Partridge IK. Heterogeneous phase separation around fibres in epoxy/PEI blends and its effect on composite delamination resistance. Composites Science and Technology 1997;57(8):1001–1007.
- [25] Venderbosch RW, Peijs T, Meijer HEH, Lemstra PL. Fibre-reinforced composites with tailored interphases using PPE/epoxy blends as a matrix system. Composites: Part A 1996;27:895–905.
- [26] Saalbrink A, Mureau M, Peijs T. Blends of poly(ethylene terephthalate) and epoxy as matrix material for continuous fibre reinforced composites. Plastics, Rubber and Composites 2001;30(5):213–221.
- [27] Teng KC, Chang FC. Single-phase and multiple-phase thermoplastic/thermoset polyblends: 2. Morphologies and mechanical properties of phenoxy/epoxy blends. Polymer 1996;37(12):2385–2394.
- [28] Henne M, Sutter S, Weimer C. Reduction of process cycle time and improvement of mechanical properties of composite part manufactured in

resin transfer molding by application of Grilon MS binder yarn. In Proc. SEICO: 30<sup>th</sup>. International Jubilee Conference and Forum, SAMPE EU-ROPE, 23-24 March 2009, Paris, France, pp. 93-100.

- [29] Woo EM, MAO KL. Evaluation of interlaminar-toughened poly(etherlmide)-modified epoxy/carbon fiber composites. Polymer Composites 1996;17:799–805.
- [30] Mezzenga R, Boogh L, Manson JAE. A review of dendritic hyperbranched polymer as modifiers in epoxy composites. Composites Science and Technology 2001;61:787–795.
- [31] Zulkifli, R., Fatt, L.K., Azhari, C.H., Sahari, J. Interlaminar fracture properties of fibre reinforced natural rubber/polypropylene composites. Journal of Materials Processing Technology 2002;128:33–40.
- [32] Boogh L, Pettersson B, Manson JAE. Dendritic hyperbranched polymer as tougheners for epoxy resins. Polymer 1999;40:2249–2261.
- [33] Spanoudakis J, Young RJ. Crack propagation in a glass particle-filled epoxy resin. Journal of Materials Science 1984;19(2):473–486.
- [34] Moloney AC, Kausch HH, Kaiser T, Beer HR. Parameters determining the strength and toughness of particulate filled epoxide resins. Journal of Materials Science 1987;22(2):381–393.
- [35] Sohn MS, Hu XZ, Kim JK, Walker L. Impact damage characterisation of carbon fibre/epoxy composites with multi-layer reinforcement. Composites: Part B 2000;31:681–691.
- [36] Low IM, May YW, Bandyopadhayay S. Effects of temperature and rate on fracture toughness of hort-alumina-fibre-reinforced epoxies. Composites Science and Technology 1992;43:237-244.
- [37] Choi NS, Takahashi K. Stress fields on and beneath the surface of shortfiber-reinforced composites and their failure mechanisms. Composites Science and Technology 1992;43:237–244.
- [38] Kim BC, Park SW, Lee DG. Fracture toughness of the nano-particle reinforced epoxy composite. Composite Structures 2008;86:69–77.
- [39] Gojny FH, Wichmann MHG, Köpke U, Fiedler B, Schulte K. Carbon nanotube-reinforced epoxy-composites: enhanced stiffness and fracture toughness at low nanotube content. Composites Science and Technology 2004;64:2363–2371.

- [40] Siddiqui NA, Woo RSC, Kim JK, Leung CCK, Munir A. Mode I interlaminar fracture behavior and mechanical properties of CFRPs with nanoclay-filled epoxy matrix. Composites: Part A 2007;38(2):449–460.
- [41] Kinloch AJ, Masania K, Taylor AC, Sprenger S, Egan D. The fracture of glass-fibre-reinforced epoxy composites using nanoparticle-modified matrices. Journal of Materials Science 2008;43(3):1151–1156.
- [42] Gojny FH, Wichmann MHG, Fiedler B, Bauhofer W, Schulte K. Influence of nano-modification on the mechanical and electrical properties of conventional fibre-reinforced composites. Composites: Part A 2005;36(11):1525–1535.
- [43] Cytec Industries Inc. Produktbroschüre: PRIFORM. www.cytec.com [Letzter Zugriff: 20.09.2014]
- [44] Albertsen H., Ivens J., Peters P., Wevers M., Verpoest I. Interlaminar racture toughness of CFRP influenced by fibre surface treatment: Part 1. Experimental results. Composites Science and Technology 1995;54:133– 145.
- [45] Hughes JDH. The carbon fibre/epoxy interface--A review. Composites Science and Technology 1991;41(1):13–45.
- [46] Briscoe BJ, Court RS, Williams DR. The effects of fabric weave and surface texture on the interlaminar fracture toughness of aramid/epoxy laminates. Composites Science and Technology 1993;47:261–270.
- [47] Kim JK, Sham ML. Impact and delamination failure of woven-fabric composites. Composites Science and Technology 2000;60:745–761.
- [48] Kim J, Shioya M, Kobayashi H, Kaneko J, Kido M. Mechanical properties of woven laminates and felt composites using carbon fibers. Part 2: interlaminar properties. Composites Science and Technology 2004;64:2231–2238.
- [49] Lee L, Rudov–Clark S, Mouritz AP, Bannister MK, Herszberg I. Effect of weaving damage on the tensile properties of three-dimensional woven composites. Composite Structures 2002;57:405–413.
- [50] Bannister M, Herszberg I, Nicolaidis A, Coman F, Leong KH. The manufacture of glass/epoxy composites with multilayer woven architectures. Composites: Part A 1998;29:293–300.
- [51] Khondker OA, Herszberg I, Hamada H. Measurements and prediction of the compression-after-impcat strength of glass knitted textile composites. Composites: Part A 2004;35:145–157.

- [52] Callus PJ, Mouritz AP, Bannister MK, Leong KH. Tensile properties and failure mechanisms of 3D woven GRP composites. Composites: Part A 1999;30:1277–1287.
- [53] Brandt J, Drechsler K, Arendts FJ. Mechanical performance of composites based on various three-dimensional woven-fibre performs. Composites Science and Technology 1996;56:381–386.
- [54] Kim KY, Curiskis JI, Ye L, Fu SY. Mode-I interlaminar fracture behaviour of weft-knitted fabric reinforced composites. Composites: Part A 2005;36:954–964.
- [55] Machunze W, Bautz B, Grimm F, Steinhilber M, Breu C., OPTIMIZA-TION ASSISTED DESIGN OF BRAIDED AIRCRAFT FLOOR STRUCTURES. In Proc. 7th SETEC International Technical Conference, SAMPE EUROPE, 19-20 September 2012, Lucerne, Switzerland, pp. 135–140.
- [56] Mouritz AP, Cox BN. A mechanistic approach to the properties of stitched laminates. Composites: Part A 2000;31(1):1–27.
- [57] Weimer C, Preller T, Mitschang P, Drechsler K. Approach to net-shape preforming using textile technologies. Part II: holes. Composites: Part A 2000;31(11):1269–1277.
- [58] Beier U, Sandler JKW, Altstädt V, Weimer C, Spanner H. Mechanical performance of carbon fibre-reinforced composites based on stitched and bindered preforms. Composites: Part A 2009;40(11):1756–1763.
- [59] Drechsler K., "Wechselwirkungen": Textiltechnik und Flugzeugbau. Pressestelle der Universität Stuttgart: Stuttgart; 2004.
- [60] Larsson F. Damage tolerance of a stitched carbon/epoxy laminate. Composites: Part A 1997;28(11):923–934.
- [61] Tsotsis TK. Interlayer Toughening of Composite Materials. Polymer Composites 2009;30(1):70–86.
- [62] Carlsson LA, Aksoy A. Analysis of interleaved end-notched flexure specimen for measuring mode II fracture toughness. International Journal of Fracture 1991;52:67–77.
- [63] Masters JE. Improved impact and delamination resistance through interleafing. Key Engineering Materials 1989;37:317–348.
- [64] Hojo M, Ando T, Tanaka M, Adachi T, Ochiai S, Endo Y. Modes I and II interlaminar fracture toughness and fatigue delamination of CF/epoxy

laminates with self-same epoxy interleaf. International Journal of Fracture 2006;38:1154–1165.

- [65] Yasaee M, Bond IP, Trask RS, Greenhalgh ES. Mode I interfacial toughening through discontinuous interleaves for damage suppression and control. Composites: Part A 2011;43:198–207.
- [66] Matsuda S, Hojo M, Ochiai S, Murakami A, Akimono H Ando, M. Effect of ionomer thickness on mode I interlaminar fracture toughness for ionomer toughened CFRP. Composites: Part A 1999;30:1311–1319.
- [67] Chen S, Jang B. Fracture behaviour of interleaved fiber-resin composites. Composites Science and Technology 1991;41:77–97.
- [68] Pegoretti A, Cristelli I, Migliaresi C. Experimental optimization of the impact energy absorption of epoxy–carbon laminates through controlled delamination. Composites Science and Technology 2008;68(10):2653–2662.
- [69] Fracasso R, Rink M, Pavan A, Frassine R. The effects of strain-rate and temperature on the interlaminar fracture toughness of interleaved PEEK/CF composites. Composites Science and Technology 2001;61(1):57–63.
- [70] Kuwata M. Mechanisms of Interlaminar Fracture Toughness Using Non-Woven Veils as Interleaf Materials. Dissertation. Queen Mary, University of London; 2010.
- [71] Sela N., Ishai O. Interlaminar fracture toughness and toughening of laminated composite materials: a review. Composites 1989;20:423–435.
- [72] Ozdil F, Carlsson LA. Mode I interlaminar fracture of interleaved graphite/epoxy. Journal of Composite Materials 1992;26(3):433–459.
- [73] Hirano Y, Katsumata S, Iwahori Y, Todoroki A. Artificial lightning testing on graphite/epoxy composite laminate. Composites: Part A 2010;41:1461– 1470.
- [74] Ballocchi P, Fogel M, Parlevliet P, Walsh R. Enhancement of electrical conductivity of aerospace structures by incorporation of CNT doped carrier materials into dry preforms. In Proc. SETEC 8th International Technical Conference & Forum, SAMPE EUROPE, 11–12 September 2013, Wuppertal, Germany pp. 184–191.
- [75] Wilson CTR. Some Thundercloud Problems. Journal of The Franklin Institute 1929;208:1–12.
- [76] Uman MA. The Art and Science of Lightning Protection. Cambridge: Cambridge University Press; 2010.

- [77] Parker LW, Kaesmir HW (ed.). Predicted Aircraft Field Concentration Factors and their Relation to Triggered Lightning. Paper 4A.9; 1984.
- [78] Lalande P, Bondiou-Clergerie A, Laroche P., Analysis of Available In-Flight Measurements of Lightning Strikes to Aircraft. In Proc. International Conference on Lightning and Static Electricity, Society of Automotive Engineers, 22–24 June 1999, Toulouse, France, Paper 1999-01-2397.
- [79] Morgan D, Hardwick CJ, Haigh SJ, Meakins AJ. The Interaction of Lightning with Aircraft and the Challenges of Lightning Testing. Aerospace Lab Journal, Issue 5, December 2012.
- [80] Suzuki B, Koyama K, Hayami T, Murooka Y, Res., On the lightning protection of ground crews. Research Letters on Atmospheric Electricity 1992;12:123–129.
- [81] Uman MA, Rakov, VA. The interaction of lightning with airborne vehicles. Progress in Aerospace Sciences 2003;39(1):61–81.
- [82] Gou J, Tang Y, Liang F, Zhao Z, Firsich D, Fielding J. Carbon nano fiber paper for lightning strike protection of composite materials. Composites: Part B 2009;41:192–200.
- [83] Feraboli P, Miller M. Damage resistance and tolerance of carbon/epoxy composite coupons subjected to simulated lightning strike. Composites: Part A 2009;40:954–967.
- [84] Niu MCY. Composite airframe structures. Hong Kong: Conmilit Press Ltd; 1993.
- [85] Stephens CO. Advanced composite vertical stabilizer for DC-10 transport Aircraft: NASA-CR-172780; 1979.
- [86] Sandifer JP, Denny A, Wood MA. "Fuel containment and damage tolerance in large composite primary aircraft structures. Phase 2: testing: NASA-CR-172519; 1985.
- [87] Dexmet Corporation. Produktbroschüre: Lightning strike protection for carbon fiber aircraft. www.dexmet.com [Letzter Zugriff: 20.09.2014].
- [88] Guo M, Yi X. The production of tough, electrically conductive carbon fiber composite laminates for use in airframes. Carbon 2013;58:241–4.
- [89] Valera MTB, Pons F, Woelcken PC., NANOTECHNOLOGY FOR AD-VANCED COMPOSITE AIRFRAMES. In Proc. SETEC 8th International Technical Conference & Forum, SAMPE EUROPE, 11–12 September 2013, Wuppertal, Germany pp. 176–183

- [90] Mulazimoglu H, Haylock L. The Effect of Machining–Induced Micro Texture on Lightning Current Arcing between Fasteners and Composite Structure. SAE International Journal of Aerospace 2010;2(1):232–240.
- [91] Green KJ, Dean, DR, Vaidya UK, Nyairo E. Multiscale fiber reinforced composites based on a carbon nanofiber/epoxy nanophased polymer matrix: Synthesis, mechanical, and thermomechanical behavior. Composites: Part A 2009;40:1470-1475.
- [92] Zhang D, Ye L, Deng S, Zhang J, Tang Y, Chen Y. CF/EP composite laminates with carbon black and copper chloride for improved electrical conductivity and interlaminar fracture toughness. Composites Science and Technology 2012;72:412-420.
- [93] White KL, Sue HJ. Electrical conductivity and fracture behavior of epoxy/polyamide-12/multiwalled carbon nanotube composites. Polymer Engineering & Science 2011;51:2245–2253.
- [94] Ha MS, Kwon OY, Choi HS. Improved Electrical Conductivity of CFRP by Conductive Silver Nano-particles Coating for Lightning Strike Protection. Journal of the Korea Society for Composite Materials 2010;11:23-32.
- [95] Kim HS, Hahn HT. Graphite fiber composites interlayered with singlewalled carbon nanotubes. Journal of Composite Materials 2011;45:1109– 1120.
- [96] Jörn A. Flugzeugentwicklung am Beispiel des Airbus A380: Von der Idee zur Zulassung. Bachelor + Master Publishing: Hamburg; 2015.
- [97] Wagner M, Norris G. Boeing 787 Dreamliner. MBI Publishing Companny: Minneapolis; 2009.
- [98] Seidel C, Hebestreit A, Wulrand W, Suppa M, Oehler H. Ein Schild gegen Blitze. Farbe und Lack 2012;7:30-34.
- [99] Affi J, Okazaki H, Yamada M, Fukomoto M. Fabrication of Aluminum Coating onto CFRP Substrate by Cold Spray. Materials Transactions 2011;52:1759-1763.
- [100] Lupoi R, O'Neill W. Deposition of metallic coatings on polymer surfaces using cold spray. Surface and Coating Technology 2010;205:2167-2173.
- [101] INCHEM Coropration. Produktbroschüre: Phenoxy Resins. www.phenoxy.com [Letzter Zugriff: 23.06.2017].

- [102] Wong DWY, Lin L, McGrail PT, Peijs T. Improved fracture toughness of carbon fibre/epoxy composite laminates using dissolvable thermoplastic fibres. Composites: Part A 2010;41:759–767.
- [103] EMS-CHEMIE HOLDING AG. Produktbroschüre: GRILTEX Thermoplastische Schmelzklebstoffe. www.emsgriltech.com [Letzter Zugriff: 20.09.2014].
- [104] Fuchs H, Albrecht W. Vliesstoffe Rohstoffe, Herstellung, Anwendung, Eigenschaften, Prüfung. 2. Weinheim: Wiley-VCH; 2012.
- [105] BAFATEX Bellingroth GmbH & Co. KG. Produktbroschüre BAFATEX-Fadengelege. www.bafatex.com [Letzter Zugriff: 23.06.2017].
- [106] Wang HB, Siow KS. Measurement of T<sub>g</sub> in Epoxy Resins by DSC-Effects of Residual Stress. Polymer Engineering & Science 1999;39:422–429.
- [107] Deporter J, Baird DG. The effects of thermal history on the structure-property relationship in polyphenylenesulfide carbon-fiber composites. Polymer Composites 1993;14:201–213.
- [108] Celzard A, Marêche JF, Payot F, Furdin G. E lectrical conductivity of carbonaceous powders. Carbon 2002;40:2801–2815.
- [109] Marinho B, Ghislandi M, Tkalya E, Koning CE, de With G. Electrical conductivity of compacts of graphene, multi-wall carbon nanotubes, carbon black, and graphite powder. Powder Technology 2012;221:351–358.
- [110] Cinquin J, Heinrich C, Balland E., Volume Electrical Conductivity Measurement on Organic Composite Materials. In Proc. SETEC 8th International Technical Conference & Forum, SAMPE EUROPE, 11–12 September 2013, Wuppertal, Germany pp. 176–183.
- [111] Todoroki A, Yoshida J. Electrical Resitance Change of Unidirectional CFRP Due to Applied Load. JSME INTERNATIONAL JOURNAL SE-RIES A-SOLID MECHANICS AND MATERIAL ENGINEERING 2004;47:357–364.
- [112] Reia da Costa EF, Skordos AA, Partridge IK, Rezai A. RTM processing and electrical performance of carbon nanotube modified epoxy/fibre composites. Composites: Part A 2012;43:593–602.
- [113] Bürzle W, Henne M. Massnahmen zur Reduktion der Formfüllzeit. Kunststoffe-Synthetics 2006;9:12–16.
- [114] EMS-CHEMIE HOLDING AG. Materialdatenblatt: Grilamid Polyamide 12. www.emsgrivory.com [Letzter Zugriff: 23.06.2017]
- [115] Darcy H. Les fontaines publiques de la ville de Dijon 1856; Dalmont, Paris.

- [116] Carman PC., Fluid flow through granular beds. Transaction of the Institution of chemical Engineers 1937;15:439–458.
- [117] Walter H. Morphogie-Zähigkeits-Korrelationen von modifizierten Epoxidharzsystemen mittels bruchmechanischer Prüfmethoden an Miniaturprüfkörpern. Dissertation. Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg; 2003.
- [118] Höfflin F. Bruchmechanische Untersuchungen zur Wirkungsweise von Oligo- und Polyethe-restern mit Poly(oxytetramethylen)-Segmenten als Zähmodifikatoren von anhyd-ridgehärteten Epoxidharzen. Dissertation. Universität Freibrung (Br); 1995.
- [119] Hamer S, Leibovich H, Green A, Intrater R, Avrahami R, Zussman E, Siegmann A, Sherman D. Mode I Interlaminar Fracture Toughness of Nylon 66 Nanofibrilmat Interleaved Carbon/Epoxy Laminates. Polymer Composites 2011;32:1781-1789.
- [120] Aksoy A, Carlsson LA. Interlaminar shear fracture of interleaved graphite/epoxy composites. Composites Science and Technology 1992;42:55-69.
- [121] Groleau MR, Shi YB, Yee AF, Bertram JL, Sue HJ, Yang PC. Mode II fracture of composites interlayered with nylon particles. Composites science and technology 1996;56:1223-1240.
- [122] Engel LH, Kingele GW, Ehrenstein HS. An Atlas of Polymer Damage. München: Carl Hanser Verlag; 1981.
- [123] Liu D. Impact-Induced Delamination—A View of Bending Stiffness Mismatching. Journal of Composite Materials 1988;22:674-692.
- [124] Riegert G, Keilig T, Aoki R, Drechsler K, Busse G., Schädigungscharakterisierung an NCF-Laminaten mittels Lockin-Thermographie und Bestimmung der CAI-Restfestigkeiten. In Proc. 19. Stuttgarter Kunststoff-Kolloquium, Stuttgart University, 9–10 March 2005, Stuttgart, Germany, Paper 5/V2.
- [125] Kempf M, Schwägele S, Ferencz A, Altstädt V., Effect of impact damage on the compression fatigue performance of glass and carbon fibre reinforced composites. In Proc. 18th International Conference on Composite Materials, ICCM 18, 21-26 August 2011, Jeju, Korea.
- [126] Henkel AG. Forschungsbericht: Zusammenarbeit revolutioniert den Fahrzeugbau. www.henkel.de [Letzter Zugriff: 23.06.2017]

- [127] Chan AW, Hwang ST. Anisotropic In-Plane Permeability of fabric Media. Polymer Engineering and Science 1991;31:1233-1239.
- [128] Adams KL, Miller B, und Rebenfled L. FORCED INPLANE FLOW OF AN EPOXY-RESIN IN FIBROUS NETWORKS. Polymer Engineering and Science 1986;26:1434–1441.