

Fakultät für Luftfahrt, Raumfahrt und Geodäsie

Einsatz von Leistungsschall in der geschlossenen Injektions-Pultrusion

Frederik Thomas Wilhelm

Vollständiger Abdruck der von der Fakultät für Luftfahrt, Raumfahrt und Geodäsie der Technischen Universität München zur Erlangung des akademischen Grades eines

Doktor-Ingenieurs

genehmigten Dissertation.

Vorsitzender:

Prof. Dr.-Ing. Volker Gümmer

Prüfer der Dissertation:

1. Prof. Dr.-Ing. Klaus Drechsler
2. Prof. Dr.-Ing. Frank Henning

Die Dissertation wurde am 10.11.2020 bei der Technischen Universität München eingereicht und durch die Fakultät für Luftfahrt, Raumfahrt und Geodäsie am 24.05.2021 angenommen.

Technische Universität München
Fakultät für Luftfahrt, Raumfahrt und Geodäsie
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.lrg.tum.de

Web: www.lrg.tum.de

VORWORT

Die Dissertation entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter der Abteilung «Fertigungsprozesse» in der Gruppe «Pultrusion» an der Fraunhofer-Einrichtung für Gießerei-, Composite- und Verarbeitungstechnik IGCV in Augsburg.

Mein besonderer Dank gilt meinem Doktorvater Prof. Dr.-Ing. Klaus Drechsler, der mir diese Dissertation ermöglicht hat. Ich danke ihm für den fachlichen Austausch und die damit einhergehenden wertvollen Diskussionen und Anregungen. Außerdem möchte ich Prof. Dr.-Ing. Frank Henning, Leiter des Lehrstuhls für Leichtbautechnologie am Institut für Fahrzeugsystemtechnik am Karlsruher Institut für Technologie, für die Übernahme des Koreferats sowie seine Unterstützung und Hilfestellung im Vorfeld der Einreichung danken. Prof. Dr.-Ing. Volker Gümmer möchte ich für die Übernahme des Prüfungsvorsitzes danken.

Ein weiterer Dank gilt der Gruppe «Pultrusion», deren Teamzusammenhalt und offene Diskussionskultur einen wichtigen Baustein der Arbeit bildeten. Durch die Unterstützung des Teams konnten neue Themenfelder entdeckt und weiterentwickelt werden. Namentlich möchte ich mich bei Lazarula Chatzigeorgiou für die flexible Arbeitsumgebung und die freie Teamkultur am Fraunhofer IGCV bedanken.

Während meiner Dissertation hatte ich die Möglichkeit, einige studentische Abschlussarbeiten zu betreuen, die einen wichtigen Beitrag für meine Arbeit lieferten. Ich möchte mich für den Einsatz und das Engagement bei Benedikt Goth, Robert Karl, Maximilian Kronseider, Soyeon Lee, Christian Reiner, Raffael Weigant und Johanna Wiethaler bedanken.

Meinem Mentor Renato Bezerra danke ich für die vielen Stunden, die er für das Thema aufgebracht hat und mir dabei entscheidende Impulse weitergeben konnte. Für die Überarbeitung der Arbeit danke ich Renato Bezerra, Iman Taha, Lisa und Hermann Wilhelm. Mein Dank gilt ebenso der DB für die ruhigen Minuten bei Gleisarbeiten, Streiks und technischen Störungen.

Abschließend möchte ich mich herzlich bei meinen Eltern und meinem Bruder für ihre immerwährende Unterstützung und Förderung auf meinem Lebensweg bedanken. Ebenso danke ich Lisa für ihren positiven Zuspruch und ihre Geduld.

Ulm, im November 2020

Frederik Wilhelm

KURZFASSUNG

Die Pultrusion ist ein hoch automatisierbarer Prozess und weist, innerhalb der Technologien zur Herstellung von Faserverbundbauteilen, eine ausgezeichnete Material- und Ressourceneffizienz auf. Im industriellen Umfeld werden die trockenen Faserhalbzeuge überwiegend durch ein offenes Tränkbad imprägniert. Aufgrund sich verschärfender Arbeitsschutzrichtlinien und dem zunehmenden Einsatz von hochreaktiven Matrix-Systemen wird die Entwicklung zur geschlossenen Injektions-Pultrusion vorangetrieben. Eine Hürde für den verbreiteten Einsatz dieser Imprägnierungsart ist außerdem die große Herausforderung, trockene Faserhalbzeuge im kompaktierten Zustand vollständig und gleichmäßig zu imprägnieren. Als Resultat weisen die gefertigten Bauteile stark gestreute und reduzierte mechanische Eigenschaften auf. In der Arbeit soll geklärt werden, wie durch akustische Kavitation, erzeugt durch Leistungsultraschall (LUS), die Imprägnierungsproblematik reduziert oder im besten Fall beseitigt werden kann.

Hierfür werden die Effekte des LUS auf die Verstärkungsfaser (Glas- und Kohlenstofffaser), die Matrix (Epoxidharzsystem) und das Faser-Matrix-System charakterisiert. Daraus werden die Belastungsgrenzen ermittelt, bei denen das Faser-Matrix-System durch LUS keine Beschädigungen erfährt. Die Belastungsgrenzen definieren den Untersuchungsraum der anschließenden Analysen. Durch die Verknüpfung des LUS mit der Pultrusion wird der Effekt des LUS auf die Prozess- und Bauteilgrößen im Prozess herausgearbeitet. Anschließend wird ermittelt, inwieweit der LUS das Faserpaket aufbauscht beziehungsweise ausweitet, die Viskosität der Matrix beeinflusst und die Faser-Matrix-Haftung ändert.

Die direkte Energieeinkopplung des LUS in den Pultrusionsprozess ermöglicht es, das Faser-Matrix-System bei Heizraten von bis zu 90 K/s mit einer Leistungsdichte von 75 W/cm² auf eine Maximaltemperatur von rund 300 °C zu erhitzen. Daraus resultiert ein Viskositätsabfall der Matrix, der die Abzugskraft im Schnitt um 70 % und den Druck in der Injektions- und Imprägnierungskammer (II-Kammer) um 50 % reduziert. Eine höhere Produktionsgeschwindigkeit mittels LUS lässt sich jedoch nicht erzielen. Die Bauteiluntersuchung ergibt für beide Faserarten, dass der LUS einen geringen bis gar keinen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften hat. Hintergrund ist einerseits, dass LUS das Faserpaket um maximal 3 % aufbauscht und dadurch die Permeabilität nur minimal erhöht und andererseits reduziert sich die Viskosität der untersuchten Matrix lediglich aufgrund der kalorimetrischen Energieeinkopplung des LUS. Eine zusätzliche Reduktion der Viskosität aufgrund der Scherkräfte des LUS kann nicht nachgewiesen werden.

Das große Potenzial des LUS besteht darin, dass lokal konzentriert eine sehr hohe Energiemenge – gezielt und in kurzer Zeit – eingekoppelt werden kann. Für die konventionelle Pultrusion ergeben sich hieraus keine Vorteile. Für Abwandlungen mit einem diskontinuierlichen Abzug entstehen jedoch mannigfaltige Möglichkeiten.

ABSTRACT

Pultrusion is a highly automatable process, which shows excellent material and resource efficiency within the technology for the production of fiber composite components. In the industrial environment, dry fiber reinforcement materials are mainly impregnated by an open impregnating bath. Due to stricter occupational safety regulations and the increasing use of highly reactive matrix systems, the development of closed injection pultrusion is being driven forward. Another hurdle for the widespread use of this type of impregnation is the great challenge of completely and uniformly impregnating dry fiber reinforcement materials in a compacted condition. As a result, the finished components exhibit highly scattered and reduced mechanical properties. The thesis will clarify how the impregnation problem can be reduced or in the best case eliminated by acoustic cavitation generated by power ultrasonic.

For this purpose, the effects of power ultrasonic on the reinforcement fiber (glass and carbon fiber), the matrix (epoxy resin system) and the fiber matrix system are characterized. Hence, the maximum loads, at which power ultrasonic will not damage the fiber matrix system, is determined. The maximum loads define the parameters' value ranges of the subsequent analyses. By combining power ultrasonic with pultrusion, the effect of power ultrasonic on the process variable and mechanical properties in the process is worked out. Subsequently, it is determined to what extent power ultrasonic expands the fiber package, influences the viscosity of the matrix and changes the fiber-matrix adhesion.

The direct energy coupling of power ultrasonic into the pultrusion process makes it possible to heat the fiber matrix system to a maximum temperature of approximately 300 °C at heating rates of up to 90 K/s with a power density of 75 W/cm². This results in a decrease of the matrix's viscosity, which reduces the pull-off force by an average of 70 % and the pressure in the injection and impregnation chamber by 50 %. However, a higher production speed cannot be achieved through power ultrasonic. The component investigation shows that power ultrasonic has little to no influence on the mechanical properties of both fiber types, since power ultrasonic increases the fiber package by a maximum of 3 % on the one hand and thus merely minimally increases the permeability. On the other hand, the viscosity of the investigated matrix is only reduced due to the calorimetric energy coupling of power ultrasonic. An additional reduction of viscosity due to shear forces of power ultrasonic cannot be proven.

The great potential of power ultrasonic lies in the fact that a very high amount of energy can be coupled in locally concentrated form - specifically and within a short time. This has no advantages for conventional pultrusion. For variations with a discontinuous pulling unit, however, various possibilities arise.

Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis	ix
Nomenklatur	xiii
Abkürzungsverzeichnis	xvii
Abbildungsverzeichnis	xix
Tabellenverzeichnis	xxv
1 Einleitung.....	1
1.1 Motivation.....	1
1.2 Zielsetzung.....	2
1.3 Vorgehen.....	3
2 Stand der Technik	5
2.1 Pultrusion	5
2.1.1 Verfahren	6
2.1.2 Eingesetzte Faser-Matrix-Systeme	9
2.1.3 Imprägnierungsarten.....	11
2.1.4 Einflussfaktor Permeabilität	13
2.1.5 Einflussfaktor Kompressibilität.....	16
2.1.6 Porengehalt und Faserwelligkeit	18
2.2 Leistungultraschall	20
2.2.1 Verfahren	20
2.2.2 Kavitation	22
2.2.3 Einfluss auf die Faser	25
2.2.4 Einfluss auf die Matrix	26
2.2.5 Einfluss auf das Faser-Matrix-System.....	28
2.2.6 Integration in die Pultrusion	29
2.3 Abgrenzung zum Stand der Technik.....	31
3 Material und Methoden	33
3.1 Materialien und Ausrüstung.....	33
3.1.1 Faser-Matrix-System	33
3.1.2 Pultrusion.....	35

3.1.3	Leistungultraschall	36
3.2	Teststände und Vorgehen	37
3.2.1	Druckkammer	38
3.2.2	II-Kammer.....	44
3.2.3	Aufbauschung	48
3.2.4	Viskosität	51
3.3	Messmethoden.....	55
3.3.1	Faser.....	55
3.3.2	Matrix.....	55
3.3.3	Faser-Matrix-System.....	58
3.3.4	Bauteiluntersuchung	60
4	Prozessuntersuchung.....	63
4.1	Ausarbeitung des Prozessrahmens	63
4.1.1	Prozessrahmen der Faser.....	64
4.1.2	Prozessrahmen der Matrix	65
4.1.3	Definition des Prozessrahmens	73
4.2	Referenzversuche	74
4.2.1	Prozessgrößen	76
4.2.2	Bauteilgrößen.....	77
4.3	Konische II-Kammer.....	79
4.3.1	Inbetriebnahme	79
4.3.2	Prozessgrößen	82
4.3.3	Bauteilgrößen.....	85
4.4	Tropfenförmige II-Kammer	90
4.4.1	Inbetriebnahme	90
4.4.2	Prozessgrößen	91
4.4.3	Bauteilgrößen.....	92
4.5	Diskussion	94
4.5.1	Prozessgrößen	95
4.5.2	Bauteilgrößen.....	97
5	Prozessanalyse	101

5.1 Faseraufbauschung.....	102
5.2 Viskosität Matrix	103
5.3 Faser-Matrix-Haftung	108
5.4 Diskussion.....	110
6 Zusammenfassung.....	113
Literaturverzeichnis	117
A Anhang.....	137
a Sonotrodenvermessung	137
b Stell- und Untersuchungsgrößen der Matrix.....	138
c FTIR-Spektren der Matrix	139
d Teststand Aufbauschung.....	141
e Mikroskopie	143
f Makroskopie	147
B Veröffentlichungen.....	151
C Betreute studentische Arbeiten	153

Nomenklatur

Formelzeichen	Einheit	Beschreibung
A	-	präexponentieller Faktor
Abs	-	Absorption
B	%	Aufbauschung
d_f	μm	Filamentdurchmesser
e	-	Eulersche Zahl
E	kJ	Energie
E_{3PB}	GPa	Biegesteifigkeit
E_a	J/mol	Aktivierungsenergie
f	Hz	Frequenz
F_{pul}	kN	Abzugskraft
F_v	cN/tex	Vorspannung
G'	Pa	Speichermodul
G''	Pa	Verlustmodul
h	mm	Höhe
I_{LUS}	W/cm^2	Intensität
K	m^2	Permeabilität
l	m	Länge
\bar{l}	μm	Durchschnittliche Faserlänge
L	mm	Einspannlänge
l_k	μm	Kritische Faserlänge
l_K	mm	Wirklänge der Kavitation

M	N·m	Drehmoment
m	kg	Masse
n	-	Anzahl
p	Pa	Druck
P_{LUS}	Watt	Leistung des Leistungslaschalls
r	mm	Radius
R	J/(K·mol)	universelle Gaskonstante
R^2	-	Bestimmtheitsgrad
R_{3PB}	MPa	Biegefestigkeit
R_{ILSS}	MPa	Interlaminare Scherfestigkeit
s	mm	Abstand
S	-	Faserschädigung
t	s	Zeit
T	°C	Temperatur
T_g	°C	Glasübergangstemperatur
t_{gel}	min	Gelzeit
$T_{II-Kammer}$	°C	Temperatur der II-Kammer
T_k	-	Temperaturkurve
T_{Peak}	°C	Maximaltemperatur unterhalb der Sonotrode
$Trans$	%	Transmission
T_t	tex	Titer
u	μm	Amplitude
v	m/min	Geschwindigkeit
V_f	%	Faservolumengehalt

v_{pul}	m/min	Abzugsgeschwindigkeit
W	J/g	Reaktionsenthalpie
γ	-	Scherdeformation
δ	rad	Phasenverschiebung
ε	-	Dehnung
η	Pa·s	Dynamische Viskosität
θ	°	Winkel
ρ	kg/m ³	Dichte
ρ_f	g/cm ³	Filamentdichte
σ	Pa	Zugspannung
σ_f	Pa	Faserspannung
τ	Pa	Schubspannung
τ_k	Pa	Grenzflächenschubfestigkeit
ω	rad/s	Kreisfrequenz

Abkürzungsverzeichnis

Abkürzung	Beschreibung
3PB	3-Punkt-Biegung
CF	Kohlenstofffaser
CFK	Kohlenstofffaserverstärkter Kunststoff
CO	Konische Imprägnierung
DSC	Dynamische Differenzkalorimetrie
EP	Epoxidharz
FTIR	Fourier-Transformations-Infrarotspektrometer
FVK	Faserverstärkter Kunststoff
GF	Glasfaser
IFSS	Grenzflächen-Scherfestigkeit
II-Kammer	Injektions- und Imprägnierungskammer
ILSS	Interlaminare Scherfestigkeit
IMR	Internes Trennmittel
LUS	Leistungsschall
OB	Offene Imprägnierung
PU	Polyurethan
RTM	Resin Transfer Molding
TD	Tropfenförmige Imprägnierung
UP	Ungesättigtes Polyesterharz
VE	Vinylesterharz

Abbildungsverzeichnis

Abb. 1-1: Gliederung der Thesis	3
Abb. 2-1: Vergleich unterschiedlicher Fertigungsprozesse zur Herstellung endlosfaserverstärkter Kunststoffe [15]	6
Abb. 2-2: schematische Darstellung der Pultrusion mit offenem Imprägnierungsbad.....	7
Abb. 2-3: die drei Phasen der Polymerisation der Matrix innerhalb des Formgebungswerkzeugs: flüssig (A), gelförmig (B) und fest (C)	7
Abb. 2-4: typischer Lagenaufbau in der Pultrusion, bestehend aus Vlies, Roving und Matte (nach [54]).....	9
Abb. 2-5: offene Imprägnierung: Durchziehbad (links) und Wannverfahren (rechts)	12
Abb. 2-6: geschlossene Imprägnierung: konisch (links), Tropfenform (Mitte), Hochdruck (rechts).....	13
Abb. 2-7: Permeabilität im Vergleich zu den ermittelten Werten von Gebarts Modell (Gleichung (2-2) und (2-3)): GF (links) und CF (rechts) [15]	16
Abb. 2-8: Kompressibilitätskurven für Glas- und Kohlenstofffasern für eine unterschiedliche Anzahl an Rovings [15]	17
Abb. 2-9: drei Stufen der Faserwelligkeit: gleichmäßig (links), abgestuft (Mitte) und lokal (rechts) (nach [102])	19
Abb. 2-10: Gesamtansicht einer Ultraschallprozesskette: schematisch (links) und real (rechts)	21
Abb. 2-11: unterschiedliche Sonotrodengeometrien mit der Amplitudenentwicklung über die Länge der Sonotrode (nach [25])	22
Abb. 2-12: Bildung einer transienten Kavitationsblase durch LUS (nach [26, 128])	23
Abb. 2-13: kollabierende Kavitationsblase: Mittig ist ein Jetstream erkennbar [131]	24
Abb. 2-14: Polystyrolfasern in einer wässrigen Zuckerlösung: ohne Beschallung (links) und mit Beschallung bei 46 kHz (rechts) [140].....	26
Abb. 2-15: Integration von LUS (17, 18) in einer konischen II-Kammer [31].....	31
Abb. 3-1: Untersuchung der eingesetzten Matrix: Gelzeit t_{gel} über Temperatur T (links); komplexe Viskosität η über Temperatur T (rechts) (nach [185]).....	35

Abb. 3-2: verwendeter Booster und Sonotroden: 1.8 FLAspez (1), BS2d22 (2) und BS20A40x20 (3).....	37
Abb. 3-3: Teststand Druckkammer: schematische (links) und reale Darstellung (rechts, [185])	39
Abb. 3-4: konstruktive Umsetzung der Rovingefassung: Gesamtdarstellung (links) und im Schnitt (rechts).....	40
Abb. 3-5: Definitionsstufen der Faserschädigung: (1) keine; (2) schwach; (3) mittel; (4) stark (nach [191])	40
Abb. 3-6: Probenherstellung für den Fragmentierungstest: 1) Einbettung der Filamente; 2) Zugbelastung der Probe; 3) getestete Proben.....	44
Abb. 3-7: Werkzeugsystem bestehend aus II-Kammer mit angeschlossenem LUS-Wandler und angeschraubtem Formgebungswerkzeug	45
Abb. 3-8: schematische Darstellung des Aufbaus der II-Kammer mit eingebauten Einsätzen	47
Abb. 3-9: Abmaß des Werkzeugsystems. Die blauen Rechtecke stellen die Kühlung und die roten Rechtecke die Heizung dar.....	47
Abb. 3-10: aufgebauter Teststand bestehend aus II-Kammer und Formgebungswerkzeug	48
Abb. 3-11: Teststand Aufbauschung: schematische (links) und reale Darstellung (rechts, [190])	49
Abb. 3-12: Auswertung der Aufbauschung mittels Kamerasystem (rechts) mit dem Sucherbild der Kamera (links), bei der ein Lineal zur Kalibrierung zu sehen ist	50
Abb. 3-13: Teststand Viskosität: schematischer Aufbau (links); Integration in das Rheometer (mittig; [189]) und Detailansicht (rechts; [189])	52
Abb. 3-14: schematische Darstellung: Aufbau A (Effekt LUS auf Viskosität), Aufbau B (Effekt LUS auf Temperatur), Aufbau C (Effekt Temperatur auf Viskosität).....	53
Abb. 3-15: Zusammenführung der Ergebnisse der Aufbauten A–C	54
Abb. 3-16: Platte-Platte-Aufbau des Rheometers zur Bestimmung der Viskosität.....	56
Abb. 3-17: Wärmestrom innerhalb der DSC-Messkammer (nach [197])	57
Abb. 3-18: Beispiel zur Bestimmung der Glasübergangstemperatur [198]	57
Abb. 3-19: Messmethoden zur Bestimmung der Faser-Matrix-Haftung: (1) Einzelfaser-Push-Out-Test; (2) Einzelfaser-Auszugstest; (3) Mikrobond-Test; (4) Drei-Faser-Test; (5) Faserbündel-Auszugstest; (6) Broutman-Test; (7) Fragmentierungstest (Schema nach [165])	59

Abb. 3-20: Fragmentierungstest: schematische Darstellung (nach [214]).....	59
Abb. 3-21: Abmessung der Zugprobe mit einer Probendicke von 2 mm entsprechend [212]	60
Abb. 3-22: makroskopische Aufnahme des 60x5 mm ² -Profils im Querschnitt (nach [219]).....	61
Abb. 3-23: Bereich der mikroskopischen Aufnahme innerhalb des Probekörpers (nach [219]).....	62
Abb. 4-1: Faserschädigung S eines CF-Rovings in Abhängigkeit zur Viskosität und Beschallungszeit bei einer Amplitude von 30 μm und einem Druck von 6 bar.....	64
Abb. 4-2: Prozessfenster für CF (links) und GF (rechts): maximale Amplitude u in Relation zu Abstand s und Druck p (nach [191])	65
Abb. 4-3: Kavitationszone bei unterschiedlichen Amplituden und Drücken. Die momentane Leistung ist unten rechts im jeweiligen Bild angegeben.	66
Abb. 4-4: Wirklänge l_k in Abhängigkeit von Amplitude u und des Druckes p	66
Abb. 4-5: Entwicklung der LUS-Intensität I_{LUS} in Abhängigkeit von Druck und Amplitude.....	67
Abb. 4-6: Übertragung des Versuchsraums (1) in die Effekt-Diagramme (2) und (3)	68
Abb. 4-7: Effekt-Diagramme für die Temperaturerhöhung ΔT [185].....	69
Abb. 4-8: Effekt-Diagramme für die durchschnittliche Leistung P [185]	69
Abb. 4-9: Effekt-Diagramme für die Energie E [185]	70
Abb. 4-10: Effekt-Diagramme für die Viskosität η_{25}	70
Abb. 4-11: Effekt-Diagramme für die Gelzeit $t_{gel_{90}}$	71
Abb. 4-12: Effekt-Diagramme für die Glasübergangstemperatur T_{g1}	71
Abb. 4-13: Effekt-Diagramme für die Reaktionsenthalpie W	72
Abb. 4-14: Effekt-Diagramme für die Glasübergangstemperatur T_{g2}	72
Abb. 4-15: Temperaturverlauf T über die Länge des Werkzeugsystems ohne LUS	76
Abb. 4-16: Abzugskraft F_{pul} und Kammerdruck p_l der Referenzversuche	77
Abb. 4-17: ILSS und 3PB für die Referenzversuche	78
Abb. 4-18: Mikroskopieaufnahmen der Referenzversuche mit Hervorhebung der Inhomogenität	79
Abb. 4-19: makroskopische Aufnahme der Parametervariation CF_108_TD.....	79

Abb. 4-20: abgekoppelte konische II-Kammer: oben rechts ohne LUS; unten rechts mit LUS.....	80
Abb. 4-21: Entwicklung von F_{pul} und p_I während unterschiedlicher LUS-Amplituden.....	80
Abb. 4-22: Faser-Matrix-Schädigung durch LUS nach einer 2-minütigen Beschallung [21].....	81
Abb. 4-23: Kavitationsschäden an der Sonotrode: Stirnseite links; Seitenflanke rechts	81
Abb. 4-24: Temperaturverlauf T über die Werkzeugsystemlänge für GF mit LUS an TI1 und TI2.....	82
Abb. 4-25: Temperaturverlauf T über die Länge des Werkzeugsystems mit LUS für eine konische II-Kammer: GF links; CF rechts.....	83
Abb. 4-26: P_{LUS} in Relation zur T_{Peak} bei der konischen II-Kammer für GF und CF: sortiert nach Faserart, v_{pul} und Einkopplungsposition.....	84
Abb. 4-27: Abzugskraft F_{pul} und Kammerdruck p_I der Versuche mit konischer II-Kammer: sortiert nach v_{pul} und Einkopplungsposition.....	85
Abb. 4-28: ILSS und Biegefestigkeit aus der Untersuchung mit konischer II-Kammer und GF: links Referenzversuche, rechts Einkopplungsposition an BI2/TI2 und TI1	86
Abb. 4-29: ILSS und Biegefestigkeit aus der Untersuchung mit konischer II-Kammer und CF: Referenzversuche; Versuche mit Temperierung, Einkopplungsposition BI1–TI2	88
Abb. 4-30: Mikroskopie aus der Untersuchung mit konischer II-Kammer und CF: 3 Versuchsreihen a–c.....	89
Abb. 4-31: Integration des Einsatzes „Tropfenform“ in die konische II-Kammer.....	90
Abb. 4-32: P_{LUS} in Relation zur F_{pul} bei der tropfenförmigen II-Kammer für CF: sortiert nach Temperierung und Einkopplungsposition	91
Abb. 4-33: Imprägnierungsgrad bei der tropfenförmigen II-Kammer für CF: sortiert nach Einkopplungsposition	92
Abb. 4-34: Imprägnierungsgrad bei der tropfenförmigen II-Kammer für CF mit aktiver Temperierung: links 20 °C und rechts 70 °C	93
Abb. 4-35: Mikroskopie aus der Untersuchung mit tropfenförmiger II-Kammer und CF.....	94
Abb. 4-36: Entwicklung der Prozessgrößen für GF in Relation zur Imprägnierungsart	96

Abb. 4-37: Entwicklung der Prozessgrößen für CF in Relation zur Imprägnierungsart	96
Abb. 4-38: Entwicklung der Bauteilgrößen in Relation zur Imprägnierungsart in Kombination mit LUS: GF (links) und CF (rechts)	98
Abb. 5-1: Effekt-Diagramm für die Aufbausung <i>B</i> mit GF [224]	102
Abb. 5-2: Effekt-Diagramm für die Aufbausung mit CF [224]	103
Abb. 5-3: optische Veränderung des Epoxidharzes während der LUS-Behandlung: 1) vor der Beschallung; 2) nachdem die Rheometerplatte herunter und wieder hochgefahren wurde; 3) direkt nach der LUS-Behandlung [225]	104
Abb. 5-4: absoluter Viskositätsverlauf des Epoxidharzes bei den Amplituden 6, 8 und 10 μm [225]	105
Abb. 5-5: relative Viskosität η des Epoxidharzes bei den Amplituden 6, 8 und 10 μm [225]	106
Abb. 5-6: Temperaturverlauf <i>T</i> während der LUS-Beschallung (links); Streuungsbereich der Maximaltemperatur (rechts) [225]	106
Abb. 5-7: Viskosität des Epoxidharzes in Abhängigkeit von der Temperatur [225]	107
Abb. 5-8: Temperatur <i>T</i> und Viskosität η des Epoxidharzes: <i>T</i> (Aufbau B), η_{LUS} (Aufbau A); η_T (Aufbau B+C); [225]	108
Abb. 5-9: Verteilung der Filamentbrüche der Referenzprobe	109
Abb. 5-10: Referenzaufnahme <i>x_xx</i> (links); Parametervariation 3_00 mit Wellenform (rechts)	110
Abb. A-1: FTIR-Spektrum der Matrix Phase (A)	139
Abb. A-2: FTIR-Spektrum der Matrix Phase (C)	140
Abb. A-3: mikroskopische Aufnahmen der CF- und GF-Proben	146
Abb. A-4: makroskopische Aufnahmen der CF- und GF-Proben	150

Tabellenverzeichnis

Tab. 2-1:	mechanische Eigenschaften der wichtigsten Fasermaterialien in der Pultrusion [40].....	10
Tab. 2-2:	Permeabilitätswerte für GF und CF [15].....	15
Tab. 2-3:	experimentell ermittelte Werte für GF und CF, angepasst an das Gutowski-Modell [15].....	18
Tab. 2-4:	Anwendungsbereiche des Ultraschalls aufgeteilt nach Intensitäts- und Frequenzbereich [108–112]	20
Tab. 2-5:	Veröffentlichungen im Bereich der Schwingungsanregung im Labor- und Prozessmaßstab	32
Tab. 3-1:	eingesetzte GF und CF Direkt Rovings [182, 183].....	34
Tab. 3-2:	Komponenten und Zusammensetzung der eingesetzten Matrix [60, 184]	34
Tab. 3-3:	Faktoren Arrhenius-Gleichung für die Gelzeit und die Viskosität	35
Tab. 3-4:	Amplitudenfaktoren der Sonotroden BS2d22 und BS20A40x20 nach Tab. A-1 zur Ermittlung der Amplitude an der Sonotroden Spitze in μm	37
Tab. 3-5:	vier Teststände für die Prozessuntersuchung und anschließende Prozessanalyse	38
Tab. 3-6:	Stell- und Untersuchungsgrößen für den Teststand Druckkammer	39
Tab. 3-7:	Testparameter für den Einzelfaserzugversuch	41
Tab. 3-8:	Versuchsplan	42
Tab. 3-9:	zeitlicher Ablauf der Untersuchung	42
Tab. 3-10:	Temperaturkurve T_{kl} zur Bestimmung der T_{gI}	43
Tab. 3-11:	Versuchsplan mit seinen Faktoren	43
Tab. 3-12:	Stell- und Untersuchungsgrößen für den Teststand II-Kammer	46
Tab. 3-13:	Stell- und Untersuchungsgrößen für den Teststand Aufbauschung.....	49
Tab. 3-14:	Versuchsplan für den Teststand Aufbauschung mit entsprechenden Stellgrößen	50
Tab. 3-15:	Reihenfolge der Untersuchungen.....	51
Tab. 3-16:	Stell- und Untersuchungsgrößen für den Teststand Viskosität.....	52
Tab. 3-17:	Prüfparameter für das Prüfverfahren ILSS [219].....	60

Tab. 3-18: Prüfparameter für das Prüfverfahren 3-Punkt-Biegung	61
Tab. 4-1: maximale Amplitude u ohne Faserschädigung in Relation zur LUS- Intensität I_{LUS}	67
Tab. 4-2: Rovinganzahl, Abzugsgeschwindigkeit und Prozessstabilität für den Untersuchungsraum	75
Tab. 4-3: Übersicht der Untersuchungsgrößen für die Referenzversuche	76
Tab. 4-4: Übersicht der Untersuchungsgrößen für die Versuche mit der konischen II-Kammer	82
Tab. 4-5: maximale Amplitude in μm bei der konischen II-Kammer	88
Tab. 4-6: Übersicht der Untersuchungsgrößen für die Versuche mit der tropfenförmigen II-Kammer	91
Tab. 4-7: maximale Amplitude in μm bei der tropfenförmigen II-Kammer	94
Tab. 4-8: eine Gesamtübersicht der Untersuchungsgrößen für die Versuche mit LUS	95
Tab. 5-1: Übersicht der Anzahl an Filamentbrüchen für jede Parametervariation. 1-1 bis 3-2 gibt die Probenbezeichnung der Parametervariation an	109
Tab. A-1: Sonotrodenvermessung der Sonotrodentypen BS2d22 und BS20A40x20 in Kombination mit dem Booster 1.8 FLAspez mittels Laser-Doppler-Vibrometer	137
Tab. A-2: Stell- und Untersuchungsgrößen des Prozessbereichs der Matrix [185]	138
Tab. A-3: Zuordnung des FTIR-Spektrums zu den funktionellen Gruppen [185, 227]	139
Tab. A-4: Stell- und Untersuchungsgrößen der Faseraufbauschung für GF [192] ...	141
Tab. A-5: Stell- und Untersuchungsgrößen der Faseraufbauschung für CF [192] ...	142

1 Einleitung

Das Kapitel Einleitung erläutert die Motivation der Arbeit und leitet daraus die Zielsetzung und das Vorgehen der wissenschaftlichen Untersuchung ab.

1.1 Motivation

Zur Reduktion des CO₂-Ausstoßes wird das Thema Leichtbau immer bedeutender [1]. Im Bereich des Transportwesens beispielsweise wird der Einsatz von faserverstärkten Kunststoffen (FVK) stets wichtiger, um das Fahrzeuggewicht und somit auch den CO₂-Ausstoß zu reduzieren [2, 3]. Die Kohlenstofffaser nimmt mit ihren herausragenden Eigenschaften bei den FVK eine Schlüsselrolle ein, da sie hohe mechanische Eigenschaften mit geringem Eigengewicht kombiniert. Folglich steigt die jährliche Nachfrage nach Kohlenstofffasern um rund 10 %. Drei Viertel davon werden für die Herstellung von FVK eingesetzt [4].

Bei der Fertigung von FVK weist der Fertigungsprozess Pultrusion mit derzeit 2 %/a eine überdurchschnittliche Wachstumsrate auf [5, 6]. Der Fertigungsprozess selbst wurde in den 1950er Jahren erfunden und hat einen hohen Automatisierungsgrad bei gleichzeitig hoher Materialeffizienz [7]. Mit einem Gesamtmarkt von 1,5 Milliarden USD/a, werden hauptsächlich die Bereiche Infrastruktur, Elektrizität und Transportwesen bedient [8–10]. Für die Zukunft werden die Windenergie (12 %/a) und der Automobilsektor als wichtige Wachstumsmärkte angesehen [5, 11]. Beide Märkte fordern hochsteife Bauteile, bei gleichzeitig geringem Eigengewicht, die mit einem hohen Automatisierungsgrad mit hoher Reproduzierbarkeit hergestellt werden sollen [12]. Beide prozesstechnische Anforderungen werden durch den herkömmlichen Pultrusionsprozess – bei der die Imprägnierung der Fasern mit der Matrix über ein offenes Imprägnierungsbad erfolgt – bedingt erfüllt. Für die Imprägnierung mittels eines offenen Imprägnierungsbadbeschränkt sich die Auswahl auf Matrix-Systeme mit einer langen Verarbeitungs- oder Topfzeit bei Raumtemperatur.

Zur weiteren Steigerung der Produktivität ist jedoch der Einsatz von hochreaktiven Matrix-Systemen, wie z. B. Polyurethanen, notwendig [13, 14]. Zusätzlich werden die Emissionsgrenzwerte bei der Produktion kontinuierlich reduziert. Somit kann die Imprägnierung der Fasern künftig nur noch innerhalb einer geschlossenen Imprägnierungskammer erfolgen [15]. Die geschlossene Imprägnierung wird bereits heutzutage vereinzelt industriell eingesetzt. Hierzu gibt es entsprechende Patente [16–19]. Jedoch stellt die vollständige und gleichmäßige Imprägnierung, insbesondere der Kohlenstofffasern, eine

große Herausforderungen dar [15, 20]. Denn diese führen beim gefertigten Bauteil zu reduzierten und stark gestreuten mechanischen Eigenschaften [21, 22].

Abhilfe kann möglicherweise durch die Integration von Leistungsschall (LUS) in die geschlossene Imprägnierkammer geschaffen werden. LUS hat viele Anwendungsfelder wie Mischen, Homogenisieren und Dispergieren und wird bereits in zahlreichen Industrien eingesetzt (z. B. Biologie und Chemie) [23–25]. Die physikalische Ursache hierfür ist der Kavitationseffekt, der 1704 erstmals von Isaac Newton dokumentiert und später an Schiffsschrauben in Form lokaler Abplatzungen entdeckt wurde [26–28]. Die durch LUS gebildeten Kavitationsblasen erzeugen in Flüssigkeiten lokal hohe Temperaturen, Geschwindigkeiten und Drücke.

Der Einsatz von LUS ist auch in einzelnen Gebieten der Faserverbundfertigung bekannt. Speziell im Bereich der Pultrusion gibt es hierzu einige Patente [29–35]. Dennoch hat der LUS bisher keine breite Anwendung in der Pultrusion gefunden, sodass die im Abschnitt zuvor genannte Imprägnierungsproblematik weiterhin bestehen bleibt. Ein Grund hierfür ist, dass es bislang noch kein fundamentales Verständnis der Wirkzusammenhänge gibt. Es ist weder bekannt, welche Auswirkungen LUS auf die Imprägnierung der Fasern im Pultrusionsprozess hat noch welche positiven und negativen Effekte sich daraus ergeben.

1.2 Zielsetzung

Ziel der Arbeit ist es, die Imprägnierungsproblematik der geschlossenen Imprägnierung mittels LUS zu reduzieren oder im besten Fall zu beseitigen. Hierfür wird die geplante Untersuchung in zwei Untersuchungsabschnitte aufgeteilt: Prozessuntersuchung und Prozessanalyse

Bei der *Prozessuntersuchung* wird durch isolierte Betrachtung des LUS dessen Effekte auf die Faser, die Matrix und das Faser-Matrix-System untersucht. Hierbei werden die Belastungsgrenzen – bei denen das Faser-Matrix-System durch LUS keine Beschädigungen erfahren – ermittelt. Die Belastungsgrenzen definieren den Untersuchungsraum für die anschließenden Analysen. Durch Verknüpfung des LUS mit der Pultrusion wird der Effekt des LUS auf die Prozess- und Bauteilgrößen im Pultrusionsprozess herausgearbeitet.

Die *Prozessanalyse* geht gezielt auf die Fragestellungen ein, die sich aufgrund der Prozessuntersuchung ergeben. Hierbei wird untersucht, inwieweit der LUS die Faserverteilung aufbauscht beziehungsweise ausweitet, die Viskosität der Matrix beeinflusst und die Faser-Matrix-Haftung ändert.

1.3 Vorgehen

Die Gliederung der Arbeit ist in Abb. 1-1 dargestellt und wird im Folgenden erläutert.

Das Kapitel *Stand der Technik* gibt einen Überblick über bisher durchgeführte Arbeiten und definiert den Startpunkt der Arbeit im Kontext wissenschaftlicher Veröffentlichungen. Vorgestellte Themenfelder sind hierbei die *Pultrusion* und der *Leistungsschall*.

Das Kapitel *Material und Methoden* stellt den Startpunkt der wissenschaftlichen Untersuchung dar. Basierend auf dem Kapitel *Stand der Technik* und im Zusammenspiel mit der Zielsetzung werden die eingesetzten *Materialien und Ausrüstungen* definiert und die eingesetzten *Teststände und Vorgehen* abgeleitet. Zur Quantifizierung der Untersuchungsgrößen werden die *Messmethoden* eingeführt.

Darauf aufbauend wird im Kapitel *Prozessuntersuchung* der Effekt des LUS auf den Pultrusionprozess mit den Schwerpunkten Prozess- und Bauteilgrößen untersucht. Das Kapitel unterteilt sich in die *Ausarbeitung des Prozessrahmens*, die *Referenzversuche* und die Untersuchung der *konischen – und tropfenförmigen II-Kammer*.

Im Kapitel *Prozessanalyse* wird auf die Wirkzusammenhänge des LUS aus der Prozessuntersuchung von Kapitel 4 eingegangen und dessen Haupteffekte diskutiert. Hierbei werden die Wirkzusammenhänge auf die *Faseraufbauschung*, die *Viskosität der Matrix* und die *Faser-Matrix-Haftung* untersucht.

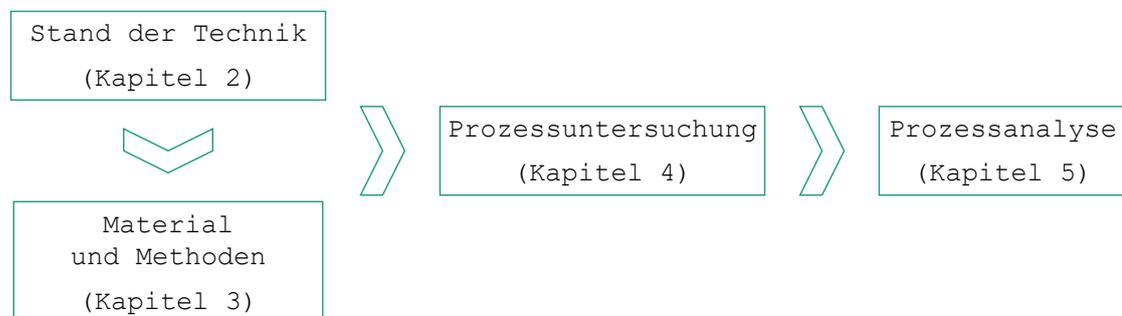


Abb. 1-1: Gliederung der Arbeit

2 Stand der Technik

Das Kapitel *Stand der Technik* gibt einen Überblick über bisher durchgeführte Arbeiten und definiert den Startpunkt der Arbeit im Kontext wissenschaftlicher Ausarbeitungen. Folgende Themenfelder dienen hierfür als Grundlage:

- *Pultrusion* (siehe Abschnitt 2.1): Das Verfahren selbst, die eingesetzten Ausgangswerkstoffe und die derzeitigen Imprägnierungsverfahren werden vorgestellt. Als wichtige Kennwerte werden die Permeabilität und die Kompressibilität eingeführt und der Einfluss des Porengehalts und der Faserwelligkeit auf die Bauteileigenschaften erläutert.
- *Leistungultraschall* (siehe Abschnitt 2.2): Das Verfahren und die durch den LUS erzeugte Kavitation werden skizziert. Insbesondere bei der Kavitation werden die Auswirkungen auf das System Faser-Matrix benannt und Arbeiten aus der Schnittmenge Pultrusion-LUS vorgestellt.

2.1 Pultrusion

Der Abschnitt Pultrusion ordnet den Fertigungsprozess im Bereich der FVK ein und stellt das Verfahren, die eingesetzten Ausgangswerkstoffe und die Imprägnierungsverfahren vor. Zur Auslegung der Imprägnierungskammer werden der Begriff Permeabilität und Kompressibilität eingeführt und die Einflüsse Porengehalt und Faserwelligkeit vorgestellt.

FVK sind eine Kombination aus verstärkenden Fasern und der Matrix, in der die Fasern eingebettet sind. Die durchschnittliche Länge der Fasern (Kurz-, Lang- und Endlosfasern) sowie die verwendete Matrix (thermoplastische- und duromere Matrix) unterteilen die Klasse der FVK in ihre Untergruppen. Neben den eingesetzten Fasern und Matrizes hat der Fertigungsprozess selbst einen erheblichen Einfluss auf die Bauteileigenschaften. Die Pultrusion gehört zur Untergruppe der Endlosfaserverstärkung und ordnet sich in die lange Reihe der Fertigungsprozesse ein, wie z. B. Handlaminieren, Resin Transfer Molding (RTM) sowie zahlreiche Fiber Placement Verfahren [36, 37]. Im Vergleich stellt die Pultrusion die Technologie mit dem höchsten Automatisierungsgrad und Kosteneffizienz dar [9]. Die Vorteile werden jedoch durch eine starke Limitierung der Bauteilkomplexität eingeschränkt, woraus sich die Positionierung der Pultrusion in Abb. 2-1 im unteren rechten Quadranten erklären lässt. Die Abbildung gibt einen exemplarischen Überblick ausgewählter Fertigungsprozesse zur Herstellung endlosfaserverstärkter Kunststoffe. Sie zeigt die Bauteilkomplexität in Relation zur Kosteneffizienz.

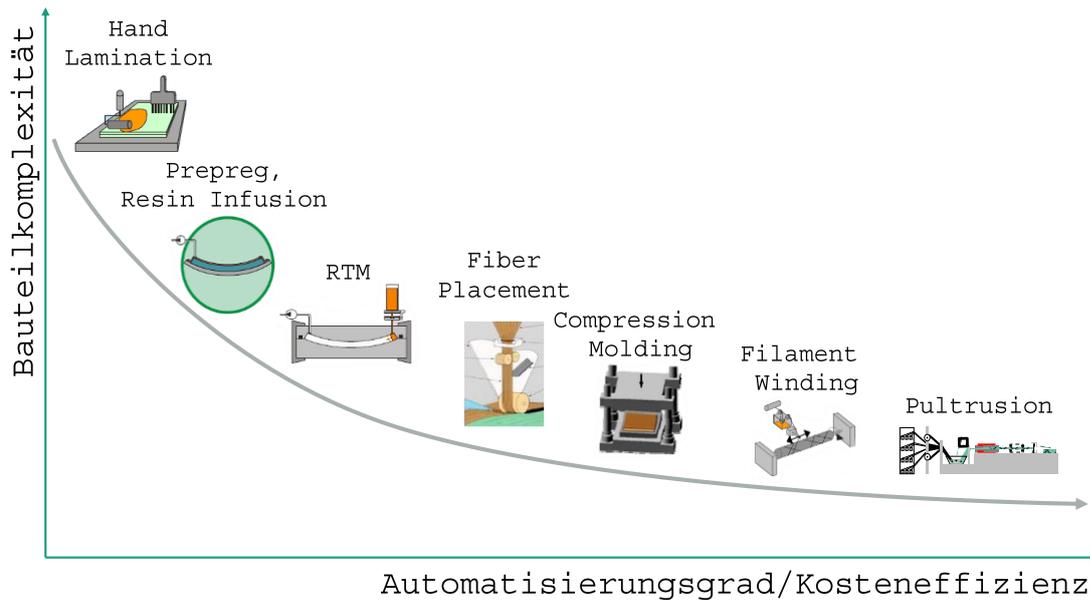


Abb. 2-1: Vergleich unterschiedlicher Fertigungsprozesse zur Herstellung endlosfaserverstärkter Kunststoffe [15]

2.1.1 Verfahren

Eines der wenigen Fertigungsverfahren zur kontinuierlichen Herstellung von FVK ist die Pultrusion. Das Strangziehverfahren zur Produktion von FVK-Profilen mit konstantem Querschnitt wurde in den 1950er Jahren erfunden [7, 38]. Das Prinzip wird in Abb. 2-2 schematisch dargestellt: Die Fasern (1) werden mit der Matrix imprägniert (2), durch ein beheiztes Formgebungswerkzeug (3) in Form gebracht und anschließend ausgehärtet. Durch eine Abzugsvorrichtung (4) wird das fertige Profil kontinuierlich aus dem Formgebungswerkzeug gezogen und durch eine Säge (5) auf die gewünschte Länge abgelängt. Neben den überwiegend im Einsatz befindlichen unidirektionalen Faserbündeln (Rovings) – hauptsächlich aus Glas, Kohlenstoff und Aramid – finden auch textile Halbzeuge wie Gelege, Geflechte und Matten Verwendung, um die anisotropen Materialeigenschaften in definiertem Maß zu verändern. Schlüsselfaktoren des Prozesses sind ein hoher Grad an Automatisierung, geringer Personaleinsatz, Großserienfähigkeit und Produktion von Bauteilen mit einem hohen Faservolumengehalt – bei rein unidirektionaler Verstärkung über 65 % – für höchste mechanische Beanspruchungen [9]. Gegenwärtig finden Pultrudate überwiegend Anwendung in den Bereichen Infrastruktur, Elektrizität und Transportwesen [5, 8, 9, 39]. In Abb. 2-2 sind zusätzlich mögliche Profilformen dargestellt, die relativ komplex und mit mehrfachen Hohlkammern ausgestattet sein können. Ebenso sind Querschnitte von bis zu 150x300 cm² industriell fertigbar [9, 40].

Der jährliche Gesamtmarkt von über 1,5 Milliarden USD besteht hauptsächlich aus der Produktion von Bauteilen aus Glasfasern mit einer duromeren Matrix [4, 5, 41], wovon es jedoch auch Abwandlungen gibt [42]. Zur gezielten Steigerung der Querfestigkeit wird in Nischenmärkten das Wickeln oder Flechten mit der Pultrusion kombiniert [43,

44]. Zur Herstellung gekrümmter Bauteile wurde die Radiuspultrusion entwickelt. Anstatt gerader Profile werden Bauteile mit einem konstanten Radius produziert [45]. Zur weiteren Steigerung der Komplexität nutzten Bezerra et al. die Flechtpultrusion in Kombination mit einer B-Stage-Matrix [46, 47]. Die Matrix wurde im Formgebungswerkzeug nur teilvernetzt, sodass das Bauteil im Nachgang noch verformt werden konnte. Durch einen anschließenden Blasformprozess wurde das Bauteil in eine komplexe Form umgeformt. Eine weitere Nische bildet die Thermoplastpultrusion [48]. Anstatt einer duromeren Matrix wird eine thermoplastische Matrix eingesetzt, um eine Nachverformung zu ermöglichen. Die Thermoplastpultrusion stellt jedoch nicht den Stand der Technik dar. Ebenso werden Entwicklungen mit biobasierten Faser-Matrix-Systemen angestrebt [49]. In der Arbeit wird der Fokus daher auf die Pultrusion mit duromerer Matrix gesetzt.

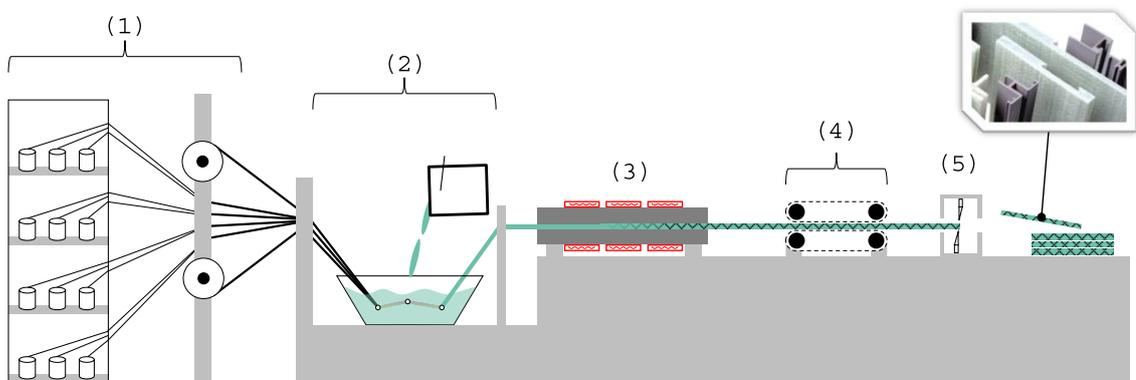


Abb. 2-2: schematische Darstellung der Pultrusion mit offenem Imprägnierungsbad

Das in Abb. 2-2 und in Abb. 2-3 vergrößert dargestellte Formgebungswerkzeug hat einen wesentlichen Anteil an der Bauteilqualität und der Prozessstabilität. Meist aus Werkzeugstahl hergestellt, wird die Kavität standardmäßig mit einer 0,05 mm dicken Hartchromschicht beschichtet. Die Formtoleranz der Kavität befindet sich in einem Bereich von 0,02 mm und einer Oberflächengüte von $R_z = 0,01 \mu\text{m}$. Gewöhnlich kann in der Beschaffenheit eine Produktionslänge von rund 30 bis 50 km realisiert werden [9, 40]. In Abb. 2-3 sind die drei Phasen der Polymerisation einer duromeren Matrix dargestellt. In Phase A ist die Matrix flüssig und geht in Phase B in den gelförmigen Zustand über. Gelförmig bedeutet, dass eine Teilvernetzung der Matrix stattgefunden hat. Komplette ausgehärtet ist die Matrix schließlich in Phase C.

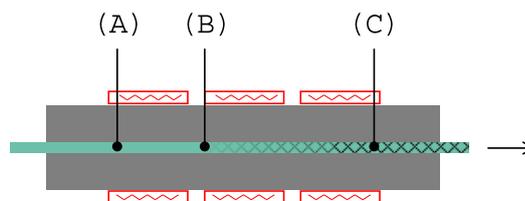


Abb. 2-3: die drei Phasen der Polymerisation der Matrix innerhalb des Formgebungswerkzeugs: flüssig (A), gelförmig (B) und fest (C)

Mit diesem Prozessverständnis können die wichtigsten Prozessgrößen für die Überwachung (Abzugskraft, Druck) und Steuerung (Temperatur, Abzugsgeschwindigkeit) der Pultrusion eingeführt werden:

Abzugskraft: Abhängig von der Profilgröße kann eine Abzugskraft von 0,5 bis 1 N/mm² angenommen und in folgende Bestandteile aufgeteilt werden [9, 50, 51]:

- 15 % Kompaktierung:
Diese Teilkraft entsteht im Formgebungswerkzeug in Phase A (siehe Abb. 2-3). Hierzu zählen der Abzug der Fasern/Textilien aus den Regalen, die Kompaktierung des Faserpakets auf die gewünschte Endgeometrie und der Rücktransport der überschüssigen Matrix aus dem Faser-Matrix-Paket. Grundsätzlich kann also die Abzugskraft reduziert werden, indem z. B. die Viskosität der Matrix reduziert wird [52].
- 5 % Reibung zwischen flüssiger/gelförmiger Matrix und Kavität:
Diese Teilkraft entsteht im Formgebungswerkzeug in Phase B (siehe Abb. 2-3). Je nach Reaktionsgeschwindigkeit der Matrix ist der Gelbereich im Werkzeug größer oder kleiner. Während der Gelphase weist die Matrix eine sehr klebrige Konsistenz auf. Daher sollte der Gelbereich möglichst kurz sein, um die Reibung zwischen Kavität und Bauteil zu reduzieren. Durch interne Trennmittel in der Matrix kann die Klebrigkeit zusätzlich reduziert werden.
- 80 % Reibung durch das ausgehärtete Bauteil:
Diese Teilkraft entsteht im Formgebungswerkzeug in Phase C (siehe Abb. 2-3). Die Oberfläche des fertig ausgehärteten Bauteils reibt an der Kavitätsoberfläche. Ein Zusammenspiel aus thermischer Expansion und chemischer Schwindung entscheidet darüber, wie stark sich die Reibung aufbaut.

Die oben genannten prozentualen Anteile hängen stark von der eingesetzten Matrix, der Faser und der Profilgeometrie ab und sind als Näherung zu verstehen.

Druck: Es wird zwischen mechanischem und hydraulischem Druck unterschieden. Mechanischer Druck entsteht durch die Kompaktierung der Fasern im Formgebungswerkzeug. Überall dort, wo die Matrix im Formgebungswerkzeug noch flüssig oder teilvernetzt ist (Phase A und B in Abb. 2-3), tritt der hydraulische Druck auf. Der hydraulische Druck entsteht durch Einzug des imprägnierten Faserpakets in das Formgebungswerkzeug mit einem Überschuss an Matrix. Am Einlauf des Formgebungswerkzeugs wird die überschüssige Matrix abgestreift. Sie fließt entgegen der Abzugsrichtung über das einlaufende Faserpaket aus dem Formgebungswerkzeug. Durch die Relativbewegung wird die Imprägnierung des Faserpakets verbessert. Allgemein weist ein hoher hydraulischer Relativdruck auf eine gute Imprägnierung hin. Jedoch steigt mit zunehmendem hydraulischem Druck auch die Gefahr der Faserschädigung.

Temperatur: Das Formgebungswerkzeug wird meist elektrisch beheizt und startet die chemische Reaktion der duromeren Matrix. Durch Temperaturerhöhung kann die Gelzone (Phase B in Abb. 2-3) Richtung Eingang verschoben werden. Wird die Temperatur

hingegen reduziert, verschiebt sich die Gelzone Richtung Ausgang des Formgebungswerkzeugs und vergrößert sich gleichzeitig. Eine vergrößerte Gelzone kann zu einer höheren Abzugskraft und einer schlechteren Bauteiloberfläche führen. Im Allgemeinen wird eine gleichmäßige Temperaturverteilung rund um das Profil angestrebt. Über die Länge des Formgebungswerkzeugs hinweg kann die Aushärtungsreaktion der Matrix durch unterschiedliche Temperaturzonen lokal eingestellt werden [53]. Mittels der Temperatur im Formgebungswerkzeug werden die Größen Abzugskraft und Druck zu einem geringen Teil beeinflusst.

Abzugsgeschwindigkeit: Für die Produktivität stellt die Abzugsgeschwindigkeit die zentrale Größe dar. Bei einer Erhöhung der Abzugsgeschwindigkeit muss in den meisten Fällen auch die Temperatur im Formgebungswerkzeug erhöht werden, da eine kürzere Verweilzeit des Bauteils im Formgebungswerkzeug die Zeit reduziert, um thermische Energie aufzunehmen. Daher wirkt sich die Abzugsgeschwindigkeit deutlich auf die Größen Abzugskraft und Druck aus. Allgemein steigen bei Erhöhung der Abzugsgeschwindigkeit auch die Abzugskraft und der hydraulische Druck.

2.1.2 Eingesetzte Faser-Matrix-Systeme

Wie bereits in Kapitel 2 eingeführt, besteht ein FVK aus einer Kombination von verstärkenden Fasern und einer Matrix in der die Fasern eingebettet sind. Im Folgenden wird ein Überblick über die in der Pultrusion standardmäßig eingesetzten Faser-Matrix-Kombinationen und deren mechanischen Eigenschaften gegeben.

Faser: Mit einer Kombination aus Vlies, Roving und Matte stellt Abb. 2-4 den klassischen Lagenaufbau in der Pultrusion dar, der überwiegend bei Standardapplikationen eingesetzt wird.

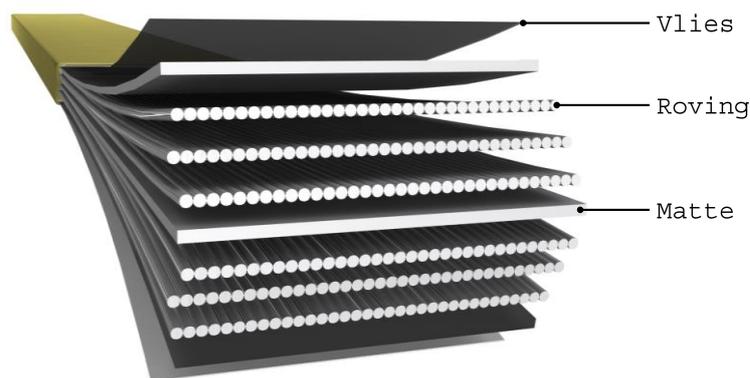


Abb. 2-4: typischer Lagenaufbau in der Pultrusion, bestehend aus Vlies, Roving und Matte (nach [54])

Vliese verbessern die Oberflächenhaptik und schützen die oberflächennahen Fasern vor chemischen und mechanischen Einflüssen. Da die Pultrusion ein Strangziehverfahren ist, bei dem das Bauteil kontinuierlich aus dem Formgebungswerkzeug gezogen wird, werden hauptsächlich Rovings eingesetzt. Hierdurch können eine hohe Steifigkeit und Festigkeit in Abzugsrichtung erreicht werden. Zur Steigerung der Quereigenschaften

werden Matten, Gelege, oder Gewebe eingesetzt. Eine Zusammenstellung der genannten Textilhalbzeuge in einem Halbzeug wird als Complex bezeichnet und für spezielle Anwendungsfälle verwendet. Das Complex ermöglicht eine einfache und robuste Einstellung der gewünschten Bauteileigenschaften.

Klassische Faserwerkstoffe sind Glasfaser (GF), Kohlenstofffaser (CF) und Aramidfaser. Glas macht, als günstigster Werkstoff, den Großteil der Produktion in der Pultrusion aus und ist als Halbzeug über mehrere Jahre ohne Beeinträchtigung lagerfähig [9, 55]. Glasfasern wiederum können je nach Anwendungsfall weiter unterteilt werden: 90 % der eingesetzten Glasfasern sind E-Fasern (geringe elektrische Leitfähigkeit). Für spezielle Anwendungsfälle gibt es A-Fasern (alkalibeständig) und S-Fasern (hohe Festigkeit). Die Aufzählung ist nicht vollständig, stellt aber die wichtigsten Vertreter vor [56]. Die genannten Faserwerkstoffe werden in Tab. 2-1 einander gegenüber gestellt.

Während sich die Festigkeit der genannten Faserwerkstoffe in einem schmalen Bereich von 2.800 bis 4.500 MPa bewegt, zeigen sich bei der Dichte, Steifigkeit und Reißdehnung klare Unterschiede. Aramid hat die geringste Dichte, eng gefolgt von Kohlenstoff. Die Steifigkeiten von Aramid und Glas liegen im Bereich von Aluminium, während diese bei Kohlenstoff im Bereich von Stahl liegt. Für hochsteife Anwendungen ist Kohlenstoff daher am besten geeignet. Ist allerdings eine hohe Reißdehnung gewünscht, wird hauptsächlich auf Glas zurückgegriffen.

Tab. 2-1: mechanische Eigenschaften der wichtigsten Fasermaterialien in der Pultrusion [40]

Eigenschaften	E-Glas	S-Glas	Kohlenstoff	Aramid
Dichte [g/cm ³]	2,6	2,5	1,8	1,5
Zugsteifigkeit [GPa]	70	80	210	60
Zugfestigkeit [MPa]	3.500	4.500	4.000	2.800
Reißdehnung [%]	4,8	5,4	1,5	2,3

Matrix: Wichtige Matrixwerkstoffe in der Pultrusion sind ungesättigtes Polyesterharz (UP), Vinylesterharz (VE) und Epoxidharz (EP). UP wird aufgrund der guten Verarbeitbarkeit und der geringen Materialkosten zu einem Großteil in der Pultrusion eingesetzt und hat einen Marktanteil von über 85 % [57]. Für Anwendungen mit einer erhöhten chemischen Beständigkeit wird VE eingesetzt. Die reinen Matrixkennwerte der drei genannten Werkstoffe liegen auf ähnlichem Niveau [58–60]. Speziell bei Belastungen quer zur Faserrichtung kommt bei EP allerdings die gute Faser-Matrix-Haftung zum Tragen. Hier ergeben sich Kennwerte, die 20–100 % höher liegen als bei UP oder VE. EP weist im Verbund speziell mit CF vergleichsweise die besten mechanischen Eigenschaften auf. Besonders bei Temperaturen oberhalb von 110 °C bleiben die mechanischen Eigenschaften erhalten [9, 54]. Jedoch sind einerseits die Materialkosten höher und andererseits beträgt die realisierbare Abzugsgeschwindigkeit rund ein Drittel von UP oder VE. Polyurethan (PU), als weiterer Matrixwerkstoff für die Pultrusion, verspricht höhere Abzugsgeschwindigkeiten mit ähnlichen Kennwerten wie EP [13, 57, 61, 62]. PU hat bei

Raumtemperatur jedoch eine Topfzeit von unter 30 min. Somit erfolgt die Imprägnierung des Faserpakets über eine geschlossene Imprägnierungskammer (siehe Abschnitt 2.1.3).

Die Matrixwerkstoffe können durch Additive angepasst werden [9, 40, 54]:

- **Trennmittel:** Bezogen auf die Hauptmatrixkomponente werden rund 1–6 Teile Trennmittel direkt in das Matrix-System gemischt. Als ein Bestandteil der Matrix, wird es dann internes Trennmittel (IMR) genannt. Ohne IMR lassen sich die genannten Matrixwerkstoffe nicht pultrudieren. Das IMR sorgt für eine glatte Bauteiloberfläche, ohne Pulver- und Riefenbildung, bei reduzierten Abzugskräften.
- **Füllstoff:** Zur Reduktion der Schwindung der Matrix und zur Erhöhung der Steifigkeit werden meist anorganische Füllstoffe wie Kaolin oder Kreide in die Matrix gemischt [63]. Die Materialkosten sinken durch den Einsatz von Füllstoffen, jedoch werden die mechanischen Eigenschaften reduziert, da die Füllstoffteilchen Mikrorisse induzieren.
- **Weitere Additive:** Zusätzlich können noch Farbstoffe, Entschäumer, Dispergierer und Viskositätsreduzierer hinzugefügt werden, um nur eine kleine Auswahl an Produktgruppen zu nennen. Für die Arbeit sind die genannten weiteren Bestandteile allerdings nicht relevant.

2.1.3 Imprägnierungsarten

Standardmäßig findet die Imprägnierung des Faserpakets mit der Matrix in einem offenen Imprägnierungsbad statt, wie in Abb. 2-2 schematisch dargestellt [64]. Die offene Imprägnierung stellt den Stand der Technik dar und wird mehrheitlich in der Pultrusion genutzt. Die Technik ist einfach und gewährleistet eine vollständige Imprägnierung der Fasern mit den meisten Matrix-Systemen. Abb. 2-5 stellt zwei Methoden der offenen Imprägnierung schematisch dar. Für komplexe Profile mit mehreren textilen Halbzeugen wird das Durchziehbad (Abb. 2-5 links) favorisiert. Hier ist eine geringe Umlenkung der Fasern ausreichend, sodass die Fasern sehr früh entsprechend der Profilgeometrie drapiert werden können. Ein großer Nachteil ist jedoch, dass die Matrix sowohl am Badeingang als auch am Ausgang durch die Führungslöcher der Fasern austritt. Die ausgelaufene Matrix muss aufgefangen und gegebenenfalls wieder zurück in das Bad gepumpt werden. Daher wird, wenn möglich, auf das Wannenverfahren (Abb. 2-5 rechts) zurückgegriffen. Sowohl die eingesetzte Matrixmenge als auch der Matrixaustritt aus dem Bad werden so erheblich reduziert.

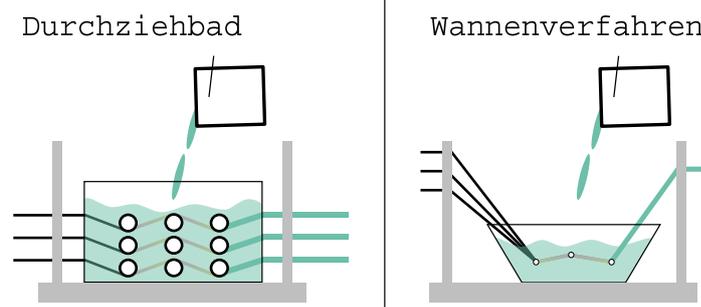


Abb. 2-5: offene Imprägnierung: Durchziehbad (links) und Wannenverfahren (rechts)

Das offene Imprägnierungsverfahren wird aufgrund seiner einfachen Nutzbarkeit mehrheitlich verwendet. Allerdings wird es schrittweise durch die geschlossene Imprägnierung ersetzt. Dabei wird direkt und kontinuierlich Matrix in die geschlossene Injektions- und Imprägnierungskammer (II-Kammer) injiziert. Die II-Kammer ist direkt an das Formgebungswerkzeug montiert und sorgt für die Imprägnierung des Faserpakets. Mit der geschlossenen Imprägnierung ist es möglich, Matrix-Systeme mit relativ kurzer Topfzeit einzusetzen [13, 14, 57]. Zudem werden die steigenden Anforderungen an die Arbeitssicherheit durch Reduktion der Emissionsgrenzwerte und die erhöhten Ansprüche an die Prozessreproduzierbarkeit (z. B. Automobil) erfüllt [14]. Daher wird die geschlossene Imprägnierung industriell bereits vereinzelt eingesetzt [19, 65]. Allerdings kann eine vollständige und gleichmäßige Imprägnierungsleistung nicht für alle Faser-Matrix-Systeme gewährleistet werden [24, 66].

Bereits veröffentlichte Publikationen fokussieren sich bei der Auslegung einer II-Kammer auf die Bereiche Kammergeometrie, Einlaufwinkel der Kammer, Gestaltung der Injektionspunkte und den sich aufbauenden hydraulischen Druck in der II-Kammer [67]. Die Bereiche werden im Folgenden genauer erläutert.

Abb. 2-6 stellt den Aufbau der geschlossenen Imprägnierung und drei aus der Fachliteratur und aus Patenten bekannte *Kammergeometrien* dar. Die Abbildung ist jedoch unvollständig, da industriell eingesetzte Geometrien meist nicht veröffentlicht werden. Die konische Kammer (Abb. 2-6 links) orientiert sich am Patent von Brown und hat an ihrem Eintritt eine Öffnung, die mehrfach größer als das Zielprofil ist [16]. Das Faser-Matrix-Paket wird dann über einen konstanten Winkel auf das Zielprofil kompaktiert. Die konische Kammer eignet sich für einfache Profile oder für eine reine unidirektionale Verstärkung mittels Rovings. Für komplexe Profile mit mehrlagigem Aufbau eignen sich die Geometrien „Tropfenform“ und „Hochdruck“ (Abb. 2-6 Mitte und rechts). Die nach ihrer Geometrie benannten „Tropfenform“ orientiert sich an dem Patent von Koppnaes [18]. Das Patent von Gauchel positionierte den Injektionspunkt bei der Hochdruckkammer (Abb. 2-6 rechts) beinahe am Ende der II-Kammer, in einem Bereich in dem das Faserpaket stark kompaktiert ist [68]. Er legt zu Grunde, dass die Durchlässigkeit (Permeabilität) des Faserpakets bei hoher Kompaktierung in Längs- und Querrichtung identisch ist, sodass die unter Hochdruck injizierte Matrix keine Vorzugsfließrichtung hat.

Die These kann jedoch nicht bestätigt werden [15]. Es gibt eine Reihe weiterer Geometrien, die allerdings Abwandlungen oder Kombinationen der drei genannten sind [34, 69–71].

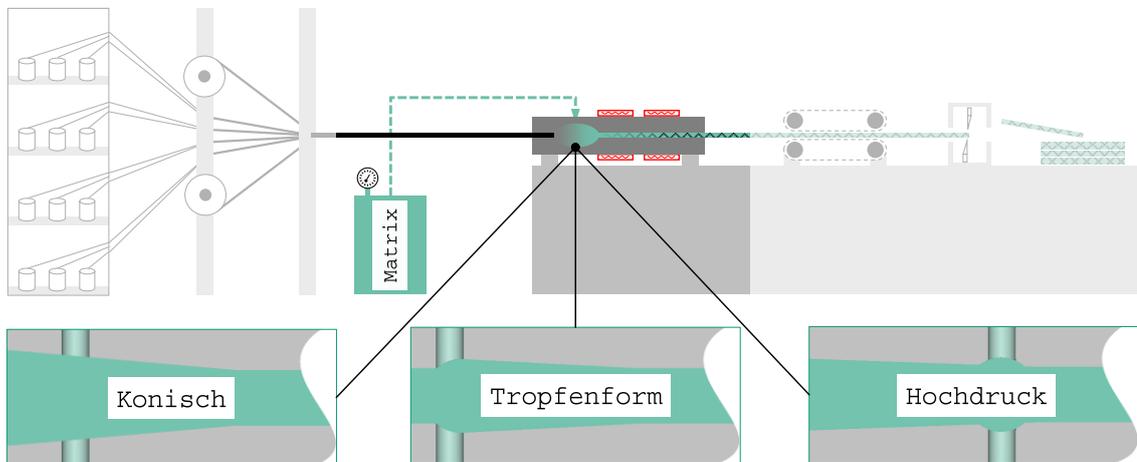


Abb. 2-6: geschlossene Imprägnierung: konisch (links), Tropfenform (Mitte), Hochdruck (rechts)

Der *Einlaufwinkel* ist je nach Kammergeometrie verschieden und hängt von der eingesetzten Faser, der Matrix und der gewünschten Abzugsgeschwindigkeit ab. Bei den Hochdruckkammern beträgt dieser $0,25\text{--}1,00^\circ$ und kann bei den anderen Geometrien auf mehrere Grad erweitert werden [16, 18, 68]. Der Einfluss des Einlaufwinkels wurde in mehreren Arbeiten untersucht und simuliert. Allgemein zeigt sich die Tendenz eines höheren hydraulischen Drucks bei flachem Einlaufwinkel und umgekehrt [15, 72–76].

Die *Position der Injektionspunkte* bestimmt darüber, mit wie viel Druck die Matrix injiziert werden muss. Je höher die Faserkompaktierung, desto höher ist auch der Injektionsdruck. Besonders bei einer hochviskosen Matrix werden die Fasern am Injektionspunkt zusätzlich kompaktiert, sodass die Imprägnierung erschwert wird [77]. Anstatt eines Injektionspunkts kann an dieser Stelle ein Injektionsschlitz eingesetzt werden [73].

Ein geringer *hydraulischer Druck* in der II-Kammer weist auf eine nicht vollständige Imprägnierung hin [15]. Der Injektionsdruck bei der Hochdruckkammer liegt im Bereich von 7 bis 15 bar und dient als Orientierung [68]. Der Druck kann durch folgende Faktoren maßgeblich erhöht werden: flacher Einlaufwinkel, lange II-Kammer, dicker Profilquerschnitt, direkte Ankopplung der II-Kammer an das Formgebungswerkzeug, hohe Abzugsgeschwindigkeit und Einsatz einer hochviskosen Matrix. All die genannten Faktoren beziehungsweise Auslegungsdetails sorgen für eine Erhöhung des hydraulischen Drucks und müssen im Hinblick auf das Faser-Matrix-System ausgewählt werden [72–76, 78–84].

2.1.4 Einflussfaktor Permeabilität

Die Betrachtung der Permeabilität als Messgröße stammt ursprünglich aus den Geowissenschaften. Sie wurde für die Durchlässigkeit von Wasser durch poröse Medien wie

Sand oder Gestein definiert und bezeichnet im Zusammenhang mit FVK die Durchlässigkeit des Faserpakets. Empirisch wurde durch Henry Darcy folgende Beziehung für den eindimensionalen Fall ermittelt [85]:

$$v = -\frac{K}{\eta} \Delta p \quad (2-1)$$

v ist die Fließgeschwindigkeit, K die Permeabilität, η die Viskosität und Δp die anliegende Druckdifferenz. Für eine rasche Imprägnierung wird eine hohe Fließgeschwindigkeit angestrebt, die sich laut Gleichung (2-1) durch eine geringe Viskosität, einen hohen Differenzdruck und eine hohe Permeabilität ergibt. Das Gesetz wird intensiv in der Faserverbundwelt genutzt, jedoch müssen folgende Vereinfachungen beachtet werden [30]: Nach dem Gesetz von Darcy muss die Flüssigkeit ein newtonsches Fließverhalten aufweisen und chemisch inert sein. Der Festkörper muss gleichmäßig porös und inkompressibel sein und die Imprägnierung findet bei einem bereits mit Flüssigkeit imprägnierten Festkörper statt. Die genannten Bedingungen treffen nur bedingt auf die realen Imprägnierungsbedingungen zu, da mit reaktiven, scherratenabhängigen Matrix-Systemen gearbeitet wird und ein Faserpaket aufgrund seiner unterschiedlich aufgebauten Lagen nicht homogen porös ist. Je nach Anwendungsfall muss daher das Gesetz um weitere Materialmodelle erweitert werden.

Während die Permeabilität hauptsächlich die Imprägnierung zwischen den Rovings beschreibt, stellt der Kapillardruck eine weitere wichtige Größe für die Imprägnierung innerhalb der Rovings dar. Eine Reduktion des Kontaktwinkels zwischen der Faser und der Matrix begünstigt eine rasche und vollständige Imprägnierung [86–88].

Zur rechnerischen Bestimmung der Permeabilität K wird meist die Kozeny-Carman-Gleichung angewandt, die ursprünglich ebenso aus den Geowissenschaften stammt [89].

$$K = \frac{R^2 (1 - V_f)^3}{4k V_f^2} \quad (2-2)$$

R ist der Faserradius, k der Kozeny-Faktor und V_f der Faservolumengehalt. Hierbei wird ebenso von einem isotropen Fließverhalten ausgegangen. Für V_f kleiner als 50 % ist die Gleichung nicht anwendbar, da die Grenzflächeneffekte zwischen den Faserlagen zunehmen [90]. Zudem wird beim Überschreiten des maximal möglichen Faservolumengehalts eine Permeabilität größer als null ermittelt. Daher muss zur Bestimmung der Permeabilität in Faserrichtung die Gleichung (2-2) mit einem angepassten Kozeny-Faktor angewandt werden. Quer zur Faserrichtung wird von Gebart folgende Gleichung vorgeschlagen [91]:

$$K_{\perp} = C_1 \left(\sqrt{\frac{V_{fmax}}{V_f}} - 1 \right)^{\frac{5}{2}} R^2 \quad (2-3)$$

Die Faktoren C_1 und V_{fmax} orientieren sich daran, ob von einer hexagonalen oder quadratischen Faseranordnung ausgegangen wird. V_{fmax} gibt den maximal möglichen Faservolumengehalt an, der zwischen 78,5 % für eine quadratische und 90,7 % für eine hexagonale Anordnung liegt. Aus den Gleichungen (2-2) und (2-3) ergibt sich, dass die Permeabilität bei gleichem Faservolumengehalt mit zunehmendem Faserradius ansteigt.

Die genannten Modelle werden durch empirisch ermittelte Faktoren angepasst. Es gibt unterschiedliche experimentelle Methoden (gesättigt, ungesättigt, radial, linear) zur Bestimmung der Permeabilität [92]. Die experimentelle Bestimmung der Permeabilität ist sehr aufwendig und mit einer hohen Streuung von bis zu einer Größenordnung verbunden [93]. Oft wird die Permeabilität für textile Halbzeuge ermittelt. In der Pultrusion werden dessen ungeachtet hauptsächlich Rovings eingesetzt, die eine noch höhere Anisotropie aufweisen. Bezerra ermittelte die Permeabilität von Rovings aus GF und CF experimentell über eine gesättigte radiale Messmethode, deren Werte in Tab. 2-2 aufgelistet sind [15]. K_1 gibt die Permeabilität in Faserrichtung und K_2 quer zur Faserrichtung an. Die Messergebnisse unterstreichen nochmals die starke Anisotropie der Rovings, bei denen zwischen den K_1 - und K_2 -Werten bis zu drei Größenordnungen liegen. Ebenso ist erkennbar, dass die Permeabilität der gemessenen GF um rund eine Größenordnung höher ist als bei CF.

In Abb. 2-7 sind die experimentell bestimmten Werte im Vergleich zu Gebarts Modell dargestellt. Bei GF (Abb. 2-7 links) ergibt sich in Faserrichtung eine gute Übereinstimmung mit Gebarts Modell und der effektive Radius wird nur minimal von 12 μm auf 13,5 μm vergrößert. Für CF (Abb. 2-7 rechts) ist eine größere Anpassung notwendig, da der effektive Radius von 3,5 μm auf 8 μm erhöht werden muss. Sowohl für Glas als auch für Kohlenstoff wurde in Faserrichtung eine geringere Permeabilität prognostiziert als experimentell gemessen.

Tab. 2-2: Permeabilitätswerte für GF und CF [15]

Material	V_f	K_1 [m^2]	K_2 [m^2]
Glasfaser Direktroving 3B 399A-AE, 4.800 tex	0,595	$(4,8 \pm 0,1) \times 10^{-12}$	$(5,4 \pm 0,9) \times 10^{-14}$
	0,654	$(2,4 \pm 0,1) \times 10^{-12}$	$(2,5 \pm 0,8) \times 10^{-14}$
Kohlenstofffaser SGL C T50-4.0/240-E100	0,624	$1,4 \times 10^{-12}$	$2,0 \times 10^{-15}$
	0,655	$(7,0 \pm 3,9) \times 10^{-13}$	$(1,6 \pm 0,6) \times 10^{-15}$

Quer zur Faserrichtung ergibt sich ein anderes Bild. Hier wird die Permeabilität um mehr als eine Größenordnung höher prognostiziert, sodass der effektive Radius um mehr als ein Drittel reduziert werden muss.

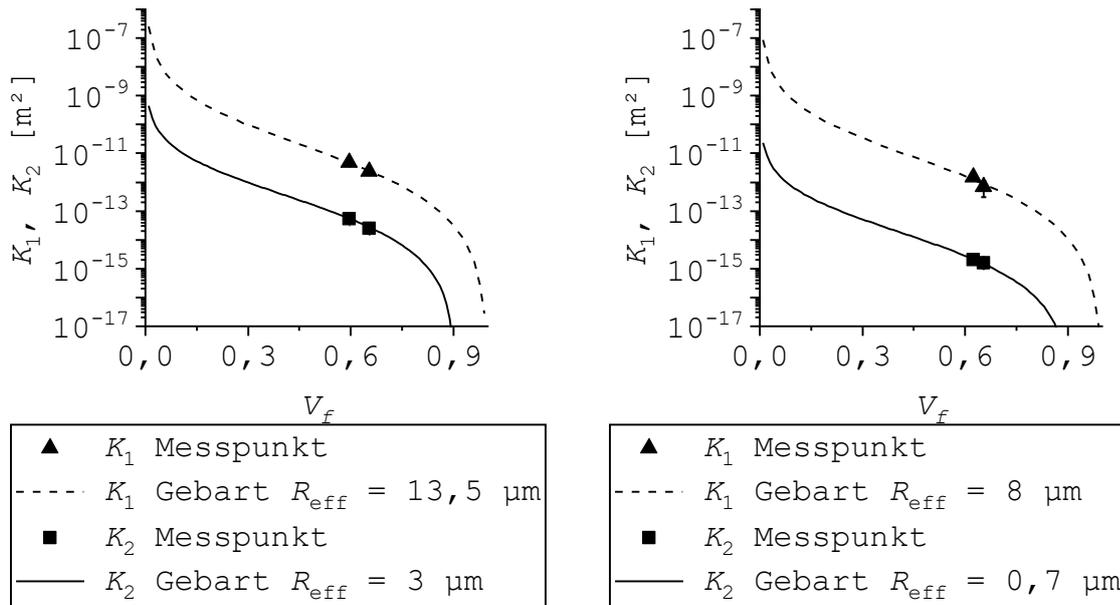


Abb. 2-7: Permeabilität im Vergleich zu den ermittelten Werten von Gebarts Modell (Gleichung (2-2) und (2-3)): GF (links) und CF (rechts) [15]

2.1.5 Einflussfaktor Kompressibilität

Der mechanische Druck im Formgebungswerkzeug zur Kompaktierung des zu pultrudierenden Faserpakets liegt in einem Bereich von 2 bis 3 bar [9]. Durch die Anzahl der textilen Halbzeuge und Rovings wird der mechanische Kompaktierungsdruck im Formgebungswerkzeug eingestellt. Ein zu geringer mechanischer Druck (zu geringer Formfüllgrad) erzeugt Matrixablagerungen an der Werkzeugkavität, die zur Riefenbildung auf dem Bauteil führen. Hohe Abzugskräfte entstehen hingegen, wenn der Formfüllgrad zu groß gewählt wurde. Produktionsstillstand oder Abreißen des Profils sind die Folge.

Das Prozessfenster zwischen zu hohem und zu niedrigem Formfüllgrad ist in Abhängigkeit zum Faser-Matrix-System sehr klein und benötigt mehrere Iterationen, bis die richtige Kombination getroffen wird. Die Kompressibilitätskurve hilft dabei, die Anzahl an Iterationen zu reduzieren. Jedes textile Halbzeug hat seine intrinsische Kompressibilitätskurve. Der Kurvenverlauf gibt den benötigten mechanischen Druck entsprechend dem Faservolumengehalt an und wird experimentell über einen Platte-Platte-Aufbau in einer Universalprüfmaschine ermittelt. Ein analytisches Modell zur Beschreibung der Kompressibilitätskurve wurde von Gutowski et al. entwickelt [94].

$$\sigma = 3\pi \frac{E}{\beta^4} \frac{\sqrt{\frac{V_f}{V_0} - 1}}{\left(\sqrt{\frac{V_{fmax}}{V_f} - 1} \right)^4} \quad (2-4)$$

σ steht für den mechanischen Druck, E für die Biegesteifigkeit der Fasern, β gibt das Verhältnis der Spannlänge zur Höhe des Fasernetzwerks an und V_0 ist der Faservolumengehalt im drucklosen Zustand.

Bezerra ermittelte experimentell die Kompressibilitätskurven von je einem Typ GF und CF über einen Platte-Platte-Aufbau. Es handelte sich um die gleichen Fasern, deren Permeabilitätswerte bereits im Abschnitt 2.1.4 in Tab. 2-2 aufgelistet sind [15, 95]. Die Kompressibilität wurde für Faserpakete, bestehend aus 80, 120 und 160 Rovings, jeweils für GF und CF untersucht. Abb. 2-8 stellt die Kompressibilitätskurven für die sechs Versuchsreihen dar. Der minimale Faservolumengehalt, der bei einem mechanischen Druck von 0 Pa ermittelt wird, lag bei beiden Faserarten bei rund 35 %. CF ließ sich leichter kompaktieren als GF und erreichte bei gleichem Kompaktierungsdruck einen höheren Faservolumengehalt. Zudem ist zu erkennen, dass auch die Anzahl an untersuchten Rovings einen Einfluss hat. Je höher die Anzahl an Rovings im untersuchten Faserpaket war, desto geringer war der Kompaktierungsdruck, um den gleichen Faservolumengehalt zu erreichen. Dies liegt an der besseren Faserdistribution des dickeren Faserpakets. Daraus ergeben sich für die Fasern mehr Möglichkeiten, eine optimale Position zu finden, sodass ein höherer theoretischer maximaler Faservolumengehalt erreicht werden kann.

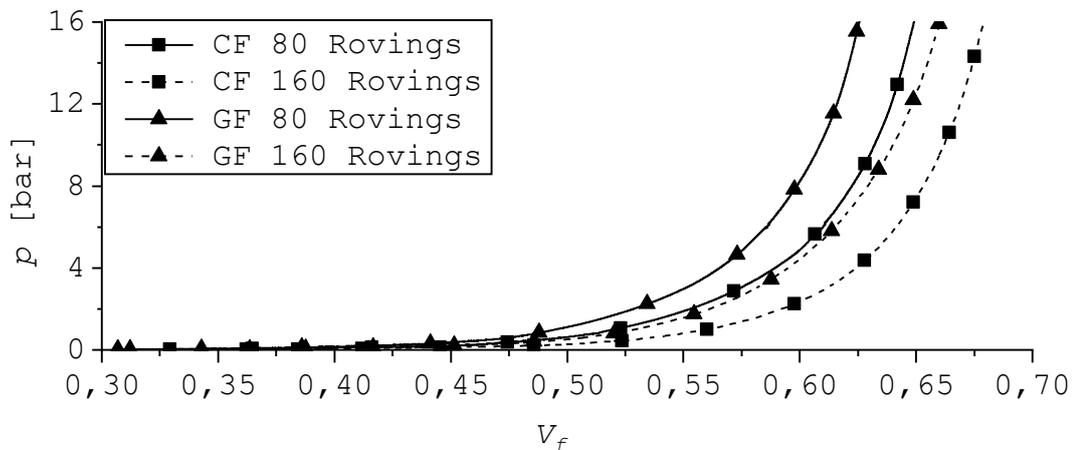


Abb. 2-8: Kompressibilitätskurven für Glas- und Kohlenstofffasern für eine unterschiedliche Anzahl an Rovings [15]

In Tab. 2-3 sind die ermittelten Werte aus Abb. 2-8 in das Gutowski-Modell übertragen worden. Es zeigt sich eine sehr gute Übereinstimmung des Modells mit den ermittelten Werten. Um die hohe Deckung zu gewährleisten, wurden β und V_{fmax} angepasst. Je besser sich die Fasern im Faserpaket arrangieren können, desto größer wird auch der Faktor β , der das Fasernetzwerk beschreibt.

Tab. 2-3: experimentell ermittelte Werte für GF und CF, angepasst an das Gutowski-Modell [15]

Material	Anzahl	β [mm]	V_0 [%]	V_{fmax} [%]
Glasfaser Direktroving 3B 399A-AE, 4.800 tex	80	1,08	35,0	88,0
	160	1,32	35,0	87,7
Kohlenstofffaser SGL C T50-4.0/240-E100	80	2,54	35,0	87,1
	160	3,09	35,0	87,2

2.1.6 Porengehalt und Faserwelligkeit

Während durch das Verfahren (siehe Abschnitt 2.1.1) und das eingesetzte Faser-Matrix-System (siehe Abschnitt 2.1.2) die Eigenschaften des Bauteils grundlegend definiert werden, wird die Streuung der Kennwerte durch die Umsetzung des Produktionsprozesses selbst festgelegt. Zwei wichtige Einflussgrößen sind hierbei der *Porengehalt* und die *Faserwelligkeit*.

Porengehalt: Der Vorkommen von Poren (Luftblasen im Bauteil) wird in drei Bereiche aufgeteilt [96]:

1. Poren zwischen den Rovings
2. Poren innerhalb eines Rovings
3. Poren innerhalb eines matrixreichen Bereichs

Die meisten Poren befinden sich in Bereich 3. Ein kritischer Wert für den Porengehalt kann nicht definiert werden, da die Größe, die Form, der Aufenthaltsort und die Belastungsart ebenso relevant sind [97]. Porengrößen bis 50 μm stellen ein geringes Schädigungspotenzial dar, solange deren Form nicht rissähnlich ist [98]. Allgemein sind Poren in matrixreichen Bereichen (Bereich 3) kritischer als zwischen oder innerhalb der Rovings (Bereich 1 und 2) [99]. Reduktionen der mechanischen Eigenschaften, insbesondere der Scherfestigkeit und -steifigkeit, treten auf [100]. Im Allgemeinen ist eine Einschränkung der Eigenschaften bei einem Porengehalt von 1 bis 4 % erkennbar. Bei einer zyklischen Biegebelastung soll z. B. ein Porengehalt erst ab 6 % einen Einfluss haben [101]. Jedoch wurde bei Chambers et al. bereits ab 2 % eine Abnahme der zyklischen Biegebelastung festgestellt [97].

Faserwelligkeit: Eine Störung der geometrischen Ausrichtung der Fasern im gefertigten Bauteil kann in drei Welligkeitsstufen unterteilt werden [102]. In Abb. 2-1 sind die drei Stufen schematisch dargestellt, die von links nach rechts in ihrer geometrischen Störung abnehmen. Links in der Abbildung zeigt sich eine gleichmäßige Faserwelligkeit über die gesamte Höhe verteilt. Im mittleren Schaubild nimmt die Welligkeit vom Zentrum her ab und ist beim rechten Schaubild auf einen kleinen Bereich lokal begrenzt. In der Pultrusion treten alle drei Stufen der Störung in gemischter Form auf und können bei der

offenen Imprägnierung maßgeblich durch die Faserführung begrenzt werden [63]. Die Standardabweichung der Faserwelligkeit liegt bei $1\text{--}2^\circ$ in Abzugsrichtung [103].

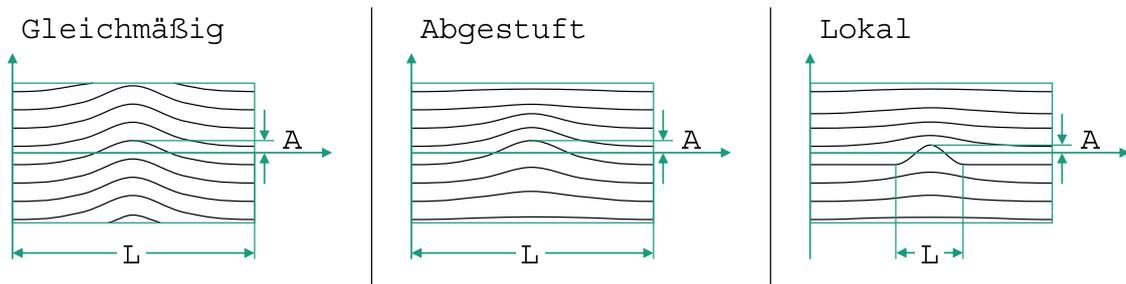


Abb. 2-9: drei Stufen der Faserwelligkeit: gleichmäßig (links), abgestuft (Mitte) und lokal (rechts) (nach [102])

Bei der gleichmäßigen Faserwelligkeit (Abb. 2-9 links) mit einer maximalen Abweichung von 15° fallen die Biegesteifigkeit um 40 %, die Druckfestigkeit um 75 % und die Ermüdungsfestigkeit um 30–50 % ab [102, 104–106]. Während die entsprechenden Kennwerte in Hauptbelastungsrichtung zurück gehen, steigen die mechanischen Eigenschaften in den zwei anderen Hauptbelastungsrichtungen [100]. Die Einflüsse sind bei der abgestuften Faserwelligkeit (Abb. 2-9 Mitte) mit einer maximalen Abweichung von 7° geringer. Hier reduzieren sich die Biegesteifigkeit um 6 % und die Druckfestigkeit um 30 %. Beide Werte bleiben damit deutlich unter denen der gleichmäßigen Faserwelligkeit [105]. Die lokale Faserwelligkeit hat mit ihrer kleinsten geometrischen Störung (Abb. 2-9 rechts) die geringsten mechanischen Einflüsse. Eine Reduktion der Druckfestigkeit von rund 10 bis 20 % kann bei einer maximalen Abweichung von 15° erwartet werden [105, 107]. Die meisten FVK versagen bei Druckbelastung aufgrund von Faserknickung. Insbesondere die Faserwelligkeit begünstigt diese Schadensart [103].

Beim Einsatz der geschlossenen Imprägnierung beeinflusst die inhomogene Faserausrichtung neben den Bauteileigenschaften auch den hydraulischen Druck im Formgebungswerkzeug. Simulativ wurden bei der Imprägnierung mit der konischen II-Kammer (Abb. 2-6 Mitte) deutlich höhere Werte am Eingang des Formgebungswerkzeugs berechnet, als real gemessen wurden [15]. Als Hypothese wurde die ungleichmäßige Faserverteilung angeführt. Bevorzugte Fließkanäle, in denen die überschüssige Matrix entgegen der Abzugsrichtung in die II-Kammer zurückfließt, sorgen für matrixreiche Zonen im Faserpaket und reduzieren den maximalen hydraulischen Druck. Der Unterschied zwischen Mess- und Simulationswert nimmt mit abnehmendem Faservolumengehalt zu. Dadurch wird die Hypothese weiter gestützt, da sich Fließkanäle bei einem geringeren Faservolumengehalt leichter bilden.

2.2 Leistungsschall

Der Abschnitt Leistungsschall stellt das Verfahren und seine Anwendungsfelder dar. Als Hauptmechanismus des LUS wird die Kavitation eingeführt und dessen Wirkung auf das Faser-Matrix-System erläutert. Abschließend werden Arbeiten aus der Schnittmenge Pultrusion-LUS vorgestellt.

2.2.1 Verfahren

Ultraschall beschreibt den akustischen Bereich oberhalb des menschlichen Hörbereichs von 20 kHz [108]. Durch eine hochfrequente elektrische Anregung einer Piezokeramik wird der Ultraschall erzeugt, wobei sich die Keramik entsprechend der angelegten Frequenz zusammenzieht oder ausdehnt. Die Anregung erfolgt durch die Eigenfrequenz. Daher haben die meisten Ultraschallwandler eine fest eingestellte Anregungsfrequenz und können nicht variiert werden. Die Eigenfrequenz selbst kann bei Piezokeramiken in einem Bereich von 20 kHz bis 5 MHz liegen [23].

Der Ultraschalltechnik eröffnet sich ein großer Anwendungsbereich, der von der Messtechnik bis hin zum Verschweißen von Bauteilen reicht. Zur Strukturierung gibt Tab. 2-4 eine Übersicht über zwei wichtige Anwendungsbereiche, die sich grundlegend durch ihre Schallintensität und -frequenz unterscheiden. Dem ersten Bereich der niedrigen Schallintensität und hohen Frequenz werden alle messtechnischen Anwendung zugeordnet, wie z. B. Entfernungsmessung, Fließfrontdetektion, Bildgebung in der Medizin und Bauteilcharakterisierung [108–111].

Tab. 2-4: Anwendungsbereiche des Ultraschalls aufgeteilt nach Intensitäts- und Frequenzbereich [108–112]

Größe	Bereich	Anwendung
Intensität	mW/cm ²	Fließfrontdetektion, Aushärtecharakterisierung, Bildgebung (Medizin), Entfernungsmessung, etc.
Frequenz	MHz	
Intensität	W/cm ²	Entgasung, Emulgierung, Dispergierung, Diffusion, Erhitzen, etc.
Frequenz	kHz	

Für die Arbeit ist der zweite Bereich und damit der Leistungsschall (LUS) relevant. Als LUS wird eine Schallintensität größer 1 W/cm² definiert, mit einem Frequenzbereich von 20 bis 100 kHz [25, 26, 112, 113]. Abb. 2-10 zeigt eine Ultraschallprozesskette die aus Generator (1), Wandler (2), Booster (3) und Sonotrode (4) besteht.

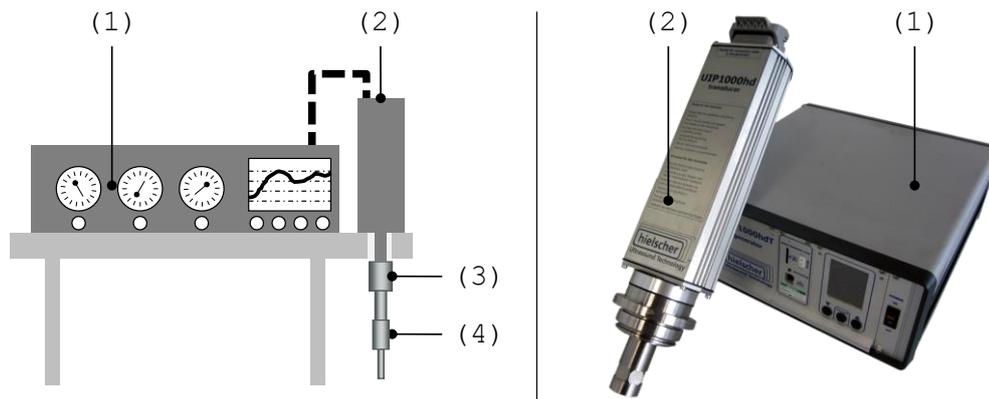


Abb. 2-10: Gesamtansicht einer Ultraschallprozesskette: schematisch (links) und real (rechts)

Der Generator erzeugt das elektrische Signal, welches im Wandler (2) über eine Piezokeramik in eine mechanische Schwingung umgewandelt wird. Über den Generator wird die Schwingungsamplitude eingestellt. Jedoch hat der Wandler einen festen Amplitudenbereich, der über den Booster bis zum Faktor drei verstärkt beziehungsweise verringert wird [114]. Die mit dem Booster fest verschraubte Sonotrode ist das Werkzeug des Ultraschallprozessors und überträgt die Schwingungen auf das zu beschallende Medium.

Als Werkstoff für die Sonotrode werden wahlweise Aluminium (Prototyp), Titan (Standardanwendung) oder gehärteter Stahl (Serienanwendung) verwendet [114]. Jede Sonotrode hat einen Schwingungsknotenpunkt, an dem sie für einen Einbau fixiert werden kann. In Abb. 2-11 ist der Knotenpunkt durch die senkrechte, grün gestrichelte Linie markiert. Abb. 2-11 zeigt zudem unterschiedliche Geometrien, die abhängig zu der Anwendung eingesetzt werden [25].

- zylindrische Sonotrode: weist keine Veränderung der Amplitude auf
- konische Sonotrode: verändert die Amplitude entsprechend dem Verhältnis D/d bis maximal Faktor vier
- exponentiell konische Sonotrode: Verändert die Amplitude ebenso wie die konische Sonotrode im Verhältnis D/d , jedoch ist hier der maximale Faktor größer als vier.
- gestufte Sonotrode: Weist höhere innere mechanische Spannungen auf und muss bei der Gestaltung entsprechend beachtet werden. Der Veränderungsfaktor wird über die Flächen ermittelt.

Der Anwendungsbereich des LUS wurde bereits in Tab. 2-4 dargestellt und zeigt lediglich einige Beispiele. Darüber hinaus wird LUS für die chemische Synthese, in der Polymertechnologie, zum Homogenisieren, für die kontaminationstolerante Verklebung, zum Entgasen von Aluminiumschmelzen und in vielen weiteren Bereichen eingesetzt [23, 25, 29, 112, 115–122].

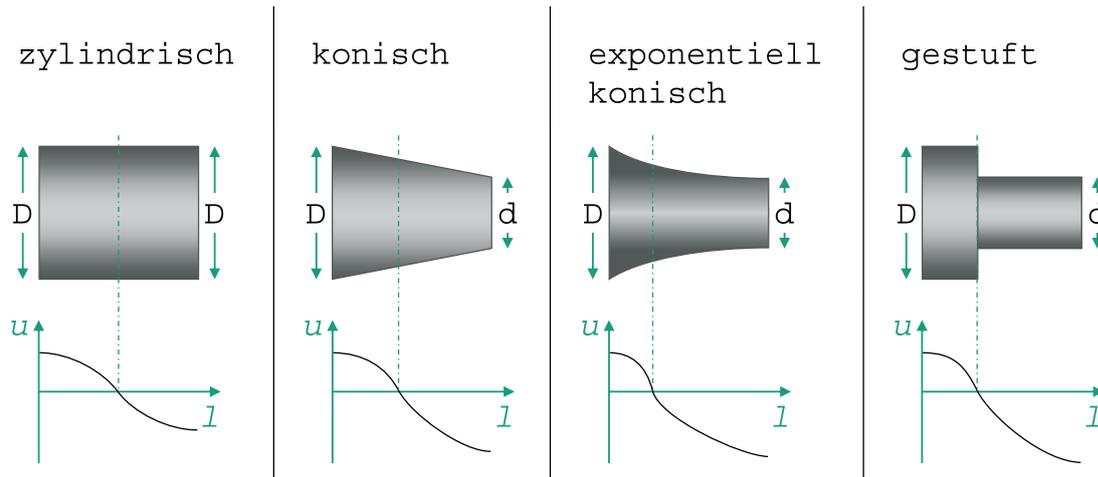


Abb. 2-11: unterschiedliche Sonotrodengeometrien mit der Amplitudenentwicklung über die Länge der Sonotrode (nach [25])

2.2.2 Kavitation

Die genannten Anwendungsbereiche des LUS im Abschnitt 2.2.1 beruhen alle auf dem Effekt der Kavitation. Die Kavitation entsteht bei ausreichend hohen Schalldrücken, bei denen die Zugfestigkeit der Flüssigkeit überschritten wird. Hierbei bilden sich in der Flüssigkeit Hohlräume/Blasen, die leer (wahre Kavitation), mit Gas oder Wasserdampf gefüllt sind [23, 25]. 1704 wurde der Begriff „Kavitation“ erstmals von Newton dokumentiert und später in Form von Materialabplatzungen an Schiffsschrauben identifiziert [26–28].

Rayleigh definierte 1907 erstmals den Begriff der „Kavitation“, die vornehmlich durch gelöste Gase in Flüssigkeiten, an Grenzflächen oder in Mikrorissen entsteht [123, 124]. Plesset [125], Noltingk und Neppiras [126], und Poritsky [127] haben die Definition weiterentwickelt und formulierten die weitreichende Rayleigh-Plesset Bewegungsgleichung einer kollabierenden Kavitationsblase.

$$R\ddot{R} + \frac{3}{2}\dot{R}^2 = \frac{1}{\rho} \left\{ P_v - P_\infty(t) + P_{g0} \left(\frac{R_0}{R} \right)^{3\gamma} - 2 \frac{\sigma}{R} - 4\mu \frac{\dot{R}}{R} \right\} \quad (2-5)$$

Dabei ist $\dot{R} = \frac{dR}{dt}$, $\ddot{R} = \frac{d^2R}{dt^2}$, ρ die Dichte der Flüssigkeit, P_v der Dampfdruck der Flüssigkeit, $P_\infty(t)$ der Druck der Flüssigkeit, P_{g0} der initiale Dampfdruck in der Blase, R_0 der initiale Blasenradius, R der aktuelle Blasenradius, γ der adiabatische Exponent, σ die Oberflächenspannung der Flüssigkeit und μ die Viskosität der Flüssigkeit.

Es muss zwischen zwei unterschiedlichen Kavitationsarten unterschieden werden [23]:

1. stabile Kavitation
2. transiente Kavitation

Ohne Schallanregung lösen sich Gasblasen in einer Flüssigkeit auf. Die Gasblasen versuchen einen Gleichgewichtszustand zu erreichen und folgen der Beziehung $2 \cdot \sigma / R$. Durch Schallanregung wird ein schnell wechselndes Druckfeld aufgebaut: Kleine Gasblasen gehen weiterhin in der Flüssigkeit in Lösung. Jedoch werden Gasblasen ab einem bestimmten Radius durch die Schallanregung stabilisiert und können daher nicht mehr in der Flüssigkeit in Lösung gehen. Im stabilen Zustand findet kein Gasaustausch zwischen den Gasblasen und der Flüssigkeit statt. Der Zustand wird deshalb als stabile Kavitation bezeichnet. Eine stabile Kavitation tritt in einem Bereich von 1 bis 3 W/cm² auf [112]. Der Zustand kann über mehrere Schwingungsperioden stabil bleiben. Bei der gleichgerichteten Diffusion nehmen die Gasblasen in der Unterdruckphase gelöstes Gas aus der Flüssigkeit auf (siehe Abb. 2-12). In der Überdruckphase diffundiert weniger bis kein Gas zurück in die Flüssigkeit. Grund dafür ist die reduzierte Oberfläche der Gasblasen, da sich der Radius unter Druck verringert.

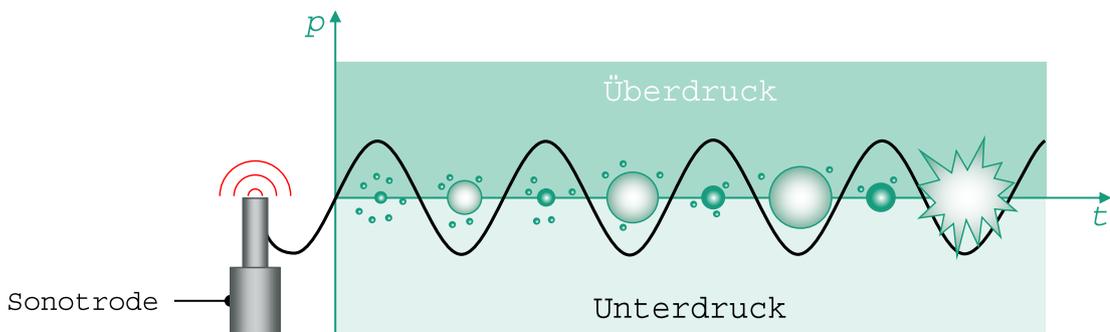


Abb. 2-12: Bildung einer transienten Kavitationsblase durch LUS (nach [26, 128])

Über mehrere Schwingungsperioden hinweg vergrößern sich die Radien der Gasblasen bis zu einem kritischen Punkt. Innerhalb einer halben Periode nimmt der Radius um mehr als das Doppelte zu. Die Gasblasen kollabieren dann innerhalb eines Bruchteils einer Millisekunde [129]. Diese Gasblasen werden als transiente Kavitation bezeichnet und sind für die meisten LUS-Effekte verantwortlich. Transiente Kavitation tritt meist ab 10 W/cm² auf [112]. In Abb. 2-13 ist eine in sich kollabierende Kavitationsblase dargestellt. In der Mitte ist ein Jetstream erkennbar, der Geschwindigkeiten von 50 bis 150 m/s aufweist [112]. Innerhalb der kollabierenden Kavitationsblase herrschen extreme Bedingungen vor: rund 5000 K innerhalb (Gasphase) und 2000 K an der Oberfläche der Gasblase (Flüssigphase). Die Drücke bewegen sich in einem Bereich von 10^9 bis 10^{10} Pa [23, 130].

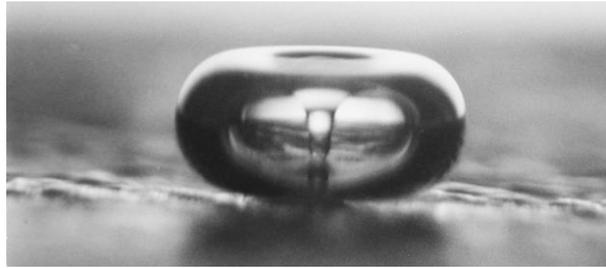


Abb. 2-13: kollabierende Kavitationsblase: Mittig ist ein Jetstream erkennbar [131]

Gelöste Gase oder Unreinheiten in der Flüssigkeit aber auch raue Wandoberflächen dienen als Keime und lassen die Kavitation früher entstehen als theoretisch vorhergesagt [132]. Neben den genannten Faktoren gibt es eine Reihe weiterer Parameter, die im Folgenden beschrieben werden [23, 25, 26, 30, 123, 127, 133–135]:

Frequenz: Je höher die LUS-Frequenz ist, desto höher muss die Leistung sein, um die Kavitation zu erzeugen. Auf Grund der kurzen Wellenlänge entstehen viele kleine Kavitationsblasen mit jeweils geringer Intensität.

Viskosität: Der Wirkungsbereich des LUS sinkt, je höher die Viskosität der Flüssigkeit ist, da diese dämpfend wirkt. Der Kavitationseffekt der einzelnen Kavitationsblase steigt dadurch. Je höher die Viskosität ist, desto höher ist die benötigte LUS-Leistung bei gleicher Amplitude und umgekehrt.

Dampfdruck: Ein hoher Dampfdruck kann die Kavitation auf nahezu null reduzieren. Jedoch nimmt die Intensität eines Blasenkollapses zu, da bereits im Kompressionszyklus ein Teil des Dampfes in der Kavitationsblase kondensiert.

Gekapseltes Gas: Gase mit einem hohen Polytropenverhältnis cp/cv erhöhen die Energie beim Blasenkollaps.

Temperatur: Ein Temperaturanstieg erhöht gleichzeitig den Dampfdruck der Flüssigkeit, wodurch die Kavitation leichter und daher mit weniger Energie kollabiert.

Intensität: Eine Anhebung der Leistung erhöht in der Regel auch den Kavitationseffekt. Zur Bildung von Kavitation muss ein Schwellenwert überschritten werden. Die Blasen-geschwindigkeit nimmt dann linear zur Leistung zu. Mit Steigerung der Amplitude vergrößert sich auch der Kavitationsbereich.

Externer Druck: Durch Erhöhung des externen Drucks werden die Kavitationsblasen kleiner und kollabieren mit mehr Energie.

Wenn chemische Reaktionen durch LUS beschleunigt oder beeinflusst werden, dann handelt es sich um einen sonochemischen Effekt [115, 136]. Der Effekt des LUS auf chemische Reaktionen folgt meist aus der transienten Kavitation und kann in fünf Gruppen eingeteilt werden [23]:

- chemische Reaktionen innerhalb der Kavitationsblase bei hohen Temperaturen und Drücken

- chemische Reaktionen am Übergangsbereich zwischen Gas und Flüssigkeit
- chemische Reaktionen aufgrund der hohen Drücke der umliegenden Flüssigkeit
- Effekte aufgrund des nicht linearen Blaskollapses an Begrenzungsflächen
- verstärkter Massen- und Wärmetransport durch Mikro- und Makromischen

Die genannten Gruppen werden durch folgende Theorien genauer spezifiziert [23]:

Hot-Spot-Theorie: In einer Kavitationsblase herrschen sehr hohe Drücke (10^{10} Pa) und Temperaturen (5000 K), die es ermöglichen, chemische Reaktionen mit einer hohen Starttemperatur zu initiieren. Im Normalfall wird die gesamte chemische Flüssigkeit erwärmt. Durch den LUS jedoch bleibt die Temperatur der gesamten Flüssigkeit gering und die notwendigen extremen Bedingungen werden mittels LUS nur lokal an der Sonotroden spitze erzeugt.

Schockwellen-Theorie: Das Kollabieren einer Kavitationsblase führt zu einer Schockwelle in der Flüssigkeit. Partikel oder Makromoleküle, die in diese Schockwelle geraten, werden aufgrund der hohen Geschwindigkeitsgradienten in kleine Stücke zerteilt.

Förderung der Übertragung einzelner Elektronen: Ionische bimolekulare nukleophile Substitutionsreaktionen werden auf radikalische Mechanismen begründet, bei denen eine radikalische Reaktion durch den Übergang eines einzelnen Elektrons gemäß folgender Gleichung erfolgt: $RX + Y^- \rightarrow R^- + Y$. LUS kann den Reaktionsweg beschleunigen oder den Reaktionsweg zu einem anderen Produkt verschieben.

Reinigung: Schockwellen, Mikroströmungen oder Mikrojets sind für die Reinigung von festen Oberflächen sehr effizient.

Mechanische Aktivierung: Mit Hilfe des LUS können passivierte Oberflächen entfernt werden. Zudem ist es möglich, Feststoffe wie Salze oder Metalle in kleine Stücke zu zerteilen.

2.2.3 Einfluss auf die Faser

Die Schwingungsanregung durch LUS wird im folgenden Abschnitt weiter gefasst. Es werden nicht nur Frequenzen oberhalb von 20 kHz betrachtet, sondern auch Schwingungsanregung bei niedrigeren Frequenzen (1–400 Hz) erläutert. Besonders im niedrigen Frequenzbereich tritt der Effekt ein, dass ein Faserpaket stärker kompaktiert werden kann, als bei einer statischen Kompaktierung möglich wäre. Kruckenberg et al. untersuchten für GF- und CF-Gewebe die Kompaktierungskurve bei einer Anregungsfrequenz von 1 bis 10 Hz [137]. Es zeigte sich, dass eine Steigerung des Faservolumengehalts beim GF-Gewebe von bis zu 16 % und beim CF-Gewebe von bis zu 6 % möglich ist. Ähnliche Untersuchungen mit entsprechendem Ergebnis wurden von Gutiérrez et al. durchgeführt [138]. In einem Frequenzbereich von 10 bis 300 Hz und einer Amplitude von 50 bis 100 μm wurden GF-Gewebe und -Gelege während der Kompaktierung angeregt und die Kompaktierungskurve aufgezeichnet. Hieraus ergab sich, dass besonders

bei niedrigen Frequenzen eine höhere Kompaktierung im Vergleich zur statischen Kompaktierung erreicht wurde und der Faservolumengehalt dabei um rund 10 % erhöht werden konnte. Als Grund der höheren Kompaktierung wurde eine bessere Verteilung der Fasern angenommen [139]. Durch die Schwingungsanregung wurde eine bessere Spreizung der Fasern erreicht und somit eine gleichmäßigere Faserverteilung möglich [86].

Yamahira et al. zeigten, dass Fasern mit LUS gezielt ausgerichtet werden können [140]. Eine wässrige Zuckerlösung mit Polystryrolfasern wurde in ein Becherglas gefüllt und anschließend mit den Frequenzen 25 und 46 kHz beschallt. In der wässrigen Zuckerlösung bildete sich eine stehende Welle aus, an der sich die Fasern ausrichteten. Abb. 2-14 zeigt links den Zustand ohne Schwingungsanregung, bei dem eine unregelmäßige Anordnung der Fasern vorliegt. Durch Aktivierung der Beschallung ordneten sich die Fasern gemäß der sich ausbildenden stehenden Welle aus (Abb. 2-14 rechts).

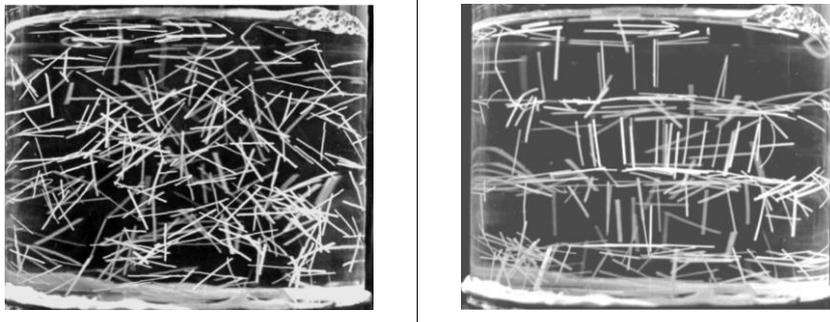


Abb. 2-14: Polystryrolfasern in einer wässrigen Zuckerlösung: ohne Beschallung (links) und mit Beschallung bei 46 kHz (rechts) [140]

Zur Oberflächenmodifikation von Verstärkungsfasern wird zumeist eine Plasma- oder chemische Behandlung durchgeführt. Ebenso kann hierfür LUS eingesetzt werden [141]. Durch Beschallung von Aramidfasern ließ sich die Anzahl der Mikroporen an der Oberfläche erhöhen, sodass der Sauerstoffgehalt an der Faseroberfläche anstieg, da nach der Reinigung der Fasern weiterhin Harzrückstände in den Mikroporen verblieben [133]. Ein höherer Sauerstoffgehalt führte zu einer besseren Faser-Matrix-Haftung [142]. Huang et al. konnten den Sauerstoffgehalt auch für CF um 17 % erhöhen. Hierfür wurden die Fasern mit einem Epoxidharzsystem imprägniert und anschließend mit LUS beschallt [143]. Christensen et al. gaben zu bedenken, dass die maximale LUS-Amplitude bei direkter Beschallung auf die Fasern kleiner als der Faserdurchmesser sein sollte, um eine Faserverschiebung und Beschädigung zu vermeiden [144].

2.2.4 Einfluss auf die Matrix

Die Wirkung des LUS auf die Matrix ist mannigfaltig und auf die transiente Kavitation zurückzuführen. Im Folgenden wird der Einfluss auf *Viskosität*, *Oberflächenspannung*, *Mischen*, *Aushärtegrad*, *chemische Veränderung*, *Entgasung* und *Temperatur* genauer erläutert.

Viskosität: Die Einkopplung des LUS in eine Matrix führt meist zu einer Reduktion der Viskosität. Holtmannspötter et al. haben den Effekt in einem mit LUS-Anregung modifizierten Rheometer an einem Epoxidsystem untersucht [113, 122]. Unmittelbar nach Aktivierung des LUS sank die Viskosität um 1–2 Größenordnungen. Nach Deaktivierung stieg die Viskosität nach wenigen Sekunden wieder auf ihren Ursprungswert. Die Reduktion der Viskosität beruht auf vier physikalischen Hintergründen:

- Die Anregung einer Matrix mit LUS erhöht die Temperatur und reduziert damit die Viskosität direkt [112, 133, 145, 146].
- Speziell bei einer thermoplastischen Matrix können Polymerketten durch Einkopplung von LUS zerstört werden. Der Prozess ist nicht reversibel. Kürzere Polymerketten führen in der Regel zu einer reduzierten Viskosität [112].
- Scherverdünnende (strukturviskose) Matrix-Systeme reduzieren ihre Viskosität unter Scherbelastung. Der Effekt kann bei niedrigen Frequenzen sehr gut nachgewiesen werden. Bei höheren Scherraten nimmt zeitgleich die Temperatur zu, sodass eine Trennung der Wirkung kaum möglich ist [86, 147–149].
- Thixotrope Matrix-Systeme weisen ein zeitabhängiges Fließverhalten auf. Während die Ausgangsviskosität bei strukturviskosen Systemen direkt nach der Beanspruchung wieder erreicht wird, liegt bei einem thixotropen System eine zeitliche Verzögerung vor [150]. Mit LUS können z. B. Wasserstoffbrückenbindungen aufgelöst werden, die nach der Beschallung eine gewisse Zeitspanne für den Aufbau von neuen Verbindungen benötigen. Für Klebstoffe und Carrageene wird diese Eigenschaft genutzt [112, 122, 151].

Oberflächenspannung: Liu et al. behandelten ein Epoxidsystem mit LUS und konnten eine Reduktion der Oberflächenspannung um 27 % ermitteln [133]. Weitere Veröffentlichungen mit diesem Effekt konnten nicht gefunden werden.

Mischen: Baldyga et al. unterteilten den Mischprozess entsprechend dem Mischvorgang in drei Stufen [152]:

- Makro-Mischen: Die Skala der Mischvorgänge liegt im Bereich von Zentimetern und größer.
- Meso-Mischen: Die Skala liegt im Bereich von Millimetern. Haupteffekt des Mischvorgangs sind die Trägheitskräfte der flüssigen Elemente, bis die Viskositätskräfte überwiegen.
- Mikro-Mischen: Die Skala liegt im Bereich von Mikrometern und kleiner. Das Mischen erfolgt auf molekularer Ebene.

Entsprechend den drei genannten Stufen bewegt sich LUS im Bereich des Meso- und Mikro-Mischens. Die beschallte Flüssigkeit bewegt sich auf Meso-Ebene, die Kavitation hingegen findet im Bereich der Mikroebene statt. Die interlaminaire Scherfestigkeit (ILSS) und die Zugfestigkeit lagen bei Epoxidharzsystemen – gemischt durch LUS – auf ähnlichem Niveau. Für eine gute Mischung waren insbesondere der Druck und die gewählte Amplitude (mindestens 50 μm) relevante Prozessgrößen. Bei gleichbleibender

Amplitude und steigendem Druck nahm die Leistung zu. Diese sollte jedoch bei temperaturkritischen Epoxidsystemen unterhalb von 700 Watt bleiben [30, 153]. Das Mischen auf Mikro-Ebene war für Kohlenstoffnanoröhrchen besonders vorteilhaft [117].

Aushärtegrad: Allgemeine Tendenz bisheriger Veröffentlichungen ist, dass mittels LUS behandelte Epoxidharzsysteme eine leichte Erhöhung des Aushärtegrades aufwiesen [30, 112]. Der Aushärtegrad wurde indirekt über die Glasübergangstemperatur (T_g) bestimmt. In Kombination mit CF (mit Epoxidschlichte) zeigte sich bei Bogoeva-Gaceva et al. eine deutliche Erhöhung des T_g um 10 K und eine gleichzeitige Erhöhung der Degradationstemperatur um 13 K [154].

Chemische Veränderung: In den Veröffentlichungen wurde die chemische Veränderung durch ein Fourier-Transformations-Infrarotspektrometer (FTIR) bestimmt. Weitere Informationen zur Messtechnik werden im Abschnitt 3.3.1 aufgeführt. Es zeigten sich keine chemischen Veränderungen, die unmittelbar auf die Behandlung durch LUS zurückzuführen sind [122, 133, 145, 155].

Entgasung: Die entgasende Wirkung des LUS ist bekannt (siehe Tab. 2-4). Neben Matrix-Systemen konnten Metallschmelzen (Aluminium und Kupfer) durch LUS sehr effektiv entgast werden [156–161].

Temperatur: LUS erhöht die Temperatur der beschallten Matrix. Der Zusammenhang zwischen eingebrachter Leistung und Temperaturanstieg ist linear [30, 162].

2.2.5 Einfluss auf das Faser-Matrix-System

Zur Beschreibung der Wirkung des LUS auf das Faser-Matrix-System setzten die Veröffentlichungen den Fokus einerseits auf die *Imprägnierungsleistung* und andererseits auf die resultierenden *mechanischen Eigenschaften*, die im Folgenden genauer erläutert werden:

Imprägnierungsleistung: Zur Bestimmung der Imprägnierungsleistung wurde ein Rovingstrang (GF, CF und Aramidfasern) mit einer Matrix imprägniert und anschließend dessen Gewicht jeweils mit und ohne Beschallung durch LUS ermittelt. Auf Grund der Beschallung nahm das Gewicht, also der Matrixgehalt durchwegs um 2-15 % zu [133, 155, 163, 164]. Bei einer CF mit Epoxidschlichte sorgte LUS besonders zu Beginn der Matrixaufnahme für eine um bis zu 15 Prozentpunkten schnellere Matrixaufnahme im Vergleich zu einer unbeschlichteten Faser [24]. Für die bessere Benetzung wurden die reduzierte Viskosität und Oberflächenspannung der Matrix angeführt [133, 165, 166].

Untersuchungen zur niederfrequenten Anregung zeigten einen positiven Einfluss auf den Porengehalt. Ghiorse et al. überlagerten den Infiltrationsvorgang beim Vakuumsackverfahren mit einer niederfrequenten Anregung im Bereich von 40 bis 50 Hz. Der Porengehalt reduzierte sich von 2,5 auf 1,2 %, wie auch die Anzahl der Poren, die um 59 % abnahmen. Die Porengröße nahm um 10 % zu [167]. Muric-Nesic et al. untersuch-

ten einen breiteren Frequenzbereich von 10 bis 50 Hz und erreichten die besten Ergebnisse im Bereich der Eigenfrequenz von 10 Hz. Hierbei reduzierte sich der Porengehalt von 5 auf 2 % [168, 169]. Allgemein zeigte sich, dass mit steigender Anregungsfrequenz die verbliebenen Poren im Bauteil kleiner und feiner verteilt wurden [86].

Mechanische Eigenschaften: Der Fokus wurde bei den mechanischen Untersuchungen auf die Faser-Matrix-Haftung gesetzt. Liu et al. ermittelten den Kennwert über einen Micro-Bond-Test, bei dem am Filamentende einer Aramidfaser ein Tropfen Epoxidharzsystem mit LUS behandelt und danach eingebettet wurde. Bei einer Amplitude von 30 μm erhöhte sich die Faser/Matrix-Grenzflächenspannung um rund 20 % [133]. Huang et al. verfolgten den gleichen Ansatz wie Liu, verwendeten jedoch CF anstatt Aramidfasern [155]. Auch hier zeigte sich beim Pull-Out-Test im Vergleich zur unbehandelten Faser eine Steigerung der Scherfestigkeit um 15 %. Zusätzlich wurde ein weiterer Test ausgeführt, bei dem ein Rovingstrang mit einem Epoxidharzsystem imprägniert, mit LUS behandelt und danach von der Matrix durch eine 48 Stundenwäsche mit Aceton als Lösungsmittel gereinigt wurde. Anschließend führten sie einen Pull-Out-Test mit einem unbehandelten Epoxidharzsystem durch. Durch LUS konnte eine Steigerung der Scherfestigkeit um bis zu 35 % erreicht werden [143]. Die Resultate für CF konnten auch durch Bogoeave et al. nachgewiesen werden [24, 154]. Als Gründe wurden aufgeführt, dass sich ein homogenes Matrixnetzwerk aufbaute, die Imprägnierung aufgrund der geringeren Viskosität verbessert wurde und die Kavitation die Matrix besser zwischen den Filamenten verteilte. Insbesondere Fasern mit einer Epoxidschichte wiesen verbesserte Eigenschaften durch eine Behandlung mit LUS auf [154].

Anstelle von LUS untersuchten Zhou et al. die Aushärtung des Epoxidharzsystems über einem Mikrowellenfeld. Bei der Aushärtung von CF zeigte sich eine Verbesserung der Faser/Matrix-Grenzflächenspannung von über 50 % im Vergleich zur konventionellen thermischen Aushärtung. Als Gründe wurden angeführt, dass die reduzierte Viskosität eine bessere Imprägnierung erlaube und dass die Mikrowellen speziell bei CF eine hohe Heizrate an der Faser-Matrix-Interphase ermögliche. Bei GF trat wegen der geringen Absorption der Mikrowellenenergie keine hohe Heizrate auf. Die Messwerte ergaben hier keine verbesserten Eigenschaften der Faser/Matrix-Grenzflächenspannung auf [165].

2.2.6 Integration in die Pultrusion

Die Idee, LUS in der Pultrusion einzusetzen, spiegelt sich in zahlreichen Patenten wider, die über einen Zeitraum von 1969 bis 2012 offengelegt oder angemeldet wurden. Auf der anderen Seite gibt es allerdings wenige wissenschaftliche Veröffentlichungen in der Schnittmenge von Pultrusion und LUS. In einer Veröffentlichung wurde LUS direkt in das Formgebungswerkzeug integriert und mit 15 kHz angeregt. Bei der Verarbeitung eines Epoxidharzsystems konnte durch LUS die Abzugskraft reduziert, die Oberflächenqualität verbessert und der Faservolumengehalt zusammen mit der Längs- und Quersfes-

tigkeit über 20 % erhöht werden [170, 171]. In Ermangelung wissenschaftlicher Veröffentlichungen wird im Folgenden daher der Fokus auf die wichtigsten Patente gelegt. Entlang der Prozesskette der Pultrusion (siehe Abb. 2-2) werden die Patente nach ihren Grundprinzipien vorgestellt: *Faserführung*, *Imprägnierung* und *Formgebungswerkzeug*.

Faserführung: Lubisch et al. beschreiben in ihrem Patent die Anregung von Faserführungselementen wie Stangen oder Faserführungsplatten mittels niederfrequenter Schwingung. Ziel der Erfindung ist es, die Verstärkungsmaterialien möglichst reibungsfrei und homogenisiert zu führen [172].

Imprägnierung: Viele Patentanmeldungen beschreiben die Integration des LUS oder allgemein formuliert eine schwingende Anregung in ein offenes Imprägnierungsbad (siehe Abb. 2-5) [173–180]. Das schwingende Element wird direkt in die Matrix oder direkt auf den Faserstrang im offenen Imprägnierungsbad positioniert und schwingt dort in einem Bereich von wenigen Hz bis in den MHz-Bereich. Ziel der Integration ist es, eine homogenere und verbesserte Imprägnierung der Rovings zu erreichen. Die imprägnierten Rovings werden standardmäßig über Abstreiferplatten zum Formgebungswerkzeug geführt, sodass ein Teil der überschüssigen Matrix bereits vor Eintritt in das Werkzeug abgestreift wird. Fuse et al. beschreiben die Integration des LUS an der Abstreiferplatte mit dem Ziel, die Viskosität der Matrix zu reduzieren, ohne dessen Temperatur übermäßig zu erhöhen. Durch Reduktion der Viskosität solle zum einen die Abzugskraft und zum anderen die Faserschädigung an der Abstreiferplatte sowie am Eingang des Formgebungswerkzeugs verringert werden [35].

Die Integration des LUS in einer konischen II-Kammer ist in Abb. 2-15 dargestellt. Bei der Patentanmeldung von Kleiner et al. ragen die Sonotroden (17) direkt in das Faser-Matrix-Paket hinein oder sind in Form der II-Kammer ausgebildet (18). Zielapplikation ist der Einsatz von Polyurethan als Matrix in der Pultrusion. Ein großer Vorteil von Polyurethan ist dessen schnelle Reaktionsgeschwindigkeit, die eine hohe Abzugsgeschwindigkeit ermöglicht. Eine hohe Abzugsgeschwindigkeit führt ohne Prozessanpassung jedoch direkt zu einem hohen Porengehalt. Durch Energiezufuhr mit LUS solle die Imprägnierung verbessert werden [31, 33, 34].

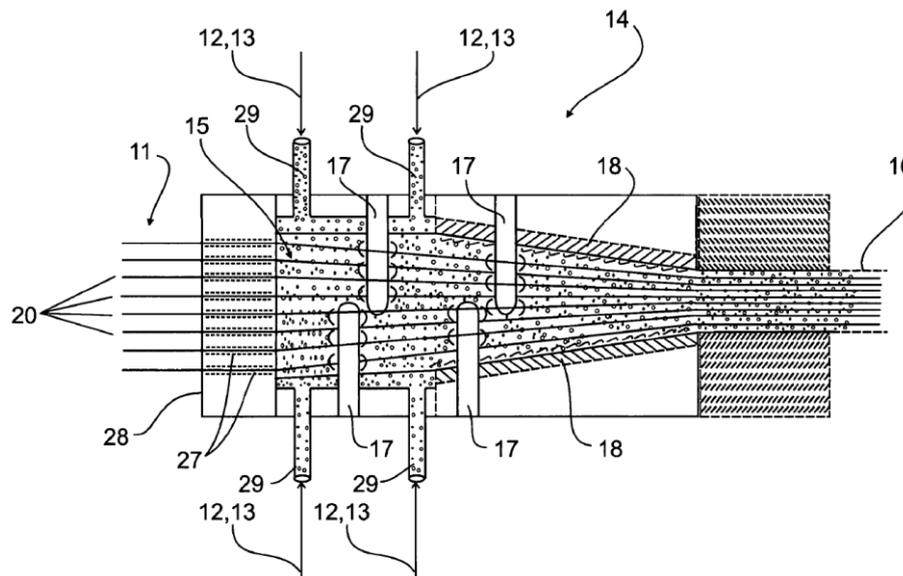


Abb. 2-15: Integration von LUS (17, 18) in einer konischen II-Kammer [31]

Formgebungswerkzeug: Goldsworthy et al. integrieren in ihrer Patentanmeldung den LUS direkt in das Formgebungswerkzeug. Ziel der Integration ist es, die Imprägnierung des Faserpakets zu verbessern und die Reibung zwischen Gelphase (siehe Phase (B) Abb. 2-3) und Oberfläche des Formgebungswerkzeugs zu reduzieren, um eine bessere Oberfläche und einen stabileren Prozess zu ermöglichen [17].

Neben der klassischen Pultrusion mit duromerer Matrix wird in der Patentanmeldung von Taylor die Anwendung von LUS für Thermoplaste angedacht [32, 181]. Durch direkte Beschallung des mit einem Thermoplast imprägnierten Rovings soll der Thermoplast bereits unterhalb seiner Schmelztemperatur zum Fließen angeregt werden, um eine höhere Produktionsgeschwindigkeit zu erreichen.

2.3 Abgrenzung zum Stand der Technik

Aus den Abschnitten 2.1 und 2.2 ist ersichtlich, dass der Einsatz von LUS im Bereich der FVK in vielerlei Hinsicht in Forschungsarbeiten untersucht wurde. In Tab. 2-5 sind die bereits genannten, relevanten Veröffentlichungen zusammengefasst und in die zwei Bereiche – Labor und Prozess – aufgeteilt. Direkt erkennbar ist, dass eine Vielzahl an Publikationen im Bereich der Laboruntersuchungen veröffentlicht wurde, um die Wechselwirkung von LUS auf das Faser-Matrix-System zu beschreiben. Im Bereich der Prozessuntersuchung existieren bisher nur zwei Publikationen, verfasst von Tessier, um die Wechselwirkung auf den Pultrusionsprozess zu untersuchen [170, 171]. Die Prozessintegration von LUS in die Pultrusion hingegen wurde durch zahlreiche Patentanmeldungen propagiert. Eine wissenschaftliche Aufarbeitung der physikalischen Wechselwirkungen fand bislang jedoch nur in geringem Maße statt.

Tab. 2-5: Veröffentlichungen im Bereich der Schwingungsanregung im Labor- und Prozessmaßstab

Schwingungsanregung auf...		Publikation	Patent
Labor	Faser	[133, 137–143, 145]	-
	Matrix	[24, 30, 112, 113, 117, 122, 145–147, 149, 153–155]	-
	Faser-Matrix-System	[24, 86, 133, 143, 145, 146, 154, 155, 163–169]	-
Prozess	Faserführung	-	[172]
	Imprägnierung	-	[31, 33–35, 173–180]
	Formgebungswerkzeug	[170, 171]	[17]

Die Arbeit grenzt sich hier vom Stand der Technik ab, indem sie den Fokus auf die Untersuchung des Einflusses von LUS auf das Fertigungsverfahren Pultrusion – im Speziellen auf den Imprägnierungsvorgang – legt. Es werden sowohl der Wirkzusammenhang auf die Prozessgrößen, wie z. B. Abzugskraft und Druckaufbau, analysiert (siehe Abschnitt 2.1.1) als auch die erstellten Bauteile näher untersucht. Durch die auf die Pultrusion ausgerichteten Laboruntersuchungen werden die Ergebnisse analysiert, um die physikalischen Hintergründe anhand der eingesetzten Materialien zu ermitteln, und auf die Prozessuntersuchung zurückgespiegelt.

3 Material und Methoden

Das Kapitel *Material und Methoden* stellt den Startpunkt der wissenschaftlichen Untersuchung dar. Die gesetzten Rahmenbedingungen aus den Kapiteln *Stand der Technik* und *Zielsetzung* sowie die hierfür eingesetzte Ausrüstung werden eingeführt. Es setzt sich aus den folgenden Bereichen zusammen:

- *Materialien und Ausrüstung* (siehe Abschnitt 3.1): Ausgehend vom Abschnitt 2.1 und 2.2 werden die eingesetzten Materialien und Ausrüstung festgelegt und vorgestellt: im Besonderen die eingesetzten Faser-Matrix-Systeme, die Pultrusionsanlage und die Leistungsultraschallausrüstung.
- *Teststände und Vorgehen* (siehe Abschnitt 3.2): Aufbau und Anordnung der einzelnen Teststände (Druckkammer, II-Kammer, Aufbauschung, Viskosität) werden genannt und die Reihenfolge und Inhalte der Untersuchungsschritte erläutert.
- *Messmethoden* (siehe Abschnitt 3.3): Bezugnehmend auf die Abschnitte 2.1 bis 3.2 werden Messmethoden ausgewählt, die die Charakterisierung der behandelten Faser, Matrix, Faser-Matrix-Systeme sowie der hergestellten Bauteile ermöglichen. Die theoretischen Hintergründe und das methodische Vorgehen werden vorgestellt.

3.1 Materialien und Ausrüstung

Der Abschnitt *Materialien und Ausrüstung* stellt das eingesetzte Faser-Matrix-System vor, welches für alle Versuchsreihen zum Einsatz kommt. Als Ausrüstung werden die Pultrusionsanlage, der LUS und deren Infrastruktur aufgezeigt.

3.1.1 Faser-Matrix-System

Für die Pultrusion gibt es eine große Anzahl an möglichen Faser-Matrix-Systemen, die eingesetzt und untersucht werden können (siehe Abschnitt 2.1.2), jedoch schränkt sich die Auswahl für eine repräsentative Untersuchung auf standardmäßig eingesetzte Systeme ein.

Ein rein unidirektionaler Lagenaufbau dient als Basis für die Untersuchung, da hier aufgrund der hohen Anisotropie und geringen Permeabilität die Imprägnierung durch geschlossene Imprägnierung besonders problematisch ist (siehe Abb. 2-7). Es wird ein Lagenaufbau aus reinen Glas- oder Kohlenstofffasern untersucht (siehe Tab. 3-1).

Tab. 3-1: eingesetzte GF und CF Direkt Rovings [182, 183]

Typ	Hersteller	Bezeichnung	Filamentanzahl	Feinheit	Durchmesser
GF	3B	SE3030	-	4800 tex	24 μm
CF	SGL	C T50-4.0/240-E100	50k	3300 tex	7 μm

Als Matrix wird ein Epoxidharzsystem mit einem Dicarbonsäure-Anhydridhärter verwendet. Mit einer langen Topfzeit von über 24 Stunden kann ein direkter Vergleich zwischen der offenen und der geschlossenen Imprägnierung erfolgen. Zudem wird die Matrix standardmäßig zur Herstellung von kohlenstofffaserverstärkten Kunststoffen (CFK) eingesetzt. Die Formulierung des Harzsystems ist in Tab. 3-2 aufgeführt.

Tab. 3-2: Komponenten und Zusammensetzung der eingesetzten Matrix [60, 184]

Komponente	Typ	Hersteller	Bezeichnung	Teile
Harz	Epoxid	Sika	Biresin® CR141	100
Härter	Anhydrid	Sika	Biresin® CH141	90
Beschleuniger	Amin	Sika	Biresin® CA141	2
Trennmittel	Intern	Chem-Trend	Chemlease® IC25	6

Die Zusammensetzung weicht bei einzelnen Versuchen von der Standardkonfiguration ab. Bei den entsprechenden Versuchen wird auf die veränderte Zusammensetzung hingewiesen. Gründe für das Weglassen einzelner Komponenten sind wie folgt:

- Härter: Mit einer Viskosität von weniger als 10 mPa·s wird die Viskosität der Matrix deutlich reduziert. Zusätzlich nimmt die Viskosität durch Temperaturerhöhung der Matrix über mehrere Größenordnungen ab, sodass eine Viskositätsmessung nicht mehr möglich ist.
- Beschleuniger: Bei Temperaturen oberhalb von 80 °C nimmt die zunehmende Reaktionsgeschwindigkeit der Matrix Einfluss auf die Messergebnisse. Durch Weglassen des Beschleunigers wird der zeitliche Effekt der Versuchsdurchführung minimiert.
- Trennmittel: Nach dem Einmischen des Trennmittels wird die Matrix trüb, sodass visuelle Untersuchungen nicht mehr durchgeführt werden können.

Die Matrix hat eine Topfzeit von über 24 Stunden bei Raumtemperatur [60]. Die lange Topfzeit gewährleistet – besonders bei komplexen Versuchsanordnungen mit langen Vorbereitungszeiten – dass der Einfluss der Zeit auf den Reaktionsverlauf und somit die Veränderung der Matrix minimal ist. In Abb. 3-1 ist links die Gelzeit t_{gel} über die Temperatur T dargestellt. Der Gelpunkt wird im Abschnitt 3.3.2 definiert und beschreibt in Kurzfassung den Zeitpunkt, an dem die Matrix aufgrund ihrer hohen Viskosität nicht mehr zu verarbeiten ist.

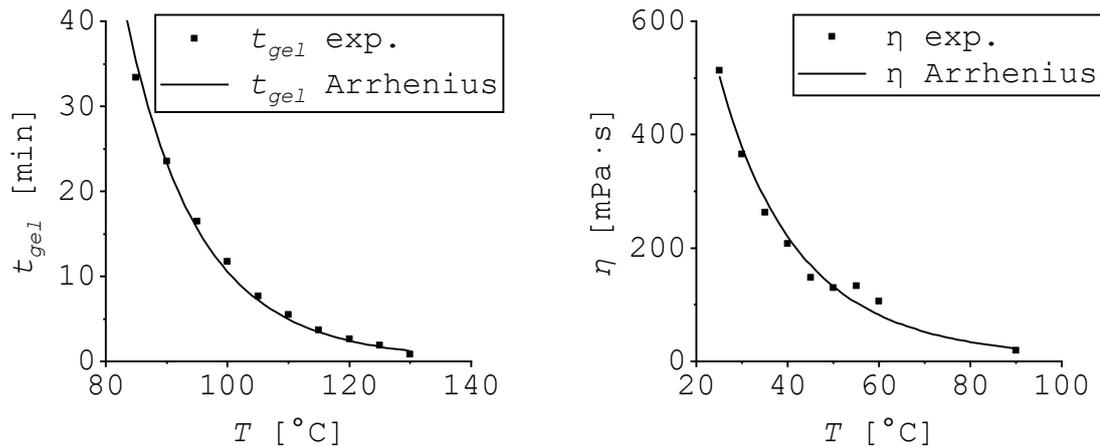


Abb. 3-1: Untersuchung der eingesetzten Matrix: Gelzeit t_{gel} über Temperatur T (links); komplexe Viskosität η über Temperatur T (rechts) (nach [185])

Die Punkte in den beiden Graphen sind die experimentell ermittelten Werte, an denen jeweils eine Arrheniusgleichung angeglichen wurde. Bei Temperaturen unterhalb von 80 °C ist zu erkennen, dass die Verarbeitungszeit bei Verwendung einer II-Kammer – die eine Topfzeit von mindestens 20 min voraussetzt – ausreichend lange ist. In Abb. 3-1 rechts ist die komplexe Viskosität η über die Temperatur dargestellt. Der Begriff komplexe Viskosität wird im Abschnitt 3.3.2.1 weiter erläutert und gibt das Fließverhalten einer Flüssigkeit wieder. Die komplexe Ausgangsviskosität bei Raumtemperatur liegt bei rund 500 mPa·s. Durch Temperaturerhöhung kann die komplexe Viskosität um ein Vielfaches reduziert werden, sodass diese bei 90 °C auf unter 20 mPa·s fällt.

Über folgende Arrhenius-Gleichung wird die Korrelation zwischen Viskosität und Temperatur analytisch nachgebildet [186].

$$\eta(T) = A e^{-\frac{E_a}{RT}} \quad (3-1)$$

A ist der präexponentielle Faktor, E_a die Aktivierungsenergie, R die universelle Gaskonstante und T die absolute Temperatur. In Tab. 3-3 sind die Faktoren für Gelzeit t_{gel} und Viskositätsverlauf η in Abhängigkeit zur Temperatur zusammengefasst.

Tab. 3-3: Faktoren Arrhenius-Gleichung für die Gelzeit und die Viskosität

Größe	A [-]	E_a [J/mol]
t_{gel} [min]	$3,3846 \times 10^{-12}$	- 89.013
η [mPa·s]	$1,6701 \times 10^{-5}$	- 42.546

3.1.2 Pultrusion

Die Prozessuntersuchungen werden mit einer Pultrusionsanlage der Firma Pultrex des Typs Px500-10T ausgeführt, die eine maximale Abzugskraft von 100 kN durch eine

alternierende Abzugseinheit aufbringt. Zur Prozessüberwachung stehen folgende Schnittstellen zur Verfügung:

- 12x Temperatursensoren
- 6x geregelte Heizzonen
- 1x Geschwindigkeitssensor zur Ermittlung der realen Abzugsgeschwindigkeit
- 1x Kraftsensor zur Ermittlung der Abzugskraft
- 4x analoge Eingänge für den Anschluss von externen Drucksensoren

Die Injektion der Matrix erfolgt durch einen Materialdruckbehälter der Firma Schneider mit der Bezeichnung Farbboy24 (schematisch dargestellt in Abb. 2-6 im Abschnitt 2.1.3). Über einen Druckbereich von bis zu 8 bar mit einer Auflösung von 0,2 bar kann die Matrix injiziert werden.

Nähere Details über das eingesetzte Werkzeugsystem werden im Abschnitt 3.2.2 erläutert.

3.1.3 Leistungsschall

Für die Arbeit wird ein Schallprozessor der Firma Hielscher des Typs UIP1000hdT mit einer Arbeitsleistung von 1000 Watt eingesetzt. Die Arbeitsfrequenz liegt im Bereich von 19 bis 20 kHz mit einer maximalen Amplitude des Schallwandlers von 25 μm .

Beim Tausch der Booster-Sonotrode-Kombination muss ein Kalibrierungsvorgang durchgeführt werden. Hierbei wird die Verlustleistung von maximaler bis minimaler Amplitude bei Beschallung ohne Medium ermittelt. Zu Beginn jeder Beschallung wird die präzise Arbeitsfrequenz der Sonotrode ermittelt, indem die Anregungsfrequenz, beginnend mit 20 kHz, kontinuierlich reduziert wird, bis die natürliche Eigenfrequenz der Sonotrode erreicht ist. Der Scanvorgang benötigt in der Regel zirka zwei Sekunden. Dargestellt ist der Schallprozessor in Abb. 2-10 mit den Komponenten Schallgenerator (1) und -wandler (2). Während der Beschallung werden die Leistung P und die Amplitude u aufgezeichnet. Die Amplitude wird in % angegeben und bezieht sich auf den Amplitudenbereich des Schallwandlers. Folglich ergibt sich bei der maximalen Amplitude von 100 % eine resultierende Amplitude von 25 μm . Da die Amplitude durch die Kombination von Booster und Sonotrode am beschallten Medium jedoch verändert wird (siehe Abschnitt 2.2.1), muss die resultierende Amplitude ermittelt werden. Für die Arbeit werden ein Booster (1.8 FLAspez) und zwei Sonotrodentypen (BS2d22, BS20A40x20) verwendet, die in Abb. 3-2 in genannter Reihenfolge dargestellt sind.

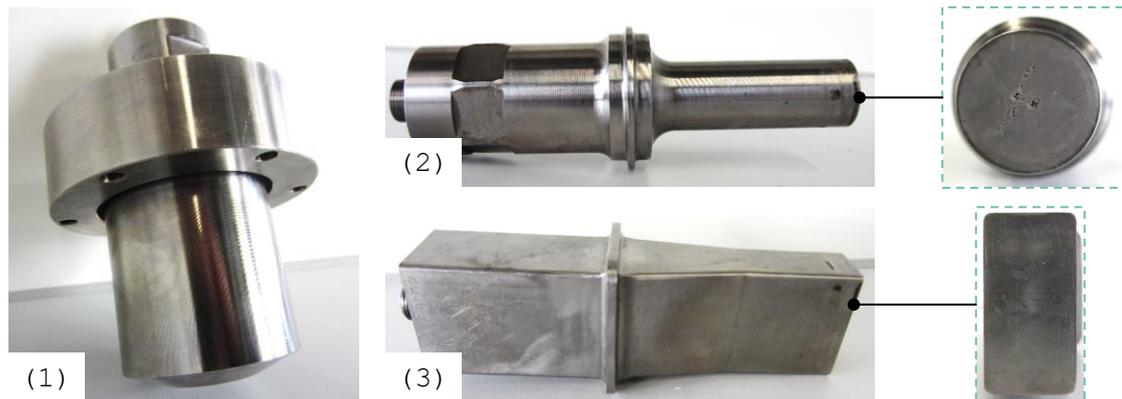


Abb. 3-2: verwendeter Booster und Sonotroden: 1.8 FLAspez (1), BS2d22 (2) und BS20A40x20 (3)

Durch Laser-Doppler-Vibrometer wird die reale Amplitude der Booster-Sonotrode-Kombination ermittelt [187, 188]. Einschränkend für die Messung muss genannt werden, dass immer eine Ungenauigkeit von rund 5 % vorliegt. Ursachen hierfür sind, dass der Booster und die Sonotrode zusammen eine undefinierte Mischfrequenz ergeben und die Messung nicht bei Einsatztemperatur durchgeführt wird. Die Änderung der Sonotrodenlänge aufgrund der Temperaturänderung hat einen direkten Einfluss auf die Eigenfrequenz und damit auf die resultierende Amplitude. In Tab. 3-4 sind die ermittelten Faktoren für beide Sonotroden aufgelistet, deren Grundlage das Messprotokoll der Firma Hielscher ist (siehe Tab. A-1 im Anhang). u bezeichnet den Sonotrodeneinsatz ohne Booster, $u-$ bezeichnet die reduzierenden und $u+$ die verstärkenden Booster-Sonotrode-Kombinationen. Die Amplitude an der Sonotrodenspitze wird durch Multiplikation des passenden Faktors aus Tab. 3-4 mit der Prozentangabe der Amplitude des Ultraschallgenerators ermittelt.

Tab. 3-4: Amplitudenfaktoren der Sonotroden BS2d22 und BS20A40x20 nach Tab. A-1 zur Ermittlung der Amplitude an der Sonotrodenspitze in μm

BS2d22			BS20A40x20		
$u-$	u	$u+$	$u-$	u	$u+$
0,3245	0,6000	1,1180	0,1887	0,3750	0,6135

3.2 Teststände und Vorgehen

Der Abschnitt *Teststände und Vorgehen* stellt die verwendeten Teststände und die methodische Umsetzung der Versuchsreihen dar. Zur Klärung der Fragestellungen aus Abschnitt 1.2 sind insgesamt vier Teststände im Zusammenspiel mit studentischen Abschlussarbeiten konzeptioniert, konstruiert und realisiert worden [21, 185, 189–192]. In Tab. 3-5 sind die Teststände entsprechend der drei thematischen Bereiche – Faser, Matrix und Faser-Matrix – genannt.

Tab. 3-5: vier Teststände für die Prozessuntersuchung und anschließende Prozessanalyse

Bereich	Prozessuntersuchung		Prozessanalyse
Faser	Druckkammer [185, 191]	II-Kammer [21]	Aufbauschung [190, 192]
Matrix			Viskosität [189]
Faser-Matrix	-		Druckkammer [185, 191]

In den nächsten Abschnitten werden die Teststände jeweils nach folgender Struktur vorgestellt: Es werden die Stell- und Untersuchungsgrößen genannt und danach der Aufbau des Teststandes erläutert. Abschließend wird auf die Versuchsumsetzung selbst eingegangen.

3.2.1 Druckkammer

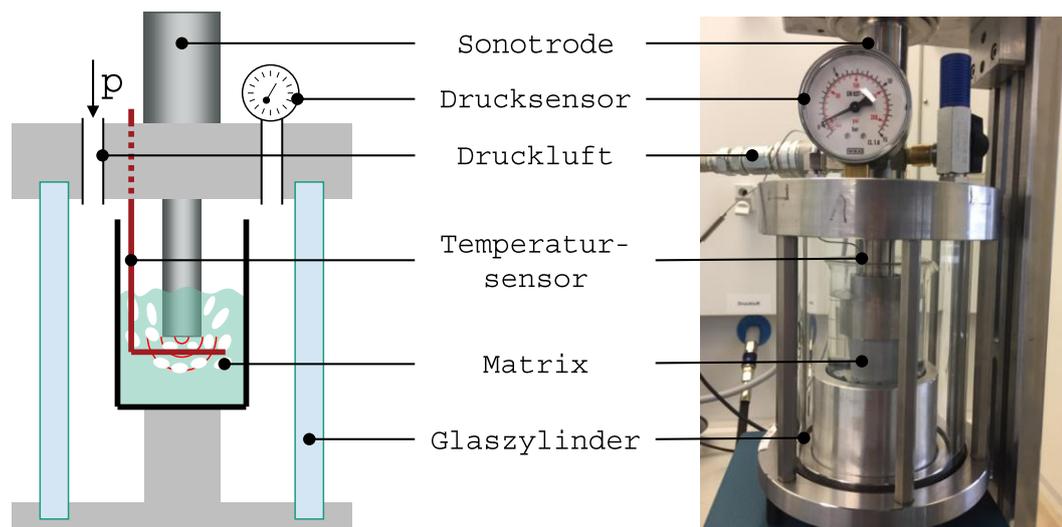
Ziele der Druckkammer sind die grundlegende Untersuchung und die Ermittlung der Belastungsgrenzen des Faser-Matrix-Systems. Hierfür sollen die Fasern und die Matrix möglichst prozessnah mit LUS beschallt und dessen Effekt auf das Untersuchungsmedium ermittelt werden. In Tab. 3-6 sind die Stell- und Untersuchungsgrößen aufgelistet, die sich an den Arbeiten aus den Abschnitten 2.1.3, 2.2.3, 2.2.4 und 2.2.5 orientieren. Die Stellgrößen ergeben sich aus folgenden Randbedingungen:

- Druck p : Die Druckkammer wird mit einem Druck von bis zu 6 bar beaufschlagt und orientiert sich an den möglichen Drücken innerhalb einer II-Kammer [68].
- Zeit t : Eine Beschallungszeit von bis zu 60 s entspricht einer Abzugsgeschwindigkeit von 0,02 m/min bei einer Sonotrodenbreite von 20 mm im realen Pultrusionsprozess und stellt damit die unterste Geschwindigkeitsgrenze dar. Für den Prozess wird eine Geschwindigkeit von 0,3 m/min angenommen, woraus sich eine Beschallungszeit von 4 s ergibt.
- Amplitude u : Als maximale Amplitude wird 60 μm gewählt, die leicht oberhalb der unteren Grenze einer erfolgreichen Mischung definiert ist [30]. Eine weitere Erhöhung der Amplitude führt unmittelbar zur Faserschädigung [144].
- Abstand s : Innerhalb der II-Kammer ist der Abstand zwischen Sonotroden spitze und beschallten Fasern in einem Bereich von 0 bis 10 mm, sodass der gleiche Abstand zwischen Sonotroden spitze und Rovingführung in der Druckkammer übernommen wird.
- Medium: Mit steigender Viskosität sinkt die Wirklänge des LUS (siehe Formel (2-5) und Abschnitt 2.2.2). Dementsprechend wird der Viskositätsbereich von 0,001 bis 1 Pa·s durch unterschiedliche Medien abgebildet: Wasser (1 mPa·s); Matrix (≈ 500 mPa·s); Silikonöl M100 (100 mPa·s) [193]; Silikonöl M1000 (1 Pa·s) [193].

Tab. 3-6: Stell- und Untersuchungsgrößen für den Teststand Druckkammer

Bereich	Stellgröße	Untersuchungsgröße
Faser	Amplitude u : 0–50 μm	Faserschädigung S , Einzelfaserzugversuch
Matrix	Zeit t : 0–60 s Druck p : 0–6 bar Abstand s : 0–10 mm Medium: 0,001–1 Pa·s	Wirklänge l_k , LUS Intensität I_{LUS} , Temperaturerhöhung ΔT , Leistungseintrag P , Energie E , Komplexe Viskosität bei 25 °C η_{25} , Gelzeit bei 90 °C $t_{gel,90}$, Glasübergangstemperatur T_{g1}/T_{g2} , Reaktionsenthalpie W
Faser-Matrix		Faser-Matrix-Haftung

In Abb. 3-3 sind die schematische (links) und die reale Umsetzung (rechts) der Druckkammer dargestellt. Der Aufbau besteht aus einem druckstabilen Glaszylinder mit einem Außendurchmesser von 130 mm und einer Wandstärke von 9 mm, der nach DIN EN 1595 einem maximalen Druck von 10 bar standhält.

**Abb. 3-3: Teststand Druckkammer: schematische (links) und reale Darstellung (rechts, [185])**

Boden und Deckel sind aus Kaltarbeitsstahl 1.2083 gefertigt. Sie fassen den Glaszylinder über Flachdichtungen druckdicht ein. Die Sonotrode wird über zwei O-Ringe an ihrem Schwingungsknoten druckdicht im Deckel fixiert. Zudem befinden sich im Deckel der Druckluftanschluss, ein analoges Druckbarometer (0–15 bar) und eine Durchführung für ein Thermoelement (Typ J). Im Boden ist eine Mulde vorgesehen, sodass die Proben stets korrekt positioniert werden. Die Einfassung der Rovings – dargestellt in Abb. 3-4 – ist mit einer Rasterung von 5 mm so konstruiert, dass ein Abstand zur Sonotrodenspitze von 0 bis 10 mm eingestellt werden kann.

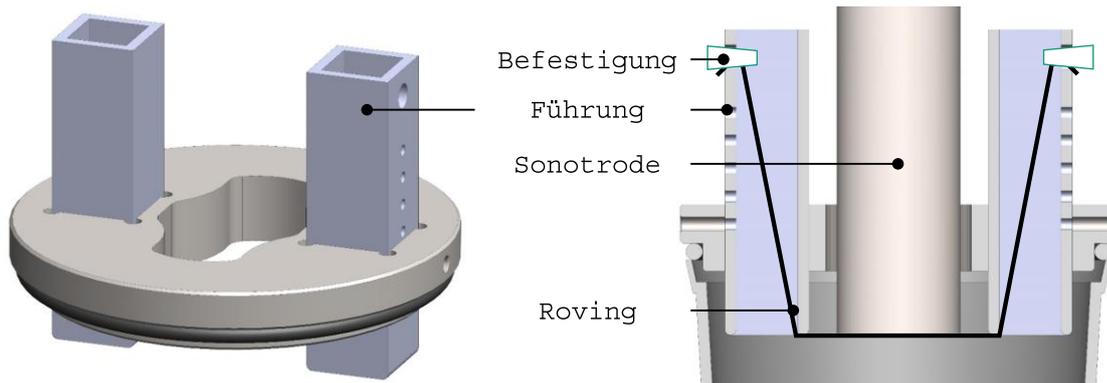


Abb. 3-4: konstruktive Umsetzung der Rovingeinfassung: Gesamtdarstellung (links) und im Schnitt (rechts)

Im Folgenden wird die Versuchsumsetzung für die Bereiche *Faser* (siehe Abschnitt 4.1.1), *Matrix* (siehe Abschnitt 4.1.2) und *Faser-Matrix-System* (siehe Abschnitt 5.3) aus Tab. 3-6 vorgestellt:

Faser: Für den Prozessbereich der Faser wird der Effekt des LUS in seiner Faserschädigung beurteilt. In Abb. 3-5 sind vier Stufen der Faserschädigung dargestellt. Hierbei wurde ein CF-Roving in der Rovingeinfassung (siehe Abb. 3-4) eingespannt und nach der Beschallung mit LUS im Medium fotografiert.

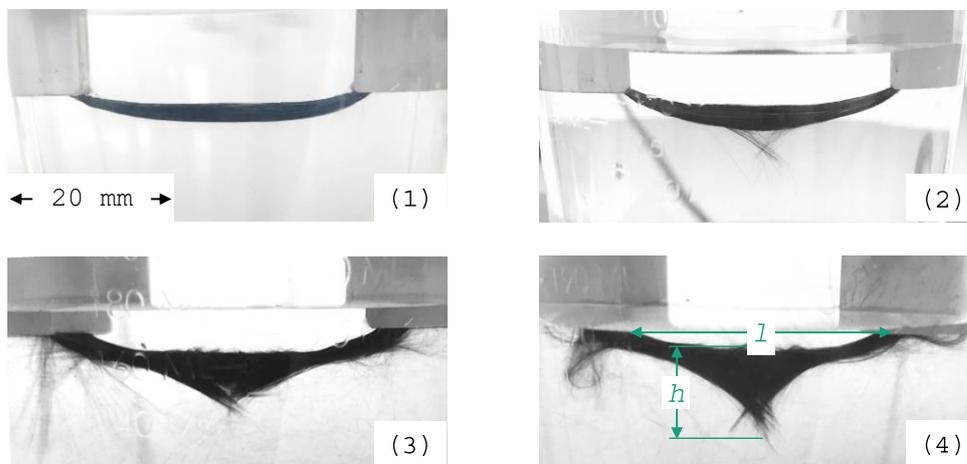


Abb. 3-5: Definitionsstufen der Faserschädigung: (1) keine; (2) schwach; (3) mittel; (4) stark (nach [191])

Die Faserschädigung S wird aus dem Quotient der Höhe h der Faseraufbauschung und der Länge l der Rovingeinfassung ermittelt.

$$S = \frac{h}{l} \cdot 10 \quad (3-2)$$

Um im ersten Schritt den Effekt des LUS bei unterschiedlicher Viskosität der Matrix auf einen CF-Roving zu ermitteln (siehe Abschnitt 4.1.1.1), werden drei Medien verwendet:

- 1 mPa·s: Wasser
- 100 mPa·s: Silikonöl M100 [193]
- 1000 mPa·s: Silikonöl M1000 [193]

Die Beschallungszeit t mit 5, 10 und 20 s wird ebenso über 3 Stufen variiert. Der Druck p (6 bar), die Amplitude u (30 μm) und der Abstand s (0 mm) werden konstant gehalten.

Im zweiten Schritt ist es für die Prozessuntersuchung relevant zu wissen, welche Amplituden mit der Ziel-Matrix verwendet werden können, ohne die Faser zu schädigen (siehe Abschnitt 4.1.1.2). Eine Faserschädigung führt direkt zur Reduktion der Bauteileigenschaften. Für die Untersuchung werden die Faser (CF; GF), der Abstand s (0; 5; 10 mm) und der Druck p (0; 3; 6 bar) variiert. Das Medium (Matrix) und die Beschallungszeit (5 s) werden konstant belassen. Zur Ermittlung der maximalen Amplitude u soll die Faser keine Schädigung aufweisen (Stufe 1). Nachdem die maximale Amplitude ermittelt wurde, werden von den behandelten Fasern (CF) die Festigkeit und die Steifigkeit im Einzelfaserzugversuch mit den Testparametern aus Tab. 3-7, deren Faktoren im Abschnitt 3.3.1.1 weiter erläutert werden, ermittelt.

Tab. 3-7: Testparameter für den Einzelfaserzugversuch

Einspannlänge L [mm]	25
Testgeschwindigkeit [mm/min]	0,5
Vorspannung F_v [cN/tex]	1,0
Anzahl an Tests [-]	20

Matrix: Zur Visualisierung der Wirklänge l_k des Kavitationsbereichs wird die Ziel-Matrix (siehe Tab. 3-2) im ersten Schritt während der LUS-Beschallung mit einer Hochgeschwindigkeitskamera gefilmt (siehe Abschnitt 4.1.2.1). Hierfür werden 200 ml Matrix – jedoch ohne Beschleuniger und Trennmittel – entgast in ein 250 ml Becherglas gegeben und in der Druckkammer platziert. Die Messreihen bei 0, 3 und 6 bar werden mit einer Amplitude von 12 μm begonnen und pro Sekunde um 0,6 μm auf bis zu 60 μm erhöht.

Um im zweiten Schritt die Effekte des LUS auf die Matrix zu ermitteln (siehe Abschnitt 4.1.2.2–4.1.2.5), ergeben sich aus den Abschnitten 2.2.2 und 2.2.4 sowie aus Tab. 3-6 die drei wichtigsten Stellgrößen für die Untersuchung: Amplitude u , Zeit t und Druck p . Aus den drei genannten Stellgrößen, die auf zwei Stufen untersucht werden, ergibt sich der Versuchsplan aus Tab. 3-8.

Tab. 3-8: Versuchsplan

Nr.	A.1	A.2	A.3	A.4	B.1	B.2	B.3	B.4	C.1	C.2	C.3
u [μm]	20	40	20	40	20	40	20	40			30
t [s]	10		60		10		60		35		
p [bar]	0				6				3		

Jeder Versuch wird einmal durchgeführt, bis auf Versuchsreihe C.1–C.3, die den Mittelpunkt des Versuchsraums darstellt. Durch ihre dreifache Wiederholung lässt sich eine Aussage über die Streuung des Versuchsraums treffen. Alle Untersuchungen erfolgen nach dem Schema aus Tab. 3-9.

Tab. 3-9: zeitlicher Ablauf der Untersuchung

Zeitpunkt	Tätigkeit
0 min	Matrix (19,8 g) abmischen System per Hand und Holzspatel für 1 min verrühren Im Exsikkator entgasen
20 min	5 g der Matrix in kleinen Becher überführen
40 min	Beschallung mit LUS
50 min	Rheometermessung
55 min	FTIR-Messung
60 min	2 Proben vorbereiten und DSC starten

Die Rheometermessung ermittelt die zwei Untersuchungsgrößen η_{25} und t_{gel_90} . Die oszillierende Messung erfolgt bei 5 Hz mit einer Scherdeformation von 5 % und einem Messspalt von 1 mm. Der Viskositätswert für η_{25} ergibt sich aus dem Mittelwert der Messwerte während der ersten drei Minuten der Messung bei 25 °C. Für t_{gel_90} wird die Matrix mit einer Heizrate von 30 K/min auf 90 °C erhitzt und anschließend die Gelzeit aus dem Kreuzungspunkt des Speichermoduls mit dem Verlustmodul bestimmt. Weitere Informationen zum Vorgehen finden sich im Abschnitt 3.3.2.1.

Aus der DSC-Messung (Weiteres zur Messmethode siehe Abschnitt 3.3.2.2) werden die Glasübergangstemperatur T_{g1}/T_{g2} und die Reaktionsenthalpie W bestimmt. Die Tab. 3-10 gibt die Temperierungsschritte der Temperaturkurve T_{kl} zur Ermittlung der T_{g1} an. Im Abschnitt 1–4 ist sie an den Temperaturverlauf im Werkzeugsystem bei einer Geschwindigkeit von 0,3 m/min angelehnt. Anschließend wird die Matrix im Abschnitt 5–7 getempert und dann die T_{g1} im Abschnitt 8 ermittelt.

Der Aushärtegrad wird indirekt über die exotherme Fläche der DSC-Kurve ermittelt und kann nicht mit der Temperaturkurve T_{kl} aus Tab. 3-10 ermittelt werden. Daher wird eine weitere Probe mit der Temperaturkurve T_{k2} beaufschlagt. Die Probe wird auf -20 °C abgekühlt, dort für 10 min gehalten und dann mit 10 K/min auf 320 °C erhitzt. Neben der Reaktionsenthalpie W wird die T_{g2} bestimmt.

Tab. 3-10: Temperaturkurve T_{kl} zur Bestimmung der T_{gl}

Schritt [-]	Heiz-/Abkühlrate [K/min]	Starttemperatur [°C]	Endtemperatur [°C]	Haltedauer [min]
1	150	20	175	-
2	15	175	190	-
3	-	190	190	1
4	10	190	20	-
5	10	20	140	-
6	-	140	140	120
7	10	140	20	-
8	10	20	200	-

Faser-Matrix-System: Zur Charakterisierung der Faser-Matrix-Haftung mit dem Fragmentierungstest (siehe Abschnitt 3.3.3.1) wird der Versuchsraum in Anlehnung an Abb. 4-2 aus Abschnitt 4.1.1 ausgelegt und in Tab. 3-11 zusammengestellt. Die im Versuchsplan genannte Probe x_xx dient als Referenz und erfährt die gleiche Behandlung wie die restlichen Proben. Besonderheit jedoch ist, dass die Probe nicht mit LUS beschallt wird. Für die Untersuchung werden 250 ml der Matrix (siehe Tab. 3-2) – jedoch ohne Trennmittel – für 15 min entgast und dann ins Becherglas des Teststands Druckkammer eingefüllt. Nachdem der Roving in die Rovingeinfassung gelegt und ins Becherglas geführt wurde, wird der Roving – mit den in Tab. 3-11 genannten Faktoren – für jeweils genau 5 s beschallt.

Tab. 3-11: Versuchsplan mit seinen Faktoren

Nr.	Druck [bar]	Abstand [mm]	Amplitude [μm]
x_xx	-	-	-
0_00	0	0	27
0_05	0	5	34
0_10	0	10	39
3_00	3	0	8
3_05	3	5	12
3_10	3	10	17
6_00	6	0	6
6_05	6	5	10
6_10	6	10	15

Nach der Beschallung werden der Roving aus der Rovingeinfassung des Teststands entnommen und jeweils zwei Filamente in die Form des Fragmentierungstests eingelegt. Damit das Filament gespannt ist, werden an den Enden jeweils eine Holzklammer befestigt und anschließend die Form mit der zuvor beschallten Matrix aufgefüllt (siehe

Abb. 3-6, Bild 1). Die Aushärtung der Matrix orientiert sich am Datenblatt des Herstellers (3 h/80 °C, 3 h/120 °C, 3 h/140 °C) [60]. Nach der Aushärtung werden die Zugproben aus der Form genommen und die Oberfläche poliert. Die mechanische Zugbelastung und mikroskopische Auswertung werden im Abschnitt 3.3.3.1 erläutert. Pro Parametervariation werden mindestens fünf Filamente eingebettet und untersucht.

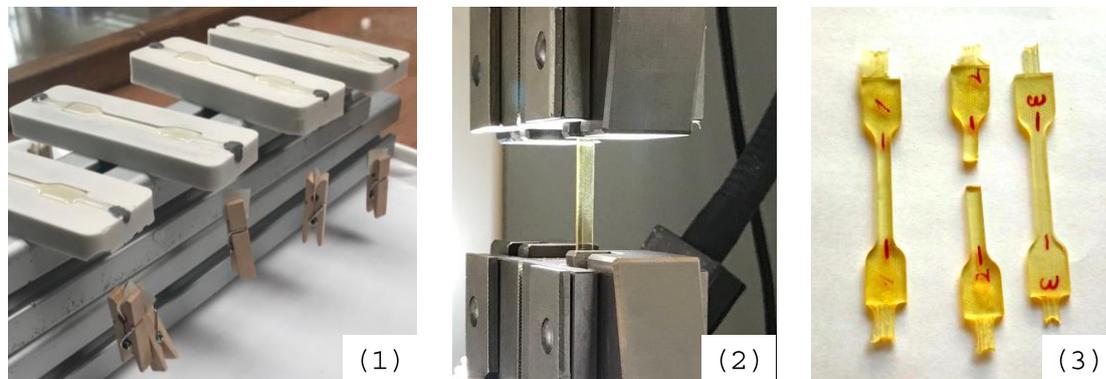


Abb. 3-6: Probenherstellung für den Fragmentierungstest: 1) Einbettung der Filamente; 2) Zugbelastung der Probe; 3) getestete Proben

3.2.2 II-Kammer

Ziel der II-Kammer ist, den LUS im Pultrusionsprozess – im Speziellen mittels geschlossener Imprägnierung – zu untersuchen. Hierfür wird LUS in eine II-Kammer implementiert. Abb. 3-7 stellt das in der Arbeit entwickelte Werkzeugsystem, bestehend aus II-Kammer mit montiertem LUS-Wandler und angeschraubtem Formgebungswerkzeug, dar. Ausgangsbasis ist ein Formgebungswerkzeug, mit dem ein Flachprofil mit dem Querschnitt 60x5 mm² hergestellt wird. Die Auswahl für das Flachprofil ergibt sich einerseits aus der Dicke von 5 mm – die bei einer reinen unidirektionalen Verstärkung – schwer durch eine geschlossene Imprägnierung zu verarbeiten ist. Auf der anderen Seite lassen sich bei einem Flachprofil mit vertretbarem Aufwand Probekörper heraustrennen und analysieren.

In Tab. 3-12 sind die wichtigsten Stell- und Untersuchungsgrößen für die Untersuchung aufgelistet, die sich an den Arbeiten aus den Abschnitten 2.1.3, 2.2.3, 2.2.4, 2.2.5 und 2.2.6 orientieren. Die Stellgrößen ergeben sich aus folgenden Randbedingungen:

- Imprägnierungsart: Neben der offenen Imprägnierung (OB), werden zwei Geometrieformen der II-Kammer untersucht. Mit der konischen (CO) und der tropfenförmigen (TD) Innengeometrie werden die zwei am häufigsten verwendeten Geometrien im Zusammenspiel mit LUS geprüft (siehe Abschnitt 2.1.3).
- II-Kammertemperatur T_{Kammer} : Die Temperierung der II-Kammer orientiert sich an der Topfzeit der eingesetzten Matrix. Nach Abb. 3-1 im Abschnitt 3.1.1 ist ein Temperaturbereich von 20 bis 70 °C mit einer ausreichend langen Topfzeit von über 60 min verbunden.

- Abzugsgeschwindigkeit v_{pul} : Der Geschwindigkeitsbereich orientiert sich an der Matrix und der Oberflächenqualität.
- Ort LUS: Im Abschnitt 2.2.6 wird LUS an unterschiedlichen Punkten der Prozesskette Pultrusion eingesetzt. Zur Abbildung der unterschiedlichen Auswirkungen wird eine variable Positionierung des LUS innerhalb der II-Kammer umgesetzt und charakterisiert.
- Ort Injektion: Nach [73, 77] trägt die Position der Matrixinjektion maßgeblich zur Imprägnierung bei, sodass der Einfluss des Ortes ebenso über eine variable Positionierung untersucht wird.
- Amplitude u : Der Amplitudenbereich orientiert sich an den Untersuchungen aus der Druckkammer und kann von 0 bis 60 μm variiert werden.

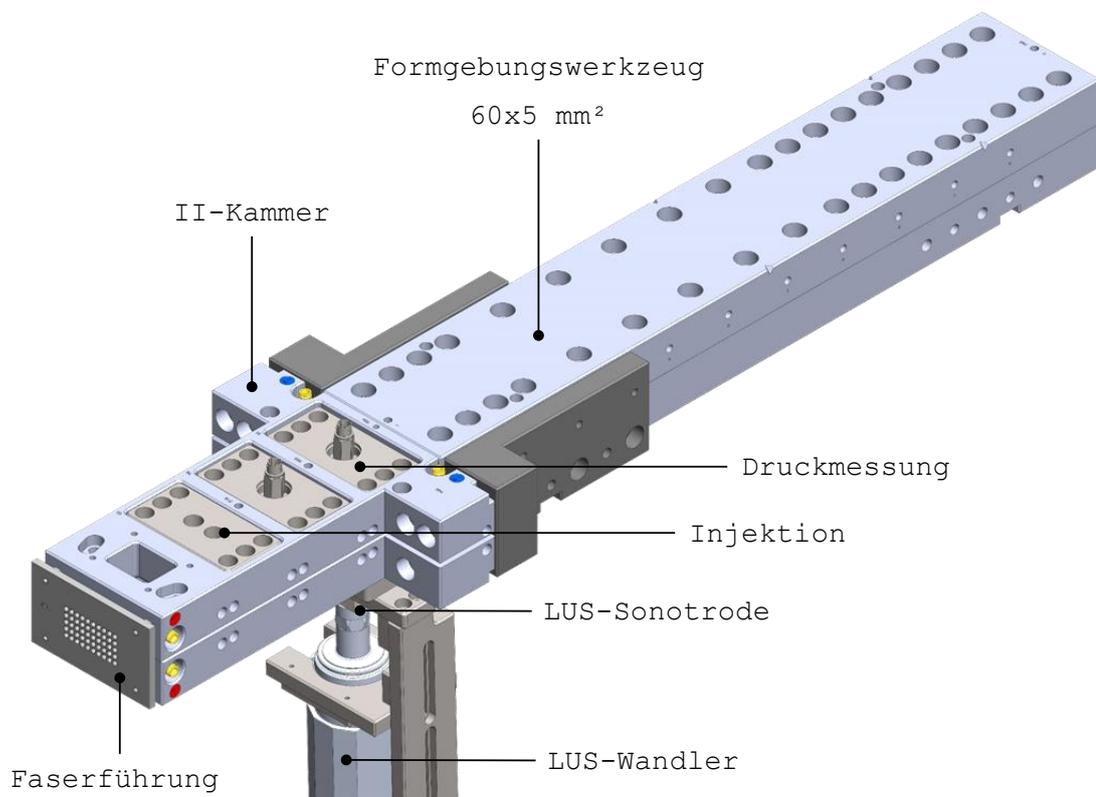


Abb. 3-7: Werkzeugsystem bestehend aus II-Kammer mit angeschlossenem LUS-Wandler und angeschraubtem Formgebungswerkzeug

Die Untersuchungsgrößen sind in die Bereiche *Prozess* und *Bauteil* unterteilt und wurden im Rahmen der Arbeit von Goth festgelegt [21]:

- Die *Prozessgrößen* beschreiben hierbei die wichtigsten Daten, die während des Pultrudierens ermittelt werden (siehe auch Abschnitt 2.1.1). Die sich einstellende Abzugskraft F_{pul} wird direkt aus den Daten der Pultrusionsanlage gelesen. Die Drücke p_1 bis p_3 werden mit Drucksensoren an unterschiedlichen Positionen der II-Kammer ermittelt. Zur Ermittlung des Temperaturverlaufs T innerhalb des verarbeitenden Materials wird ein Drahtthermoelement (Typ J) an einen Roving

geknüpft und durch II-Kammer und Formgebungswerkzeug gezogen. Zeitgleich wird die Temperatur in Relation zur Position niedergeschrieben. Zusätzlich zum Temperaturverlauf wird die Maximaltemperatur T_{Peak} unterhalb der Sonotrode notiert. Außerdem wird die Leistungsabgabe P_{LUS} des LUS-Generators ermittelt.

- Die Größen aus der *Bauteiluntersuchung* stellen die Kennwerte mit der größten Aussagekraft für pultrudierte Bauteile zur Charakterisierung der Imprägnierungsgüte und Homogenität dar. Die genaue Umsetzung der Probenvorbereitung und Messung wird im Abschnitt 3.3 beschrieben.

Tab. 3-12: Stell- und Untersuchungsgrößen für den Teststand II-Kammer

Stellgrößen	Untersuchungsgrößen	
Ort LUS: 6 Positionen	Prozess	Bauteil
Ort Injektion: 6 Positionen	P_{LUS}	Biegefestigkeit/ -Steifigkeit
u : 0–60 μm	p_1 – p_3	
$T_{II\text{-Kammer}}$: 20–70 $^{\circ}\text{C}$	F_{pul}	ILSS
Geometrie: Konisch, Tropfenform	T	Mikroskopie
v_{pul} : 0,3–1,0 m/min	T_{Peak}	Porengehalt

Aus den in Tab. 3-12 genannten Stell- und Untersuchungsgrößen ergibt sich die in Abb. 3-8 dargestellte schematische Umsetzung der II-Kammer. Insgesamt sind sechs Einschübe oben und unten vorgesehen, die eine variable Positionierung des LUS, der Injektion und der Druckmessung zulassen. Die Sonotrode BS20A40x20 (siehe Abb. 3-2 (3)) ist quer zur Abzugsrichtung montiert, sodass 40 mm des 60 mm breiten Profils zentrisch beschallt werden. Über integrierte Bohrkanäle kann die II-Kammer durch Wasser als Heizmedium auf eine gewünschte Temperatur von 20 bis 70 $^{\circ}\text{C}$ temperiert werden. Die Innengeometrie der II-Kammer entspricht einer konischen II-Kammer mit einem Einlaufwinkel von $2 \times 1,4^{\circ}$, der sich an bereits gefertigten II-Kammern des Fraunhofer IGCV orientiert. Durch Einsätze (rot dargestellt in Abb. 3-8) kann die konische Innengeometrie in eine Tropfenform geändert werden, deren Höhe im Einlaufbereich 5,6 mm beträgt.

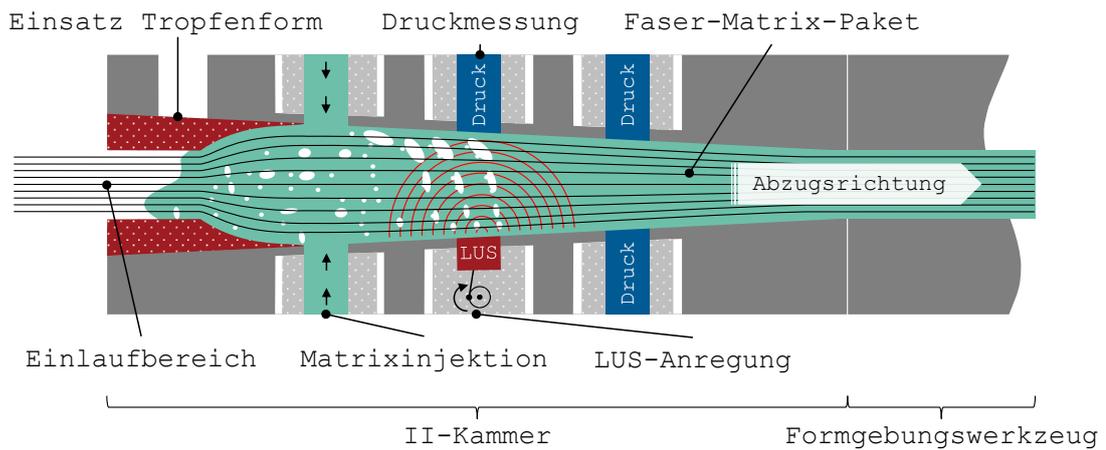


Abb. 3-8: schematische Darstellung des Aufbaus der II-Kammer mit eingebauten Einsätzen

In Abb. 3-9 ist das gesamte Werkzeugsystem schematisch dargestellt. Es zeigt die Abstände der Elemente und Sensoren relativ zum Einlauf der II-Kammer. Mit TopInsert1–3 (TI1–3) beziehungsweise BottomInsert1–3 (BI1–3) werden die genauen Positionen der Einschübe für den LUS, der Injektion und der Druckmessung (p_1 – p_3) definiert. Dementsprechend ist in Abb. 3-8 der LUS an Position BI2 installiert. Über die Thermoelemente T01–T12 wird die Temperatur an den dargestellten Positionen gemessen. Die fett markierten Thermoelemente T01–T04 werden zur Regelung der vier Heizzonen (rote Rechtecke) verwendet. Über Kühlplatten (blaue Rechtecke) wird der Übergang zwischen II-Kammer und Formgebungswerkzeug gekühlt.

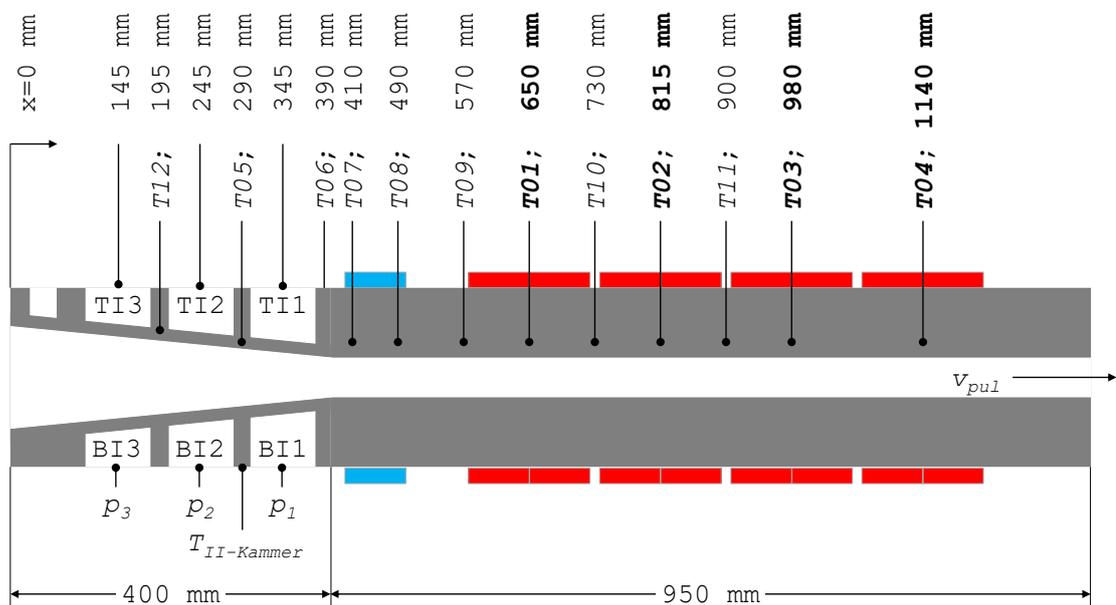


Abb. 3-9: Abmaß des Werkzeugsystems. Die blauen Rechtecke stellen die Kühlung und die roten Rechtecke die Heizung dar.

Der Aufbau erfolgt bei allen Versuchen nach dem gleichen Schema:

- Unterhälfte des Formgebungswerkzeugs auf den Werkzeugträger montieren
- Montage der sechs Einschübe in die gewünschten Positionen der II-Kammer
- Verschraubung der Unterhälfte der II-Kammer mit dem Formgebungswerkzeug
- Ablage des Faserstrangs auf die Unterhälften des Werkzeugsystems
- Schließen des Werkzeugsystems unter kontinuierlichem Ziehen des Faserstrangs
- Anbringen der Thermoelemente, Heizungen und Kühlplatten
- Montage des LUS-Wandlers an die II-Kammer
- Verbindung der Matrixinjektion über Kunststoffschläuche mit dem Drucktopf
- Anschluss des LUS-Wandlers mit dem Generator
- Temperierung des Werkzeugs auf 180 °C über alle Temperaturzonen (T01–04)
- Optional: Verbindung des Temperiergeräts mit der II-Kammer

In Abb. 3-10 ist der fertige Aufbau dargestellt. Nachdem das Formgebungswerkzeug eine homogene Temperaturverteilung von 180 °C aufweist, beginnt der Versuch durch Injektion der Matrix in die II-Kammer. Sobald die II-Kammer gefüllt ist, wird der Faserstrang kontinuierlich mit einer Abzugsgeschwindigkeit von 0,3 m/min gezogen. Zwischen jeder Parametereinstellung werden 3 m Profil gezogen, sodass sich das Gesamtsystem eingeschwungen hat. Von jeder Einstellung werden dann 4x1 m Proben entnommen und Abzugskraft, Drücke, Temperaturen und LUS-Leistung notiert. Wenn erforderlich, wird nach der letzten Probe ein Thermoelement durch das Werkzeugsystem gezogen.

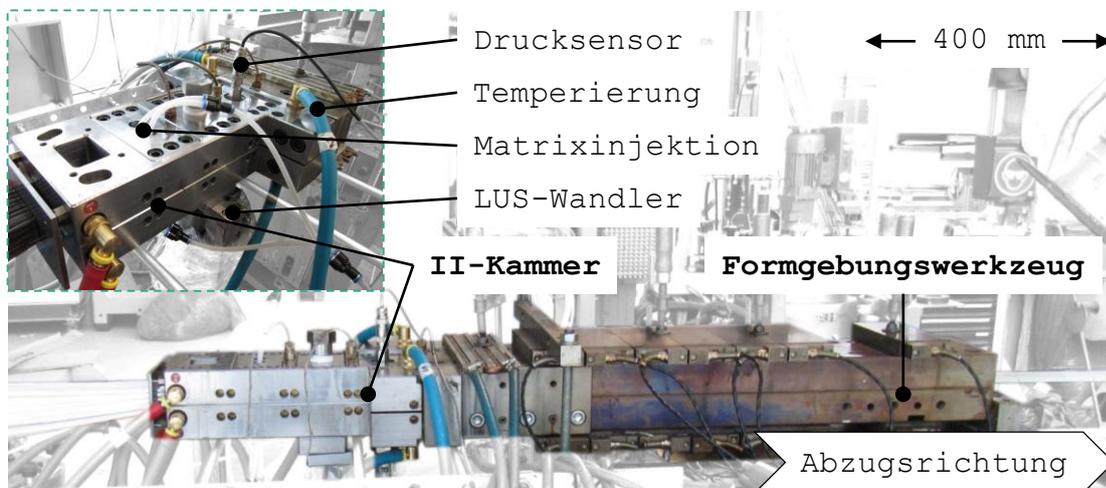


Abb. 3-10: aufgebauter Teststand bestehend aus II-Kammer und Formgebungswerkzeug

3.2.3 Aufbauschung

Ziel des Teststands Aufbauschung ist es, den Einfluss des LUS auf die Faserverteilung zu ermitteln und zu quantifizieren, inwieweit LUS ein Rovingpaket aufbauscht. In Tab. 3-13 sind die Stell- und Untersuchungsgrößen aufgelistet, die sich an den Arbeiten aus den Abschnitten 2.1.3, 2.1.6 und 2.2.3 orientieren. Die Stellgrößen ergeben sich aus folgenden Randbedingungen:

- Gewicht pro Roving m : Während des Pultrudierens werden die Rovings kontinuierlich gezogen, wodurch sich eine Vorspannung aufbaut. Im Teststand wird die Vorspannung durch Gewicht pro Roving nachgebildet. Sie entspricht den real auftretenden Spannungen der beiden Kammergeometrien (konisch/tropfenförmig, siehe Abschnitt 2.1.3). Die Vorspannung orientiert sich an den Werten aus der Voruntersuchung [192].
- Amplitude u : Der Amplitudenbereich orientiert sich an den Untersuchungen der Druckkammer und wird im Bereich von 12 bis 48 μm variiert.
- Anzahl Rovings n : Durch Variation der Rovinganzahl wird die Lagendicke im Bereich von zirka 2 bis 6 mm eingestellt. Sie orientiert sich an der Dicke des Flachprofils des Teststands II-Kammer aus Abschnitt 3.2.2.

Als Untersuchungsgröße ist die Aufbauschung B gewählt. Sie gibt an, wie stark die Dicke des Rovingstrangs durch den LUS prozentual aufgebauscht wird. Die Aufbauschung wird als wichtige Größe angesehen, da sie direkt die Permeabilität und damit die Durchlässigkeit des Faserpakets für die Matrix beschreibt.

Tab. 3-13: Stell- und Untersuchungsgrößen für den Teststand Aufbauschung

Stellgröße	Untersuchungsgröße
Gewicht pro Roving m : 250–500 g Amplitude u : 12–48 μm Anzahl Rovings n : 2–6	Aufbauschung B

Abb. 3-11 zeigt die schematische (links) und reale (rechts) Umsetzung des Teststands Aufbauschung auf Basis von Tab. 3-13. Unterhalb des Teststands wird der LUS in die Untersuchungskammer eingekoppelt. Die Rovings werden links und rechts geklemmt und weisen in diesem Bereich einen Faservolumengehalt von 65 % auf.



Abb. 3-11: Teststand Aufbauschung: schematische (links) und reale Darstellung (rechts, [190])

Ursprünglich war die Verwendung des Ziel-Matrix-Systems geplant, jedoch haben Voruntersuchungen gezeigt, dass nach kurzer Beschallungszeit die Matrix sich eintrübt, so dass die Rovings und somit eine mögliche Aufbauschung nicht mehr sichtbar sind. Zur

Vermeidung der Eintrübung wird stattdessen das Silikonöl M100 (100 mPa·s) [193] eingesetzt. Mit einem Druck von 1 bar wird das Silikonöl durch einen Drucktopf in den Teststand injiziert. Über das Sichtfenster ist das Rovingpaket in der Untersuchungskammer erkennbar. Eine Spiegelreflexkamera (EOS 500D, Canon, 15,1 Megapixel) dokumentiert den Zustand vor und während der Beschallung, um die prozentuale Flächenveränderung zueinander ermitteln und auswerten zu können. Ein Millimeter entspricht dabei 76 Pixeln.

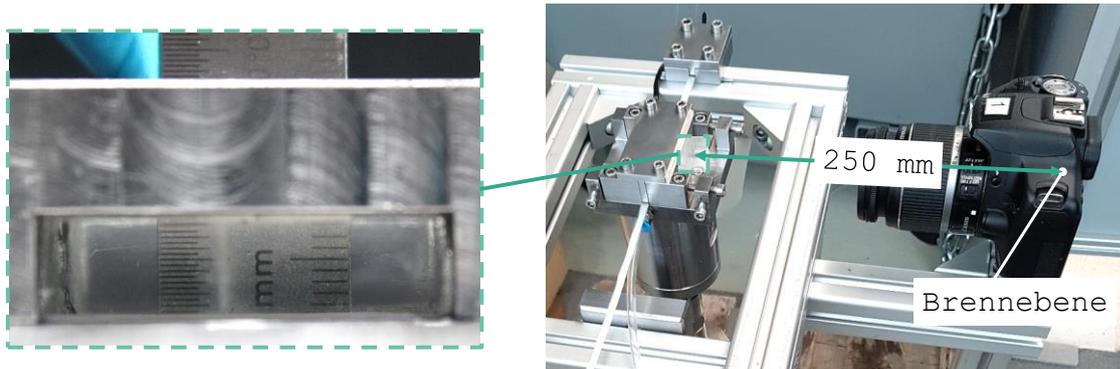


Abb. 3-12: Auswertung der Aufbauschung mittels Kamerasystem (rechts) mit dem Sucherbild der Kamera (links), bei der ein Lineal zur Kalibrierung zu sehen ist

Die Stellgrößen Gewicht pro Roving, Amplitude und Anzahl Rovings (siehe Tab. 3-13) geben den Versuchsraum vor. Für die Stellgrößen und die beiden Fasermaterialien GF und CF ergibt sich folgender Versuchsplan:

Tab. 3-14: Versuchsplan für den Teststand Aufbauschung mit entsprechenden Stellgrößen

Stellgröße	Wert	Mittelpunktversuch
Gewicht pro Roving m [g]	250	375
	500	
Amplitude u [μm]	12	30
	48	
Anzahl Rovings n []	2	4
	6	

Alle Versuche werden einmal durchgeführt, mit Ausnahme des Mittelpunktversuchs. Dieser wird dreimal wiederholt. Durch seine dreifache Wiederholung lässt sich eine Aussage über die Streuung des Versuchsraums treffen. Die Untersuchungen werden stets nach einem Schema durchgeführt, dessen Reihenfolge in Tab. 3-15 aufgelistet ist.

Tab. 3-15: Reihenfolge der Untersuchungen

Abschnitt	Tätigkeit
Aufbau	Verknüpfung der Rovings mit den Gewichten Einlegen der Rovings in den Teststand Teststand schließen LUS kalibrieren
Start	Öffnen des Kugelhahns des Drucktopfs Mit einem Druck von 1 bar den Teststand für 30 s mit Silikonöl spülen Start Selbstauslöser (5 Bilder nach 10 s)
$u = 12 \mu\text{m}$	5 s Leerlauf 5 s mit LUS beschallen 5 Fotos mit einer LUS-Amplitude von $12 \mu\text{m}$; LUS abschalten
$u = 48 \mu\text{m}$	5 s Leerlauf 5 s mit LUS beschallen 5 Fotos mit einer LUS-Amplitude von $48 \mu\text{m}$; LUS abschalten
Ende	Schließen des Kugelhahns des Drucktopfs
Abbau	Öffnen des Teststands und reinigen

3.2.4 Viskosität

Der Teststand Viskosität hat als Ziel, die Viskosität der Matrix während der Beschallung mit LUS zu ermitteln. In Korrelation zur Temperaturentwicklung – ein wesentlicher Grund für die Viskositätsreduktion – soll beleuchtet werden, ob LUS einen zusätzlichen positiven Effekt der Viskositätsreduktion aufweist. In Tab. 3-16 sind die Stell- und Untersuchungsgrößen aufgelistet, die sich an den Arbeiten der Abschnitte 2.1.2 und 2.2.4 orientieren. Die Stellgröße ergibt sich aus folgender Randbedingung:

- Amplitude u : Bei den Testständen II-Kammer und Aufbauschung orientiert sich die eingesetzte Amplitude an den Ergebnissen des Teststands Druckkammer. Für den Teststand Viskosität hingegen wird die maximale Amplitude durch die Belastungsgrenze des Rheometers definiert, die auf den Bereich von 6 bis $10 \mu\text{m}$ festgelegt ist.

Die Untersuchungsgröße Viskosität wird über das Rheometer ermittelt und die Temperatur über ein zusätzlich eingefügtes Thermoelement.

Tab. 3-16: Stell- und Untersuchungsgrößen für den Teststand Viskosität

Stellgröße	Untersuchungsgröße
Amplitude u : 6–10 μm	Viskosität η Temperatur T

Die Umsetzung des Teststands Viskosität ist nach den Vorgaben aus Tab. 3-16 in Abb. 3-13 zu sehen. Links ist die schematische Umsetzung dargestellt. Für die Viskositätsmessung wird ein Platte-Platte-Aufbau verwendet, bei dem die untere Platte durch die Sonotroden spitze ersetzt wird. Die Umsetzung erfordert eine umfangreiche Modifikation des Rheometers. Das komplette Temperiersystem inklusive der unteren Bodenplatte muss ausgebaut und stattdessen die Sonotrode eingebaut werden. Der Sonotrodenkopf wird dabei bündig in die Bodenplatte des Rheometers integriert und stellt somit den unteren Teil des Platte-Platte Aufbaus dar. Die Baugruppe bestehend aus Sonotrode, Booster und Ultraschallwandler, ist am Unterteil des Rheometers fixiert. Die obere Platte hat einen Durchmesser von 18 mm. In der Mitte ist die Integration des LUS in das Rheometer dargestellt. Eine detaillierte Ansicht ist rechts gezeigt. Es ist erkennbar, dass die Sonotrode (Typ BS2d22 in Kombination mit Booster 1.8 FLAspez) bündig in die untere Platte eingefasst ist. Weitere Informationen über die Viskositätsmessung finden sich im Abschnitt 3.3.2.

**Abb. 3-13: Teststand Viskosität: schematischer Aufbau (links); Integration in das Rheometer (mittig; [189]) und Detailansicht (rechts; [189])**

Es werden drei Versuchsaufbauten umgesetzt, um den Effekt des LUS auf die Viskosität der untersuchten Matrix zu ermitteln. Die Aufbauten A–C sind in Abb. 3-14 dargestellt und werden im Folgenden genauer erläutert:

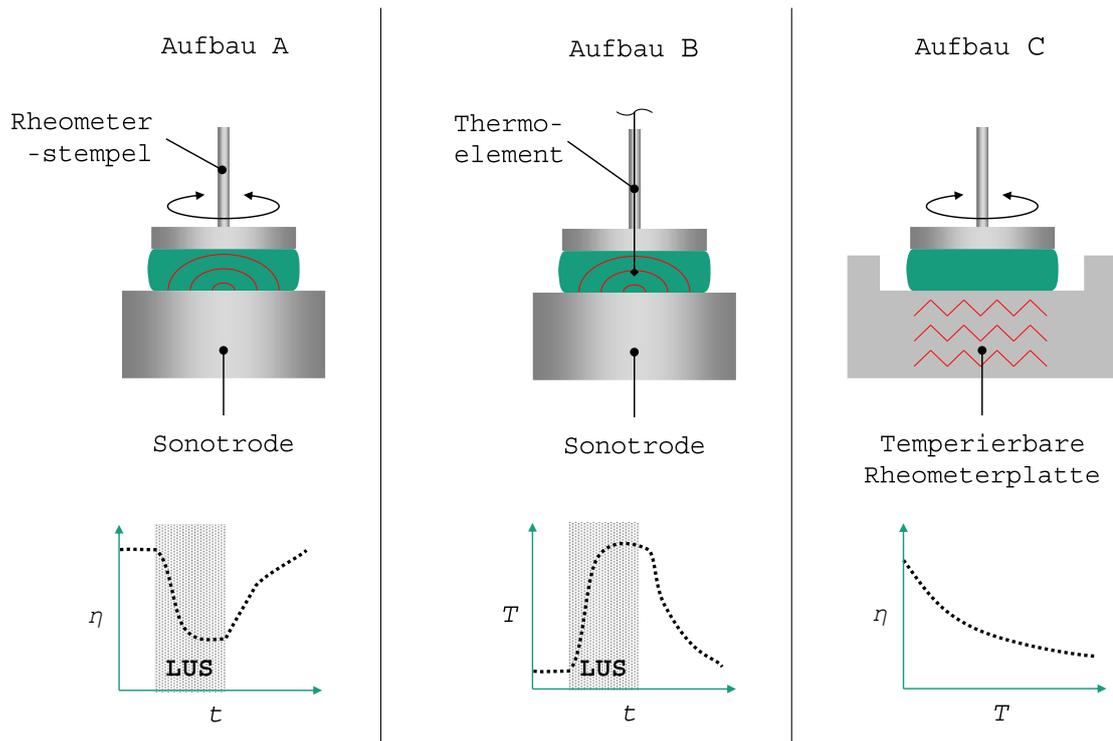


Abb. 3-14: schematische Darstellung: Aufbau A (Effekt LUS auf Viskosität), Aufbau B (Effekt LUS auf Temperatur), Aufbau C (Effekt Temperatur auf Viskosität)

- *Aufbau A:* Mit dem Teststand Viskosität (siehe Abschnitt 3.2.4) wird ermittelt, wie sich die Viskosität der Matrix in Abhängigkeit zur Beschallungszeit mit LUS verändert.
→ Aufbau A ermittelt die Viskositätsänderung während einer LUS-Beschallung.
- *Aufbau B:* In Aufbau A ist nicht erkennbar, welchen Anteil LUS und welchen Anteil die Temperaturerhöhung an der Viskositätsänderung der Matrix hat. Die Integration eines Thermoelements im Rheometer stört die Messung. Daher wird in Aufbau B anstelle der Viskosität nur die Temperaturänderung gemessen. Zur Messung der Temperatur wird in die obere Platte des Messsystems ein Thermo-element in eine zentral eingebrachte Bohrung integriert.
→ Aufbau B ermittelt die Temperaturänderung, verursacht durch LUS.
- *Aufbau C:* Aus Aufbau B ist bekannt, welche Temperatur die Matrix während der LUS-Beschallung hat. Unbekannt jedoch ist die Viskosität ohne LUS aufgrund der Temperaturänderung. Daher ist Aufbau C eine klassische Viskositätsmessung, bei der die Viskosität der Matrix über eine vorgegebene Temperaturrampe gemessen wird.
→ Aufbau C ermittelt die Viskositätsänderung, verursacht durch Temperatur.

Nach Kombination der Messergebnisse aus Aufbau B und C ist bekannt, welche Viskositätsänderung sich ausschließlich aufgrund der Temperaturänderung ergeben würde. In Abb. 3-15 sind alle Ergebnisse schematisch in Form der resultierenden

Diagramme der einzelnen Aufbauten dargestellt, inklusive deren Integration in einen zusammenhängenden Graphen.

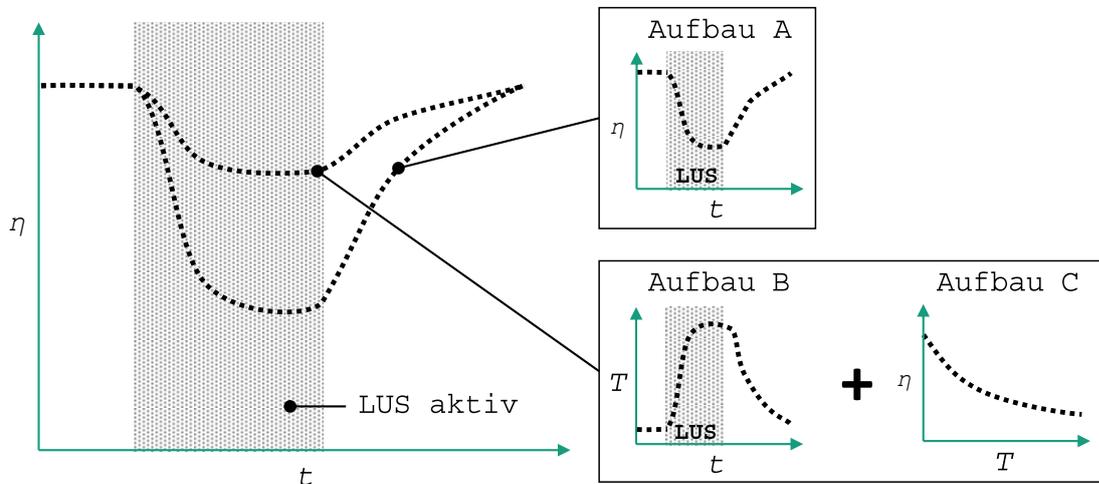


Abb. 3-15: Zusammenführung der Ergebnisse der Aufbauten A–C

Für die Untersuchung wird einzig das Epoxidharz (Biresin® CR141) der Matrix untersucht. Mit rund 8.000 mPa·s bei 25 °C weist das Epoxidharz die höchste Viskosität im Matrix-System auf. Voruntersuchungen zeigen, dass LUS den gleichen Effekt auf das Epoxidharz aufweist wie das Matrix-System [189]. Vorteil des Epoxidharzes ist jedoch, dass der zeitliche Faktor keinen Einfluss hat, da keine chemische Reaktion gestartet wird. Analog zum ersten Schritt in Tab. 3-9 wird das Epoxidharz für die Aufbauten A–C vorbereitet. Die Versuche für die Aufbauten A–C werden wie folgt ausgeführt:

- Aufbau A: Das Epoxidharz wird auf den Sonotrodenkopf aufgetragen. Anschließend wird die Viskositätsmessung gestartet. Die oszillierende Messung erfolgt bei 5 Hz mit einer Scherdeformation von 5 % und einem Messspalt von 0,5 mm. Die obere Platte hat einen Durchmesser von 18 mm. Für die ersten 30 s wird die Viskosität ohne Beschallung gemessen. Für die folgenden 20 s wird das Epoxidharz mit LUS beschallt. Die Viskositätsmessung wird dann für bis zu 180 s fortgeführt. Der Messzyklus wird für die Ultraschallamplituden 6, 8 und 10 μm untersucht. Alle Versuche werden mindestens dreimal wiederholt.
- Aufbau B: Gleiches Vorgehen wie bei Aufbau A, außer dass anstatt der Viskositätsmessung eine Temperaturmessung erfolgt. Alle Versuche werden mindestens dreimal wiederholt.
- Aufbau C: Die Untersuchung gleicht einer klassischen Viskositätsmessung. Die Viskosität des Epoxidharzes wird im Temperaturbereich von 20 bis 100 °C über eine vorgegebene Heizrate von 2 K/min bestimmt. Die Messeinstellungen sind identisch zu Aufbau A. Die Messkurve wird anschließend in einen analytischen Ausdruck umgewandelt.

3.3 Messmethoden

Der Abschnitt *Messmethoden* stellt die Methodik zur Quantifizierung der Untersuchungsgrößen dar und nennt das eingesetzte Messequipment. Die Aufteilung erfolgt in die Untersuchungsbereiche Faser, Matrix und Faser-Matrix-System. Auf Bauteilebene werden die Methoden im Abschnitt Bauteiluntersuchung näher erläutert.

Bei der Vorstellung der Ergebnisse im Kapitel 4 und 5 werden in den Graphen oder in Textform der Mittel-, Minimal- und der Maximalwert einer Messreihe grafisch dargestellt, sofern nicht anders angegeben.

3.3.1 Faser

Ziel bei der Untersuchung der Faser ist es, den Effekt des LUS auf die Faser zu ermitteln. Schwerpunkt hierbei ist die Feststellung, beziehungsweise Quantifizierung der Faserschädigung durch LUS mithilfe des Einzelfaserzugversuchs.

3.3.1.1 Einzelfaserzugversuch

Für die Einzelfaserzugversuche wird der FAVIMAT+ von Textechno eingesetzt. Dabei werden das Filament zwischen zwei Klammern eingeklemmt, die Feinheit T_t durch Ultraschallanregung und daraus der Durchmesser d_f ermittelt:

$$T_t = \frac{10^{11} F_v}{4 f^2 L^2} \quad (3-3)$$

$$d_f = \sqrt{\frac{4N}{9 \cdot 10^5 \pi \rho_f}} \quad (3-4)$$

Mit F_v der Vorspannung, f der Anregungsfrequenz, L der Einspannlänge wird die Feinheit T_t des Filaments ermittelt. Daraus ergibt sich mit der Faserstärke N und der Faserdichte ρ_f der Faserdurchmesser d_f . Dem Zugversuch liegen entsprechende Normen zugrunde [194, 195].

3.3.2 Matrix

Es gibt eine Bandbreite an Methoden, um den Effekt des LUS auf die Matrix zu ermitteln. In der Arbeit werden die Messmethoden Rheometer, Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) und die Fourier-Transformations-Infrarotspektroskopie (FTIR) eingesetzt.

3.3.2.1 Rheometer

Die Rheologie beschreibt das Widerstands- und Deformationsverhalten einer Flüssigkeit und stellt für die Matrix zur Verarbeitbarkeit eine wichtige Größe dar. In der Arbeit wird die Viskosität über das Rotationsrheometer MCR 302 (Anton Paar) mit einem Platte-

Platte-Aufbau ermittelt (siehe Abb. 3-16). Hierbei wird die Matrix auf die untere fixierte Platte aufgebracht, der Rheometerstempel mit der Höhe h zur unteren Platte positioniert und mit der Kreisfrequenz ω oszilliert. Zeitgleich wird das Drehmoment M aufgezeichnet.

Die Matrix ist ein viskoelastisches System, bestehend aus einem viskosen (η' , Newton) und einem elastischen (η'' , Hook) Anteil, die zusammen die komplexe Viskosität η^* ergeben [196]:

$$\eta^* = \eta' + i\eta'' = \frac{\tau(t)}{\dot{\gamma}(t)} = \frac{\tau_0 \sin(\omega t - \delta)}{\gamma_0 \omega \cos(\omega t)} \quad (3-5)$$

Hierbei ist τ_0 die Schubspannung, γ_0 die Scherdeformation, t die Zeit, ω die Kreisfrequenz und δ die Phasenverschiebung, die bei viskoelastischen Flüssigkeiten zwischen 0° und 90° liegt. 0° beschreibt dabei das Materialverhalten für ideal elastische und 90° für ideal viskose Flüssigkeiten. Das Speichermodul G' und das Verlustmodul G'' geben die durch die Deformation gespeicherte beziehungsweise verlorene Energie der Matrix an. Das Speichermodul entspricht hierbei dem elastischen und das Verlustmodul dem viskosen Anteil. In der Arbeit gibt die Gelzeit t_{gel} die Verarbeitungszeit einer Matrix an, die den Zeitraum definiert, bis G' größer als G'' wird. Der Schnittpunkt beider Kurven beschreibt den physikalischen Übergang der Matrix von einer Flüssigkeit hin zu einem Feststoff.

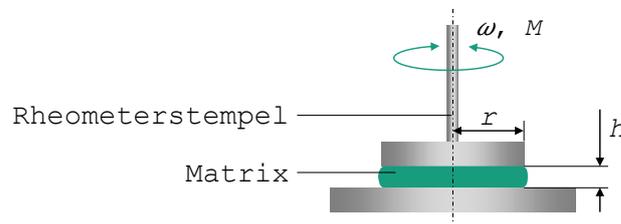


Abb. 3-16: Platte-Platte-Aufbau des Rheometers zur Bestimmung der Viskosität

Beim Platte-Platte-Aufbau bildet sich keine homogene Scherrate über den Radius des Messaufbaus. Daher werden die Schubspannung (Gleichung (3-6)) und Scherrate (Gleichung (3-7)) über den Radius bestimmt.

$$\tau(r) = \frac{2M}{r^3\pi} \quad (3-6)$$

$$\dot{\gamma}(r) = \frac{r\omega}{h} \quad (3-7)$$

3.3.2.2 Dynamische Differenzkalorimetrie

Mittels der dynamischen Differenzkalorimetrie –Englisch: Differential Scanning Calorimeter (DSC) – lassen sich charakteristische Temperaturen wie Schmelz- und Glasübergangstemperaturen bestimmen. In der Arbeit ist die Glasübergangstemperatur T_g – der Bereich, bei dem die ausgehärtete Matrix in einen Zustand beweglicher Molekulketten übergeht – von Interesse. Eine hohe Glasübergangstemperatur lässt indirekt auf eine hohe und damit gute Vernetzungsdichte der ausgehärteten Matrix schließen. Darüber hinaus lässt sich die Reaktionswärme mit DSC ermitteln, die bei der Aushärtung freigesetzt wird. Auch hier entspricht eine hohe Reaktionswärme einer guten Vernetzung und somit einer guten Aushärtung.

In Abb. 3-17 ist die Funktionsweise des in der Arbeit eingesetzten Messgeräts DSC 214 Polyma (Netzsch), das mit dem Wärmestrom-Prinzip arbeitet, schematisch dargestellt. In der Messkammer werden die Probe und die Referenz mit einer gewünschten Temperaturkurve beaufschlagt. Die Probe folgt der Temperaturkurve bis zu dem Moment der Phasenumwandlung. Erkennbar ist die Umwandlung durch die Temperaturdifferenz zwischen T_{Probe} und T_{Ref} , aus der eine Wärmestromänderung $\Delta\Phi$ resultiert.

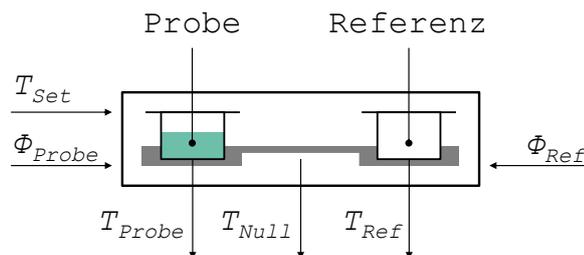


Abb. 3-17: Wärmestrom innerhalb der DSC-Messkammer (nach [197])

In Abb. 3-18 ist die Wärmestromänderung am Glasübergangsbereich beispielhaft skizziert. Die T_g wird in der Arbeit über das Halbstufenhöhenverfahren ermittelt. Hier schneidet sich die gemessene DSC-Kurve mit einer Linie im Punkt $T_{1/2,g}$, die zu den beiden extrapolierten Basislinien im gleichen Abstand verläuft. $T_{1/2,g}$ ist dabei die gesuchte T_g [198].

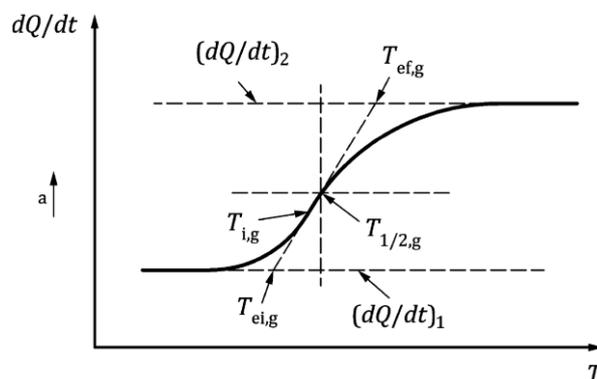


Abb. 3-18: Beispiel zur Bestimmung der Glasübergangstemperatur [198]

3.3.2.3 Fourier-Transformations-Infrarotspektrometer

Das Fourier-Transformations-Infrarotspektrometer (FTIR) wird eingesetzt, um die chemische Zusammensetzung einer Probe zu ermitteln. Bei der Arbeit handelt es sich um das Messgerät Vertex 70 (Brucker), das infrarotes Licht im Wellenzahlenbereich von 400 bis 4500 cm^{-1} von einem Strahler über einen Strahlenteiler auf die Probe lenkt und von dort weiter an den Detektor. Die funktionellen Gruppen der Probe absorbieren jeweils die entsprechenden Frequenzbereiche. Das sich abbildende Absorptionsspektrum ist vergleichbar mit einem Fingerabdruck und für jeden Stoff einzigartig [199].

Die Transmission *Trans* ist prozentual angegeben und zeigt das Verhältnis der ausgestrahlten Intensität *I* des Strahles und der empfangenen Intensität I_0 am Detektor an.

$$Trans = \frac{I}{I_0} \quad (3-8)$$

Die Absorption *Abs* hängt logarithmisch mit der Transmission zusammen, sodass 100 % Transmission eine Absorption von 0 Einheiten und 10 % Transmission entsprechend eine Absorption von 1 Einheit ergibt.

$$Abs = \frac{\log}{Trans} \quad (3-9)$$

3.3.3 Faser-Matrix-System

Ziel bei der Untersuchung des Faser-Matrix-Systems ist es, den Effekt des LUS auf die Faser-Matrix-Haftung zu ermitteln. Hierzu wird der Roving in der Matrix mit LUS beschallt und anschließend untersucht, wie im Abschnitt 3.2.1 erläutert und in Abb. 3-4 bildlich dargestellt. Es gibt eine Reihe von Messmethoden zur Bestimmung der Faser-Matrix-Haftung, die in Abb. 3-19 schematisch dargestellt und in zahlreichen Veröffentlichungen [165, 200–212] beschrieben sind [160, 196–208]. Allen Methoden, außer 6 und 7, ist gemein, dass der Roving nach der Beschallung von der Matrix befreit und dafür gereinigt werden muss, damit ein Filament in die Messeinrichtung eingespannt werden kann. Zur Reinigung wird Aceton verwendet – siehe Arbeiten [133, 143] – wodurch jedoch der Zustand des behandelten Rovings verändert wird und keine klare Aussage mehr möglich ist. Daher wird zur Bestimmung der Faser-Matrix-Haftung der Fragmentierungstest (7) ausgewählt, der keine Reinigung des Filaments erfordert und im folgenden Abschnitt erläutert wird.

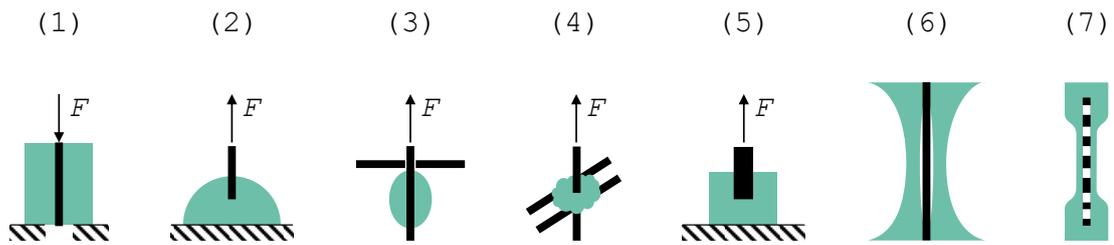


Abb. 3-19: Messmethoden zur Bestimmung der Faser-Matrix-Haftung: (1) Einzelfaser-Push-Out-Test; (2) Einzelfaser-Auszugstest; (3) Mikrobond-Test; (4) Drei-Faser-Test; (5) Faserbündel-Auszugstest; (6) Broutman-Test; (7) Fragmentierungstest (Schema nach [165])

3.3.3.1 Fragmentierungstest

Zur Bestimmung der Faser-Matrix-Haftung beim Fragmentierungstest wird ein Filament in eine Zugprobe, bestehend aus der Ziel-Matrix, eingebettet und darin ausgehärtet. Anschließend wird die Probe stufenweise [212] oder kontinuierlich [213] gedehnt – wovon Letzteres in der Arbeit umgesetzt wird – bis keine weiteren Filamentbrüche detektiert werden. Voraussetzung ist, dass die Dehnrates bei Bruch der Matrix höher als die des Filaments ist. In Abb. 3-20 sind die ansteigenden Spannungszustände $\sigma_1 - \sigma_3$, inklusive der Zunahme der Filamentbrüche der Probe, schematisch dargestellt.

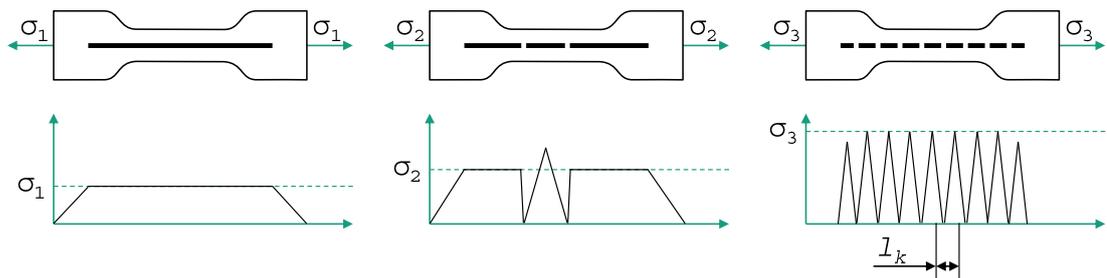


Abb. 3-20: Fragmentierungstest: schematische Darstellung (nach [214])

Der Spannungszustand σ_3 stellt den Sättigungszustand der Filamentbrüche dar, bei der die kritische Faserlänge l_k erreicht ist und eine weitere Erhöhung der Spannung keine weiteren Brüche mehr verursacht.

$$\sigma_f = 0,1 \frac{E}{\pi} \quad (3-10)$$

$$l_k = \frac{4}{3} \bar{l} \quad (3-11)$$

$$\tau_k = \frac{\sigma_f d}{2l_k} \quad (3-12)$$

Mit der Faserspannung σ_f [215], dem Faserdurchmesser d_f und der kritischen Faserlänge l_k [216] lassen sich die Faser-Matrix-Haftung und damit die Grenzflächenschubfestigkeit τ_k ermitteln [217].

Der Fragmentierungstest wird in der Arbeit mit folgenden Rahmenbedingungen durchgeführt:

- Abmessung Zugprobe: entsprechend zu [212], siehe Abb. 3-21
- Filament: CF, siehe Tab. 3-1
- Anzahl Filamente: Zwei Filamente entsprechend [218]
- Zugversuch: 0,1 mm/min mit Allround Line Z050 (ZwickRoell)
- Mikroskopie: 50x mit DM4000 M (Leica) und polarisiertem Licht

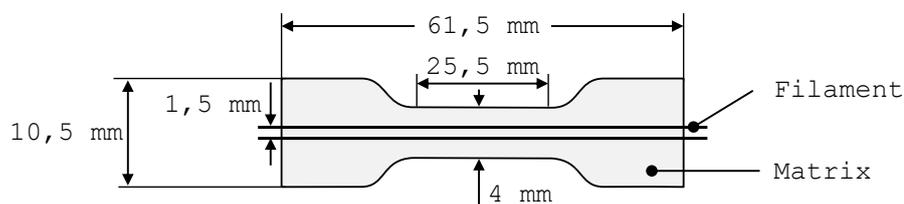


Abb. 3-21: Abmessung der Zugprobe mit einer Probendicke von 2 mm entsprechend [212]

3.3.4 Bauteiluntersuchung

Die Bauteile werden mit einer Reihe von Untersuchungsmethoden aus dem Bereich Mechanik und Optik untersucht, deren Umsetzung im Folgenden näher erläutert wird.

3.3.4.1 Interlaminare Scherfestigkeit

Als matrixdominiertes Messverfahren wird der Kurzbiegeversuch zur Bestimmung der interlaminaren Scherfestigkeit R_{ILSS} angewendet. Die Herstellung der Prüfkörper und die Durchführung der Prüfungen erfolgt wie dargestellt.

Tab. 3-17: Prüfparameter für das Prüfverfahren ILSS [219]

Prüfnorm	GFK: DIN EN ISO 2377 [220] CFK: DIN EN ISO 14130 [221]
Prüfkörper	GFK: 33,5x16,5x5,0 mm ³ CFK: 50,0x25,0x5,0 mm ³
Prüfgeschwindigkeit	1 mm/min
Maschinendaten	ZwickRoell, Allround Line Z050, Nennlast 50 kN

3.3.4.2 3-Punkt-Biegung

Zur Bestimmung der Biegefestigkeit R_{3PB} und Biegesteifigkeit E_{3PB} wird das Prüfverfahren 3-Punkt-Biegung (3PB) eingesetzt. Die Herstellung der Prüfkörper und Durchführung der Prüfungen geschieht wie dargestellt.

Tab. 3-18: Prüfparameter für das Prüfverfahren 3-Punkt-Biegung

Prüfnorm	DIN EN ISO 14125 [222]
Prüfkörper	GFK: 150x15x5 mm ³ (Klasse III, Anhang A) CFK: 250x15x5 mm ³ (Klasse IV, Anhang A)
Prüfgeschwindigkeit	GFK: 2 mm/min CFK: 10 mm/min
Maschinendaten	ZwickRoell, Allround Line Z050, Nennlast 50 kN Radien Auflager und Biegefinne: 5 mm

3.3.4.3 Makroskopie

Bauteile mit deutlich erkennbaren trockenen Stellen aufgrund einer schlechten Imprägnierung werden mechanisch nicht untersucht. Die Messergebnisse würden eine große Streuung bei gleichzeitig geringen mechanischen Kennwerten aufweisen und können daher nicht mit den übrigen Ergebnissen verglichen werden. Aus diesem Grund werden die Bauteile nur makroskopisch untersucht, indem die Schnittkante mit einer Spiegelreflexkamera EOS 500D (Canon) fotografiert wird. Die Oberfläche der trockenen Bereiche wird mit der Software „Bild-Vermessen“ (CAD_KAS) ermittelt und relativ zum Gesamtprofil angegeben. In Abb. 3-22 ist beispielhaft eine vermessene Profilprobe dargestellt, bei der rund 6 % nicht vollständig imprägniert sind.

**Abb. 3-22: makroskopische Aufnahme des 60x5 mm²-Profils im Querschnitt (nach [219])**

3.3.4.4 Mikroskopie

Mit der Mikroskopie wird das Bauteil optisch auf Porengehalt (Imprägnierungsgüte) und Faserverteilung (Homogenität) untersucht. Die Untersuchung erfolgt jedoch rein qualitativ. Hierfür wird aus dem 60x5 mm²-Profil eine Probe mit dem Maß 40x5 mm² (siehe Abb. 3-23) und einer Tiefe von 20 mm entnommen, die anschließend in eine 2K-Matrix eingebettet und nach einem vorgegebenen Ablauf geschliffen und poliert wird [219].

Die präparierten Proben werden mit dem Durchlichtmikroskop DM4000 M LED (Leica) betrachtet und der Software LAS V4.8 (Leica) ausgewertet. Untersucht und aufgenommen wird jeweils die Probenmitte. Bei Auffälligkeiten wird zusätzlich der erweiterte Bereich der Mittelachse betrachtet (siehe Abb. 3-23).

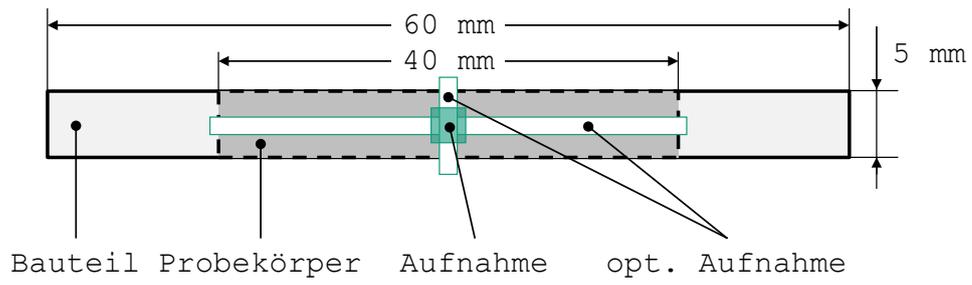


Abb. 3-23: Bereich der mikroskopischen Aufnahme innerhalb des Probekörpers (nach [219])

4 Prozessuntersuchung

Das Kapitel *Prozessuntersuchung* untersucht den Effekt des LUS auf den Prozess Pultrusion mit den Schwerpunkten Prozess- und Bauteilgrößen. Die wissenschaftliche Untersuchung ist in folgende Abschnitte aufgeteilt:

- *Ausarbeitung des Prozessrahmens* (siehe Abschnitt 4.1): Der Effekt des LUS auf Faser und Matrix ist im Abschnitt 2.2 umrissen. Für die Implementierung des LUS in die Pultrusion jedoch fehlen quantitative Werte für die eingesetzten Komponenten (Faser und Matrix). In diesem Abschnitt werden die Belastungsgrenzen ermittelt, womit eine gezielte Eingrenzung des Versuchsraums für die darauffolgende Prozessuntersuchung ermöglicht wird.
- *Referenzversuche* (siehe Abschnitt 4.2): In dem Abschnitt werden die Referenzwerte für die Prozess- und Bauteilgrößen der wichtigsten drei Imprägnierungsarten ohne LUS (siehe Abschnitt 2.1.3) ermittelt: offene Imprägnierung im Wannenverfahren, konische II-Kammer und tropfenförmige II-Kammer.
- *Konische II-Kammer* (siehe Abschnitt 4.3): Ausgerichtet auf die Vorkenntnisse aus den Abschnitten 2.1, 2.2 und 4.1 werden der Versuchsraum aufgestellt und die Effekte des LUS auf die Prozess- und Bauteilgrößen in Kombination mit der konischen II-Kammer ermittelt.
- *Tropfenförmige II-Kammer* (siehe Abschnitt 4.4): Analog zu Abschnitt 4.3 wird der Effekt des LUS in Kombination mit der tropfenförmigen II-Kammer ermittelt.
- *Diskussion* (siehe Abschnitt 4.5): Mit Hilfe der Ergebnisse aus den Abschnitten 4.1–4.4 werden die Haupteffekte des LUS auf den Pultrusionsprozess herausgearbeitet und quantifiziert.

Die Untersuchungen für den Abschnitt *Ausarbeitung des Prozessrahmens* sind im Rahmen der Abschlussarbeiten von Johanna Wiethaler [185] und Soyeon Lee [191] durchgeführt worden. Ergebnisse aus den Abschnitten *Referenzversuche*, *Konische II-Kammer* und *Tropfenförmige II-Kammer* sind im Rahmen der Abschlussarbeiten von Benedikt Goth [21], Robert Karl [190] und Christian Reiner [219] erarbeitet worden.

4.1 Ausarbeitung des Prozessrahmens

Zur Definition des Prozessrahmens wird der Effekt des LUS auf die zwei Bestandteile des FVK – die Faser und die Matrix – untersucht. Die Untersuchungen geben den Rahmen für die anschließenden Prozessuntersuchungen der konischen und tropfenförmigen

II-Kammer vor. Prozessuntersuchungen außerhalb des ermittelten Prozessrahmens bedingen eine Schädigung der Fasern oder der Matrix. Alle Untersuchungen im Abschnitt 4.1 werden mit dem Teststand Druckkammer durchgeführt (siehe Abschnitt 3.2.1).

4.1.1 Prozessrahmen der Faser

Die Stellgrößen zur Bestimmung des Prozessrahmens der Faser ergeben sich aus den Abschnitten 2.2.2, 2.2.3 und sind in Tab. 3-6 zusammengefasst. Sie lauten wie folgt: Viskosität η , Beschallungszeit t , Druck p , Amplitude u und Abstand s zum beschallten Objekt. Im Abschnitt 4.1.1.1 wird der Effekt der Viskosität im Zusammenspiel mit dem LUS auf die Faserschädigung ermittelt und im Abschnitt 4.1.1.2 wird der Prozessrahmen durch Verwendung der Ziel-Matrix definiert.

4.1.1.1 Einfluss der Viskosität auf die Faserschädigung

Die Viskosität der eingesetzten Matrix ist abhängig von der Temperatur (siehe Formel (3-1)) und hat einen Effekt auf den Wirkungsbereich des LUS. Vereinfacht erklärt: mit zunehmender Viskosität reduziert sich der Wirkungsbereich des LUS. Dies ist durch Formel (2-5) analytisch beschrieben.

In Abb. 4-1 ist das Ergebnis der Untersuchung dargestellt. Das Vorgehen der Untersuchung wurde im Abschnitt 3.2.1 erläutert. Bei einer Viskosität zwischen 100 und 1000 mPa·s und einer relativ kurzen Beschallungszeit von 5 s ist keine Faserschädigung zu beobachten. Für eine Viskosität im Bereich von 1 bis 100 mPa·s jedoch ist bei allen Beschallungszeiten eine Faserschädigung zu verzeichnen, die mit Abnahme der Viskosität zunimmt.

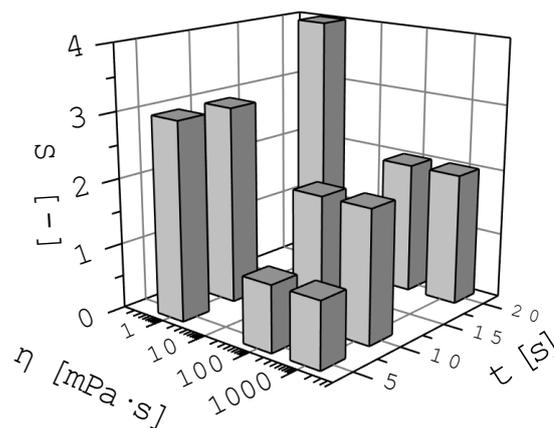


Abb. 4-1: Faserschädigung S eines CF-Rovings in Abhängigkeit zur Viskosität und Beschallungszeit bei einer Amplitude von 30 μm und einem Druck von 6 bar

4.1.1.2 Prozessfenster des LUS für GF und CF

Für die Prozessuntersuchung ist bedeutsam zu wissen, welche Amplituden verwendet werden können, ohne die Faser zu schädigen. Eine Faserschädigung würde direkt zur Reduktion der Bauteileigenschaften führen.

Im betrachteten Prozessfenster zeigt sich, dass besonders der Druck einen großen Einfluss auf die maximal mögliche Amplitude hat. Während bei einem Druck von 0 bar bis zu 40 μm bei CF und bis über 100 μm bei GF möglich sind, reduziert sich die Amplitude bei 6 bar auf unter 15 μm . Auch mit zunehmendem Abstand kann die Amplitude erhöht werden, ohne die Faser zu schädigen. Jedoch ist der Einfluss im Vergleich zum Druck in etwa halb so groß. Die Messung im Einzelfaserzugversuch der beschallten CF bestätigt, dass keine Faserschädigung im ermittelten Amplitudenbereich auftritt [191].

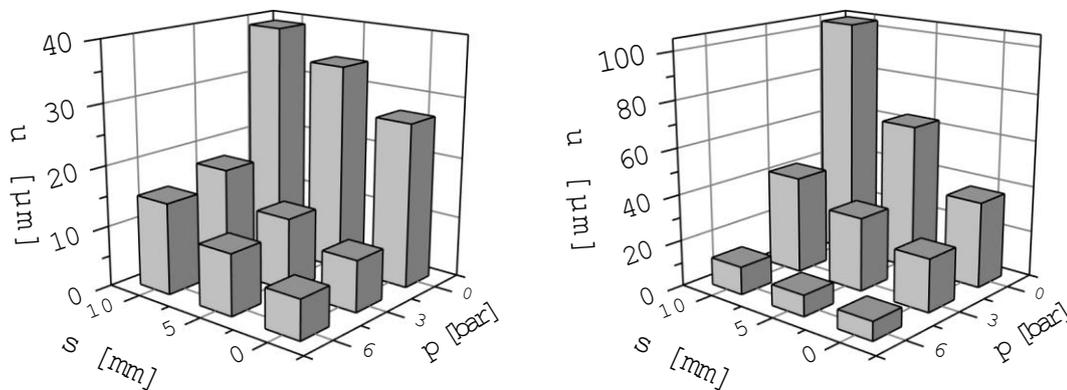


Abb. 4-2: Prozessfenster für CF (links) und GF (rechts): maximale Amplitude u in Relation zu Abstand s und Druck p (nach [191])

4.1.2 Prozessrahmen der Matrix

Die Stellgrößen zur Bestimmung des Prozessbereichs der Matrix ergeben sich aus den Abschnitten 2.2.2, 2.2.3 und 2.2.4 und sind in Tab. 3-6 zusammengefasst. Sie lauten wie folgt: Amplitude u , Zeit t und Druck p . Im Abschnitt 4.1.2.1 wird der Kavitationsbereich des LUS in der Ziel-Matrix ermittelt. Darauf aufbauend wird in den Abschnitten 4.1.2.2–4.1.2.5 der Prozessrahmen der Matrix festgelegt.

4.1.2.1 Wirklänge der Kavitation

Haupteinfluss des LUS auf die Matrix ist die Kavitation. Zur Visualisierung des Kavitationsbereichs wurde die Ziel-Matrix während der LUS-Beschallung mit einer Hochgeschwindigkeitskamera gefilmt. In Abb. 4-3 ist die Kavitationszone in Form einer weißlich diffusen Fläche unterhalb der Sonotrode erkennbar.

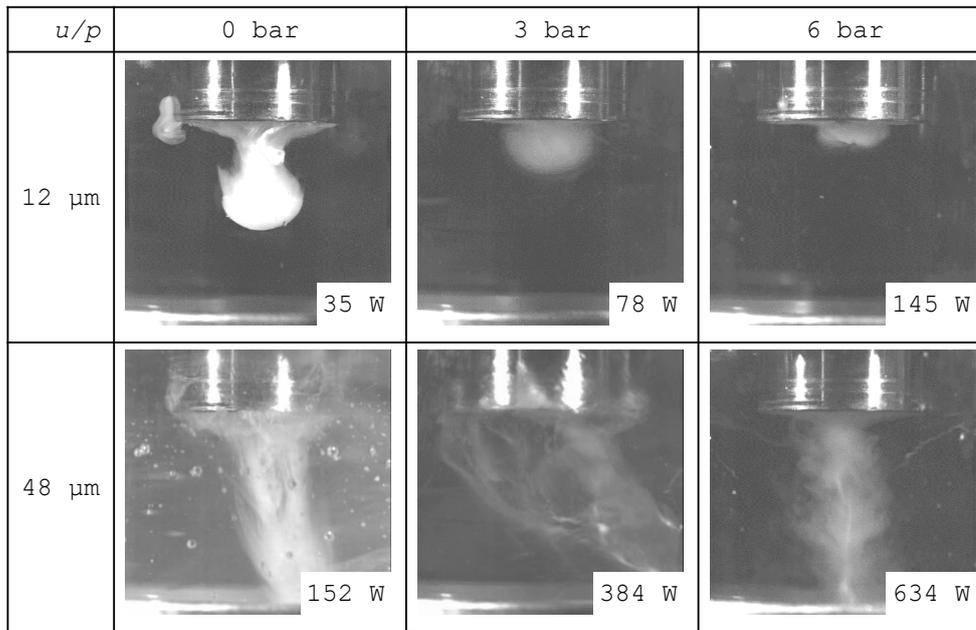


Abb. 4-3: Kavitationszone bei unterschiedlichen Amplituden und Drücken. Die momentane Leistung ist unten rechts im jeweiligen Bild angegeben.

Mit zunehmendem Druck verkleinert sich die Kavitationszone bei einer gleichzeitig höheren Leistungsdichte. Durch Erhöhung der Amplitude wiederum vergrößert sich der Bereich der Kavitation. Das Gebiet der Kavitation wird durch die Wirklänge l_K quantifiziert und ist in Abb. 4-4 über die Stellgrößen Amplitude und Druck aufgetragen.

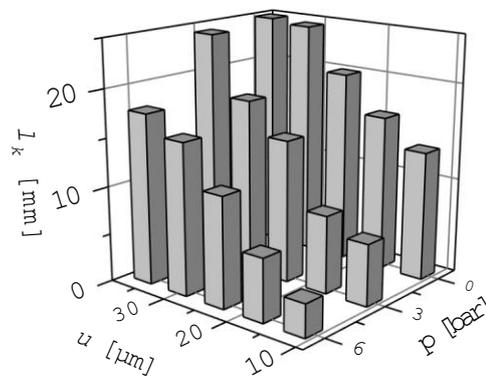


Abb. 4-4: Wirklänge l_k in Abhängigkeit von Amplitude u und des Druckes p

Aus der vorangegangenen Untersuchung konnte die LUS-Intensität I_{LUS} in Abhängigkeit von Druck und Amplitude ermittelt werden. In Abb. 4-5 ist links der Verlauf für die Drücke 0, 3 und 6 bar dargestellt.

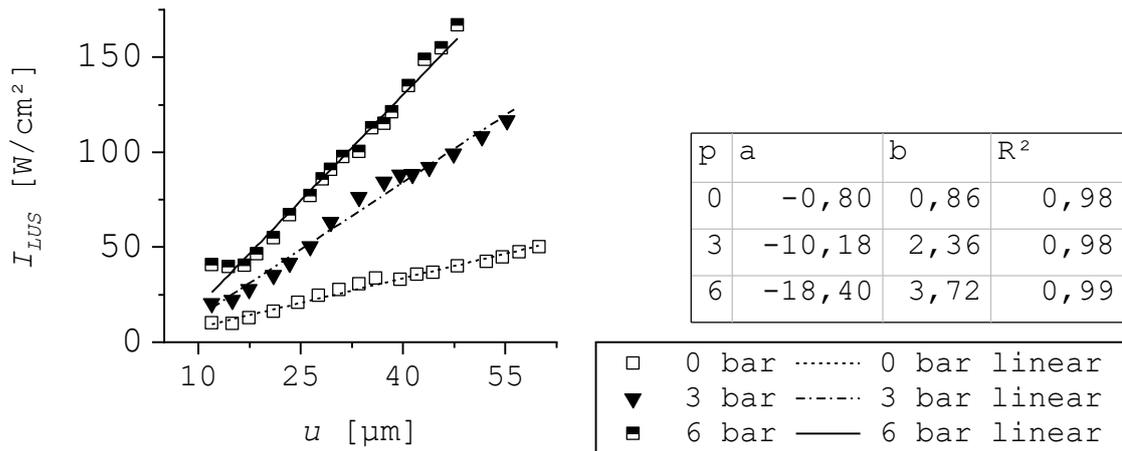


Abb. 4-5: Entwicklung der LUS-Intensität I_{LUS} in Abhängigkeit von Druck und Amplitude

Die Messpunkte stellen hierbei die experimentell ermittelten Werte da. Für die Messreihen ergeben sich fast lineare Kurvenverläufe Daher lässt sich I_{LUS} mit dem linearen Ansatz aus Formel (4-1) analytisch darstellen.

$$I_{LUS}(u) = a + bu \tag{4-1}$$

Die Faktoren a und b der einzelnen Druckreihen – ebenso der Bestimmtheitsgrad R^2 – sind in Abb. 4-5 rechts aufgelistet. In Tab. 4-1 sind die maximalen LUS-Amplituden für CF und GF – bei der keine Faserschädigung auftritt – aus Abschnitt 4.1.1 übernommen und in Relation zur I_{LUS} gesetzt. Zur Umrechnung der Amplitude in die entsprechende I_{LUS} wurde der ermittelte lineare Ansatz angewendet. Die im Untersuchungsraum ermittelte maximale I_{LUS} von 160 W/cm² liegt deutlich oberhalb der maximalen Intensitäten, bei denen keine Faserschädigung auftritt. Bei CF liegt der Wertebereich zwischen 6 und 27 W/cm² und bei GF etwas höher, zwischen 12 und 44 W/cm². Jedoch verliert der lineare Ansatz unterhalb von 12 µm an Bestimmtheit, da dies außerhalb des Untersuchungsraums liegt. Somit können die Amplitudenwerte bei 6 bar nur bedingt in die entsprechende I_{LUS} umgerechnet werden.

Tab. 4-1: maximale Amplitude u ohne Faserschädigung in Relation zur LUS-Intensität I_{LUS}

p [bar]	CF		GF	
	u [µm]	I_{LUS} [W/cm ²]	u [µm]	I_{LUS} [W/cm ²]
0	27,0	27	37,2	31
3	8,4	9	22,8	44
6	6,5	6	8,1	12

In den folgenden Abschnitten wird die Charakterisierung des LUS-Effekts auf die Matrix umfassend erläutert. Aus den Abschnitten 2.2.2 und 2.2.4 und Tab. 3-6 ergeben sich die drei wichtigsten Stellgrößen für die Untersuchung: Amplitude, Zeit und Druck. Durch Variation der Stellgrößen soll der Effekt auf folgende Untersuchungsgrößen ermittelt werden:

- Energieeintrag:
 - ΔT : Temperaturdifferenz der Matrix
 - P : Entwicklung des Leistungseintrags in die Matrix
 - E : Energieeintrag über die gesamte Beschallungszeit
- Rheologie: (Weiteres siehe Abschnitt 3.3.2.1)
 - η_{25} : Komplexe Viskosität bei 25 °C
 - t_{gel_90} : Gelzeit bei 90 °C
- Reaktionskinetik: (Weiteres siehe Abschnitt 3.3.2.2)
 - T_{g1} : Glasübergangstemperatur bei der Temperaturkurve T_{k1}
 - T_{g2} : Glasübergangstemperatur bei der Temperaturkurve T_{k2}
 - W : Reaktionsenthalpie bei der Temperaturkurve T_{k2}
- Chemische Reaktion: (Weiteres siehe Abschnitt 3.3.2.3)
 - qualitative Veränderung ermittelt durch das FTIR

Alle Ergebnisse der Untersuchungsgrößen für Abschnitt 4.1.2 sind in Tab. A-2 im Anhang zusammengefasst und werden in den folgenden Abschnitten in Effekt-Diagrammen gegenübergestellt und anschließend analysiert. In Abb. 4-6 ist beispielhaft gezeigt, wie aus einem Versuchsraum (1) mit zwei Stellgrößen (a und b) und der Untersuchungsgröße (y) die Effekt-Diagramme (2 und 3) der einzelnen Stellgrößen gebildet werden. Der mehrdimensionale Versuchsraum wird auf die Dimension der Stellgröße reduziert und der Mittelwert pro Stufe aus den einzelnen Messpunkten ermittelt. Durch lineare Interpolation ergibt sich hieraus der Effekt der jeweiligen Stellgröße. Es handelt sich um einen positiven Effekt, wenn die Untersuchungsgröße mit Zunahme der Stellgröße ansteigt, wie im Effekt-Diagramm (2). Umgekehrt handelt es sich um einen negativen Effekt (siehe (3) in Abb. 4-6). Die Effekt-Diagramme der Abschnitte 4.1.2.2–4.1.2.4 und 5.1 werden im identischen Format vorgestellt.

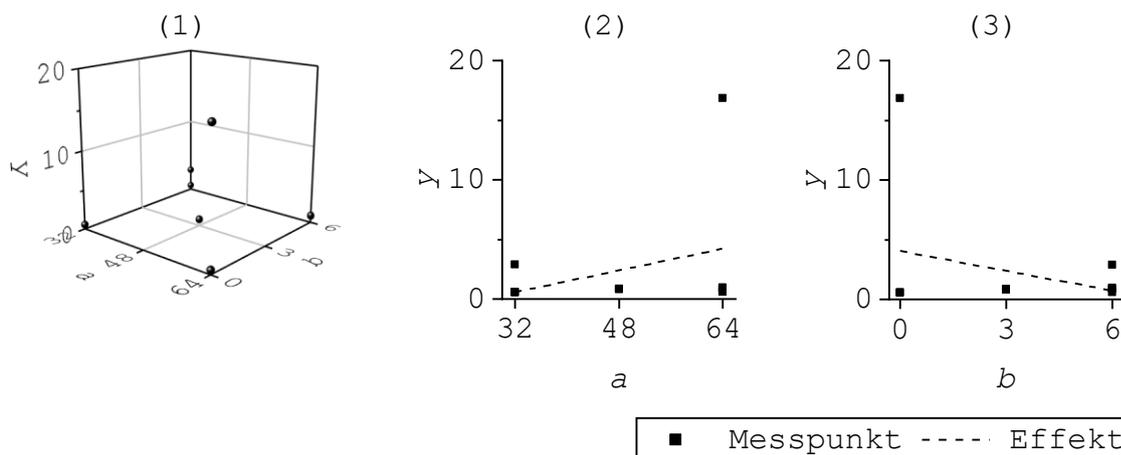


Abb. 4-6: Übertragung des Versuchsraums (1) in die Effekt-Diagramme (2) und (3)

4.1.2.2 Energieeintrag

Charakteristisch für die meisten Versuche ist ein starker Temperaturanstieg innerhalb der ersten zehn Sekunden und ein anschließendes Einpendeln auf ein bestimmtes Niveau. Eine Ausnahme stellt Versuch A.4 dar, da hier die Temperatur bis zum Versuchsende kontinuierlich ansteigt. Kennzeichnend für die Leistung ist, dass sie zu Beginn am höchsten ist und dann innerhalb weniger Sekunden auf ein niedrigeres Niveau abfällt.

Da die Einkopplung des LUS in einer Flüssigkeit immer mit einer Temperaturerhöhung verbunden ist, ist der Effekt dementsprechend bei allen Versuchen erkennbar. Zur Betrachtung der Effekte der Stellgrößen (Amplitude, Zeit und Druck) sind diese in Abb. 4-7 in Effekt-Diagrammen getrennt dargestellt. Im untersuchten Versuchsraum ist der positive Effekt der Amplitude und der Zeit auf die Temperaturerhöhung im Vergleich zum Druck am höchsten. Die größte Temperaturerhöhung mit 138 K zeigt sich bei Versuch A.4. Mit 15 K weist B.1 die niedrigste Temperaturerhöhung auf.

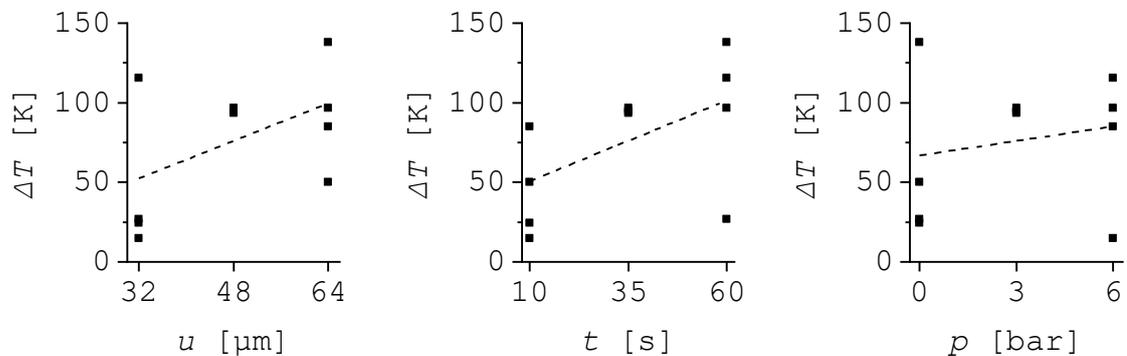


Abb. 4-7: Effekt-Diagramme für die Temperaturerhöhung ΔT [185]

In Abb. 4-8 ist der Effekt auf die durchschnittliche Leistung dargestellt. Es zeigt sich, dass der Druck den größten Effekt aufweist. Mit zunehmender Amplitude steigt ebenso die Leistung, jedoch in einem geringeren Maße im Vergleich zum Druck. Je länger die Beschallungszeit ist, desto geringer ist auch die durchschnittliche Leistung. Die höchste durchschnittliche Leistung von 389 W weist Versuch B.2 auf. Mit 34 W wird bei Versuch A.3 die geringste Leistung eingekoppelt.

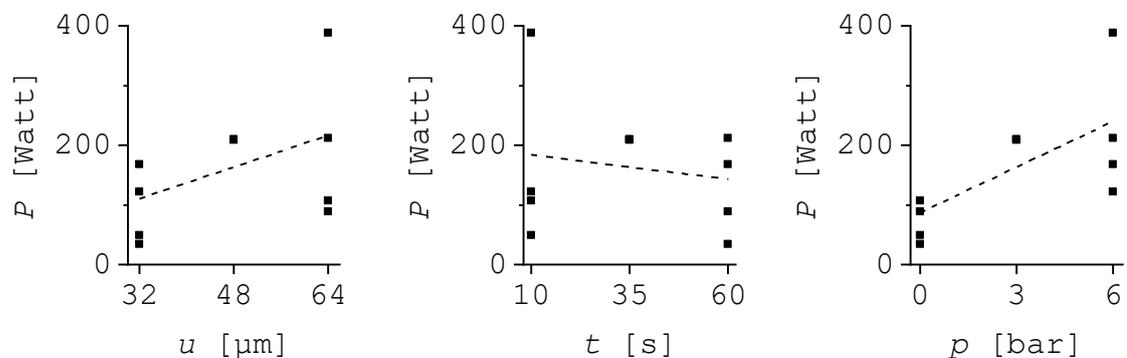


Abb. 4-8: Effekt-Diagramme für die durchschnittliche Leistung P [185]

Bei allen Versuchen ist ein positiver Effekt durch die Stellgrößen auf die eingetragene Energie J festzustellen (siehe Abb. 4-9). Die Zeit weist dabei den größten Effekt auf, gefolgt von Druck und Amplitude. Die höchste Energieeintragung von 12,8 kW·s zeigt Versuch B.4 auf. Mit 0,5 kW·s wird bei Versuch A.1 die geringste Energie eingekoppelt.

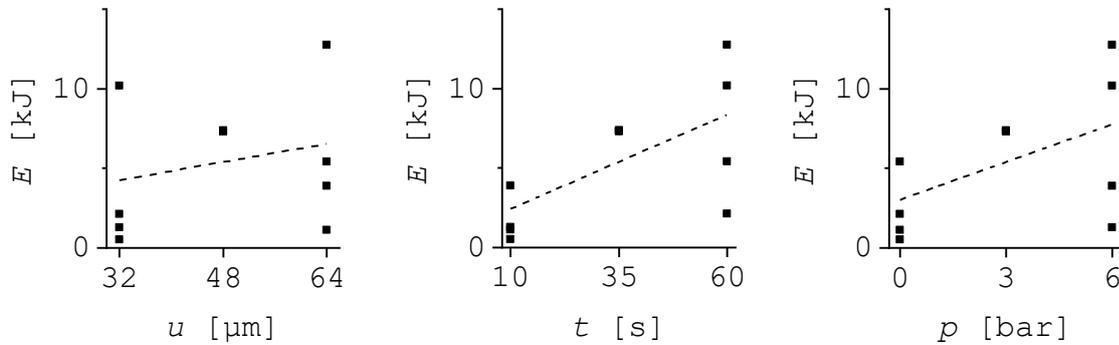


Abb. 4-9: Effekt-Diagramme für die Energie E [185]

4.1.2.3 Rheologie

In Abb. 4-10 zeigt sich, dass η_{25} nach der Behandlung mit LUS bei allen Versuchen im Vergleich zum Ausgangswert ansteigt. Während die Amplitude und die Zeit einen leicht positiven Einfluss haben, sinkt die ermittelte Viskosität mit zunehmendem Druck. Bei allen Versuchen ist zu erkennen, dass die Viskosität leicht ansteigt, einzig Versuch A.4 mit der höchsten Viskosität von 16,83 Pa·s bestätigt dies nicht. Die niedrigste Viskosität weist Versuch A.1 mit 0,55 Pa·s auf.

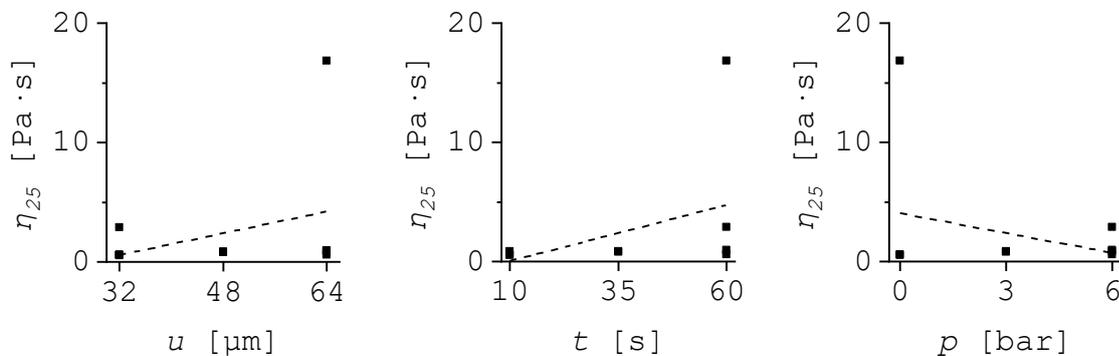


Abb. 4-10: Effekt-Diagramme für die Viskosität η_{25}

Im Vergleich zur Viskosität weisen alle Stellgrößen einen unterschiedlichen Effekt auf die Gelzeit t_{gel_90} auf (siehe Abb. 4-11). Während die Amplitude keinen Effekt erkennen lässt, reduziert sich die Gelzeit mit zunehmender Beschallungszeit. Beim Druck hingegen erhöht sich die Gelzeit geringfügig. Versuch A.4 hat mit 14 min die kürzeste und Versuch B.2 mit 31 min die längste Gelzeit.

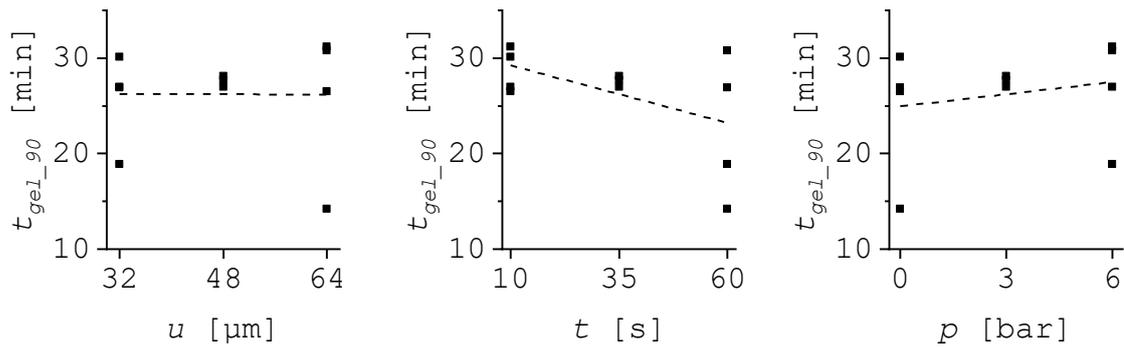


Abb. 4-11: Effekt-Diagramme für die Gelzeit t_{gel_90}

4.1.2.4 Reaktionskinetik

Amplitude und Zeit haben einen positiven Effekt auf die Glasübergangstemperatur T_{gI} , die über die Temperaturkurve T_{kI} ermittelt wurde (siehe Abschnitt 3.3.2.2). Mit zunehmendem Druck nimmt T_{gI} ab. Wie in Abb. 4-12 jedoch zu erkennen ist, beträgt der Unterschied zwischen dem minimalen und maximalen Wert lediglich 4,5 K. Bereits bei den drei Mittelpunktversuchen (C1–C3) beträgt die Schwankung rund 2 K, sodass insgesamt nur ein geringer Effekt durch die Stellgrößen erkennbar ist.

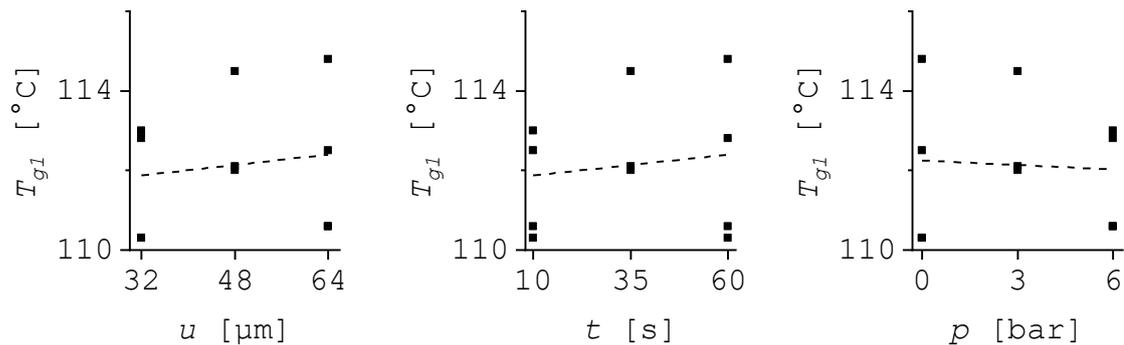


Abb. 4-12: Effekt-Diagramme für die Glasübergangstemperatur T_{gI}

Der Effekt der Stellgrößen auf die Reaktionsenthalpie W – die über die Temperaturkurve T_{k2} ermittelt wird – ist in Abb. 4-13 dargestellt. Amplitude und Zeit haben einen negativen Effekt auf W . Der Druck lässt keinen Effekt erkennen. Insgesamt zeigt sich, wie auch bei T_{gI} , dass die Messung einer Schwankung von über 10 J/g unterliegt und dadurch nur ein geringer Effekt durch die Stellgrößen erkennbar ist. Die höchste Enthalpie kann bei Versuch B.1 (321 J/g) und die niedrigste bei Versuch A.4 (275 J/g) gemessen werden.

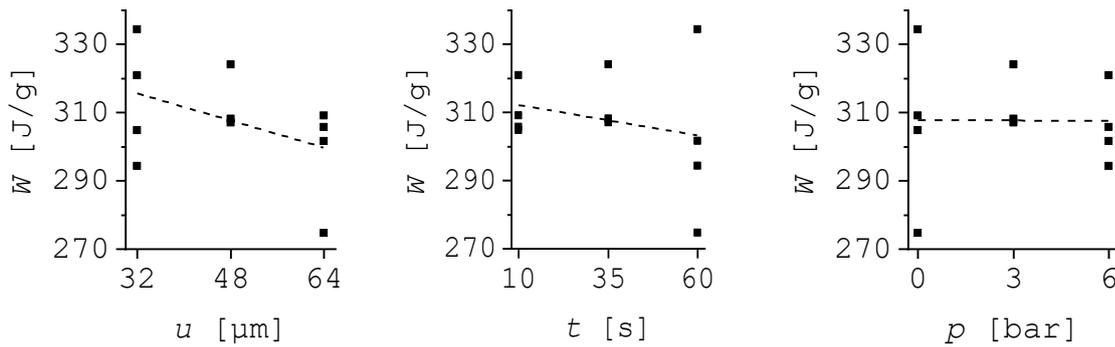


Abb. 4-13: Effekt-Diagramme für die Reaktionsenthalpie W

Ähnlich zur T_{g1} verändert sich die Glasübergangstemperatur T_{g2} durch die Stellgrößen nur geringfügig. Jedoch kann ein positiver Effekt durch die Amplitude und den Druck sowie ein negativer bei der Zeit ermittelt werden. Im Vergleich zu T_{g1} ist T_{g2} um 10 K höher.

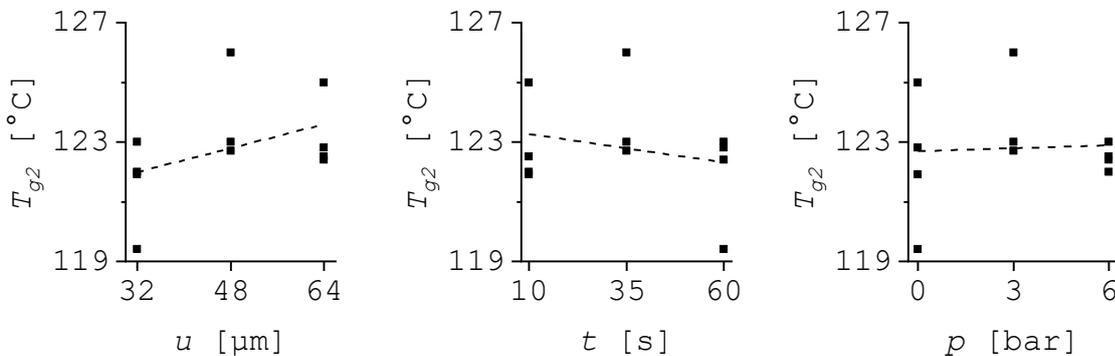


Abb. 4-14: Effekt-Diagramme für die Glasübergangstemperatur T_{g2}

4.1.2.5 Chemische Veränderung

Die chemische Veränderung der Matrix aufgrund der LUS-Behandlung wird über das FTIR (siehe Abschnitt 3.3.2.3) ermittelt. Das FTIR-Spektrum der Matrix in der flüssigen (A) und festen Phase (C) ist im Anhang A abgelegt (Abb. A-1, Abb. A-2). Die wesentlichen FTIR-Spektren werden im Anhang in Tab. A-3 den entsprechenden funktionellen Gruppen zugeordnet.

Beim Übergang der Matrix von Phase (A) in Phase (C) verschwindet das zyklische Anhydrid ($1875\text{--}1740\text{ cm}^{-1}$) und es bildet sich eine Estergruppe ($1750\text{--}1700\text{ cm}^{-1}$) aus der Reaktion. Ein ähnliches Muster kann bei den Versuchen A.4 und B.3 erkannt werden, bei denen sich ebenfalls eine Estergruppe bildet. Bei den übrigen Versuchen ist kein Unterschied zum FTIR-Spektrum der Matrix Phase (A) erkennbar. Somit hat der LUS die Matrix chemisch nicht verändert.

4.1.3 Definition des Prozessrahmens

Die Ergebnisse aus den Abschnitten 4.1.1 und 4.1.2 werden diskutiert. Anschließend werden Handlungsempfehlungen im Kontext der Prozessuntersuchung herausgearbeitet.

Die Untersuchungen an der Faser zeigen, dass die Fasern im gewählten Versuchsraum durch LUS beschädigt werden können. Hierbei reicht die Schädigung der Fasern von wenigen Filamentbrüchen bis hin zur kompletten Zerstörung der Fasern. Aus dem Grund ist es essenziell, die Belastungsgrenzen der Fasern zu kennen. Denn eine Faserschädigung im Prozess hat eine direkte Reduktion der mechanischen Kennwerte des Bauteils zur Folge. Der Effekt der Stellgrößen auf die Faserschädigung stellt sich folgendermaßen dar und reduziert sich entsprechend der genannten Reihenfolge:

- Viskosität: Es ist keine Faserschädigung bei einer Viskosität oberhalb von 100 mPa·s und einer Beschallungszeit unter 5 s festzustellen. Jedoch steigt die Faserschädigung unterhalb von 100 mPa·s sprunghaft an. Eine Viskosität von 100 mPa·s wird ab einer Matrixtemperatur von 60 °C erreicht.
- Druck: Im Vergleich zur Viskosität weist der Druck einen ähnlich großen Effekt auf. Bei sonst gleichen Bedingungen reduziert sich bei einem Druckanstieg von 6 bar die Amplitude um den Faktor drei. Hierbei ist zu bedenken, dass Drücke in der II-Kammer im Einkopplungsbereich 10–20 bar erreichen können.
- Abstand: Allgemein kann die Amplitude verdoppelt werden, wenn der Abstand zur Faser um den Faktor 10 vergrößert wird. Jedoch ist anzumerken, dass während des Prozesses Fasern immer direkt an der Sonotrode anliegen werden, sodass die Erkenntnisse für die Prozessübertragung nicht relevant sind.
- Zeit: Im Vergleich zu den vorhergehenden Stellgrößen ist im angestrebten Beschallungszeitraum von 2,4 bis 6 s (entspricht einer Abzugsgeschwindigkeit von 0,5 bis 0,2 m/min) kaum ein Effekt erkennbar. Selbst bei deutlich längeren Beschallungszeiten von bis zu 30 s nimmt die Schädigung nicht nennenswert zu.
- Fasermaterial: GF ist belastbarer als CF, sodass die Amplitude um den Faktor zwei größer gewählt werden kann.

Die Untersuchungsgrößen der Matrix-Untersuchung zeigen folgendes Bild:

- Energieeintrag: Während der ersten zehn Sekunden wird generell die höchste Nettoleistung eingekoppelt, die sich dann um 10–50 % reduziert. Die eingekoppelte Leistung erhöht die Matrixtemperatur, sodass die Viskosität abfällt und weniger Leistung eingekoppelt wird (siehe Abb. 3-1). Der Effekt wird durch die Temperaturmessung bestätigt. Innerhalb der ersten 10 s werden Temperaturunterschiede von bis zu 85 K ermittelt.
- Rheologie: Anders als in den Veröffentlichungen gezeigt (siehe 2.2.4), wird keine Reduktion der Viskosität η_{25} ermittelt [112, 113, 122, 133, 145, 146]. Stattdessen steigt die Viskosität. Vermutet wird, dass durch den zeitlichen Abstand

von 10 min zwischen Beschallung und Messung bereits erste chemische Reaktionen gestartet sind. Die verminderten Gelzeiten t_{gel_90} der beschallten Proben unterstützen diese Annahme.

- Reaktionskinetik: Teilweise steigen T_{g1} und T_{g2} um wenige Kelvin an, jedoch liegt das innerhalb der Streuung. Somit kann keine bessere Vernetzung oder Vermischung durch LUS nachgewiesen werden. Es zeigt sich jedoch, dass die Aushärtung durch den Pultrusionsprozess die T_g um 10 K auf rund 114 °C reduziert (T_{g1} kleiner als T_{g2}). Ein Indiz dafür, dass die prozessbedingt hohe Heizrate von über 2 K/s bei der Pultrusion die Vernetzung der Matrix beeinflusst.
- Chemische Veränderung: Die Matrix kann durch LUS chemisch verändert werden, jedoch müssen hierfür hohe Amplituden und lange Beschallungszeiten größer als 10 s vorliegen. Hierbei verschwindet die Bande des zyklischen Anhydrids (1875–1740 cm^{-1}) und eine neue Bande für die bei der Reaktion entstandene Estergruppe (1733 cm^{-1}) kommt hinzu. Bei den restlichen Untersuchungen wurden keine chemischen Veränderungen festgestellt.

Die Untersuchungen ergeben, dass die Stellgrößen Druck und Amplitude den höchsten Effekt auf die Untersuchungsgrößen der Matrix haben, gefolgt von der Zeit. Jedoch ergibt die Faser-Untersuchung, dass die maximale Amplitude durch die Faser und nicht der Matrix begrenzt ist. Anstatt der maximal getesteten Amplitude von 64 μm sind im späteren Prozess weniger als 20 μm möglich, ohne die Fasern zu schädigen. Mit zunehmendem Druck oberhalb von 6 bar reduziert sich der Wert sogar auf unter 10 μm . Die Zeit der Beschallung hingegen hat keinen großen Einfluss, solange sie unterhalb von 10 s ist. Bei Produktionsstillstand jedoch empfiehlt sich, den LUS abzuschalten.

Für die Übertragung der Untersuchungsergebnisse auf die Prozessuntersuchung muss daher das Ziel sein, eine möglichst hohe Leistung während der LUS-Einkopplung zu erreichen. Eine hohe I_{LUS} erhöht die Temperatur und reduziert zugleich die Viskosität der Matrix (siehe Abb. 3-1), wodurch die Imprägnierung erleichtert wird. Zudem ist davon auszugehen, dass die Fasern mit zunehmender Leistung stärker angeregt und homogenisiert werden. Eine hohe I_{LUS} ist entweder durch eine hohe Amplitude oder durch einen hohen Druck der Matrix an der Einkoppelstelle erreichbar.

4.2 Referenzversuche

Mittels der Versuche werden die Referenzwerte (Prozess- und Bauteilgröße) der drei Imprägnierungsarten (offene Imprägnierung, konische II-Kammer und tropfenförmige II-Kammer) ermittelt. Gestartet wird mit der offenen Imprägnierung, die den Versuchsraum in Bezug zur Rovinganzahl und Geschwindigkeit definiert. Die folgenden Untersuchungen mit LUS werden sich an diesem Versuchsraum orientieren.

Die Versuchsumsetzung für die offene Imprägnierung orientiert sich am Teststand II-Kammer, der im Abschnitt 3.2.2 erläutert wurde. Anstelle der II-Kammer wird jedoch das Wannenverfahren genutzt. Dabei werden die Fasern durch eine Wanne geführt und

dort imprägniert (siehe Wannungsverfahren in Abb. 2-5). Die Anzahl der Fasern wird durch die Abzugskraft definiert, die über einen längeren Versuchsraum nicht oberhalb von 10 kN liegen soll. Ebenso richtet sich die maximale Abzugsgeschwindigkeit nach der Oberflächenqualität des Bauteils, die trotz hoher Geschwindigkeit weiterhin glatt und glänzend sein soll.

In den Abschnitten 4.2 bis 4.5 werden die Messwerte des Pultrusionsprozesses mit folgender Nomenklatur gekennzeichnet, sodass eine eindeutige Zuordnung zu den Versuchsparametern erfolgt: <1_2_3_4_5_6_7>

1. *Faserart*: Kohlenstofffaser (CF) und Glasfaser (GF)
2. *Rovinganzahl n*: Anzahl der Rovings
3. *Imprägnierungsart*: offen (OB), konisch (CO) und tropfenförmig (TD)
4. *TII-Kammer*: Raumtemperatur (RT) oder in °C
5. *Abzugsgeschwindigkeit v_{pul}* : Geschwindigkeit in m/min
6. *ORT LUS*: BI1–TI3, entsprechend der Abb. 3-9 oder XXX für keinen LUS
7. *u*: Amplitude in μm oder XX für keinen LUS

Hieraus ergibt sich beispielhaft die Bezeichnung „CF_104_CO_RT_0,3_TII_13“. In Tab. 4-2 ist der ermittelte Versuchsraum in Bezug auf Rovinganzahl und Abzugsgeschwindigkeit aufgezeigt. Ebenso ist die subjektive Untersuchungsgröße „Prozessstabilität“ angegeben, die in diesem Kontext angibt, ob eine kontinuierliche Produktion von Bauteilen mit einer glatten Oberfläche (ohne Riefen und Ablagerungen) möglich ist.

Mit der offenen Imprägnierung lassen sich Bauteile mit gleichbleibender Qualität sowohl aus GF als auch aus CF herstellen. Die Aussage kann ebenso für die Imprägnierung mittels konischer II-Kammer in Kombination mit GF getroffen werden. Bei CF hingegen ist keine kontinuierliche Produktion möglich. Nach wenigen Minuten entstehen Riefen auf dem Bauteil, die über die Zeit zunehmen. Nur durch regelmäßiges Anhalten (alle zwei Meter für 30 s) und Wiederauffahren kann die Anzahl an Riefen auf beinahe null reduziert werden.

Tab. 4-2: Rovinganzahl, Abzugsgeschwindigkeit und Prozessstabilität für den Untersuchungsraum

Imprägnierungsart	Faserart	n [-]	V_f [%]	v_{pul} [m/min]	Prozessstabilität
OB	GF	118	72	0,3	sehr gut
OB	CF	104–108	64–66	0,3	sehr gut
CO	GF	114–122	70–75	0,3	sehr gut
CO	CF	104–108	64–66	0,3	Riefenbildung nach 2 m
TD	CF	108	66	0,3	keine Imprägnierung

Mit der tropfenförmigen II-Kammer lassen sich für die Mechanik oder Mikroskopie keine verwertbaren Bauteile herstellen. Alle Bauteile weisen einen trockenen Kern auf, der mit bloßem Auge erkennbar ist. Daher fokussieren sich die Untersuchungen bei der tropfenförmigen II-Kammer auf CF und es erfolgen keine Untersuchungen für GF. Die

Drücke p_2 – p_3 weisen eine sehr hohe Streuung auf und werden daher in den Untersuchungsbericht nicht miteinbezogen. Eine Übersicht der geprüften Untersuchungsgrößen für die Referenzversuche ist in Tab. 4-3 zusammengestellt.

Tab. 4-3: Übersicht der Untersuchungsgrößen für die Referenzversuche

		Untersuchungsgrößen							
		Prozess					Bauteil		
		T	T_{Peak}	P_{LUS}	F_{pul}	p_I	Mechanik	Makroskopie	Mikroskopie
OB	GF	-	-	-	✓	-	✓	-	✓
	CF	-	-	-	✓	-	✓	-	✓
CO	GF	✓	-	-	✓	✓	✓	-	✓
	CF	-	-	-	✓	✓	✓	-	✓
TD	CF	-	-	-	✓	-	-	✓	-

Die Untersuchungsergebnisse werden – analog zur Reihenfolge aus Tab. 4-3. – in Prozess- und Bauteilgrößen unterteilt vorgestellt.

4.2.1 Prozessgrößen

Temperaturverlauf T : Für die Referenzversuche wird der Temperaturverlauf im Werkzeugsystem für die konische II-Kammer mit GF ermittelt (siehe Abb. 4-15). Innerhalb der II-Kammer ist die Temperatur konstant unter 40 °C. Bis zur Position 750 mm steigt dann die Temperatur auf fast 200 °C an und liegt damit oberhalb der eingestellten Temperatur von 180 °C. Dieses Überschwingen ist auf die Exothermie der Matrix zurückzuführen und zeigt sich auch dadurch, dass die Temperaturspitze bei einem V_f von 70 % (GF_114_CO_RT_0,3_TI1_00) um rund 5 K höher ist als bei 75 % (GF_122_CO_RT_0,3_BI2_00). Danach gleicht sich die Temperatur dem Formgebungswerkzeug an und fällt zum Ende hin ab.

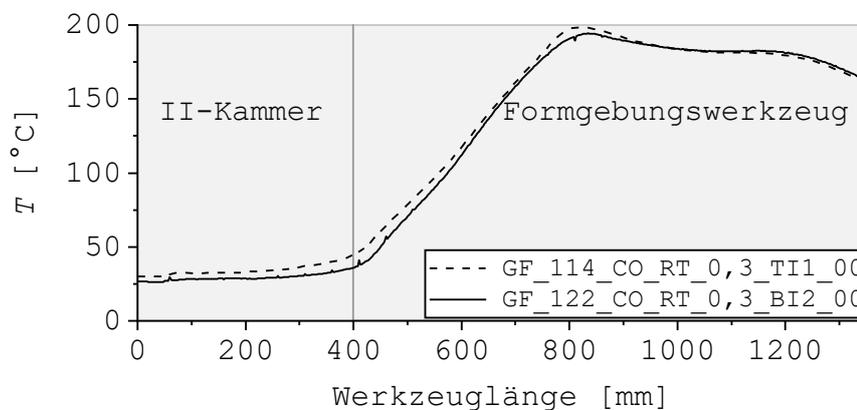


Abb. 4-15: Temperaturverlauf T über die Länge des Werkzeugsystems ohne LUS

F_{pul} in Relation zu p_1 : In Abb. 4-16 sind die Kräfte und Drücke der Referenzversuche dargestellt. Die Rovinganzahl für GF bei der offenen Imprägnierung ist mit 118 Rovings geringer als bei der konischen Imprägnierung. Mit der konischen Imprägnierung wird erst bei 122 Rovings eine schöne Bauteiloberfläche erzielt. Die Abzugskraft von GF_122_CO kann somit nicht direkt mit GF_118_OB verglichen werden. Mit rund 10 kN ist sie doppelt so hoch und kann einerseits auf den höheren Faservolumengehalt, andererseits auf die Imprägnierungsart zurückgeführt werden. Der Kammerdruck p_1 mit rund 20 bar ist deutlich höher als bei CF_108_CO, der bei rund 0 bar liegt. Das ist ein Hinweis darauf, dass bei CF weniger Matrix vom Faserpaket aufgenommen und am Formgebungswerkzeugeingang abgestreift wird. Ebenso ist die Abzugskraft von unter 1 kN deutlich geringer als bei der Versuchsreihe CF_108_OB. Gleiches trifft auch auf CF_108_TD zu.

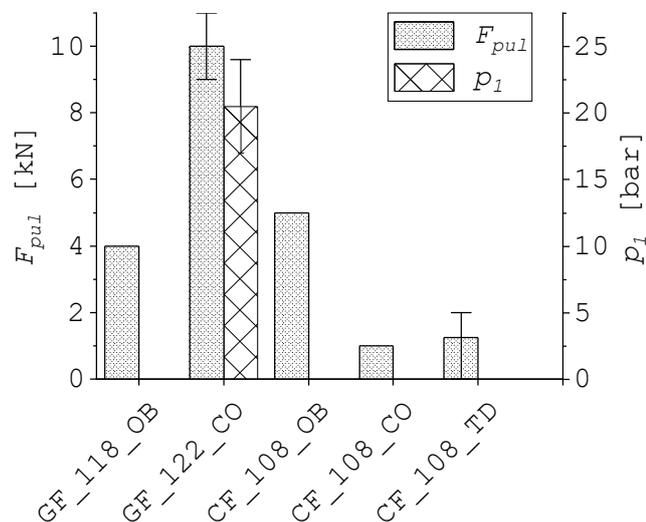


Abb. 4-16: Abzugskraft F_{pul} und Kammerdruck p_1 der Referenzversuche

4.2.2 Bauteilgrößen

ILSS und 3PB: Für alle Untersuchungsgrößen – sowohl ILSS als auch 3PB – weisen die Bauteile, hergestellt durch offene Imprägnierung, höhere mechanische Kennwerte auf. Einzige Ausnahme ist bei der Biegesteifigkeit der GF-Proben erkennbar. Mit 58 GPa ist der Kennwert für GF_122_CO um 3 % höher als für GF_118_OB. Die höhere Steifigkeit lässt sich durch den höhere Faservolumengehalt bei den Proben hergestellt durch die geschlossene Imprägnierung erklären. Die ILSS mit 70 MPa für GF und 74 MPa für CF – bei der offenen Imprägnierung – ist um 16 % bei GF und 8 % bei CF höher. Sowohl für GF als auch CF ist die Biegefestigkeit bei der offenen Imprägnierung um 10 % höher mit einer vergleichsweise geringen Maximalstreuung von 2 %. Eine breite Streuung zeigt sich bei den Versuchen mit der konischen II-Kammer. Die Streuung ist auf die Ergebnisse unterschiedlicher Versuchsreihen zurückzuführen, die schwer miteinander vergleichbar sind. Der Einfluss der nicht beeinflussbaren Faktoren wie Raumtemperatur oder Luftfeuchtigkeit ist in den mechanischen Kennwerten erkennbar. Fazit hieraus ist,

dass Messergebnisse innerhalb einer Versuchsreihe vergleichbar, jedoch nur mit Abstrichen auf andere Versuchsreihen übertragbar sind. Aus den genannten Gründen werden die Testreihen mit LUS nur innerhalb einer Versuchsreihe ausgewertet.

Zusammengefasst zeigt sich für die offene Imprägnierung, dass die ILSS- und Biegefestigkeit – sowohl für CF als auch GF – um rund 10 % höher ist, bei einer Streuung von 2 %. Für die nachfolgenden Untersuchungen dienen diese Werte als Referenz.

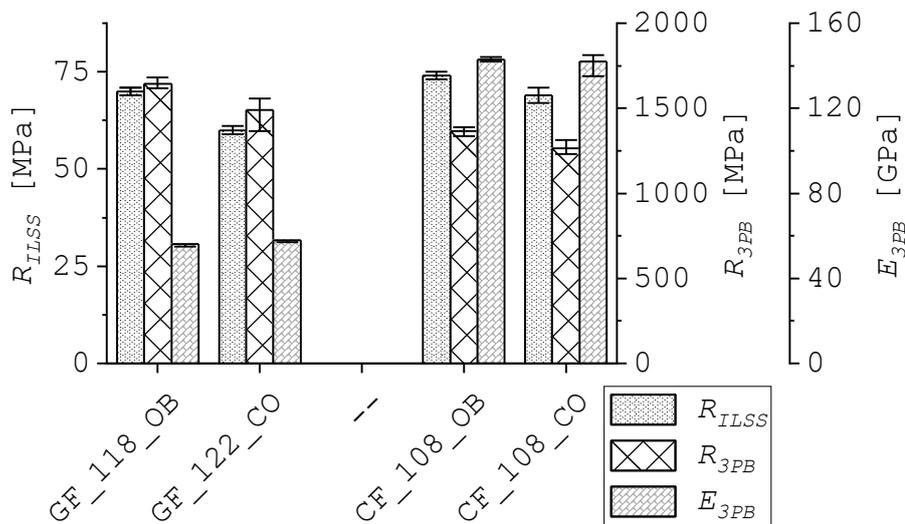


Abb. 4-17: ILSS und 3PB für die Referenzversuche

Mikroskopie: Eine automatische Auswertung der Mikroskopieaufnahmen ist nicht erfolgt, stattdessen wird ein optischer Vergleich herangezogen. Vorhergehende Untersuchungen mit vergleichbaren Referenzbauteilen ergeben einen Porengehalt von unter 2 % [21]. Im Vergleich von GF_OB und GF_CO zeigen sich bei der konischen II-Kammer leichte Inhomogenitäten (siehe Abb. 4-18). Insgesamt sind jedoch keine größeren Poren oder matrixreiche Zonen erkennbar. Die Aufnahmen von CF_CO bestätigen die Ergebnisse der Prozessgrößen und den geringen Druckaufbau in der II-Kammer von unter 1 bar. Während bei der offenen Imprägnierung die Faser-Matrix-Verteilung relativ gleichmäßig vorliegt, sind bei der konischen II-Kammer mehrfach matrixreiche Zonen erkennbar. In weiteren Aufnahmen zeigt sich, dass sich die Zonen durch das gesamte Bauteil ziehen und damit die Streuung der mechanischen Kennwerte unterstreichen.

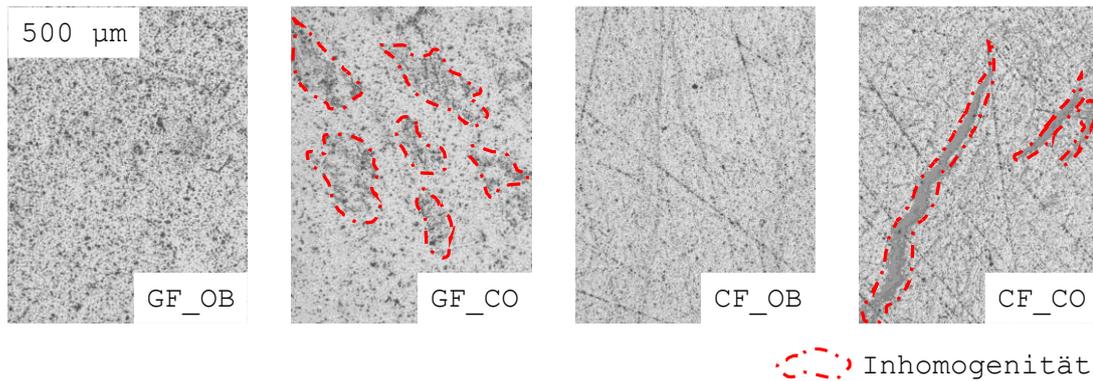


Abb. 4-18: Mikroskopieaufnahmen der Referenzversuche mit Hervorhebung der Inhomogenität

Makroskopie: Wie eingangs erwähnt, ist die Imprägnierung bei der tropfenförmigen II-Kammer nicht vollständig. Mit einer makroskopischen Aufnahme kann der Effekt des LUS quantifiziert werden. In Abb. 4-19 ist die Parametervariation CF_108_TD abgebildet, die einen trockenen Bereich von rund 45 % aufweist. Deutlich zu erkennen ist, dass sich das Profil im Mittelbereich der Probe ausweitet, da die Fasern durch keine Matrix zusammengehalten werden. Der trockene Bereich für die Parametervariation CF_108_TD liegt im Bereich von 45 bis 80 %. Auch hier können nur Proben aus der gleichen Versuchsreihe miteinander verglichen werden.



Abb. 4-19: makroskopische Aufnahme der Parametervariation CF_108_TD

4.3 Konische II-Kammer

Der Abschnitt *Konische II-Kammer* stellt die Inbetriebnahme und die Ergebnisse der Prozess- und Bauteiluntersuchungen für den Einsatz des LUS in der konischen II-Kammer vor.

4.3.1 Inbetriebnahme

Der Aufbau und das Vorgehen bei der Versuchsumsetzung ist Abschnitt 3.2.2 zu entnehmen. Für die erste Versuchsreihe jedoch wurde die II-Kammer nicht direkt, sondern mit einem Abstand von zirka 10 cm an das Formgebungswerkzeug positioniert. Neben den zuvor festgelegten Untersuchungsgrößen lässt sich dadurch der Effekt des LUS auf das Faser-Matrix-Paket visuell sichtbar machen. In Abb. 4-20 ist der Aufbau dargestellt.

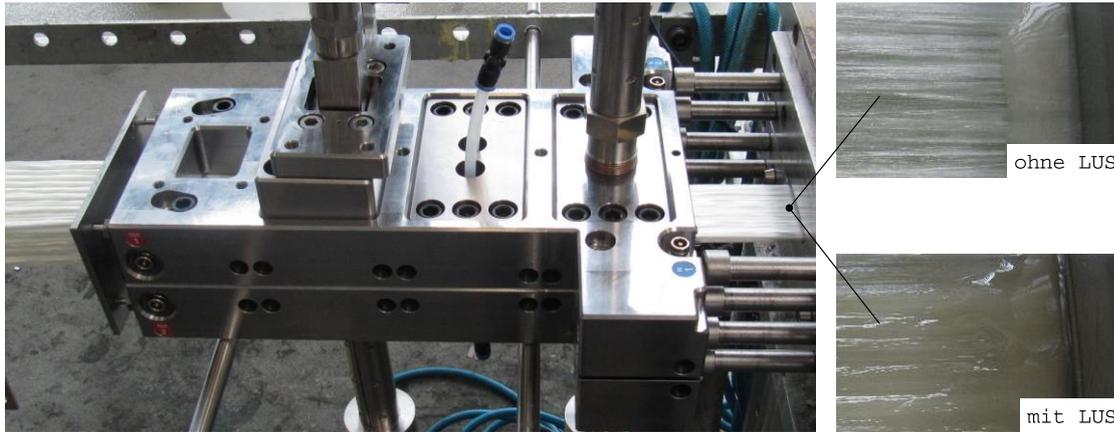


Abb. 4-20: abgekoppelte konische II-Kammer: oben rechts ohne LUS; unten rechts mit LUS

Ohne aktiviertem LUS ist das Faser-Matrix-Paket inhomogen weiß, gelblich gefärbt. Durch Aktivierung des LUS ändert sich die Farbverteilung der Matrix in ein homogenes Gelb. Die farbliche Veränderung korreliert direkt mit dem LUS und wird weiß, gelblich, sobald der LUS ausgeschaltet ist. Die überschüssige Matrix, die sich als Welle vor dem Formgebungswerkzeug aufbaut, reduziert ihre Bugwelle bei aktiviertem LUS. Rein visuell ist dadurch erkennbar, dass LUS die Viskosität der Matrix deutlich reduziert.

Einen ersten Eindruck der Effekte des LUS auf die Prozessgrößen F_{pul} und p_I gibt Abb. 4-21 wieder. In den ersten zwei Minuten ist kein LUS aktiv. Der Wert F_{pul} liegt bei 3 kN und der Druck p_I bei 30 bar. Danach wird der LUS mit einer Amplitude von 8 μm aktiviert. Sowohl die Abzugskraft als auch der Druck fallen innerhalb einer Minute auf ihren neuen Ausgangswert ab.

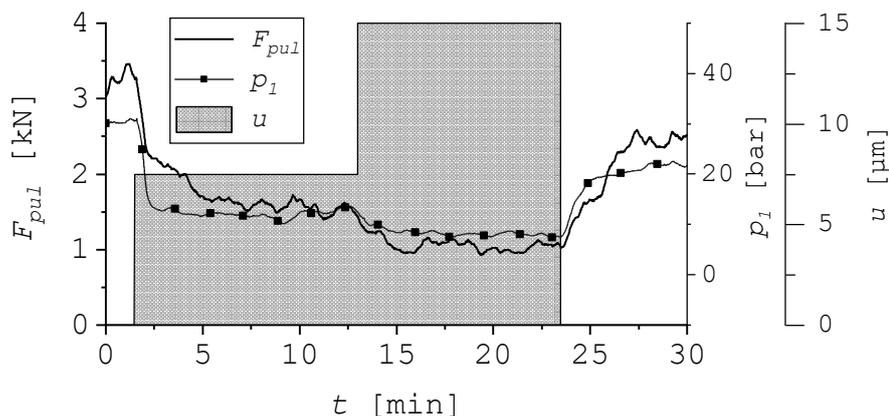


Abb. 4-21: Entwicklung von F_{pul} und p_I während unterschiedlicher LUS-Amplituden.

Der gleiche Effekt lässt sich ab Minute 13 beobachten. Durch Erhöhung der Amplitude auf 15 μm verringern sich F_{pul} und p_I weiter auf einen Bereich von 1 kN und 8 bar. Beginnend von 3 kN, reduzieren sich die Kraft und der II-Kammerdruck, bei einer Amplitude von 15 μm , auf ein Drittel des Ausgangswerts. Nachdem der LUS in Minute

24 deaktiviert ist, erhöhen sich F_{pul} und p_1 wieder, erreichen aber nicht mehr die ursprünglichen Ausgangswerte.

Eine Erkenntnis aus der Voruntersuchung im Abschnitt 4.1 ist, dass sowohl die Matrix als auch die Faser dem LUS nur einer begrenzten Zeit ausgesetzt sein dürfen, ohne geschädigt zu werden. In Abb. 4-22 wurde das Faser-Matrix-Paket für 2 min mit $15 \mu\text{m}$ beschallt. Im rot markierten Bereich – in dem der LUS 2 min aktiv war – ist die Matrix zum Teil verbrannt und die Fasern sind zerstört. Der Schädigungsbereich ist lokal konzentriert und endet sofort, nachdem die Beschallungszeit auf unter 20 s reduziert wurde (siehe Profil nach dem rot markierten Bereich).



Abb. 4-22: Faser-Matrix-Schädigung durch LUS nach einer 2-minütigen Beschallung [21]

Nicht nur am Faser-Matrix-System sind Beschädigungen erkennbar, sondern auch an der Sonotrode und der Sonotrodenführung, wenn der LUS außerhalb des Prozessfensters eingesetzt wird (siehe Abb. 4-23).

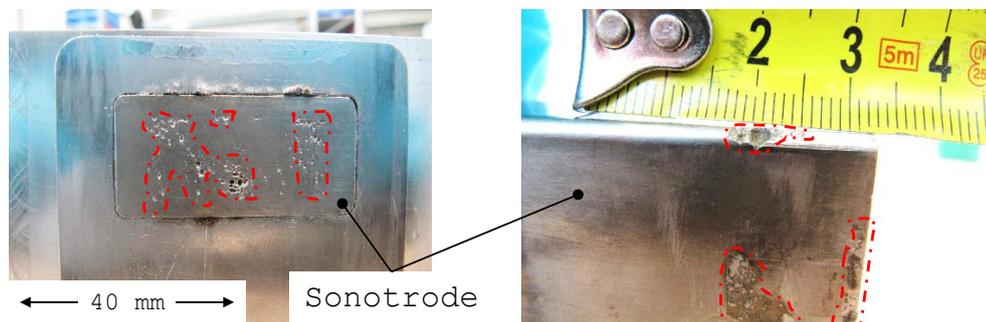


Abb. 4-23: Kavitationsschäden an der Sonotrode: Stirnseite links; Seitenflanke rechts

Bei einer dauerhaften Schallintensität größer als 40 W/cm^2 treten sowohl an der Stirnseite als auch an der Seitenfläche der Sonotrode Materialabtragungen auf. Zur Belastungsreduktion der Sonotrodenstirnseite muss die Schallintensität unterhalb von 25 W/cm^2 liegen. Die Materialpaarung für die Sonotrodenführung wurde von Stahl/Titan auf Aluminium/Titan geändert. In den nachfolgenden Versuchsreihen hat sich gezeigt, dass keine Schädigungen mehr an der Sonotrode und der Führung auftreten.

Eine Übersicht der geprüften Untersuchungsgrößen für die Versuche mit der konischen II-Kammer ist in Tab. 4-4 zusammengestellt. Die Druckmessung p_1 – p_3 konnte bei CF nicht mehr durchgeführt werden. LUS hat eine schädigende Wirkung auf die Drucksensoren, sodass auf die Druckmessung in den folgenden Versuchsreihen verzichtet werden musste.

Tab. 4-4: Übersicht der Untersuchungsgrößen für die Versuche mit der konischen II-Kammer

		Untersuchungsgrößen							
		Prozess					Bauteil		
		T	T_{Peak}	P_{LUS}	F_{pul}	p_1	Mechanik	Makroskopie	Mikroskopie
CO	GF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	-	✓
	CF	✓	✓	✓	✓	-	✓	-	✓

4.3.2 Prozessgrößen

Temperaturverlauf T: In Abb. 4-24 ist der Temperaturverlauf für GF in zwei exemplarischen Konfigurationen mit der LUS-Einkopplung in der Mitte und direkt vor Eintritt in das Formgebungswerkzeug dargestellt. Die Matrixtemperatur am II-Kammereintritt beträgt 30 °C und bleibt bis zum Bereich der LUS-Einkopplung konstant. Dort steigt die Temperatur je nach Amplitude und Position unterschiedlich an. Sowohl durch die Amplitude als auch die Position der LUS-Einkopplung kann der Effekt der Matrixerhitzung beeinflusst werden. Bei gleicher Amplitude mit 13 µm ist die maximale Temperatur bei TI2 150 °C und bei TI1 über 250 °C. Wie bereits im Abschnitt 4.1.2 erläutert, steigt mit zunehmendem Druck die benötigte LUS-Leistung bei gleicher Amplitude.

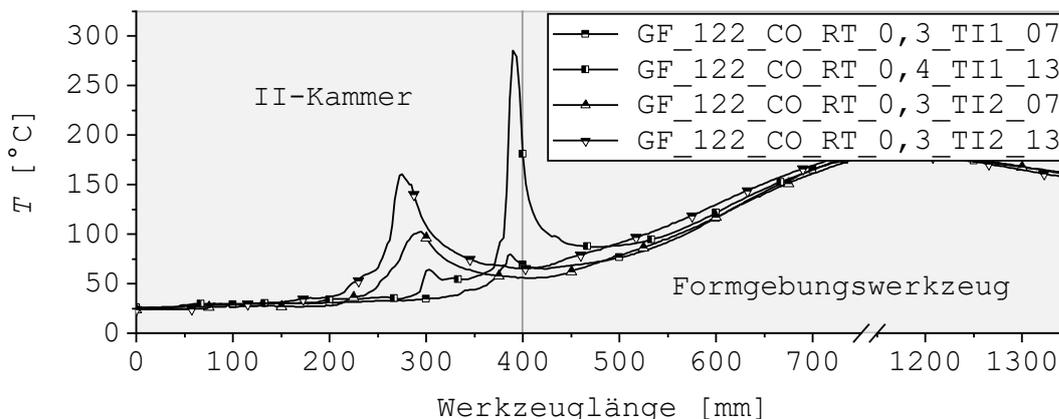


Abb. 4-24: Temperaturverlauf T über die Werkzeugsystemlänge für GF mit LUS an TI1 und TI2

In der Regel nimmt der Druck am Ausgang der II-Kammer zu, sodass an Position TI1 ein höherer Druck als an Position TI2 vorliegt. Jedoch zeigt sich auch hier, dass die Versuchsreihen untereinander nur bedingt vergleichbar sind. Die Maximaltemperatur mit der Amplitude 7 µm ist an Position TI2 um rund 20 K höher im Vergleich zur Position TI1. Damit stehen die Ergebnisse im Widerspruch zu den Erkenntnissen aus Abschnitt 4.1.2. Obwohl die Matrix auf weit über 100 °C temperiert wurde, fällt die Temperatur nach der Beschallung nach 100 mm Wegstrecke wieder zurück auf den Wert ohne Beschallung. Die Temperatur des Faser-Matrix-Pakets innerhalb des Formgebungswerkzeugs lässt sich somit kaum beeinflussen.

Ein ähnliches Bild zeigt sich in Abb. 4-25, die den Temperaturverlauf von GF (links) und CF (rechts) einander gegenübergestellt. Im Vergleich zu GF sind die Maximaltemperaturen bei CF etwas niedriger, das zum einen an der geringeren Abzugsgeschwindigkeit (geringerer Druckaufbau in der II-Kammer) und zum anderen an der kleineren Wärmespeicherzahl der Kohlenstofffaser liegen kann.

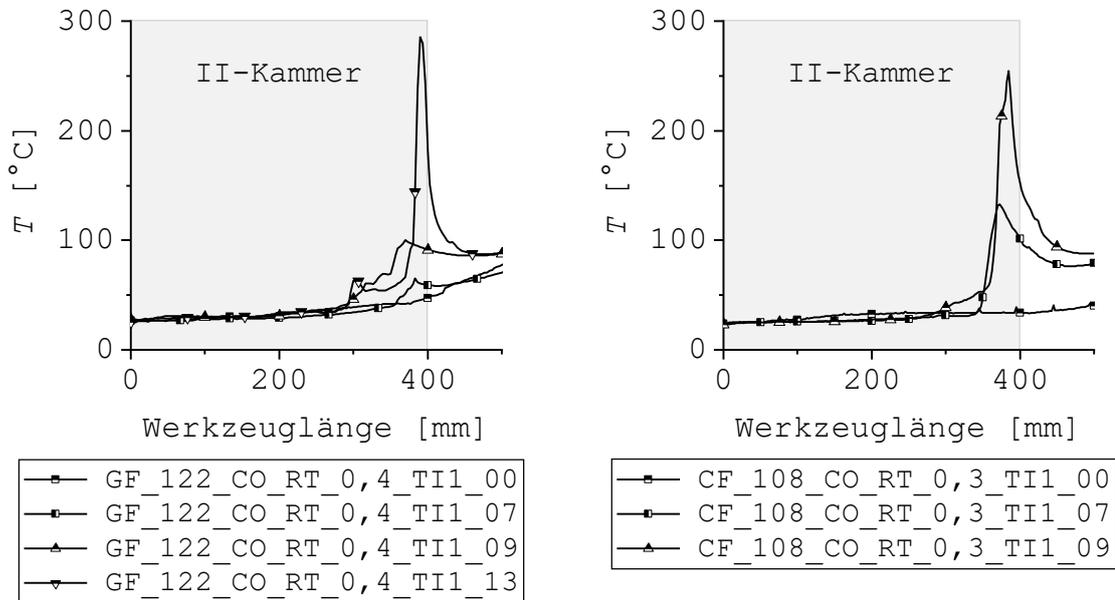


Abb. 4-25: Temperaturverlauf T über die Länge des Werkzeugsystems mit LUS für eine konische II-Kammer: GF links; CF rechts

P_{LUS} in Relation zur T_{Peak} : Für insgesamt fünf Versuchsreihen sind die Leistungsentwicklungen des LUS P_{LUS} in Relation zur Maximaltemperatur T_{Peak} unterhalb der Sonotrode aufgezeichnet und in Abb. 4-26 visualisiert. In allen Versuchsreihen zeigt sich der Trend, dass mit zunehmender Amplitude sowohl P_{LUS} als auch T_{Peak} ansteigen. Die maximal erreichbare Temperatur steigt, je näher die LUS-Einkopplung sich am II-Kammer-Ausgang befindet. Die größte T_{Peak} mit 320 °C wird bei einer Abzugsgeschwindigkeit von 0,2 m/min (GF_122_CO_RT_0,2_TI1_13) erzielt. Bei gleicher Amplitude und doppelter Geschwindigkeit wird eine ähnlich hohe Temperatur von 285 °C erreicht (GF_122_CO_RT_0,4_TI1_13). Hierbei steigt jedoch die Leistung auf mehr als das Doppelte an. Die Versuchsreihe mit der Sonotrode an Position TI2 ergibt, dass eine Verdopplung der Amplitude auf 26 μ m nicht zwangsläufig mit einer nennenswerten Steigerung der Leistung einhergehen muss (GF_122_CO_RT_0,3_TI2_26). Auch bei Temperaturzunahme ist diese im Vergleich zur Position TI1 gering. Zusammenfassendes Ergebnis dieser Betrachtung ist, dass sich die maximale LUS-Einkopplung an Position TI1 ergibt und mit zunehmendem Abstand zum Formgebungswerkzeug abnimmt, da hierdurch auch der Druck abfällt.

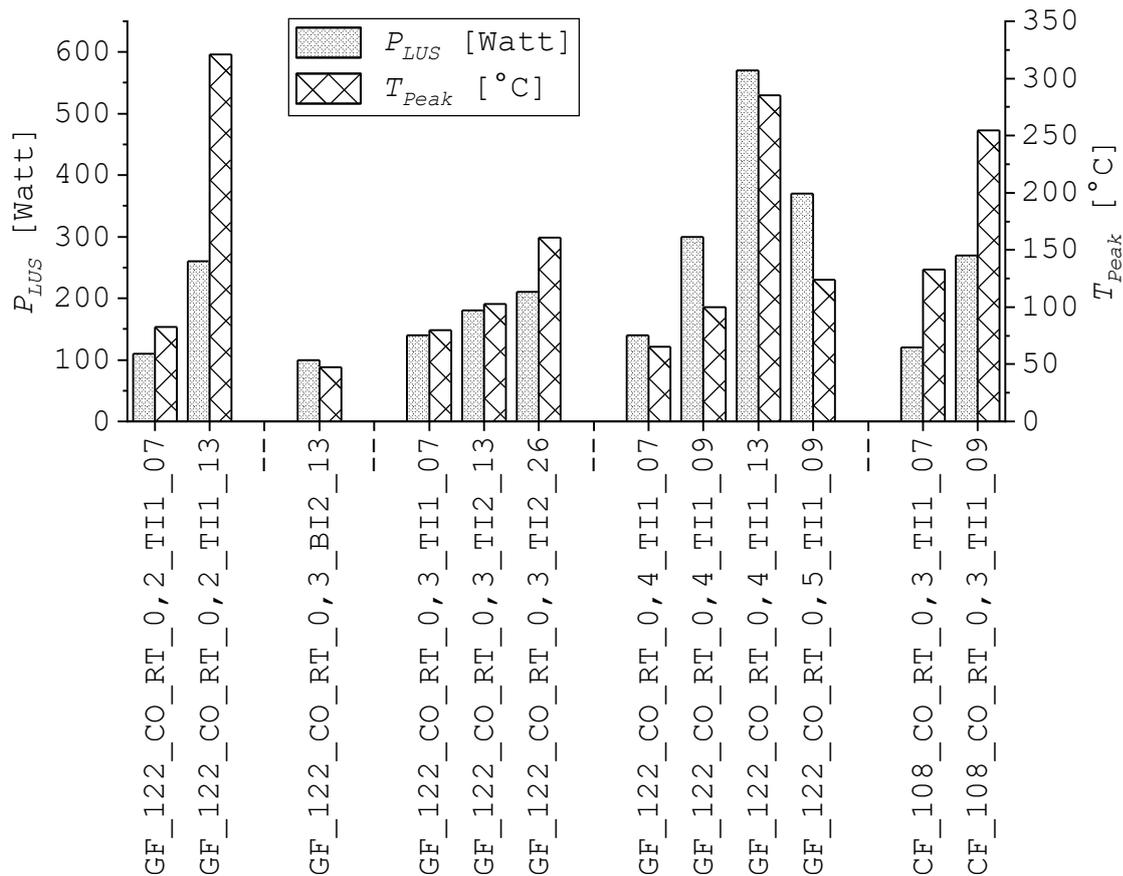


Abb. 4-26: P_{LUS} in Relation zur T_{Peak} bei der konischen II-Kammer für GF und CF: sortiert nach Faserart, v_{pul} und Einkopplungsposition

F_{pul} in Relation zu p_1 : Die Betrachtung der Abzugskraft F_{pul} in Relation zum Druck p_1 findet abermals innerhalb der Versuchsreihen statt, um die Gemeinsamkeiten herausarbeiten zu können. Bei einer Abzugsgeschwindigkeit von 0,2 m/min pendelt sich die Abzugskraft bei 5 kN bei einem Druck von 31 bar ein. Durch Aktivierung des LUS reduziert sich F_{pul} unterhalb des Messbereichs und wird mit 0 kN angegeben. In Relation hierzu reduziert sich p_1 nur gering um 1 bar (GF_122_CO_RT_0,2_13). Die Abzugskraft erhöht sich auf 9 kN bei einer Abzugsgeschwindigkeit von 0,3 m/min. Der Druck p_1 ist jedoch mit 6 bar deutlich geringer – als bei der Versuchsreihe mit v_{pul} von 0,2 m/min – obwohl hierfür kein ersichtlicher Grund vorliegt. Wie bei der Versuchsreihe zuvor reduziert sich die Abzugskraft durch LUS auf 4 kN, der Druck hingegen steigt auf 7 bar an (GF_122_CO_RT_0,3_TI1_07). Ein ähnliches Bild bei der Abzugskraft zeigt sich bei gleicher Geschwindigkeit und Verschiebung des LUS auf Position TI2. Auch hier beginnt F_{pul} bei 9 kN und nimmt mit zunehmendem LUS ab, auf einen Endwert von 3 kN. Ähnliches Verhalten ist auch bei p_1 festzustellen. Der Ausgangsdruck von 24 bar reduziert sich deutlich auf 4 bar (GF_122_CO_RT_0,3_TI2_26). Mit diesem Verhalten liegt die Versuchsreihe nicht im Trend zu den vorherigen Reihen. Mit v_{pul} von 0,4 m/min ergibt sich eine Abzugskraft von 10 kN und liegt damit doppelt so hoch wie bei v_{pul} mit

0,2 m/min. Durch Erhöhung der LUS-Amplitude auf bis zu 13 μm kann die Kraft kontinuierlich auf 3 kN verringert werden (GF_122_CO_RT_0,4_TII_13). Die Druckentwicklung p_I hingegen ist unvorhersehbar, liegt im Bereich von 6 bis 14 bar und zeigt keine eindeutige Tendenz. Zusammenfassend ist eine direkte Korrelation zwischen Abzugskraft und LUS-Amplitude erkennbar. Je höher die Amplitude ist, desto geringer ist auch F_{pul} . Eine Aussage über die Druckentwicklung in der II-Kammer hingegen ist nicht möglich. Die Versuchsreihe mit CF wird nicht im Detail ausgewertet, da sich F_{pul} und p_I in einem niedrigen einstelligen Bereich bewegen und daraus keine klaren Tendenzen erkennbar sind.

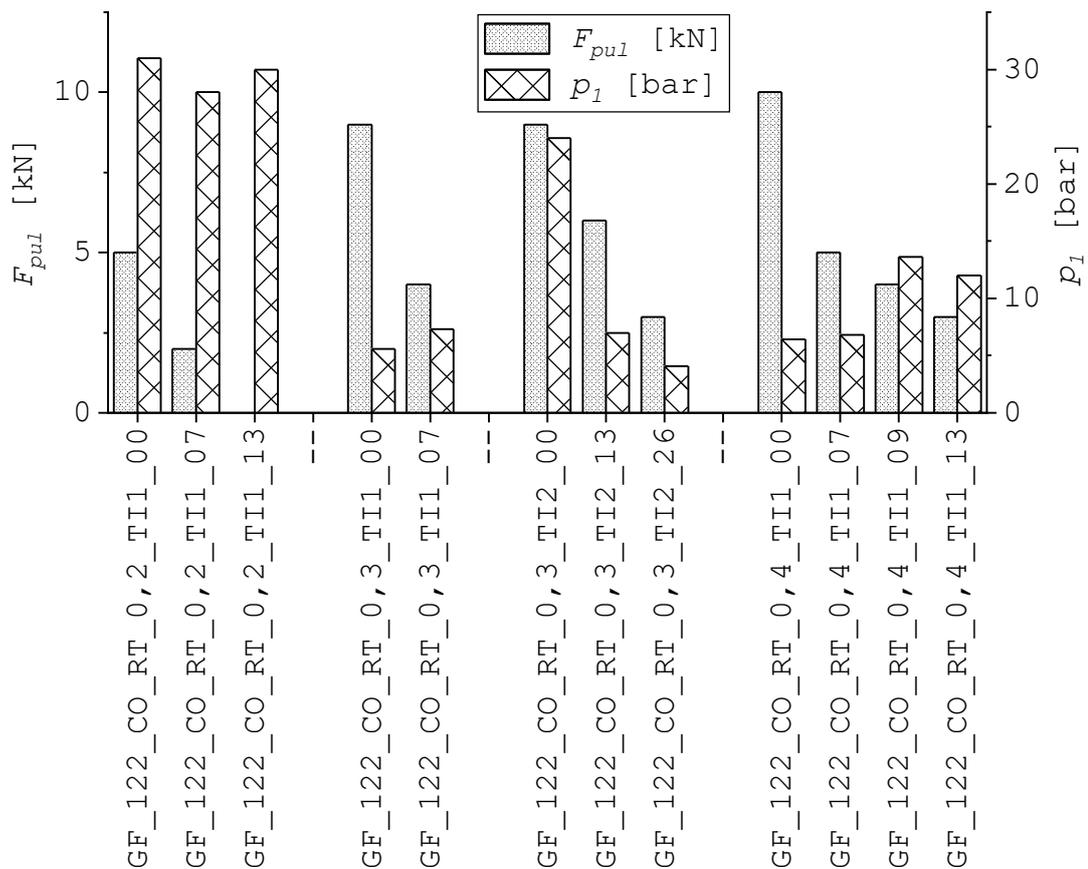


Abb. 4-27: Abzugskraft F_{pul} und Kammerdruck p_I der Versuche mit konischer II-Kammer: sortiert nach v_{pul} und Einkopplungsposition

4.3.3 Bauteilgrößen

ILSS und 3PB: Abschnitt 4.2.2 stellt die Referenzwerte – ILSS und Biegefestigkeiten – für die Imprägnierung mittels offenem Tränkbad (GF_118_OB, CF_108_OB) und konischer II-Kammer ohne LUS (GF_122_CO, CF_108_CO) vor. Zusammengefasst weisen die Bauteile, imprägniert durch die konische II-Kammer, geringere mechanische Kennwerte auf, als die Bauteile aus dem offenem Tränkbad.

Im Folgenden werden zuerst die Ergebnisse für GF und anschließend für CF vorgestellt. Die Referenzwerte für GF sind links in den Schaubildern der Abb. 4-28 aufgeführt. Die ILSS aus dem klassischen offenen Tränkbad beträgt 70 MPa und bei der konischen II-Kammer 60 MPa. Alle Versuche mit LUS unterstützten Imprägnierung erreichen die ILSS von 70 MPa nicht. Sie liegen alle im Bereich von 57 bis 65 MPa.

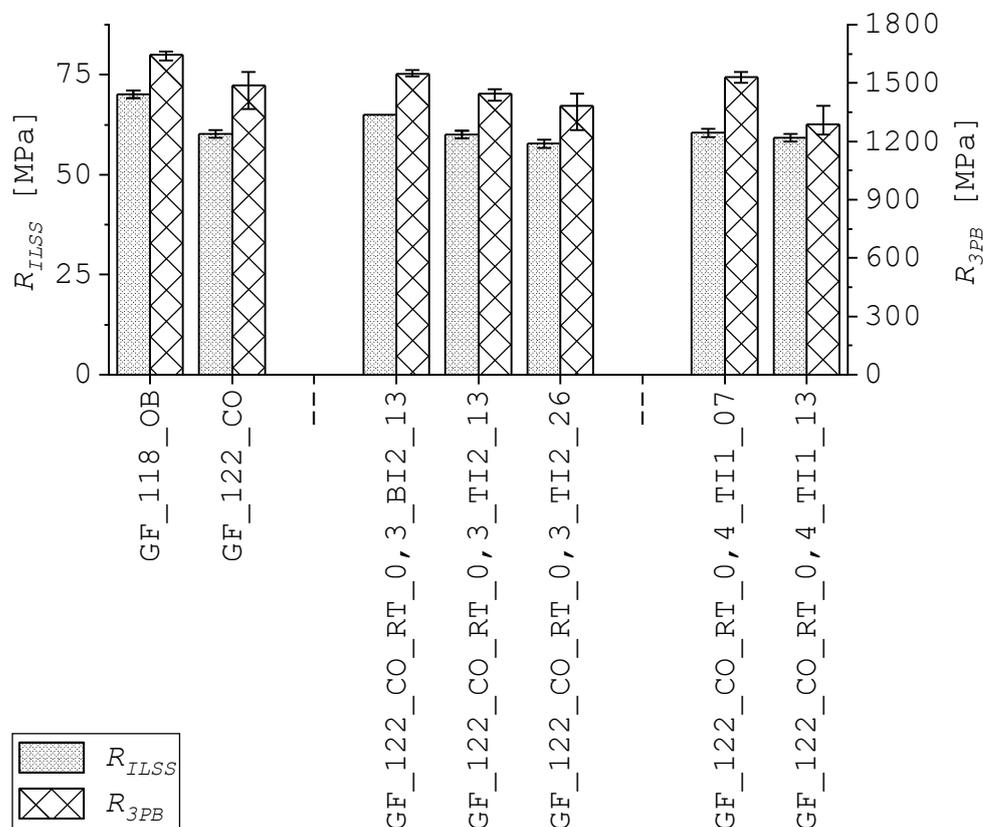


Abb. 4-28: ILSS und Biegefestigkeit aus der Untersuchung mit konischer II-Kammer und GF: links Referenzversuche, rechts Einkopplungsposition an BI2/TI2 und TII

Insgesamt ergibt sich, dass die Beschallung von unten einen positiven Effekt auf die ILSS hat. Die Parametervariation GF_122_CO_RT_0,3_BI2_13 hat den höchsten Wert mit 65 MPa erzielt und weist zudem die geringste Streuung auf. Der Versuch GF_122_CO_RT_0,3_TII1_13 zeigt bei der Temperaturmessung einen Spitzenwert von 280 °C auf. Mit einer ILSS von 59 MPa ist der Wert jedoch kaum geringer als bei den anderen Versuchen mit II-Kammer. Zusammenfassend folgt, dass eine Beschallung von unten einen leicht positiven Effekt bewirkt. Zudem ist erkennbar, dass eine Temperaturerhöhung aufgrund des LUS keinen negativen Effekt auf die ILSS hat.

Die Biegefestigkeit der Bauteile, hergestellt durch das offene Tränkbad, liegt im Bereich von 1650 MPa. Alle Versuche mit Imprägnierung über die konische II-Kammer weisen eine Biegefestigkeit von 1400 bis 1550 MPa auf und erreichen auch hier den Referenzwert nicht. Vergleichbar zur ILSS-Prüfung zeigt sich, dass eine Beschallung von unten die Eigenschaften verbessert. Im Vergleich zur konventionellen II-Kammer

(GF_122_CO) erhöht sich die Biegefestigkeit von 1475 auf 1550 MPa bei reduzierter Streuung. Die Versuche GF_122_CO_RT_0,3_TI2_26 und GF_122_CO_RT_0,4_TII_13 weisen die geringsten Biegefestigkeitswerte von 1300 und 1375 MPa bei erhöhter Streuung auf. Besonders bei TII_13 ist erkennbar, dass die reduzierten Eigenschaften auf die Faserschädigung zurückzuführen sind. Zusammenfassend zeigt sich, dass eine Beschallung von unten den größten positiven Effekt hat. Die Eigenschaften sind besser (+5 %) als bei der konventionellen II-Kammer. Im Vergleich zum offenen Tränkbad sind die Eigenschaften jedoch schlechter (-6 %). Um eine Faserschädigung zu vermeiden, ist die Höhe der Amplitude nach oben hin begrenzt.

Im Folgenden werden die Ergebnisse für CF vorgestellt. Die Referenzwerte für CF sind ganz links in Abb. 4-29 aufgeführt. Die ILSS aus dem offenen Tränkbad beträgt 74 MPa. Der Wert wird durch Imprägnierung mit einer konischen II-Kammer nicht erreicht, sondern liegt in einem Bereich von 63 und 70 MPa. Die Versuche mit LUS haben keinen großen Einfluss auf die ILSS. Bemerkenswerter Weise zeigt die aktive Temperierung der II-Kammer einen positiven Einfluss, jedoch liegen die Kennwerte weiterhin unterhalb der Referenzwerte. Eine auf 70 °C temperierte II-Kammer (CF_108_CO_20_0,3_BI2_00) weist leicht erhöhte Kennwerte in Bezug auf ILSS (+1 MPa) und eine geringere Streuung auf, als eine auf 20 °C temperierte II-Kammer mit aktivierter LUS-Amplitude von 12 µm. Während bei den Versuchen mit GF die Position BI2 erhöhte Kennwerte aufweist, sticht die Position BI1 bei CF aus den Versuchsreihen hervor (CF_108_CO_RT_0,3_BI1_11). Mit einer ILSS von 70 MPa und einer geringen Streuung ist eine minimale Verbesserung zur konischen II-Kammer ohne LUS erkennbar. Zusammenfassend ergibt sich, dass LUS nur einen geringen Effekt auf die ILSS hat. Eine Beschallung von unten zeigt wie bei der Versuchsreihe mit GF den größten positiven Effekt. Die Versuchsreihe mit aktiver Temperierung erreicht ähnliche Effekte wie der LUS.

Die Biegefestigkeit der Referenz aus dem offenen Tränkbad liegt im Bereich von 1350 MPa und somit rund 250 MPa unterhalb der Referenzprobe aus GF. Alle Versuche mit Imprägnierung über die II-Kammer weisen eine Biegefestigkeit von 1050 bis 1250 MPa auf und liegen daher rund 200 MPa unterhalb des Referenzwerts. Es zeigt sich, dass durch den Einsatz des LUS an unterschiedlichen Positionen (BI1 und BI2) die Biegefestigkeit leicht erhöht und die Streuung leicht reduziert werden kann. Der gleiche Effekt tritt jedoch auch ein, wenn die II-Kammer auf 70 °C temperiert wird (CF_108_CO_70_0,3_BI2_00). In der Versuchsreihe mit aktiver Temperierung steigt die Biegefestigkeit um 10 % durch Aktivierung des LUS und um 20 % nur durch Erhöhung der II-Kammertemperatur um 50 K. Zusätzlich reduziert sich durch die Temperierung die Streuung von ± 100 MPa auf ± 20 MPa.

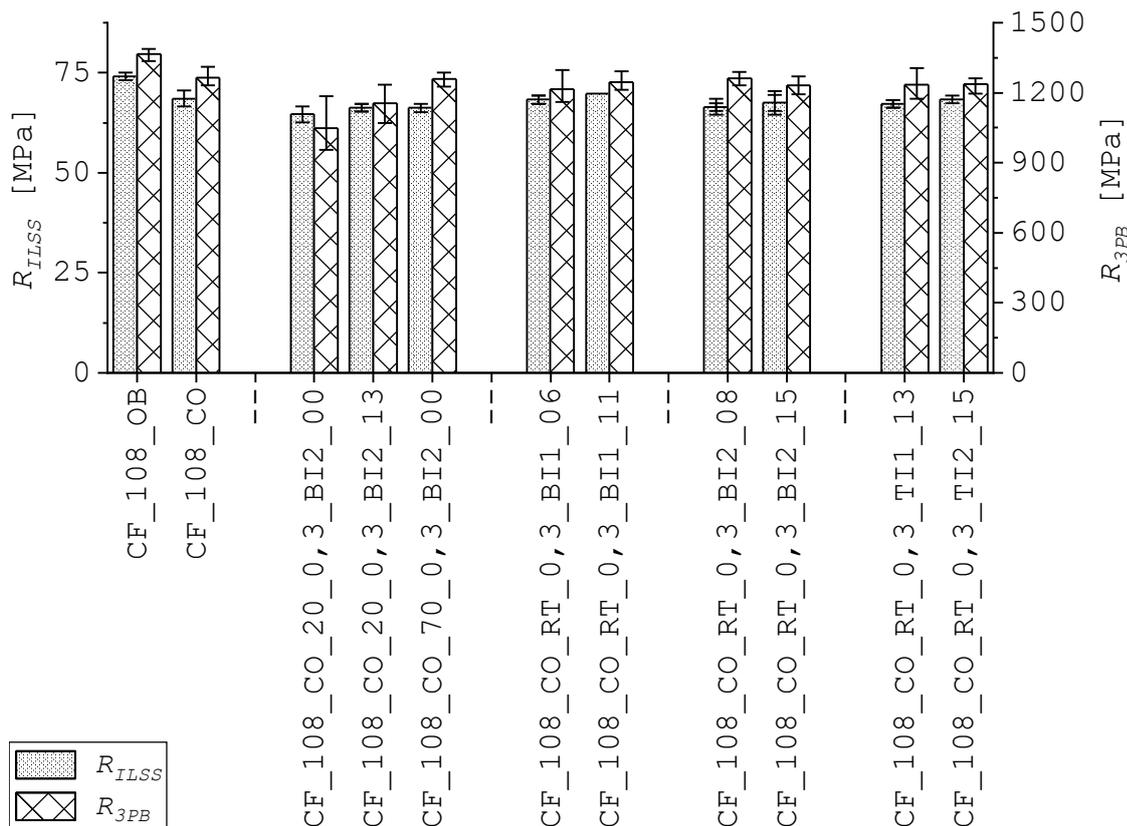


Abb. 4-29: ILSS und Biegefestigkeit aus der Untersuchung mit konischer II-Kammer und CF: Referenzversuche; Versuche mit Temperierung, Einkopplungsposition BI1–TI2

Zusammenfassend folgt, dass LUS nur eine leichte Verbesserung der mechanischen Eigenschaften aufweist. Haupteffekt ist hierbei wahrscheinlich die Temperierung, da durch Temperierung der II-Kammer ähnliche mechanische Eigenschaften erreicht werden können und sich ebenso eine Reduktion der Streuung ergibt.

Trotz hoher Matrixtemperaturen ist keine Reduktion der ILSS erkennbar, sodass von keiner Matrixschädigung durch LUS auszugehen ist. Jedoch ist die Amplitude nach oben hin begrenzt aufgrund der Faserschädigung. Diese zeigt sich in einer reduzierten Biegefestigkeit. Aus den Versuchsreihen ergibt sich für die konische II-Kammer eine maximale Amplitudenverteilung, die in Tab. 4-5 zusammengefasst ist.

Tab. 4-5: maximale Amplitude in μm bei der konischen II-Kammer

Amplitude [μm]	TI2/BI2	TO1/BI1
GF	13	7
CF	15	11

Mikroskopie: Sowohl für GF als auch CF (siehe Abb. 4-30) werden Mikroskopieaufnahmen durchgeführt, um den Effekt des LUS auf die Faserverteilung (Homogenität) und Imprägnierbarkeit optisch zu quantifizieren. Jedoch ist bei den GF-Proben keinerlei Relation zwischen LUS-Beschallung und Mikroskopie erkennbar. Weder im Porengehalt

noch in der Faserverteilung ist eine Korrelation ermittelbar. Daher werden die GF-Aufnahmen nicht im Detail erläutert. Für weitere Studien sind die Aufnahmen im Anhang hinterlegt (siehe Anhang e).

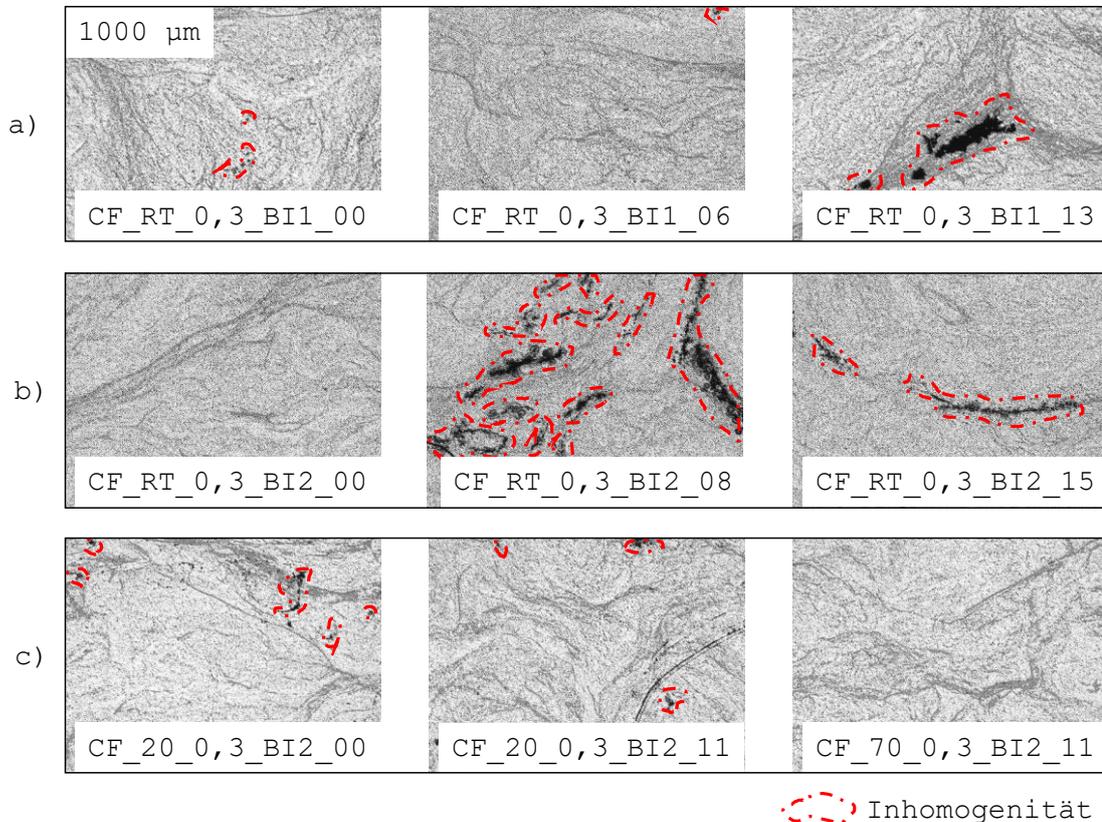


Abb. 4-30: Mikroskopie aus der Untersuchung mit konischer II-Kammer und CF: 3 Versuchsreihen a–c

Auch für CF lassen sich keine eindeutigen Wechselbeziehungen zwischen LUS und optischer Bauteilqualität erkennen (siehe Abb. 4-30). In der Abbildung sind drei verschiedene Versuchsreihen a–c dargestellt. Motivation der Arbeit ist, eine bessere Imprägnierbarkeit und Homogenität des Faser-Matrix-Pakets in der geschlossenen Pultrusion durch LUS zu erzielen. In der Versuchsreihe a ist zu erkennen, dass sich das Verhältnis durch einen übermäßigen Einsatz von LUS umkehren kann.

Bei einer Amplitude von 0 und 6 μm sind wenige bis keine Inhomogenitäten sichtbar. Eine weitere Erhöhung der Amplitude auf 13 μm hat sichtbare Porenbereiche zufolge. Ein anderes Bild ergibt sich aus Versuchsreihe b. Während bei einer Amplitude von 8 μm unzählige Inhomogenitäten vorliegen, reduziert sich die Anzahl bei 15 μm erheblich. Die mechanischen Eigenschaften (ILSS und Biegefestigkeit) unterstreichen den Trend. (siehe Abb. 4-28 und Abb. 4-29). Die Versuchsreihe c gibt den Effekt der Temperierung wieder. Die Anzahl der Inhomogenität nimmt von Bild 1 zu Bild 3 ab. Bezogen auf die mechanischen Eigenschaften müsste der Effekt dagegen deutlich größer sein.

Die Biegefestigkeit des Bauteils in Bild 3 ist um 20 % höher als in Bild 1. Zusammenfassend folgt, dass sich der Effekt des LUS nicht auf die Homogenität und der Vermeidung von Fehlstellen niederschlägt. Es kann aus den Versuchsergebnissen nur bedingt eine Korrelation zwischen der Mikroskopie und den späteren mechanischen Eigenschaften hergestellt werden.

4.4 Tropfenförmige II-Kammer

Der Abschnitt *Tropfenförmige II-Kammer* stellt die Inbetriebnahme und die Ergebnisse der Prozess- und Bauteiluntersuchungen für den Einsatz des LUS in der tropfenförmigen II-Kammer dar.

4.4.1 Inbetriebnahme

Der Aufbau und das Vorgehen bei der Versuchsumsetzung ist aus Abschnitt 3.2.2 zu entnehmen, allerdings ist die Umsetzung der tropfenförmigen Einsätze nur schematisch in Abb. 3-8 erläutert worden. Die reale Integration des Einsatzes „Tropfenform“ ist in Abb. 4-31 verdeutlicht. Der Einsatz besteht aus Polyethylen und wurde passend zur Geometrie mit einer Einlaufhöhe von 5,6 mm gefräst. Abb. 4-31 zeigt, wie der Einsatz in die II-Kammer eingelegt ist. Durch das Übermaß links und rechts sitzt der Einsatz nach der Integration fest in der II-Kammer.

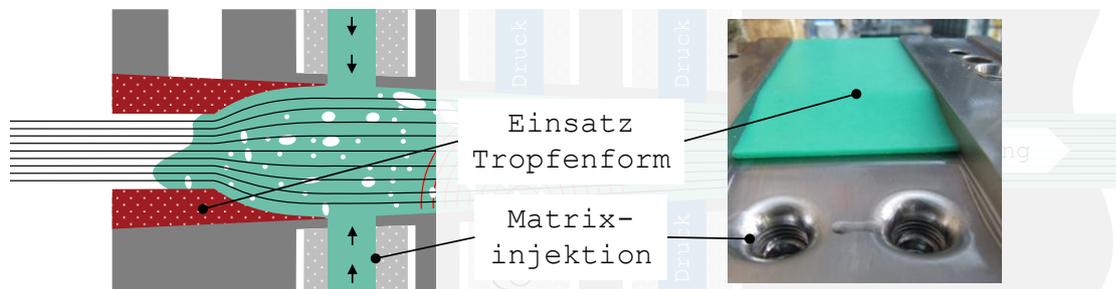


Abb. 4-31: Integration des Einsatzes „Tropfenform“ in die konische II-Kammer

In Tab. 4-6 sind die Untersuchungsgrößen für die tropfenförmige II-Kammer aufgelistet. Im Vergleich zur konischen II-Kammer ist die Anzahl der Untersuchungsgrößen deutlich reduziert. Wie bereits im Abschnitt 4.2 (Referenzversuche) angeführt, lassen sich mit der tropfenförmigen II-Kammer keine für die mechanische Prüfung oder Mikroskopie verwertbaren Bauteile herstellen, da alle Bauteile einen trockenen Kern aufweisen, der bereits mit bloßen Augen gut erkennbar ist. Die Untersuchungen fokussieren sich bei der tropfenförmigen II-Kammer daher auf CF. Es erfolgen keine Untersuchungen für GF.

Tab. 4-6: Übersicht der Untersuchungsgrößen für die Versuche mit der tropfenförmigen II-Kammer

		Untersuchungsgrößen							
		Prozess					Bauteil		
		T	T_{Peak}	P_{LUS}	F_{pul}	p_I	Mechanik	Makroskopie	Mikroskopie
TD	CF	-	-	✓	✓	-	-	✓	(✓)

4.4.2 Prozessgrößen

P_{LUS} in Relation zu F_{pul} : P_{LUS} ist im Vergleich zur konischen II-Kammer deutlich niedriger. Während bei der konischen II-Kammer in Kombination mit CF Leistungen oberhalb von 200 Watt eingekoppelt werden können, liegen diese bei der tropfenförmigen II-Kammer bei maximal 100 Watt und im Durchschnitt zwischen 20 und 80 Watt. Die Abzugskraft F_{pul} verhält sich ähnlich zu F_{pul} der konischen II-Kammer. In Abb. 4-32 sind alle Versuchsergebnisse, die durchgeführt wurden, aufgelistet. Es zeigt sich, dass die Abzugskraft mit maximal 2 kN um rund 3 kN unterhalb des Referenzwertes der offenen Imprägnierung liegt (siehe Abb. 4-16).

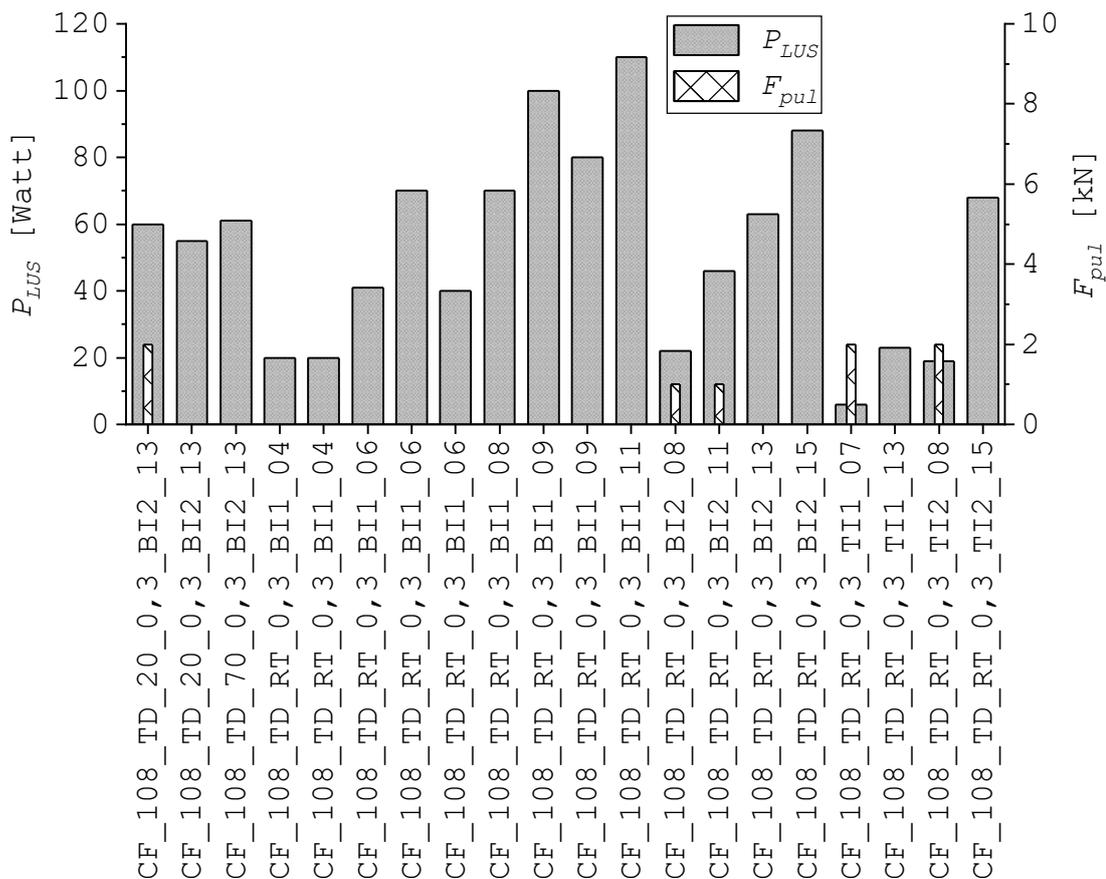


Abb. 4-32: P_{LUS} in Relation zur F_{pul} bei der tropfenförmigen II-Kammer für CF: sortiert nach Temperierung und Einkopplungsposition

Die meisten Versuche zeigen keinen Aufbau einer Abzugskraft. Dies deutet auf eine schlechte Imprägnierung des Faser-Matrix-Pakets hin. Insgesamt sind sowohl P_{LUS} als auch F_{pul} sehr niedrig. Der Effekt des LUS kann nur begrenzt wirken, da bei einer schlechten Imprägnierung sich kein Druck in der II-Kammer aufbaut und dadurch nur eine begrenzte Leistung eingekoppelt werden kann.

4.4.3 Bauteilgrößen

Makroskopie: Alle Bauteile, hergestellt durch die tropfenförmige II-Kammer, weisen einen nicht imprägnierten Faserkern auf (siehe Abb. 3-22 und Abb. 4-19). Daher wird rein optisch der Imprägnierungsgrad – das Vorgehen wird bereits im Abschnitt 3.3.4.3 vorgestellt – ermittelt. In Abb. 4-33 sind die Versuchsreihen nach der Position der LUS-Einkopplung von BI1, BI2, TI1 und TI2 sortiert. Ein Vergleich der einzelnen Versuchsreihen ist, wie bei den Untersuchungen zuvor, nur bedingt möglich. Obwohl der Imprägnierungsgrad bei allen Versuchsreihen bei einer Amplitude von $0\ \mu\text{m}$ identisch sein müsste, befinden sich die Werte in einem Bereich zwischen 40 und 80 %.

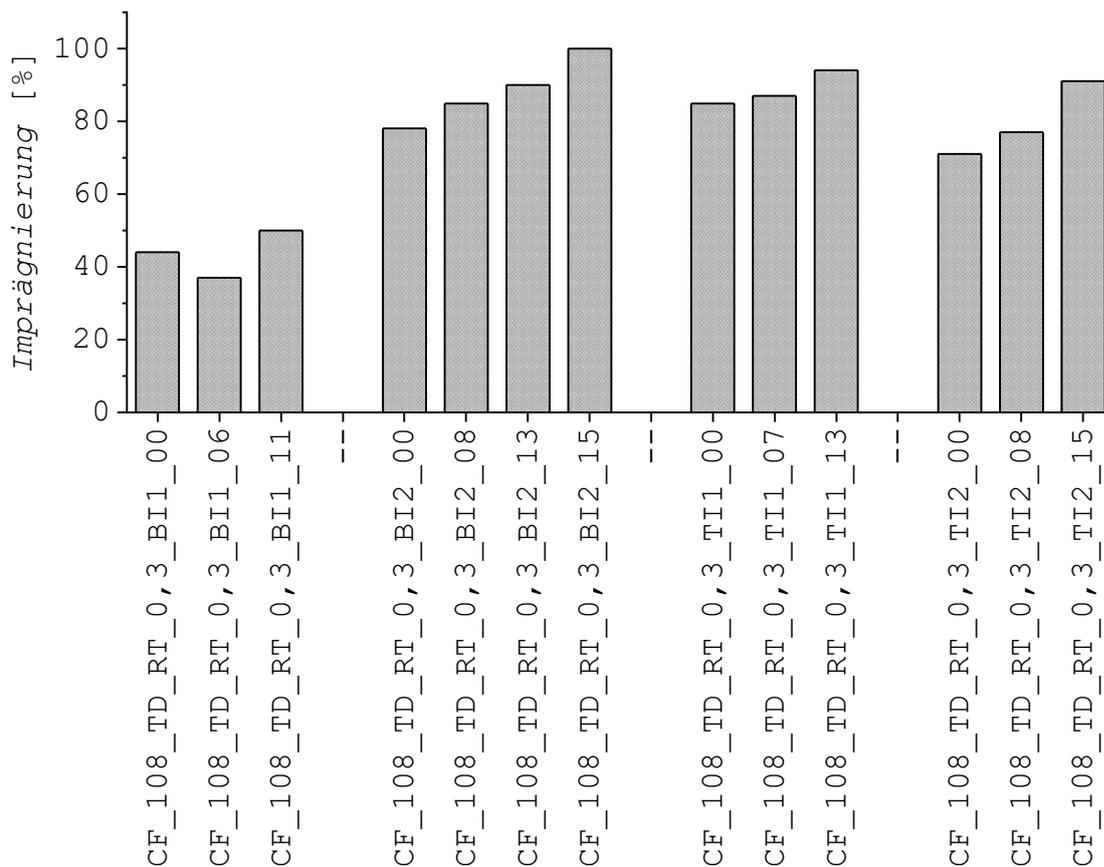


Abb. 4-33: Imprägnierungsgrad bei der tropfenförmigen II-Kammer für CF: sortiert nach Einkopplungsposition

Der Effekt des LUS an Position BI1 hat einen geringen positiven Effekt auf die Imprägnierung und sorgt für einen maximalen Imprägnierungsgrad von 50 %. Im Vergleich dazu weist die Position BI2 den größten positiven Effekt auf. Hier ist es möglich, die makroskopische Imprägnierung unter Verwendung einer Amplitude von 15 μm auf 100 % zu steigern. Ungewollter Nebeneffekt der hohen Amplitude ist eine unruhige Profiloberfläche mit leichter Faserschädigung.

Zur getrennten Betrachtung des Temperierungseffekts wird eine zusätzliche Versuchsreihe mit definierter II-Kammertemperatur durchgeführt und in Abb. 4-34 dargestellt. Die zwei Balken links zeigen das Ergebnis für die auf 20 °C temperierte II-Kammer, die zwei Balken rechts entsprechend für die Temperierung auf 70 °C. Deutlich wird, dass durch eine Temperaturdifferenz von 50 K bei ausgeschaltetem LUS der Imprägnierungsgrad sich von 40 auf über 70 % erhöhen lässt und damit einer Steigerung um 30 Prozentpunkten entspricht. Mit einer LUS-Amplitude von 13 μm erhöht sich der Imprägnierungsgrad bei der auf 20 °C temperierten II-Kammer auf über 60 %, weist aber weiterhin eine Differenz von 10 Prozentpunkten zur rein auf 70 °C temperierten II-Kammer auf. Der Imprägnierungsgrad kann auch bei der auf 70 °C temperierten II-Kammer mittels LUS auf über 80 % erhöht werden. Die Steigerung im Vergleich zur reinen Temperierung ist jedoch geringer. Für weitere Studien sind die Aufnahmen im Anhang aufgelistet (siehe Anhang f).

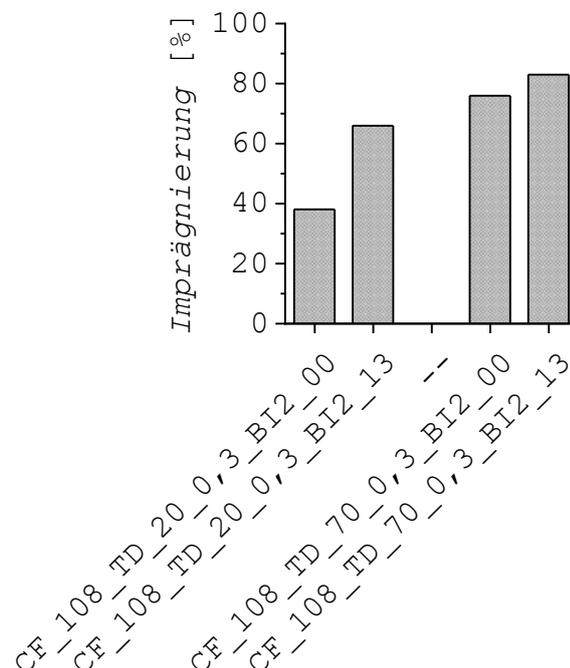


Abb. 4-34: Imprägnierungsgrad bei der tropfenförmigen II-Kammer für CF mit aktiver Temperierung: links 20 °C und rechts 70 °C

Aus den Untersuchungen ergibt sich auch für die tropfenförmige II-Kammer eine maximale Amplitude, bei der keine Faserschädigung auftritt. Die Ergebnisse hierfür sind in Tab. 4-7 zusammengefasst. Im Vergleich zur konischen II-Kammer wird an Position

TO1/BI1 eine um 2 μm höhere Amplitude erreicht. Möglicher Grund ist ein geringerer Kammerdruck aufgrund der nicht vollständigen Imprägnierung.

Tab. 4-7: maximale Amplitude in μm bei der tropfenförmigen II-Kammer

Amplitude [μm]	TI2/BI2	TI1/BI1
CF	13	13

Zusammenfassend zeigt sich, dass der Imprägnierungsgrad mit LUS erhöht werden kann. Der größte positive Effekt ergibt sich an Position BI2 und mit einer Amplitude von 15 μm lässt sich eine nahezu vollständige Imprägnierung erreichen. Die Versuchsreihe zeigt aber auch, dass eine weitere Erhöhung der Amplitude aufgrund von Faserschädigung nicht möglich ist. Eine reine Temperierung der II-Kammer erhöht ebenfalls den Imprägnierungsgrad und zeigt im Vergleich zum LUS sogar einen größeren positiven Effekt.

Mikroskopie: Einzig der Versuch CF_108_TD_RT_0,3_BI2_15 erreicht in der Versuchsreihe mit der tropfenförmigen II-Kammer einen Imprägnierungsgrad von knapp 100 %. Für eine nähere Untersuchung wird die Probe mikroskopiert. In Abb. 4-35 ist die Aufnahme in zwei Vergrößerungen dargestellt. Es zeigt sich, dass die gesamte Probe Poren aufweist und somit keine vollständige Imprägnierung stattgefunden hat.

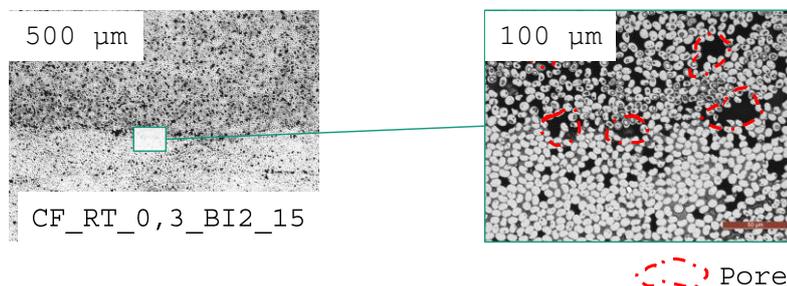


Abb. 4-35: Mikroskopie aus der Untersuchung mit tropfenförmiger II-Kammer und CF

4.5 Diskussion

Die Ergebnisse aus den Abschnitten 4.2 bis 4.4 werden diskutiert und anschließend mit den Erkenntnissen aus Abschnitt 4.1 verknüpft, um den Einfluss des LUS auf den geschlossenen Injektions-Pultrusionsprozess herauszuarbeiten.

In Tab. 4-8 ist die Gesamtübersicht der analysierten Untersuchungsgrößen dargestellt. Aufgeteilt in Prozess- und Bauteilgrößen werden die Ergebnisse für die drei Imprägnierungsarten – offen, konisch und tropfenförmig – erläutert.

Tab. 4-8: eine Gesamtübersicht der Untersuchungsgrößen für die Versuche mit LUS

		Untersuchungsgrößen							
		Prozess					Bauteil		
		T	T_{Peak}	P_{LUS}	F_{pul}	p_I	Mechanik	Makroskopie	Mikroskopie
OB	GF	-	-	-	✓	-	✓	-	✓
	CF	-	-	-	✓	-	✓	-	✓
CO	GF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	-	✓
	CF	✓	✓	✓	✓	-	✓	-	✓
TD	CF	-	-	✓	✓	-	-	✓	(✓)

4.5.1 Prozessgrößen

In Abb. 4-36 für GF und in Abb. 4-37 für CF sind die Kernentwicklungen der Prozessgrößen für die drei Imprägnierungsarten zusammengefasst.

- T_{Peak} und P_{LUS} : In der konischen II-Kammer wird unterhalb der Sonotrode eine Durchschnittstemperatur über alle Versuche hinweg bei GF von 138 °C (47–321 °C) und bei CF von 194 °C (133–255 °C) ermittelt. Hierbei wird bei GF eine durchschnittliche Leistung von 231 Watt (53–629 Watt) und bei CF von 85 Watt (9–270 Watt) eingekoppelt. Im Vergleich wird bei GF im Durchschnitt mit mehr Leistung eingekoppelt, um eine ähnliche Heizrate wie bei CF zu erreichen. Hintergrund kann sowohl die geringere Wärmespeicherzahl als auch eine nicht vollständige Imprägnierung bei CF sein. Im Vergleich zur konischen II-Kammer wird bei der tropfenförmigen II-Kammer mit weniger Leistung eingekoppelt und befindet sich im Schnitt bei 53 Watt (6–110 Watt).
- F_{pul} und p_I : In der konischen II-Kammer beträgt der Referenzdruck bei GF ohne LUS rund 21 bar (17–24 bar) und reduziert sich im Durchschnitt durch LUS auf 10 bar (4–30 bar). Den Druckwerten kann jedoch nicht komplett getraut werden, da einige Drucksensoren durch die gebündelte LUS-Energie beschädigt wurden. Allerdings zeigt sich bei der Abzugskraft F_{pul} ein eindeutiger Trend. Ohne LUS beträgt die Kraft der konischen II-Kammer mit GF im Schnitt rund 10 kN (9–11 kN) und reduziert sich auf 3 kN (0–10 kN). Der Effekt kann für CF nicht gezeigt werden, da die Kraft mit 1 kN beim Referenzwert bereits an der unteren Messgrenze liegt und Messwerte unterhalb von 1 kN keine Aussagekraft haben.

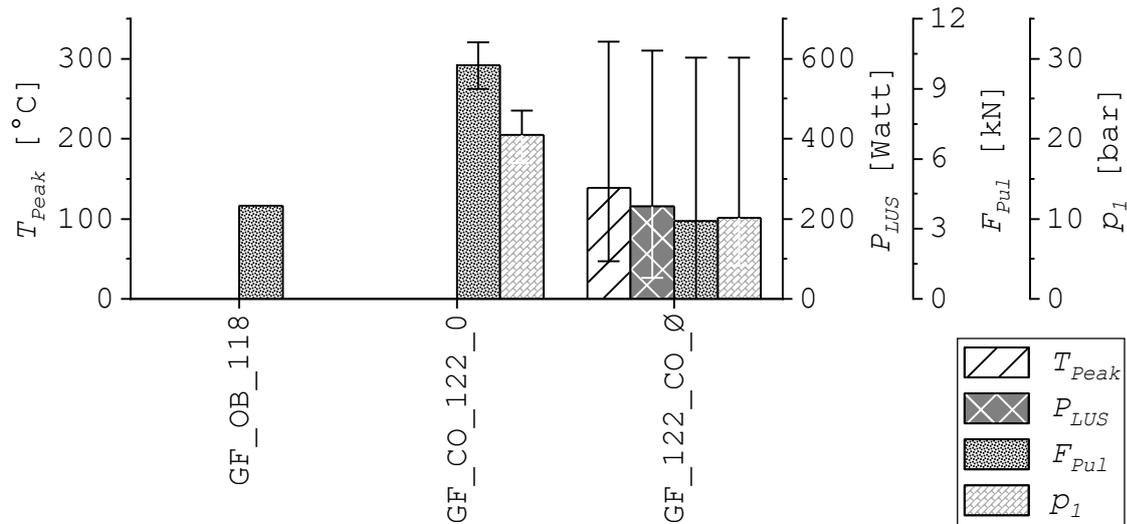


Abb. 4-36: Entwicklung der Prozessgrößen für GF in Relation zur Imprägnierungsart

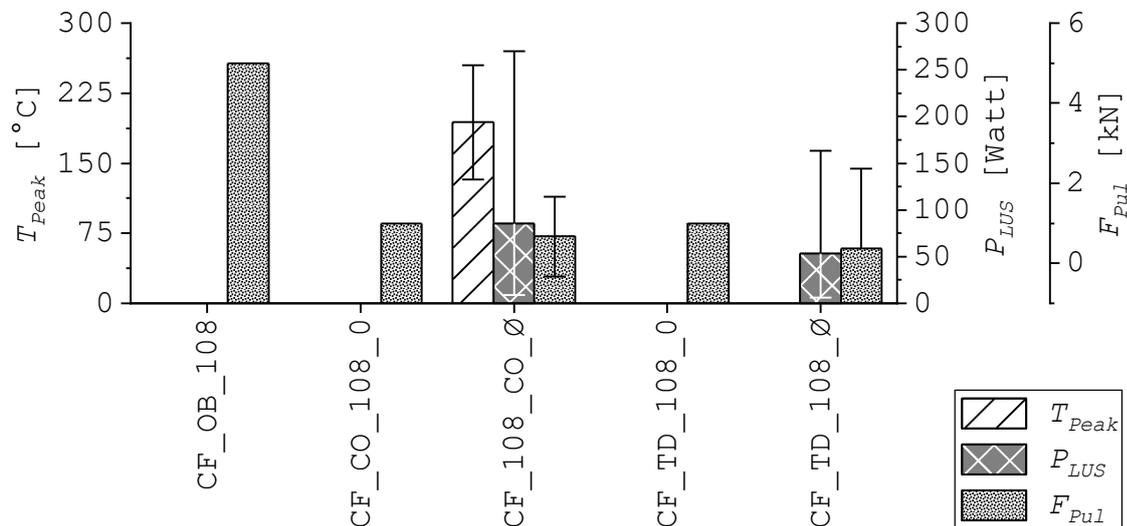


Abb. 4-37: Entwicklung der Prozessgrößen für CF in Relation zur Imprägnierungsart

Zusammengefasst ergibt sich für die Prozessgrößen, dass in der geschlossenen Imprägnierung schnell und lokal sehr viel thermische Energie mit LUS eingekoppelt werden kann. Mit LUS lässt sich die Temperatur des Faser-Matrix-Pakets innerhalb weniger Sekunden um mehrere 100 K erhöhen. In den Versuchsreihen bewegen sich die Heizraten im Bereich von 1 bis 90 K/s mit einer Maximaltemperatur von über 300 °C und bestätigen die Ergebnisse aus früheren Arbeiten [30, 162]. Mit einer Leistung von 100 bis 600 Watt werden im Schnitt 5–18 J/K zum Erreichen der Heizrate eingekoppelt. Hierdurch können die Abzugskraft im Schnitt direkt um 70 % und der II-Kammerdruck um 50 % reduziert werden und sind damit im Einklang bisheriger Veröffentlichungen [170, 171].

Sowohl für GF als auch für CF lässt sich die Abzugsgeschwindigkeit durch LUS nicht erhöhen. Eine höhere Geschwindigkeit führt direkt zum gleichen Fehlerbild wie bei den

Referenzversuchen ohne LUS. Die Oberfläche weist Riefen auf und ist von weißem „Puder“ und Ablagerungen überzogen. Mit solch einer Oberfläche ist ein kontinuierlicher und stabiler Pultrusionsprozess nicht möglich.

Oberhalb einer Schallintensität von 25 W/cm² sind sowohl die Sonotrode als auch die Sonotrodenführung mechanisch stark belastet. Durch Kavitation entstehen Materialabplatzungen, die die Betriebszeit auf wenige Tage reduzieren. Für einen wirtschaftlichen Dauerbetrieb muss die Schallintensität unterhalb von 25 W/cm² verbleiben.

4.5.2 Bauteilgrößen

In Abb. 4-38 sind die Kernentwicklungen der Bauteilgrößen für die drei Imprägnierungsarten zusammengefasst. Insgesamt ist die Vergleichbarkeit zwischen den unterschiedlichen Versuchsreihen nur bedingt möglich. Durch den Abbau und das Neurüsten des Prozesses kann ein identischer Aufbau nicht immer gewährleistet werden.

- *ILSS*: Die höchsten ILSS weisen die durch offene Imprägnierung hergestellten Referenzbauteile mit 70 MPa (69–71 MPa) für GF und 74 MPa (74–76 MPa) für CF auf. Die besten Bauteile konnten mit dem Parametersatz CG_122_CO_RT_0,3_BI2_12 für GF mit 65 MPa und CF_108_CO_RT_0,3_BI2_08 für CF mit 68 MPa erreicht werden. Bei beiden Parametersätzen erfolgt die Beschallung von unten an der zweiten Position mit einer moderaten Amplitude, die keine Faserschädigung hervorruft. Während bei GF durch LUS eine um 10 % höhere ILSS erreicht werden kann, im Vergleich zur konischen Imprägnierung ohne LUS, ist diese bei CF mit 3 MPa etwas geringer. Die ILSS der offenen Imprägnierung wird in keiner Versuchsreihe erreicht.
- *3PB*: Mit 1645 MPa (1617–1682 MPa) für GF und 1366 MPa (1337–1388 MPa) für CF weist die offene Imprägnierung die höchsten Biegefestigkeiten auf. Durch LUS konnte bei GF mit 1548 MPa (1534–1566 MPa) die höchste Biegefestigkeit erreicht werden. Diese liegt damit zwischen dem Referenzwert mit offener Imprägnierung und geschlossener Imprägnierung ohne LUS (1488 MPa). Bei CF konnte keine Steigerung der Biegefestigkeit durch LUS im Vergleich zu ohne LUS erreicht werden. Mit rund 1260 MPa weisen beide Versuchsreihen eine ähnliche Biegefestigkeit auf und liegen damit 8 % unterhalb des Referenzwerts.
- *Mikroskopie* und *Makroskopie*: Der Porengehalt der offenen und konischen Imprägnierung liegt bei allen Versuchsreihen unterhalb von 2 %. Im Gegensatz zur offenen Imprägnierung sind bei der konischen Imprägnierung sowohl bei GF als auch bei CF harzreiche Zonen erkennbar. Trotz LUS nehmen die matrixreichen Zonen nicht ab. Teilweise wird bei einer Schallintensität von über 25 Watt/cm² sogar eine Vergrößerung dieser Zonen festgestellt.
Bei der tropfenförmigen II-Kammer ist eine vollständige Imprägnierung ohne LUS nicht möglich. Durch LUS kann man den Imprägnierungsgrad auf nahezu

100 % erhöhen. Die Versuchsreihen ergeben, dass ein ähnlicher Effekt auch alleine durch Temperierung der II-Kammer auf 70 °C erreicht werden kann. Die mikroskopischen Aufnahmen zeigen jedoch, dass trotz eines makroskopischen Imprägnierungsgrads von 100 % weiterhin reichlich Poren vorhanden sind.

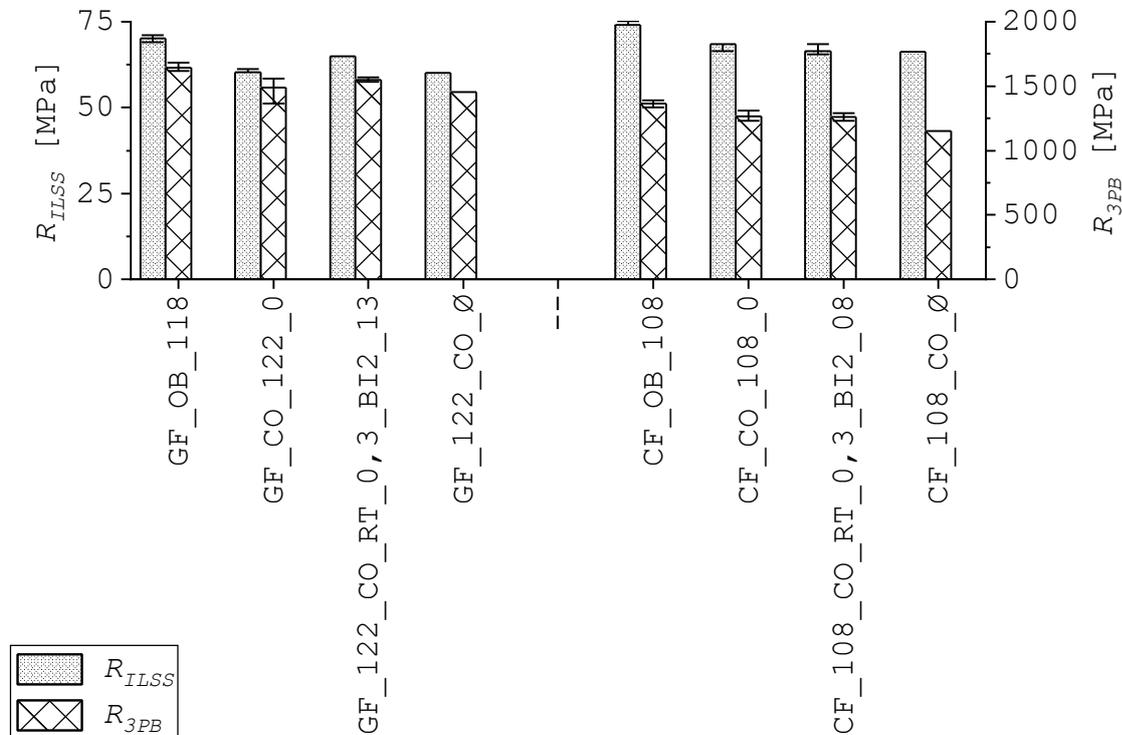


Abb. 4-38: Entwicklung der Bauteilgrößen in Relation zur Imprägnierungsart in Kombination mit LUS: GF (links) und CF (rechts)

Zusammenfassend ergibt sich für die Bauteiluntersuchung, dass LUS einen geringen bis gar keinen Einfluss auf die mechanischen Kennwerte hat und damit im Widerspruch zu den Patentanmeldungen steht, die sich durch LUS eine verbesserte Bauteileigenschaft erhofft haben [31, 33, 34]. Bei GF ist für die Biegefestigkeit eine Steigerung von bis zu 10 % ermittelbar und bestätigt damit zum Teil die Ergebnisse aus der Arbeit von Tessier et al. [170, 171]. Jedoch muss angemerkt werden, dass der positive Effekt in der Gesamtstreuung der einzelnen Versuchsreihen untergeht. Bei CF zeigt sich, dass auch mit LUS keine kontinuierliche Bauteilproduktion mit der konischen II-Kammer möglich ist. Trotz LUS muss der Ziehprozess nach 2 m Bauteilproduktion pausiert werden, um die Riefenbildung wieder einzudämmen (siehe Tab. 4-2).

Die Ergebnisse aus Abschnitt 4.1 werden somit bekräftigt. Die Bauteiluntersuchungen zeigen, dass LUS keine Matrixschädigung verursacht, beziehungsweise die ILSS nicht reduziert wird. Dies steht im Einklang mit den Ergebnissen der Arbeit von Schäfer [30]. Die Resultate bestätigen nicht, dass LUS zu einer Erhöhung der ILSS führt, wie es in einigen Veröffentlichungen formuliert wird [24, 133, 143, 154, 155]. Die Amplitude des

LUS ist allerdings durch die Festigkeit der Faser nach oben hin begrenzt. Die Zusammenfassung der maximalen Amplitude in Tab. 4-5 und Tab. 4-7 – in Abhängigkeit von Kammer- und Faserart – unterstreicht die Ergebnisse aus Abschnitt 4.1 (siehe Abb. 4-1 und Abb. 4-2). Durch Temperierung der II-Kammer kann ein ähnlicher Effekt wie durch LUS erreicht werden, ohne die Faser zu schädigen. Es ist jedoch nicht möglich, den Energieeintrag bei Bedarf sofort zu stoppen, wie es beim LUS der Fall ist [22, 223].

5 Prozessanalyse

Das Kapitel *Prozessanalyse* geht auf die Wirkzusammenhänge des LUS aus der Prozessuntersuchung des 4. Kapitels ein und ermittelt die resultierenden Haupteffekte.

Kurzgefasst beschreibt Kapitel 4, dass durch LUS lokal eine hohe Temperatur eingekoppelt und hierdurch der Kammerinnendruck und die Abzugskraft reduziert werden können. Die mechanischen Eigenschaften jedoch werden kaum beeinflusst. Die Haupthypothese – LUS homogenisiert die Faserverteilung in der II-Kammer und erleichtert dadurch die Imprägnierung – konnte durch die Prozessuntersuchung nicht bestätigt werden. Ziel der Prozessanalyse ist es nun, den Effekt des LUS fokussiert auf die wichtigsten drei Wirkbereiche – Faserverteilung, Viskosität der Matrix und Faser-Matrix-Haftung – zu ermitteln. Die Untersuchung teilt sich in folgende vier Abschnitte:

- *Faseraufbauschung* (siehe Abschnitt 5.1): Der Effekt des LUS auf die Faser ist im Abschnitt 2.2.3 beschrieben. Schwerpunkt hierbei sind vor allem die Anregungsfrequenzen außerhalb des verwendeten 20 kHz-Bands. Der Abschnitt 4.1 ermittelt den Einfluss des LUS auf die Faseraufbauschung durch den Teststand Aufbauschung (siehe Abschnitt 3.2.3).
- *Viskosität Matrix* (siehe Abschnitt 5.2): Der Effekt des LUS auf die Matrix wird im Abschnitt 2.2.4 herausgearbeitet. Mit dem Teststand Viskosität (siehe Abschnitt 3.2.4) wird der Effekt des LUS speziell für die eingesetzte Matrix auf die Viskosität charakterisiert.
- *Faser-Matrix-Haftung* (siehe Abschnitt 5.3): Der Effekt des LUS auf die Faser-Matrix-Haftung ist im Abschnitt 2.2.5 allgemein vorgestellt worden. Mit dem Teststand Druckkammer (siehe Abschnitt 3.2.1) und dem Fragmentierungstest (siehe Abschnitt 3.3.3.1) wird die Faser-Matrix-Haftung für das eingesetzte Faser-Matrix-System ermittelt.
- Diskussion (siehe Abschnitt 5.4): Anhand der Ergebnisse aus den Abschnitten 5.1–5.3 werden die Haupteffekte des LUS charakterisiert.

Die Untersuchungen für den Abschnitt *Faseraufbauschung* wurden im Rahmen der Abschlussarbeiten von Robert Karl [190] und Raffael Weigant [192] durchgeführt. Ergebnisse aus dem Abschnitt *Viskosität Matrix* wurden im Rahmen der Abschlussarbeit von Maximilian Kronseider [189] mit Unterstützung von Johanna Wiethaler und Soyeon Lee erarbeitet. Der Abschnitt *Faser-Matrix-Haftung* baut auf der Abschlussarbeit von Soyeon Lee auf [191].

5.1 Faseraufbauschung

Ziel des Teststands Aufbauschung ist es, den Effekt des LUS auf die Aufbauschung eines Faserpakets zu charakterisieren. Durch eine Aufbauschung würde die Permeabilität des Faserpakets reduziert und dadurch die Imprägnierung erleichtert werden.

Im Gegensatz zur II-Kammer ermöglicht der Teststand eine explizite Untersuchung des Effekts Aufbauschung, da Verschiebungen der Fasern durch ein Sichtfenster erkennbar sind (siehe Abb. 3-11).

Alle Untersuchungsergebnisse sind in Tab. A-4 (für GF) und Tab. A-5 (für CF) im Anhang zu finden und werden im Folgenden in Effekt-Diagrammen analysiert. Abb. 5-1 stellt den Effekt von LUS für GF auf die Untersuchungsgröße Aufbauschung dar. Der Effekt bewegt sich in einem Bereich von 3 %. Übertragen auf die Referenzfläche ohne Beschallung verändert sich die Fläche durch LUS somit nur minimal. Die Stellgröße Gewicht pro Roving hat den größten positiven Effekt auf die Aufbauschung, gefolgt von der Amplitude. Mit zunehmender Lagendicke reduziert sich der Effekt. Der Mittelpunktversuch weist im Mittel eine Aufbauschung von 0,8 % auf, bei einem Minimalwert von 0,5 % und einem Maximalwert von 1,4 %. In diesem Kontext ergibt sich, dass nur ein sehr geringer Effekt auf die Aufbauschung bei allen Stellgrößen im Versuchsraum erkennbar ist.

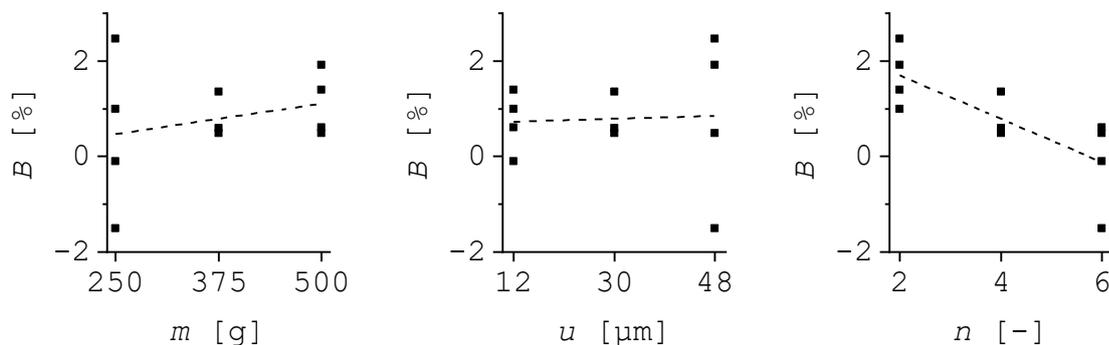


Abb. 5-1: Effekt-Diagramm für die Aufbauschung B mit GF [224]

Ein ähnliches Bild zeigt sich im Effekt-Diagramm für CF in Abb. 5-2. Die Stellgröße Gewicht pro Roving hat, ebenso wie die Amplitude, den größten positiven Effekt auf die Aufbauschung. Analog zu den GF-Versuchen nimmt mit zunehmender Lagendicke der Effekt auf die Aufbauschung ab. Der Mittelpunktversuch weist im Mittel eine Aufbauschung von 0,5 % auf, bei einem Minimalwert von 0,0 % und einem Maximalwert von 1,0 %.

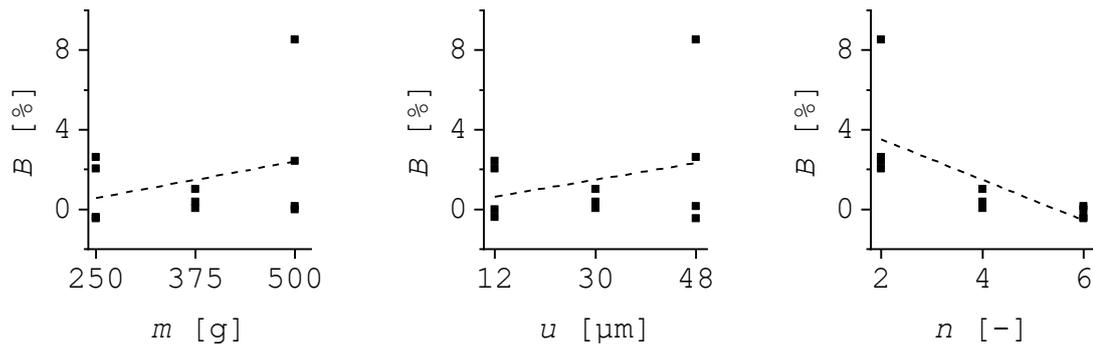


Abb. 5-2: Effekt-Diagramm für die Aufbauschung mit CF [224]

Zusammengefasst hat LUS einen geringen bis nahezu vernachlässigbaren Effekt auf die Aufbauschung sowohl für GF als auch für CF. Im Versuchsraum liegt die Aufbauschung in einem Bereich von maximal 3 % mit einer in Relation großen Streuung von $\pm 0,5$ %. Die Aufbauschung reduziert den Faservolumengehalt direkt linear. Eine minimale Reduktion des Faservolumengehalts in dem untersuchten Kompaktierungsbereich ist gleichzusetzen mit einer minimalen Verbesserung der Permeabilität. Übertragen auf die Pultrusion bedeutet dies, dass die mechanische Aufbauschung des Faserpakets durch LUS die Imprägnierung nur geringfügig verbessert.

5.2 Viskosität Matrix

Ziel des Teststands Viskosität ist es, den Effekt von LUS auf die Viskosität der Matrix zu charakterisieren. Im Abschnitt 4.1.2.3 wird die Viskosität mit dem Teststand Druckkammer ermittelt, nachdem die Matrix mit LUS beschallt wurde. Als Ergebnis hat sich eine leichte Erhöhung der Viskosität gezeigt, die einen negativen Effekt auf die Imprägnierung hätte – siehe Formel (2-1). Im Gegensatz dazu haben die Prozessuntersuchungen in den Abschnitten 4.3 und 4.4 ergeben, dass LUS einen positiven Effekt auf die Imprägnierung aufweist.

Im Vergleich zum Teststand Druckkammer ermöglicht der Teststand Viskosität eine direkte Messung der Viskosität während der LUS-Behandlung. Hierdurch ist es möglich, die Vorgänge in der II-Kammer realitätsnäher – und auf die Einzeleffekte heruntergebrochen – darzustellen. Der Aufbau des Teststands ist im Abschnitt 3.2.4 erläutert.

Die Ergebnisse der drei Aufbauten...

- ... A (Viskositätsänderung während einer LUS-Beschallung)
- ... B (Temperaturänderung verursacht durch LUS)
- ... C (Viskositätsänderung verursacht durch die Temperatur)

... werden vorgestellt und anschließend in Bezug zueinander gesetzt und näher betrachtet.

Aufbau A – Viskositätsänderung während einer LUS-Beschallung: Bei der Vorstellung der Untersuchungsergebnisse für Aufbau A wird zuerst auf die optische Veränderung und dann auf die Viskositätsentwicklung eingegangen.

Die Untersuchung der optischen Veränderung soll zeigen, ob durch LUS Gasblasen im Epoxidharz entstehen oder eingetragen werden. Gasblasen wiederum verfälschen die Ergebnisse der Viskositätsmessung. In Abb. 5-3 sind die wichtigsten Versuchsschritte der Versuchsreihe mit 10 μm und somit höchsten Amplitude abgebildet. In Bild 1 ist der aufgetragene Harztropfen sichtbar. Das zweite Bild stellt den Harztropfen dar, nachdem die obere Platte auf Messposition herunter und danach wieder hochgefahren wurde. In Bild 3 ist der Harztropfen direkt nach der Ultraschallbehandlung zu sehen. Es zeigt sich bei allen Messreihen (6, 8 und 10 μm), dass keine optische Veränderung (Gasbläschen, Gaseinschluss) eintritt. Somit wird davon ausgegangen, dass eine mögliche Viskositätsänderung nicht von eingetragenen Gasblasen herrührt.

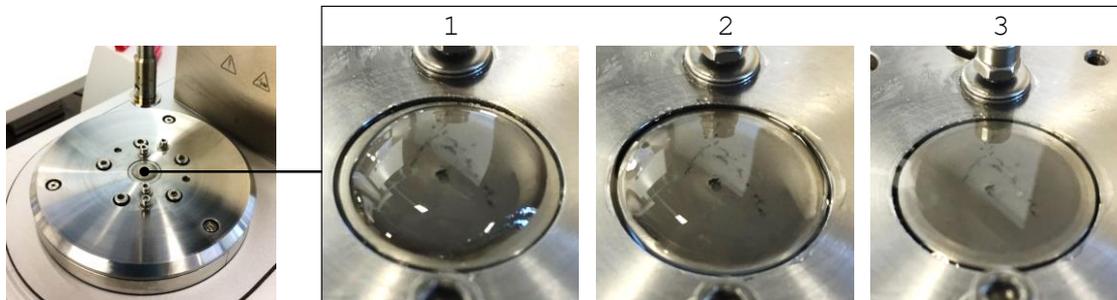


Abb. 5-3: optische Veränderung des Epoxidharzes während der LUS-Behandlung: 1) vor der Beschallung; 2) nachdem die Rheometerplatte herunter und wieder hochgefahren wurde; 3) direkt nach der LUS-Behandlung [225]

Der Viskositätsverlauf des Epoxidharzes mit den drei Amplituden 6, 8 und 10 μm ist in Abb. 5-4 dargestellt. Die Ausgangsviskosität beträgt zwischen 3.000 und 3.500 $\text{mPa}\cdot\text{s}$. Deutlich erkennbar ist, dass der Temperatursprung von 25 °C auf 30 °C Teststandtemperatur bereits eine Viskositätsreduktion von 8000 $\text{mPa}\cdot\text{s}$ [60] auf 3000 $\text{mPa}\cdot\text{s}$ bedeutet. Der Teststand selbst weist eine hohe Reproduzierbarkeit der Messungen mit einer geringen Abweichung auf. Die Abweichungen der jeweiligen Wiederholungsmessungen zeigen mit einer maximalen Abweichung von 5 $\text{mPa}\cdot\text{s}$ einen geringen Streubereich. Insgesamt nimmt die Streuung mit Erhöhung der Amplitude zu. Zu Beginn der Beschallung (Zeitbereich 30–40 s) ist eine Viskositätsreduktion von über 80 Prozentpunkten bei allen drei Amplituden erkennbar (siehe Abb. 5-5) und sinkt dabei auf unter 500 $\text{mPa}\cdot\text{s}$. Die minimale Viskosität von 170 $\text{mPa}\cdot\text{s}$ wird bei der Amplitude von 10 μm erreicht. Der Messung zufolge ist mit keiner weiteren Viskositätsreduktion durch eine längere Beschallungszeit mit LUS zu rechnen, da die Änderungsrate bereits stark abgeflacht ist.

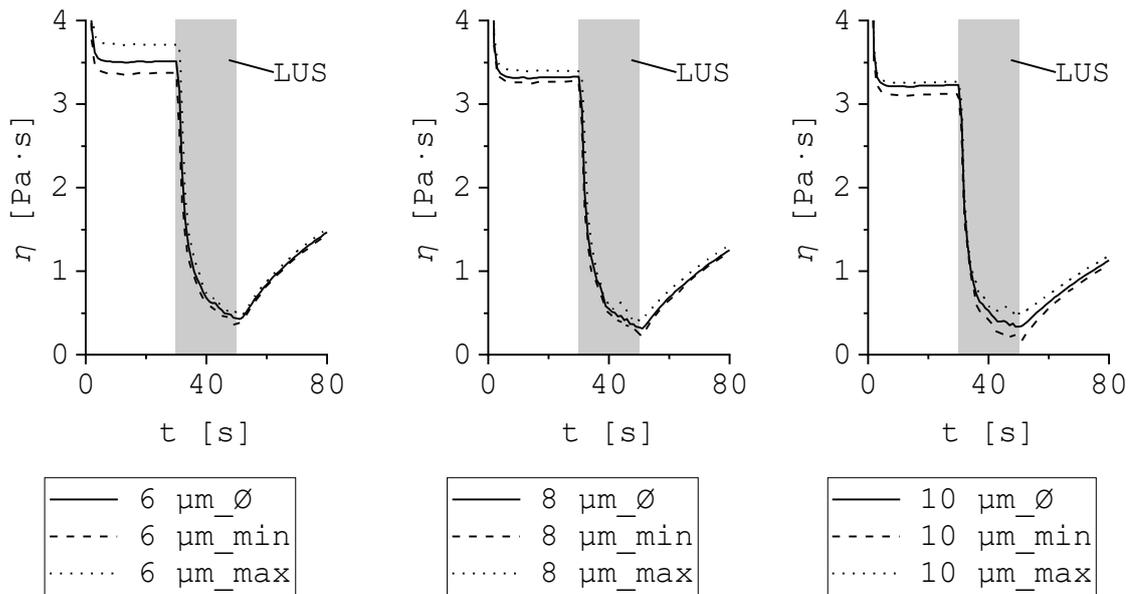


Abb. 5-4: absoluter Viskositätsverlauf des Epoxidharzes bei den Amplituden 6, 8 und 10 μm [225]

Nach der Beschallung (Zeitpunkt 50 s) nimmt die Viskosität langsam wieder zu. Abb. 5-5 links zeigt die Viskositätsentwicklung des Epoxidharzes über die Zeit für die Beschallungen mit 6, 8 und 10 μm . Die Viskosität ist relativ zur Ausgangsviskosität dargestellt, sodass ein Vergleich zwischen den unterschiedlichen Amplituden möglich ist. Die Beschallung findet, wie bereits genannt, im Bereich von 30–50 s statt (grau hinterlegt). Im Beschallungszeitraum von 20 s reduziert sich die Viskosität um 87 Prozentpunkten bei 6 μm und 94 Prozentpunkten bei 10 μm . Nach Ende der Beschallung nimmt die Viskosität rasch wieder zu. Die Ausgangsviskosität mit einer maximalen Abweichung von 5 Prozentpunkten wird 1200–1600 s nach Messungsstart wieder erreicht. Die Viskositätswerte zum Ende der Messung (1600 s nach Messungsstart) und deren Streuung ist in Abb. 5-5 rechts dargestellt. Alle Werte liegen im Korridor von 95 Prozentpunkten zur Ausgangsviskosität. Über alle Messungen hinweg liegt die Streuung bei ± 4 Prozentpunkten und ist bei den Messungen mit 8 und 10 μm etwas geringer. Zusammengefasst zeigt die Untersuchung der Viskositätsentwicklung, dass die Viskosität durch LUS um mehr als 80 Prozentpunkte reduziert wird und 1600 s nach der Ultraschallbehandlung auf 95 % des Ausgangswerts wieder ansteigt.

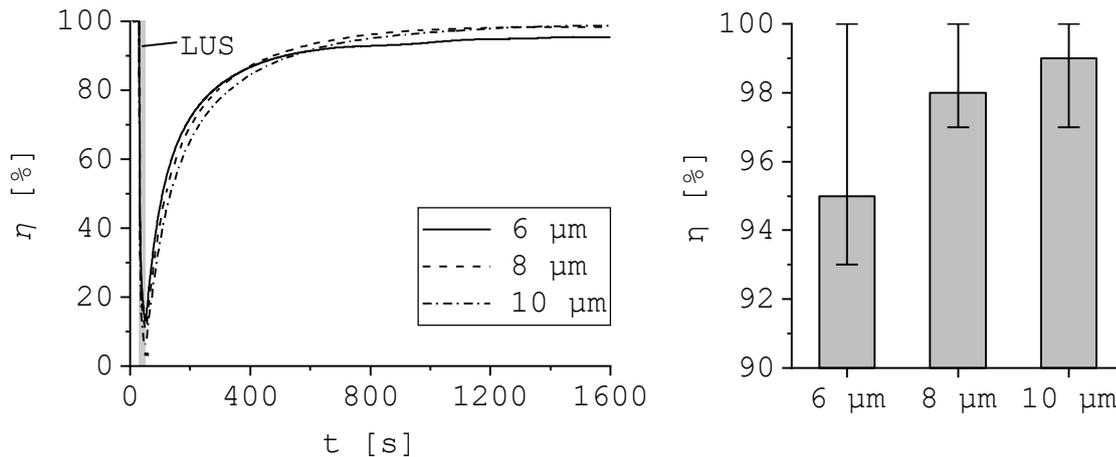


Abb. 5-5: relative Viskosität η des Epoxidharzes bei den Amplituden 6, 8 und 10 μm [225]

Aufbau B – Temperaturänderung verursacht durch LUS: Der Temperaturverlauf während der LUS-Beschallung ist in Abb. 5-6 auf der linken Seite für die drei Amplituden dargestellt. In der Zeit ohne Beschallung (0–20 s) ist keine Veränderung der Temperatur erkennbar. Nachdem der LUS aktiviert ist, steigt die Temperatur innerhalb von vier Sekunden auf die Maximaltemperatur an. Im restlichen Verlauf der Beschallung weist die Temperaturmessung große Schwankungen im Bereich von ± 10 °C auf. Das ist ein Hinweis dafür, dass die Messung mit hohen dynamischen Kräften einhergeht, sodass keine gleichmäßige Temperaturverteilung im Medium vorliegt. Das Ergebnis wird vom Graphen in Abb. 5-6 rechts unterstützt. Dort ist jeweils die Maximaltemperatur der einzelnen Amplituden aufgetragen. Bei allen drei Messreihen liegt die Maximaltemperatur zwischen 63 und 71 °C, deren Messung mit einer Streuung von ± 5 °C einhergeht.

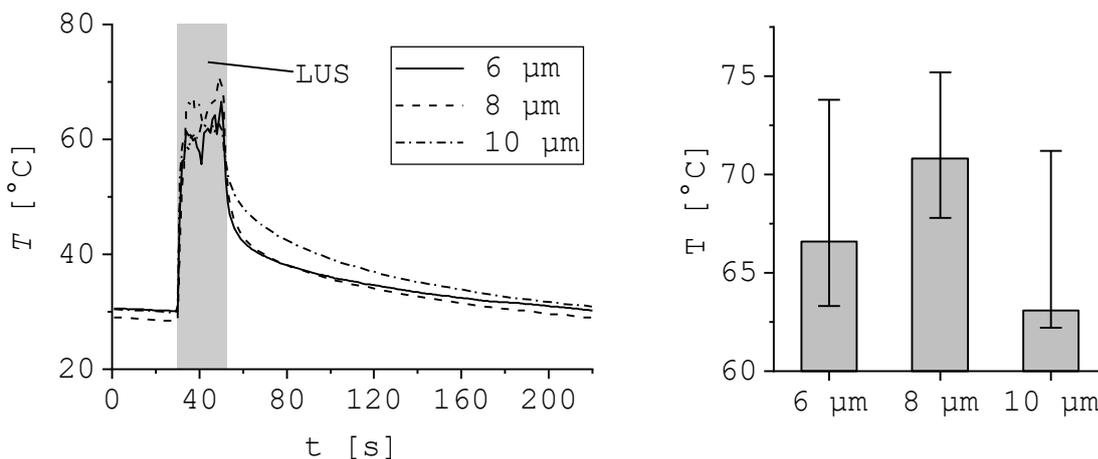


Abb. 5-6: Temperaturverlauf T während der LUS-Beschallung (links); Streubereich der Maximaltemperatur (rechts) [225]

Die höchste Temperatur von 71 °C wird entgegen der Erwartung nicht bei 10 μm , sondern bei der Messreihe mit 8 μm erreicht. Nach der Beschallung fällt die Temperatur innerhalb von 5 s auf unter 50 °C ab und nähert sich dann langsam dem Ausgangswert.

Der Aufbau B bestätigt die Erkenntnisse aus der Prozessuntersuchung, dass die maximale Prozesstemperatur des Epoxidharzes, die deutlich über 60 °C liegt, innerhalb weniger Sekunden erreicht werden kann (siehe 4.1.2 und 4.5.1). Die Ermittlung der Maximaltemperaturen inklusive der zugehörigen hohen Streuungen unterstreicht, dass die Messung mit Schwierigkeiten verbunden ist. Die hohen Flüssigkeitsgeschwindigkeiten – verursacht durch die Kavitation des LUS – sorgen dafür, dass keine homogene Temperaturverteilung entsteht.

Aufbau C – Viskositätsänderung verursacht durch die Temperatur: Die Viskosität des Epoxidharzes in Abhängigkeit von der Temperatur wird in Abb. 5-7 dargestellt. Im Temperaturbereich von 20 bis 100 °C reduziert sich die Viskosität um 4 Größenordnungen von 15 Pa·s auf unter 2 mPa·s.

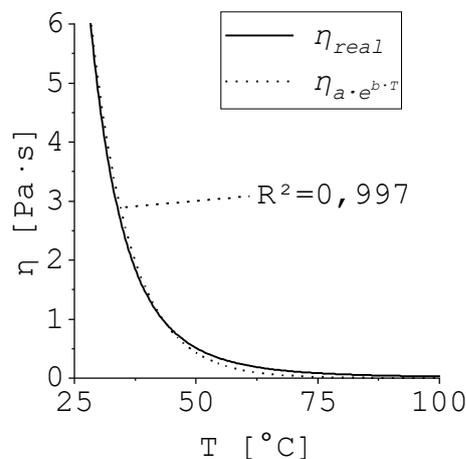


Abb. 5-7: Viskosität des Epoxidharzes in Abhängigkeit von der Temperatur [225]

Die analytische Formel der Viskosität in Abhängigkeit von der Temperatur $\eta(T)$ in Pa·s ist mit den Faktoren a (192,62023) und b (-0,12197) durch Formel (5-1) dargestellt.

$$\eta(T) = a \cdot e^{b \cdot T} \quad (5-1)$$

Verknüpfung der Ergebnisse aus Aufbau A–C: Mit der analytischen Formel aus Aufbau C werden die Temperaturwerte aus Aufbau B in die resultierenden Viskositätswerte des Epoxidharzes umgerechnet. Abb. 5-8 zeigt die Graphen für die Beschallung mit 6, 8 und 10 μm (von links nach rechts). Der Graph Viskosität_LUS wurde durch Aufbau A ermittelt, die Viskosität_Temperatur durch Verrechnung der Werte von Aufbau B mit C und der Graph Temperatur durch Aufbau B. Um die Vergleichbarkeit mit den drei Amplituden 6, 8 und 10 μm zu ermöglichen, sind die Viskositäten in eine relative Änderung in Prozent umgerechnet. Bei allen drei Amplituden ist die Viskosität aufgrund des LUS höher als die Temperaturmessungen ergeben würden. Wie bereits in Aufbau B genannt, ist die Temperaturmessung während der LUS-Beschallung nur eine lokale Momentaufnahme. Daher können die Werte nicht direkt übernommen werden, speziell dann nicht, wenn der Streubereich von ± 5 K einbezogen wird.

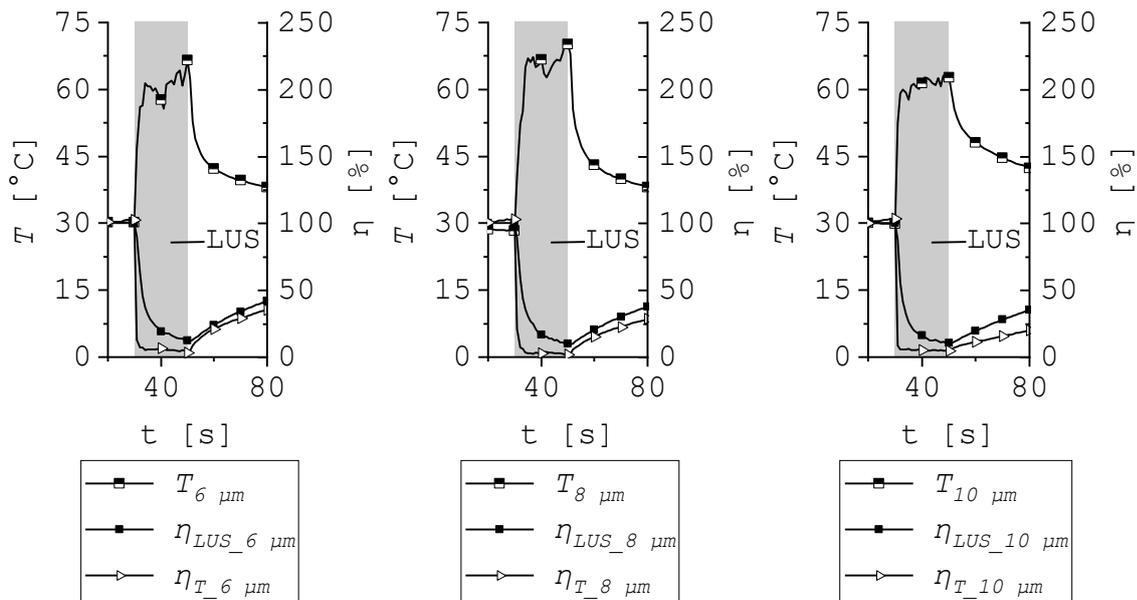


Abb. 5-8: Temperatur T und Viskosität η des Epoxidharzes: T (Aufbau B), η_{LUS} (Aufbau A); η_T (Aufbau B+C); [225]

Die Gesamtuntersuchungen ergeben, dass LUS innerhalb von 5 s die Epoxidharzprobe auf seine Maximaltemperatur erhitzt. Jedoch können die Erkenntnisse aus Abschnitt 2.2.4 nicht bestätigt werden, bei der sich die Viskosität allein aufgrund der LUS-Anregung reduziert hat. Es zeigt sich eher, dass sich die Viskositätsreduktion allein aufgrund der Temperaturerhöhung ergibt.

5.3 Faser-Matrix-Haftung

Ziel der Bestimmung der *Faser-Matrix-Haftung* ist es, den Effekt des LUS auf die Anbindung der Matrix an das Faserpaket zu charakterisieren. Im Gegensatz zur Prozessuntersuchung (siehe Abschnitt 4) kann durch Kombination des Teststands Druckkammer mit dem Fragmentierungstest gezielt die Faser-Matrix-Haftung untersucht werden. Teilergebnisse der ILSS-Prüfung der Prozessuntersuchung ergeben eine höhere Faser-Matrix-Haftung durch LUS (siehe Abb. 4-28), die auch bei Veröffentlichungen aus Abschnitt 2.2.5 bereits ermittelt wurden [24, 133, 142, 143, 146]. Im Folgenden soll der Effekt näher untersucht werden.

Die Verteilung der Filamentbrüche der Referenzprobe x_{xx} ist in Abb. 5-9 über die Bruchlänge dargestellt. Die minimale Filamentlänge beträgt $102 \mu\text{m}$ mit einer kritischen Filamentlänge von $382 \mu\text{m}$. Hieraus ergibt sich eine Grenzflächen-Scherfestigkeit (IFSS) von 57 MPa .

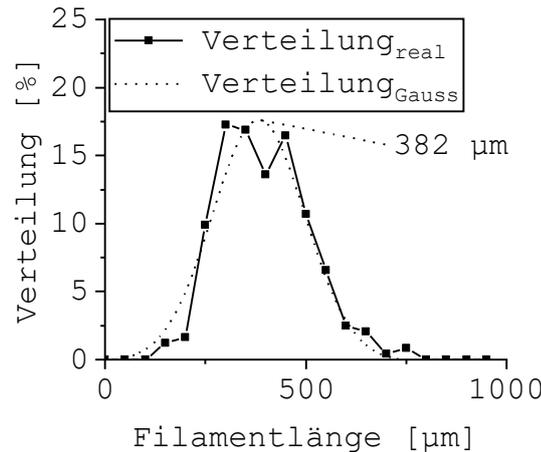


Abb. 5-9: Verteilung der Filamentbrüche der Referenzprobe

Tab. 5-1 enthält die Untersuchungsergebnisse für die Parametervariationen mit LUS-Beschallung. Im Vergleich zur Referenzprobe sind keine bis wenige Filamentbrüche zu erkennen. Wenn dies der Fall ist, liegt die Filamentlänge meist im Bereich von 1000 µm, woraus sich entsprechend eine sehr geringe IFSS ergibt. Entsprechend der Referenzprobe sind die kristallähnlichen Objekte entlang des Filaments angeordnet. Hier handelt es sich um ein Phänomen, das mit der Probenvorbereitung zusammenhängt: Aus dem mit LUS behandelten Roving wird ein Filament extrahiert und liegt dann frei aufgespannt in der Probenhalterung. Nach zirka fünf Minuten wird das Filament in die Matrix eingebettet und ist erst dann von der Umgebungsatmosphäre geschützt. Proben aus Voruntersuchungen – die direkt eingebettet sind – weisen keine Kristalle auf.

Tab. 5-1: Übersicht der Anzahl an Filamentbrüchen für jede Parametervariation. 1-1 bis 3-2 gibt die Probenbezeichnung der Parametervariation an.

Nr	1-1	1-2	2-1	2-2	3-1	3-2
x_xx	24	-	81	74	64	-
0_00	0	1	0	6	0	-
0_05	C	0	0	0	0	0
0_10	0	0	0	1	0	0
3_00	W	W	W	0	0	0
3_05	6	0	0	0	0	0
3_10	0	0	0	0	0	0
6_00	0	C	0	0	C	C
6_05	4	12	0	0	2	5
6_10	0	0	0	0	0	0

K: Kristall
W: Welle

Neben der geringen Anzahl an Filamentbrüchen ist bei der Parametervariation 3_00 ein weiteres Merkmal sichtbar. In Abb. 5-10 ist der Vergleich zur Referenzprobe (links) und

der Parametervariation 3_00 (rechts) dargestellt. Während bei der Referenzprobe die Brüche klar erkennbar sind, erscheint bei der Abbildung rechts das Filament wie in einer Wellenform eingebettet. Die Erklärung dafür ist, dass sich das Filament aufgrund der geringen IFSS zwischen Filament und Matrix unter Zugbelastung von der Matrix gelöst hat und es bei Entlastung der Matrix zu einer Welle zusammengestaucht wurde.

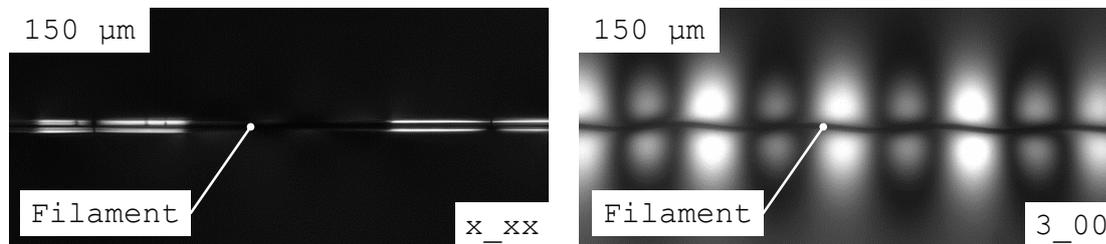


Abb. 5-10: Referenzaufnahme x_xx (links); Parametervariation 3_00 mit Wellenform (rechts)

Eine realistische Ermittlung der IFSS lässt sich bei den mit LUS behandelten Proben nicht durchführen. Die Schlussfolgerung der Auswertung wäre, dass die IFSS entweder nicht vorhanden oder sehr schwach ausgeprägt ist. Übertragen auf die Prozessuntersuchung im Abschnitt 4 lässt sich rückschließen, dass die Bauteile ebenso geringe ILSS-Werte aufweisen müssten. Jedoch ist das nicht der Fall. Teilweise weisen in der Pultrusion hergestellte Bauteile mit LUS sogar höhere ILSS-Werte als die Referenzen auf. Daher muss angenommen werden, dass die Messmethode Fragmentierungstest in der vorgestellten und durchgeführten Ausführung keine verwertbaren Ergebnisse liefert. Jedoch sind die in den Abschnitten 2.2.4 und 3.3.3.1 genannten Verfahren keine Lösung. Die Verfahren müssen entweder den Roving nach der LUS-Beschallung mit Aceton reinigen oder werden mit einer unbeschallten Matrix getestet. Der daraus entstehende Fehler ist nicht abschätzbar.

5.4 Diskussion

Die Ergebnisse aus den Abschnitten 5.1 bis 5.3 werden nacheinander vorgestellt sowie ihre Kernelemente herausgearbeitet.

- *Faseraufbauschung*: Sowohl für GF als auch für CF liegt die Aufbauschung im Versuchsraum im Bereich von wenigen 1–3 % mit einer Streuung von ± 1 Prozentpunkt. Übertragen auf die Permeabilität des Faserpakets ist die minimale Aufbauschung zu vernachlässigen und führt zu keiner verbesserten Imprägnierung.
- *Viskosität Matrix*: LUS erhitzt die Matrixprobe innerhalb von 5 s auf die Maximaltemperatur und bestätigt die Erkenntnisse aus der Prozessuntersuchung (siehe Abb. 4-24 und Abb. 4-25). Die Viskosität der Matrix reduziert sich aufgrund der kalorimetrischen Energie-Einkopplung des LUS und bestätigt damit die Erkenntnisse aus anderen Arbeiten, dass LUS einen Effekt auf die Viskosität hat [113, 122]. Darüber hinaus konnten jedoch keine weiteren Effekte des LUS

quantifiziert werden, die für eine zusätzliche Viskositätsreduktion sorgen. Übertragen auf die vorgestellten Arbeiten aus Abschnitt 2.2.4 bedeutet das, dass die ermittelte Viskositätsreduktion bei nicht thixotroper Matrix mit hoher Wahrscheinlichkeit auf die Temperaturerhöhung zurückzuführen ist und nicht auf zusätzliche Effekte, verursacht durch die Kavitation [24, 133, 145, 146].

- *Faser-Matrix-Haftung*: Der Fragmentierungstest – in der vorgestellten Ausführung – hat sich als ungeeignete Testmethode herausgestellt. Alle mit LUS behandelten Proben weisen nach dem Test eine geringe oder keine IFSS auf. Das steht jedoch im Widerspruch zu den Bauteilen aus der Prozessuntersuchung, deren ILSS-Werte im Bereich der Referenzproben liegen.

Die Untersuchungen *Faseraufbauschung* und *Viskosität Matrix* bestätigen die Erkenntnisse aus der Prozessuntersuchung. Eine Beschallung der Fasern mit LUS führt nicht zu einer Aufbauschung oder Homogenisierung des Faserpakets. Durch weitere Erhöhung der LUS-Amplitude wird keine stärkere Aufbauschung erreicht, da zuvor die Fasern zerstört werden. Dadurch ist die Wirkung des LUS nach oben hin begrenzt. Der Effekt von LUS ist vergleichbar mit einer temperierten II-Kammer. Der LUS weist keinen zusätzlichen Effekt auf, der für eine weitere Viskositätsreduktion sorgt, sodass der LUS im Vergleich nicht zu einer verbesserten Imprägnierung führt.

6 Zusammenfassung

Ausgangspunkt der Arbeit ist das Verfahren Pultrusion. Im geschlossenen Verfahren imprägnierte Bauteile weisen meist reduzierte und stark gestreute mechanische Eigenschaften auf. Bei dieser Verfahrensvariante stellt eine vollständige und homogene Imprägnierung weiterhin eine große Herausforderung dar. Die Integration von LUS in die II-Kammer bietet dafür einen potenziellen Lösungsansatz. Hauptanwendungsfelder für LUS sind das Mischen, Homogenisieren und Dispergieren, deren Wirkprinzip auf den Kavitationseffekt zurückzuführen ist. Die durch LUS gebildeten Kavitationsblasen erzeugen in Flüssigkeiten lokal hohe Temperaturen, Geschwindigkeiten und Drücke.

Zielstellung der Arbeit ist es, durch LUS die Imprägnierungs- und Homogenisierungsproblematik zu reduzieren und im besten Fall zu beseitigen. Hierfür werden folgende drei Untersuchungsschritte umgesetzt:

- Zur Definition des *Prozessrahmens* wird der Effekt des LUS auf die Faser und die Matrix untersucht, um einer Beschädigung des Faserverbundes – durch den LUS im Pultrusionsverfahren – vorzubeugen.
- Durch Integration des LUS in die II-Kammer wird bei der *Prozessuntersuchung* der Effekt des LUS auf die Prozess- und Bauteilgrößen für zwei II-Kammergeometrien – konische und tropfenförmige Kammer – herausgearbeitet.
- In der anschließenden *Prozessanalyse* werden die Wirkzusammenhänge des LUS aus der Prozessuntersuchung aufgegriffen und deren resultierende Haupteffekte ermittelt.

Die Ermittlung des *Prozessrahmens* wird mit Hilfe des Teststands Druckkammer umgesetzt, um die Bedingungen der Pultrusion nachzubilden. Der Untersuchungsraum für die Faser wird durch die Stellgrößen Viskosität, Druck, Sonotrodenabstand und Beschallungszeit aufgespannt. Im gewählten Untersuchungsraum können beide Faserarten (GF und CF) beschädigt werden. Die Beschädigung reicht von leichten Filamentbrüchen bis hin zur kompletten Zerstörung des Rovings. Die Viskosität und der Druck bewirken den größten Effekt auf die Faserschädigung. Unterhalb von 100 mPa·s nimmt die Faserschädigung sprunghaft zu. In Kombination mit einem II-Kammerdruck von 6 bis 10 bar reduziert sich die maximale Amplitude auf unter 10 µm, um eine Faserschädigung zu vermeiden. Im Vergleich zu den zwei zuvor genannten Stellgrößen spielen der Sonotrodenabstand und die Beschallungszeit eine untergeordnete Rolle. Der Untersuchungsraum für die Matrix wird durch die Stellgrößen Druck, Amplitude und Beschallungszeit aufgespannt. Der Druck und die Amplitude haben den größten Effekt auf die Matrix. Innerhalb der ersten 10 s LUS-Beschallung werden Temperaturerhöhungen von bis zu 85 K ermittelt. Eine chemische Veränderung der Matrix kann nicht nachgewiesen werden,

solange die Beschallungszeit unterhalb von 10 s verbleibt. Ebenso kann auch keine erhöhte T_g aufgrund einer möglicherweise besseren Vermischung ermittelt werden.

Die *Prozessuntersuchung* zeigt, dass mit einer integrierten Sonotrode in einer II-Kammer Heizraten von bis zu 90 K/s bei einer Leistung von bis zu 600 Watt erreicht werden können. Durch die Energieeinkopplung werden unterhalb der Sonotrode Maximaltemperaturen von bis zu 300 °C gemessen. Die resultierende Viskositätsreduktion der Matrix lässt die Abzugskraft im Schnitt um 70 % und den II-Kammerdruck um 50 % fallen. Jedoch ergeben die Untersuchungen, dass die Schallintensitäten unterhalb von 25 W/cm² liegen müssen, da sich sonst die Betriebszeit – sowohl für die Sonotrode als auch die Sonotrodenführung – auf wenige Tage reduziert: Kavitationsschäden führen zu Materialabtragungen im Millimeterbereich. Sowohl für GF als auch CF lässt sich durch LUS die Abzugsgeschwindigkeit nicht erhöhen. Eine höhere Geschwindigkeit führt direkt zum gleichen Fehlerbild – Riefen und weiße puderförmige Ablagerungen auf der Oberfläche – wie bei den Referenzversuchen ohne LUS. Ebenso kann die Riefenbildung bei der Bauteilproduktion aus CF trotz LUS nicht unterbunden werden, sondern erfordert weiterhin einen diskontinuierlichen Ziehprozess. Die Bauteiluntersuchung ergibt sowohl für GF als auch für CF, dass der LUS einen geringen bis gar keinen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften hat. Einzig kann bei GF eine maximale Steigerung der Biegesteifigkeit um 10 % ermittelt werden, dessen Effekt jedoch in der Gesamtstreuung aller Versuche untergeht. Bestätigt werden kann, dass LUS keine Schädigung der Matrix verursacht und die ILSS nicht reduziert wird. Zeitgleich aber vermindert sich die Festigkeit des Bauteils beim Überschreiten der Maximalamplitude aufgrund von Faserschädigung. Vergleichbare Effekte wie mit LUS können auch durch Temperierung der II-Kammer auf 70 °C erreicht werden. Der Vorteil der Temperierung liegt im Ausbleiben von Faserschädigungen. Allerdings ist es nicht möglich, den kalorischen Energieeintrag nach Bedarf sofort zu stoppen. Somit besteht die Gefahr der vorzeitigen, unerwünschten Matrixaushärtung in der II-Kammer bei unerwarteter Prozessunterbrechung.

Über die *Prozessanalyse* kann aufgezeigt werden, warum sich der erwünschte Effekt durch Integration des LUS in die II-Kammer nicht einstellt. Durch den Teststand Aufbauschung wird bestätigt, dass mit LUS nur eine minimale bis vernachlässigbare Aufbauschung des Faserpakets eintritt. Die Aufbauschung befindet sich im Bereich von 1 bis maximal 3 % und geht einher mit einer Streuung von ± 1 Prozentpunkten. Durch weitere Erhöhung der LUS-Amplitude wird keine stärkere Aufbauschung erreicht, da die Fasern zuvor zerstört werden. Dadurch ist die Leistungseinkopplung des LUS nach oben hin begrenzt. Ebenso zeigt die Untersuchung des Teststands Viskosität, dass nur die kalorimetrische Energieeinkopplung des LUS die Viskosität reduziert. Eine zusätzliche Reduktion der Viskosität aufgrund der Scherkräfte des LUS kann nicht nachgewiesen werden. Die Untersuchungsergebnisse der Prozessanalyse bestätigten das Resultat der Prozessuntersuchung, dass ein vergleichbarer Effekt durch das gezielte Temperieren der II-Kammer erreicht werden kann.

Im Zusammenhang betrachtet zeichnen die drei Untersuchungsschritte (Prozessrahmen, -untersuchung und -analyse) ein gemischtes Bild vom Einsatz des LUS in der geschlossenen Injektions-Pultrusion. Auf Seiten der Matrix kann bestätigt werden, dass LUS durch rasche Erwärmung die Viskosität reduziert und damit die Prozessgrößen merklich beeinflussen kann. Auf Seiten der Fasern jedoch zeigt sich, dass diese in ihrer Bewegungsfreiheit limitiert sind, sodass keine Aufbauschung durch LUS erreicht werden kann. Die Fasern werden stattdessen vor einer möglichen Aufbauschung beschädigt. Dementsprechend sind die Effekte bei der Pultrusion auf die Imprägnierung und Homogenisierung kaum quantifizierbar. Übertragen auf andere Prozesse lässt sich schließen, dass sich LUS für Flüssigkeiten mit frei beweglichen Festkörpern wie Pulver oder Nanopartikel – wie bereits aus der Literatur bekannt [23, 25] – ideal einsetzen lässt. Anders als bei Fasern, deren Bewegungsfreiheit eingeschränkt ist, lassen sich frei bewegliche Festkörper mit einer hohen LUS-Amplitude beschallen, ohne dabei beschädigt zu werden.

Unabhängig vom Einsatz des LUS zeigen die Untersuchungen, dass die Temperatureinstellung der II-Kammer einen direkten Einfluss auf die Prozess- und Bauteilgrößen hat. Mit der vorgewählten Temperatur in der II-Kammer wird die Viskosität der Matrix gezielt eingestellt. Vor dem Hintergrund, dass sich die Viskosität der untersuchten Matrix bei einer Erwärmung um 10 K um rund 40 % reduziert, wird der Effekt nochmals verdeutlicht. Dementsprechend muss für weitere Untersuchungen nachgeprüft werden, ob neben der Temperierung der Matrix auch zusätzlich eine Temperierung der zugeführten Textilien in Betracht gezogen werden soll.

Das große Potenzial des LUS besteht weiterhin darin, dass lokal konzentriert eine sehr hohe Energiemenge – gezielt und in kurzer Zeit – eingekoppelt werden kann. Auf dieser Grundlage und mit Blick auf die zuvor genannten Untersuchungsergebnisse folgt eine Reihe von Anwendungsfeldern, bei denen der LUS das Pultrusionsverfahren durch seine Stärken unterstützen kann und sich eine ergänzende Untersuchung anbieten würde:

- Bauteile mit Wandstärken größer als 10 mm sind in ihrer maximalen Abzugsgeschwindigkeit begrenzt. Aufgrund der dicken Wandstärke benötigt der Kern eine längere Zeit zum Aufheizen als die Wandregionen [226]. Mit LUS ergibt sich die Möglichkeit, dass das Faserpaket vor Eintritt in das Formgebungswerkzeug bereits eine homogene Vortemperierung auf über 100 °C erreicht. Dadurch wird die Zeit der Aushärtung zwischen Kern und Wandregion angeglichen.
- Diskontinuierliche Prozesse, wie z. B. die Radiuspultrusion, bieten sich idealerweise für den LUS an. Aufgrund der prozessbedingten Abzugspausen neigen hochreaktive Matrix-Systeme dazu vorzeitig auszuhärten. Durch den Einsatz des LUS kann die Energieeinkopplung gezielt auf die Bewegungszeiten des Faserstrangs eingegrenzt werden. Dies gewährleistet eine der Prozessgeschwindigkeit angepasste Energieeinkopplung.
- Das Einfahren komplexer Profile – mit entsprechend aufwändiger Faser- und Textilführung – erfordert das mehrfache Stoppen des Prozesses, um notwendige

Anpassungen für die Ausrichtungen der Rovings und Textilien vorzunehmen. Eine ungleichmäßige Faserzuführung blockiert dann unmittelbar das Werkzeugsystem. Der LUS ermöglicht – ebenso wie beim diskontinuierlichen Prozess – den Stopp gezielter Energieeinkopplung bei Prozessunterbrechung.

Die genannten Anwendungsfelder zeigen, dass der Einsatz von LUS in der geschlossenen Injektions-Pultrusion noch nicht abschließend definiert ist. Die Ergebnisse der Arbeit bilden jedoch die Grundlage zum Prozessverständnis und charakterisieren potenzielle Themengebiete inklusive Lösungsansätze für eine erfolgreiche Umsetzung.

Literaturverzeichnis

- [1] R. Heuss, N. Müller, A. Starke, A. Tschiesner, and W. van Sintern, “Lightweight, heavy impact,” McKinsey and Company, 2012.
- [2] M. Frondel, C. M. Schmidt, and C. Vance, “A regression on climate policy: The European Commission’s legislation to reduce CO2 emissions from automobiles,” *Procedia - Social and Behavioral Sciences*, vol. 45, no. 10, pp. 1043–1051, 2011.
- [3] R. Fröchtenicht, “Bedeutung des Leichtbaus für die Automobilindustrie: Herausforderungen, Chancen und Lösungen,” Hannover (Germany), 1. Lightweighting Summit, Apr. 2019.
- [4] M. Sauer and M. Kühnel, “The global CF and CC market 2018,” Stuttgart (Germany), International Composites Congress (ICC), Nov. 2018.
- [5] M. Sauer, M. Kühnel, and E. Witten, “Composites-Marktbericht 2017: Marktentwicklungen, Trends, Ausblicke und Herausforderungen,” Frankfurt (Germany), CCeV, A.V.K., Sep. 2017.
- [6] E. Witten and V. Mathes, “Der Markt für Glasfaserverstärkte Kunststoffe (GFK) 2019: Marktentwicklungen, Trends, Ausblicke und Herausforderungen,” Frankfurt, Sep. 2019.
- [7] W. B. Goldsworthy and F. Landgraf, “Apparatus for producing elongated articles from fiber-reinforced plastic material,” US000002871911A, US 33096253, Feb 3, 1959.
- [8] D. Lachhammer and W. Hinz, “More speed in pultrusion: iPul by KraussMaffei,” München (Germany), Competence Day, Jun. 2017. Accessed: Nov. 2 2018. [Online]. Available: <https://www.kraussmaffei.com/rpm-de/competence-day-pultrusion.html>
- [9] T. F. Starr, *Pultrusion for engineers*, 1st ed. Cornwall (United Kingdom): Woodhead Publishing, 2000.
- [10] S. Zhang, C. C. Caprani, and A. Heidarpour, “Strain rate studies of pultruded glass fibre reinforced polymer material properties: A literature review,” *Construction and Building Materials*, vol. 171, pp. 984–1004, 2018, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2018.03.113.
- [11] S. Hergert, F. Hubik, and A. Schorn, “Mit dem Wind,” *Handelsblatt*, 06 Oct., pp. 32–33, 2017.

- [12] D. Krebs, “Grundlagen der Pultrusion zur Fertigung von FV-Bauteilen für die Anforderungen der automobilen Großserie,” Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Karlsruhe (Germany), 2018.
- [13] M. Connolly, J. King, T. Shidaker, and A. Duncan, “Pultruding Polyurethane Composite Profiles: Practical Guidelines for Injection Box Design, Component Metering Equipment and Processing,” Columbus (United States of America), COMPOSITES 2005, Sep. 2005.
- [14] R. Bezerra *et al.*, *Energieeffiziente Herstellung komplexer Hochleistungsfaser-verbundbauteile mittels Pultrusion, In-Line Flechten, Blasumformung und Endbearbeitung*. Stuttgart (Germany): Fraunhofer Verlag, 2016.
- [15] R. Bezerra, “Modelling and Simulation of the Closed Injection Pultrusion Process,” Dissertation, Fraunhofer IGCV, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Karlsruhe (Germany), 2017.
- [16] R. J. Brown, S. Kharchenko, H. D. Coffee, and I. Huang, “System for producing pultruded components,” 8,597,016 B2, US.
- [17] W. B. Goldsworthy, “Pultrusion machine and method,” 3,556,888, US, Jan 19, 1971.
- [18] C. Koppernaes, S. G. Nolet, and J. P. Fanucci, “Method and apparatus for wetting fiber reinforcements with matrix materials in the pultrusion process using continuous in-line degassing,” US000005073413A, US 53150890, Dec 17, 1991.
- [19] H. Thorning, *Fiberline Design Manual*, 2nd ed. Kolding (Denmark): Fiberline Composites, 2003.
- [20] F. Wilhelm, “Closed injection pultrusion,” Shanghai (China), Jeonju (Korea), Bangkok (Thailand), Travelling Conference ReHCarbo, Nov. 2017.
- [21] B. Goth, “Inbetriebnahme einer geschlossenen Injektionskammer mit Ultraschalleinkopplung im Pultrusionsprozess,” Master Thesis, Fraunhofer IGCV, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Karlsruhe (Germany), 2017.
- [22] F. Wilhelm, J. Wiethaler, and R. Karl, “Power ultrasonic in closed injection pultrusion,” Athen (Greece), ECCM18 - 18th European Conference on Composite Materials, Jun. 2018.
- [23] U. A. Peuker, U. Hoffmann, U. Wietelmann, S. Bandelin, and R. Jung, “Sonochemistry,” Weinheim, Ullmann's Encyclopedia Of Industrial Chemistry 33, 2012. Accessed: Mar. 6 2018.
- [24] G. Bogoeva-Gaceva, N. Heraković, D. Dimeski, and V. Stefov, “Ultrasound assisted process for enhanced interlaminar shear strength of carbon fiber/epoxy

- resin composites,” *Macedonian Journal of Chemistry and Chemical Engineering*, vol. 29, pp. 149–155, 2010.
- [25] T. J. Mason and J. P. Lorimer, *Applied Sonochemistry: The Uses of Power Ultrasound in Chemistry and Processing*. Weinheim (Germany): WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2002.
- [26] D. Chen, S. K. Sharma, and A. Mudhoo, *Handbook on Applications of Ultrasound: Sonochemistry for Sustainability*. Boca Raton: CRC Press Taylor & Francis Group, 2012.
- [27] Noltingk, B. E. Neppiras, E. A., “Cavitation produced by Ultrasonics,” *Proceedings of the Physical Society. Section B*, vol. 63, pp. 674–685, 1950.
- [28] I. Newton, *Opticks or a treatise of the reflections, refractions, inflections & colours of light*. New York: Dover Publ, 1979.
- [29] G. T. Emmerson, D. M. Shenfield, P. Saxton, I. Farid, and C.-M. Cheng, “Method of changing rheology in filled resin systems using cavitation,” WO 2008/066995 A2, US PCT/US2007/077734, Jun 5, 2008.
- [30] M. K. Schäfer, “Ultrasonic mixing head for resin transfer molding: The interaction between sonication, process characteristics and resin system properties,” Dissertation, Lehrstuhl für Carbon Composites, Technische Universität München (TUM), München (Germany), 2018.
- [31] T. Kleiner, K.-P. Niermann, S. Schleiermacher, J. Wagner, and L. Wolf, “Verfahren zur Herstellung eines strangförmigen Verbundwerkstoffes und Anlagen hierzu,” WO 2013/092738 A3, EP 2012076189, Aug 22, 2013.
- [32] S. R. Taylor, “Apparatus for pultruding thermoplastic structures at below melt temperatures,” US000005091036A, US 41729789, Feb 25, 1992.
- [33] S. L. Stewart, “Apparatus for the resin-impregnation of fibers,” US 5,112,206, US 70082491, May 12, 1992.
- [34] E. E. Hardesty, “Resin impregnating system,” US 3,737,261, US, Jun 5, 1973.
- [35] Fuse Kenichi, Koumura Yukio, Shirasaka Ario, and Umetsu Haruo, “Manufacture of fiber-reinforced plastic filament,” JP000S57181825A, JP 5018081, Nov 9, 1982.
- [36] F. Henning and E. Moeller, Eds., *Handbuch Leichtbau: Methoden, Werkstoffe, Fertigung*. München (Germany): Hanser, 2011. [Online]. Available: <http://www.hanser-elibrary.com/isbn/9783446422674>
- [37] K. L. Edwards, “An overview of the technology of fibre-reinforced plastics for design purposes,” *Materials & Design*, vol. 19, no. 1, pp. 1–10, 1998, doi: 10.1016/S0261-3069(98)00007-7.

- [38] A. Fairuz, S. Sapuan, E. S. Zainudin, and C. N.A. Jaafar, "Polymer composite manufacturing using a pultrusion process: A review," *American Journal of Applied Sciences*, vol. 11, no. 10, pp. 1798–1810, 2014, doi: 10.3844/ajassp.2014.1798.1810.
- [39] A. Mafeld, "Global Growth Opportunities for Composites in New and Replacement Infrastructure Application," Connectra Global KB, Stuttgart (Germany), International Composites Congress (ICC), Nov. 2018.
- [40] Creative Pultrusions, *Pultex Pultrusion Design Manual*, 5th ed. Alum Bank (United States of America), 2017.
- [41] A. Vedernikov, A. Safonov, F. Tucci, P. Carlone, and I. Akhatov, "Pultruded materials and structures: A review," *Journal Of Composite Materials*, vol. 54, no. 26, pp. 4081–4117, 2020, doi: 10.1177/0021998320922894.
- [42] S. C. Joshi, "The pultrusion process for polymer matrix composites," *Composites Science and Engineering*, pp. 381–413, 2012, doi: 10.1533/9780857096258.3.381.
- [43] A. M. Howald and L. S. Meyer, "Shaft for fishing rods," Z,571,717, US 648,187, Oct 16, 1951.
- [44] J. A. Grant, "Method of forming parallel glass fiber fiber units," 2,433,271, US 535,518, Dec 23, 1947.
- [45] K. Jansen, "Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung eines gekrümmten Kunststoffprofils," 102016015421A1, DE 102016015421, Jun 28, 2018.
- [46] R. Bezerra, F. Wilhelm, S. Strauß, and H. Ahlborn, "Manufacturing of complex shape composite parts through the combination of pull-braiding and blowmoulding," Copenhagen (Denmark), 20th International Conference on Composite Materials, Jul. 2015.
- [47] F. Wilhelm and S. Strauß, "Current pultrusion research topics at Fraunhofer IGCV," Vienna (Austria), EPTA - World Pultrusion Conference Vienna, Mar. 2018.
- [48] L. D. Michelove, R. P. Caruso, P. Adams, W. H. Fossey, S. R. Taylor, and W. M. Thomas, "High speed pultrusion of thermoplastic composites," Covina (Canada), Boston, (United States of America), 22nd International SAMPE Technical Conference, Nov. 1990.
- [49] S. Strauß, R. Meisenheimer, A. Hecking, A. Senz, and F. Wilhelm, "Manufacturing of predominately bio-based composite profiles with pultrusion," Melbourne (Australia), 22nd International Conference on Composite Materials (ICCM22), Aug. 2019.

- [50] J. Blaurock, "Zur Optimierung des Strangziehverfahrens für endlosfaserverstärkte, hochfeste Kunststoffprofile," Dissertation, Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen (RWTH Aachen), Aachen, 1999.
- [51] S. Li, L. Xu, Z. Ding, J. I. Lee, and H. Engelen, "Experimental and Theoretical Analysis of Pulling Force in Pultrusion and Resin Injection Pultrusion (RIP) – Part I: Experimental," *Journal Of Composite Materials*, vol. 37, no. 2, pp. 163–189, 2003, doi: 10.1106/002199803028676.
- [52] F. Tucci, F. Rubino, and P. Carlone, "Strain and temperature measurement in pultrusion processes by fiber Bragg grating sensors," Palermo (Italy), Proceedings of the 21st International ESAFORM Conference on Material Forming, May. 2018.
- [53] S. C. Joshi, Y. C. Lam, and U. Win Tun, "Improved cure optimization in pultrusion with pre-heating and die-cooler temperature," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 34, no. 12, pp. 1151–1159, 2003, doi: 10.1016/j.compositesa.2003.08.003.
- [54] R. W. Meyer, *Handbook of Pultrusion Technology*: Springer Verlag, 2012.
- [55] L. Peters, "Influence Glass Fibre Sizing and Storage Conditions on Composite Properties," *Durability of Composites in a Marine Environment 2*, no. 245, pp. 19–31, 2017, doi: 10.1007/978-3-319-65145-3_2.
- [56] F. T. Wallenberger, J. C. Watson, and H. Li, *Glass Fibers*. Ohio (United States of America): ASM International, 2001.
- [57] G. Bramante, L. Bertucelli, A. Benvenuti, and K. J. Meyer, "Polyurethan-Verbundstoffe: Mechanische Analyse von pultrudierten Laminaten," *PU Magazin*, vol. 15, no. 2, pp. 136–145, 2015.
- [58] Authorless, "Product Data Sheet: Atlac 430," Nov. 2015. Accessed: Dec. 25 2018. [Online]. Available: <https://aliancys.com/products/atlacr-430/010389.pdf>
- [59] Authorless, "Product Data Sheet: Palatal A 400-01 FC," Dec. 2015. Accessed: Dec. 25 2018. [Online]. Available: https://aliancys.com/products/palatalr-a-400-01-fc/palatal-a-400-01-fc-020942_1520270431.pdf
- [60] Authorless, "Product Data Sheet: Biresin CR141," Jul. 2010. Accessed: Dec. 25 2018. [Online]. Available: http://sikaaxon.sika.com/dms/getdocument.get/f8eb896d-1779-3b74-b47d-fe56495d2e20/Biresin_CR141_new.pdf
- [61] D. Slaback and W. Werkstiuk, "Pultrusion apparatus and method," WO 2007/107007 A1, CA 2007000470, Sep 27, 2007.
- [62] H. Engelen, "Pultrusion starred at SPI composites expo," *Plastics Technology*, Jul. 1999.

- [63] S. Paciornik, F. M. Martinho, M.H.P. de Mauricio, and J.R.M. d'Almeida, "Analysis of the mechanical behavior and characterization of pultruded glass fiber–resin matrix composites," *Composites Science and Technology*, vol. 63, pp. 205–304, 2003.
- [64] R. W. Calkins, "Fiber impregnation process," US000004994303A, US 17111688, Feb 19, 1991.
- [65] S. Pandita *et al.*, "Clean wet-filament winding – Part 1: design concept and simulations," *Journal Of Composite Materials*, vol. 47, no. 3, pp. 379–390, 2013, doi: 10.1177/0021998312440474.
- [66] S. Strauß, A. Senz, and J. Ellinger, "Comparison of the Processing of Epoxy Resins in Pultrusion with Open Bath Impregnation and Closed-Injection Pultrusion," *J. Compos. Sci.*, vol. 3, no. 3, p. 87, 2019, doi: 10.3390/jcs3030087.
- [67] S. Strauß and F. Wilhelm, "Development of a Flexible Injection and Impregnation Chamber for Pultrusion of High Reactive Resins," *Procedia Manufacturing*, vol. 47, pp. 956–961, 2020, doi: 10.1016/j.promfg.2020.04.294.
- [68] J. V. Gauchel and R. N. Lehman, "Methods for resin impregnated pultrusion," US 6,048,427, US, Apr 11, 2000.
- [69] H. Engelen, "Development and Comparison of Resin Injection and Impregnation Chambers for Pultrusion," Istanbul (Turkey), 11th World Pultrusion Conference, 2012.
- [70] M. S. Irfan *et al.*, "A modified pultrusion process," *Journal Of Composite Materials*, vol. 51, no. 13, pp. 1925–1941, 2016, doi: 10.1177/0021998316666653.
- [71] A. A. Head, D. Lambert, and J. Peter, "Pultrusion method and device for forming composites using pre-consolidated braids," US 6,395,210 B1, US 09/310,514, May 28, 2002.
- [72] D. Palikhel, J. Roux, and A. Jeswani, "Die-Attached Versus Die-Detached Resin Injection Chamber for Pultrusion," *Applied Composite Materials*, vol. 20, no. 1, pp. 55–72, 2013, doi: 10.1007/s10443-012-9251-1.
- [73] A. L. Jeswani, J. A. Roux, and J. G. Vaughan, "Multiple Injection Ports and Part Thickness Impact on Wetout of High Pull Speed Resin Injection Pultrusion," *Journal Of Composite Materials*, vol. 43, no. 19, pp. 1991–2009, 2009, doi: 10.1177/0021998308105542.
- [74] S. Ranjit, J. A. Roux, and A. L. Jeswani, "Impact of Injection Slot Width and Final Composite Thickness for Attached-Die and Detached-Die Tapered Resin Injection Pultrusion," *Applied Composite Materials*, vol. 20, pp. 431–448, 2013, doi: 10.1007/s10443-012-9280-9.

- [75] D. Sharma, T. A. McCarty, J. A. Roux, and J. G. Vaughan, "Fluid mechanics analysis of a two-dimensional pultrusion die inlet," *Polymer Engineering and Science*, vol. 38, no. 10, pp. 1611–1622, 1998.
- [76] D. Sharma, T. A. McCarty, J. A. Roux, and J. G. Vaughan, "Pultrusion die pressure response to changes in die inlet geometry," *Polymer Composites*, vol. 19, no. 2, pp. 180–192, 1998.
- [77] N. B. Masuram, J. A. Roux, and A. L. Jeswani, "Resin Viscosity Influence on Fiber Compaction in Tapered Resin Injection Pultrusion Manufacturing," *Applied Composite Materials*, vol. 25, no. 3, pp. 485–506, 2018, doi: 10.1007/s10443-017-9631-7.
- [78] B. K. Ranga, J. A. Roux, J. G. Vaughan, and A. L. Jeswani, "Effect of injection chamber length and pull speed of tapered resin injection pultrusion," *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 30(16), pp. 1373–1387, 2011, doi: 10.1177/0731684411422415.
- [79] Ding, Zhongman, S. Li, H. Yang, and L. J. Lee, "Numerical and experimental analysis of resin flow and cure in resin injection pultrusion (RIP)," *Polymer Composites*, vol. 21, no. 5, pp. 762–778, 2000.
- [80] S. Voorakaranam, B. Joseph, and J. L. Kardos, "Modeling and Control of an Injection Pultrusion Process," *Journal Of Composite Materials*, vol. 33, no. 13, pp. 1173–1203, 1999.
- [81] S. Kommu, B. Khomami, and J. L. Kardos, "Modeling of injected pultrusion processes: A numerical approach," *Polymer Composites*, vol. 19, no. 4, pp. 335–346, 1998.
- [82] A. L. Jeswani and J. A. Roux, "Impact of Fiber Volume Fraction and Resin Viscosity With Die-Detached Tapered Chamber in Resin Injection Pultrusion," *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, vol. 132, 2010, doi: 10.1115/1.4001138.
- [83] M. Brennan and M. Connolly, "CFD Modeling of the Closed Injection Wet-Out Process For Pultrusion," Rome (Italy), EPTA - World Pultrusion Conference, Mar. 2008.
- [84] N. B. Masuram, J. A. Roux, and A. L. Jeswani, "Fiber Volume Fraction Influence on Fiber Compaction in Tapered Resin Injection Pultrusion Manufacturing," *Applied Composite Materials*, vol. 23, pp. 421–442, 2016, doi: 10.1007/s10443-015-9466-z.
- [85] H. Darcy, *Les fontaines publiques de la ville de Dijon: Exposition et application des principes à suivre et des formules à employer dans les questions de distribution d'eau: ouvrage terminé par un appendice relatif aux fournitures d'eau de plusieurs villes au filtrage des eaux et à la fabrication des tuyaux de*

- fonte, de plomb, de tole et de bitume*. Paris (France): Victor Dalmont, Libraire des Corps imperiaux des ponts et chaussées et des mines, 1856.
- [86] R. Meier, “Über das Fließverhalten von Epoxidharzsystemen und vibrationsunterstützte Harzinfiltrationsprozesse,” Dissertation, Lehrstuhl für Carbon Composites, Technische Universität München, München (Germany), 2017.
- [87] M. E. Foley and J. W. J. Gillespie, “Modeling the effect of fiber diameter and fiber bundle count on two impregnation during liquid molding processes,” *Journal Of Composite Materials*, vol. 39, no. 12, pp. 1045–1065, 2005, doi: 10.1177/0021998305048739.
- [88] S. C. Amico and C. Lekakou, “Axial impregnation of a fiber bundle. Part 1: Capillary experiments,” *Polymer Composites*, vol. 23, no. 2, pp. 249–263, 2002, doi: 10.1002/pc.10429.
- [89] P. C. Carman, “Fluid flow through granular beds,” *Chemical Engineering Research and Design*, vol. 75, pp. 32–48, 1997, doi: 10.1016/S0263-8762(97)80003-2.
- [90] K. J. Ahn, J. Seferis, and J. C. Berg, “Simultaneous measurements of permeability and capillary pressure of thermosetting matrices in woven fabric reinforcements,” *Polymer Composites*, vol. 12, 1991, doi: 10.1002/pc.750120303.
- [91] B. R. Gebart, “Permeability of Unidirectional Reinforcements for RTM,” *Journal Of Composite Materials*, vol. 26, pp. 1100–1133, 1992.
- [92] K. L. Adams, W. B. Russel, and L. Rebenfeld, “Radial penetration of a viscous liquid into a planar anisotropic porous medium,” *International Journal of Multiphase Flow*, vol. 14, no. 2, pp. 203–215, 1988.
- [93] R. Arbter *et al.*, “Experimental determination of the permeability of textiles: A benchmark exercise,” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 42, no. 9, pp. 1157–1168, 2011, doi: 10.1016/j.compositesa.2011.04.021.
- [94] T. G. Gutowski, Z. Cai, S. Bauer, D. Boucher, J. Kingery, and S. Wineman, “Consolidation Experiments for Laminate Composites,” *Journal Of Composite Materials*, vol. 21, no. 7, pp. 650–669, 1987, doi: 10.1177/002199838702100705.
- [95] R. Bezerra, F. Wilhelm, and F. Henning, “Compressibility and permeability of fiber reinforcements for pultrusion,” Seville (Spain), ECCM16 – 16th European Conference on Composite Materials, Jun. 2016.
- [96] Y. A. Gowayed, “The Effect of Voids on the Elastic Properties of Textile Reinforced Composites,” *Journal of Composites Technology & Research*, vol. 19, pp. 168–173, 1997.

- [97] A. R. Chambers, J. S. Earl, C. A. Squires, and M. A. Suhot, “The effect of voids on the flexural fatigue performance of unidirectional carbon fibre composites developed for wind turbine applications,” *International of Fatigue*, vol. 28, no. 10, pp. 1389–1398, 2006, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2006.02.033.
- [98] B. Drach *et al.*, “Numerical modeling of carbon/carbon composites with nano-textured matrix and 3D pores of irregular shapes,” *International Journal of Solids and Structures*, vol. 48, pp. 2447–2457, 2011, doi: 10.1016/j.ijsol-str.2011.04.021.
- [99] H. Huang and R. Talreja, “Effects of void geometry on elastic properties of unidirectional fiber reinforced composites,” *Composites Science and Technology*, vol. 65, pp. 1964–1981, 2005, doi: 10.1016/j.compscitech.2005.02.019.
- [100] J. Kreikemeier, D. Chrupalla, I. A.-d. Khattab, and D. Krause, “Experimentelle und numerische Untersuchungen von CFK mit herstellungsbedingten Fehlstellen,” Universität Magdeburg, Magdeburg (Germany), 10. Magdeburger Maschinenbau-Tage, Sep. 2011.
- [101] F. Schmidt, “Defekteinflüsse bei Faser-Kunststoff-Verbunden unter multiaxialer Belastung,” Technische Universität Braunschweig, Braunschweig (Germany), 2013.
- [102] H. M. Hsiao and I. M. Daniel, “Elastic properties of composites with fiber waviness,” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 27, no. 10, pp. 931–941, 1996, doi: 10.1016/1359-835X(96)00034-6.
- [103] O. T. Thomsen and K. K. Kratmann, “Experimental Characterisation of Parameters Controlling the Compressive Failure of Pultruded Unidirectional Carbon Fibre Composites,” *Applied Mechanics and Materials*, 24-25, pp. 15–22, 2010, doi: 10.4028/www.scientific.net/AMM.24-25.15.
- [104] S. Hörrmann, A. Adumitroaie, C. Viechtbauer, and M. Schagerl, “The effect of fiber waviness on the fatigue life of CFRP materials,” *International Journal of Fatigue*, vol. 90, pp. 139–147, 2016, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2016.04.029.
- [105] H. M. Hsiao and I. M. Daniel, “Effect of fiber waviness on stiffness and strength reduction of unidirectional composites under compressive loading,” *Composites Science and Technology*, vol. 56, no. 5, pp. 581–593, 1996, doi: 10.1016/0266-3538(96)00045-0.
- [106] T. Groene, “Automated fiber layup concepts based on Fiber Patch Placement technology,” Cevotec GmbH, Stuttgart (Germany), International Composites Congress (ICC), Nov. 2018.

- [107] S. S. Nimbale, M. M. Banker, A. Roopa, B. Varughese, and R. Sundaram, "Effect of Gap Induced Waviness on Compressive Strength of Laminated Composites," *Materials Today: Proceedings*, vol. 4, no. 8, pp. 8355–8369, 2017, doi: 10.1016/j.matpr.2017.07.179.
- [108] J. Gallego-Juarez and K. F. Graff, *Power Ultrasonics: Applications of High-Intensity Ultrasound*: Woodhead Publishing, 2014.
- [109] S. Thomas, C. Bongiovanni, and S. R. Nutt, "In situ estimation of through-thickness resin flow using ultrasound," *Composites Science and Technology*, vol. 68, pp. 3093–3098, 2008.
- [110] D. G. Aggelis and A. S. Paipetis, "Monitoring of resin curing and hardening by ultrasound," *Construction and Building Materials*, vol. 26, pp. 755–760, 2012.
- [111] G. Müller and M. Möser, Eds., *Ultraschall in Medizin und Technik*. Berlin (Germany), Heidelberg (Germany): Springer Vieweg, 2017. [Online]. Available: <http://dx.doi.org/10.1007/978-3-662-55442-5>
- [112] M. v. Hayek-Boelingen, "Wege zum kontaminationstoleranten Kleben," Dissertation, Fakultät für Luft- und Raumfahrttechnik, Universität Bundeswehr, München (Germany), 2004.
- [113] B. Schönteich, B. Leitner, J. Holtmannspötter, E. Stammen, J. von Czarnecki, and K. Dilger, "Hochviskose 2K-Klebstoffe perfekt gemischt," *adhäsion*, vol. 5, pp. 30–35, 2014.
- [114] R. Rittmeyer, "Lausige Wellen," Münster (Germany), 2013.
- [115] T. J. Mason and E. D. Cordemans, "Ultrasonic intensification of chemical processing and related operations: A review," *Trans IChemE*, vol. 74, pp. 511–516, 1996.
- [116] Md. E. Kabir, M.C. Saha, and S. Jeelani, "Effect of ultrasound sonication in carbonnanofibers/polyurethane foam composite," *Materials Science and Engineering A*, vol. 459, pp. 111–116, 2007.
- [117] T. R. Frømyr, F. K. Hansen, and T. Olsen, "The Optimum Dispersion of Carbon Nanotubes for Epoxy Nanocomposites: Evolution of the Particle Size Distribution by Ultrasonic Treatment," *Journal of Nanotechnology*, vol. 2012, pp. 1–14, Apr. 2012, doi: 10.1155/2012/545930.
- [118] T. Matsunaga, K. Matsuda, T. Hatayama, K. Shinozaki, and M. Yoshida, "Fabrication of continuous carbon fiber-reinforced aluminum–magnesium alloy composite wires using ultrasonic infiltration method," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 38, no. 8, pp. 1902–1911, 2007, doi: 10.1016/j.compositesa.2007.03.007.

- [119] R. Haghayeghi and P. Kapranos, "The effect of processing parameters on ultrasonic degassing efficiency," *Materials Letters*, vol. 116, pp. 399–401, 2014, doi: 10.1016/j.matlet.2013.11.068.
- [120] Y.-J. Yang, C.-C. Huang, and J. Tao, "Application of ultrasonic-assisted injection molding for improving melt flowing and floating fibers," *Journal of Polymer Engineering*, vol. 36, no. 2, pp. 1–10, 2016, doi: 10.1515/polyeng-2015-0042.
- [121] M. Moles, A. Roy, and V. Silberschmidt, "Ultrasonically-assisted polymer molding: an evaluation," *Physics Procedia*, vol. 87, pp. 61–71, 2016.
- [122] J. Holtmannspötter, J. von Czarnecki, and H.-J. Gudladt, "The use of power ultrasound energy to support interface formation for structural adhesive bonding," *International Journal of Adhesion & Adhesives*, vol. 30, pp. 130–138, 2010, doi: 10.1016/j.ijadhadh.2009.10.002.
- [123] J.-L. Laborde, C. Bouyer, J.-P. Caltagirone, and A. Gérard, "Acoustic bubble cavitation at low frequencies," *Ultrasonics*, vol. 36, pp. 589–594, 1998.
- [124] Lord Rayleigh, "VIII. On the pressure developed in a liquid during the collapse of a spherical cavity," *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science*, vol. 34, no. 200, pp. 94–98, 2009, doi: 10.1080/14786440808635681.
- [125] M. S. Plesset, "The Dynamics of Cavitation Bubbles," *Journal of Applied Mechanics*, vol. 16, pp. 277–282, 1949.
- [126] B. E. Noltingk and E. A. Neppiras, "Cavitation produced by Ultrasonics," *Proc. Phys. Soc. B*, vol. 63, no. 9, pp. 674–685, 1950, doi: 10.1088/0370-1301/63/9/305.
- [127] B. K. Sreedhar, S. K. Albert, and A. B. Pandit, "Cavitation damage: Theory and measurements – A review," *Wear*, 372-373, pp. 177–196, 2017.
- [128] H. M. Santos, C. Lodeiro, and J.-L. Capelo-Martinez, *Ultrasound in Chemistry: Analytical Applications. The Power of Ultrasound*. Weinheim (Germany): WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2009.
- [129] S.-W. Ohl, E. Klaseboer, and B. C. Khoo, "Bubbles with shock waves and ultrasound: A review," *Interface focus*, vol. 5, no. 5, pp. 1–15, 2015, doi: 10.1098/rsfs.2015.0019.
- [130] K. S. Suslick, D. A. Hammerton, and R. E. Cline, "The sonochemical hot spot," *Journal of the American Chemical Society*, vol. 108, no. 18, pp. 5641–5642, 1986.

- [131] L. Crum, "Collapsing cavitation bubble," Applied Physics Laboratory, Online. Accessed: Nov. 2 2018. [Online]. Available: <https://tcspsa.org/gallery-of-acoustics>
- [132] R. Mettin, S. Luther, C.-D. Ohl, and W. Lauterborn, "Acoustic cavitation structures and simulations by a particle model," *Ultrasonics Sonochemistry*, vol. 6, pp. 25–29, 1999.
- [133] L. Liu, Y. D. Huang, Z. Q. Zhang, and X. B. Yang, "Effect of ultrasound on wettability between aramid fibers and epoxy resin," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 99, no. 6, pp. 3172–3177, 2006, doi: 10.1002/app.22859.
- [134] T. Charasseangpaisarn and C. Wiwatwarrapan, "The effect of various frequencies of ultrasonic cleaner in reducing residual monomer in acrylic resin," *Ultrasonics*, vol. 63, pp. 163–167, 2015.
- [135] N. A. Tsochatzidis, P. Guiraud, A. M. Wilhelm, and H. Delmas, "Determination of velocity, size and concentration of ultrasonic cavitation bubbles by the phase-Doppler technique," *Chemical Engineering Science*, vol. 56, pp. 1831–1840, 2001.
- [136] D. Chen, H. Ziqi, L. K. Weavers, Y.-P. Chin, H. W. Walker, and P. G. Hatcher, "Sonochemical reactions of dissolved organic matter," *Research on Chemical Intermediates*, vol. 30, 7-8, pp. 735–753, 2004.
- [137] T. Kruckenberg, L. Ye, and R. Paton, "Static and vibration compaction and microstructure analysis on plain-woven textile fabrics," *Composites Part A*, vol. 39, no. 3, pp. 488–502, 2008, doi: 10.1016/j.compositesa.2007.12.003.
- [138] J. Gutiérrez, E. Ruiz, and F. Trochu, "High-frequency vibrations on the compaction of dry fibrous reinforcements," *Advanced Composite Materials*, vol. 22, no. 1, pp. 13–27, 2013, doi: 10.1080/09243046.2013.764778.
- [139] J. Gutiérrez, E. Ruiz, and F. Trochu, "Exploring the behavior of glass fiber reinforcements under vibration-assisted compaction," *Journal of the Textile Institute*, vol. 104, no. 9, pp. 980–993, 2013, doi: 10.1080/00405000.2013.770197.
- [140] S. Yamahira, S.-i. Hatanaka, M. Kuwabara, and S. Asai, "Orientation of Fibers in Liquid by Ultrasonic Standing Waves," *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 39, 6R, pp. 3683–3687, 2000.
- [141] A. Cobley and T. Mason, "The evaluation of sonochemical techniques for sustainable surface modification in electronic manufacturing," *Circuit World*, vol. 33, pp. 29–34, 2007.
- [142] G. Bogoeva-Gaceva, E. Miider, L. Häußler, and K. Sahre, "Parameters affecting the interface properties in carbon fibre/epoxy systems," *Composites Part A*, vol. 1995, no. 26, pp. 103–107.

- [143] Y. D. Huang, L. Liu, J. H. Qiu, and L. Shao, "Influence of ultrasonic treatment on the characteristics of epoxy resin and the interfacial property of its carbon fiber composites," *Composites Science and Technology*, vol. 62, no. 16, pp. 2153–2159, 2002, doi: 10.1016/S0266-3538(02)00148-3.
- [144] S. Christensen and E. J. Stober, "Vibration assisted processing of viscous thermoplastics," US US 6,592, 799 B1, Jun 15, 2003.
- [145] L. Liu, L. Shao, Y. Huang, B. Jiang, and Z. Zhang, "Effect of ultrasound on epoxy resin system and interface property," Beijing (China), 13th International Conference on Composite Materials (ICCM13), 2001.
- [146] L. Liu, Y. D. Huang, Z. Q. Zhang, B. Jiang, and J. Nie, "Ultrasonic modification of aramid fiber-epoxy interface," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 81, pp. 2764–2768, 2001.
- [147] R. Meier, D. Heim, A. Nieratschker, S. Zaremba, and K. Drechsler, "Investigation of influencing parameters with respect to filling time in vibration assisted RTM processes," Montreal (Canada), ICCM19 - 19th International Conference on Composite Materials, 2013.
- [148] R. Meier, X. Kirdar, N. Rudolph, S. Zaremba, and K. Drechsler, "Investigation of the shear thinning behavior of epoxy resins for utilization in vibration assisted Liquid Composite Molding processes," Nürnberg (Germany), PPS29 - 29th International Conference of the Polymer Processing Society, 2013.
- [149] S. Christensen and E. J. Stober, "Tooling for vibration assisted processing of viscous thermoplastics," US 6,033,203, US, Mar 7, 2000.
- [150] G. Habenicht, *Kleben: Grundlagen, Technologien, Anwendungen*, 6th ed.: Springer New York LLC, 2009.
- [151] J. A. Venegas-Sanchez, T. Motohiro, and K. Takaomi, "Ultrasound effect used as external stimulus for viscosity change of aqueous carrageenans," *Ultrason. Sonochem.*, vol. 20, no. 4, pp. 1081–1091, 2013, doi: 10.1016/j.ultsonch.2013.01.002.
- [152] J. Baldyga and J. R. Bourne, *Turbulent mixing and chemical reactions*. Chichester (United Kingdom): Wiley, 1999. [Online]. Available: <http://www.loc.gov/catdir/description/wiley032/98030337.html>
- [153] M. K. Schaefer, W. Raffelt, S. Zaremba, and K. Drechsler, "Ultrasonic mixing head for liquid composite molding: Process and material characteristics," *Polymer Composites*, vol. 39, no. 11, pp. 3977–3985, Nov. 2018, doi: 10.1002/pc.24441.
- [154] G. Bogoeva-Gaceva, D. Dimeski, and N. Heraković, "Effect of sonication applied during production of carbon fiber/epoxy resin composites evaluated by

- differential scanning calorimetry and thermo-gravimetric analysis,” *Macedonian Journal of Chemistry and Chemical Engineering*, vol. 30, pp. 189–195, 2011.
- [155] B. Liu, L. Liu, and Y. Huang, “Effect of on-line ultrasonic treatment on the properties of carbon fiber reinforced plastic composites,” *Research on Chemical Intermediates*, vol. 42, no. 8, pp. 6745–6755, 2016, doi: 10.1007/s11164-016-2495-x.
- [156] H. Puga, J. Barbosa, E. Seabra, S. Ribeiro, and M. Prokic, “The influence of processing parameters on the ultrasonic degassing of molten AlSi9Cu3 aluminum alloy,” *Materials Letters*, vol. 63, no. 9, pp. 806–808, 2009, doi: 10.1016/j.matlet.2009.01.009.
- [157] J. W. Li and Y. Pu, “Application of ultrasonic treating to degassing of commercially pure copper melt: A preliminary investigation,” *Materials Letters*, vol. 161, pp. 60–63, 2015, doi: 10.1016/j.matlet.2015.07.022.
- [158] J. Li, T. Momono, Y. Tayu, and Y. Fu, “Application of ultrasonic treating to degassing of metal ingots,” *Materials Letters*, vol. 62, no. 25, pp. 4152–4154, 2008, doi: 10.1016/j.matlet.2008.06.016.
- [159] H. Xu, Q. Han, and T. T. Meek, “Effects of ultrasonic vibration on degassing of aluminum alloys,” *Materials Science and Engineering A*, vol. 473, pp. 96–104, 2008, doi: 10.1016/j.msea.2007.04.040.
- [160] H. Xu, T. T. Meek, and Q. Han, “Effects of ultrasonic field and vacuum on degassing of molten aluminum alloy,” *Materials Letters*, vol. 61, pp. 1246–1250, 2007, doi: 10.1016/j.matlet.2006.07.012.
- [161] H. Xu, X. Jian, T. T. Meek, and Q. Han, “Degassing of molten aluminum A356 alloy using ultrasonic vibration,” *Materials Letters*, vol. 58, no. 29, pp. 3669–3673, 2004, doi: 10.1016/j.matlet.2004.02.055.
- [162] F. Lionetto, R. Dell’Anna, F. Montagna, and A. Maffezzoli, “Modeling of continuous ultrasonic impregnation and consolidation of thermoplastic matrix composites,” *Composites Part A*, vol. 82, pp. 119–129, 2016.
- [163] B. Liu, L. Liu, and Y. D. Huang, “Ultrasound Continuous Treatment on Interface of Carbon Fiber/Phenolic Resin Composites,” *Advanced Materials Research*, 562-564, pp. 447–450, 2012, doi: 10.4028/www.scientific.net/AMR.562-564.447.
- [164] S. N. Grigor’ev, A. N. Krasnovskii, and K. V. Kvachev, “Permeation of Glass Fibers During Pultrusion of Polymer Composite Materials,” *Glass and Ceramics*, vol. 71, 11-12, pp. 443–445, 2015, doi: 10.1007/s10717-015-9707-5.
- [165] J. Zhou, Y. Li, N. Li, X. Hao, and C. Liu, “Interfacial shear strength of microwave processed carbon fiber/epoxy composites characterized by an improved

- fiber-bundle pull-out test,” *Composites Science and Technology*, vol. 133, pp. 173–183, 2016.
- [166] V. N. Khmelev, R. V. Barsukov, A. N. Slivin, S. N. Tsyganok, and A. V. Shalunov, “Ultrasonic Impregnation of Polymeric Fiber Glass Composites,” Novosibirsk (Russia), Siberian Russian Workshops and Tutorials on Electron Devices and Materials, Jul. 2003.
- [167] S. R. Ghiorse and R. M. Jurta, “Effects of low frequency vibration processing on carbon/epoxy laminates,” *Composites*, vol. 22, pp. 3–8, 1991.
- [168] J. Muric-Nesic, P. Compston, and Z. H. Stachurski, “On the void reduction mechanisms in vibration assisted consolidation of fibre reinforced polymer composites,” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 42, no. 3, pp. 320–327, 2011, doi: 10.1016/j.compositesa.2010.12.011.
- [169] J. Muric-Nesic, P. Compston, N. Noble, and Z. H. Stachurski, “Effect of low frequency vibrations on void content in composite materials,” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 40, no. 4, pp. 548–551, 2009, doi: 10.1016/j.compositesa.2008.11.010.
- [170] N. J. Tessier, D. Kiernan, A. Madenjian, and G. Moulder, “Epoxy matrix pultrusions enhanced by ultrasonics,” *Modern Plastics*, vol. 63, no. 11, pp. 86–90, 1986.
- [171] N. Tessier, A. Madenjian, D. Kiernan, and G. Moulder, “Ultrasonically activated Pultrusion dies,” Azusa (Canada), 31st International SAMPE Symposium and Exhibition, 1986.
- [172] H. J. Lubisch and K. H. Junge, “Einrichtung zur Führung und Homogenisierung von Verstärkungs- und Linermaterialien bei der Herstellung von Gegenständen aus faserverstärkten Werkstoffen,” DD242196A1, DD 23323471, Jan 21, 1987.
- [173] Konno Shigehiro, “Resin impregnation device and resin impregnation method using the device,” 11226952 A, JP 3464198, Aug 24, 1999.
- [174] Yamauchi Hiroshi, “Winding method for filament,” JP 04101831 A, JP 22052690, Apr 3, 1992.
- [175] I. Akira, “Method for impregnating base material with varnish,” JP 01317712 A, JP 15169888, Dec 22, 1989.
- [176] K. H. Junge, “Verfahren und Einrichtung zur Herstellung von faserverstärkten Gegenständen,” 142313, DD 21150579, Jun 18, 1980.
- [177] G. Naundorf and H. Lorenz, “Verfahren und Einrichtung zum Imprägnieren von Papier und/oder Glasseidebahnen und ähnlicher Flächengebilde durch Tauchen,” 124308, DD 19137176, Feb 16, 1977.

- [178] H. Schlegel, "Verfahren zur Herstellung faserverstärkter Werkstoffe," 108926, DD 17585574, Oct 12, 1974.
- [179] D. I. Lusk, "Ultrasonically speeded fiber impregnation," US000004689244A, US 86078886, Aug 25, 1987.
- [180] K. Jakob, "Verfahren und Vorrichtung zum Herstellen eines Profiltteils, insbesondere Pultrusionsverfahren und -vorrichtung," DE000019754381A1, DE 19754381, Jun 10, 1999.
- [181] S. R. Taylor and W. M. Thomas, "High speed pultrusion of thermoplastic composites," *National SAMPE Technical Conference*, vol. 22, pp. 78–87, 1990.
- [182] Authorless, "Product Data Sheet: C T50-4.0/240-E100," Apr. 2018. Accessed: Feb. 3 2019. [Online]. Available: http://www.sglgroup.com/cms/_common/downloads/products/product-groups/cf/carbon-fiber-continuous-tow/SIGRAFIL_Carbon_Endlosfasern_d.pdf
- [183] Authorless, "Product Data Sheet: SE 3030," Oct. 2015. Accessed: Feb. 3 2019. [Online]. Available: <https://www.3b-fibreglass.com/sites/default/files/products-data-sheets/TDS-SE-3030-DR-for-Polyester-Vinylester-and-Epoxy-Resins-2015-sans-trame-LR.pdf>
- [184] Authorless, "Product Data Sheet: Chemlease® IC25," Jun. 2016. Accessed: Feb. 1 2017. [Online]. Available: https://downloads.chemtrend.com/downloads/product_data_sheets
- [185] J. Wiethaler, "Auswirkungen von Leistungultraschall auf ein Epoxid-Harzsystem für die Anwendung in der Pultrusion," Master Thesis, Fraunhofer IGCV, Technische Universität München (TUM), München (Germany), 2017.
- [186] J. G. Calvert, "Glossary of atmospheric chemistry terms: (Recommendations 1990)," *Pure & Appl. Chem.*, vol. 62, no. 11, pp. 2167–2219, 1990, doi: 10.1351/pac199062112167.
- [187] A. Cardoni and M. Lucas, "Enhanced vibration performance of ultrasonic block horns," *Ultrasonics*, vol. 40, 1-8, pp. 365–369, 2002.
- [188] Y. Daud and M. Lucas, "Modelling the effects of superimposed ultrasonic vibrations on tension and compression tests of aluminium," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 186, 1-3, pp. 179–190, 2007.
- [189] M. Kronseder, "Einfluss von Leistungultraschall auf die Viskosität von Harzsystemen," Bachelor Thesis, Fraunhofer IGCV, Hochschule Landshut, Landshut (Germany), 2017.
- [190] R. Karl, "Untersuchung der Auswirkung von Ultraschall in der Pultrusion zur Verbesserung der Durchtränkung von Faserpaketen," Diploma Thesis, Fraunhofer IGCV, Hochschule München, München (Germany), 2017.

- [191] S. Lee, "Ultrasonic effect on mechanical properties of carbon fiber and interfacial shear strength of carbon fiber and epoxy," Master Thesis, Fraunhofer IGCV, Universität Augsburg, Augsburg (Germany), 2018.
- [192] R. Weigant, "Analyse der Auswirkungen von Leistungultraschall auf die Aufbauschung von Glas- und Kohlenstofffasern," Bachelor Thesis, Fakultät 03 für Maschinenbau, Fahrzeugtechnik, Flugzeugtechnik, Hochschule München, München (Germany), 2018.
- [193] Authorless, "Product Data Sheet: KORASILON® Öle der M-Reihe," Mar. 2013. Accessed: Mar. 27 2019. [Online]. Available: https://www.obermeier.de/fileadmin/content/produkte/Silikone/KORASILON_Oel_M_DE.pdf
- [194] *Standard test method for tensile strength and young's modulus for high-modulus single-filament materials*, ASTM D 3379 - 75, ASTM, May. 1989.
- [195] *Hochleistungskeramik - Keramische Verbundwerkstoffe - Verfahren zur Prüfung der Faserverstärkungen Teil 4: Bestimmung der Zugeigenschaften von Fasern bei Raumtemperatur*, DIN EN 1007-4, Deutsche Norm, Aug. 2004.
- [196] T. A. Osswald and N. Rudolph, *Polymer rheology: Fundamentals and applications*. Cincinnati (United States of America): Hanser Publications, 2015. [Online]. Available: <http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&scope=site&db=nlebk&AN=1628203>
- [197] G. W. Ehrenstein and G. Ahlers-Hestermann, Eds., *Handbuch Kunststoff-Verbindungstechnik*. München (Germany): Hanser, 2004.
- [198] *Kunststoffe-Dynamische Different-Thermoanalyse (DSC)-Teil 2: Bestimmung der Glasübergangstemperatur und der Glasübergangsstufen*, DIN EN ISO 11357-2, Deutsche Norm, Sep. 2013.
- [199] J. van Gompel, "The Fundamentals of Infrared Spectroscopy: The Principles of Infrared Spectroscopy," Accessed: Mar. 12 2019. [Online]. Available: <http://www.midac.com/files/Tn-100.PDF>
- [200] F. Vautard, J. Dentzer, M. Nardin, J. Schultz, and B. Defoort, "Influence of surface defects on the tensile strength of carbon fibers," *Applied Surface Science*, vol. 322, pp. 185–193, 2014.
- [201] A. Hampe and C. Marotzke, "The Energy Release Rate of the Fiber/Polymer Matrix Interface: Measurement and Theoretical Analysis," *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 16(4), pp. 341–352, 1997.
- [202] S.-K. Kang, D.-B. Deok-Bo Lee, and N.-S. Choi, "Fiber/epoxy interfacial shear strength measured by the microdroplet test," *Composites Science and Technology*, vol. 69, pp. 245–251, Oct. 2008.

- [203] J. Jäger, “Aspekte der Faser-Matrix Wechselwirkung in carbonfaserverstärkten Polymeren,” Dissertation, Institut für Physik, Lehrstuhl Experimental Physik 2, Universität Augsburg, Augsburg (Germany), 2014.
- [204] C. DiFrancia, T. C. Ward, and R. O. Claus, “The single-fibre pull-out test: 1. Review and interpretation,” *Composites Part A*, 27A, pp. 597–612, 1996.
- [205] T. Ramanathan, E. Schulz, and K. Subramanian, “Determination of Energy Release Rate in Carbon Fiber-Thermoplastic Composites and Comparison of Crack Propagation in Amorphous and Crystalline Interface By Single Fiber Pullout Test,” *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 23, pp. 1639–1650, 2004, doi: 10.1177/0731684404039788.
- [206] D.-A. Mendels, Y. Leterrier, and J.-A.E. Manson, “The Influence of Internal Stresses on the Microbond Test – I: Theoretical Analysis,” *Journal Of Composite Materials*, 36(03), pp. 347–363, 2002, doi: 10.1106/002199802023508.
- [207] S. F. Zhandarov, E. Mäder, and O. R. Yurkevich, “Indirect estimation of fiber/polymer bond strength and interfacial friction from maximum load values recorded in the microbond and pull-out tests. Part I: local bond strength,” *Journal of Adhesion Science and Technology*, vol. 16, no. 9, pp. 1171–1200, 2002, doi: 10.1163/156856102320256837.
- [208] J. E. Little, X. Yuan, and M. I. Jones, “Characterisation of voids in fibre reinforced composite materials,” *NDT&E International*, vol. 46, pp. 122–127, 2012, doi: 10.1016/j.ndteint.2011.11.011.
- [209] S. Feith, K. Wonsyld, D. Minzari, P. Westermann, and H. Lilholt, “Testing procedure for the single fiber fragmentation test,” AFM, Department for Material Research, Roskilde (Denmark), Dec. 2004.
- [210] B. W. Kim and J. A. Nairn, “Observations of Fiber Fracture and Interfacial Debonding Phenomena Using the Fragmentation Test in Single Fiber Composites,” *Journal Of Composite Materials*, vol. 15, pp. 1825–1858, 2002, doi: 10.1106/002199802026243.
- [211] A. Wada and H. Fukuda, “Microbond and Fragmentation Test for the Fiber/Matric Interfacial Shear Strength,” *Materials Science Research International*, Volume 5, Nummer 3, pp. 151–156, Jun. 1999.
- [212] D. Hunston, W. McDonough, G. Holmes, and R. Parnas, “Test Protocol for Single-Fiber Fragmentation Test: International Round Robin,” Michigan (United States of America), 2002.
- [213] M. J. Lodeiro, “Single-Fibre Fragmentation Test for the Characterisation of Interfacial Phenomena in PMCs,” 2001.
- [214] M. J. Rich, L. T. Drzal, D. Hunston, G. Holmes, and W. McDonough, “Round Robin Assessment of the Single Fiber Fragmentation Test,” Purdue (United

- States of America), 17th Proceedings of the American Society for Composites, Oct. 2002.
- [215] S. Lee, T. Nguyen, J. Chin, and T.-J. Chuang, “Analysis of the single-fiber fragmentation test,” *Journal of Materials Science*, vol. 33, no. 21, pp. 5221–5228, 2004.
- [216] T. Ohsawa, A. Nakayama, M. Miwa, and A. Hasegawa, “Temperature dependence of critical fiber length for glass fiber-reinforced thermosetting resins,” *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 22, no. 11, pp. 3203–3212, 1978, doi: 10.1002/app.1978.070221115.
- [217] A. Kelly and W. R. Tyson, “Tensile properties of fibre-reinforced metals: Copper/tungsten and copper/molybdenum,” *Journal of Mechanic Physics Solids*, vol. 13, no. 6, pp. 329–338, 1965, doi: 10.1016/0022-5096(65)90035-9.
- [218] C.-K. Moon and W. McDonough, “Multiple fiber technique for the single fiber fragmentation test,” *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 67, pp. 1701–1709, 1998.
- [219] C. Reiner, “Untersuchung der Auswirkungen von Leistungultraschall und Kammergeometrie auf den Pultrusionsprozess,” Master Thesis, Fraunhofer IGCV, Hochschule Augsburg, Augsburg (Germany), 2018.
- [220] *Prüfverfahren zur Bestimmung der scheinbaren interlaminaren Scherfestigkeit*, DIN EN ISO 2377, Deutsche Norm, Oct. 1989.
- [221] *Bestimmung der scheinbaren interlaminaren Scherfestigkeit nach dem Dreipunktverfahren mit kurzem Balken*, DIN EN ISO 14130, Deutsche Norm, Feb. 1998.
- [222] *Bestimmung der Biegeeigenschaften*, DIN EN ISO 14125, Deutsche Norm, Jul. 1998.
- [223] F. Wilhelm, S. Strauß, and C. Reiner, “Influence of power ultrasonic on the impregnation of unidirectional fibers in closed injection pultrusion,” Melbourne (Australia), 22nd International Conference on Composite Materials (ICCM22), Aug. 2019.
- [224] F. Wilhelm, S. Strauß, R. Weigant, and K. Drechsler, “Effect of Power Ultrasonic on the Expansion of Fiber Strands,” *J. Compos. Sci.*, vol. 4, no. 2, p. 50, 2020, doi: 10.3390/jcs4020050.
- [225] F. Wilhelm, S. Strauß, and M. Kronseder, “Effect of power ultrasonic on the viscosity of anhydride epoxy resin system,” *Results in Materials*, vol. 8, p. 100129, 2020, doi: 10.1016/j.rinma.2020.100129.

- [226] M. Sandberg, F. S. Rasmussen, J. H. Hattel, and J. Spangenberg, "Simulation of resin-impregnation, heat-transfer and cure in a resin-injection pultrusion process," Vitoria-Gasteiz (Spain), Proceedings of the 22nd international ESA-FORM conference, May. 2019.
- [227] P. Y. Bruice, *Organische Chemie: Studieren kompakt*, 5th ed. München (Germany): Pearson Deutschland, 2011. [Online]. Available: <http://lib.mylibrary.com/detail.asp?id=404903>

A Anhang

a Sonotrodenvermessung

Tab. A-1: Sonotrodenvermessung der Sonotrodentypen BS2d22 und BS20A40x20 in Kombination mit dem Booster 1.8 FLAspez mittels Laser-Doppler-Vibrometer

Sonotrodentyp		BS2d22		BS20A40x20	
Konfiguration		u^- [μm]	u^+ [μm]	u^- [μm]	u^+ [μm]
Regler [%]	20	7,0	26,9	4,2	14,0
	30	10,0	37,3	5,3	20,4
	40	13,0	46,7	7,1	25,0
	50	16,0	58,2	9,0	31,8
	60	20,0	70,2	11,2	37,3
	70	23,0	74,6	13,3	43,9
	80	26,0	85,3	15,3	48,1
	90	29,0	97,6	17,0	53,1
	100	32,0	109,9	19,1	61,4

b Stell- und Untersuchungsgrößen der Matrix

Tab. A-2: Stell- und Untersuchungsgrößen des Prozessbereichs der Matrix [185]

Nr.	Stellgrößen			Untersuchungsgrößen							
	u [μm]	t [s]	p [bar]	T [K]	P [W]	E [J]	η_{-25} [Pa·s]	t_{gel-90} [min]	T_{g1} [°C]	T_{g2} [°C]	W [J/g]
A.1	32	10	0	25	49	0,5	0,55	30	110	305	122
A.2	64	10	0	50	107	1,1	0,58	27	112	309	125
A.3	32	60	0	27	34	2,1	0,58	27	110	334	119
A.4	64	60	0	138	89	5,4	16,83	14	115	275	123
B.1	32	10	6	15	122	1,3	0,59	27	113	321	122
B.2	64	10	6	85	389	3,9	0,84	31	111	306	123
B.3	32	60	6	116	168	10,2	2,91	19	113	294	123
B.4	64	60	6	97	212	12,8	0,96	31	111	302	122
C.1	48	35	3	97	210	7,4	0,79	27	112	324	126
C.2	48	35	3	95	208	7,3	0,87	28	115	308	123
C.3	48	35	3	94	209	7,4	0,83	28	112	307	123
Referenzwert ohne LUS-Behandlung							0,58	27	114	311	125

c FTIR-Spektren der Matrix

Tab. A-3: Zuordnung des FTIR-Spektrums zu den funktionellen Gruppen [185, 227]

Bandenbereich	Funktionelle Gruppe	Komponenten	Bemerkung
3150–3000 cm ⁻¹	Ortho- und para- disubstituierter Aromat	Harz, Härter	2–3 Banden
3050–2080 cm ⁻¹	-CH ₂ , -CH ₃	Harz, Härter, Beschleuniger	3–4 Banden
1875–1740 cm ⁻¹	Zyklisches Anhydrid	Härter	Doppelbande
1750–1700 cm ⁻¹	Ester	Matrix Phase (C)	Einfachbande
1620–1480 cm ⁻¹	Ortho- und para- disubstituierter Aromat	Harz, Härter	Zweifachbande
1620–1550 cm ⁻¹	Primäres Amin	Beschleuniger	Einfachbande (stark)
1590–1460 cm ⁻¹	Sekundäres Amin	Beschleuniger	Einfachbande (stark)

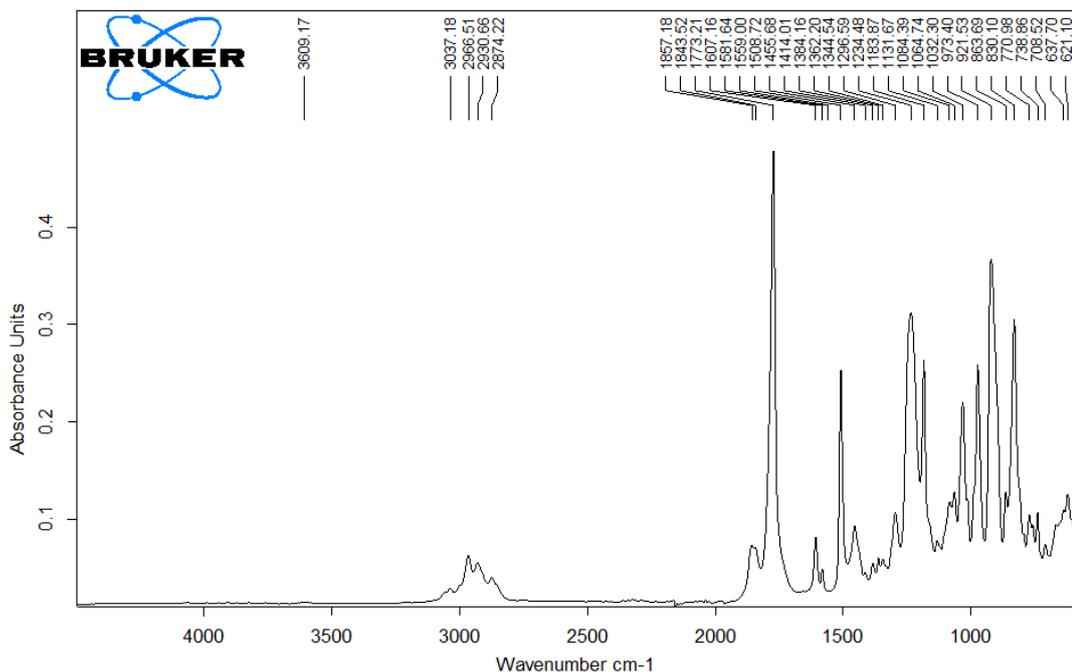


Abb. A-1: FTIR-Spektrum der Matrix Phase (A)

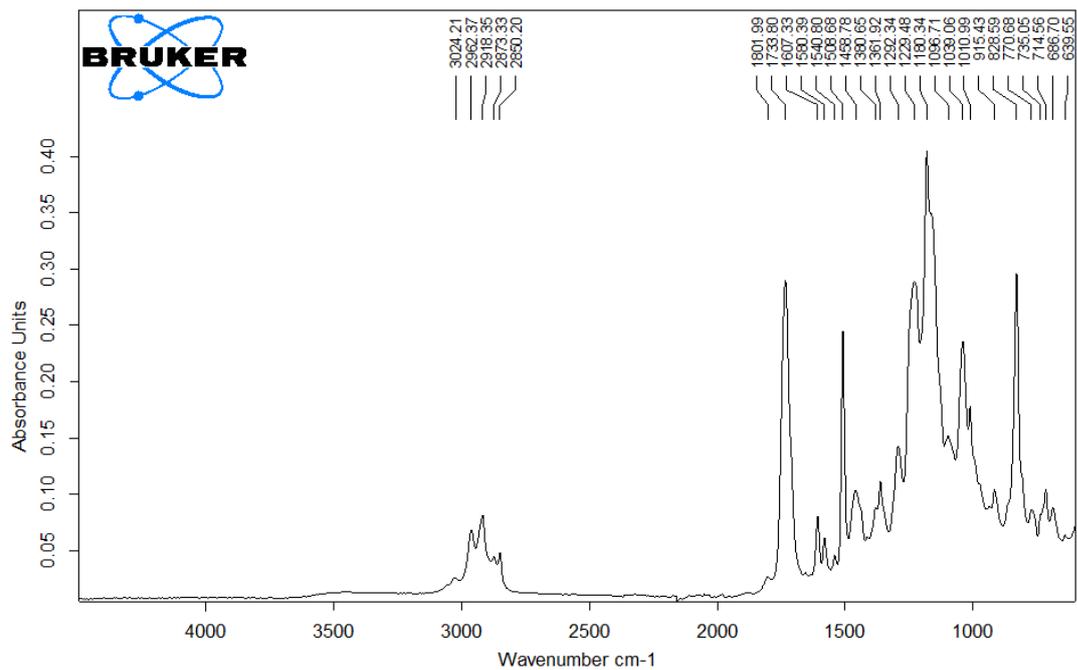


Abb. A-2: FTIR-Spektrum der Matrix Phase (C)

d Teststand Aufbauschung

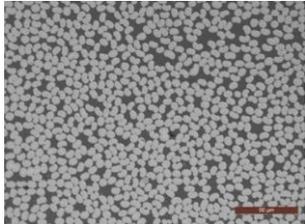
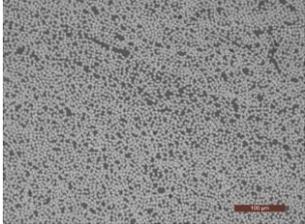
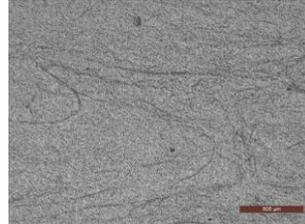
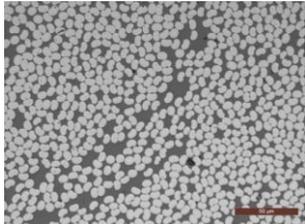
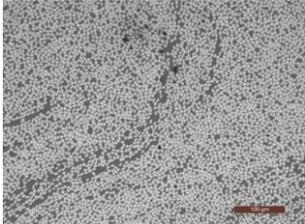
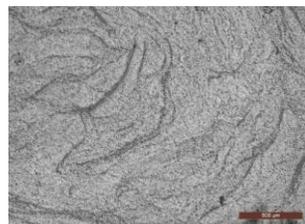
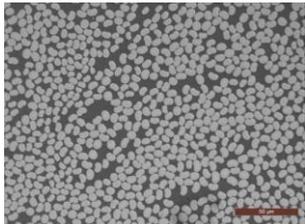
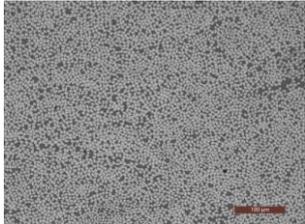
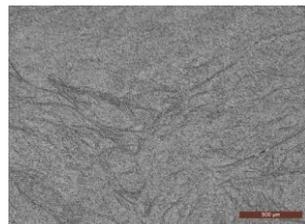
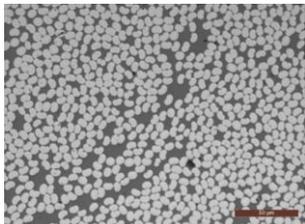
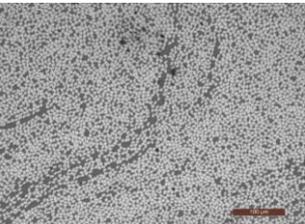
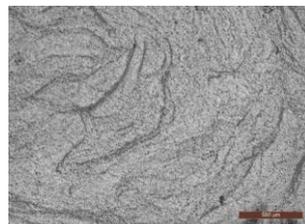
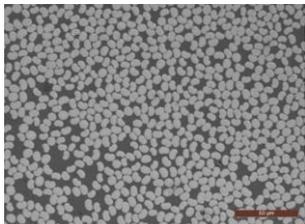
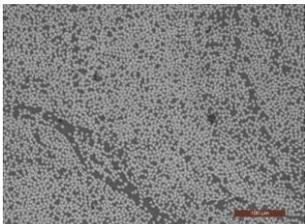
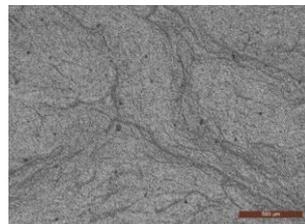
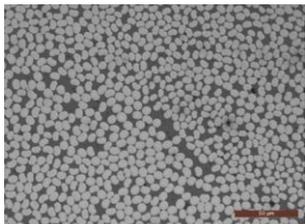
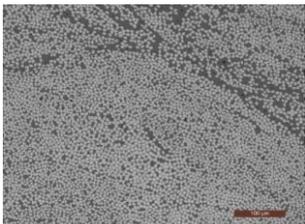
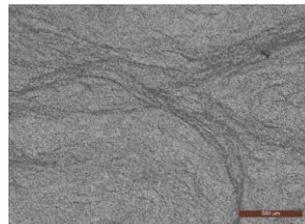
Tab. A-4: Stell- und Untersuchungsgrößen der Faseraufbauschung für GF [192]

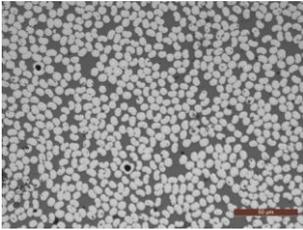
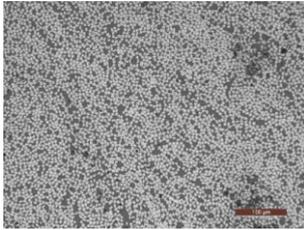
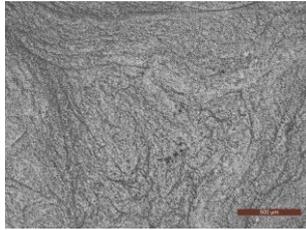
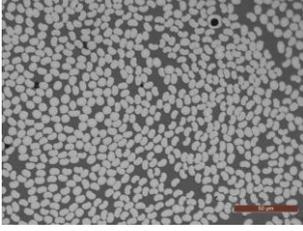
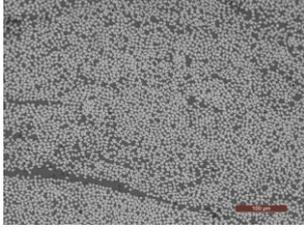
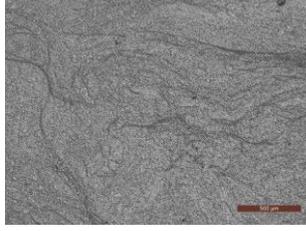
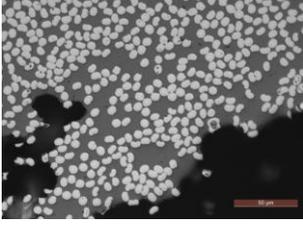
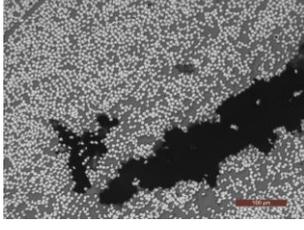
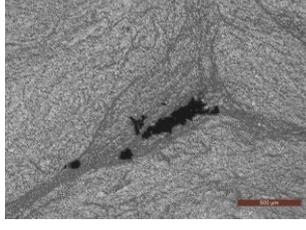
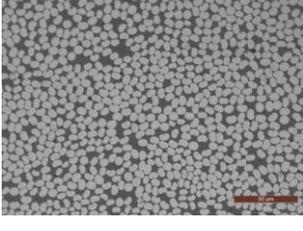
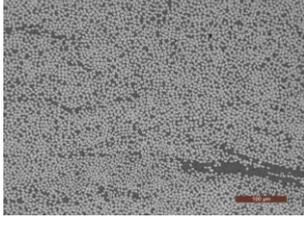
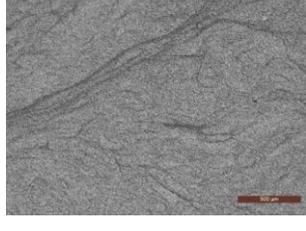
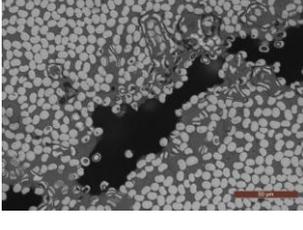
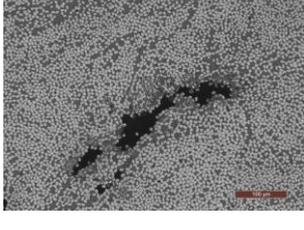
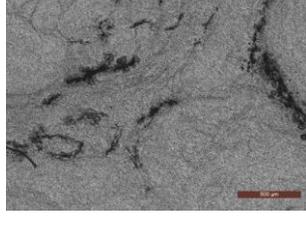
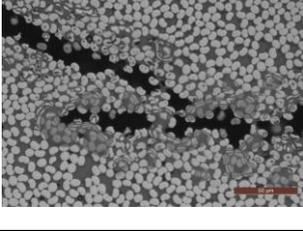
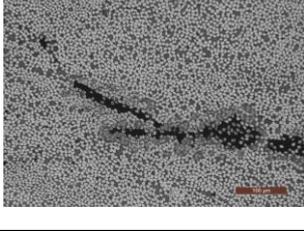
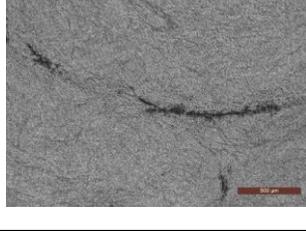
Nr.	Stellgröße			Untersuchungsgröße
	m [g]	u [μm]	n [-]	B [%]
G1_0,5_12_2	500	12	2	1,39
G2_0,5_48_2	500	48	2	1,91
G3_0,5_12_6	500	12	6	0,61
G4_0,5_48_6	500	48	6	0,49
G5_0,25_12_2	250	12	2	0,99
G6_0,25_48_2	250	48	2	2,47
G7_0,25_12_6	250	12	6	-0,10
G8_0,25_48_6	250	48	6	-1,51
MG1_0,375_30_4	375	30	4	0,48
MG2_0,375_30_4	375	30	4	1,36
MG3_0,375_30_4	375	30	4	0,59

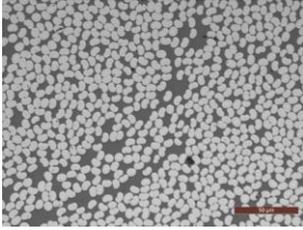
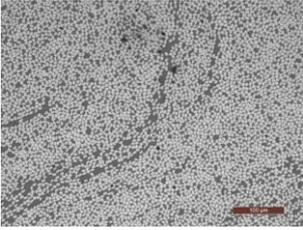
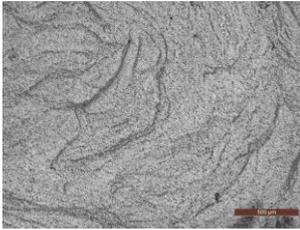
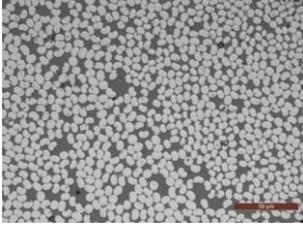
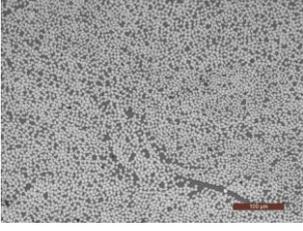
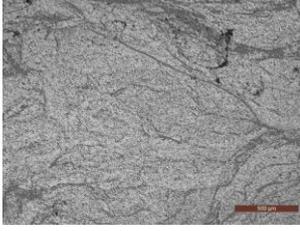
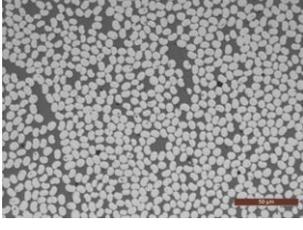
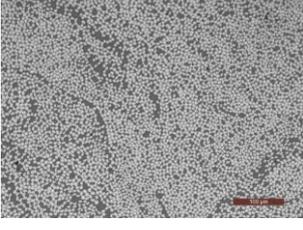
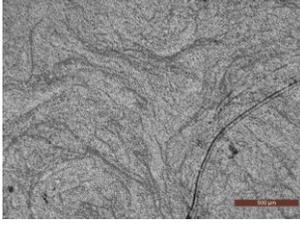
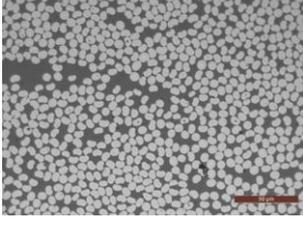
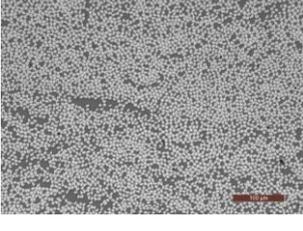
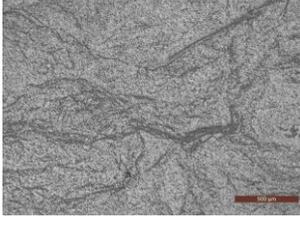
Tab. A-5: Stell- und Untersuchungsgrößen der Faseraufbauschung für CF [192]

Nr.	Stellgröße			Untersuchungsgröße
	m [g]	u [μm]	n [-]	B [%]
C1_0,5_12_2	500	12	2	2,44
C2_0,5_48_2	500	48	2	8,54
C3_0,5_12_6	500	12	6	-0,01
C4_0,5_48_6	500	48	6	0,14
C5_0,25_12_2	250	12	2	2,03
C6_0,25_48_2	250	48	2	2,62
C7_0,25_12_6	250	12	6	-0,38
C8_0,25_48_6	250	48	6	-0,45
MC1_0,375_30_4	375	30	4	0,37
MC2_0,375_30_4	375	30	4	0,04
MC3_0,375_30_4	375	30	4	1,02

e Mikroskopie

Probe	Vergrößerung		
<ul style="list-style-type: none"> • 20180326_07 • CF_108_OB_RT • _0,3_XXX_XX 			
<ul style="list-style-type: none"> • 20180508_06 • CF_108_CO_RT • _0,3_T12_00 			
<ul style="list-style-type: none"> • 20180508_11 • CF_108_CO_RT • _0,3_T11_13 			
<ul style="list-style-type: none"> • 20180508_06 • CF_108_CO_RT • _0,3_T12_00 			
<ul style="list-style-type: none"> • 20180508_07 • CF_108_CO_RT • _0,3_T12_08 			
<ul style="list-style-type: none"> • 20180508_05 • CF_108_CO_RT • _0,3_T12_15 			

Probe	Vergrößerung		
<ul style="list-style-type: none"> • 20180328_15 • CF_108_CO_RT_0,3_BII_00 			
<ul style="list-style-type: none"> • 20180328_16 • CF_108_CO_RT_0,3_BII_06 			
<ul style="list-style-type: none"> • 20180328_13 • CF_108_CO_RT_0,3_BII_13 			
<ul style="list-style-type: none"> • 20180507_02 • CF_108_CO_RT_0,3_BI2_00 			
<ul style="list-style-type: none"> • 20180507_03 • CF_108_CO_RT_0,3_BI2_08 			
<ul style="list-style-type: none"> • 20180507_01 • CF_108_CO_RT_0,3_BI2_15 			

Probe	Vergrößerung		
<ul style="list-style-type: none">• 20180508_06• CF_108_CO_RT_0,3_TI2_00			
<ul style="list-style-type: none">• 20180529_05• CF_108_CO_20_0,3_BI2_00			
<ul style="list-style-type: none">• 20180529_06• CF_108_CO_20_0,3_BI2_13			
<ul style="list-style-type: none">• 20180529_07• CF_108_CO_70_0,3_BI2_00			

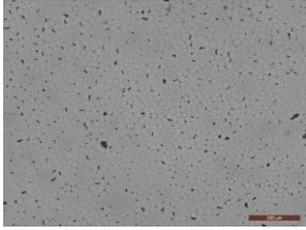
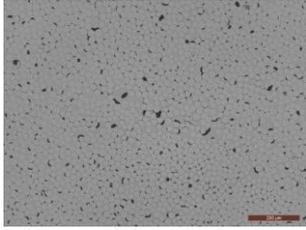
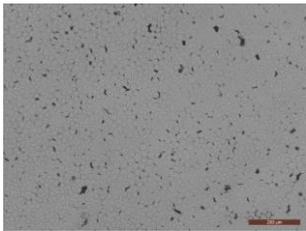
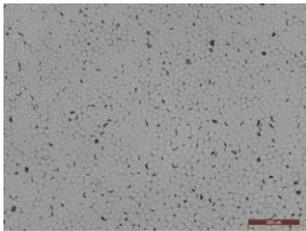
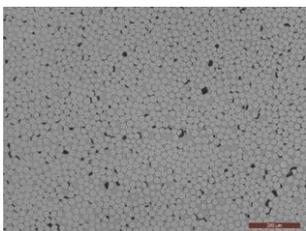
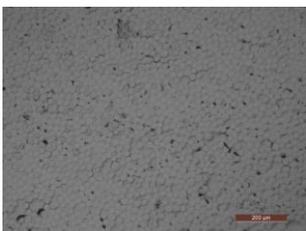
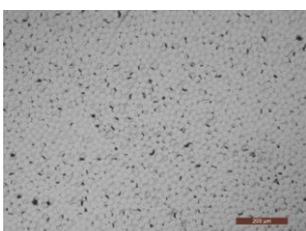
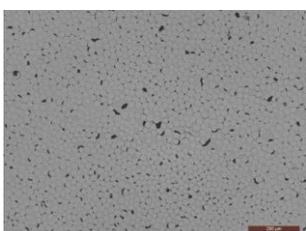
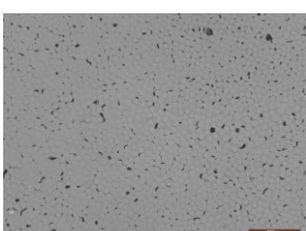
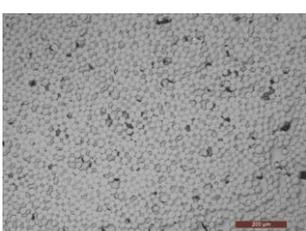
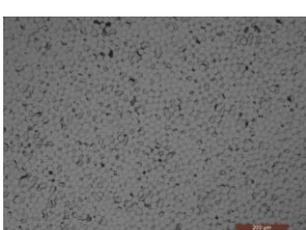
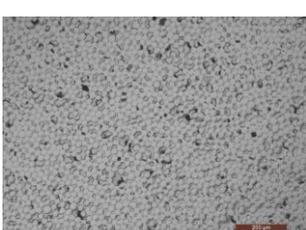
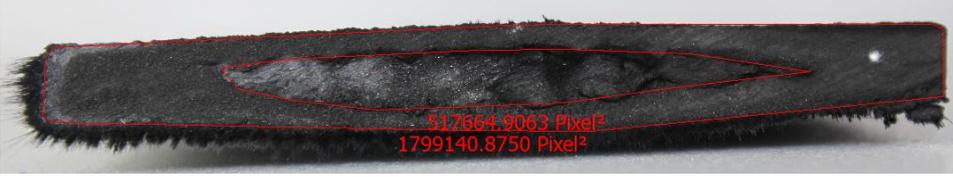
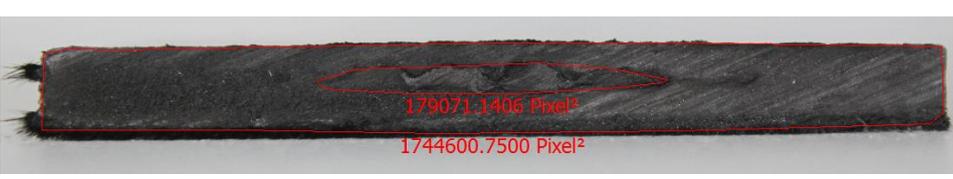
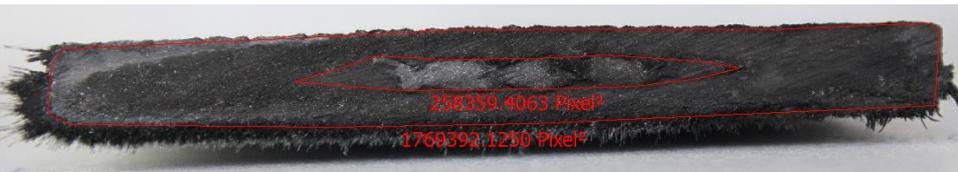
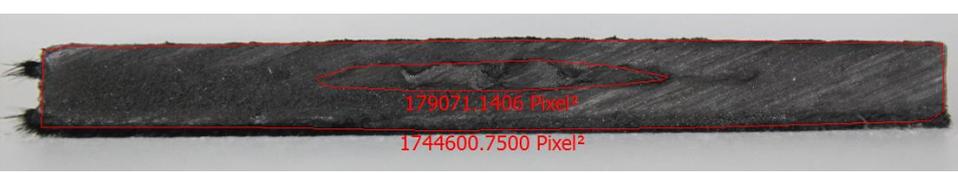
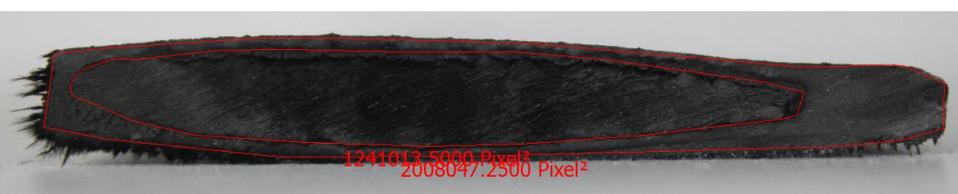
Probe	Vergrößerung	Probe	Vergrößerung
<ul style="list-style-type: none"> • 20170718_04 • GF_118_OB_RT • _0,3_XXX_XX 		<ul style="list-style-type: none"> • 20170720_01 • GF_122_CO_RT • _0,3_TII_00 	
<ul style="list-style-type: none"> • 20170720_03 • GF_122_CO_RT • _0,3_TII_07 		<ul style="list-style-type: none"> • 20170829_02 • GF_122_CO_RT • _0,3_TI2_13 	
<ul style="list-style-type: none"> • 20170829_03 • GF_122_CO_RT • _0,3_TI2_26 		<ul style="list-style-type: none"> • 20180326_01 • GF_118_CO_RT • _0,3_BII_00 	
<ul style="list-style-type: none"> • 20180326_03 • GF_118_CO_RT • _0,3_BII_13 		<ul style="list-style-type: none"> • 20170830_05 • GF_122_CO_RT • _0,3_BI2_00 	
<ul style="list-style-type: none"> • 20170831_06 • GF_122_CO_RT • _0,3_BI2_13 		<ul style="list-style-type: none"> • 20180605_02 • GF_118_CO_RT • _0,3_BI2_13 	
<ul style="list-style-type: none"> • 20180605_03 • GF_118_CO_70 • _0,3_BI2_00 		<ul style="list-style-type: none"> • 20180605_04 • GF_118_CO_70 • _0,3_BI2_13 	

Abb. A-3: mikroskopische Aufnahmen der CF- und GF-Proben

f Makroskopie

Probe	Vergrößerung
<ul style="list-style-type: none"> • 20180508_09 • CF_108_TD_RT • _0,3_TII_00 	
<ul style="list-style-type: none"> • 20180508_10 • CF_108_TD_RT • _0,3_TII_07 	
<ul style="list-style-type: none"> • 20180508_08 • CF_108_TD_RT • _0,3_TII_13 	
<ul style="list-style-type: none"> • 20180328_07 • CF_108_TD_RT • _0,3_BII_00 	
<ul style="list-style-type: none"> • 20180328_05 • CF_108_TD_RT • _0,3_BII_06 	
<ul style="list-style-type: none"> • 20180328_08 • CF_108_TD_RT • _0,3_BII_11 	

Probe	Vergrößerung
<ul style="list-style-type: none"> • 20180508_02 • CF_108_TD_RT_0,3_TI2_00 	 <p style="text-align: center; color: red;">517664.9063 Pixel² 1799140.8750 Pixel²</p>
<ul style="list-style-type: none"> • 20180508_03 • CF_108_TD_RT_0,3_TI2_08 	 <p style="text-align: center; color: red;">309054.7813 Pixel² 1766893.7500 Pixel²</p>
<ul style="list-style-type: none"> • 20180508_01 • CF_108_TD_RT_0,3_TI2_15 	 <p style="text-align: center; color: red;">156388.9531 Pixel² 1662222.1250 Pixel²</p>
<ul style="list-style-type: none"> • 20180507_05 • CF_108_TD_RT_0,3_BI2_00 	 <p style="text-align: center; color: red;">397560.7813 Pixel² 1817161.5000 Pixel²</p>
<ul style="list-style-type: none"> • 20180507_06 • CF_108_TD_RT_0,3_BI2_08 	 <p style="text-align: center; color: red;">258359.4063 Pixel² 1768393.1250 Pixel²</p>
<ul style="list-style-type: none"> • 20180528_03 • CF_108_TD_RT_0,3_BI2_13 	 <p style="text-align: center; color: red;">179071.1406 Pixel² 1744600.7500 Pixel²</p>

Probe	Vergrößerung
<ul style="list-style-type: none"> • 20180507_05 • CF_108_TD_RT • _0,3_BI2_00 	
<ul style="list-style-type: none"> • 20180507_06 • CF_108_TD_RT • _0,3_BI2_08 	
<ul style="list-style-type: none"> • 20180528_03 • CF_108_TD_RT • _0,3_BI2_13 	
<ul style="list-style-type: none"> • 20180507_04 • CF_108_TD_RT • _0,3_BI2_15 	
<ul style="list-style-type: none"> • 20180529_01 • CF_108_TD_20 • _0,3_BI2_00 	
<ul style="list-style-type: none"> • 20180529_02 • CF_108_TD_20 • _0,3_BI2_13 	

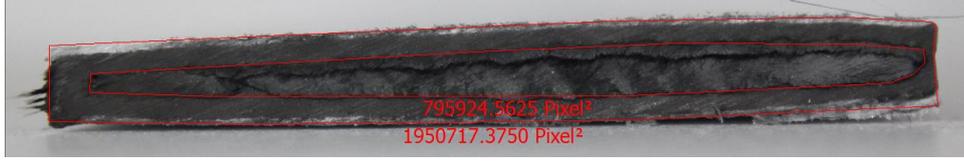
Probe	Vergrößerung
<ul style="list-style-type: none"> • 20180529_03 • CF_108_TD_70_0,3_BI2_00 	
<ul style="list-style-type: none"> • 20180529_04 • CF_108_TD_70_0,3_BI2_13 	
<ul style="list-style-type: none"> • 20180530_01 • CF_108_TD_20_0,3_BI2_00 	
<ul style="list-style-type: none"> • 20180530_02 • CF_108_TD_20_0,3_BI2_13 	

Abb. A-4: makroskopische Aufnahmen der CF- und GF-Proben

B Veröffentlichungen

Zeitschriftenartikel

- [P1] F. Wilhelm, S. Strauß, R. Weigant, K. Drechsler, “Effect of Power Ultrasonic on the Expansion of Fiber Strands,” *Journal of Composites Science*, 2020.
- [P2] S. Strauß, F. Wilhelm, “Development of a flexible injection and impregnation chamber for pultrusion of high reactive resins,” *Procedia Manufacturing*, 2020.
- [P3] F. Wilhelm, S. Strauß, M. Kronseder, “Influence of power ultrasonic on the viscosity of epoxy resin, *Results in Materials*, 2020.

Konferenzbeiträge

- [K1] R. Bezerra, F. Wilhelm, S. Strauß, and H. Ahlborn, “Manufacturing of complex shape composite parts through the combination of pullbraiding and blowmoulding,” Copenhagen (Denmark), 20th International Conference on Composite Materials, Jul. 2015.
- [K2] R. Bezerra, F. Wilhelm, and F. Henning, “Compressibility and permeability of fiber reinforcements for pultrusion,” Seville (Spain), ECCM16 – 16th European Conference on Composite Materials, Jun. 2016.
- [K3] F. Wilhelm, “Closed injection pultrusion,” Shanghai (China), Jeonju (Korea), Bangkok (Thailand), Travelling Conference ReHCarbo, Nov. 2017.
- [K4] F. Wilhelm and S. Strauss, “Current pultrusion research topics at Fraunhofer IGCV,” Vienna (Austria), EPTA - World Pultrusion Conference Vienna, Mar. 2018.
- [K5] F. Wilhelm, J. Wiethaler, and R. Karl, “Power ultrasonic in closed injection pultrusion,” Athen (Greece), ECCM18 - 18th European Conference on Composite Materials, Jun. 2018.
- [K6] F. Wilhelm, S. Strauß, and C. Reiner, “Influence of power ultrasonic on the impregnation of unidirectional fibers in closed injection pultrusion,” Melbourne (Australia), 22nd International Conference on Composite Materials (ICCM22), Aug. 2019.
- [K7] S. Strauß, R. Meisenheimer, A. Hecking, A. Senz, and F. Wilhelm, “Manufacturing of predominately bio-based composite profiles with pultrusion,” Melbourne (Australia), 22nd International Conference on Composite Materials (ICCM22), Aug. 2019.

Buchbeitrag

- [B1] R. Bezerra, F. Wilhelm et al., "Energieeffiziente Herstellung komplexer Hochleistungsfaserverbundbauteile mittels Pultrusion, In-Line Flechten, Blasumformung und Endbearbeitung," Fraunhofer Verlag, Stuttgart, Fraunhofer Verlag, 2016.

C Betreute studentische Arbeiten

Im Rahmen der Tätigkeit am Fraunhofer IGCV wurde die Betreuung der nachfolgend aufgeführten studentischen Arbeiten unterstützt.

- [S1] Eduard Iaszensky, „Pultrusion und Charakterisierung faserverstärkter Kunststoff-Profile“, Bachelorarbeit in Kooperation mit Lehrstuhl Materials Engineering (Universität Augsburg), Fraunhofer IGCV, 2016.
- [S2] Michael Wendel, „The influence of surface roughness and surface coating of Toolox 33 tool steel on the adhesion behavior of duroplastic resins to optimize the processability in pultrusion“, Masterarbeit in Kooperation mit Lehrstuhl Experimentalphysik IV (Universität Augsburg), Fraunhofer IGCV, 2016.
- [S3] Benedikt Goth, „Inbetriebnahme einer geschlossenen Injektionskammer mit Ultraschalleinkopplung im Pultrusionsprozess“, Masterarbeit in Kooperation mit Lehrstuhl Leichtbautechnologie (KIT), Fraunhofer IGCV, 2017.
- [S4] Johanna Wiethaler, „Auswirkungen von Leistungultraschall auf ein Epoxid-Harzsystem für die Anwendung in der Pultrusion“, Masterarbeit in Kooperation mit Lehrstuhl Carbon Composites (TUM), Fraunhofer IGCV, 2017.
- [S5] Maximilian Kronseder, „Einfluss von Leistungultraschall auf die Viskosität von Harzsystemen“, Bachelorarbeit in Kooperation mit Fakultät Interdisziplinäre Studien (Hochschule Landshut), Fraunhofer IGCV, 2017.
- [S6] Robert Karl, „Untersuchung der Auswirkung von Ultraschall in der Pultrusion zur Verbesserung der Durchtränkung von Faserpaketen“, Diplomarbeit in Kooperation mit Fakultät Maschinenbau, Fahrzeugtechnik, Flugzeugtechnik (Hochschule München), Fraunhofer IGCV, 2017.
- [S7] Soyeon Lee, „Converting of complex viscosity to ionic viscosity and Power ultrasonic effect on epoxy resin with DEA“, Lab project in Kooperation mit Lehrstuhl Experimentalphysik II (Universität Augsburg), Fraunhofer IGCV, 2017.
- [S8] Soyeon Lee, „Ultrasonic effect on mechanical properties of carbon fiber and interfacial shear strength of carbon fiber and epoxy“, Masterarbeit in Kooperation mit Lehrstuhl Experimentalphysik II (Universität Augsburg), Fraunhofer IGCV, 2018.
- [S9] Raffael Weigant, „Analyse der Auswirkungen von Leistungultraschall auf die Aufbauschung von Glas- und Kohlenstofffasern“, Bachelorarbeit in Kooperation mit Fakultät Maschinenbau, Fahrzeugtechnik, Flugzeugtechnik (Hochschule München), Fraunhofer IGCV, 2018.

- [S10] Christian Reiner, „Untersuchung der Auswirkungen von Leistungsschall und Kammergeometrie auf den Pultrusionsprozess“, Masterarbeit in Kooperation mit Fakultät für Maschinenbau und Verfahrenstechnik (Hochschule Augsburg), Fraunhofer IGCV, 2018.
- [S11] Andreas Bauer, „Anforderungen und Konzepte optischer Messsysteme zur Profilüberwachung in der Pultrusion“, Bachelorarbeit in Kooperation mit Fakultät Elektrotechnik (Hochschule Kempten), Fraunhofer IGCV, 2020.
- [S12] Josef Wilfert, „Automatische Planung der Faserführung einer Pultrusionsanlage durch einen genetischen Algorithmus“, Bachelorarbeit in Kooperation mit Institut für Software & Systems Engineering (Universität Augsburg), Fraunhofer IGCV, 2020.
- [S13] Josef Weidenhiller, „Entwicklungsstudie zur Herstellung einer bionischen Rohrstruktur mittels Pultrusion“, Bachelorarbeit in Kooperation mit Fakultät Maschinenbau (Technische Hochschule Ingolstadt), Fraunhofer IGCV, 2021.

Teile des Inhalts folgender Arbeiten haben in die vorliegende Dissertationsschrift Eingang gefunden: [S3-S10]