

TECHNISCHE UNIVERSITÄT MÜNCHEN
Lehrstuhl für Carbon Composites

Über das Fließverhalten von Epoxidharzsystemen und vibrationsunterstützte Harzinfiltrationsprozesse

Reinhold Franz Johann Meier

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

Doktor-Ingenieurs

genehmigten Dissertation.

Vorsitzender: Prof. Dr.-Ing. Hans-Jakob Kaltenbach

Prüfer der Dissertation: Prof. Dr.-Ing. Klaus Drechsler

Prof. Prof. hon. Dr. Tim A. Osswald

Die Dissertation wurde am 03.11.2016 bei der Technischen Universität München eingereicht und durch die Fakultät für Maschinenwesen am 27.03.2017 angenommen.

Technische Universität München
Fakultät für Maschinenwesen
Lehrstuhl für Carbon Composites
Boltzmannstraße 15
D-85748 Garching bei München
Tel.: +49 (0) 89 / 289 – 15092
Fax.: +49 (0) 89 / 289 – 15097
Email: info@lcc.mw.tum.de
Web: www.lcc.mw.tum.de

ERKLÄRUNG

Ich erkläre hiermit ehrenwörtlich, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig und ohne Benutzung anderer als der angegebenen Hilfsmittel angefertigt habe; die aus fremden Quellen (einschließlich elektronischer Quellen) direkt oder indirekt übernommenen Gedanken sind ausnahmslos als solche kenntlich gemacht.

Die Arbeit wurde in gleicher oder ähnlicher Form noch keiner anderen Prüfungsbehörde vorgelegt.

.....

Ort, Datum

.....

Unterschrift

DANKSAGUNG

Ich danke Allen sehr herzlich, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben. An erster Stelle sind dies Prof. Klaus Drechsler für die Betreuung und Prof. Tim Osswald für die Übernahme des Zweitgutachtens und seine Gastfreundschaft während meines Aufenthaltes an der University of Wisconsin-Madison.

Ganz besonders bedanke ich mich bei meinem langjährigen Gruppenleiter Swen Zarembo für die vielen Stunden offener und spannender Diskussion. Zahlreiche Ideen der Arbeit haben ihren Ursprung in diesen Gesprächen.

Mein Dank gilt außerdem meiner Mentorin Prof. Natalie Rudolph für den Zuspruch und den Beistand bei meinen rheologischen Untersuchungen. Die Tavern-Tour in und um Madison mit Christian bleibt unvergessen, vielen Dank.

Ich danke meinen „Lektoren“ Maximilian Schäfer, David Schultheiss und Swen Zarembo für die kritischen und hilfreichen Anmerkungen zur Erstversion dieser Arbeit. Ohne eure Hilfe wäre der ein oder andere Fehler sicherlich unentdeckt geblieben.

Danke auch an alle Kollegen, die indirekt zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben, allen voran Elisabeth Ladstätter, dem Werkstatt- und Laborteam sowie der Buchhaltung und der IT-Administration des Lehrstuhl für Carbon Composites.

Abschließend bedanke ich mich bei meinen ehemaligen Studienarbeitern Adrian Amann, Julian Heim, Jakob Weiß, Anja Nieratschker, Raphael Roselli, Cansu Kirdar, Daniel Richter und Alexander Huissel für ihr Engagement und ihre erkenntnisreichen Beiträge.

Reinhold Meier

Oktober, 2016

*„Ein guter Anfang braucht Begeisterung,
Ein gutes Ende Disziplin.“*

von Prof. Dr. Hans-Jürgen Quadbeck-Seeger

Leitspruch der deutschen Fußball Nationalmannschaft
bei der Fußball-Weltmeisterschaft 2014 in Brasilien

Für Sophia und Cosima

KURZFASSUNG

Der Prozessauslegung zur Herstellung endlosfaserverstärkter Kunststoffbauteile in Harzinfiltrationsverfahren liegt meist die Annahme newtonschen Fließverhaltens des duromeren Harzsystems zu Grunde. Allerdings waren in der Fachliteratur keine Studien über das Fließverhalten gängiger Infiltrationsharzsysteme auffindbar.

Die rheologischen Untersuchungen dieser Arbeit mit einer Auswahl an weit verbreiteten Epoxidharzsystemen aus den Industriezweigen Windkraft, Automobilbau und Luftfahrt zeigen ein von der Temperatur und vom Vernetzungsgrad abhängiges scherverdünnendes Verhalten im niedrigen Scherratenbereich ($0 \text{ 1/s} < \dot{\gamma} < 100 \text{ 1/s}$). Die Auswirkungen auf den Infiltrationsprozess werden im Rahmen einer numerischen Parameterstudie mit CFD-Simulationen auf Mikrostruktur- und Mesozellenebene bewertet. Dabei werden im Mikroflussbereich teils erhebliche Abweichungen im Massenstrom ($> 90 \%$) verglichen mit der newtonschen Betrachtung festgestellt. Für abnehmende Strömungsgeschwindigkeiten sind auch im Makroflussbereich vermehrt Unterschiede zu verzeichnen ($< 15 \%$). Außerdem verschärft scherverdünnendes Fließverhalten die Entstehung von Poren aufgrund verstärkt auftretender unterschiedlicher Fließgeschwindigkeiten im Mikro- und Makroflussbereich.

Das identifizierte scherverdünnende Fließverhalten wird versucht in vibrationsunterstützten Harzinfiltrationsprozessen hinsichtlich einer optimierten Werkzeugfüllung zu nutzen. In den dazu durchgeführten Füllstudien können die Effekte einer erhöhten Materialkompaktierung (Nesting) und eines reduzierten Porengehaltes in Folge der Vibrationsunterstützung nachgewiesen werden. Auswirkungen der mittels eines Vibrationsmotors generierten Wandvibrationen auf die Fließgeschwindigkeit werden nicht festgestellt.

ABSTRACT

Process design of Liquid Composite Molding (LCM) processes for the manufacture of endless fiber reinforced composite parts is predominantly based on the assumption of Newtonian flow behavior of the thermoset resin system. However, no studies about the flow behavior of current thermoset resin systems are available in literature.

The rheological investigations in this work, encompassing a selection of commonly applied epoxy resin systems from the industries wind energy, automotive and aviation, exhibit temperature and degree-of-cure dependent shear-thinning flow behavior in the low shear rate range $0 \text{ 1/s} < \dot{\gamma} < 100 \text{ 1/s}$). The impact on the infiltration process is evaluated in CFD-simulations by means of numerical parameter studies on microstructure and mesocell level. Thereby considerable deviations in mass flow ($> 90 \%$) are detected in case of the inter-yarn flow compared to the Newtonian assumption. For decreasing flow velocities differences also exist for the intra-yarn flow ($< 15 \%$). Furthermore, shear-thinning flow behavior is found to further intensify the formation of pores because of increasing differences in flow velocities in the inter- and intra-yarn flow domain.

The identified shear-thinning behavior is aimed to utilize in vibration assisted LCM processes towards optimized mold filling. Thereto filling studies are conducted and effects of an increased material compaction (nesting) and a reduced porosity as a result of vibration assistance are proven. However, influences of the mold vibrations generated by a vibration engine on the flow velocity could not be verified.

Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis	xv
Nomenklatur	xix
Abkürzungsverzeichnis	xxiii
Abbildungsverzeichnis	xxv
Tabellenverzeichnis	xxxii
1 Endlosfaserverstärkte Kunststoffe	1
1.1 Motivation und Ziele.....	2
1.2 Aufbau der Arbeit	3
2 Grundlagen Harzinfiltrationsprozesse	7
2.1 Materialien	8
2.1.1 Endlosfaserverstärkung	8
2.1.2 Duroplastische Matrixmaterialien	11
2.2 Werkzeuge und Prozesse	13
2.3 Rheologische Grundlagen.....	16
2.3.1 Das Zwei-Platten-Modell	16
2.3.2 Nicht-newtonsche Flüssigkeiten.....	17
2.3.3 Scherverdünnendes Fließverhalten.....	20
2.3.4 Rheometrie.....	23
2.3.5 Cox-Merz Regel	27
2.3.6 Einfluss von Zeit und Temperatur auf die Viskosität von Epoxidharzsystemen.....	28
2.4 Fließverhalten von Epoxidharzen	29
2.5 Fluss scherverdünnender Flüssigkeiten durch poröse Medien	30
2.6 Infiltration trockener Faserstrukturen	31
2.6.1 Gesetz von Darcy.....	32
2.6.2 Scherraten in Harzinfiltrationsprozessen.....	34
2.6.3 Mikro- und Makrofluss.....	36
2.6.4 Entwicklung des Druckgradienten bei konstantem Injektionsdruck	37

2.7	Effekte der Vibrationsunterstützung im Herstellungsprozess von FVK.....	38
2.7.1	Reduktion des Porengehaltes	41
2.7.2	Steigerung der Materialkompaktierung	42
2.7.3	Reduktion der Füllzeit.....	43
2.8	Fazit zum Stand der Technik und Wissenschaft	44
3	Rheologische Charakterisierung von Epoxidharzsystemen	47
3.1	Viskositätsverlauf ausgewählter Epoxidharzsysteme	47
3.1.1	Windkraft, Boots- und Maschinenbau	49
3.1.2	Automobilbau	50
3.1.3	Luftfahrt	52
3.2	Epoxidharzsystem RIMR135/RIMH1366.....	58
3.2.1	Isotherme Viskositätsentwicklung	59
3.2.2	Isotherme Viskositätsverläufe.....	59
3.2.3	Transiente Anlaufeffekte und Thixotropie.....	61
3.2.4	Viskose Erwärmung bei hohen Scherraten	63
3.2.5	Viskositätsverlauf nach Temperaturerhöhung	65
3.2.6	Viskositätsverlauf und Mischungsverhältnis	66
3.2.7	Temperaturabhängiger Strukturcharakter	69
3.2.8	Viskositätsverlauf und Strukturcharakter	71
3.2.9	Bestimmung der komplexen Viskosität	73
3.3	Fazit der rheologischen Charakterisierung.....	80
4	Simulative Bestimmung von Scherraten in Infiltrationsprozessen	83
4.1	Materialauswahl und Definition des Parameterraums	84
4.1.1	Matrixmaterial und Viskositätsverläufe.....	84
4.1.2	Verstärkungstextil und Faservolumengehalt.....	86
4.1.3	Druckgradienten.....	88
4.2	Modellierung des Viskositätsverlaufs	88
4.3	Modellierung und Vernetzung der Faserstruktur	90
4.3.1	Mikrostruktur	90
4.3.2	Makrostruktur	92

4.4	Strömungssimulation	96
4.4.1	Preprocessing.....	96
4.4.2	Solver.....	97
4.4.3	Postprocessing	98
4.5	Ergebnisse und Diskussion	98
4.5.1	Mikrofluss.....	98
4.5.2	Makrofluss	108
4.6	Fazit der Simulation von Infiltrationsprozessen	115
5	Gesättigte Infiltrationsversuche.....	117
5.1	Materialien und Versuchsaufbau	119
5.2	Versuchsparameter und -durchführung.....	121
5.3	Ergebnisse und Diskussion	123
5.4	Fazit der gesättigten Infiltrationsversuche	125
6	Infiltrationsversuche mit Vibrationsunterstützung	127
6.1	Auslegung der Schwingsysteme	128
6.2	Vakuuminfusion.....	131
6.2.1	Materialien und Versuchsaufbau	131
6.2.2	Versuchsparameter und Durchführung.....	133
6.2.3	Ergebnisse und Diskussion.....	134
6.3	RTM-Injektion – Vorversuche.....	142
6.3.1	Materialien und Versuchsaufbau	142
6.3.2	Versuchsparameter und Durchführung.....	144
6.3.3	Ergebnisse und Diskussion.....	148
6.4	RTM-Injektion – gesättigter Fluss	150
6.4.1	Materialien und Versuchsaufbau	150
6.4.2	Versuchsparameter und Durchführung.....	150
6.4.3	Ergebnisse und Diskussion.....	152
6.5	RTM-Injektion – ungesättigter Fluss	156
6.5.1	Materialien und Versuchsaufbau	156
6.5.2	Versuchsparameter und –durchführung.....	157
6.5.3	Ergebnisse und Diskussion.....	160

6.6	Fazit der vibrationsunterstützten Infiltrationsversuche	168
7	Zusammenfassung	171
8	Ausblick	175
	Literaturverzeichnis	179
A	Anhang	193
a	Zusatzdiagramme	193
b	Zusatztabellen.....	198
c	Datenblätter	202
B	Veröffentlichungen	233
C	Betreute studentische Arbeiten	235

Nomenklatur

Formelzeichen	Einheit	Beschreibung
α	°	Kegelwinkel
γ	%	Deformation
γ_0	%	Scherdeformationsamplitude
$\dot{\gamma}$	1/s	Scherrate
δ	rad	Phasenverschiebungswinkel
ε	-	Porosität
η	Pa s	Dynamische Viskosität
η'	Pa s	Viskose Viskositätskomponente
η''	Pa s	Elastische Viskositätskomponente
η^*	Pa s	Komplexe Viskosität
η_0	Pa s	Nullviskosität
$\bar{\eta}$	Pa s	Mittlere Viskosität
η_∞	Pa s	Unendlichviskosität
λ	s	Zeitkonstante
ξ	1/s	Abklingkonstante
ρ	g/cm ³	Dichte
ρ_f	g/cm ³	Dichte Fasermaterial
σ	N/m	Oberflächenspannung
τ	Pa	Schubspannung
τ_0	Pa	Fließgrenze, Schubspannungsamplitude
φ	°	Kontaktwinkel
ω	rad/s	Winkelgeschwindigkeit
A	m ²	Fläche
a	-	Yasuda-Exponent

Formelzeichen	Einheit	Beschreibung
a_f	mm	Filamentabstand
A_0	mm	Amplitude
A_w	g/m ²	Flächengewicht
b	mm	Breite
d	mm	Durchmesser
d_d	kg/s	Dämpfungskonstante
d_f	μm	Filamentdurchmesser
F	N	Kraft
f	Hz	Frequenz
f_0	Hz	Eigenfrequenz
F_u	N	Zentrifugalkraft
G	Pa	Schubmodul
G'	Pa	Speichermodul
G''	Pa	Verlustmodul
h	mm	Bauteildicke, Kavitätshöhe, Spalthöhe
i	-	Imaginäre Einheit
K	m ²	Permeabilität
k	N/mm	Federsteifigkeit
k_{res}	N/mm	resultierende Federsteifigkeit
l	mm	Länge
m	-	Fließkoeffizient
M	g/s	Massenstrom
m_{ges}	kg	Gesamtmasse
m_U	kg	Unwuchtmasse
N	-	Lagenanzahl
n	-	Fließindex

Formelzeichen	Einheit	Beschreibung
p_0	bar	Umgebungsdruck
p_{in}	bar	Kavitätsinnendruck
p_{komp}	bar	Kompaktierungsdruck
Q	m^3/s	Volumenstrom
r	mm	Radius
R	mm	Außenradius
s	mm	Auslenkung
S	mm	Schwingungsamplitude
t	s	Zeit
$\tan(\delta)$	-	Verlustfaktor
t_{MP}	s	Messpunktdauer
T	Nm	Torsionsmoment
T_g	$^{\circ}C$	Glasübergangstemperatur
u	m/s	mittlere Fließgeschwindigkeit
U	kg mm	Unwucht
v	m/s	Geschwindigkeit
v^*	m/s	mittlere Geschwindigkeit
V_f	%	Faservolumenhalt
$V_{f\text{Roving}}$	%	Faservolumengehalt des Rovings
$V_{f\text{sim}}$	%	Faservolumengehalt des Simulationsmodells
x_f	mm	Fließfrontposition
$xE-y$	-	$x \cdot 10^{-y}$

Abkürzungsverzeichnis

Abkürzung	Beschreibung
bzw.	Beziehungsweise
ca.	circa
CFD	Computational Fluid Dynamics
CFK	Carbonfaserverstärkte Kunststoffe
DMA	Dynamisch Mechanische Analyse
EFVK	Endlosfaserverstärkte Kunststoffe
EP	Epoxidharze
FVK	Faserverstärkte Kunststoffe
FVC	Faservolumengehalt
HIP	Harzinfiltrationsprozesse
HM	High Modulus
HT	High Tenacity
IM	Intermediate Modulus
LVE-Bereich	Linear-Viskoelastischer-Bereich
max.	maximal
N	newtonsch
NN	nicht-newtonsch
PAN	Polyacrylnitril
RMS	Root mean square
RT	Raumtemperatur
RTM	Resin Transfer Molding
u.a.	unter anderem
UHM	Ultra High Modulus
UP	Ungesättigte Polyesterharze

Abkürzung	Beschreibung
v. a.	vor allem
VE	Vinylesterharze
vgl.	vergleiche
Vol.-%	Volumenprozent
Gew.-%	Gewichtsprozent
xE-y	$x10^{-y}$

Abbildungsverzeichnis

Abb. 1-1: Aufbau der Arbeit	4
Abb. 2-1: Aufbau und Funktionsprinzip eines RTM-Werkzeuges [Bildquelle: Airbus Helicopters]	7
Abb. 2-2: Epoxidgruppe	12
Abb. 2-3: Branchenspezifische Bauteil-, Werkzeug- und Prozesseigenschaften.....	16
Abb. 2-4: 1D-Scherströmung	17
Abb. 2-5: Einteilung für zeitunabhängiges Fließverhalten	19
Abb. 2-6: Fließverhalten von zeitabhängigen Fluiden	20
Abb. 2-7: Geschwindigkeitsverteilungen laminarer Rohrströmungen in Abhängigkeit des Fließindexes	22
Abb. 2-8: Geometrie des Platte-Platte-Messsystems	24
Abb. 2-9: Geometrie des Kegel-Platte-Messsystems	24
Abb. 2-10: Vergleich von isothermer (links) und variothermer (rechts) Viskositätsentwicklung von Epoxidharzen.....	28
Abb. 2-11: Entwicklung des Druckgradienten bei konstantem Injektionsdruck für fortschreitende Fließfrontpositionen	38
Abb. 3-1: Viskositätsverläufe der bei Raumtemperatur härtenden Harzsysteme	50
Abb. 3-2: Viskositätsverläufe des hochreaktiven Epoxidharzsystems EPIKOTE05475/EPI-KURE05443.....	52
Abb. 3-3: Viskositätsverläufe des Harzsystems RTM6 bei 80, 100 und 120 °C	53
Abb. 3-4: Viskositätsverläufe des Harzsystems ST15 bei 80, 120 und 150 °C	54
Abb. 3-5: Ergebnisse der Sprungversuche mit dem Harzsystem ST15 bei 150 °C	56
Abb. 3-6: Viskositätsverläufe des Harzsystems PR520 bei 105 und 165 °C.....	58
Abb. 3-7: Temperaturabhängige Viskositätsentwicklung des Harzsystems RIMR135/RIMH1366 ($\gamma = 50$ 1/s).....	59
Abb. 3-8: Viskositätsverläufe für das Harzsystem RIMR135/RIMH1366 bei verschiedenen Temperaturen 15 min nach dem Anmischen.....	60
Abb. 3-9: Zeitliche Entwicklung des Viskositätsverlaufs bei 30 °C für das Harzsystem RIMR135/RIMH1366	61

Abb. 3-10: Test auf transiente Anlaufeffekte - Viskositätsverläufe des Harzsystems RIMR135/RIMH1366 bei 30 °C bei unterschiedlicher Messpunktdauer.....	62
Abb. 3-11: Ergebnisse des Sprungversuchs mit dem Harzsystem RIMR135/RIMH1366 bei 25 °C	63
Abb. 3-12: Test auf viskose Erwärmung – Temperaturverlauf der Harzkomponente während des Scherratenweeps.....	65
Abb. 3-13: Wiederkehrende Scherverdünnung des Harzsystems RIMR135/RIMH1366 nach Temperaturerhöhung.....	66
Abb. 3-14: Viskositätsverläufe des Harzsystems RIMR135/RIMH1366 für variierende Mischungsverhältnisse bei 25 °C	67
Abb. 3-15: Viskositätsverlauf der Härterkomponente RIMH1366 bei 25 °C	68
Abb. 3-16: Hot-Stage-Mikroskop-Aufnahmen bei unterschiedlichen Temperaturen eines in eine Härtermenge eingebrachten und mit Farbpartikeln vermischten Harztropfens	69
Abb. 3-17: Amplitudentest des Harzsystems RIMR135/RIMH1366 bei 20, 25, 30, 35 und 40 °C.....	70
Abb. 3-18: Ergebnisse der kombinierten oszillatorischen (links) und rotatorischen (rechts) Messung für das Harzsystems RIMR135/RIMH1366 bei 30 °C	73
Abb. 3-19: Einfluss der Frequenz auf die Modulverläufe und die komplexe Viskosität im Amplitudentest bei 25 °C.....	75
Abb. 3-20: Modulverläufe und komplexe Viskosität der Amplitudentests bei 20, 25, 30 und 35 °C.....	76
Abb. 3-21: Einfluss der Deformation auf die Modulverläufe (links) und die komplexe Viskosität (rechts) im Frequenztest bei 25 °C	77
Abb. 3-22: Vergleich von dynamischem und komplexem Viskositätsverlauf bei 25 °C.....	79
Abb. 4-1: Viskositätsverlauf für den gemessenen und den newtonschen Fall des Harzsystemes RMR135/RIMH1366 bei 30 °C 15 min nach dem Anmischen.....	85
Abb. 4-2: Satingewebe schematisch (links oben: Draufsicht, links unten: Schnittansicht) und real (rechts).....	86
Abb. 4-3: Schliffbild aus dem Intra-Yarn-Bereich eines Rovings [11] (links) und schematische Darstellung der kubischen (rechts oben) und hexagonalen (rechts unten) Packungsart für zylindrische Filamente.....	87

Abb. 4-4: Vergleich von Messdaten mit Viskositätsmodellen.....	90
Abb. 4-5: Einheitszellen und Parameter der kubischen (links) und hexagonalen (rechts) Packungsart	91
Abb. 4-6: Frontansichten der vernetzten Kanalgeometrien.....	92
Abb. 4-7: Schematische Darstellung der Einzelschritte zur Durchführung der Strömungssimulation auf Mesozellenebene.....	92
Abb. 4-8: Ergebnisse der Konvergenzstudie für das 7-Lagenmodell	94
Abb. 4-9: Netz der Mesozelle für das 9-Lagenmodell mit farblicher Kennzeichnung der Randbedingungen	95
Abb. 4-10: Konturplot der Scherratenverteilung für den nicht-newtonschen Fall im Fließkanal der hexagonalen Einheitszelle mit $V_f = 49,2 \%$ und $\nabla p = 100 \text{ bar/m}$ (linear skaliert)	98
Abb. 4-11: Histogramm - Scherratenverteilung bei nicht-newtonscher Betrachtung für den Fließkanal der hexagonalen Einheitszelle mit $V_f = 49,2 \%$	101
Abb. 4-12: Histogramm - Scherratenverteilung bei nicht-newtonscher Betrachtung für den Fließkanal der hexagonalen Einheitszelle mit $V_f = 65,3 \%$	101
Abb. 4-13: Histogramm - Scherratenverteilung bei nicht-newtonscher Betrachtung für den Fließkanal der hexagonalen Einheitszelle mit $V_f = 90,7 \%$	102
Abb. 4-14: Übersicht der mittleren Scherraten für die Einheitszellen	106
Abb. 4-15: Übersicht der mittleren Viskositäten für die Einheitszellen	107
Abb. 4-16: Übersicht der Geschwindigkeitsverhältnisse aus strukturviskoser und newtonscher Betrachtung	108
Abb. 4-17: Übersicht über die Scherratenverteilung der Mesozelle mit $V_f = 49,7 \%$	112
Abb. 4-18: Übersicht über die Scherratenverteilung der Mesozelle mit $V_f = 64,2 \%$	112
Abb. 4-19: Übersicht der mittleren Scherraten für die Mesozellen	113
Abb. 4-20: Übersicht der mittleren Viskositäten und der Massenstromverhältnisse für die Mesozellen	114
Abb. 5-1: Abhängigkeit des normierten Massenstroms im Mikroflussbereich vom Druckgradienten.....	117

Abb. 5-2: Abhängigkeit des Massenstroms im Makroflussbereich vom Druckgradienten	118
Abb. 5-3: Prinzipskizze des Versuchsaufbaus für statische Infiltrationsversuche ...	120
Abb. 5-4: Kavität des Versuchsaufbaus für statische Infiltrationsversuche	121
Abb. 5-5: Beispielbilder aus der Versuchsdurchführung der gesättigten Messung.....	122
Abb. 5-6: Massenströme der gesättigten Infiltrationsversuche in Abhängigkeit von Faservolumengehalt und Druckgradient	124
Abb. 6-1: Amplitudenverläufe der verwendeten Schwingsysteme	131
Abb. 6-2: Prinzipskizze (links) und realer Versuchsaufbau (rechts) der vibrationsunterstützten Vakuuminfusionsversuche.....	132
Abb. 6-3: Beispielaufnahme von einem gültigen Versuch mit gerader Fließfront (links) und einem ungültigen mit Race-Tracking (rechts)	132
Abb. 6-4: Fließfrontfortschritt der Vakuuminfusionsversuche mit Epoxidharz (VI-Epoxy_V1-9).....	135
Abb. 6-5: Fließfrontfortschritt der Vakuuminfusionsversuche mit Speiseöl.....	137
Abb. 6-6: Graphische Darstellung des im Ultraschall C-Scan ermittelten Dämpfungssignals	139
Abb. 6-7: Porenanteile der Vakuuminfusionsversuche	141
Abb. 6-8: CAD-Modell des RTM-Versuchsaufbaus (links) und Aufnahme der realen Werkzeughälften (rechts)	143
Abb. 6-9: Prinzipskizze des Versuchsaufbaus der ungesättigten RTM-Vorversuche (Version 1)	144
Abb. 6-10: Versuchsaufbau RTM-Injektion für ungesättigte Messungen bei 30 °C.....	146
Abb. 6-11: Momentaufnahmen der Füllvorgänge aus der RTM-Vorversuchsreihe...	147
Abb. 6-12: Fließfrontpositionen der RTM-Vorversuche.....	148
Abb. 6-13: Massenstromverlauf und Vibrationshistorie des Versuchs RTM-2-ges-V2 während der Sättigungsphase.....	152
Abb. 6-14: Massenstromverlauf und Vibrationshistorie von RTM-2-ges-V2 bei $p_{inj} = 0,5$ bar.....	153
Abb. 6-15: Massenstromverlauf von RTM-2-ges-V2 bei $p_{inj} = 0,6$ bar und $f = 60$ Hz.....	153
Abb. 6-16: Visualisierung der Faserverschiebungen im Versuch RTM-2-ges-V2	154

Abb. 6-17: Massenstromverlauf von RTM-2-ges-V2 bei $p_{inj} = 0,6$ bar und $f = 10$ Hz	154
Abb. 6-18: Mittlere Massenstromverhältnisse von Versuch RTM-3-ges-V2	155
Abb. 6-19: Mittlere Massenstromverhältnisse von Versuch RTM-3-ges-V1	156
Abb. 6-20: Prinzipskizze des Versuchsaufbaus der ungesättigten RTM-Versuche – (Version 2 und 3)	157
Abb. 6-21: Momentaufnahmen des Versuchs 14 zu den Ankunftszeiten der Fließfront an den Markierungslinien 1, 11, 21, 31, 41, 51, 81 und 87.....	159
Abb. 6-22: Fließfrontfortschritt der ungesättigten RTM-Versuche mit 7 Lagen	160
Abb. 6-23: Massenstromverläufe der ungesättigten RTM-Versuche mit 7 Lagen	161
Abb. 6-24: Mittlere Massenstromverläufe der ungesättigten RTM-Versuche mit 7 Lagen.....	162
Abb. 6-25: Fließfrontfortschritt der ungesättigten RTM-Versuche mit 8 Lagen	162
Abb. 6-26: Fließfrontfortschritt der ungesättigten RTM-Versuche mit 9 Lagen bei Raumtemperatur	163
Abb. 6-27: Mittlere Massenstromverläufe der ungesättigten RTM-Versuche bei Raumtemperatur mit 9 Lagen	164
Abb. 6-28: Fließfrontfortschritt der ungesättigten RTM-Versuche mit 9 Lagen bei 30 °C.....	166
Abb. 6-29: Massenstromverläufe der ungesättigten RTM-Versuche mit 9 Lagen bei 30 °C.....	166
Abb. 6-30: Mittlerer Fließfrontfortschritt der ungesättigten RTM-Versuche bei 30 °C	167
Abb. 6-31: Mittlere Massenstromverläufe der ungesättigten RTM-Versuche bei 30°C	167
Abb. 8-1: Effektiver Injektionsdruck mit überlagerter Oszillation	177
Abb. A-1: Viskositätsverläufe des Harzsystems RTM6 bei 80 °C	193
Abb. A- 2: Zeitliche Entwicklung des Viskositätsverlaufs bei 30 °C für das Harzsystem RIMR135/RIMH1366 ab Zyklus 9	194
Abb. A- 3: Test auf viskose Erwärmung – Temperaturverläufe der Silikonöl-Proben während des Scherratenweeps.....	195
Abb. A- 4: Test auf viskose Erwärmung – Temperaturverläufe der Luftmessungen während des Scherratenweeps	196

Abb. A- 5: Wiederholungsmessungen des Amplitudentests mit dem Harzsystem RIMR135/RIMH1366 bei 25 °C	197
Abb. A- 6: Cox-Merz-Diagramm ermittelt aus den rotatorischen Messungen und den Frequenztests bei 25 °C	197

Tabellenverzeichnis

Tab. 2-1: Anwendungsrelevante Eigenschaften gängiger Chemiefasern [7]	8
Tab. 2-2: Übersicht mechanische Eigenschaften und Dichte von Reaktionsharzen [7]	12
Tab. 3-1: Übersicht untersuchter Harzsysteme.....	48
Tab. 3-2: Standardmessprogramm zur Bestimmung des Viskositätsverlaufs	49
Tab. 3-3: Messprogramm zur Bestimmung des Viskositätsverlaufs hochreaktiver Harzsysteme	51
Tab. 3-4: Messprogramm der Sprungversuche mit ST15 bei 150 °C.....	55
Tab. 3-5: Mittlere Viskositätsänderung von ST15 bei 150 °C für Scherraten sprünge von 10 auf 50 und 50 auf 10 1/s	57
Tab. 3-6: Mittlere Viskositätsänderung des Harzsystems RIMR135/RIMH1366 bei 25 °C im Sprungversuch	63
Tab. 3-7: Messprogramm der kombinierten oszillatorischen und rotatorischen Messung	72
Tab. 4-1: Übersicht der Ziel-Faservolumenanteile	87
Tab. 4-2: Parameterwerte für das Bird-Carreau-Yasuda-Modell (links) und das CARPOW-Modell (rechts)	89
Tab. 4-3: Parameterwerte und resultierende Faservolumenanteile der Einheitszellen	91
Tab. 4-4: Wertetabelle und Skizze der Mesozelle für das 7- und 9-Lagenmodell	93
Tab. 4-5: Parameterwerte der diskretisierten Modelle	95
Tab. 4-6: Übersicht - Konturplots der Scherratenverteilung für den nicht- newtonschen Fall in den Fließkanälen der hexagonalen Einheitszellen (linear skaliert).	100
Tab. 4-7: Übersicht - Konturplots der Viskositätsverteilung für den nicht- newtonschen Fall in den Fließkanälen der hexagonalen Einheitszellen (logarithmisch skaliert).....	103
Tab. 4-8: Vergleich - Konturplots der Geschwindigkeitsverteilung für den nicht-newtonschen und newtonschen Fall im Fließkanal der hexagonalen Einheitszelle mit $V_f = 65,3 \%$	105
Tab. 4-9: Konturplot der Scherratenverteilung in der mittleren Schnittebene der Mesozelle mit $V_f = 49,7 \%$ parallel zur Strömungsrichtung (logarithmisch skaliert)	109

Tab. 4-10: Konturplot der Scherratenverteilung in der mittleren Schnittebene der Mesozelle mit $V_f = 64,2\%$ parallel zur Strömungsrichtung (logarithmisch skaliert).....	111
Tab. 5-1: Parameter der gesättigten Infiltrationsversuche	123
Tab. 6-1: Parameter der verwendeten Schwingsysteme	130
Tab. 6-2: Prozessgrößen und mittlere Plattendicken der Vakuuminfusionsversuche mit entgastem Harz	136
Tab. 6-3: Prozessgrößen der Vakuuminfusionsversuche mit nicht-entgastem Harz	140
Tab. 6-4: Ergebnisse der Porositätsbestimmung durch chemisches Auskochen	140
Tab. 6-5: Parameterkonfiguration und Versuchsreihenfolge der RTM-Vorversuche.....	145
Tab. 6-6: Parameterkonfigurationen der gesättigten RTM-Versuche mit Vibrationsunterstützung	151
Tab. 6-7: Parameterwerte der ungesättigten RTM-Injektionsversuche mit Schwingsystem RTM-3	158
Tab. 6-8: Parameterwerte der ungesättigten RTM-Injektionsversuche mit Schwingsystem RTM-1.1	165
Tab. A-1: Angaben zu den generierten CFD-Netzen der Kubischen Einheitszellen	198
Tab. A- 2: Angaben zu den generierten CFD-Netzen der Hexagonale Einheitszellen	198
Tab. A- 3: Massenströme für den Mikroflussbereich der nicht-newtonschen Betrachtungsfälle.....	199
Tab. A- 4: Massenströme für den Mikroflussbereich der newtonschen Betrachtungsfälle.....	199
Tab. A- 5: Mittlere Druckgradienten und Standardabweichungen der gesättigten Infiltrationsversuche ohne Vibrationsunterstützung	200
Tab. A- 6: Versuchsdaten der RTM-Vorversuchsreihe	201

1 Endlosfaserverstärkte Kunststoffe

Die Faserverbundbauweise ist keine Idee menschlichen Ursprungs, sondern wurde aus der Natur in die Technik übernommen. Sie ist ein Ergebnis Jahrmillionen langer Evolution und gilt in der Natur als bestgeeignetste Leichtbaulösung. Typische Beispiele sind Tragstrukturen aus Flora (Stängel und Stämme) und Fauna (Knochen). [1]

Der Trumpf eines jedes Verbundwerkstoffes ist, dass durch die geschickte Kombination von unterschiedlichen Materialien ein Werkstoff entsteht, dessen technische Eigenschaften denen der Ausgangsmaterialien deutlich überlegen sind. In faserverstärkten Kunststoffen (FVK) tragen die Fasern die mechanischen Lasten, wohingegen die Matrix für die Lasteinleitung in die biegeweichen Faser verantwortlich ist und diese vor Korrosions- und Witterungseinflüssen schützt. Fasern, insbesondere von spröden Materialien, weisen nach Griffith [2], aufgrund der geringeren Wahrscheinlichkeit Fehlstellen mit einer kritischen Größe sog. *Griffith flaws* zu enthalten, deutlich höhere Festigkeitswerte auf, als Strukturen mit kleinerem Aspektverhältnis.

Auch der älteste Konstruktionswerkstoff der Menschheit, Holz, ist nach dem Prinzip der Faserverbundbauweise aufgebaut. Hochfeste Cellulosefasern sind in eine Matrix geringer Dichte (Lignin) eingebettet. Erst im Laufe der letzten Jahrhunderte wurde Holz durch Metalle ersetzt. [1]

Aktuell ist gewissermaßen eine Rückkehr zum altbewährten Prinzip von Leichtbauwerkstoffen zu beobachten. Es kommen vermehrt endlosfaserverstärkte Kunststoffe (EFVK) in modernen Tragstrukturen im Flugzeugbau und im Automobilbau zum Einsatz. Beispiele sind der Airbus A350, dessen Rumpfstruktur zu mehr als 50 % aus carbonfaserverstärktem Kunststoff (CFK) besteht, und der BMW i3, dessen Fahrgastzelle vollständig aus CFK aufgebaut ist.

Leichtbaustrukturen wird außerdem ein zunehmender Einsatz prognostiziert. Die Hauptursachen hierfür sind der weltweit steigende Energiebedarf und die damit verbundene Umweltproblematik. Leichtere Werkstoffe ermöglichen sowohl eine effizientere Erzeugung als auch einen effizienteren Einsatz von Energie. Vorrangig sind hier die Sektoren Windenergie, Automobilbau und Luftfahrt als Beispiele zu nennen. [3, 4]

Technische Argumente für die Substitution metallischer Werkstoffe mit FVK sind meist ihre überlegenen gewichtsbezogenen mechanischen Eigenschaften (spezifische Steifigkeit und Festigkeit). Weitere Vorteile liegen im Bereich der Funktionsintegration. Hier sind in erster Linie mechanische (Integralbauweise), elektronische (Sensorik) und chemische Funktionen (Schutzschichten) zu nennen. Die Integration von Zusatzfunktionen ist durch den „lagenweisen“ Aufbau von FVK einfacher möglich als bei

metallischen Werkstoffen. Darüber hinaus bieten Kunststoffe als Matrixwerkstoff ein breites Eigenschaftsportfolio.

Diesen Potentialen stehen aktuell vor allem bei CFK noch hohe Kosten gegenüber, die zum einen auf den hohen Preis des textilen Precursors aus Polyacrylnitril und zum anderen auf die gering automatisierten und wenig robusten Produktionsprozesse zurückzuführen sind. Aktuelle Studien erwarten keine dramatische Kostenreduktion der Ausgangsmaterialien, so dass als Stellhebel für einen weiter zunehmenden Einsatz von CFK in erster Linie effizientere Herstellungsverfahren zu nennen sind. [3, 4]

Weitere Herausforderungen für einen vermehrten Einsatz von FVK bestehen in deren Kombination mit metallischen Bauteilen. Diese Mischbauweise gilt aktuell als besonders aussichtsreiches Konzept für zukünftige Leichtbaustrukturen, bedarf jedoch für eine breitere Anwendung der Weiterentwicklung werkstoffgerechter, kosten- und aufwandsarmer Füge-technologien. Das Hauptaugenmerk aus werkstofflicher Sicht liegt dabei auf der thermischen und chemischen Kompatibilität (Eigenspannungen und Korrosion) der eingesetzten Materialien. [5]

Als dritter und letzter wesentlicher Handlungsbedarf für einen vermehrten Einsatz von FVK sei noch die werkstoffspezifische Bauteilauslegung genannt. Aktuelle Bauteile aus FVK weisen häufig noch eine ähnliche Form und vergleichbare mechanische (isotrope) Eigenschaften wie ihre metallischen Vorgänger auf (*Black Metal*). Das volle Leichtbaupotential, vor allem von EFVK, kann technisch und wirtschaftlich jedoch nur bei Beherrschung und Ausnutzung ihrer anisotropen Materialeigenschaften erschlossen werden.

1.1 Motivation und Ziele

Die vorliegende Arbeit verfolgt das Ziel, durch die Generierung eines tieferen Verständnisses die Effektivität von Harzinfiltrationsprozessen (HIP) zur Herstellung EFVK zu steigern. Ein besseres Prozessverständnis ermöglicht eine präzisere Prozessauslegung und damit eine Herstellung qualitativ hochwertiger Bauteile bei reduziertem Aufwand hinsichtlich von Materialeinsatz, Prozesskosten und Zykluszeit.

Eine vollständige Infiltration der trockenen Faserstruktur gilt zusammen mit der parallel ablaufenden Aushärtung bzw. Vernetzung duroplastischer Formmassen als entscheidend für die Herstellung hochbelastbarer EFVK. Die Konsequenzen mangelhaft ausgelegter Tränkungsprozesse sind einerseits Fehlerbilder wie überhöhte Porositäten oder nicht getränkte Bereiche (*Dry Spots*) andererseits unnötig lange Zykluszeiten. Ersteres wirkt sich negativ auf die mechanischen Eigenschaften des Bauteils aus und Letzteres führt zu überhöhten Kosten.

Den größten Anteil der Zykluszeit bei der Herstellung EFVK mit duroplastischer Matrix nimmt die Vernetzungsreaktion in Anspruch. Dies hat in den vergangenen Jahren zur Entwicklung hochreaktiver Harzsysteme geführt, was die Notwendigkeit an präzise

ausgelegten Infiltrationsprozessen weiter steigert. Die Prozessschritte Infiltration und Aushärtung sind, bedingt durch die unmittelbar nach Vermischung der Harzkomponenten einsetzende Aushärtung, untrennbar miteinander verbunden. Eine schnellere Infiltration erlaubt die Verarbeitung schneller aushärtender Harzsysteme, so dass nicht nur die eingesparte Infiltrationszeit die Zykluszeit reduziert, sondern auch die verkürzte Aushärtedauer.

Aktuelle Softwarelösungen zur Simulation des Infiltrationsprozesses berücksichtigen bereits aushärtebedingte Viskositätsänderungen. Eine Abhängigkeit der Viskosität von der Scherrate, wie sie bei aktuellen Harzsystemen vorhanden ist (siehe Kapitel 3.1), wird jedoch nicht berücksichtigt. Gleichzeitig konnten keine aktuellen Studien über das Fließverhalten gängiger Epoxidharzsysteme gefunden werden. Ausgehend von dieser Forschungslücke werden folgende Fragen abgeleitet:

1. Welches Fließverhalten zeigen aktuelle und zukünftige Infiltrationsharzsysteme?
2. Welche Auswirkungen hat das identifizierte Fließverhalten auf Infiltrationsprozesse?
3. Für welche Materialien, Bauteile und Prozesse muss das identifizierte Fließverhalten in der Prozessauslegung berücksichtigt werden?
4. Wie kann das identifizierte Fließverhalten in zukünftigen Infiltrationsprozessen zur Steigerung deren Effektivität genutzt werden?
5. Welches Potential birgt eine derartige Prozessweiterung?

1.2 Aufbau der Arbeit

Der Aufbau der Arbeit orientiert sich an der Reihenfolge der soeben formulierten fünf Forschungsfragen. Den Kern der Arbeit bilden die in Kapitel 3 – 6 vorgestellten eigenen Versuchs- und Simulationsergebnisse.

In Kapitel 2 werden die für das Verständnis der Arbeit notwendigen technischen und wissenschaftlichen Grundlagen geschaffen. Dabei werden die relevanten Materialien und Prozesse vorgestellt sowie die verwendeten Modellvorstellungen und Messmethoden. Darüber hinaus werden die bereits in der Literatur vorhandenen Erkenntnisse zur Beantwortung der Forschungsfragen wiedergegeben. Kapitel 2 repräsentiert so den Stand der Technik und Wissenschaft zum bearbeiteten Thema.

Kapitel 3 enthält die Beschreibung und Ergebnisse der rheologischen Experimente. Das erste Unterkapitel verschafft einen Überblick über das Fließverhalten gängiger Epoxidharzsysteme aus den Bereichen Windkraft, Boots-, Maschinen- und Automobilbau sowie der Luftfahrt. Im zweiten Unterkapitel wird ein Harzsystem für eine ausführliche rheologische Studie ausgewählt und charakterisiert. Dieses Harzsystem wird sowohl im Simulationsteil der Arbeit als auch in den praktischen Füllversuchen verwendet. Kapitel 3 liefert die Antwort auf Frage 1.

Die Fragen 2 und 3 werden in Kapitel 4 im Rahmen einer simulativen Parameterstudie beantwortet. Simuliert wird der Fluss durch trockene Faserarchitekturen auf Basis idealisierter Einheitszellen. Dies erfolgt sowohl für den Fluss innerhalb eines Rovings (Mikrofluss) und zwischen Rovings (Makrofluss). Es wird ein Vergleich zu den Auswirkungen von newtonschem und scherverdünnendem Fließverhalten auf HIP unter Variation wichtiger Prozessgrößen angestellt. Auf Basis der Ergebnisse dieses Kapitels erfolgt die Auslegung der praktischen Füllversuche.

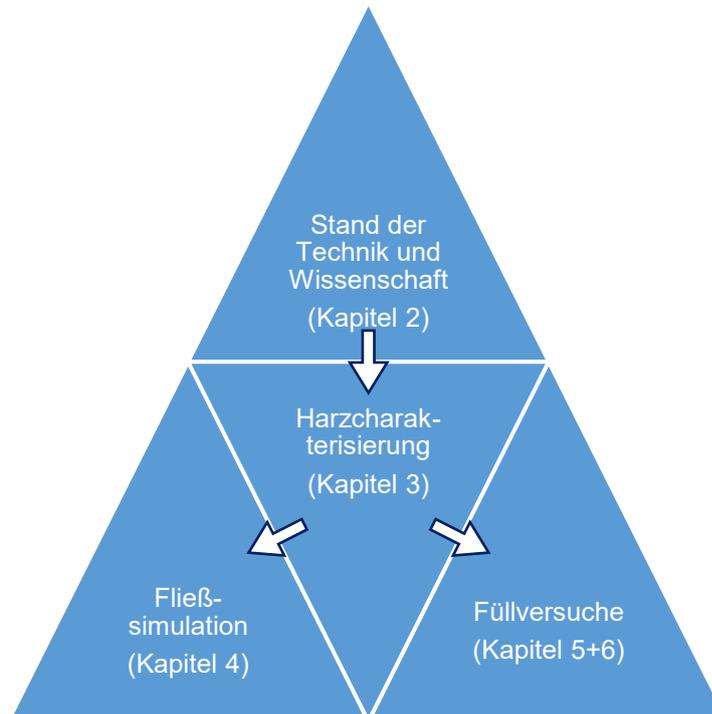


Abb. 1-1: Aufbau der Arbeit

Die statischen Füllversuche zur Validierung der Simulationsergebnisse sind Gegenstand von Kapitel 5. Es werden das Versuchsprinzip und der entwickelte Versuchsaufbau beschrieben. Abschließend werden die Versuchsergebnisse vorgestellt und diskutiert.

Der Inhalt von Kapitel 6 sind vibrationsunterstützte Füllversuche. Diese werden sowohl für den gesättigten als auch den ungesättigten Fall betrachtet. Letztere werden in einem Vakuumsackprozess als auch im RTM-Verfahren durchgeführt. Anhand dieser Versuche wird der Prinzipnachweis für die Übertragbarkeit von in der Literatur identifizierten Effekten einer Vibrationsunterstützung in HIP auf reale Faser- und Matrixmaterialien geführt. Analog zu Kapitel 5 werden die Versuchsprinzipien, der Versuchsaufbau, die Versuchsdurchführung und die Versuchsergebnisse besprochen. Die Ergebnisse dieses Kapitels liefern die Antwort auf die Forschungsfragen 4 und 5.

Kapitel 7 und 8 fassen die wichtigsten Erkenntnisse der Arbeit zusammen und geben einen Ausblick auf mögliche Inhalte zukünftiger Forschungsarbeiten sowie Hinweise zu den Auswirkungen einer Vibrationsunterstützung in HIP.

2 Grundlagen Harzinfiltrationsprozesse

Die ersten Bauteile aus FVK mit Endlosfaserverstärkung wurden im Handlaminierverfahren hergestellt. In aktuellen Produktionsprozessen in den Bereichen Luftfahrt, Automobilbau und Windkraft wurde dieses Verfahren weitestgehend durch die Verwendung vorimprägnierter textiler Halbzeuge (*Prepreg*) und durch Harzinfiltrationsverfahren abgelöst. Die Prepreg-Technologie ist im Luftfahrtbereich der dominierende Herstellprozess, wird aber zunehmend von HIP abgelöst, vor allem bei Bauteilen mit komplexer Geometrie und Bauteilen, die in erhöhter Stückzahl produziert werden. Der Vorteil von HIP liegt aus technischer Sicht u. a. in der besseren Drapierbarkeit einer noch trockenen Verstärkungsstruktur, so dass der Vorteil der Integralbauweise von FVK verstärkt genutzt werden kann. Darüber hinaus zeichnen sie sich durch kurze Zykluszeiten aus. Diesbezüglich ist vor allem der RTM-Prozess zu nennen, an welchem nachfolgend stellvertretend für alle HIP das Grundprinzip erläutert wird.

In Abb. 2-1 ist eine Schnittansicht durch ein RTM-Werkzeug dargestellt. Die Kavität, in welche die Verstärkungsstruktur - auch Faservorformling oder Preform genannt - eingelegt wird, bilden die drei Formhälften. Das Matrixmaterial wird in flüssiger Form über eine Einlassöffnung (Anguss) injiziert und imprägniert die trockene Faserstruktur. Nachdem die Kavität vollständig gefüllt ist, werden die Aus- und Einlassventile ge-

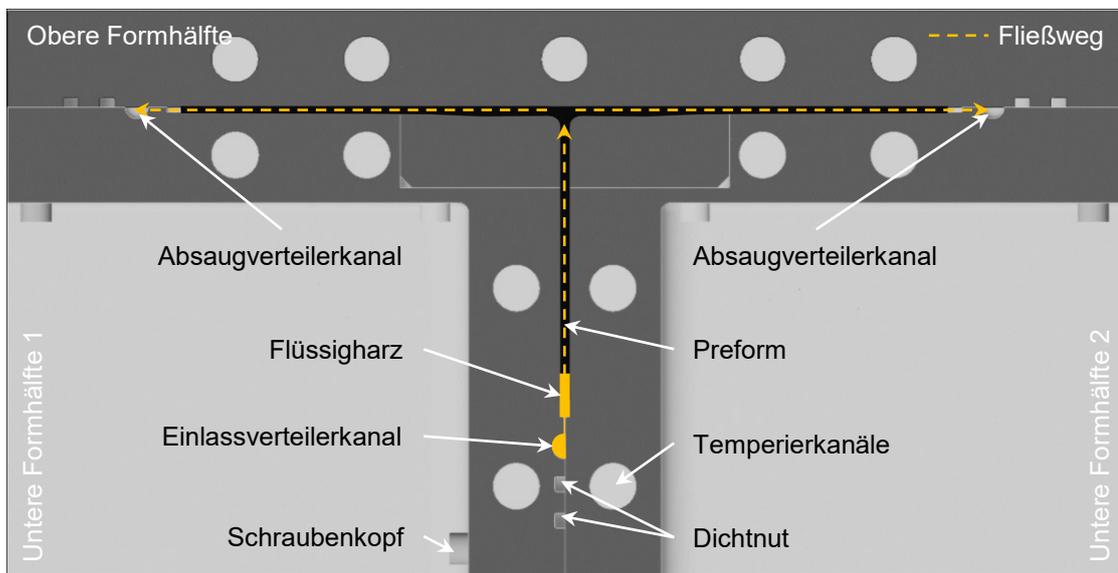


Abb. 2-1: Aufbau und Funktionsprinzip eines RTM-Werkzeuges [Bildquelle: Airbus Helicopters]

Dargestellt ist ein Versuchswerkzeug zur Herstellung von T-Trägern (schwarz dargestellt).

schlossen. Ab Erreichen des geforderten Aushärtegrades der Matrix kann das Werkzeug geöffnet und das fertige Bauteil entnommen werden.

2.1 Materialien

Bei der Diskussion der Materialien zur Herstellung von FVK ist zwischen Faser- und Matrixmaterialien zu unterscheiden. Die Fasermaterialien lassen sich weiter unterteilen in Kurz-, Lang-, und Endlosfasern und bei polymeren Matrixmaterialien wird zwischen Duro- und Thermoplast differenziert. Nachfolgend werden die wesentlichen Eigenschaften der Ausgangsprodukte von FVK vorgestellt. Neben mechanischen Kennwerten sind dies tränkungsrelevante Kriterien. Besonderes Augenmerk wird dabei auf die in der vorliegenden Arbeit ausschließlich verwendeten endlosfaserverstärkten Epoxidharze gelegt.

2.1.1 Endlosfaserverstärkung

Für die Herstellung von FVK mit Endlosfaserverstärkung stehen eine Vielzahl von Faserarten und Textiltypen zur Verfügung. Einen Überblick über die am häufigsten eingesetzten Vertreter verschafft dieses Unterkapitel.

Als Materialien für Verstärkungsfasern sind in erster Linie Glas-, Carbon-, Aramid- und Naturfasern (Hanf, Flachs, Jute, Sisal etc.) zu nennen. Letztere gewinnen sowohl aus ökologischen als auch ökonomischen Gründen vermehrt an Bedeutung, werden aber in Hochleistungsbauteilen aufgrund der für Naturprodukte typischen Eigenschaftsschwankungen und geringeren thermischen Belastbarkeit selten eingesetzt [6]. Innerhalb einer Gruppe sind weitere Untergruppen mit unterschiedlichen Eigenschaften vorzufinden. In Tab. 2-1 ist eine kurze Übersicht über Faserarten und deren für technische Anwendungen wesentlichen Eigenschaften gegeben. Die angegebenen Werte sind als Richtwerte zu verstehen.

Tab. 2-1: Anwendungsrelevante Eigenschaften gängiger Chemiefasern [7]

	Glas		Carbon		Aramid	
	S-Typ	E-Typ	HT (PAN)	UHM (PAN)	Kevlar 49	Kevlar 149
Zugmodul [GPa]	90	80	240	540	135	185
Zugfestigkeit [GPa]	4,5	3,5	3,75	1,85	3,5	3,4
Bruchdehnung [%]	5,7	4,0	1,6	0,4	2,8	2,0
Dichte [g/cm³]	2,46	2,54	1,78	2,0	1,45	1,47
T_{max} [°C]	300	350	500	600	300	300

Glasfasern werden aus der Glasschmelze gewonnen. Sie sind aufgrund ihres günstigen Preis-Leistungsverhältnisses die mit Abstand meist eingesetzten Verstärkungsmaterialien im globalen Composites-Markt [8]. Je nach Zusammensetzung der Glasschmelze unterscheidet man zwischen verschiedenen Typen, handelsüblich sind Typ E, C, R, S und D [9]. E-Glasfasern wurden ursprünglich für den Einsatz in elektrischen Anwendungen entwickelt und sind die am häufigsten in FVK eingesetzten Glasfasern. S-Glasfasern zeichnen sich durch eine erhöhte Bruchfestigkeit und Steifigkeit aus und sind besonders beständig gegen Feuchtigkeit. [7]

Das Ausgangsmaterial (Precursor) für Kohlenstoff- bzw. Carbonfasern ist überwiegend Polyacrylnitril (PAN) wobei grundsätzlich auch organische Fasern (Lignin) oder Pech möglich sind. Über den Zeit- und Temperaturverlauf während der Carbonisierung im Herstellungsprozess kann die sich ausbildende Graphitstruktur und damit die mechanischen Eigenschaften beeinflusst werden. Eine Zunahme im Zugmodul geht dabei grundsätzlich mit einer Abnahme der Zugfestigkeit einher. Man unterscheidet deshalb zwischen hochfesten (HT¹) und hochmoduligen (UHM²) Fasern. Als weitere Zwischenstufen sind IM³- und HM⁴-Fasern zu nennen. [7, 9]

Als Besonderheiten der Carbonfasern sind deren hohe Wärmeleitfähigkeit und elektrische Leitfähigkeit sowie der leicht negative Ausdehnungskoeffizient in axialer Richtung zu nennen.

Carbonfasern haben sich aufgrund ihrer hervorragenden spezifischen mechanischen Eigenschaften in FVK etabliert [4] und es wird ein weiter zunehmender Einsatz prognostiziert [2–4]. Erstmals zur Anwendung kam das Material in militärischen Hochleistungsbauteilen um 1970. Sukzessive wurde es anschließend in Sportgeräten, der Raumfahrt, der zivilen Luftfahrt, im klassischen Maschinen- und Anlagenbau (Druckbehälter, Papierwalzen und Antriebswellen), in Rotorblättern von Windkraftanlagen und im Sportwagenbau eingesetzt [4] und findet aufgrund der aktuellen Energieknappheit und Umweltproblematik zunehmende Verbreitung [2, 3]. Mit dem Produktionsstart des Elektrofahrzeuges BMW i3, dessen Fahrgastzelle vollständig aus CFK aufgebaut ist, hat es im Jahr 2013 Einzug in die automobilen Serienproduktion gehalten.

Aramidfasern werden mittels Spinnprozessen aus gelösten aromatischen Polyamiden gewonnen, wovon sich auch deren Name ableitet. Analog zu Carbonfasern existieren auch bei Aramidfasern hochmodulige Typen (vgl. Tab. 2-1). Diese werden durch nachträgliche Streckvorgänge bei erhöhter Temperatur gewonnen und aufgrund der geringen Deformationen bei mechanischer Beanspruchung bevorzugt in FVK eingesetzt.

¹ High Tenacity

² Ultra High Modulus

³ Intermediate Modulus

⁴ High Modulus

Die Hauptanwendung von Aramidfasern stellen schusssichere Schutzkleidung bzw. Panzerungen dar. Ursache dafür ist die hohe Energieabsorption der Fasern durch ihre Neigung zum Aufspießen (Fibrillierung).

Hinsichtlich des Tränkungsverhaltens ist bei Betrachtung unterschiedlicher Faserarten in erster Linie der Filamentdurchmesser zu nennen. Er beeinflusst die Größe der sich ausbildenden Fließkanäle bei der Kombination mehrerer Filamente zu Rovingen oder Garnen und damit die Permeabilität und resultierende Kapillareffekte von Endlosfaserarchitekturen während der Infiltration. Mit zunehmendem Filamentdurchmesser nimmt bei sonst konstantem Faservolumengehalt die Permeabilität zu [10] und der Betrag des während der Tränkung wirkenden Kapillardrucks (siehe Gleichung (2-32)) ab. Typische Werte für Glas-, Carbon- und Aramidfasern sind 17 [8], 7 (Toho Tenax® HTA 5131) und 12 [11] μm .

Zusätzlich zum Filamentdurchmesser ist für die Kapillarwirkung der sich ausbildende Kontaktwinkel zwischen dem Filament und des noch flüssigen Matrixmaterials von Bedeutung. Dieser wird neben der auf das Filament applizierten Schlichte noch maßgeblich vom verwendeten Harzsystem beeinflusst. Eine direkte und alleinige Abhängigkeit des Kapillardrucks vom verwendeten Fasermaterial besteht nicht.

Für die Verarbeitung zu FVK werden aus Einzelfasern Rovinge bzw. Garne hergestellt. Diese werden entweder direkt als Endlosfaserverstärkung abgelegt oder zu flächigen Halbzeugen weiterverarbeitet. Zu den am häufigsten eingesetzten Textiltypen für Endlosfaserverstärkungen zählen Gelege und Gewebe. Gelege zeichnen sich aufgrund ihrer vergleichsweise ungestörten Faserorientierung durch hohe mechanische Kennwerte aus. Gewebe weisen, je nach Webmuster und Rovingabmessungen unterschiedlich ausgeprägte Ondulationen bzw. Faserwelligkeiten auf, welche eine Faserorientierung aus der Belastungsrichtung heraus zur Folge haben und somit die mechanischen Kennwerte herabsetzen. Vorteile von Geweben sind im Vergleich zu Gelegen eine erhöhte Drapierbarkeit und eine geringere Neigung zu Delaminationen als Folge von Schlag- bzw. Stoßbeanspruchungen. Gängige Webmuster sind die Leinwand- (1x1 Abbindung), Körper- (2x2 Abbindung) und Atlasbindung (1x4 Abbindung). In dieser Reihenfolge nehmen die Ondulationen der Garne ab und damit die Drapierbarkeit und mechanischen Eigenschaften zu. Die Handhabbarkeit nimmt mit abnehmender Ondulation aufgrund der abnehmenden Anzahl an „*Verschlaufungen*“ und somit mangelnden Zusammenhaltes ab.

Zur Bewertung des Tränkungsverhaltens bzw. der Permeabilität der vorgestellten Textiltypen sind erneut die sich ausbildenden Fließkanäle entscheidend. Letztere fallen bei Gelegen grundsätzlich kleiner aus als bei Geweben, so dass Gelege in der Regel weniger permeabel sind als Gewebe. Ursache sind wiederum die deutlich ausgeprägteren Ondulationen in Geweben.

In der vorliegenden Arbeit werden sämtliche Versuchsergebnisse und simulativen Betrachtungen unter Verwendung eines Carbonfasergewebes mit Atlas-Bindung (Hex-

force® G0926) erarbeitet. Dabei handelt es sich um ein in der Luftfahrt häufig eingesetztes Halbzeug für Endlosfaserverstärkungen.

2.1.2 Duroplastische Matrixmaterialien

Duroplastische Harzsysteme sind aufgrund ihrer geringen Viskosität besonders für die Verarbeitung in HIP geeignet [7, 9, 11–13]. Sie ermöglichen eine vollständige Benetzung und Imprägnierung faserverstärkter Strukturen bereits bei, im Vergleich zu Thermoplasten, deutlich geringeren Verarbeitungstemperaturen, so dass dafür ein deutlich geringerer Energieeinsatz erforderlich ist. Darüber hinaus gestalten sich die Materialauswahl und die Auslegung von Formwerkzeugen für niedrige Einsatztemperaturen deutlich einfacher. Die bis dato einzig bekannte Möglichkeit Bauteile aus endlosfaserverstärktem Thermoplast in Infiltrationsprozessen herzustellen bietet die in-situ Polymerisation von Capro- bzw. Laurinlactam (Polyamid 6 bzw. Polyamid 12) [7]. Die Entwicklung derartiger Verfahren haben in jüngster Vergangenheit aufgrund der typischen Vorteile von Thermoplasten gegenüber Duroplasten (Umformbarkeit, Schweißbarkeit, erhöhte Zähigkeit sowie Schmelz- und Rezyklierbarkeit) besonders für automobilen Anwendungen an Interesse gewonnen [14]. Jedoch ist ihr Reaktionsmechanismus mit der aktuellen Anlagentechnik und den verfügbaren Materialien noch nicht vollständig beherrschbar.

Duroplaste bestehen aus stark verzweigten bzw. engmaschig vernetzten Molekülketten, so dass sie bereits bei Raumtemperatur eine hohe Härte und sprödes Materialverhalten aufweisen. Die wichtigsten Vertreter in Kombination mit FVK sind die ungesättigten Polyester- und Vinylesterharze (UP bzw. VE) und die Epoxidharze (EP). [7]

Für die Herstellung von EFVK mit hohen mechanischen Anforderungen, wie sie im Flugzeug- und Automobilbau sowie für Rotorblätter von modernen Windkraftanlagen gefordert werden, kommen in erster Linie EP zur Anwendung [7, 11, 13]. Außerdem übertreffen die erreichbaren Glasübergangstemperaturen von EP von teilweise über 200 °C die von UP und VE deutlich und weisen eine geringere vernetzungsbedingte Schwindung und damit ein geringeres Maß an Eigenspannungen auf [11]. Nachfolgende Tabelle stellt eine Übersicht an mechanischen Eigenschaften der genannten Reaktionsharze und deren Dichte dar. Die angegebenen Werte sind als Richtwerte zu verstehen.

Tab. 2-2: Übersicht mechanische Eigenschaften und Dichte von Reaktionsharzen [7]

	UP	VE	EP
E-Modul (Zug) [kN/mm²]	2,8 – 3,5	2,9 – 3,1	2,8 – 3,4
Zugfestigkeit [N/mm²]	40 – 75	80	45 – 85
Bruchdehnung [%]	1,3 – 3,3	3,5 – 5,5	1,3 – 5,0
E-Modul (Biegung) [kN/mm²]	3,4 – 3,8	3,0 – 3,7	2,6 – 3,6
Biegefestigkeit [N/mm²]	80 – 130	120 – 240	100 – 130
Dichte [g/cm³]	1,25 – 1,30	~ 1,1	> 1,16

EP werden nahezu ausschließlich durch chemische Umsetzung von Bisphenol-A und Epichlorhydrin gewonnen [13]. Das Merkmal von noch nicht vernetzten EP ist die Epoxidgruppe (siehe Abb. 2-2), bestehend aus zwei Kohlenstoffatomen und einem Sauerstoffatom [11].

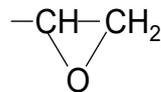


Abb. 2-2: Epoxidgruppe

EP polymerisieren unter Zugabe einer Härterkomponente nach dem Mechanismus einer Polyadditionsreaktion. Bei Härterkomponenten wird im Wesentlichen zwischen Anhydrid-Systemen (Dicarbonsäureanhydrid) und Amin-Systemen (cycloaliphatische und aromatische Polyamine) unterschieden [9]. Je nach Ausgangsmaterialien und Temperaturbereich existieren verschiedene Vernetzungsvarianten, die auch zur Ausbildung unterschiedlicher Netzwerkstrukturen führen [11, 15].

Hinsichtlich tränkungsrelevanter Eigenschaften von Duroplasten sind deren Viskosität, Reaktivität und Oberflächenspannung sowie die Ausbildung des Kontaktwinkels in Kombination mit dem Fasermaterial bzw. der applizierten Schlichte zu nennen. Der für HIP nutzbare Viskositätsbereich erstreckt sich je nach zur Verfügung stehender Anlagentechnik bis ca. 1 Pa s. Die Angabe einer absoluten Obergrenze für HIP ist nicht sinnvoll, da diese stets von den jeweiligen Prozessrandbedingungen abhängig ist. In der Literatur wird für die Frage nach dem Ende des Infiltrationsprozesses das Erreichen des Gelpunktes genannt [11, 13, 16]. Am Gelpunkt liegen jedoch Viskositätswerte von einigen Pa s vor, so dass bereits zu viel früheren Zeiten kein nennenswerter Fließfortschritt mehr zu verzeichnen ist.

Die Reaktivität eines Harzsystems hat Einfluss auf den Viskositätsanstieg und die Aushärtedauer. Auch hier gibt es je nach verwendetem Harzsystem große Unterschiede. Bei Raumtemperatur härtende Harzsysteme, wie sie u. a. bei der Herstellung von Rotorblättern von Windkraftanlagen zum Einsatz kommen, benötigen ca. 24 Stunden bis sie entformt werden können. Typische Härtungszyklen im Luftfahrt- bzw. Automobilbereich benötigen bei Temperaturen von 160 – 180 °C bzw. 80 – 140 °C 1,5 - 2 Stunden (siehe Datenblatt HexFlow® RTM6⁵ in Anhang c) bzw. 3 – 15 Minuten (siehe Datenblatt EPIKOTE Resin 05475/EPIKURE Curing Agent 05443⁶ in Anhang c). Entsprechend unterscheiden sich auch die möglichen Verarbeitungsprozesse. Typische Windkraft-Harzsysteme können bis ca. 2 Stunden nach dem Anmischzeitpunkt infiltriert werden, Luftfahrtharzsysteme bis ca. 6 Stunden (RTM6 bei 80 °C) und AutomotiveHarzsysteme ca. 1 Minute.

Die harzspezifischen Größen für die Ausprägung von Kapillareffekten sind der Kontaktwinkel und die Oberflächenspannung. In Kombination eines EP (Araldite® LY 1556/Aradur® 917/Accelerator DY 070) mit einer auf Polyurethan basierten Schlichte einer Carbonfaser wurde in [17] ein Kontaktwinkel von 30,2° ermittelt. Die zugehörige Oberflächenspannung des EP betrug 0,04 N/mm. In [18] wird für die Oberflächenspannung eines UP von einem Wert von 0,035 N/mm berichtet.

Aktuelle Entwicklungen duroplastischer Harzsysteme konzentrieren sich auf schnellere Härtungsreaktionen bei gleichzeitiger Verlängerung der Latenzzeit bei welcher die Harz-Härter-Mischungen eine geringe Viskosität aufweisen. Außerdem werden durch die Zugabe spezieller Additive gezielt die mechanische Eigenschaften wie z.B. Steifigkeit, Festigkeit und Schlagzähigkeit oder die Entflammbarkeit optimiert [7, 15].

2.2 Werkzeuge und Prozesse

Abhängig von der Bauteilgröße, der benötigten Stückzahl und der geforderten Bauteilqualität eignen sich verschiedene Werkzeuge und Prozesse für deren Herstellung. Allen Prozessen gemein ist, dass die Preform auf die gewünschte Dicke verpresst bzw. kompaktiert wird und dass für die Imprägnierung der porösen Struktur mit der flüssigen Harzmasse eine Druckdifferenz erzeugt werden muss. Der Kompaktierungsdruck kann in einer hydraulischen Presse (RTM) oder über eine Druckdifferenz zwischen dem Druck außerhalb und innerhalb des Vakuumsacks generiert werden. Die Druckdifferenz zur Imprägnierung kann durch eine Bedruckung der flüssigen Formmasse im Einlassbereich, eine Evakuierung der Kavität und durch Verringern der Kavitätsabmessung im Prozess (Quetschströmung) eingestellt werden.

⁵ Wird im weiteren Verlauf der Arbeit als RTM6 bezeichnet.

⁶ Wird im weiteren Verlauf der Arbeit als EPIKOTE05475/EPIKURE05443 bezeichnet.

Der in Abb. 2-1 skizzierte RTM-Prozess ermöglicht die Herstellung komplex geformter Bauteile (Integralbauweise) mit hoher Bauteilqualität und Oberflächengüte bei geringen Stückkosten, bringt jedoch hohe Investitionskosten mit sich und die maximale Bauteilgröße ist begrenzt auf die verfügbare Pressenfläche. Die Kavitäts- und damit die Bauteilabmessungen sind im RTM-Prozess durch die Abmessungen der Werkzeugbestandteile (Formhälften, Kerne und Inlays) fest vorgegeben. Neben dem „*klassischen*“ RTM-Prozess existiert eine Vielzahl an Prozessvarianten und Prozessbezeichnungen. Häufig eingesetzte werden nachfolgend zusammen mit ihren Hauptmerkmalen erläutert:

- **Vacuum-RTM:** Der Differenzdruck wird durch Evakuierung der Kavität erzeugt.
- **Vacuum-Assisted-RTM:** Der Differenzdruck wird sowohl durch Druckbeaufschlagung der Harzmasse am Einlass als auch durch Evakuierung der Kavität erzeugt.
- **Advanced- oder Compression-RTM:** Zur Erhöhung der Permeabilität (Reduzierung des Faservolumengehaltes) erfolgt die Harzinjektion bei nicht auf Endmaß komprimierter Faserstruktur. Die vollständige Infiltration Letzterer wird durch vollständiges Schließen des Werkzeuges erreicht.
- **Light-RTM:** Eine der massiven Werkzeughälften wird aus Kostengründen durch ein dünnes „*Blech*“ ersetzt.

Für ausführlichere Angaben zu den genannten und weiteren Prozessvarianten wird auf die Fachliteratur verwiesen [7, 9, 12].

Die Herstellung besonders großer Bauteile wie z.B. Rotorblätter von Windkraftanlagen oder Flügelstrukturen von Flugzeugen erfolgt aus Kosten- und Machbarkeitsgründen in Vakuumsackprozessen. Dabei wird eine Formhälfte durch eine Vakuumfolie ersetzt und die Tränkung der Faserstruktur erfolgt unter Verwendung einer Fließhilfe. Letztere bewirkt eine überwiegende Tränkung in Dickenrichtung und damit eine deutliche Verkürzung der Fließwege. Der benötigte Differenzdruck für die Imprägnierung wird in diesem Fall durch Anlegen eines Unterdrucks in der Kavität (Evakuierung) erzeugt. Vakuumsackprozesse zeichnen sich durch geringe Investitionskosten aus, so dass sie vor allem bei niedrigen Stückzahlen zur Anwendung kommen.

Im Gegensatz zum RTM-Prozess ist bei Vakuumsackprozessen die Bauteildicke nicht durch die Werkzeugbestandteile (Formhälften, Kerne und Inlays) definiert. Sie ergibt sich in Abhängigkeit des Kavitätsinnendruckes p_{in} , dem Druck außerhalb des Vakuumsackes p_0 und dem Kompaktierungsdruck p_{komp} des Fasermaterials. Diese Druckkräfte müssen folgendem Zusammenhang genügen [19]:

$$p_0 = p_{in} + p_{komp} \quad (2-1)$$

Sofern sich der Vakuumsackaufbau nicht in einem Autoklaven befindet, entspricht p_0 dem Umgebungsdruck. Der Kavitätensinnendruck p_{in} entspricht dem Druck des Fluids (Luft oder Harz) und der Kompaktierungsdruck p_{komp} stellt sich entsprechend Gleichung (2-1) ein. Der Kompaktierungsdruck ist der benötigte Druck, um die Faserstruktur auf eine bestimmte Dicke zu verpressen und so den gewünschten Faservolumengehalt V_f einzustellen. Genauere Ausführungen zur Bestimmung der Kompressibilität von Faserstrukturen sowie Beispielergebnisse sind in [20] erläutert.

Der Faservolumengehalt ist eine der wichtigsten Größen eines endlosfaserverstärkten Verbundwerkstoffes. Er beeinflusst sowohl die mechanischen als auch die prozesstechnischen Eigenschaften des Bauteils und berechnet sich aus dem Flächengewicht des verwendeten Halbzeugs A_w , dessen Lagenanzahl N , der Dichte des Fasermaterials ρ_f und der Bauteildicke h :

$$V_f = \frac{N \cdot A_w}{\rho_c \cdot h} \quad (2-2)$$

Analog zu den RTM-Prozessen wurden auch bei den Vakuumsackprozessen im Laufe der Zeit zahlreiche Varianten erarbeitet. Im Wesentlichen sind zu nennen:

- Seeman bzw. SCRIMP - Seeman Resin Infusion Molding Process
- CAPRI - Controlled Atmospheric Pressure Resin Infusion
- VARI - Vacuum Assisted Resin Infusion
- VAP - Vacuum Assisted Process
- RFI – Resin Film Infusion
- BRI – Bulk Resin Infusion

Für genauere Angaben zu den jeweiligen Prozessvarianten wird auf die Fachliteratur verwiesen [7, 9, 12].

Eine Zwischenstufe zwischen dem klassischen RTM-Prozess und Vakuuminfusionsprozessen bilden die sog. „*Light-RTM-Prozesse*“. Dabei wird die flexible Vakuumfolie durch eine semi-flexible Formhälfte, beispielsweise ein dünnes Metallblech, ersetzt. Vorteile von Light-RTM-Prozessen gegenüber Vakuuminfusionsprozessen sind eine beidseitig glatte Oberfläche, eine gleichmäßigere Bauteildicke und die Wiederverwendbarkeit der semi-flexiblen Formhälfte. Verglichen mit dem klassischen RTM-Prozess weisen Sie geringere Investitionskosten durch den Entfall einer zweiten massiven Formhälfte auf und kommen ohne eine hydraulische Presse aus. Jedoch ist der eingesetzte Injektionsdruck begrenzt, so dass mit höheren Zykluszeiten zu rechnen ist. Außerdem führt die semi-flexible Formhälfte zu größeren Dickenschwankungen des Bauteils.

Nachfolgendes Diagramm gibt einen branchenspezifischen Überblick über wesentliche Bauteil-, Werkzeug- und Prozesseigenschaften.

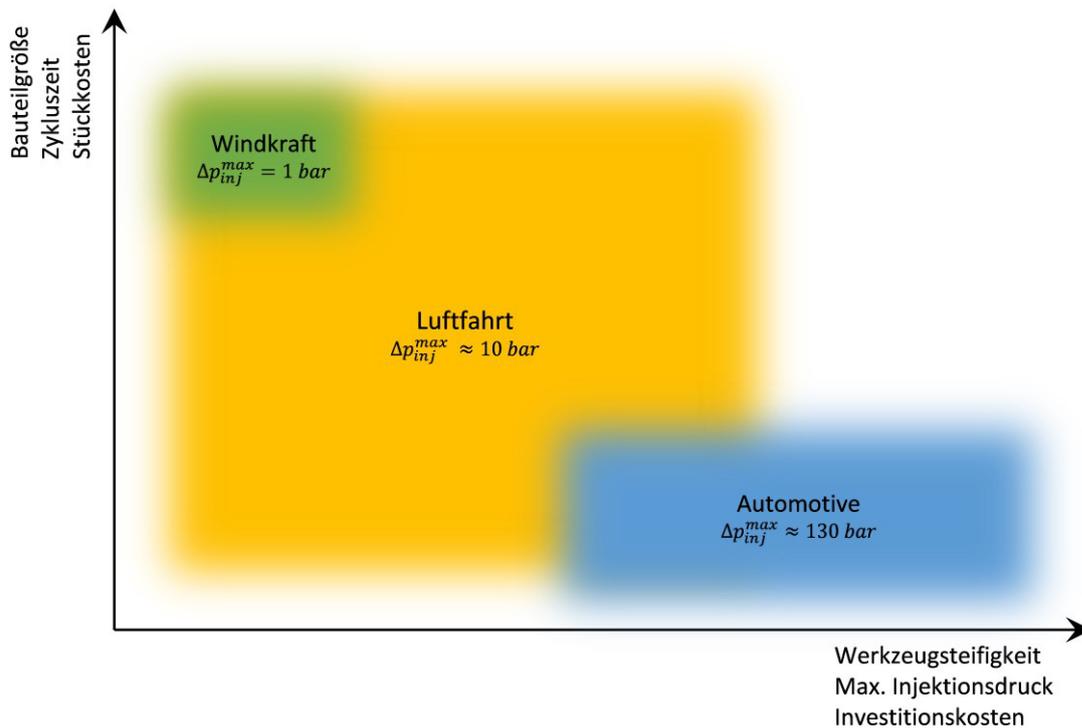


Abb. 2-3: Branchenspezifische Bauteil-, Werkzeug- und Prozesseigenschaften

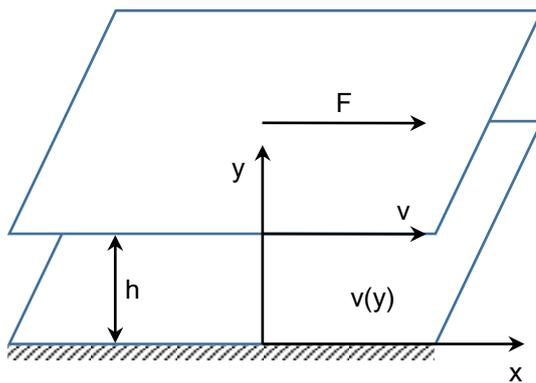
2.3 Rheologische Grundlagen

Die Rheologie beschäftigt sich mit dem Verformungsverhalten von Materialien. Grundsätzlich unterscheidet man bei Verformungen zwischen Scherung und Dehnung. Für den hier betrachteten Fall der Strömung einer Flüssigkeit durch eine trockene Faserstruktur ist in erster Linie das Scherverhalten bzw. die Scherviskosität von Bedeutung [21]. Die Viskosität gilt als Maß für die innere Reibung von Fluiden und zeigt grundsätzlich eine Abhängigkeit von der Scherrate, der Temperatur und vom Druck.

2.3.1 Das Zwei-Platten-Modell

Der Inhalt dieses Unterkapitels entstammt den Quellen [22–24].

In Abb. 2-4 ist der einfachste Fall einer Scherströmung dargestellt, das laminare Strömungsgeschwindigkeitsprofil einer newtonschen Flüssigkeit zwischen zwei (theoretisch) unendlich großen, parallelen Platten mit der Flächen A . Die Scherströmung wird durch die auf die obere Platte ausgeübte konstante Zugkraft F hervorgerufen. Die Geschwindigkeit der Platte v ist abhängig von der Viskosität der newtonschen Flüssigkeit, wie die nachfolgenden Gleichungen zeigen.



$$F = A \cdot \tau \quad (2-3)$$

$$\tau = \dot{\gamma} \cdot \eta \quad (2-4)$$

$$\dot{\gamma}(y) = \frac{dv(y)}{dy} = \frac{v}{h} \quad (2-5)$$

Abb. 2-4: 1D-Scherströmung

Das lineare Geschwindigkeitsprofil im Scherspalt ist typisch für newtonsche bzw. idealviskose Flüssigkeiten. Die Scherrate $\dot{\gamma}$ ist somit über den gesamten Scherspalt konstant. Als *idealviskos* gelten Flüssigkeiten, welche die gesamte Deformationsenergie dissipativ abbauen. Gleichung (2-4) ist auch als *Gesetz von Newton* bekannt. Im Gegensatz dazu stehen Stoffe, welche die gesamte Deformationsenergie elastisch speichern und am Ende der Belastung wieder ihre Ausgangsform einnehmen. Letztere werden durch das *Gesetz von Hooke* beschrieben:

$$\tau = G \cdot \eta. \quad (2-6)$$

Die Proportionalitätskonstante G bezeichnet man als Schubmodul.

2.3.2 Nicht-newtonsche Flüssigkeiten

Zusätzlich zur Bedingung, dass die Schubspannung τ direkt proportional zur Scherrate $\dot{\gamma}$ sein muss (vgl. Gleichung (2-4)), müssen newtonsche Flüssigkeiten nach [25] noch zwei weitere Bedingung erfüllen:

- Die Normalspannungen in der einfachen Scherströmung (Abb. 2-4) müssen in Richtung der Koordinatenachsen x , y und senkrecht dazu gleich groß sein.
- Elastische Verformungen der Flüssigkeiten dürfen bei sich zeitlich ändernder Schubspannung das Geschwindigkeitsgefälle nicht beeinflussen.

Flüssigkeiten, die auch nur eine der genannten Bedingungen nicht erfüllen, zählen demnach zu den nicht-newtonschen Flüssigkeiten [25].

Ein „anschaulicheres“ Kriterium ist in [23] gegeben: „*Nicht-newtonsche Flüssigkeiten sind solche, deren Fließkurve⁷ nicht-linear ist oder nicht durch den Ursprung verläuft, das heißt, deren scheinbare Viskosität (Schubspannung dividiert durch die Scherrate) ist bei konstanter Temperatur und konstantem Druck nicht konstant, son-*

⁷ Schubspannung aufgetragen über der Scherrate

dern abhängig von den Strömungsbedingungen wie dem Strömungsquerschnitt, der Scherrate, usw. und manchmal auch von der Verformungsgeschichte des betrachteten Fluidelementes.“

2.3.2.1 Viskoelastizität

Der Inhalt dieses Unterkapitels entstammt den Quellen [22–24].

Die meisten Flüssigkeiten zeigen sowohl viskoses als auch elastisches Verhalten und werden aus diesem Grund viskoelastisch genannt. Das rheologische Verhalten einer viskoelastischen Flüssigkeit kann mit einer Reihenschaltung bestehend aus einem Dämpfer- und einem Federelement beschrieben werden. Diese Betrachtung ist nach James C. Maxwell unter dem Begriff *Maxwell-Modell* bekannt. Das Federelement repräsentiert darin das elastische bzw. hook'sche Verhalten und das Dämpferelement das viskose bzw. newtonsche Verhalten. Die rheologischen Eigenschaften viskoelastischer Flüssigkeiten werden mit dem komplexen Schubmodul G^* beschrieben. Er setzt sich gemäß Gleichung (2-7) aus dem Speicher- G' und Verlustmodul G'' zusammen.

$$G^* = G' + iG'' \quad (2-7)$$

Der Speichermodul G' ist ein Maß für die elastischen und der Verlustmodul G'' für die viskosen Eigenschaften der Flüssigkeit.

Analog dazu wird auch bei der Viskosität zwischen einer viskosen η' und einer elastischen Komponente η'' unterschieden, woraus sich die komplexe Viskosität η^* zusammensetzt:

$$\eta^* = \eta' - i\eta'' \quad (2-8)$$

Bestimmt werden die beiden Anteile der komplexen Größen Schubmodul und Viskosität im oszillatorischen Versuch (siehe Kapitel 2.3.4.4).

2.3.2.2 Zeitunabhängiges Fließverhalten

Aus [23] ist folgende Einteilung von Fluiden nach deren Fließverhalten zu entnehmen. Es wird zwischen drei Typen unterschieden:

- Scherverdünnend oder pseudoplastisch
- Viskoplastisch (Bingham)
- Scherverdickend oder dilatant.

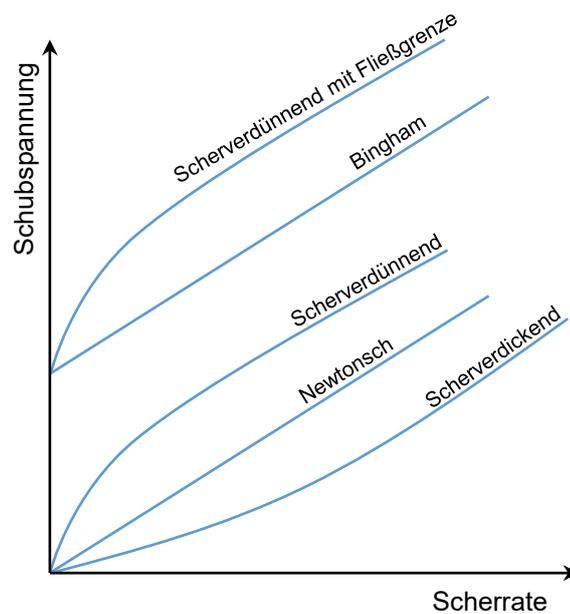


Abb. 2-5: Einteilung für zeitunabhängiges Fließverhalten

Abb. 2-5 zeigt die charakteristischen Verläufe für zeitunabhängige Fließverhalten. Wie in Kapitel 2.3.2 gefordert, verläuft die Fließkurve für *newtonsche* Fluide durch den Ursprung und die Schubspannung nimmt proportional mit der Scherrate zu.

Scherverdünnendes bzw. *scherverdickendes* Fließverhalten liegt vor, wenn die Schubspannung unter- bzw. überproportional mit der Scherrate ansteigt. Die Viskosität sinkt somit (vgl. Gleichung (2-4)) bei scherverdünnenden Materialien mit zunehmender Scherrate, bei dilatanten nimmt sie zu.

Bingham-Fluide weisen *viskoplastisches* Verhalten auf und die Schubspannung steigt nach Überschreiten der Fließgrenze linear mit der Scherrate an. Unterhalb der Fließgrenze zeigen viskoplastische Materialien rein elastisches Verhalten, das heißt, dass die induzierten Deformationen nach Entlastung wieder vollständig relaxieren. Die Ursache für die Existenz einer Fließgrenze sind interne Strukturkräfte, die für eine irreversible Deformation (Fließen) erst überwunden werden müssen. Eine Fließgrenze kann auch in Kombination mit scherverdünnendem bzw. scherverdickendem Fließverhalten auftreten. Letztere ist in Abb. 2-5 nicht dargestellt.

2.3.2.3 Zeitabhängiges Fließverhalten

Die Existenz einer internen Struktur kann neben der Abhängigkeit der scheinbaren Viskosität von der Scherrate auch eine Zeitabhängigkeit zur Folge haben. Somit ist es nicht nur entscheidend bei welcher Scherrate die scheinbare Viskosität bestimmt wird, sondern auch für welche Zeitdauer diese Scherrate vorherrscht. Mit andauernder Scherbelastung wird die interne Struktur zunehmend verändert, was Viskositätsänderungen zur Folge hat. Mit der abnehmenden Anzahl an möglichen strukturellen Bindungen im Material nimmt mit zunehmender Dauer der Scherbelastung die Rate an

sich wiederaufbauenden Bindungen zu, bis schließlich ein Gleichgewicht erreicht wird und sich eine konstante Viskosität einstellt. [23]

Bei zeitabhängigem Fließverhalten unterscheidet man zwischen Thixotropie und Rheopexie. Thixotropes bzw. rheopexes Verhalten liegt vor, wenn bei konstanter Scherrate eine abnehmende bzw. zunehmende Viskosität zu verzeichnen ist. Beiden gemein ist der vollständige Wiederauf- bzw. Wiederabbau der inneren Struktur nach der Scherbelastung. Es handelt sich also um vollständig reversible Prozesse. [23, 24]

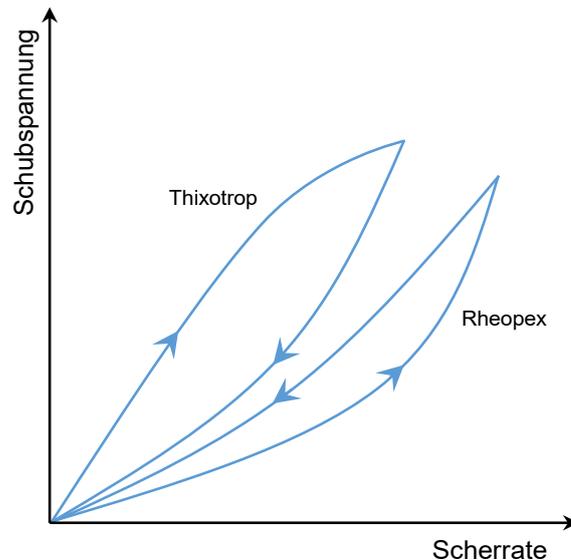


Abb. 2-6: Fließverhalten von zeitabhängigen Fluiden

Abb. 2-6 zeigt das Fließverhalten eines thixotropen und rheopexen Fluids, gemessen mit einer konstant zu- und abnehmenden Scherrate von 0 bis zu einem Maximalwert. Form und eingeschlossene Fläche der Hystereseschleife sind abhängig von der Messpunktdauer, der Scherratenzu- bzw. -abnahme zwischen den Messpunkten und der Belastungshistorie der Probe. [23]

2.3.3 Scherverdünnendes Fließverhalten

Scherverdünnendes Fließverhalten ist das am häufigsten in der Praxis auftretende zeitunabhängige Fließverhalten [23]. Viele Polymerlösungen, -schmelzen, organische Bindemittel, Lackfarben, Kleister, Körperpflegemittel wie Shampoos oder Cremes und Lebensmittel wie Mayonnaise oder geschmolzene Schokolade weisen dieses Verhalten auf [24].

Bei langkettigen Polymeren kann die auftretende Scherverdünnung mit dem „*Verschlaufungsmodell*“ erklärt werden. Im unbelasteten Zustand nehmen die Makromoleküle einen „*knäuelförmigen*“ Zustand ein und Molekülketten sind miteinander verschlauft. Prägt man eine Scherbelastung auf, entschlaufen sie sich und die Knäuel wer-

den gestreckt, so dass sie einfacher aneinander abgleiten können. Die Viskosität, als Maß für die innere Reibung, nimmt folglich ab. [22–24]

Die Ausprägung des scherverdünnenden Verhaltens bei Polymeren ist abhängig vom Molekulargewicht, dem Grad der Verzweigung sowie der Verteilung des Molekulargewichts der Probe [22].

Bei Dispersionslösungen liegt die Ursache für scherverdünnendes Fließverhalten in der sich unter Scherbelastung ändernden Ausrichtung, Größe und Verteilung der dispersen Phase [24].

Die Auswirkungen scherverdünnenden Fließverhaltens kann am *Doppelrohrversuch* beobachtet werden. Dabei werden zwei identische Rohre bis zur gleichen Höhe mit einer idealviskosen und einer scherverdünnenden Flüssigkeit gleicher Dichte und gleicher Viskosität im niedrigen Scherratenbereich aufgefüllt. Nach dem gleichzeitigen Öffnen der Ventile fließt mehr von der scherverdünnenden Flüssigkeit aus, da die Scherbelastung am Gefäßrand zu einer Abnahme der scheinbaren Viskosität führt. Somit ist die Schubspannung am Gefäßrand, die der treibenden Gravitationskraft entgegenwirkt, geringer und es fließt mehr Flüssigkeit aus. Im Falle der idealviskosen Flüssigkeit bleibt die Viskosität über die gesamte Versuchsdauer konstant und die Fließgeschwindigkeit ändert sich lediglich bedingt durch den sich ändernden Füllstand. [26]

Um Phänomene wie den Doppelrohrversuch vorhersagen bzw. simulieren zu können, bedarf es einer mathematischen Beschreibung des Fließverhaltens. Im Laufe der Zeit wurde eine Vielzahl von Modellfunktionen entwickelt, die es neben der Simulation auch erlauben, Messkurven anhand weniger Parameter zu vergleichen. Nachfolgend ist eine Auswahl von häufig verwendeten Modellfunktionen für scherverdünnendes Fließverhalten aufgeführt. Eine größere Anzahl ist in [24] zu finden.

2.3.3.1 Potenzgesetz nach Ostwald und de Waele

Das Potenzgesetz nach Ostwald [27] und de Waele [28] ist ein einfaches Modell zur Beschreibung des Fließverhaltens von scherverdünnenden und scherverdickenden Flüssigkeiten. Die Abbildung eines newtonschen Plateaus ist damit nicht möglich.

$$\eta = m(T)\dot{\gamma}^{n-1} \quad (2-9)$$

Der Parameter m wird als „Konsistenz“ oder „Fließkoeffizient“ bezeichnet und n als „Fließindex“ oder „Power-Law-Index“. Für $n = 1$ liegt newtonsches, für $n < 1$ scherverdünnendes und für $n > 1$ scherverdickendes Fließverhalten vor. [24]

Aufgrund der Einfachheit der Modellfunktion nach Ostwald und de Waele kann das Geschwindigkeitsprofil einer laminaren, quasi-stationären, ausgebildeten, inkompressiblen Rohrströmung in Abhängigkeit des Fließindex n analytisch beschrieben wer-

den. Für weitere Details zur Herleitung der Gleichung wird auf [23] verwiesen. Nachfolgende Abbildung zeigt die Geschwindigkeitsprofile für ansteigende Fließindizes.

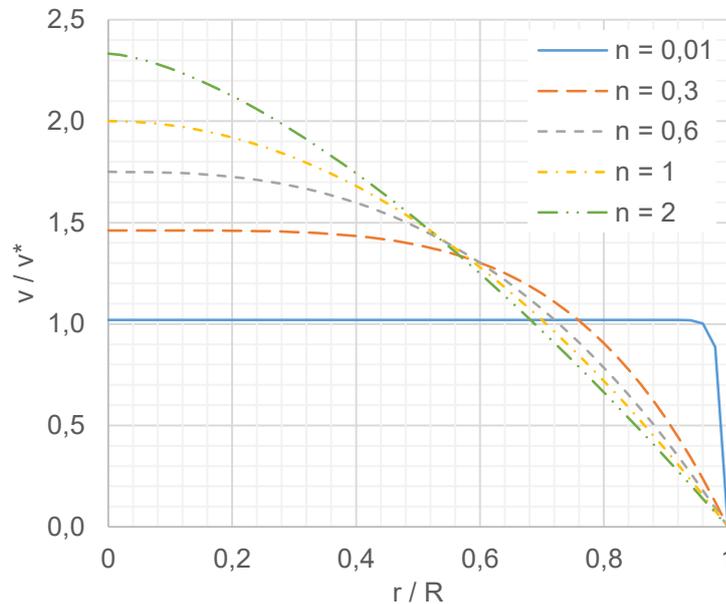


Abb. 2-7: Geschwindigkeitsverteilungen laminarer Rohrströmungen in Abhängigkeit des Fließindexes

In Abb. 2-7 ist das Geschwindigkeitsverhältnis aus lokaler Fließgeschwindigkeit v und mittlerer Fließgeschwindigkeit v^* über dem relativen Rohrradius aufgetragen. Mit zunehmendem Fließindex n bildet sich ein zunehmend inhomogeneres Geschwindigkeitsprofil aus. Für $n = 1$ ergibt sich das parabelförmige Profil nach Hagen-Poiseuille und für $n = 0$ eine sog. „Pfropfenströmung“ mit konstanter Fließgeschwindigkeit über den Rohrradius.

2.3.3.2 Bird-Carreau-Yasuda

Ein Nachteil des Potenzgesetzes von Ostwald und de Waele ist, dass damit kein newtonsches Plateau modelliert werden kann. Dazu wird in der Praxis neben dem Cross-Modell [29] oft auf das Bird-Carreau-Yasuda-Modell zurückgegriffen.

$$\eta(\dot{\gamma}) = \eta_{\infty} + \frac{\eta_0 - \eta_{\infty}}{(1 + (\lambda\dot{\gamma})^a)^{\frac{1-n}{a}}} \quad (2-10)$$

Bird und Carreau entwickelten eine Modellfunktion, welche neben dem scherverdünnenden Verhalten auch zwei newtonsche Plateaus abbilden kann [30]. Yasuda entwickelte dieses Modell schließlich weiter, in dem er einen zusätzlichen Parameter a , der deshalb auch häufig als Yasuda-Exponent bezeichnet wird, einführte [31]. η_0 und η_{∞} beschreiben die Null- und Unendlichviskosität der beiden newtonschen Plateaus, λ wird als Zeitkonstante bezeichnet und n , analog zum Potenzgesetz nach Ostwald und de Waele, als Fließindex. Der Yasuda-Exponent ist Maß für die Breite des Übergangs-

bereichs von der Nullviskosität zum scherverdünnenden Kurvenabschnitt, dessen Steigung mit dem Fließindex n quantifiziert wird.

2.3.3.3 Herschel-Bulkley

Das Herschel-Bulkley-Modell [32] ermöglicht die Modellierung des Fließverhaltens von Fluiden mit Fließgrenze. Es ist eine Kombination aus dem Bingham-Modell [33] und dem Potenzgesetz nach Ostwald und de Waele. Für den newtonschen Fall ($n = 1$) entsprechen sich die beiden Modelle.

$$\eta = \frac{\tau_0}{\dot{\gamma}} + m\dot{\gamma}^{n-1} \quad (2-11)$$

In Gleichung (2-11) entspricht τ_0 der Fließgrenze. Die restlichen Parameter sind identisch zum Potenzgesetz nach Ostwald und de Weale. Folglich kann mit dem Herschel-Bulkley-Modell auch kein newtonsches Plateau abgebildet werden.

2.3.4 Rheometrie

Die Rheometrie beschäftigt sich mit Messmethoden und Messsystemen zur Ermittlung der rheologischen Eigenschaften von Substanzen. Im vorliegenden Fall der Charakterisierung duroplastischer Harzsysteme für Infiltrationsprozesse werden Rotations- und Oszillationsrheometer verwendet. Für Angaben zum grundsätzlichen Aufbau und der Funktionsweise derartiger Messgeräte sei auf die Literatur [22–24] verwiesen.

Die im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Messsysteme und Messmethoden werden in den nachfolgenden Unterkapiteln erläutert.

2.3.4.1 Platte-Platte-Messsystem

Das Platte-Platte-Messsystem besteht aus zwei zueinander parallel angeordneten Platten wie in Abb. 2-8. zu sehen. Durch Rotation der oberen Platte mit der Winkelgeschwindigkeit ω wird im Scherspalt mit der Höhe h eine Scherströmung erzeugt. Um die rheologischen Eigenschaften des Fluides im Scherspalt zu bestimmen, wird entweder die Deformationsrate (Winkelgeschwindigkeit ω oder Scherrate $\dot{\gamma}$) oder die Schubspannung τ vorgegeben, die jeweils andere Größe wird bestimmt. Die tatsächlich vorgegebenen bzw. gemessenen Größen sind das Torsionsmoment T bzw. die Auslenkung s . Der allgemeine Zusammenhang zwischen der Auslenkung s und der Deformation γ lautet:

$$\gamma = \frac{s}{h} \quad (2-12)$$

Eine Besonderheit des Platte-Platte-Messsystems ist die geometrisch bedingte Tatsache, dass die Deformation über den Radius R nicht konstant ist. Die Angaben zu Scherrate und Schubspannung erfolgen deshalb entweder als Maximalwerte am äu-

bersten Rand der oberen Platte (Gleichungen (2-13) und (2-15)) oder als effektive Mittelwerte (Gleichung (2-14) und (2-16)). [24]

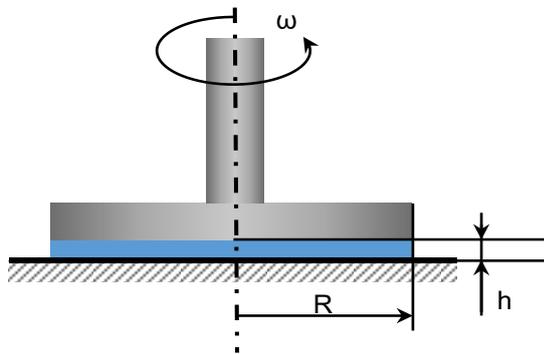


Abb. 2-8: Geometrie des Platte-Platte-Messsystems

$$\tau(R) = \left(\frac{2T}{\pi R^3} \right) \quad (2-13)$$

$$\tau_M = \frac{2}{3} \tau_R \quad (2-14)$$

$$\dot{\gamma}(R) = \frac{R\omega}{h} \quad (2-15)$$

$$\dot{\gamma}_M = \frac{2}{3} \dot{\gamma}_R \quad (2-16)$$

2.3.4.2 Kegel-Platte-Messsysteme

Im Kegel-Platte-Messsystem weist eine Messgeometrie eine kegelförmige Kontur auf. Bedingt durch den geringen Kegelwinkel α ($1^\circ \leq \alpha < 4^\circ$ [34]) der Messgeometrie im Kegel-Platte-Messsystem können die Schubspannung und die Scherrate über den Messspalt als konstant betrachtet werden (vgl. Gleichung (2-17) und (2-18)). [22]

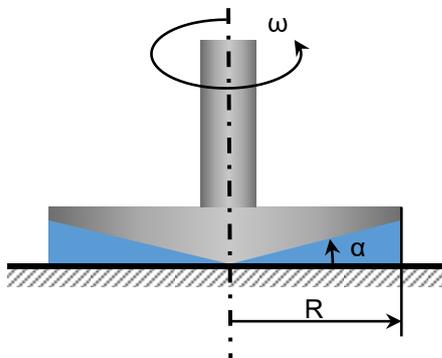


Abb. 2-9: Geometrie des Kegel-Platte-Messsystems

$$\tau = \left(\frac{3T}{2\pi R^3} \right) \quad (2-17)$$

$$\dot{\gamma} = \frac{\omega}{\tan \alpha} \quad (2-18)$$

In der Praxis werden oft Kegel-Messsysteme mit abgetragener Kegelspitze verwendet. Dies eliminiert den Einfluss von Reibungskräften am Kontaktpunkt auf das Torsionsmoment und führt somit zu genaueren Messergebnissen. Der dadurch entstehende Messspalt ist genau so groß, dass die gedachte Kegelspitze die feststehende Ebene berührt. [22, 24]

2.3.4.3 Rotatorische Messungen

Im Rahmen dieser Arbeit werden rotatorische Messungen zur Bestimmung der *Fließkurve* bzw. des *Viskositätsverlaufs* durchgeführt. Als *Fließkurve* wird ein Diagramm bezeichnet, bei dem die Schubspannung über der Scherrate aufgetragen ist und als *Viskositätsverlauf* ein Diagramm bei dem die Viskosität über der Scherrate aufgetragen ist. Die Berechnung der Viskosität erfolgt mit Gleichung (2-6) und den Gleichungen aus den Kapiteln 2.3.4.1 und 2.3.4.2.

Als Faustwert für die Messpunktdauer zur Bestimmung der dynamischen Viskosität gilt die reziproke Scherrate [24]. Der Grund dafür sind mögliche *transiente Anlaufeffekte*. Diese entstehen bei Betrachtung des Zwei-Platten-Modells (vgl. Kapitel 2.3.1) direkt nach Beginn der Auslenkung der oberen Platte und bewirken, dass zunächst nur die oberen Fluidschichten im Scherspalt verschoben werden. Bis sich über den gesamten Scherspalt eine homogene Scherung einstellt, bedarf es einer gewissen Zeit, die bei geringen Scherraten deutlich größer ist als bei hohen Scherraten. Transiente Anlaufeffekte sind vor allem bei Scherraten $\dot{\gamma} < 1$ 1/s und bei stark viskoelastischen Materialien von Bedeutung. Für die Wahl einer ausreichenden Messpunktdauer zur Ermittlung des Viskositätsverlaufs werden Vorversuche mit unterschiedlicher Messpunktdauer empfohlen [24]. Transiente Anlaufeffekte machen sich in Viskositätsverläufen als sog. „*Transiente Viskositätshügel*“ im geringen Scherratenbereich bemerkbar.

Der Test auf zeitabhängiges Verhalten erfolgt ebenfalls durch eine rotatorische Messung [24]. Dazu wird ein sog. *Sprungversuch* durchgeführt. Beim *Sprungversuch* wird nach einer gewissen Haltezeit schlagartig die Scherrate verändert. Die kontinuierlich gemessene dynamische Viskosität wird für die Auswertung über der Zeit aufgetragen. Anhand dieses Diagramms wird deutlich, ob zusätzlich zur Scherratenabhängigkeit der Viskosität noch eine zeitliche Abhängigkeit in Form einer Thixotropie oder Rheopexie vorliegt.

2.3.4.4 Oszillatorische Messungen

Oszillatorische Messungen unterscheiden sich durch den auftretenden Scherbereich deutlich von rotatorischen. Bei Letzteren treten erheblich größere Scherbereiche auf, so dass diese für die Betrachtung von allgemeinen Fließvorgängen, wo es zu quasi unendlich großen Deformationen kommt, in erster Linie herangezogen werden. Der Fluss durch poröse Strukturen kann jedoch stark durch viskoelastische und zeitabhängige Eigenschaften beeinflusst werden. [21]

Das Ziel oszillatorischer Messungen ist die Untersuchung der inneren Struktur von Materialien und der damit verbundenen viskoelastischen und zeitabhängigen Eigenschaften. Dabei sind lediglich geringe Deformationen und Spannungen zulässig, da die innere Struktur bei zu großen Deformationen verloren geht. [21, 24]

Die viskoelastischen Eigenschaften eines Materials lassen sich mit dem Speicher- G' und Verlustmodul G'' beschreiben (vgl. Gleichung (2-8)). Diese werden anhand der

Messgrößen der oszillatorischen Messung Schubspannungsamplitude τ_0 , Scherdeformationsamplitude γ_0 und Phasenverschiebungswinkel δ zwischen Schubspannungs- und Scherdeformationsverlauf unter Verwendung folgender Gleichungen berechnet:

$$G' = \frac{\tau_0}{\gamma_0} \cos\delta \quad (2-19)$$

$$G'' = \frac{\tau_0}{\gamma_0} \sin\delta \quad (2-20)$$

$$\tan\delta = \frac{G''}{G'} \quad (2-21)$$

Der Quotient aus verlorener und gespeicherter Deformationsenergie (Gleichung (2-21)) wird als Verlustfaktor bezeichnet. Ein Verlustfaktor von $\tan\delta = 1$ stellt wichtige Punkte bei der Verarbeitung von Polymeren dar. Im Amplitudentest stellt der Schnittpunkt $G' = G''$ den Übergang vom Gel-Charakter ($G' > G''$) zum Flüssigkeits-Charakter ($G' < G''$) dar und wird als „*Fließgrenze*“ bezeichnet. Bei Vernetzungsreaktionen bzw. Aushärtprozessen repräsentiert der Schnittpunkt $G' = G''$ den Gel-Punkt. Auf molekularer Ebene liegt ab dem Gelpunkt ein durch die gesamte Probe ausgeprägtes Makromolekül vor, so dass die Harzmasse nicht mehr in Lösungsmitteln löslich ist [11]. [22, 24]

Der Zusammenhang zwischen dem komplexem Schubmodul und der komplexen Viskosität lautet wie folgt:

$$\eta' = \frac{G''}{\omega} \quad (2-22)$$

$$\eta'' = \frac{G'}{\omega} \quad (2-23)$$

Dabei repräsentiert η' den viskosen und η'' den elastischen Anteil der komplexen Viskosität (vgl. Gleichung (2-8)). Diese linear viskoelastischen Gleichungen sind nur innerhalb des Linear-Viskoelastischen-Bereichs (LVE-Bereich) gültig, welcher im Amplitudentest bestimmt wird. [22, 24]

Im *Amplitudentest* werden die viskoelastischen Eigenschaften eines Materials bei konstanter Temperatur und Frequenz in Abhängigkeit von der Scherdeformations- oder der Schubspannungsamplitude gemessen. Für die Auswertung werden der logarithmische Verlust- und Speichermodul über der logarithmischen Deformation bzw. Schubspannung aufgetragen. Für geringe Amplituden weisen G' und G'' einen von der Amplitude unabhängigen Plateauwert auf. Das Verhältnis aus G'' und G' beschreibt den Strukturcharakter der Probe. Ist $G' > G''$ überwiegt der elastische Anteil und die Probe zeigt Gel-Charakter. Flüssigkeits- bzw. Sol-Charakter liegt im gegensätzlichen

Fall vor. Ein Verlassen des Plateauwertes von G' und G'' markiert das Ende des LVE-Bereiches und damit die Gültigkeit der linear-viskoelastischen Gleichungen. Dabei wird als Kriterium häufig die G' - der G'' -Kurve vorgezogen. Wird das Ende des LVE-Bereichs als Schubspannung angegeben, wird diese als „Nachgebgränze“ bezeichnet. [24]

Analog zum Amplitudentest werden beim *Frequenztest* die viskoelastischen Eigenschaften eines Materials bei konstanter Amplitude und konstanter Temperatur für variierende Frequenzen gemessen. Die Amplitude muss dazu innerhalb des LVE-Bereichs gewählt werden. Für die Auswertung werden die Werte für $lg(G')$ und $lg(G'')$ über $lg(\omega)$ bzw. $lg(f)$ aufgetragen. Üblicherweise dominieren bei hohen Frequenzen die elastischen Eigenschaften da keine Zeit für Relaxationsvorgänge zur Verfügung steht ($G' > G''$). Bei geringen Frequenzen hingegen kommt es zu Fließvorgängen so dass in der Regel $G'' > G'$ ist. Bei flüssigen Messproben wird oft zusätzlich noch der Verlauf der komplexen Viskosität $lg(|\eta^*|)$ dargestellt. Für geringe Frequenzen konvergiert die komplexe Viskosität häufig gegen den Wert der Nullviskosität η_0 , die in rotatorischen Messungen bestimmt wurde. [24]

2.3.5 Cox-Merz Regel

Wie bereits erläutert, finden oszillatorische Messungen üblicherweise in einem deutlich geringeren Scherbereich statt als rotatorische. Cox und Merz stellten anhand eigener Messergebnisse fest, dass die Kurvenverläufe der komplexen Viskosität aufgetragen über der Winkelgeschwindigkeit (ermittelt in einem konzentrischen Zylindermesssystem) stetig übergehen in den Verlauf der scheinbaren Viskosität aufgetragen über der mittleren Scherrate (ermittelt in einem Kapillarviskosimeter) [35]. Anhand fremder Versuchsdaten wurde ein weiteres Beispiel für die Übereinstimmung von komplexer und scheinbarer dynamischer Viskosität gefunden, diesmal mit sich überlappendem Messbereich für Scherrate und Winkelgeschwindigkeit [35].

Daraus ging schließlich die Cox-Merz-Regel hervor:

$$\eta(\dot{\gamma}) = |\eta^*(\omega)| \quad (2-24)$$

Sie besagt, dass unter der Voraussetzung hinreichend kleiner Deformationen die Werte der dynamischen Viskosität und der komplexen Viskosität für die jeweilige Scherrate bzw. Winkelgeschwindigkeit mit derselben Einheit 1/s gleich groß sind. Dieser Zusammenhang gilt in erster Linie für den LVE-Bereich, für viele Polymere aber auch darüber hinaus. [24]

Die Anwendbarkeit der Cox-Merz-Regel ist für viele ungesättigte Polymerlösungen und –schmelzen gegeben, nicht jedoch für Dispersionen und Gele. Sehr gut anwendbar ist sie für Proben deren rheologisches Verhalten ausschließlich von mechanischen Wechselwirkungen (Reibungskräften zwischen Makromolekülen bei Deformations-, Entschlaufungs- und Fließprozessen) bestimmt wird. Physikalische oder chemische

Wechselwirkungen, wie sie bei Proben mit Gel-Charakter vorkommen (Suspensionen, Emulsionen, Schäume), führen zu von der Cox-Merz-Regel abweichenden Zusammenhängen. [24]

2.3.6 Einfluss von Zeit und Temperatur auf die Viskosität von Epoxidharzsystemen

Eine Besonderheit von aushärtenden Formmassen wie Epoxidharzen ist, dass sobald Harz und Härter miteinander vermischt werden, eine irreversible Aushärtereaktion in Gang gesetzt wird. Mit fortschreitendem Vernetzungsgrad steigen das Molekulargewicht und damit die Viskosität für konstante Temperatur an (siehe Abb. 2-10 links). Die frei werdende Bindungsenergie der exothermen Vernetzungsreaktion führt, sofern die Probe nicht aktiv gekühlt wird, zu einem Anstieg der Proben temperatur, wodurch die Viskosität zunächst abnimmt und die Vernetzungsreaktion beschleunigt wird (siehe Abb. 2-10 rechts). Eine Grenzviskosität, bis zu welcher die Fortführung des Infiltrationsprozesses sinnvoll ist, wird dadurch im variothermen Fall nach kürzerer Zeit erreicht als im isothermen Fall. Dieser Effekt nimmt mit zunehmender Menge an angemischtem Harz-Härter-System zu. [11, 22, 36]

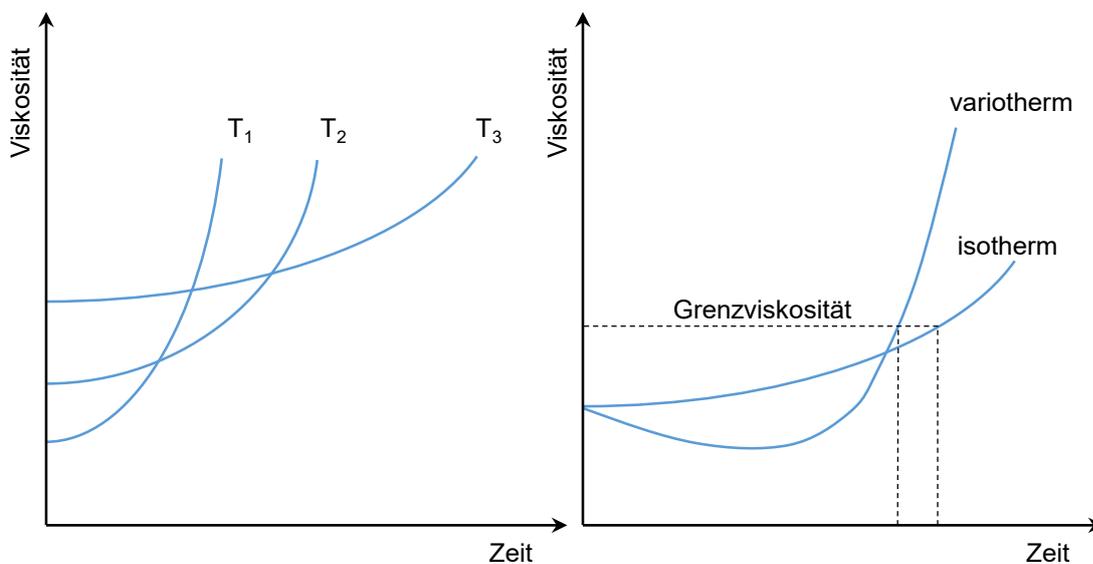


Abb. 2-10: Vergleich von isothermer (links) und variothermer (rechts) Viskositätsentwicklung von Epoxidharzen

Links: Isotherme Entwicklung für $T_1 > T_2 > T_3$

Bei Epoxidharzen ist folglich neben der allgemeinen Temperatur-, Scherraten- und Druckabhängigkeit der Viskosität noch eine Abhängigkeit vom Vernetzungsgrad zu verzeichnen. Über den Vernetzungsgrad ist schließlich die in Abb. 2-10 dargestellte Zeitabhängigkeit zu erklären. Als Maß für den Vernetzungsgrad wird der Aushärtegrad herangezogen, also der Anteil an bereits „ausreagierte“ Harz-Härter-Menge bzw. „umgesetzter“ Harz-Härter-Reaktionen. Der Einfluss der Temperatur auf die Viskosität

wird auch als „*rheologischer*“ und der Einfluss des Aushärtegrades als „*reaktionskinetischer*“ Anteil bezeichnet [7].

2.4 Fließverhalten von Epoxidharzen

Mit Bezug auf die Verwendung in HIP, sind in der Literatur lediglich Studien zum Fließverhalten von Epoxidharzsysteme in Verbindung mit Additiven, wie ein- oder mehrwandige Carbon-Nano-Tubes, zu finden. El Sawi et al. [37] beispielsweise untersuchten das Fließverhalten des in der Luftfahrt gebräuchlichen Epoxidharzsystems RTM6 mit variierendem Füllstoffgehalt (0,1 – 0,7 % Gew.-%) von mehrwandigen Carbon-Nano-Tubes in einem Temperaturbereich von 25 bis 80 °C. Dabei zeigte sich ein zunehmend scherverdünnendes Fließverhalten mit zunehmender Temperatur und Füllstoffgehalt. Bei 80 °C und 0,7 Gew.-% wurde ein Fließindex von $n = 0,2$ für das verwendete Bird-Carreau-Yasuda-Modell ermittelt. Als Ursache wird die in [38] festgestellte Agglomeration und mit der Scherrate zunehmende Ausrichtung des Füllstoffes vermutet.

Generell gilt für gefüllte Systeme, die als Dispersion vorliegen, dass mit zunehmendem Anteil an dispergierter Phase zunächst das Viskositätsniveau ansteigt, gefolgt von scherverdünnendem Fließverhalten mit Null- und Unendlichviskosität bis es schließlich zur Ausbildung einer Fließgrenze kommt. Für Letzteres entfällt das Plateau der Nullviskosität und bei geringen Scherraten stellt sich eine Steigung von -1 im logarithmischen Viskositätsverlauf ein. [39]

Eine konkrete Studie zum Fließverhalten von „*reinen*“ Epoxidharzsystemen für HIP konnte nicht gefunden werden, lediglich die Aussage einiger Autoren [22, 36, 40], dass Epoxidharze scherverdünnendes Verhalten zeigen. Die dazu angegebenen Quellen waren jedoch oft nicht zugänglich oder es handelte sich um für HIP ungeeignete duroplastische Harzsysteme.

Zum Fließverhalten aushärtender Formmassen wurden im Rahmen der Literaturrecherche noch folgende Arbeiten gefunden:

In der Studie von Harley und Williams [41] zeigen PU-Harzsysteme scherverdünnendes Fließverhalten bei fortgeschrittenen Aushärtegraden. Die dabei vorliegenden Viskositäten sind für die im Rahmen dieser Arbeit betrachteten Infiltrationsprozesse allerdings deutlich zu hoch ($\eta' > 10$ Pa s). Bei geringeren Aushärtegraden liegt newtonsches Verhalten vor.

Die in [42, 43] untersuchten Diallyl-Phthalat-Harze zeigen generell scherverdünnendes Fließverhalten, sind aber für die Verwendung in HIP aufgrund ihrer hohen Viskosität ebenfalls ungeeignet.

Gleiches gilt für die von Rusli et al. charakterisierten Epoxidharze vermischt mit Weichmacher [44]. Weichmacher beeinflussen die mechanischen Eigenschaften Steifigkeit, Festigkeit und Bruchzähigkeit, jedoch geht ein zunehmender Weichmacheran-

teil einher mit einem Viskositätsanstieg und zunehmend scherverdünnendem Fließverhalten.

2.5 Fluss scherverdünnender Flüssigkeiten durch poröse Medien

Der Fluss nicht-newtonscher Fluide durch poröse Medien ist noch ein vergleichsweise wenig verstandenes, da sehr komplexes Forschungsthema. Die zentralen Herausforderungen bestehen in der Modellierung des porösen Mediums in Kombination mit den nicht-newtonschen Phänomenen wie eine von der Scherrate abhängige Viskosität, die Existenz einer Fließgrenze und zeitabhängiges Fließverhalten. Es werden die folgenden vier Ansätze verfolgt: [21]

- **Kontinuum Modelle**

Sie betrachten das komplex aufgebaute Medium als Kontinuum und repräsentieren die Komplexität der Fließkanäle als Konstante oder Term. Im Wesentlichen sind hierzu das Modell nach Darcy, Blake-Kozeny-Carman und Ergun zu nennen. Das einfachste und weit verbreitetste Modell ist das Gesetz von Darcy mit der Permeabilität als Kenngröße für die Eigenschaft der durchströmten porösen Struktur. Die Ergun-Gleichung berücksichtigt als einzige neben Reibungs- auch Trägheitseffekte, so dass sie auch für die Betrachtung von Fließvorgängen mit hohen Fließgeschwindigkeiten geeignet ist [45–47].

Eine Erweiterung der Gleichungen von Darcy und Ergun für nicht-newtonsche Fluide wird in den Arbeiten von Sadowski [48–50] und Park [51] vorgestellt. Die newtonsche Viskosität wird darin durch eine „effektive Viskosität“, wie von Advani et al. [52] für die Beschreibung von Fließvorgängen in den Herstellprozessen von Composites vorgeschlagen, ersetzt.

- **Kapillar-Bündel-Modelle**

Kapillar-Bündel-Modelle sind aus aneinandergereihten Kapillarröhrchen aufgebaut. Dadurch sind sie leicht verständlich und vergleichsweise einfach zu handhaben. Allerdings kann mit ihnen die Komplexität der porösen Struktur nicht ausreichend abgebildet werden, so dass geometriebedingte Effekte nicht darstellbar sind. Als Beispiele sind hier die Auswirkungen scherverdünnenden Fließverhaltens oder einer Fließgrenze [53] in Verbindung mit stark verwundenen Kanälen und sich verjüngenden bzw. aufweitenden Fließkanälen zu nennen.

- **Numerische Modelle**

Der Vorteil dieser Modelle besteht darin, dass sie eine direkte Beschreibung der physikalischen Zusammenhänge ermöglichen und einer vollständig analytischen Beschreibung am nächsten kommen. Jedoch bedarf es dazu einer genauen Abbildung der komplexen porösen Struktur, welche nur schwer zu

beschreiben ist. Außerdem erfordern Sie einen enormen rechentechnischen Aufwand und weisen oft Konvergenzprobleme auf. Schließlich sind damit bisher nur vergleichsweise einfache Probleme lösbar. Als Beispiel seien die Arbeiten von Belov [54] und Verleye [55, 56] zur Berechnung der Permeabilität trockener Faserstrukturen mit newtonschen Fluiden genannt.

- **Poren-Netzwerk-Modelle**

Poren-Netzwerk-Modelle gelten als eine Mischung aus Kontinuum und Numerischem Modell. Dabei werden die physikalischen Strömungseffekte in einem Netzwerk aus Poren betrachtet. Letzteres stellt eine Vereinfachung der tatsächlichen Strömungskanäle dar, so dass damit die Vorhersage der mittleren Strömungsgrößen möglich ist. Fatt [57] und Delerue [58] beispielsweise haben ein Modell zur Berechnung der Permeabilität poröser Medien entwickelt.

Für weitere Beispiele zu den genannten Ansätzen oder genauere Angaben zu den Herausforderungen bei der Berechnung der Strömungsgrößen nicht-newtonscher Fluide durch poröse Medien sei auf den Übersichtsartikel von Sochi [21] und die darin aufgelisteten Quellen verwiesen. Die eben vorgestellten Ansätze entstammen ebenfalls dieser Quelle.

2.6 Infiltration trockener Faserstrukturen

Die Prozessauslegung für die Infiltration trockener Faserstrukturen basiert nahezu ausschließlich auf dem Gesetz von Darcy. Es kommt bei allen, dem Autor bekannten Simulationsprogrammen (PAM-RTM⁸, RTM-Worx⁹, LIMS¹⁰, SimLCM¹¹, SLIP¹²) zur Modellierung des Füllprozesses zur Anwendung und ist somit von zentraler Bedeutung für die vorliegende Arbeit. Neben dessen Vorstellung im nachfolgenden Unterkapitel wird dessen Anwendbarkeit auf reale Harzinfiltrationsprozesse diskutiert. Die für den Inhalt und den weiteren Verlauf der vorliegenden Arbeit besonders relevanten Annahmen werden in den Kapiteln 2.6.2 und 2.6.3 detailliert betrachtet. Den Abschluss dieses Unterkapitels bildet die Entwicklung des Druckgradienten nach Darcy als theoretische Grundlage für die in Kapitel 5 und 6 durchgeführten Infiltrationsversuche.

⁸ ESI Group

⁹ Polyworx

¹⁰ University of Delaware, Center for Composite Materials

¹¹ University of Auckland, Centre for Advanced Composite Materials

¹² Eidgenössische Technische Hochschule Zürich, Laboratory of Composite Materials and Advanced Structures

2.6.1 Gesetz von Darcy

Henry Darcy war Wasserbauingenieur im 19. Jahrhundert und untersuchte Sickerströmungen durch poröse Gesteinsschichten. Dabei stellte er einen direkt proportionalen Zusammenhang zwischen dem auftretendem Volumenstrom Q und dem wirkenden Druckgradienten $\frac{dp}{dx}$ fest [59]. Die Proportionalitätskonstante berechnet sich aus dem Quotienten der Permeabilität K der porösen Struktur und der dynamischen Viskosität η der sie durchströmenden Flüssigkeit.

$$\frac{Q}{A} = u = -\frac{K}{\eta} \frac{dp}{dx} \quad (2-25)$$

Gleichung (2-25) stellt die eindimensionale Form des Gesetzes von Darcy dar. Darin beschreibt u die mittlere „Leerrohrgeschwindigkeit“ und berechnet sich aus dem Volumenstrom Q dividiert durch die durchflossene Querschnittsfläche A bei Vernachlässigung, dass ein Teil der Querschnittsfläche mit Fasern belegt ist. Die Berechnung der mittleren Fließgeschwindigkeit v im porösen Medium erfolgt unter Berücksichtigung des Faservolumengehaltes V_f bzw. der Porosität ε .

$$v = \frac{u}{\varepsilon} = \frac{u}{(1 - V_f)} \quad (2-26)$$

Die Permeabilität ist ein Maß für die Leitfähigkeit eines porösen Mediums für Fluidfluss. Sie ist theoretisch eine rein geometrische Größe und ein Maß für die mittlere Querschnittsfläche der Fließkanäle im porösen Medium [60]. Beeinflusst wird sie dem zur Folge lediglich von Textilparametern, welche Auswirkungen auf die Geometrie der Fließkanäle haben wie beispielsweise dem Faservolumengehalt, dem Faserwinkel und der Faserondulation. Mit den größten Einfluss auf die Permeabilität hat der Faservolumengehalt. Als Daumenregel gilt hier, dass sich die Permeabilität bei Änderung des Faservolumengehaltes von 1 % um 10 % ändert [61]. Außerdem zeigt sich häufig bei logarithmisch über dem Faservolumengehalt aufgetragenen Permeabilitätswerten ein linearer Zusammenhang [20, 62, 63].

Im allgemeinen dreidimensionalen Fall stellt die Permeabilität eine tensorielle Größe dar. \bar{K} ist ein positiv definiten Tensor zweiter Stufe [64, 65] und kann deshalb durch Hauptachsentransformation auf Diagonalf orm gebracht werden. Im Falle von isotropen Materialien spannt der Permeabilitätstensor räumlich dargestellt eine Kugel und im Falle von anisotropen Materialien ein Ellipsoid auf. Für die Bestimmung des Letzteren macht man sich entweder die Annahme zu Nutze, dass der 3D-Tensor in einen 2D-Tensor in Bauteilebene und eine Permeabilität in Dickenrichtung unterteilt werden kann [66] oder man ermittelt das sich während der Infiltration ausbildende Ellipsoid mit einem entsprechend komplexen Messaufbau [67, 68].

Trotz der nahezu ausschließlichen Verwendung des Gesetzes von Darcy bei der Modellierung von Füllprozessen existiert keine standardisierte Messmethode zur Bestimmung der Permeabilität textiler Verstärkungsmaterialien. Im Wesentlichen zeichnen sich jedoch für die Bestimmung des ebenen Permeabilitätstensors zwei Methoden ab, die Linearfluss-Methode und die Radialfluss-Methode. Fachartikel zu deren Funktionsweise, Vor- und Nachteile sowie Vergleichsstudien sind in der Literatur zahlreich vorhanden [20, 69, 69–73]. Als Ergebnis von umfangreichen internationalen Vergleichsstudien existieren die, aus Sicht des Autors, genauesten Spezifikationen für die Durchführung und Auswertung von Permeabilitätsmessungen für die Linearflussmethode [70, 72]. Die Vorteile der Radialflussmethode hinsichtlich Zeit- und Materialaufwand sind jedoch nicht von der Hand zu weisen [20] und es existiert, wenn auch mit deutlich kleinerem Teilnehmerkreis, bereits eine ähnliche Vergleichsstudie [74]. Die Permeabilität in Dickrichtung wird ausschließlich anhand der Linearflussmethode bestimmt. Für viele Textilien hat sich die Faustformel, dass die Permeabilität in Dickenrichtung ca. um eine Größenordnung geringer ist als die Permeabilität in Bauteilebene [63, 75] als gültig erwiesen.

Nachdem Darcy auf empirischem Wege die Gesetzmäßigkeit für den Fluss von Flüssigkeiten durch poröse Medien festgestellt hat, wurde das Gesetz von Darcy als eine vereinfachte Form der Navier-Stokes-Gleichung identifiziert. Für inkompressible Fluide lautet Letztere [76]:

$$\rho \frac{D\bar{u}}{Dt} = -\nabla p + \eta \nabla^2 \bar{u} \quad (2-27)$$

Unter Vernachlässigung von Trägheitseffekten bei stationären Strömungen ($\frac{Dv}{Dt} = 0$) und unter Verwendung der Volumenkontrollmethode¹³ [77] resultiert daraus die dreidimensionale Darcy-Gleichung:

$$\bar{u} = -\frac{\bar{K}}{\eta} \nabla p \quad (2-28)$$

Für die Herleitung des Gesetzes von Darcy sind eine Vielzahl von Annahmen zu treffen [78, 79]. Die für den praktischen Anwendungsfall kritischsten lauten:

- **Newtonsches Fluid**

Viele reale Harzsysteme zeigen sowohl eine Abhängigkeit von der Scherrate als auch viskoelastisches Verhalten (siehe Kapitel 3).

¹³ Die Volumenkontrollmethode ist ein Verfahren, mit dem physikalische, auf Mikroebene ablaufende Vorgänge durch Verwendung größerer Kontrollvolumina vereinfacht erfasst werden.

- **Chemische Inertheit des Fluids**
Reale, duroplastische Harzsysteme beginnen mit dem Zeitpunkt der Vermischung von Harz und Härter zu vernetzen. [22, 80]
- **Homogen poröses, inelastisches Medium**
Die Porosität der Faserstruktur ist bedingt durch die Tatsache, dass eine Preform aus mehreren Lagen und mehreren Materialien aufgebaut ist, inhomogen verteilt. [52, 81]
- **Makrofluss**
Ein Roving ist kein undurchdringlicher Festkörper sondern ebenfalls ein poröses Medium, durch den Fluid strömt, bzw. der Fluid aufnehmen kann. [82, 83]
- **Gesättigter Fluss**
Das Gesetz von Darcy wird in der Praxis überwiegend für die Modellierung des Füllvorgangs trockener Faserstrukturen angewandt [84, 85]. In Infiltrationsversuchen wurde die Existenz einer gesättigten und einer ungesättigten Fließfront nachgewiesen [86].
- **Keine Oberflächenkräfte**
In Abhängigkeit der Materialkombination (Schlichte und Harzsystem), des Faservolumengehalts und der sich ausbildenden Fließkanalgeometrie (Textiltyp) können Kapillardrücke bis zu 0,5 bar [17] auftreten. [87, 88]

All diese Annahmen mit Ausnahme der eines newtonschen Fluides wurden in der Fachliteratur bereits vielfach diskutiert und es existieren Lösungsansätze wie das Gesetz von Darcy zu erweitern ist, damit es auch für reale HIP ausreichend genaue Ergebnisse liefert. Beispielsweise wird eine aufgrund der Vernetzungsreaktion ansteigende Viskosität durch eine zeitliche Viskositätsänderung [89] oder die Existenz von Kapillareffekten durch um den Kapillardruck angepasste Druckdifferenzen [87, 88] berücksichtigt. Selbst eine Vorhersage potentieller poröser Bereiche im Bauteil als Resultat unterschiedlich schnell ablaufender Infiltrationsvorgänge auf Mikro- und Makroebene ist unter Verwendung moderner Berechnungsmethoden möglich [90, 91].

2.6.2 Scherraten in Harzinfiltrationsprozessen

In vielen Werken zur Modellierung und Auslegung von HIP findet man keine Hinweise über das Fließverhalten duroplastischer Harzsysteme [7, 9, 11, 13, 66, 92]. Advani et al. schreiben in [12], dass die meisten Duroplaste als newtonsches Fluid angesehen werden können, jedoch kann sich dies für höhere Scherraten anders darstellen. Eine Begründung oder ein Nachweis wird jedoch nicht angegeben. Vielmehr beruht diese Aussage vermutlich auf der Annahme, dass der Mechanismus für das Auftreten scherverdünnenden Fließverhaltens die Entschlafung von Molekülketten ist. Nicht ausgehärtete Duroplaste sind im Vergleich zu Thermoplaste sehr kurzkettig und weisen ein geringes Molekulargewicht auf, so dass Entschlafungsvorgänge erst bei relativ großen Scherraten auftreten.

Studien über Auswirkungen von nicht-newtonschem Fließverhalten in HIP sind lediglich für vereinfachte Geometrien in Kombination mit Ersatzflüssigkeiten bekannt [51, 93]. Konkrete Angaben zu auftretenden Scherraten und deren Verteilung in Fließkanälen trockener Faserstrukturen konnten in der Literatur lediglich bei Gebart [94] gefunden werden. Er stellte geringe Abweichungen von newtonschem Fließverhalten bei geringen Scherraten für zwei ungesättigte Polyesterharze und einem Vinylester-Harzsystem fest. Nach der Berechnung der maximal auftretenden Scherraten mit folgender Formel, kommt er zu dem Schluss, dass das Gesetz von Darcy dennoch angewandt werden kann, da die maximal erwartete Scherrate deutlich größer ist als die Grenzscherrate, bis zu welcher eine Abhängigkeit der Viskosität von der Scherrate festgestellt wurde.

$$\dot{\gamma}_{max} = \frac{1 - V_f}{\sqrt{\frac{V_{fmax}}{V_f} - 1}} \frac{3v}{r} \quad (2-29)$$

In Gleichung (2-29) beschreibt $\dot{\gamma}_{max}$ die maximal auftretende Scherrate, V_{fmax} den maximal möglichen Faservolumengehalt, v die mittlere Fließgeschwindigkeit nach Gleichung (2-26) und r den Faserradius.

Advani et al. machen in [52] einen Vorschlag wie scherverdünnende Effekte vereinfacht in existierenden Modellen berücksichtigt werden können: durch die Einführung einer „effektiven Viskosität“.

Da sowohl die Permeabilität als auch die auftretenden Scherraten von der Faserstruktur abhängig sind, empfehlen Advani et al. [52] darüber hinaus den Quotienten aus Permeabilität und Viskosität durch die sog. „Flow-Mobility“ zu ersetzen. Diese ist abhängig von den rheologischen Eigenschaften des Fluids als auch den geometrischen Eigenschaften der Verstärkungsstruktur. In [93] wird die Flow-Mobility für den Fluss einer scherverdünnenden Ersatzflüssigkeit durch regelmäßig angeordnete Zylinderelemente u. a. experimentell bestimmt. Sie berechnet sich aus dem Quotienten aus mittlerer Fließgeschwindigkeit und angelegtem Druckgradienten. Dabei zeigt sich ein deutlicher Unterschied im Volumenstrom im Vergleich zum newtonschen Fluid und die Flow-Mobility steigt mit zunehmendem Druckgradienten an.

Zwei weitere Ansätze zur Abschätzung der maximalen Scherrate in Infiltrationsprozessen sind in [81] geben:

$$\dot{\gamma}_{max} = \frac{v}{\sqrt{K}} \quad (2-30)$$

v in Gleichung (2-30) ist die mittlere Fließgeschwindigkeit nach Gleichung (2-26).

$$\dot{\gamma}_{max} = \frac{\sqrt{K}}{4\eta} \left(\frac{dp}{dx} \right) \quad (2-31)$$

Gleichung (2-31) geht aus der idealisierten Betrachtung einer Rohrströmung nach Hagen-Poiseuille hervor. Beide Ansätze gelten als konservativ für das Auftreten hoher Scherraten in HIP wobei Gleichung (2-30) noch größere Werte liefert als Gleichung (2-31).

Ein Abgleich mit realen Harzsystemen und trockenen Faserstrukturen ist für keine der Gleichungen (2-29), (2-30) oder (2-31) erfolgt.

2.6.3 Mikro- und Makrofluss

Die Fließgeschwindigkeit v ist eine entscheidende Größe in HIP. Hohe Fließgeschwindigkeiten sind erstrebenswert, um eine kurze Infiltrations- und Zykluszeit zu erreichen. Zu hohe Fließgeschwindigkeiten führen jedoch, genauso wie zu geringe, zu Lufteinschlüssen und damit zu höheren Porengehalten, welche die mechanischen Eigenschaften des Bauteils und damit dessen Qualität herabsetzen [95–97].

Der Mechanismus, der zur Entstehung von Poren führt, geht auf den heterogenen Aufbau der Faserarchitektur zurück. So bestehen Verstärkungstextilien aus Rovingen, die wiederum aus Filamenten aufgebaut sind. Letztere weisen im Falle von Carbonfasern einen Durchmesser von ca. 7 μm auf. Rovinge bestehen in der Regel aus 3000 bis 50000 Einzelfilamenten. Typische Abmessungen liegen im Bereich mehrerer Millimeter in der Breite und einige Zehntelmillimeter in der Dicke. Die Fließkanäle zwischen Einzelfilamenten und einzelnen Rovingen unterscheiden sich dadurch deutlich in ihren Dimensionen, was zu deutlich unterschiedlichen Fließwiderständen und folglich Fließgeschwindigkeiten innerhalb eines Rovings (Mikroflussbereich) und zwischen Rovingen (Makroflussbereich) führt. Je nach Position von Poren im Laminat unterscheidet man zwischen Mikro- und Makroporosität. Mikroporosität entsteht, wenn der Fluss zwischen den Faserbündeln deutlich schneller ist als der Fluss im Faserbündel. Letzterer wird neben dem anliegenden Druckgradienten noch durch Kapillareffekte beeinflusst, so dass auch der Fluss in Faserbündeln schneller sein kann als der Fluss zwischen Faserbündeln. Dies führt dann zur Entstehung von Makroporen. Lufteinschlüsse entstehen an Imperfektionen bzw. Unregelmäßigkeiten im Fasermaterial, wo Harz aus dem jeweils anderen Bereich seitlich eindringt und nicht getränkte Bereiche einschließt. Dieser Porenentstehungsmechanismus gilt in der Literatur als unumstritten und wird von mehreren unterschiedlichen Quellen so beschrieben [82, 83, 83, 90, 91, 93, 95, 98].

Für die praktische Anwendung bedeutet dies, dass es einen idealen Druckgradienten gibt, bei dem die Fließgeschwindigkeit im Makroflussbereich, im Wesentlichen vorgegeben durch die Permeabilität der Verstärkungsstruktur und der Viskosität des Harzsystems, genau so groß ist, wie im Mikroflussbereich. Letzterer wird aufgrund der im

Vergleich zur Makrostruktur vernachlässigbar geringen Permeabilität eines Rovings von resultierenden Kapillareffekten dominiert.

Anhand von Gleichung (2-32) kann der in Faserrichtung wirkende Kapillardruck einer unidirektionalen Faserstruktur berechnet werden [99]. Unterschiede zwischen globalem Faservolumengehalt V_f und dem Faservolumengehalt des Rovings $V_{f\text{ Roving}}$, wie er für unidirektionale Halbzeuge üblich ist, werden darin bereits berücksichtigt. Soll der Kapillardruck homogen verteilter Filamente berechnet werden, ist $V_{f\text{ Roving}}$ mit V_f zu ersetzen. Der Filamentdurchmesser d_f kann dem technischen Datenblatt des verwendeten Textils entnommen werden, Kontaktwinkel φ und Oberflächenspannung σ sind experimentell zu ermitteln.

$$p_c = \frac{4 \sigma \cos\varphi}{d_f \left(\frac{1 - V_{f\text{ Roving}}}{V_f} \right)} \quad (2-32)$$

Im Gesetz von Darcy (Gleichung (2-25)) wird der Kapillardruck durch Addition zur erzeugten Druckdifferenz berücksichtigt.

2.6.4 Entwicklung des Druckgradienten bei konstantem Injektionsdruck

Bei Injektionsprozessen mit konstantem Injektionsdruck (siehe Kapitel 5 und 6) nimmt die Fließgeschwindigkeit mit fortschreitender Fließfrontposition ab. Die Ursache hierfür ist der sinkende Injektionsdruckgradient, wie nachfolgende Betrachtung zeigt:

Ausgangspunkt ist neben der eindimensionalen Darcy-Gleichung (2-25) die eindimensionale Kontinuitätsgleichung für ausgebildete Strömungen im rechteckigen Fließkanal wie sie bei der Linearflussmethode zur Bestimmung der Permeabilität vorliegt:

$$\frac{du}{dx} = 0 \quad (2-33)$$

Nach Einsetzen von Gleichung (2-25) in Gleichung (2-33) und zweimaliger Integration über den Druck unter Berücksichtigung der Randbedingungen $p(x=0) = p_{inj}$ und $p(x=x_f) = 0$ folgt für den Druckverlauf in Abhängigkeit des Ortes und der Zeit bzw. der Fließfrontposition $x_f(t)$:

$$p(x, t) = p_{inj} - \frac{p_{inj}}{x_f(t)} x \quad (2-34)$$

Innerhalb des porösen Mediums fällt der Harzdruck somit linear von Injektionsdruck p_{inj} auf Umgebungsdruck $p_f = 0$ an der Fließfront ab. Der Druckgradient wird folglich mit fortschreitender Fließfront flacher und die Fließgeschwindigkeit nach Glei-

chung (2-25) und (2-36) langsamer. Nachfolgende Abbildung verdeutlicht die Entwicklung des Druckgradienten für fortschreitende Fließfrontpositionen graphisch.

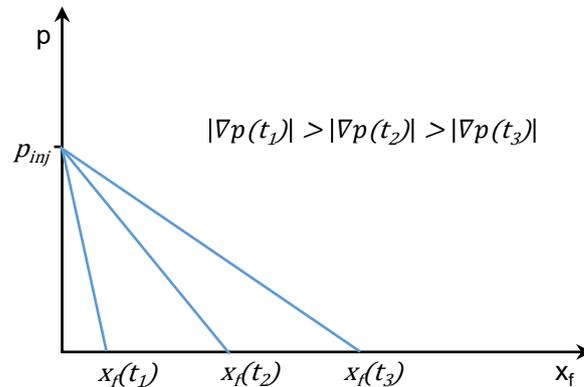


Abb. 2-11: Entwicklung des Druckgradienten bei konstantem Injektionsdruck für fortschreitende Fließfrontpositionen

Die Gleichung zur Berechnung der Fließfrontposition bei konstantem Injektionsdruck $x_f(t)$ kann ausgehend vom Gesetz von Darcy (Gleichung (2-25)) und dem eben identifizierten linearen Druckverlauf innerhalb des porösen Mediums hergeleitet werden. Die mittlere Fließgeschwindigkeit innerhalb des porösen Mediums entspricht der Ableitung der Fließfrontposition nach der Zeit:

$$\frac{dx_f}{dt} = v = -\frac{K}{\eta(1-V_f)} \frac{p_{inj}}{x_f} \quad (2-35)$$

Nach Trennung der Variablen und Integration der beiden Seiten unter Berücksichtigung der Randbedingung $x_f(t=0) = 0$ folgt aus Gleichung (2-35):

$$x_f(t) = \sqrt{\frac{2Kp_{inj}t}{\eta(1-V_f)}} \quad (2-36)$$

2.7 Effekte der Vibrationsunterstützung im Herstellungsprozess von FVK

Die Auswirkungen von Oszillationsbewegungen (Vibration) werden bereits in zahlreichen technischen Prozessen genutzt [16, 100–106]. Als Beispiele seien:

- die Fügetechnik (Vibrationsschweißen [100] und –kleben [101]),
- das Gießereiwesen (Beeinflussung der Gefügestruktur [103, 106], Reduktion von Porosität [103, 104] und verlängertes Nachfließen bei der Formfüllung [103]) und

- die Betonverarbeitung (Reduktion von Porosität [16], Steigerung der Konsolidierung [16] und feinere Oberflächenbeschaffenheit [16, 105]) genannt.

Auch bei Verarbeitungsprozessen von Thermoplastschmelzen wurde der Einfluss von Vibrationen bereits untersucht. Ibar hat die Ergebnisse zahlreicher Studien zusammengefasst [107]. So kann durch eine Vibrationsunterstützung eine schnellere Formfüllung bei Spritzgieß- und Blasformprozessen und ein erhöhter Materialdurchsatz bei Extrusionsprozessen (30 – 50 %) erreicht werden. Außerdem können durch eine Steigerung des Kristallinitätsgrades (24 %) die mechanischen Eigenschaften beeinflusst werden - höherer Elastizitätsmodul (120 %) und höhere Bruchspannung (90 %). Diese Effekte beruhen auf dem scherverdünnenden Fließverhalten der Thermoplastschmelzen und der durch Vibration erzeugten Reibungswärme.

Ein Ziel der Einkopplung von Schwingungen in Fließprozesse ist die Reduktion der effektiven Viskosität und damit eine Steigerung der Durchflussmenge. Als besonders wirksam hat sich eine longitudinale Überlagerung von Hauptströmung und Wandvibrationsrichtung erwiesen. Diese wird auch als „*in-line*“-Überlagerung bezeichnet. Eine „*cross-line*“-Überlagerung liegt vor, wenn Hauptströmung und Wandvibrationsrichtung transversal ausgerichtet sind. Grundsätzlich ist zwischen einer Oszillationsströmung (Strömung in der Nähe eines oszillierenden Objektes), einer Vibrationsströmung (stationäre Grundströmung mit oszillierender Berandung) und einer Pulsationsströmung (Überlagerung eines statischen mit einem dynamischen Druckgradienten) zu unterscheiden. Neben der Richtung der Oszillationsbewegung sind die Frequenz und Amplitude als Haupteinflussparameter zu nennen. [108]

Für newtonsche Fluide kann der Wandabstand, bis zu welcher die Strömung durch die Vibration beeinflusst wird, nach [108] mit folgender Formel abgeschätzt werden:

$$d = \sqrt{\frac{\nu}{\omega}}. \quad (2-37)$$

Sie nimmt mit zunehmender kinematischer Viskosität ν und abnehmender Kreisfrequenz ω zu.

Eine der ersten Veröffentlichungen zu Pulsationsströmungen stammt aus dem Jahr 1969 [109]. In Übereinstimmung mit späteren Studien anderer Autoren [110, 111] wurde erkannt, dass dadurch eine Steigerung des Volumenstroms scherverdünnender Fluide durch Rohre möglich ist.

Studien zu Vibrationsströmungen in Rohren sind zahlreich in der Literatur vorhanden [112–119]. Sie alle beschreiben den Effekt von überlagerten longitudinalen Vibrationen auf den Fluss nicht-newtonscher Fluide und stimmen darin überein, dass es bei nicht-newtonschen Fluiden zu einer Steigerung der Flussrate kommt.

Deshpande und Barigou [119] haben die longitudinale Vibrationsströmung durch 500 mm lange vertikale Rohre mit einem Durchmesser von 4 bzw. 6 mm sowohl simulativ

als auch experimentell untersucht. Die Simulationsergebnisse weisen maximale Abweichungen zum Experiment von 10 % auf. Als Flüssigkeiten kamen newtonsche und scherverdünnende (Powerlaw-Fluid) Fluide zum Einsatz. Außerdem wurde die Strömung mit einem Herschel-Bulkley-Fluid simuliert. Amplitude (0 – 1,6 mm) und Frequenz (0 – 40 Hz) konnten getrennt voneinander variiert werden. Grundsätzlich war für zunehmende Frequenzen und Amplituden eine Zunahme im Volumenstrom verglichen mit dem newtonschen Fall zu verzeichnen. Die maximale Flussteigerung wurde für das Röhrchen mit geringerem Durchmesser bei maximaler Frequenz (Faktor 3) und maximaler Amplitude (Faktor 1,8) erreicht. Außerdem wurde anhand des Simulationsmodelles der Einfluss des Fließindex untersucht und vorhergesagt, dass eine Flussteigerung um das 100-fache ($n = 3$) verglichen mit dem newtonschen Fluid bei einer Amplitude von 4 mm und einer Frequenz von 60 Hz erreicht werden kann. In der Simulation mit dem Herschel-Bulkley Fluid wurden zusätzlich noch der Einfluss des Fließkoeffizienten, der Fließgrenze, des Rohrdurchmessers und des Druckgradienten untersucht. Die Effektstärke nimmt mit zunehmendem Fließkoeffizienten und zunehmender Fließgrenze sowie abnehmendem Fließindex, Rohrdurchmesser und Druckgradienten zu. Schließlich wurde noch der von Goshawk et al. [116] vorgestellte Zusammenhang von Frequenz und Amplitude bestätigt. Er besagt, dass die Durchsatzsteigerung von der Maximalbeschleunigung a_{max} abhängig ist, die sich aus der Kreisfrequenz ω und der Amplitude A der überlagerten Oszillationsbewegung berechnet:

$$a_{max} = A\omega^2. \quad (2-38)$$

Eine ähnliche, jedoch rein simulative Studie wurde von Zaem et al. [118] durchgeführt. Sie haben den Fluss eines newtonschen, scherverdünnenden, scherverdickenden und eines Bingham-Fluids durch ein Rohr mit überlagerter longitudinaler Wandvibration simuliert. Die Simulation erfolgte unter Verwendung dimensionsloser Parameter. Dabei wurde neben dem Druckgradienten die Amplitude der überlagerten Wandoszillation variiert und die resultierenden Volumenströme berechnet. Im Falle des newtonschen Fluides ergab sich keine vibrationsbedingte Änderung des Volumenstroms. Für das scherverdünnende und das Bingham-Fluid wurde eine Zunahme des Volumenstroms für zunehmende Amplituden vorhergesagt. Verglichen mit dem Volumenstrom des newtonschen Fluides ist eine maximale Zunahme um mehr als das 4-fache für den scherverdünnenden Fall und nahezu das 20-fache für den Fall mit Bingham-Fluid zu verzeichnen. Diese Maximalwerte treten im scherverdünnenden Fall bei maximalen Druckgradienten und maximaler Amplitude auf. Im Gegensatz zum Bingham-Fluid, wo der Einfluss der Amplitude vor allem bei geringen Druckgradienten besonders groß ausfällt.

Abschließend sei noch auf die Existenz erster simulativer Forschungsergebnisse zum vibrationsunterstützten Fluss nicht-newtonscher Fluide durch poröse Medien verwiesen. In den Arbeiten von Ueda et al. werden die in Kapitel 2.5 erwähnten Porennetzwerk-Modelle in Form von Lattice-Boltzmann Modellen verwendet, um die Wir-

kung von Oszillationsbewegungen auf den Volumenstrom [120, 121] bzw. die scheinbare Viskosität [122] beim Fluss nicht-newtonscher Fluide durch poröse Gesteinsschichten zu beschreiben. Dabei werden zahlreiche Parameter wie Porengröße, Porenform, Vibrationsrichtung, Frequenz und Amplitude variiert. Es wird ebenfalls eine vibrationsbedingte Steigerung der Flussrate vorhergesagt, jedoch ohne konkrete Angabe zum verwendeten Viskositätsmodell.

In Bezug auf HIP zur Herstellung EFVK ist der Einsatz von Vibrationen noch Gegenstand aktueller Forschung. Hier kann grundsätzlich zwischen drei Effekten unterschieden werden: Der Reduktion des Porengehaltes und der Füllzeit sowie der Steigerung der Kompaktierung des Fasermaterials.

2.7.1 Reduktion des Porengehaltes

Die Effekte einer Vibrationsunterstützung im Herstellungsprozess von EFVK wurden erstmals von Ghiose et al. 1991 veröffentlicht [123]. Sie stellten fest, dass sich der Porengehalt eines im Vakuumsackverfahren konsolidierten und unter Vibration (40 bis 50 Hz) ausgehärteten Carbon-Epoxy-Prepreg-Materials um mehr als 50 % von 2,5 auf 1,2 % reduzieren lässt. Die Anzahl an Poren wurde um 59 % reduziert, wohingegen die mittlere Porengröße um 10 % zunahm.

Ähnliche Versuche wurden von Muric-Nesic et al. durchgeführt [124, 125]. Im Handlaminierverfahren wurden Lamine aus Glasfasern und Vinylester-Harz hergestellt und mit Vibrationsunterstützung bei Frequenzen zwischen 10 und 50 Hz für 10 und 30 min ausgehärtet [124]. Die geringste Anzahl an Poren sowie der geringste Porengehalt wurden für eine Vibrationsunterstützung von 30 min bei 30 Hz festgestellt. In Übereinstimmung mit [123] wurde erkannt, dass sich kleinere Poren zu größeren Poren vereinigen (Koagulation) und größere Poren auftriebsbedingt schneller entweichen als kleinere. Dieser Mechanismus wurde in einer weiteren Studie [125] genauer untersucht. Diesmal wurden Frequenzen zwischen 0 und 40 kHz während der Aushärtung in das Laminat eingekoppelt. Der geringste Porengehalt wurde für Frequenzen zwischen 10 und 30 Hz, in der Nähe der Eigenfrequenz des Versuchsaufbaus, gemessen. Neben der Auftriebskraft, welche in erster Linie von der Größe einer Pore bestimmt wird, wurde die Viskosität als entscheidende Größe für das Entweichen von Luftblasen identifiziert. Die größten Luftblasen entstehen bei der Eigenfrequenz des Versuchsaufbaus, aufgrund der dabei auftretenden maximalen Amplituden.

Gangloff et al. [126] nutzen ein zyklisches Kompaktieren bereits getränkter Textilien für das Lösen von Luftblasen innerhalb der Faserarchitektur, um sie anschließend durch die Vakuumleitung aus dem Laminat zu saugen. Dabei haben sich Frequenzen zwischen 1 und 5 Hz als besonders effektiv gezeigt.

2.7.2 Steigerung der Materialkompaktierung

Zyklisches Be- und Entlasten textiler Verstärkungsstrukturen bewirkt ein Aufspreizen des Rovings und fördert Nestingvorgänge, so dass damit eine homogenere und höhere Packungsdichte bei gleichem Kompaktierungsdruck erreicht werden kann. [127–129]

Dieser Zusammenhang wurde gezielt von Kruckenberg et al. [127] in einer Universalprüfmaschine untersucht und bestätigt, nachdem andere Quellen [130, 131] über einen erhöhten Faservolumengehalt nach zyklischen Kompaktierungsvorgängen berichtet haben. Dazu wurden Glas- und Carbonfasergewebe zyklisch (0,03, 1 und 10 Hz) mit 3 und 100 kPa belastet. Unmittelbar nach Versuchsbeginn war die größte Dickenabnahme für beide Materialien bei der geringsten Frequenz zu verzeichnen wohingegen die größte Zunahme im Faservolumengehalt, verglichen mit der statischen Kompaktierung, am Ende des Versuchs mit einer Frequenz von 10 Hz erreicht wurde. Im Falle des Glasfasergewebes war eine Zunahme im Faservolumengehalt von 16 % und im Falle des Carbonfasergewebes von 1,5 % zu verzeichnen. Schmierfilmeffekte durch Zugabe niederviskoser Flüssigkeiten bewirkten keine weitere Zunahme im Faservolumengehalt. Außerdem wurden reduzierte Relaxationsvorgänge bei den vibrationsunterstützten Proben erkannt, was auf eine Änderung der Faserarchitektur zurückgeführt wurde.

Gutiérrez et al. [128, 129] haben dynamische Kompaktierungstests mit Glasfasergelege und -gewebe unter Verwendung eines DMA-Gerätes durchgeführt. Die Materialien wurden vor der Verpressung zyklischen Belastungen mit Frequenzen von 10, 100 und 300 Hz und Amplituden von 50 und 100 μm ausgesetzt. Der ohne vorherige Vibrationsbehandlung maximale Faservolumengehalt bei 100 kPa Kompaktierungsdruck wurde für das vibrationsbehandelte Gelege bereits bei 70 kPa und für das vibrationsbehandelte Gewebe bereits bei 40 kPa erreicht. Absolut konnte der maximale Faservolumengehalt bei vorheriger Vibrationsbehandlung im Falle des Geleges um 2,5 % und im Falle des Gewebes um 3,2 % gesteigert werden. Dabei haben sich vor allem hohe Frequenzen als effektiv für das Erreichen hoher Nestinggrade erwiesen. Die Amplitude hat sich als wenig einflussreich herausgestellt.

In einer folgenden Studie wurde das Verständnis für die Vorgänge in vibrationsunterstützten Kompaktierungsprozessen weiter vertieft [128]. Als wichtigste Größe für das Erreichen hoher Faservolumengehalte stellte sich das Verhältnis aus dynamischen und statischen Kompaktierungskräften heraus. Nur wenn die dynamischen Kräfte das Material ausreichend entlasten, kann es zu Umstrukturierungen in der Faserarchitektur und somit zu Spreizvorgängen und Nestingeffekten kommen. Die vorherige Aussage, dass besonders hohe Frequenzen für eine Erhöhung des Faservolumengehaltes dienlich sind, wurde insofern revidiert, dass hohe Frequenzen zwar eine hohe Zykluszahl bedeuten, jedoch nimmt die dynamische Deformation mit zunehmender Frequenz ab, so dass mehr Zyklen erforderlich werden um die maximale Kompaktierung zu erreichen.

Insgesamt wurde in dieser Versuchsreihe eine vibrationsbedingte Steigerung des Faservolumengehaltes von 14 % für das Gewebe und 21 % für das Gelege erreicht.

2.7.3 Reduktion der Füllzeit

Ein bisher wenig untersuchter und mangels Reproduzierbarkeit verstandener Effekt der Vibrationsunterstützung in HIP ist der Einfluss auf die Fließgeschwindigkeit scherverdünnender Harzsysteme durch trockene Faserstrukturen.

Gibson und Ayorinde [132] zeigen mögliche positive Auswirkungen einer Vibrationsunterstützung in HIP auf, darunter auch die Viskositätsreduzierung scherverdünnender Harzsysteme. Dazu wurden Versuche mit zyklischer Variation des Injektionsdruckes durchgeführt. Die in [132] präsentierten Ergebnisse sind eine Zusammenfassung langjähriger Forschungsergebnisse u.a. einer Dissertation [133]. Veröffentlichungen auf Konferenzen gehen bis auf das Jahr 1996 zurück. Diese sowie eine Masterarbeit [134] waren dem Autor jedoch nicht zugänglich.

Ein erster Versuchsaufbau bestand aus einer parallelen, kubisch-gepackten Anordnung von Glasstäben mit einem Durchmesser von 4 mm, welche durch Anlegen einer Pulsationsströmung mit verschiedenen Frequenzen (25 – 60 Hz) mit einer 1 und 3 %-igen Polyacrylamid-Wasserlösung durchströmt wurde. Das Gemisch wies scherverdünnendes Fließverhalten gemäß dem Potenzgesetz nach Ostwald und de Waele auf. Die größte Flusssteigerung von ca. 30 % im Vergleich zum statischen Fall wurde mit der 1 %-igen Mischung bei 25 Hz festgestellt. [132]

Außerdem wurde für diese vereinfachte Anordnung eine Gleichung zur Berechnung der maximalen Scherrate hergeleitet:

$$\dot{\gamma}_{max} = \frac{2A_0}{\pi f d \sqrt{\frac{\pi}{4V_f} - 1}} \quad (2-39)$$

Sie berechnet sich aus der Amplitude A_0 , dem Faserdurchmesser d , der Frequenz f und dem Faservolumengehalt V_f und basiert auf der Annahme einer parabolischen Geschwindigkeitsverteilung zwischen den Rohren mit sinusförmiger Pulsationsströmung. Die Ergebnisse der ersten Versuchsreihe bestätigten diesen Zusammenhang. [134]

Es sei jedoch darauf verwiesen, dass die nach Gleichung (2-39) berechneten maximalen Scherraten nicht die zu erwartende Einheit 1/s aufweisen.

Der zweite Versuchsaufbau bestand aus einem Glasrohr, das zu 11,5 Vol.-% mit Endlos-Glasfasermatten gefüllt war. Der untersuchte Frequenzbereich erstreckte sich von 1 bis 25 Hz. Die Formfüllzeit konnte für eine Frequenz von 1 Hz und einer Amplitude von 0,6 Inch um 66 %, verglichen mit dem statischen Versuch, bei Verwendung der 3 %-igen Mischung verkürzt werden. [132]

Jedoch wurde für die 1%-ige Polyacrylamid-Wasser-Mischung bei sonst identischen Versuchsbedingungen eine längere Formfüllzeit festgestellt. [133, 133]

Pantelelis veröffentlichte ebenfalls Versuchsergebnisse über die durchflussfördernde Wirkung einer Vibrationsunterstützung in HIP [135, 136]. Er führte Füllversuche nach dem Radialflussprinzip (siehe Abschnitt Permeabilitätsmessung in Kapitel 2.6.1) in einem RTM-Aufbau mit einem Polyester-Harzsystem durch.

In seiner ersten Studie [135] bestanden die Preforms aus Kurzfasermatten mit einem Faservolumengehalt von 14 % und Leinwandgewebe mit Faservolumengehalten von 26, 28 und 42 %, hergestellt aus Glasfasern. Die Infiltration wurde bei konstantem Injektionsdruck (1 und 3 bar) durchgeführt. Im Falle der Kurzfasermatten stellte er eine vibrationsbedingte Verlängerung der Formfüllzeit (teilweise um den Faktor 2) fest. Im Falle der Versuche mit Leinwandgewebe wurde für zunehmenden Faservolumengehalt eine Verkürzung der Formfüllzeit von 10, 38 und 4 %, verglichen mit dem statischen Fall, festgestellt. Frequenz und Amplitude wurden die gesamte Versuchsreihe hindurch konstant gehalten und betragen 15 Hz bzw. 2 mm. Eine schlüssige Hypothese zur Erklärung der gegensätzlichen Wirkung einer Vibrationsunterstützung in Kurzfasermatten und Leinwandgewebe wird nicht gegeben.

In seiner zweiten Studie [136] verwendete Pantelelis ausschließlich Preforms aus Leinwandgewebe mit einem Faservolumengehalt von 36 %. Die Frequenzen betragen 15, 17 und 30 Hz und für jede Frequenz wurde eine andere Oszillationsrichtung (horizontal, horizontal und vertikal, vertikal) gewählt. Das Ergebnis war, dass sich mit abnehmender Frequenz die Formfüllzeit für die vibrationsunterstützten Versuche verkürzte. Die absolute Formfüllzeit bei einer Frequenz von 30 Hz war jedoch geringfügig länger als im statischen Fall. Bei einer Frequenz von 15 Hz wurde eine Verkürzung um 33 %, verglichen mit dem statischen Fall, erreicht.

In keiner seiner beiden Studien wurde das Fließverhalten des verwendeten Polyester-Harzsystems ermittelt. Trotz der Vermutung, dass die flussfördernde Wirkung einer Vibrationsunterstützung auf Kapillareffekte zurückzuführen ist, wurden Letztere nicht quantifiziert. Unter Berücksichtigung des Injektionsdruckes in Versuchsreihe 1 von 3 bar und der maximal erzielten Verkürzung der Formfüllzeit um 38 % würde eine Vibrationsunterstützung nach Gleichung (2-36) einen *zusätzlichen* Kapillardruck von ca. 1,8 bar bewirken, was nach Kenntnis des Autors ausgeschlossen ist.

2.8 Fazit zum Stand der Technik und Wissenschaft

Das Gesetz von Darcy ist das am häufigsten angewandte Modell zur Beschreibung des Infiltrationsprozesses von EFVK. Es berücksichtigt keine von der Scherrate abhängige Viskosität. Gleichzeitig gibt es nur sehr wenige Untersuchungen zum Fließverhalten duroplastischer Harzsysteme. Aktuelle Softwaretools zur Berechnung des Füllvorgang-

ges in HIP berücksichtigen derartige Effekte ebenfalls nicht. Es wird angenommen, dass Infiltrationsharzsysteme newtonsches Verhalten zeigen. Meist wird auch keine Aussage bezüglich einer Scherratenabhängigkeit von duroplastischen Harzsystemen getätigt [7, 9, 11, 13, 66, 92] und Untersuchungen zu möglichen Auswirkungen auf Tränkungsverfahren in HIP waren trotz intensiver Recherche nicht auffindbar.

Aus verwandten technischen Anwendungen, die sich mit dem Fluss nicht-newtonscher Fluide durch poröse Medien beschäftigen, ist bekannt, dass viskoelastische Effekte sowie zeitabhängiges und zeitunabhängiges Fließverhalten von großer Bedeutung sind. Darüber hinaus existieren sowohl simulative als auch experimentelle Studien, die belegen, dass die Flussrate derartiger Fluide durch poröse Medien durch Wandvibrationen bei gleichem Druckgradienten deutlich gesteigert werden kann.

Für den hier betrachteten Anwendungsfall der vibrationsunterstützten Strömung von Epoxidharzen durch trockene Faserstrukturen existieren überwiegend Versuchsergebnisse mit idealisierten Materialien (Glasstäbe an Stelle von Verstärkungstextilien oder nichtaushärtende Flüssigkeiten an Stelle von realen Harzsystemen) oder die Versuchsergebnisse weisen erhebliche Schwankungen, teilweise sogar gegensätzliche Resultate auf.

Die Grundlage für alle weiterführenden Untersuchungen, sowohl für den Fluss nicht-newtonscher Fluide durch trockene Faserstrukturen als auch die Durchfluss steigernde Wirkung einer Vibrationsunterstützung in HIP stellen die rheologischen Eigenschaften der verwendeten Harzsysteme dar. Die Charakterisierung gängiger Epoxidharzsysteme ist Gegenstand des nachfolgenden Kapitels.

3 Rheologische Charakterisierung von Epoxidharzsystemen

In diesem Kapitel werden die rheologischen Messprogramme und -ergebnisse der untersuchten Epoxidharzsysteme vorgestellt. Einen Überblick über die betrachteten Systeme gibt das erste Unterkapitel. Die Viskositätsverläufe dieser Harzsysteme werden, gruppiert nach deren Verwendung in verschiedenen Industriezweigen diskutiert. Schließlich wird eines der Harzsysteme ausgewählt und stellvertretend hinsichtlich der Einflussgrößen auf dessen Fließverhalten untersucht. Diese rheologischen Studien sind Inhalt des zweiten Unterkapitels.

Ein Großteil der Messungen mit den Systemen EPIKOTE Resin MGS® RIMR135/EPIKURE Curing Agent MGS® RIMH1366¹ und RTM6 von Hexcel wurden im Rahmen der Semesterarbeit von Cansu Kirdar [137] durchgeführt.

3.1 Viskositätsverlauf ausgewählter Epoxidharzsysteme

Um die Bedeutung von scherverdünnendem Fließverhalten in realen Infiltrationsprozessen bewerten zu können, werden in einem ersten Schritt typische Harzsysteme aus den Bereichen Luftfahrt, Windkraft sowie Boots-, Maschinen- und Automobilbau charakterisiert. Sie sind in Tab. 3-1 aufgelistet. Die Angaben der empfohlenen Verarbeitungsprozesse und -temperaturen wurden den technischen Datenblättern entnommen.

Sämtliche rheologischen Messungen werden mit einem Rheometer des Typs MCR 302 von Anton Paar durchgeführt. Standardmäßig und soweit nicht anders angegeben, wird ein Kegel/Platte-Messsystem mit abgenommener Kegelspitze verwendet. Der Kegel-durchmesser beträgt 25 mm, der Kegelwinkel 1° und der Kegelabstand 0,048 mm. Das Messprogramm zur Bestimmung des Viskositätsverlaufs ist angelehnt an die Empfehlung von [24] und besteht grundsätzlich aus den in Tab. 3-2 aufgeführten fünf Abschnitten.

¹ Wird im weiteren Verlauf der Arbeit als RIMR135/RIMH1366 bezeichnet.

Tab. 3-1: Übersicht untersuchter Harzsysteme

Harz-Härter-System	Hersteller	Empfohlener Verarbeitungsprozess	Verarbeitungstemperatur [°C]
Biresin® - CR80/CH80-6²	Sika	Infusions- und Injektionsverfahren	18 - 35
Biresin® - CR120/CH120-6³	Sika	Infusions- und Injektionsverfahren	18 - 35
Biresin® - CR132/CH132-7⁴	Sika	Pultrusions- und Wickelprozesse	18 – 35
Biresin® - CR141/CH141/CA141⁵	Sika	Pultrusions- und Wickelprozesse	k. A.
RIMR135/RIMH1366	Momentive	Infusions-, Injektions und Pultrusionsprozesse	20 – 25
EPIKOTE05475/ EPIKURE05443	Momentive	RTM	25 – 90
RTM6	Hexcel	RTM	80 – 120
ST15 RTM Resin⁶	Hexcel	RTM	80 – 150
CYCOM® PR520 RTM Resin System⁷	Cytec	RTM	90 - 165

² Wird im weiteren Verlauf der Arbeit als CR80/CH80 bezeichnet.

³ Wird im weiteren Verlauf der Arbeit als CR120/CH120-6 bezeichnet.

⁴ Wird im weiteren Verlauf der Arbeit als CR132/CH132-7 bezeichnet.

⁵ Wird im weiteren Verlauf der Arbeit als CR141/CH141/CA141 bezeichnet.

⁶ Wird im weiteren Verlauf der Arbeit als ST15 bezeichnet.

⁷ Wird im weiteren Verlauf der Arbeit als PR520 bezeichnet.

Tab. 3-2: Standardmessprogramm zur Bestimmung des Viskositätsverlaufs

Messabschnitt	Anzahl Messpunkte	Messpunktdauer t_{MP} [s]	Scherrate $\dot{\gamma}$ [1/s]
1. Homogenisierungsphase	35	5	1
2. Ruhephase	1	60	0
3. Scherratenrampe ansteigend	55	5	0,1 – 15000 log
4. Konstante Scherrate	12	5	15000
5. Scherratenrampe abnehmend	55	5	15000 – 0,1 log

Nach dem Eintrag der Probe ins vorgeheizte Rheometer und dem Anfahren des Messspaltes folgt eine Homogenisierungsphase. Dabei wird eine geringe Scherbelastung erzeugt, um die Probe gleichmäßig im Spalt zu verteilen und eventuell vorhandene Vorspannungen abzubauen. In der sich anschließenden Ruhephase werden zeitlich bedingte Inhomogenitäten durch den Probeneintrag und die Homogenisierungsphase abgebaut. Die ersten beiden Messabschnitte dienen außerdem der Temperierung der eingebrachten Probe auf die im dritten Messabschnitt benötigte Temperatur. Die eigentlichen Messwerte des Versuchs werden in den Abschnitten drei, vier und fünf bestimmt. Für die Scherratenrampen wird ein linear logarithmisches Scherratenprofil gewählt. Ein Durchlauf des Standardmessprogramms dauert ca. 14 Minuten.

3.1.1 Windkraft, Boots- und Maschinenbau

Die ersten fünf Materialsysteme aus Tab. 3-1 sind Mehrkomponentensysteme, die für die Verarbeitung bei Raumtemperatur entwickelt wurden. Sie eignen sich für den Bau von Rotorblättern für Windkraftanlagen sowie großflächigen Komponenten aus dem Boots- und Maschinenbau mit Einsatztemperaturen bis ca. 100 °C.

Die Einzelkomponenten Harz und Härter sowie im Falle des Systems CR141/CH141/CA141 Beschleuniger werden bei Raumtemperatur vermischt. Dazu werden mindestens 10 g der Harzkomponente abgewogen (Kern Präzisionswaage PCB) und der laut Datenblatt geforderte Härteranteil dazugegeben. Die Abweichungen vom idealen Mischungsverhältnis betragen max. ± 1 % (absolut). Die Komponenten werden mit einem Holzspatel vermischt, bis eine klare und schlierenfreie Harzmasse vorliegt. 15 Minuten nach dem Mischvorgang werden die Proben in das vorgeheizte Rheometer gegeben und das Messprogramm (vgl. Tab. 3-2) wird gestartet. Neben den genannten Harzsystemen wird ein Silikonöl (Dow Corning® Xiame-ter PMX 200/350 cS) als Referenz für eine newtonsche Flüssigkeit untersucht.

Abb. 3-1 zeigt die Viskositätsverläufe der Harzsysteme bei einer Temperatur von 25 °C im Vergleich zu den bei 20 °C gemessenen Viskositätsverläufen des Silikonöls. Letztere weisen eine bis zu einer Scherrate von ca. 5000 1/s konstante Viskosität auf. Die Ergebnisse der Wiederholungsmessung sind abgesehen von den Werten im untersten Scherratenbereich identisch. Ebenfalls newtonsches Fließverhalten bis zu einer Scherrate von ca. 1000 1/s zeigt das System Biresin®-CR141. Damit unterscheidet es sich von den übrigen Harzsystemen, welche ein ausgeprägtes scherverdünnendes Fließverhalten bis zu einer Scherrate von 100 1/s zeigen. Das System ®-CR141 unterscheidet sich von den übrigen Systemen dadurch, dass die Harzkomponente neben der Härterkomponente noch mit einer Beschleunigerkomponente vermischt wird. Bei der Härterkomponente handelt es sich außerdem um ein Anhydridsystem wohingegen die übrigen Härtersysteme Amin basiert sind. Die dargestellte Abweichung der Viskositätskurve mit ansteigender Scherratenrampe für das System Biresin®-CR132 für Scherraten < 1 1/s wird auf zu Beginn der Messung noch vorhandene Inhomogenitäten im Scherspalt zurückgeführt. Allen untersuchten Flüssigkeiten gemein ist eine abnehmende Viskosität für Scherraten > 1000 1/s. Dieses Verhalten ist ein Effekt der viskosen Erwärmung und wird in Kapitel 3.2.4 detailliert erläutert.

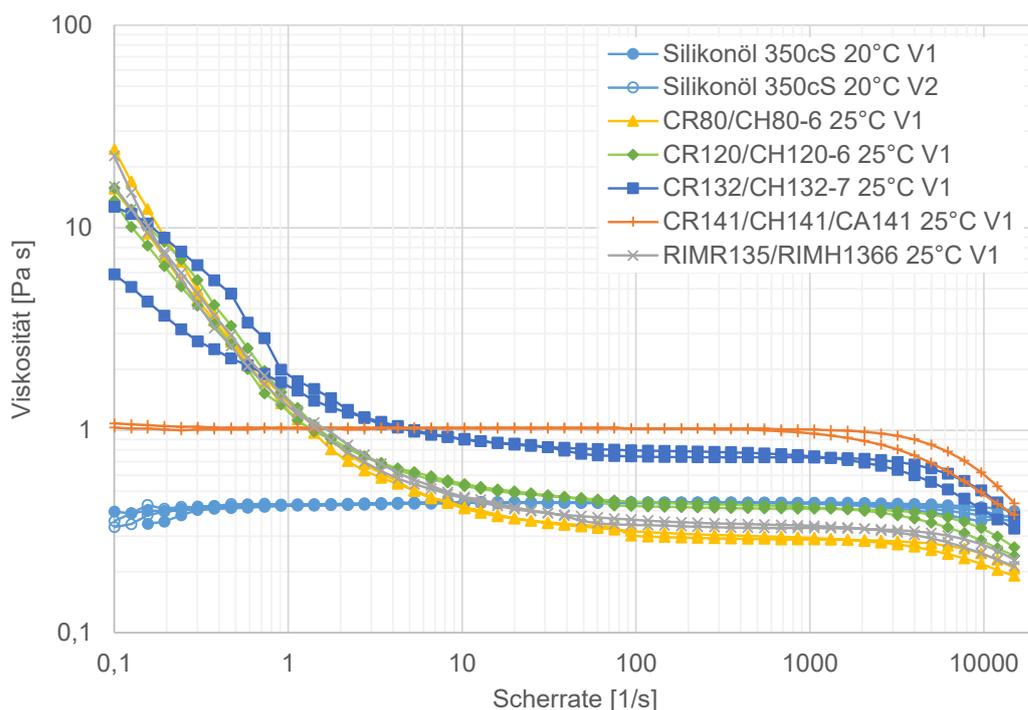


Abb. 3-1: Viskositätsverläufe der bei Raumtemperatur härtenden Harzsysteme

3.1.2 Automobilbau

Die folgenden Messungen sind in Zusammenarbeit mit meinem ehemaligen Kollegen Wolfgang Raffelt entstanden. Eine detaillierte Beschreibung der verwendeten Anlagen und des Versuchsaufbaus sind in seiner Dissertationsschrift [138] nachzulesen.

Das System EPIKOTE05475/EPIKURE05443 zählt ebenfalls zu den Mehrkomponentensystemen und wurde speziell für die Verarbeitung in automobilen Serienprozessen entwickelt (siehe technischen Datenblatt in Anhang c). Es zeichnet sich durch eine geringe initiale Mischviskosität gefolgt von einer sehr schnellen Aushärtereaktion aus. Für die Verarbeitung dieser hochreaktiven Harzsysteme werden spezielle Misch- und Dosieranlagen benötigt. Die Versuche im Rahmen dieser Arbeit werden mit einer 3-Komponenten-Injektionsanlage durchgeführt. Harz und Härter werden im vortemperierten Mischkopf (60 °C) unmittelbar vor Versuchsbeginn vermischt. Aus dem Materialstrom wird bei Raumtemperatur die benötigte Probenmenge mit Hilfe einer Kolbenhubpipette entnommen und in das auf Messtemperatur (80 °C) vorgeheizte Rheometer gegeben.

Die hohe Reaktivität des Systems erfordert eine Reduktion der Gesamtdauer des Messprogramms. Dazu wird die Messpunktdauer verkürzt, die Anzahl der Messpunkte reduziert und der Messabschnitt mit konstanter maximaler Scherrate entfällt. Tab. 3-3 zeigt das angepasste Messprogramm im Detail.

Tab. 3-3: Messprogramm zur Bestimmung des Viskositätsverlaufs hochreaktiver Harzsysteme

Messabschnitt	Anzahl Messpunkte	Messpunktdauer t_{MP}[s]	Scherrate $\dot{\gamma}$[1/s]
1. Homogenisierungsphase	5	2	5
2. Ruhephase	2	2	0
3. Scherratenrampe ansteigend	22	2	0,1 – 15000 log 4 Pkt. / Dek.
4. Scherratenrampe abnehmend	22	2	15000 – 0,1 log 4 Pkt. / Dek.

Abb. 3-2 zeigt die Ergebnisse der drei Wiederholungsmessungen mit jeweils frischem Probenmaterial.

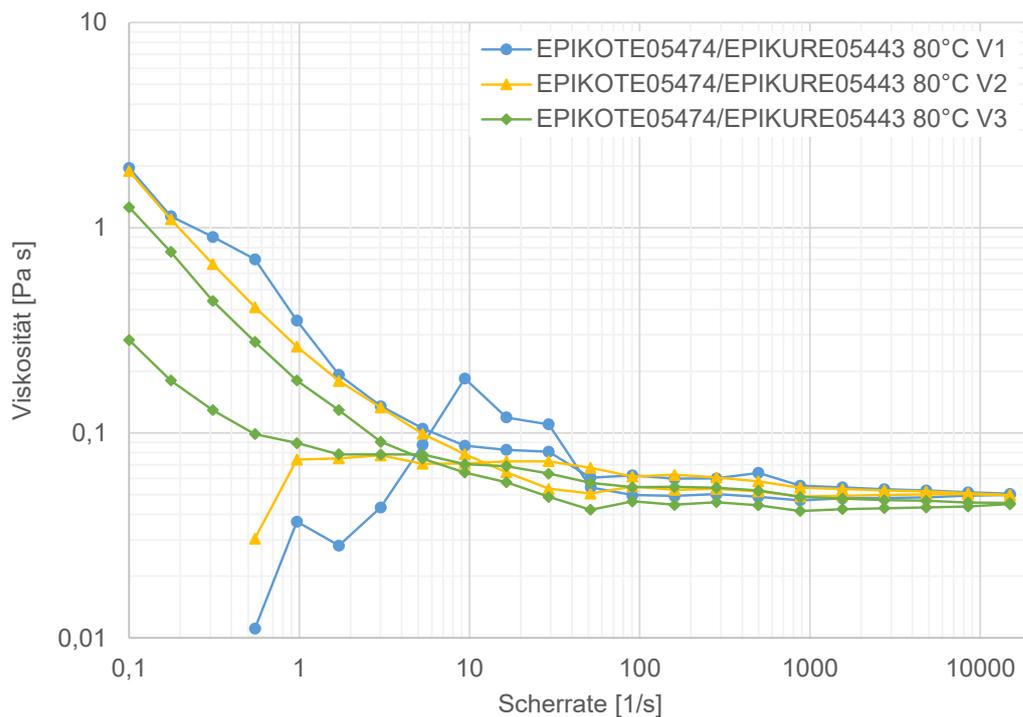


Abb. 3-2: Viskositätsverläufe des hochreaktiven Epoxidharzsystems EPIKOTE05475/EPIKURE05443

Die drei Wiederholungsmessungen weisen große Abweichungen im geringen Scherratenbereich ($0,1 \text{ 1/s} < \dot{\gamma} < 10 \text{ 1/s}$) auf. Auffallend sind die abweichenden Verläufe innerhalb einer Probe. Im Falle der ersten Messung weicht die Viskositätskurve des Messabschnitts mit ansteigender Scherratenrampe und im Falle der zweiten Messung die Viskositätskurve mit abnehmender Scherratenrampe ab. Messung drei zeigt sowohl für Messabschnitt drei als auch für Messabschnitt vier scherverdünnendes Fließverhalten, jedoch liegt die Viskositätskurve gemessen bei abnehmender Scherrate deutlich unterhalb der für ansteigende Scherraten. Diese Abweichungen werden auf die notwendige Reduzierung des Messprogramms und hohe Reaktivität des Materialsystems zurückgeführt. Der grundsätzlich übereinstimmende qualitative Kurvenverlauf lässt jedoch den Schluss zu, dass das Harzsystem bei 80 °C ein scherverdünnendes Fließverhalten für $\dot{\gamma} \leq 100 \text{ 1/s}$ zeigt. Die gemessenen Viskositätswerte des newtonschen Plateaus für $\dot{\gamma} \geq 100 \text{ 1/s}$ stimmen, vor allem für V1 und V2, sehr gut überein. V3 zeigt im Vergleich dazu etwa 14 % geringere Viskositätswerte.

3.1.3 Luftfahrt

Die untersuchten Luftfahrtsysteme sind Monokomponentensysteme, so dass die Schritte *Dosieren* und *Mischen* in der Probenvorbereitung nicht notwendig sind. Beim Probeneintrag ins Rheometer haben diese Raumtemperatur. Die Wiederholungsmessungen V1 bis V3 werden mit derselben Probe jedoch mit einem zeitlichen Versatz gestartet.

Das Harzsystem RTM6 zählt zu den Standardharzsystem für Luftfahrtanwendungen. Die Wiederholungsmessungen bei 80 und 100 °C werden 15 min nach der vorherigen Messung und die Wiederholungsmessungen bei 120 °C 30 min nach der vorherigen Messung gestartet. Bei 100 °C werden lediglich zwei Messungen durchgeführt. Für jede Temperatur wird eine frische Probe verwendet.

Wie in Abb. 3-3 zu sehen, weisen die bei höheren Temperaturen bestimmten Viskositäten erwartungsgemäß deutlich geringere Werte auf. Ein aushärtebedingter Viskositätsanstieg, gekennzeichnet durch einen Versatz der Viskositätskurve hin zu höheren Werten, ist lediglich bei einer Temperatur von 120 °C zu verzeichnen. Scherverdünnendes Verhalten tritt bei den Messtemperatur 80 und 100 °C für $\dot{\gamma} < 10$ 1/s auf. Bei 80 °C zeigt der Messabschnitt mit ansteigender Scherratenrampe von V1 als einziger newtonsches Verhalten, beim Abbau der Scherrate wird ab $\dot{\gamma} < 10$ 1/s ein deutlicher Viskositätsanstieg gemessen, gefolgt von scherverdünnendem Verhalten für den folgenden Messzyklus mit ansteigender Scherratenrampe. Die Viskositätsverläufe für alle folgenden Messabschnitte mit Scherratenrampe sind deckungsgleich. Dieses Verhalten ist reproduzierbar, wie im Anhang der Arbeit in Abb. A-1 zu sehen. Außerdem kann bei 80 °C eine Viskositätsabnahme als Folge viskoser Erwärmung für $\dot{\gamma} > 1000$ 1/s verzeichnet werden. Bei 100 °C ist eine Abhängigkeit der Viskosität von der Scherrate bis ca. 5 1/s zu erkennen, wohingegen der Viskositätsverlauf bei 120 °C newtonsches Fließverhalten zeigt. Die Schwankungen für $\dot{\gamma} < 1/s$ bei 120 °C sind darauf zurückzuführen, dass die gemessenen Momente am Rande des unteren Messbereichs von 10 nNm des verwendeten Gerätes [139] liegen.

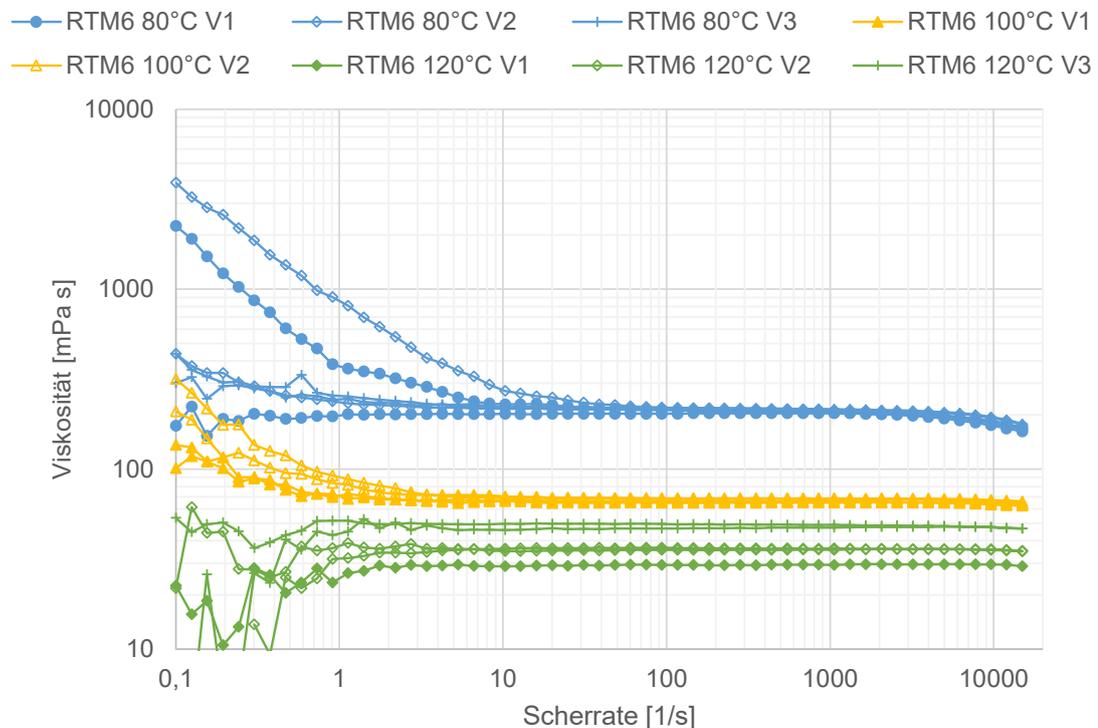


Abb. 3-3: Viskositätsverläufe des Harzsystems RTM6 bei 80, 100 und 120 °C

Das Harzsystem ST15 ist ein speziell für Luftfahrtanwendungen entwickeltes Materialsystem mit hoher Schlagzähigkeit (siehe technischen Datenblatt in Anhang c). Die Wiederholungsmessungen zur Bestimmung des Viskositätsverlaufs werden für alle Temperaturen mit einer zeitlichen Verzögerung von 15 min zur vorherigen gestartet. Bei 80 °C werden lediglich zwei Messungen durchgeführt. Für jede Temperatur wird eine frische Probe verwendet.

Abb. 3-4 zeigt die Viskositätsverläufe des Harzsystems ST15. Im Scherratenbereich $10 \text{ 1/s} < \dot{\gamma} < 15000 \text{ 1/s}$ kann für alle Verläufe ein stetiger Verlauf der Viskositätskurven verzeichnet werden, wohingegen für $\dot{\gamma} < 1 \text{ 1/s}$ teilweise große Sprünge auftreten. Mit Ausnahme von V1 verlaufen die Viskositätswerte von V2 und V3 gemessen bei abnehmender Scherratenrampe oberhalb der für ansteigende Scherraten, was auf die fortschreitende Vernetzung zurückgeführt wird. Die stärkste Abhängigkeit der Viskosität von der Scherrate wird bei 120 °C gemessen. Im Gegensatz zu den bei 150 °C gemessenen Verläufen ist bei 80 °C ebenfalls eine Abhängigkeit der Viskosität von der Scherrate für $\dot{\gamma} < 100 \text{ 1/s}$ zu erkennen. Erstere zeigen lediglich eine zeitliche Viskositätszunahme. Der Versatz der Kurven mit zunehmender Versuchsdauer bei 120 und 150 °C hin zu höheren Viskositätswerten entspricht dem Erwarteten und wird ebenfalls auf die zeitlich zunehmende Vernetzungsdichte zurückgeführt (*reaktionskinetischer Viskositätseinfluss*). Die mit zunehmender Temperatur abnehmenden Viskositätsniveaus der Verläufe V1 sind mit dem *rheologischen Viskositätseinfluss* (vgl. Kapitel 2.3.6) zu erklären.

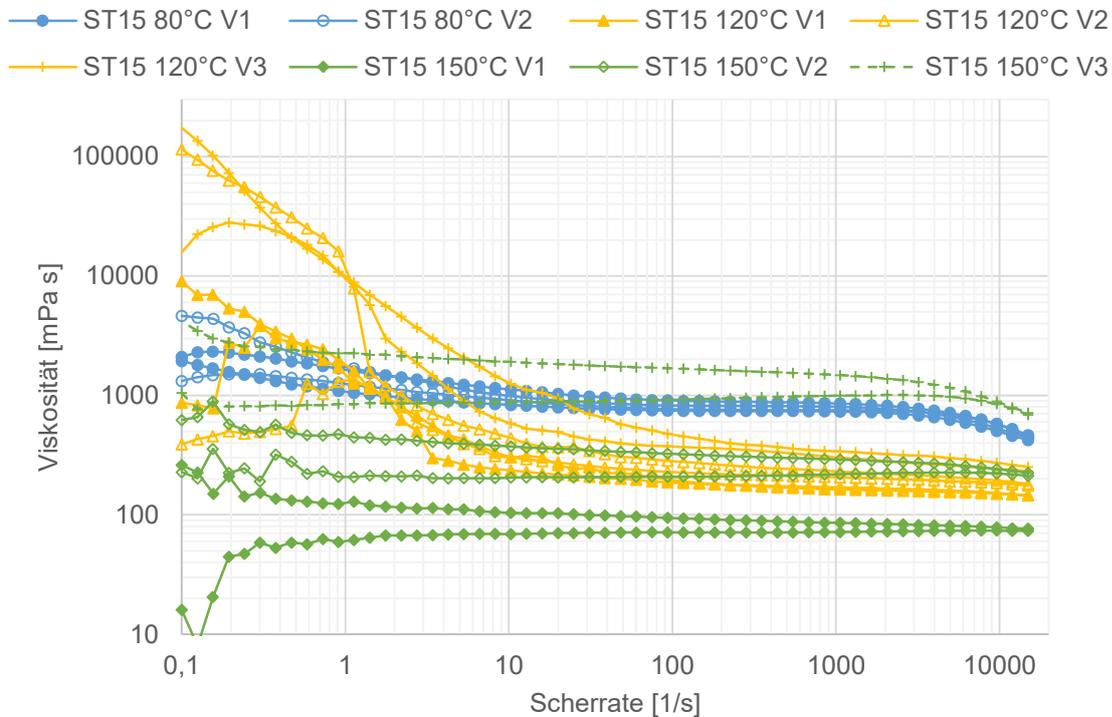


Abb. 3-4: Viskositätsverläufe des Harzsystems ST15 bei 80, 120 und 150 °C

Die Diskussion der Versuchsergebnisse für 120 und 150 °C zeigt, dass sich die Einflüsse der Aushärtung und scherratenbedingter Effekte auf die Viskosität überlagern. Im Falle einer ansteigenden Scherratenrampe reduziert die vernetzungsbedingte Viskositätszunahme den scherverdünnenden Effekt, so dass Letzterer vor allem bei höherreaktiven Systemen nur bedingt anhand von Viskositätskurven identifiziert und quantifiziert werden kann. Eine geeignetere Methode zur Identifikation scherratenbedingter Viskositätseffekte sind sog. *Sprungversuche* wie sie zur Untersuchung thixotropen Fließverhaltens eingesetzt werden [24]. Dabei wird die Scherrate „schlagartig“ verändert und die zeitliche Anpassung der Viskosität an die neue Scherbelastung beobachtet. Bezogen auf den hier vorliegenden Anwendungsfall kann damit eine Scherratenabhängigkeit mit minimaler Überlagerung (Messpunktdauer) durch die Aushärtung beschrieben werden. Derartige Sprungversuche werden für das Harzsystem ST15 bei einer Messtemperatur 150 °C durchgeführt. Die wesentlichen Parameter sind in nachfolgender Tabelle aufgelistet.

Tab. 3-4: Messprogramm der Sprungversuche mit ST15 bei 150 °C

Messabschnitt	Anzahl Messpunkte	Messpunktdauer t _{MP} [s]	Scherrate $\dot{\gamma}$ [1/s]
1. Homogenisierungsphase	12	5	100
2. Ruhephase	2	30	0
3. Scherratensprünge ansteigend	45	3	1, 4, 10, 50, 100, 500, 1000, 5000, 10000
4. Scherratensprünge abnehmend	40	3	5000, 1000, 500, 100, 50, 10, 5, 1

Das in Tab. 3-4 gezeigte Messprogramm wird mit einem zeitlichen Abstand von sieben Minuten fünfmal mit derselben Probe durchgeführt. Die Ergebnisse sind in Abb. 3-5 dargestellt. V1 zeigt für den Messabschnitt mit ansteigenden Scherratensprüngen keine Abhängigkeit der Viskosität von der Scherrate und für den Abschnitt mit abnehmenden Scherratensprüngen eine Abhängigkeit ab dem Sprung von 50 auf 10 1/s. Letzterer ist für alle folgenden Messzyklen V2 bis V5 sowohl für die ansteigenden als auch für die abnehmenden Sprünge die Grenze, ab bzw. bis zu welcher eine deutliche Viskositätsänderung zu verzeichnen ist. Die Viskositätsänderungen von V4 und V5 für $\dot{\gamma} > 1000$ sind auf die viskose Erwärmung (siehe Kapitel 3.2.4) zurückzuführen.

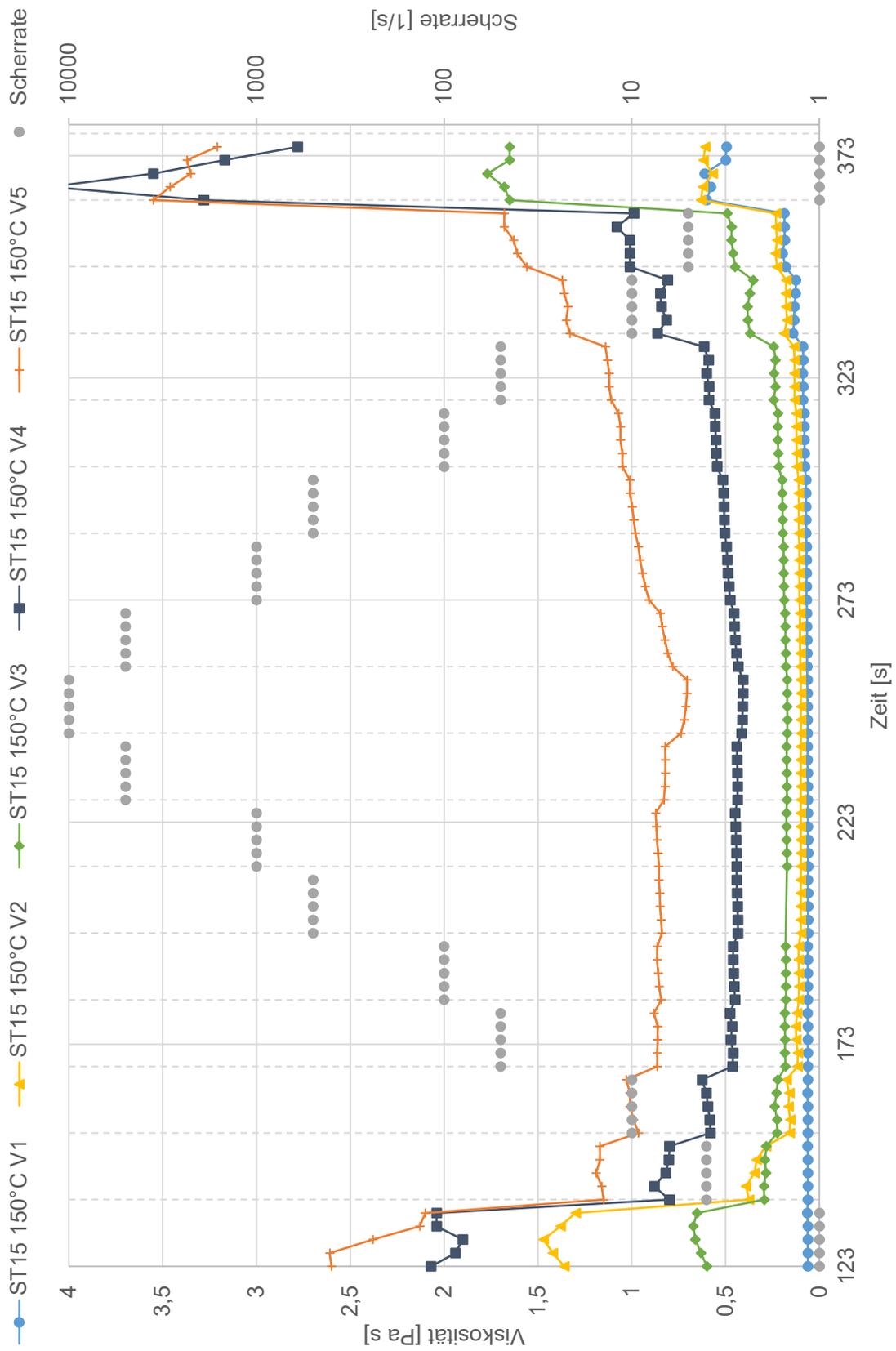


Abb. 3-5: Ergebnisse der Sprungversuche mit dem Harzsystem ST15 bei 150 °C

Die mittleren Viskositätsänderungen, berechnet aus den Mittelwerten der jeweiligen Scherratenstufen am Scherratensprung von 10 auf 50 1/s bzw. von 50 auf 10 1/s sind in Tab. 3-5 für die durchgeführten Wiederholungsmessungen aufgeführt. Auffallend ist, dass die Viskositätsabnahme bei positiver Scherratenänderung deutlich geringer ausfällt als die Viskositätszunahme bei negativer Scherratenänderung. Die Ursache dafür wird erneut im reaktionskinetischen Viskositätseinfluss vermutet, welcher die scherratenbedingte Viskositätsabnahme reduziert und die scherratenbedingte Viskositätszunahme erhöht.

Tab. 3-5: Mittlere Viskositätsänderung von ST15 bei 150 °C für Scherratensprünge von 10 auf 50 und 50 auf 10 1/s

	V1	V2	V3	V4	V5
$\frac{\bar{\eta}(10s^{-1})-\bar{\eta}(50s^{-1})}{\bar{\eta}(10s^{-1})}$ [%]	-20	-26	-20	-22	-13
$\frac{\bar{\eta}(50s^{-1})-\bar{\eta}(10s^{-1})}{\bar{\eta}(50s^{-1})}$ [%]	52	34	55	40	20

Basierend auf den Ergebnissen der Viskositätsverläufe mit stetiger Scherratenänderung und der Sprungversuche wird dem Harzsystem ST15 für den untersuchten Temperaturbereich von 80 – 150 °C eine Scherratenabhängigkeit attestiert.

Das Harzsystem PR520 weist, wie das soeben vorgestellte System ST15, ebenfalls eine hohe Schlagzähigkeit auf und ist, wie aus dem Datenblatt zu entnehmen, für den Einsatz in Primärstrukturen vorgesehen. Die Viskositätsverläufe werden bei 105 und 165 °C mit einem zeitlichen Abstand von 20 min zwischen den Wiederholungsmessungen ermittelt. Pro Temperaturstufe wird eine frische Probe verwendet.

Wie in Abb. 3-6 dargestellt, zeigt das Harzsystem PR520 bei 105 °C eine deutliche Abhängigkeit der Viskosität von der Scherrate auf. Die Viskositätsverläufe für die ansteigende Scherratenrampe weichen reproduzierbar von denen mit abnehmender Scherratenrampe ab. Erstere zeigen über den gesamten getesteten Scherratenbereich scherverdünnendes Fließverhalten, wohingegen Letztere für $500 < \dot{\gamma} < 1500$ 1/s ein newtonsches Plateau aufweisen. Im Scherratenbereich des newtonschen Plateaus weist V2 höhere Viskositätswerte als V1 auf, was mit dem fortgeschrittenen Vernetzungsgrad begründet wird. Der Einfluss der Aushärtung wird bei den Messungen mit 165 °C deutlich. Scherverdünnendes Fließverhalten anhand der Viskositätsverläufe ist bei dieser Temperatur nicht mehr zu erkennen bzw. wird vollständig vom reaktionskinetischen Viskositätseinfluss überdeckt. Letzterer ist auch die Ursache für den Versatz von V1 und V2. Eine Abhängigkeit im Sprungversuch bei 165 °C tritt bis zu einer Scherrate von 10 1/s auf (nicht dargestellt).

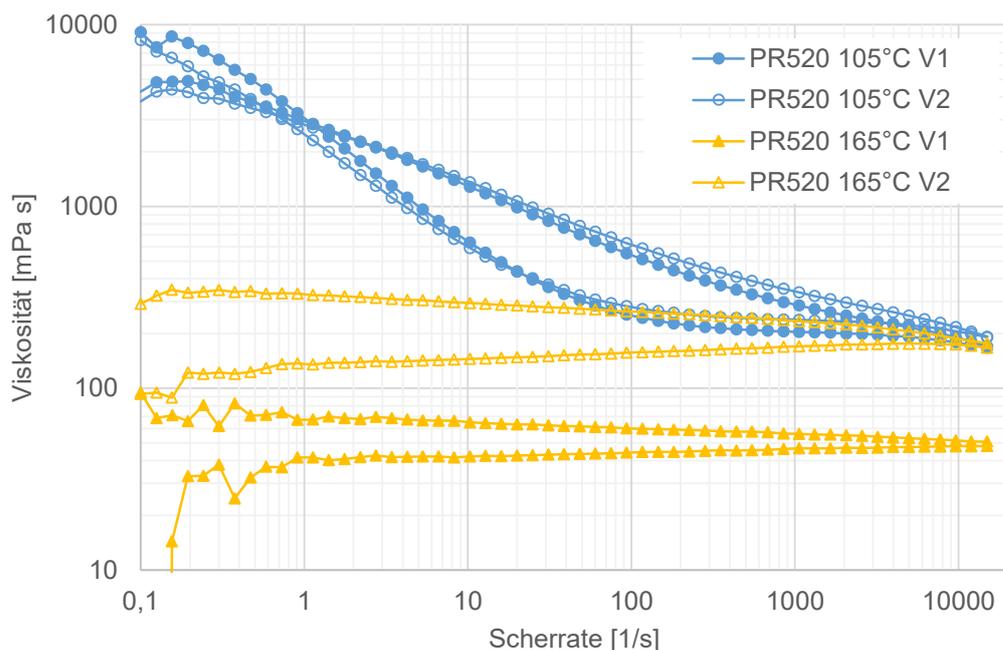


Abb. 3-6: Viskositätsverläufe des Harzsystems PR520 bei 105 und 165 °C

3.2 Epoxidharzsystem RIMR135/RIMH1366

Die untersuchten typischen Epoxidharzsysteme aus den wichtigsten industriellen Anwendungsfeldern für EFVK weisen eine deutliche Abhängigkeit der Viskosität von der Scherrate für $\dot{\gamma} < 100$ 1/s auf. Darüber hinaus ist eine Temperaturabhängigkeit des Fließverhaltens festzuhalten und die zunehmende Vernetzung kann eine vorhandene Scherratenabhängigkeit übertreffen, so dass Letztere, wie am Beispiel ST15 zu sehen, nicht unmittelbar deutlich wird.

Im nachfolgenden Kapitel wird das Fließverhalten des Harzsystem RIMR135/RIMH1366 detailliert untersucht. Das Ziel besteht darin, Abhängigkeiten von den Prozessgrößen Temperatur und Zeit aufzuzeigen (Kapitel 3.2.1 bis 3.2.5) sowie die Ursachen der Scherverdünnung herauszufinden (Kapitel 3.2.6 bis 3.2.8). Außerdem wird ein Vergleich zwischen dynamischer und komplexer Viskosität angestellt (Kapitel 3.2.9.3) mit dem Ziel, das Potentiale des scherverdünnenden Fließverhaltens in vibrationsunterstützten HIP hinsichtlich einer optimierten Formfüllung bewerten zu können. Um aushärtebedingte Störgrößen während der Probenvorbereitung und Messung so gering wie möglich zu halten, wird das bei Raumtemperatur verarbeitbare und vergleichsweise langsam härtende Harzsystem RIMR135/RIMH1366 verwendet.

Die Probenvorbereitung erfolgt grundsätzlich nach dem in Kapitel 3.1.1 beschriebenen Vorgehen und die Messung nach dem Standardmessprogramm von Tab. 3-2.

3.2.1 Isotherme Viskositätsentwicklung

Um die Auswirkungen der Vernetzung für die folgenden Untersuchungen abschätzen zu können, wird die Viskositätsentwicklung bei Temperaturen zwischen 20 und 40 °C in 5 °C Schritten für eine Dauer von 90 min gemessen. Die Messungen werden nach Durchlaufen der ersten beiden Messabschnitte *Homogenisierungsphase* ($\dot{\gamma} = 1 \text{ 1/s}$) und *Ruhephase* (vgl. Tab. 3-2) bei einer konstanten Scherrate von $\dot{\gamma} = 50 \text{ 1/s}$ durchgeführt.

Abb. 3-7 zeigt den Viskositätsanstieg ab dem dritten Messabschnitt. Die Kurven zeigen die erwartete Abnahme der initialen Viskosität nach Versuchsbeginn und die schnellere Viskositätszunahme bei erhöhten Temperaturen.

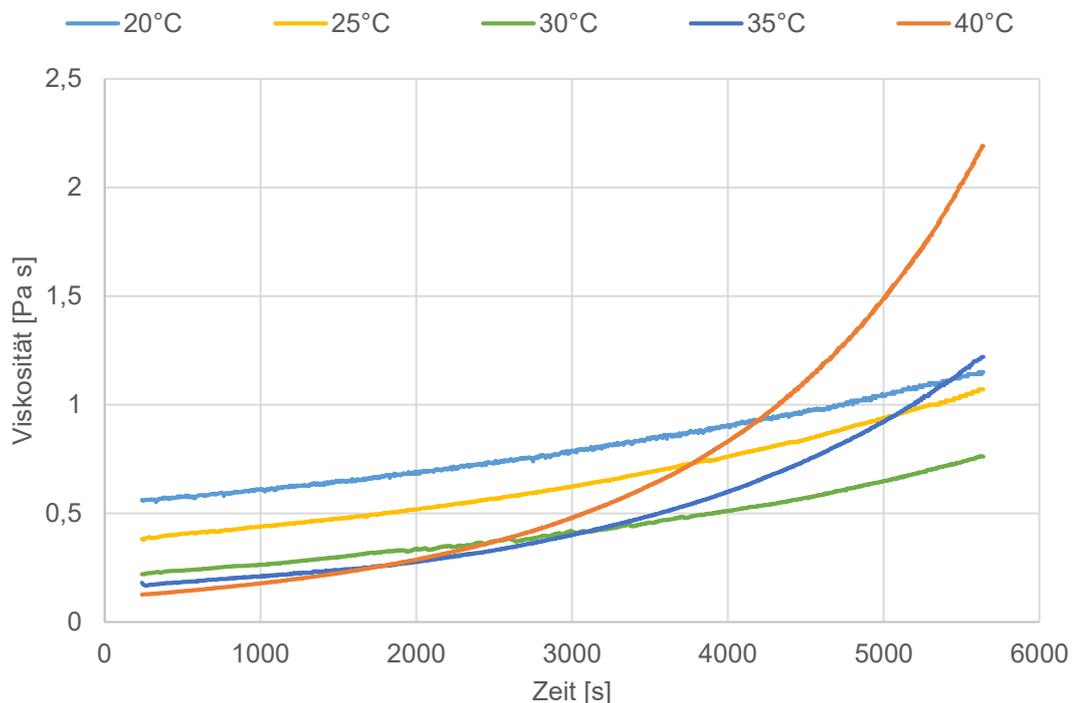


Abb. 3-7: Temperaturabhängige Viskositätsentwicklung des Harzsystems RIMR135/RIMH1366 ($\dot{\gamma} = 50 \text{ 1/s}$)

3.2.2 Isotherme Viskositätsverläufe

Eine Abhängigkeit der Viskosität von der Scherrate für das betrachtete Harzsystem wurde bereits im Kapitel 3.1.1 gezeigt (vgl. Abb. 3-1). Wie sich diese Abhängigkeit bei höheren Temperaturen und mit zunehmendem Grad der Vernetzung entwickelt, wird in den folgenden Unterkapiteln untersucht. Dabei wird zwischen Kurzzeitversuchen, welche den Viskositätsverlauf 15 min nach dem Anmischvorgang, und Langzeitversuchen, welche vernetzungsbedingte Änderungen im Viskositätsverlauf aufzeigen, unterschieden. Übertragen auf HIP repräsentieren die Kurzzeitversuche den Viskositätsverlauf zu Beginn der Infiltration und Langzeitversuche die Entwicklung des

Viskositätsverlaufs während der Infiltration. Letztere liefern außerdem die Zeitdauer innerhalb welcher eine Vibrationsunterstützung sinnvoll ist.

3.2.2.1 Kurzzeitversuche

In Übereinstimmung mit Abb. 3-7 zeigt Abb. 3-8 ein Absinken des Viskositätsniveaus mit steigender Temperatur. Eine Abhängigkeit der Viskosität von der Scherrate für $\dot{\gamma} < 100$ 1/s ist bis zu einer Temperatur von 35 °C gegeben. Der Messabschnitt mit abnehmender Scherratenrampe bei 35 °C zeigt bereits eine geringere Abhängigkeit. Bei 40 °C liegt bis zu einer Scherrate von $\dot{\gamma} = 1000$ 1/s newtonsches Verhalten vor. Für größere Scherraten, kommt es, wie für die übrigen Temperaturen auch, zu einer weiteren Abnahme der Viskosität als Folge der Schererwärmung (vgl. Kapitel 3.2.4). Der nicht kongruente Verlauf der beiden Messabschnitte mit ansteigender bzw. absinkender Scherratenrampe bei 40 °C ist eine Folge der temperaturbedingten erhöhten Reaktivität. Durch die stetige Viskositätszunahme verläuft die im Messabschnitt 5 generierte Kurve über der von Messabschnitt 3.

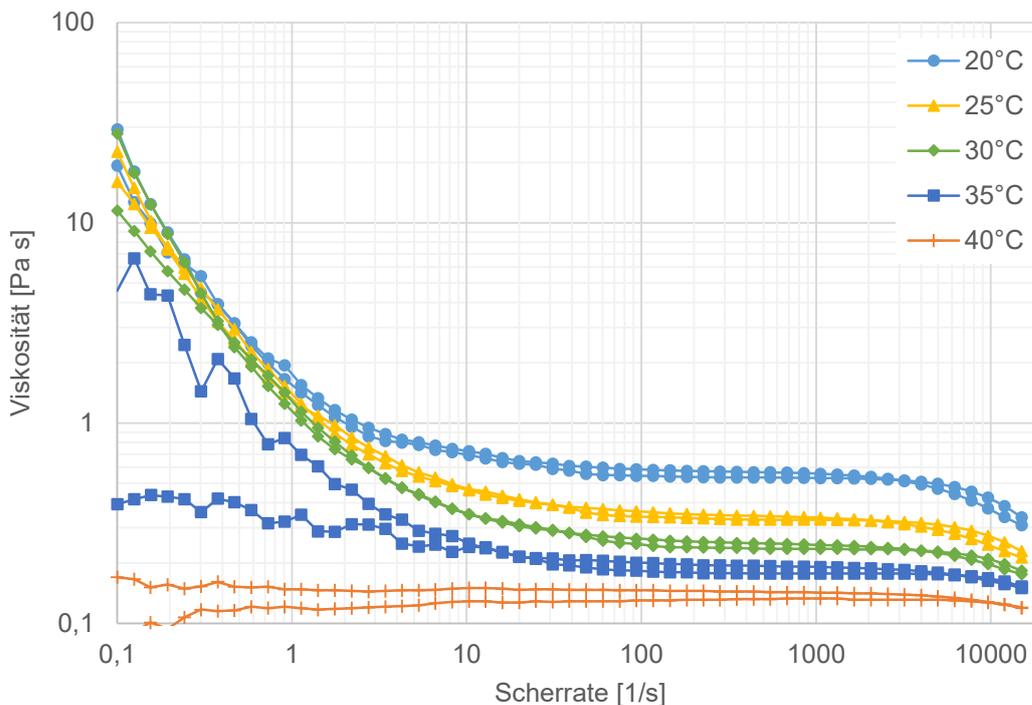


Abb. 3-8: Viskositätsverläufe für das Harzsystem RIMR135/RIMH1366 bei verschiedenen Temperaturen 15 min nach dem Anmischen

3.2.2.2 Langzeitversuche

Die Versuche zur Untersuchung der zeitlichen Entwicklung des Viskositätsverlaufs werden bei 30 und 40 °C durchgeführt. Dazu wird das Standardmessprogramm (vgl. Tab. 3-2) zyklisch nacheinander durchgeführt. Die Zyklusdauer beträgt 845 s (ca. 14 min). Nachfolgende Abbildung zeigt die Ergebnisse bei 30 °C. Bei 40 °C ist, in

Übereinstimmung mit Abb. 3-8, bereits beim ersten Zyklus keine Abhängigkeit der Viskosität von der Scherrate für $\dot{\gamma} < 100$ 1/s erkennbar. Dieses newtonsche Verhalten bleibt über die gesamte Versuchsdauer von acht Zyklen (ca. 2 h) erhalten.

Abb. 3-9 zeigt, dass bei 30 °C bis zum Messabschnitt mit ansteigender Scherratenrampe von Zyklus 9 eine Abhängigkeit der Viskosität von der Scherrate bis $\dot{\gamma} < 10$ 1/s vorliegt. Der nachfolgende Messabschnitt mit abnehmender Scherratenrampe zeigt newtonsches Verhalten, so wie die folgenden der insgesamt 19 Zyklen (siehe Anhang Abb. A- 2). Folglich ist bei 30 °C mit fortschreitender Zeit eine abnehmende Abhängigkeit von der Scherrate zu verzeichnen bis diese nach ca. 2 h in newtonsches Verhalten übergeht.

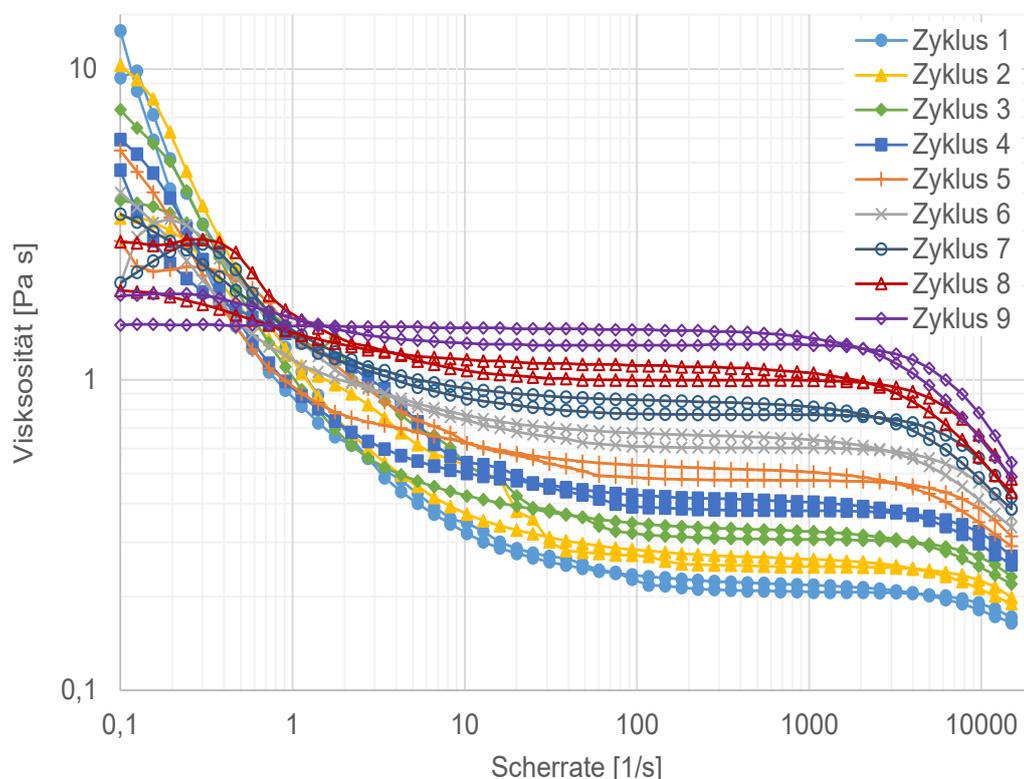


Abb. 3-9: Zeitliche Entwicklung des Viskositätsverlaufs bei 30 °C für das Harzsystem RIMR135/RIMH1366

3.2.3 Transiente Anlaufeffekte und Thixotropie

Der Viskositätsverlauf des Harzsystems RIMR135/RIMH1366 zeigt eine starke Abhängigkeit der Viskosität für $\dot{\gamma} < 100$ 1/s. Für größere Scherraten mündet der Verlauf in ein newtonsches Plateau. Die Ursache für diese Abhängigkeit kann neben dem vermuteten scherverdünnenden Fließverhalten auch ein Messphänomen, hervorgerufen durch eine zu geringe Messpunktdauer bei geringen Scherraten (vgl. Kapitel 2.3.2.3) sein. Um diese transienten Anlaufeffekte als Ursache ausschließen und scherverdünnendes Fließverhalten eindeutig nachweisen zu können, werden Messungen mit varii-

render Messpunktdauer durchgeführt [24, 140]. Die Wahl der Messpunktdauer erfolgt dabei nach der Fausregel: „Als Messpunktdauer sollte mindestens der Wert der reziproken Scherrate ($1/\dot{\gamma}$) gewählt werden.“ [24] Die maximale Scherrate dieser Versuchsreihe beträgt 100 1/s.

Abb. 3-10 zeigt die Viskositätsverläufe bei unterschiedlicher Messpunktdauer und einer Temperatur von 30 °C. Die Messungen mit einer Messpunktdauer $t_{MP} = 0,1$ s werden dreimal, jeweils mit einer frischen Probe durchgeführt. Die Viskositätsverläufe für $t_{MP} = 1, 5$ und 10 s liegen innerhalb der Streubreite der Messungen mit $t = 0,1$ s und zeigen ausschließlich eine Abhängigkeit der Viskosität von der Scherrate. Folglich können transiente Anlaufeffekte ausgeschlossen und scherverdünnendes Fließverhalten bestätigt werden. Für eine Messpunktdauer von 0,01 s ist keine kontinuierliche Viskositätsbestimmung bei geringen Scherraten möglich und die Werte weichen deutlich von denen mit längerer Messpunktdauer ab.

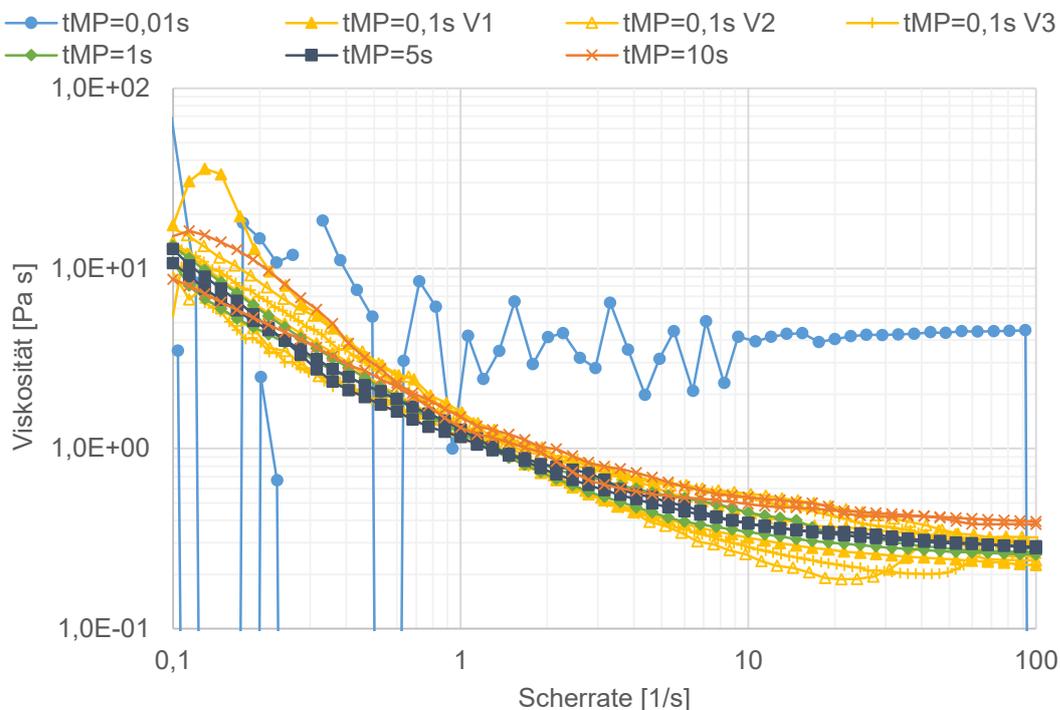


Abb. 3-10: Test auf transiente Anlaufeffekte - Viskositätsverläufe des Harzsystems RIMR135/RIMH1366 bei 30 °C bei unterschiedlicher Messpunktdauer

Die Ergebnisse eines Sprungversuchs bei 25 °C nach dem Messprogramm aus Tab. 3-4 bekräftigen oben genannte Erkenntnisse. Mit Ausnahme des ersten bzw. letzten Scherratensprunges von bzw. auf 1 1/s ist keine deutliche Abhängigkeit der Viskosität von der Zeit in Abb. 3-11 zu erkennen. Die mittleren Viskositätsänderungen sind für die unterschiedlichen Scherratensprünge in Tab. 3-6 zusammenfasst. Im scherverdünnenden Scherratenbereich von $0,1 \text{ 1/s} < \dot{\gamma} < 100 \text{ 1/s}$ liegen die Viskositätsänderungen betragsmäßig zwischen 166,2 und 5 %.

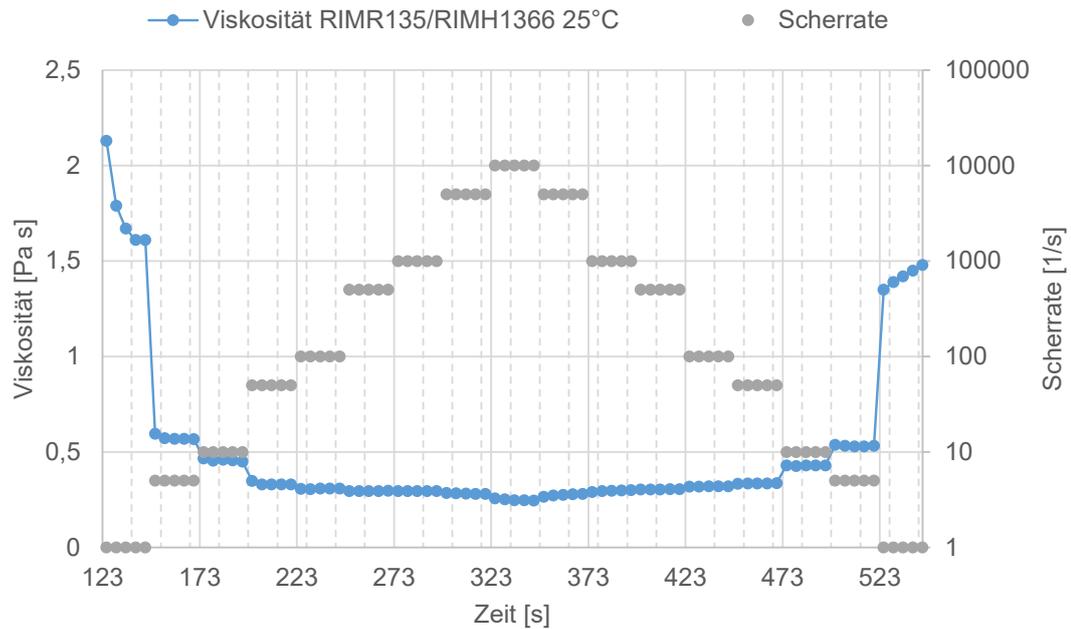


Abb. 3-11: Ergebnisse des Sprungversuchs mit dem Harzsystem RIMR135/RIMH1366 bei 25 °C

Tab. 3-6: Mittlere Viskositätsänderung des Harzsystems RIMR135/RIMH1366 bei 25 °C im Sprungversuch

Scherraten- sprung [1/s]	Änderung [%]	
	Scherratenzunahme	Scherratenabnahme
1 ↔ 5	-67,4	166,2
5 ↔ 10	-20,3	24,1
10 ↔ 50	-27,0	27,8
50 ↔ 100	-7,9	5,0
100 ↔ 500	-3,7	5,1
500 ↔ 1000	-0,3	2,6
1000 ↔ 5000	-4,3	8,1
5000 ↔ 10000	-11,5	9,6

3.2.4 Viskose Erwärmung bei hohen Scherraten

Als Ursache für die ab einer Grenzscherate von $\dot{\gamma} \geq 1000$ 1/s festgestellten Abhängigkeit der Viskosität von der Scherrate (vgl. Abb. 3-9) kommen zwei Effekte in Frage:

die Entschlaufung von Molekülketten [24] und die viskose Erwärmung bzw. Schererwärmung der Probe [141]. Letzterer kann durch die Integration eines Thermoelementes (Typ K) in den Scherspalt überprüft werden.

Diese Messung wird mit einem Platte/Platte-Messsystem (Plattenabstand: 0,5 mm; Plattendurchmesser: 25 mm) durchgeführt, um die Spitze des Thermoelementes in den Messspalt einführen zu können. Die maximal vom Gerät erzeugbare Scherrate reduziert sich dadurch auf 7854 1/s. Für die Messung wird eine maximale Scherrate von 7800 1/s gewählt. Gemessen wird bei einer Spalttemperatur von 25 °C. Zusätzlich zum Harzsystem RIMR135/RIMH1366 wird die Messung mit Luft und Silikonöl (Dow Corning® Xiameter PMX 200/350 cS) durchgeführt. Letzteres dient als Referenz für ein newtonsches Fluid.

In Abb. 3-12 ist ein Temperaturanstieg der Probe ab einer Scherrate von $\dot{\gamma} = 600$ 1/s zu verzeichnen. Bis zum Erreichen der maximalen Scherrate steigt die Temperatur auf 27,2 °C an. Die Temperatur sinkt für den Messabschnitt mit abnehmender Scherratenrampe auf die Ausgangstemperatur von 25 °C ab, erreicht diese allerdings erst bei einer Scherrate von ca. 100 1/s. Der Viskositätsverlauf der Messung mit integriertem Thermoelement unterscheidet sich deutlich von dem ohne. Vergleicht man Letzteren mit dem Temperaturlauf, so ist festzustellen, dass der Temperaturanstieg bei einer ähnlichen Scherrate wie die Viskositätsabnahme auftritt.

Diese Ergebnisse werden von den Messungen mit Silikonöl bestätigt (vgl. Anhang Abb. A- 3). Eine signifikante Erhöhung der Temperatur im Messspalt kann für die Messung mit Luft nicht festgestellt werden (vgl. Anhang Abb. A- 4). Folglich ist die Erhöhung der Proben temperatur auf die erzeugte innere Reibungswärme zurückzuführen, welche bei hohen Scherraten nicht schnell genug aus dem Messspalt abgeführt werden kann. Die Viskositätsabnahme bei Scherraten $\dot{\gamma} \geq 1000$ 1/s ist somit ein Effekt der Schererwärmung. Dieser Effekt nimmt bei zunehmender Viskosität (vgl. Abb. 3-9) und abnehmender Messtemperatur (vgl. Abb. 3-8) zu.

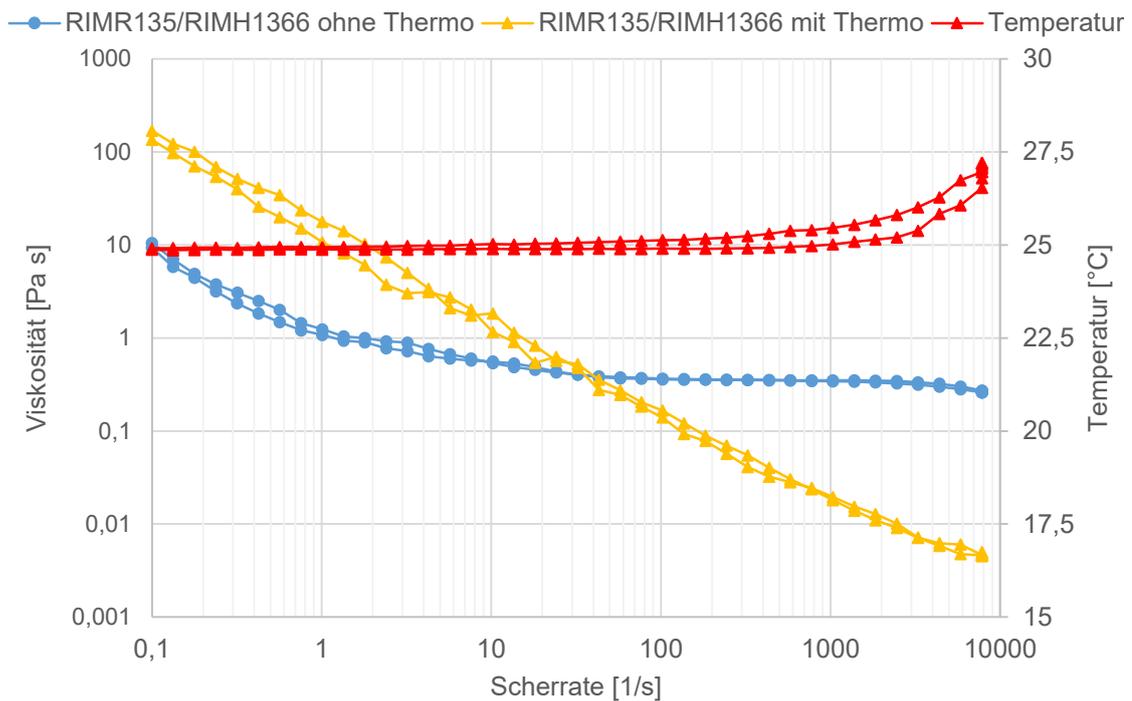


Abb. 3-12: Test auf viskose Erwärmung – Temperaturverlauf der Harzkomponente während des Scherratenweeps

3.2.5 Viskositätsverlauf nach Temperaturerhöhung

Abb. 3-8 zeigt, dass eine Scherverdünnung bei geringen Scherraten für Temperaturen unterhalb 40 °C vorliegt. Neben dem Temperatureinfluss auf das Fließverhalten existiert zudem eine zeitliche Abhängigkeit (vgl. Abb. 3-9). Die Reversibilität des Fließverhaltens bei geringen Temperaturen nach Erhöhung auf eine Temperatur, bei der keine Scherverdünnung mehr gemessen werden kann, wird im Folgenden untersucht. Sie dient der Ursachenforschung für die Existenz scherverdünnenden Fließverhaltens bei geringen Temperaturen und der Frage, ob bei vibrationsunterstützten HIP auch nach kurzzeitiger Temperaturerhöhung grundsätzlich noch scherverdünnendes Fließverhalten vorliegt. Dazu wird mit derselben Probe zunächst das Standardmessprogramm zweimalig bei 40 °C (V1, V2) und anschließend bei 25 °C (V3) ausgeführt. Die Messergebnisse zeigt Abb. 3-13.

Erwartungsgemäß ist keine Scherverdünnung bei 40 °C bei geringen Scherraten zu erkennen. Der zweite Messzyklus wird nach Durchlaufen des relevanten Scherratenbereichs abgebrochen und zeigt ebenfalls keine Abhängigkeit der Viskosität von der Scherrate. Der Viskositätsverlauf nach dem Abkühlen der Probe im Rheometer auf 25 °C weist den aus Abb. 3-8 bekannten scherverdünnenden Verlauf bis ca. $\dot{\gamma} = 100$ 1/s auf. Somit ist die Ursache für das scherverdünnende Fließverhalten im unteren Scherratenbereich reversibel von der Temperatur abhängig und das Potential einer optimierten Werkzeugfüllung in vibrationsunterstützten HIP steht grundsätzlich auch

nach kurzzeitiger Temperaturerhöhung (z. B. während des Mischvorgangs) zur Verfügung.

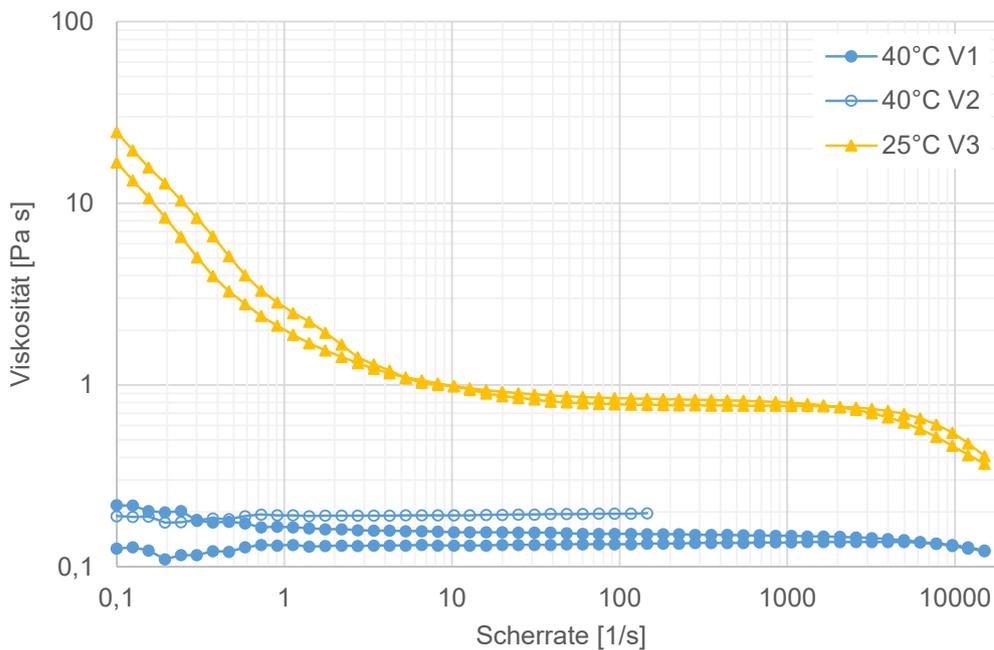


Abb. 3-13: Wiederkehrende Scherverdünnung des Harzsystems RIMR135/RIMH1366 nach Temperaturerhöhung

3.2.6 Viskositätsverlauf und Mischungsverhältnis

Dieses Unterkapitel widmet sich der Untersuchung der Ursache des scherverdünnenden Fließverhaltens bei geringen Scherraten. Die bereits festgestellte Zeit- und Temperaturabhängigkeit legen nahe, dass es sich um ein Phänomen des Mischsystems von Harz und Härter in Kombination mit der ablaufenden Vernetzungsreaktion handelt. Nachfolgend werden die Viskositätsverläufe für variierende Mischungsverhältnisse bestimmt. Die Messtemperatur beträgt 25 °C.

Wie in Abb. 3-14 zu sehen, zeigt die reine Harzkomponente im niedrigen Scherratenbereich newtonsches Verhalten. Die Zugabe von 5 % Härter führt bereits zu einer erkennbaren Abhängigkeit der Viskosität von der Scherrate im Messabschnitt mit ansteigender Scherratenrampe. Im Messabschnitt mit abnehmender Scherratenrampe dieser Messung ist keine Abhängigkeit mehr zu verzeichnen. Für alle folgenden Mischungsverhältnisse mit weiter erhöhtem Härteranteil liegt scherverdünnendes Fließverhalten bei beiden Scherratenrampen vor. Außerdem verschiebt sich das newtonsche Plateau mit steigendem Härteranteil hin zu geringeren Viskositätswerten. Ab einer Scherrate von 1000 1/s tritt bei allen Mischungen ein Viskositätsabfall als Folge der in Kapitel 3.2.4 festgestellten Schererwärmung auf.

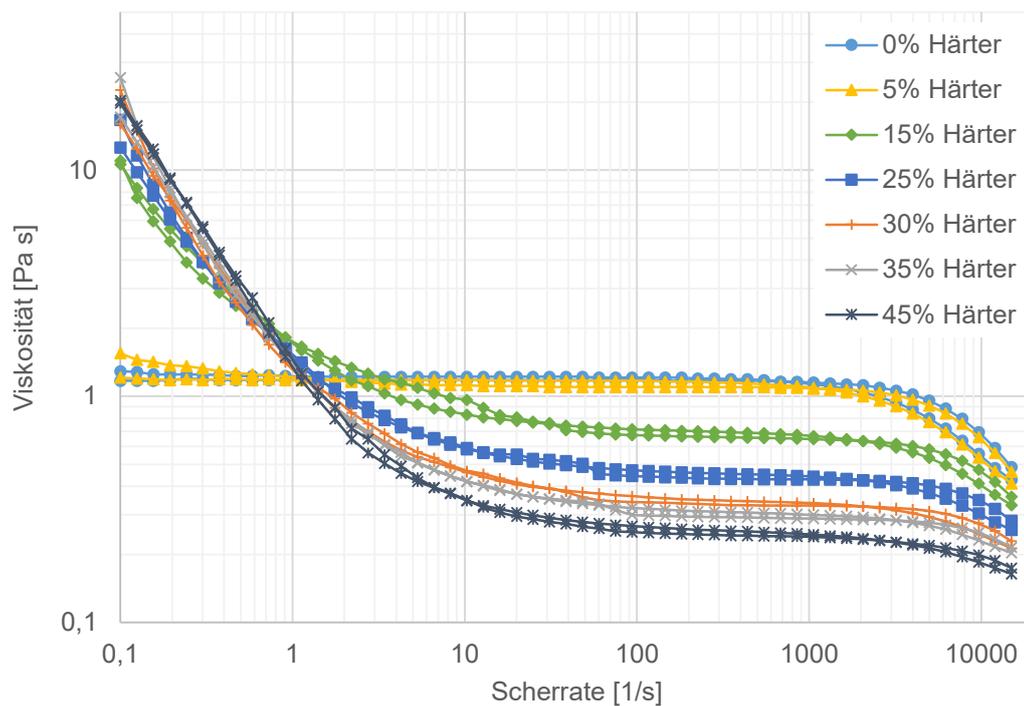


Abb. 3-14: Viskositätsverläufe des Harzsystems RIMR135/RIMH1366 für variierende Mischungsverhältnisse bei 25 °C

Die angegebenen Prozentwerte beziehen sich auf den Massenanteil des Härterers von der Gesamtmasse.

Der Viskositätsverlauf der reinen Härterkomponente RIMH1366 ist in nachfolgender Abbildung dargestellt. Aufgrund der zu erwartenden geringen Viskosität wird diese Messung mit dem Platte/Platte-Messsystem mit vergrößertem Plattendurchmesser von 50 mm durchgeführt (Plattenabstand: 1 mm). Die maximal vom Gerät erzeugbare Scherrate beträgt dabei 7854 1/s. Die maximale Scherrate der Messung beträgt 7800 1/s. Es werden zwei Messungen mit derselben Probe durchgeführt.

Die reine Härterkomponente zeigt im Bereich von $1 \text{ 1/s} < \dot{\gamma} < 1000 \text{ 1/s}$ keine erkennbare Scherverdünnung (siehe Abb. 3-15). Die Schwankungen für $\dot{\gamma} < 1 \text{ 1/s}$ werden auf die mangelnde Messgenauigkeit des Gerätes in der Nähe des minimal messbaren Drehmomentes (10 nNm [139]) zurückgeführt.

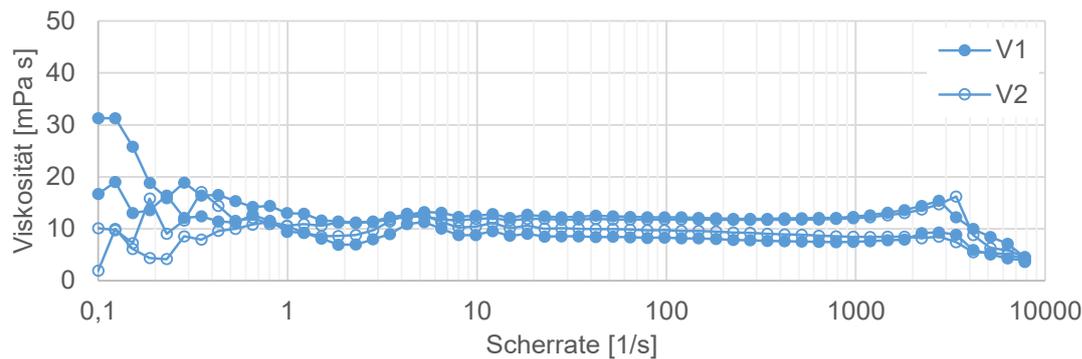


Abb. 3-15: Viskositätsverlauf der Härterkomponente RIMH1366 bei 25 °C

Beide Einzelkomponenten des betrachteten Epoxidharzsystems weisen, im Gegensatz zum vermischten Zustand, keine Abhängigkeit der Viskosität von der Scherrate im niedrigen Scherratenbereich auf. Die Vermutung, dass das scherverdünnende Verhalten ein Phänomen der Mischung ist, wird somit bestätigt. Ein Erklärungsansatz für die gezeigte Abhängigkeit des Fließverhaltens von der Temperatur und der Zeit lautet wie folgt: Die Komponenten Harz und Härter weisen eine temperaturabhängige Löslichkeit auf, so dass direkt nach dem Mischungsvorgang eine Emulsion vorliegt. Als Reaktion auf die Scherströmung kommt es zur Deformation und Umordnung der dispergierten Phase [23]. Der Anteil der dispergierten Phase wird in Folge der ablaufenden Vernetzungsreaktion reduziert, bis schließlich nur noch das Dispersionsmittel vorliegt. Ab diesem Zeitpunkt ist keine Abhängigkeit der Viskosität von der Scherrate mehr zu verzeichnen. Nach dieser Theorie ruft eine Temperaturerhöhung folgende zwei Effekte hervor, wobei bereits der erste Effekt die festgestellte Temperatur- und Zeitabhängigkeit erklären würde:

1. Die Reaktionsgeschwindigkeit steigt mit zunehmender Temperatur, so dass der Anteil der dispergierten Phase schneller reduziert wird.
2. Die Löslichkeit der beiden Flüssigkeiten steigt mit steigender Temperatur, so dass der Anteil der dispergierten Phase mit steigender Temperatur abnimmt.

Um diese Theorie zu bestätigen, werden Hot-Stage-Mikroskop-Aufnahmen (Mikroskop: Olympus BX41M-LED; Heiztisch: Mettler Toledo HS82 Hot Stage und HS 1 Hot Stage Controller) von der Harz-Härter-Mischung durchgeführt mit dem Ziel, die zwei Phasen und deren temperaturabhängige Ausprägung sichtbar zu machen.

Im vollständig vermischten und homogenisierten Zustand von Harz und Härter kann selbst unter Verwendung von mit dem Harz vermengten Farbpartikeln (Universal-Farbpaste signalblau (RAL 505) von PoxySystems®) keine zweite Phase auffindig gemacht werden. Wird jedoch ein mit Farbpartikeln vermengter Harztropfen in die Härterkomponente gegeben, so wird in Abhängigkeit der Temperatur eine reversible zweite, wabenförmige Phase im Übergangsbereich zwischen dem Harztropfen und der Härterkomponente sichtbar (siehe Abb. 3-16). Mangels Reproduzierbarkeit dieser Aufnahmen kann diese Hypothese nicht mit Gewissheit bestätigt werden.

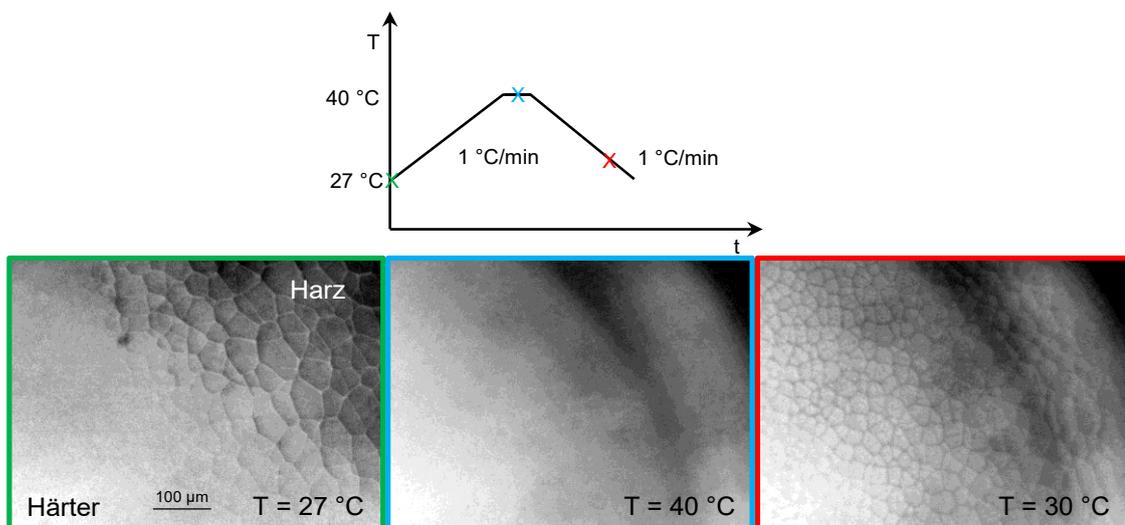


Abb. 3-16: Hot-Stage-Mikroskop-Aufnahmen bei unterschiedlichen Temperaturen eines in eine Härtermenge eingebrachten und mit Farbpartikeln vermischten Harztropfens
Die Bilder wurden während eines Temperaturzyklus mit einer Heiz- und Abkühlrampe von 1 °C/min aufgenommen.

Für weitere Untersuchungen über die Löslichkeit der Harz- und Härterkomponente ineinander wird auf folgende Faustregel verwiesen [142]:

$$|\delta_1 - \delta_2| < 1 \text{ cal/cm}^3 \quad (3-1)$$

Ist der Betrag der Differenz der Hildebrand-Löslichkeitsparameter δ kleiner 1, so sind die beiden Komponenten ineinander löslich. [143]

Die Zusammensetzung der beiden Komponenten kann den Sicherheitsdatenblättern entnommen werden. Die Harzkomponente setzt sich aus zwei und die Härterkomponente aus drei Substanzen zusammen. Mengenmäßig sind überwiegend Bisphenol-A-Epichlorhydrinharze bzw. Alkyletheramine im Harz bzw. Härter enthalten. In Standardwerken [144, 145] konnte lediglich der Hildebrand-Löslichkeitsparameter von Bisphenol-A-Epichlorhydrin gefunden werden. Abhängig vom Molekulargewicht liegt er zwischen 19,8 und 20,5 MPa^{1/2} [144]. Der finale Nachweis für die Existenz einer zweiten Phase als Ursache für das temperatur- und zeitabhängige scherverdünnende Fließverhalten kann somit auch anhand der Hildebrand-Löslichkeitsparameter nicht erbracht werden.

3.2.7 Temperaturabhängiger Strukturcharakter

In Kapitel 3.2.2 wurde eine Abhängigkeit des Viskositätsverlaufs von der Temperatur festgestellt. Eine mögliche Ursache dafür wird im sich ändernden Strukturcharakter der Harz-Härter-Mischung vermutet. Folglich werden Amplitudentests bei den Temperaturen 20, 25, 30, 35 und 40 °C durchgeführt [146]. Die Probenvorbereitung ist identisch zu der in Kapitel 3.2.2 beschriebenen. Die Tests erfolgen im Anschluss an die

Homogenisierungs- und Ruhephase bei einer Frequenz von 10 rad/s ohne Zeitvorgabe für die Messdauer und die Amplitude wird schrittweise logarithmisch linear von 0,1 auf 100 % Deformation mit fünf Messpunkten pro Dekade erhöht und nach Erreichen der maximalen Deformation auf gleiche Weise wieder auf 0,1 % reduziert. Zur Bewertung der Reproduzierbarkeit der Messergebnisse wird die Messung bei 25 °C mit drei frischen Proben durchgeführt. Nachfolgende Abbildung zeigt die Ergebnisse für die unterschiedlichen Temperaturen. Die Ergebnisse der Wiederholungsmessungen bei 25 °C sind Abb. A- 5 aus dem Anhang a zu entnehmen.

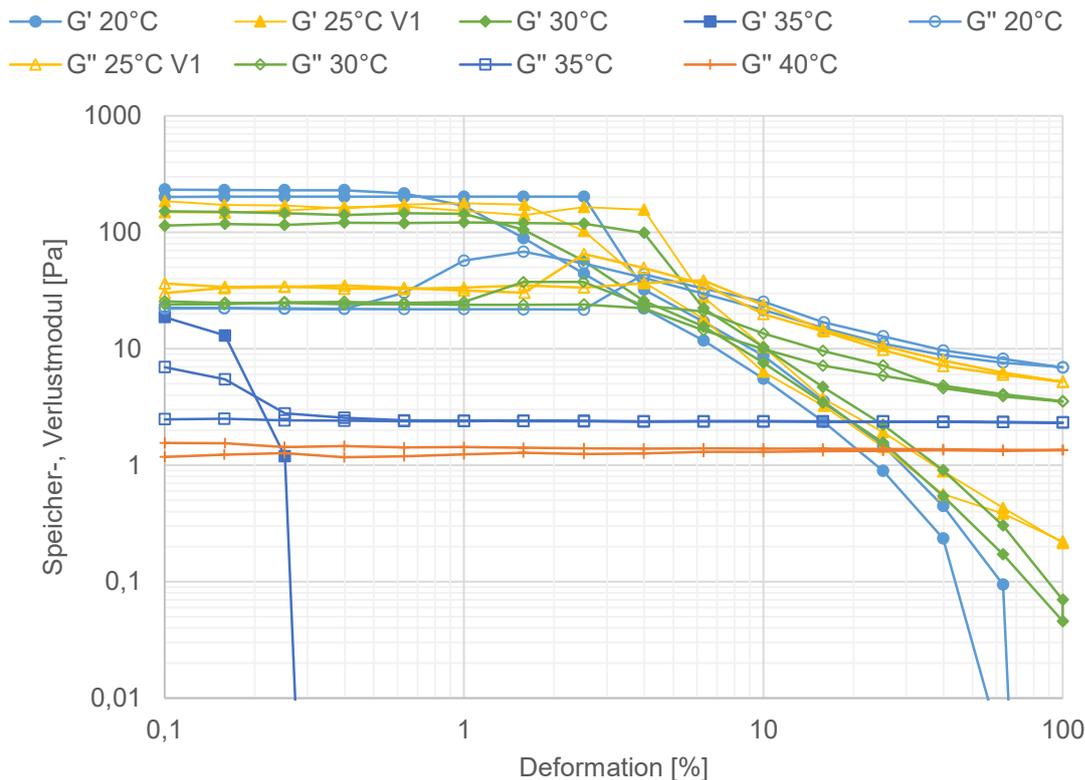


Abb. 3-17: Amplitudentest des Harzsystems RIMR135/RIMH1366 bei 20, 25, 30, 35 und 40 °C

Wie in Abb. 3-17 zu sehen, nimmt der Speichermodul mit zunehmender Temperatur ab, wohingegen für den Verlustmodul erst ab 35 °C eine Abnahme zu verzeichnen ist. Die Grenzen des LVE-Bereichs sind anhand der G' -Kurven bis 30 °C deutlich zu erkennen und liegen für den Messabschnitt mit zunehmender Deformation bei größeren Deformationswerten als für abnehmende Deformation (20 °C: 2,51 %; 25 °C: 1,58 %; 30 °C: 2,51 %). Die Nachgebrenzen bei 20, 25 und 30 °C betragen 5,12 Pa, 2,86 Pa und 3,04 Pa. Bis zu einer Temperatur von 30 °C liegt bei geringen Deformationen bis bzw. ab Erreichen der Nachgebrenze Gelcharakter ($G' > G''$) vor. Der anfängliche Gel-Charakter bei 35 °C ist beim Messabschnitt mit abnehmender Deformation nicht mehr existent. Die Messung bei 40 °C zeigt ausschließlich Sol-Charakter ($G'' > G'$).

Die Angabe einer Viskosität für Schubspannungen die kleiner sind als die Nachgebegrenze wird als nicht sinnvoll erachtet, da die Probe reversibel-viskoelastisches Verhalten aufweist [24]. Folglich reduziert sich der für HIP relevante Scherratenbereich der Viskositätsverläufe. Die minimale Scherrate, ab welcher es tatsächlich zu Fließvorgängen in der untersuchten Probe im Oszillationstest kommt, kann mit folgender Formel berechnet werden [24]:

$$\dot{\gamma} = \gamma_A \cdot \omega \quad (3-2)$$

Angewandt auf die Messergebnisse bei 20 °C ergibt sich ein Wert von $\dot{\gamma} = 0,25$ 1/s.

Bei den G'' -Verläufen mit abnehmender Deformation sind für die Temperaturen 20, 25 und 30 °C am Ende des LVE-Bereichs „Hügel“ zu erkennen. Diese sind typisch für hochkonzentrierte Dispersionen mit einem Kräftenetzwerk, Gele und chemisch vernetzender Materialien. *„Die Höhe des Hügels steigt üblicherweise sowohl bei Erhöhung der Messfrequenz als auch beim Absenken der Messtemperatur an.“* [24] Letzteres trifft auch im vorliegenden Fall zu. G'' -Hügel können *„[...] durch Relativbewegungen zwischen im Netzwerk nicht eingebundenen Molekülketten, freien Kettenenden, flexiblen Seitenketten, langen Netzwerkbrücken, frei beweglichen Einzelpartikeln, Agglomeraten, oder nicht fixierten Überstrukturen erfolgen.“* [24] Die Tatsache, dass die G'' -Hügel bei Temperaturen von 35 und 40 °C nicht mehr auftreten, bekräftigen die Vermutung, dass das scherverdünnende Fließverhalten für $\dot{\gamma} < 100$ 1/s auf eine Emulsion von Harz und Härter (vgl. Kapitel 3.2.6) zurückzuführen ist.

3.2.8 Viskositätsverlauf und Strukturcharakter

Zur weiteren Klärung der Ursache des temperatur- und zeitabhängigen Fließverhaltens werden bei 30 °C abwechselnd oszillatorische und rotatorische Messungen durchgeführt. Insgesamt werden vier Zyklen mit derselben Probe durchgeführt. Jeder Zyklus besteht aus einem Amplitudentest ($\omega = 10$ rad/s) und einem Scherratenweep wie in Tab. 3-7 erläutert.

Tab. 3-7: Messprogramm der kombinierten oszillatorischen und rotatorischen Messung

Messabschnitt	Anzahl Messpunkte	Messpunktdauer $t_{MP}[s]$	Steuergröße
1. Homogenisierungsphase	35	5	$\dot{\gamma} = 1 \text{ 1/s}$
2. Ruhephase	1	60	$\dot{\gamma} = 0 \text{ 1/s}$
3. Ansteigende Amplitude	13	variabel	0,1 – 30 % log, 5 Pkt. / dec
4. Abnehmende Amplitude	13	variabel	30 – 0,1 % log, 5 Pkt. / dec
5. Ruhephase	1	60	$\dot{\gamma} = 0 \text{ 1/s}$
6. Ansteigende Scherratenrampe	55	5	0,1 – 15000 1/s log
7. Konstante Scherrate	12	5	15000 1/s
8. Abnehmende Scherratenrampe	55	5	15000 – 0,1 1/s log

Zyklus 1 wird 15 min nach dem Anmischvorgang gestartet, Zyklus 2 60 min nach Zyklus 1, Zyklus 3 30 min nach Zyklus 2 und Zyklus 4 15 min nach Zyklus 3. Die Ergebnisse der kombinierten Messung sind in Abb. 3-18 dargestellt. Gel-Charakter zeigt lediglich Zyklus 1. Der Speichermodul nimmt mit jedem Zyklus ab. Ein Trend für den Verlustmodul lässt sich nicht erkennen. Die Viskosität zeigt eine Abhängigkeit von der Scherrate bis Zyklus 3. In Zyklus 4 ist lediglich eine Viskositätszunahme in Folge der Vernetzungsreaktion zu verzeichnen.

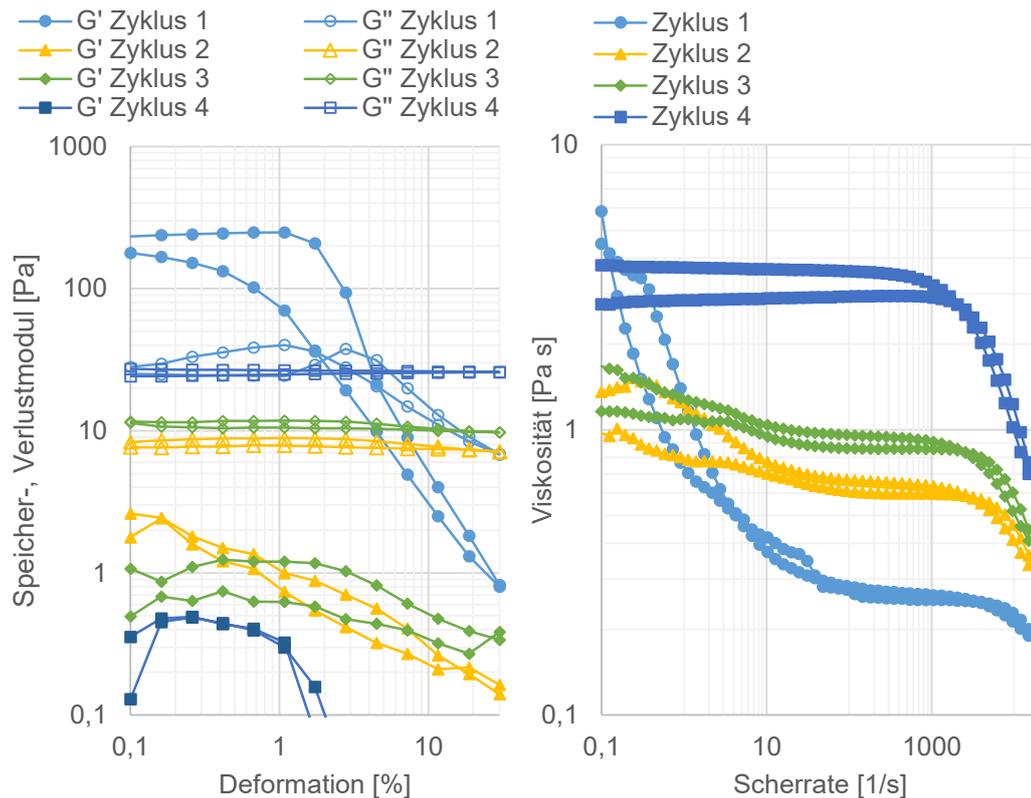


Abb. 3-18: Ergebnisse der kombinierten oszillatorischen (links) und rotatorischen (rechts) Messung für das Harzsystems RIMR135/RIMH1366 bei 30 °C

Der Gel-Charakter ist folglich nicht die alleinige Ursache für das scherverdünnende Fließverhalten. Jedoch legen die Messergebnisse einen Zusammenhang zwischen dem Betrag des Speichermoduls und dem Fließverhalten nahe.

3.2.9 Bestimmung der komplexen Viskosität

Dieses Unterkapitel widmet sich der Frage, ob der Verlauf der dynamischen Viskosität aus der rotatorischen Messung mit dem der komplexen Viskosität aus der oszillatorischen Messung vergleichbar ist. Dazu wird die Abhängigkeit der komplexen Viskosität von der Scherrate im Amplituden- und Frequenztest untersucht. Neben Messungen bei 25 °C werden auch Messungen bei Temperaturen bis zu 40 °C durchgeführt.

Die Ziele dieser Vergleiche sind zweigeteilt. Zum einen soll die Ursache für das scherverdünnende Fließverhalten weiter untersucht werden. Zum anderen soll eruiert werden, ob und vor allem welche oszillatorisch erzeugten Deformationen zu einer scherratenbedingten Abnahme der Viskosität führen, so dass dieser Effekt in vibrationsunterstützten HIP für einen erhöhten Volumenstrom (vgl. Kapitel 2.7) und damit eine schnellere Formfüllung bei der Herstellung EFVK genutzt werden kann.

3.2.9.1 Amplitudentest

Die Amplitudentests werden mit dem Kegel-Platte-Messsystem bei drei unterschiedlichen Frequenzen (1, 10 und 100 rad/s) mit jeweils frischer Probe durchgeführt. Vor dem eigentlichen Amplitudentest erfolgt, analog zu den rotatorischen Messungen, eine Homogenisierungs- und Ruhephase (vgl. Tab. 3-2). Der Deformationsbereich erstreckt sich von 0,1 bis 100 % und geht damit deutlich über den LVE-Bereich hinaus. Der Grund hierfür ist das oben formulierte Ziel den Verlauf der komplexen Viskosität mit der dynamischen Viskosität aus der rotatorischen Messung zu vergleichen.

Abb. 3-19 zeigt die Verläufe des Speicher- und Verlustmoduls sowie der komplexen Viskosität sowohl für den Messabschnitt mit zunehmender als auch mit abnehmender Deformation. Die Größe des anhand des Speichermoduls ermittelten LVE-Bereichs weist keinen eindeutigen Trend für die Messabschnitte mit zunehmender bzw. abnehmender Deformation auf. Im Gegensatz zu den Verlustmoduln zeigen die Speichermoduln keine eindeutige Abhängigkeit von der Messfrequenz. Der Verlustmodul bei $\omega = 100 \text{ rad/s}$ kommt oberhalb denen bei geringeren Frequenzen zu liegen. Außerdem ist der bereits in Kapitel 3.2.7 diskutierte „Hügel“ im Verlauf der Verlustmoduln am Ende des LVE-Bereichs zu erkennen.

Betrachtet man die Verläufe der komplexen Viskosität in Abb. 3-19, so ist eine Abhängigkeit von der Kreisfrequenz zu erkennen. Mit zunehmender Kreisfrequenz nimmt die komplexe Viskosität ab. Dies ist nach den Gleichungen (2-8), (2-22) und (2-23) zum einen auf die ansteigende Frequenz und zum anderen auf den mit zunehmender Kreisfrequenz abnehmenden Verlustmodul zurückzuführen. Bis Erreichen der Nachgebrenge weisen die Verläufe der komplexen Viskositäten konstante Werte auf, fallen dann für weiter zunehmende Deformationen und münden schließlich wieder in ein Plateau, wie am Verlauf der Kurve mit $\omega = 100 \text{ rad/s}$ besonders deutlich wird.

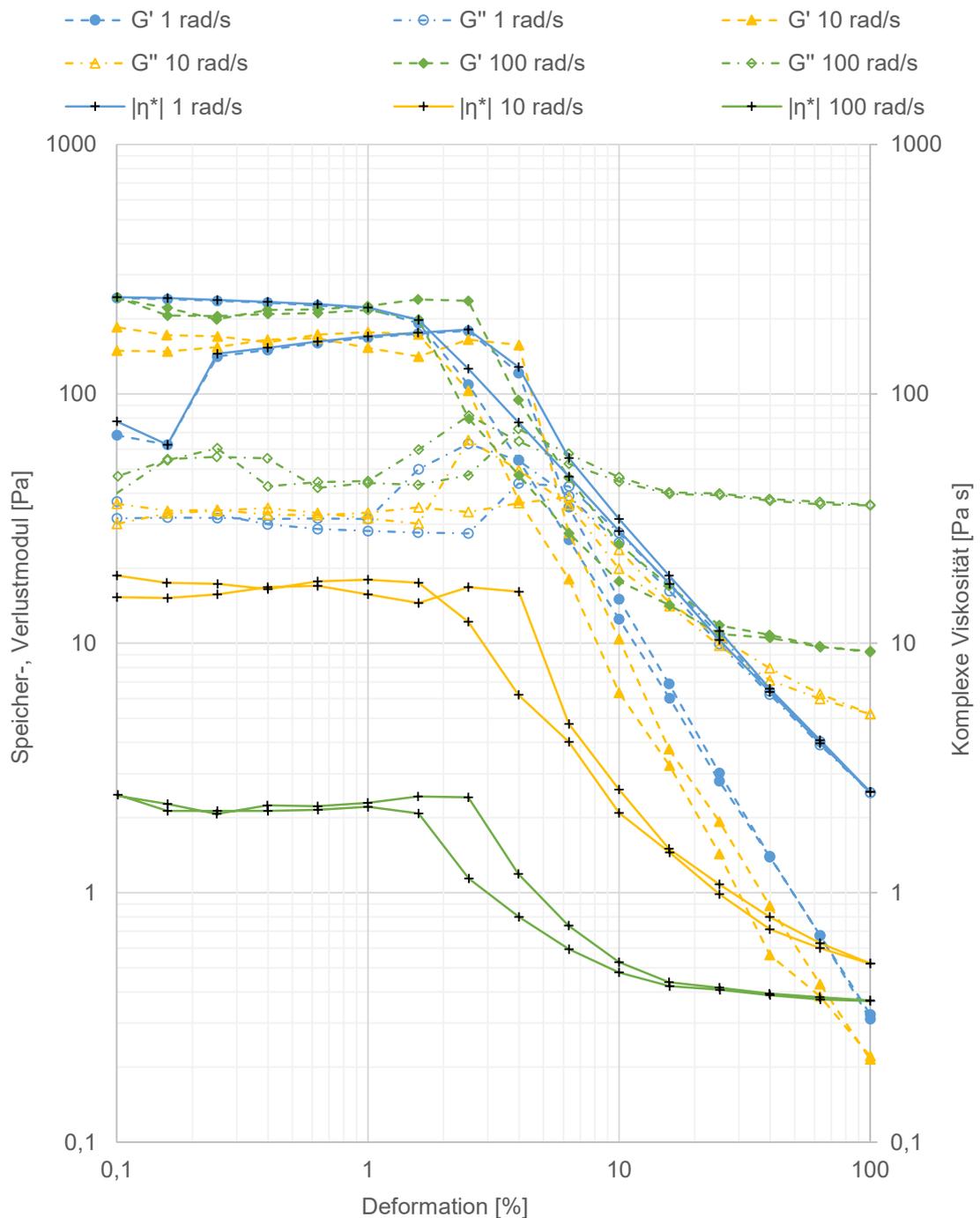


Abb. 3-19: Einfluss der Frequenz auf die Modulverläufe und die komplexe Viskosität im Amplitudentest bei 25 °C

Für die Untersuchung des Temperatureinflusses auf den Verlauf des Speicher- und Verlustmoduls sowie der komplexen Viskosität wird der vollständige Deformationsbereich des verwendeten Rheometers ausgenutzt. Die Messfrequenz wird bei $\omega = 10 \text{ rad/s}$ konstant gehalten. Die Ergebnisse sind Abb. 3-20 dargestellt.

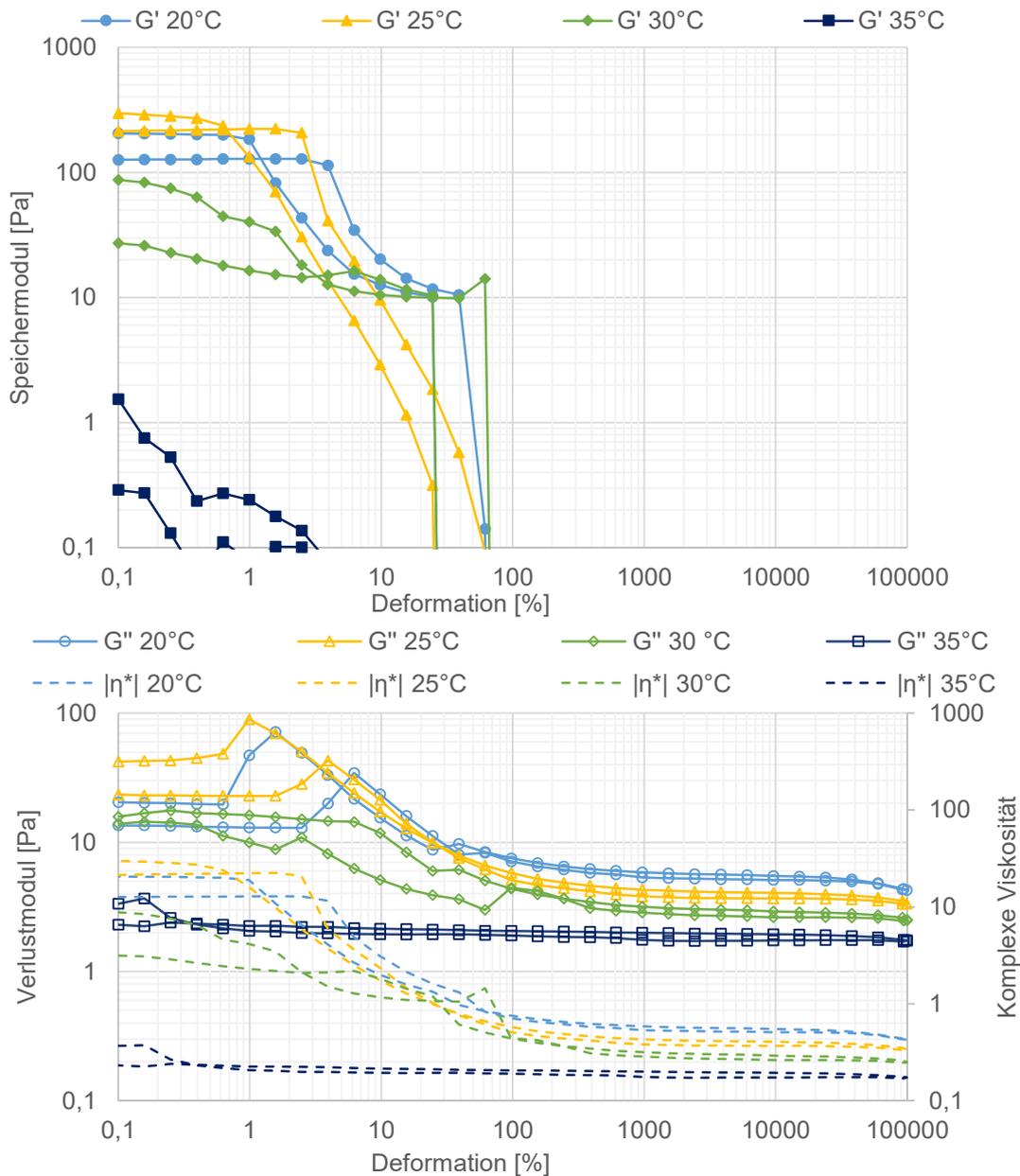


Abb. 3-20: Modulverläufe und komplexe Viskosität der Amplitudentests bei 20, 25, 30 und 35 °C

Wie in Abb. 3-20 gezeigt, nehmen sowohl der Speicher- als auch der Verlustmodul und folglich auch die komplexe Viskosität mit zunehmender Temperatur ab. Die Viskositätsverläufe weisen sowohl bei kleinen als auch großen Deformationen ein Plateau auf. Die Plateauwerte nehmen mit zunehmender Temperatur ab. Das Plateau bei geringen Deformationen ist mit dem LVE-Bereich zu erklären. Sobald die Deformation die Nachbegrenze erreicht, stellt sich scherverdünnendes Fließverhalten ein. Für Deformationen $\gamma > 100\%$ werden die Verläufe der komplexen Viskosität nur noch von den Verläufen der Verlustmoduln bestimmt. Die Speichermoduln fallen bis zu dieser Grenze unterhalb des Messbereichs des Rheometers ab und beeinflussen daher die Verläufe der komplexen Viskosität für weiter zunehmende Deformationen nicht mehr.

Ab einer Deformation von $\gamma > 1000$ % ist für alle Temperaturen nur noch eine minimale Abhängigkeit der komplexen Viskosität von der Deformation zu erkennen. Ab einer Temperatur von 35 °C gilt dies auch für geringe Deformationen. Es fällt bereits an dieser Stelle auf, dass die Verläufe der komplexen Viskosität denen der dynamischen Viskosität aus der rotatorischen Messung sehr ähnlich sind (vgl. Abb. 3-8). Ein direkter Vergleich unter Verwendung einer erweiterten Cox-Merz Regel, wie von [147] vorgeschlagen, erfolgt in Kapitel 3.2.9.3.

3.2.9.2 Frequenztest

Die Frequenztests werden ebenfalls mit dem Kegel-Platte-Messsystem durchgeführt. Jede Messung erfolgt unter Verwendung einer frischen Probe. Die Frequenzsweeps starten, analog zu den Amplitudentests, nach einer Homogenisierungs- und Ruhephase (vgl. Tab. 3-2). Der Frequenzbereich erstreckt sich von 0,1 bis 400 rad/s und wird bei vier unterschiedlichen Deformationen ($\gamma = 1, 5, 10, 100$ %) durchfahren. Die Messungen erfolgen bei 25 °C.

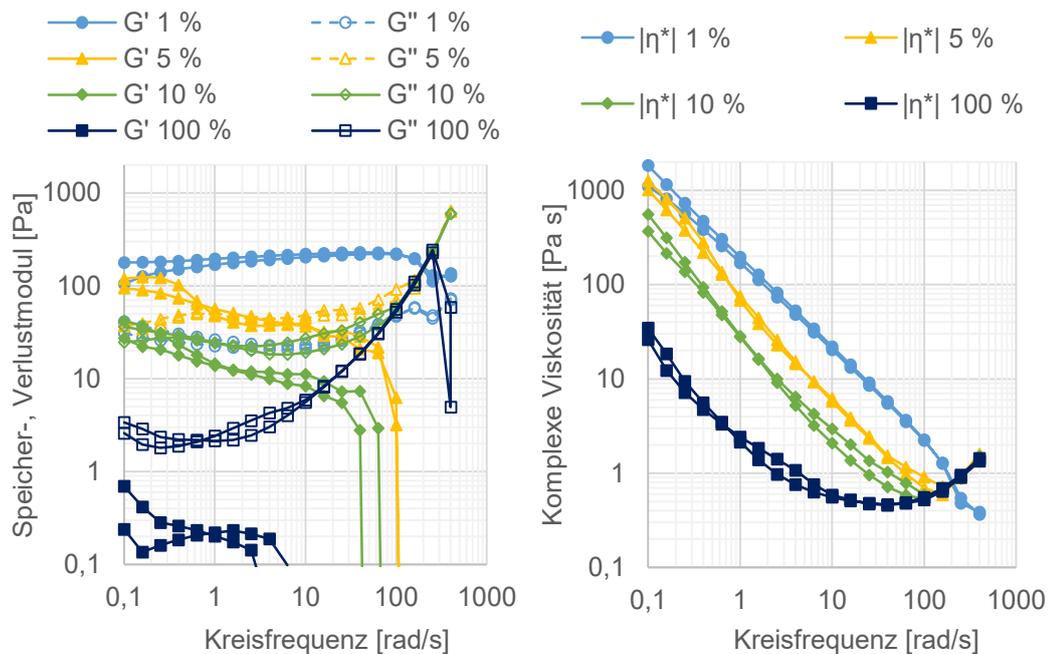


Abb. 3-21: Einfluss der Deformation auf die Modulverläufe (links) und die komplexe Viskosität (rechts) im Frequenztest bei 25 °C

In Abb. 3-21 links ist zu erkennen, dass sich der qualitative Verlauf des Speichermoduls bei einer Deformation von $\gamma = 1$ % deutlich von den Verläufen mit größeren Deformationen unterscheidet. Dies ist damit zu erklären, dass eine Deformation von $\gamma = 1$ % noch im LVE-Bereich liegt, wohingegen eine Deformation von $\gamma = 5$ % bereits oberhalb der Nachgebegrenze liegt (vgl. Abb. 3-17). Für Deformationen oberhalb der Nachgebegrenze sinken die Niveaus von Speicher- und Verlustmodul mit zunehmender Deformation. Die Speichermodule fallen zudem mit größeren Deformationen

bei geringen Kreisfrequenzen unterhalb des Messbereichs des Rheometers wohingegen die Verlustmodule progressiv ansteigen und für große Deformationen kongruent verlaufen. Die Verläufe der komplexen Viskositäten (Abb. 3-21 rechts) sinken mit zunehmender Deformation ebenfalls auf niedrigere Niveaus. Auch hier zeigt der Verlauf der Kurve aus dem LVE-Bereich einen qualitativ anderen Verlauf. Er fällt mit zunehmender Deformation ab wohingegen die übrigen Verläufe ab einer gewissen Frequenz wieder ansteigen und dann, analog zu den Verläufen der Verlustmoduln kongruent verlaufen. In Übereinstimmung mit den Resultaten der Amplitudentests zeigt sich auch bei den Frequenztests eine Abhängigkeit der komplexen Viskosität von der Kreisfrequenz. Mit zunehmender Deformationsrate und Deformation fällt die komplexe Viskosität grundsätzlich ab und zeigt scherverdünnendes Verhalten. Ab einer gewissen, von der Deformation abhängigen Grenzfrequenz nimmt die komplexe Viskosität für Deformationen oberhalb der Nachgebrenze zu. Die Beobachtung aus den Amplitudentests, dass ab einer gewissen Deformationsrate der Verlauf der komplexen Viskosität durch den Verlauf des Verlustmoduls bestimmt wird, ist auf den Frequenztest übertragbar.

3.2.9.3 Vergleich von dynamischer und komplexer Viskosität

Doraiswamy et al. [147] schlagen als Erweiterung der Cox-Merz-Regel für Flüssigkeiten mit Fließgrenze vor, die komplexe Viskosität über der maximalen bzw. effektiven Scherrate $\dot{\gamma}_{eff}$ nach Gleichung (3-3) aufzutragen und erreichen damit einen kongruenten Verlauf von dynamischer und komplexer Viskosität für die untersuchte Suspension.

$$\dot{\gamma}_{eff} = \omega\gamma \quad (3-3)$$

Abb. 3-22 zeigt das entsprechende Diagramm für das hier untersuchte Harzsystem. Die zwei rotatorischen Kurven repräsentieren Messergebnisse zweier aufeinanderfolgender Messungen der gleichen Probe. Dies ist erforderlich um den Einfluss der fortschreitenden Vernetzung zu berücksichtigen. Die Versuchsdauer einiger Amplituden- und Frequenztests ist deutlich länger (ca. 30 min) als die einer rotatorischen Messung (ca. 14 min). Letztere wurde mit einem Abstand von 20 min gestartet.

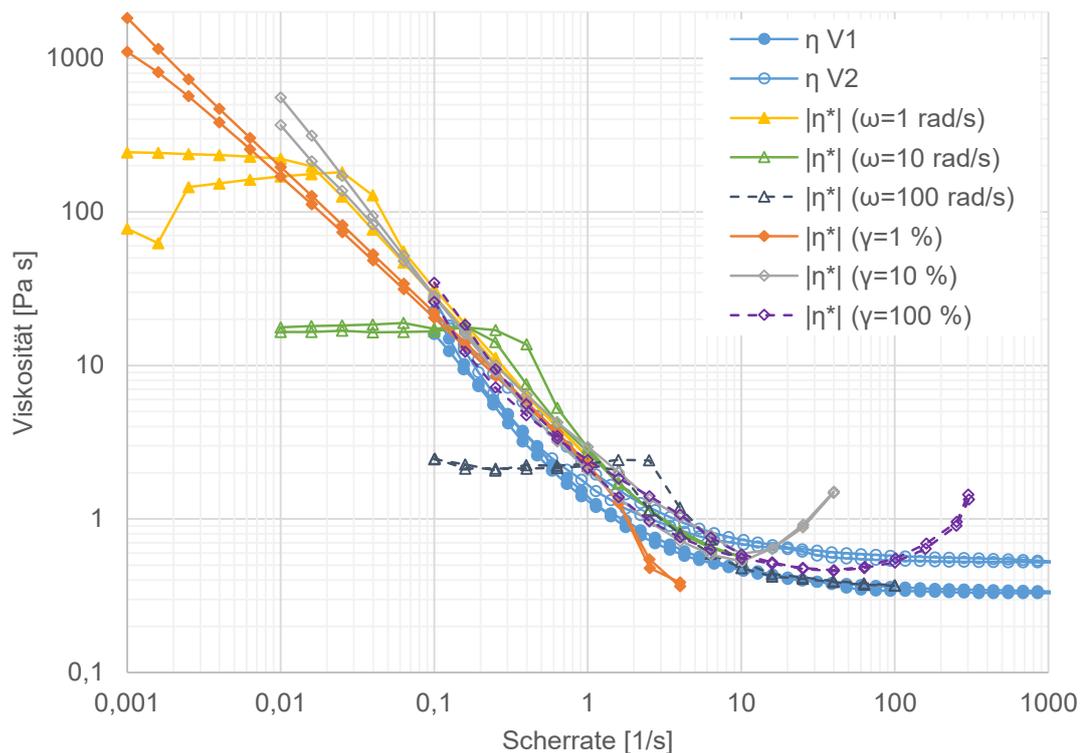


Abb. 3-22: Vergleich von dynamischem und komplexem Viskositätsverlauf bei 25 °C

Deutlich zu erkennen ist die unterschiedliche Steigung der orangefarbenen Kurve, welche im Frequenztest mit einer Deformation unterhalb der Nachgebegrenze ($\gamma = 1\%$) ermittelt wurde. Die Steigung weist einen Wert von ca. -1 auf, was nach [147] typisch für Flüssigkeiten mit einer Fließgrenze ist. Die unterschiedliche Steigung ist somit auf die nicht vorhandenen Fließvorgänge für Deformationen unterhalb der Nachgebegrenze zurückzuführen. Die anderen im Frequenztest ermittelten Kurven mit einer Deformation von $\gamma = 10\%$ und $\gamma = 100\%$ münden zunächst mit einer ähnlichen Steigung in den Verlauf der dynamischen Viskosität, zeigen dann jedoch für weiter zunehmende Scherraten einen Viskositätsanstieg.

Die Verläufe der in den Amplitudentests ermittelten komplexen Viskosität in Abb. 3-22 sind qualitativ gleich jedoch sowohl vertikal als auch horizontal jeweils um eine Dekade zueinander versetzt. Dies ist, unter Berücksichtigung der bereits diskutierten weitgehenden Unabhängigkeit der Nachgebegrenze von der Kreisfrequenz (vgl. Abb. 3-19), mit der sich ebenfalls um eine Dekade unterscheidenden Messfrequenz zu erklären. Somit „knicken“ die komplexen Viskositätsverläufe bei Verlassen des LVE-Bereichs in den Verlauf der dynamischen Viskosität ab und zeigen ab dieser Grenzdeformation das gleiche (scherverdünnende) Fließverhalten.

Übertragen auf vibrationsunterstützte HIP werden diese Verläufe wie folgt interpretiert: Für eine effektive Einkopplung von Scherraten und damit eine effektive Reduktion der scheinbaren Viskosität, muss eine Schubspannung oberhalb der Nachgebegrenze erreicht werden. Sobald diese Schubspannung überschritten ist, kann die Viskosität

sowohl über steigende Frequenzen als auch über steigende Deformationen reduziert werden. Ab einer gewissen, von der Deformation abhängigen Frequenz ist jedoch mit einem Anstieg der scheinbaren Viskosität zu rechnen. Diese Grenzfrequenz sinkt mit zunehmender Deformation (vgl. Abb. 3-21 rechts).

Dass die erweiterte Cox-Merz-Regel nach Doraiswamy [147] zutrifft bedeutet gleichzeitig, dass die ursprüngliche Cox-Merz-Regel für das hier betrachtete Harzsystem nicht anwendbar ist. Dies ist für Suspension und Flüssigkeiten mit Gel-Charakter typisch [24] und somit ein weiteres Indiz dafür, dass die Ursache des scherverdünnenden Fließverhaltens bei geringen Temperaturen an der begrenzten Mischbarkeit von Harz und Härter zu suchen ist und diese somit als Emulsion vorliegen. Darüber hinaus gibt es viele Übereinstimmungen zwischen den hier vorgestellten Phänomenen und denen wie sie für Suspensionen beobachtet werden [148]:

- Der Verlustmodul erreicht für abnehmende Kreisfrequenzen ein Plateau, was auf die Ausprägung einer dreidimensionalen Struktur zurückzuführen ist (vgl. Abb. 3-21 links)
- Die ausgeprägte Struktur ist abhängig von Zeit und Temperatur (vgl. Kapitel 3.2.7 und 3.2.8) [149].
- Das Niveau der komplexen Viskosität sinkt mit zunehmender Deformation (vgl. Abb. 3-21 rechts)
- Bei Überschreiten einer kritischen Deformation kommt es zu Fließvorgängen im Material und es stellt sich das im rotatorischen Versuch gemessene Fließverhalten ein. Die Fließgrenze ist auf eine Änderung der Struktur des Materials zurückzuführen. [147, 148]

3.3 Fazit der rheologischen Charakterisierung

Die Ergebnisse der rheologischen Untersuchungen zeigen, dass gängige Harzsysteme aus für EFVK relevanten Industriezweigen eine Abhängigkeit der Viskosität von der Scherrate aufweisen. Dies widerspricht der in der Literatur [12] und in Füllsimulationsprogrammen verbreiteten Annahme eines newtonschen Fließverhaltens. Der Viskositätsverlauf dieser Harzsysteme lässt sich grob in drei Bereiche unterteilen und ist zudem temperatur- und zeitabhängig. Für das hier untersuchte Epoxidharzsystem RIMR135/RIMH1366 untergliedern sich diese drei Bereiche wie folgt:

1. $\dot{\gamma} < 100 \text{ 1/s}$ - scherverdünnendes Fließverhalten,
2. $100 \text{ 1/s} < \dot{\gamma} < 1000 \text{ 1/s}$ - newtonsches Fließverhalten,
3. $\dot{\gamma} > 1000 \text{ 1/s}$ - Viskositätsabnahme für zunehmende Scherraten durch Scherwärmung.

Auffallend ist, dass es sich bei den im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Harzsystemen mit scherverdünnendem Fließverhalten ausschließlich um Amin-härtende Systeme handelt. Die untersuchten Anhydrid-basierten Systeme zeigen newtonsches Verhal-

ten. Eine besonders ausgeprägte Scherverdünnung liegt bei den untersuchten schlagzähmodifizierten Luftfahrtsystemen bei geringen Temperaturen vor.

Mögliche Ursachen der Scherverdünnung sowie die Abhängigkeit des Fließverhaltens von den Prozessparametern Zeit und Temperatur wurden anhand des Harzsystems RIMR135/RIMH1366 detailliert untersucht. Die Scherverdünnung wurde dabei als ein Effekt des Mischsystems identifiziert. Die Reinkomponenten Harz und Härter zeigen newtonsches Verhalten. Mit zunehmender Temperatur und fortschreitender Zeit bzw. Vernetzung ist eine Abnahme des scherverdünnenden Fließverhaltens zu verzeichnen. Bei 40 °C ist die Scherverdünnung bereits nach ca. 15 min nicht mehr nachweisbar. Kühlt man diese Probe auf geringere Temperaturen ab, kehrt die Scherverdünnung zurück, sie ist also reversibel. Ein passender Erklärungsansatz hierzu ist die zunehmende Löslichkeit von Harz und Härter mit steigender Temperatur bzw. das Vorliegen einer Emulsion bei geringen Temperaturen und das *Reagieren* der dispergierten Phase als Folge der Vernetzungsreaktion.

Der Verlauf der komplexen Viskosität über der Scherrate stimmt sowohl im Amplituden- als auch im Frequenztest mit dem dynamischen Viskositätsverlauf der rotatorischen Messung überein, sobald eine gewisse Grenzdeformation, die das Ende des LVE-Bereichs repräsentiert, überschritten wird. Die Viskositätsabnahme als Folge des scherverdünnenden Fließverhaltens ist ab Erreichen dieser Grenzdeformation unabhängig davon, ob die Scherraten über hohe Deformationen oder Frequenzen erzeugt werden. Ab einer von der Deformation abhängigen Grenzfrequenz ist ein Anstieg der komplexen Viskosität mit weiter zunehmender Frequenz zu verzeichnen.

Die Erkenntnis, dass vor allem bei geringen Scherraten ein scherverdünnendes Fließverhalten vorliegt, wirft die Fragen auf, welche Scherraten üblicherweise in HIP auftreten und welche Auswirkungen dieses Fließverhalten auf die Tränkungs Vorgänge hat. Dieser Fragestellung widmet sich das nachfolgende Kapitel. Darüber hinaus ist die Kenntnis dieser „*Grundschraten*“ entscheidend für die Effektivität einer Vibrationsunterstützung in HIP. Nur wenn sie noch im scherverdünnenden Bereich des Viskositätsverlaufs liegen, können zusätzlich erzeugte Scherraten zu einer weiteren Reduktion der Viskosität und damit einem gesteigerten Volumenstrom führen.

4 Simulative Bestimmung von Scherraten in Infiltrationsprozessen

Wie die Ergebnisse von Kapitel 3 zeigen, ist die weit verbreitete Annahme eines newtonschen Fluids für zahlreiche Epoxidharzsysteme nicht uneingeschränkt gültig. Im Rahmen einer numerischen Parameterstudie wird deshalb der Effekt von scherverdünnenden Fluiden auf HIP im Folgenden untersucht. Die elementaren Fragen sind dabei welche Scherraten bei der Infiltration trockener Faserstrukturen auftreten und welche Auswirkungen der Effekt auf die Formfüllung hat. Für Letztere werden die Fließgeschwindigkeiten für den newtonschen und nicht-newtonschen Fall verglichen.

Im Falle von newtonschen Fluiden kann die Fließgeschwindigkeit nach dem Gesetz von Darcy (Gleichung (2-25)) berechnet werden. Effekte durch nicht-newtonsches Fließverhalten können damit jedoch nicht abgebildet werden. Hier wird auf die Strömungssimulation zurückgegriffen. Die Durchlässigkeit der trockenen Faserstruktur für Fluide kommt in CFD-Simulationen durch die Modellierung der Strömungskanäle zum Ausdruck und die Abhängigkeit der Viskosität von der Scherrate wird durch die Verwendung von Viskositätsmodellen berücksichtigt.

Bei der Herstellung endlosfaserverstärkter Kunststoffbauteile kommen in den einzelnen Industriezweigen unterschiedliche HIP zum Einsatz (vgl. Kapitel 2.2). Darüber hinaus unterscheiden sich die Prozessparameter und die eingesetzten Materialien. Um die Auswirkungen eines scherverdünnenden Fließverhaltens auf den Infiltrationsprozess untersuchen und bewerten zu können, wird deshalb eine möglichst allgemeingültige Betrachtung des HIP gewählt. Dabei bietet sich eine Simulation der Strömungsvorgänge auf Einheits- bzw. Mesozellenebene an. Derartige CFD-Simulationen werden im Folgenden am Beispiel eines ausgewählten Materialsystems mit ANSYS-CFX durchgeführt. Das Vorgehen kann grundsätzlich auf alle gängigen Textiltypen und Infiltrationsharzsysteme angepasst werden.

Dieses Kapitel wurde ermöglicht durch die Zusammenarbeit mit Elinor Swery und den Co-Autoren von [150, 151]. Es entstand basierend auf den Studienarbeiten von Raphael Roselli [152] und Daniel Richter [153].

4.1 Materialauswahl und Definition des Parameterraums

Bei der Auswahl des Faser- und Matrixmaterials wird auf „*Standardmaterial*“¹ zurückgegriffen. Bei der Wahl des Matrixmaterials wird darauf geachtet, dass es bei Raumtemperatur verarbeitbar ist und eine geringe Reaktivität aufweist, so dass noch folgende Füllversuche zur Validierung möglichst kontrolliert und ohne vernetzungsbedingte „*Störeinflüssen*“ durchgeführt und genau analysiert werden können.

4.1.1 Matrixmaterial und Viskositätsverläufe

Als Matrixmaterial wird das in Kapitel 3 charakterisierte Harzsystem RIMR135/RIMH1366 herangezogen. Es gilt als Standardmaterial bei der Herstellung von Windkraft-Rotorblättern. Wie in Kapitel 3 gezeigt, weist der Viskositätsverlauf eine grundsätzliche Abhängigkeit von der Temperatur und der Zeit auf. Diese Abhängigkeit wird für die durchgeführte CFD-Simulation vernachlässigt. Stattdessen wird exemplarisch der Viskositätsverlauf wie er bei 30 °C und 15 min nach dem Anmischzeitpunkt ermittelt wurde herausgegriffen.

Abb. 4-1 zeigt die für die Simulation herangezogenen Viskositätsverläufe. Der Referenzfall ist die newtonsche Kurve mit einer konstanten Viskosität von 0,37 Pa s. Dieser Wert entspricht der Höhe des newtonschen Plateaus der realen Kurve mit Scherverdünnung (Messung). Der Viskositätsverlauf bei 30 °C wird in Anlehnung an die Werkzeugtemperatur einiger Füllversuche (siehe Kapitel 6.3 und 6.5) ausgewählt. Der Zeitpunkt 15 min nach dem Anmischen entspricht dem Zeitpunkt des Injektionsbeginns.

¹ Material, welches in einem der in Kapitel 3.1 genannten Industriezweigen in größeren Mengen verarbeitet wird

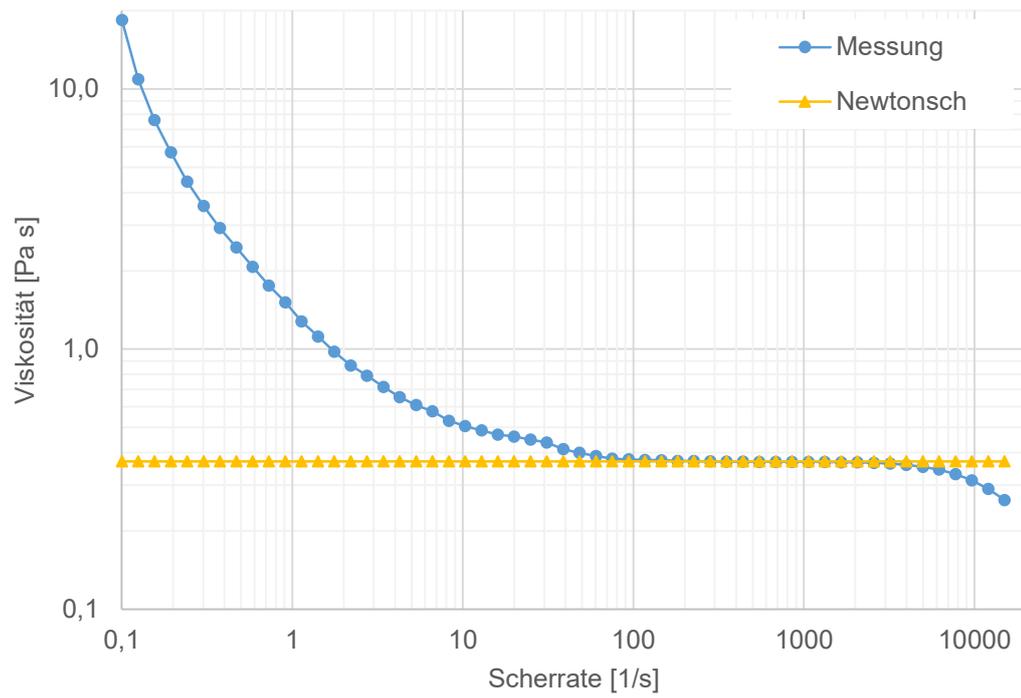


Abb. 4-1: Viskositätsverlauf für den gemessenen und den newtonschen Fall des Harzsystemes RMR135/RIMH1366 bei 30 °C 15 min nach dem Anmischen

4.1.2 Verstärkungstextil und Faservolumengehalt

Ein Gewebe mit Atlasbindung (HexForce® G0926) repräsentiert das Verstärkungsmaterial. Es gilt als Standardmaterial in der Luftfahrt und wird für die Herstellung struktureller Bauteile eingesetzt. Übliche Faservolumengehalte liegen im Bereich von 50 – 65 %. Abb. 4-2 zeigt das Satingewebe schematisch (links) und wie es in der Realität (rechts) vorliegt.

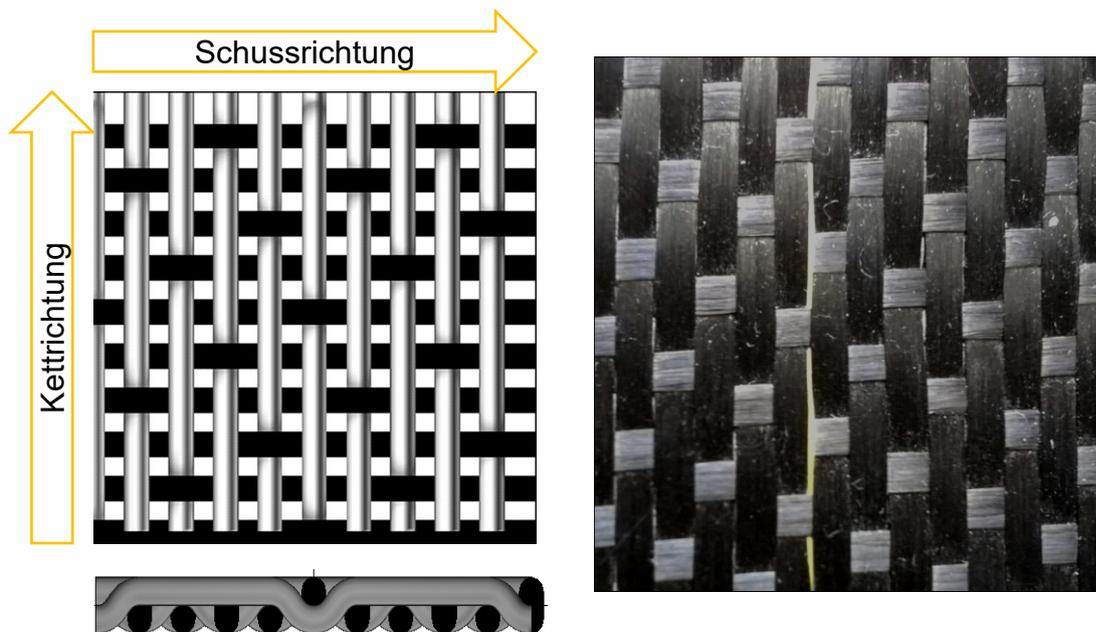


Abb. 4-2: Satingewebe schematisch (links oben: Draufsicht, links unten: Schnittansicht) und real (rechts)

Betrachtet man das Schliffbild eines Rovings senkrecht zur Faserrichtung, so erkennt man eine relativ unregelmäßige Anordnung der Einzelfilamente (vgl. Abb. 4-3 links). Für zunehmende Faservolumengehalte stellt sich innerhalb eines Rovings (*Mikro-,* oder *Intra-Yarn-Bereich*) eine zunehmend regelmäßige Packung ein und es können Bereiche mit kubischer (Abb. 4-3 rechts oben) und hexagonaler (Abb. 4-3 rechts unten) Packungsart erkannt werden.

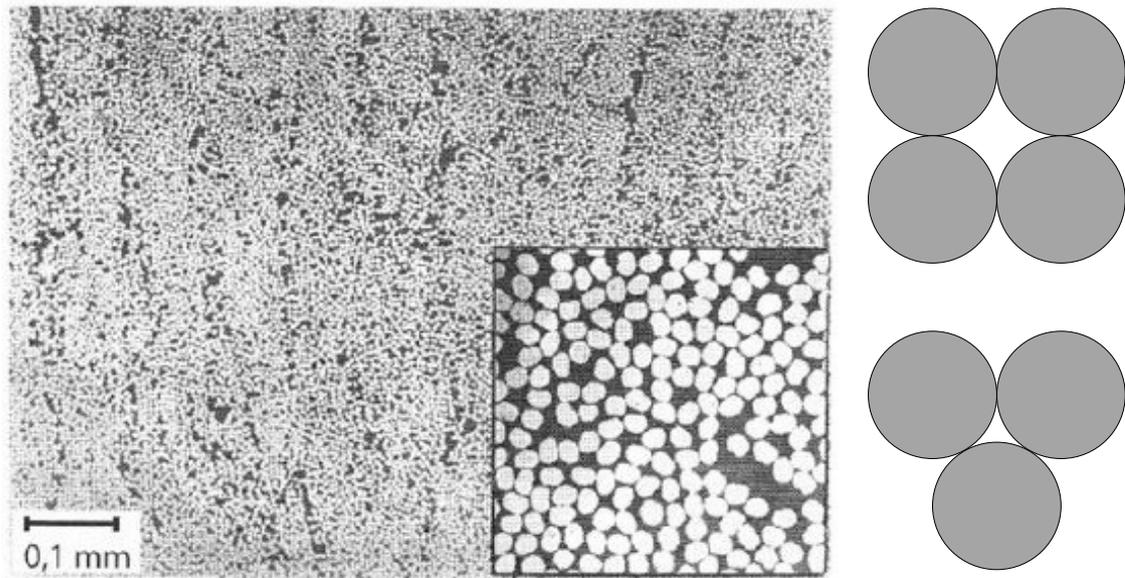


Abb. 4-3: Schliffbild aus dem Intra-Yarn-Bereich eines Rovings [11] (links) und schematische Darstellung der kubischen (rechts oben) und hexagonalen (rechts unten) Packungsart für zylindrische Filamente

Im Rahmen dieser Arbeit wird ein Lagenaufbau bestehend aus sieben und neun Lagen des genannten Atlasgewebes betrachtet. Die entsprechenden Faservolumenanteile für die verwendete Kavitätshöhe von 3 mm sind für den Makrobereich als auch die beiden Mikrobereiche – kubisch und hexagonal gepackt – in Tab. 4-1 zusammengefasst. Die Faservolumenanteile für den Intra-Yarn-Bereich wurden anhand von Schliffbildanalysen sowohl für den 7- als auch den 9-lagigen Aufbau in [152] bestimmt und betragen 61,1 % und 77,6 %. Da Letzterer nur um 0,9 % geringer ist als der physikalisch maximal mögliche Faservolumenanteil für die kubische Packung, wird der Wert von 78,5 % für die numerische Parameterstudie herangezogen. Für die hexagonale Packungsart wird, neben 50,0 und 65,0 % Faservolumenanteil, ebenfalls der Wert für die dichteste Packung (90,7 %) betrachtet. Die angegebenen Faservolumenanteile für den Inter-Yarn- bzw. Makrobereich entsprechen den mit Formel (2-2) und den Angaben aus dem Datenblatt des Atlasgewebes berechneten theoretischen Werten.

Tab. 4-1: Übersicht der Ziel-Faservolumenanteile

V _f [%]		
Mikro, kubisch gepackt	Mikro, hexagonal gepackt	Makro
78,5 (V _{f,max})	90,7 (V _{f,max})	62,7 (9 Lagen, 3mm)
61,1	65,0	48,8 (7 Lagen, 3mm)
	50,0	

4.1.3 Druckgradienten

Die Triebkraft für den Fluss von Fluiden durch poröse Medien ist eine Druckdifferenz. Entscheidend für die Fließgeschwindigkeit ist jedoch gemäß dem Gesetz von Darcy (Gleichung (2-25)) der Druckgradient. Dies gilt sowohl für Injektionen mit konstantem Injektionsdruck als auch konstantem Massenstrom. Bei Injektionen mit konstantem Injektionsdruck ist der Druckgradient unmittelbar nach Injektionsstart theoretisch unendlich groß und nimmt dann stetig ab (vgl. Abb. 2-11). Für konstanten Massenstrom bleibt der Druckgradient theoretisch während der gesamten Injektion konstant.

Unter Berücksichtigung der üblicherweise erreichten maximalen Injektionsdrücke (vgl. Abb. 2-3) und Fließwege in den einzelnen Industriezweigen werden im Rahmen dieser Arbeit Druckgradienten von 6,7 bar/m, 14,3 bar/m, 30 bar/m, 50 bar/m und 100 bar/m betrachtet. Die gewählte Abstufung ergibt sich aus der Analyse von Füllexperimenten in Kapitel 6.3.

4.2 Modellierung des Viskositätsverlaufs

Für die Modellierung des in Abb. 4-1 gezeigten realen Viskositätsverlaufs mit Modellfunktionen werden zwei Ansätze verfolgt. Sie unterscheiden sich in der Berücksichtigung der viskositätssenkenden Schererwärmung für Scherraten $\dot{\gamma} > 1000$ 1/s.

Im ersten Ansatz wird die Schererwärmung vernachlässigt, so dass für Scherraten $\dot{\gamma} > 1000$ 1/s auch newtonsches Fließverhalten angenommen wird. Unter den bekannten Modellfunktionen (vgl. Kapitel 2.3) hat sich im Rahmen einer Regressionsstudie das Bird-Carreau-Yasuda Modell (siehe Formel (2-10)) mit einem Regressionskoeffizienten von $R^2 = 0,93$ als am besten geeignet erwiesen. Die ermittelten Parameterwerte sind in Tab. 4-2 links aufgelistet und der Abgleich mit dem gemessenen Viskositätsverlauf ist in Abb. 4-4 dargestellt.

Eine Modellfunktion, welche sowohl das strukturviskose Verhalten bei geringen Scherraten als auch die Viskositätsabnahme in Folge der Schererwärmung für $\dot{\gamma} > 1000$ 1/s berücksichtigt, ist eine Kombination des Carreau-Ansatzes (vgl. Formel (2-10)) mit dem Potenz-Ansatz nach Ostwald / de Waele (vgl. Formel (2-9)) [154].

$$\eta = \frac{d}{\dot{\gamma}^n} + \frac{a}{(1 + b\dot{\gamma})^c} \quad (4-1)$$

Dieses, als „CARPOW“ bezeichnete Fließgesetz, wurde ursprünglich für die Beschreibung des strukturviskosen Fließverhaltens von gefüllten und teilvernetzten Kunststoffschmelzen entwickelt. Die Parameter n und c sind dimensionslose Fließexponenten und nehmen aus dem Intervall $[0, 1]$ physikalisch sinnvolle Werte an. Der Parameter d kann unter Verwendung des Wendepunktes der Viskositätsfunktion in einen Parameter mit physikalisch eindeutiger Dimension $[\text{Pa s}]$ umgerechnet werden. Der Wert dieses Konsistenzparameters d_K kann für gefüllte oder teilvernetzte Kunststoffschmelzen als

Kriterium für den Einfluss von Füllstoffkonzentration oder vernetzter Anteile in der Schmelze auf deren plastisches Fließverhalten bei niedrigen Schergeschwindigkeiten verwendet werden. Für Scherraten, die größer sind als die Scherrate am Wendepunkt, wird die Viskosität vom Fließverhalten des Matrixpolymers dominiert. [154]

Diese Interpretation stützt die in Kapitel 3.2 aufgestellte Hypothese der begrenzten Löslichkeit von Harz und Härter bei geringen Temperaturen als Ursache für das festgestellte Fließverhalten des Harzsystems RIMR135/RIMH1366: Bei geringen Scherraten wird die Viskosität von der Morphologie des Zwei-Phasensystems bestimmt, mit zunehmender Scherrate verkleinern sich die Partikel der dispersen Phase und sind homogener verteilt, so dass die Viskosität zunehmend von der Matrixphase bestimmt wird.

Die Parameterberechnung wird anhand einer nichtlinearen Regression mit dem MATLAB-Softwarepaket durchgeführt. Neben dem Intervall für die Parameter n und c werden negative Werte für die verbleibenden Größen ausgeschlossen. Die Ergebnisse sind in Tab. 4-2 rechts aufgelistet und der Abgleich mit dem gemessenen Viskositätsverlauf ist in Abb. 4-4 dargestellt.

Tab. 4-2: Parameterwerte für das Bird-Carreau-Yasuda-Modell (links) und das CARPOW-Modell (rechts)

Parameter	Wert	Parameter	Wert
η_0 [Pa s]	53,37	a [Pa s]	0,37
η_∞ [Pa s]	0,37	b [s]	$2,143 \cdot 10^{-4}$
λ [s]	55,76	c	1
p_1	8,11	D [Pa s ¹⁺ⁿ]	1,029
n	0,0268	n	0,932

Abb. 4-4 zeigt, dass die identifizierten Viskositätsmodelle deckungsgleich mit dem gemessenen Viskositätsverlauf sind. Die größten Abweichungen treten im Bereich sehr kleiner Scherraten $\dot{\gamma} < 0,2$ 1/s auf. Hier geben die Modellfunktionen zu geringe Viskositätswerte wieder. Mit Regressionskoeffizienten von 0,93 für das Bird-Carreau-Yasuda-Modell und 0,92 für das CARPOW-Modell wird die Übereinstimmung als ausreichend gut für eine Verwendung in der Simulationsstudie bewertet.

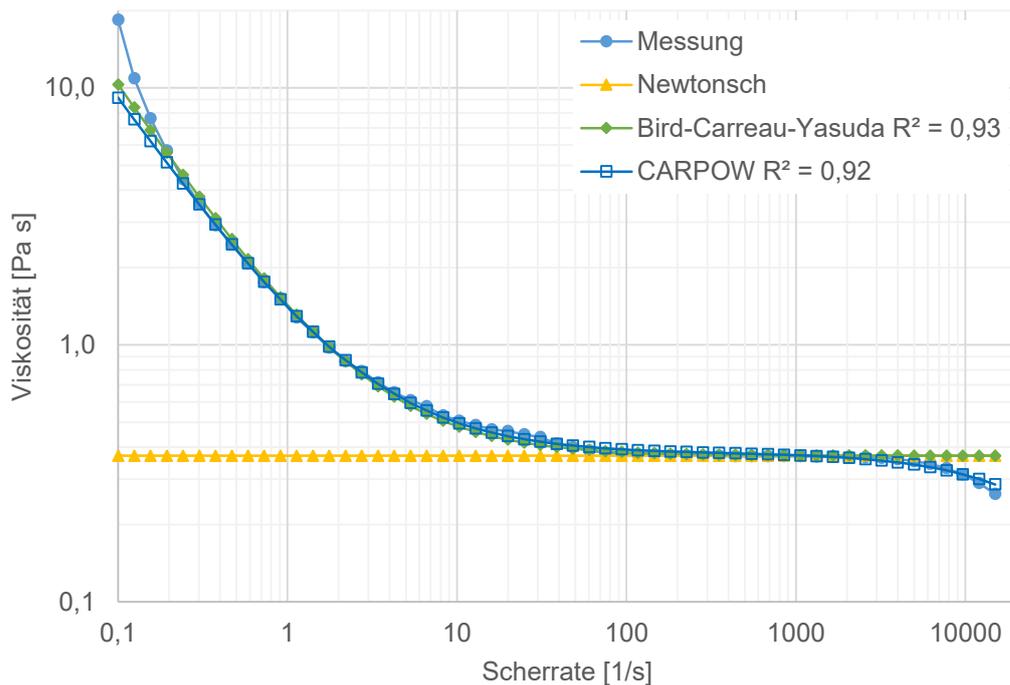


Abb. 4-4: Vergleich von Messdaten mit Viskositätsmodellen

4.3 Modellierung und Vernetzung der Faserstruktur

Die Strömungssimulationen werden für die Bereiche innerhalb eines Rovings (Mikrofluss) und zwischen den Rovingen (Makrofluss) getrennt voneinander durchgeführt. Eine gekoppelte Betrachtung des Mikro- und Makroflusses ist aufgrund der stark unterschiedlichen geometrischen Abmessungen der Fließkanäle von ca. drei Größenordnungen und der zur Verfügung stehenden Rechenleistung nicht möglich. Die Simulation des Mikroflusses basiert auf den Fließkanälen innerhalb eines Rovings, welche durch die kubische und hexagonale Packungsart der zylindrischen Filamente gebildet werden. Für die Untersuchung der Strömungsverhältnisse des Makroflusses werden Mesozellen herangezogen. Die Mesoebene ist eine Zwischenebene zwischen der Mikro- und Makroebene. Sie enthält alle Informationen zur Beschreibung der Makrostruktur, so dass durch eine Aneinanderreihung von Mesozellen jede beliebige Makrostruktur erzeugt werden kann [155].

4.3.1 Mikrostruktur

Ein Roving des hier verwendeten Verstärkungstextils besteht aus 6000 Einzelfilamenten, welche zudem vergleichsweise unregelmäßig angeordnet sind (vgl. Abb. 4-3). Die Vermessung, Modellierung und Diskretisierung einer solch feinporösen Struktur ist mit den zur Verfügung stehenden Ressourcen nicht durchführbar. Aus diesem Grund

werden die Strömungssimulationen auf Mikroebene anhand der in Kapitel 4.1.2 vorgestellten Einheitszellen durchgeführt.

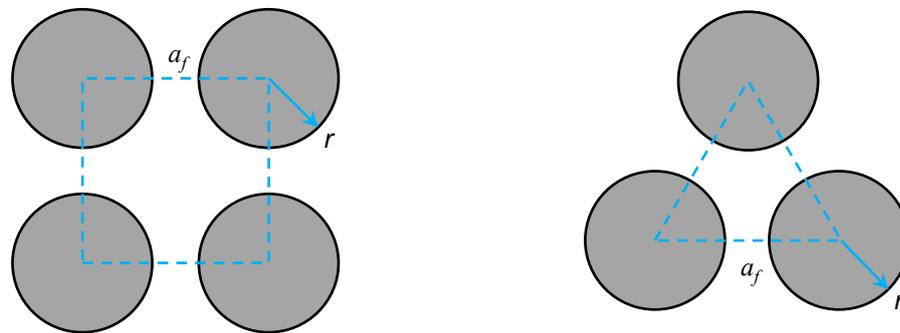


Abb. 4-5: Einheitszellen und Parameter der kubischen (links) und hexagonalen (rechts) Packungsart

Die Parameter zur Beschreibung der kubischen und hexagonalen Einheitszelle sind der Filamentabstand a_f und der Filamentradius r (siehe Abb. 4-5). Als Filamentradius wird $r = 3,5 \mu\text{m}$ gewählt². Die berechneten Filamentabstände der beiden Einheitszellen sind für die in Tab. 4-1 angegebenen Ziel-Faservolumengehalte in Tab. 4-3 zusammen mit den Faservolumengehalten der diskretisierten Einheitszellen (V_{f_sim}) angegebenen. Die Formeln zur Berechnung des Faservolumengehaltes für die kubische und hexagonale Einheitszelle lauten:

$$V_f^{kubisch} = \frac{r^2 \pi}{a_f^2} \tag{4-2}$$

$$V_f^{hexa} = \frac{3 \frac{r^2 \pi}{6}}{\sqrt{3} \frac{a_f^2}{4}} \tag{4-3}$$

Tab. 4-3: Parameterwerte und resultierende Faservolumengehalte der Einheitszellen

	Kubisch		Hexagonal		
V_{f_sim} [%]	78,5	61,1	90,7	65,3	49,2
a_f [μm]	7,000	7,936	7,000	8,250	9,500

Um Rechenzeit zu sparen wird die Symmetrie der Fließkanäle genutzt und lediglich ein Viertel bzw. ein Drittel des kubischen bzw. hexagonalen Kanals modelliert und vernetzt. Die Erstellung der Geometrie und die Vernetzung erfolgt mit dem Modul *ANSYS Meshing*. Genauere Angaben zu den generierten Netzen sind Anhang b (Tab.

² Wert aus Datenblatt für Tenax® HTA 40 Filamentgarn

A-1 und Tab. A- 2) zu entnehmen. In Abb. 4-6 sind die Netze der kubischen und hexagonalen Einheitszelle für den jeweils geringeren Faservolumengehalt dargestellt.

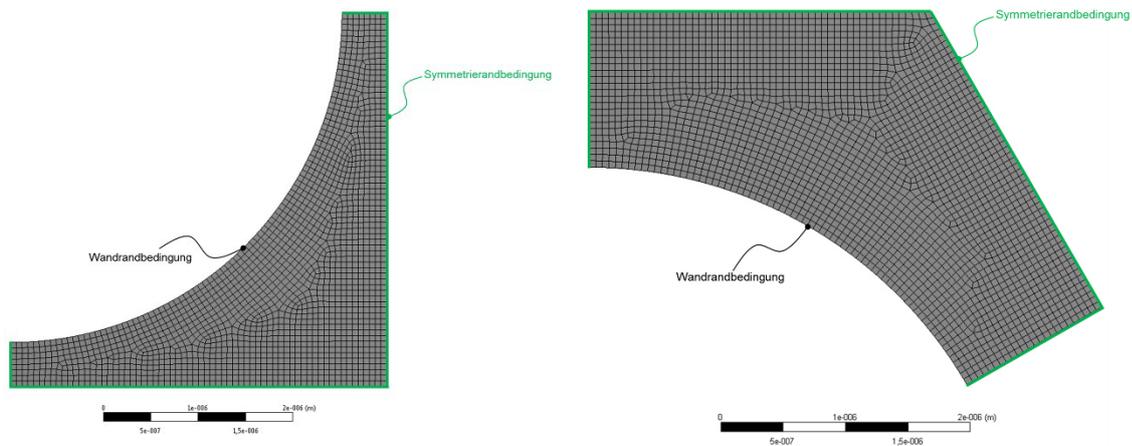


Abb. 4-6: Frontansichten der vernetzten Kanalgeometrien

Links: Kubische Packung mit $V_f = 61,1\%$; Rechts: Hexagonale Packung mit $V_f = 49,2\%$

Vor der Vernetzung werden noch die Flächen für die im Preprocessing deklarierten Randbedingungen definiert. Die Stirnflächen der Fließkanäle stellen den Ein- bzw. Auslass dar, die Kontaktfläche zum Filament (Radiusbereich) die Wandrandbedingung und die restlichen Flächen die Symmetrierandbedingungen.

4.3.2 Makrostruktur

Die Betrachtung der Makrostruktur erfolgt anhand deren kleinster repräsentativer Einheit, der Mesozelle. Die Modellierung und Vernetzung der Mesozellen für den 7- und 9-lagigen Aufbau wird mit dem an der Katholischen Universität Leuven (Belgien) entwickelten Softwarepaket WiseTex durchgeführt [156]. WiseTex ermöglicht die Modellierung der wichtigsten technischen Textiltypen für den Einsatz in EFVK. Der Aufbau erfolgt sukzessive beginnend mit der Modellierung der Filamente über die Rovinge bis hin zur Generierung des jeweiligen Textiltyps, im vorliegenden Fall das genannte Atlasgewebe.

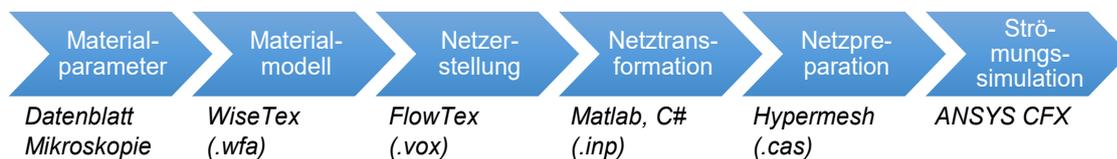


Abb. 4-7: Schematische Darstellung der Einzelschritte zur Durchführung der Strömungssimulation auf Mesozellenebene

Abb. 4-7 zeigt die wichtigsten Schritte von der Ermittlung der Materialparameter bis zur Durchführung der Strömungssimulation. Die benötigten Materialparameter zur Generierung der Mesozellen in WiseTex werden den Datenblättern des Rovings und

des Atlasgewebes entnommen. Für die Ermittlung der Rovingbreite des 7- und 9-lagigen Aufbaus wurden Schliffbilder angefertigt [152]. Die Ergebnisse sind, zusammen mit den übrigen Parametern zur Modellierung der Einheitszelle in Tab. 4-4 aufgeführt. Aufgrund der erhöhten Kompaktierung des 9-lagigen Aufbaus ist die Rovingbreite verglichen mit dem 7-lagigen Aufbau größer. Die Rovinghöhe wird aus der gegebenen Kavitätshöhe von 3 mm und der Anzahl an übereinander geschichteten Rovings ermittelt. Das Spacing (Roving-Mitten-Abstand benachbarter Rovings) wird für beide Aufbauten als konstant und damit unabhängig von der Kompaktierung betrachtet. Der angegebene Wert kann aus der Angabe im Datenblatt „Anzahl Rovinge pro cm“ berechnet werden. Die Angaben zum Faservolumengehalt und Flächengewicht in Tab. 4-4 beziehen sich auf die modellierten Einheitszellen. Laut Datenblatt beträgt das Flächengewicht 370 g/m². Die modellierten Einheitszellen weisen somit nur geringfügige und damit vernachlässigbare Gewichtsunterschiede auf, so dass von einer ausreichenden Modellgüte ausgegangen wird.

Tab. 4-4: Wertetabelle und Skizze der Mesozelle für das 7- und 9-Lagenmodell

Modell	Breite [mm]	Höhe [mm]	Spacing [mm]	V _f [%]	A _w [g/m ²]	Skizze
7 Lagen	2,2128	0,2143	2,174	48,9	369,0	
9 Lagen	2,236	0,1667	2,174	62,8	368,6	

Die Netzgenerierung erfolgt mit FlowTex, einem Modul von WiseTex, das zur simulativen Bestimmung der Permeabilität der in WiseTex erstellten Mesozellen entwickelt wurde [155]. Es wird ein orthorhombisches, dreidimensionales Netz erstellt, dessen Kantenlänge vom Benutzer vorgegeben wird. Ein Element des orthorhombischen Netzes wird als Voxel bezeichnet. Die Abstrahierung der Mesozelle durch Voxellemente ist eine geometrische Darstellung erster Ordnung, die sich als ausreichend für die Bestimmung der Permeabilität trockenen Faserarchitekturen erwiesen hat [56, 151, 155]. Die generierte Datei vom Typ „.vox“ enthält neben den geometrischen Informationen noch die Angabe in welchem Bereich sich die Voxellemente befinden. Hier wird zwischen „Solid“ und „Fluid“ unterschieden. Solid-Elemente repräsentieren die Faserarchitektur und Fluid-Elemente die Bereiche, die für den Fluidfluss zur Verfügung stehen. Rovings werden in FlowTex als Festkörper abgebildet und sind somit undurchlässig für den Fluidfluss.

Die Abmessungen der Mesozellen in Kett- und Schussrichtung sind deutlich größer als in Dickenrichtung. Diese Eigenschaft muss bei der Diskretisierung der Einheitszelle berücksichtigt werden, um die geometrischen Besonderheiten in alle Raumrichtungen möglichst detailgetreu abbilden zu können. In [151] wurden drei unterschiedliche Diskretisierungsregeln für die Berechnung von Permeabilitätswerten basierend auf Mesozellen vorgestellt. Die darin favorisierte Regel für die Schrittweite in Kett- (dx), Schuss- (dy) und Dickenrichtung (dz) wird hier angewandt und stellt einen Kompromiss zwischen Elementanzahl und Aspektverhältnis dar:

$$dx = dy = 10 dz \quad (4-4)$$

Unter Verwendung der genannten Diskretisierungsregel wird eine Konvergenzstudie zur Ermittlung der maximal erforderlichen Voxelgröße durchgeführt. Als Kriterium wird die von FlowTex berechnete Permeabilität in Schuss- (K_{xx}) und Kettrichtung (K_{yy}) herangezogen. Die Ergebnisse für das 7-Lagenmodell sind in Abb. 4-8 dargestellt. Eine Anzahl von ca. 2 000 000 Elementen hat sich als ausreichend herausgestellt.

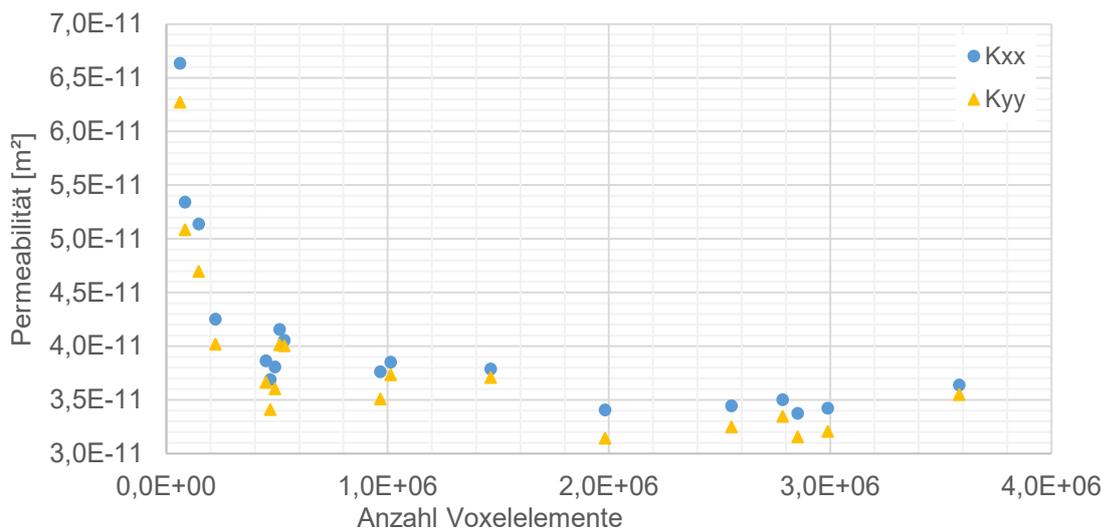


Abb. 4-8: Ergebnisse der Konvergenzstudie für das 7-Lagenmodell

Dargestellt sind die mit FlowTex berechneten Permeabilitätswerte einer Lage der Mesozelle mit Wandrandbedingung in Dickenrichtung in Kett- (K_{xx}) und Schussrichtung (K_{yy}) in Abhängigkeit der Anzahl der Voxellemente.

Die Abmessungen in Kett- (x), Schuss- (y) und Dickenrichtung (z) der Voxellemente sowie die Anzahl der Voxellemente, die Faservolumengehalte und die Porositäten der letztendlich in der Strömungssimulation verwendeten Voxelnetze sind in Tab. 4-5 ersichtlich.

Tab. 4-5: Parameterwerte der diskretisierten Modelle

Modell	x, y [mm]	z [mm]	Anzahl Voxel	$V_{f,Netz}$ [%]	ϵ_{Makro} [%]
7-Lagen	0,064	0,0064	1885026	49,7	20,3
9-Lagen	0,0585	0,00585	1916600	64,2	19,7

Die Transformation der in FlowTex erstellten Voxeldateien in einen mit ANSYS-CFX kompatiblen Dateityp erfolgt mit einem zusammen mit Elinor Swery vom „Centre for Advanced Composite Materials“ der „University of Auckland“ entwickelten Mapping-Algorithmus [151]. Zusätzlich zur Transformation des Dateityps werden noch folgende Aktionen ausgeführt (vgl. Abb. 4-7):

- Voxellemente, die den Roving repräsentieren, werden gelöscht, da lediglich der Fluss zwischen Rovings betrachtet wird.
- Isolierte Voxellemente (Elemente, die keine Verbindung zu den Hauptströmungskanälen aufweisen) werden gelöscht, um eine effiziente Berechnung der Strömungsverhältnisse durchführen zu können.
- Es werden die Flächen für die spätere Aufprägung der Randbedingungen in der Strömungssimulation erzeugt.

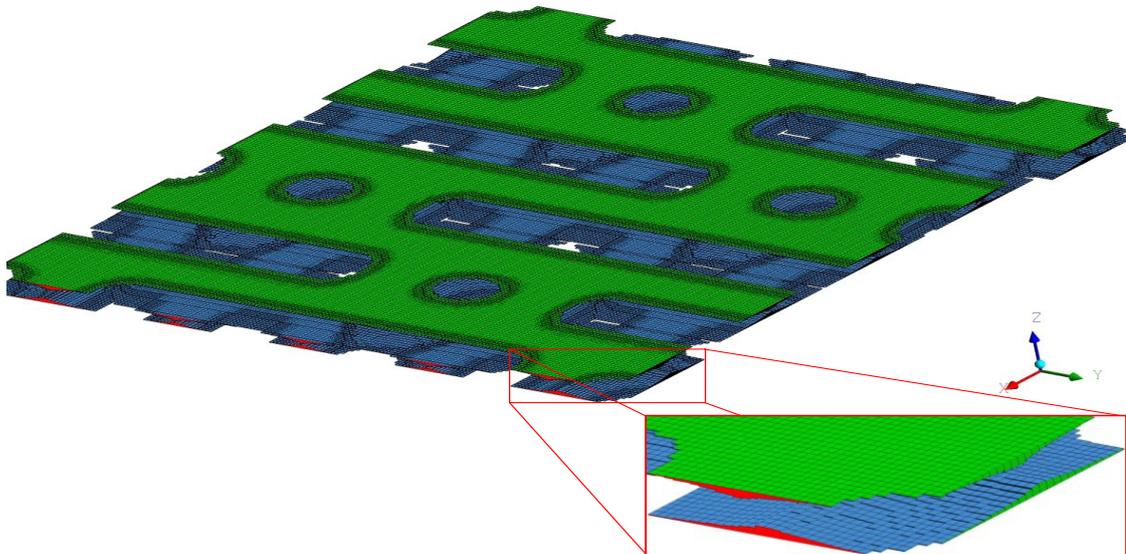


Abb. 4-9: Netz der Mesozelle für das 9-Lagenmodell mit farblicher Kennzeichnung der Randbedingungen

Die Flächen mit Outlet-Randbedingung sind rot, die mit periodischer-Randbedingung grün und die mit Haft-Randbedingung blau eingefärbt.

Die Simulation erfolgt anhand von Einzellagen entlang der Kettrichtung (x-Richtung). Ober- und Unterseite der Mesozellen sowie die Stirnflächen normal zur Schussrichtung zeigend werden mit periodischen Randbedingungen versehen (siehe Abb. 4-9). Mit zunehmender Lagenanzahl ist für wenige Lagen grundsätzlich von einer zunehmenden Permeabilität auszugehen [151]. Grund dafür ist der abnehmende Einfluss der

kavitätswandnahen Schichten auf den gesamten Volumenstrom. Ab einer gewissen Lagenanzahl kann dieser Einfluss der Haftrandbedingung vernachlässigt werden. In [151] ist für das untersuchte Carbon-Körpergewebe mit einem Flächengewicht von $A_w = 285 \text{ g/m}^2$ und $V_f = 45 \%$ bereits ab einer Lagenanzahl von vier ein deutlich reduzierter Einfluss der Lagenanzahl auf die Permeabilität zu verzeichnen. Für das im Rahmen der vorliegenden Arbeit untersuchte Atlasgewebe mit einem Flächengewicht von $A_w = 360 \text{ g/m}^2$ und den genannten Faservolumengehalten für das Siebenlagen- und Neunlagen-Modell (vgl. Tab. 4-5) ist deshalb ebenfalls von einem vernachlässigbaren Einfluss der Randlagen auszugehen. Die Verwendung von periodischen Randbedingungen an der Ober- und Unterseite der 1-lagigen Mesozellen in der Strömungssimulation repräsentieren dem zur Folge den in der Praxis 7- und 9-lagigen Aufbau. In der Praxis auftretende Nestingeffekte und Deformationen von Rovingen bleiben unberücksichtigt. Flächen, die in Kontakt mit der Faserarchitektur stehen, werden mit einer Haftrandbedingung versehen (siehe Abb. 4-9).

4.4 Strömungssimulation

Die stationäre Strömungssimulation erfolgt mit ANSYS CFX 14.5. Um den Einfluss des scherverdünnenden Fließverhaltens auf den Fluss von Epoxidharzsystemen durch trockene Faserarchitekturen zu untersuchen, kann das Gesetz von Darcy nicht verwendet werden. Sämtliche Strömungsgrößen werden deshalb sowohl für den newtonschen als auch für den nicht-newtonschen Fall unter Vorgabe von Druckgradienten basierend auf den Erhaltungssätzen der Fluidmechanik – Massenerhaltung, Impulserhaltung und Energieerhaltung – ermittelt. Die Annahmen, die für die Herleitung des Gesetzes von Darcy notwendig sind (vgl. Kapitel 2.4), mit Ausnahme der des newtonschen Fluides, werden aus Vergleichbarkeitsgründen auch hier getroffen.

Die Simulationen werden mit einem Windows 7, 64 Bit Computer mit 4 GB RAM und einer Intel® Core™ i5-M-540 CPU mit 2,54 GHz durchgeführt.

4.4.1 Preprocessing

Im Preprocessing erfolgen u.a. die Definition der Flüssigkeiten und Randbedingungen sowie die Deklaration der Viskositätsverläufe und Druckgradienten. Es werden, gemäß den Annahmen für das Gesetz von Darcy (vgl. Kapitel 2.4), lediglich laminare Strömungsbedingungen ohne Wärmeübergang betrachtet.

Definition der Flüssigkeiten und Deklaration der Viskositätsverläufe

Als Flüssigkeiten werden ein newtonsches Fluid mit konstanter Viskosität ($\eta = 0,37 \text{ Pa s}$) und ein nicht-newtonsches Fluid mit scherverdünnendem Fließverhalten definiert. Beiden wird, in Anlehnung an die Dichte des Harzsystems RIMR135/RIMH1366, eine Dichte von $1,10 \text{ g/cm}^3$ zugewiesen.

Bei der Modellierung des scherratenabhängigen Viskositätsverlaufs der nicht-newtonschen Flüssigkeit wird auf das Bird-Carreau-Yasuda Modell zurückgegriffen (siehe Tab. 4-2). Es weist für Scherraten $\dot{\gamma} < 1000$ 1/s eine höhere Modellgüte auf als das CARPOW Modell. Außerdem wurde als Ursache für die Scherratenabhängigkeit für $\dot{\gamma} > 1000$ 1/s eine Schererwärmung ausgemacht (siehe Kapitel 3.2.4) und es wird angezweifelt, dass diese Schererwärmung auch beim Fluss durch trockene Faserarchitekturen auftritt. Für Scherraten, die außerhalb des gemessenen bzw. modellierten Scherratenbereichs liegen, wird die Null- bzw. Unendlich-Viskosität verwendet.

Definition der Randbedingungen und Deklaration der Druckgradienten

Die Definition der Randbedingungen erfolgt wie sie in den Unterkapiteln 4.3.1 und 4.3.2 angegeben ist. Bei der Simulation des Mikroflusses werden am Ein- bzw. Auslass die Randbedingungen vom Typ „*Inlet*“ bzw. „*Outlet*“ verwendet. Um eine ausgebildete Strömung ohne Einlaufeffekte zu erhalten, wird am Einlass die Option „*Static Pressure*“ in Verbindung mit „*Zero Gradient*“ verwendet [157]. Somit kann die Länge des modellierten Kanals stark verkürzt und Rechenzeit eingespart werden. Am Auslass wird die Option „*Static Pressure*“ mit einem Wert von 0 Pa gewählt. Der Druck am Einlass variiert je nach Länge des Strömungskanals und angestrebtem Druckgradienten (vgl. Kapitel 4.1.3). Bei der Simulation des Makroflusses kann es während der Berechnung zu Rückströmeffekten im Einlassbereich kommen, was, bedingt durch die Einlassrandbedingung „*Inlet*“ mit einer künstlichen Kanalverengung vom Solver versucht wird zu kompensieren. Aus diesem Grund wird bei der Simulation des Makroflusses am Ein- und Auslass die Randbedingung des Typs „*Opening*“ gewählt, welche auch Einströmrichtungen, die nicht ausschließlich senkrecht zur Randbedingung orientiert sind, zulässt. In Verbindung mit der Auswahl „*Static Pressure and Direction*“ werden die Druckdifferenzen zwischen Ein- und Auslass und die Flussrichtung „*Normal to Boundary Condition*“ deklariert [157]. Für die Berücksichtigung der unterschiedlichen Druckgradienten (vgl. Kapitel 4.1.3) werden die Druckdifferenzen entsprechend der Länge der Mesozellen in Strömungsrichtung (Schuss- bzw. x-Richtung) angepasst.

4.4.2 Solver

ANSYS-CFX verwendet einen gekoppelten Solver („*coupled solver*“), was bedeutet, dass die hydrodynamischen Gleichungen in einem System gelöst werden. Damit ergeben sich, verglichen mit einem traditionellen Solver („*segregated solver*“) geringere Rechenzeiten und Konvergenz wird in weniger Iterationsschritten erreicht [158].

Alle Rechnungen werden mit der Option „*Double Precision*“ und dem „*High-Resolution*“-Diskretisierungsverfahren durchgeführt. Beide Optionen dienen einer erhöhten Genauigkeit der Ergebnisse [158].

Als Konvergenzkriterium wird ein maximaler RMS-Wert für die Residuen von 10^{-5} gewählt. Für die Berechnung des Mikroflusses werden mindestens 20 und maximal

200 Iterationen durchgeführt. Die minimale und maximale Iterationszahl bei der Simulation des Makroflusses liegt bei 150 und 300.

4.4.3 Postprocessing

Die Analyse der Berechnungsergebnisse erfolgt mit Konturplots für die Scherraten-Viskositäts- und Geschwindigkeitsverteilung in repräsentativen Strömungsquerschnitten. Aufgrund der unregelmäßigen Struktur der Strömungskanäle in den Mesozellen existiert, im Gegensatz zum Mikrofluss, keine Schnittebene anhand welcher die Verteilung der Strömungsgrößen repräsentativ für das betrachtete Volumen ist. Aus diesem Grund wird auf eine Histogrammdarstellung zurückgegriffen. Dazu werden die Werte für alle Knotenpunkte mit Hilfe von „Point Clouds“ aus ANSYS CFX exportiert.

4.5 Ergebnisse und Diskussion

Die Auswertung und Diskussion der Simulationsergebnisse erfolgt unter zwei Gesichtspunkten. Zum einen wird die in Kapitel 3.3 formulierte Frage nach auftretenden Scherraten in HIP beantwortet. Zum anderen werden die resultierenden Konsequenzen im direkten Vergleich mit der weit verbreiteten Annahme einer newtonschen Flüssigkeit aufgezeigt.

4.5.1 Mikrofluss

Aufgrund des einfachen und symmetrischen Aufbaus der Fließkanäle im Mikroflussbereich eignen sich deren Konturplots für die Diskussion der Zusammenhänge zwischen Scherrate, Viskosität und Fließgeschwindigkeit.

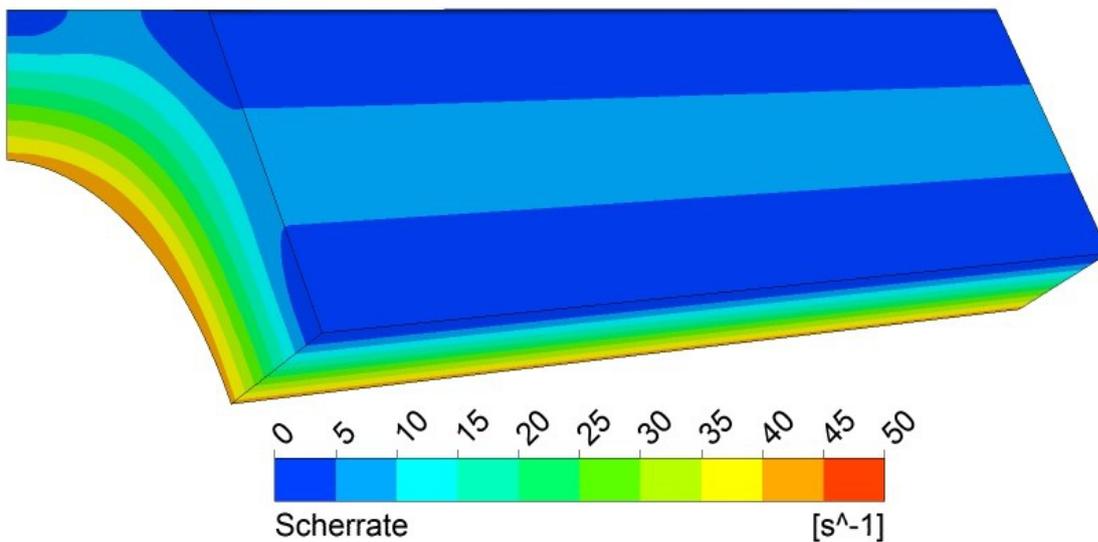


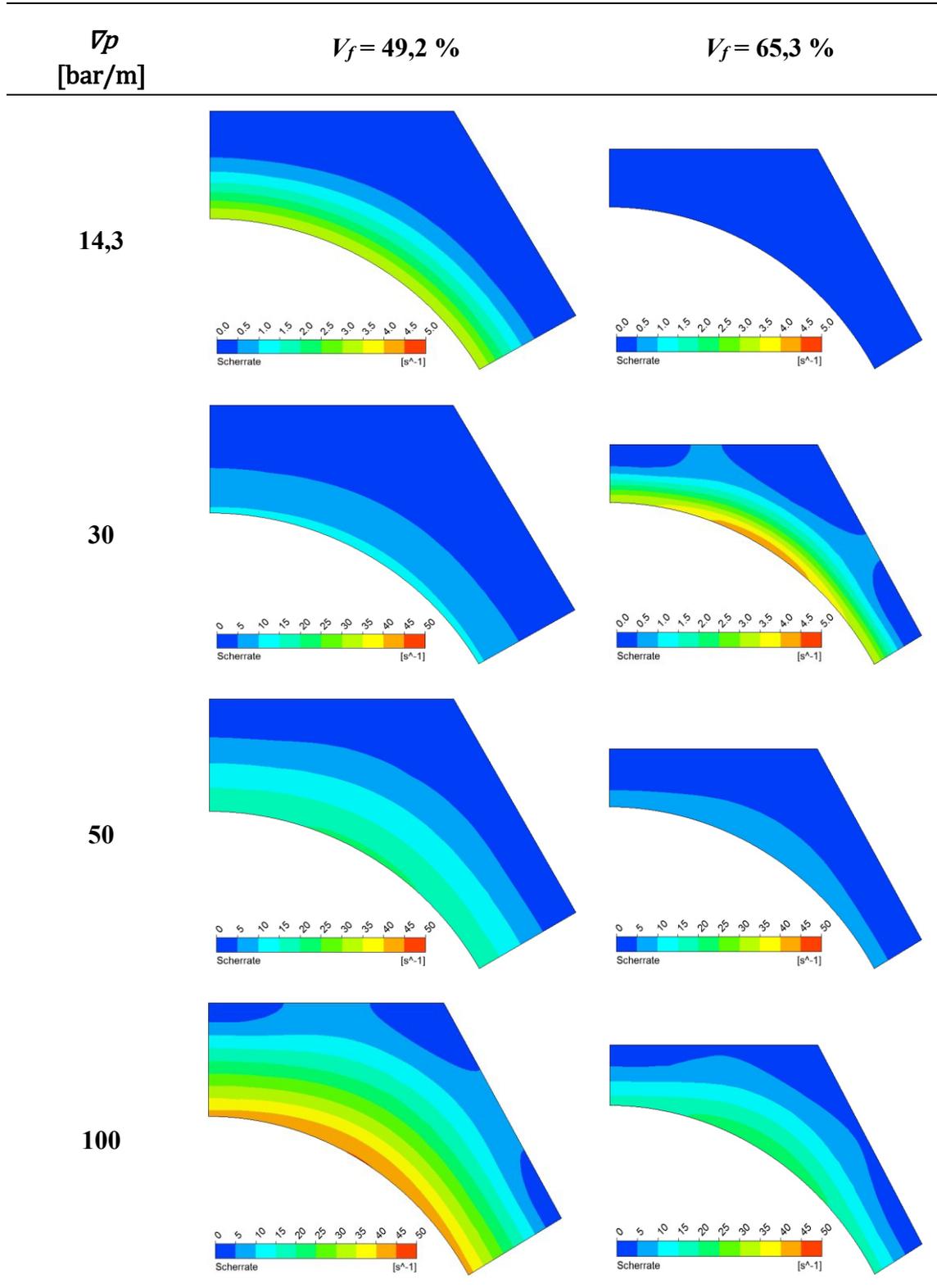
Abb. 4-10: Konturplot der Scherratenverteilung für den nicht-newtonschen Fall im Fließkanal der hexagonalen Einheitszelle mit $V_f = 49,2\%$ und $\nabla p = 100 \text{ bar/m}$ (linear skaliert)

Abb. 4-10 zeigt einen Konturplot für die Scherratenverteilung im Fließkanal der hexagonalen Einheitszelle. Die Strömung ist entlang des Fließkanals vollständig ausgeprägt, so dass die Scherratenverteilung auf der Strinfläche repräsentativ für das gesamte durchströme Volumen ist. Die höchsten Scherraten liegen bedingt durch die Haft- randbedingung direkt an der Grenzschicht zur Faser vor und nehmen zur Kanalmitte hin ab. Die Schichtdicke eines Scherratenbereichs nimmt mit zunehmendem Kanaldurchmesser zu. Die geringsten Scherraten treten jeweils in Kanalmitte des kleinsten und größten Kanaldurchmessers auf.

Die Entwicklung der Scherratenverteilung in den Fließkanälen der hexagonalen Einheitszellen ist für zwei Faservolumenanteile und fünf Druckgradienten für den nicht-newtonschen Fall in Tab. 4-6 dargestellt. Die maximal auftretenden Scherraten nehmen mit abnehmendem Faservolumenanteil und zunehmendem Druckgradienten zu und treten an der Stelle mit größtem Kanaldurchmesser auf. Bei dem ebenfalls simulierten aber nicht dargestellten Druckgradienten von $\nabla p = 6,7$ bar/m sind für beide Faservolumenanteile die maximalen Scherraten kleiner als $0,5$ 1/s. Abb. 4-11, Abb. 4-12 und Abb. 4-13 zeigen den genannten Zusammenhang zwischen Scherratenverteilung, Faservolumenanteil und Druckgradient in Histogrammdarstellung. Für den Faservolumenanteil von $V_f = 90,7$ % liegen bis zu einem Druckgradienten von 30 bar/m alle Scherraten im Bereich $\dot{\gamma} \leq 1$ 1/s und es werden selbst für den maximalen Druckgradienten von $\nabla p = 100$ bar/m keine Scherraten $\dot{\gamma} > 10$ 1/s erreicht.

Tab. 4-6: Übersicht - Konturplots der Scherratenverteilung für den nicht-newtonschen Fall in den Fließkanälen der hexagonalen Einheitszellen (linear skaliert).

Aus Darstellungsgründen wird ab $\nabla p = 30 \text{ bar/m}$ und $V_f = 65,3 \%$ eine andere Skalierung verwendet.



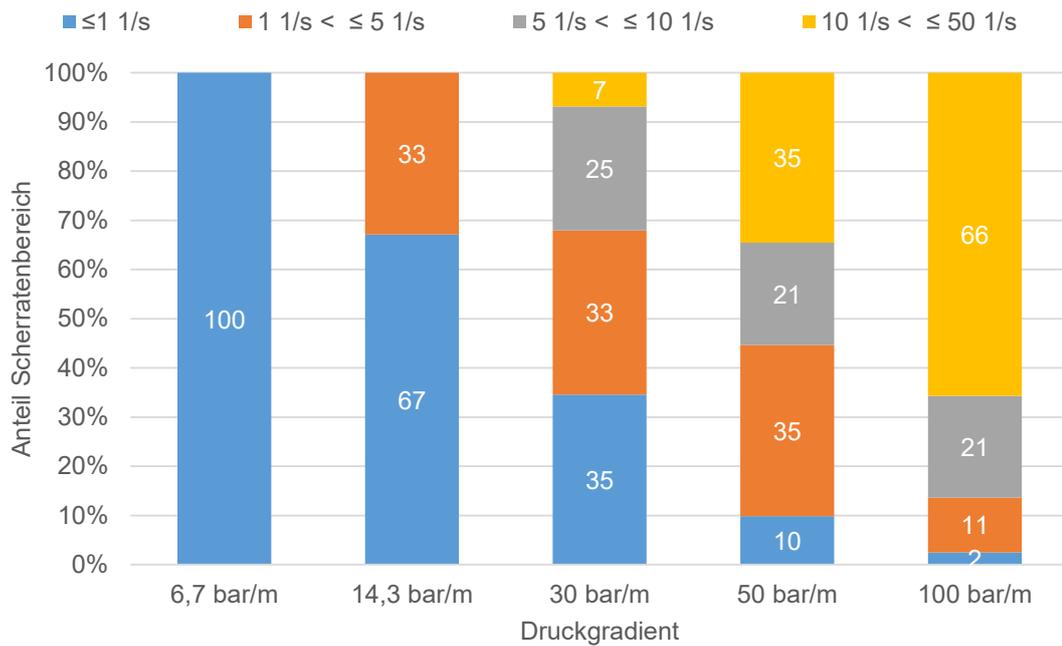


Abb. 4-11: Histogramm - Scherratenverteilung bei nicht-newtonscher Betrachtung für den Fließkanal der hexagonalen Einheitszelle mit $V_f = 49,2\%$

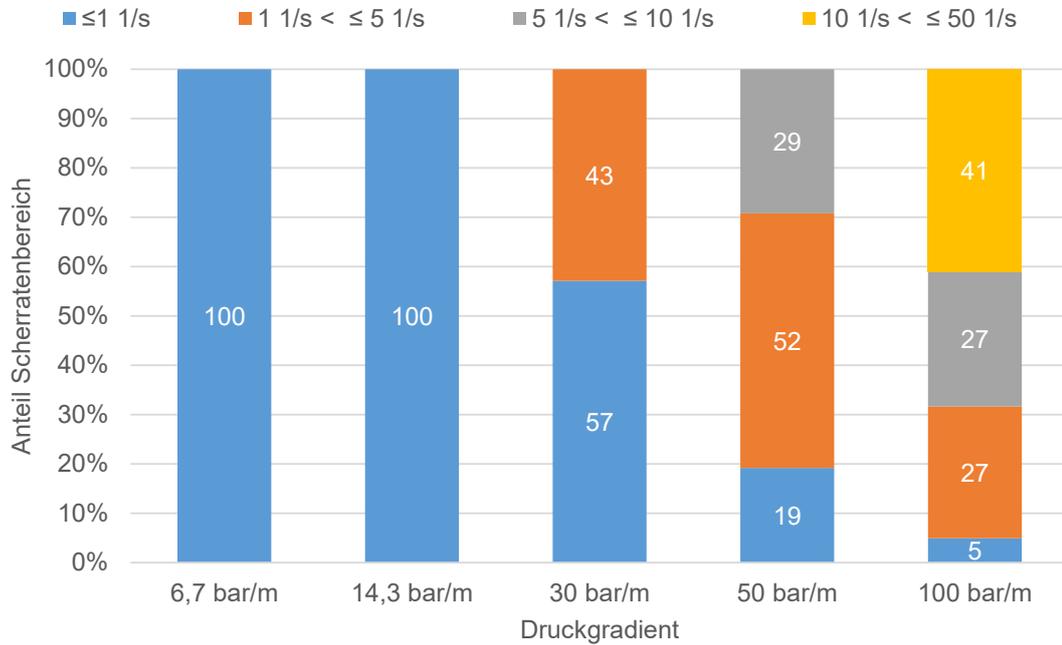


Abb. 4-12: Histogramm - Scherratenverteilung bei nicht-newtonscher Betrachtung für den Fließkanal der hexagonalen Einheitszelle mit $V_f = 65,3\%$

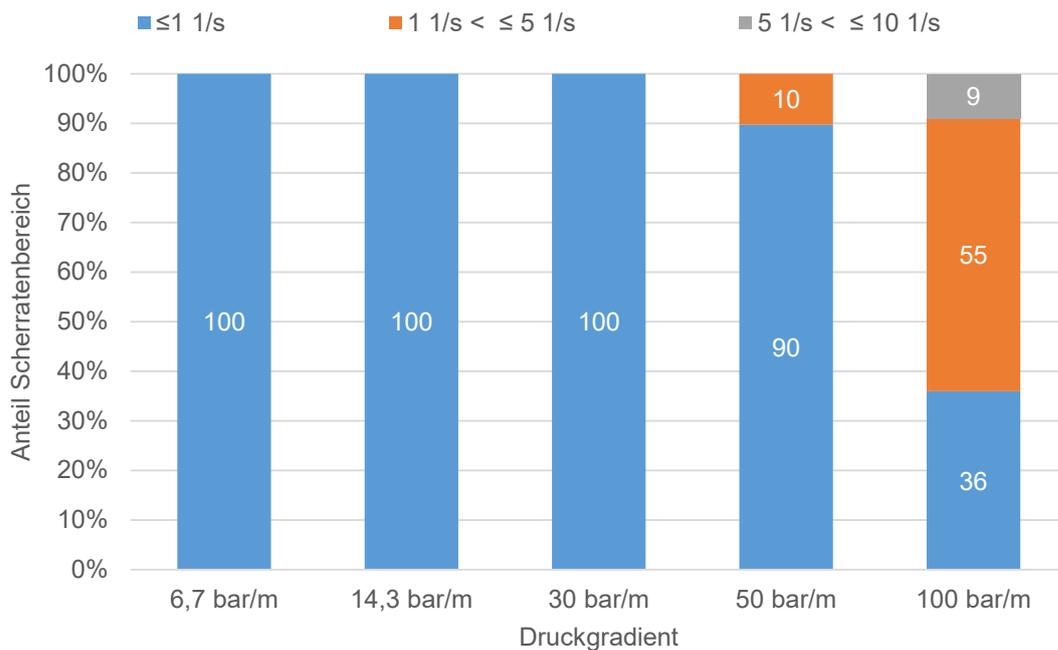
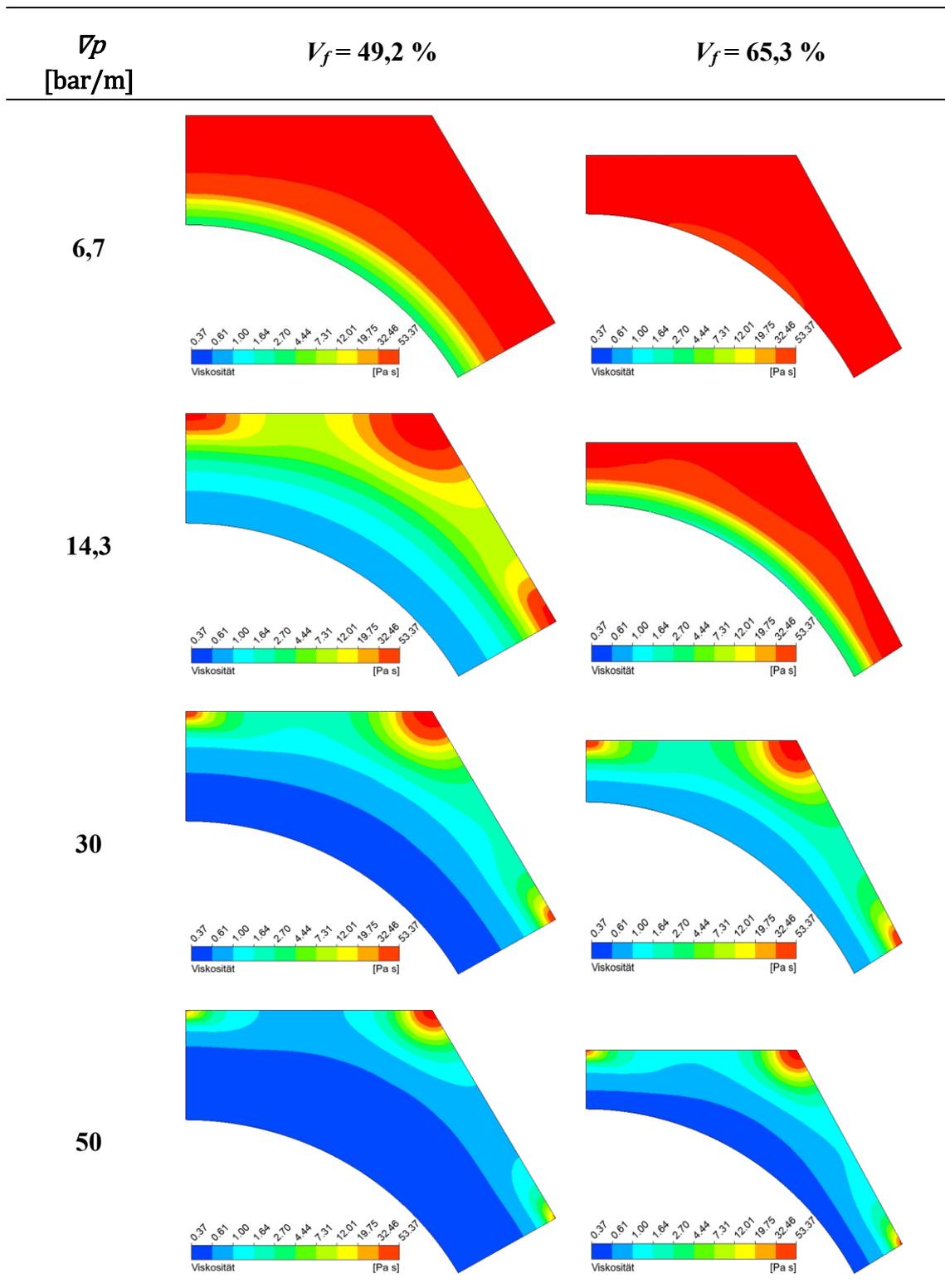
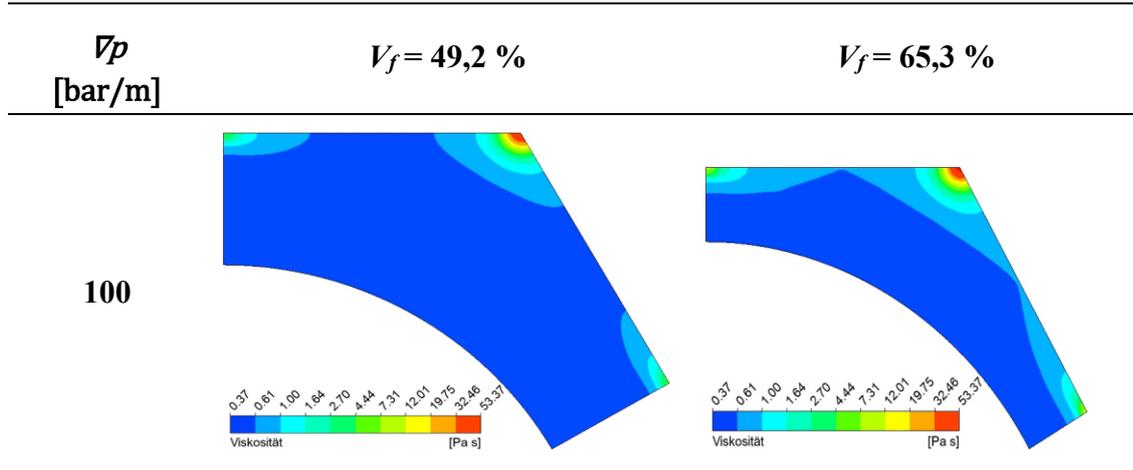


Abb. 4-13: Histogramm - Scherratenverteilung bei nicht-newtonscher Betrachtung für den Fließkanal der hexagonalen Einheitszelle mit $V_f = 90,7 \%$

Die resultierende Viskositätsverteilung für den nicht-newtonschen Fall in den Fließkanälen der hexagonalen Einheitszellen ist in Tab. 4-7 dargestellt. Die geringste Viskosität ist direkt an der Kontaktfläche zum Filament zu verzeichnen und nimmt mit zunehmendem Abstand vom Filament hin zur Kanalmitte zu. Generell sind die Aussagen zur Scherratenverteilung, bedingt durch den mit Formel (2-10) beschriebenen Zusammenhang zwischen Scherrate und Viskosität, direkt auf die Viskositätsverteilung übertragbar. So ist auch die geringste Viskosität an der Stelle mit maximalem Kanaldurchmesser am Filament zu verzeichnen (siehe Tab. 4-7 $V_f = 65,3 \%$ / $\nabla p = 6,7 \text{ bar/m}$) und die Bereiche mit höchster Viskosität liegen auf halber Kanalbreite an den Stellen mit minimalem und maximalem Kanaldurchmesser. Die Unendlichviskosität von $\eta_\infty = 0,37 \text{ Pa s}$ wird für einen Faservolumengehalt von $49,2 \%$ bei einem Druckgradienten von 30 bar/m und für einen Faservolumengehalt von $65,3 \%$ bei einem Druckgradienten von 50 bar/m erreicht. Beim größten Druckgradienten liegen für beide Faservolumengehalte die Viskositätswerte größtenteils innerhalb des geringsten Viskositätsbereichs von $0,37$ bis $0,61 \text{ Pa s}$ und die Nullviskosität liegt nur noch auf halber Strecke des maximalen Kanalquerschnittes vor.

Tab. 4-7: Übersicht - Konturplots der Viskositätsverteilung für den nicht-newtonschen Fall in den Fließkanälen der hexagonalen Einheitszellen (logarithmisch skaliert)



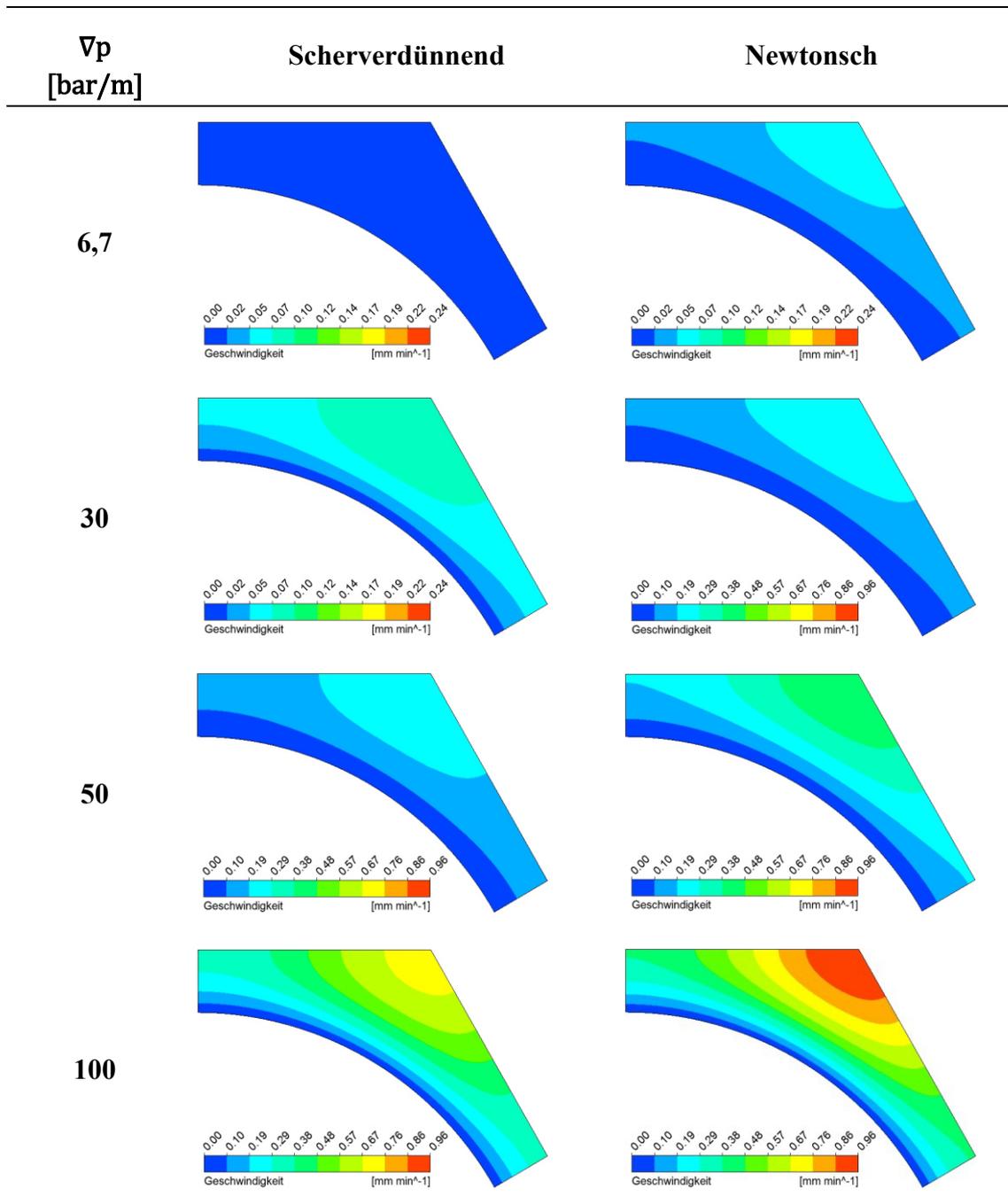


Wie sich die unterschiedliche Viskositätsverteilung im nicht-newtonschen Betrachtungsfall auf die Geschwindigkeitsverteilung auswirkt ist in Tab. 4-8 am Beispiel des Fließkanals der hexagonalen Einheitszelle mit $V_f = 65,3 \%$ dargestellt. Zum Vergleich sind außerdem die Geschwindigkeitsverteilungen für den newtonschen Fall, also mit konstanter Viskosität von $0,37 \text{ Pa s}$, mit abgebildet.

Während für den geringsten Druckgradienten im scherverdünnenden Fall die Geschwindigkeit an keiner Stelle im Kanal größer ist als $0,02 \text{ mm/min}$ beträgt die maximale Geschwindigkeit im newtonschen Fall bereits mehr als $0,05 \text{ mm/min}$. Mit zunehmendem Druckgradienten nimmt die Schichtdicke mit niedrigster Geschwindigkeit, welche an der Kontaktfläche zum Filament vorliegt ab, wohingegen die höchste Geschwindigkeit, ausschließlich in der Mitte des größten Kanaldurchmessers liegend, zunimmt. Dies gilt sowohl für den nicht-newtonschen als auch für den newtonschen Fall. Für den größten Druckgradienten werden im nicht-newtonschen Fall Geschwindigkeiten von maximal $0,76 \text{ mm/min}$ und im newtonschen Fall von maximal $0,96 \text{ mm/min}$ erreicht.

Scherverdünnendes Fließhalten führt also zu geringeren Geschwindigkeiten und zu einer homogenen Geschwindigkeitsverteilung verglichen mit dem newtonschen Betrachtungsfall. Entscheidend für die Berechnung und Auslegung von HIP ist jedoch nicht die maximal auftretende Geschwindigkeit, sondern die mittlere Geschwindigkeit bzw. der Massenstrom.

Tab. 4-8: Vergleich - Konturplots der Geschwindigkeitsverteilung für den nicht-newtonschen und newtonschen Fall im Fließkanal der hexagonalen Einheitszelle mit $V_f = 65,3 \%$. Aus Darstellungsgründen wird ab dem newtonschen Fall mit $\bar{v}_p = 30 \text{ bar/m}$ eine andere Skalierung verwendet.



Die bisher identifizierten Zusammenhänge und getroffenen Aussagen gelten auch für die hexagonale Einheitszelle mit 90,7 % Faservolumengehalt und die kubischen Einheitszellen. In den nachfolgenden Diagrammen werden die mittleren Strömungsgrößen aller simulierten Einheitszellen für die jeweiligen Druckgradienten betrachtet und verglichen.

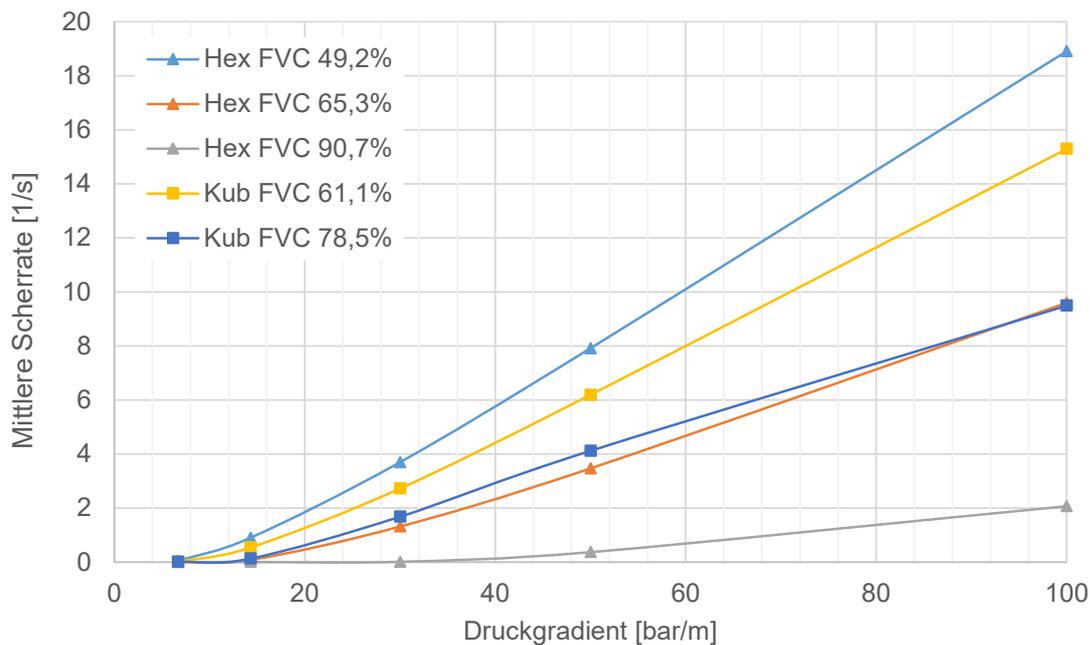


Abb. 4-14: Übersicht der mittleren Scherraten für die Einheitszellen

In Abb. 4-14 ist die mittlere Scherrate über dem Druckgradienten aufgetragen. Für beide Einheitszellen ist zu erkennen, dass die mittlere Scherratenzunahme für steigende Druckgradienten mit zunehmendem Faservolumengehalt abnimmt. Für höhere Druckgradienten scheint die mittlere Scherrate linear mit dem Druckgradienten anzusteigen. Bei geringen Druckgradienten hingegen ändert sich die mittlere Scherrate kaum. Am deutlichsten wird dies bei der hexagonalen Einheitszelle mit 90,7 % Faservolumengehalt. Ursache hierfür ist die in der Simulation implizit getroffene Annahme, dass für Scherraten $\dot{\gamma} \leq 0,1$ 1/s die Nullviskosität vorliegt. Erst wenn an der Kontaktfläche zum Filament Scherraten auftreten, die deutlich größer sind als 0,1 1/s nimmt auch die mittlere Scherrate merklich zu (vgl. Abb. 4-13). Dies wird auch bei Betrachtung der mittleren Viskosität über den Druckgradienten in Abb. 4-15 deutlich.

Die mittlere Viskosität der hexagonalen Einheitszelle mit $V_f = 90,7\%$ bleibt für die beiden niedrigsten Druckgradienten konstant (siehe Abb. 4-15). Erst ab $\nabla p = 30$ bar/m nimmt die mittlere Viskosität merklich ab, liegt aber mit 50,32 Pa s immer noch im Bereich der Nullviskosität von $\eta_0 = 53,37$ Pa s. Für den nächsthöheren Druckgradienten fällt die mittlere Viskosität dann stark ab auf 15,26 Pa s. Dieser starke Abfall verlagert sich mit abnehmendem Faservolumengehalt hin zu geringeren Druckgradienten, wie in Abb. 4-15 ebenfalls zu erkennen ist. Mit weiter zunehmendem Druckgradienten nähert sich dann die mittlere Viskosität der Unendlichviskosität bzw. der Viskosität für den newtonschen Fall an.

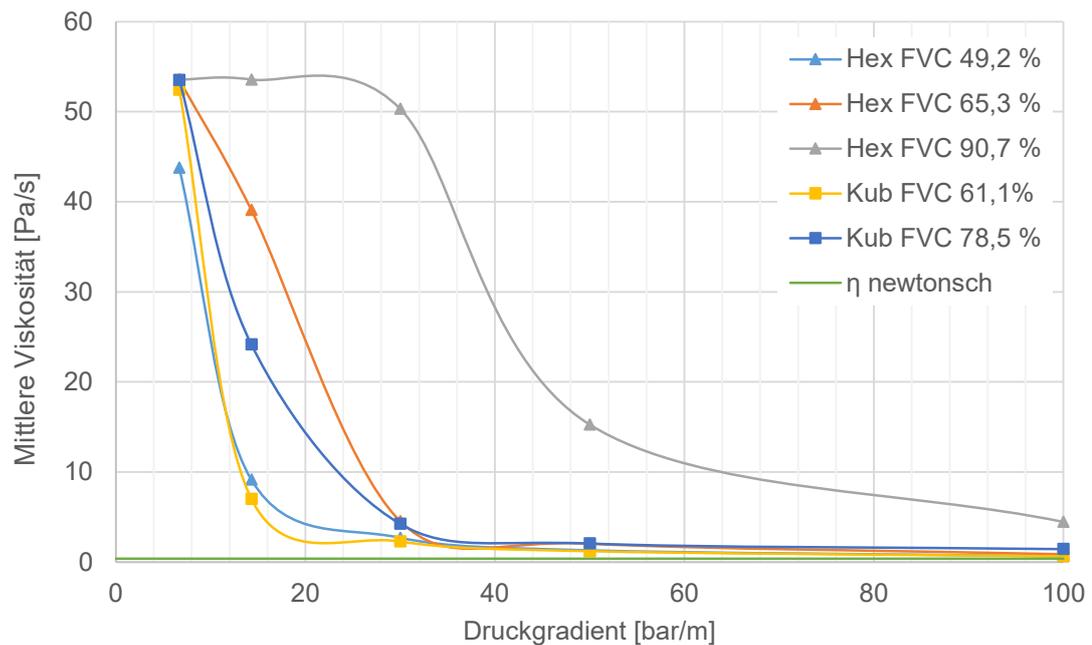


Abb. 4-15: Übersicht der mittleren Viskositäten für die Einheitszellen

In Abb. 4-16 ist das Geschwindigkeitsverhältnis, berechnet aus dem Quotienten der mittleren Geschwindigkeit für den nicht-newtonschen und den newtonschen Fall dargestellt. Bei Betrachtung der Kurve für die hexagonale Einheitszelle mit $V_f = 90,7\%$ ist zu erkennen, dass der Fluss für Druckgradienten $\nabla p < 50$ bar/m nahezu 0 ist und es erst ab einem Druckgradienten von 50 bar/m zu einem nennenswerten Fluss kommt, der dann überproportional zunimmt. Bei der Verdoppelung des Druckgradienten von 50 auf 100 bar/m nimmt die mittlere Geschwindigkeit im nicht-newtonschen Fall um 175 % zu. An den übrigen Kurven in Abb. 4-16 ist zu erkennen, dass diese überproportionale Zunahme für abnehmenden Faservolumengehalt hin zu geringeren Druckgradienten verschoben ist und sich die mittlere Geschwindigkeit im nicht-newtonschen Fall der des newtonschen Falles annähert. Es ist, selbst für die geringste Packungsdichte und den größten Druckgradienten, ein Unterschied von mindestens 10 % zwischen der nicht-newtonschen und newtonschen Betrachtung zu verzeichnen.

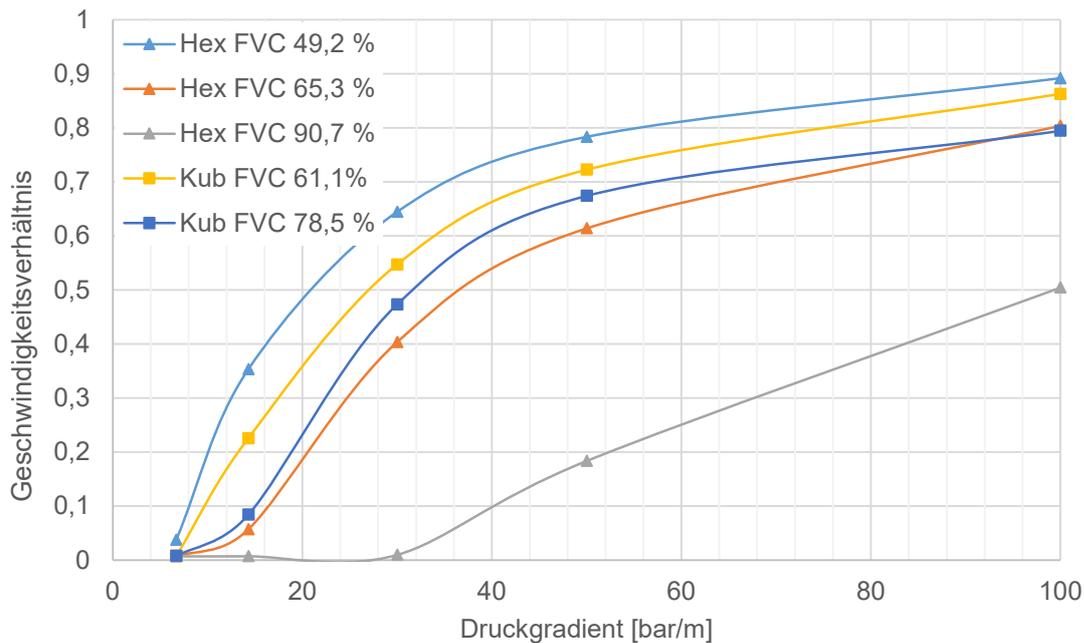


Abb. 4-16: Übersicht der Geschwindigkeitsverhältnisse aus strukturviskoser und newtonscher Betrachtung

Das Geschwindigkeitsverhältnis berechnet sich aus dem Quotienten der mittleren Fließgeschwindigkeiten für den scherverdünnenden und newtonschen Betrachtungsfall.

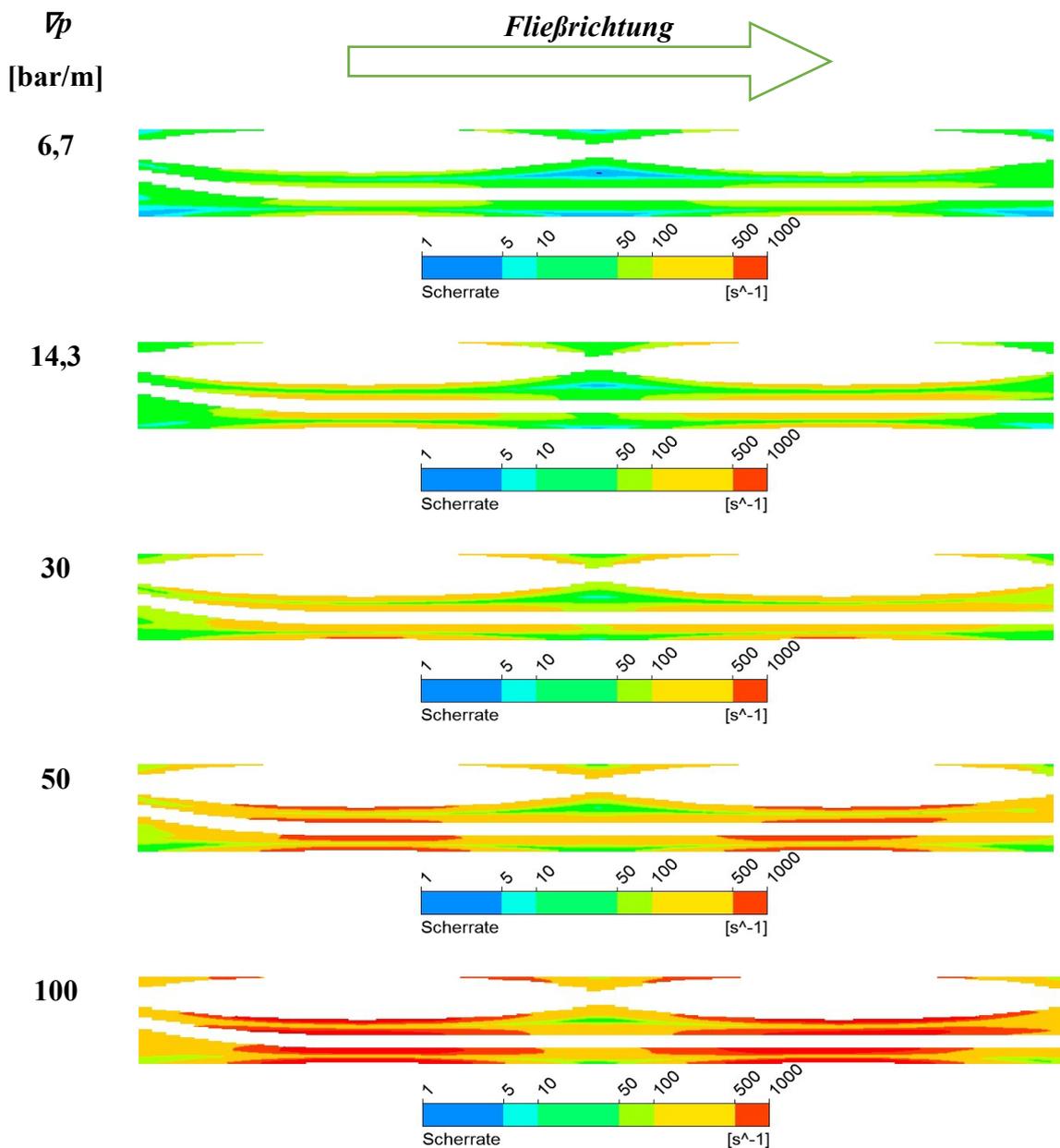
Am Verlauf der Kurven der hexagonalen Einheitszelle mit $V_f = 65,3\%$ und kubischen Einheitszelle mit $V_f = 78,5\%$ in Abb. 4-14, Abb. 4-15 und Abb. 4-16 ist außerdem zu erkennen, dass der Faservolumengehalt nicht die einzig entscheidende Größe für die Entwicklung der Strömungsgrößen ist, sondern auch die Geometrie der Fließkanäle von Bedeutung ist. Am deutlichsten wird dies in Abb. 4-14, wo die Kurven der kubischen Einheitszellen mit $V_f = 61,1\%$ und $V_f = 78,5\%$ von den Kurven der hexagonalen Einheitszelle mit $V_f = 49,2\%$ und $V_f = 65,3\%$ „umhüllt“ werden. Erst ab einem Druckgradienten von 100 bar/m übersteigt die Kurve mit niedrigerem die Kurve mit höherem Faservolumengehalt.

4.5.2 Makrofluss

Die Betrachtung des Makroflusses erfolgt ohne Berücksichtigung der Fließvorgänge im Mikroflussbereich. Der Roving wird dazu als für den Fluidfluss undurchdringbarer Festkörper angenommen. Die von den Rovings ausgebildeten Fließkanäle unterscheiden sich in Form und Größe von den Fließkanälen im Mikroflussbereich und weisen innerhalb einer Mesozelle auch keine Regelmäßigkeit auf, so dass keine repräsentative Schnittfläche für die Darstellung der Verteilung der Strömungsgrößen existiert. Auf eine visuelle Betrachtung der Scherratenverteilung soll dennoch nicht verzichtet werden. So sind in Tab. 4-9 und Tab. 4-10 die Konturplots der Scherratenverteilung in den mittleren Schnittebenen der beiden Mesozellen parallel zur Fließrichtung für die simulierten Druckgradienten dargestellt.

Ein wesentlicher Unterschied zwischen den Fließkanälen auf Mikro- und Mesoebene besteht darin, dass bei Letzteren kein konstanter Querschnitt in Fließrichtung vorliegt und somit keine ausgebildete Strömung. Ein Fluidelement erfährt also während der Durchströmung der Mesozelle eine unterschiedliche Geschwindigkeit und damit auch Scherrate und Viskosität. Bei der betrachteten stationären Strömung führt das dazu, dass die größten Scherraten und damit geringsten Viskositäten an den kleinsten Kanalquerschnitten auftreten. Dies wird, besonders für die höheren Druckgradienten, in den Konturplots von Tab. 4-9 und Tab. 4-10 deutlich.

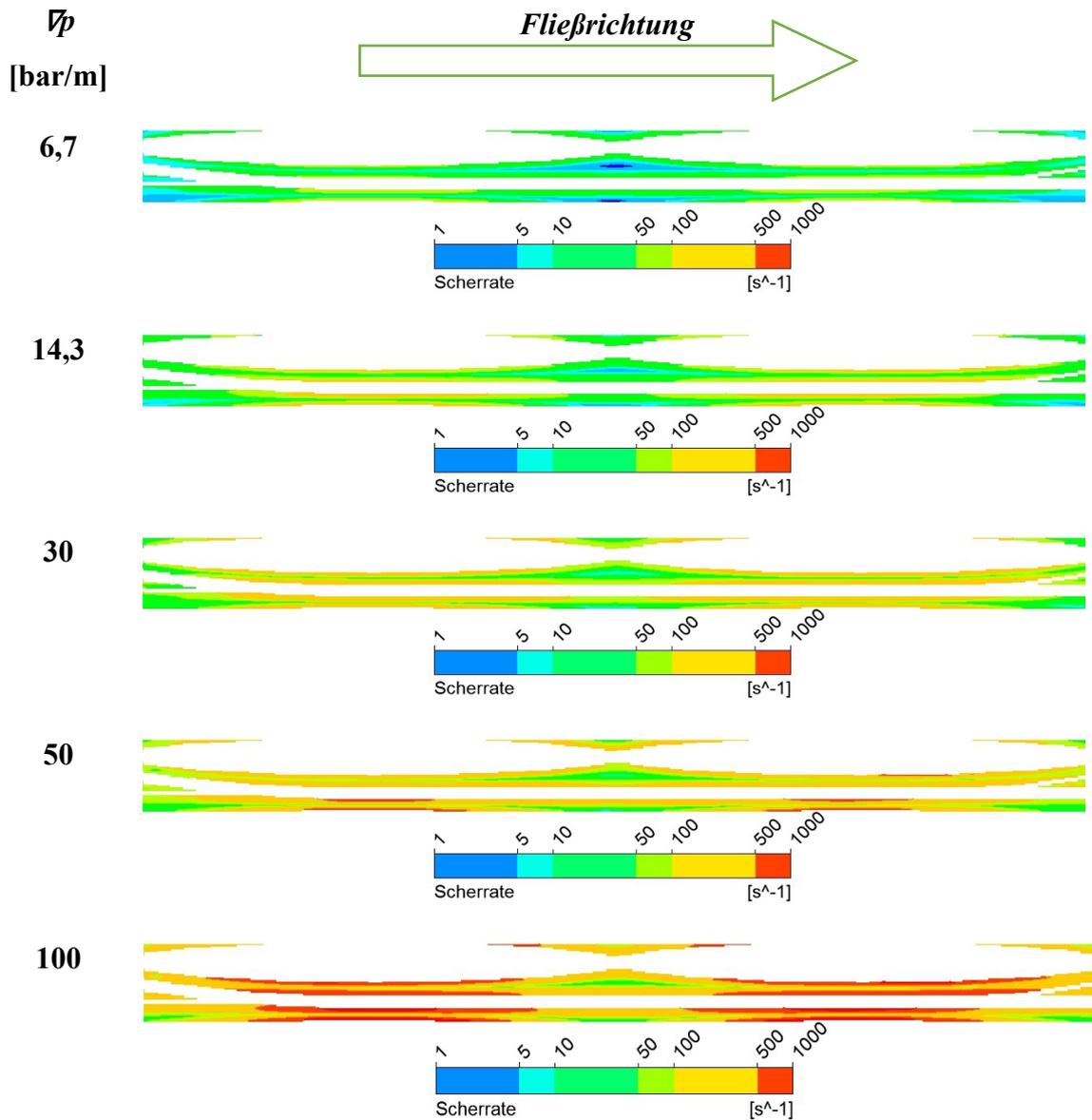
Tab. 4-9: Konturplot der Scherratenverteilung in der mittleren Schnittebene der Mesozelle mit $V_f = 49,7\%$ parallel zur Strömungsrichtung (logarithmisch skaliert)



Geht man davon aus, dass der Fließwiderstand durch eine Mesozelle durch die Viskosität der Flüssigkeit, der Querschnittsfläche und Länge der Strömungskanäle gegeben ist, so nimmt der Fließwiderstand der gleichen Mesozelle für die Durchströmung mit einem scherverdünnendem Fluid mit zunehmendem Druckgradienten bzw. zunehmender Strömungsgeschwindigkeit ab. Hingegen bei newtonschen Fluiden ist der Fließwiderstand unabhängig von der Fließgeschwindigkeit.

Übertragen auf den instationären Fall der Tränkung trockener Faserstrukturen bedeutet dies, dass es zu größeren Differenzen in der Fließgeschwindigkeit zweier gleich langer aber hinsichtlich des Durchmessers unterschiedlicher Fließkanäle verglichen mit dem newtonschen Fall kommt. Der kleinere Fließkanal stellt einen größeren Fließwiderstand dar, so dass bei konstanter Druckdifferenz die Fließgeschwindigkeit geringer ist als im größeren Fließkanal. Eine geringe Fließgeschwindigkeit geht einher mit einer erhöhten Viskosität, so dass der Fließwiderstand im scherverdünnenden Fall geringer ist als der im newtonschen Fall. Ein ungleichmäßigerer bzw. inhomogener Fließfrontfortschritt birgt eine erhöhte Gefahr für die Entstehung von Porosität (vgl. Kapitel 2.4). Somit birgt die Infiltration trockener Faserstrukturen mit scherverdünnenden Harzsystemen die Gefahr eines erhöhten Porengehaltes.

Tab. 4-10: Konturplot der Scherratenverteilung in der mittleren Schnittebene der Mesozelle mit $V_f = 64,2\%$ parallel zur Strömungsrichtung (logarithmisch skaliert)



Scherraten $\dot{\gamma} > 500$ $1/s$ treten in der betrachteten Schnittebene für die Mesozelle mit $V_f = 49,7\%$ ab einem Druckgradienten von 30 bar/m und für die Mesozelle mit $V_f = 64,2\%$ ab einem Druckgradienten von 50 bar/m auf. Grundsätzlich steigen, wie schon beim Mikrofluss beobachtet, die Scherraten mit zunehmendem Druckgradienten und abnehmendem Faservolumengehalt an.

Abb. 4-17 und Abb. 4-18 zeigen die Histogramme der Scherratenverteilung für die beiden Mesozellen. Mit zunehmendem Druckgradienten vergrößern sich die Anteile der höheren Scherraten auf Kosten der niedrigeren. Die maximal auftretende Scherrate bei der Mesozelle mit $V_f = 49,7\%$ bei geringstem Druckgradienten liegt mit einem Anteil von 1% im Bereich zwischen 100 und 500 $1/s$ (vgl. Abb. 4-17). Bei maxima-

lem Druckgradienten stellt dieser Scherratenbereich mit 51 % den größten Anteil und 2 % der Scherraten sind größer als 1000 1/s.

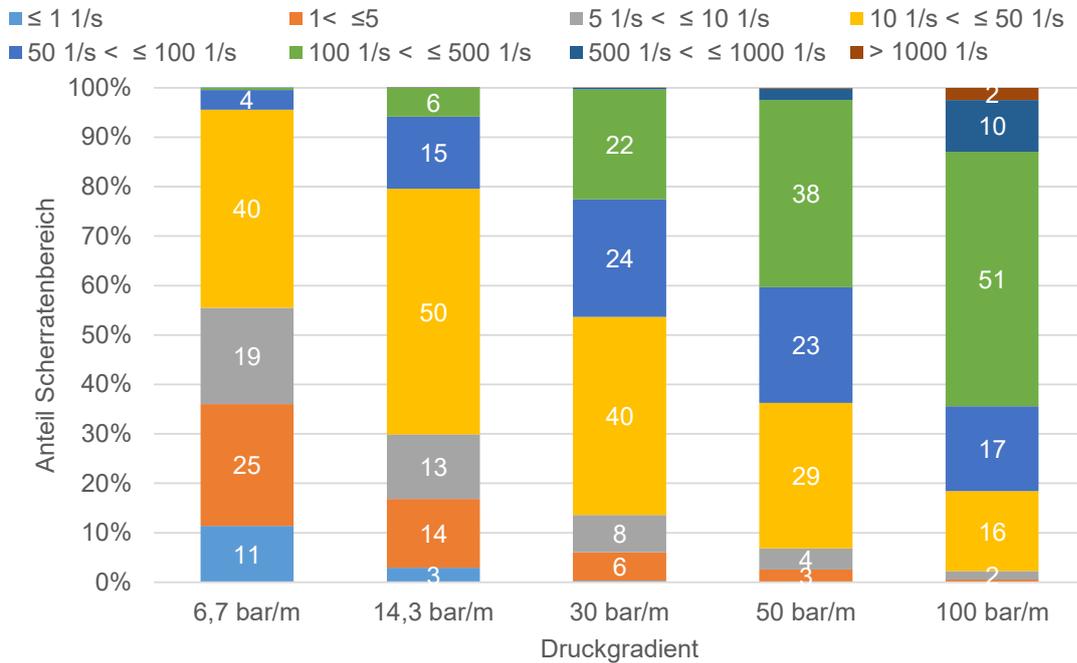


Abb. 4-17: Übersicht über die Scherratenverteilung der Mesozelle mit $V_f = 49,7 \%$

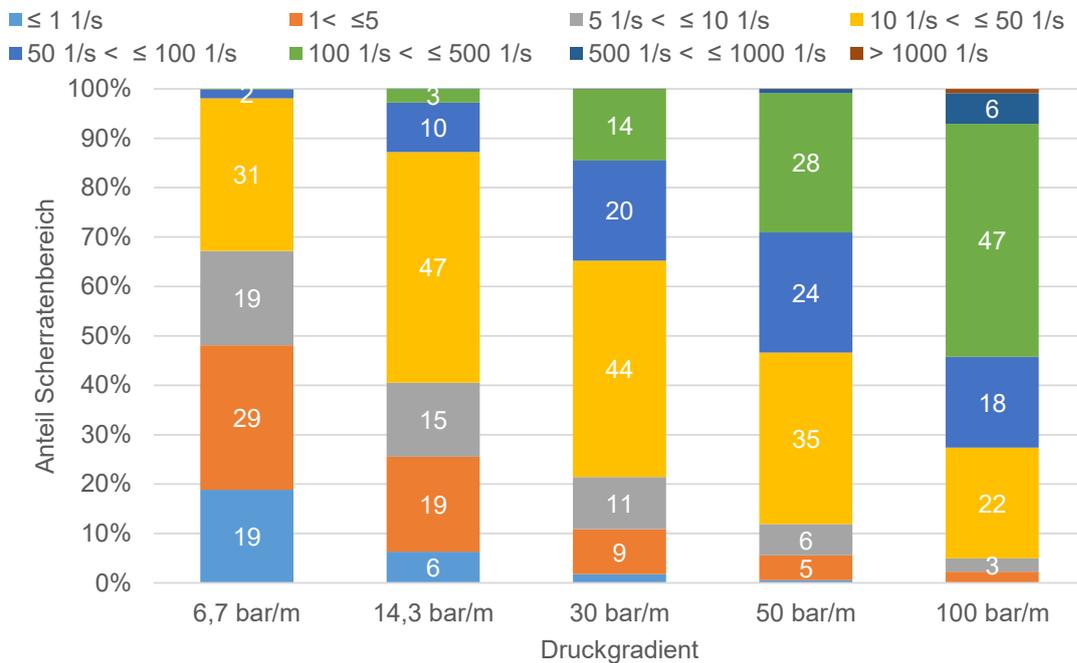


Abb. 4-18: Übersicht über die Scherratenverteilung der Mesozelle mit $V_f = 64,2 \%$

Für die Mesozelle mit $V_f = 64,2 \%$ liegen 98 % der Scherraten relativ gleichmäßig verteilt in den untersten vier Bereichen und 2 % weisen eine Scherrate von $50 \text{ 1/s} < \dot{\gamma} \leq 100 \text{ 1/s}$ auf. Bei maximalem Druckgradienten liegt der Großteil der Scher-

raten (47 %) im Bereich zwischen 100 und 500 1/s. In diesem Bereich liegt nur noch eine geringe Abhängigkeit der Viskosität von der Scherrate vor. Zieht man das in der Simulation verwendete Viskositätsmodell (Formel (4-4)) heran, so ändert sich die Viskosität von $\eta(\dot{\gamma} = 100 \text{ 1/s}) = 0,382 \text{ Pa s}$ um lediglich 2,4 % auf $\eta(\dot{\gamma} = 100 \text{ 1/s}) = 0,382 \text{ Pa s}$.

Die Auswirkungen der scherratenabhängigen Viskosität auf die mittleren Strömungsgrößen sind in den nachfolgenden Abbildungen dargestellt.

Im Gegensatz zur Entwicklung der mittleren Scherrate mit zunehmendem Druckgradienten im Mikroflussbereich (vgl. Abb. 4-14) ist für den Makroflussbereich, wie in Abb. 4-19 zu sehen, eine ausschließlich lineare Zunahme der mittleren Scherrate zu verzeichnen. Der Bereich, in dem es trotz Verdoppelung des Druckgradienten zu keiner deutlichen Zunahme der mittleren Scherrate kommt, ist für beiden Faservolumenanteile nicht zu erkennen. Der Grund dafür ist, dass bereits beim niedrigsten betrachteten Druckgradienten nur ein vergleichsweise geringer Anteil von 19 bzw. 11 % der Scherraten im Bereich $\dot{\gamma} < 1$ liegt. Wie bei der Betrachtung der Ergebnisse für den Mikrofluss festgestellt, bleibt die mittlere Scherrate trotz zunehmendem Druckgradienten solange vergleichsweise konstant, bis Scherraten im zweiten Scherratenbereich von 1 bis 5 1/s vorliegen und mündet dann mit weiter zunehmendem Druckgradienten rasch in eine lineare Abhängigkeit (vgl. Abb. 4-13). Dieser Übergangsbereich ist für die betrachteten Mesozellen und Druckgradienten aufgrund der deutlich größeren Abmaße der Fließkanäle bereits überschritten.

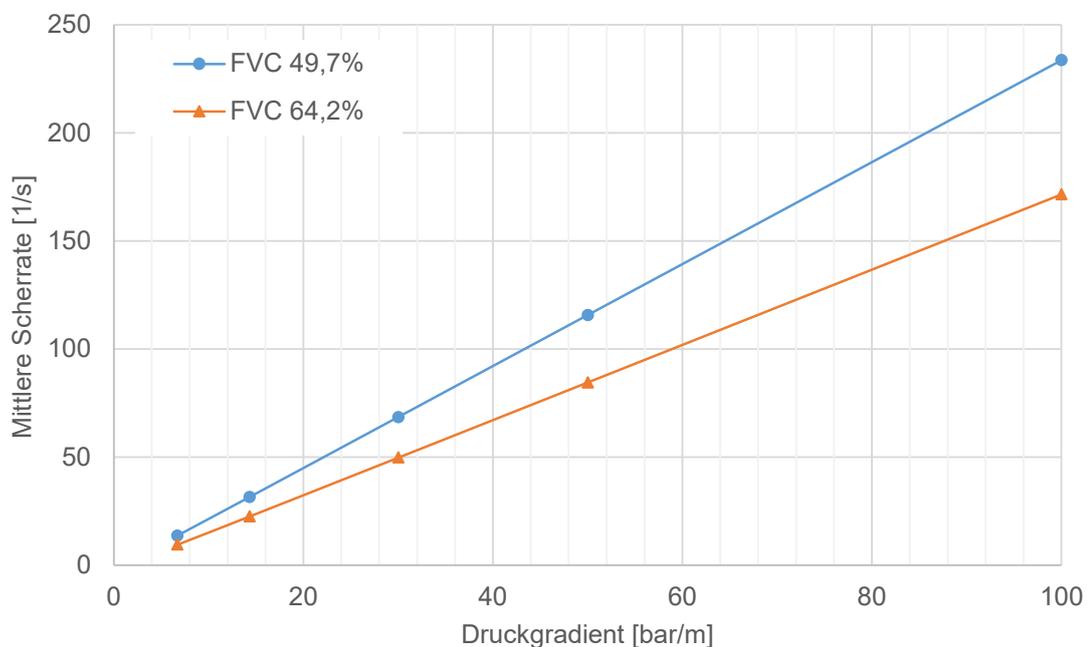


Abb. 4-19: Übersicht der mittleren Scherraten für die Mesozellen

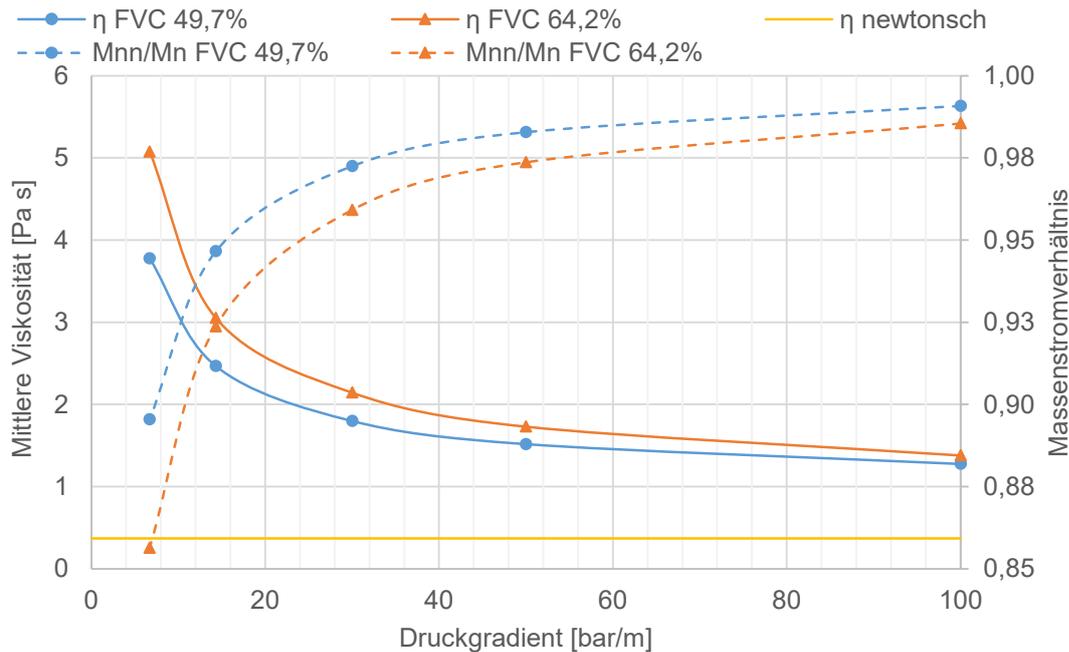


Abb. 4-20: Übersicht der mittleren Viskositäten und der Massenstromverhältnisse für die Mesozellen

Das Massenstromverhältnis berechnet sich aus dem Quotienten des Massenstroms durch die Mesozelle (ermittelt am Auslass) für den scherverdünnenden (nicht-newtonschen) und newtonschen Betrachtungsfall.

Ein deutlicher Abfall der mittleren Viskosität ist auch bei den betrachteten Mesozellen für zunehmende Druckgradienten zu verzeichnen, wie in Abb. 4-20 dargestellt. Beim geringsten Druckgradienten von 6,7 bar/m beträgt die mittlere Viskosität noch 1,1 bzw. 2,0 Pa s und liegt damit um das 3- bzw. 5,4-fache über der Unendlichviskosität. Mit steigendem Druckgradienten konvergiert die mittlere Viskosität dann rasch gegen die Unendlichviskosität. Beim größten Druckgradienten von 100 bar/m beträgt sie noch 0,39 bzw. 0,40 Pa s und damit noch 5 bzw. 8 % oberhalb der Unendlichviskosität.

Anders als bei der Betrachtung des Mikroflusses wird hier das Verhältnis der Massenströme für die Beurteilung des Einflusses des Fließverhaltens auf die Formfüllung herangezogen. Die Vergleichbarkeit mit den Ergebnissen des Mikroflussbereiches ist uneingeschränkt gegeben, da die berechneten Verhältnisse der mittleren Geschwindigkeit und der mittleren Massenströme bedingt durch die jeweils gleichbleibenden Fließkanalquerschnitte identisch sind. Das Massenstromverhältnis aus nicht-newtonscher und newtonscher Betrachtung (siehe Abb. 4-20) konvergiert mit zunehmendem Druckgradienten gegen 100 % und liegt davon beim größten Druckgradienten nur noch um einen bzw. zwei Prozentpunkte entfernt. Für den geringsten Druckgradienten ergibt sich ein Massenstromverhältnis von 87,5 bzw. 82,3 %. Somit führt das scherverdünnende Fließverhalten im Mikroflussbereich zu deutlich größeren Unterschieden mit der newtonschen Betrachtung als im Makroflussbereich. Außerdem ist festzustellen, dass

die relativ großen Unterschiede zwischen der mittleren Viskosität und der Unendlichviskosität nur zu vergleichsweise geringen Unterschieden im sich ergebenden Massenstrom durch den Makroflussbereich führen. Die Begründung hierfür liefert die anhand von Tab. 4-9 und Tab. 4-10 durchgeführte Betrachtung, an welcher Stelle die größten Scherraten und damit die geringsten Viskositäten auftreten. Es wurde festgestellt, dass die größten Scherraten und geringsten Viskositäten, bedingt durch die Haftrandbedingung, an den äußersten Schichten im Fließkanal und in den engsten Fließkanalquerschnitten auftreten. In diesen Bereichen nähert man sich mit zunehmendem Druckgradienten und in Abhängigkeit des Fließkanalquerschnittes und des Faservolumengehaltes am schnellsten der Unendlichviskosität an und gelangt damit in Scherratenbereiche mit zunehmender Unabhängigkeit der Viskosität von der Scherrate. Der Massenstrom wird, wie in Kapitel 2.3 am Beispiel eines Rohres vorgestellt, von der Viskosität der Wandschicht dominiert. In Kombination mit dem in der Simulation berücksichtigten Viskositätsverlaufs (vgl. Abb. 4-4) nähert man sich mit zunehmendem Druckgradienten, Kanalquerschnitt und Faservolumengehalt also zunehmend dem newtonschen Betrachtungsfall an. Mit diesem Verständnis lassen sich sowohl die Ergebnisse für den Mikro- und Makroflussbereich als auch die Unterschiede zwischen diesen beiden Bereichen erklären.

4.6 Fazit der Simulation von Infiltrationsprozessen

Die in HIP auftretenden Scherraten liegen überwiegend in Bereichen in denen noch von einer starken Abhängigkeit der Viskosität von der Scherrate gesprochen werden kann. Im Mikroflussbereich liegen selbst bei geringstem Faservolumengehalt und größtem Druckgradienten keine Scherraten oberhalb des Bereichs von $10 \text{ 1/s} < \dot{\gamma} \leq 50 \text{ 1/s}$. Innerhalb dieses Scherratenbereichs fällt die Viskosität noch um 18,8 % ab. Im Makroflussbereich kommt es grundsätzlich zur Ausbildung deutlich größerer Scherraten, was auf den größeren Fließkanalquerschnitt zurückgeführt werden kann. Ab einem Druckgradienten von 50 bzw. 30 bar/m liegen für die Mesozelle mit einem Faservolumengehalt von 49,7 bzw. 64,2 % mehr als die Hälfte der Scherraten oberhalb des Bereichs von $10 \text{ 1/s} < \dot{\gamma} \leq 50 \text{ 1/s}$.

Neben dem Faservolumengehalt und dem Druckgradienten ist die Kanalgeometrie entscheidend für die Entstehung von Scherraten bzw. die Scherratenverteilung. So treten die größten Scherraten im Mikroflussbereich - mit entlang der Strömungsrichtung konstantem Fließkanalquerschnitt - an den Grenzflächen zur Faserstruktur auf, die den größten Kanaldurchmesser begrenzen. Dies ist konträr zum Makroflussbereich, wo die größten Scherraten entlang einer Strömungsrichtung in den engsten Stellen der Fließkanäle auftreten. Die niedrigsten Scherraten treten für beide Flussbereiche in Kanalmitte auf.

Eine direkte Konsequenz scherverdünnender Harzsysteme sind die an Materialinhomogenitäten weiter zunehmenden Unterschiede in der Fließgeschwindigkeit, welche die Entstehung von Poren verglichen mit newtonschen Harzsystemen weiter begünstigen.

Eine Korrelation zwischen mittlerer oder maximaler Scherrate und der Permeabilität der durchflossenen Faserstruktur liegt nicht vor. Somit kann auch keine verlässliche Abschätzung von Scherraten in verschiedenen Faserarchitekturen anhand deren Permeabilitätswerte getätigt werden. Dies ist lediglich für geometrisch ähnliche Strukturen möglich. Ansätze zur Berechnung der maximalen Scherraten wie Gleichung (2-29), (2-30) und (2-31) werden aus diesem Grund in Kombination mit scherverdünnenden Fluiden für ungeeignet betrachtet.

Entscheidend für den Massenstrom sind die maximalen Scherraten, die stets an der Grenzfläche zur Faserstruktur auftreten. Dies hat, trotz teilweise noch vorhandener großer Unterschiede in der mittleren Viskosität, nur geringe Diskrepanzen im Massenstrom zwischen dem nicht-newtonschen und newtonschen Betrachtungsfall vor allem für zunehmende Druckgradienten zur Folge. So ist die mittlere Viskosität beim größtem Druckgradienten für die Einheitszelle mit geringstem Faservolumengehalt um 75 % größer als die Viskosität im newtonschen Fall, der Massenstrom ist allerdings nur um 10 % geringer.

Die Massenströme der nicht-newtonschen Betrachtung nähern sich für zunehmende Druckgradienten und abnehmende Faservolumenanteile bedingt durch die zunehmenden Scherraten denen der newtonschen Betrachtung an. Gleiches gilt für die mittlere Viskosität. Die Berücksichtigung des Fließverhaltens scherverdünnender Harzsysteme ist somit vor allem für Infiltrationsprozesse mit langen Fließwegen und geringen Injektionsdrücken sowie zähviskosen Harzsystemen und Faserstrukturen mit vergleichsweise kleinen Fließkanalquerschnitten von Bedeutung. In erster Linie ist deshalb von Auswirkungen des Fließverhaltens auf die Strömungsvorgänge im Mikroflussbereich auszugehen. Aber auch bei Materialien mit kleinen Strömungskanälen auf Makroebene, wie sie beispielsweise bei Gelegen mit hohem Faservolumengehalt vorkommen, ist mit Diskrepanzen zur newtonschen Betrachtung zu rechnen.

Aufgrund der festgestellten Zusammenhänge zwischen Scherrate, Druckgradient und Faservolumengehalt kann ein scherverdünnendes Fließverhalten von Harzsystemen vor allem Bedeutung für die Infiltrationsprozesse von Luftfahrtbauteilen oder Rotorblättern für Windkraftanlagen haben. Für automobiler Herstellungsprozesse spielt diese Thematik aufgrund der dabei auftretenden hohen Injektionsdrücke und vergleichsweise dünnflüssigen Harzsysteme nur eine untergeordnete Rolle.

5 Gesättigte Infiltrationsversuche

Das Ziel dieses Kapitels ist die Validierung der in Kapitel 4 per Simulation ermittelten Auswirkungen des scherverdünnenden Fließverhaltens auf den Fluss durch die trockene Faserstruktur. Eine newtonsche und nicht-newtonsche Betrachtung des Epoxidharzsystems wie in der Simulation ist in der Praxis nicht möglich. Die Validierung soll deshalb anhand der nichtlinearen Entwicklung des Massenstroms in Abhängigkeit des Druckgradienten für den scherverdünnenden Fall erfolgen. Sie ist in den Abb. 5-1 bzw. Abb. 5-2 für den Mikro- bzw. Makroflussbereich dargestellt. Aufgrund der großen Unterschiede zwischen dem größten und kleinsten Massenstrom von mehr als fünf Größenordnungen wird für den Mikroflussbereich eine auf den maximal auftretenden Massenstrom normierte Darstellung gewählt. Die Absolutwerte können Anhang b (Tab. A- 3 und Tab. A- 4) entnommen werden.

Für die newtonschen Fälle (N) sagt die Simulation den erwarteten linearen Zusammenhang zwischen normiertem Massenstrom und Druckgradienten mit von der Fließkanalgeometrie unabhängiger Steigung voraus (siehe Abb. 5-1). Eine deutliche Nichtlinearität für die nicht-newtonschen Fälle (NN) ist im Mikroflussbereich lediglich für hohe Faservolumenanteile und bei geringen Druckgradienten zu erkennen. Die Massenstromzunahme im Makroflussbereich wird als direkt proportional zum Druckgradienten vorhergesagt (siehe Abb. 5-2).

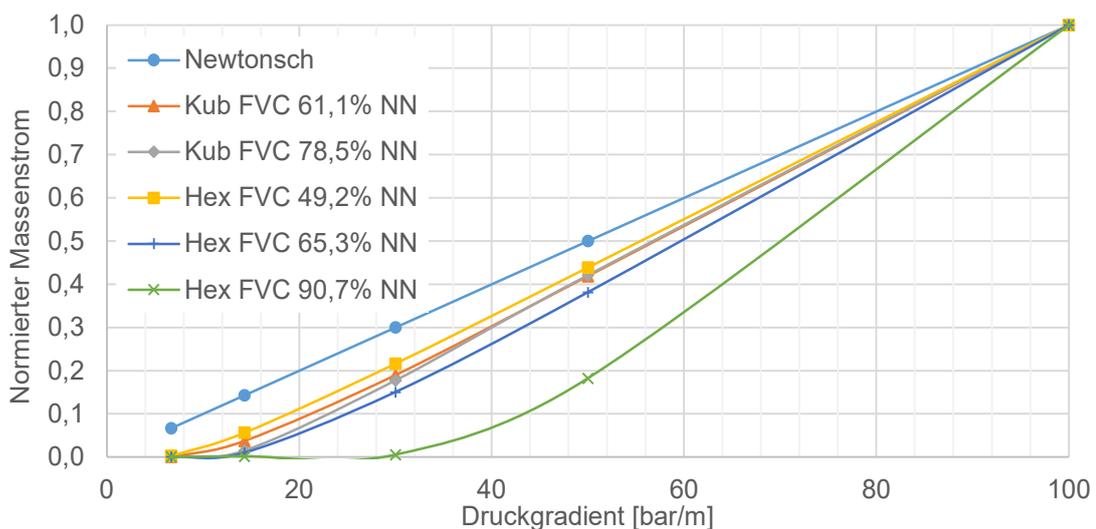


Abb. 5-1: Abhängigkeit des normierten Massenstroms im Mikroflussbereich vom Druckgradienten

Die Normierung erfolgte anhand der Massenströme bei maximalen Druckgradienten.

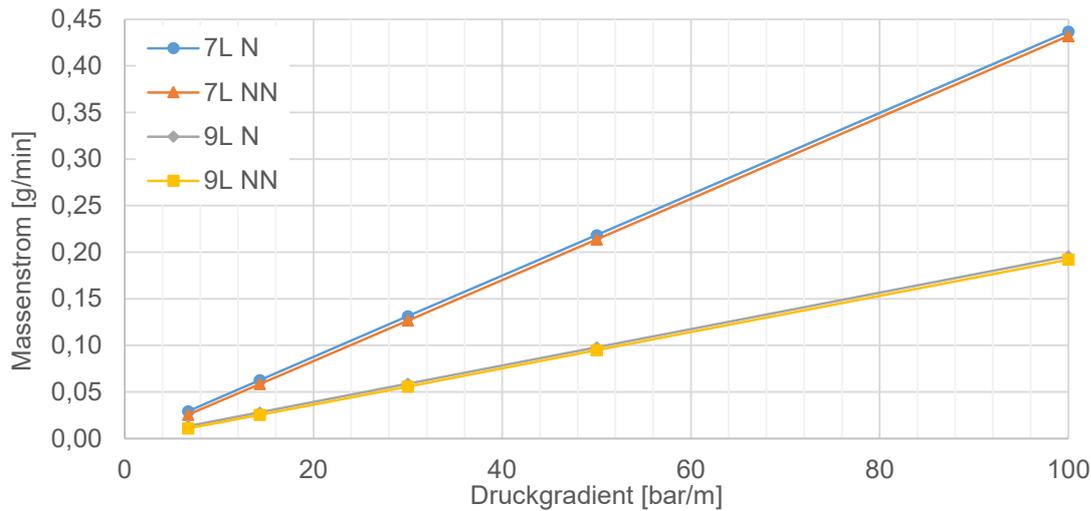


Abb. 5-2: Abhängigkeit des Massenstroms³ im Makroflussbereich vom Druckgradienten

Unter Berücksichtigung der in der Simulation getroffenen Annahmen und zugrundeliegenden Prozessparametern ist zu erwarten, dass der berechnete Massenstrom deutlich größer ist als der reale bei Raumtemperatur. Um dies zu verdeutlichen, werden nachfolgend die in der Simulation getroffenen Annahmen und verwendeten Prozessparameter gesammelt, aufgelistet und hinsichtlich deren Auswirkung auf den real zu erwartenden Massenstrom diskutiert:

- Approximation der Rovingkontur**
 Durch die Verwendung eines Voxel-Netzes ist die diskretisierte Rovingoberfläche nicht glatt sondern stufenförmig. Damit ergibt sich eine in Abhängigkeit der gewählten Kantenlängen der Voxellemente größere Oberfläche und somit auch größere „Reibungsfläche“ zwischen Roving und strömender Flüssigkeit. Dies bewirkt eine Verringerung der virtuellen Permeabilität und damit einen geringeren virtuellen Massenstrom.
- Trennung von Mikro- und Makrofluss**
 Die Strömungsvorgänge im Mikro- und Makroflussbereich wurden getrennt voneinander betrachtet. In der Realität auftretende Ausgleichsströmungen [82] wurden folglich vernachlässigt.
- Nesting und Rovingdeformation**
 Der Fluss durch mehrlagige Aufbauten wurde durch die Modellierung einer Lage approximiert. Lageninteraktionen in Form von Nesting und Rovingdeformationen blieben unberücksichtigt. Dies führt zu einer deutlichen Zunahme der virtuellen Permeabilität und damit des Massenstroms. Wie in Zusammenarbeit mit Swery [151] gezeigt, dominiert dieser Effekt die beiden zuvor genannten, so dass der virtuelle Massenstrom deutlich (ca. Faktor 5 für ein 6K-Carbon-Körpergewebe) größer ist als der reale.

³ Die Massenströme sind auf die durchströmte Querschnittsfläche der Mesozelle angegeben.

- **Viskositätsverlauf bei 30 °C und 15 Minuten nach dem Anmischzeitpunkt**

Der in der Simulation implementierte Viskositätsverlauf entspricht einer „*Momentaufnahme*“ bei 30 °C und einem Vernetzungsgrad wie er 15 Minuten nach dem Anmischzeitpunkt vorliegt. Eine abnehmende Temperatur und ein mit der Versuchsdauer zunehmender Aushärtegrad führen zu einer Zunahme der Viskosität und damit einer Abnahme des Massenstroms bei gleichem Druckgradienten.

Ein geringerer Massenstrom impliziert geringere Scherraten und Viskositäten und somit, bei Betrachtung des Viskositätsverlaufs (vgl. Abb. 4-4), eine zunehmende Nichtlinearität mit abnehmenden Druckgradienten vor allem für hohe Faservolumenanteile. Folglich werden die in der Simulation berechneten Massenströme deutlich größer eingeschätzt als sie in Realität bei Raumtemperatur sind. Der Versuch, die in Abb. 5-1 gezeigte nicht-lineare Abhängigkeit des Massenstroms vom Druckgradienten anhand von gesättigten Infiltrationsversuchen bei Raumtemperatur nachweisen zu können wird aus diesem Grund als erfolgsversprechend angesehen, obwohl die Simulationsergebnisse für den Makroflussbereich (vgl. Abb. 5-2) eine lineare Abhängigkeit vorhersagen.

5.1 Materialien und Versuchsaufbau

Als Materialien werden das in der Simulation verwendete Satingewebe (HexForce® G0926) und das Epoxidharzsystem RIMR135/RIMH1366 verwendet.

Der Versuchsaufbau (siehe Abb. 5-3) besteht aus einem Drucktopf mit integrierter Waage, einer rechteckigen Kavität mit konstanter Dicke von 3 mm und einem Datenerfassungssystem zur Aufzeichnung der Sensordaten.

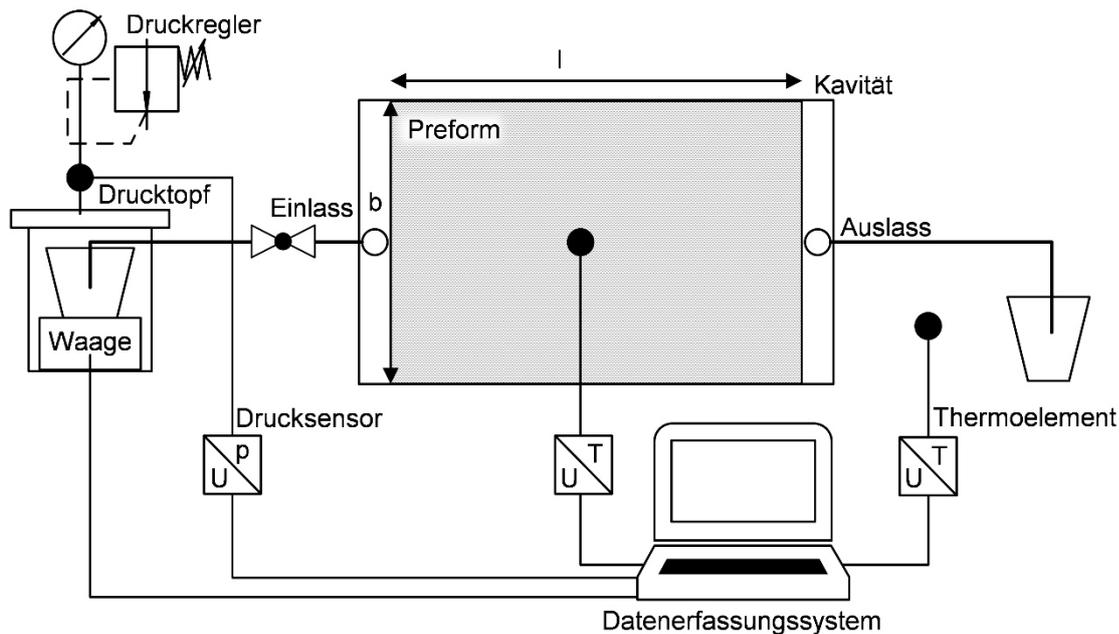


Abb. 5-3: Prinzipskizze des Versuchsaufbaus für statische Infiltrationsversuche

Der Drucktopf ist über einen Präzisionsdruckregler (Aircom 10262H) mit dem Hausdruckluftsystem verbunden. Zur Berechnung des Massenstroms wird das Gewicht des Harzbehälters kontinuierlich mit einer Waage (Kraftaufnehmer, HBM S2M/20N) erfasst. Der Druck im Drucktopf wird mit einem Drucksensor (HBM P3IC/50BAR) überwacht. Der Harzbehälter ist über einen Schlauch mit dem Einlass der Kavität verbunden. Das Schlauchende im Inneren des Drucktopfes berührt den Boden des Harzbehälters nicht. Die Kavität setzt sich aus drei Teilen, welche zueinander mit kreisrunden Vollprofil-Dichtschnüren abgedichtet sind, zusammen: einer 30 mm dicken unteren Formhälfte aus Stahl, einem Distanzrahmen zur Einstellung der Kavitätshöhe ($h = 3 \text{ mm}$) und einer 45 mm dicken oberen Formhälfte aus Borosilikatglas. Die eingelegte rechteckige Preform hat die Maße $100 \text{ mm} \times 430 \text{ mm}$ ($l \times b$) und wird in Kett-richtung (Abrollrichtung) durchströmt. Die Werkzeugtemperatur der unteren Formhälfte und die Umgebungstemperatur werden mit Typ-K Thermoelementen erfasst. Sämtliche Sensoren sind über einen Messverstärker (HBM QuantumMX840A) mit einem Laptop verbunden.

Für die Auslegung des Versuchsaufbaus werden die berechneten Massenströme des Mikroflussbereiches herangezogen, da diese die zu messende Untergrenze des Massenstroms darstellen. Der minimal zu messende Massenstrom für den kubischen Betrachtungsfall bei einem $V_f = 61,1 \%$ beträgt $8,25\text{E-}5 \text{ g/min}$ und für den hexagonalen Betrachtungsfall bei $V_f = 49,2 \%$, $8,4\text{E-}4 \text{ g/min}$. Diese Werte sind bezogen auf eine durchströmte Querschnittsfläche im Prüfstand von $400 \times 3 \text{ mm}^2$. Die Auflösung des verwendeten Kraftsensors beträgt nach Auskunft von HBM $2\text{E-}5 \text{ N}$ (bei 1000000 Digits). Somit kann ein minimaler Gewichtsunterschied von $2,04\text{E-}3 \text{ g}$ detektiert werden. Der berechnete zu messende Mindestmassenstrom beruht auf der Annahme, dass aus-

schließlich Mikrofluss vorliegt. In Kombination mit dem parallel stattfindenden Makrofluss sind deutlich größere Massenströme (vgl. Abb. 5 2) zu erwarten. Mit dem gewählten Versuchsaufbau sollte es somit grundsätzlich möglich sein, den nicht-linearen Zusammenhang zwischen Massenstrom und Druckgradienten zu erfassen, sofern dieser bei interagierendem Mikro- und Makrofluss auftritt.

5.2 Versuchsparemeter und -durchführung

Die Einzellagen werden manuell mit einem Rollmesser zugeschnitten, gewogen und in der geöffneten Kavität abgelegt. Diese enthält an den Randbereichen zur Vermeidung von Faserverschiebungen (*Fiber-Washing*) bei zu hohen Injektionsdrücken Überpressungsbereiche mit einer um 0,6 mm reduzierten Kavitätshöhe. Die Absätze an den Überpressungsbereichen sowie die seitlichen Kavitätswände zum Distanzrahmen werden vor dem Einlegen der Einzellagen zur Vermeidung mit Tacky-Tape versehen (siehe Abb. 5-4) um Randfluss (*Race-Tracking*⁴) zu vermeiden. Nach dem Ablegen der letzten Einzellage wird die obere Formhälfte unter Verwendung eines Anschlagssystems so positioniert, dass es zu keiner Verschiebung der Einzellagen kommt. Die beiden Formhälften werden mit definiertem Drehmoment (35 Nm) miteinander verschraubt.

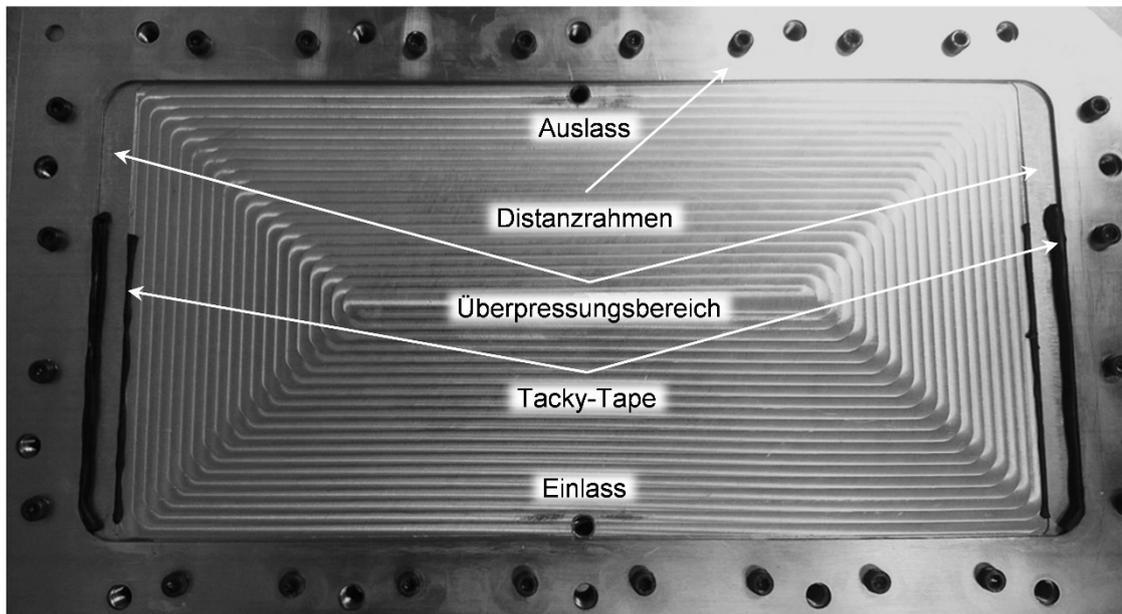


Abb. 5-4: Kavität des Versuchsaufbaus für statische Infiltrationsversuche

Die Versuche werden bei Raumtemperatur (siehe Tab. 5-1) und mit konstantem Injektionsdruck durchgeführt. Harz und Härter werden gemäß dem angegebenen Mischungsverhältnis (siehe Datenblatt in Anhang c) abgewogen und mit einem Holzspatel vermischt bis keine Schlieren mehr zu erkennen sind und eine homogene Masse

⁴ Übermäßiger Fluss in Kanälen mit geringem Fließwiderstand [156]

vorliegt. Diese wird auf der Waage im Drucktopf platziert und der Drucktopf wird verschlossen. Nach dem Start der Datenerfassung wird für die Füllung der Zufuhrleitung und des Angussbereichs zunächst ein Überdruck von ca. 1 bar im Drucktopf angelegt. Ist dieser erreicht, wird das Einlassventil geöffnet. Sobald der Angussbereich im Werkzeug vollständig gefüllt ist, wird der Druck auf Sättigungsdruck erhöht. Nach Erreichen des Sättigungszustandes wird der gewünschte Druckgradient für das erste Messintervall zur Bestimmung des Massenstroms eingestellt. Der Sättigungszustand ist erreicht, sobald keine trockenen Bereiche in der Preform mehr vorliegen, keine Luftblasen mehr aus dem Textil gespült werden und eine konstante Gewichtsabnahme des Harzbehälters zu verzeichnen ist. Abb. 5-5 zeigt die eingelegte Preform (links oben), die verschraubten Werkzeughälften (rechts oben), den Füllstand kurz nach Beginn der Infiltration (links unten) und den Zustand vollständiger Sättigung (rechts unten).

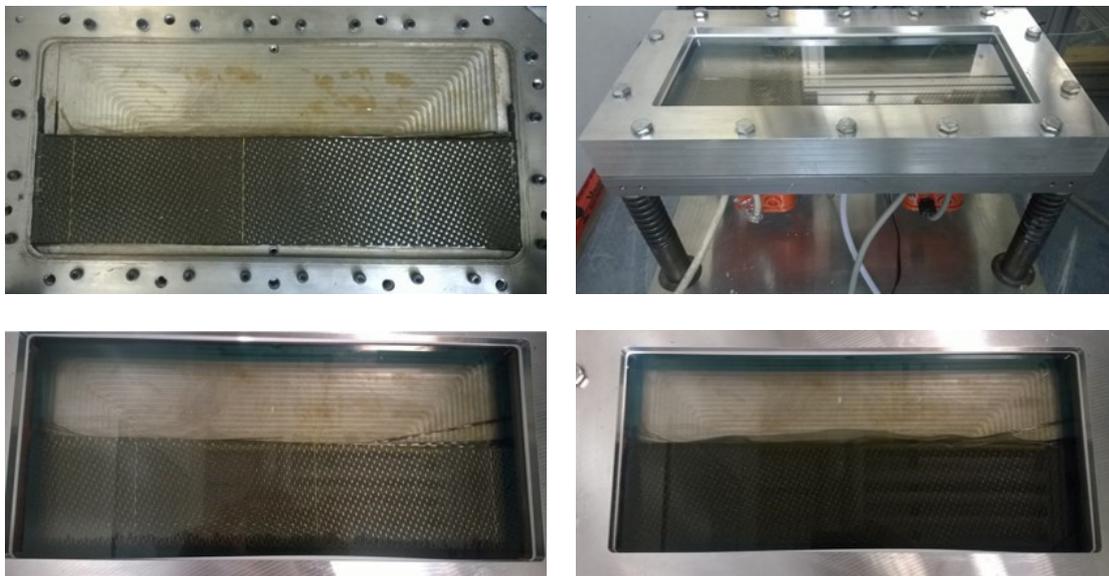


Abb. 5-5: Beispielbilder aus der Versuchsdurchführung der gesättigten Messung

Tab. 5-1 zeigt die Versuchsparameter und Versuchsbedingungen der gesättigten Infiltrationsversuche. Variiert werden die Lagenanzahl bzw. der Faservolumengehalt, das Messmedium, die Menge des angemischten Harz-Härzer-Systems, das Messintervall zur Bestimmung des Massenstroms und der Sättigungsdruck. Auf Versuche mit einer Lagenanzahl von 7 wird verzichtet, da die zu messende Nichtlinearität zwischen Massenstrom und Druckgradient vor allem bei langsamen Strömungsgeschwindigkeiten erwartet wird. Die in den einzelnen Versuchen angelegten mittleren Druckgradienten zur Bestimmung des Massenstroms sind in Tab. A- 5 zusammen mit den Standardabweichungen aufgelistet.

Im Versuch V1 werden die Massenströme mit zwei unterschiedlich langen Messintervallen (300 und 500 s) ermittelt (vgl. Tab. 5-1): für abnehmende Druckgradienten ($p \searrow$ in Tab. A- 5) 300 s und für zunehmende Druckgradienten ($p \nearrow$ in Tab. A- 5) 500 s.

Beim geringsten Druckgradienten (0,5 bar/m) kommen beide zur Anwendung. Für die Auswertung der Massenströme werden lediglich die 150 bzw. 300 s am Ende der Messintervalle herangezogen. Die Zeit direkt nach der Änderung der Druckgradienten wird für die Einstellung konstanter Druckverhältnisse und damit eines konstanten Massenstroms veranschlagt. Berechnet werden die Massenströme anhand der mittels linearer Regression ermittelten Steigung des über der Zeit aufgetragenen Gewichtsverlaufs des Harzbehälters. Die Versuchszeit beginnt mit dem Zeitpunkt der Vermischung der Harz- und Härterkomponente, den Versuchsbeginn markiert der Zeitpunkt der Öffnung des Einlassventils.

Tab. 5-1: Parameter der gesättigten Infiltrationsversuche

	V1	V2	V3	V4
Lagenanzahl	9	9	10	10
Preformgewicht [g]	143,5	143,0	159,6	160,0
Faservolumengehalt [%]	63,8	62,6	69,9	70,1
Medium	Epoxy	Epoxy	Epoxy	Öl ⁵
Harzmenge [g]	469,1	387,5	387,5	---
Härteranteil [%]	30,0	30,6	30,0	---
Messintervall [s]	300 / 500	500	300	300
Sättigungsdruck [bar]	4	4	5	5
Versuchsbeginn [s]	730	716	710	0
Sättigungszeitpunkt [s]	2380	2760	4410	> V3
Werkzeugtemperatur [°C]	20,8	20,8	21,1	21,3
Umgebungstemperatur [°C]	21,1	21,4	21,2	21,4

5.3 Ergebnisse und Diskussion

In Abb. 5-6 sind die Massenströme über den angelegten Druckgradienten (in Tab. A- 5 mit $p \setminus$ gekennzeichnet) aufgetragen. Während für die Versuchsphase von V1 mit abnehmendem Druckgradienten noch der typische lineare Zusammenhang zwischen

⁵ Silikonöl Dow Corning® Xiameter PMX 200/350 cS

Druckgradient und Massenstrom zu erkennen ist, weicht dieser für die Versuchsphase mit zunehmendem Druckgradienten (in Tab. A- 5 mit $p \nearrow$ gekennzeichnet) davon deutlich ab. Diese degressive Zunahme des Massenstroms ist auf die aushärtebedingte Viskositätszunahme zurückzuführen, die sich zum einen aufgrund der längeren Messintervalldauer für diese Versuchsphase und zum anderen auf die mit der Versuchszeit stetig zunehmenden Reaktionsrate (vgl. Abb. 3-7) verstärkt auswirkt.

Vergleicht man die bei geringstem Druckgradienten (ca. 5 bar/m) mit unterschiedlicher Messintervalldauer (300 bzw. 500 s) ermittelten Massenströme von V1 im rechten Diagramm von Abb. 5-6, so sind diese nahezu identisch. Der geringfügig niedrigere Wert bei längerer Versuchsdauer ist darauf zurückzuführen, dass er später und damit bei höherer Viskosität ermittelt wurde und dass es während des längeren Messintervalls zu einer größeren Viskositätszunahme kommt.

Um den Einfluss der Aushärtung so gering wie möglich zu halten, wird für alle folgenden Versuche die Harzmenge reduziert. Die Exothermie der Polymerisationsreaktion führt zu einem Anstieg der Temperatur der Harz-Härter-Mischung im Drucktopf und somit zu einer Verkürzung der möglichen Versuchszeit. Nach ca. 4380 s ist bei V1 ein deutlicher Einfluss der Aushärtung auf die Versuchsergebnisse zu verzeichnen. Außerdem werden bei allen folgenden Versuchen nach Erreichen der Sättigungsphase die Massenströme beginnend bei dem niedrigsten Druckgradienten ermittelt. Zum einen können so aushärtebedingte Störeinflüsse minimiert werden und zum anderen ist die zu zeigende Nichtlinearität zwischen Druckgradient und Massenstrom für geringe Massenströme am deutlichsten ausgeprägt.

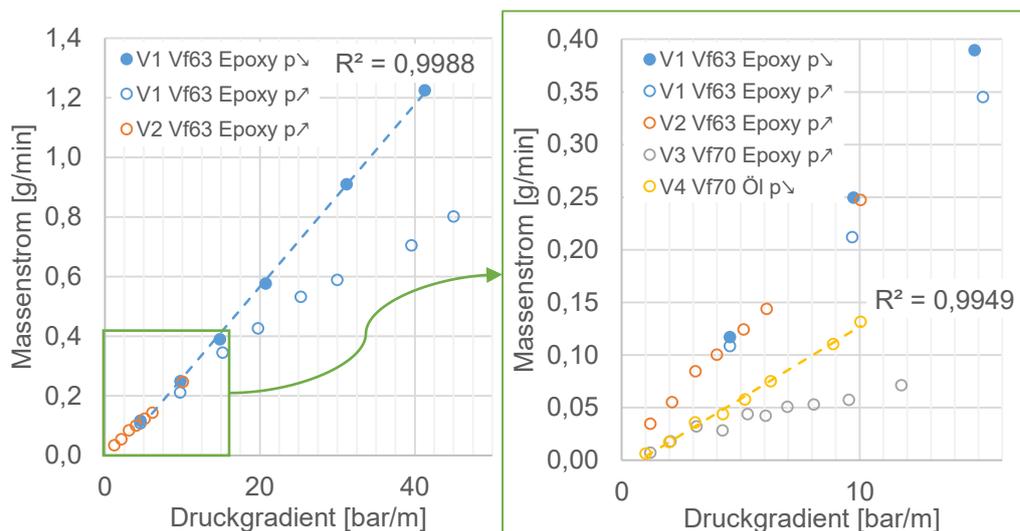


Abb. 5-6: Massenströme der gesättigten Infiltrationsversuche in Abhängigkeit von Faservolumengehalt und Druckgradient

Trotz deutlich geringerer Druckgradienten und Beginn der Massenstromermittlung beim geringsten Druckgradienten ist für V2 erneut lediglich ein linearer Zusammenhang zwischen Massenstrom und Druckgradient zu verzeichnen (vgl. Abb. 5-6 rechts).

Auch eine zusätzliche Faserlage zur Erhöhung des Faservolumengehaltes, was mit einer Verringerung der Permeabilität und somit des Massenstroms einhergeht, führt nicht zu der zu zeigenden progressiven Zunahme des Massenstroms bei geringen Druckgradienten. Vielmehr stellt sich, wie bereits bei V1, ein degressiver Verlauf ein (V3), der mit dem Aushärteeffekt zu erklären ist. Dieser, trotz Erhöhung des Sättigungsdrucks auf 5 bar (maximal zulässiger Injektionsdruck des verwendeten Versuchsaufbaus!) und Verwendung der kurzen Messinteralldauer von 300 s, erneute Einfluss der Vernetzung ist auf die deutlich längere Zeitdauer zur Herbeiführung des Sättigungszustandes bei erhöhtem Faservolumengehalt zurückzuführen. Die grundsätzliche Messfähigkeit der Messvorrichtung im vorliegenden Messbereich wird anhand der Ergebnisse von V4 deutlich, wo an Stelle einer aushärtenden Harz-Härter-Mischung ein newtonsches Silikonöl als Messmedium verwendet wird. Es zeigt sich der für ein newtonsches Fluid erwartete lineare Zusammenhang zwischen Massenstrom und Druckgradient.

Die Erwartungshaltung, dass in der Simulation deutliche größere Massenströme berechnet werden als in Realität vorliegen, hat sich als zutreffend erwiesen. So übersteigt der virtuelle Massenstrom des 9-lagigen Aufbaus für Druckgradienten von 14,3 und 30 bar/m den tatsächlichen um den Faktor 21. Dieser real vorliegende Massenstrom ist, wie die hier generierten Versuchsergebnisse zeigen, noch zu gering, um die durch das scherverdünnende Fließverhalten hervorgerufene Nichtlinearität zwischen Druckgradient und Massenstrom hervorzurufen bzw. dominiert die aushärtebedingte Viskositätszunahme und die damit verbundene Abnahme des Massenstroms den Effekt eines überproportional zunehmenden Massenstroms in Folge der scherverdünnenden Fließeigenschaften des Harzes. Dass auch nach einer Versuchszeit von 5600 s (Versuchsende von V2) noch scherverdünnendes Fließverhalten vorliegt beweisen die rheologischen Messungen aus Kapitel 3.2.2.2.

5.4 Fazit der gesättigten Infiltrationsversuche

Der erwartete nichtlineare Zusammenhang zwischen Druckgradient und Massenstrom kann weder für die 9-lagige ($V_f = 62,7\%$) noch für die 10-lagige Preform ($V_f = 69,7\%$) gezeigt werden. Im Falle der 9-lagigen Preform zeigt sich der lineare Zusammenhang, wie er für newtonsche Fluide typisch ist und im Falle der 10-lagigen Preform werden die Versuchsergebnisse vom aushärtebedingten Effekt der Viskositätszunahme dominiert. Die angestrebte qualitative Validierung der Simulationsergebnisse ist folglich mit dem hier verwendeten Versuchsaufbau nicht möglich. Dies zeigt, dass für technische Anwendungen selbst bei geringen Druckgradienten von 1 bar/m und mit hohen Faservolumengehalten des verwendeten Atlasgewebe von $V_f = 62,7\%$ mit keinen Auswirkungen des scherverdünnenden Fließverhalten auf den Massenstrom zu rechnen ist. Ob der Fluss des scherverdünnenden Harzsystems dennoch durch die vorhandene Scherratenabhängigkeit der Viskosität beeinflusst wird bzw. beeinflusst werden kann,

soll durch die Einkopplung zusätzlicher Scherraten im Rahmen von vibrationsunterstützten Infiltrationsversuchen herausgefunden werden.

6 Infiltrationsversuche mit Vibrationsunterstützung

Der Fluss scherverdünnender Flüssigkeiten durch poröse Strukturen kann durch die Erzeugung zusätzlicher Scherraten in Pulsationsströmungen oder in Prozessen mit Wandvibration gesteigert werden (vgl. Kapitel 2.5 und 2.7.3). Ob dieser Effekt auch bei der Infiltration trockener Faserstrukturen mit scherverdünnenden Epoxidharzsystemen genutzt werden kann, wird in diesem Kapitel experimentell untersucht. Bereits existierende Studien dazu verwenden entweder Ersatzstrukturen (Glasstäbe) oder nichtaushärtende Ersatzflüssigkeiten oder beides (vgl. Kapitel 2.7.3). Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wird ein reales und damit aushärtendes Epoxidharzsystem in Kombination mit einem in Luftfahrtanwendungen häufig eingesetzten Fasermaterial verwendet.

Alle im Folgenden vorgestellten Versuchsaufbauten haben zum Ziel, zusätzliche Scherraten in einem HIP zu erzeugen. Diese Einkopplung zusätzlicher Scherraten kann nur dann eine Flussteigerung bewirken, wenn die Grundscheraten¹ noch in einem Bereich liegen, in dem sie die Viskosität beeinflussen. Somit ist der Nachweis einer Durchflussteigerung gleichzeitig eine qualitative Validierung der in der Simulation ermittelten Grundscheraten. Folglich werden für die Infiltrationsversuche die gleichen Materialien wie die in der Simulation modellierten verwendet - das Epoxidharzsystem RIMR135/RIMH1366 und das Verstärkungstextil HexForce® G0926. Aufgrund der starken Nichtlinearität im niedrigen Scherratenbereich (vgl. Abb. 3-8) ist zu erwarten, dass der Effekt der vibrationsbedingten Flussteigerung mit abnehmender Grundscherate zunimmt.

Die Ergebnisse der Infiltrationsversuche wurden über einen Zeitraum von vier Jahren erhoben. Dabei kamen zwei unterschiedliche Infiltrationsverfahren, mehrere Infiltrationswerkzeuge und verschiedene Auswertemethoden zum Einsatz. Die Versuchsaufbauten zeichnen sich durch unterschiedliche Reifegrade aus, was auch die Belastbarkeit der mit ihnen gewonnenen Ergebnisse beeinflusst. Die Reihenfolge der Unterkapitel spiegelt den zeitlichen Ablauf der Infiltrationsversuche wieder. Somit beruhen die Änderungen im Versuchsaufbau und den Versuchsparametern auf den Ergebnissen der vorangehenden Untersuchungen.

¹ Als Grundscherate wird jene Scherrate bezeichnet, die in Folge des durch den Druckgradienten hervorgerufenen Flusses vorliegt.

Die in den nachfolgenden Studien variierten Versuchsparameter zur Einkopplung zusätzlicher Scherraten in HIP werden zunächst aufgelistet und erläutert:

- **Frequenz**
Analog zu Frequenztests bei Oszillationsversuchen in der Rheometrie führen zunehmende Frequenzen bei gleicher Amplitude möglicherweise zu zunehmenden Scherraten und damit erhöhten Massenströmen.
- **Amplitude**
Analog zu Amplitudentests bei Oszillationsversuchen in der Rheometrie führen zunehmende Amplituden bei gleicher Frequenz möglicherweise zu zunehmenden Scherraten und damit erhöhten Massenströmen. Die Ergebnisse aus Kapitel 3.2.9.3 legen die Existenz einer Mindestamplitude nahe, ab welcher es zu einer scherverdünnenden Wirkung kommt.
- **Vibrationsrichtung**
Neben den Größen Frequenz und Amplitude zählt die Vibrationsrichtung zu den Haupteinflussgrößen für die Flussteigerung durch Vibrationsunterstützung. Studien aus der Literatur [108] berichten von einer besseren Wirksamkeit der Vibrationsunterstützung bei einer Wandvibration mit Oszillationskomponente in Fließrichtung
- **Werkzeugtemperatur**
Die Temperatur beeinflusst sowohl den Viskositätsverlauf (vgl. Kapitel 3.2.2) als auch das Viskositätsniveau und damit die Grundscherate. Die Zusammenhänge sind wie folgt: Je niedriger die Temperatur des Harzsystems desto länger und ausgeprägter liegt eine Scherverdünnung vor und desto geringer ist das Viskositätsniveau und damit die Grundscherate.
- **Druckgradient**
Mit steigendem Druckgradienten steigt die Grundscherate (vgl. Kapitel 4.5).
- **Faservolumengehalt**
Der Faservolumengehalt beeinflusst die Permeabilität und damit den Massenstrom bei Injektionen mit konstantem Injektionsdruck (vgl. Kapitel 4.5). Je geringer der Massenstrom desto geringer die Grundscherate.
- **Matrixmaterial**
Als Nachweis, dass eine potentielle flussteigernde Wirkung einer Vibrationsunterstützung auf das scherverdünnende Fließverhalten des Harzsystems zurückzuführen ist, wird Speiseöl als Vertreter für newtonsche Flüssigkeiten verwendet. Bei newtonschem Fließverhalten ist keine flussteigernde Wirkung durch Vibrationsunterstützung zu erwarten.

6.1 Auslegung der Schwingssysteme

Zusätzlich zur Frage, ob durch Wandvibrationen der Fluss durch trockene Faserstrukturen beeinflusst werden kann, ist von Interesse, welche Schwingungen dazu besonders

geeignet sind. Im Rahmen dieser Arbeit wird die Oszillationsbewegung mit einem Vibrationsmotor erzeugt, der an das auf Sprungfedern gelagerte Infiltrationswerkzeug montiert ist (siehe Abb. 6-2 und Abb. 6-10). Die um die Drehachse des Motors rotierende Unwucht führt zu einer kreisförmigen Schwingung des Werkzeuges in der Ebene senkrecht zur Drehachse. Die Frequenz der Schwingung wird vom Frequenzumrichter vorgegeben. Die Schwingungsamplitude S stellt sich in Abhängigkeit der gewählten Frequenz f , der Unwuchtmasse m_U , der schwingenden Gesamtmasse m_{ges} (ohne Verstärkungsstruktur und Matrixmaterial) sowie der Federsteifigkeit k und der Dämpfungseigenschaften der verwendeten Sprungfedern ein.

Für die Berechnung der Amplitude in vertikaler Richtung wird die Bewegungsgleichung eines schwingenden Systems mit erzwungener Schwingung und einem Freiheitsgrad in vertikaler Richtung herangezogen [159]:

$$m_{ges}\ddot{x} + d_d\dot{x} + k_{res}x = F_u \sin(\omega t) \quad (6-1)$$

Darin beschreibt d_d die Dämpfungskonstante, k_{res} die resultierende Federsteifigkeit der vier parallel geschalteten Sprungfedern und F_u die vom Vibrationsmotor verursachte Zentrifugalkraft. Die Eigenfrequenz f_0 und die Amplitude S können mit folgenden Gleichungen berechnet werden.

$$f_0 = \sqrt{\frac{k_{res}}{m_{ges}}} \frac{1}{2\pi} \quad (6-2)$$

$$S = \frac{U\omega^2}{m_{ges}\sqrt{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + (2\xi\omega)^2}} \quad (6-3)$$

In Gleichung (6-3) steht U für die erzeugte Unwucht des Vibrationsmotors, ξ für die Abklingkonstante der verwendeten Federn und ω_0 für die Eigenkreisfrequenz.

Im Laufe der Arbeit kommen fünf unterschiedliche Schwingsysteme zum Einsatz. Die für die Berechnung der Schwingungsgleichung relevanten Größen sind den Datenblättern aus Anhang c entnommen und in nachfolgender Tabelle aufgelistet. Die verwendeten Federn werden als dämpfungsfrei betrachtet (Abklingkonstante $\xi \rightarrow 0$ 1/s).

Tab. 6-1: Parameter der verwendeten Schwingsysteme

Schwingsystem	m_{ges} [kg]	k_{res} [N/mm]	U [kg mm]	f_0 [Hz]
Vakuuminfusion (VI)	7,5	16,9	6,67	7,6
RTM-1.1	39,9	230,5	6,67	12,1
RTM-1.2	39,9	74,8	6,67	6,9
RTM-2	58,9	230,5	6,67	10,0
RTM-3	62,6	230,5	13,33	9,7

In Anlehnung an die verwendeten Infiltrationsverfahren wird bei den Schwingsystemen zwischen Vakuuminfusion (VI) und RTM-Injektion (RTM) unterschieden. Innerhalb der RTM-Systeme liegen die Unterschiede in der Gesamtmasse, der resultierenden Federsteifigkeit und der durch die Vibrationsmotoren erzeugten Unwucht. Die Systeme RTM-1.1 und RTM-1.2 unterscheiden sich lediglich in den verwendeten Sprungfedern und RTM-2 weist verglichen mit RTM-1.1 lediglich eine höhere Gesamtmasse (Oberform aus Borosilikatglas und 30 mm dicke Unterform aus Stahl) auf.

Die berechneten Amplitudenverläufe der einzelnen Schwingsysteme sind in Abb. 6-1 für den vom Frequenzumrichter vorgegebenen Frequenzbereich von 0 – 60 Hz dargestellt. Deutlich zu erkennen sind die hohen Amplituden nahe der Eigenfrequenz. Für Frequenzen $f > 20$ Hz weist das VI-System die größten Amplituden auf, gefolgt von RTM-3, dem System mit doppelter Unwucht. Die Systeme RTM-1.1 und RTM-1.2 weisen mit zunehmender Frequenz gleiche Amplituden auf.

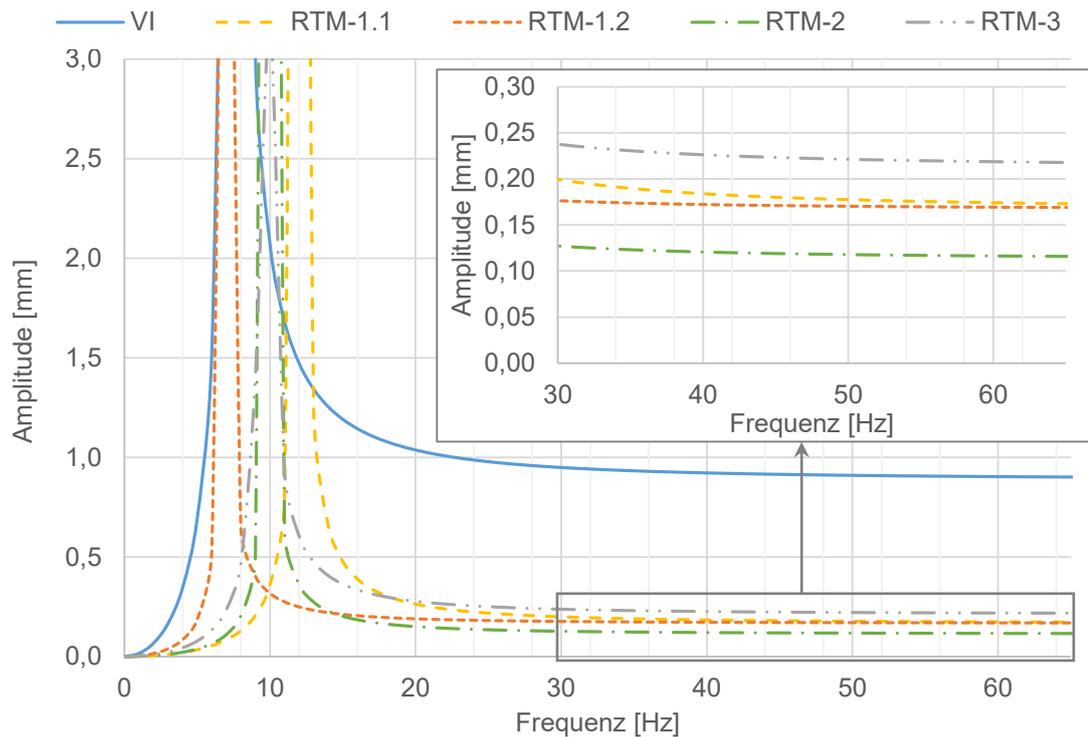


Abb. 6-1: Amplitudenverläufe der verwendeten Schwingssysteme

6.2 Vakuuminfusion

Das Ziel der Vakuuminfusionsversuche ist der Nachweis von Einflüssen einer Vibrationsunterstützung in HIP auf den Porengehalt, die Materialkompaktierung und die Fließgeschwindigkeit im gleichen Versuchsaufbau. Sie ermöglichen so eine Einschätzung der Ausprägung dieser Effekte unter Verwendung von in Realbauteilen zur Anwendung kommenden Materialien.

Der Versuchsaufbau und die Ergebnisse der Vakuuminfusionsversuche wurden u.a. im Rahmen der Semesterarbeit von Adrian Amann [160] generiert.

6.2.1 Materialien und Versuchsaufbau

Abb. 6-2 zeigt den Versuchsaufbau der vibrationsunterstützten Vakuuminfusionsversuche. Auf eine 10 mm dicke Aluminiumplatte werden 10 Lagen des verwendeten Fasermaterials abgelegt. Die Lagen haben die Abmessung 400 x 200 mm² und werden manuell, unter Verwendung eines Rollmessers auf einem Glastisch zugeschnitten. Anguss und Absaugung werden unter Verwendung von *Gerster-TechTex-Fließhilfen* an den kurzen Seiten angebracht, so dass die Infiltration ausschließlich in Kettrichtung erfolgt (Linienanguss). Für eine gleichmäßige Verteilung des Harzes im Angussbereich sorgt ein 200 mm breites und 30 mm langes Stück Fließhilfe, das nach der fünften Faserlage eingelegt wird und den Carbonfaser-Stapel mit der *Gerster-TechTex-Fließhilfe* verbindet. Zur Erzeugung eines ebenen Flusses im Faserstapel wird die Va-

kuumfolie direkt auf den Lagenstapel appliziert. Auf die Außenseite der Vakuumfolie wird für die Ermittlung der Fließfrontposition mittig ein Millimeterlineal aufgeklebt. Race-Tracking wird durch direktes Anlegen des Dichtbandes (Tacky-Tape) an das Fasermaterial entlang der langen Seiten verhindert, so dass eine gerade Fließfront entsteht (siehe Abb. 6-9).

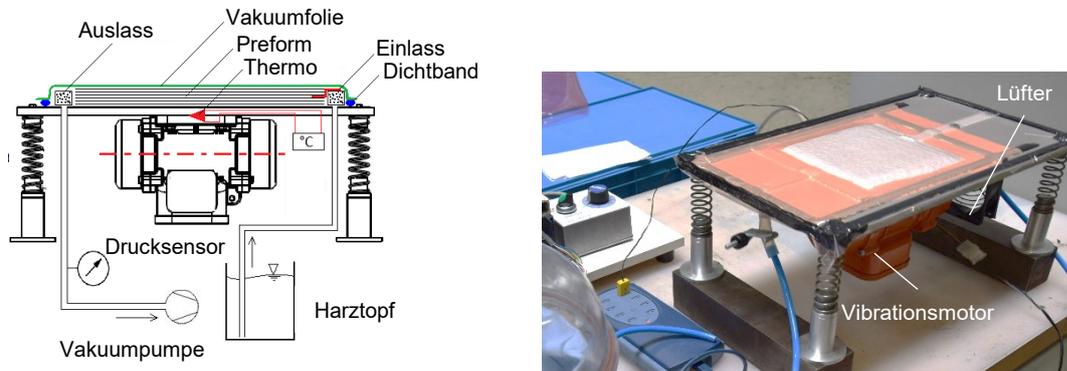


Abb. 6-2: Prinzipskizze (links) und realer Versuchsaufbau² (rechts) der vibrationsunterstützten Vakuuminfusionsversuche

Der Anguss ist über einen Schlauch mit dem Harztopf und die Absaugung mit einer Vakuumpumpe (Oerlikon SP 250) verbunden. Ein Drucksensor in der Absaugleitung ermöglicht die Bestimmung des Vakuumdrucks.

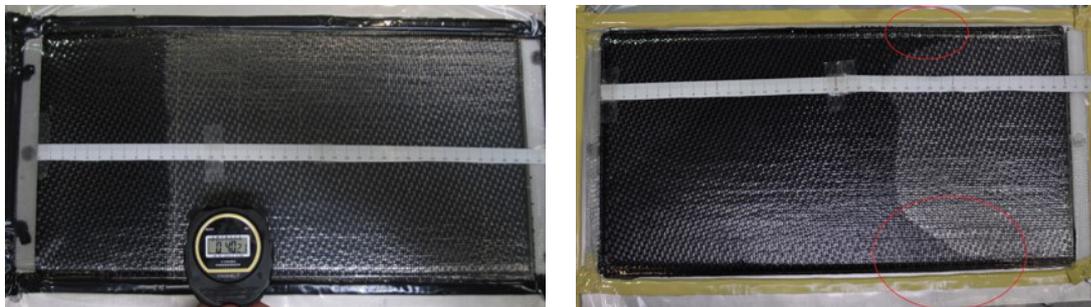


Abb. 6-3: Beispielaufnahme von einem gültigen Versuch mit gerader Fließfront (links) und einem ungültigen mit Race-Tracking (rechts)

Auf der Rückseite der unteren Formhälfte ist ein Vibrationsmotor (OLI® MVE 60/30) montiert. Dessen Drehachse zeigt in Richtung der angelegten Druckdifferenz, so dass sowohl die horizontalen als auch die vertikalen Oszillationsbewegungen senkrecht zur Fließrichtung des Harzes orientiert sind. Die Drehzahl und damit die Frequenz des Vibrationsmotors wird mit einem Frequenzumrichter (BLEMO® ER12) reguliert. Um ein Aufheizen der Werkzeugunterseite durch die Abwärme des Motors zu vermeiden, wird der Motor mit einem Spalt von ca. 10 mm mit der unteren Formhälfte verschraubt

² Dargestellt ist der Lagenaufbau eines VAP-Prozesses.

und ein Lüfter zur Abfuhr der Abwärme angebracht. Außerdem wird die Temperatur der unteren Werkzeughälfte unmittelbar über dem Vibrationsmotor mit einem Thermoelement erfasst. Zur Gewährleistung definierter Vibrationsbewegungen und damit Minimierung mechanischer Dämpfungseffekte ist die untere Formhälfte auf vier Sprungfedern gelagert.

6.2.2 Versuchparameter und Durchführung

Die Vakuuminfusionsversuche werden bei Raumtemperatur durchgeführt. Neben der statischen Referenz bei 0 Hz werden eine Frequenz von 10,7 und 60 Hz getestet. 10,7 Hz liegen etwas über der Eigenfrequenz des Schwingensystems und bewirken eine gleichmäßige Vibration. Die zugehörigen nach Gleichung (6-3) berechneten Amplituden betragen 2,07 und 0,90 mm. Pro Frequenz werden 3 Wiederholungen mit entgastem Harz-Härter-Gemisch durchgeführt (Bezeichnung: VI-Epoxy_V1-9). Um den Effekt einer Vibrationsunterstützung auf den Porengehalt zu verdeutlichen, wird zusätzlich pro Frequenz ein Versuch mit nicht entgastem Harz-Härter-Gemisch durchgeführt (Bezeichnung: VI-Epoxy_V10-12). Die angemischte Menge (325 g) wird ebenso wie der Injektionszeitpunkt nach erfolgter Vermischung (15 min) für alle Versuche konstant gehalten. Außerdem wird zusätzlich ein Versuch bei jeder Frequenz mit newtonschem Speiseöl durchgeführt (Bezeichnung: VI-Öl_V1-3). Diese sollen die Erklärung eines potentiell gesteigerten Flusses mit dem scherverdünnenden Fließverhalten des Harzsystems bekräftigen.

Effekt Flussteyerung

Der Infiltrationsprozess wird für alle Versuche gleich durchgeführt. Nach erfolgtem Dichtigkeitstest des Vakuumaufbaus – der Druckanstieg darf bei abgetrennter Vakuumpumpe nicht mehr als 5 mbar/min betragen – wird das Einlassventil geöffnet. Bei den Versuchen mit Epoxidharz wird die Fließfrontposition nach ca. 1, 2,5, 5, 10, 20, 40, 60, 90 und 120 min nach Beginn der Infiltration mit einer Digitalkamera erfasst. Bei den Versuchen mit Speiseöl wird aufgrund der deutlich geringeren Viskosität nach jeder Minute eine Aufnahme gemacht.

Effekt Materialkompaktierung

Für den Nachweis einer durch die Vibrationsunterstützung gesteigerten Materialkompaktierung wird im Anschluss an die Infiltration an An- und Abgussleitung der minimale von der Vakuumpumpe erzeugbare Druck (p_{in}) angelegt und das Harzsystem für 24 Stunden ausgehärtet. Der so erzeugte Kompaktierungsdruck wird nach Gleichung (2-1) maximal, so dass sich bei vibrationsbedingter Materialverdichtung eine geringere Bauteildicke und damit ein erhöhter Faservolumengehalt einstellen sollte. Zur Ermittlung der mittleren Bauteildicke wird ein Messtaster entlang der 45 ° Gradrichtung beginnend in einer Ecke der Angussseite über die ausgehärtete Platte bewegt und pro Sekunde ein Messwert aufgezeichnet. Die Bestimmung des Faservolumenge-

haltes erfolgt nasschemisch nach *EN 2564:1998* an ausgewählten Positionen (siehe Abb. 6-6).

Effekt Porengehalt

Zur Analyse des Porengehaltes und der Porenverteilung wird eine Ultraschallmessung durchgeführt (C-Scan). Die Abschwächung (Dämpfung) des Schallsignals ist ein Maß für den Porengehalt der durchschallten Probe. Der C-Scan wird bei einer Messfrequenz von 5 MHz durchgeführt. Zusätzlich wird zur Validierung der Ultraschalluntersuchung an Positionen mit deutlich unterschiedlicher Dämpfung (siehe Abb. 6-6) der Porengehalt nasschemisch nach *EN 2564:1998* bestimmt.

6.2.3 Ergebnisse und Diskussion

Die dargestellten Versuchsergebnisse wurden in einem Zeitraum von 4 Monaten gesammelt. Ungültige Versuche, verursacht durch übermäßiges Race-Tracking oder starken Temperaturänderungen während der Versuchsdurchführung, sind nicht dargestellt.

Effekt Flussteigerung

In Abb. 6-4 sind die Fließfrontpositionen der Versuche mit Epoxidharz über der Versuchszeit aufgetragen. Für die Auswertung herangezogen wird jeweils der am weitesten zurückliegende Punkt einer Fließfront. Diese Methode gilt als die robusteste bzgl. von Materialinhomogenitäten hervorgerufenen Einflüssen auf die Fließfrontform und –ausbreitung [161] und wird auch bei Permeabilitätsmessungen eingesetzt [70]. Außerdem reduziert sich so der störende Einfluss von Race-Tracking auf den Fließfrontfortschritt auf ein Minimum (vgl. Abb. 6-3). Die Versuchsergebnisse in Abb. 6-4 zeigen eine starke Streuung bei Betrachtung aller Versuche. Der schnellste Versuch ist VI-Epoxy_V6 bei 60 Hz und der langsamste VI-Epoxy_V9 bei 10,7 Hz. Diese beiden unterscheiden sich nach 90 min um ca. 60 mm. Ursache für die starke Streuung sind die unterschiedlichen Umgebungstemperaturen. Tab. 6-2 enthält sämtliche für die Versuche mit Epoxidharz relevanten Prozessgrößen. Zieht man die Werkzeugtemperatur am Versuchsende als Vergleichsgrößen heran, so wird ersichtlich, dass sich die Versuche V1-3, V4-6 und V7-9 um jeweils ca. 2 °C unterscheiden. Diese Differenz bewirkt einen Versatz des newtonschen Plateaus um mehr als $\pm 15\%$ bezogen auf den Plateauwert der Kurve bei 20 °C und 15 min nach dem Anmischzeitpunkt. Außerdem wurden die Versuche V1-3, V4-6 und V7-9 jeweils innerhalb eines Zeitraums von einer Woche durchgeführt, zwischen den Gruppen liegen mehr als eine Woche.

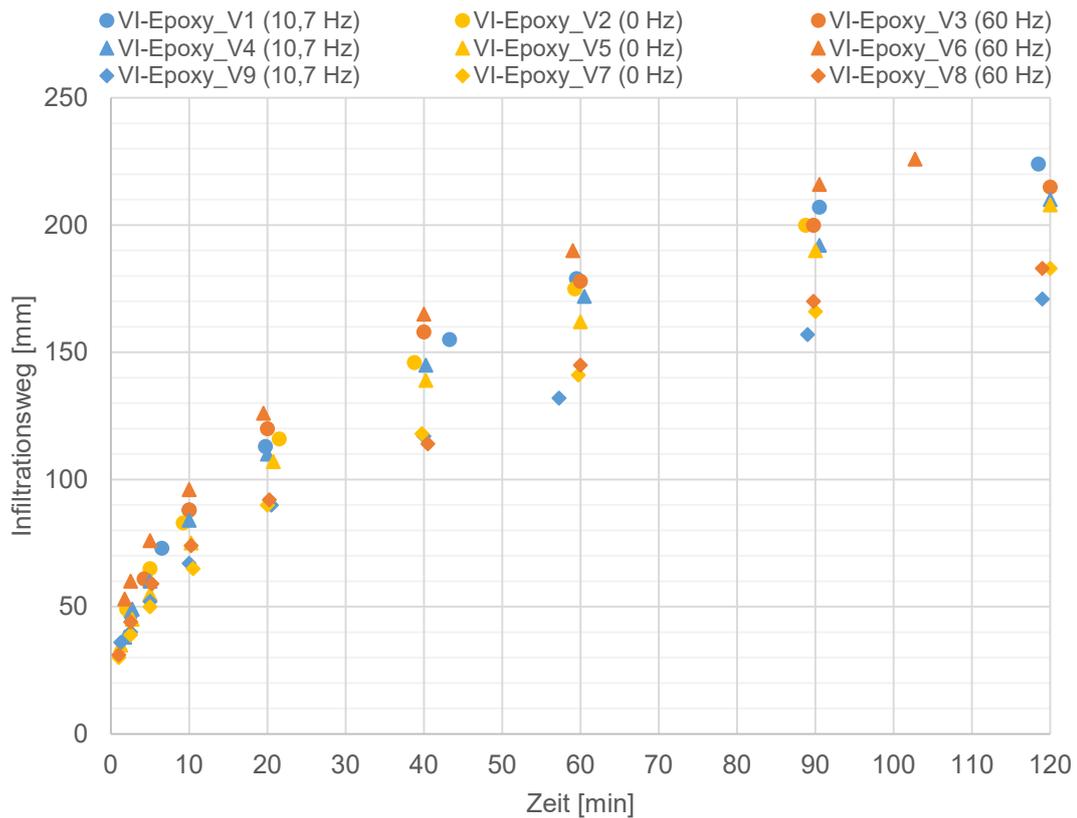


Abb. 6-4: Fließfrontfortschritt der Vakuuminfusionsversuche mit Epoxidharz (VI-Epoxy_V1-9)

Der Vergleich der Fließfrontpositionen innerhalb einer Gruppe zeigt, dass der schnellste Fließfrontfortschritt stets bei Versuchen mit Vibrationsunterstützung auftritt. Am deutlichsten wird dies in der Gruppe V4-6. In der Gruppe V7-9 ist jedoch der Versuch mit 10,7 Hz deutlich langsamer als die Referenz und der Versuch mit 60 Hz.

Abb. 6-5 zeigt die Versuchsergebnisse mit Speiseöl. Aufgrund der geringeren Viskosität ist die Versuchszeit deutlich kürzer, so dass alle Versuche direkt aufeinanderfolgend an einem Tag durchgeführt werden konnten. Die Fließfrontpositionen weisen unabhängig von der Vibrationsunterstützung einen deckungsgleichen Verlauf auf. Ein Einfluss der Vibrationsunterstützung ist somit nicht zu erkennen.

Tab. 6-2: Prozessgrößen und mittlere Plattendicken der Vakuuminfusionsversuche mit entgastem Harz

VI-Epoxy	V1	V2	V3	V4	V5	V6	V7	V8	V9
Frequenz [Hz]	10,7	0	60	10,7	0	60	0	60	10,7
Umgebungsdruck [mbar]	960	950	955	927	962	962	932	974	960
Vakuumdruck [mbar]	2,6	2,5	2,5	2,5	2,5	2,9	2,5	2,9	2,8
Harztemperatur (Versuchsbeginn) [°C]	23,0	23,1	23,7	20,7	19,1	22,3	19,0	19,1	19,3
Werkzeugtemperatur (Versuchsbeginn) [°C]	21,7	21,6	21,1	20,0	19,0	20,4	18,1	18,0	18,1
Harztemperatur (Versuchsende) [°C]	30,0	27,7	28,9	26,5	23,2	25,7	25,0	22,7	21,4
Werkzeugtemperatur (Versuchsende) [°C]	22,0	21,7	23,1	20,8	18,7	20,9	18,3	18,2	17,9
Mittlere Plattendicke [mm]	3,60	3,60	3,50	3,61	3,61	3,53	3,52	3,48	3,54
Standardabweichung [mm]	0,07	0,13	0,09	0,09	0,12	0,08	0,11	0,11	0,14
V_f (berechnet)	58,4	58,4	60,0	58,2	58,2	59,6	59,7	60,4	59,4

Auf Grundlage der Vakuuminfusionsversuche kann die Frage nach dem Einfluss einer Vibrationsunterstützung auf die Fließgeschwindigkeit nicht eindeutig beantwortet werden. Zwar handelt es sich bei dem schnellsten Versuchen mit Epoxidharz stets um einen mit Vibrationsunterstützung und auch innerhalb der einzelnen Gruppen wurde der schnellste Fließfrontfortschritt bei Versuchen mit Vibrationsunterstützung gemessen, jedoch weisen die Versuche eine starke Streuung auf und auch der langsamste Versuch wurde mit Vibrationsunterstützung durchgeführt. Die Versuche mit Speiseöl weisen keinen Einfluss einer Vibrationsunterstützung auf. Für weitere Versuche ist auf eine gleichmäßigere und vor allem von der Umgebungstemperatur unabhängige Temperierung des Versuchsaufbaus zu achten.

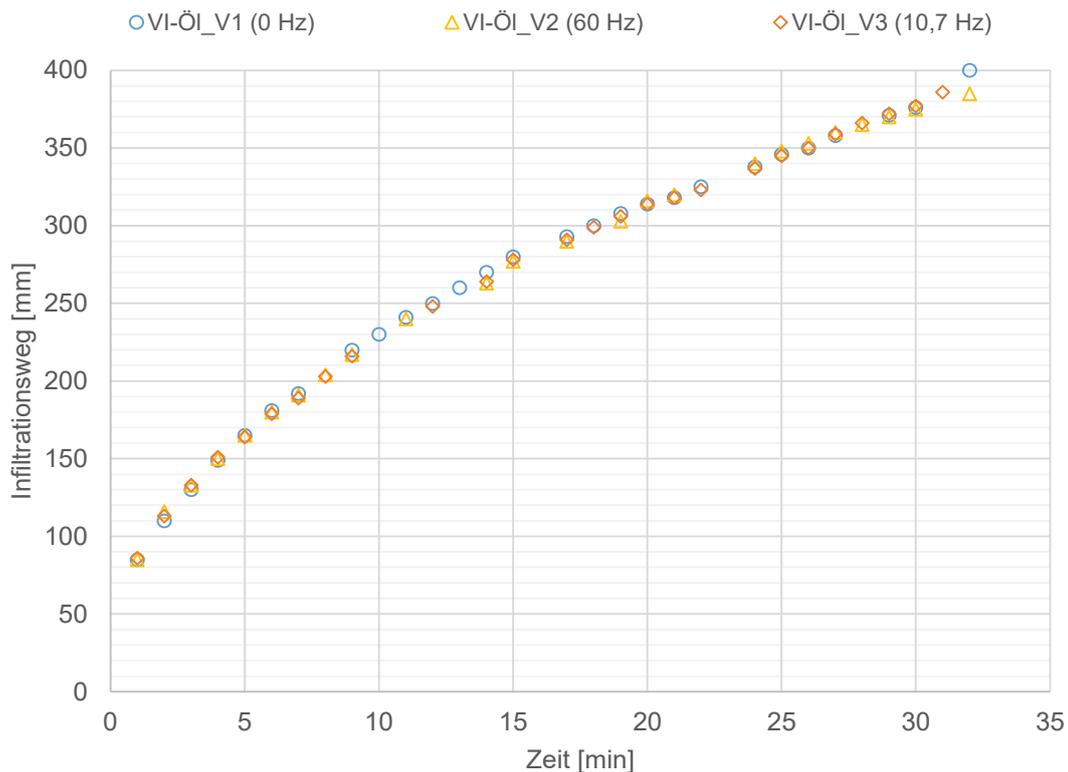


Abb. 6-5: Fließfrontfortschritt der Vakuuminfusionsversuche mit Speiseöl

Effekt Materialkompaktierung

Die mittleren Plattendicken der Versuche VI-Epoxy_V1-9 sind in Tab. 6-2 zusammen mit den anhand von Formel (2-4) berechneten Faservolumengehalten aufgeführt. Für die Versuche ohne Vibrationsunterstützung und mit einer Vibrationsunterstützung von 10,7 Hz sind die Werte sehr ähnlich. Zieht man für den Vergleich erneut die Eingruppierung nach der Werkzeugtemperatur heran, so ist über alle Gruppen hinweg die geringste Plattendicke bei einer Vibrationsunterstützung von 60 Hz zu verzeichnen. Die Differenz beträgt innerhalb der ersten beiden Gruppen ca. 0,1 mm und für die dritte Gruppe ca. 0,05 mm. Unter Berücksichtigung der Standardabweichung erscheinen diese Werte als gering. Jedoch ist zu berücksichtigen, dass es sich hierbei um ein Laminat mit Atlasgewebe hergestellt in einen Vakuumsackprozess handelt. Die große Standardabweichung kann deshalb auf die gewebeinhärente Welligkeit des Fasermaterials und die daraus resultierende geringe Ebenheit der Oberfläche, die mit dem Vakuumsack in Kontakt war zurückgeführt werden.

Eine Dickendifferenz von 0,1 mm führt zu einer absoluten Zunahme im Faservolumengehalt von 1,6 % und einer relativen Zunahme um 2,7 %. Kruckenberg et al. [127] berichten von einer vibrationsbedingten relativen Zunahme im Faservolumengehalt von bis zu 6 % für ein Carbon-Leinwandgewebe. Der Unterschied in der Effektstärke kann in der Tatsache begründet liegen, dass für ein Leinwandgewebe, verglichen mit einem Atlasgewebe, aufgrund der größeren Anzahl an Ondulationsstellen höhere Fa-

servolumengehalte nur schwerer erreicht werden können [162] und so die durch die Vibrationsunterstützung hervorgerufenen Effekte *Spreizung von Rovingen* und *gesteigerte Packungsdichte* [127–129] deutlicher auswirken. Außerdem unterscheiden sich die beiden Materialien in der Filamentzahl ihrer Rovinge. Das Leinwandgewebe ist aus 3K und das Atlasgewebe aus 6K Rovingen aufgebaut.

Eine der stärksten Einflussgrößen auf die Permeabilität trockener Verstärkungsstrukturen ist der Faservolumengehalt [12, 52, 61, 62, 66, 70, 75, 94]. Einer Faustformel von Gebart und Lidström [61] zur Folge sinkt die Permeabilität bei einer relativen Faservolumenänderung von 1 % um 10 %. Somit ist es naheliegend, dass die beobachtete Zunahme im Faservolumengehalt für die Versuche durchgeführt mit 60 Hz Vibrationsunterstützung auch den Fließfrontfortschritt maßgeblich beeinflusst hat. Nachfolgende Versuche zur Untersuchung des Einflusses einer Vibrationsunterstützung auf die Fließgeschwindigkeit werden deshalb nach dem RTM-Prinzip mit konstanter Kavitätshöhe durchgeführt.

Effekt Porengehalt

Ein qualitativer Vergleich der Porenverteilung ist in Abb. 6-6 dargestellt. Sie zeigt die Verteilung des im Ultraschall C-Scan ermittelten Dämpfungssignals der einzelnen Versuchsplatten. Eine geringe Dämpfung (hellblau dargestellt) steht für eine geringe Porosität und eine hohe Dämpfung (schwarz dargestellt) für eine hohe Porosität. Die Größe eines Pixels entspricht in Realität einer Größe von 2 mm x 2 mm und die Bandbreite der gemessenen Amplituden wird linear über den RGB-Farbraum verteilt. Die Versuche mit nicht entgastem Harz-Härter-Gemisch sind die Versuchsplatten V10 – V12. An den Stellen mit rot markierten Rechtecken wurden die Proben für die nasschemische Analyse entnommen.

Bei Betrachtung der Dämpfungsverteilung für die mit entgastem Harz-Härter-Gemisch infiltrierten Versuchsplatten ist ein erhöhter Hellblau-Anteil bei den Versuchen mit 60 Hz Vibrationsunterstützung zu verzeichnen. Besonders deutlich wird dies in der Gruppe V7 – V9. Die Versuche ohne Entgasung (V10 – V12) weisen deutlich höhere Dämpfungswerte auf. Beide Versuchsplatten mit Vibrationsunterstützung (V11 und V12) zeigen ein deutlich geringeres Dämpfungsniveau als die Referenzplatte ohne Vibration. Beim direkten Vergleich von V11 (10,7 Hz) mit V12 (60 Hz) überwiegt bei zuerst genannter der Grünanteil, was auf eine geringere Porosität schließen lässt. Die prozessrelevanten Versuchsgrößen der Infiltrationen mit nicht-entgastem Harzsystem sind in Tab. 6-3 aufgeführt.

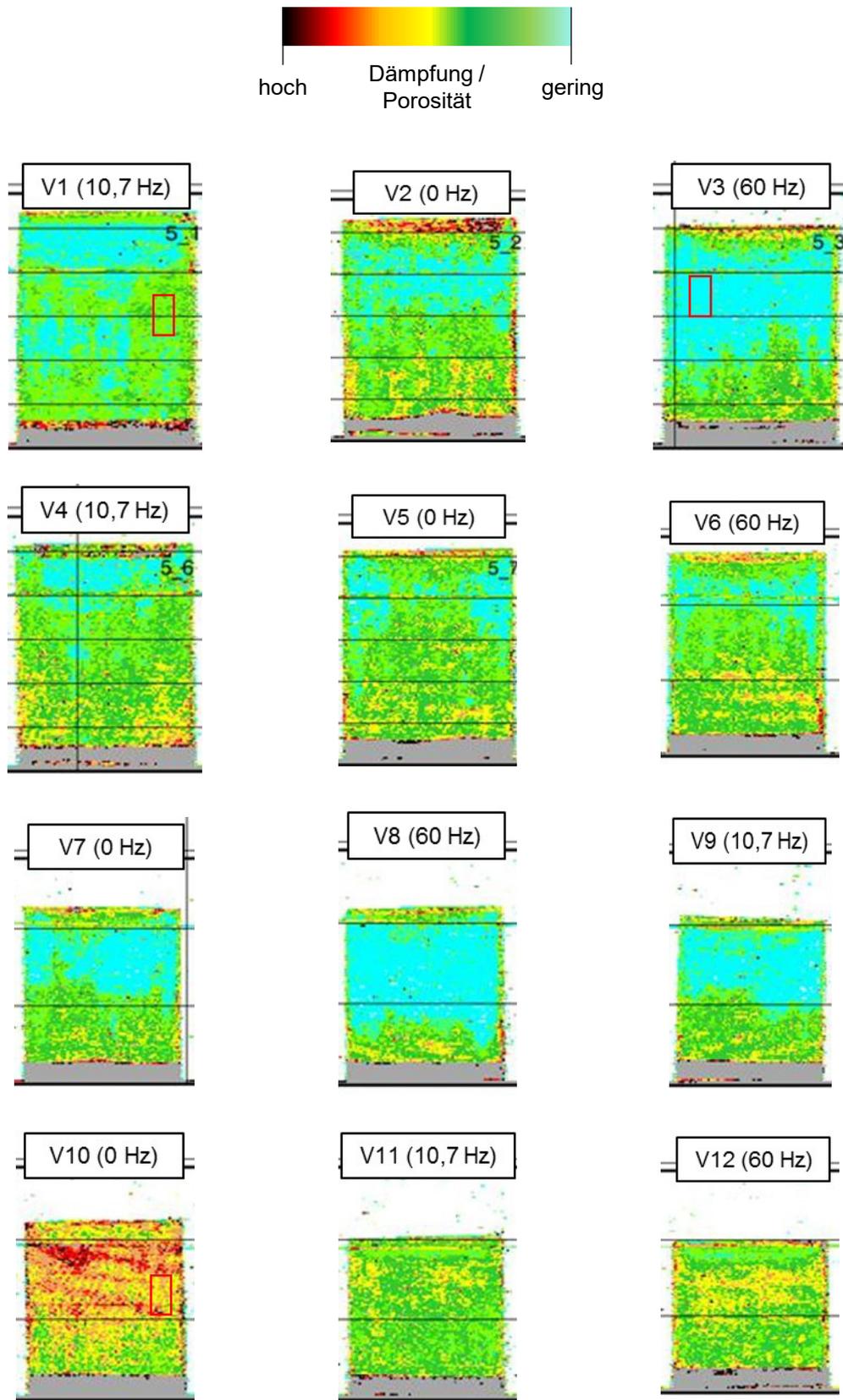


Abb. 6-6: Graphische Darstellung des im Ultraschall C-Scan ermittelten Dämpfungssignals

Tab. 6-3: Prozessgrößen der Vakuuminfusionsversuche mit nicht-entgastem Harz

VI-Epoxy	V10	V11	V12
Frequenz [Hz]	0	10,7	60
Vakuumdruck [mbar]	2,9	2,9	2,7
Harztemperatur (Versuchsbeginn) [°C]	18,4	18,8	18,2
Werkzeugtemperatur (Versuchsbeginn) [°C]	17,5	17,8	17,1
Harztemperatur (Versuchsende) [°C]	21,2	21,1	21,4
Werkzeugtemperatur (Versuchsende) [°C]	17,1	17,6	16,5

Tab. 6-4. enthält die Ergebnisse der nasschemischen Untersuchung zur Bestimmung der Faservolumen- und Porengehalte. Sie untermauern die getroffenen Aussagen bzgl. der Plattendicke (vgl. Tab. 6-2) und die Korrelation von Dämpfung und Porosität. So weist V3 eine um 0,1 mm geringere Plattendicke als V1 auf und der Faservolumengehalt von V3 ist erwartungsgemäß um 2,2 % (absolut) größer. Die Probe bei V10 wurde aus einem überwiegend gelben Bereich, bei V1 aus einem überwiegend grünen und bei V3 aus einem überwiegend hellblauen Bereich entnommen. Nach der Dämpfungsskala von Tab. 6-2 sollte die Porosität in genannter Reihenfolge abnehmen, was die Ergebnisse in Tab. 6-4 bestätigen.

Tab. 6-4: Ergebnisse der Porositätsbestimmung durch chemisches Auskochen

VI-Epoxy	V1	V3	V10
Frequenz [Hz]	10,7	60	0
Porosität [%]	3,8	2,4	4,6
V_f [%]	57,3	59,5	59,1

Zur genaueren Analyse der Wirkungsweise einer Vibrationsunterstützung auf den Porengehalt wird der gemessene Dämpfungssignalebereich linear in 256 Graustufen transformiert³ und eine Grauwertanalyse der einzelnen Versuchsplatten durchgeführt. Jede

³ Der Grauwert 0 entspricht Schwarz (hohe Dämpfung bzw. Porosität) und der Grauwert 255 entspricht Weiß (geringe Dämpfung bzw. Porosität).

Graustufe entspricht dabei einer Dämpfungsdifferenz von 0,5 dB und die 256 Graustufen werden in folgende 3 Bereiche unterteilt:

- von 0 – 50: große Dämpfung bzw. hohe Porosität,
- von 51 – 100: mittlere Dämpfung bzw. Porosität und
- von 101 – 255: geringe Dämpfung bzw. Porosität.

Für alle Versuchsplatten wird der prozentuale Anteil an Pixel mit geringer, mittlerer und hoher Porosität berechnet. Die Ergebnisse sind in nachfolgender Abbildung graphisch dargestellt.

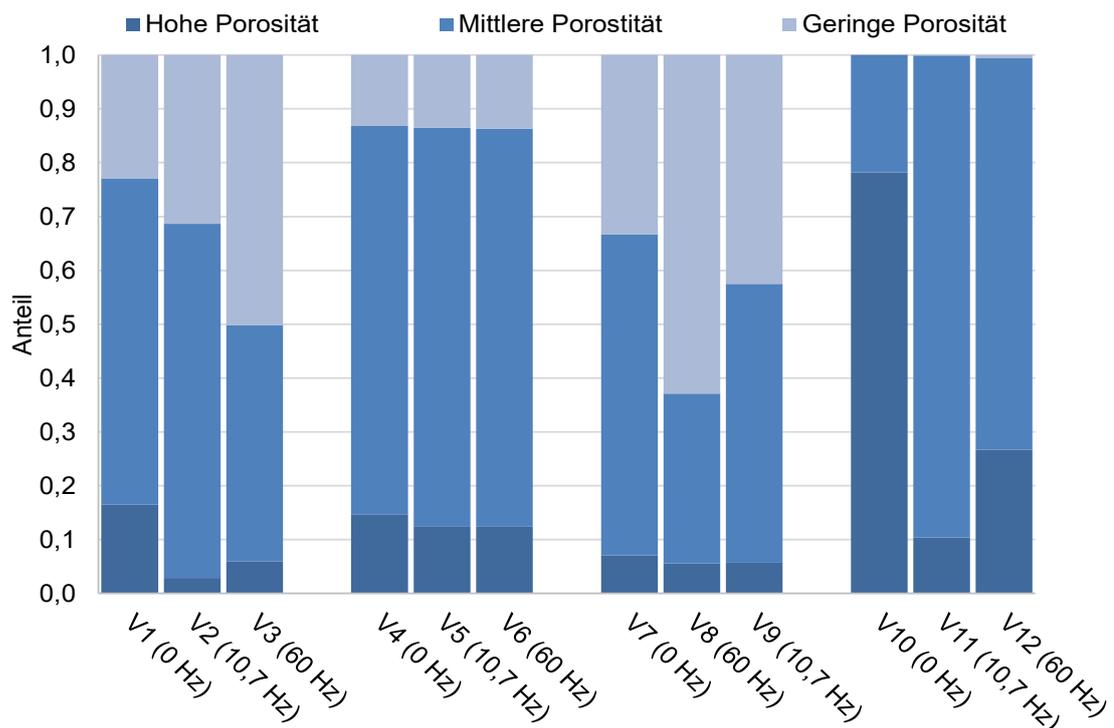


Abb. 6-7: Porenanteile der Vakuuminfusionsversuche

In Abb. 6-7 wird zunächst deutlich, dass der Porenanteil der Versuchsplatten mit nicht-entgastem Harz-Härter-Gemisch (V10 – V12) deutlich größer ist. Ein Anteil an Pixel mit geringer Dämpfung ist lediglich bei V12 erkennbar. Der größte Anteil an Pixel mit geringer Porosität ist bei V8 zu verzeichnen. Somit bestätigt diese quantitative Analyse die zuvor diskutierten qualitativen Ergebnisse. Der größte Anteil an Pixel mit geringer Porosität ist gruppenübergreifend für die Versuche mit 60 Hz Vibrationsunterstützung zu erkennen. Die Referenzversuchsplatten (0 Hz) weisen den geringsten Anteil an Pixel mit geringer Porosität und den größten Anteil an Pixel mit hoher Porosität auf. Der geringste Anteil an Pixel mit hoher Porosität ist für die Versuche mit 10,7 Hz Vibrationsunterstützung zu verzeichnen. Folglich ist es über die Wahl der Frequenz möglich die Existenz unterschiedlicher Porositätsgruppen zu beeinflussen. Hohe Frequenzen führen zu einem großen Anteil an kleinen bzw. feinverteilten Poren wohingegen geringe Frequenzen der Existenz großer Poren entgegenwirken.

Diese Beobachtung deckt sich mit den Ergebnissen der Studie von Muric-Nesic et al. [124]. Sie haben den Einfluss einer Vibrationsunterstützung auf die Herstellung endlosfaserverstärkter Vinylester-Glas-Lamine im Prepreg-Verfahren untersucht und ebenfalls festgestellt, dass lediglich bei der geringsten Frequenz (10 Hz) keine Poren der größten Kategorie mehr vorhanden waren. Außerdem hat die Anzahl an kleinen Poren mit zunehmender Frequenz abgenommen. Somit lassen sich die Erkenntnisse aus dieser Studie, ermittelt im Prepreg-Verfahren auf die vorliegende Studie mit Vakuumsackinfusion übertragen.

Einen Erklärungsansatz liefern Muric-Nesic et al. in einer weiteren Studie [125]. Als Mechanismus hinter der porenreduzierenden Wirkung einer Vibrationsunterstützung wird das geförderte Porenwachstum durch den Zusammenschluss kleiner Poren zu großen Poren beschrieben. Große Poren können aufgrund größerer Auftriebskräfte einfacher aus bereits getränkten Bereichen „herausgesaugt“ werden bzw. werden während der Tränkung vor der Fließfront hergeschoben und weniger einfach umspült und im Laminat eingeschlossen. Ferner wird in [125] eine Frequenz nahe der Eigenfrequenz des verwendeten Schwingsystems empfohlen, um möglichst porenfreie Lamine herzustellen.

Diese Empfehlung wird auf Grundlage der gezeigten Ergebnisse bekräftigt. Der größte Anteil an Gebieten mit geringer Dämpfung bzw. Porosität wurde zwar für eine Vibrationsunterstützung mit 60 Hz erzielt, jedoch ist aus bruchmechanischer Sicht die Vermeidung von großen Poren ausschlaggebend, da diese verstärkt als Rissinitiatoren wirken und letztendlich das Laminatversagen einleiten. Der Anteil an Pixel mit hoher Porosität ist auch in der vorliegenden Arbeit für die Versuche mit einer Frequenz von 10,7 Hz am geringsten.

6.3 RTM-Injektion – Vorversuche

Der Versuchsaufbau und die Ergebnisse der Vorversuche im RTM-Verfahren wurden im Rahmen der Diplomarbeit von Julian Heim [163] generiert.

Im Gegensatz zum Infusionsverfahren mit Vakuumsack ist die Bauteildicke beim RTM-Verfahren durch die Kavitätshöhe fest vorgegeben, so dass unter Vernachlässigung von Werkzeugdeformationen und schmierfilmbedingten Nestingeffekten während des gesamten Füllprozesses ein konstanter Faservolumengehalt und damit eine konstante Permeabilität vorliegt.

6.3.1 Materialien und Versuchsaufbau

Die Kavität ist durch eine 17 mm dicke untere Werkzeughälfte aus Stahl, einen 3 mm dicken Distanzrahmen, ebenfalls aus Stahl, und einer 35 mm dicken oberen Werkzeughälfte aus Polycarbonat vorgegeben (siehe Abb. 6-8). Zur Bestimmung der Fließfrontposition sind Markierungslinien mit einem Abstand von 20 mm auf der Innenseite

der Oberform angebracht. Die Kavität ist länger als der Lagenstapel, so dass ein Linienan- und -abguss resultiert. Der Faserstapel besteht aus 9 manuell auf eine Größe von 380 x 192 mm zugeschnittenen Einzellagen. Zur Vermeidung von Race-Tracking werden entlang der langen Seiten (Ketttrichtung) Silikonschnüre mit quadratischem Querschnitt (4 x 4 mm) eingelegt.

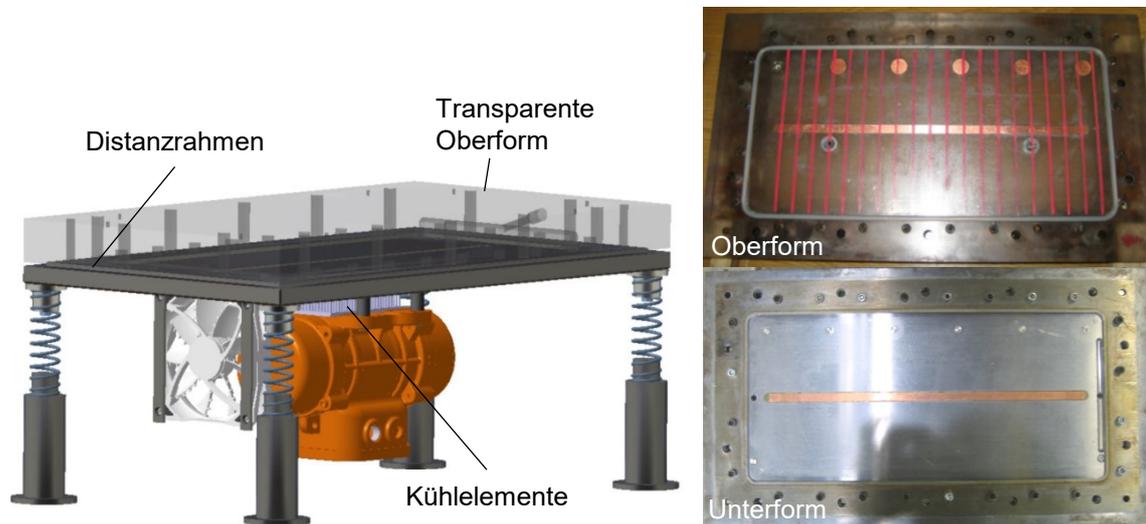


Abb. 6-8: CAD-Modell des RTM-Versuchsaufbaus (links) und Aufnahme der realen Werkzeughälften (rechts)

Der Linienanguss ist über ein Einlassventil mit dem sich in einem Drucktopf befindenden Harzreservoir verbunden. Ein Druckregler (AirCom Präzisionsdruckregler 10262 H) ermöglicht die Einstellung des Injektionsdrucks und ein Drucksensor (HBM 1-P3IC/50BAR) überwacht den Injektionsdruckverlauf. Der Fließfrontverlauf wird mit einer Webcam (Logitech Quickcam Pro 9000) mit einer Auflösung von 640x480 Pixel aufgenommen.

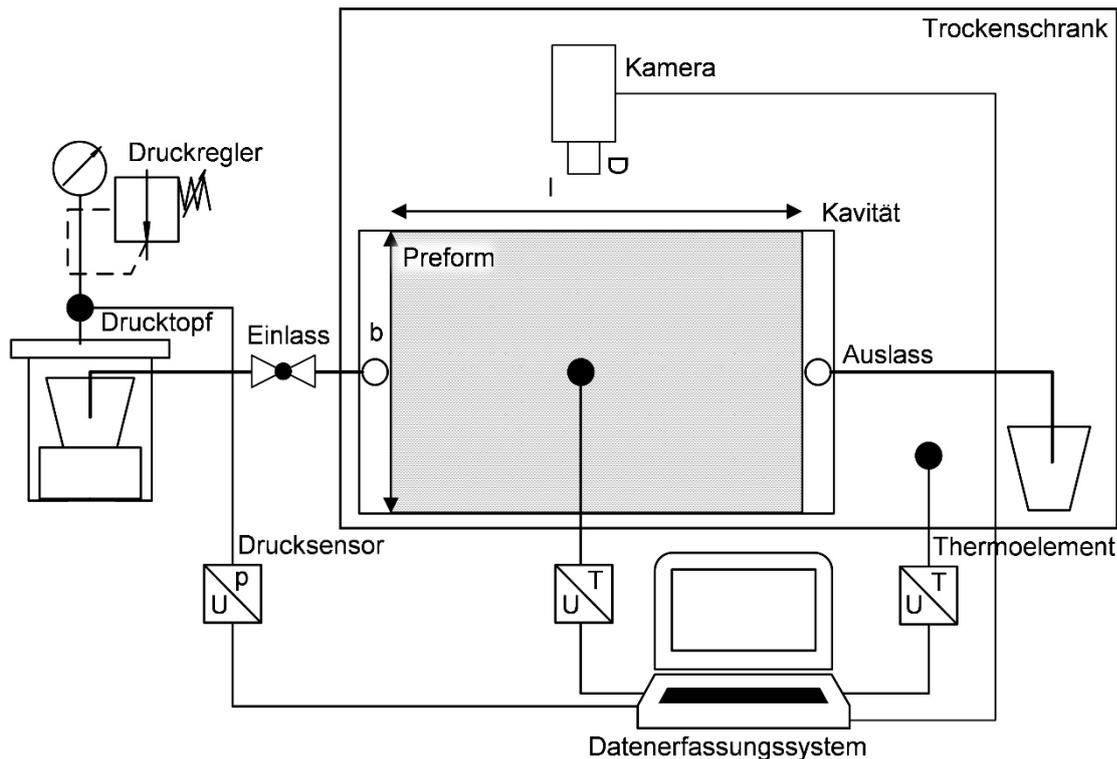


Abb. 6-9: Prinzipskizze des Versuchsaufbaus der ungesättigten RTM-Vorversuche (Version 1)

Um den Einfluss einer schwankenden Umgebungstemperatur auf den Fließfrontfortschritt zu minimieren, wird der gesamte Versuchsaufbau in einem Trockenschrank (Vötsch VTL 100) platziert. Die Temperatur im Trockenschrank und an der unteren Werkzeughälfte wird mit Thermoelementen überwacht. Alle Sensorwerte werden über einen Messverstärker (HBM QuantumMX840A) erfasst. Die Vibrationseinheit besteht aus dem Vibrationsmotor und Frequenzumrichter, wie sie bereits von den Vakuuminfusionsversuchen bekannt sind sowie vier Sprungfedern. Die Oszillationsrichtungen sind senkrecht zur Fließrichtung. Für eine verbesserte Abfuhr der Motorwärme werden zusätzlich zylindrische Kühlelemente (Stiftkühlkörper ICK S 50 x 50 x 25) mit Wärmeleitkleber auf den Motor geklebt. Die Kühleinheit, bestehend aus Lüfter und Kühlelementen, begrenzt die Temperaturerhöhung der unteren Werkzeughälfte aufgrund der Motorabwärme rechnerisch auf maximal $0,22\text{ °C}$ [163].

6.3.2 Versuchsparemeter und Durchführung

Fokus der Injektionsversuche im RTM-Verfahren ist die Untersuchung von Auswirkungen einer Vibrationsunterstützung auf die Fließgeschwindigkeit bei konstantem Injektionsdruck. Um den Einfluss der Grundscherate auf den erwarteten Effekt einer Flussteigerung herauszufinden, werden Versuche bei 2 und 3 bar Injektionsdruck durchgeführt. Die Lagenanzahl wurde in der Diplomarbeit von Heim [163] zwischen 7 und 9 Lagen variiert, es wird jedoch lediglich auf die Versuchsergebnisse mit 9 Lagen eingegangen. Bei den Versuchen mit 7 Lagen konnten keine reproduzierbaren Ver-

suchsergebnisse generiert werden, da es zu Faserverschiebungen kam. Neben den statischen Versuchen werden Versuche bei Frequenzen von 10,7 und 60 Hz durchgeführt. Um den möglichen Einfluss sowohl der Frequenz als auch der Amplitude des Schwingsystems auf die erwartete Flusssteigerung aufzuzeigen, werden Sprungfedern mit deutlich unterschiedlicher Federsteifigkeit (74,8 und 230,5 N/mm, vgl. Tab. 6-1) eingesetzt. Die Versuchstemperatur beträgt 30 °C.

Zur Identifikation der Haupteinflussgrößen kommt ein fraktionell faktorieller Versuchsplan mit einer Auflösung der Stufe 3 zum Einsatz. Die Haupteffekte und Wechselwirkungen sind damit nicht eindeutig voneinander zu trennen [164, 165]. Das Ziel besteht jedoch zunächst darin, überhaupt eine Flusssteigerung nachzuweisen. Ist dies der Fall, kann mit zusätzlichen Versuchen die Auflösung des Versuchsplans erhöht werden. Die Parameterkonfigurationen sowie die Versuchsreihenfolge kann nachfolgender Tabelle entnommen werden.

Tab. 6-5: Parameterkonfiguration und Versuchsreihenfolge der RTM-Vorversuche

Versuchsbezeichnung	P_{inj} [bar]	k_{res} [N/mm]	f [Hz]
RTM-1-unges_V1	3	230	10,7
RTM-1-unges_V2	2	230	60
RTM-1-unges_V3	3	---	0
RTM-1-unges_V4	3	75	60
RTM-1-unges_V5	3	230	10,7
RTM-1-unges_V6	3	75	60
RTM-1-unges_V7	2	75	10,7
RTM-1-unges_V8	2	---	0
RTM-1-unges_V9	2	230	60
RTM-1-unges_V10	2	75	10,7

Die manuell zugeschnittenen Lagenpakete werden vor dem Einlegen ins Werkzeug gewogen. Für eine exakte Positionierung der Lagen wird eine Anschlagleiste verwendet. Dies ist zwingend erforderlich, damit die Markierungslinien (vgl. Abb. 6-8) der Oberform bei jedem Versuch den gleichen Abstand zum Beginn des Lagenpaketes haben. Nur so können die Ankunftszeiten der Fließfront direkt miteinander verglichen werden. Nach dem Einlegen der Einzellagen und der quadratischen Profilschnüre wird die Oberform aufgesetzt. Um beim Schließen des Werkzeuges die Lagen nicht zu ver-

schieben, werden seitlich Führungsleisten angebracht, so dass die Bohrungen der oberen konzentrisch zu denen der unteren Werkzeughälfte sind. Die Werkzeughälften werden unter Verwendung eines Drehmomentschlüssels (35 Nm) miteinander verschraubt. Abschließend wird ein 2 m langer Teflonschlauch mit einem Innendurchmesser von 6 mm angebracht und der Versuchsaufbau wird im Trockenschrank für mindestens 45 Minuten vorgeheizt. Die erforderliche minimale Aufheizzeit wurde in Vorversuchen mittels Thermoelement, das über die Abgussbohrung ins Innere der Kavität geführt wurde, ermittelt. Abb. 6-10 zeigt die RTM-Form und das verwendete Schwingsystem.

15 Minuten vor Versuchsbeginn werden ca. 430 g Harz und Härter gemäß dem Mischungsverhältnis nach Datenblatt (siehe Anhang c) manuell angemischt. Die beiden Komponenten werden in einem Pappbecher mit einem Holzspatel verrührt, bis eine homogene und Schlieren freie Masse vorliegt. Anschließend wird der Becher im sich außerhalb des Ofens befindlichen Drucktopf positioniert.



Abb. 6-10: Versuchsaufbau RTM-Injektion für ungesättigte Messungen bei 30 °C

Der Vibrationsmotor wird 5 Minuten vor Versuchsbeginn gestartet. Anschließend wird der Druck im Drucktopf über den verwendeten Druckminderer und den Drucksensor eingestellt. 15 Minuten nach dem Anmischzeitpunkt des Harz-Härter-Gemisches wird das Einlassventil geöffnet. Die Einhaltung dieser Wartezeit ist dringend erforderlich, um während der Infiltration einen möglichst gleichen Viskositätsverlauf für alle Versuche zu gewährleisten. Abb. 6-11 zeigt eine Momentaufnahme von jedem der durchgeführten Versuche, welche den für den jeweiligen Versuch charakteristischen Fließfrontverlauf wiedergibt. Ca. 3000 s nach Öffnen des Einlassventils wird der Versuch beendet.



Abb. 6-11: Momentaufnahmen der Füllvorgänge aus der RTM-Vorversuchsreihe

6.3.3 Ergebnisse und Diskussion

Die im Rahmen der Diplomarbeit von Heim [163] erzeugten Videos zum Füllverhalten des RTM-Plattenwerkzeugs mit Vibrationsunterstützung werden für die vorliegende Arbeit erneut ausgewertet. Damit ergeben sich geringe Abweichungen in den Ergebnissen, die grundsätzlichen Beobachtungen stimmen in beiden Arbeiten jedoch überein.

Wie schon bei den Vakuuminfusionsversuchen, wird auch bei den RTM-Injektionsversuchen das konservative Kriterium der langsamsten Fließfrontposition für die Bestimmung des Fließfrontfortschrittes angewandt. Die Ergebnisse sind in nachfolgendem Diagramm dargestellt.

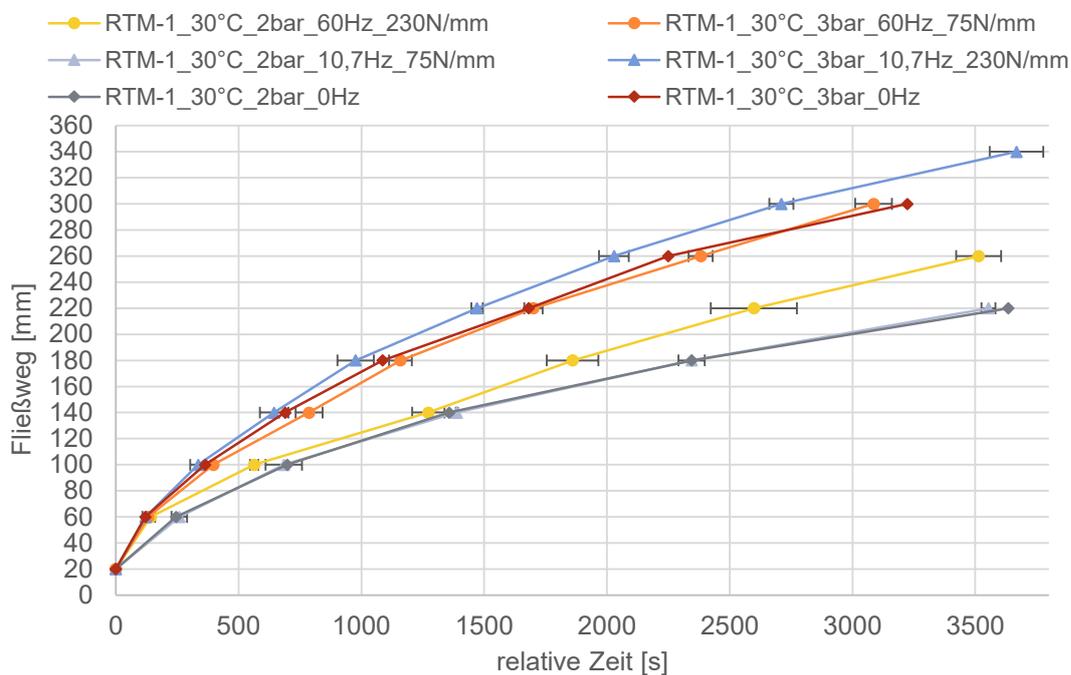


Abb. 6-12: Fließfrontpositionen der RTM-Vorversuche

Startzeitpunkt der relativen Zeit ist jener, bei der die Fließfrontposition die erste Markierung (2 cm Abstand zum Beginn des Lagenpaketes) erreicht. Die eingetragenen Fehlerbalken repräsentieren die Standardabweichung.

Die relativen Zeiten in Abb. 6-12 beziehen sich auf jenen Zeitpunkt, bei dem die Fließfrontposition die erste Markierung erreicht. Dies ist erforderlich, da im Video von Versuch RTM-1_V9 der vorderste Bereich des Lagenpaketes nicht zu erkennen ist. Zunächst ist in Abb. 6-12 der Unterschied zwischen den Versuchen mit 2 bar Injektionsdruck und den Versuchen mit 3 bar Injektionsdruck zu erkennen. Die Versuche mit höherem Injektionsdruck erreichen, wie zu erwarten, die Markierungslinien deutlich früher, so dass deren Kurvenverläufe eine höhere Steigung (Fließgeschwindigkeit) aufweisen.

Für beide Druckstufen ist eine Kurve zu erkennen, die deutlich oberhalb der anderen beiden verläuft und somit eine höhere Fließgeschwindigkeit aufweist. In beiden Fällen handelt es sich um Versuche mit Vibrationsunterstützung und dem steiferen Federsatz. Die Frequenzen sind jedoch verschieden: bei den Versuchen mit 2 bar Injektionsdruck ist die Konfiguration mit einer Frequenz von 60 Hz die schnellste und bei den Versuchen mit 3 bar Injektionsdruck die Konfiguration mit 10,7 Hz. Die jeweils anderen Parameterkonfigurationen mit Vibrationsunterstützung zeigen keine Abweichung von der Referenzkurve (0 Hz).

Auffällig ist, dass jeweils die Konfigurationen mit dem steiferen Federsatz zu einer schnelleren Füllung führen. Die weicheren Federn unterscheiden sich nicht nur durch ihre Federsteifigkeit, sondern auch durch ihre Länge. Vergleicht man die Oszillationsbewegungen der beiden Schwindsysteme RTM-1.1 und RTM-1.2 so fällt auf, dass es bei Verwendung des weicheren Federsatzes vor allem zu einer Drehbewegung der RTM-Form in Werkzeugebene kommt als zu Oszillationsbewegungen senkrecht zur Fließrichtung. Es wird deshalb vermutet, dass aus diesem Grund keine zusätzlichen Scherraten eingekoppelt werden konnten. Für weitere Versuche wird empfohlen Sprungfedern mit gleicher, möglichst kurzer Länge zu verwenden.

Die Effektstärke, berechnet aus der Zeitdifferenz zwischen der Referenzkurve und der Kurve mit schnellerem Fließfrontfortschritt nimmt mit zunehmender Versuchsdauer zu, was auf den Verlauf der Potenzfunktion zurückzuführen ist. Zieht man zur Bemessung der Effektstärke die letzte von allen Versuchen erreichte Markierung heran (Linie 11), so ergibt sich für die 3 bar Versuche ein Wert von 15,9 % und für die 2 bar Versuche ein Wert von 28,5 %. Zieht man zur Berechnung der Effektstärke die Fließfrontpositionen bei gegebener Infiltrationszeit heran, belaufen sich die durch die Vibrationsunterstützung hervorgerufenen Unterschiede auf deutlich geringere Werte. Nach 3000 s beträgt die Fließfrontpositionsdifferenz ca. 2 cm (6,7 %) bei 3 bar Injektionsdruck und nach 3500 s ca. 4 cm (18,1%) bei 2 bar Injektionsdruck. Hinsichtlich praktischer Anwendungen, bei denen ein vorgegebener Fließweg in möglichst kurzer Zeit zurückzulegen ist, ist die Bemessung der Effektstärke anhand der Zeitdifferenzen die sinnvollere Variante.

In der Diplomarbeit von Heim [163] wurden zusätzlich eine Residuen- und Signifikanzanalyse anhand der Fließfrontankunftszeiten an Markierung 11 durchgeführt. Erstere bestätigt eine Normalverteilung der Versuchsergebnisse und es kann keine Abhängigkeit zwischen den Versuchsergebnissen und der Versuchsreihenfolge erkannt werden. Für die Signifikanzanalyse wurde ein Signifikanzniveau von 95 % gewählt (p -Wert = 0,05). Alle untersuchten Faktoren (Injektionsdruck, Federsteifigkeit und Frequenz) haben signifikanten Einfluss auf den Fließfrontfortschritt. Genauere Aussagen können aufgrund der gewählten Auflösung des Versuchsplans jedoch nicht getroffen werden, weshalb ergänzende Versuche mit identischem Versuchsaufbau in einer weiteren Studienarbeit durchgeführt wurden [166]. Im Rahmen dieser Arbeit ist es jedoch nicht gelungen, den flussfördernden Effekt der Vibrationsunterstützung zu reproduzie-

ren. Außerdem wurden unkontrollierbare Veränderungen am Versuchsaufbau festgestellt (u. a. Variation der Versuchsplattendicke von $\pm 0,3$ mm), so dass generell keine reproduzierbaren Versuchsergebnisse mehr erzeugt werden konnten. Die Konsequenz war eine Überarbeitung des Versuchsaufbaus und die Umstellung der Messmethode von ungesättigtem auf gesättigten Fluss.

6.4 RTM-Injektion – gesättigter Fluss

Ziel der gesättigten RTM-Versuche ist es, den Einfluss der Vibrationsunterstützung hinsichtlich einer flusssteigernden Wirkung möglichst ohne Störeinflüsse wie unterschiedliche Permeabilitäten als Folge von gleichen aber nicht identischen Lagenaufbauten, unterschiedliche Viskositätsentwicklungen von Harz-Härter-Mischungen aufgrund abweichender Umgebungstemperaturen und variierende Werkzeugtemperaturen zu untersuchen [167]. Dazu wird der Massenstrom alternierend für definierte Zeitabschnitte mit und ohne Vibrationsunterstützung mittels der im Drucktopf integrierten Waage erfasst. Auf die Verwendung realer Harzsysteme soll trotz der damit einhergehenden aushärtebedingten Viskositätszunahme (vgl. Kapitel 5.3) nicht verzichtet werden, da das Ziel der Arbeit der Nachweis für die Wirksamkeit einer Vibrationsunterstützung in HIP unter Verwendung realer Materialien ist. Die Durchführung der Versuche bei Raumtemperatur und die Verwendung eines langsam härtenden Epoxidharzsystems ermöglichen eine ausreichende Versuchsdauer und reduzieren diesen Störeinfluss auf ein Minimum.

6.4.1 Materialien und Versuchsaufbau

Der Versuchsaufbau für die Durchführung der gesättigten Infiltrationsversuche mit Vibrationsunterstützung ist, bis auf die Vibrations- und Kühleinheit, identisch zu den gesättigten Infiltrationsversuchen (vgl. Kapitel 5.1). Zur Untersuchung des Einflusses der Schwingungsamplitude auf die Durchflussrate können ein zusätzlicher Vibrationsmotor und Lüfter an die untere Werkzeughälfte montiert werden (vgl. Abb. 5-5 oben rechts). Außerdem können beide Motoren mit ihrer Drehachse senkrecht und parallel zur Fließrichtung des Harzes montiert werden, um den Einfluss der vom Motor erzeugten horizontalen Oszillationsbewegung zu untersuchen.

6.4.2 Versuchsparameter und Durchführung

Die gesättigten RTM-Injektionsversuche werden ausschließlich bei Raumtemperatur (20 – 23 °C) durchgeführt. Als Sprungfedern kommen, aufbauend auf den Erkenntnissen der RTM-Vorversuche (vgl. Kapitel 6.3.3) ausschließlich die steiferen mit einer resultierenden Federsteifigkeit von 230 N/mm zum Einsatz. Der Einfluss der Schwingungsamplitude auf die Erzeugung von zusätzlichen Scherraten wird durch die Verwendung eines zweiten Vibrationsmotor und damit einer Verdopplung der Unwucht (Schwingsystem RTM-3) untersucht. Die Motoren können mit Drehrichtung parallel

(\parallel) und senkrecht (\perp) zur Fließrichtung montiert werden. Neben einer Frequenz von 0 Hz für die Referenzversuche werden die Massenströme bei 9,1 und 60 Hz bestimmt. Die Wahl der Injektionsdrücke basiert ebenfalls auf den Erkenntnissen der RTM-Vorversuche. So werden Druckgradienten gewählt, bei denen bereits eine flusssteigernde Wirkung beobachtet wurde ([163]). Außerdem wird der Einfluss der Lagenanzahl untersucht. Die Lagenaufbauten bestehen aus 7, 8 und 9 Lagen. In nachfolgender Tabelle sind die Parameter der durchgeführten Versuche aufgeführt.

Tab. 6-6: Parameterkonfigurationen der gesättigten RTM-Versuche mit Vibrationsunterstützung

Versuchsbezeichnung	Lagenanzahl	p_{inj} [bar]	f [Hz]	Oszillations- richtung
RTM-2-ges_V1	9	1,0	60	\perp
RTM-2-ges_V2	7	0,5; 0,6	60	\perp
RTM-2-ges_V3	8	1,0; 0,5	60; 10	\perp
RTM-2-ges_V4	8	1,0; 0,5	60; 10	\parallel
RTM-2-ges_V5	7	0,5; 0,3	60; 10	\parallel
RTM-3-ges_V1	9	1,0	60; 9,1	\parallel
RTM-3-ges_V2	9	0,5; 0,25	60; 9,1	\parallel

Entscheidungsgrundlage für die Wahl der Parameterkonfigurationen sind die Erkenntnisse aus den RTM-Vorversuchen, die Erkenntnisse aus der Simulationen zur Ermittlung der Grundscherate und Empfehlungen aus der Literatur [108]. Folglich wird mit einer steigenden Effektstärke bei geringer Grundscherate (geringer Injektionsdruck, hoher Faservolumengehalt, hohe Viskosität), hoher Frequenz und hoher Amplitude sowie longitudinaler Wandvibration gerechnet.

Der Versuchsablauf ist bis zum Erreichen des Sättigungszustandes mit Ausnahme der angemischten Harz-Härter-Masse (ca. 560 g) und des Injektionsdrucks zur Herbeiführung des Sättigungszustandes identisch mit dem beschriebenen Vorgehen aus Kapitel 5.2. Eine Anpassung des Sättigungsdruckes ist zur Vermeidung von Faserverschiebungen notwendig: bei 9 Lagen beträgt er 4 bar, bei 8 Lagen 1 bar und bei 7 Lagen 0,5 bar. Außerdem wird der Versuchsaufbau bereits während der Sättigungsphase alternierend für eine Zeitspanne von 100 s mit Vibrationen beaufschlagt.

6.4.3 Ergebnisse und Diskussion

Abb. 6-13 zeigt, stellvertretend für alle anderen Versuche, den Verlauf des Massenstroms während der Sättigungsphase des Versuchs mit 7 Lagen, 60 Hz, Schwingsysteme RTM-2 und Vibrationen in Fließrichtung. Ein Einfluss der Vibrationsunterstützung ist nicht zu erkennen. Der Massenstrom nimmt mit zunehmender Zeit stetig ab. Die regelmäßig auftretenden starken Abweichungen sind nach Aussage des Herstellers des Messverstärkers auf die geringe Messfrequenz von 1 Hz zurückzuführen.

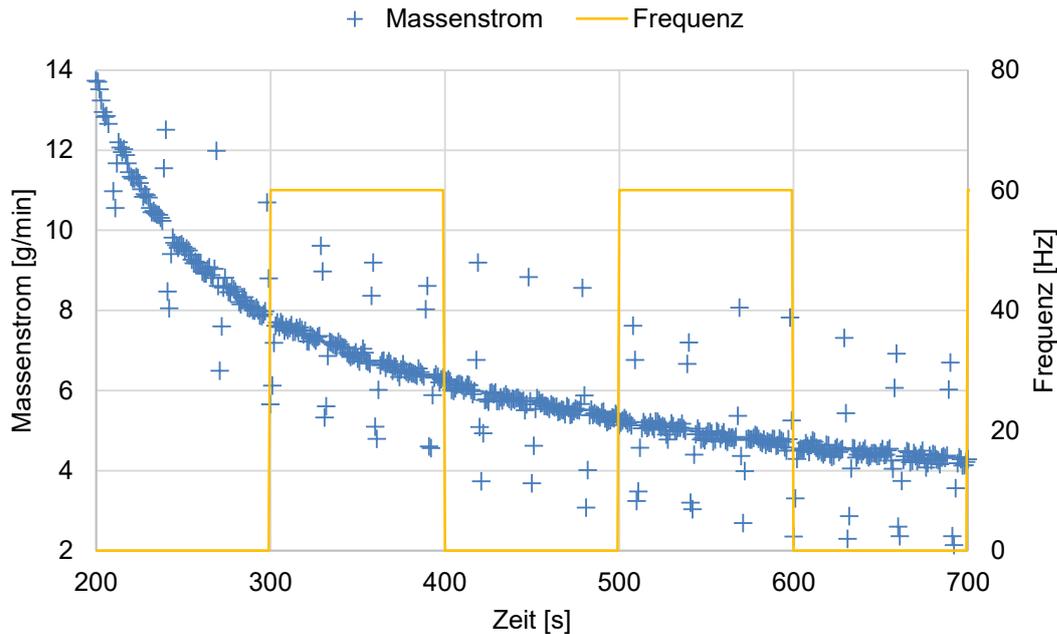


Abb. 6-13: Massenstromverlauf und Vibrationshistorie des Versuchs RTM-2-ges-V2 während der Sättigungsphase

Es konnte für keine der untersuchten Parameterkonfigurationen ein Einfluss der Vibrationsunterstützung während der Sättigungsphase gemessen werden.

Ebenfalls kein Einfluss konnte während der sich anschließenden gesättigten Versuchsphase von RTM-2-ges-V2 mit 0,5 bar Injektionsdruck festgestellt werden. Der Massenstromverlauf ist in Abb. 6-14 dargestellt. Die geringe Abnahme im Massenstrom wird auf die fortschreitende Vernetzung und somit die zunehmende Viskosität zurückgeführt.

Im Anschluss an die gesättigte Versuchsphase bei $p_{inj} = 0,5$ bar wird der Injektionsdruck auf 0,6 bar erhöht. Wie in Abb. 6-15 ersichtlich, zeigt sich ein zunehmender Massenstrom bei einer Vibrationsunterstützung mit 60 Hz. Der Massenstrom steigt unmittelbar nach Zuschalten der Vibrationsunterstützung um ca. 12 % an und fällt nach Abschalten des Vibrationsmotors wieder auf den Ausgangswert zurück.

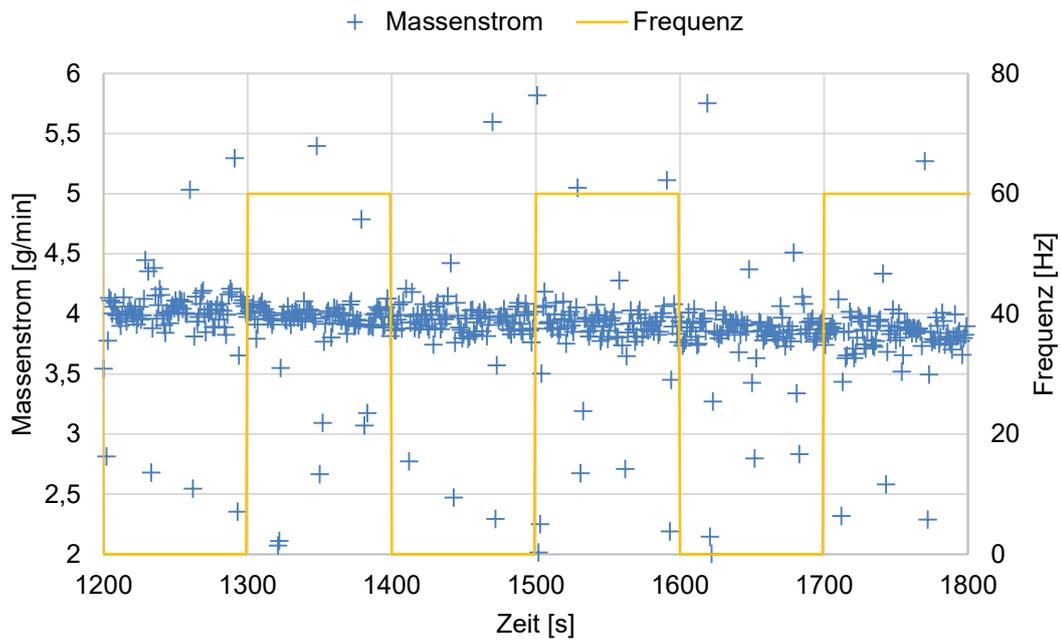


Abb. 6-14: Massenstromverlauf und Vibrationshistorie von RTM-2-ges-V2 bei $p_{inj} = 0,5$ bar

Dieser Effekt ist jedoch auf eine Verschiebung des Lagenpaketes zurückzuführen, wie in Abb. 6-16 anhand der ersichtlichen Anzahl der durch die spanende Bearbeitung entstandenen Bahnen auf der unteren Werkzeughälfte erkennbar wird und nicht auf die Einkopplung zusätzlicher Scherraten und somit eine verringerte Viskosität.

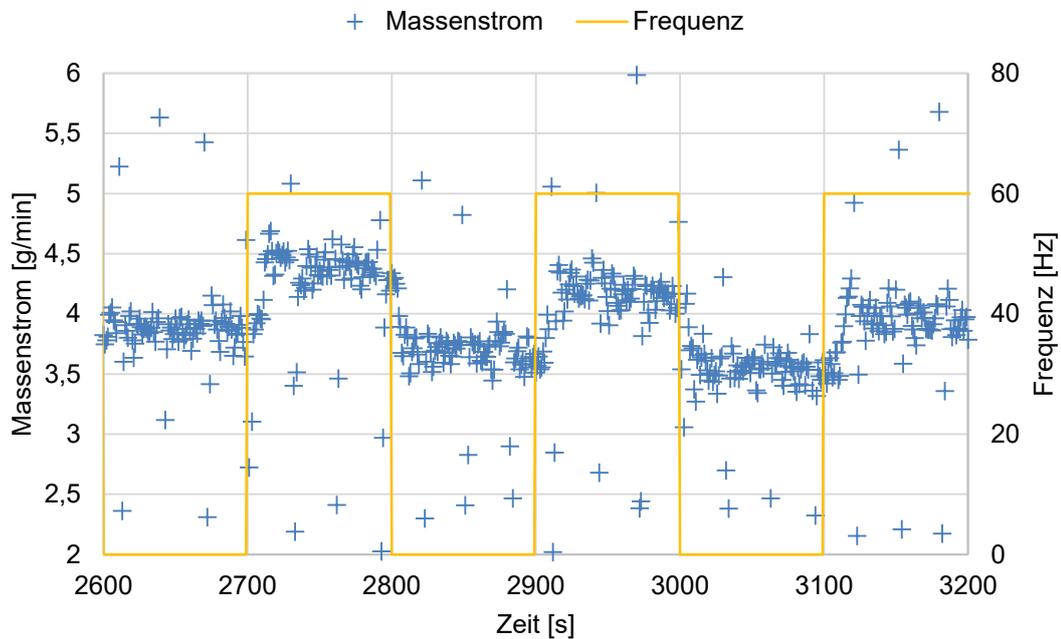


Abb. 6-15: Massenstromverlauf von RTM-2-ges-V2 bei $p_{inj} = 0,6$ bar und $f = 60$ Hz

Die Verschiebung des Lagenpaketes vergrößert das Volumen des Reinharzbereichs im Angusskanal, welches direkt mit Harz aus dem Drucktopf aufgefüllt wird und eine unmittelbare Zunahme im Massenstrom hervorruft.

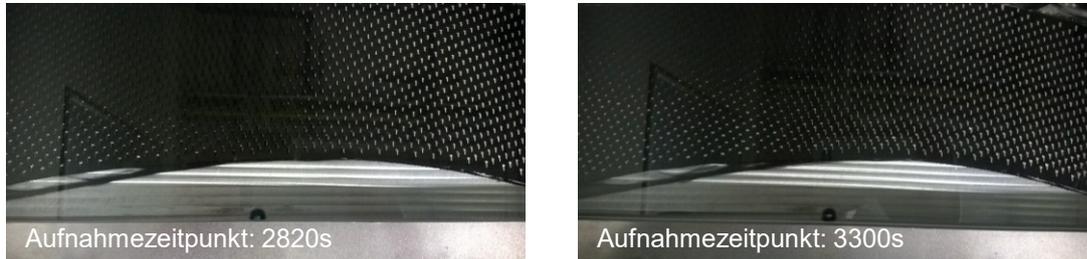


Abb. 6-16: Visualisierung der Faserverschiebungen im Versuch RTM-2-ges-V2

Dieses Ergebnis bestätigt den bereits in den Vakuuminfusionsversuchen festgestellten Effekt einer Vibrationsunterstützung auf das Nestingverhalten. Die hervorgerufene Materialverdichtung bei konstanter Dicke des Lagenaufbaus hat verringerte Kompaktierungskräfte zur Folge. Die Reibungskräfte zwischen Werkzeugoberfläche und Preform nehmen darauf hin ab, so dass es bereits bei geringeren Injektionsdrücken bzw. Fließgeschwindigkeiten zu Faserverschiebungen kommt.

An die Phase mit 60 Hz Vibrationsunterstützung schließt sich eine Phase mit 10 Hz bei ebenfalls 0,6 bar Injektionsdruck. Eine Zunahme im Massenstrom ist dabei, wie in Abb. 6-17 zu sehen, nicht mehr festzustellen, was die Effektivität einer Vibrationsunterstützung auf die Materialkompaktierung bei 60 Hz (vgl. Kapitel 6.2.3) weiter bekräftigt.

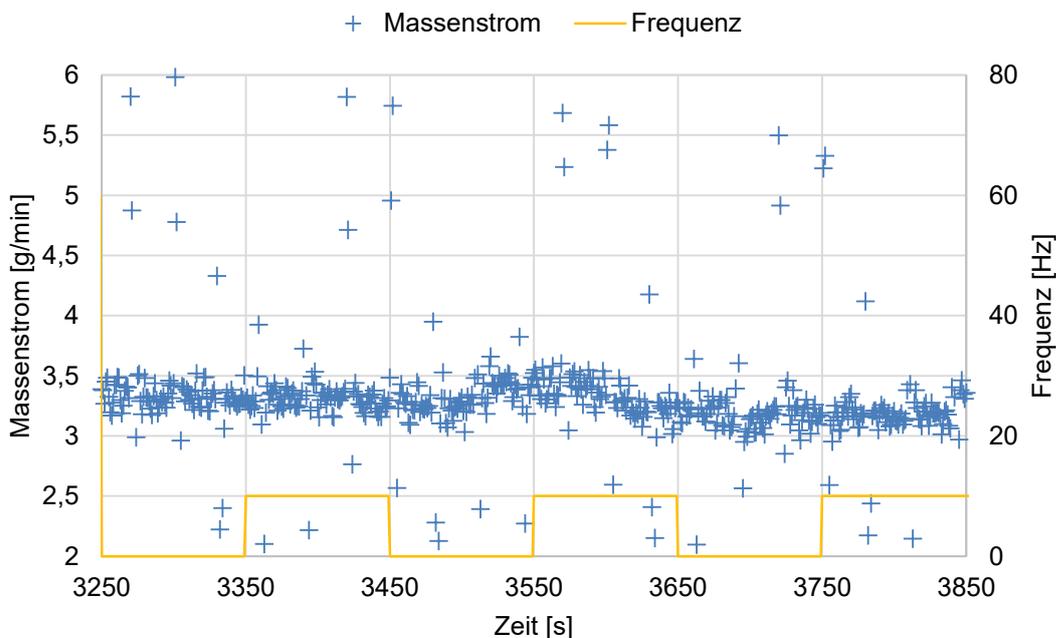


Abb. 6-17: Massenstromverlauf von RTM-2-ges-V2 bei $p_{inj} = 0,6$ bar und $f = 10$ Hz

Die Ergebnisse der aussichtsreichsten Parameterkonfiguration – größte Lagenanzahl, geringster Injektionsdruck und größte Amplitude bei longitudinaler Wandvibration – sind in Abb. 6-18 dargestellt.

Gezeigt sind die mittleren Massenströme der Messbereiche. Eine Periode beschreibt zwei direkt aufeinanderfolgende Messbereiche ohne und mit Vibrationsunterstützung. Somit muss für den Nachweis eines flusssteigernden Effektes, die Effektstärke die flussmindernde Wirkung einer zunehmenden Viskosität übersteigen.

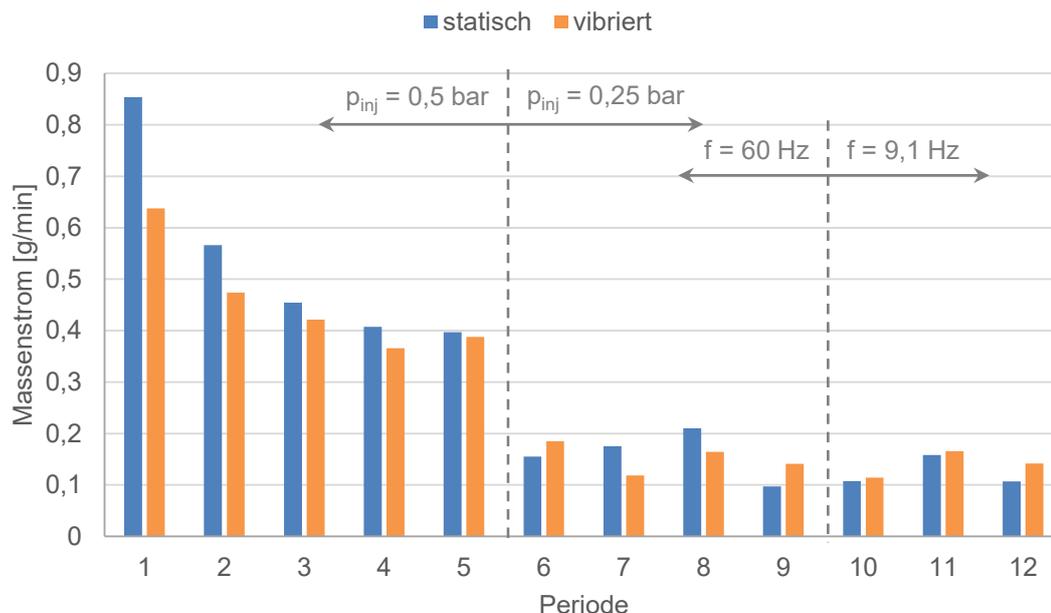


Abb. 6-18: Mittlere Massenstromverhältnisse von Versuch RTM-3-ges-V2

Wie in Abb. 6-18 zu erkennen, ist dies lediglich ab Periode 9 und damit 3050 s nach dem Anmischzeitpunkt wiederholbar der Fall. Bei den vorausgehenden Perioden ist, mit Ausnahme von Periode 6, ein kontinuierlich abnehmender Massenstrom zu verzeichnen. Die starke Abnahme in Periode 1 – 3 ist auf den erhöhten Sättigungsdruck von 4 bar zurückzuführen. Erst ab Periode 4 liegen konstante Druckverhältnisse vor. Periode 7 und 8 deuten auf eine flussmindernde Wirkung der Vibrationsunterstützung hin.

Die verbleibenden Parameterkonfigurationen aus Tab. 6-6 zeigen keinen Effekt durch die applizierte Vibrationsunterstützung. Als weiteres Beispiel sind nachfolgend noch die mittleren Massenströme des Versuchs RTM-3-ges-V1 in Abb. 6-19 dargestellt.

Der im Rahmen der RTM-Vorversuche beobachtete schnellere Fluss kann somit anhand der Ergebnisse der gesättigten RTM-Versuche nicht bestätigt werden. Bei Letzteren kann ein vibrationsbedingter überhöhter Fluss erst nach 3050 s und bei einem deutlich geringeren Druckgradienten von 2,5 bar/m verzeichnet werden. Selbst wenn sich dieser Effekt als reproduzierbar herausstellen sollte, fällt er deutlich zu gering aus, als

dass er gewinnbringend für eine technische Anwendung wäre. Gleichzeitig wurden im selben Versuch neben flusssteigernden auch flussreduzierende Perioden gemessen.

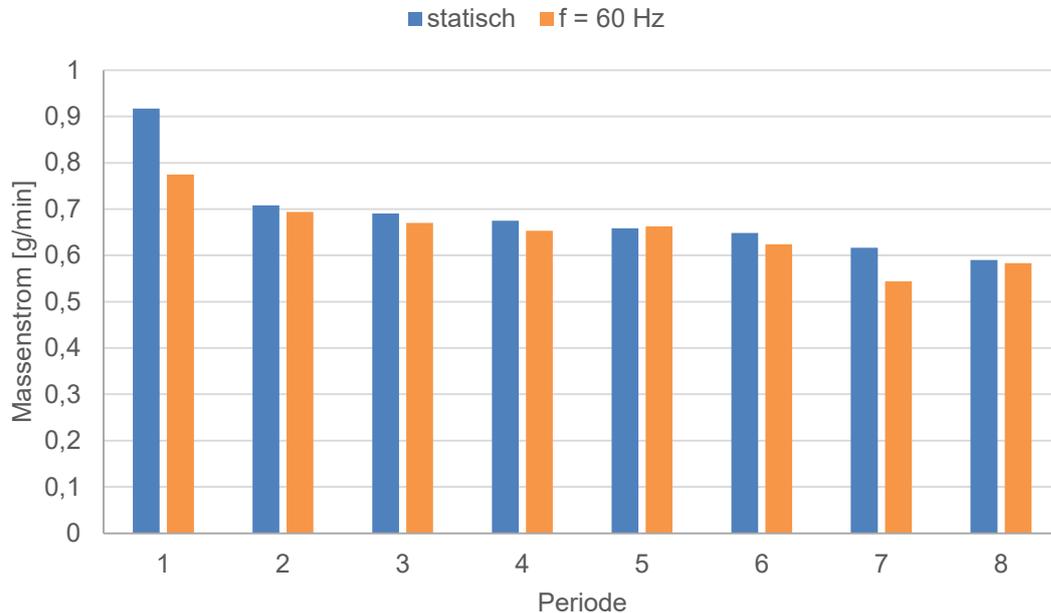


Abb. 6-19: Mittlere Massenstromverhältnisse von Versuch RTM-3-ges-V1

6.5 RTM-Injektion – ungesättigter Fluss

Da die flusssteigernde Wirkung einer Vibrationsunterstützung anhand ungesättigter Infiltrationsversuche bereits mit statistischer Signifikanz nachgewiesen wurde (vgl. Kapitel 6.3.3), wird diese Methode gegenüber einer Wiederholung des gesättigten Infiltrationsversuchs RTM-3-ges-V2 bevorzugt. Diese Wiederholung der RTM-Vorversuche erfolgt bei Raumtemperatur und mit automatisierten, softwarebasierten Auswertemethoden.

6.5.1 Materialien und Versuchsaufbau

Das Prinzip der ungesättigten RTM-Injektionen entspricht dem der Vorversuche aus Kapitel 6.3. Die Versuchsaufbauten unterscheiden sich lediglich in der Verwendung eines Kraftsensors (HBM S2M/20N), der als Waage zur Ermittlung des Massenstroms im Drucktopf platziert wird (siehe Abb. 6-20). Somit steht neben der bisherigen Methode der optischen Fließfrontfortschrittsmessung eine weitere Methode für den Nachweis einer potentiellen vibrationsbedingten Flusssteigerung zur Verfügung. Außerdem kommt eine im Rahmen einer Semesterarbeit entwickelte Software zur automatisierten Fließfrontanalyse zum Einsatz [168]. Sie basiert auf der Grauwertänderung eines Bildpunktes bei Ankunft der Fließfront und ermöglicht eine reproduzierbare Auswertung der Füllversuche.

Die Versuche werden bei Raumtemperatur durchgeführt. Im Gegensatz zu den Vakuuminfusionsversuchen befindet sich der Versuchsaufbau in einem temperierten Laborraum. Außerdem wird die 17 mm dicke gegen eine 30 mm dicke Unterform aus Stahl ausgetauscht, um deren Steifigkeit zu erhöhen und somit mögliche, vom Vibrationsmotor verursachte Deformationen der Kavität als Störgröße auszuschließen. Die Oberform aus Polycarbonat wird aus dem gleichen Grund und aus Gründen einer verbesserten Sichtbarkeit der Fließfront mit einer 45 mm dicken Platte aus Borosilikatglas ersetzt. Außerdem werden die Einzellagen mit einem CNC-Cutter zugeschnitten.

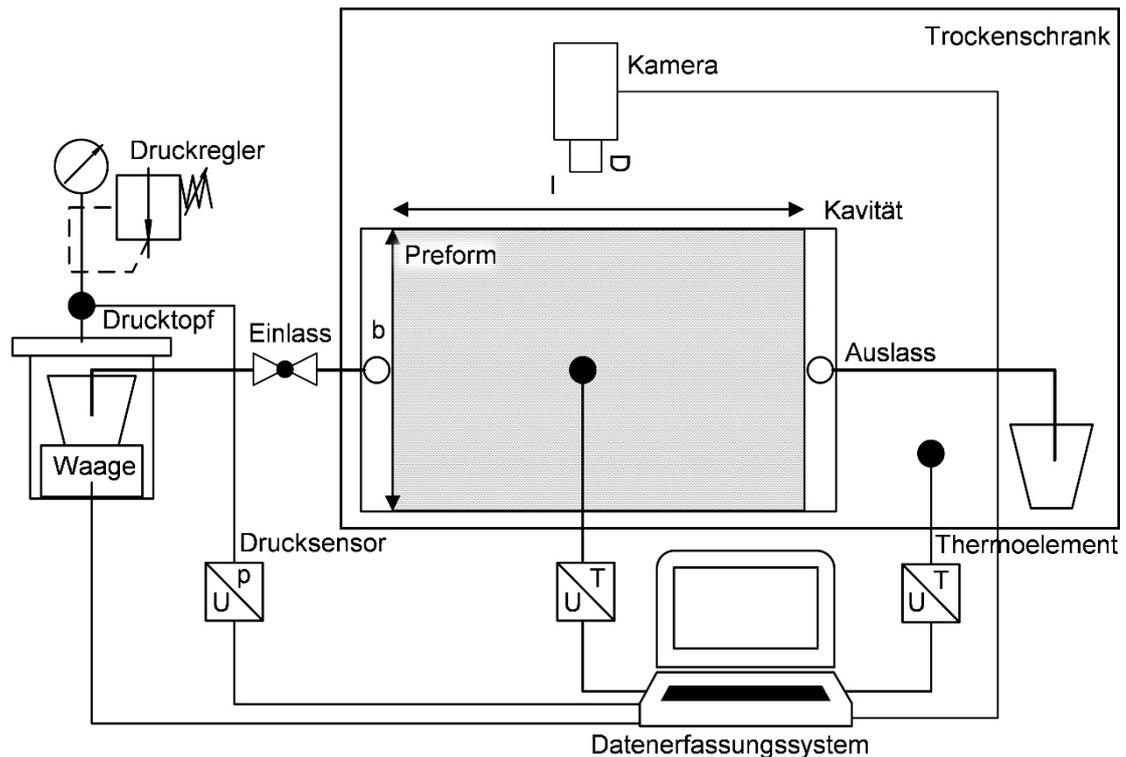


Abb. 6-20: Prinzipskizze des Versuchsaufbaus der ungesättigten RTM-Versuche – (Version 2 und 3)

6.5.2 Versuchsparemeter und -durchführung

Die Parameterwerte werden so gewählt, wie sie auf Grundlage der Erkenntnisse aus der Literaturrecherche (Kapitel 2.7.3), der Rheologischen Charakterisierung von Epoxidharzsystemen (Kapitel 3), der CFD-Simulation auf Mesozellenebene (Kapitel 4.5) und RTM-Vorversuche (Kapitel 6.3.3) als am aussichtsreichsten gelten. Eine Übersicht ist in Tab. 6-7 dargestellt. Als zielführend gelten eine longitudinale (\parallel) Wandvibration bei geringer Grundscherate ($p_{inj} = 1 \text{ bar}$; $T = RT$) unter Verwendung des steiferen Federnsatzes ($k_{res} = 230 \text{ N/mm}$) bei einer Frequenz von 60 Hz mit maximaler Amplitude (zwei Vibrationsmotoren). Zusätzlich wird noch der Einfluss der Lagenanzahl untersucht, wobei eine höhere Lagenanzahl eine geringere Grundscherate zur Folge hat.

Tab. 6-7: Parameterwerte der ungesättigten RTM-Injektionsversuche mit Schwingsystem RTM-3

Versuchsbezeichnung	Lagen- anzahl	p_{inj} [bar]	T_M [°C]	f [Hz]	Oszillations- richtung
RTM-3-unges_V1	9	1,0	23,2	60	
RTM-3-unges_V2	9	1,0	23,2	0	
RTM-3-unges_V3	9	1,0	23,1	0	
RTM-3-unges_V4	9	1,0	23,5	60	
RTM-3-unges_V5	9	1,0	23,3	0	
RTM-3-unges_V6	9	1,0	23,8	60	
RTM-3-unges_V7	8	1,0	22,6	0	
RTM-3-unges_V8	8	1,0	23,3	60	
RTM-3-unges_V9	7	1,0	22,0	0	
RTM-3-unges_V10	7	1,0	23,0	60	
RTM-3-unges_V11	7	1,0	23,2	0	
RTM-3-unges_V12	7	1,0	23,8	60	
RTM-3-unges_V13	7	1,0	23,0	0	
RTM-3-unges_V14	7	1,0	23,8	60	

Die Versuchsdurchführung entspricht der aus Kapitel 6.3.3 mit Ausnahme der angemischten Harz-Härtermasse. Sie beträgt hier ca. 400 g. Die anschließende Bildfolge zeigt Momentaufnahmen bei denen die Fließfront (rote Linie) die virtuellen Markierungslinien (grün gepunktet) erreicht. Als Ankunftszeit gilt jene, bei welcher der Grauwertumschlag an jedem (grünen) Rasterpunkt erfolgt ist. Das grüne Rechteck markiert den Auswertebereich. Randbereiche bleiben zur Vermeidung von Störeinflüssen durch überhöhten Randfluss (Race-Tracking) unberücksichtigt.

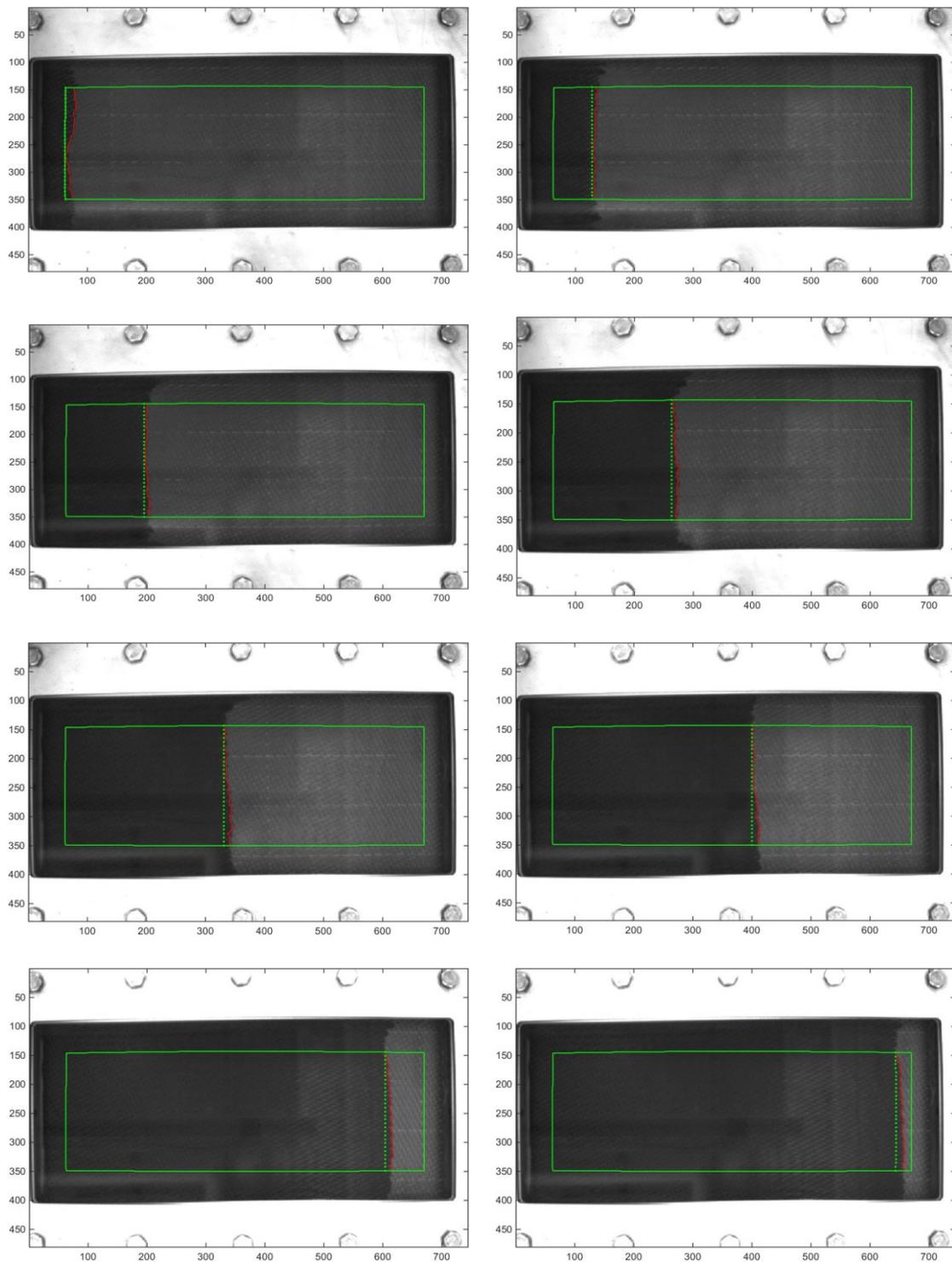


Abb. 6-21: Momentaufnahmen des Versuchs 14 zu den Ankunftszeiten der Fließfront an den Markierungslinien 1, 11, 21, 31, 41, 51, 81 und 87
Der Abstand zwischen zwei benachbarten Markierungslinien beträgt 4 mm.

6.5.3 Ergebnisse und Diskussion

In Abb. 6-22 sind die Fließfrontpositionen der ungesättigten RTM-Versuche mit 7 Lagen über der Infiltrationszeit aufgetragen. Der Zeit nach dem Nullpunkt entspricht jener, bei der die Fließfront den Auswertebereich (grüne Rechtecke in Abb. 6-21) erreicht. Mit Ausnahme von V9_7L_0Hz verlaufen die Kurven nahezu kongruent, so dass kein Einfluss durch die Vibrationsunterstützung festzustellen ist. Eine Erklärung für das Abweichen von V9_7L_0Hz kann nach dem Abgleich sämtlicher Versuchsgrößen (Harz-, Härtermenge, Faservolumengehalt, Werkzeugtemperatur, Injektionsdruck) nicht gegeben werden. Ein Auswertefehler, hervorgerufen von der automatischen Fließfrontanalyse kann nach Betrachtung der Massenstromverläufe von Abb. 6-23 ebenfalls ausgeschlossen werden. Auch hier ist ein verringerter Massenstrom für V9_7L_0Hz zu verzeichnen.

An diesem Beispiel wird der Vorteil der Auswertung des Massenstromverlaufs deutlich. Ein geringerer Massenstrom ist lediglich im Bereich von 250 bis 1500 s festzustellen. Für spätere Zeitpunkte gleicht sich der Massenstrom von V9_7L_0Hz den anderen Kurven an. Nicht so bei Betrachtung von Abb. 6-22. Der geringere Massenstrom der ersten Versuchshälfte wirkt sich bis zum Versuchsende auf die Werkzeugfüllung aus und verleitet zu einer Fehlinterpretation des Kurvenverlaufs mit einer langsameren Fließgeschwindigkeit.

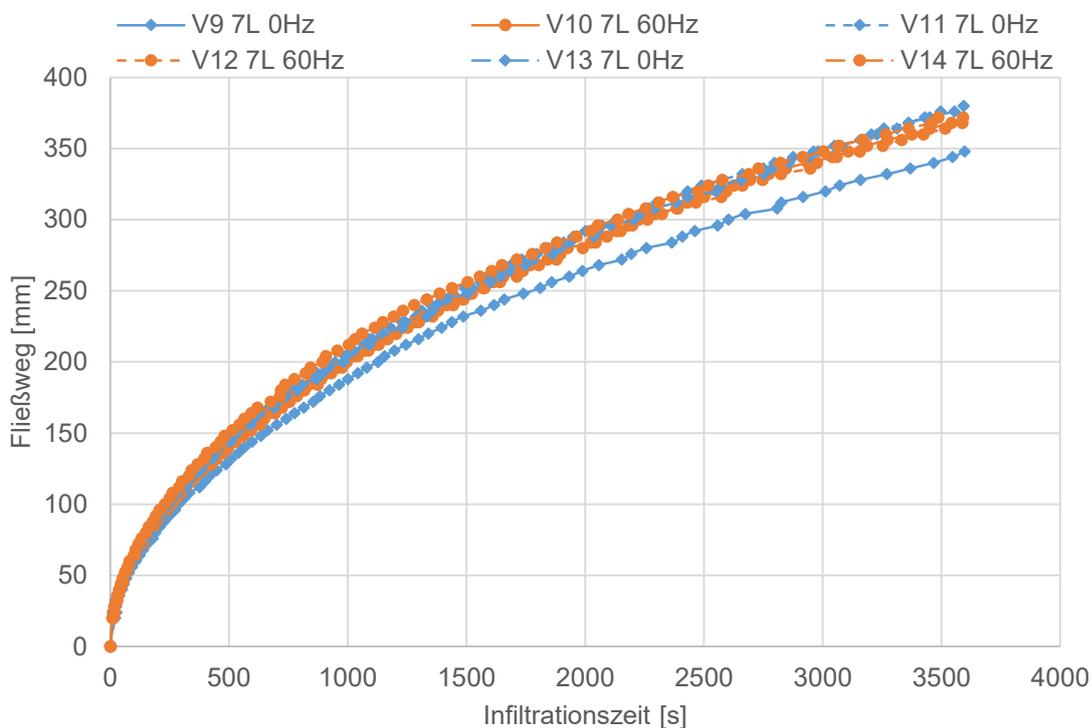


Abb. 6-22: Fließfrontfortschritt der ungesättigten RTM-Versuche mit 7 Lagen

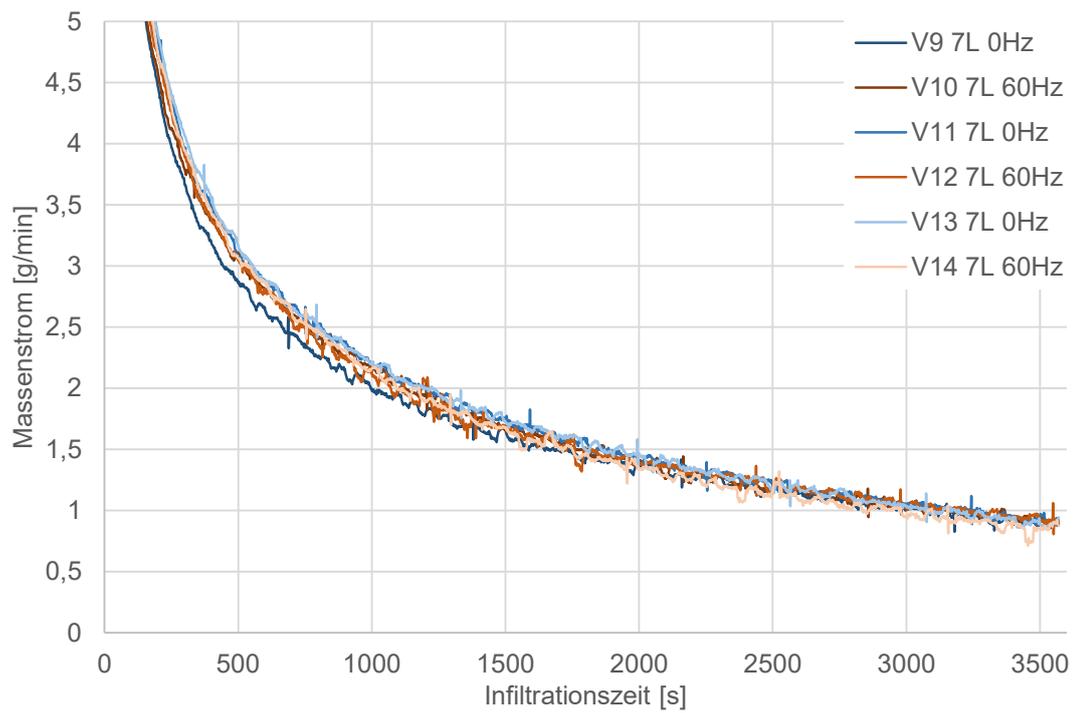


Abb. 6-23: Massenstromverläufe der ungesättigten RTM-Versuche mit 7 Lagen

Nachfolgende Abbildung zeigt die Verläufe der Mittelwerte der Massenströme für die Referenzversuche und die Versuche mit Vibrationsunterstützung. Wie anhand von Abb. 6-23 zu erwarten, verlaufen die Kurven deckungsgleich.

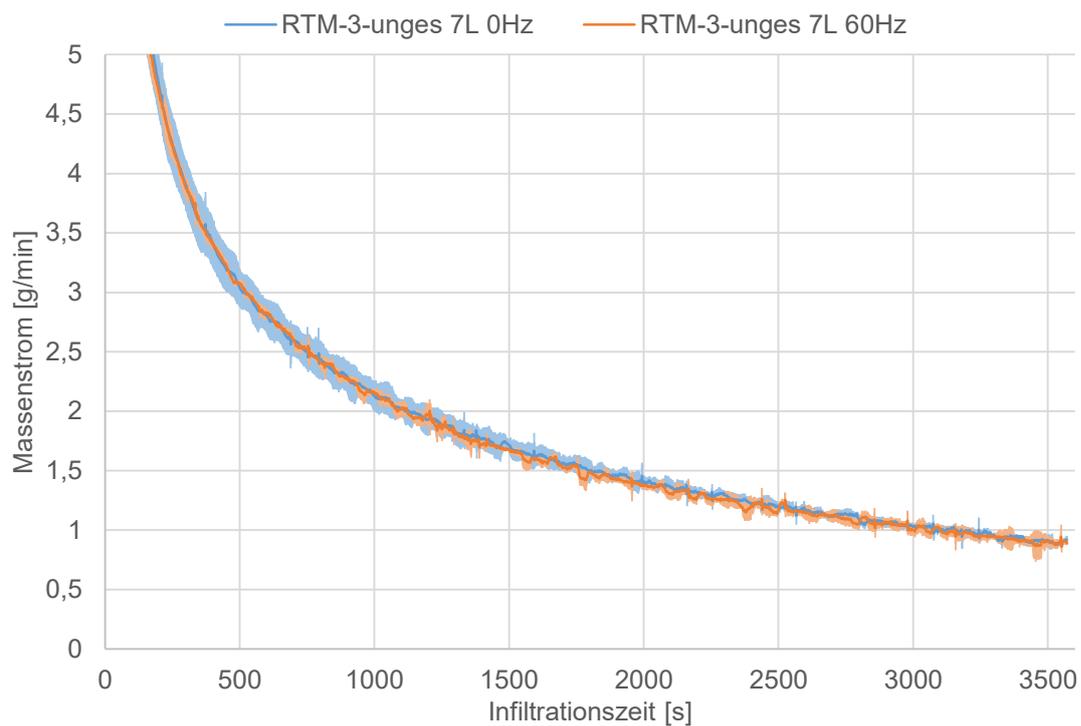


Abb. 6-24: Mittlere Massenstromverläufe der ungesättigten RTM-Versuche mit 7 Lagen
Die mittig dargestellten Bereiche repräsentierten die Standardabweichung.

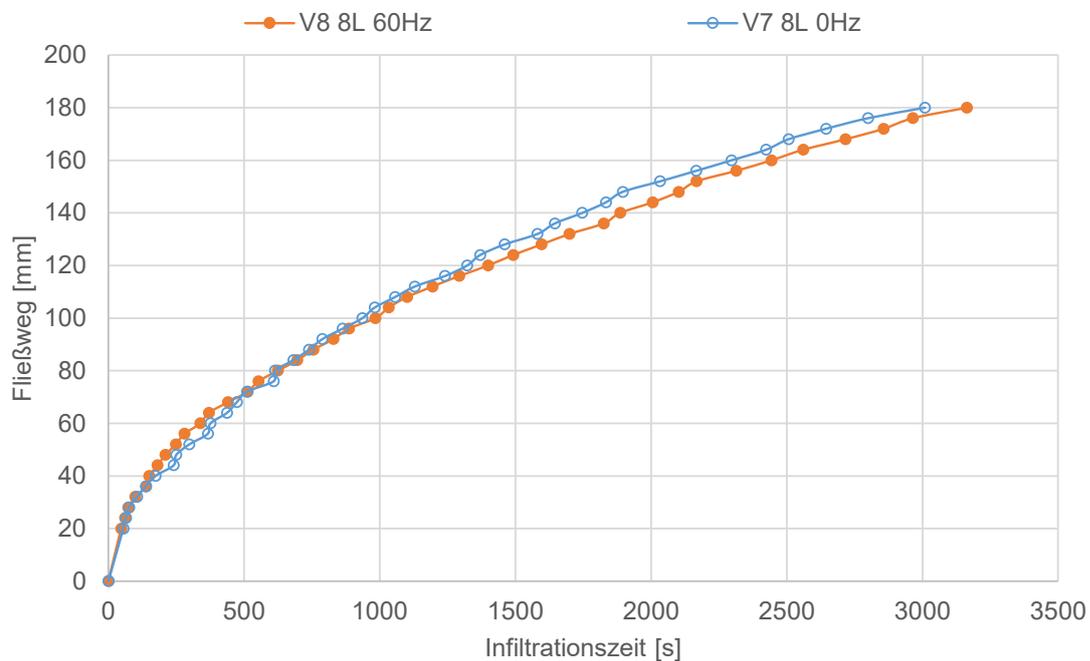


Abb. 6-25: Fließfrontfortschritt der ungesättigten RTM-Versuche mit 8 Lagen

Auch die Versuche mit 8 Lagen lassen auf keine Beeinflussung der Werkzeugfüllung durch die Vibrationsunterstützung schließen (Abb. 6-25). Vielmehr zeigt der vibrati-

onsunterstützte Versuch ab ca. der Hälfte der Versuchszeit einen langsameren Fließfrontfortschritt.

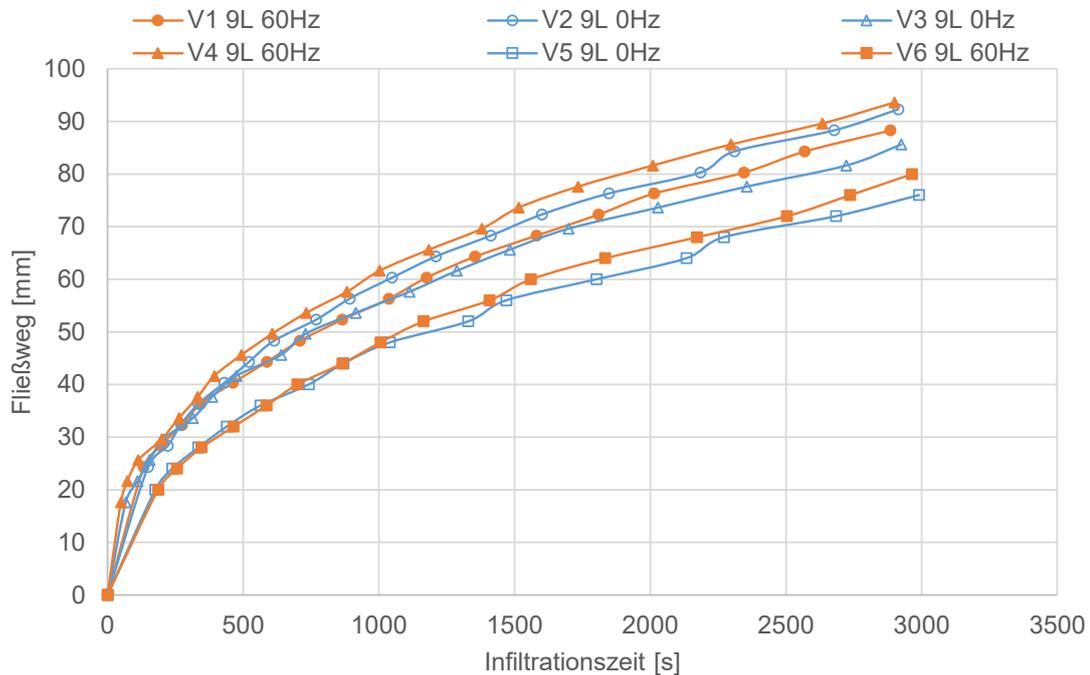


Abb. 6-26: Fließfrontfortschritt der ungesättigten RTM-Versuche mit 9 Lagen bei Raumtemperatur

Die Ergebnisse der 9-Lagen-Versuche (siehe Abb. 6-26) zeigen zunächst eine deutlich größere Streuung. Eine Korrelation zwischen den Abweichungen in der Werkzeugfüllung und den Prozessgrößen Harz-, Härtermenge, Faservolumengehalt, Werkzeugtemperatur und Injektionsdruck kann nicht festgestellt werden. Die größere Streuung wird darauf zurückgeführt, dass sich unvermeidbare Abweichungen in der Permeabilität mit abnehmender Durchlässigkeit stärker auf die Werkzeugfüllung auswirken, da Ausgleichsströmungen zwischen permeableren und unpermeableren Bereichen langsamer bzw. nur noch eingeschränkt ablaufen. Bei genauerer Betrachtung von Abb. 6-26 scheint die Vibrationsunterstützung zu einem schnelleren Fließfrontfortschritt zu führen. Unter Berücksichtigung der Tatsache, dass pro Tag zwei Versuche durchgeführt wurden, einer mit und einer ohne Vibrationsunterstützung, so fällt auf, dass jeweils der zweite Versuch des gleichen Tages der schnellere ist. Der Vergleich der mittleren Massenströme von Abb. 6-27 zeigt einen nahezu deckungsgleichen Verlauf. Ein Einfluss der Vibrationsunterstützung auf die Werkzeugfüllung kann somit nicht attestiert werden.

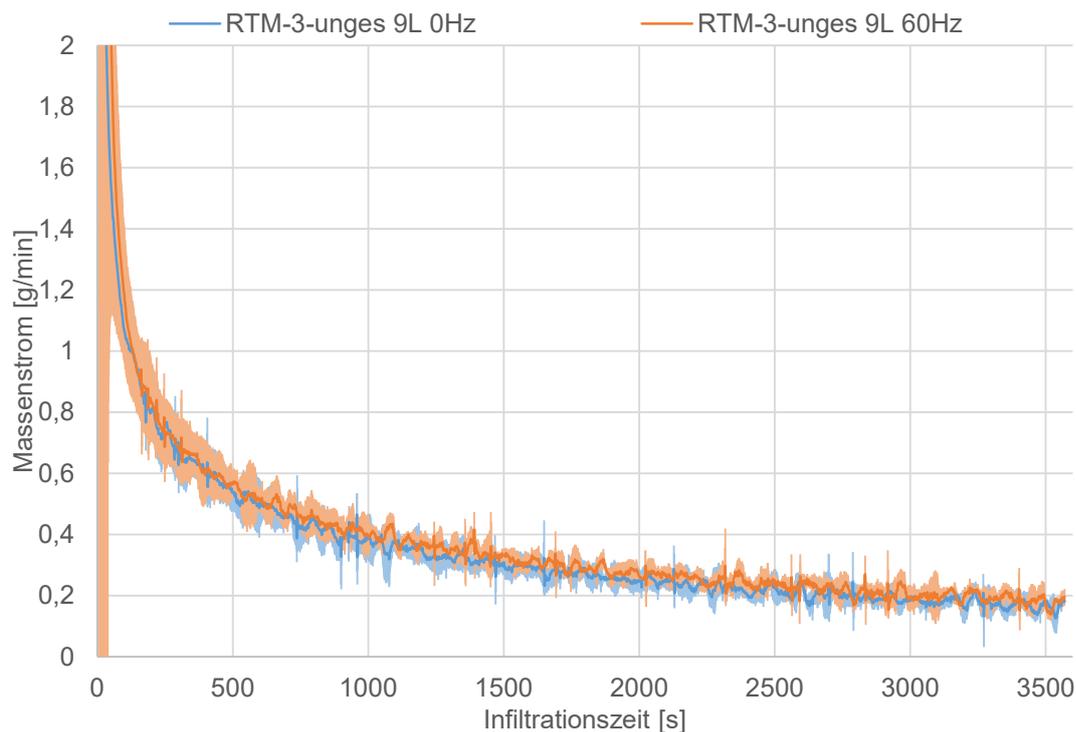


Abb. 6-27: Mittlere Massenstromverläufe der ungesättigten RTM-Versuche bei Raumtemperatur mit 9 Lagen

Die mattierten Bereiche repräsentierten die Standardabweichung.

Die Versuchsergebnisse bei Raumtemperatur zeigen keinen Effekt durch die Vibrationsunterstützung. Dies ist ein Widerspruch zu den RTM-Vorversuchen bei 30 °C (vgl. Kapitel 6.3.3) und zum vermuteten Wirkzusammenhang, dass mit abnehmender Grundscherate ein zunehmender Effekt der Vibrationsunterstützung zu verzeichnen ist. Aus diesem Grund werden die Versuche aus der RTM-Vorversuchsreihe mit der größten Effektstärke von 28,5 % unter Verwendung der optimierten Analysemethoden (Waage im Drucktopf und automatisierte Fließfrontanalyse) wiederholt. Der Versuchsaufbau wird dazu auf den Stand von Kapitel 6.3 zurückgebaut. Nachfolgende Tabelle zeigt die Versuchsparameter und -reihenfolge. Pro Konfiguration werden drei Wiederholungen durchgeführt.

Tab. 6-8: Parameterwerte der ungesättigten RTM-Injektionsversuche mit Schwingsystem RTM-1.1

Versuchsbezeichnung	Lagenanzahl	p_{inj} [bar]	T [°C]	f [Hz]	Oszillationsrichtung
RTM-1.1-unges_V1	9	2,0	31,1	60	⊥
RTM-1.1-unges_V2	9	2,0	30,4	0	⊥
RTM-1.1-unges_V3	9	2,0	31,0	0	⊥
RTM-1.1-unges_V4	9	2,0	31,1	60	⊥
RTM-1.1-unges_V5 ⁴	9	2,0	30,0	0	⊥
RTM-1.1-unges_V6 ⁴	9	2,0	31,5	60	⊥

Abb. 6-28 zeigt den Fließfrontfortschritt der Versuche RTM-1.1-unges_V1 bis V6 und Abb. 6-29 die zugehörigen Massenstromverläufe. Während bei der Auswertung der Fließfrontpositionen deutliche Abweichungen bei V3, V5 und V6 festzustellen sind, weisen in der Darstellung der Massenströme lediglich V5 und V6 deutlich höhere Massenströme auf. Dieser Unterschied wird auf die Verwendung einer neuen Materialrolle des Satingewebes zurückgeführt. Zudem wurden die Einzellagen für diese Versuche manuell zugeschnitten. Eine Erklärung für das Abweichen von V3 in Abb. 6-28 kann nach einem Abgleich aller relevanten Prozessgrößen (Harz-, Härtermenge, Faservolumengehalt, Werkzeugtemperatur und Injektionsdruck) nicht geliefert werden und ist somit ein weiterer Beweis dafür, dass eine optische Auswertung alleine für den Vergleich von Fließgeschwindigkeiten ungeeignet ist.

Weder beim paarweisen Vergleich (vgl. Abb. 6-28) der an einem Tag durchgeführten Versuche (V1-V2, V3-V4, V5-V6) noch bei Betrachtung der gemittelten Fließfrontpositionen (siehe Abb. 6-30) und Massenströme (siehe Abb. 6-29 und Abb. 6-31) lässt sich ein erhöhter Fluss in Folge der Vibrationsunterstützung feststellen. Die im Rahmen der Diplomarbeit [163] generierten und in Kapitel 6.3.3 vorgestellten Ergebnisse erweisen sich somit trotz Verwendung eines nahezu identischen Versuchsaufbaus als nicht reproduzierbar und sind vermutlich auf die diskutierten Unzulänglichkeiten der optischen Auswertung zurückzuführen.

⁴ Neue Materialrolle

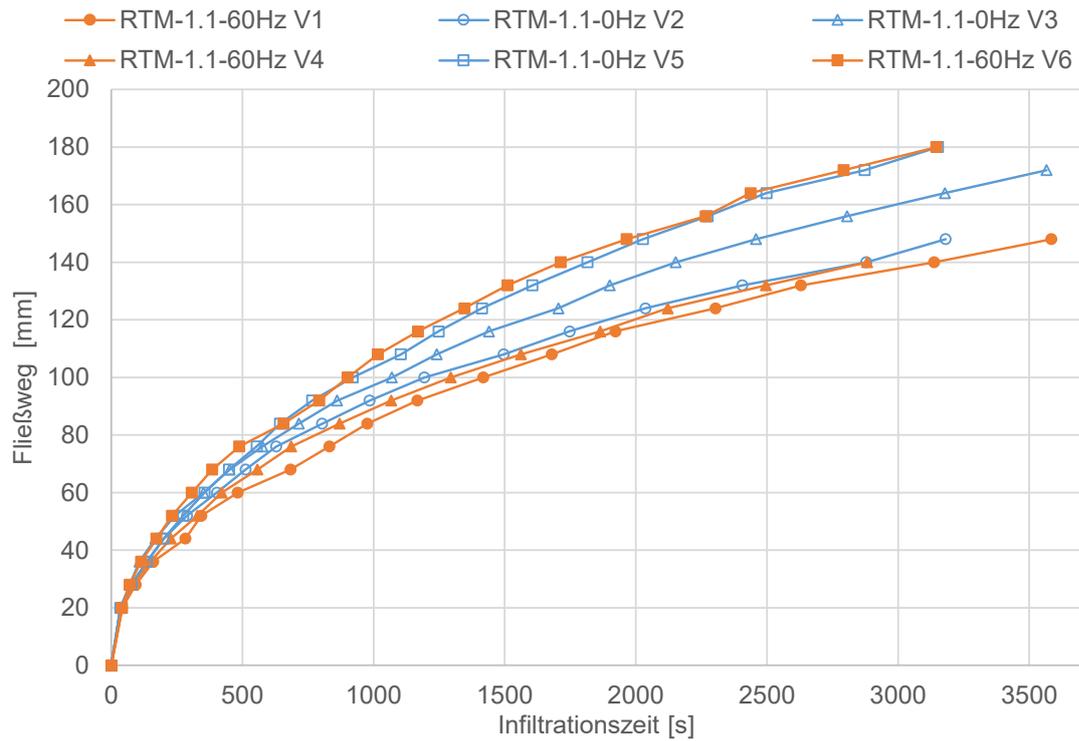


Abb. 6-28: Fließfrontfortschritt der ungesättigten RTM-Versuche mit 9 Lagen bei 30 °C

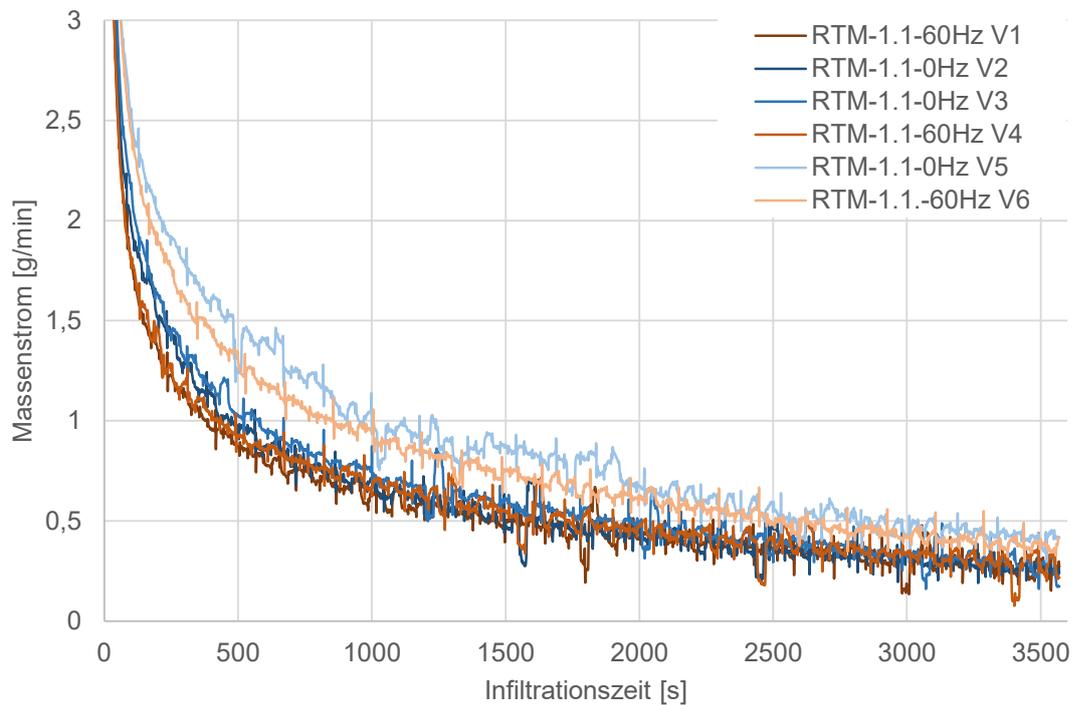


Abb. 6-29: Massenstromverläufe der ungesättigten RTM-Versuche mit 9 Lagen bei 30 °C

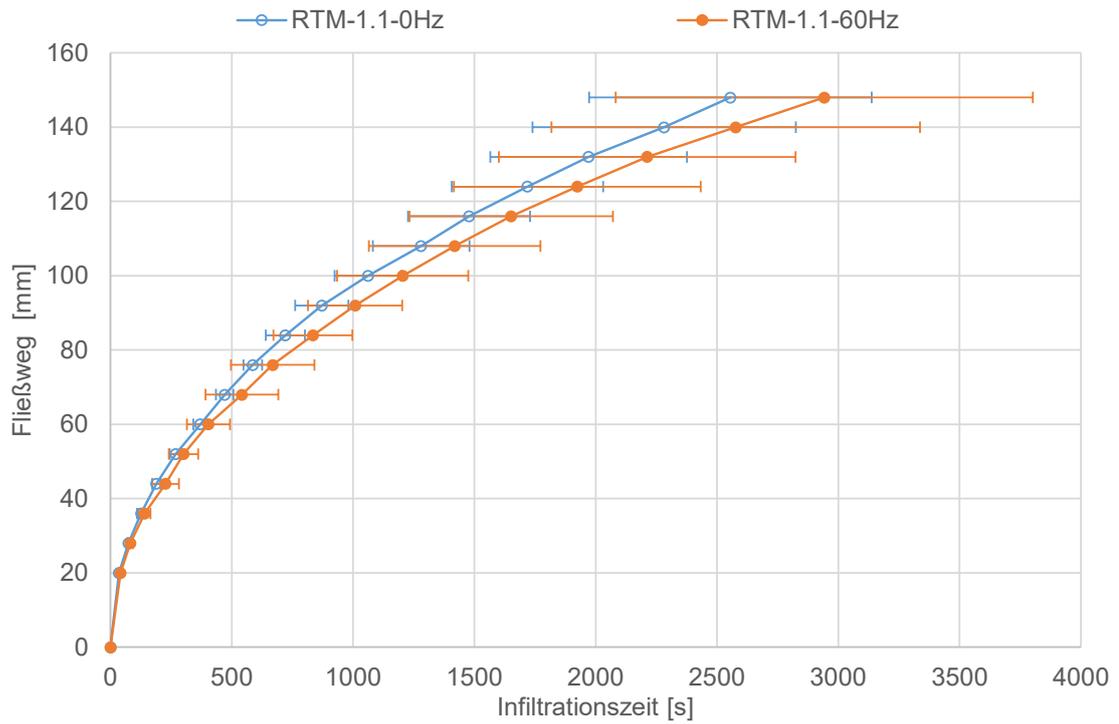


Abb. 6-30: Mittlerer Fließfrontfortschritt der ungesättigten RTM-Versuche bei 30 °C
Die Fehlerbalken repräsentieren die Standardabweichung.

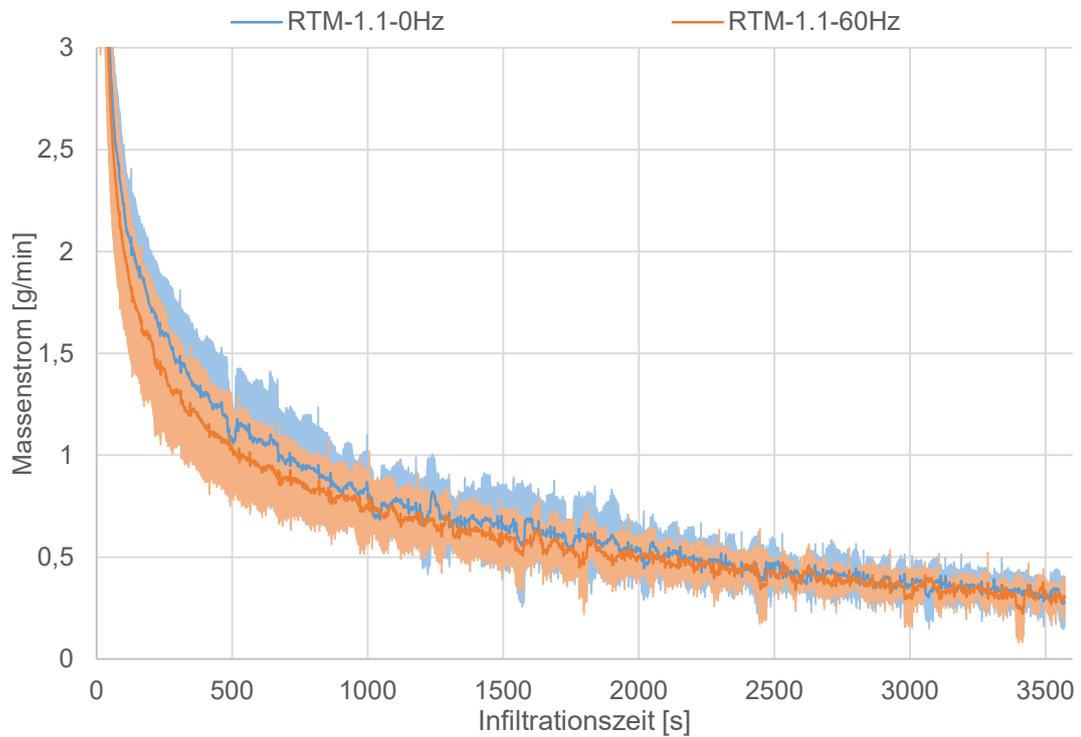


Abb. 6-31: Mittlere Massenstromverläufe der ungesättigten RTM-Versuche bei 30°C
Die mattierten Bereiche repräsentieren die Standardabweichung.

6.6 Fazit der vibrationsunterstützten Infiltrationsversuche

Die Wirksamkeit einer Vibrationsunterstützung hinsichtlich einer gesteigerten Materialkompaktierung und eines reduzierten Porengehaltes kann anhand der Ergebnisse der Vakuuminfusionsversuche auch auf HIP übertragen werden. Bisher wurden diese Effekte lediglich bei vorimprägnierten bzw. trockenen Materialien beobachtet. Als besonders geeignet für eine gesteigerte Materialverdichtung (Erhöhung des absoluten bzw. relativen Faservolumengehaltes um 1,6 bzw. 2,7 %) hat sich die höhere Frequenz von 60 Hz erwiesen. Hinsichtlich der Wirksamkeit einer Vibrationsunterstützung für einen reduzierten Porengehalt ist das Ergebnis zweigeteilt. Die höhere Frequenz bewirkt eine globale Reduzierung des Porengehaltes wohingegen niedrigere Frequenzen (10,7 Hz) im Bereich der Eigenfrequenz des Schwingensystems besonders effektiv für eine reduzierte Anzahl an „großen“ Poren ist, was aus bruchmechanischer Sicht zu empfehlen ist.

Die Auswirkungen einer gesteigerten Materialverdichtung bei 60 Hz werden auch bei den gesättigten RTM-Versuchen deutlich. Sie führen zu einer Reduktion der Reibungskräfte zwischen dem Fasermaterial und den Kavitätswänden, so dass bereits bei geringeren Druckgradienten bzw. Fließgeschwindigkeiten Faserverschiebungen zu beobachten sind.

Eine durch Vibrationsunterstützung hervorgerufene Steigerung des Massenstroms bzw. schnellere Werkzeugfüllung in HIP ist nicht zu verzeichnen. Lediglich in der gesättigten Messung konnte eine Flusssteigerung beobachtet werden. Diese trat jedoch erst ab einer Infiltrationszeit von 3050 s und für sehr geringe Druckgradienten (2,5 bar/m) auf. Außerdem wurde im gleichen Versuch zu früheren Zeiten eine Flussminderung gemessen, für welche es keine plausible Erklärung gibt.

Abschließend können die noch offenen Forschungsfragen 4 und 5 beantwortet werden. Das identifizierte scherverdünnende Fließverhalten kann durch die im Rahmen dieser Arbeit betrachtete Prozessweiterung einer Vibrationsunterstützung in Kombination mit den hier eingesetzten Materialien nicht gewinnbringend hinsichtlich einer gesteigerten Flussrate genutzt werden. Einflüsse durch die Vibrationsunterstützung zeigen sich jedoch auf den Porengehalt und das Kompaktierungsverhalten des trockenen Fasermaterials. Wie groß der Effekt eines durch Vibrationsunterstützung reduzierten Porengehaltes auf das Versagensverhalten von Laminaten ist, kann anhand der generierten Ergebnisse nicht abgeschätzt werden. Die Problematik einer erhöhten Materialkompaktierung wurde anhand der gesättigten RTM-Versuche deutlich. Das durch die Vibrationsunterstützung geförderte Nesting führt zu einer Reduktion der Reibungskräfte zwischen Preform und Werkzeugwand, so dass Fiber-Washing bereits bei geringen Strömungsgeschwindigkeiten auftreten kann. Der Einsatz einer Vibrationsunterstüt-

zung zur Steigerung der Materialkompaktierung wird aus diesem Grund erst nach erfolgter Infiltration empfohlen.

7 Zusammenfassung

Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit der Frage, welche Auswirkungen ein scherverdünnendes Fließverhalten von Epoxidharzsystemen auf HIP zur Herstellung EFVK hat und ob dieses in vibrationsunterstützten Prozessvarianten hinsichtlich einer optimierten Werkzeugfüllung genutzt werden kann. Die grundlegende rheologische Charakterisierung gängiger Epoxidharzsysteme für EFVK erfolgt durch rotatorische und oszillatorische Messungen im Rheometer. Für die Quantifizierung von Scherraten in HIP werden CFD-Simulationen auf Mikro- und Mesoebene der textilen Verstärkungsstruktur durchgeführt und anhand gesättigter Strömungsexperimente validiert. Die Auswirkungen einer überlagerten Wandvibration während der Infiltration werden ebenfalls experimentell untersucht. Dabei kommen ausschließlich Materialien zur Anwendung, wie sie auch bei der Herstellung von Bauteilen aus EFVK verwendet werden.

Die Ergebnisse der rotatorischen Rheometermessungen zeigen, dass gängige Epoxidharzsysteme (Biresin®-CR80/CH80-6, -CR120/CH120-6 und -CR132/CH132-7 von Sika; EPIKOTE RIMR135/ EPIKURE RIMH1366 und EPIKOTE 05475/EPIKURE 05443 von Momentive; HexFlow® RTM6 und ST15 RTM Resin von Hexcel; CYCOM® PR520 RTM Resin System von Cytec) für die Herstellung von EFVK ausgeprägtes scherverdünnendes Fließverhalten zeigen. Darüber hinaus zeigt sich eine Abhängigkeit des Fließverhaltens von der Temperatur und von der Zeit.

Eine detaillierte rheologische Studie wird mit dem bei Raumtemperatur zu verarbeitenden Harzsystem RIMR135/RIMH1366 durchgeführt. Dessen Viskositätsverlauf kann grundsätzlich in drei Bereiche unterteilt werden. Für Scherraten $\dot{\gamma} < 100$ 1/s liegt scherverdünnendes und für 100 1/s $< \dot{\gamma} < 1000$ 1/s newtonsches Fließverhalten vor. Eine weitere Zunahme der Scherrate bewirkt eine Schererwärmung, welche zu einer weiteren Abnahme der Viskosität führt, unabhängig vom Verhalten der Probe bei geringen Scherraten.

Die Ursache des scherverdünnenden Fließverhaltens im niedrigen Scherratenbereich ist ein Effekt des Mischsystems Epoxidharz und Aminhärter. Ein Erklärungsansatz, der jedoch nicht final bestätigt werden konnte, lautet, dass Harz und Härter in Abhängigkeit der Temperatur nur begrenzt ineinander löslich sind, so dass es bei geringen Temperaturen und Aushärtegraden zur Ausbildung eines Zweiphasensystems (Emulsion) kommt.

Der Vergleich der Kurvenverläufe von dynamischer und komplexer Viskosität über der Scherrate (erweiterte Cox-Merz-Regel) zeigt eine Übereinstimmung sobald eine Grenzdeformation im Amplituden- und Frequenztest überschritten wird, welche auf

das Erreichen der Fließgrenze zurückzuführen ist. Im Frequenztest steigt ab einer von der Deformation abhängigen Grenzfrequenz die komplexe Viskosität wieder an und weicht damit vom Verlauf der dynamischen Viskosität ab. Diese Zusammenhänge werden für die effektive Einkopplung von Scherraten in HIP folgendermaßen interpretiert. Zur Nutzung des scherverdünnenden Fließverhaltens in vibrationsunterstützten HIP muss die Fließgrenze des Harz-Härter-Systems überschritten werden. Eine weitere Erhöhung der Scherrate und damit Reduzierung der Viskosität kann dann sowohl durch eine Steigerung der Frequenz als auch der Deformation bzw. Amplitude bis zum Erreichen der Grenzfrequenz vorgenommen werden.

Sowohl die Auswirkungen scherverdünnenden Fließverhaltens auf die Infiltration trockener Faserstrukturen als auch die Effektivität einer Vibrationsunterstützung hängen maßgeblich von der Größe der erreichten Scherraten in den Fließkanälen und deren Verteilung ab. Diese werden anhand einer numerischen Parameterstudie in CFD-Simulationen ermittelt; variiert werden der Faservolumengehalt, die Packungsart der Filamente und der Druckgradient. Im Mikroflussbereich liegt das erreichte Scherratenspektrum vollständig im Bereich niedriger Scherraten $\dot{\gamma} < 100$ 1/s, so dass Abweichungen im Massenstrom verglichen mit dem newtonschen Betrachtungsfall von mehr als 90 % zu verzeichnen sind. Die Abweichungen im Makroflussgebiet hingegen liegen lediglich zwischen 1 und 15 %. Ursache für diesen Unterschied sind die maximal erreichten Scherraten, die stets im Randbereich der Fließkanäle vorliegen und aufgrund des größeren Kanaldurchmessers im Makroflussbereich größer ausfallen als im Mikroflussbereich. Somit ist die für den Durchfluss entscheidende Viskosität niedriger (vgl. Doppelrohrversuch) und näher am Wert des newtonschen Vergleichsfalls. Bei weiterer Analyse der Scherraten- bzw. Geschwindigkeitsverteilung im Makroflussbereich ist eine im Vergleich zum newtonschen Fall größere Inhomogenität zu verzeichnen, so dass davon ausgegangen werden kann, dass ausgeprägtes scherverdünnendes Fließverhalten die Entstehung von Poren begünstigt.

Der Versuch, die Simulationsergebnisse qualitativ anhand der nichtlinearen Abhängigkeit des Massenstroms vom Druckgradienten, wie er für scherverdünnendes Fließverhalten typisch ist, zu validieren, ist aufgrund der aushärtebedingten Viskositätsänderung mit dem entwickelten Versuchsaufbau nicht gelungen. Es konnte kein gesättigter Zustand mit ausreichend geringem Massenstrom vor Einsetzen einer signifikanten, durch die Vernetzungsreaktion hervorgerufenen Viskositätszunahme erreicht werden. Andererseits zeigen die Versuchsergebnisse, dass selbst bei dem bei Raumtemperatur vergleichsweise stark ausgeprägten scherverdünnenden Fließverhalten des Harzsystems RIMR135/RIMH1366 keine Abweichungen von dem nach dem Gesetz von Darcy geltenden linearen Zusammenhang zwischen Druckgradient und Massenstrom zu verzeichnen sind.

Die Wirksamkeit einer Wandvibration in HIP kann hinsichtlich der Effekte einer gesteigerten Materialkompaktierung und eines reduzierten Porengehaltes nachgewiesen werden. Für Ersteren ist die höchste angewandte Frequenz von 60 Hz und für Letzte-

ren die geringste, nahe der Eigenfrequenz des Versuchsaufbaus liegende Frequenz von ca. 10 Hz am effektivsten. Die beabsichtigte Steigerung des Massenstroms, hervorgerufen durch die Einkopplung zusätzlicher Scherraten, kann trotz Variation zahlreicher Versuchsparameter (Frequenz, Amplitude, Oszillationsrichtung, Sättigungszustand, Faservolumengehalt, Druckgradient und Temperatur) nicht nachgewiesen werden.

8 Ausblick

Die Ergebnisse der Arbeit zeigen, dass das scherverdünnende Fließverhalten der untersuchten Harzsysteme aufgrund deren Viskositätsverläufe mit abnehmender Fließgeschwindigkeit an Einfluss gewinnt. Somit sind Abweichungen von der Gesetzmäßigkeit nach Darcy insbesondere bei Bauteilen mit langen Fließwegen in Kombination mit Prozessen mit begrenzter Druckdifferenz (Light-RTM und Vakuumsackprozesse) und zähen Harzsystemen zu erwarten und können deshalb bei Vernachlässigung zu Abweichungen in der Prozessauslegung führen. Beispiele hierzu sind die Herstellung von Rotorblättern für Windkraftanlagen oder Flügelstrukturen für Flugzeuge. Zudem beinhalten moderne Luftfahrt-Harzsysteme zur Verbesserung der mechanischen Eigenschaften vermehrt Additive wie z.B. thermoplastische Partikel oder Carbonnanotubes. Die Zugabe von Additiven hat meist schon bei geringen Mengen Auswirkungen auf das Fließverhalten wie am Beispiel der Systeme ST15 von Hexcel und PR520 von Cytec oder an der Studie von El Sawi [37] deutlich wird und deren Verarbeitbarkeit erschwert. Ein besseres Verständnis für die Infiltration trockener Faserstrukturen mit Harzsystemen mit nicht-newtonischem Fließverhalten ist deshalb für eine präzise Prozessauslegung von großer Bedeutung. Die Motivation für den Einsatz einer Vibrationsunterstützung ist die Aufweitung des Prozessfensters in der Verarbeitung komplexer Materialsysteme. Aus diesen Gründen wird eine Weiterverfolgung der hier betrachteten Themen empfohlen. Als Folgearbeiten werden vorgeschlagen:

- **Die Klärung der Ursache für die Scherverdünnung des Harzsystems RIMR135/RIMH1366**

In der Arbeit wurde bereits der Erklärungsansatz geliefert, dass Harz und Härter in Abhängigkeit der Temperatur und des Aushärtegrades als Emulsion vorliegen. Er konnte jedoch nicht final bestätigt werden. Eine mögliche Methode für den Nachweis einer heterogenen Mischung kann neben der bereits verwendeten optischen Mikroskopie die Dielektrische Analyse mit dem Ziel der Identifikation von temperatur- und zeitabhängigen Grenzflächen sein [169, 170]. Das Vorliegen eines Mehrphasensystems bei niedrigen Temperaturen kann außerdem in einem ersten Schritt in DSC-Messungen mit den Reinkomponenten und dem Mischsystem durch die Existenz mehrerer Glasübergangstemperaturen (T_g) erfolgen. Im Gegensatz zu homogenen Mischungen weisen heterogene mindestens zwei Glasübergangstemperaturen auf [171].

- **Die Validierung des Simulationsmodells unter Verwendung einer nicht-aushärtenden Flüssigkeit und eines repräsentativen Modells der trockenen Faserstruktur**

Der erste Schritt beinhaltet die Suche nach einer stabilen, homogenen (Filtereffekte) und nicht aushärtenden Flüssigkeit und die rheologische Bestimmung des Fließverhaltens. Das Fließverhalten muss anschließend mit einer geeigneten Modellfunktion beschrieben und in das Simulationsmodell implementiert werden. Um eine direkte Vergleichbarkeit zwischen Simulation und Experiment gewährleisten zu können, muss zudem die trockene Faserstruktur anhand eines repräsentativen Modells abgebildet werden. Hier bieten sich computertomographische Aufnahmen und die Überführung in orthorhombische Netze an. Anschließend können die Massenströme für verschiedene Druckgradienten experimentell bestimmt und mit den in der Simulation berechneten verglichen werden.

- **Die Erweiterung der bestehenden CFD-Simulation, um die Kopplung von Mikro- und Makrofluss sowie die Berücksichtigung der Temperatur- und Aushärtogradabhängigkeit der Modellfunktion zur Beschreibung des Fließverhaltens**

Dies ermöglicht eine realitätsnähere Bewertung der Auswirkungen nicht-newtonschen Fließverhaltens beim Fluss durch trockene Faserstrukturen.

- **Rheologische Oszillationstests bei überlagerter Rotation mit dem Harzsystem RIMR135/RIMH1366**

Das Ziel besteht darin, das scherverdünnende Fließverhalten, hervorgerufen durch die oszillatorische Deformation während einer konstanten überlagerten Scherbelastung zu untersuchen. Diese Versuchsart entspricht der in der Realität in vibrationsunterstützten Infiltrationsversuchen angestrebten Materialbelastung. Folglich kann damit die oszillationsbedingte Viskositätserniedrigung bei definierten Grundscherarten quantifiziert und die potentielle Effektstärke einer Vibrationsunterstützung abgeschätzt werden.

- **Alternative Methoden zur Erzeugung zusätzlicher Scherraten in HIP**

Die Einkopplung zusätzlicher Scherraten wurde im Rahmen dieser Arbeit über die Erzeugung von Wandvibrationen, die von einem Vibrationsmotor generiert wurden, versucht. Auf reale Formwerkzeuge ist diese Methode aufgrund deren Größe und Masse nur bedingt übertragbar. Eine Alternative bietet die Erzeugung zusätzlicher Scherraten über den Injektionsdruck mit überlagerten Druckschwankungen (Pulsationsströmung) wie in nachfolgender Abbildung gezeigt. Die Einkopplung erfolgt dabei über die Injektionseinheit. Ein Beispiel ist in [132] skizziert; die Oszillation des Injektionsdruckes wird über einen in die Injektionsleitung integrierten Kolben realisiert.

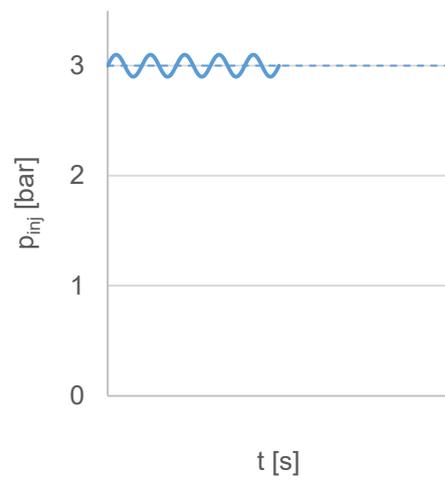


Abb. 8-1: Effektiver Injektionsdruck mit überlagerter Oszillation

Literaturverzeichnis

- [1] H. Schürmann, *Konstruieren mit Faser-Kunststoff-Verbunden*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2007.
- [2] A. A. Griffith, *The phenomena of rupture and flow in solids*. London, 1920.
- [3] R. Heuss, N. Müller, W. van Sintern, A. Starke, and A. Tschiesner, *Lightweight, heavy impact: How carbon fiber and other lightweight materials will develop across industries and specifically in automotive*. Available: <http://www.mckinsey.com/search.aspx?q=lightweight+heavy+impact>.
- [4] R. Lässig, *Serienproduktion von hochfesten Faserverbundbauteilen*. Available: http://www.rolandberger.de/medien/publikationen/2012-09-26-rbsc-pub-Serienproduktion_hochfester_Faserverbundbauteile.html.
- [5] o. V, *Intrinsische Hybridverbunde für Leichtbautragstrukturen - Grundlagen der Fertigung, Charakterisierung und Auslegung*. Available: <http://www.spp-1712-hybrider-leichtbau.de/> (2016, Jan. 19).
- [6] E. Baur, S. Brinkmann, T. A. Osswald, N. Rudolph, E. Schmachtenberg, and H. Saechtling, *Saechtling Kunststoff Taschenbuch*, 31st ed. München: Hanser, 2013.
- [7] M. Neitzel and P. Mitschang, Eds, *Handbuch Verbundwerkstoffe: Werkstoffe, Verarbeitung, Anwendung*. München: Hanser Fachbuchverlag, 2004.
- [8] J. L. Thomason, L. Yang, and R. Meier, “The properties of glass fibres after conditioning at composite recycling temperatures,” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 61, pp. 201–208, 2014.
- [9] R. Kleinholz and et al, *Handbuch Faserverbundkunststoffe: Grundlagen, Verarbeitung, Anwendungen ; mit 46 Tabellen*, 3rd ed. Wiesbaden: Vieweg + Teubner, 2010.
- [10] P. Ermanni, *Skript zur ETH-Vorlesung Composites Technologien*. Zürich, 2007.
- [11] G. W. Ehrenstein, *Faserverbund-Kunststoffe: Werkstoffe, Verarbeitung, Eigenschaften*, 2nd ed. München [u.a.]: Hanser, 2006.
- [12] S. G. Advani and E. M. Sozer, *Process modeling in composites manufacturing*, 2nd ed. Boca Raton, FL: CRC Press, 2011.
- [13] M. Flemming, S. Roth, and G. Ziegmann, *Faserverbundbauweisen*. Berlin [u.a.]: Springer, 1995.
- [14] G. Gardiner, “HP-RTM on the rise,” *CompositesWorld*, Apr. 2015.
- [15] M. R. Saeb, E. Bakhshandeh, H. A. Khonakdar, E. Mäder, C. Scheffler, and G. Heinrich, “Cure kinetics of epoxy nanocomposites affected by MWCNTs func-

- tionalization: a review,” (eng), *TheScientificWorldJournal*, vol. 2013, p. 703708, 2013.
- [16] ACI Committee 309, *Report on behavior of fresh concrete during vibration*. Farmington Hills, Mich.: American Concrete Institute, 2008.
- [17] J. Weiß, “Bestimmung des Kapillardrucks in Harzinfiltrationsprozessen und dessen Auswirkung auf die Permeabilitätsbestimmung trockener Faservorformlinge,” Semesterarbeit, Technische Universität München, München, 2012.
- [18] A. Kopcynska and G. W. Ehrenstein, “Oberflächenspannung von Kunststoffen,” Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg, Lehrstuhl für Kunststofftechnik, Jul. 2013.
- [19] K. Han, S. Jiang, C. Zhang, and B. Wang, “Flow modeling and simulation of SCRIMP for composites manufacturing,” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 31, no. 1, pp. 79–86, 2000.
- [20] R. Meier, A. Walbran, C. Hahn, S. Zaremba, and K. Drechsler, “Methods to determine the permeability of textile reinforcements,” *Journal of Plastics Technology*, no. 04, 2014.
- [21] T. Sochi, “Flow of non-newtonian fluids in porous media,” *J. Polym. Sci. B Polym. Phys*, vol. 48, no. 23, pp. 2437–2767, 2010.
- [22] T. A. Osswald and N. Rudolph, *Polymer rheology: Fundamentals and applications*.
- [23] R. P. Chhabra and J. F. Richardson, *Non-Newtonian flow and applied rheology: Engineering applications*, 2nd ed. Amsterdam: Butterworth-Heinemann/Elsevier, 2008.
- [24] T. Mezger, *Das Rheologie-Handbuch: Für Anwender von Rotations- und Oszillations-Rheometern*, 4th ed. Hannover: Vincentz Network, 2012.
- [25] *Viskosität Teil 2: Newtonsche Flüssigkeiten*, DIN 1342-2:2003-11, 2003.
- [26] F. Irgens, Ed, *Rheology and Non-Newtonian Fluids*. Cham: Springer International Publishing, 2014.
- [27] W. Ostwald, “Über die Geschwindigkeitsfunktion der Viskosität disperser Systeme,” *Kolloid-Z*, no. 36, p. 99, 1925.
- [28] A. de Waele, “Kein Titel,” *Oil and Color Chem. Assoc. Journal*, no. 6, p. 33, 1923.
- [29] M. M. Cross, “Rheology of non-Newtonian fluids: A new flow equation for pseudoplastic systems,” *Journal of Colloid Science*, vol. 20, no. 5, pp. 417–437, <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/009585226590022X>, 1965.

- [30] P. J. Carreau, "Rheological equations from molecular network theories," PhD Thesis, University of Wisconsin-Madison, Madison, 1968.
- [31] K. Yasuda, R. C. Armstrong, and R. E. Cohen, "Shear flow properties of concentrated solutions of linear and star branched polystyrenes," *Rheol Acta*, vol. 20, no. 2, pp. 163–178, 1981.
- [32] W. H. Herschel and R. Bulkley, "Measurement of consistency as applied to rubber-benzene solutions," in *Am. Soc. Test. Proceedings*, 1926, p. 621.
- [33] E. C. Bingham, "An investigation of the laws of plastic flow," *Bulletin of the bureau of standards*, no. 13, p. 309, 1916.
- [34] *Kunststoffe - Polymere/Harze in flüssigem, emulgiertem oder dispergiertem Zustand - Bestimmung der Viskosität mit einem Rotationsviskosimeter bei definierterem Geschwindigkeitsgefälle*, ISO 3219:1994.
- [35] W. P. Cox and E. H. Merz, "Correlation of dynamic and steady flow viscosities," *J. Polym. Sci*, vol. 28, no. 118, pp. 619–622, 1958.
- [36] M. E. Ryan, "Rheological and heat-transfer considerations for the processing of reactive systems," *Polymer Engineering & Science*, vol. 24, no. 9, pp. 698–706, <http://dx.doi.org/10.1002/pen.760240912>, 1984.
- [37] I. El Sawi, P. A. Olivier, P. Demont, and H. Bougherara, "Investigation of the effect of double-walled carbon nanotubes on the curing reaction kinetics and shear flow of an epoxy resin," *J. Appl. Polym. Sci*, vol. 126, no. 1, pp. 358–366, 2012.
- [38] A. W. K. Ma, F. Chinesta, M. R. Mackley, and A. Ammar, "The rheological modelling of carbon nanotube (CNT) suspensions in steady shear flows," *International Journal of Material Forming*, vol. 1, no. 2, pp. 83–88, 2008.
- [39] R. K. Gupta, *Polymer and composite rheology: Kapitel 10*, 2nd ed. New York: Marcel Dekker, 2000.
- [40] P. J. Halley and M. E. Mackay, "Chemorheology of thermosets - An overview: An overview," *Polym. Eng. Sci*, vol. 36, no. 5, pp. 593–609, 1996.
- [41] M. D. Hartley and H. L. Williams, "Study of the curing of a polyurethane using the Weissenberg Rheogoniometer," *Polym. Eng. Sci*, vol. 21, no. 3, pp. 135–144, 1981.
- [42] D. W. Sundstrom and S. J. Burkert, "Rheology of diallyl phthalate polymers below the gel point," *Polym. Eng. Sci*, vol. 21, no. 16, pp. 1108–1112, 1981.
- [43] D. W. Sundstrom and M. F. English, "Kinetics and flow of diallyl phthalate resins," *Polym. Eng. Sci*, vol. 18, no. 9, pp. 728–733, 1978.

- [44] A. Rusli, W. D. Cook, T. L. Schiller, and K. Saito, "Blends of epoxy-amine resins with poly(phenylene oxide) as processing aids and toughening agents: I. Uncured systems," *Polym. Int.*, vol. 63, no. 1, pp. 52–59, 2014.
- [45] R. K. Niven, "Physical insight into the Ergun and Wen & Yu equations for fluid flow in packed and fluidised beds," *Chemical Engineering Science*, vol. 57, no. 3, pp. 527–534, 2002.
- [46] P. Stevenson, "Comment on "Physical insight into the Ergun and Wen & Yu equations for fluid flow in packed and fluidised beds", by R.K. Niven [Chemical Engineering Science, Volume 57, 527–534]," *Chemical Engineering Science*, vol. 58, no. 23-24, p. 5379, 2003.
- [47] Z. Cai, "Analysis of the Non-Viscous Flow Effect in Liquid Molding Process," *Journal of Composite Materials*, vol. 29, no. 2, pp. 257–278, 1995.
- [48] T. J. Sadowski, "Non-Newtonian Flow Through Porous Media," PhD Thesis, University of Wisconsin-Madison, Madison, 1963.
- [49] T. J. Sadowski, "Non-Newtonian Flow through Porous Media. II. Experimental," *Journal of Rheology*, vol. 9, no. 2, p. 251, 1965.
- [50] T. J. Sadowski, "Non-Newtonian Flow through Porous Media. I. Theoretical," *Journal of Rheology*, vol. 9, no. 2, p. 243, 1965.
- [51] H. C. Park, M. C. Hawley, and R. F. Blanks, "The flow of non-Newtonian solutions through packed beds," *Polym. Eng. Sci.*, vol. 15, no. 11, pp. 761–773, 1975.
- [52] S. G. Advani, *Flow and rheology in polymer composites manufacturing*. Amsterdam, New York: Elsevier, 1994.
- [53] J. Pearson and P. Tardy, "Models for flow of non-Newtonian and complex fluids through porous media," *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, vol. 102, no. 2, pp. 447–473, 2002.
- [54] E. B. Belov, S. V. Lomov, I. Verpoest, T. Peters, D. Roose, R. S. Parnas, K. Hoes, and H. Sol, "Modelling of permeability of textile reinforcements: Lattice Boltzmann method," *Composites Science and Technology*, vol. 64, no. 7-8, pp. 1069–1080, 2004.
- [55] B. Verleye, R. Croce, M. Griebel, M. Klitz, S. V. Lomov, G. Morren, H. Sol, I. Verpoest, and D. Roose, "Permeability of textile reinforcements: Simulation, influence of shear and validation," *Composites Science and Technology*, vol. 68, no. 13, pp. 2804–2810, 2008.
- [56] B. Verleye, S. V. Lomov, A. Long, I. Verpoest, and D. Roose, "Permeability prediction for the meso–macro coupling in the simulation of the impregnation stage of Resin Transfer Moulding," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 41, no. 1, pp. 29–35, 2010.

- [57] I. Fatt, "The Network Model of Porous Media," *Petroleum Transactions, AIME*, no. 207, pp. 144–181, 1956.
- [58] J.-F. Delerue, S. V. Lomov, R. S. Parnas, I. Verpoest, and M. Wevers, "Pore network modeling of permeability for textile reinforcements," *Polym. Compos*, vol. 24, no. 3, pp. 344–357, 2003.
- [59] 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...* Paris: V. Dalmont, 1856.
- [60] F. Seelheim, "Methoden zur Bestimmung der Durchlässigkeit des Bodens," *Fresenius, Zeitschrift f. anal. Chemie*, vol. 19, no. 1, pp. 387–418, 1880.
- [61] B. R. Gebart and P. Lidström, "Measurement of in-plane permeability of anisotropic fiber reinforcements," *Polym. Compos*, vol. 17, no. 1, pp. 43–51, 1996.
- [62] G. Rieber, J. Jiang, C. Deter, N. Chen, and P. Mitschang, "Influence of textile parameters on the in-plane Permeability," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 52, pp. 89–98, 2013.
- [63] K. Okonkwo, P. Simacek, S. G. Advani, and R. S. Parnas, "Characterization of 3D fiber preform permeability tensor in radial flow using an inverse algorithm based on sensors and simulation," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 42, no. 10, pp. 1283–1292, 2011.
- [64] A. C. Liakopoulos, "Darcy's Coefficient of Permeability as Symmetric Tensor of Second Rank," *International Association of Scientific Hydrology. Bulletin*, vol. 10, no. 3, pp. 41–48, 1965.
- [65] E. Sanchez-Palencia, *Non-homogenous media and vibration theory*. Berlin, New York: Springer-Verlag, 1980.
- [66] R. S. Parnas, *Liquid Composite Molding*. München: Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG, 2000.
- [67] T. Stöven, *Beitrag zur Ermittlung der Permeabilität von flächigen Faserhalbzweigen*. Kaiserslautern: Inst. für Verbundwerkstoffe, 2004.
- [68] D. Becker and P. Mitschang, "Influence of preforming technology on the out-of-plane impregnation behavior of textiles," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2015.
- [69] T. S. Lundström, R. Stenberg, R. Bergström, H. Partanen, and P. A. Birkeland, "In-plane permeability measurements: A nordic round-robin study," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 31, no. 1, pp. 29–43, 2000.
- [70] N. Vernet, E. Ruiz, S. Advani, J. B. Alms, M. Aubert, M. Barburski, B. Barari, J. M. Beraud, D. C. Berg, N. Correia, M. Danzi, T. Delavière, M. Dickert, C. Di Fratta, A. Endruweit, P. Ermanni, G. Francucci, J. A. Garcia, A. George, C.

- Hahn, F. Klunker, S. V. Lomov, A. Long, B. Louis, J. Maldonado, R. Meier, V. Michaud, H. Perrin, K. Pillai, E. Rodriguez, F. Trochu, S. Verheyden, M. Wietgreffe, W. Xiong, S. Zaremba, and G. Ziegmann, "Experimental determination of the permeability of engineering textiles: Benchmark II," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 61, pp. 172–184, 2014.
- [71] J. R. Weitzenböck, R. A. Sheno, and P. A. Wilson, "A unified approach to determine principal permeability of fibrous porous media," *Polym. Compos.*, vol. 23, no. 6, pp. 1132–1150, 2002.
- [72] R. Arbter, J. M. Beraud, C. Binetruy, L. Bizet, J. Bréard, S. Comas-Cardona, C. Demaria, A. Endruweit, P. Ermanni, F. Gommer, S. Hasanovic, P. Henrat, F. Klunker, B. Laine, S. Lavanchy, S. V. Lomov, A. Long, V. Michaud, G. Morren, E. Ruiz, H. Sol, F. Trochu, B. Verleye, M. Wietgreffe, W. Wu, and G. Ziegmann, "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.
- [73] T. S. Lundström, S. Toll, and J. M. Håkanson, "Measurement of the Permeability Tensor of Compressed Fibre Beds," *Transport in Porous Media*, vol. 47, no. 3, pp. 363–380, 2002.
- [74] H. Groessing, D. Becker, S. Kaufmann, R. Schledjewski, and P. Mitschang, "An evaluation of the reproducibility of capacitive sensor based in-plane permeability measurements: A benchmarking study," *expresspolymlett*, vol. 9, no. 2, pp. 129–142, 2014.
- [75] G. Rieber, "Einfluss von textilen Parametern auf die Permeabilität von Multifilamentgeweben für Faserverbundkunststoffe," Dissertation, Institut für Verbundwerkstoffe, Technische Universität Kaiserslautern, Kaiserslautern.
- [76] R. B. Bird, W. E. Stewart, and E. N. Lightfoot, *Transport phenomena*, 2nd ed. New York: J. Wiley, 2007.
- [77] J. C. Slattery, *Momentum, energy, and mass transfer in continua*, 2nd ed. Huntington, N.Y.: R.E. Krieger Pub. Co, 1981.
- [78] J. Bear, *Dynamics of fluids in porous media*. New York: Dover, 1988.
- [79] S. Whitaker, "Flow in porous media I: A theoretical derivation of Darcy's law," *Transp Porous Med*, vol. 1, no. 1, pp. 3–25, 1986.
- [80] S. Sharma and D. A. Siginer, "Permeability Measurement Methods in Porous Media of Fiber Reinforced Composites," *Appl. Mech. Rev.*, vol. 63, no. 2, p. 20802, 2010.
- [81] T. L. Luce, S. G. Advani, J. G. Howard, and R. S. Parnas, "Permeability characterization. Part 2: Flow behavior in multiple-layer preforms," *Polym. Compos.*, vol. 16, no. 6, pp. 446–458, 1995.

- [82] C. Binétruy, B. Hilaire, and J. Pabiot, "The interactions between flows occurring inside and outside fabric tows during rtm," *Composites Science and Technology*, vol. 57, no. 5, pp. 587–596, 1997.
- [83] R. S. Parnas, A. J. Salem, T. A. Sadiq, H.-P. Wang, and S. G. Advani, "The interaction between micro- and macro-scopic flow in RTM preforms," *Composite Structures*, vol. 27, no. 1-2, pp. 93–107, 1994.
- [84] K. M. Pillai, "Governing equations for unsaturated flow through woven fiber mats. Part 1. Isothermal flows," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 33, no. 7, pp. 1007–1019, 2002.
- [85] J. Breard, Y. Henzel, F. Trochu, and R. Gauvin, "Analysis of dynamic flows through porous media. Part I: Comparison between saturated and unsaturated flows in fibrous reinforcements," *Polym. Compos*, vol. 24, no. 3, pp. 391–408, 2003.
- [86] F. Zhou, J. Alms, and S. G. Advani, "A closed form solution for flow in dual scale fibrous porous media under constant injection pressure conditions," *Composites Science and Technology*, vol. 68, no. 3-4, pp. 699–708, 2008.
- [87] S. Amico and C. Lekakou, "An experimental study of the permeability and capillary pressure in resin-transfer moulding," *Composites Science and Technology*, vol. 61, no. 13, pp. 1945–1959, 2001.
- [88] J. Verrey, V. Michaud, and J.-A. Manson, "Dynamic capillary effects in liquid composite moulding with non-crimp fabrics," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 37, no. 1, pp. 92–102, 2006.
- [89] M. Deléglise, P. Le Grogne, C. Binétruy, P. Krawczak, and B. Claude, "Modeling of high speed RTM injection with highly reactive resin with on-line mixing," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 42, no. 10, pp. 1390–1397, 2011.
- [90] F. Le Bel, A. E. Fanaei, É. Ruiz, and F. Trochu, "Prediction of optimal flow front velocity to minimize void formation in dual scale fibrous reinforcements," *Int J Mater Form*, vol. 7, no. 1, pp. 93–116, 2014.
- [91] E. Ruiz, V. ACHIM, S. SOUKANE, F. Trochu, and J. BREARD, "Optimization of injection flow rate to minimize micro/macro-voids formation in resin transfer molded composites," *Composites Science and Technology*, vol. 66, no. 3-4, pp. 475–486, 2006.
- [92] T. G. P. Gutowski, *Advanced composites manufacturing*. New York: Wiley, 1997.
- [93] T. Sadiq, S. G. Advani, and R. S. Parnas, "Experimental investigation of transverse flow through aligned cylinders," *International Journal of Multiphase Flow*, vol. 21, no. 5, pp. 755–774, 1995.

- [94] B. R. Gebart, "Permeability of Unidirectional Reinforcements for RTM," *Journal of Composite Materials*, vol. 26, no. 8, pp. 1100–1133, 1992.
- [95] J. S. Leclerc and E. Ruiz, "Porosity reduction using optimized flow velocity in Resin Transfer Molding," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 39, no. 12, pp. 1859–1868, 2008.
- [96] P. Olivier, J. P. Cottu, and B. Ferret, "Effects of cure cycle pressure and voids on some mechanical properties of carbon/epoxy laminates," *Composites*, vol. 26, no. 7, pp. 509–515, 1995.
- [97] L. Liu, B.-M. Zhang, D.-F. Wang, and Z.-J. Wu, "Effects of cure cycles on void content and mechanical properties of composite laminates," *Composite Structures*, vol. 73, no. 3, pp. 303–309, 2006.
- [98] J. Schell, M. Deleglise, C. Binetruy, P. Krawczak, and P. Ermanni, "Numerical prediction and experimental characterisation of meso-scale-voids in liquid composite moulding," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 38, no. 12, pp. 2460–2470, 2007.
- [99] K. J. Ahn, J. C. Seferis, and J. C. Berg, "Simultaneous measurements of permeability and capillary pressure of thermosetting matrices in woven fabric reinforcements," *Polym. Compos*, vol. 12, no. 3, pp. 146–152, 1991.
- [100] A. Benatar, "Ultrasonic welding of plastics and polymeric composites," in *Power Ultrasonics*: Elsevier, 2015, pp. 295–312.
- [101] M. Menacher and D. Drummer, "Fügen von Kunststoffen: Klebstoffvernetzung durch Vibrationstechnik," *adhäsion KLEBEN & DICHTEN*, vol. 55, no. 12, pp. 42–46, 2011.
- [102] K. Kocatepe, "Effect of low frequency vibration on porosity of LM25 and LM6 alloys," *Materials & Design*, vol. 28, no. 6, pp. 1767–1775, 2007.
- [103] J. Bast, J. Hübler, and C. Dommaschk, "Influence of Vibration During Solidification of Molten Metals on Structure and Casting Properties," *Adv. Eng. Mater*, vol. 6, no. 7, pp. 550–554, 2004.
- [104] D. P. Shukla, D. B. Goel, and P. C. Pandey, "Effect of vibration on the formation of porosity in aluminum alloy ingots," *MTB*, vol. 11, no. 1, pp. 166–168, 1980.
- [105] P. Banfill, M. Teixeira, and R. Craik, "Rheology and vibration of fresh concrete: Predicting the radius of action of poker vibrators from wave propagation," *Cement and Concrete Research*, vol. 41, no. 9, pp. 932–941, 2011.
- [106] N. R. Pillai, "Effect of low frequency mechanical vibration on structure of modified aluminum-silicon eutectic," *MT*, vol. 3, no. 5, pp. 1313–1316, 1972.
- [107] J. P. Ibar, "Control of polymer properties by melt vibration technology: A review," *Polym. Eng. Sci*, vol. 38, no. 1, pp. 1–20, 1998.

- [108] H. Rumpel, "Strömungen hochviskoser Newtonscher und nicht-Newtonscher Flüssigkeiten," *Technische Mechanik 1*, no. 1, 1981.
- [109] H. A. Barnes, P. Townsend, and K. Walters, "Flow of Non-Newtonian Liquids under a Varying Pressure Gradient," *Nature*, vol. 224, no. 5219, pp. 585–587, 1969.
- [110] D. W. Sundstrom and A. Kaufmann, "Pulsating flow of polymer solutions," *Industrial Engineering Chemistry Process Design and Development*, no. 16, pp. 320–325, 1977.
- [111] N. Phan-Thien and J. Dudek, "Pulsating flow revisited," *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, vol. 11, no. 1-2, pp. 147–161, 1982.
- [112] P. Townsend, "Numerical solutions of some unsteady flows of elastico-viscous liquids," *Rheol Acta*, vol. 12, no. 1, pp. 13–18, 1973.
- [113] B. Mena, O. Manero, and D. M. Binding, "Complex flow of viscoelastic fluids through oscillating pipes. Interesting effects and applications," *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, vol. 5, pp. 427–448, 1979.
- [114] A. K. Deysarkar, "Flow of Paste in a Vibrated Tube," *J. Rheol*, vol. 25, no. 1, p. 41, 1981.
- [115] V. Sobolik, O. Wein, and P. Mitschka, "Periodic flows of pseudoplastic fluids in pipes," *Rheol Acta*, vol. 21, no. 4-5, pp. 521–523, 1982.
- [116] J. A. Goshawk, N. D. Waters, G. K. Rennie, and E. J. Staples, "Enhancement of the drainage of non-Newtonian liquid films by oscillation," *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, vol. 51, no. 1, pp. 21–60, 1994.
- [117] J. A. Goshawk and N. D. Waters, "The effect of oscillation on the drainage of an elastico-viscous liquid," *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, vol. 54, pp. 449–464, 1994.
- [118] M. A. Zaeem, S. Lapin, and K. Matveev, "The effect of vibration on flow rate of non-Newtonian fluid," San Francisco, 2009.
- [119] N. Deshpande and M. Barigou, "Vibrational flow of non-Newtonian fluids," *Chemical Engineering Science*, vol. 56, no. 12, pp. 3845–3853, 2001.
- [120] R. Ueda, H. Mikada, T. Goto, and J. Takekawa, "Lattice Boltzmann Simulation for Flux Change in Laminar Flow Under Oscillating Boundary Condition," in *The 16th International Symposium on Recent Advances in Exploration Geophysics (RAEG 2012)*: EAGE Publications BVNetherlands, 2012.
- [121] R. Ueda, H. Mikada, T. Goto, and J. Takekawa, "Lattice Boltzmann Simulation for Flux Change Under Oscillating Boundary Condition," in *The 17th International Symposium on Recent Advances in Exploration Geophysics (RAEG 2013)*: EAGE Publications BVNetherlands, 2013.

- [122] R. Ueda, H. Mikada, T. Goto, and J. Takekawa, "Numerical Simulation for Apparent Viscosity Change under Oscillating Boundary Condition Using Lattice Boltzmann Method," in *The 18th International Symposium on Recent Advances in Exploration Geophysics (RAEG 2014)*: EAGE Publications BVNetherlands, 2014.
- [123] S. R. Ghiorse and R. M. Jurta, "Effects of low frequency vibration processing on carbon/epoxy laminates," *Composites*, vol. 22, no. 1, pp. 3–8, 1991.
- [124] 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.
- [125] 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.
- [126] J. Gangloff, R. Readdy, and S. Advani, "The Effect of Targeted Applied Vibrations to Promote Void Reduction During Composite Processing," in *SAMPE 2012: Conference & exhibition : Baltimore, Maryland, May 21-24, 2012*, Covina, CA: Society for the Advancement of Material and Process Engineering, 2012.
- [127] T. Kruckenberg, L. Ye, and R. Paton, "Static and vibration compaction and microstructure analysis on plain-woven textile fabrics," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 39, no. 3, pp. 488–502, 2008.
- [128] 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.
- [129] 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.
- [130] F. Robitaille and R. Gauvin, "Compaction of textile reinforcements for composites manufacturing. III: Reorganization of the fiber network," *Polym. Compos*, vol. 20, no. 1, pp. 48–61, 1999.
- [131] Y. R. Kim, S. P. McCarthy, and J. P. Fanucci, "Compressibility and relaxation of fiber reinforcements during composite processing," *Polym. Compos*, vol. 12, no. 1, pp. 13–19, 1991.
- [132] R. Gibson and E. Ayorinde, "Vibration-Assisted Liquid Composite Molding," in *ANTEC 2004 conference proceedings*, Brookfield, Ct.: Society of Plastics Engineers, 2004.

- [133] F. Song, "Numerical Simulation of Vibration-Assisted Liquid Composite Molding," Dissertation, Wayne State University, Detroit, 2004.
- [134] B. S. Baig, "Analysis and Testing of a Vibration Assisted Liquid Composite Molding Process," Master Thesis, Wayne State University, Detroit, 1996.
- [135] N. Pantelelis and A. Kanarachos, "Vibration assisted resin transfer molding (VIARTM)," in *13th International Conference on Composite Materials*, 2001.
- [136] N. Pantelelis, "Evaluation of the Vibration Assisted RTM Technique in the Production of Real Parts," in *7th International Conference on Flow Processes in Composite Materials*, 2004.
- [137] C. Kirdar, "Untersuchung des scherratenabhängigen Fließverhaltens von ausgewählten Epoxidharzsystemen," Semesterarbeit, Lehrstuhl für Carbon Composites, Technische Universität München, München, 2013.
- [138] W. Raffelt, "Beitrag zur HD-RTM-Prozessentwicklung für die automobiler Großserie," Dissertation, Lehrstuhl für Carbon Composites, München, 2016.
- [139] Anton Paar GmbH, *Rheometer der MCR-Serie* :: Anton-Paar.com. Available: <http://www.anton-paar.com/de-de/produkte/details/rheometer-der-mcr-serie/rheometer/> (2015, Mar. 05).
- [140] A. Braun, "Diskussion von Versuchsergebnissen", Expertengespräch, Jul. 2013.
- [141] T. A. Osswald, "Diskussion von Versuchsergebnissen", Expertengespräch, Dec. 2014.
- [142] C. S. Brazel and S. L. Rosen, *Fundamental principles of polymeric materials, third edition*, 3rd ed. Hoboken, N.J.: Wiley, 2012.
- [143] T. A. Osswald, "Diskussion von Versuchsergebnissen", Expertengespräch, Jun. 2015.
- [144] A. Barton, *CRC handbook of polymer-liquid interaction parameters and solubility parameters*. Boca Raton: CRC Press, 1990.
- [145] A. Barton, *CRC handbook of solubility parameters and other cohesion parameters*, 2nd ed. Boca Raton: CRC Press, 1991.
- [146] N. Rudolph, "Diskussion von Versuchsergebnissen", Expertengespräch, Jan. 2013.
- [147] D. Doraiswamy, "The Cox–Merz rule extended: A rheological model for concentrated suspensions and other materials with a yield stress," *J. Rheol.*, vol. 35, no. 4, p. 647, 1991.
- [148] H. M. Laun, "Rheological properties of aqueous polymer dispersions," *Angew. Makromol. Chemie*, vol. 123, no. 1, pp. 335–359, 1984.

- [149] B. J. Ackerson and N. A. Clark, "Sheared colloidal suspensions," *Physica A: Statistical Mechanics and its Applications*, vol. 118, no. 1-3, pp. 221–249, 1983.
- [150] E. E. Swery, R. Meier, S. V. Lomov, C. Hahn, P. Kelly, and Straumit I, "Verification of FlowTex Solver using Ansys CFX; Examining the Permeability Prediction Method on a Range of Textile Architecture Models," in *16th European Conference on Composite Materials*, 2014.
- [151] E. E. Swery, R. Meier, S. V. Lomov, K. Drechsler, and P. Kelly, "Predicting permeability based on flow simulations and textile modelling techniques: Comparison with experimental values and verification of FlowTex solver using Ansys CFX," *Journal of Composite Materials*, 2015.
- [152] R. Roselli, "Numerische Parameterstudie zur Bestimmung von Scherraten in Harzinfiltrationsprozessen," Bachelorarbeit, Lehrstuhl für Carbon Composites, Technische Universität München, München, 2013.
- [153] D. Richter, "Numerische Parameterstudie zur Bestimmung von Scherraten in Harzinfiltrationsprozessen," Semesterarbeit, Lehrstuhl für Carbon Composites, Technische Universität München, München, 2014.
- [154] K. Geiger, "Ein neues heuristisches Fließgesetz," in *21. Stuttgarter Kunststoff-Kolloquium*, 2009.
- [155] B. Verleye, "Computation of the permeability of multi-scale porous media with application to technical textiles," Dissertation, Fakultät Ingenieurwissenschaften, Katholieke Universiteit Leuven, Leuven, März / 2008.
- [156] I. Verpoest and S. V. Lomov, "Virtual textile composites software WiseTex: Integration with micro-mechanical, permeability and structural analysis," *Composites Science and Technology*, vol. 65, no. 15–16, pp. 2563–2574, <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S026635380500196X>, 2005.
- [157] o. V, "ANSYS CFX-Solver Modeling Guide," ANSYS Incorporation, Canonsburg, 2009.
- [158] o. V, "ANSYS CFX Introduction," ANSYS Incorporation, Canonsburg, 2009.
- [159] V. I. Babitsky, J. Wittenburg, and V. A. Svetlitsky, *Engineering Vibration Analysis*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2004.
- [160] A. V. Amann, "Prinzipnachweis für den Einfluss von Vibration auf Harzinfiltrationsprozesse," Semesterarbeit, Lehrstuhl für Carbon Composites, Technische Universität München, München, 2012.
- [161] J. Li, C. Zhang, R. Liang, and B. Wang, "Statistical characterization and robust design of RTM processes," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 36, no. 5, pp. 564–580, 2005.

- [162] R. A. Saunders, C. Lekakou, and M. G. Bader, "Compression and microstructure of fibre plain woven cloths in the processing of polymer composites," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 29, no. 4, pp. 443–454, 1998.
- [163] J. Heim, "Untersuchung von Einflussgrößen vibrationsunterstützter RTM-Prozesse hinsichtlich reduzierter Füllzeit," Diplomarbeit, Lehrstuhl für Carbon Composites, Technische Universität München, München, 2012.
- [164] D. C. Montgomery, *Design and analysis of experiments*. Hoboken, NJ: John Wiley & Sons, Inc, 2013.
- [165] W. Kleppmann, *Taschenbuch Versuchsplanung: Produkte und Prozesse optimieren*, 7th ed. München: Hanser, 2011.
- [166] A. Nieratschker, "Untersuchung scherratenabhängiger Tränkungsvorgänge im RTM-Prozess," Bachelorarbeit, Lehrstuhl für Carbon Composites, Technische Universität München, München, 2013.
- [167] F. Klunker, "Diskussion geeigneter Versuchsaufbauten", Expertengespräch, Jul. 2013.
- [168] A. Huissel, "Entwicklung eines optischen Fließfronterfassungssystems für die Analyse von 1D-Permeabilitätstests," Semesterarbeit, Lehrstuhl für Carbon Composites, Technische Universität München, München, 2015.
- [169] T. Kourkoutsaki, E. Logakis, I. Kroutilova, L. Matejka, J. Nedbal, and P. Pissis, "Polymer dynamics in rubbery epoxy networks/polyhedral oligomeric silsesquioxanes nanocomposites," *J. Appl. Polym. Sci*, vol. 113, no. 4, pp. 2569–2582, 2009.
- [170] R. Kotsilkova, D. Fragiadakis, and P. Pissis, "Reinforcement effect of carbon nanofillers in an epoxy resin system: Rheology, molecular dynamics, and mechanical studies," *J. Polym. Sci. B Polym. Phys*, vol. 43, no. 5, pp. 522–533, 2005.
- [171] M. Brahm, *Polymerchemie kompakt: Grundlagen - Struktur der Makromoleküle; technisch wichtige Polymere und Reaktivsysteme ; mit 20 Tabellen*, 2nd ed. Stuttgart: Hirzel, 2009.

A Anhang

a Zusatzdiagramme

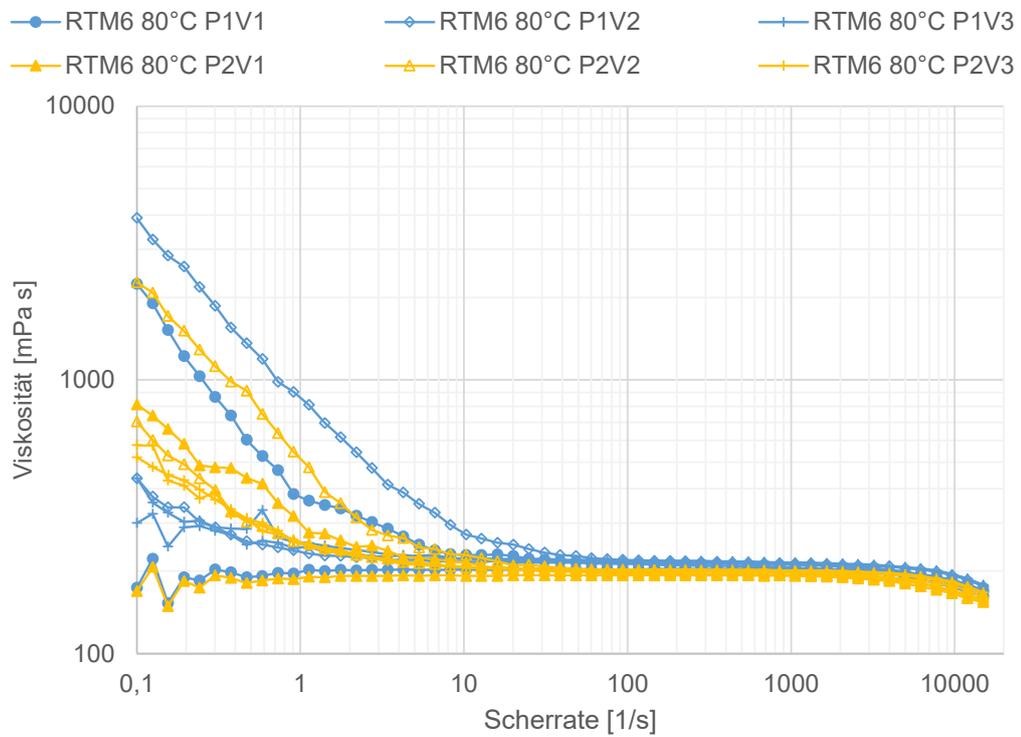


Abb. A-1: Viskositätsverläufe des Harzsystems RTM6 bei 80 °C

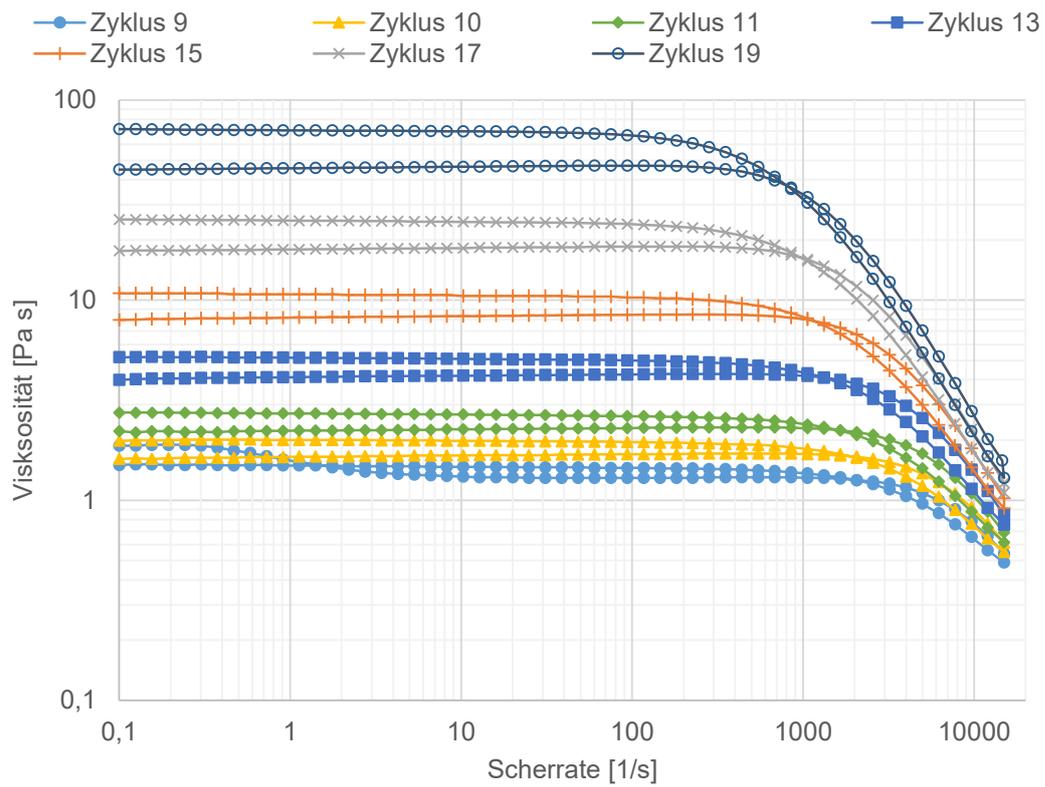


Abb. A-2: Zeitliche Entwicklung des Viskositätsverlaufs bei 30 °C für das Harzsystem RIMR135/RIMH1366 ab Zyklus 9

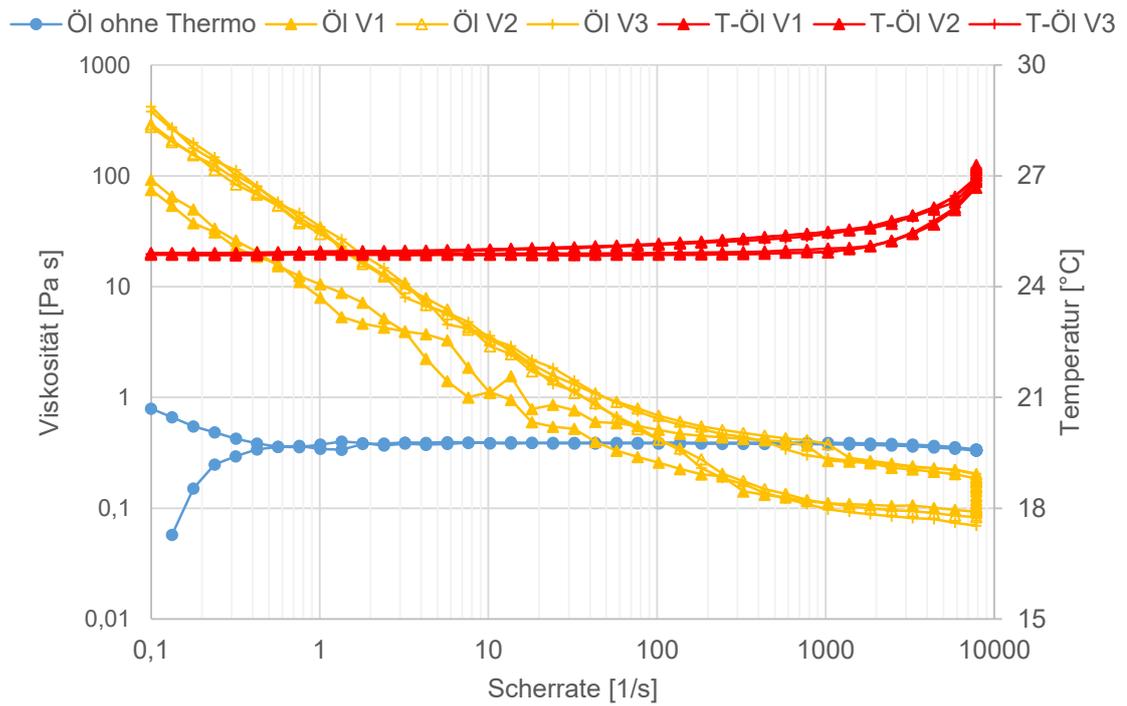


Abb. A- 3: Test auf viskose Erwärmung – Temperaturverläufe der Siliconöl-Proben während des Scherratenweeps

Dargestellt sind, neben dem Viskositätsverlauf der Messung ohne Thermoelement im Messspalt, die drei Wiederholungsmessungen mit derselben Probe.

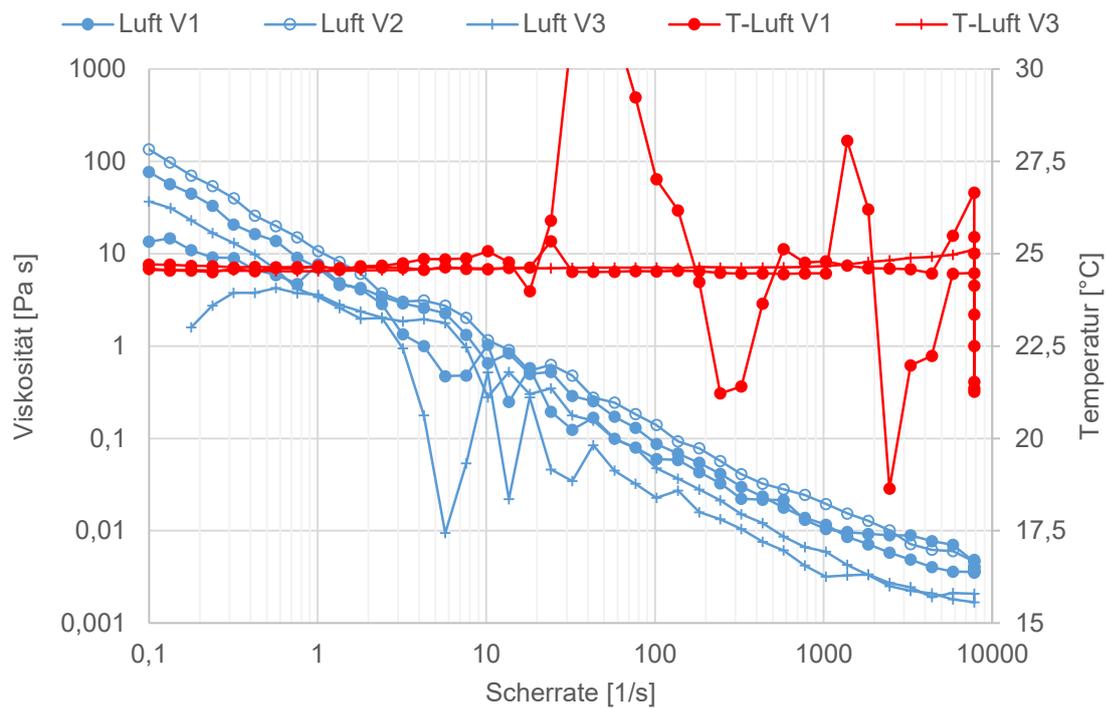


Abb. A- 4: Test auf viskose Erwärmung – Temperaturverläufe der Luftmessungen während des Scherratenweeps

Die Luftmessungen werden dreimal wiederholt. Die starken Schwankungen im Temperaturverlauf sind auf die Reibung zwischen Messfühler und rotierender Messgeometrie zurückzuführen. Sie sind im Vergleich zur Messung mit Harz und Öl deutlich größer, was mit der fehlenden Schmierfilmwirkung begründet wird. Bei der Aufzeichnung der Temperaturwerte für die Messung V2 kam es zum Datenverlust. Die Ergebnisse liegen in Form eines Diagramms als Temperaturverlauf über der Zeit vor und bestätigten die Verläufe von V1 und V3.

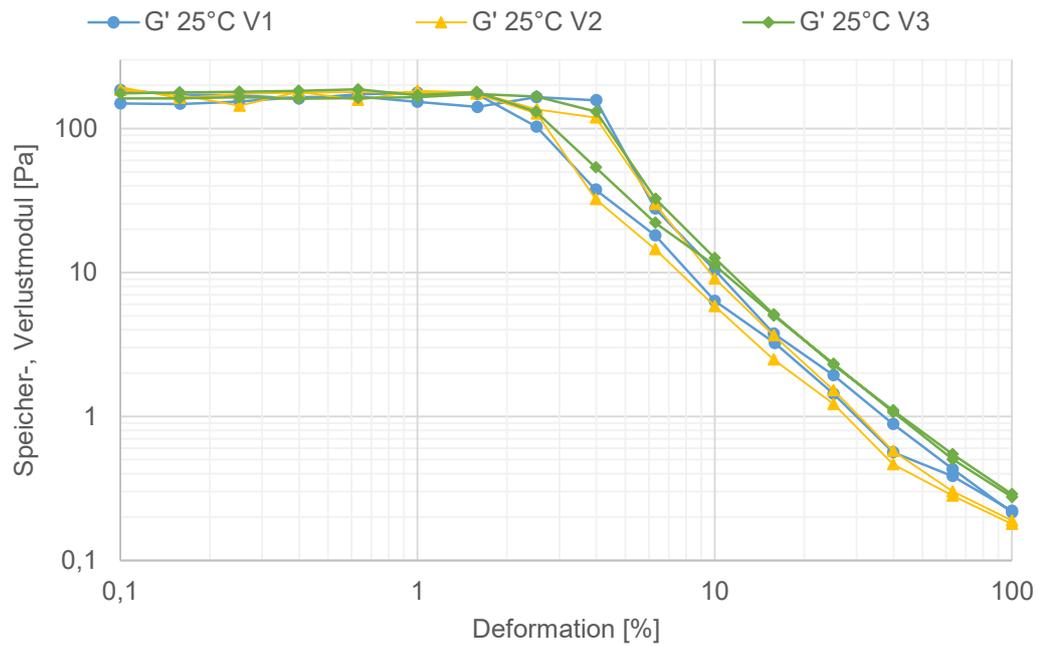


Abb. A- 5: Wiederholungsmessungen des Amplitudentests mit dem Harzsystem RIMR135/RIMH1366 bei 25 °C

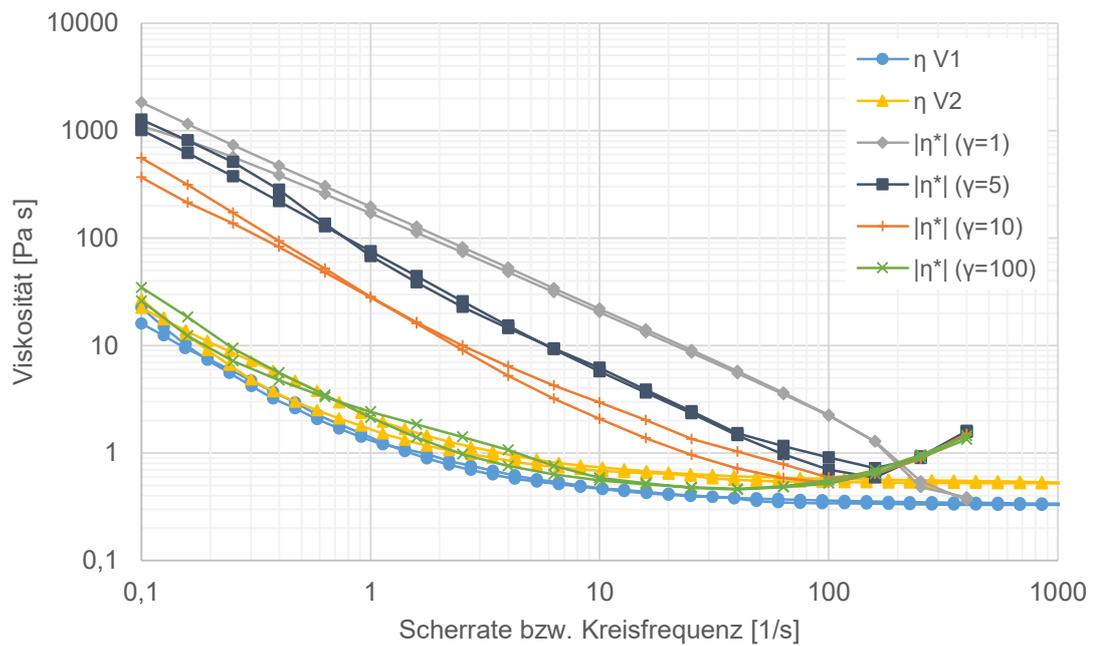


Abb. A- 6: Cox-Merz-Diagramm ermittelt aus den rotatorischen Messungen und den Frequenztests bei 25 °C

b Zusatztabellen

Tab. A-1: Angaben zu den generierten CFD-Netzen der Kubischen Einheitszellen

V_{f_sim} [%]	Kanallänge [μm]	Anzahl Knoten	Anzahl Wedges	Anzahl Hexahedra	Min./ max. Face Angle [°]	Max. edge length ratio	Max. element volume ratio
61,1	10	305256	668	282898	46,6 / 134,84	1,9	2,7
78,5	10	1064792	2664	990342	0,2 / 162,0	171,8	8,4

Tab. A-2: Angaben zu den generierten CFD-Netzen der Hexagonale Einheitszellen

V_{f_sim} [%]	Kanallänge [μm]	Anzahl Knoten	Anzahl Wedges	Anzahl Hexahedra	Min./ max. Face Angle [°]	Max. edge length ratio	Max. element volume ratio
49,2	10	480956	1152	456192	44,9 / 132,3	1,9	2,8
65,3	10	492340	476	462196	37,2 / 135,8	2,3	3,4
90,7	10	510473	4800	444440	0,2 / 154,0	121,6	5,0

Tab. A- 3: Massenströme für den Mikroflussbereich der nicht-newtonschen Betrachtungsfälle

∇p [bar/m]	Massenstrom ¹ [g/min]				
	Kub $V_f=0,611$	Kub $V_f=0,785$	Hex $V_f=0,492$	Hex $V_f=0,653$	Hex $V_f=0,907$
100	5,56E-09	1,03E-09	9,60E-09	1,40E-09	2,35E-11
50	2,33E-09	4,34E-10	4,21E-09	5,33E-10	4,30E-12
30	1,06E-09	1,83E-10	2,08E-09	2,10E-10	1,33E-13
14,3	2,09E-10	1,53E-11	5,42E-10	1,42E-11	4,64E-14
6,7	3,31E-12	6,30E-13	2,72E-11	8,10E-13	2,17E-14

Tab. A- 4: Massenströme für den Mikroflussbereich der newtonschen Betrachtungsfälle

∇p [bar/m]	Massenstrom ¹ [g/min]				
	Kub $V_f=0,611$	Kub $V_f=0,785$	Hex $V_f=0,492$	Hex $V_f=0,653$	Hex $V_f=0,907$
100	6,48E-09	1,30E-09	1,08E-08	1,74E-09	4,68E-11
50	3,23E-09	6,42E-10	5,38E-09	8,70E-10	2,34E-11
30	1,94E-09	3,85E-10	3,23E-09	5,22E-10	1,40E-11
14,3	9,24E-10	1,82E-10	1,54E-09	2,49E-10	6,69E-12
6,7	4,33E-10	8,34E-11	7,22E-10	1,17E-10	3,14E-12

¹ Die Massenströme sind für die durchströmten Querschnittsflächen der Einheitszellen angegeben.

Tab. A- 5: Mittlere Druckgradienten und Standardabweichungen der gesättigten Infiltrationsversuche ohne Vibrationsunterstützung

Messintervall-Nr.	Druckgradient / Standardabweichung [bar/m]				
	V1 p↘	V1 p↗	V2 p↗	V3 p↗	V4 p↘
1	4,0 / 0,0007	0,5 / 0,0009	0,1 / 0,0070	0,1 / 0,0070	1,0 / 0,0056
2	3,0 / 0,0002	1,0 / 0,0014	0,2 / 0,0064	0,2 / 0,0065	0,9 / 0,0058
3	2,0 / 0,0003	1,5 / 0,0005	0,3 / 0,0061	0,3 / 0,0059	0,6 / 0,0059
4	1,5 / 0,0004	2 / 0,0007	0,4 / 0,0060	0,4 / 0,0057	0,5 / 0,0065
5	1,0 / 0,0006	2,5 / 0,0004	0,5 / 0,0064	0,5 / 0,0055	0,4 / 0,0057
6	0,5 / 0,0009	3,0 / 0,0007	0,6 / 0,0061	0,6 / 0,0067	0,3 / 0,0062
7	---	4 / 0,0018	1 / 0,0057	0,7 / 0,0066	0,2 / 0,0060
8	---	4,5 / 0,0007	---	0,8 / 0,0059	0,1 / 0,0067
9	---	---	---	0,9 / 0,0061	---
10	---	---	---	1,0 / 0,0062	---

Tab. A- 6: Versuchsdaten der RTM-Vorversuchsreihe

Versuchsbezeichnung	p_{inj} (gemittelt) [bar]	T_{wkz} (gemittelt) [°C]	Harzmasse [g]	Lagenmasse (gemittelt) [g]
RTM-1_V1	3,03	30,5	427,3	27,5
RTM-1_V2	2,08	31,9	419,9	27,3
RTM-1_V3	2,95	29,4	444,8	27,4
RTM-1_V4	3,02	28,9	421,1	27,3
RTM-1_V5	3,00	30,3	446,8	27,4
RTM-1_V6	2,97	31,0	423,9	27,3
RTM-1_V7	1,99	31,4	423,1	27,5
RTM-1_V8	2,02	31,3	424,1	27,2
RTM-1_V9	2,00	32,0	426,6	27,4
RTM-1_V10	2,01	30,9	422,6	27,3

c Datenblätter

EPIKOTE™ Resin MGS® RIM 135

EPIKURE™ Curing Agent MGS® RIM H 134 - RIM H 137

	page	Content
Characteristics	1	
Application	2	
Specifications	3	
Processing details	4	
Mixing ratios	4	
Temperature development	5	
Viscosity	6	
DMA	7	
T _g Development	7	
Mechanical data	8	

Approval	German Lloyd
Application	<p>specially designed for infusion processes (RMT; SCRIMP/VARI)</p> <p>rotor blades for wind turbines, boat and shipbuilding, sports equipment</p>
Operational temperature	<p>-60 °C up to +50 °C (-76 °F up to 122 °F) without heat treatment</p> <p>-60 °C bis +80 °C (-76 °F up to 176 °F) after heat treatment</p>
Processing	<p>at temperatures between 10 °C and 50 °C (50-122 °F) due to the very low mixing viscosity especially suited for infusion, injection and pultrusion</p>
Features	<p>very low viscosity</p> <p>excellent initial curing properties at room temperature</p> <p>pot life from approx. 0,5 hour to approx. 4 hours</p> <p>short curing times at high temperatures</p>
Storage	shelf life of 24 month in originally sealed containers

Characteristics

HEXION SPECIALTY CHEMICALS MAKES NO WARRANTY, EXPRESS OR IMPLIED, CONCERNING ANY PRODUCT OR THE MERCHANTABILITY OR FITNESS THEREOF FOR ANY PURPOSE OR CONCERNING THE ACCURACY OF ANY INFORMATION PROVIDED BY HEXION SPECIALTY CHEMICALS, except that the product shall conform to contracted specifications, and that the product does not infringe any valid United States patent. The information provided herein was believed by Hexion Specialty Chemicals to be accurate at the time of preparation or prepared from sources believed to be reliable, but it is the responsibility of the user to investigate and understand other pertinent sources of information, to comply with all laws and procedures applicable to the safe handling and use of the product and to determine the suitability of the product for its intended use.

Am Ostkai 21/22
70327 Stuttgart
Germany
Phone: +49 (0) 711 - 3 89 80 00
Fax: +49 (0) 711 - 3 89 80 011
www.hexionchem.com

EPIKOTE™ Resin MGS® RIM 135

Very low-viscosity laminating resin system with different pot lives for processing of glass, carbon and aramide fibers. Due to its good mechanical properties, this system is suitable for the production of components featuring high static and dynamic loadability.

The range of pot lives is between approx. 0,5 hour and approx. 3 - 4 hours. The parts can be worked and demolded after curing at room temperature. Curing at higher temperatures (up to approx. 80-100 °C, 176-212 °F) is possible, depending on layer thickness and geometry of the parts to be manufactured. The curing times can be reduced to a few minutes by this.

Adding internal parting agents, such as zinc stearate, etc., has proven useful for pultrusion processes. Profiles with good surface qualities are obtained. Depending on profile geometry, mould temperatures in the range of 180-230 °C (356-446 °F) are possible, thus permitting high drawing speeds.

The mixing viscosity is very low, which is especially advantageous for infusion and injection processes. It may be lowered to approx. 150 mPas by heating the resin mass (see diagram). This means that even complicated molded parts with long flow paths can be easily infused. The temperature rise with hardener RIMH 137 remains very low up to a mold temperature of approx. 30 °C, so that even parts of greater thickness can be produced at elevated temperatures.

The infusion resin system does not contain any unreactive components. The raw materials used feature a very low vapor pressure. This permits processing of the material under vacuum even at elevated temperatures (VARIM process). Compatibility problems are not to be expected in combination with UP gelcoats, various paints (e.g. PUR-based), etc. However, comprehensive tests are indispensable.

The relevant industrial safety regulations for the handling of epoxy resins and hardeners and our instructions for safe processing are to be observed.

The resin and hardeners can be stored for at least 12 months in their carefully sealed original containers. The resin and hardeners may crystallize at temperatures below +15 °C (59 °F). The crystallization is visible as a clouding or solidification of the contents of the container. Before processing, the crystallization must be removed by warming up. Slow warming up to approx. 50-60 °C (122-140 °F) in a water bath or oven and stirring or shaking will clarify the contents of the container without any loss of quality. Use only completely transparent products. Before warming up, open containers slightly to permit equalization of pressure. Caution during warm-up! Do not warm up over an open flame! While stirring up use safety equipment (gloves, eyeglasses, respirator).

Application

HEXION SPECIALTY CHEMICALS MAKES NO WARRANTY, EXPRESS OR IMPLIED, CONCERNING ANY PRODUCT OR THE MERCHANTABILITY OR FITNESS THEREOF FOR ANY PURPOSE OR CONCERNING THE ACCURACY OF ANY INFORMATION PROVIDED BY HEXION SPECIALTY CHEMICALS, except that the product shall conform to contracted specifications, and that the product does not infringe any valid United States patent. The information provided herein was believed by Hexion Specialty Chemicals to be accurate at the time of preparation or prepared from sources believed to be reliable, but it is the responsibility of the user to investigate and understand other pertinent sources of information, to comply with all laws and procedures applicable to the safe handling and use of the product and to determine the suitability of the product for its intended use.

Am Ostkai 21/22
70327 Stuttgart
Germany
Phone: +49 (0) 711 - 3 89 80 00
Fax: +49 (0) 711 - 3 89 80 011
www.hexionchem.com

May, 2006

EPIKOTE™ Resin MGS® RIM 135

Specifications

		Infusion resin RIM 135
Density	[g/cm³]	1,13 - 1,17
Viscosity	[mPas]	700 - 1.100
Epoxy equivalent	[g/equivalent]	166 - 185
Epoxy value	[equivalent /100g]	0,54 - 0,60
Refractory index		1,548-1,552

Measuring conditions:

measured at 25 °C / 77 °F

	Hardener RIMH 134	Hardener RIMH 1366	Hardener RIMH 137	
Density	[g/cm³]	0,93 - 1,00	0,92 - 0,96	0,93 - 0,98
Viscosity	[mPas]	10 - 80	4 - 25	10 - 50
Amine value	[mg KOH/g]	550 - 700	500 - 625	400 - 600
Refractoy index		1,4900 - 1,5000	1,4525 - 1,4750	1,460 - 1,463

Measuring conditions:

measured at 25 °C / 77 °F

HEXION SPECIALTY CHEMICALS MAKES NO WARRANTY, EXPRESS OR IMPLIED, CONCERNING ANY PRODUCT OR THE MERCHANTABILITY OR FITNESS THEREOF FOR ANY PURPOSE OR CONCERNING THE ACCURACY OF ANY INFORMATION PROVIDED BY HEXION SPECIALTY CHEMICALS, except that the product shall conform to contracted specifications, and that the product does not infringe any valid United States patent. The information provided herein was believed by Hexion Specialty Chemicals to be accurate at the time of preparation or prepared from sources believed to be reliable, but it is the responsibility of the user to investigate and understand other pertinent sources of information, to comply with all laws and procedures applicable to the safe handling and use of the product and to determine the suitability of the product for its intended use.

Am Ostkai 21/22
70327 Stuttgart
Germany
Phone: +49 (0) 711 - 3 89 80 00
Fax: +49 (0) 711 - 3 89 80 011
www.hexionchem.com

EPIKOTE™ Resin MGS® RIM 135

	Infusion resin RIM 135	Hardeners RIMH 134-137
Average EP - Value	0,56	-
Average amine equivalent	-	52

Processing details

	Infusion resin RIM 135 : Hardener RIMH 134 - RIMH 137
By weight	100 : 30 ± 2
By volume	100 : 36 ± 2

Mixing ratios

The specified mixing ratios must be observed as exactly as possible. Adding more or less hardener will not effect a faster or slower reaction - but in incomplete curing which cannot be corrected in any way.

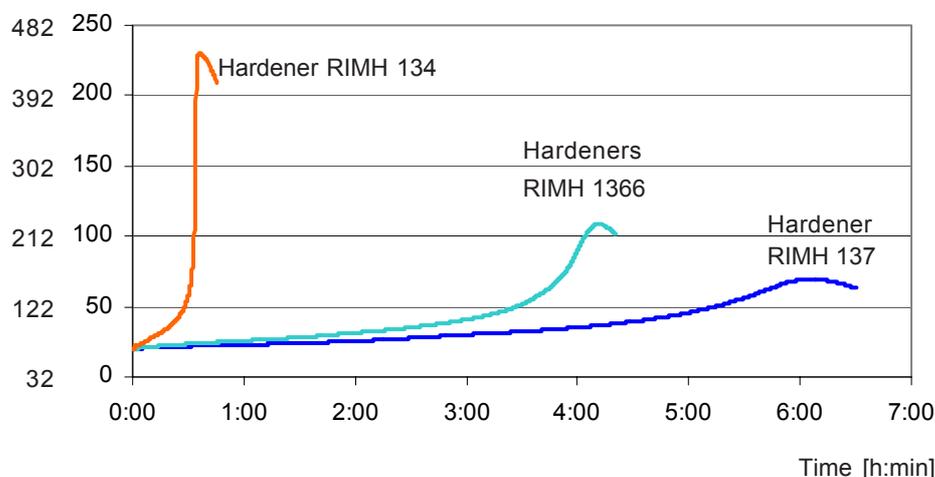
Resin and hardener must be mixed very thoroughly. Mix until no clouding is visible in the mixing container. Pay special attention to the walls and the bottom of the mixing container.

HEXION SPECIALTY CHEMICALS MAKES NO WARRANTY, EXPRESS OR IMPLIED, CONCERNING ANY PRODUCT OR THE MERCHANTABILITY OR FITNESS THEREOF FOR ANY PURPOSE OR CONCERNING THE ACCURACY OF ANY INFORMATION PROVIDED BY HEXION SPECIALTY CHEMICALS, except that the product shall conform to contracted specifications, and that the product does not infringe any valid United States patent. The information provided herein was believed by Hexion Specialty Chemicals to be accurate at the time of preparation or prepared from sources believed to be reliable, but it is the responsibility of the user to investigate and understand other pertinent sources of information, to comply with all laws and procedures applicable to the safe handling and use of the product and to determine the suitability of the product for its intended use.

Am Ostkai 21/22
70327 Stuttgart
Germany
Phone: +49 (0) 711 - 3 89 80 00
Fax: +49 (0) 711 - 3 89 80 011
www.hexionchem.com

EPIKOTE™ Resin MGS® RIM 135

[°F] [°C] Temperature



Temperature development

Quantity: 100 g / 20 °C (77 °F)

The optimum processing temperature is in the range between 20 °C and 25 °C (68-77 °F). Higher processing temperatures are possible, but will shorten pot life. A rise in temperature of 10 °C (50 °F) will halve the pot life. Water (for example very high humidity or contained in fillers) causes an acceleration of the resin/hardener reaction. Different temperatures and humidities during processing have no significant effect on the strength of the hardened product.

Do not mix large quantities - particularly of highly reactive systems - at elevated processing temperatures. The heat flow from the mixing container is very low, so the contents will heat up fast because of the dissipating reaction heat (exothermic resin-hardener reaction). This can result in temperatures of more than 200 °C (392 °F) in the mixing container, which may cause smoke-intensive burning of the resin mass.

HEXION SPECIALTY CHEMICALS MAKES NO WARRANTY, EXPRESS OR IMPLIED, CONCERNING ANY PRODUCT OR THE MERCHANTABILITY OR FITNESS THEREOF FOR ANY PURPOSE OR CONCERNING THE ACCURACY OF ANY INFORMATION PROVIDED BY HEXION SPECIALTY CHEMICALS, except that the product shall conform to contracted specifications, and that the product does not infringe any valid United States patent. The information provided herein was believed by Hexion Specialty Chemicals to be accurate at the time of preparation or prepared from sources believed to be reliable, but it is the responsibility of the user to investigate and understand other pertinent sources of information, to comply with all laws and procedures applicable to the safe handling and use of the product and to determine the suitability of the product for its intended use.

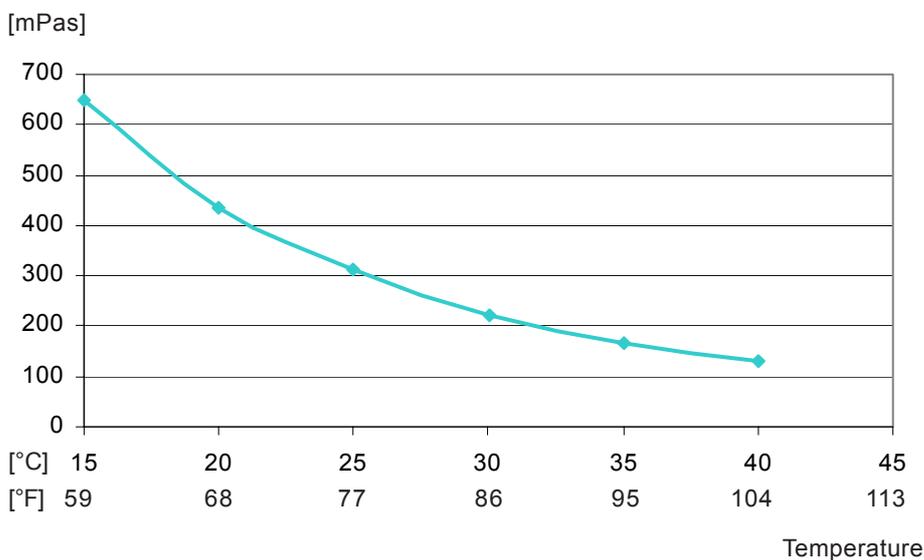
Am Ostkai 21/22
70327 Stuttgart
Germany
Phone: +49 (0) 711 - 3 89 80 00
Fax: +49 (0) 711 - 3 89 80 011
www.hexionchem.com

EPIKOTE™ Resin MGS® RIM 135

Viscosity of mixture at different temperatures

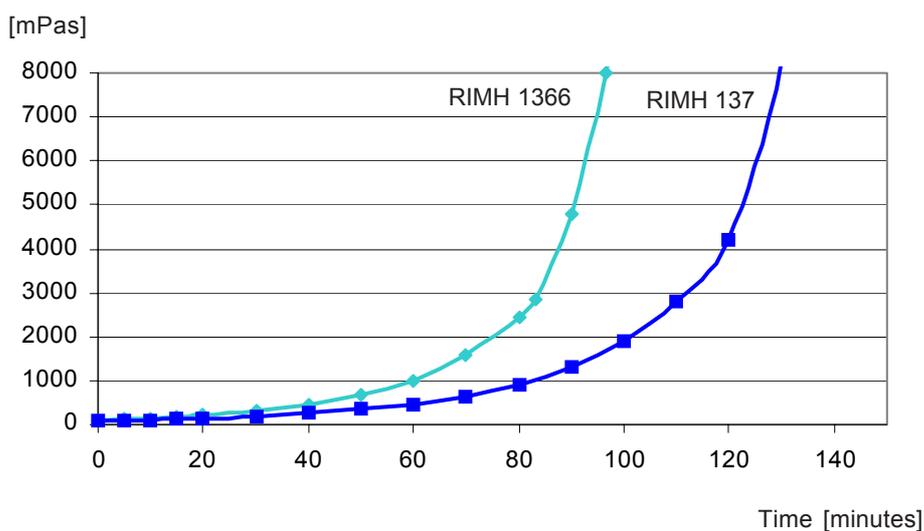
Viscosity

Infusion resin RIM 135 with Hardener RIMH 1366



Viscosity development

Infusion resin RIM 135 with Hardener RIMH 1366 and Hardener RIMH 137



Measuring conditions:

Temperature: 40°C (104 °F); measuring gap 0,2 mm

HEXION SPECIALTY CHEMICALS MAKES NO WARRANTY, EXPRESS OR IMPLIED, CONCERNING ANY PRODUCT OR THE MERCHANTABILITY OR FITNESS THEREOF FOR ANY PURPOSE OR CONCERNING THE ACCURACY OF ANY INFORMATION PROVIDED BY HEXION SPECIALTY CHEMICALS, except that the product shall conform to contracted specifications, and that the product does not infringe any valid United States patent. The information provided herein was believed by Hexion Specialty Chemicals to be accurate at the time of preparation or prepared from sources believed to be reliable, but it is the responsibility of the user to investigate and understand other pertinent sources of information, to comply with all laws and procedures applicable to the safe handling and use of the product and to determine the suitability of the product for its intended use.

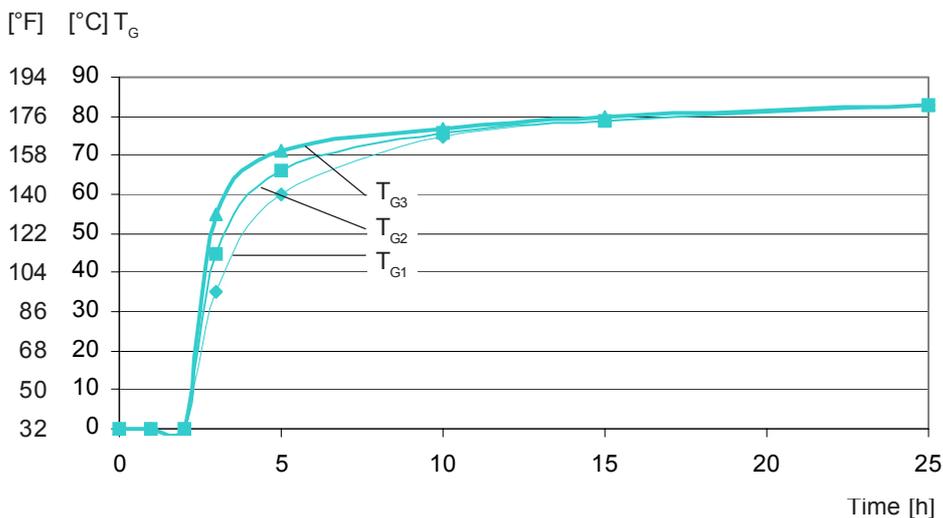
Am Ostkai 21/22
70327 Stuttgart
Germany
Phone: +49 (0) 711 - 3 89 80 00
Fax: +49 (0) 711 - 3 89 80 011
www.hexionchem.com

EPIKOTE™ Resin MGS® RIM 135

Development of glass transition temperature (T_g) at 60 °C

T_g Development

Infusion resin RIM 135 with Hardener RIMH 1366

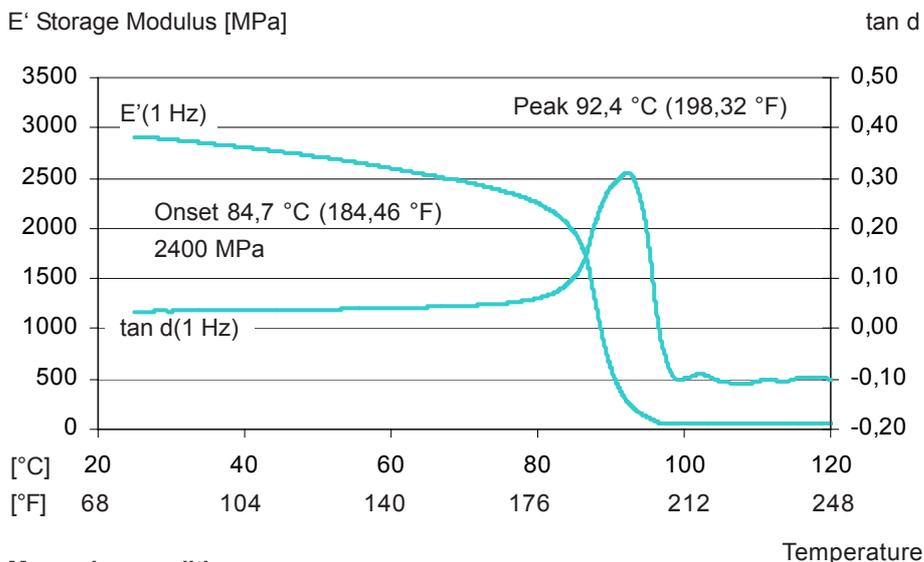


DMA Measuring after heat treatment

DMA

DMA- T_g (peak) tan delta

Infusion resin RIM 135 with Hardener RIMH 1366



Measuring conditions:

Sample thickness: 2 mm
Heat rate: 2 K/min

HEXION SPECIALTY CHEMICALS MAKES NO WARRANTY, EXPRESS OR IMPLIED, CONCERNING ANY PRODUCT OR THE MERCHANTABILITY OR FITNESS THEREOF FOR ANY PURPOSE OR CONCERNING THE ACCURACY OF ANY INFORMATION PROVIDED BY HEXION SPECIALTY CHEMICALS, except that the product shall conform to contracted specifications, and that the product does not infringe any valid United States patent. The information provided herein was believed by Hexion Specialty Chemicals to be accurate at the time of preparation or prepared from sources believed to be reliable, but it is the responsibility of the user to investigate and understand other pertinent sources of information, to comply with all laws and procedures applicable to the safe handling and use of the product and to determine the suitability of the product for its intended use.

Am Ostkai 21/22
70327 Stuttgart
Germany
Phone: +49 (0) 711 - 3 89 80 00
Fax: +49 (0) 711 - 3 89 80 011
www.hexionchem.com

EPIKOTE™ Resin MGS® RIM 135

Mechanical data

Mechanical data of neat resin		
Density	[g/cm ³]	1,18 - 1,20
Flexural strength	[N/mm ²]	90 - 120
Modulus of elasticity	[kN/mm ²]	2,7 - 3,2
Tensile strength	[N/mm ²]	60 - 75
Compressive strength	[N/mm ²]	80 - 90
Elongation at break	[%]	8-16
Impact strength	[KJ/m ²]	70-80
Water absorption at 23 °C	24 h [%] 7 d [%]	0,10 - 0,20 0,20 - 0,50
Fatigue strength under reversed bending stresses acc. to DLR Brunsw.	10 %	exp. > 1 x 10 ⁶
	90 %	exp.> 2 x 10 ⁶
Curing: 24 h at 23 °C (74 °F) + 15 h at 60 °C (140 °F), partly cured/full cure		
Typical data according to WL 5.3203 Parts 1 and 2 of the German Aviation Materials Manual.		

Advice:

Mechanical data are typical for the combination of laminating resin RIM 135 with hardener RIMH 137. Data can differ in other applications.

EPIKOTE™ Resin MGS® RIM 135

Data of reinforced resin
Static tests in standard climate

Mechanical data

Reinforced with		GRC Glass fibre	CRC Carbon fibre	SRC Aramide fibre
Flexural strength	[N/mm ²]	510 - 560	720 - 770	350 - 380
Tensile strength	[N/mm ²]	460 - 500	510 - 550	400 - 480
Compressive strength	[N/mm ²]	410 - 440	460 - 510	140 - 160
Interlaminar shear strength	[N/mm ²]	42 - 46	47 - 55	29 - 34
Modulus of elasticity	[kN/mm ²]	20 - 24	40 - 45	16 - 19
<p>GRC samples: 16 layers of glass fabric, 8H satin, 296 g/m² (8.7 oz/sq.yd.), 4 mm (0.16 in) thick</p> <p>CRC samples: 8 layers of carbon fabric, plain, 200 g/m² (5.9 oz/sq.yd.) 2 mm (0.08 in) thick</p> <p>SRC samples: 15 layers of aramide fabric, 4H satin, 170 g/m² (5.0 oz/sq.yd.), 4 mm (0.16 in) thick</p> <p>Fibre content of samples during processing/testing: 40 - 45 vol% Data calculated for fibre content of 43 vol%</p> <p>Typical data according to WL 5.3203 Parts 1 and 2 of the GERMAN AVIATION MATERIALS MANUAL</p>				

Sample preparation

Curing: 24 h at 23 °C (74 °F)
+ 15 h at 80 °C (176 °F)



Technical Data Sheet

Preliminary data sheet

Most recent revision date: September 2010

EPIKOTE™ Resin 05475

EPIKURE™ Curing Agent 05443

Product Description

EPIKOTE™ Resin 05475 is a low viscous epoxy resin based on bisphenol-A resin EPIKURE™ Curing Agent 05443 is a low viscous very fast amine hardener.

Application Areas/Suggested Uses

Low viscous resin system designed for RTM applications with excellent wetting and adhesion characteristics on fibreglass, carbon- or aramid-fibres, particularly in automotive. Benefits of this system are a low viscosity during infusion (3min @ 85°C <100mPas) and a short curing cycle, which allows an early demoulding (18 min @ 85°C).

The system EPIKOTE™ Resin 05475 with EPIKURE™ Curing Agent 05443 is suitable in combination with our internal release agent HELOXY™ Additive 112 (recommended amount of about 1-2%). The compounds result in outstanding surface finish.

Benefits

- Low viscosity during infusion
- Long infusion time (minimum 3min @ 85°C) and faster T_g development
- Short curing cycle
- Easy to process
- Better wetting properties
- Good thermal and mechanical performance

Sales Specification

EPIKOTE™ Resin 05475

Property	Unit	Value	Test Method / Standard
Viscosity at 25°C	mPa·s	9000 – 10000	DIN 53015
Epoxy equivalent	g/equivalent	178 - 182	DIN 16945
Color Gardner		0 -3	ISO 4630
Refractive index at 25°C		1.569 – 1.575	DIN 51423

EPIKURE™ Curing Agent 05443

Property	Unit	Value	Test Method / Standard
Viscosity at 25°C	mPa·s	10 - 20	DIN 53015

© and ™ Licensed trademarks of Momentive Specialty Chemicals.

The information provided herein was believed by Momentive Specialty Chemicals ("Momentive") to be accurate at the time of preparation or prepared from sources believed to be reliable, but it is the responsibility of the user to investigate and understand other pertinent sources of information, to comply with all laws and procedures applicable to the safe handling and use of the product and to determine the suitability of the product for its intended use. All products supplied by Momentive are subject to Momentive's terms and conditions of sale. MOMENTIVE MAKES NO WARRANTY, EXPRESS OR IMPLIED, CONCERNING THE PRODUCT OR THE MERCHANTABILITY OR FITNESS THEREOF FOR ANY PURPOSE OR CONCERNING THE ACCURACY OF ANY INFORMATION PROVIDED BY MOMENTIVE, except that the product shall conform to Momentive's specifications. Nothing contained herein constitutes an offer for the sale of any product.



Typical Properties

EPIKOTE™ Resin 05475

Property	Unit	Value	Test Method / Standard
Delivery form		liquid	
Viscosity at 25°C	mPas	9500 ± 500	DIN EN ISO 3219
Density at 20°C	kg/l	1.15 – 1.19	ISO 2811

EPIKURE™ Curing Agent 05443

Property	Unit	Value	Test Method / Standard
Delivery form		liquid	
Density at 20°C	kg/l	0.97	DIN 16945

® and ™ Licensed trademarks of Momentive Specialty Chemicals.

The information provided herein was believed by Momentive Specialty Chemicals ("Momentive") to be accurate at the time of preparation or prepared from sources believed to be reliable, but it is the responsibility of the user to investigate and understand other pertinent sources of information, to comply with all laws and procedures applicable to the safe handling and use of the product and to determine the suitability of the product for its intended use. All products supplied by Momentive are subject to Momentive's terms and conditions of sale. MOMENTIVE MAKES NO WARRANTY, EXPRESS OR IMPLIED, CONCERNING THE PRODUCT OR THE MERCHANTABILITY OR FITNESS THEREOF FOR ANY PURPOSE OR CONCERNING THE ACCURACY OF ANY INFORMATION PROVIDED BY MOMENTIVE, except that the product shall conform to Momentive's specifications. Nothing contained herein constitutes an offer for the sale of any product.

Processing Details

Mixing ratio

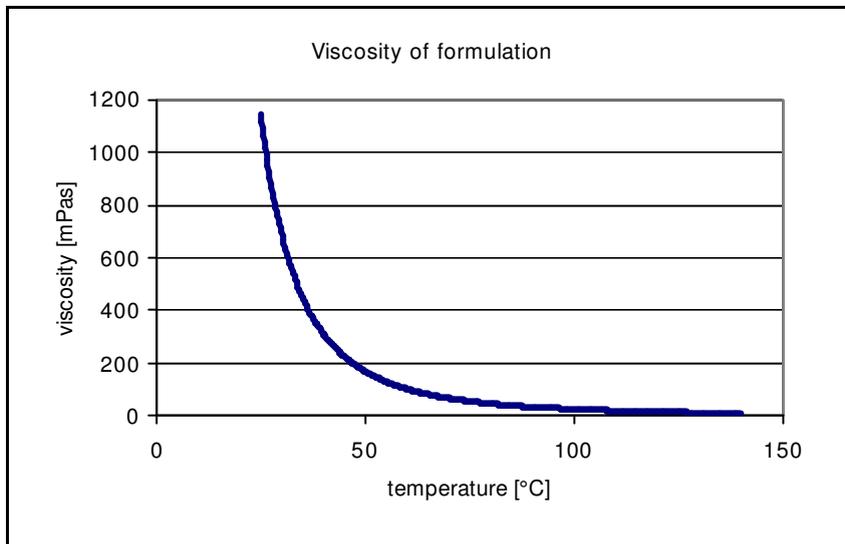
EPIKOTE™ Resin 05475 100 parts by weight
 EPIKURE™ Curing Agent 05443 24 parts by weight

Mixing tolerance

The maximum allowable mixing tolerance is ± 2 pbw, but it is particularly important to observe the recommend mixing ratio as exactly as possible. Adding more or less hardener will not yield in a faster or slower reaction - but an incomplete curing which cannot be corrected.

Resin and hardener must be mixed very thoroughly. Mix until no clouding is visible, pay special attention to the walls and the bottom of the mixing container.

Processing Data

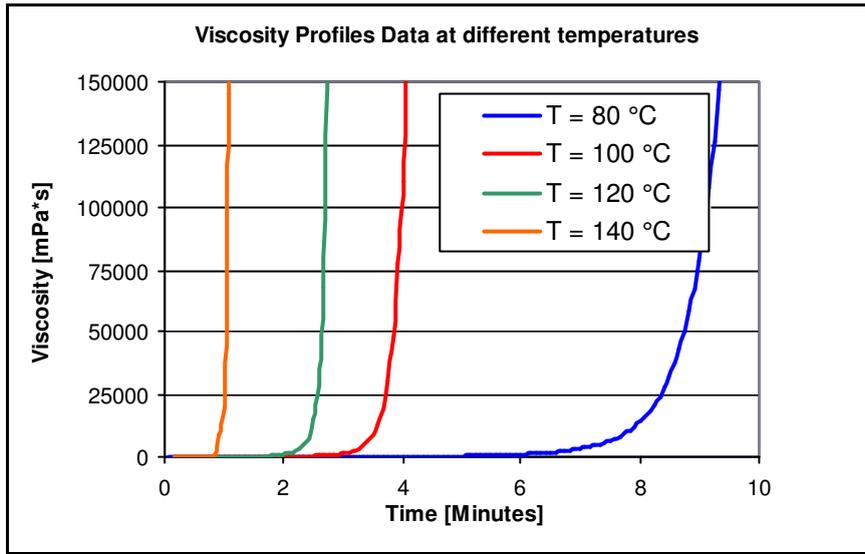


Processing Data		Unit	Value
Viscosity of formulation	at 25°C	mPa·s	1200 ± 100
	at 80°C	mPa·s	30 ± 5
	At 100°C	mPa·s	13 ± 3
Pot life	at 25°C	Min	120
Gel time	at 80°C	s	330 ± 30
	at 100°C	s	210 ± 30
	at 120°C	s	150 ± 30
	at 140°C	s	90 ± 30
Viscosity increase after 60s / 120s / 180s	at 80°C	mPa·s	47/63/100
	at 100°C	mPa·s	33/123/1402
	at 120°C	mPa·s	40/865/>100000
	at 140°C	mPa·s	20070/>100000

Processing temperature

A preferred processing temperature is in the range between 25°C and 90°C. Higher processing temperatures are possible but will shorten the pot life. A rise in temperature of 10°C reduces the pot life by approx. 50%. Different temperatures during processing have no significant effect on the strength of the hardened product.

Do not mix large quantities at elevated processing temperatures. The mixture will heat up fast because of the dissipating reaction heat (exothermic reaction). This can result in temperatures of more than 200°C in the mixing container.



Exemplify curing cycle:
15 min @ 85°C

Typical Properties of the cured, non-reinforced system

Property	Unit	Value	Test Method
T _G , Onset, first run	°C	124	DSC, onset
Tensile strength	MPa	78	DIN EN ISO 527- 1
Tensile modulus	MPa	2775	
Elongation at break	%	6-7	
Flexural strength	MPa	126	DIN EN ISO 178
Flexural modulus	N/mm ²	2860	
Impact resistance	mJ/mm ²	17	ISO 179
Fracture toughness			
K _{1C}	MN/n ^{3/2}	0,8 – 0,85	
G _{1C}	N/mm ²	160 - 170	
Hardness (15min @ 80°C)		83 - 85	Shore D



Safety, Storage & Handling

Please refer to the MSDS for the most current Safety and Handling information.

EPIKOTE™ Resin 05475 should be stored at room temperature in its carefully sealed original containers. Under these conditions the shelf life is a minimum of one year from date of certification.

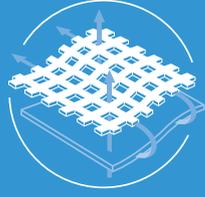
EPIKURE™ Curing Agent 05443 should be stored at room temperature in its carefully sealed original containers, so that moisture is excluded. Under these conditions the shelf life is a minimum of two years from date of certification.

Care should be taken to avoid storage environments resulting in moisture contamination. Exposure to moisture will cause an increase in viscosity and reactivity, the degree of increase depending on the amount of moisture, which has been absorbed.

It is rarely possible that the resin or the hardener crystallize at temperatures below 15°C. The crystallisation is visible as a clouding or solidification of the content of the container. Before processing, the crystallisation must be removed by warming up. Slow warming up to 50 - 60°C in a water bath or oven and stirring or shaking will clarify the contents in the container without any loss of quality. Use only completely clear products. Before warming up, open containers slightly to permit equalization of pressure. Caution during warm up! Do not warm up over open flame!

® and ™ Licensed trademarks of Momentive Specialty Chemicals.

The information provided herein was believed by Momentive Specialty Chemicals ("Momentive") to be accurate at the time of preparation or prepared from sources believed to be reliable, but it is the responsibility of the user to investigate and understand other pertinent sources of information, to comply with all laws and procedures applicable to the safe handling and use of the product and to determine the suitability of the product for its intended use. All products supplied by Momentive are subject to Momentive's terms and conditions of sale. MOMENTIVE MAKES NO WARRANTY, EXPRESS OR IMPLIED, CONCERNING THE PRODUCT OR THE MERCHANTABILITY OR FITNESS THEREOF FOR ANY PURPOSE OR CONCERNING THE ACCURACY OF ANY INFORMATION PROVIDED BY MOMENTIVE, except that the product shall conform to Momentive's specifications. Nothing contained herein constitutes an offer for the sale of any product.



HexFlow® RTM 6

180°C mono-component epoxy system for Resin Transfer Moulding and Infusion technologies

Product Data

Description

HexFlow® RTM 6 is a degassed, monocomponent resin specifically designed for resin transfer moulding (RTM) processes and to fulfil the requirements of the aerospace industry.

Nature

HexFlow® RTM 6 is a premixed epoxy system for service temperatures from -60°C up to 120°C (-75°F up to 248°F). At room temperature, it is a brown translucent paste but its viscosity decreases quickly by increasing the resin temperature.

Advantages

- Monocomponent system
- Already degassed. Ready for use
- High glass transition temperature
- Excellent hot/wet properties
- Easy to process (low injection pressure)
- Long injection window ≥ 150 min at recommended injection temp.
- Low moisture absorption
- Short, simple cure cycles

Transport classification

Product classification:

- HexFlow® RTM 6 Mono-Component: UN 3233 division 4.1 (type C)

Availability

HexFlow® RTM 6 resin is available with a wide range of Injectex®, HexForce® and multi-axial fabrics (carbon, glass, aramid, hybrid).

Storage

- Shelf Life @ 23°C 15 days minimum
- Guaranteed Shelf Life @ -18°C 9 months

Typical Resin Properties

Gel Time

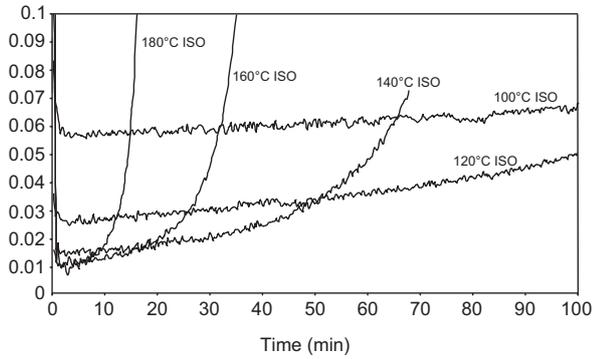
Temperature (°C)	Time (min)
120	> 240
140	95
180	30
210	12
240	5



HexFlow® RTM 6

Viscosity Profile

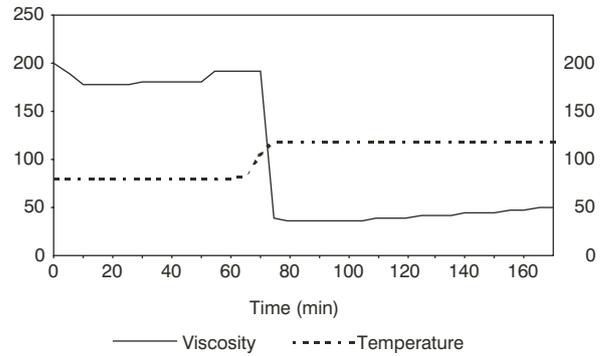
Complex viscosity (Pas)



HexFlow® RTM 6 Isothermal viscosity

Viscosity (mPa.s)

Temperature °C



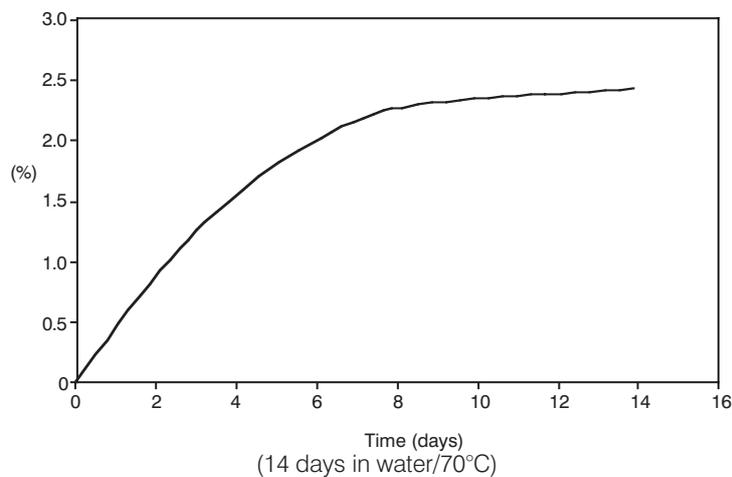
Viscosity for a standard injection cycle

Viscosity evolution versus storage time at 80°C

	Initial viscosity 120°C (mPa.s)	Viscosity after 2h at 120°C (mPa.s)
T0	33	59
T0 + 2h30 80°C	32	59
T0 + 5h00 80°C	33	63
T0 + 7h30 80°C	35	75
T0 + 10h00 80°C	38	89

T0: time to reach 80°C.

Water Pick-up (neat resin)



Neat Resin Properties

	Tensile	Flexure
Strength (MPa)	75	132
Modulus (MPa)	2890	3300
Strain (%)	3.4	
Standard specifications	ASTM D638	ASTM D790

Uncured resin density: 1.11 g/cm³ at 25°C

Cured resin density: 1.14 g/cm³ at 25°C

Fracture toughness

(G_{1C}/ASTM D 5045): 89 J/m²

Coefficient of Thermal Expansion: 52.7 e-6 /K

Properties on Composite Laminate

Composition of the laminate: Injectex® G0926: 5H Satin weave of 370g/m², HR 6K
 Epoxy powdered fabric
 Fibre volume fraction: 57%
 HexFlow® RTM 6 resin
 Inject the resin under vacuum/low pressure (1 to 5 bar)
 Cure cycle 120 min at 180°C - no postcure

Dry/RT Properties

	Tensile Warp	I.L.S. Warp	Compression Warp	In Plane Shear
Strength (MPa)	860	62	680	95
Modulus (GPa)	67	-	60	4.3
Standard specifications	EN 2597 B	EN 2563	EN 2850 A1	EN 6031

Values obtained for G0926 SD (AS4C J) E01 RTM6



HexFlow® RTM 6

Wet/70°C Properties

	Tensile Warp	I.L.S. Warp	Compression Warp	IPS
Strength (MPa)	895	44	370	78
Modulus (GPa)	65	-	63	3.5
Standard specifications	ISO 527-4 Type 3	EN 2563	EN 2850 A1	EN 6031

Values obtained for G0926 SD (AS4C J) E01 RTM6

Process Specification

Injection:

- Preheat resin at 80°C
- Preheat the mould at 120°C
- Inject the resin (80°C) under vacuum/low pressure (1 to 5 bars)

Please consult: HexFlow®RTM6/RTM6-2 Safety & Processing Recommendations for Injection & Infusion for more information.

Standard Cure and Post-cure Cycle

Recommended cure cycle : 120 min at 180 °C - no postcure

Cure Cycle Possibilities

	Cycle N°1 (*)	Cycle N°2 (*)
Temperature 180 °C	120 min	90 min
DMA dry - Glass Transition		
- E' onset value	202 °C	194 °C
- E'' peak	210 °C	206 °C
- Tan δ peak	215 °C	211 °C
Moisture weight gain (70°C/85%RH, equil)	0.80 %	0.84 %
DMA wet - Glass Transition		
- E' onset value	160 °C	155 °C
- E'' peak	170 °C	175 °C
- Tan δ peak	175 °C	190 °C

(*) Laminate Data G0926 SD (AS4C J) E01 RTM6

Important

All information is believed to be accurate but is given without acceptance of liability. Users should make their own assessment of the suitability of any product for the purposes required. All sales are made subject to our standard terms of sale which include limitations on liability and other important terms.

©Copyright Hexcel Corporation
Publication ITA 065f (December 2014)

For More Information

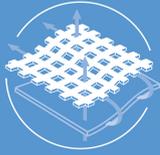
Hexcel is a leading worldwide supplier of composite materials to aerospace and other demanding industries. Our comprehensive product range includes:

- Carbon Fibre
- Reinforcement Fabrics
- Carbon, glass, aramid and hybrid prepregs
- RTM Materials
- HexTOOL® composite tooling material
- Structural Film Adhesives
- Honeycomb Cores
- Engineered Core

For US quotes, orders and product information call toll-free 1-800-688-7734

For other worldwide sales office telephone numbers and a full address list please go to:

<http://www.hexcel.com/OurCompany/sales-offices>



ST15 RTM Resin

A toughened, monocomponent epoxy system for resin transfer molding

Product Data

Description

ST15 RTM resin is a monocomponent resin specifically developed for aerospace resin transfer molding (RTM) applications where high toughness is required.

Nature

ST15 is a premixed epoxy system for service temperatures up to 120°C. At room temperature, it is a grey colored paste but its viscosity decreases quickly by increasing the resin temperature.

Advantages

- Monocomponent system
- Already degassed
- Easy to process
- High toughness
- Low moisture absorption
- Good solvent resistance

Availability

ST15 resin is available with a wide range of HexForce® reinforcements.

Storage

- Shelf-life @ 24°C 30 days
- Shelf-life @ -18°C 18 months

Process Parameters

Process Parameters	ST15
Pot Temperature (°C)	80
Viscosity at Pot Temperature (mPa-s)	< 500
Injection Temperature (°C)	150
Viscosity at Injection Temperature (mPa-s)	45
Cure Temperature (°C)	190
Cure Time (hours)	2

©Copyright Hexcel Corporation

®HexTow, Hexcel and the Hexcel logos are registered trademarks of Hexcel Corporation, Stamford, Connecticut.





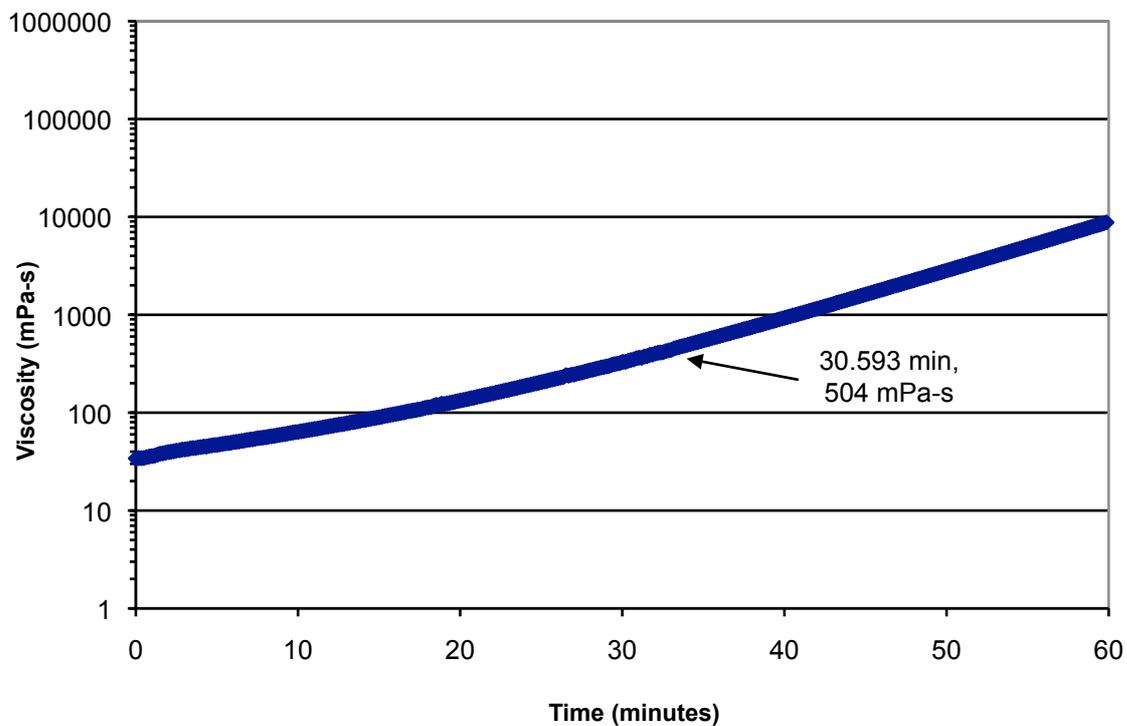
Neat Resin Properties

Neat Resin Properties	ST15
G1c (J/m ²)	1000
K1c (MPa·m ^{1/2})	1.88
Tg E', Dry (°C)	159
Tg E', Wet (°C)	136
Cured Density (g/cc)	1.2
Tensile Strength (MPa)	89.6
Tensile Modulus (GPa)	3.3
Tensile Elongation (%)	3.6
Flex Strength 3-point (MPa)	123
Flexural Modulus 100-4000 µe (GPa)	3
MEK Uptake, 6 Days Immersion (%)	0.01

Note: The max value is reported for tensile strength, the average value is reported for tensile modulus

Viscosity Profile

150°C Isothermal





Properties of Composite Laminates

Sample:

Injectex[®] G0926 SB: 5HS satin weave of 370 gsm AS4C high strength fibre.

Fibre volume = 58%

Injection pressure = 3 bar + vacuum in mould

Cure cycle = 2 hours at 190°C

Laminate Properties	Condition	ST15
OHC Strength (MPa)	RTA/dry	273
	70°C/wet	210
IPS Strength (MPa)	RTA/dry	104
	70°C/wet	83.0
IPS Modulus (GPa)	RTA/dry	4.2
	70°C/wet	3.1
CAI (30 J impact) (MPa)	RTA/dry	280
G1c (J/m ²)	RTA/dry	947
ILS Strength (MPa)	RTA/dry	71.6
	120°C/dry	36.6
	70°C/wet	48.1

Important

Hexcel Corporation believes, in good faith, that the technical data and other information provided herein is materially accurate as of the date this document is prepared. Hexcel reserves the right to modify such information at any time. The performance values in this data sheet are considered representative but do not and should not constitute specification minima. The only obligations of Hexcel, including warranties, if any, will be set forth in a contract signed by Hexcel or in Hexcel's then current standard Terms and Conditions of Sale as set forth on the back of Hexcel's Order Acknowledgement.

For more information

Hexcel is a leading worldwide supplier of composite materials to aerospace and other demanding industries. Our comprehensive product range includes:

- Carbon Fiber
- RTM Materials
- Honeycomb Cores
- Carbon, Glass, Aramid and Hybrid Prepregs
- Structural Film Adhesives
- Honeycomb Sandwich Panels
- Special Process Honeycombs
- Reinforced Fabrics

For US quotes, orders and product information call toll-free 1-866-556-2662 and 1-800-987-0658.

For other worldwide sales office telephone numbers and a full address list, please click here:

<http://www.hexcel.com/contact/salesoffice>

Copyright © 2013 – Hexcel – All Rights Reserved.

October 2013

> CYCOM[®] PR 520 RTM RESIN SYSTEM

TECHNICAL DATA SHEET



DESCRIPTION

CYCOM[®] PR 520 RTM is a one-part, 180°C (355°F) curing epoxy resin system offering superior damage tolerance and good strain to failure required for composite primary structure applications.

The value of resin infusion is the ability to design complex geometric parts while leveraging a unitized structure which ultimately leads to a reduction in weight, lower part counts and the elimination of many post-manufacturing processes.

CYCOM PR 520 RTM is an off-white thick paste at room temperature reducing to a low viscosity when heated for injection. The resin has a low enough viscosity to allow injection at 90 – 100°C (194 – 212°F). Following injection, the resin viscosity decreases with increasing tool temperature to below 50 cP, thus helping to ensure full fiber wetting.

CYCOM PR 520 RTM resin is fully cured following a 2-hour dwell at 180°C (355°F) after which it has a continuous hot/wet service temperature of 104°C (220°F).

For reinforcement preforming operations, a fully compatible binder system, CYCOM[®] 7720 RTM, and a low areal weight film, PR 520-1, have been developed for use with CYCOM PR 520 RTM. The binder and low areal weight film are available pre-coated onto fabrics of the customer's choice. A separate datasheet for CYCOM 7720 RTM is available upon request.

FEATURES & BENEFITS

- One-part epoxy resin system
- 30 day out-life at room temperature
- Two year shelf-life at -18°C (0°F)
- Low exotherm, i.e., thick part production capable
- ~500 cP initial injection viscosity
- <30 cP minimum viscosity
- Full cure after 2 hours at 180°C (355°F)
- Continuous hot/wet service performance >104°C (220°F)
- Low moisture absorption, ~0.6%
- High resin toughness
- Fully compatible binder available

SUGGESTED APPLICATIONS

Primary structure applications requiring superior toughness

- Engine Blades
- Engine Blade Spacers/Platforms
- Containment Cases
- Outer Guide Vanes
- Hinge/Brackets/Fittings

CYCOM[®] PR 520 RTM RESIN SYSTEM

TECHNICAL DATA SHEET

CHARACTERISTICS

PR 520 RTM Rheometric Data

Figure 1 shows the dynamic viscosity of CYCOM PR 520 RTM heated from 50°C (122°F) to 220°C (428°F) at 2°C (3.5°F) per minute. Note that suitable injection viscosities of <500 cP are reached at temperatures over 100°C (212°F).

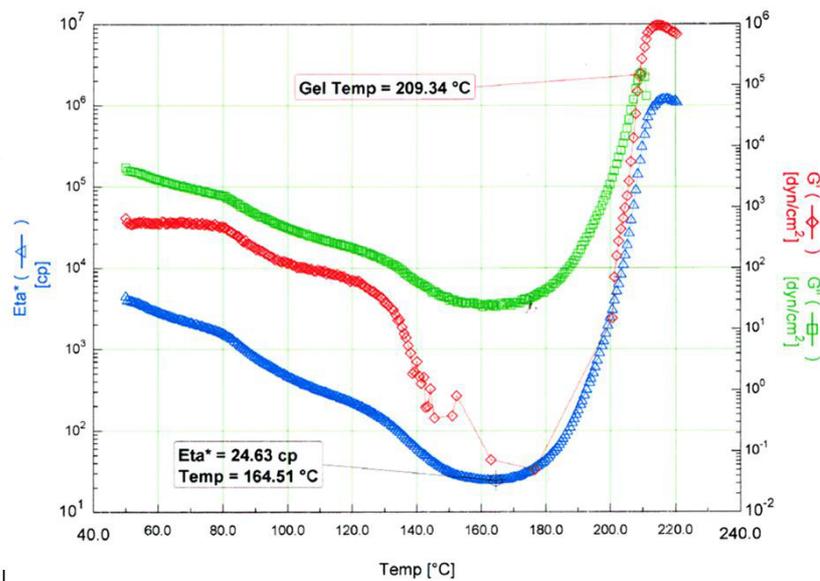


Figure 1 | CYCOM PR 520 RTM Dynamic Viscosity at 2°C (3.5°F) per minute

Figure 2 shows the isothermal viscosity of CYCOM PR 520 RTM at 106°C (223°F). Note that at this temperature the viscosity remains in the region of 500 cP for approximately 5 hours.

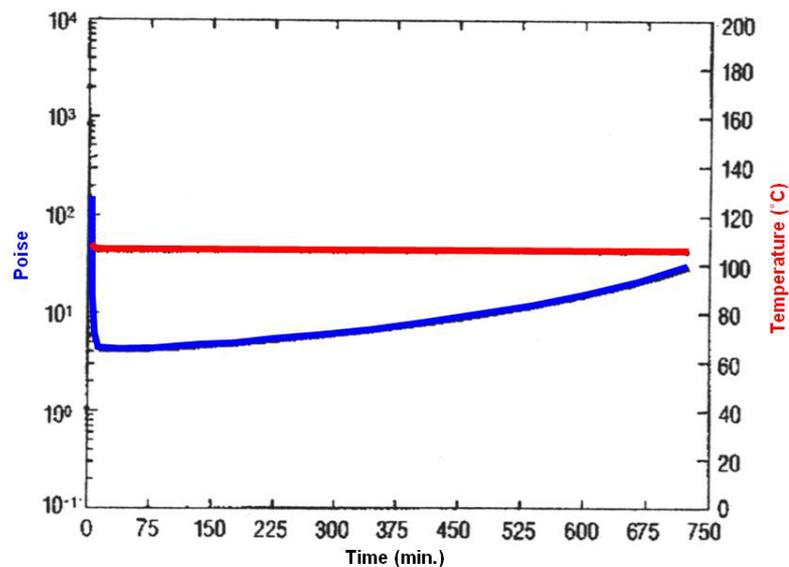


Figure 2 | CYCOM PR 520 RTM Isothermal Viscosity at 106°C (223°F)

CYCOM[®] PR 520 RTM RESIN SYSTEM

TECHNICAL DATA SHEET

Figure 3 shows the isothermal viscosities of CYCOM PR 520 RTM at four different temperatures. Note that at 160°C (320°F) the viscosity remains below 500 cP for approximately 40 minutes.

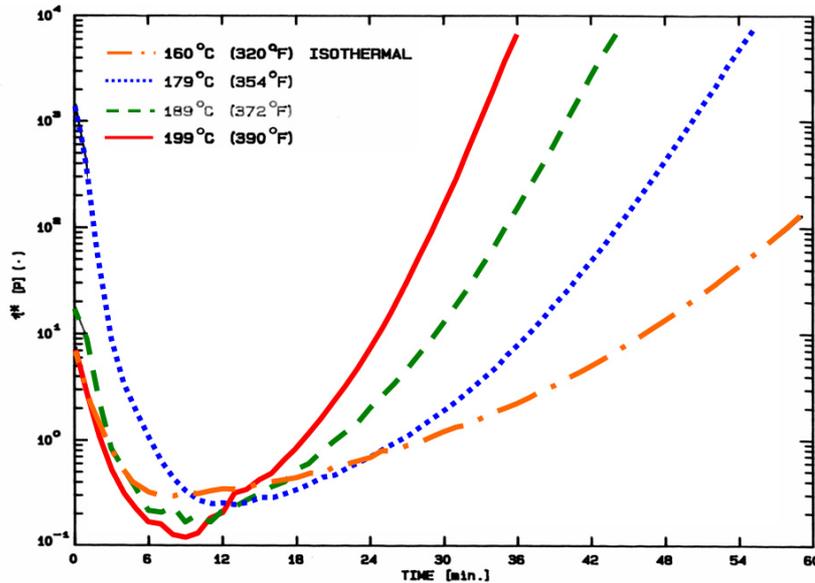


Figure 3 | CYCOM PR 520 RTM Isothermal Viscosities

Table 1 | Neat Resin Characteristics

Property ¹	Value
Cured resin density, g/cm ³	1.25
T _G by DSC, °C (°F)*	161 (322)
Tensile Strength, MPa (ksi)	82.1 (11.9)
Tensile Modulus, GPa (Msi)	4.0 (0.58)
Tensile Strain at Break, %	3.0
Poisson's Ratio	0.398
Compressive Strength, MPa (ksi)	128 (18.5)
Compressive Modulus, GPa (Msi)	3.7 (0.53)
Shear Strength, MPa (ksi)	61.4 (8.9)
Shear Modulus, GPa (Msi) ²	0.8 (0.12)
Flexural Strength, MPa (ksi)	153.1 (22.2)
Flexural Modulus, GPa (Msi)	3.5 (0.50)
SENB KIC, MPa·m ^{1/2} (ksi·in ^{1/2})	2.2 (2.0)
SENB GIC, J/m ² (in·lb/in ²)	1410 (8.1)
CTE by TMA, m/m·°C	52.9 × 10 ⁻⁶

¹ All data tested at room temperature, dry conditions

² Minimum modulus below T_G

* **NOTE:** Tg data is not applicable for U.S. export control classification or licensing. For export-related information please contact us.

CYCOM[®] PR 520 RTM RESIN SYSTEM

TECHNICAL DATA SHEET

PROPERTIES

Table 2 | CYCOM PR 520 RTM Typical Laminate Properties (3K-T650-35 8HS)

Property	24°C (75°F) Dry ¹	85°C (185°F) Wet ²	107°C (225°F) Wet ²
Warp Tensile Strength, MPa (ksi) ³	945 (137)	-	-
Warp Tensile Modulus, GPa (Msi) ³	75.8 (11.0)	-	-
Warp Compression Strength, MPa (ksi) ³	814 (118)	-	-
Warp compression Modulus, GPa (Msi) ³	63.4 (9.2)	-	-
In-plane Shear Strength, MPa (ksi)	112 (16.3)	-	49 (7.12)
In-plane Shear Modulus, GPa (Msi)	5.7 (0.83)	-	3.6 (0.52)
OHT Strength, MPa (ksi) ³	389 (56.4)	-	-
OHC Strength, MPa (ksi) ³	319 (46.3)	238 (34.5)	203 (29.4)
Bearing Strength, MPa (ksi) ³	910 (132)	-	-
CSAI, MPa (ksi) ³	4.5 J/mm (1007 in-lb/in)	432 (62.7)	-
	7.0 J/mm (1576 in-lb/in)	396 (57.4)	-
	8.3 J/mm (1865 in-lb/in)	374 (54.2)	-
	11.8 J/mm (2647 in-lb/in)	329 (47.7)	-

¹ Dried in vacuum oven for 48 hours at 105°C (221°F) prior to testing

² 71°C (160°F) at 95% relative humidity to >90% equilibrium (where equilibrium ~0.47%)

³ Data normalized to 60% V_f

SUGGESTED PROCESSING PARAMETERS

The CYCOM PR 520 RTM resin infusion material system is characterized by a processing window that must be respected in order to successfully manufacture a composite component.

For these guidelines the process is divided into three steps, corresponding to infusion preparation, infusion and resin homogenization, and lock-off and cure.

Infusion Preparation

- To sufficiently degas this system it is recommended that a resin temperature of 105°C (221°F) is used. This gives a viscosity of approximately 500 cps and pot-life of 5 hours. Degassing should be administered for a minimum of 15 minutes at 65 mbar absolute (28" Hg).
- The resin holding reservoir and all transfer pipework should be kept at 105°C (221°F) for the duration of the injection in order to obtain an optimum viscosity/pot-life relationship (i.e., ~500 cps for ~5 hours).
- Apply full vacuum to the tool containing the preformed reinforcement, ensuring minimal vacuum loss (30 mbar in 5 minutes).
- Preheat the tool to a minimum of 165 + 5°C (330 + 8°F) before injection begins.
- If vent purging is required, heat exit lines to 105°C (221°F).

CYCOM[®] PR 520 RTM RESIN SYSTEM

TECHNICAL DATA SHEET

Infusion and Resin Homogenization

- For successful processing it is critical that the resin reaches a minimum of $165 + 5^{\circ}\text{C}$ ($330 + 8^{\circ}\text{F}$) prior to entering the preform. This ensures no preform filtration of one of the formulation ingredients during infusion. At this temperature the resin viscosity will remain below 500 cps for approximately 40 minutes and the formulation ingredient will be fully dissolved.
- Incorporation troughs or channels between inlet and preform (Refer to Figure where a suggested tool feature is illustrated to allow curative melt) or a heat exchanger prior to the inlet have been found to efficiently heat the resin for injection. It should be noted that relying solely on heated hosing is a very inefficient manner to heat the resin.
- With vacuum maintained within the mold, initiate injection using a steady flow rate to allow resin sufficient time to reach temperature.
- Continue injection with the assistance of positive pressure, where required, until resin is witnessed at the exit vents.

Lock-off and Cure

- Lock vents and continue injection to a positive pressure of 2.5 – 14.0 bar (37 – 204 psi). Once mold is full (as indicated by pressure being reached) purge each vent to remove entrapped air. Repeat until resin at vents is bubble free.
- Initiate cure cycle of 2°C (3.5°F) per minute to $180 \pm 5^{\circ}\text{C}$ ($355 \pm 9^{\circ}\text{F}$) and hold for 120 minutes while maintaining a positive pressure of 2.5 – 14.0 bar (37 – 204 psi) for at least 30 minutes of the cure dwell.

Tooling Recommendations

As previously mentioned and illustrated in Figure 4 the use of heat exchanging troughs and channels within the mold has been found to efficiently heat CYCOM PR 520 RTM for injection. The benefit of these features is that the resin has sufficient time to heat up prior to entering the preform. It is recommended that these Heat Exchange Areas run the entire injection length. Some example dimensions of this feature are a 0.5 mm (0.020 inch) gap and 50 mm (2 inch) width so that the resin is reduced to a thin liquid film into which heat is quickly transferred.

For larger or thicker parts, some parameters may require adjustment to avoid the risk of exotherm. Injection pressure for larger parts/alternative tooling may require adjustment to ensure filling of the tool cavity within an acceptable time and to ensure full consolidation of the component. Different injection equipment may require alternative conditions for degassing.

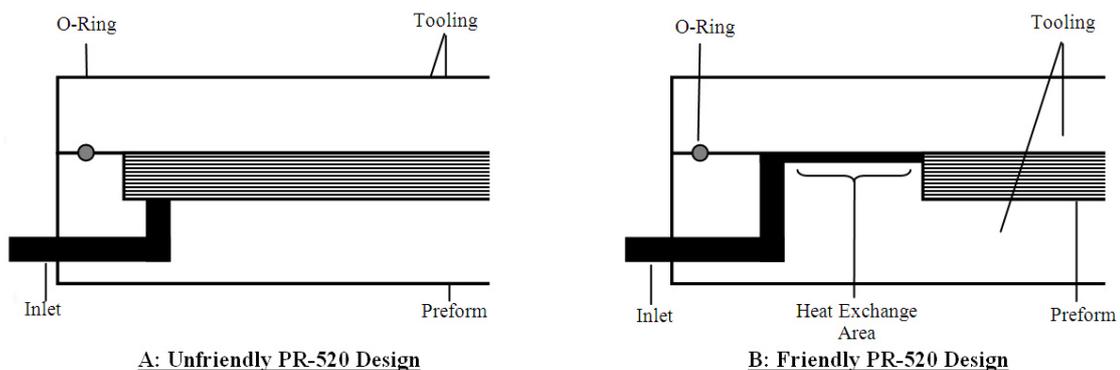


Figure 4 | CYCOM PR 520 Tooling Recommendation

CYCOM[®] PR 520 RTM RESIN SYSTEM

TECHNICAL DATA SHEET

PRODUCT HANDLING AND SAFETY

Cytec Engineered Materials recommends wearing clean, impervious gloves when working with epoxy resin systems to reduce skin contact and to avoid contamination of the product.

Materials Safety Data Sheets (MSDS) and product labels are available upon request and can be obtained from any Cytec Engineered Materials Office.

DISPOSAL OF SCRAP MATERIAL

Disposal of scrap material should be in accordance with local, state, and federal regulations.

CONTACT INFORMATION

GLOBAL HEADQUARTERS

Tempe, Arizona
tel 480.730.2000
fax 480.730.2088

NORTH AMERICA

Olean, New York
tel 716.372.9650
fax 716.372.1594

Springfield, Massachusetts
tel 1.800.253.4078
fax 716.372.1594

Havre de Grace, Maryland
tel 410.939.1910
fax 410.939.8100

Winona, Minnesota
tel 507.454.3611
fax 507.452.8195

Anaheim, California
tel 714.630.9400
fax 714.666.4345

Orange, California
tel 714.639.2050
fax 714.532.4096

Greenville, Texas
tel 903.457.8500
fax 903.457.8598

Cytec Carbon Fibers LLC
Piedmont, South Carolina
tel 864.277.5720
fax 864.299.9373

D Aircraft Products, Inc.
Anaheim, California
tel 714.632.8444
fax 714.632.7164

EUROPE AND ASIA

Wrexham, United Kingdom
tel +44.1978.665200
fax +44.1978.665222

Östringen, Germany
tel +49.7253.934111
fax +49.7253.934102

Shanghai, China
tel +86.21.5746.8018
fax +86.21.5746.8038

DISCLAIMER: The data and information provided in this document have been obtained from carefully controlled samples and are considered to be representative of the product described. Cytec Engineered Materials (CEM) does not express or imply any guarantee or warranty of any kind including, but not limited to, the accuracy, the completeness or the relevance of the data and information set out herein. Because the properties of this product can be significantly affected by the fabrication and testing techniques employed, and since CEM does not control the conditions under which its products are tested and used, CEM cannot guarantee that the properties provided will be obtained with other processes and equipment. No guarantee or warranty is provided that the product is adapted for a specific use or purpose and CEM declines any liability with respect to the use made by any third party of the data and information contained herein. CEM has the right to change any data or information when deemed appropriate.

All trademarks are the property of their respective owners.



HexForce® G0926 D 1304 TCT

TISSU CARBONE HR / HS CARBON FABRIC

Fiche Technique / Product Data

Renfort Textile pour Composites Haute Performance

Textile Reinforcement for High Performance Composite

DEFINITION / DESCRIPTION

Edition 06/2011 / Issue 06/2011

Type de fils <i>Type of yarns</i>	Chaîne / Warp : HTA 5131 6K Trame / Weft : HTA 5131 6K
Masse nominale / <i>Nominal weight</i>	370 g/m ² 10,9 oz/sq ²
Armure <i>Weave style</i>	SATIN 5 5H SATIN
Poudrage <i>Powdering</i>	
Traitement <i>Finish</i>	
Largeur standard <i>Standard width</i>	1304 mm 51 in

CARACTERISTIQUES / CHARACTERISTICS

Contexture nominale <i>Nominal construction</i>	Chaîne / Warp : 4,6 fils-yarns/cm Trame / Weft : 4,6 coups-picks/cm
Répartition en masse <i>Weight distribution</i>	Chaîne / Warp : 50 % Trame / Weft : 50 %
Epaisseur / <i>Thickness (*)</i>	0,38 mm

PROPRIETE MECANIKES SUR STRATIFIE* / MECHANICAL PROPERTIES ON LAMINATE*

Mise en oeuvre (60 min à 120°C, vide 0,85 bar, pression 3 bars) / *Cure cycle (60 min at 120°C, vacuum 0,85 bar, pressure 3 bars)*

	Traction chaîne <i>Warp tensile</i>	Flexion chaîne <i>Warp flexural</i>	C.I.L. chaîne <i>Warp I.L.S.S.</i>
Contrainte / <i>Strenght</i> (Mpa)			
Module / <i>Modulus</i> (Gpa)			
Normes / <i>Standards</i>			

**Nota: Les valeurs moyennes ci-dessus sont obtenues sur la base d'un stratifié epoxy de mm avec % de fibres en volume.

*NB : The above average values are obtained with epoxy laminate of mm at % of fibres in volume.

IMPORTANT

Les renseignements contenus dans la présente fiche produit sont fondés sur nos connaissances actuelles et sur les résultats d'essais effectués avec un constant souci d'objectivité. Ils doivent être adaptés à chaque cas particulier. Les performances du produit après utilisation étant liées aux conditions particulières de mise en œuvre, elles ne sauraient engager notre responsabilité.

All information is believed to be accurate but is given without acceptance of liability. Users should make their own assessment of the suitability of any product for the purpose required. All sales are made subject to our standard terms of sales which include limitations on liability and other important terms.



For European sales office telephone numbers
and a full address list please go to :
<http://www.hexcel.com/contact/salesoffices>

Markenname	Tenax®	Tenax®	Tenax®	Tenax®	Tenax®
Produktionsstandort	J	J / E	J / E	E	E
Faserfamilie & Zugeigenschaften	HTA40	HTA40	HTA40	HTS40	HTS40
Präparationseigenschaften	H15 / F15	E13	E13	F13	F13
Filamentanzahl	1K	3K	6K	12K	24K
Garnfeinheit ¹⁾ [tex]	67	200	400	800	1600
Garndrehung [t/m]	15S	0/15Z	0/10Z	0/10Z	0/5Z
Laufänge je kg [m/kg]	15000	5000	2500	1250	625
Spulengewicht, netto [kg]	0,5	1/2	2/4	2/4/6	2/4/6/8

1) ohne Präparationsauftrag

Eigenschaften (Richtwerte)		HTA	HTS
Filamentdurchmesser	[µm]	7	7
Dichte	[g/cm ³]	1,76	1,77
Zugfestigkeit	[MPa]	3950	4300
Zug-E-Modul	[GPa]	238	240
Bruchdehnung	[%]	1,7	1,8
Spezifische Wärmekapazität	[J/kgK]	710	710
Wärmeleitfähigkeit	[W/mK]	17	17
Wärmeausdehnungskoeffizient	[10 ⁻⁶ /K]	-0,1	-0,1
Spez. elektrischer Widerstand	[Ω cm]	1,6 x 10 ⁻³	1,6 x 10 ⁻³

Präparationseigenschaften für Faserfamilie HTA / HTS

HTA und HTS sind die klassischen Tenax® Hochleistungskohlenstofffaser-Typen. Diese „High Tenacity“ (HT) Fasern liefern exzellente und ausgewogene mechanische Lamineigenschaften.

- E13 = Type mit ca. 1,3 % Präparationsauftrag auf Basis Epoxidharz
- F13 = Type mit ca. 1,0 % Präparationsauftrag auf Basis Polyurethan
- F15 = Type mit ca. 2,5 % Präparationsauftrag auf Basis Polyurethan
- H15 = Type mit ca. 2,5 % Präparationsauftrag auf Basis Epoxidharz

Zur optimalen Typenauswahl steht Ihnen unser Verkauf gerne zur Verfügung. Die angegebenen Werte sind Richtwerte. Für die Auslegung von Bauteilen fordern Sie bitte über unseren Verkauf eine Spezifikation an.

Bitte geben Sie auf Ihrer Bestellung den Anwendungsbereich (Luftfahrt oder Industrie & Sport) an.

Die Ausfuhr oder Verbringung von Kohlenstofffasern kann genehmigungspflichtig sein, abhängig von den Eigenschaften, der Endbestimmung und der Endverwendung.

B Veröffentlichungen

Zeitschriftenartikel

- [P1] R. Meier, I. Kahraman, T. Seyhan, S. Zaremba, K. Drechsler, „Evaluating vibration assisted vacuum infusion processing of hexagonal boron nitride sheet modified carbon fabric/epoxy composites in terms of interlaminar shear strength and void content”, *Composites Science and Technology*, vol. 128, pp. 94-103, 2016
- [P2] E. E. Swery, R. Meier, S. V. Lomov, K. Drechsler, and P. Kelly, “Predicting permeability based on flow simulations and textile modelling techniques: Comparison with experimental values and verification of FlowTex solver using Ansys CFX”, *Journal of Composite Materials*, 2015.
- [P3] R. Meier, A. Walbran, C. Hahn, S. Zaremba, and K. Drechsler, “Methods to determine the permeability of textile reinforcements”, *Journal of Plastics Technology*, no. 04, 2014.
- [P4] N. Vernet, E. Ruiz, S. Advani, J. B. Alms, M. Aubert, M. Barburski, B. Barari, J. M. Beraud, D. C. Berg, N. Correia, M. Danzi, T. Delavière, M. Dickert, C. Di Fratta, A. Endruweit, P. Ermanni, G. Francucci, J. A. Garcia, A. George, C. Hahn, F. Klunker, S. V. Lomov, A. Long, B. Louis, J. Maldonado, R. Meier, V. Michaud, H. Perrin, K. Pillai, E. Rodriguez, F. Trochu, S. Verheyden, M. Wietgreffe, W. Xiong, S. Zaremba, and G. Ziegmann, “Experimental determination of the permeability of engineering textiles: Benchmark II”, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 61, pp. 172–184, 2014.
- [P5] J. L. Thomason, L. Yang, and R. Meier, “The properties of glass fibres after conditioning at composite recycling temperatures”, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 61, pp. 201–208, 2014.

Konferenzbeiträge

- [K1] R. Meier, N. Pantelidis, M. Hauber, C. Wolf, K. Drechsler, “Process monitoring and control for an aerospace application” in *International Conference on Manufacturing of Advanced Composites*, Bristol, 2015
- [K2] E. E. Swery, R. Meier, S. V. Lomov, C. Hahn, P. Kelly, and Straumit I, “Verification of FlowTex Solver using Ansys CFX; Examining the Permeability Prediction Method on a Range of Textile Architecture Models” in *16th European Conference on Composite Materials*, Sevilla, 2014.
- [K3] R. Meier, J. Heim, A. Nieratschker, S. Zaremba, K. Drechsler, “Investigation of influencing parameters with respect to filling time in vibration assisted RTM processes” in *19th International Conference on Composite Materials*, Montreal, 2013.
- [K4] R. Meier, C. Kirdar, N. Rudolph, S. Zaremba, K. Drechsler, “Investigation of the shear thinning behavior of epoxy resins for utilization in vibration assisted Liquid Composite Molding processes” in *29th International Conference of the Polymer Processing Society*, Nürnberg, 2013
- [K5] R. Meier, M. Schwimmbeck, „Faseroptische Sensoren zur Prozess- und Strukturüberwachung“ am *CCeV Thementag Funktionsintegration*, Dresden, 2013
- [K6] R. Meier, S. Zaremba, F. Springl, K. Drechsler, F. Gaille, C. Weimer, “Online process monitoring systems - benchmark and test study” in *Eleventh International Conference on Flow Processes in Composite Materials*, Auckland, 2012

C Betreute studentische Arbeiten

Im Rahmen der Tätigkeit am Lehrstuhl für Carbon Composites wurde die Betreuung der nachfolgend aufgeführten studentischen Arbeiten unterstützt.

- [S1] J. Holzäpfel, „Methoden der Fließfrontdetektion in RTM-Prozessen“, Diplomarbeit, Lehrstuhl für Carbon Composites, TUM, 2011.
- [S2] M. Schäfer, „Beitrag zur reproduzierbaren Permeabilitätsbestimmung von Faserhalbzeugen für Harzinfusionsprozesse“, Semesterarbeit, Lehrstuhl für Carbon Composites, TUM, 2011.
- [S3] B. P. Theilmann, „Konstruktion eines RTM Werkzeugs zur Fließfrontdetektion mittels Ultraschallsensoren“, Bachelorarbeit, Lehrstuhl für Carbon Composites, TUM, 2012.
- [S4] C. Lemke, nicht-öffentliche Masterarbeit in Kooperation mit der Eurocopter Deutschland GmbH, Lehrstuhl für Carbon Composites, TUM, 2012 gesperrt bis 2015.
- [S5] C. Weichenrieder, nicht-öffentliche Diplomarbeit in Kooperation mit der BMW Group, Lehrstuhl für Carbon Composites, TUM, 2012 gesperrt bis 2017.
- [S6] A. Amann, „Prinzipnachweis für den Einfluss von Vibration auf Harzinfusionsprozesse“, Semesterarbeit, Lehrstuhl für Carbon Composites, TUM, 2012.
- [S7] J. Oelhafen, „Entwicklung eines faseroptischen Sensors für die Prozessüberwachung von Faserverbundkunststoffen“, Masterarbeit, Lehrstuhl für Carbon Composites, TUM, 2012.
- [S8] J. Heim, „Untersuchung von Einflussgrößen vibrationsunterstützter RTM-Prozesse hinsichtlich reduzierter Füllzeiten“, Diplomarbeit, Lehrstuhl für Carbon Composites, TUM, 2012.
- [S9] D. Sologuren, nicht-öffentliche Semesterarbeit in Kooperation mit der Acen-tiss GmbH, Lehrstuhl für Carbon Composites, TUM, 2012 gesperrt bis 2015.
- [S10] H. Randlkofer, nicht-öffentliche Diplomarbeit in Kooperation mit der Mubea-Carbo Tech GmbH und der fos4X GmbH, Lehrstuhl für Carbon Composites, TUM, 2012 gesperrt bis 2015.
- [S11] F. Hillreiner, nicht-öffentliche Diplomarbeit in Kooperation mit der Fraunhofer Projektgruppe Funktionsintegrierter Leichtbau, Lehrstuhl für Carbon Composites, TUM, 2013 gesperrt bis 2016.

- [S12] J. Weiß, „Bestimmung des Kapillardrucks in Harzinfiltrationsprozessen und dessen Auswirkung auf die Permeabilitätsbestimmung trockener Faservorformlinge“, Semesterarbeit, Lehrstuhl für Carbon Composites, TUM, 2013.
- [S13] A. Nieratschker, „Untersuchung scherratenunterstützter Tränkungs Vorgänge im RTM-Prozess“, Bachelorarbeit, Lehrstuhl für Carbon Composites, TUM, 2013.
- [S14] R. Roselli, „Numerische Parameterstudie zur Bestimmung von Scherraten in Harzinfiltrationsprozessen“, Bachelorarbeit, Lehrstuhl für Carbon Composites, TUM, 2013.
- [S15] F. Schleich, „Identifikation von Einflussgrößen flüssiger Harzsysteme auf die Tränkbarkeit trockener Faservorformlinge“, Semesterarbeit, Lehrstuhl für Carbon Composites, TUM, 2013.
- [S16] C. Kirdar, „Untersuchung des scherratenabhängigen Fließverhaltens ausgewählter Epoxidharzsysteme“, Semesterarbeit, Lehrstuhl für Carbon Composites, TUM, 2013.
- [S17] C. Kracke, nicht-öffentliche Masterarbeit in Kooperation mit der BMW Group, Lehrstuhl für Carbon Composites, TUM, 2014 gesperrt bis 2019.
- [S18] A. Füßinger, nicht-öffentliche Diplomarbeit in Kooperation mit der BMW Group, Lehrstuhl für Carbon Composites, TUM, 2014 gesperrt bis 2019.
- [S19] D. Richter, „Numerische Parameterstudie zur Bestimmung von Scherraten in Harzinfiltrationsprozessen“, Semesterarbeit, Lehrstuhl für Carbon Composites, TUM, 2014.
- [S20] S. Weik, nicht-öffentliche Bachelorarbeit in Kooperation mit Airbus Helicopters, Lehrstuhl für Carbon Composites, TUM, 2015 gesperrt bis 2018.
- [S21] M. Adam, nicht-öffentliche Masterarbeit in Kooperation mit der Audi AG, Lehrstuhl für Carbon Composites, TUM, 2015 gesperrt bis 2018.
- [S22] F. Föbel, nicht-öffentliche Masterarbeit in Kooperation mit der BMW Group, Lehrstuhl für Carbon Composites, TUM, 2015 gesperrt bis 2020.
- [S23] M. Guffler, nicht-öffentliche Bachelorarbeit in Kooperation mit der Munich Composites GmbH, Lehrstuhl für Carbon Composites, TUM, 2015 gesperrt bis 2017.
- [S24] A. Huissel, „Entwicklung eines optischen Fließfronterfassungssystems für die Analyse von 1D-Permeabilitätstests“, Semesterarbeit, Lehrstuhl für Carbon Composites, TUM, 2015.
- [S25] D. Richter, nicht-öffentliche Masterarbeit in Kooperation mit der Compositence GmbH, Lehrstuhl für Carbon Composites, TUM, 2015 gesperrt bis 2018.

[S26] F. Krause, nicht-öffentliche Semesterarbeit in Kooperation mit der Compositence GmbH, Lehrstuhl für Carbon Composites, TUM, 2016 gesperrt bis 2019.

Teile des Inhalts folgender Arbeiten haben in die vorliegende Dissertationsschrift Eingang gefunden: [S6], [S8] [S12], [S13], [S14], [S16], [S19], [S24].