

# Einfluss medialer Beanspruchungen auf das Einsatzverhalten von PA 6-UD-Tapes

## Bachelorarbeit

vorgelegt an der Hochschule Merseburg Fachbereich Ingenieur- und Naturwissenschaften Zur Erlangung des Grades Bachelor of Engineering

Erstgutachter:	Prof. DrIng. Julia Beate Langer
Betrieblicher Betreuer:	Dr. Wolfgang Krauß, Stephan Lehmann M. Sc.
Betrieb:	DOMO Engineering Plastics Europe S.p.A
Bearbeitet von:	Robin Blaudzun
Matrikelnummer:	25019
Studiengang:	BMMP-KT (BA Maschinenbau Mechatronik Physiktechnik, Schwerpunkt Kunststofftechnik)
Vorgelegt am:	02.11.2022

II

## Fachbereich Ingenieur- und Naturwissenschaften

Prof. Dr. Beate Langer Eberhard-Leibnitz-Straße 2 06217 Merseburg Telefon + 49 3461 46-2726 beate.langer@hs-merseburg.de



FACHBEREICH INGENIEUR- UND NATURWISSEN-SCHAFTEN

## Aufgabenstellung für die Bachelorarbeit

Thema: Einfluss medialer Beanspruchungen auf das Einsatzverhalten von PA 6-UD-Tapes			
Bearbeiter:	Robin Blaudzun		
Themenstellender Hochschullehrer:	Prof. DrIng. Beate Langer		
Betriebliche Betreuer:	Stephan Lehmann, Domo Engineering Plastics Europe SpA,		
	Leuna		

Für die mechanische Verstärkung von Polyamid-Werkstoffen hat die Firma DOMO ihr Portfolio mit unidirektional endlosfaserverstärkten Materialien (UD-Tapes) erweitert, da diese Verbunde vor allem in der Festigkeit sehr große Vorteile gegenüber herkömmlichen kurzglasfaserverstärkten Materialien aufweisen. Da die Einsatzbedingungen dieser Materialklasse stark variieren, ist besonders das Verhalten gegenüber medialen Beanspruchungen von besonderem Interesse. Für die Klasse der Polyamide ist vor allem die Wasseraufnahme problematisch, da diese die Steifigkeits- und Festigkeitseigenschaften verringert. Weiterhin können Medien, wie Flüssigkeiten (z.B. Glykol) und klimatische Bedingungen einen negativen Einfluss auf die Materialeigenschaften haben. In der Bachelorarbeit sind deshalb folgende Teilaufgaben zu bearbeiten:

1. Literaturstudie in rezensierten Fachzeitschriften und in der aktuellen wissenschaftlichen Literatur zum Verhalten von PA-Verbundwerkstoffen gegenüber medialen Belastungen.

Zusammenstellung typischer Medien, die das Einsatzverhalten negativ beeinflussen und geeigneter Prüf- und Analysemethoden zur Charakterisierung der Medieneinflüsse.

- 2. Herstellung von Laminaten aus unidirektionalen Tapes, auf Basis von Polyamid 6, mit unterschiedlichen Fasermasseanteilen und Färbungen
- 3. Durchführung von medialen Auslagerungsversuchen und anschließenden Werkstoffprüf- und Analysemethoden zur Charakterisierung und Bewertung des medialen Einflusses unter Berücksichtigung der in Punkt 1 gewonnenen Erkenntnisse Durchführung vergleichender Untersuchungen an trockenem PA 6 als Referenz
- 4. Wissenschaftliche Auswertung und Diskussion der gewonnenen Erkenntnisse sowie schriftliche Dokumentation entsprechend den Vorgaben für die Erstellung einer Bachelorarbeit

Prof. Dr.-Ing. Dietmar Bendix Stellv. Vorsitzender des Prüfungsausschusses Prof. Dr. Beate Langer Themenstellende Hochschullehrerin

## Inhaltsverzeichnis

Inhaltsve	rzeichnis	IV
Danksag	ung	VI
Eidesstat	tliche Erklärung	VII
Kurzfass	ung	VIII
Abstract		IX
Abkürzu	ngsverzeichnis	X
Formelve	erzeichnis	XI
Abbildur	gsverzeichnis	XII
Tabellen	verzeichnis	XV
1 1	inleitung	1
2 9	itand der Wissenschaft	3
2.1	Werkstoffeinteilung	3
2.2	Verarbeitungsmethoden	4
2.3	Mechanische Betrachtungen des Faserverbundes	6
2.4	Wechselwirkung zwischen Faser und Matrix	9
2.5	Theoretische mediale Beanspruchungen	11
2.5.1	Wasserlagerung	11
2.5.2	Thermischer Einfluss	14
2.5.3	Bewitterung	
2.5.4	Chemikalien	20
2.6	Anwendungsbeispiele	23
3 I	xperimentelles	23
3.1	Prüfkörperherstellung	23
3.2	Prüfkörpervorbereitung	24
3.3	Mediale Beanspruchungen	26
3.4	Optische Materialveränderungen	27
3.5	Mechanischen Materialprüfung	27
4 I	rgebnisse und Diskussionen	29
4.1	Ergebnisse der optischen Materialveränderungen	29
4.2	Auswertung mechanische Materialprüfung	31
4.2.1	Ergebnisse der Wassereinlagerungsauswertung	34
4.2.2	Ergebnisse thermischer Einfluss	41
4.2.3	Ergebnisse der Bewitterung	50

5	Zusammenfassung	53
6	Ausblick	55
Literat	turverzeichnis	X
Anhar	ng	XIII
Nor	menverzeichnis	XIII
Ben	ichmarkt-Test	XIV

### Danksagung

Mein besonderer Dank für die Unterstützung, fachliche Betreuung und Anfertigung meiner Bachelorarbeit gilt meiner Mentorin der Hochschule Merseburg Frau Prof. Dr.-Ing. Beate Langer, sowie für die betriebliche und praxisnahe Betreuung Stephan Lehmann M. Sc. und Dr. Wolfang Krauß.

Darüber hinaus bedanke ich mich für das Engagement von allen DOMO-Mitarbeitern der Forschung und Entwicklung, sowie das dazugehörige Laborpersonals, insbesondere

- Naheem Iqab M. Sc. für die Einarbeitung im Labor und Technikum, sowie das Kennenlernen der Testverfahren von DOMO,
- Dr. Qingqing Xu für die stets guten Beratungen und Veranschaulichung der bereits bestehenden Ergebnisse,
- Dip.-Ing. Christan Langner f
  ür die Einarbeitung in den Systemen mithilfe von GRANTA und eine Einarbeitung mit dem Quick-UV-Ger
  ät
- Dipl.-Ing. Andreas Händel für eine Technikeinarbeitung und den Versand
- Ralf Nobis, Maik Enke und Andreas Seidenschnurr für die Laborbetreuung und Einarbeitung an den Prüfmaschinen.

Ferner bedanke ich mich für die externe Hilfe für die Realisierung der Prüfungen Herrn Lassbeck, Dipl.-Wirt.-Ing. Stephan Arndt, Dipl.-Ing. Heidrun Müller und Dr.-Ing. Ralf Lach für die Bereitstellung der Absauganlage und der Verwendung der Prüfmaschine von Zwick und Reoll für die 0° GF-Orientierungen der Biegeversuche und ILSS (interlaminar shear strength) -Tests.

Insbesondere gilt es meiner Familie, vor allem meiner Oma und meinem Vater, besonderen Dank auszusprechen. Sie haben mich großgezogen, geformt und waren die Grundlage, weshalb diese Arbeit existiert. Ich bin dankbar für ihre Fürsorge und die Möglichkeiten, die mir dadurch geboten sind.

## Eidesstattliche Erklärung

Hiermit versichere ich, dass ich die vorliegende Arbeit ohne unzulässige Hilfe Dritter und ohne Benutzung anderer als der angegebenen Hilfsmittel angefertigt habe; die aus fremden Quellen direkt oder indirekt übernommenen Gedanken sind als solche kenntlich gemacht.

Bei der Auswahl und Auswertung des Materials, sowie bei der Herstellung des Manuskripts habe ich Unterstützungsleistungen von folgenden Personen erhalten:

Frau Prof. Dr.-Ing. Julia Beate Langer Dr. Wolfgang Kraus Stephan Lehmann M. Sc.

Weitere Personen waren an der geistigen Herstellung der vorliegenden Arbeit nicht beteiligt. Insbesondere habe ich nicht die Hilfe eines kommerziellen Beraters in Anspruch genommen. Dritte haben von mir keine geldwerten Leistungen für Arbeiten erhalten, die in Zusammenhang mit dem Inhalt der vorgelegten Bachelorarbeit stehen.

Die Arbeit wurde bisher weder im Inland noch im Ausland in gleicher oder ähnlicher Form einer anderen Prüfungsbehörde vorgelegt und ist auch noch nicht veröffentlicht worden. Die Bachelorverordnung der Hochschule Merseburg des Fachbereichs Ingenieur- und Naturwissenschaften erkenne ich an.

Merseburg, dem 02.11.2022

## Kurzfassung

Aufgrund der Produkterweiterung der Firma DOMO mit unidirektionalen endlosfaserverstärkten Materialien (UD-Tapes), werden einige Langzeitstudien des Materials benötig. Dabei handelt es sich um ein Verbundmaterial mit PA 6 (Polyamid 6), welches mit Glasfasern (GF) verstärkt ist. Der Einfluss unterschiedlicher Medien auf Tape-Materialien mit Domamid als Matrixmaterial wird getestet werden.

In der vorliegenden Arbeit werden ausführliche Langzeitdiagramme mit unterschiedlichen Glasfasergehalten und verschiedenen Farben untersucht. Die nachliegenden Aufzeichnungen, Diagramme und Auswertungen sind alle auf einer Glasfasergehalt von 60 und 70 Prozent Massenanteil der Matrix erstellt worden. Zudem sind nicht nur diese beiden Unterschiede der Faseranteile, sondern auch die Beeinflussung der Farbe des Tapes analysiert worden. Hierzu wurden natur-, sowie schwarzfarbenen UD-Tapes benutzt.

Nach einer Umfangreichen Recherche (Literatur, Vertriebspartner und Bauteilschaffung) wurden Einflüsse verschiedener UD-Tapes gewählt. Somit wurden die Faktoren von Medien auf die Wasserlagerung, Wärmelagerung, Licht Bewitterung und verschiedene Temperaturen in einer Wärme-/Kühlkammer während des Tests beschränkt. Die Testdauer wurde ebenfalls in vereinzelten Prüfungen auf die Dauer des Bachelorpraktikums, sowie die Prüfmaschinenbelegung angepasst. Ferner wurde die Dauer des medialen Einflusses auf 1500 h beschränkt.

Die Prüfkörperabmaße wurden nach DIN EN ISO 527-4/5, DIN ISO 14125 und DIN EN ISO 14130 gewählt. Aufgrund dessen, dass es in den Auswertungen um faserverstärktes Material handelt, werden nicht wie verallgemeinert in der Norm nur 5, sondern 8 Prüfkörper jeweils pro Versuchsreihe geprüft. Folglich konnte eine Standartabweichung mitberücksichtigen werden und findet sich in den Kennlinien wieder.

Darüber hinaus werden die Ergebnisse abschließend ausgewertet und durch literarische Aussagen diskutiert und eingeordnet, womit sich Empfehlungen oder Verbesserungsmöglichkeiten des PA 6 UD-Tapes erkennen lassen können.

### Abstract

Due to DOMO's product expansion with unidirectional continuous fibre reinforced materials (UD tapes), some long-term studies of the material are needed. This is a composite material with PA 6 (polyamide 6) reinforced with glass fibres (GF). The influence of different media on tape materials with domamide as matrix material will be tested.

In the present work, detailed long-term diagrams with different glass fibre contents and different colours are examined. The following recordings, diagrams and evaluations have all been made on a glass fibre content of 60 and 70 percent by mass of the matrix. In addition, not only these two differences in fibre content were analysed, but also the influence on the colour of the tape. Natural and black coloured UD tapes were used for this purpose.

After extensive research (literature, sales partners and component creation), influences of different UD tapes were chosen. Thus, the factors of media were limited to water storage, heat storage, light weathering and different temperatures in a heating/cooling chamber during the test. The test duration was also adjusted in isolated tests to the duration of the bachelor internship, as well as the testing machine occupancy. Furthermore, the duration of the medial influence was limited to 1500 h.

The test specimen dimensions were chosen according to DIN EN ISO 527-4/5, DIN ISO 14125 and DIN EN ISO 14130. Due to the fact that the evaluations involve fibre-reinforced material, not only 5 but 8 test specimens are tested per test series, as is generally the case in the standard. Consequently, a standard deviation could be taken into account and is reflected in the characteristic curves.

In addition, the results are finally evaluated and discussed and classified by means of literary statements, with which recommendations or possibilities for improvement of the PA 6 UD tape can be identified.

# Abkürzungsverzeichnis

Abkürzung	Bedeutung
PA 6	Polyamid 6
UD-Tape	unidirektional endlosverstärktes Tape
GF	Glasfaser
GF 60	Glasfasergehalt von 60 Gewichtsprozent
GF 70	Glasfasergehalt von 70 Gewichtsprozent
UV-Strahlung	ultraviolette Strahlung
FKV	Faser-Kunststoff-Verbunde
REM	Rasterelektronenmikroskop
HV-Anteil	Haftvermittler Anteil
E-Modul	Elastizitätsmodul
G-Modul	Schubmodul
Gew%	Gewichtprozent
h	Stunde
i.d. R	in der Regel
DIN	Deutsche Industrie Norm
EN	Europäische Norm
ISO	International Standards Organization
ggf.	Gegebenenfalls
μm	Mikrometer
EG	Ethylenglykol
PG	Propylenglykol
ILSS	(engl.: interlaminar shear strength)
	interlaminare Scherfestigkeit
Тg	Glasfasertemperatur
GFV	Glasfaserverstäkt

## Formelverzeichnis

Symbol	Bedeutung
н	Wasserstoff
C	Kohlenstoff
0	Sauerstoff
Ν	Stickstoff
S	Schwefel
Si	Silicium
E <sub>II</sub>	E-Modul in senkrechter Richtung
$arphi_f$	Faservolumenanteil der Faser
$E_f$	E-Modul der Faser
$\varphi_m$	Faservolumenanteil der Matrix
$E_m$	E-Modul der Matrix
$E_{\perp}$	E-Modul in transversale Richtung
$\nu_m$	Querkontraktionszahl Matrix
F	Kraft in N (Newton)
ΔΙ	Längenänderung in mm (Millimeter)
E <sub>d</sub>	Dynamischer E-Modul
$F_{gy}$	Kraft
$f_{gy}$	Dehnung
$\sigma_d$	Dynamische Streckgrenze
ν	Prüfgeschwindigkeit
h	Prüfkörperhöhe
L	Auflagerabstand
arepsilon'	Dehnrate

## Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1:	Chemische Reaktionsgleichung von Benzol bis Ausgangsprodukt Caprolactam als Vorprodukt für PA 6 [8]
Abbildung 2:	Chemische Strkturformel zur Herstellung von PA [9]
Abbildung 3:	Imprägnierverfahren mit Schmelzbad a) einfaches Schmelzbad, b) druckbeaufschlagtes Schelzbad und c) Schmelzbad mit Umlenkelementen [11]
Abbildung 4:	Abgeleitetes kontinuierliches Pultrusionsprozess, bezeichnet als TI-Prozess (Thermoplast-Imprägnier-Prozess) [1]
Abbildung 5:	Rechts sind multidirektionale (0°/90°/45°/-45°) und links unidirektionale (0°/0°/0°/0°) UD-Tapes zu sehen [15]
Abbildung 6:	Diagramm zur Zugfestigkeitseigenschaften über die Faserlänge [1]
Abbildung 7:	Diagramm zur Eigenschaftsveränderungen zur Faserlänge, E-Modul, Festigkeit, Zähigkeit und Verarbeitbarkeit, in Anlehnung an [16]
Abbildung 8:	Steifigkeitsberechnungen zur parallelen und transversalen Kraftrichtung [19]
Abbildung 9:	Steifigkeitsverlauf in Abhängigkeit des Faservolumenanteils von FKV [20]
Abbildung 10:	REM Aufnahme Faser-Matrix [22]
Abbildung 11:	Schematische Darstellung Faser-Schlichte-Matrix Anordnung [23]
Abbildung 12:	Freilegen der Glasfaser an der Oberfläche durch Hydrolyse [9]
Abbildung 13:	Langzeittemperaturverhalten von verschiedenen Kunststoffen [12]
Abbildung 14:	Langzeittemperatur Verlauf von einem gefüllten Polyamid von DOMO [29]
Abbildung 15:	Schädigende Wellenlängenbereich für chemische Bindungspaare [30]
Abbildung 16:	Durchgang von Molekülen durch Polymermembran [26]
Abbildung 17:	Schematische Darstellung eines präparierten Prüfkörper [36]
Abbildung 18:	Darstellung der Versuchsreihe zur Methodenentwicklung GF 70 naturfarbenen 90° GF-Orientierung Prüfkörper
Abbildung 19:	Darstellung der Versuchsreihe zur Methodenentwicklung GF 70 schwarz 0° GF- Orientierung Prüfkörper
Abbildung 20:	Aufnahme GF 60 schwarz Laminat mit einem Mikroskop
Abbildung 21:	Unregelmäßige optische GF-Verteilung beim GF 70 naturfarbenen Biegeprüfkörper
Abbildung 22:	Unregelmäßige optische GF-Verteilung beim GF 70 naturfarbenen Biegeprüfkörper
Abbildung 23:	Glasfaserverteilungsverlauf des naturfarbenen GF 70 Biegeprüfkörper
Abbildung 24:	In 190 °C Wärmeofen eingelagerte PA 6 GF 60 Prüfkörper

- Abbildung 25: Biegefestigkeit aller Materialien
- Abbildung 26: Biegebruchdehnung aller Materialien
- Abbildung 27: Referenzauswertung der Zugfestigkeit
- Abbildung 28: Referenzauswertung der Zugbruchdehnung
- Abbildung 29: Versuchsreihe der Konditionierung an einem Zugprüfkörper
- Abbildung 30: Biegefestigkeit der Konditionierung bei 90° GF-Orientierung
- Abbildung 31: Biegebruchdehnung bei Konditionierung bei 90° GF-Orientierung
- Abbildung 32: Biege-E-Modul nach Konditionierung bei 90° GF-Orientierung
- Abbildung 33: Zugfestigkeit nach Konditionierung an GF 60 naturfarbenen und schwarzen Zugprüfkörper mit 90° GF-Orientierung
- Abbildung 34: Zugbruchdehnung nach Konditionierung an GF 60 naturfarbenen und schwarzen Zugprüfkörpern mit 90° GF-Orientierung
- Abbildung 35: Zug-E-Modul von PA 6 GF 60 naturfarbenen und schwarzen mit 90° GF-Orientierung Zugprüfkörper nach Konditionierung
- Abbildung 36: Scherspannungsdiagramm nach Konditionierung der schwarzen GF 70 ILSS-Prüfkörper
- Abbildung 37: Schwarzer GF 70 ILSS-Prüfkörper mit 0° GF-Orientierung
- Abbildung 38: Biegefestigkeitsverlauf nach Hochtemperaturprüfung von GF 60 und GF 70 schwarzen Zugprüfkörper
- Abbildung 39: Schwarzer Referenzbiegeprüfkörper mit 0° GF-Orientierung mit Rissbildung im Prüfkörper
- Abbildung 40: Schwarzer Referenzbiegeprüfkörper mit 0° GF-Orientierung mit Rissbildung im Prüfkörper
- Abbildung 41: Schwarzer Biegeprüfkörper mit 0° GF-Orientierung nach 50 °C Hochtemperaturbiegeprüfung
- Abbildung 42: Biegefestigkeitsverlauf nach Wärmelagerung 120 °C und 90° GF-Orientierung
- Abbildung 43: Biegebruchdehnungsverlauf an Biegeprüfkörper mit 90° GF-Orientierung nach Wärmelagerung bis 1500 h bei 120 °C
- Abbildung 44: Vergleich der Biegebruchfestigkeit an 90° GF-Orientierungen von GF 70 Biegeprüfkörper nach bis zu 1000 h Wärmelagerung bei 120 und 190 °C
- Abbildung 45: Vergleich Biegebruchdehnung an 90° GF-Orientierungen von GF 70 Biegeprüfkörper nach bis zu 1000 h Wärmelagerung bei 120 und 190 °C
- Abbildung 46: Zugfestigkeit nach Wärmelagerung von 120 °C von schwarzen GF 60 und GF70 Zugprüfkörpern nach 1000 h Wärmelagerung und 90° GF-Orientierung
- Abbildung 47: Zug-E-Modul-Verlauf nach 120 °C Wärmelagerung

- Abbildung 48: Kraft-Verformungs-Diagramm der schwarzen GF 70 ILSS-Prüfkörper nach Wärmelagerung von 190 °C
- Abbildung 49: Delamination der schwarzen GF 70 ILSS-Prüfkörper nach Wärmelagerung bei 190 °C
- Abbildung 50: Bruchbild und Faser pull-out der schwarzen GF 70 ILSS-Prüfkörper nach Wärmelagerung bei 190 °C
- Abbildung 51: Prüfkörper nach Bewitterung
- Abbildung 52: Biegefestigkeit nach Bewitterung
- Abbildung 53: Biege-E-Modul nach Bewitterung
- Abbildung 54: Verbesserter Präparier-Prozess [36]
- Abbildung 55: Präparierter und geprüfter Zugprüfkörper, eingeteilt in sechs Bereiche mit Bruchkante im Dritten Bereich
- Abbildung 56: Glasfaserverteilung im jeweiligen Bereich

## Tabellenverzeichnis

- Tabelle 1:Lichtbeständigkeit von Polyamid-6 im Xenontest 1200 und bei Freibewitterung in<br/>Arizona 45° Süd, 790kJ/cm² und Basel 45° Süd, 290 kJ/cm² [26]
- Tabelle 2:Auflistung der chemischen Beständigkeit von PA, Beständigkeitsgrade 1 = sehr gut<br/>beständig, 2 = durchschnittlich beständig, 3 = wenig beständig, S =<br/>Spannungsrissanfällig [nach 26]
- Tabelle 3
   Auflistung der medialen Beanspruchungen

### 1 Einleitung

Aufgrund dessen, dass Kunststoffe ein geringes Gewicht besitzen, erweitern vor allem Verbundwerkstoffe das Einsatzpotenzial der Anwendung deutlich, da durch Kombinationen von Polymer und Endlosfaser werden besonders gute mechanische Eigenschaften erzielt [1], welche ein Verdrängen konventioneller Werkstoffe (unter Berücksichtigung der Dichte) verstärkt und ein Wachstumspotenzial des Marktes erzielen lässt [2]. Verbundwerkstoffe werden allgemein aus Verbindung zwischen Fasern und einer thermoplastischen oder duroplastischen Matrix hergestellt. Jedoch kristallisieren sich seit Jahren vor allem unidirektionale Tapes (UD-Tapes) heraus, welche aus thermoplastischem Polymermatrices und Endlosfasern hergestellt werden [3].

Die thermoplastischen Polymermatrizen der UD-Tapes werden vor allem mit endlosverstärkten Carbon- und Glasfasern zusammengeführt. Aufgrund der kostengünstigen Verfügung wird für die Herstellung der UD-Tapes oft Glasfaser verwendet. Anhand von stetig steigernden Prognosen ist die Einbindung der Tape-Materialien seitens DOMO gestiegen und interessanter geworden. Die Verwendung von thermoplastischen Polymeren als Matrixmaterial bewirkt nicht nur eine gezielte Erweiterung des DOMO-Portfolios, sondern bietet unter anderem durch niedrigere Materialkosten und kürzere Zykluszeiten weitere Anreize Verbundwerkstoffe mit thermoplastischen Matrizen zu verwenden. Anhand des steigenden Marktanteiles und des Wachstumspotenzials bietet eine Portfolioerweiterung des mit Domamid PA 6 hergestellten UD-Tapes eine Erweiterung des Absatzmarkts. Die anschließende Markteinführung der DOMO UD-Tapes zieht im Anwendungsfall bei einwirkenden Degradationseinflüsse Veränderungen der mechanischen Festigkeiten mit sich. Aufgrund dessen ist eine Materialuntersuchung unvermeidlich, um im Anwendungsfall fehlerhaftes Materialverhalten der UD-Tapes zu vermeiden.

Der Anwendungsbereich des DOMO Materials beschränkt sich auf die auftretenden unterschiedlichen Degradationseinflüsse in der Automobilindustrie, welche irreversible Eigenschaftsveränderungen zur Folge hat. Generell lässt sich feststellen, dass durch medialen Einfluss, vor allem durch die Einflussnahme von Wasser, veränderte mechanische Eigenschaften charakterisiert werden. Mit gefertigten UD-Tape-Schichten ist es insbesondere möglich gezielte Verstärkungselemente im Material zu realisieren. Somit werden Bauteile aus einem thermoplastischen Polymer gefertigt, welche in hochbelasteten Bereichen durch UD-Tape-Schichten verstärkt werden. So erfolgt bereits die Fertigung von Teilen des Interieurs von Fahrzeugen, wie das Gas- und Bremspedal aus solchen Verbunden. Diese hochbelasteten UD-Tapes werden durch das Pultrusionsverfahren, welches auch Strangziehverfahren genannt wird, gefertigt [4]. Das Ziel dieser Arbeit ist es eine Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften unter dem im Anwendungsfall wahrscheinlich auftretenden medialen Einflüssen zu erstellen und eine Grundlage für eine Datenbank zu schaffen. Somit wird folglich die Arbeit nach im Anwendungsfall auftretenden medialen Einflüssen eingegrenzt und setzt die Einflüsse in Beziehung zu den in der Literatur vorkommenden Werkstoffeigenschaften.

Somit wurde nach einer Marktanalyse und Recherche der Degradationseinflüsse ein Prüfplan erstellt, worin Untersuchungen der Einflüsse nach i) Wasserlagerung, ii) Wärmelagerung iii) UV-Beständigkeit und iv) Hochtemperaturuntersuchungen vorgesehen sind. Die simulierten Einflüsse und die daraus veränderten Eigenschaften des neuen UD-Tape-Materials wurden im Anschluss analysiert. Hierzu werden vier unterschiedliche Materialien von PA 6 (naturfarbene und schwarze GF 60 und GF 70 UD-Tapes) zu Prüfkörpern hergestellt und nach Vorbehandlungen mit ausgewählten Prüfverfahren geprüft. Dazu sind Zug- und Biegeprüfung für eine allgemeine Einordung und die Prüfung der interlaminaren Scherfestigkeit für eine spezielle Charakterisierung der Faser-Matrix-Haftung verwendet worden.

### 2 Stand der Wissenschaft

### 2.1 Werkstoffeinteilung

Polyamid (PA) 6-UD-Tapes werden werkstofflich unter den Verbundmaterialien eingeordnet. Aufgeteilt erfolgt eine Einteilung des Verbundmaterials in einer PA 6 Polymermatrix und einem Fasermaterial. Polyamid 6 zählt zu den teilkristallinen Kunststoffen und ist den organisch nichtmetallischen Werkstoffen zuzuschreiben. Ferner wird die Bezeichnung des Polyamids auf den typischen Strukturen eines Carbonsäureamids abgeleitet, wobei die Formel der Amid-Gruppe charakteristisch für alle Polyamide ist. Dabei gibt die Zahl (hier sechs) die Anzahl der Kohlenstoffatome wieder [5, 6]. Die Gewinnung von Polyamid wird meist durch das Aneinanderreihen von Monomeren zu Makromolekülketten, durch Wasserabspaltung, der sogenannten Polymerisation, hergestellt [5]. Ausgangsprodukt der PA 6-Gewinnung für die Polymerisation ist ein Benzolring. Dieser wird katalysiert und anschließend oxidiert, wodurch ein Cyclohexanol hergestellt wird. Anschließend erfolgt durch Hilfe von Hydroxylamin eine Überführung von Cyclohexanol in Cyclohexanonoxim. Mittels der folgend aufgeführten Beckmann-Umlagerung (Abb.1) wird Caprolactam hergestellt. Dabei wird Carbonsäureamid durch eine Reaktion in Säure katalysierten Umwandlung von Ketoximen überführt. In anschließender Umlagerung mit Schwefelsäure entsteht Caprolactam. In diesem letzten Schritt entsteht als Abfallprodukt Ammoniumsulfat, welches als Düngemittel unter dem Marken-Namen DOMOGRAN von DOMO vertrieben wird. Hierbei ist es DOMO gelungen durch intensives Verbessern der Anlage, dass pro Tonne Caprolactam 2,4 Tonnen Düngemittel hergestellt werden. Mittels einer hydrolytischen Ringöffnung von dem vorliegenden  $\varepsilon$ -Caprolactam entsteht durch eine hydrolytische Kettenpolymerisation das Polyamid [7,8].



Abbildung 1: Chemische Reaktionsgleichung von Benzol bis Ausgangsprodukt Caprolactam als Vorprodukt für PA 6 [8]

Des Weiteren können Polyamide aus Amiden und Carbonsäuren aufgebaut werden. Bei einer solchen Reaktion verketten sich Amino- und Carbonsäure unter der Abspaltung von Wasser, woraus das Polyamid Nylon, auch unter Polyamid 66 bekannt, gebildet wird (Abb. 2) [9]. Polyamid 66 wird weiterhin nicht näher ausgeführt, da das verwendete UD-Tape aus PA aus der Polymerisationsherstellung gewonnen wird.



Abbildung 2: chemische Strkturformel zur Herstellung von PA [9]

Als zweite Komponente des Verbundmaterials werden Glasfasern benutzt. Die verwendete Glasfaser wird unter den anorganischen Faserwerkstoffen eingeordnet und wird in verschiedenen Basen unterteilt [10,11]. Glasfasern werden durch das Vermischen von Silane, Oxide und weiteren Mineralien hergestellt. Diese werden durch viele einzelnen Düsen abgezogen, ggf. mit Haftvermittler besprüht und aufgerollt. Fasern können anhand ihrer Länge eingeteilt werden. Diese werden in Kurz-, Lang- und Endlosfasern unterteilt [12]. Dabei kommen bei UD-Tape-Materialien Endlosfasern zum Einsatz. Für die Faserherstellung stehen verschiedene Glastypen zur Verfügung, welche sich in nach dem Rohstoff, der Festigkeit und der Chemikalienbeständigkeit unterscheiden [N 12]. In UD-Tape-Verbindungen werden am häufigsten C- und E-Glase eingesetzt, da diese beständiger gegen Wasseraufnahme und gegen Chemikalien sehr geeignet für ein Materialanwendungsfall sind. Somit wurde bei E-Glas anhand der Veränderung des Lithiumträgers die Wasseraufnahme von 0,37 auf 0,3 cm<sup>3</sup> verbessert. E-Gläser weisen eine besonders gute hydrolytische Beständigkeit durch einen niedrigen Bestanteil an R<sub>2</sub>O und einen hohen Anteil von B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> auf, weshalb die Wasseraufnahme zwischen 0,1 und 0,2 cm<sup>3</sup> liegt [13].

#### 2.2 Verarbeitungsmethoden

Die verwendeten UD-Tapes sind den endlosverstärkten Fasermaterialien zuzuordnen. Um unidirektionale Einzelschichten herzustellen, wird auf bekannte Verfahren aus der Erzeugung von duroplastischen Verbunden zurückgegriffen. Aufgrund der geringeren Fließfähigkeit von Thermoplasten zu Duromeren [14] ist eine Verwendung des duroplastischen Imprägnierverfahrens nicht möglich. Infolgedessen wurde an neuentwickelte Imprägnier-Verfahren geforscht, welche sich in:

- Schmelzeimprägnierung
- Folienimpränierung
- Pulverimprägnierung
- Lösungsmittelimprägnierung
- Polymerfaserimprägnierung

einordnen lassen. Beim Herstellen der verwendeten UD-Tapes wird das Prinzip der Schmelzeimrägnierung angewendet, da für dieses Verfahren keine Vorbehandlung und Zusatzstoffe benötigt werden. Zudem ist die Wirtschaftlichkeit, Verwendung von Prinzipien zur Fließwegverkürzung, sowie die Anwendung von Viskositätsabsenkung zur Herstellung thermoplastischer **UD-Tapes** geeignet. Der abgewandelte Unterschied ist beim Schmelzeimprägnieren, dass kein Harzbad, wie beim duroplastischen Verfahren, sondern ein Schmelzebad mit thermoplastischem Kunststoff verwendet wird. Die Einbettung der Faser kann allgemein mittels drei Arten geschehen. Im Fall a) kann die Glasfaser linear ohne Druckbeanspruchung durch das Schmelzbad geführt werden. Beim zweiten Fall b) liegt beim gleichem Aufbau Überdruck bis zu 800 bar an. Fall c) besitzt in der Tränkwanne verschieden angeordnete Umlenkwalzen, welches eine Einbettung in die Polymermatrix begünstigt (Abb. 3) [1].



Abbildung 3: Imprägnierverfahren mit Schmelzbad a) einfaches Schmelzbad, b) druckbeaufschlagtes Schelzbad und c) Schmelzbad mit Umlenkelementen [1]

Beim Imprägnier-Verfahren der Schmelzeimprägnierung wird eine Maschine benutzt, welche die Fasern spreizt und mit der Matrix zusammenführt. Dieses Verfahren ist unter dem Namen der Pultrusion oder auch Strangziehverfahren bekannt. Wie in Abbildung 4 zu sehen ist, werden die abgerollten Faserstränge in einer Tränkwanne in die Polymermatrix eingebettet, verbunden und abgezogen. Zusätzlich ist ein seitlich angebrachter Extruder montiert, um mittels eines Linienangusses über die gesamte Breite der Tränkwanne die Polymerschmelze einzuleiten [1].



Abbildung 4: Abgeleitetes kontinuierliches Pultrusionsprozess, bezeichnet als TI-Prozess (Thermoplast-Imprägnier-Prozess) [1]

Anschließend können aus den UD-Tapes Laminate hergestellt werden und in einer Presse gepresst oder in einer Spritzgussmaschine umspritzt werden, womit lokal starke Materialeigenschaften realisierbar sind (Abb. 5) [15].



Abbildung 5: Rechts sind multidirektionale  $(0^{\circ}/90^{\circ}/45^{\circ}/-45^{\circ})$  und links unidirektionale  $(0^{\circ}/0^{\circ}/0^{\circ})^{\circ}$  UD-Tapes zu sehen [15]

### 2.3 Mechanische Betrachtungen des Faserverbundes

Tape-Materialien zeichnen sich durch eine gute Schlagzähigkeit und Festigkeitseigenschaften, sowie einer guten Oberflächenqualität mit sehr geringem Gewicht aus. In Abhängigkeit des Faservolumenanteils verändern sich die mechanischen Eigenschaften, Dehnungs- und Bruchverhalten, sowie die Verarbeitungsmöglichkeiten. Die Zugfestigkeit steigt beispielsweise mit der Faserlänge an, wobei die endlosverstärkten unidirektionale Kunststoffe die höchsten mechanischen Kennwerte erzielt (Abb. 6) [1]. Ebenfalls ist in Abbildung 7 zu entnehmen, dass lediglich die Verarbeitbarkeit mit einer steigernden Faserlänge verringert wird [16]. Die verschlechterte Verarbeitbarkeit bei zunehmenden Faseranteil zeichnet sich bei Kurz- und Langfasern durch unausgefüllte Kavitäten im Spritzgussbereich und bei endlosverstärkten Materialien am steigenden Aufwand der Herstellung von Geweben und UD-Tapes aus.



Abbildung 6: Diagramm zur Zugfestigkeitseigenschaften über die Faserlänge [1]



Abbildung 7: Diagramm zur Eigenschaftsveränderungen zur Faserlänge, E-Modul, Festigkeit, Zähigkeit und Verarbeitbarkeit, in Anlehnung an [16]

Die Grundlage für die Bestimmung des Elastizitätsmoduls gibt die Mischungsregel eine Abschätzung des Kennwertes die Wirkung der Verbundpartner und seinem Volumenanteil in der betrachteten Richtung des Verbundstoffes benutzt [17, 18]. Anhand der Mischungsregel werden zwei Modelle abgeleitet, welche auf eine Parallel- und eine Reihenschaltung zurückzuführen sind. Die Mischungsregel ermöglicht es die Kennwerte der mechanischen Eigenschaften, wie den E- und G-Modul, größentechnisch einzuordnen. Hierbei gibt E<sub>II</sub> den E-Modul in paralleler Richtung zur Faserorientierung an. Dabei entspricht in der Berechnung des E<sub>II</sub>-Moduls  $\varphi_f$  den Faservolumenanteil der Faser, E<sub>f</sub> der E-Modul der Faser,  $\varphi_m$  den Faservolumenanteil der Matrix, E<sub>m</sub> der E-Modul der Matrix (Gl. 2.1). Das  $v_m$  beschreibt die Querkontraktionszahl der Matrix für den E-Modul  $E_{\perp}$  in transversale Richtung, senkrecht zum Faserverlauf (Gl. 2.2) [19]. Mit den Formeln können die in der Abbildung 8

dargestellten Diagrammverläufe der Steifigkeit in Abhängigkeit des Faservolumenanteils erstellt werden.

$$E_{II} = \varphi_f * E_f + (1 - \varphi_m) * E_m$$
 (2.1)

$$E_{\perp} = \frac{E_m}{(1 - v_m^2) * ((1 - \varphi) + \frac{E_m}{(1 - v_m^2) * E_f} * \varphi)}$$
(2.2)

Anhand der Mischungsregel wird folgender Diagrammverlauf für die Eigenschaften wie beispielsweise der E-Modul von Faser-Kunststoff-Verbunden (FKV) abgeleitet. Somit ist ein linearer Verlauf für die Obergrenze und ein nichtlinearer Verlauf für die Untergrenze für die Steifigkeit zuerkennen (Abb. 9) [20].



Abbildung 9: Steifigkeitsverlauf in Abhängigkeit des Faservolumenanteils von FKV [20]

Nachdem die Mischungsregel eine theoretische Einordnung des Materials angibt, sind Beeinflussungen des Materials ebenfalls durch Zusatzstoffe zu erzielen. Durch Verwendung verschiedener Additiven und Füllstoffe können die Eigenschaften des Kunststoffs weiterhin verändert und angepasst, auf ein Einsatzverhalten des Materials, werden [21]. Somit wurde die verwendete Polymermatrix im UD-Tape durch Beimischung von einer fünfprozentiger Kupferhitzestabilisierung der Matrix, widerstandsfähiger gegenüber Wärmebelastungen.

#### 2.4 Wechselwirkung zwischen Faser und Matrix

Grundlage für die guten mechanischen Eigenschaften von FKV ist eine gute Faser-Matrix Haftung. Um dieses Verhalten zu charakterisieren, beschreibt Neitzel dies in seiner Fachliteratur unter der Bezeichnung der Interphase oder Grenzschicht (engl. *bondery layer*) bzw. Grenzphase, womit das Zusammenspiel der Faser zur Matrix beschrieben wird [5]. Untersucht wird eine gute Wechselwirkung zwischen Faser und Matrix mittels makromechanischer Methoden, wie unteranderem der Drei-Punkt-Biegeversuch oder der Querzug. Beispiele sind der Einzelfaserauszugsversuch (engl. *single fibre pullout test*, SFPO) und der Einzelfaserfragmentierungsversuch (engl. *fibre fragmentation test*, SFFT). Grundsätzlich beruhen die Faser-Matrix-Bindungskräfte auf diverse Arten von Wechselwirkungen, welche in

- Mechanische Adhäsion
- Physikalische Wechselwirkungen
- Chemische Bindungen

unterteilt werden. Die mechanische Adhäsion erfolgt dabei mittels Poren oder Aushöhlungen bzw. Unebenheiten an der Oberfläche der Faser. Somit bietet sich die Möglichkeit, dass die Matrix tiefer in die Faser eindringen kann und durch eine formschlüssige Verbindung höhere Kräfte aufgenommen werden. Andererseits werden die physikalischen und chemischen Wechselwirkungen auf intermolekulare und interatomare Bindungen und Wechselwirkungen zurückgeführt. Diese werden zu den sekundären (physikalischen) und primären (chemischen) Bindungen gezählt. Den physikalischen Kräften sind die Keesom-Kräfte (permanenter Dipol-permanenter Dipol), London-Kräfte (induzierter Dipol-induzierter Dipol) und Debye-Kräfte (permanenter Dipol-induzierter Dipol) zuzuschreiben. Unter primären Kräften werden kovalente, metallische und ionische Bindungen verstanden [17].

Ist eine Grenzschicht nicht ausreichend ausgeprägt, wird ein herausziehen der Fasern aus der Matrix, ein sogenannter Faser pull-out, ausgebildet. Insofern reichen die Kräfte zwischen Faser und Matrix nicht aus und lösen sich aufgrund einer Schubkraft. Die nachfolgenden Aufnahmen belegen den Unterschied zwischen einer guten Faser-Matrix-Haftung und einer weniger guten. Mit Hilfe eines Rasterelektronenmikroskop (REM) ist in Abbildung 10 a) eine schlechte Faser-Matrix Anordnung mit herausgezogenen Fasern und einer in b) guteingebetteten Faser in der Polymermatrix mit Faserbruch deutlich zu erkennen (Abb. 10) [22].



Abbildung 10: REM Aufnahme Faser-Matrix a) schlechte Matrixhaftung I- nicht mit Matrixmaterial bedeckte Fasern, II – Lochbildung infolge herausgezogener Fasern, III – Faserabdruck b) gute Faserhaftung IV – an die Matrix angebundene Faser, V – Iokal plastisch deformierter Matrixbereich [22]

Verwendete FKV werden in der Praxis einer Vorbehandlung unterzogen, sodass eine schlechte Faser-Matrix-Haftung vermieden wird. Dabei werden oft speziell für die Matrix angepasste Haftvermittler verwendet. Nach Robeck (univ. Dissertation, 2019, Seite 22) werden "Die Fasern [...] einer elektrochemischen Oxidation unterzogen, in deren Verlauf abhängig vom verwendeten Elektrolyt Hydroxyl- und Carboxyl-Gruppen (sauer) oder Ketone (basisch) an der Faseroberfläche entstehen" [23, S. 22]. Um weitere Vorgänge zu erleichtern, wird die Faser mit einer Schlichte überzogen. Somit ergibt sich allgemein ein folgender Aufbau in Abbildung 11. Im Idealfall lassen funktionelle Gruppen an der Oberfläche kovalente Bindungen zwischen Schlichte und Faser zu oder es entstehen kraftschlüssige Verbindungen wie Dipol-Dipol-Wechselwirkungen, womit eine Verbesserung der Faserhaftung ermöglicht wird. Somit bildet sich die schematische Darstellung zwischen Faser, Schlichte und Matrix aus [20].



Abbildung 11: Schematische Darstellung Faser-Schlichte-Matrix Anordnung [23]

Durch einen eingesetzten Haftvermittler, wie beispielsweise für glasfaserverstärkte Harze sind halborganische Silane und Titanate eine Möglichkeit die Grenzschicht zu verbessern. Für thermoplastische Verbundwerkstoffe werden spezifische organofunktionelle Gruppen verwendet. Somit werden Molekularbrücken an den Grenzschichten zwischen der organischen Polymermatrix und den anorganischen Zuschlagstoffen gebildet und es resultieren erhöhte mechanische Eigenschaften [24]. Nach [25] werden für glasfaserverstärkte (GFV) Polyamide die besten Ergebnisse durch Hinzufügen von "Maleinsäureanhydrid-gepfropftes Poly[stryrol-b-(etyhen-co-buten-1)-b-styrol (SEBS)-Triblockpolymer" erzielt.

#### 2.5 Theoretische mediale Beanspruchungen

Das Polyamid-Tape ist durch Umwelteinflüsse verschiedenen Faktoren ausgesetzt und weist ein irreversibles Reaktionsverhalten auf. Dieses Degradationsverhalten unterscheidet sich jeweils durch Faktoren im Anwendungs- und Einsatzverhalten des Materials durch den Kontakt mit Stoffen, Gasen und Flüssigkeiten [5]. Wie in DIN 50035 beschrieben, bezeichnet die Alterung "die Gesamtheit aller im Laufe der Zeit in einem Material irreversiblen ablaufenden chemischen und physikalischen Vorgänge" [10, N 6]. Anhand von eindringenden Substanzen, sowie der folgenden Interaktion können intermolekulare Bindungskräfte verringert werden [20]. Weiterhin wird die Alterungsprüfung zwischen praxisgleichen und zeitraffenden Versuchen differenziert, was unter Extrapolation eingeordnet ist. Der im Anwendungsfall vorliegende Einfluss wird beim praxisnahen Alterungsversuch, den wirklichen Belastungen (Temperatur, Feuchtigkeit, Luftverunreinigung) ausgesetzt. Im Gegensatz dazu erfolgt beim zeitraffenden Test eine beschleunigte Prüfung. Durch Erhöhung von einzelne oder kombinierte Degradationseinflüsse (Temperatur, Feuchtigkeit und Luftverunreinigungen) werden Alterungseffekte beschleunigt, womit eine verkürzte Prüfzeit resultiert [26].

#### 2.5.1 Wasserlagerung

Ein stetig auftretender Degradationseinfluss ist die Aufnahme von Wasser. Die beschriebene Polymerisationsreaktion, die für die Gewinnung von PA 6 benutzt wird, kann in beiden Richtungen verlaufen. Aufgrund dessen wird die Abspaltung niedermolekularer Komponente umgekehrt und es erfolgt eine Aufnahme von Feuchtigkeit, womit eine Beeinflussung der Nebengruppen der chemischen Struktur resultiert wird. Baur beschreibt diese Fähigkeit der Rückreaktion in [25] als Hydrolyse. Hierbei lassen sich zwei grundsätzliche Arten, die Aufnahme von Luftfeuchtigkeit und die Lagerung in Wasser, unterscheiden. Das Verhalten der Wasseraufnahme wird ebenfalls durch das 2. Fick'sche Gesetz beschrieben. Dabei wird die Wasseraufnahme mit  $\varphi$  bezeichnet, welche sich aus den Sättigungswerten  $\varphi_s$  und den Diffusionskoeffizient D berechnen lässt [12]. Somit ergibt sich die Wasserverteilung über den Querschnitt, welche zum Rand des Bauteils zunehmen. Zudem weist Baur [8] auf, dass die Aufnahme des Wassergehalts bei geringen Materialdicken linear und ab einem bestimmten Maß ungleichmäßig im Querschnitt erfolgt. Dabei verstärkt eine langjährige Einflussnahme von Wasser einen nicht linearen Verlauf.

Die fachliche Einordnung der PA-Kunststoffe wird als hydrolytisch bezeichnet [5, 12]. Weiterhin definieren sich die Veränderungen der Eigenschaften nach den typenabhängigen Zusätzen und den Sättigungsstatus, wobei die Wasseraufnahme von PA 6 bei vollständiger Sättigung in Wassereinlagerung laut [10 und 27] bei 3 Gew.-% erreicht ist. Es lassen sich folgend beschriebene charakteristische Eigenschaftsänderungen allgemein feststellen. Mit einer zunehmenden Sättigung nehmen Steifigkeit und Festigkeit ab, wobei die Zähigkeit und die Reißdehnung erhöht werden [5]. Die Eigenschaftsveränderung der Verringerung der Steifigkeit und Festigkeit, sowie der Erhöhung der Zähigkeit ist darauf zurückzuführen, dass Wasserstoffbrücken an Carbonamidgruppen entstehen und somit als Weichmacher wirken [25]. Ein weiterer Effekt, der sich durch die Aufnahme von Wasser bemerkbar macht, ist die Volumenzunahme durch eine vorangehende Quellung. Die fachlich beschriebene lineare Quelldehnung e wird bei GF verstärkten Produkten besonders in Richtung der Fasern verhindert. Der Faktor der Quelldehnung ist mit 0,3 deutlich geringer als der Einfluss der Wasseraufnahme aus Luftfeuchtigkeit und Wasserlagerung [12]. Anhand der oben beschriebenen Hydrolyse und der damit verbundenen Anfälligkeit gegenüber wässrigen Medien, die basisch als auch säurekatalytisch erfolgen können, wird das Material durch die Wasseraufnahme beschädigt. Somit erfolgt mittels der Aufnahme von Wasser und einer wirkenden thermischen Belastung ein Freilegen der Faser und eine Beschädigung der polymeren Matrix, welche in Abbildung 12 brüchig dargestellt ist. Infolgedessen läuft eine induzierte Depolymerisation ab, weshalb die Lagerung und Verarbeitung trocken gehalten werden sollte. Diese hydrolytische Zersetzung wird in Gl. 3.1 aufgezeigt, indem das System regelmäßig das Abspaltprodukt H<sub>2</sub>O entzogen wird und sich das in Abbildung 15 Freilegen der Glasfaser an der Bauteiloberfläche heraus charakterisieren lässt [9].





Abbildung 12: Freilegen der Glasfaser an der Oberfläche durch Hydrolyse [9]

Um die obengenannten Einflüsse in der Industrie zu umgehen und messbar zu machen sind Kontrollen mit Hilfe der Methode nach Karl Fischer möglich. In dieser selektiv analytischen Methode wird in einem Inertgasstrom Wasser mit J<sub>2</sub> und SO<sub>2</sub> umgesetzt, das Kunststoffmaterial aufgeheizt und der Gewichtsverlust gemessen [12]. Des Weiteren werden verschiedene chemische Messverfahren verwendet, welche unteranderem auf die Referenzmessmethode zurückzuführen sind. Das im Labor vorliegende Messgerät von Aquatrac-3E misst den Druckverlust, welcher vor und nach der chemischen Reaktion mit Kalciumhydrid und dem zu untersuchenden Kunststoffmaterial entsteht. Mittels des aufgenommenen Druckverlusts kann im Anschluss durch eine Software am Gerät der Feuchtegehalt berechnet werden [28]. Feuchtebedingte Effekte können irreversible Eigenschaftsveränderungen hervorrufen. Diese Auswirkungen können durch den Einsatz einer zusätzlichen erhöhten Temperatur verstärkt auftreten. In den folgenden Charakterisierungen ist der Einfluss der Wasseraufnahme berücksichtigt worden, da aufgrund der hydrolytischen Rückreaktion ein vollständig gesättigter Prüfkörper durch Feuchtigkeitsaufnahme in nahezu allen Anwendungsbereichen vorkommt [9]. Somit sind beschleunigte Konditionierungen nach DIN EN ISO 1110 [N 8] in einer Klimakammer angedacht, um einen Anwendungsfall zu simulieren und die Auswirkungen auf das Material zu charakterisieren. Hierfür ist ein besonderer Fokus auf die Auswertung der 90° GF-Orientierung gelegt worden. Diese Auswahl wurde deshalb bevorzugt, da die Wasseraufnahme von Glasfasern beschränkt ist und somit eine Untersuchung in 0° GF-Orientierung weniger zielführend sein wird und aussagekräftiger ist. Diesbezüglich sind Zugversuch, Biegeversuch und der Versuch der interlaminaren Scherfestigkeit (ILSS) eingeplant.

### 2.5.2 Thermischer Einfluss

Ein thermischer Einfluss ist in Kurzzeit- und Langzeitversuchen zu unterscheiden. Hierbei bilden sich in Einsatzgebieten, welche eine Temperatur abweichend von der durchschnittlichen Raumtemperatur von 23 °C, veränderte matrixdominierte Steifigkeits- und Festigkeitswerte aus. Diese Beeinflussung wirkt sich auf die polymere Matrix anders als auf die Glasfaser aus. Der Temperatureinfluss der Matrix überwiegt gegenüber den Temperatureinfluss der Glasfaser, weil die Schmelztemperatur von Glas über 1000 °C und die von einem PA 6-Kunststoff bei 220 °C liegt [25]. Somit liegt die Schmelztemperatur weit oberhalb der Schmelztemperatur der Glasfaser, womit der Temperatureinfluss der Polymermatrix im Folgenden in Kurzzeitversuchen berücksichtigt wird. Infolgedessen wurde für die Hochtemperaturuntersuchungen ein üblicher Temperaturbereich des Automotivbereichs der PA 6 Matrix gewählt. Dabei wurde ein Temperaturbereich zwischen -40 °C und 80 °C, angelehnt am Temperaturbereich von BÜfA [A 1], verwendet. Die 0° GF-Orientierung wurde gewählt, um das Bruchverhalten im Biegeversuch zu charakterisieren. Hierbei stellte sich die Frage, ob eine Delamination der UD-Tape-Schichten erfolgt. Die thermische Realisierung während der Prüfung wird in einer Prüfkammer, welche in die Prüfmaschine geschoben wird, durchgeführt. Durch die Benutzung einer Kühlkammer ergibt sich die Möglichkeit die Degradationskennwerte bei Minusgraden zu untersuchen [9]. Dabei weist [9] auf die Problematik der Einflussnahme der Temperatur auf dem Schubmodul hin. Hierbei ist der Einfluss der Temperatur höher als die Einflussnahme der Feuchtigkeit. Bekräftigt wird die Beeinflussung jedoch durch Überlagerung der Temperatur und Feuchtegehalt. Dabei wird der Schubmodul mehr als halbiert. In den Hochtemperaturuntersuchungen werden Biegeversuche bei 0° GF-Orientierung bei -40 °C, 23 °C, 50 °C und 80 °C geplant. Des Weiteren soll die interlaminare Scherfestigkeit bei 0 ° GF-Orientierung bei 80 °C aufgenommen werden, um Aufschluss auf die Faser-Matrix-Haftung zu erzielen.

Die zeitabhängige Alterungs- und Relaxationsprozesse können in Kurzzeitversuchen nicht nachgewiesen werden, weshalb die Charakterisierung des Langzeitverhaltens unabdingbar ist. Diese Eigenschaftsveränderungen der Wärmebehandlung sind auf zwei verschiedene Prozesse zurückzuführen. Es wird zwischen einer physikalischen und einer thermo-oxidative Alterung unterschieden. Im Rahmen einer physikalischen Alterung können verbesserte Eigenschaften nachgewiesen werden, welche durch eine Nachkristallisation zu begründen sind. Die thermo-oxidativen Alterung ist durch eine Vergilbung bzw. anhand einer Braunfärbung bei ungefärbten PA-Bauteilen zu erkennen. Somit stellt sich eine Verfärbung als Oberflächenerscheinung ein, welche bei geringen Bauteildicken anfällt. Ein mit Farbe modifiziertes PA-Material oder eine oxidierte Schicht üben eine Schutzwirkung aus. Nach der Beteiligung von Luft wird eine erhebliche Verminderung des Molekulargewichts nachgewiesen, wodurch mechanische Kennwerte wie Schlagbiegefestigkeit, Biegefestigkeit und Flexibilität deutlich verringert werden [25, 26]. Zudem charakterisiert sich kein parallel, nicht proportionaler Verlauf der Verfärbung zur Abnahme der Festigkeitseigenschaften heraus.

Nichtsdestotrotz des hohen Schmelzpunktes und einer bis kurz unterhalb des Schmelzpunktes nicht offensichtlich äußeren Erweichungen des Polyamids, sind bei Temperaturen oberhalb von 80 °C Oxidationserscheinungen möglich. Somit ist in Gegenwart von Sauerstoff eine Änderung der mechanischen Eigenschaften denkbar und kann zu einer Versprödung bei Dauerbeanspruchungen führen. In DIN EN ISO 2578 [N 7] ist das Alterungsverhalten ohne Belastungen beschrieben. Dabei werden die zu untersuchenden Eigenschaften vor und nach einer Lagerungszeit vergleichen. Diese Lagerung wird häufig über 5.000 bis 20.000 h unter hohen Temperaturen in Heizschränken vollzogen. Der Zusammenhang der Warmlagerungszeit und Warmlagerungstemperatur bildet sich i.d.R. linear aus [12]. Der Abbau der mechanischen Eigenschaften zeigt sich vor allem in der Abbildung 13, in dem die Warmlagerungszeit und die Warmlagerungstemperatur von verschiedenen Kunststoffen aufgenommen wurden sind.



Abbildung 13: Langzeittemperaturverhalten von verschiedenen Kunststoffen [nach 12]

Das Verhalten der thermo-oxidativen Alterung und die Beständigkeit bei Wärme ist durch Stabilisatoren steuerbar. Somit werden Langzeitstabilisatoren wie Kupfersalze, aromatische Amine oder sterisch gehinderte Phenole für aliphatische Polyamide, welche eine Amid-Gruppe -NH-COaufweisen, verwendet. Dabei werden bei Kupfersalze insbesondere für Kombinationen mit Halogenen -und/oder Phosphorverbindungen schon geringen Konzentrationen von 10 bis 15 ppm sehr wirksam [26].

Eine Kurzzeitprüfung liefert zwar schnelle Resultate für einen Einsatzbereich, jedoch für die Praxis wenig aussagekräftige Prüfergebnisse. Die Prüftemperaturen der Langzeituntersuchungen für PA Compounds befinden sich zwischen 120 °C und 190 °C, laut einer werksinternen Untersuchung in Abbildung 14. Anhand der folgend dargelegten Abbildung hat sich der Temperaturbereich für die Untersuchung der Langzeitwärmelagerung orientiert. Somit sind die beiden Temperaturen 120 °C und 190 °C für eine Wärmelagerung gewählt worden, wobei verschiedene Einlagerungszeiten geplant sind.



Abbildung 14: Langzeittemperatur Verlauf von einem gefüllten Polyamid von DOMO [29]

Durch die Portfolioausweitung und der fehlenden Daten des Verbundmaterials ist in der Auswertung nicht nur der Anteil der thermischen Degradation während der Prüfung, sondern auch der Langzeittemperatur Einfluss untersucht worden. Die Temperatur von 190 °C ist deshalb realisierbar, da die Matrix eine Kupferhitzestabilisierung von 5 % enthält. Zur weiteren Charakterisierung ist die Degradation der thermo-oxidativen Alterung, sowie der Anwendungsbezogenen Temperatureinfluss berücksichtigt worden, indem die Einlagerung von 190 °C einer Einlagerung von 120 °C gegenübergestellt werden. Zur Analyse des Langzeitwärmeeinflusses sind Wärmelagerungen bei 120 °C innerhalb von 500 h, 1000 h und 1500 h eingeplant. Diese werden durch die Einlagerung bei 190 °C mit 250 h, 500 h und 1000 h ergänzt. Aufgrund dessen, dass die mechanischen Eigenschaften der Faser zuzuschreiben sind, ist eine Testung der Zug- und Biegeprüfkörper in 0° GF-Orientierung ausgeschlossen worden. Dies ist dem großen Abstand der höheren Schmelztemperatur des Glases als des Polymers geschuldet, weshalb eine Veränderung der mechanischen Eigenschaften in diesem Temperaturbereich ausgeschlossen wird. In den in dieser Arbeit ausgewählten Zug- und Biegeprüfkörpern ist die 90° GF-Orientierung für die Wärmelagerungen ausgewählt worden, um die Verbindung der Faser-Matrix und die Temperaturabhängigkeit bzw. der Einfluss der thermo-oxidativen Alterung in den folgenden Prüfungen zu untersuchen. Weiterhin werden für 120 °C und 190 °C ILSS-Tests während den Lagerungszeiten 500 h und 1000 h charakterisiert, um eine Charakterisierung der Scherfestigkeit in Abhängigkeit einer Wärmelagerung einzuordnen.

#### 2.5.3 Bewitterung

Zudem werden Bauteile aufgrund der Lage an der Oberfläche unterschiedlicher Strahlung ausgesetzt. Die Wellenlängeneinteilung des Lichts erfolgt in UV-A, UV-B und UV-C Strahlung. Dabei ist der erstgenannte Wert der Strahlung auf 315-380 nm beschränkt. Der Strahlungskennwert der UV-B Strahlung ist 280-315 nm und der der UV-C Strahlung ist zwischen 200-280 nm klassifiziert. Eine solche UV-C Strahlung wird durch unsere Atmosphäre und dem darin enthaltenen Ozon alle Strahlungen unter 280 nm abgelenkt, weshalb diese auf natürlicher Weise nicht vorkommen [30, 26]. Demzufolge ist der Einsatzort mit den örtlichen Witterungen ein signifikantes Maß, welches voneinander abweichende Ergebnisse liefert. Anhand von Bewitterungen mit angepasster UV-Einstrahlung ist eine Charakterisierung der wirkenden Strahlung nach Auswirkung möglich, womit Schwächen des DOMO Tape-Materials aufgezeigt werden können. In vergangenen Jahren wurden verschiedene örtliche Extrema herauskristallisiert, welche besonders materialanspruchsvolle Klimata aufweisen. Dabei wurden die Orte Arizona, USA und das in der Schweiz befindliche Basel als Extremsorte herausgestellt. Beim Bewitterungstest, wie etwa dem Xenontest und dem UV-Quicktest, werden die Bauteile einer ultravioletten (UV)-Strahlung, eine Art der elektromagnetischen Strahlung, und einer dazugehörigen Feuchtigkeit ausgesetzt [26].

Ctabilicionung	Zeit (h) bzw. eingestrahlte Energie (kJ/cm2) bis 70% Restreißfestigkeit				
Stabilisierung	Xenotest 1200	Arizona (direkt)	Basel (direkt)		
	(ohne Beregnung) (h)	(kJ/cm2)	(kJ/cm2)		
Kontrolle	750	290	110		
95 ppm Cu + 1830 ppm lodid	9750	370	120		
0,5% AO	5000	350	150		
0,5% HAS	10250	>420	120		
0,5% AO + 0,5% HAS	10000	>420	160		
0,5% AO + 0,5% UVA	4850	390	210		

Tabelle 1: Lichtbeständigkeit von	Polyamid-6 im Xenontest 1200 und bei Freibewitterung in Arizona 45° Süd	, 790kJ/cm² ui	nd
Basel 45° Süd, 290 kJ/cm² [26]			

Durch das Einwirken von UV-Strahlung können die Oberflächen von Kunststoffen die ihnen ausgesetzten elektromagnetischen Wellen entweder reflektieren oder eindringen. Falls ein Eindringen erfolgt, können diese Strahlen im Inneren des Kunststoffes gestreut, transmittiert oder absorbiert werden. Durch einen absorbierten Teil der Strahlung kann eine photochemische Umsetzung folgen, womit Bindungen von stabilen Molekülen aufgehoben werden und somit zu einem strahlungsinduzierten Einfluss führen. Insofern ergeben sich folgend beschriebene schädigende Wellenlängen für die unterschiedlichsten verwendeten Bindungspaare von Polymeren (Abb. 15) [30].

Bindungsart	Wellenlänge [nm]
C=C	179
C-H	286 – 301
C-0	286 – 357
C-C	336
O-H	249 – 336

Abbildung 15: Schädigende Wellenlängenbereich für chemische Bindungspaare [30]

Neben der photo-oxidativen Alterung beeinflussen die im gleichen Maße einwirkenden Umwelteinflüsse Feuchtigkeit und atmosphärische Verunreinigungen, wie Stickstoffoxide und Ozon, das Bauteil ebenfalls. Durch die Belastung von Strahlung und den beschriebenen Umwelteinflüssen kommt es zu einer Radikalkettenreaktion, welches durch irreversible Veränderungen zu einer erhöhten Wahrscheinlichkeit auf voranschreitenden Sauerstoffeinlagerungen und Sauerstoffmoleküle führt. Somit wird eine Bildung von Peroxid-Radikalen und dessen verbundenen Zerfall, sowie neubildenden weiteren Radikale ausgebildet, wodurch eine ständige Beschleunigung der Alterung resultiert [9]. Anhand dieser Alterungsbeschädigung werden die Polymerketten abgebaut und somit verkürzt. Dabei wird die Höhe des Einflusses der Strahlung in unterschiedlichen Wellenlängen und Intensitäten eingeordnet [31]. In DIN EN ISO 4892-3 ist die Strahlungsintensität auf 0,76 W/m<sup>2</sup> und 0,83 W/m<sup>2</sup> definiert worden. Beim Erhöhen der Strahlungsintensität ist kein linearer Zuwachs, sondern ein exponentieller Anstieg der resultierenden ausgesetzten Zeit zu erkennen, womit beim Erhöhen der Degradationseinflüsse das Einflussverhalten beschleunigt wird [28]. Zudem wird eine beschleunigte Eigenschaftsveränderung durch eine geringere Wanddicke hervorgerufen [32].

Um den Einfluss der UV-Strahlung zu verringern ist die Verwendung von Hitzestabilisator möglich. Dadurch wird eine gute Lichtstabilisierung realisiert. Eingesetzte Stabilisierungssysteme für den Lichtschutz sind Mangansalze, UV-Absorber und Hydroperoxidzersetzer, sowie Radikalfänger. Mangansalze bilden jedoch eine Braunfärbung aus, welche in Folge von Oxidation und Hydrolyse unvermeidbar ist. Ein UV-Absorber wie beispielsweise Hydroxybenzonphenone ist in der Lage durch Absorption der UV-Strahlung, wobei eine Überführung in unbedenkliche Wärmeenergie erfolgt, sehr wirksam sein. Um eine Absorption jedoch zu bewerkstelligen ist eine gewisse Absorptionstiefe nötig, weshalb diese Anwendung nicht für alle Einsatzzwecke verwendet werden kann. Der Degradationseinfluss von UV-Strahlen kann nicht nur die mechanischen Eigenschaften, sondern auch das äußerliche Erscheinungsbild verändern. Somit wird das Verfärben durch das Beimischen von Phosphiten, wie unteranderem durch TNPP (Tris(nonylphenyl)phosphit) oder 2,4-Dimenthylphenylphosphit entgegengewirkt. Eingesetzte Verhältnisse der Phosphite befinden sich zwischen 0,2 bis 0,4 [26].

Der Einfluss einer Bewitterung durch Medien wird in der folgenden Charakterisierung des neuen Tape-Materials untersucht. Ein kombiniertes Auftreten der einwirkenden Strahlung mit Befeuchtung und zugleich Aussetzung von Temperatur bietet ein breites Abbild eines realistischen Einsatzbereichs, welcher sich gut in das Kundenangebot der DOMO-Gruppe einordnet. Hierzu wird eine Anlehnung an der DIN EN ISO 4892-3 Norm [N 9] verwendet, wobei die Strahlungsintensität der normgerechten 0,8 W/m<sup>2</sup> auf 1,1 W/m<sup>2</sup> angehoben worden. Somit ist eine verstärkte Einflussnahme in gleicher Zeit möglich, womit ein verstärktes Verhalten des Materials aufgezeigt werden soll.

#### 2.5.4 Chemikalien

Bedingt der vielfältigen Einsatzmöglichkeiten besitzen Kunststoffe ein großes Spektrum zum Einsetzen, wobei die verwendeten Kunststoffe beim Gebrauch mit verschiedensten Medien in Berührung kommen. Ferner können chemische Stoffe, wie Treibstoffe z.B. Benzin, Diesel, Laugen, organische und anorganische Säuren, Schmierfette, pflanzliche und tierische Öle und Fette, Kältemittel, sowie Gase und Dämpfe die mechanischen Kennwerte beeinflussen. Diese chemischen Stoffe oder Bestandteile können folglich in den Kunststoff eindringen bzw. diffundieren und somit das Einsatzverhalten negativ beeinflussen. Der Begriff Tauglichkeit oder chemische Beständigkeit steht dabei für eine Stabilität gegenüber diesen Interaktionen zwischen Chemikalien und Material. Mittels den DIN-Normen DIN EN ISO 175, DIN 53756 und DIN 53393 [N 5, 10, 11] werden Referenzproben

ohne Einlagerung zu Proben mit unterschiedlichen Einlagerungszeiten miteinander vergleichen. Diesbezüglich wird zwischen "beständig", "bedingt beständig" und "unbeständig" differenziert [12].

Die im Buch Langzeitverhalten von Thermoplasten von Hon. Prof. Dr. Phil. Kurt Leu untenstehende Tabelle bildet PA eine durchschnittliche Beständigkeit gegenüber Wasser und Salzlösungen, sowie eine gegen Basen geringe Beständigkeit aus. Beim Einfluss von Säuren wird eine sehr gute bis geringe Beständigkeit, mit verbundener Spannungsanfälligkeit beim Kontakt mit Lösemitteln erzielt [26].

Tabelle 2: Auflistung der chemischen Beständigkeit von PA, Beständigkeitsgrade 1 = sehr gut beständig, 2 = durchschnittlich beständig, 3 = wenig beständig, S = Spannungsrissanfällig [nach 26]

	Beständigkeiten gegen					
Kunststoff	Wasser	Salzlösungen	Säuren	Basen	Oxidations- mitttel	Lösemittel
PA	2	2	3 S	2	3	1-35

Das Eindiffundieren der Chemikalien beeinflussen die mechanischen Kennwerte des Kunststoffs irreversibel. Die Gesetzmäßigkeiten des Zerstörungsprozesses von makromolekularen Stoffen bilden eine gleiche chemische Reaktionsfolge wie niedermolekulare Substanzen aus. Einzig und allein durch zahlreiche reaktionsfähige Gruppen der Makromoleküle kommt es nicht nur zu einer ungleichmäßigen Beteiligung der einzelnen Gruppen, ferner auch zu einer nicht gleichen Beteiligung der Makromoleküle im Gegensatz zu niedermolekularen Substanzen. Um dem entgegenzuwirken können Substituenten in die Polymerkette eingeführt werden, um die Geschwindigkeit der Schädigung zu verlangsamen [26]. Ebenfalls können bestimmte Paraffine hinzugefügt werden, da diese chemisch sehr indifferent sind. Nichtsdestotrotz kann die Anpassung der Anlagenparameter wie Temperatur und Druck, genauso wie ein erhöhter Anteil an Füllstoff die Wirkung der chemischen Beständigkeit erhöhen. Darüber hinaus ist eine hochmolekulare Verbindung, also eine entsprechende kohlenstoffhaltige Makromolekülkette generell sehr beständig gegenüber der Einwirkung von Säuren, Basen und Oxidationsmittel. Jedoch kann der Einfluss von hochmolekularen Verbindungen durch eine hydrolytische Wirkung des Mediums eine Schwachstelle in der chemischen Verbindung des Kunststoffs ergeben. Somit werden Polyamide und weitere Kunststoffarten wie Polyester sowie Polyurethane durch Säuren und Basen hydrolysiert [31]. Beim Diffundieren der Chemikalien wird grundsätzlich in sieben Arten unterschieden, welche alle in drei übergeordneten Schritten eingeteilt werden können: Absorption, Diffusion und Desorption. Diese beruhen auf dem Bestreben, dass Moleküle die Ausbreitung der ihnen im Ganzen zur Verfügung stehenden Raum ausnutzen. Weiterhin werden diese Grundschritte von Adsorption, Dissolution, Dessorption, Ausdampfen und Direktdurchgang ergänzt, wie in der Abbildung 16 aufgezeigt ist.


Abbildung 16: Durchgang von Molekülen durch Polymermembran, 1 = Adsorption, 2 = Absorption, 3 = Dissolution, 4 = Diffusion, 5 = Desorption, 6 = Ausdampfen, 7 = Direktdurchgang [26]

Der Diffusionsprozess hängt stark mit den Mengen des einzudringenden chemischen Mediums zusammen. Wird ein Eindringen der Chemikalie verhindert erfolgt nur ein Kontakt an der Feststoffoberseite, womit eine Reaktion der Chemikalie und des Polymers verhindert wird. Ist ein Kontakt nicht vermeidlich, wie beispielsweise bei Langzeitprozessen, wo es durch äußerliche Schädigungen zum Eindringen von Chemikalien kommt, wird eine exponentielle Geschwindigkeit beim chemischen Abbau mit steigender Temperatur charakterisiert. In einem Temperaturbereich über der Glasübergangtemperatur, bei PA 6 60°C, besteht Gefahr, dass die Reaktion noch weiter ansteigt. Der Anstieg wird durch eine erleichterte Diffusion beim Kontakt mit dem Medium zurückgeführt [26, 32].

Der Einfluss von Glykolen oder Glycolen ist hierbei hervorzuheben, da diese vor allem im Automobilbereich in Kontakt kommen. Glykole sind Stoffe aus der zweiwertigen Alkoholgruppe und bilden durch eine chemische Reaktion in Verbindung mit Sauerstoff eine aggressive Substanz. Ebenfalls sind Glykole in jedem Verhältnis mit Wasser mischbar und senken den Gefrierpunkt. Zudem bildet das Gemisch nicht wie Wasser unter den Gefrierpunkt Eis aus, sondern bewirkt, dass das Eis zuerst flockt. Somit wird kein Festkörper, wie beim Gefrieren von Wasser, ausgebildet. Folglich werden Glykole oft als Frostschutzmittel verwendet, wobei neben dem Propylenglykol (PG) vor allem das Ethylenglykol (EG) durch eine günstige Anschaffung hervorsticht. EG wird im Kfz-Bereich eingesetzt, wohingegen PG in Solaranlagen benutzt wird. Die Schädigung des Kunststoffes im Einsatzgebiet ist auf die Affinität der Hydrolyse der polaren Carbonsäureamid-Gruppen zurückzuführen. Dadurch wird eine hydrolytische Degradation, wie im Abschnitt Wassereinlagerung beschrieben ist, ausgebildet [34, 35]. Aufgrund dessen, dass eine Wassereinlagerung bereits bis zur vollständigen Sättigung geprüft wird, ist der zuerst geplante Degradationseinfluss von Chemikalien wie Glykole oder andern Laugen und Säuren aus zeitlichen, sowie umfangreichen Gründen gestrichen worden.

#### 2.6 Anwendungsbeispiele

Die eingesetzten UD-Tapes kommen vor allem in der Luft- und Raumfahrt, sowie in der Automobilindustrie zum Einsatz. Weitere Einsatzgebiete sind die Sport- und Freizeitbranche. Speziell für DOMO ist hier der Automobilsektor hervorzuheben, wobei die eingesetzten UD-Tapes gewisse mediale Belastungen ausgesetzt werden. Hierbei ist vor allem der Kontakt mit Wasser, Temperatur und UV-Strahlung vorhanden. Die Vielfalt der Einsatzmöglichkeiten ist groß. Aufgrund der guten mechanischen Eigenschaft, sind nicht nur großvolumige Bauteile, sondern auch konstruktive Bauteile möglich. Somit ist beispielsweise das Pedal im Auto eine Anwendungsmöglichkeit [3,4].

## 3 Experimentelles

### 3.1 Prüfkörperherstellung

Die UD-Tape-Schichten wurden in 260 x 300 mm Abschnitten geschnitten und unidirektional gestapelt. Hierzu ergeben acht Einzelschichten von GF 60 Tapes eine Gesamtdicke von 2 mm und neun Einzelschichten von GF 70 Tapes eine Gesamtdicke von 2 mm. Nachdem die vorliegenden UD-Tape-Schichten abgeschnitten worden sind, ist eine Trocknung im Wärmeschrank des Typs Binder für 24 h bei 80 °C vorgenommen worden. Anschließend wurde mit einer Meyer KLK-C700 Doppelbandpresse an der TU Chemnitz aus den einzelnen Schichten Laminate in 0° und 90° GF-Orientierungen hergestellt. Dabei ist die Presstemperatur bei 240 °C, oberhalb der Schmelztemperatur von PA 6, eingestellt worden. Die Pressgeschwindigkeit befand sich bei 1 mm/min. Durch die Benutzung einer Resato R-LCM-3020 Wasserstrahlmaschine sind die Prüfkörper ausgeschnitten worden. Hierzu ist eine max. Schneidgeschwindigkeit von 2500 mm/min und ein Schneidkopfdruck von 3500 bar eingestellt worden. Bevor die Einlagerungen und Testungen erfolgten, wurden alle Prüfkörper in einem Vakuumofen der Marke Binder vollständig getrocknet, um den Einfluss des Wassers zu negieren und eine Basis für weitere Prüfungen zu schaffen. Nach 48 h im Vakuumofen sind die Prüfkörper vollständig getrocknet und die Einlagerungen wurden gestartet.

#### 3.2 Prüfkörpervorbereitung

Nachdem sich in ersten Tests herausstellte, dass sich bei nicht präparierten Zugprüfkörpern ein Bruch in den Spannbacken ergibt, erfolgte eine Präparation, um den Spannungsbruch in den Prüfbereich vorzufinden. Laut Norm sind bei nicht präparierten Zugprüfkörpern durch zu großen Druck an den Einklemmungen, durch ungünstige Weiterleitung der Prüfkraft, Brüche nahe der Einklemmung möglich. Bestärkt wird dieser Effekt vor allem durch die nicht parallel zusammenfahrende Spannbackenschließung an der verwendeten Tyra TT 2820 E22 Prüfmaschine. Aufgrund des nicht parallelen Schließweges der verwendeten Tyra Prüfmaschine werden unter einem Winkel Kräfte in den Prüfkörper induziert, welches den Bruch in bzw. nahe der Spannbacken verstärkt. Bei einem parallel schließenden Spannbackensystem haben Tests im An-Institut der Hochschule Merseburg Polymer Service GmbH Merseburg (PSM) ezeigt, dass dieser Effekt vermindert auftritt. Aufgrund dessen, dass Versuche am PSM und im hauseigenen Labor bei DOMO erfolgen, sind gleiche Prüfbedingungen der Prüfkörper notwendig. Somit ist eine Präparation der Zugprüfkörper unvermeidbar, obgleich das Spannbackensystem nicht angepasst werden kann. Die Präparation der Zugprüfkörper erfolgte mittels Kleben zerschnittener Prüfkörper desselben Laminates an den Klemmflächen der Probe. Hierfür wurde ein Permabond TA4246 Zweikomponentenkleber verwendet, was zu einem spannbackennahen Bruch führte. Erst durch weitere Versuche und der Berücksichtigung eines circa 30° gerichteten Winkels, konnten die Kraft ideal in den Prüfkörper eingeleitet werden und ein mittiger Bruch erzielt werden (Abb. 17) [36].



Abbildung 17: Schematische Darstellung eines präparierten Prüfkörper [36]

Aufgrund des präparieren mit aufgeklebten Laminaten auf die Zugprüfkörper erhöht sich die Bruchlinie in Abbildung 18 von a.) ohne Aufkleber zu b.) mit Aufkleber. Anhand dieser Präparation ist es möglich die Klemmkraft zu verteilen, sodass ein Bruch in den Spannbacken nicht erfolgt. Jedoch bildet sich ein Bruch oberhalb der aufgeklebten Laminate heraus. Durch einen in c.) aufgebrachten Winkel von circa 30° ist ein Bruch im mittleren Bereich des GF 60 naturfarbenen Zugprüfkörper mit 90° GF-Orientierung zu erkennen, womit ein Bruch in den Spannbacken und nahe der Spannbacken verhindert wird.



Abbildung 18: Darstellung der Versuchsreihe zur Methodenentwicklung GF 70 naturfarbenen 90° GF-Orientierung Prüfkörper

Ebenfalls erzielt eine Präparation der schwarzen PA 6 GF 70 Zugprüfkörper mit 0° GF-Orientierung ein positives Ergebnis. So wie in Abbildung 19 d.) ohne Aufkleber zu erkennen ist, wird der Zugprüfkörper aus den Spannbacken gezogen. Mit Schleifpapier in den Spannklemmen wird kein nennenswerter Bruch in e.) erzielt. Mittels des Schleifpapiers wird die Kraft in den Spannbacken geringfügig besser verteilt, weshalb ein kleines Stück herausgezogen wurde. Durch Anbringen eines Winkels von 30° der aufgeklebten Laminate wird ein in f.) gezeigter Mehrfachquerbruch, wie in [37] beschrieben ist, induziert (Abb. 19).



Abbildung 19: Darstellung der Versuchsreihe zur Methodenentwicklung GF 70 schwarz 0° GF-Orientierung Prüfkörper

# 3.3 Mediale Beanspruchungen

In den durchgeführten Experimenten ist die Konditionierung, die Hochtemperaturprüfung, die Wärmelagerung und die UV-Bewitterung mit den aufgelisteten Parametern und Geräten aus Tabelle 3 durchgeführt worden.

Mediale Beanspruchung	GF-Orientierung	Parameter	Gerät	
Konditionierung	Zug- u. Biegepr. 90°GF-Orient.	70 °C und 62%	Memmert	
	ILSS-Pr. 0° GF-Orient.	Luftfeuchtigkeit, bis	HCP246	
		zu 96 h Einlagerung		
Hochtemperaturprüfung	Zugpr. 90° GF-Orientierung	Temperaturen:	Wärmekammer	
	Biege- u. ILSS-Pr. 0° GF-Orient.	-40 °C, 23 °C, 50 °C	von Tyra TT	
		und 80 °C	2820	
Wärmelagerung	Zug- u. Biegepr. 90°GF-Orient.	120 und 190 °C	Binder	
	ILSS-Pr. 0° GF-Orient.	Bis zu 1500 h	Wärmeschrank	
UV-Bewitterung	Biegepr. 90° GF-Orient.	Intensität 1,1 W/m <sup>2</sup> ,	QUV-Gerät von	
		200 h, 50 °C und pro	Q-Lab	
		Zyklus 15 min.		
		Bewitterung		

Tahollo 2.	Auflictung	dor	modialon	Roanc	nruchungen
Tubelle 3.	Aujiistung	uer	meaiulen	Beuns	pruchungen

### 3.4 Optische Materialveränderungen

Im Folgenden werden optische Veränderungen der geprüften Tape-Materialien und der Prüfkörper aufgezeigt. So hat die Aufnahme eines Mikroskops von Olympus mit der Modellbezeichnung BX53M unter einer 20-fachen Vergrößerung von einem bereits verpresstes GF 60 schwarzes Laminat folgende Aufnahme ergeben. Dazu wurde das Laminat präpariert, eingebettet und eine Mikroskopie-Aufnahme aufgenommen (Abb. 20).



Abbildung 20: Aufnahme GF 60 schwarz Laminat mit einem Mikroskop

Zudem weisen wie in Abbildung 21 zu sehen ist, vor allem die GF 70 naturfarbenen Tapes und Laminate eine ungleichmäßige Verteilung der GF in der Breitenverteilung auf. Vielmehr werden im Prüfkörper in folgender Abbildung GF reiche und GF arme Bereiche aufgezeigt.



Abbildung 21: Unregelmäßige optische GF-Verteilung beim GF 70 naturfarbenen Biegeprüfkörper

## 3.5 Mechanischen Materialprüfung

Die nachfolgenden Tests zur Ermittlung der Zugfestigkeit wurden mit der Prüfmaschine Tira Test 2820 E22 nach der DIN EN ISO 527-4/5 aufgenommen. Der Zugversuch gibt Aufschluss auf den E-Modul, welcher die Steifigkeit des Materials beschreibt. Aufgrund des GF-Gehalts wird dieser Wert durch die Orientierung der Faser definiert. Anhand der im Abschnitt 3.3.1 und 3.3.2 erläuterten Temperaturabhängigkeit der Matrix und der Wasseraufnahme, wird anschließend der Zugversuch speziell für die 90° GF-Orientierung berücksichtigt. Der Traversenabstand betrug nicht die normüblichen 250 mm, sondern ist auf 100 mm gesetzt worden, da ein Traversenweg von 250 mm an der vorhandenen Prüfmaschine nicht realisierbar ist. Der Traversenabstand von 150 mm ist realisierbar gewesen, nur wurde dieser auf 100 mm herabgesetzt, um die Einspannlänge des Prüfkörpers in den Spannbacken zu erhöhen. Durch die Verringerung des Traversenabstands ändert sich die Prüfgeschwindigkeit mit nachfolgender Formel (Gl. 3.2) [38, N 1]:

$$v_z = \varepsilon_t * L_t$$
  $\dot{\varepsilon}_t = \frac{v_t}{L_t} = 0.01$  =>  $v_z = 1 \text{ mm/min}$  , wobei  $L_t = 100 \text{ mm}$  (3.2)

Mittels DIN EN ISO 14125 [N 3] sind die Biegeprüfungen durchgeführt worden. Dazu wurde eine Biegeprüfmaschine Tira Test 2710 benutzt. Anhand einer Biegeprüfung ist es möglich den Biege-E-Modul, Biegespannung und die Durchbiegung zu messen. Ferner ist dabei nur die 90° GF-Orientierung bei der Wärmelagerung, Bewitterung und Wassereinlage verwendet worden. Beim Test wurde ein Spannabstand von 40 mm und ein Radius des Biegestempels R1 und ein Radius der Auflager von 5 mm benutzt worden. Hierbei weicht der Radius der Auflager von der Norm ab, welcher jedoch nicht an DIN EN ISO 14125 [N 3] angepasst werden konnte. Die Prüfgeschwindigkeit  $v_b$  hat sich über folgender Formel (Gl. 3.3) des 3-Punkt-Biegeversuchs mit Dehnrate  $\varepsilon'$ , Prüfkörperhöhe h und Auflagerabstand L ergeben:

$$v_b = \frac{\varepsilon' L^2}{6h} \Rightarrow \varepsilon' = \frac{v_b 6h}{L^2} = 0,0075 \approx 0,01$$

$$\Rightarrow v_b = 1 \text{ mm/min , wobei } L = 40 \text{ mm u. } h = 2 \text{ mm}$$
(3.3)

Mittels der in der Firma Polymer Service GmbH Merseburg verfügbaren Universalprüfmaschine Z050 der Firma ZwickRoell GmbH & Co. KG (UIm) wurden entsprechend der Norm DIN EN ISO 14130 [N 4] Kraft-Verformungs-Diagramme ermittelt, die die Grundlage zur Berechnung der interlaminaren Scherfestigkeit bildeten. Die Versuche wurden an konditionierten und wärmegelagerten Prüfkörpern in Normklima (23 °C, 50 % relative Feuchte) mit der Kraftmessdose von 50 kN durchgeführt. Weiterhin ist der Versuch mit einer Prüfgeschwindigkeit mit 1 mm/min durchgeführt worden. Geprüft wurden schwarze GF 60 Prüfkörper mit einer normgerechten Prüfkörperdicke von 2 mm. Anhand der Prüfkörperdicke von 2 mm wurde ein Traversenabstand von 5x Prüfkörperdicke und eine Prüfkörperlänge von 10x Prüfkörperhöhe erzielt. Somit ergab sich ein Traversenabstand von 10 mm und eine Prüfkörperlänge von 20 mm.

# 4 Ergebnisse und Diskussionen

### 4.1 Ergebnisse der optischen Materialveränderungen

Im Folgenden Abschnitt werden die Ergebnisse der Auswertung diskutiert und aufgeführt. Der Bereich der optischen Materialveränderungen behandelt die mit dem Auge ersichtlichen Veränderungen des Materials nach Einfluss eines Degradationsverhaltens. So wie in Abbildung 23 zu sehen ist, bleiben die GF meist in ihrer Lage, welche zuvor die UD-Tapes aufweisen und treten selten in den Verbindungsschichten der Laminate auf. Aufgrund dessen bildet nur die Matrix eine Verbindung zwischen den Schichten aus, was eine ungleichmäßige Verteilung der GF im Querschnitt der Laminate zur Folge hat und eine Anisotropie im Material verstärkt. Die aufgebrachte Temperatur im kontinuierlichen Pressprozess reicht somit nicht aus, um eine homogene Verteilung der GF auszubilden. Eine anschließende Veraschung mit einem Nabertherm B180 Muffelofen belegt zudem die unregelmäßige Verteilung der Glasfaser. Der 60 mm lange in Abb. 22 ersichtliche GF 70 naturfarbenen Biegeprüfkörper wurde in jeweils vier gleich großen Bereichen unterteilt. Die einzelnen Abschnitte von eins bis vier in Abbildung 22 wurden bei 850 °C 10 min. lang verascht und durch eine Referenzmethode der Gewichtsaufnahme vor und nach Veraschung die Veraschungswerte ermittelt.



Abbildung 22: In vier Bereichen unterteilter Biegeprüfkörper

Mit Hinblick auf die Ergebnisse wurde die Glasfaserverteilung nach Veraschung abgebildet. Somit zeichnet sich im dritten Bereich eine deutliche Glasfaseranhäufung im Gegensatz zu anderen Bereichen aus (Abb. 23).



Abbildung 23: Glasfaserverteilungsverlauf des naturfarbenen GF 70 Biegeprüfkörper

Wie bereits [25 und 26] angibt, treten oberhalb von 100 °C thermo-oxidative Schädigungen auf. Thermo-oxidative Reaktionen bilden sehr niedrige Sauerstoffpermeationen an der Oberfläche und führen zu einer Verfärbung. Die Bildung der starken Verfärbung wird auf aktiven chromophoren Gruppen zurückgeführt. Diese chromophoren Gruppen können Azomethin- oder Crotonaldehyde-Gruppen sein. Diese Alterungserscheinung der Verfärbung betrifft je nach Dauer eine Materialschichtdicke von 0,1 bis 0,3 mm. Unterhalb verbleibt das Material in Ausgangsfarbe und liegt fast unverändert und hell vor [25]. Somit zeigt Abbildung 24 b.) eine deutliche Verfärbung beim Wärmelagerungseinfluss 190 °C, 250 h im Vergleich zum in a.) nicht beanspruchten Referenzteil ohne Wärmelagerungseinfluss. Ein starker Einfluss ist zwischen dem Prüfkörper in c.), welche nach 190 °C 500 h Einlagerung aufgenommen wurde, und dem in a.) gezeigten Referenzprüfkörper zu erkennen. Nach einer Wärmelagerung von 500 h bei 190 °C liegt der Prüfkörper nicht braun/orange, sondern schwarz vor.



Abbildung 24: In 190 °C Wärmeofen eingelagerte PA 6 GF 60 Prüfkörper bei a.) 0 Stunden Wärmelagerung (Referenz), b.) 250 Stunden Wärmelagerung und c.) 500 Stunden Wärmelagerung

### 4.2 Auswertung mechanische Materialprüfung

Die Referenz bietet eine Grundlage, auf die alle weiteren Untersuchungen aufbauen. Sie bildet die Basis für einen Vergleich zwischen Ist-Status nach der Produktion bis zum jeweiligen Einfluss. Somit liefert die Übersicht der Referenzauswertung für jede weitere Prüfung einen Ausgangpunkt für die erstellten Diagramme. Im Anschluss sind die vorhandenen GF 60 naturfarbenen und schwarzen, sowie die GF 70 naturfarbenen und schwarzen Prüfkörper für die Tests in 90° GF-Orientierung dargestellt worden (Abb. 25). Hieraus ist ersichtlich, dass die Biegefestigkeit der PA 6 GF 60 naturfarbenen Prüfkörper um circa ein Drittel höher ist als die der PA 6 GF 70 naturfarbenen Prüfkörper. Auch mit Einbezug der Standardabweichung der GF 60 und GF 70 naturfarbenen Prüfkörper ist eine erhöhte Biegefestigkeit der GF 60 naturfarbenen gegenüber der GF 70 naturfarbenen Prüfkörpern zu erkennen. Obwohl das PA 6 GF 70 naturfarbenen Prüfkörper grundsätzlich einen höheren Faseranteil besitzt und somit eine höhere Biegefestigkeit, aufgrund des höheren Fasergehalts im Material [1], theoretisch erzielen sollte, charakterisiert sich eine verringerte Biegefestigkeit (Abb. 30). Erklärbar ist dies mittels einer bessere Glasfaserverteilung und eine bessere Faser-Matrix-Haftung, welche im Abschnitt 3.4 aufgezeigt ist.



Abbildung 25: Biegefestigkeit aller Materialien

Beim Untersuchen der Biegebruchdehnung der Biegeprüfkörper mit 90° GF-Orientierung ist eine geringere Biegebruchdehnung der GF 70 Prüfkörper zu den GF 60 Prüfkörpern festzustellen. Diese Abweichung ist den verschiedenen Faseranteilen der Prüfkörper zuzuschreiben. Mit Erhöhung des Fasergehalts erhöht sich die Festigkeit, die Dehnung nimmt jedoch ab. Das Material versprödet infolgedessen (Abb. 26) [15].



Abbildung 26: Biegebruchdehnung aller Materialien

Dieses Phänomen, dass die Biegefestigkeit sich mit höheren Faseranteil verringert, ist infolgedessen nur mit einer schlechten Faser-Matrix-Haftung zu begründen. In Abbildung 23 ist eine klare unregelmäßige Verteilung der Glasfaserorientierung zu erkennen, womit die hohe Standardabweichung der schwarzen GF 60 zu erklären ist.

Die Referenzuntersuchungen der Zugprüfkörper in 0° GF-Orientierungen weisen für die GF 60 Materialien eine Zugfestigkeit von circa 16 MPa bzw. N/mm<sup>2</sup> auf. Der Vergleich zwischen GF 60 schwarz und GF 70 schwarz zeigt, dass anhand von einer zehnprozentig höheren GF-Anteil eine Zugfestigkeit von annähernd 20 MPa erzielt wird. Mit Hinblick auf die Untersuchungen der naturfarbenen GF 70 Zugprüfkörper ist eine deutlich geringere Zugfestigkeit von 12 MPa zu erkennen. Bedingt durch eine hohe Standartabweichung der naturfarbenen GF 70 Prüfkörper und einer nicht automatisierten Herstellung der Zugprüfkörper werden die mechanischen Untersuchungen der Zugprüfkörper negativ beeinflusst (Abb. 27).



Abbildung 27: Referenzauswertung der Zugfestigkeit

Abbildung 28 zeigt eine Einordnung der Zugbruchdehnung der Referenzmessungen bei 0° GF-Orientierung. Anhand der Daten ist eine verringerte Zugbruchdehnung mit steigenden Fasergehalt abzulesen. Somit wird mit Hinblick auf die hohe Standartabweichung der GF 60 schwarzen Prüfkörper eine leicht höhere Zugbruchdehnung als in der Prüfung der schwarzen GF 70 Prüfkörper erzielt. Zwischen den naturfarbenen GF 60 und GF 70 Zugprüfkörpern wird ein hoher Unterschied der Zugbruchdehnung nachgewiesen. Hierbei wird die Zugbruchdehnung von 0,45 % der GF 60 Prüfkörpern zu circa 0,2 % der GF 70 Zugprüfkörpern verringert. Dieser große Unterschied ist jedoch



mit Anbetracht der nicht automatisierten Prüfkörperherstellung und der verbundenen hohen Standardabweichung mit Vorsicht zu bewerten und fällt bei verbesserter Präparation geringer aus.

Abbildung 28: Referenzauswertung der Zugbruchdehnung

#### 4.2.1 Ergebnisse der Wassereinlagerungsauswertung

Aufgrund der Tatsache, dass die Wasseraufnahme der Faser deutlich geringer ist als die der polymeren Matrix, werden in der anschließenden Untersuchung lediglich die Prüfung der Matrix berücksichtigt. Somit wird nur die 90° GF-Orientierung beim Zug- und Biegeversuch verwendet. Ebenfalls ist eine ILSS-Prüfung der höchsten hydroskopischen Belastung in 0° GF-Orientierung geprüft worden, um die intermolekulare Scherfestigkeit zu messen. Akro-Plastic belegt in ihren Aufnahmen, dass die Feuchtigkeitsaufnahme bis zum Gleichgewicht von PA 6 GF 60 zwischen 0,9 und 1,2 % liegt [39]. Die Feuchtigkeitsaufnahme erfolgte nach der beschleunigten Konditionierung nach DIN EN ISO 1110 [N 8] unter 70 °C und 62 % Luftfeuchtigkeit. Da DOMO keinerlei Nachweise über das Verhalten der Laminate vorliegen, wurde eine Testreihe zur Feuchtigkeitsaufnahme aufgenommen. Bevor die Konditionierung erfolgte, ist durch den Einsatz eines Vakuumofens sichergestellt worden, dass die Prüfkörper trocken sind. Dazu wurde ein Vakuumofen der Marke Binder benutzt. Durch die in DIN EN ISO 1110 [N 8] beschriebene beschleunigten Konditionierung sind Testaufnahmen erstellt worden, womit die Dauer der Einlagerung bis zum vollständigen Sättigungspunkt erforscht werden sollte. Zur Durchführung der beschleunigten Konditionierung stand eine Klimakammer mit der Bezeichnung Memmert HCP246 zur Verfügung. Anhand der dokumentierten Werten ist ein Prüfkörper aus PA GF 70 für bis zu 96 h in einer Klimakammer gelagert worden. Nach 48 h zeigte der Zugprüfkörper eine Sättigung von 0,78 %

(Abb. 29). Mit Hinblick auf dem Verlauf der Kurve ist festzustellen, dass nach den ersten Stunden ein sprunghafter Anstieg zu erkennen ist, welcher nach 24 h abflacht. Des Weiteren belegen die Aufnahmen der verwendeten Prüfkörper der Konditionierungen von Zug- und Biegeprüfkörper, dass ein Gleichgewichtswert von circa 0,75 Gew.-% nach 48 h erreicht wird.



Abbildung 29: Versuchsreihe der Konditionierung an einem Zugprüfkörper

Durch Auswertung der Feuchtigkeitsaufnahme von PA Laminaten sind die Konditionierungszeiten gewählt worden. Es ist die Entscheidung getroffen worden, dass nach 6 h, 24 h und 48 h die mechanischen Eigenschaften zu testen sind und somit der Einfluss der Feuchtigkeit zu analysieren ist.

Nach abschließen der Konditionierungseinlagerung sind die mechanischen Eigenschaften überprüft worden, um den Wassereinfluss auf die Laminate zu charakterisieren. Dabei sind die im Kapitel 4.1 beschriebenen Prüfbedingungen berücksichtigt und benutzt worden. Somit ist in Abbildung 30 mit steigender Feuchtigkeit nach vollständiger Sättigung eine negative Tendenz der Biegefestigkeit, in Berücksichtigung der Standardabweichung, zu erkennen. Dabei erfolgt eine Verringerung der Biegefestigkeit der GF 60 naturfarbenen und der GF 70 natur- und schwarzfarbenen Prüfkörper mit steigender Konditionierung. Lediglich das schwarze GF 60 Material zeigt eine steigende Biegefestigkeit, welches aufgrund der hohen Standardabweichung sich der Tendenz anderen Materialien annähert.



Abbildung 30: Biegefestigkeit der Konditionierung bei 90° GF-Orientierung

Mit zunehmendem Feuchtigkeitsgehalt im Biegeprüfkörper nimmt die Dehnung zu, da die Feuchtigkeit in das Polymer eindringt und als Weichmacher eine duktile Auswirkung ausübt [25] (Abb. 31). Dabei zeichnet sich eine höhere Biegebruchdehnung der GF 60 Biegeprüfkörper als die GF 70 Biegeprüfkörper aus. Am stärksten ist dieser Unterschied der höheren Biegedehnung nach 48 h mit verringerten GF-Anteil zwischen den schwarzen GF 60 und GF 70 zu erkennen.



Abbildung 31: Biegebruchdehnung bei Konditionierung bei 90° GF-Orientierung

Des Weiteren wird anhand Abbindung 32 nach Konditionierung eine Verringerung des Biege-E-Moduls nach vollständiger Sättigung erzielt. Dabei wird eine fast halbierte Steifigkeit nach den Feuchtigkeitseinfluss beim naturfarbenen GF 60 und schwarzen GF 70 charakterisiert.



Abbildung 32: Biege-E-Modul nach Konditionierung bei 90° GF-Orientierung

Somit ist zu erkenne, dass durch eine Konditionierung die mechanischen Eigenschaften verschlechtert werden. So wie [5] anmerkt, wird die Bruchdehnung und Steifigkeit abnehmen und die Biegedehnung steigen. Dies weist auf ein duktiles Materialverhalten hin.

Zur Untersuchung des Materialverhaltens sind ebenfalls Zugversuche durchgeführt worden. Abbildung 33 charakterisiert das Verhalten der Zugfestigkeit von 90° GF-Orientierungen von GF 60 naturfarbenen und schwarzen Zugprüfkörper. Hierbei ist festzustellen, dass eine geringere Zugfestigkeit nach 48 h erzielt wird.



Abbildung 33: Zugfestigkeit nach Konditionierung an GF 60 naturfarbenen und schwarzen Zugprüfkörper mit 90° GF-Orientierung

Zudem wird eine höhere Zugbruchdehnung mit steigender Lagerungszeit nach DIN EN ISO 1110 der GF 60 naturfarbenen und schwarzen Zugprüfkörper erzielt. Dabei weisen die GF 60 schwarzen Prüfkörper eine höhere Zugbruchdehnung auf als die GF 60 naturfarbenen Zugprüfkörper (Abb. 34).



Abbildung 34: Zugbruchdehnung nach Konditionierung an GF 60 naturfarbenen und schwarzen Zugprüfkörpern mit 90° GF-Orientierung

Anhand Abbildung 35 wird ein verringerter Zug-E-Modul mit steigender Einlagerung charakterisiert. Somit wird die geringere Zugsteifigkeit im gesättigten Material als im trockenen Prüfkörper erzielt. Dabei verringert sich die Steifigkeit des schwarzen GF 60 Material nach einer 48-stündigen Konditionierung um ein Drittel.



Abbildung 35: Zug-E-Modul von PA 6 GF 60 naturfarbenen und schwarzen mit 90° GF-Orientierung Zugprüfkörper nach Konditionierung

Die Ergebnisse der Zugprüfkörper nach Konditionierung weisen ein duktiles Materialverhalten auf, weshalb geringere mechanische Festigkeitseigenschaften mit erhöhter Dehnung auftreten. Dieses Verhalten erläutert Böttcher [25] dadurch, dass Wasserstoffbrücken an Amidgruppen entstehen und folglich als Weichmacher wirken. Ebenfalls wird anhand der beschleunigten Konditionierung die Polymermatrix thermisch beschädigt, womit verringerte mechanische Eigenschaften erzielt werten [9].

Wie in Abbildung 36 deutlich zu erkennen ist, konnte ein normgerechtes Bruchverhalten, nach Untersuchung der konditionierten ILSS-Prüfkörper, nicht erzielt werden. Das ist insbesondere daran erkennbar, dass die Kraft-Verformungs-Diagramme keinerlei Steilabfälle zeigen, die beispielsweise auf eine Delamination, d.h., auf eine interlaminare Rissausbreitung, hinweisen. Jede Art von Rissausbreitung führt im Werkstoff zu einer lokalen Entlastung, die sich im Fall schnell laufender Risse in einem Steilabfall der Kraft äußert. Als Maß für den Schädigungsbeginn wird daher alternativ der Wendepunkt der Kraft-Verformungs-Diagramme herangezogen. Damit ist eine konservative Abschätzung der interlaminaren Scherfestigkeit möglich, da davon ausgegangen werden kann, dass eine Delamination erst bei höheren Kräften einsetzt. Diese Delamination kann allerdings messtechnisch nicht erfasst werden, da der Versuch durch das Aufeinanderfahren der Auflager und des Druckstempels in einen Druckversuch übergeht, womit die Erhöhung des Anstiegs der Kraft-Verformungs-Diagramme begründet werden kann. Der am Wendepunkt ermittelte Ersatzkennwert der interlaminaren Scherfestigkeit beträgt ca. 1200 N für die Referenz sowie nach einer Konditionierung von 6 h, ca. 1100 N nach einer Konditionierung von 24 h und ca. 1000 N nach einer Konditionierung von 48 h. Die interlaminare Scherfestigkeit nimmt also mit zunehmender Konditionierungszeit ab.



Abbildung 36: Scherspannungsdiagramm nach Konditionierung der schwarzen GF 70 ILSS-Prüfkörper mit 0° GF-Orientierung

Dass es zu keinem normgerechten Bruch gekommen ist, wird auch aus Abbildung 37 ersichtlich. Abbildung 37 zeigt ein ILSS-Prüfkörper nach der Prüfung der interlaminaren Scherfestigkeit, bei dem es zu keinem Aufspalten des Prüfkörpers zwischen den Schichten gekommen ist. Nach Prüfung der konditionierten ILSS-Prüfkörper wird ein Abdruck vom Prüfkörperstempel charakterisiert.



Abbildung 37: Schwarzer GF 70 ILSS-Prüfkörper mit 0° GF-Orientierung

#### 4.2.2 Ergebnisse thermischer Einfluss

Der thermische Einfluss auf ein PA 6 UD-Tape Material kann in Kurzzeit- und Langzeitbetrachtung untersucht werden. Um die Kurzzeituntersuchungen abzubilden, fassen folgende Abbildungen die Eigenschaftsveränderungen in einem möglichen Anwendungstemperaturbereich zusammen. Die am PSM-Institut gemessenen Werte für die Biegeprüfung bilden einen Prüfbereich von -40 bis 80°C ab. Zudem liegen die Prüfkörper in 0° GF-Orientierung vor, da der Fokus auf die stabilisierende Wirkung des Matrixmaterials auf die Faser und den Prüfkörperbruch gelegt wurde. Somit ist aufgrund der temperaturanfälligen Matrix und die stabilisierende Wirkung auf die Faser die 90° GF-Orientierung nicht berücksichtigt worden. Diese Biegeversuche sind an einer Zwick Z050 Prüfmaschine mit einer 5 kN Kraftmessdose gemessen worden. In der erstellten Abbildung 43 charakterisiert sich eine Abnahme der Biegefestigkeit in Abhängigkeit mit ansteigender Temperatur heraus. Diese Verringerung bildet einen linearen Zusammenhang der Biegefestigkeit und der Temperatur aus. Hierbei ist in Abbildung 38 der lineare Abfall der GF 70 0° GF-Orientierung Prüfkörper zu sehen.



Abbildung 38: Biegefestigkeitsverlauf nach Hochtemperaturprüfung von GF 60 und GF 70 schwarzen Zugprüfkörper

Die Biegefestigkeit des schwarzen GF 60 bei 0° GF-Orientierungen der Biegeprüfkörper erzielt bei Raumtemperatur eine Biegefestigkeit von 600 MPa. Im Vergleich mit PA 6 GF 60 schwarzen Material von BÜfA, was eine Biegefestigkeit von 470 MPa erzielt. Somit schafft es DOMO eine deutlich höhere Biegefestigkeit als der Konkurrent BÜfA zu realisieren [A 1]. Nicht nur die Biegefestigkeitsauswertung, sogar auch die Biegedehnung weisen ein identisches Veralten auf. Mit steigender Prüftemperatur wird die Biegedehnung verringert. Zudem liegt die Biegebruchdehnung der GF 70 unterhalb der GF 60 Ergebnisse, da anhand des höheren Glasfasergehalts eine geringere Dehnung aufgewiesen wird. Insgesamt wird die Zugbruchdehnung der GF 60 und GF 70 schwarzen Zugprüfkörper im Vergleich zwischen -40 °C und 80 °C annähernd halbiert. Dabei verringert sich die Zugbruchdehnung von circa 4 % bei -40 °C auf ungefähr 2 % der 80 °C Hochtemperaturprüfung (Abb. 39). Die Verringerung der Biegefestigkeit bei steigender Temperatur ist der Annäherung an der Glastemperatur bzw. Überschreitung der Glastemperatur ab 60 °C zurückzuführen.



Abbildung 39: Zugbruchdehnung nach Hochtemperaturprüfung von -40 bis 80 °C bei 0° GF-Orientierung

Ebenfalls ist der Prüfkörperbruch der 0° GF-Orientierungen nach Biegeprüfung analysiert worden. Somit wird an den schwarzen Referenzbiegeprüfkörper GF 70 ein Bruch im mittleren Dickenbereich des Prüfkörpers ausbildet. Ebenfalls ist zu erkennen, dass der Bruch eine Rissbildung des Prüfkörpers zur Folge hat und eine Aufspaltung der UD-Tape-Schichten resultiert (Abb. 40).



Abbildung 40: Schwarzer Referenzbiegeprüfkörper mit 0° GF-Orientierung mit Rissbildung im Prüfkörper

Nachdem die schwarzen GF 70 Biegeprüfkörper der 0° GF-Orientierung oberhalb der Raumtemperatur geprüft werden wird folgender Bruch in Abbildung 41 erzielt. Hierbei entsteht anders als in Abbildung 40 gezeigten Prüfkörper keine Rissbildung im Prüfkörper, sondern eine Bruchkante an der Prüfkörperoberfläche. Zudem ist eine bleibende Verformung des Biegeprüfkörpers nach einer Prüfung bei 50 und 80°C festzustellen, da aufgrund der erhöhten Dehnung oberhalb der Glastemperatur das Material weicher wird.



Abbildung 41: Schwarzer Biegeprüfkörper mit 0° GF-Orientierung nach 50 °C Hochtemperaturbiegeprüfung

Wenn ein Polyamid einer dauerhaften einwirkenden Temperatur oberhalb der Glasübergangstemperatur ausgesetzt ist, ist dies mit einem thermischen Tempern des Kunststoffs gleichzusetzten. Somit erfolgen deutliche Eigenschaftsveränderungen, welche eine Nachkristallisation und eine Nachkondensierung mit ansteigendem Molekulargewicht zur Folge hat. Die größten Änderungen erfolgten aufgrund der Nachkristallisation [25]. Im Folgenden sind Diagramme erstellt worden, welche in verschiedenen Zeitabständen die Biegespannung und die Zugspannung aufgenommen wurde. Hierbei erfolgte eine Charakterisierung der Einlagerung bei 120 °C innerhalb von 500 h, 1000 h, 1500 h, sowie bei 190 °C in Abständen von 250 h, 500 h und 1000 h. Die geplante Kennlinie der 150 °C-Kurve wurde bezüglich des Umfangs nicht berücksichtigt. Zur Einlagerung der Prüfkörper wurden Wärmeschränke von Binder verwendet.

Nach Einlagerung der Biegeprüfkörper bei 120°C wird ein Anstieg der Biegefestigkeit bis zur Einlagerungsdauer von 1000 h charakterisiert. Folgt eine längere Einlagerung als 1000 h verringert sich die Biegefestigkeit der Materialien. Eine Erhöhung der Biegefestigkeit erfolgt durch eine Nachkristallisation des Polyamids bei 120°C. Aufgrund einer Nachkristallisierung erhöht sich der Polymerisationsgrad, was einer längeren Polymerkette entspricht und somit die Biegefestigkeit erhöht wird (Abb. 42). Das hier aufgezeigte Verhalten ist somit teil eines Temperprozesses.



Abbildung 42: Biegefestigkeitsverlauf nach Wärmelagerung 120 °C und 90° GF-Orientierung

Abbildung 43 zeigt im Graphen eine geringere Biegebruchdehnung bei einer Wärmelagerung von 120 °C. Jedoch ist dieser Wert durch die Überschneidung der Standardabweichung wenig aussagekräftig und weist auf eine nahezu unveränderten Biegebruchdehnung nach Wärmelagerung hin. Somit kann der Wert ähnlich bzw. annähernd gleich wie den Referenzwerten ohne Wärmelagerung entsprechen.



Abbildung 43: Biegebruchdehnungsverlauf an Biegeprüfkörper mit 90° GF-Orientierung nach Wärmelagerung bis 1500 h bei 120 °C

In Anbetracht der geringen Verringerung der Biegebruchdehnung und der erhöhten Biegefestigkeit bei Wärmelagerung von 120 °C bis 1000 h ist eine Versprödung des Materials zu erkennen.

In Abbildung 44 wird ein Vergleich des Verhaltes nach Wärmelagerung 120 °C und 190 °C abgebildet. Mit Hinblick auf die Kurve wird eine mehr als doppelt so hohe Bruchfestigkeit nach 1000-stündigen Wärmelagerung von 120 °C als eine Wärmelagerung von 190 °C ausgebildet. Die kurzzeitige Erhöhung der Biegebruchfestigkeit nach Wärmelagerung von 190 °C kann einer besseren Vermischung der zuvor starr verbliebenen Anordnung der einzelnen UD-Tape-Schichten zu geschrieben werden. Somit können physikalische Alterungseffekte zur Verbesserung [25] der Wärmelagerung bei 250 h führen. Dieser Einfluss wird jedoch bei längerer Lagerung negiert und durch chemische und physikalische Degradationsprozesse verringert.



Abbildung 44: Vergleich der Biegebruchfestigkeit an 90° GF-Orientierungen von GF 70 Biegeprüfkörper nach bis zu 1000 h Wärmelagerung bei 120 und 190 °C

Hinsichtlich des Verlaufs der Biegefestigkeit zwischen 120 und 190 °C und nach den Kennwerten von [29], dem DOMO Composite-Material, werden unverändert hohe mechanische Festigkeiten bis 120 °C ausgebildet.

Nach Wärmelagerung in Abbildung 45 der Biegebruchdehnungsverlauf nach Wärmelagerung 120 °C und 190 °C und 90° GF-Orientierung verglichen worden. In Anbetracht des Verlaufs ist eine annähernd gleiche Biegebruchdehnung durch eine Wärmelagerung von 120 °C nach 1000 h festzustellen. Thermo-oxidative Eigenschaftsprozesse bewirken, dass die Biegebruchdehnung nach Wärmelagerung von 190 °C verringert wird. Durch Einlagerung bei 190 °C, welches sich oberhalb der Glastemperatur von PA 6 befindet, wird eine Eigenschaftsänderung der Dehnung resultiert.



Abbildung 45: Vergleich Biegebruchdehnung an 90° GF-Orientierungen von GF 70 Biegeprüfkörper nach bis zu 1000 h Wärmelagerung bei 120 und 190 °C

Die Zugprüfkörperuntersuchungen der Wärmelagerungen von 120 °C und 190 °C bei 90° GF-Orientierung weisen auf, dass die Zugfestigkeit vom GF 60 und GF 70 schwarzen Prüfkörpern nach Einlagerung von 500 h ansteigt. Mit fortschreitender Lagerungszeit wird bis 500 h eine höhere Festigkeit des Materials ausgebildet. Diese befindet sich nach 1000 h Wärmeeinfluss auf einem ursprünglichen Wert der Referenz. Der Rückgang der Zugfestigkeit ist ebenfalls thermo-oxidative Alterungsprozessen zuzuschreiben (Abb. 46) [26].



Abbildung 46: Zugfestigkeit nach Wärmelagerung von 120 °C von schwarzen GF 60 und GF70 Zugprüfkörpern nach 1000 h Wärmelagerung und 90° GF-Orientierung

Die Zugprüfkörperuntersuchungen der Wärmelagerungen von 120 °C und 190 °C bei 90° GF-Orientierung weisen auf, dass die Zugfestigkeit der GF 60 und GF 70 schwarzen Prüfkörpern nach Einlagerung von 1000 h Wärmeeinfluss ein unveränderter Wert der Referenzprüfung abgebildet wird (Abb. 47). Anhand der hohen Standardabweichung nach 500 h Einlagerung wird die leichte Erhöhung des Zug-E-Moduls nicht berücksichtigt.



Abbildung 47: Zug-E-Modul-Verlauf nach 120 °C Wärmelagerung und 90° GF-Orientierung von schwarzen GF 60 und GF 70 Zugprüfkörper bis 1000 h

Die Auswertung der Kraft-Verformungs-Diagramme der ILSS-Prüfkörper nach Wärmelagerung bei 190 °C und einer Lagerungszeit bis 1000 h ergab, dass bei einer GF-Orientierung von 0° nur nach einer Lagerungszeit von 1000 h ein normgerechtes Bruchverhalten auftrat. Der ausgeprägte Kraftabfall der Kraft-Verformungs-Diagramme in Abbildung 48 bereits makroskopisch erkennbare Delamination weisen auf ein normgerechtes schubbedingtes Versagen hin. Somit ist eine Schubkraft von ca. 1500 N und eine normgerechte scheinbare Scherspannung von 55,7 MPa erzielt worden. Die mikroskopischen Aufnahmen der ILSS-Prüfkörper wurden mit einem digitalen Auflichtmikroskop VHX 500F der Firma Keyence bei einer 50-fachen Vergrößerung aufgenommen. Auch nach 250 h und 500 h Wärmelagerung weisen die Kraft-Verformungs-Diagramme ausgeprägte Kraftabnahmen auf, die in diesem Fall jedoch nicht mit einer makroskopischen Delamination in Verbindung gebracht werden können. Vielmehr weisen diese Kraftabnahmen auf eine partielle Rissbildung im Werkstoffinneren hin



(Abb. 49). Außerdem war nach Wärmelagerung bei 190 °C einer Lagerungszeit von 500 h ein Faserbruch durch Zugbeanspruchung, wie in Abbildung 50 zu erkennen ist, nachzuweisen.

Abbildung 48: Kraft-Verformungs-Diagramm der schwarzen GF 70 ILSS-Prüfkörper nach Wärmelagerung von 190 °C der 250 h, 500 h und 1000 h Einlagerungszeit



Abbildung 49: Delamination der schwarzen GF 70 ILSS-Prüfkörper nach Wärmelagerung bei 190 °C und 1000 h Einlagerungszeit



Abbildung 50: Bruchbild und Faser pull-out der schwarzen GF 70 ILSS-Prüfkörper nach Wärmelagerung bei 190 °C und 500 h Einlagerungszeit

Verglichen mit dem Cetex TC910 PA 6 GF 60 Material von Toray was eine Scherfestigkeit ohne Wärmelagerung, nach ASTM D 2344 Norm, von 42 MPa aufweist kann das DOMO Tape-Material sogar nach einer 1000-stündigen Wärmelagerung von 190 °C eine höhere Scherfestigkeit von 55,7 MPa erzielen. Infolgedessen erzielt das DOMO-Tape-Material eine wesentlich bessere Scherfestigkeit und einer geringeren Delamination als ein Konkurrenzprodukt.

#### 4.2.3 Ergebnisse der Bewitterung

Durch Einwirkung von UV-Strahlung mit einer Bewitterungsanlage von Q-Lab nach DIN EN ISO 4892-3 [N 9] ist ein Farbverlauf auf der Bestrahlungsfläche des naturfarbenen GF 60 Prüfkörper zu erkennen, wohingegen der schwarze GF 60 Prüfkörper keine Verfärbung aufweist. Methode A2 der DIN EN ISO 4892-3 beinhaltet im 12 Stundenrhythmus eine achtstündige Bestrahlung, eine Besprühung von Wasser für 15 min. und eine Trocknung von drei Stunden und 45 min. bei 50 °C (Abb. 51). Da es nach UV-Einstrahlung eine Verfärbung der naturfarbenen GF 60 Prüfkörper ersichtlich ist, kann eine Eigenschaftsveränderung (eventueller Polymerabbau) des Prüfkörpers erfolgen [40].



#### Abbildung 51: Prüfkörper nach Bewitterung

Hinsichtlich der Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften nach Aussetzung einer Bewitterung ist in dieser Arbeit nur eine konservative Einordnung möglich, da weitere Prüfungen nötig sind, um eine vollumfängliche Auswertung vornehmen zu können. In den folgenden Abbildungen werden die Prüfkörper nach einer ausgesetzten Bewitterung von 200 h gegenüber den Referenzprüfkörper gestellt. Um diesen heranziehen zu können müssen die Prüfkörper nach Bewitterung zunächst getrocknet werden, so dass die aufgenommene Feuchtigkeit der Besprühung negiert wird. Somit sind Auswertungen von jeweils trockenen Prüfkörpern berücksichtig worden, welches zur Charakterisierung einer Verringerung der Biegefestigkeit der schwarzen und naturfarbenen GF 60 Prüfkörper nach Bewitterung führt. Verstärkt trifft dieses Verhalten an den naturfarbenen Biegeprüfkörper auf, welches auf ein verstärktes Eindringen der UV-Strahlen hinweist. Anhand der Strahlungsaussetzung wird die Biegefestigkeit der naturfarbenen GF 60 Prüfkörper von 49 MPa auf 35 MPa vermindert. Die schwarzgefärbten GF 60 Prüfkörper weisen dahingehend nur auf eine geringe Verringerung der Biegefestigkeit hin, welches in Anbetracht der Standardabweichung nicht nennenswert ist (Abb. 52).





Ein verstärkter Rückgang des Biege-E-Moduls ist vor allem nach Bewitterung der naturfarbenen PA 6 GF 60 Prüfkörper zuerkennen. Hierbei fällt die Steifigkeit des Materials von 4884 MPa auf 3237 MPa nach Einfluss der Bewitterung. Die Steifigkeit des schwarzen GF 60 Material wird dahingegen gering von 3424 MPa auf 2880 MPa verringert (Abb. 53). Hinsichtlich des Vergleichs zwischen naturfarbenen und schwarzen Prüfkörpern wird festgestellt, dass die naturfarbenen Prüfkörper stärker beeinflusst werden als die schwarzen Prüfkörper. Gründe für die stärkere Einflussnahme bei naturfarbenen Materialien ist stärker eindringende Strahlung, welche an schwarzen Materialien beispielsweise aufgrund des eingesetzten Farbstoffs wie Ruß verhindert wird, da zusätzlich zur Einfärbung UV-Stabilisierende Wirkung erzielt werden [41].



Abbildung 53: Biege-E-Modul nach Bewitterung

## 5 Zusammenfassung

Die Aufgabenstellung der Einfluss von medialen Beanspruchungen auf das Einsatzverhalten von PA 6-UD-Tapes konnte anhand von 920 Prüfkörpern und verschiedenen Versuchen abgebildet werden. Insgesamt werden anhand der in dieser Arbeit untersuchten Ergebnisse die Stärken und Schwächen des DOMO UD-Tape-Materials verdeutlicht. Als verbesserungswürdig ist vor allem das Bestreben die Standardabweichung der Prüfkörper zu verringern zu nennen. Dies kann durch einer automatisierten Prüfkörperpräparation erzielt werden. Zudem kann eine verbesserte Präparation der Zugprüfkörper bereits vor dem Schneidprozess die Präparation der Zugprüfkörper beschleunigen. Somit werden die aufgeklebten Tapes mit versehenem Winkel auf das Laminat vor dem Schneidprozess aufgeklebt, wobei das Schneiden erst nach Präparation erfolgt (Abb. 54).

Abbildung 54: Verbesserter Präparier-Prozess

Jedoch ist selbst in Anbetracht der hohen Standartabweichung nach Herstellung und Messung, im Gegensatz zu spritzgegossenen Prüfkörpern, eine Tendenz der Kennlinien nach Konditionierung, Hochtemperaturprüfung, Wärmelagerung und Bewitterung zu erkennen. Die Biegeversuche in 0°GF-Orientierung bei Raumtemperatur weisen zudem mit einen Referenzwert der Biegefestigkeit von circa 600 MPa eine höhere Biegefestigkeit bei gleichen Materialbedingungen (schwarzes PA 6 mit Glasfasergehalt von 60% Gewicht) als das Konkurrenzprodukt von BÜfA auf. BÜfA ist in der Lage nur eine Biegefestigkeit von 470 MPa, laut Materialdatenblatt [A 1] zu garantieren. Durch weitere Untersuchungen konnte ebenfalls dokumentiert werden, dass das DOMO Tape-Material eine höhere Scherfestigkeit als ein vergleichbares Material von Toray erzielen kann. Hierbei schafft es DOMO eine interlaminare Scherfestigkeit nach Wärmelagerung von 190 °C nach 1000 h von 55,7 MPa zu erreichen, wohingegen Torey nur eine Schwerfestigkeit von 42 MPa angibt [A 2]. Anhand der Untersuchung während der Wärmelagerung von 190 °C konnte das Materialverhalten analysiert werden. Hierbei ist eine Verfärbung des Materials in Abbildung 29 zu erkennen, womit nach 250 h Wärmelagerung bei 190 °C eine thermo-oxidative Reaktion erkennbar ist. Die braune Färbung bildet sich nach 250 h Wärmelagerung bei 190 °C aus, welche zu einer schwarzen Färbung nach 500 h übergeht. Anhand der Konditionierungstests ist festzustellen, dass das DOMO Tape-Material insgesamt circa 0,75 % Feuchtigkeitsaufnahme aufweist und nach einer vollständigen Sättigung die Biegefestigkeit bei 90° GF-Orientierung annähernd gleichbleibt (Abb. 29). Ein gleiches Resultat zeigt die Untersuchung der Zugprüfkörper nach Konditionierung. Auch hier ist zwischen Referenzprüfkörper und nach vollständiger Sättigung eine ähnliche Zugfestigkeit ermittelt worden (Abb. 33). Mittels einer weiteren Charakterisierung des Zugprüfkörpers ist ausgeschlossen worden, dass der Prüfkörper am GF reichsten oder GF ärmsten Bereich gebrochen ist. Somit ist der Zugprüfkörper in 6 Abschnitten unterteilt worden (Abb. 55).



Abbildung 55: Präparierter und geprüfter Zugprüfkörper, eingeteilt in sechs Bereiche mit Bruchkante im Dritten Bereich

Mit Hinblick auf Abbildung 62 und der Glasfaseraufteilung im Prüfkörper in Abbildung 56 ist der Bruch im Abschnitt 3 nicht einen GF reichen oder GF armen Bereich zuzuordnen.



Abbildung 56: Glasfaserverteilung im jeweiligen Bereich

Hinsichtlich des Einflusses der UV-Strahlung wurde mittels des Vergleichs zwischen nicht bestrahlten und 200 h bestrahlten Prüfkörper eine verringerte Steifigkeit und Biegefestigkeit in 90° GF-Orientierung erzielt. Ferner ist zu erkennen, dass vor allem die naturfarbenen Prüfkörper hierbei den größten Verlust aufweisen. Somit ist in nachfolgenden Betrachtungen im Anschluss dieser Arbeit eine weitere Betrachtung der Bewitterung sinnvoll. Vielmehr wurde der UV-Quicktest zur Vorbetrachtung benutzt, um die Ansprüche der Automobilindustrie jedoch zu erfüllen wird standartmäßig der Xenontest verwendet. Anhand dieser Ergebnisse ist erkennbar, dass ein Einfluss schon nach kurzen Einlagerungszeit erzielt wird und anschließende teure Xenontest die gesammelten Datensätze ergänzen kann.

## 6 Ausblick

Nachdem aus den hergestellten Laminaten über 1600 Prüfkörper hergestellt und 905 Prüfkörper getestet worden sind, ergaben sich zahlreiche Diagramme und Interpretationen. In Anbetracht der gesammelten Werte ist Aufschluss auf das Materialverhalten gewonnen worden, indem gezielt wahrscheinliche Einsatzbedingungen simuliert wurden. Die Bedingungen der Wärmelagerung, Hochtemperaturversuche, Bewitterung und Konditionierungslagerung bilden ein breites Spektrum des Materialdegradationsverhaltens. Anhand in dieser Arbeit untersuchten Einflüsse und Versuche ergaben sich deutliche Einsatzverhalten, womit eine Einteilung der Materialeigenschaften charakterisierbar ist. Somit spiegeln die ermittelten Werte in den einzelnen Diagrammen die mechanischen Eigenschaften nach den zugehörigen Degradationseinflüssen wider. Im Anschluss an dieser Arbeit können noch die bereits eingelagerten Prüfkörper der Wärmelagerung bei 120 °C und 190 °C nach 2000 h Einlagerungszeit mit GF-Orientierung von 90° im Biege- und Zugversuch untersucht und in den bestehenden Abbildungen ergänzt werden. Somit kann der Diagrammverlauf erweitert werden und das Materialverhalten nach Wärmelagerung noch weiter charakterisiert werden. Mittels einer Einlagerung mit Glycol ist ebenfalls noch eine Charakterisierung der chemischen Beständigkeit möglich, um den Anwendungsfall von Behältern im Motorenraum oder Bauteilen, welche mit diesen Flüssigkeiten in Kontakt kommen, zu simulieren. Nichtdestotrotz ist selbst mit dem abgebildeten untersuchten Degradationsfeld der Umwelt in dieser Arbeit ausreichend, um in Kundengespräche erste Verhalten des DOMO Tape-Materials wiederzugeben, womit erste Grenzen des Materials ersichtlich sind und mögliche Probleme aufgeführt wurden. So ist beispielsweise die verringerte Biegefestigkeit von circa 380 MPa im Kurzzeitversuch bei 80 °C und 0° GF-Orientierung im Vergleich zu einer Biegefestigkeit von 600 MPa als Referenz eine Materialgrenze. Das DOMO Tape-Material erzielt jedoch im jetzigen Status der Portfolioerweiterung bessere mechanische Eigenschaften als Konkurrenzmaterialien von BÜfA und Torey. Mit Hinblick auf die Faser-Matrix-Haftung ist anhand der ILSS-Ergebnisse eine gute Faser-Matrix-Anbindung des DOMO Tape-Materials nachzuweisen, welche

ebenfalls wie die Biegefestigkeit, höher als bei Konkurrenzmaterial ist. Mittels gezielter Verbesserung der automatisierten Laminierung kann DOMO diese Werte weiter verbessern.

## Literaturverzeichnis

 Dipl.- Ing. Katrin Lang: Zur Erweiterung des Spektrums von Faser-Kunststoff-Verbunden mit thermoplastischer Matrix – Einsatz unidirektional faserverstärkter Halbzeuge in hoch belasteten Strukturbauteilen des Automobil- und Flugzeugbaus, unv. Diss., Technischen Universität Darmstadt, 2012, Seiten 3; 21-23

[2] http://www.blacc.de/gruende-und-anforderungen.html, 29.09.2022, 16 Uhr

[3] https://www.grandviewresearch.com/industry-analysis/unidirectional-tapes-market, 29.09.2022, 16 Uhr

[4] https://www.m-a-i.de/blog-post/boge-leichtbauartikel/, 29.09.2022, 16 Uhr

[5] Manfred Neitzel, Handbuch Verbundwerkstoffe, 2014, Carl Hanser Verlag München, 2., aktualisierte und erweiterte Auflage, Seiten 61-62; 67, 286

[6] Wolfgang Weißbach, Werkstoffkunde, 19. Auflage, Springer Verlag, 2015, Seiten 365-367

[7] Anilkumar Mettu, New synthesis routes for production of ε-caprolactam by Beckmann rearrangement of cyclohexanone oxime and ammoximation of cyclohexanone over different metal incorporated molecular sieves and oxide catalysts, 2009, unv. Dissertation, RWTH Aachen, Seiten 5-15

[8] https://de.wikipedia.org/wiki/Caprolactam, Abrufdatum: 29.09.2022, 16:00 Uhr

[9] Reiner Dahlmann, Menges Werkstoffkunde Kunststoffe, 2022, Carl Hanser Verlag München, 7., vollständige neu bearbeitete Auflage, Seiten 51-52, 338, 529- 537

[10] Horst Czichos, Das Ingenieurwissen, 2012, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 34., aktualisierte Auflage, Seiten D38, D44, D78

[11] Horst Czichos, Das Ingenieurwissen Werkstoffe, 2014, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Seite 36

[12] Erwin Baur, Saechtling Kunststoff Handbuch, 2013, Carl Hanser Verlag München, 19.Auflage, Seiten 118-119, 161-167, 671-674, 738-758

[13] Roman Teschner, Glasfasern, 3. Auflage, Springer Vieweg Verlag, Berlin, 2021, Seite 73-75

[14] https://thermoplasticcomposites.de/de/2019/08/30/news\_kunststoffe/, Abrufdatum: 29.09.2022, 16:00 Uhr

[15] Martin Bonnet, Kunststofftechnik, Grundlagen, Verarbeitung, Werkstoff Auswahl und Fallbeispiele, 2. Auflage, Springer Vieweg Wiesbaden, 2014, Seiten 96-98, 101-102

[16] https://www.researchgate.net/figure/Dependence-of-composite-properties-on-its-fiber-length-15\_fig1\_321165433, Abrufdatum: 04.06.2022, Abrufdatum: 29.09.2022, 16:00 Uhr

[17] Dipl. -Ing. Guido Sebastian Sommer: Mikromechanische Untersuchungen zur Faser-Matrix-Haftung in Faser-Kunststoff-Verbunden: Einfluss von Härtungsdauer, Feuchtigkeit und Prüfparametern, unv. Diss., Technischen Universität Dresden, 2018, Seiten 5-8

[18] Peter Eyerer, Polymer Engineering, 2008, Springer Verlag Berlin Heidelberg, Seite 132-133, 507-508
[19] Dipl.-Ing. Max Wedekind: Charakterisierung von Steifigkeit und Festigkeit heterogen verstärkter Verbundstrangpressprofile, unv. Diss., Technische Universität München, 2013, Seiten 13-16

[20] https://en.wikipedia.org/wiki/Rule\_of\_mixtures, Abrufdatum: 29.09.2022, 16:00 Uhr

[21] Peter Elsner, Kunststoffe, 2008, 7., neu bearbeitete und erweiterte Auflage, Seite 648

[22] https://wiki.polymerservice-merseburg.de/index.php/Faser-Matrix-Haftung, Abrufdatum: 29.09.2022, 16:00 Uhr

[23] Andreas Benjamin Robeck, Plasmabehandlungen von Carbonkurzglasfasern zur Verbesserung der Zugfestigkeit von spritzgießbaren kohlenstofffaserverstärkten Thermoplasten, 2019, univ. Diss., Technische Universität München, Seiten 21-23.

[24] https://onlinelibrary.wiley.com/cms/asset/d59f4b7e-6fb6-4a5b-86ee-325c0758e8c5/ciuz202000054-fig-1400-m.jpg, Abrufdatum: 29.09.2022, 16:00 Uhr

[25] Ludwig Bottenbruch, Kunststoffhandbuch ¾ Polyamide, Carl Hanser Verlag München Wien, Seiten 97, 145, 219-225, 669-670

[26] Kurt Werner Leu, Langzeitverhalten von Thermoplasten Alterungsverhalten und Chemikalienbeständigkeit, 1999, Carl Hanser Verlag München, Seiten 34-35, 45, 47-48; 51, 132-135

[27] Siggi Schaaf, Polyamide: Werkstoffe für die High-Technologie und das moderne Leben, Landsberg/Lech: Verlag Moderne Industrie, 1997, Seiten 11, 46-47

[28] https://www.unibw.de/lrt4/labor/aquatrac#:~:text=Das%20AQUATRAC\_3E%20ist%20ein%20M Messge%C3%A4t,der%20Wassergehalt%20der%20Probe%20errechnet, Abrufdatum: 29.09.2022, 16:00 Uhr

[29] Verlauf der Bruchspannung in Abhängigkeit nach Lagerungszeit von DOMO-PA 6 Material

[30] Dipl. -Ing. Univ. Teresa Huppmann, Maximierung der Oberflächentoxizität von Polymeren durch Titandioxid, unv. Diss., Technische Universität München, 2014, Seiten 23-24

[31] Martin Bonnet, Kunststoffe in der Ingenieuranwendung, 2009, Vieweg+Teubner Verlag Wiesbaden, Seite 117

[32] Peter Elsner, Kunststoffe, 2012, 8., neu bearbeitete und erweiterte Auflage, Springer-Verlag Heidelberg, Seite 532

[33] https://www.chemie.de/lexikon/Polyamide.html, Abrufdatum: 29.09.2022, 16:00 Uhr

[34] https://www.kunststoffe.de/a/fachartikel/kunststoff-alterung-im-kfz-kuehlkreislau-213192, 29.09.2022, 16:00 Uhr

[35] https://www.ikz.de/ikz-archiv/1997/21/9721032.php, 29.09.2022, 16:00 Uhr

[36] Daniel O. Adams and Donald F. Adams, Tabbing Guide for Composite Test Specimens, 2002, National Technical Information Service (NTIS), Springfield, Virginia, Seiten 3-19; 46-56

[37] https://wiki.polymerservice-merseburg.de/index.php/Mehrfachbruch\_UD-Tapes, Abrufdatum: 29.09.2022, 16:00 Uhr

[38] W. Grellmann, Kunststoffprüfung, 3., aktualisierte Auflage, Carl Hanser Verlag München, Seiten 119 und 120

[39] https://akro-plastic.com/de/produktfilter/details/2497/, Abrufdatum: 29.09.2022, 16:00 Uhr

[40] Nicole Klose, Antibakteriell wirksame Additive in nanodisperser Verteilung zur permanenten Modifizierung von Polyamid 6, univ. Diss. Friedrich-Schiller-Universität Jena, 2008, Seite 56f.

[41] Hans Zweifel, Plastics Additives Handbook, 6th Edition, 2009, Carl Hanser Verlag München, Seite 140

## Anhang

Normenverzeichnis

[N 1] DIN EN ISO 527-1: Kunststoffe - Bestimmung der Zugeigenschaften - Teil 1: Allgemeine Grundsätze

[N 2] DIN EN ISO 527-4/5: Kunststoffe - Bestimmung der Zugeigenschaften - Teil 4: Prüfbedingungen für isotrop und anisotrop faserverstärkte Kunststoffverbundwerkstoffe/ Kunststoffe - Bestimmung der Zugeigenschaften - Teil 5: Prüfbedingungen für unidirektional faserverstärkte Kunststoffverbundwerkstoffe

[N 3] DIN EN ISO 14125: Faserverstärkte Kunststoffe - Bestimmung der Biegeeigenschaften

[N 4] DIN EN ISO 14130: Faserverstärkte Kunststoffe - Bestimmung der scheinbaren interlaminaren Scherfestigkeit nach dem Dreipunktverfahren mit kurzem Balken

[N 5] DIN EN ISO 175: Kunststoffe - Prüfverfahren zur Bestimmung des Verhaltens gegen flüssige Chemikalien

[N 6] DIN 50035: Begriffe auf dem Gebiet der Alterung von Materialien - Polymere Werkstoffe

[N 7] DIN EN ISO 2578: Kunststoffe - Bestimmung der Temperatur-Zeit-Grenzen bei langanhaltender Wärmeeinwirkung

[N 8] DIN EN ISO 1110: Kunststoffe - Polyamide - Beschleunigte Konditionierung von Probekörpern

[N 9] DIN EN ISO 4892-3: Kunststoffe - Künstliches Bestrahlen oder Bewittern in Geräten - Teil 3: UV-Leuchtstofflampen

[N 10] DIN 53756: Prüfung von Kunststoff-Fertigteilen; Lagerungsversuch bei chemischer Beanspruchung

[N 11] DIN 53393: Prüfung von glasfaserverstärkten Kunststoffen; Verhalten bei Einwirkung von Chemikalien

[12] DIN EN ISO 1259-01: Glas - Teil 1: Begriffe für Glasarten und Glasgruppen

Benchmarkt-Test

[A1] Anhang 1

**Preliminary Technical Datasheet** 

# BUFA New chemistry.

# Thermoplastic Unidirectional Tape PA6 GF 60- 250 µm

Prod.No.

Product description Continuous glass fibre (GF) reinforced thermoplastic tape with unidirectional (UD) fibre orientation and a Polyamide 6 (PA6) matrix in black colour.

#### Indicative values

Physical Properties	
Glass Fibre Content	60 %wt
Fibre Areal Weight	256 g/m <sup>2</sup>
Fibre volume content	40 %
Prepreg Areal Weight	426 g/m <sup>2</sup>
Nominal Thickness	0,25 mm
Available Widths	3 mm to 300 mm

Thermal Properties	
Melting Temperature	220 °C
Processing Temperature	220 - 240 °C

Mechanical Properties	
Tensile Strength	726 MPa
Tensile Modulus	30 GPa
Flexural Strength	470 MPa
Flexural Modulus	28 GPa

Storage /Handling: This product must be stored at ambient temperatures, protected from sunlight and humidity. Shelf-life is not determined, we recommend to use within 12 months.

Note: The Information given above is based on our current state of knowledge and experience. In view of the many factors that may influence working conditions and the application of our products, the user is not relieved from carrying out his own tests and experiments. No legally binding warrantly of certain properties or suitability for a particular purpose can be derived from this information. It is the responsibility of the receiver or user of our products to observe proprietary rights as well as existing laws and regulations.

This product is an article according to Regulation (EC) Nr. 1907/2006 (REACH) and no substance or mixture. It requires no MSDS. Please conduct a risk assessment before processing, especially for working at melting or processing temperature or working with dust generation.

BÜFA Thermoplastic Composites GmbH & Co. KG Stubberweg 40 26125 Oldenburg GERMANY Phone +49 441 9317905 thermoplasticcomposites@buefa.de www.thermoplasticcomposites@buefa.de

A member of the BÜFA-Group.

# Toray Cetex® TC910 PAG



#### PRODUCT DATA SHEET

### MECHANICAL PROPERTIES

Property	Condition	Method	Typical Results		
Tensile Strength 0*	RTD	ASTM D 3039	900 MPa	131 ksi	
Tensile Modulus 0°	RTD	ASTM D 3039	30 GPa	4.4 Msi	
Flexural Strength 0*	RTD	ASTM D 790	1050 MPa	152 ksi	
Flexural Modulus 0*	RTD	ASTM D 790	29 GPa	4.2 Msi	
Compressive Strength 0*	RTD	ASTM D 3410	345 MPa	50 ksi	
Short Beam Shear ILSS	RTD	ASTM D 2344	42 MPa	6.1 ksi	
Toray Cetex® TC910 Nylon 6 Fiberglass Uni-directional Tape					

Resin content by weight at 40%. Composite density 1.73 g/cm<sup>2</sup> Tape width 166 mm (6.5").Tape thickness 0.25 mm (0.010").

Recommended processing temperature is 249–271°C (480–520°F)

#### MECHANICAL PROPERTIES

Property	Condition	Method	Typical Results	
Tensile Strength 0*	RTD	ASTM D 3039	1900 MPa	276 ksi
Tensile Modulus 0°	RTD	ASTM D 3039	100 GPa	14.5 Msi
Flexural Strength 0*	RTD	ASTM D 790	950 MPa	138 ksi
Flexural Modulus 0°	RTD	ASTM D 790	97 GPa	14.1 Msi
Compressive Strength 0*	RTD	ASTM D 3410	375 MPa	54 ksi
Short Beam Shear ILSS	RTD	ASTM D 2344	43 MPa	6.2 ksi

Toray Cetex® TC910 Nylon 6 Carbon Fiber Uni-directional Tape Resin content by weight at 40%. Composite density 1.45 g/cm<sup>7</sup>. Tape width 166 mm (6.5°).Tape thickness 0.16 mm (0.007°). Recommended processing temperature is 249–271°C (480–520°F)

Revised 07/2019

TORAY\_TC910\_PDS\_v3.0\_2019-07-12 Page 2/2

© 2019. All data given is based on representative samples of the materials in question. Since the method and circumstances under which these materials are processed and tested are key to their performance, and Toray Advanced Composites has no assurance of how its customers will use the material, the corporation cannot guarantee these properties. Toray<sup>®</sup>, (Toray) AmberTool<sup>®</sup>, (Toray) Cetex<sup>®</sup>, (Toray) MicroPly<sup>®</sup>, and all other related characters, logos, and trade names are claims and/or registered trademarks of Toray Industries Inc. and/or its subsidiary companies in one or more countries. Use of trademarks, trade names, and other IP rights of Toray Industries Inc. without prior written approval by such is strictly prohibited.

**TORAY** Toray Advanced Composites

18255 Sutter Blvd. t +1 408 465 8500 2450 Cordelia Road

Amber Drive, Langley Mill t +1 707 359 3400 t +44 (0)1773 530899

#### www.toraytac.com

Morgan Hill, CA 95037, USA Fairfield, CA 94534, USA Nottingham, NG16 4BE, UK explore@toraytac-usa.com (North America/Asia/Pacific) explore@toraytac-europe.com (Europe/Middle East/Africa)