

# Applikationsbericht

## ***Kryogenes Mahlen zur Qualitätssicherung von Kohlefaser-Verbundwerkstoffen***

Mit freundlicher Erlaubnis von: Nessa Fereshteh-Saniee, University of Warwick, UK;  
[n.fereshteh-saniee@warwick.ac.uk](mailto:n.fereshteh-saniee@warwick.ac.uk)

### **Einleitung:**

Aufgrund Ihrer einzigartigen Eigenschaften und dem Bestreben nach Leichtbau halten Kohlefaser-Verbundwerkstoffe (CFK) immer mehr Einzug in die Luft- und Raumfahrt oder die Fahrzeugindustrie, wo sie zunehmend auch hochbelastete, bisher aus hochfesten Stählen gefertigte Strukturen, ersetzen. Die Qualität eines Bauteils und somit die strukturelle Leistungsfähigkeit hängen stark mit den thermochemischen Eigenschaften der Matrix zusammen. Damit eine gleichbleibende Qualität von CFKs auch in Umgebungen mit hohem Produktionsaufkommen gewährleistet werden kann, ist es wichtig, die Qualität des Materials zuverlässig, einfach und schnell sowohl für Konstruktionszwecke als auch zur Optimierung der Fertigungsparameter bewerten zu können. Als Standardmethode wird üblicherweise die dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) zur Überwachung der Aushärtung von Duroplasten und zur Bewertung der Harzaushärtungskinetik sowie die thermogravimetrische Analyse (TGA) verwendet. Da die verwendete Probenmenge hierfür in der Regel im Bereich von 5 bis 10mg liegt können die gewonnenen Messergebnisse durch Inhomogenitäten des Geleges mitunter erheblich beeinflusst werden (Abbildung 4). Das Ziel dieser Studie war es, durch die Verwendung von Kryogenvermahlung die Präzision und Genauigkeit der gewonnenen Messergebnisse zu steigern.

### **Durchführung:**

Zur Gewinnung von Vergleichswerten erfolgte die Probenvorbereitung sowohl mit den üblichen manuellen Verfahren als auch mittels Kryogenvermahlung. Als Probenmaterial wurden Kohlefaser-Gelege der Typen NCF, Woven und UD namhafter Hersteller verwendet. Für die Kryogenvermahlung wurden eine Einwaage von  $10\pm 1\text{g}$  in 3-4mm große Stücke vorzerkleinert und in weiterer Folge mithilfe einer Freezer/Mill (SPEX SamplePrep, Abbildung 1) vermahlen. Durch die Vermahlung bei kryogenen Temperaturen konnte eine mit der Erwärmung des Mahlgutes einhergehende mögliche negative Beeinflussung der Proben ausgeschlossen werden.



Abbildung 1: SPEX Freezer/Mill

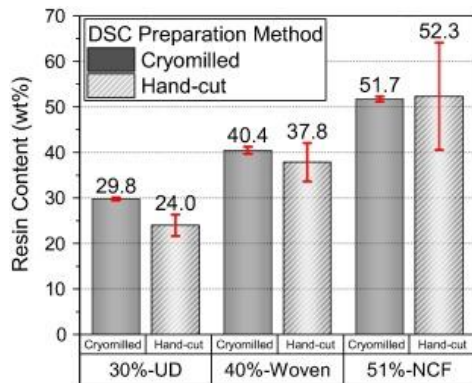


Abbildung 2: Vergleich der Gelege-Typen

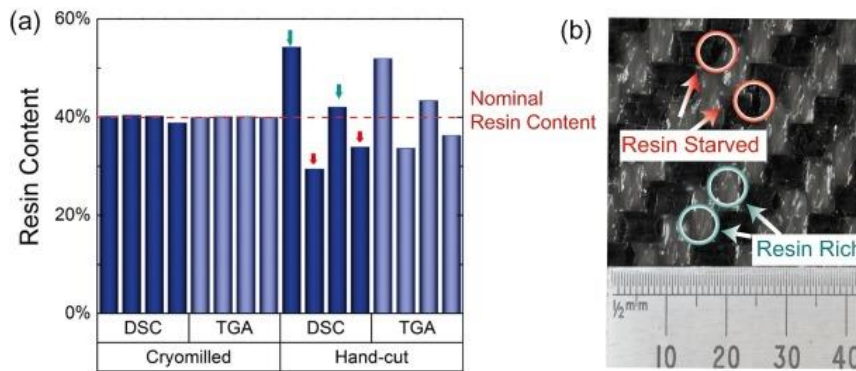


Abbildung 3: Einfluss des Ortes der Probenahme

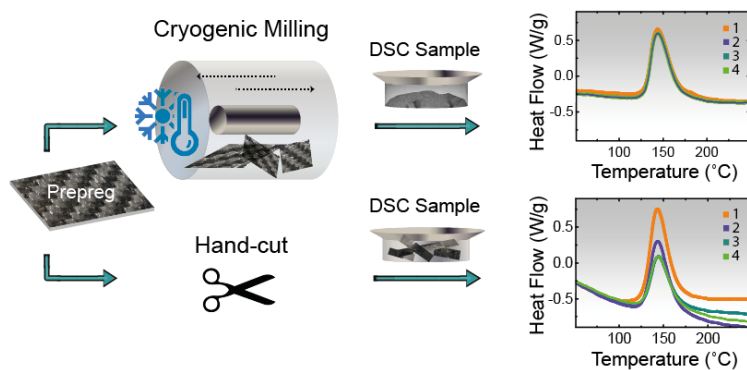


Abbildung 4: Methodenvergleich

## **Ergebnisse und Diskussion:**

Es konnte klar gezeigt werden, dass bei Anwendung herkömmlicher Probenvorbereitungsmethoden für die Standard-Thermoanalyse die experimentell erhaltene Reaktionsenthalpie und der Harzgehalt zwischen den Analysen erheblich variieren. Messunsicherheiten entstehen dadurch, dass kleine Probenvolumina aus Materialien extrahiert werden, die sowohl makroskopische Inhomogenität als auch physikalische Diskontinuitäten aufweisen (Abbildung 3). Um dieses Problem zu lösen, wurden repräsentative Probenvolumina von ausgerichteten CFK's zuerst kryogen gemahlen, um ein homogenes Pulver zu erhalten, anschließend wurden daraus kleinere Probenvolumina gewonnen. Die Schwankung der erhaltenen Reaktionsenthalpie zwischen den Analysen wurde von 23% (für die konventionelle Probenextraktion) auf 1% nach dem kryogenen Mahlen reduziert (Abbildung 2). Die Messgenauigkeit des Aushärtungsgrades der Formteile konnte um den Faktor 7 verbessert werden. Darüber hinaus konnte auch klar gezeigt werden, dass zur Erhöhung der Genauigkeit der Messung des Faservolumenanteils von ausgehärteten Bauteilen mittels TGA erheblich verbessert werden konnte (Abbildung 3). Eine abschließende FTIR-Analyse zeigte außerdem, dass das Kryogenvermahlung die chemische Struktur des ausgehärteten Materials nicht beeinflusst.



C3 PROZESS- UND  
ANALYSETECHNIK GmbH  
Peter-Henlein-Str. 20  
D-85540 Haar b. München  
Telefon 089/45 60 06 70  
Telefax 089/45 60 06 80  
info@c3-analysentechnik.de  
[www.c3-analysentechnik.de](http://www.c3-analysentechnik.de)