PCCL
Polymer Competence Center Leoben

Charakterisierung von CFK-Oberflächen zur Optimierung von Klebeverbindungen für Reparaturen von Faserverbundstrukturen

I. Jölly[1)], S. Schlögl[1)], M. Wolfahrt[1,2)], G.Pinter[3)], M. Fleischmann[2)]
[1)]Polymer Competence Center Leoben GmbH, Leoben, A
[2)] FACC AG, Ried im Innkreis, A
[3)] Lehrstuhl für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe, Montanuniversität Leoben

4a- Technologietag am 28.02.2013 in Schladming

COMET
Competence Centers for Excellent Technologies

Inhalt

Forschungsschwerpunkt:
Kleben/ Reparatur von Faserverbundstrukturen

- Einleitung
- Wie repariert man Faserverbundkomponenten eines Flugzeuges?

- Kleben von Faserverbundwerkstoffen
- Grundlagen: Kleben und Adhäsion
- Oberflächenvorbehandlungsverfahren für CFK

- Anwendungsfall: Reparatur von Faserverbundstrukturen
- Oberflächen- und mech. Charakterisierung von Klebungen
- Methoden und Ergebnisse

- Zusammenfassung

Inhalt

PCCL
Polymer Competence Center Leoben

Forschungsschwerpunkt:
Kleben/ Reparatur von Faserverbundstrukturen

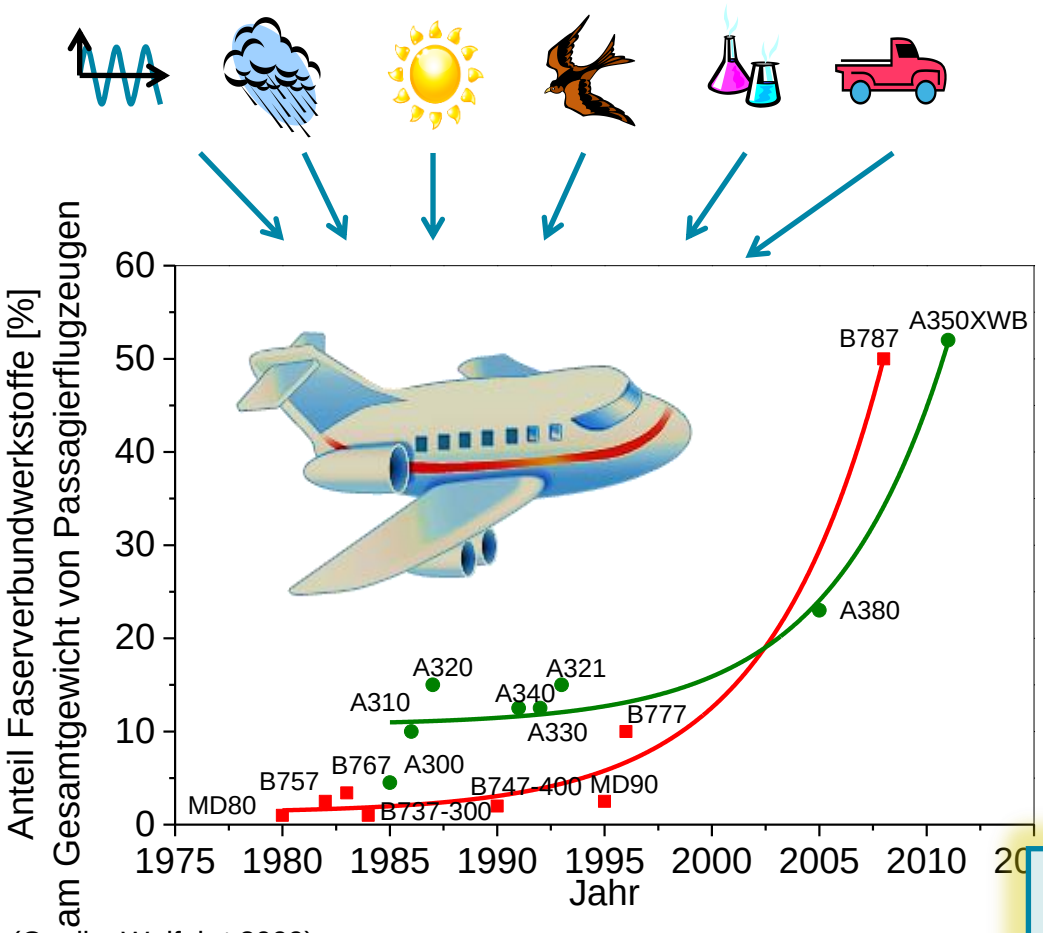
- Einleitung
- Wie repariert man Faserverbundkomponenten eines Flugzeuges?

- Kleben von Faserverbundwerkstoffen
- Grundlagen: Kleben und Adhäsion
- Oberflächenvorbehandlungsverfahren für CFK

- Anwendungsfall: Reparatur von Faserverbundstrukturen
- Oberflächen- und mech. Charakterisierung von Klebungen
- Methoden und Ergebnisse

- Zusammenfassung

Repair of composite structures in aerospace



(Quelle: Wolfahrt,2009)

- Verstärkter Einsatz von Faserverbundstrukturen in der Luftfahrt
- Einsatz auch im Primärstrukturbereich
- Komplexes Lastspektrum auf Strukturen

⇩

- Schadensfälle
- Hohe Kosten für Ersatz (hohe Life-Cycle-Costs)

⇩

- Effiziente Reparaturverfahren?

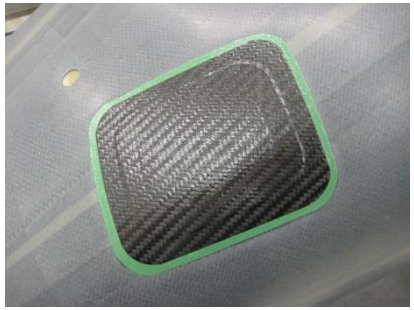
Wie repariert man Faserverbunde in der Luftfahrt?

- ‚Das Pflasterkonzept' (Patch Repairs)

A) mit mechan. Befestigungselementen (‚bolted')

B) geklebt (‚bonded')

- Faserverbundstrukturen ➔ <u>geklebte Reparaturen</u>
- Leichtbau
- Designfreiheit
- ‚homogener' Spannungszustand
- Strukturelle Integrität
- Integration von zusätzlichen Funktionen



<u>Abb.1</u>: Geklebte Reparatur (Quelle: FACC AG, 2012)

Geklebte Reparaturen

- Detektion des Schadens
- Konventionelle NDT-Methoden

- Ausschleifen des Schadens
- Geschäftete Kavität

- Aufkleben des Reparaturpatches
- Verwendung von dünnen Klebefilmen
- Vorgefertigter ‚Patch‘ (Hard patch) oder Prepreg (Soft patch)
- Zusätzliche Dopplerlagen

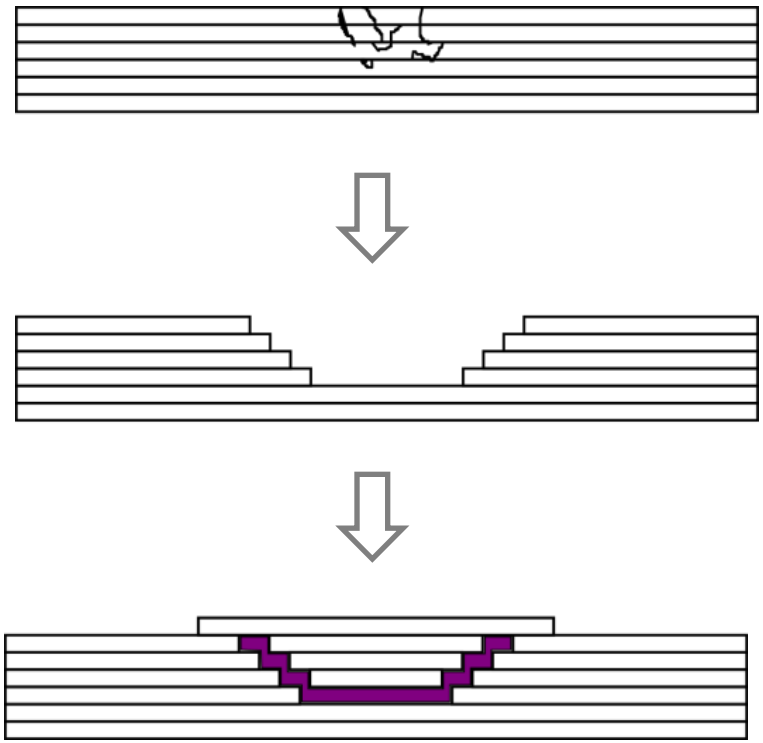


Abb.2: Durchführung einer geklebten Reparatur

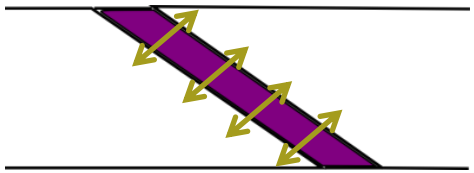
PCCL
Polymer Competence Center Leoben

Motivation

Abb.3: Schema einer geklebten Reparatur

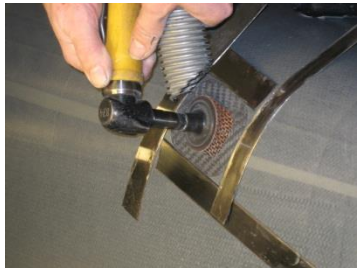
Einflussfaktoren:

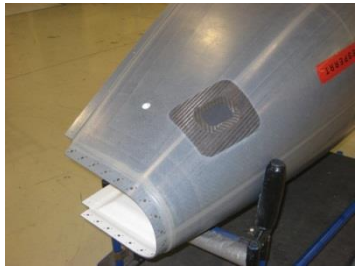
Design
Materialien
Prozesse

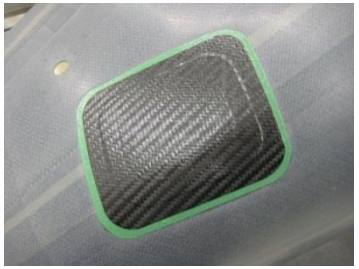


➔Wesentliche Voraussetzung: **Adhäsion**

- **Charakterisierung von CFK-Klebeverbindungen zur Optimierung der Effizienz und Verlässlichkeit von geklebten Reparaturen**







Quelle: FACC AG, 2012

Inhalt

PCCL
Polymer Competence Center Leoben

Forschungsschwerpunkt:
Kleben/ Reparatur von Faserverbundstrukturen

- Einleitung
- Wie repariert man Faserverbundkomponenten eines Flugzeuges?

- Kleben von Faserverbundwerkstoffen
- Grundlagen: Kleben und Adhäsion
- Oberflächenvorbehandlungsverfahren für CFK

- Anwendungsfall: Reparatur von Faserverbundstrukturen
- Oberflächen- und mech. Charakterisierung von Klebungen
- Methoden und Ergebnisse

- Zusammenfassung

PCCL
Polymer Competence Center Leoben

Charakterisierung von Klebverbindungen

- Optische Methoden
- Mikroskopische Methoden
- Topographische Methoden

⇩

- *Aussagen über Oberflächentopologie, Rauheitskennwerte*

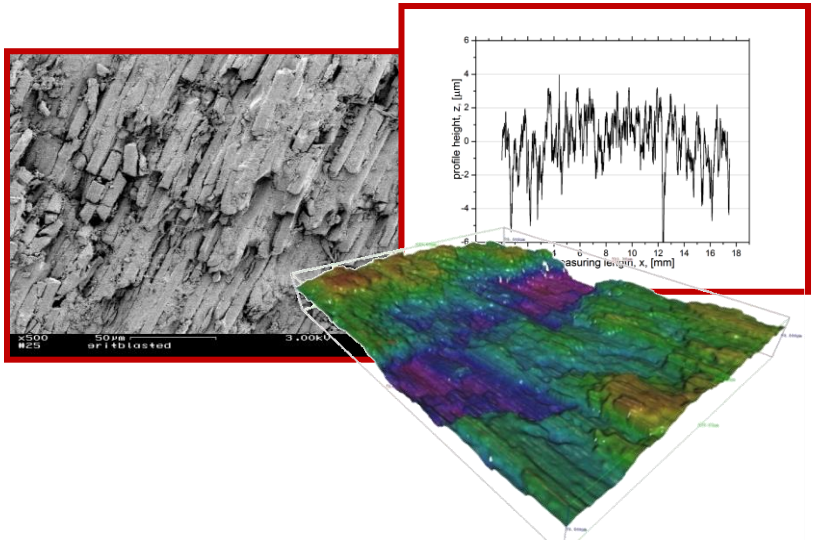


Abb.4: Mikroskopische Aufnahmen einer sandgestrahlten Oberfläche

- Physikalisch-chemische Methoden
- Benetzungsuntersuchungen
- Kontaktwinkelmessung
- FT-IR-Spektroskopie
- Photoelektronenspektroskopie (XPS)

⇩

- *Aussagen über Benetzbarkeit, Polarität und funktionelle Gruppen*

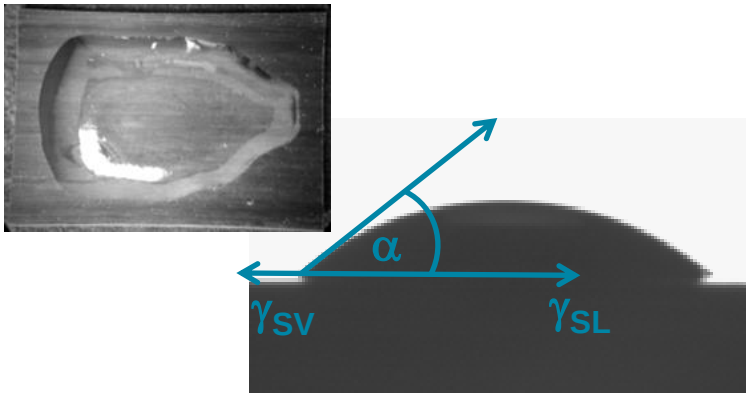


Abb.5: Benetzung, Schema Kontaktwinkelmessung

PCCL
Polymer Competence Center Leoben

Charakterisierung von Klebverbindungen

- Mechanische Werkstoffprüfung

Beispiele:

- Zugscherversuche
  - Standard –Versuch
- Schälversuche
- Bruchmechanische Konzepte
  - Mode I, Mode II, Mode III

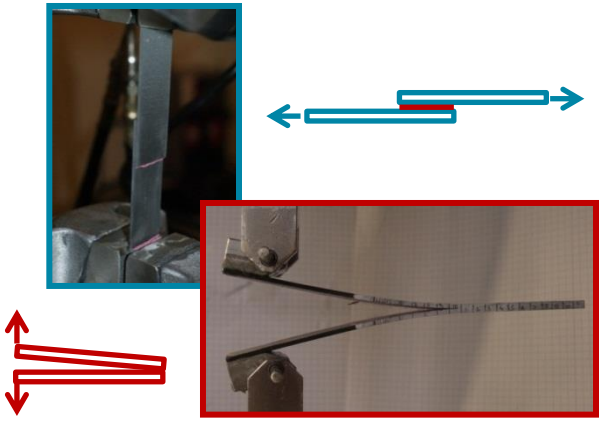


Abb.6: Zugscherversuch & G_{IC}-Versuch (Schälversuch)

- Schadensanalyse

- Kohäsivversagen
- Adhäsivversagen
- Grenzschichtversagen
- Substratbruch

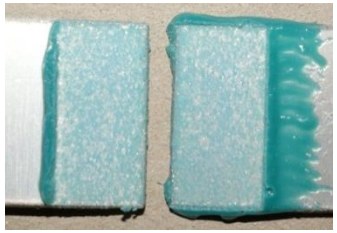


Abb.7: Kohäsivbruch

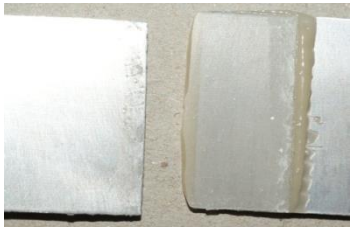


Abb.8: Adhäsivbruch

- **mechanische Versuche liefern keine Information über Adhäsion**

  ➔ differenzierte Aussagekraft über Güte der Klebverbindung

Klebtechn. Eigenschaften von CFK-Oberflächen*

- Topologie

- Rauigkeiten um 0,1-0,5µm (Tool-side)
- Bei unbehandelten Oberflächen keine Freilegung von Fasern
- Topologie dominiert von Faserorientierung

- Chemische Struktur

- Epoxidharzschicht an der Oberfläche
- Polare Struktur (O-Atome)➔ gute Klebbarkeit
- Ausgehärteter Zustand: weniger aktive funktionelle Gruppen

- **Trennmittel:** Fluor- oder Silikon- basierte Trennmittel

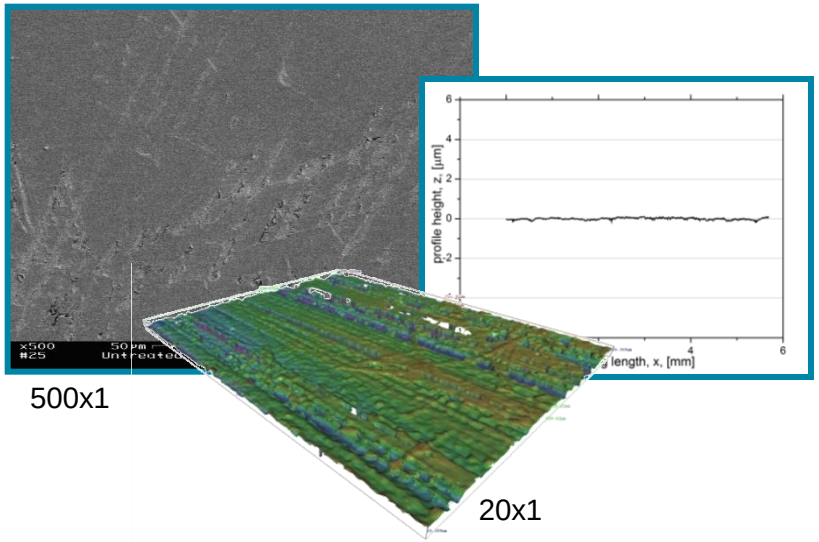


Abb.9: Topographische Aufnahmen von einer unbehandelten CFK-Oberfläche

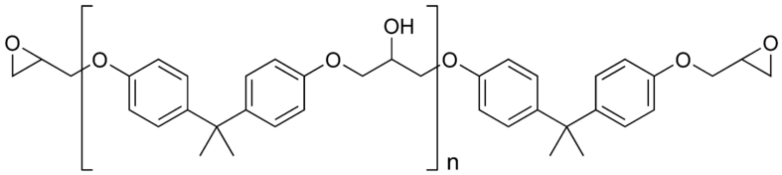


Abb.10: Epoxidharz auf BP-A-Basis

*Autoklavenhärtung, Tool-side

Klebtechn. Eigenschaften von CFK-Oberflächen

- Trennmittelkontamination

- Trennmittelreste an Oberfläche (Fluor,..)
- Absenkung der Oberflächenenergie
- weniger polare Oberflächen

	unbehandelt	poliert
F1s	17,278	
C1s	65,9425	79,35
O1s	8,09	12,5
N1s	3,6775	5,65

Abb.12: Chem. Zusammensetzung [At%] einer unbehandelten und polierten CFK-Oberfläche aus XPS-Scan

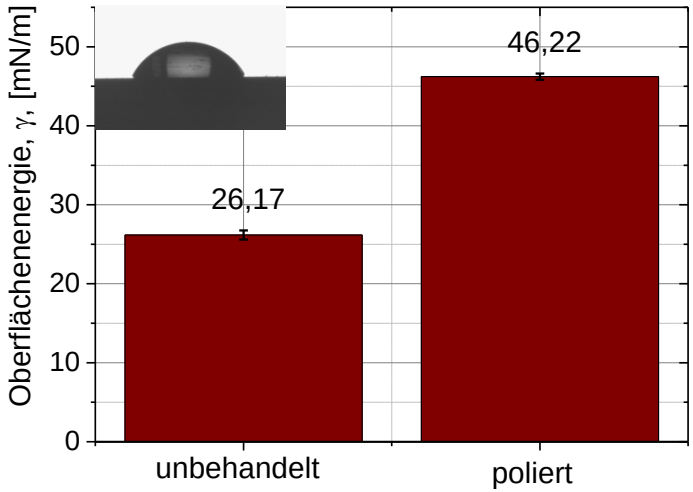


Abb.11: Oberflächenenergie aus Kontaktwinkelmessung für unbehandelte und polierte CFK-Oberfläche

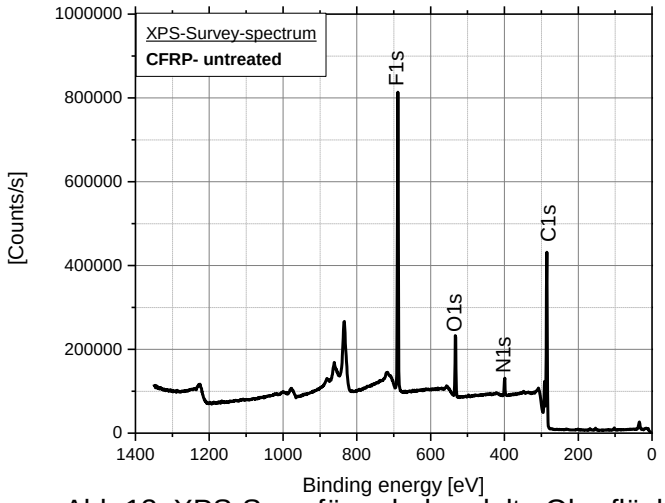
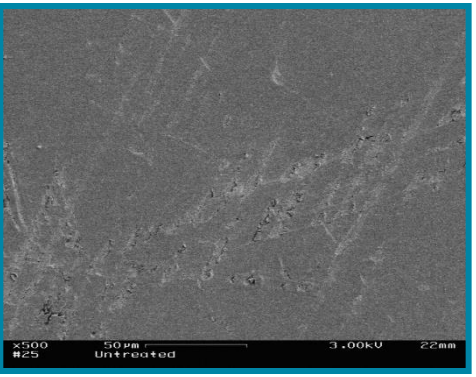


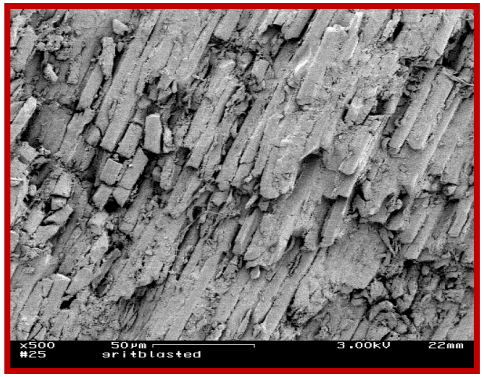
Abb.13: XPS-Scan für unbehandelte Oberfläche

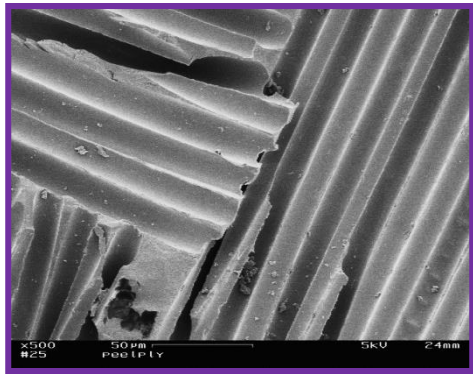
PCCL
Polymer Competence Center Leoben

Konventionelle abrasive Techniken für CFK

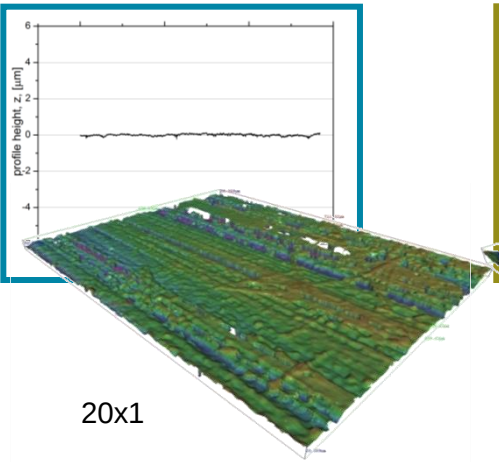
Unbehandelt* | Schleifen | Sandstrahlen | Peel ply





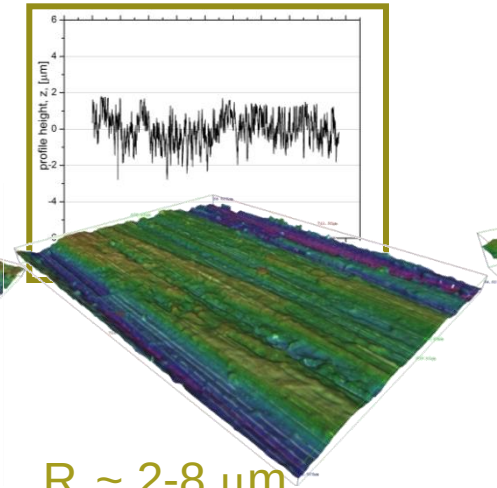


500x1

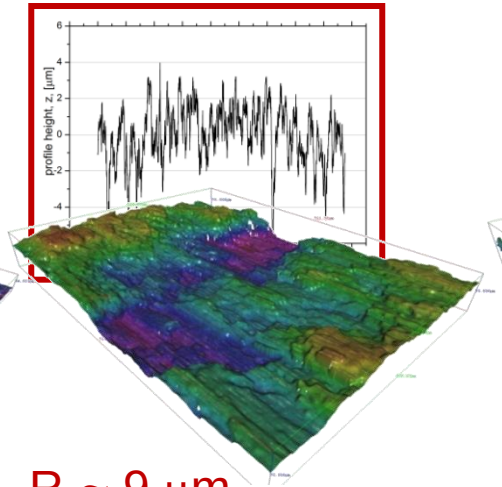


20x1

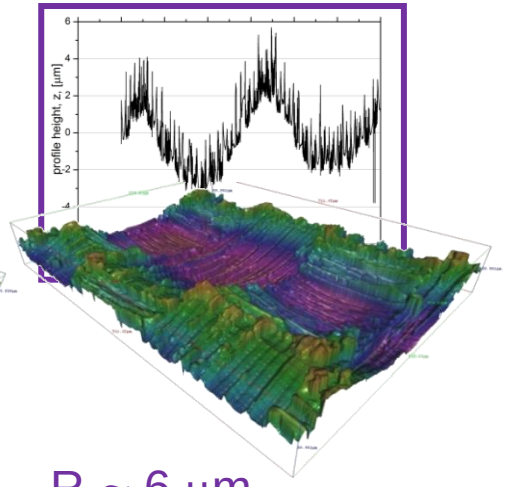
R_a~ 0,3 µm



R_a~ 2-8 µm



R_a~ 9 µm



R_a~ 6 µm

*Autoklavenhärtung, Tool-side

Physikalisch-chemische Vorbehandlung

- Plasma- Vorbehandlung

- LP-Plasma, AP-Plasma, Corona, Laser,….
- Funktionalisierung durch elektrischen Entladungsprozess
- Erhöhung der Polarität
- Einbau von funktionellen Gruppen aus Umgebung /Prozessgas
- Reversibles Verfahren

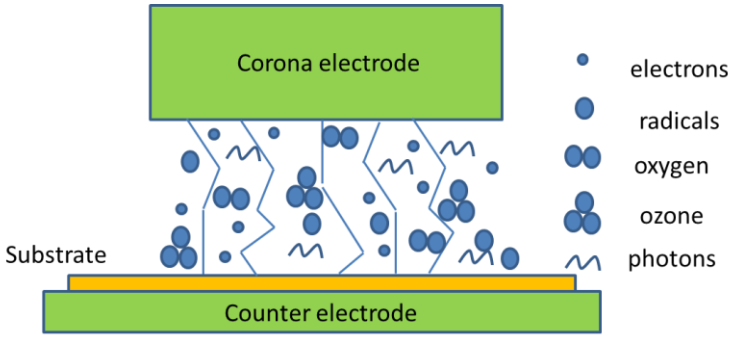


Abb.14: Schema: Plasma/Corona-Vorbehandlung

- Nasschemische Vorbehandlung

- Ätzen, Funktionalisieren,..
- Funktionelle Gruppen an der Oberfläche
- vgl: Einsatz von Haftvermittlern
- Kovalente Bindungen
- Gute Beständigkeit

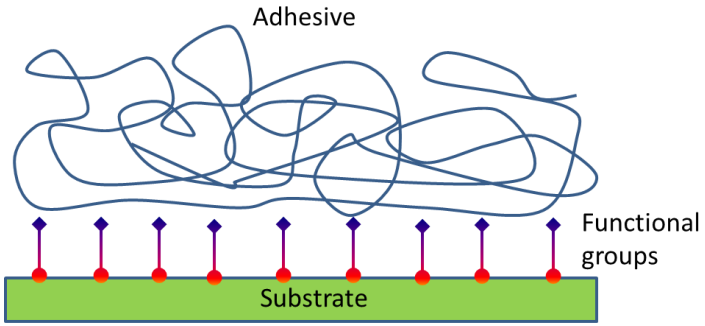


Abb.15: Schema: chem. Oberflächenfunktionalisierung

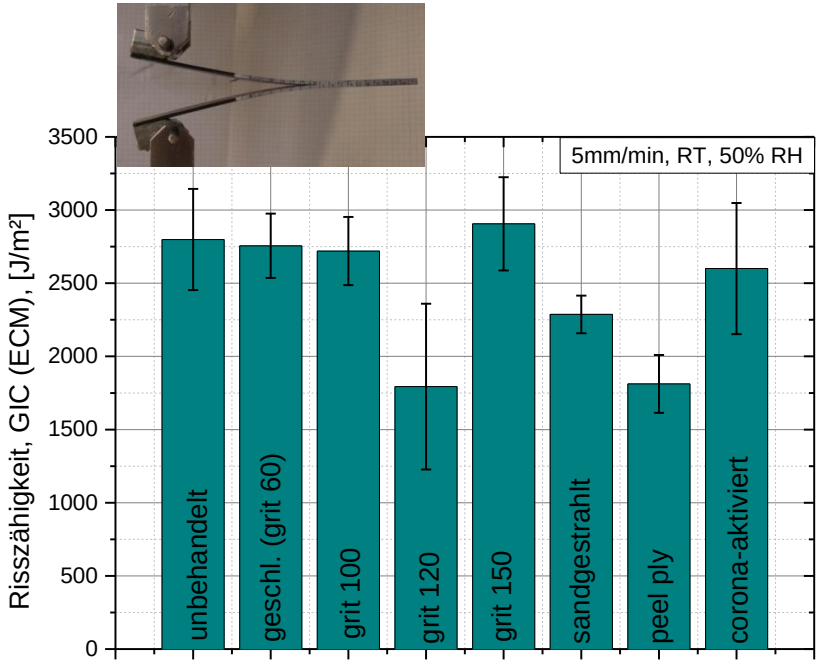
Gegenüberstellung versch. Vorbehandlungsverfahren von CFK

- Schleifen
- ‚mechanical interlocking' (Scherbelastung)
- Erhöhung der benetzbaren Oberfläche
- Faserschädigung, Faserfreilegung

- Sandstrahlen
- Erhöhung der benetzbaren Oberfläche
- Faserschädigung, wüste Topographie

- Peel Ply
- Reproduzierbare Oberfläche
- Starke Strukturierung (Welligkeit)

- Corona-Aktivierung
- Erhöhung der Polarität



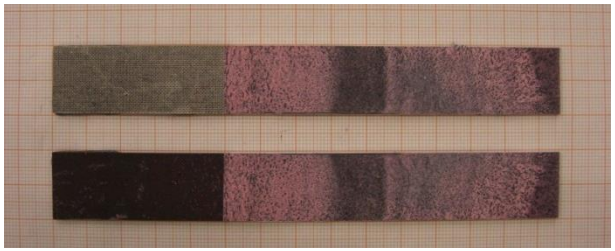


Abb.16: Ergebnisse aus Risszähigkeitsversuchen für verschieden vorbehandelte CFK-Oberflächen

PCCL
Polymer Competence Center Leoben

Klebstoffe für CFK

- Klebefilme für Luftfahrtindustrie
- Sehr dünne Klebefilme (~0,1 - 0,5 mm)
- Chem. Zusammensetzung
  - Basis Epoxidharz
  - Füllstoffe (e.g. Al,..)
  - Additive zur Verbesserung der klebtechnischen Eigenschaften bzw. der Zähigkeit und der Verarbeitungsparameter
- Klebeigenschaften
  - Gute Kompatibilität
  - Hohe Polarität
- Verstärkungen in der Klebschicht
  - Mattenverstärkung (wirr)
  - Gewebeverstärkung
  - !?Sollbruchstelle

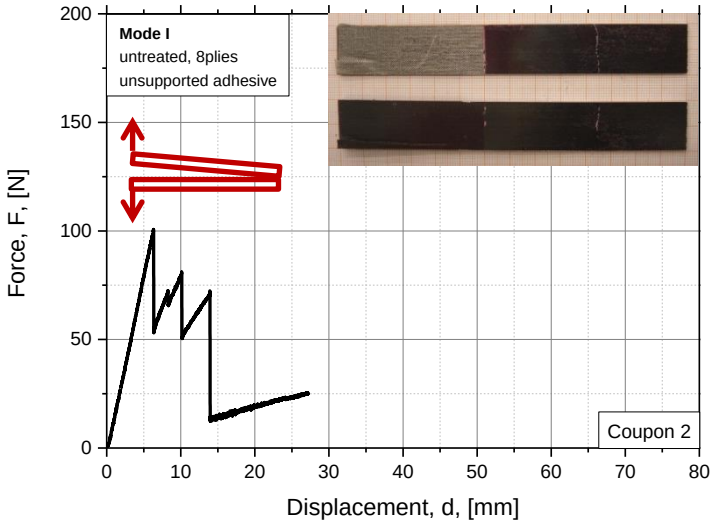


Abb.17: Risswachstumsuntersuchung eines unverstärkten Klebefilms- Adhäsivversagen

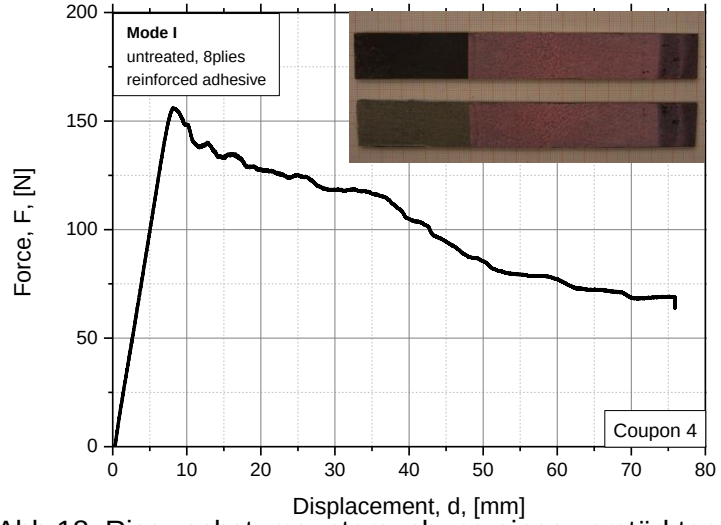


Abb.18: Risswachstumsuntersuchung eines verstärkten Klebefilms- Kohäsivversagen

Inhalt

PCCL
Polymer Competence Center Leoben

Forschungsschwerpunkt:
Kleben/ Reparatur von Faserverbundstrukturen

- Einleitung
- Wie repariert man Faserverbundkomponenten eines Flugzeuges?

- Kleben von Faserverbundwerkstoffen
- Grundlagen: Kleben und Adhäsion
- Oberflächenvorbehandlungsverfahren für CFK

- Anwendungsfall: Reparatur von Faserverbundstrukturen
- Oberflächen- und mech. Charakterisierung von Klebungen
- Methoden und Ergebnisse

- Zusammenfassung

Klebtechnische Herausforderung

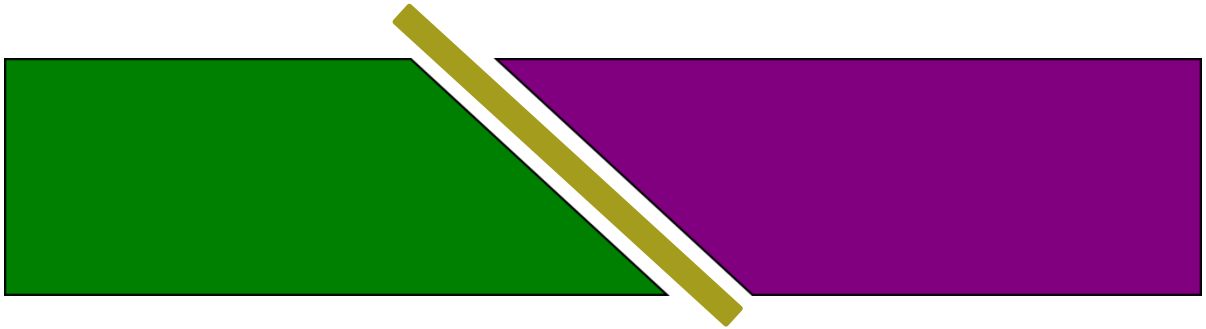


Abb.19: Schema einer geklebten Reparatur

- Substrat 1 (Laminat)
- vernetzte Epoxidharzoberfläche
- Angeschliffen
- Klebefilm
- Prepreg: Reaktive Gruppen
- Benetzung?
- Substrat 2: Repair Patch
- Soft Patch: CFK-Prepreg
- Reaktive Gruppen

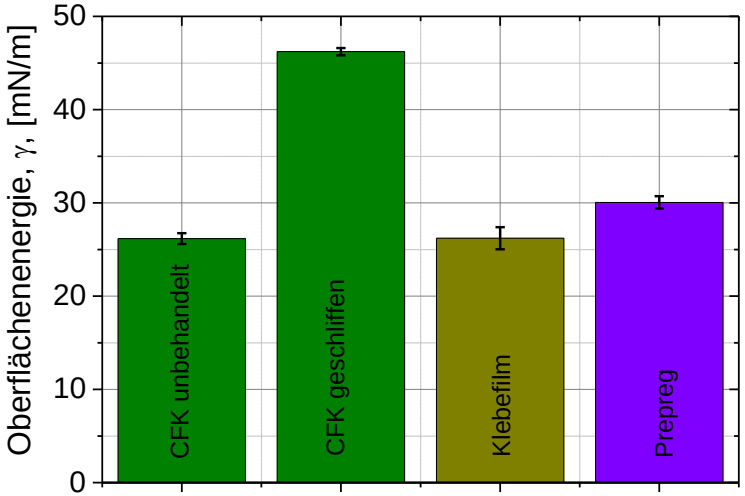


Abb.20: Oberflächenenergien (Kontaktwinkelmessungen) von verschiedenen Substraten

PCCL
Polymer Competence Center Leoben

Eigenschaften von geschliffenen CFK-Oberflächen

- Topologie

- Anisotrope Oberflächenstruktur
- Vergrößerung der geometrischen Kontaktfläche (aktive Kontaktfläche?)
- Faserschädigung, Faserfreilegung, ‚lose' Partikel
- Kein direkter Zusammenhang zwischen Adhäsion und Oberflächenrauheit

- Chem. Zusammensetzung

- Bei CFK: Entfernen der trennmittelkontaminierten Oberfläche
- Einbettung von Schleifpartikeln
- ‚frische' Oberfläche (e.g. noch keine Oxidation, Alterung)

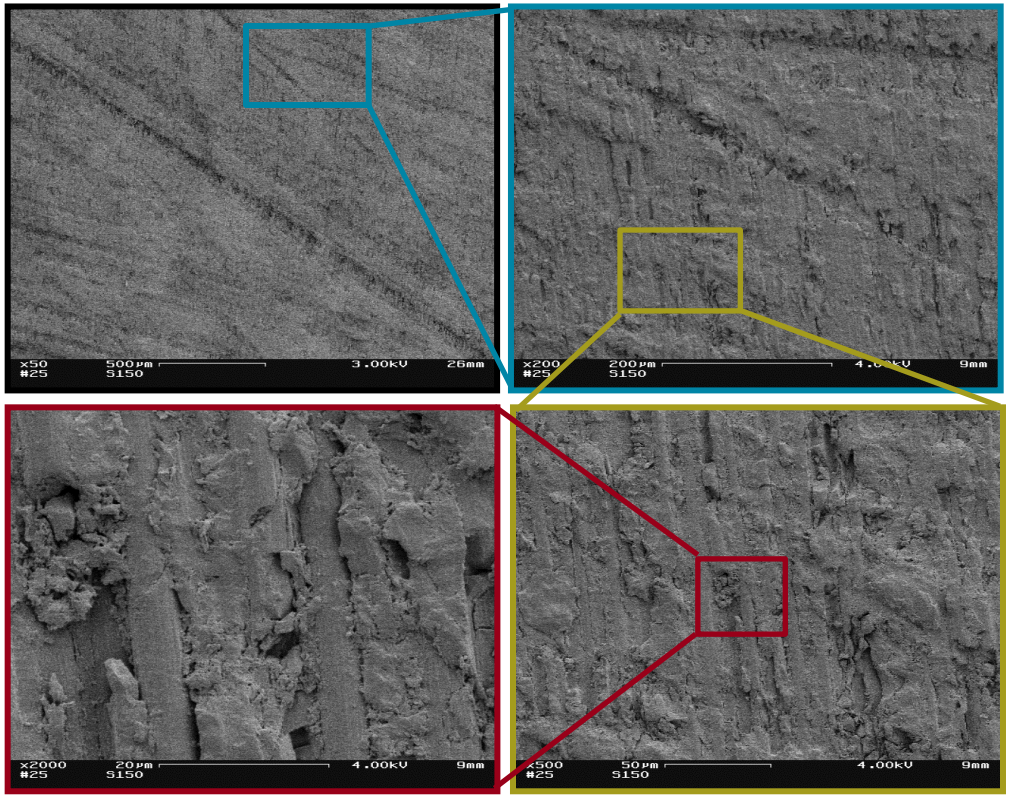


Abb.21: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen einer geschliffenen CFK-Probe

- **Geringe Reproduzierbarkeit der Oberfläche**

Chem. Modifizierungen geschliffene Oberflächen

- Nasschemische Modifizierung

- Anbringen von spezifischen funktionellen Gruppen
  - chemische Bindung zum Klebstoff
  - Beeinflussung der physikalischen WW zum Klebstoff (Erhöhung der Polarität)

- Schritt 1: Anwendbarkeit auf unbehandelten CFK-Oberflächen
- Schritt 2: Anwendbarkeit auf geschliffenen CFK-Oberflächen

- Beispiele:
  - Reaktive SH-Gruppen
  - Epoxidgruppen

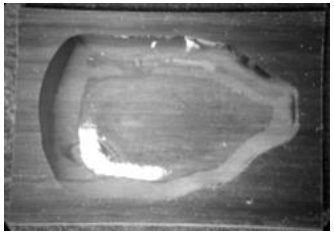
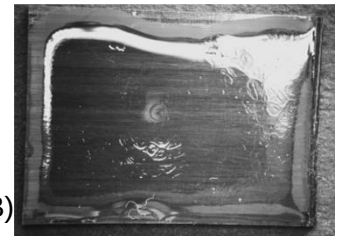
A)  B) 

Abb.21: Benetzung einer A) unbehandelten & B) chem. modifizierten Oberfläche

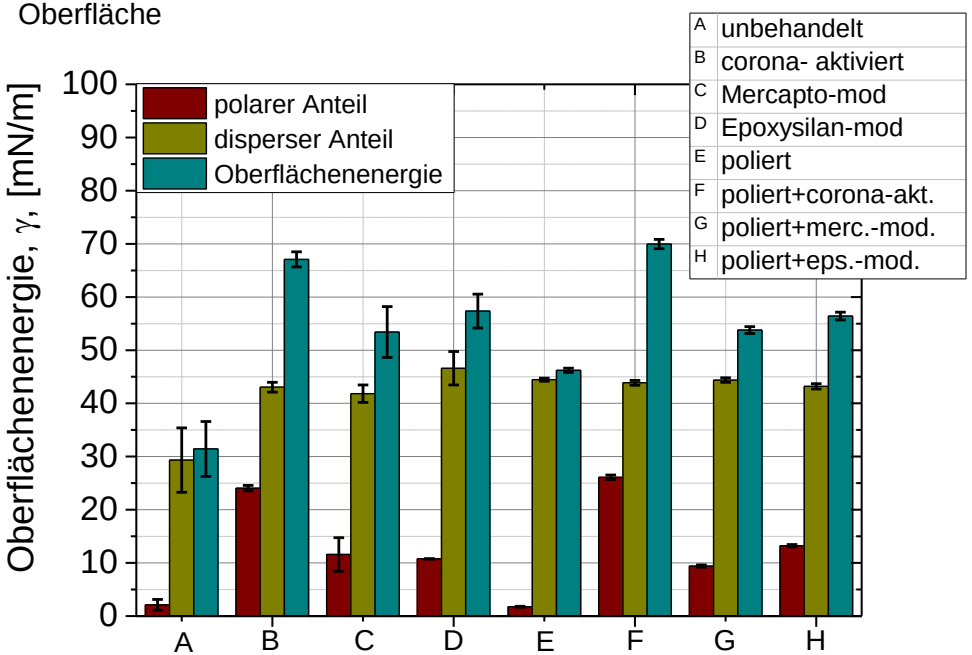


Abb.22: Vergleich der Oberflächenenergien (Kontaktwinkelmessungen)

Chem. Modifizierungen: geschliffene Oberflächen

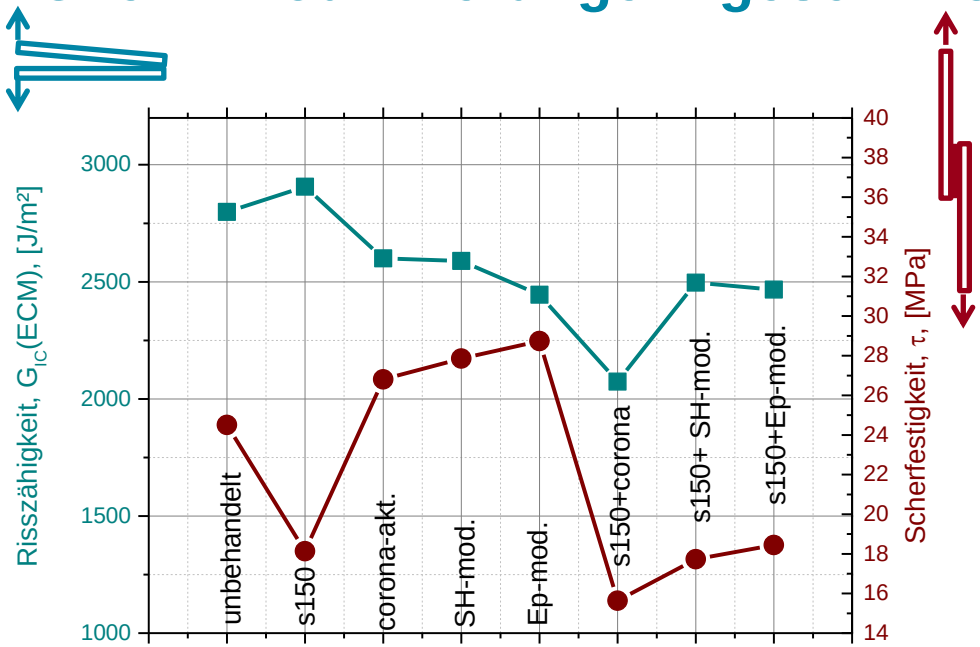


Abb.23: Zugscherversuch & G_{IC}-Versuch (Schälversuch) von chemisch modifizierten Oberflächen

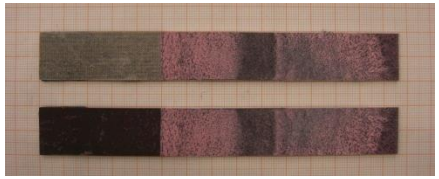
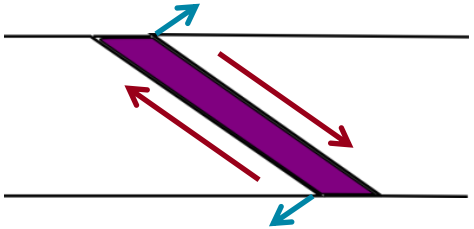
A)  B)

Abb.24: Versagensmodus: Mischbruch bei A) Schäl- und B) Scherversuch

- Scher- und Schälversuche (Belastung äquivalent zu Anwendungsfall)



- Kein eindeutiger Trend feststellbar
- Versagensmechanismus: Mischbruch (nicht oberflächenspezifisch)
- Kohäsivanteil abhängig von diversen Einflussparametern

- Keine Definition von Materialkennwerten möglich
- **Kennwerte systemabhängig**

- **Langzeit- und Beständigkeitsuntersuchungen?**

Inhalt

PCCL
Polymer Competence Center Leoben

Forschungsschwerpunkt:
Kleben/ Reparatur von Faserverbundstrukturen

- Einleitung
- Wie repariert man Faserverbundkomponenten eines Flugzeuges?

- Kleben von Faserverbundwerkstoffen
- Grundlagen: Kleben und Adhäsion
- Oberflächenvorbehandlungsverfahren für CFK

- Anwendungsfall: Reparatur von Faserverbundstrukturen
- Oberflächen- und mech. Charakterisierung von Klebungen
- Methoden und Ergebnisse

- Zusammenfassung

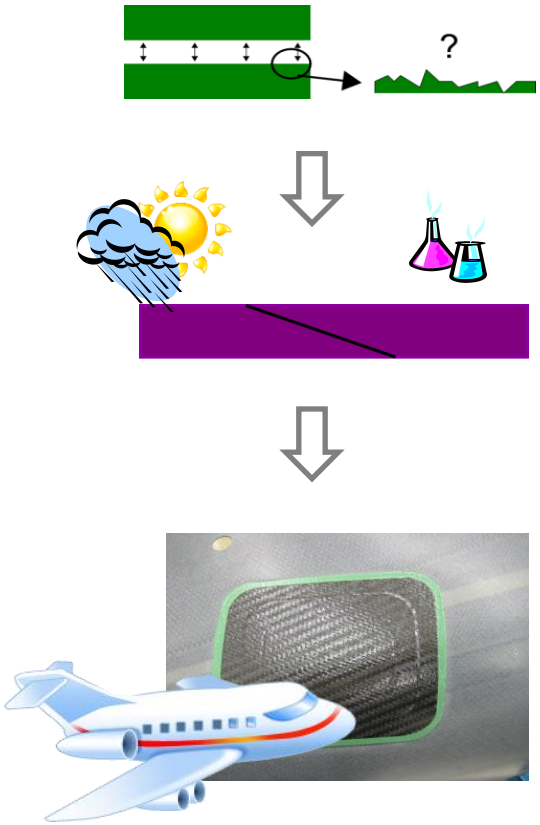
PCCL
Polymer Competence Center Leoben

Charakterisierung und Optimierung von Klebverbindungen

- Definition von Korrelationen zwischen Oberflächen und Verbindungsparametern sehr schwierig, starker Einfluss von Umgebungs- und Prozessbedingungen

- Abbildung von (molekularen) Adhäsionsvorgängen im mechanischen Versuch sehr komplex
- Keine Aussage über Langzeitverhalten /Betriebsverhalten

- Systemabhängiges Verhalten ➔ Methodik abstimmen auf Anwendungsfall (Reparatur)



- **Anwendungsspezifische Untersuchungen zur Optimierung von Klebverbindungen …..,vom Molekül zum Bauteil'….**

Danksagung

Die vorliegende Forschungsarbeit wurde an der Polymer Competence Center Leoben GmbH im Rahmen des Kompetenzzentren-Programms COMET des Bundesministeriums für Verkehr, Innovation und Technologie und des Bundesministeriums für Wirtschaft, Familie und Jugend unter Beteiligung des Lehrstuhles für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe, des Lehrstuhles für Chemie der Kunststoffe, Montanuniversität Leoben, und der FACC AG, Ried im Innkreis, durchgeführt und mit Mitteln des Bundes und der Länder Steiermark und Oberösterreich gefördert.

Die Autoren bedanken sich weiters herzlich bei

Oliver Rausch-Schott (Polymer Competence Center Leoben GmbH)

Nicole Zarfl (Polymer Competence Center Leoben GmbH)

Sebastian Maar (Polymer Competence Center Leoben GmbH)

für deren Unterstützung und Mitarbeit im vorliegenden Forschungsprojekt.