KUNSTSTOFF TECHNIK LEOBEN

WERKSTOFFKUNDE UND PRÜFUNG DER KUNSTSTOFFE

Funktionelle hierarchische Verbundwerkstoffe für Strukturanwendungen

Michael Feuchter

27.02.2019

MONTAN UNIVERSITÄT

Otto Glöckel-Straße 2, 8700 Leoben, Österreich
+43 3842 402 2101
wpk@unileoben.ac.at
www.kunststofftechnik.at

PRINZIPIELLE IDEE

Projektidee

- **Verbesserung von Faserverbundbauteilen durch Herstellung von Strukturen unterschiedlicher Größenordnungen**

Projektidee

KUNSTSTOFF TECHNIK LEOBEN
WERKSTOFFKUNDE UND PRÜFUNG DER KUNSTSTOFFE

- **Verbesserung von Faserverbundbauteilen durch Herstellung von Strukturen unterschiedlicher Größenordnungen**

➔ Was heißt das jetzt?

Projektidee

KUNSTSTOFF TECHNIK LEOBEN
WERKSTOFFKUNDE UND PRÜFUNG DER KUNSTSTOFFE

- **Verbesserung von Faserverbundbauteilen durch Herstellung von Strukturen unterschiedlicher Größenordnungen**

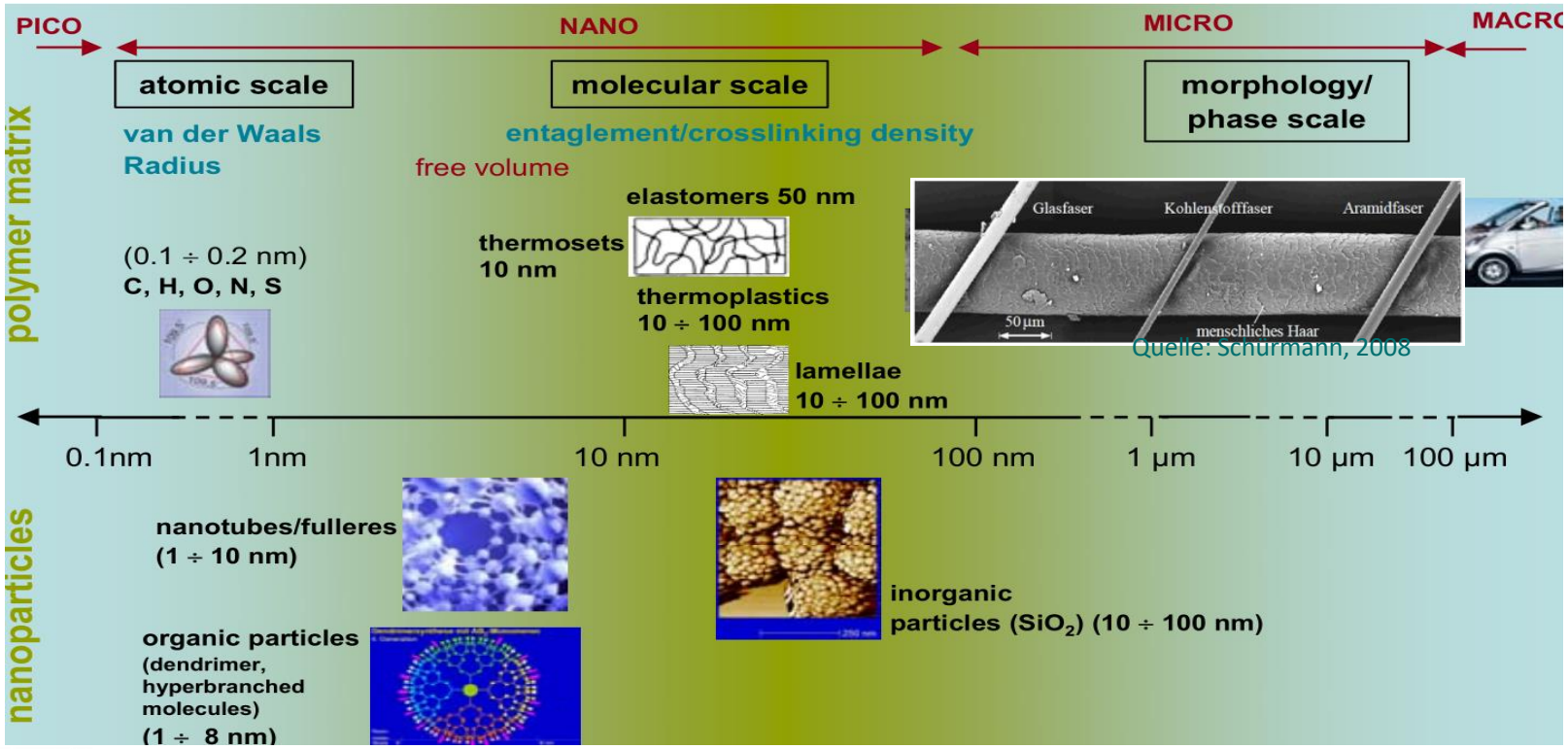
Projektidee

KUNSTSTOFF TECHNIK LEOBEN
WERKSTOFFKUNDE UND PRÜFUNG DER KUNSTSTOFFE

- **Verbesserung von Faserverbundbauteilen durch Herstellung von Strukturen unterschiedlicher Größenordnungen**
  - mechanische Performance (Zähigkeit, Festigkeit, Steifigkeit)
  - Elektrische Leitfähigkeit (zur Bestimmung der Schädigung des Materiales während des Einsatzes)

Projektidee

- **Verbesserung von Faserverbundbauteilen durch Herstellung von Strukturen unterschiedlicher Größenordnungen**



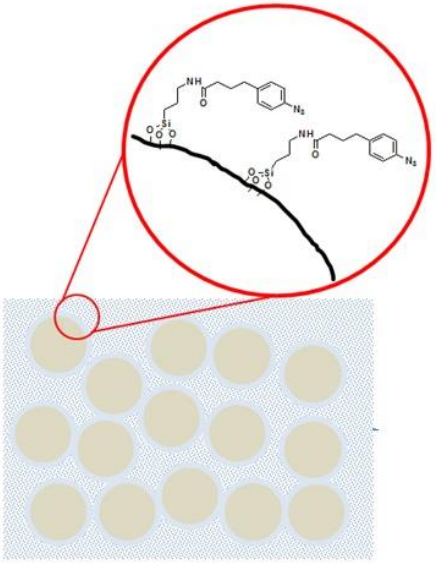
Verwendete Materialien

- **Matrix**
  - Epoxidharzsystem von bto-Epoxy GmbH
  - Epinal IR 77.35 (Harz) und Epinal IH 77.13 (Härter)
  - Infusionssystem mit sehr guten optischen Eigenschaften
- **Nanoskalige Füllstoffe**
  - Handelsübliche SiO_2 (Degussa, Evonik, Sigma Aldrich)
  - Stöber Silica
  - Verschiedenste Carbon NanoTubes (CNT)
  - Graphene
- **Mikrofüllstoffe**
- **Fasern**
  - Gewebe aus Glas- und Kohlenststofffasern

MODIFIKATION DER FÜLLSTOFFE

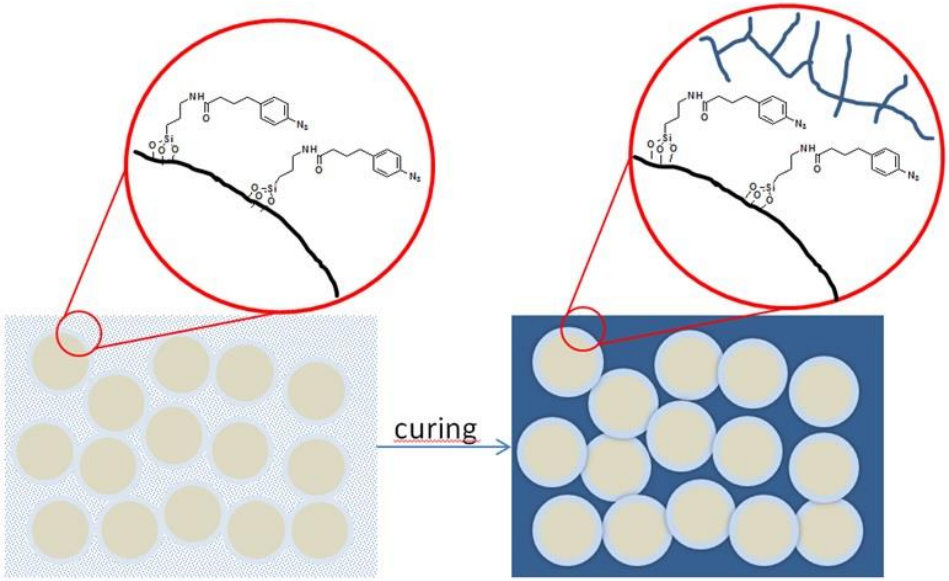
Prinzipielle Idee

- **Modifizierte Partikel liegen dispergiert in einer der beiden Komponenten vor**



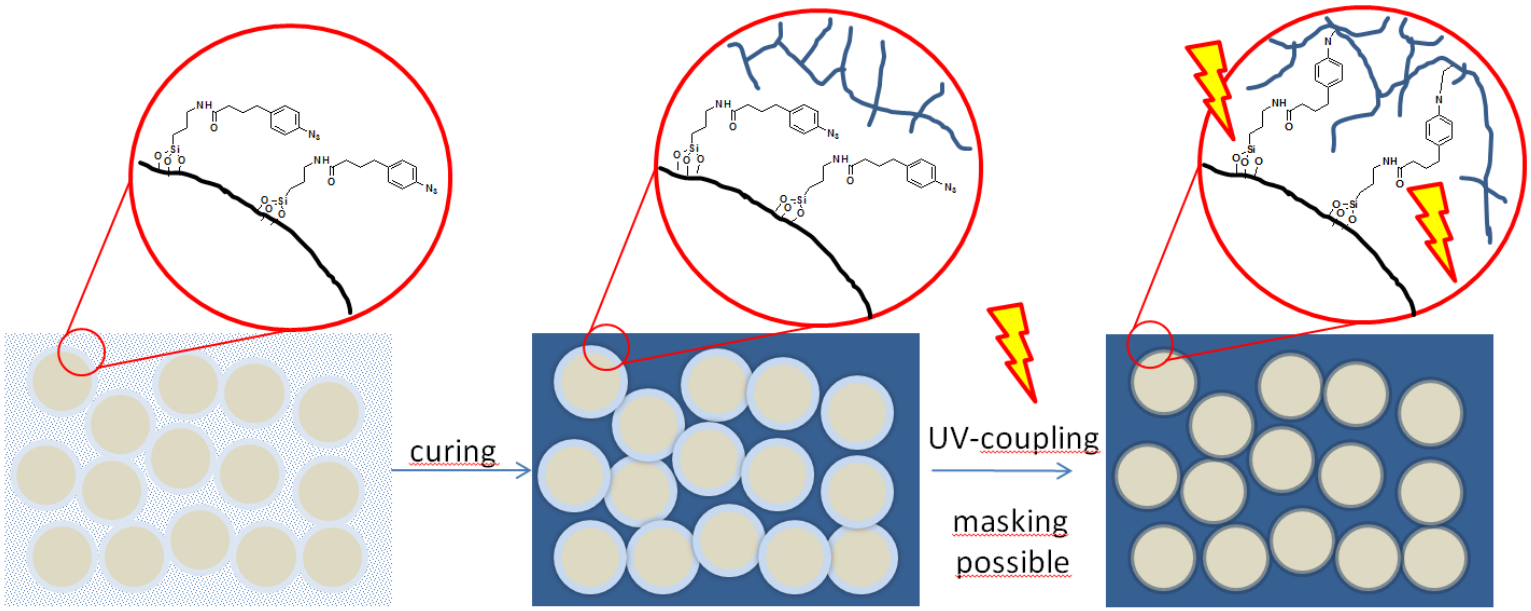
Prinzipielle Idee

- **Thermische Aushärtung des Epoxidharzes**



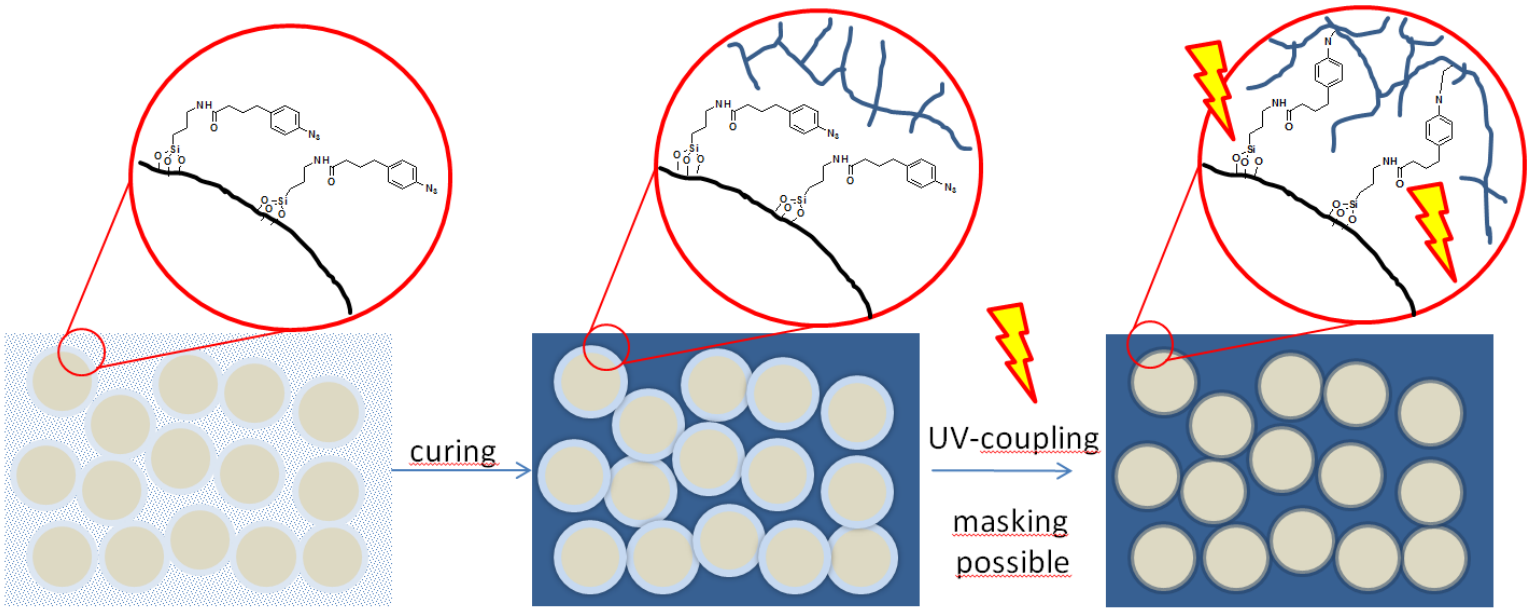
Prinzipielle Idee

- **Nachvernetzung der Modifikationen durch Energieeintrag (z.B.: definierte Bestrahlung mit UV-Licht)**



Prinzipielle Idee

- **Nachvernetzung der Modifikationen durch Energieeintrag (z.B.: definierte Bestrahlung mit UV-Licht)**



- **Nach Aushärtung des Harzes gezielte Anbindung des Füllstoffes an das Matrixmaterial**

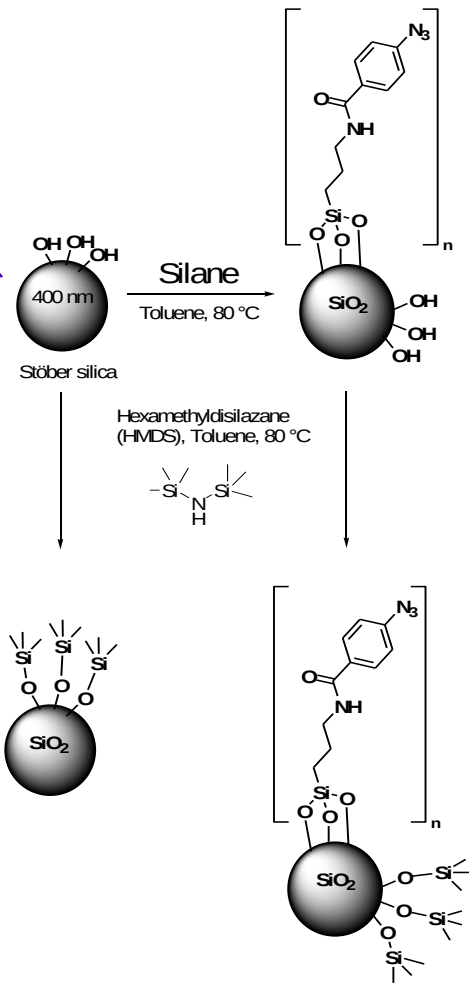
➔ Herstellung von weicheren und härteren Strukturen

➔ Verbesserung der mechanischen Performance

Arten von Modifikationen

I. Stöber Silica
- Not photoactive
- OH-Gruppen an der Oberfläche
- Starke Wechselwirkungen

III.
- Photoactive
- OH-Gruppen an der Oberfläche
- Beide Arten von Wechselwirkungen

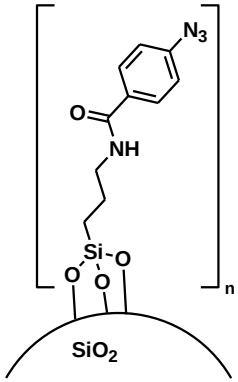


II.
- Not photoacvtive,
- Keine OH-Gruppen
- Schwache Wechselwirkungen

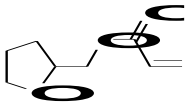
IV.
- Photoactive
- Keine OH-Gruppen
- Schwache Wechselwirkungen können aktiviert werden können

Prinzipielle Idee

- **Überprüfung mittels Photopolymerisationsexperiment**



in

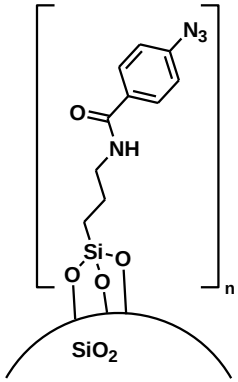


Tetrahydrofurfuryl acrylate (THFA)

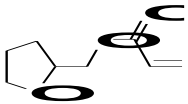
Linke Probe - THFA mit ca. 8% der funktionalisierten Partikel, Rechte Probe – reines THFA.
A – Ausgangszustand

Prinzipielle Idee

- **Überprüfung mittels Photopolymerisationsexperiment**



in

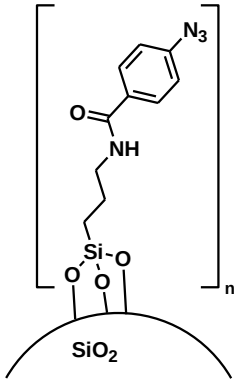


Tetrahydrofurfuryl acrylate (THFA)

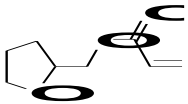
Linke Probe - THFA mit ca. 8% der funktionalisierten Partikel, Rechte Probe – reines THFA.
B – Proben nach einer 10-minütigen UV-Bestrahlung (Wellenlänge 254 nm)

Prinzipielle Idee

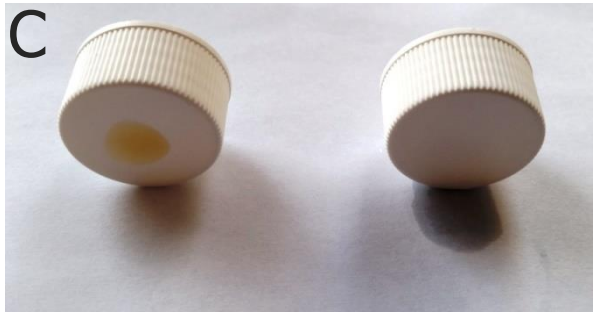
- **Überprüfung mittels Photopolymerisationsexperiment**



in



Tetrahydrofurfuryl acrylate (THFA)

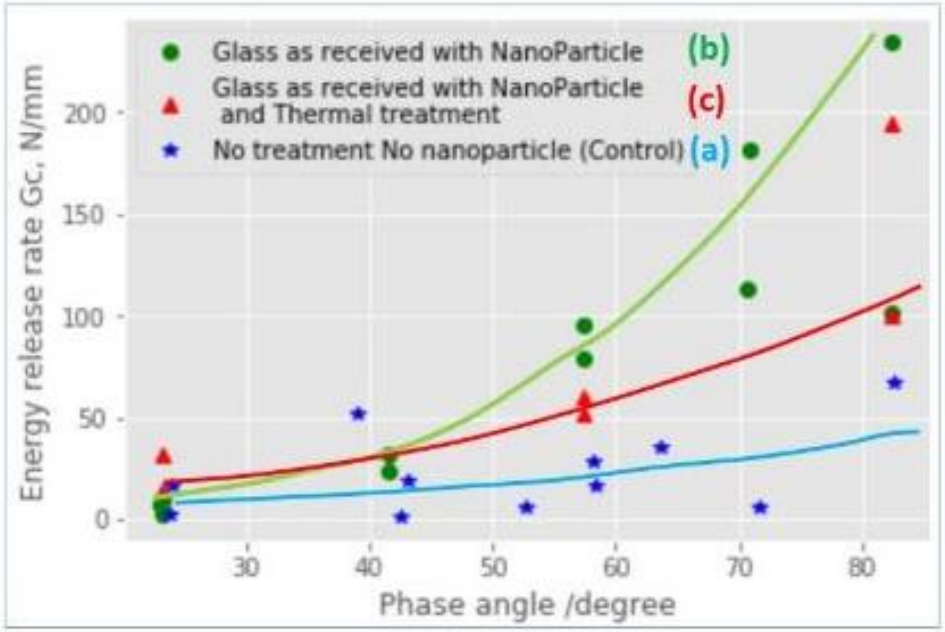


Linke Probe - THFA mit ca. 8% der funktionalisierten Partikel, Rechte Probe – reines THFA.
C – Links ausgehärtet, rechts Ausgangszustand.

Prinzipielle Idee

KUNSTSTOFF TECHNIK LEOBEN
WERKSTOFFKUNDE UND PRÜFUNG DER KUNSTSTOFFE

- **Brazilnut – Sandwich Test:**
  - **Spezieller bruchmechanischer Test**
    - Reines Epoxidharz als Referenz (blau)
    - Epoxidharz mit reaktiven Silicapartikeln im nicht belichteten Zustand (grün)
    - Epoxidharz mit reaktiven Silicapartikeln mit UV-Strahlung behandelt (rot)



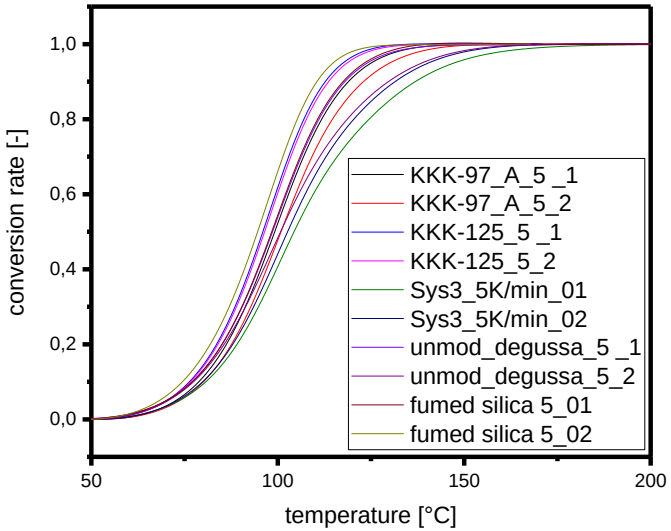
- **➔ Nachweis für härtere und weichere Segmente**

AUSWIRKUNG VON SILICAFÜLLSTOFFEN AUF DIE HÄRTUNG

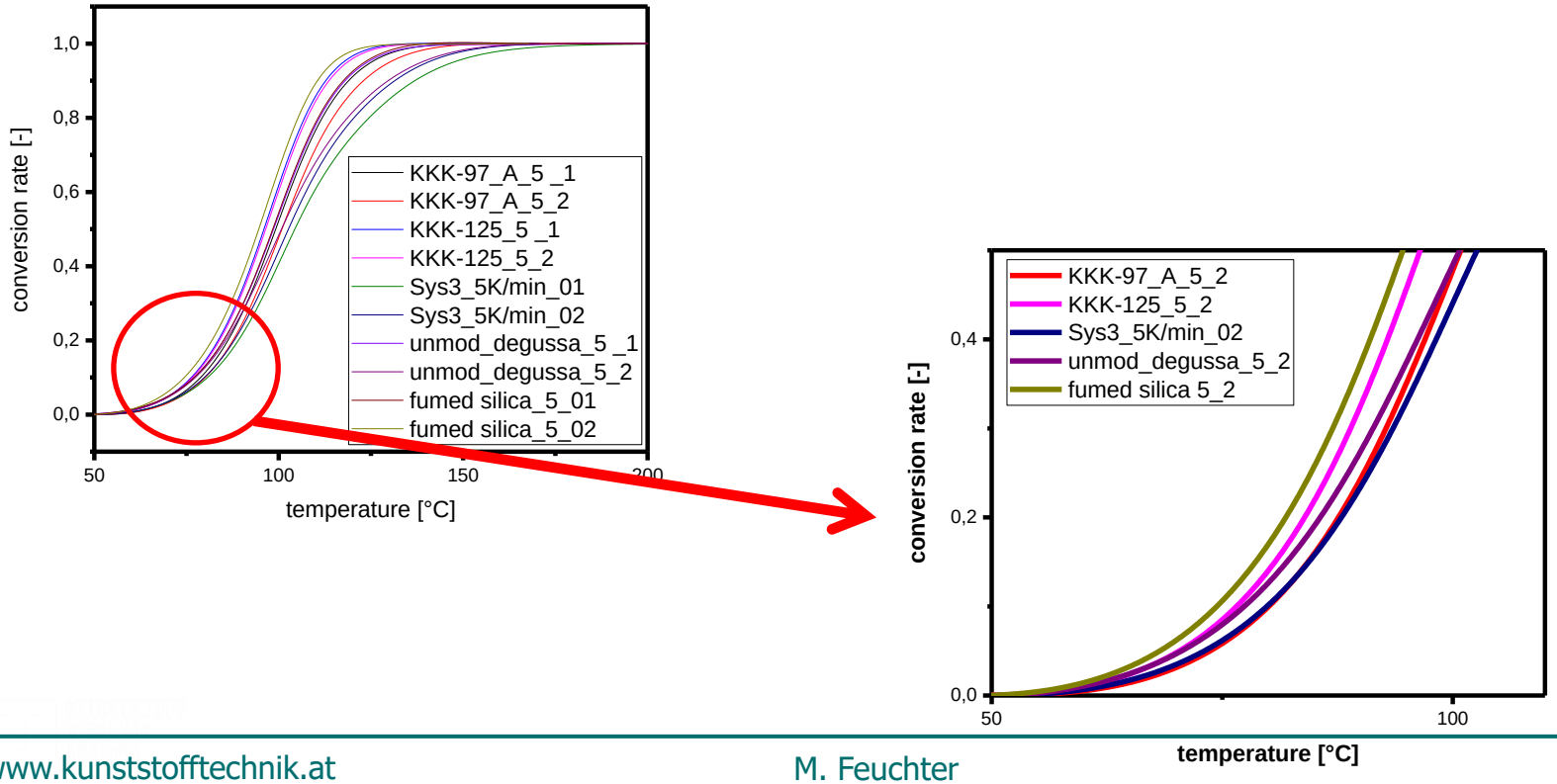
Auswirkung von Silicafüllstoffen auf die Härtung

KUNSTSTOFF TECHNIK LEOBEN
WERKSTOFFKUNDE UND PRÜFUNG DER KUNSTSTOFFE

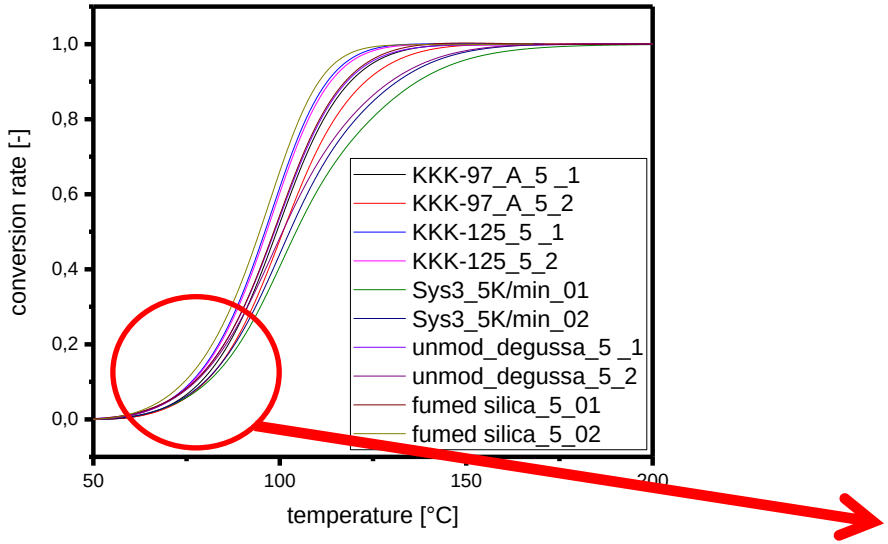
- **Vernetzungskinetik mit RTM-System und 1% nanoskaligen Silica**



Auswirkung von Silicafüllstoffen auf die Härtung



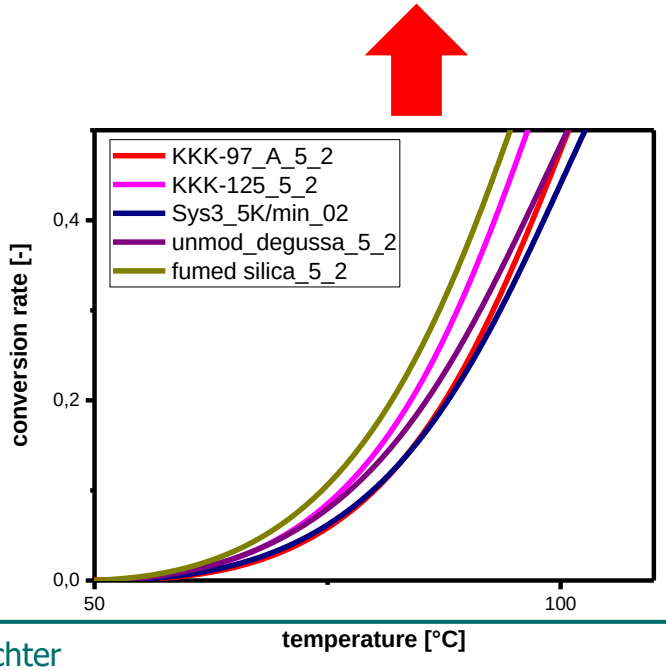
Auswirkung von Silicafüllstoffen auf die Härtung



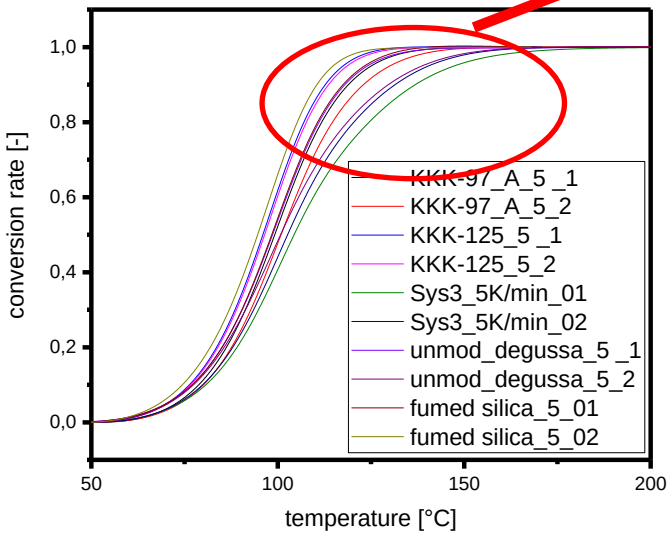
Füllstoff führt zu einer Verringerung der „Starttemperatur" (bis zu 8 ° C)

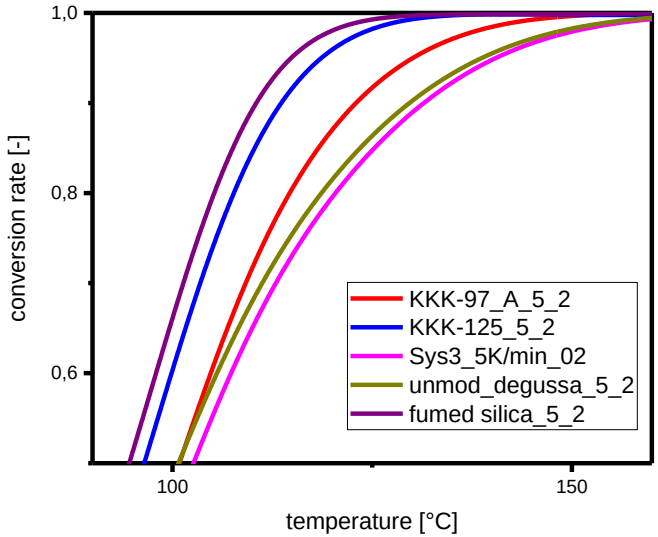
➔ „Bessere Wärmeleitfähigkeit"

➔ Vernetzungen mit Füllstoff

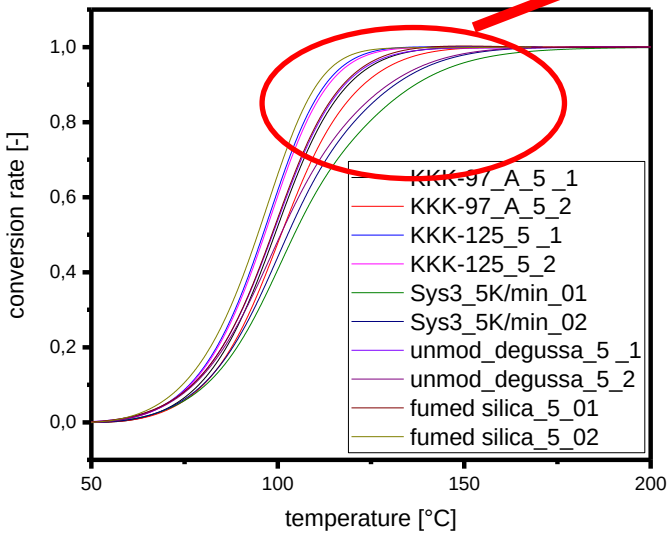


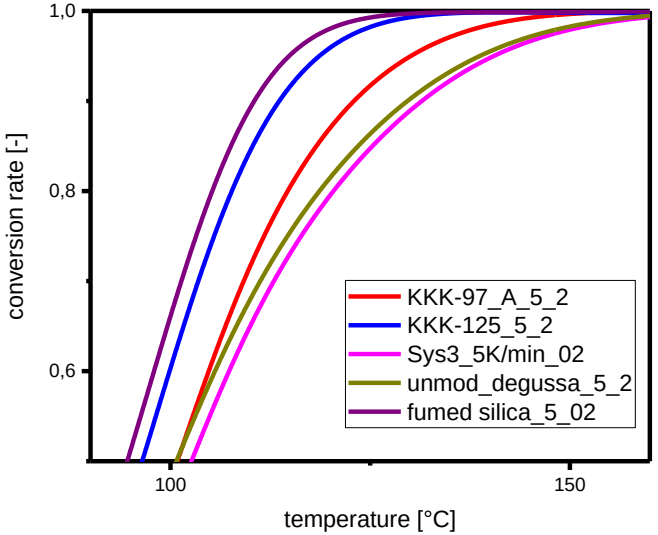
Auswirkung von Silicafüllstoffen auf die Härtung





Auswirkung von Silicafüllstoffen auf die Härtung





„Ausgehärtete" Zustand wird bis zu 30 ° C früher erreicht

➔ „Bessere Wärmeleitfähigkeit"

➔ Vernetzungen mit Füllstoff

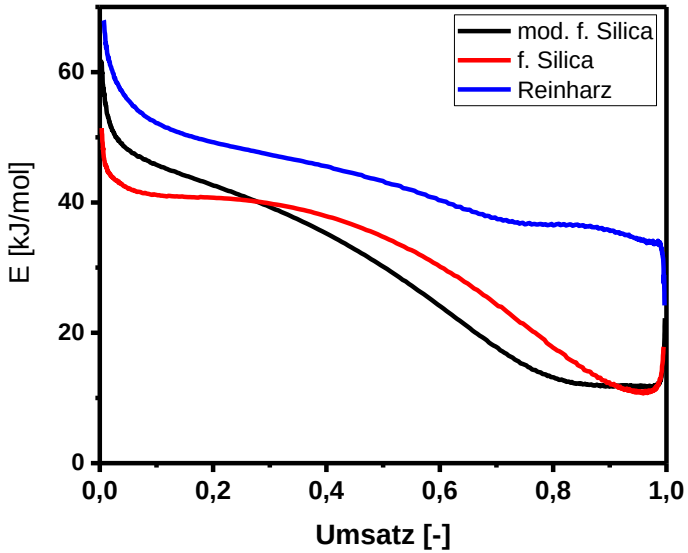
Auswirkung von Silicafüllstoffen auf die Härtung

KUNSTSTOFF TECHNIK LEOBEN
WERKSTOFFKUNDE UND PRÜFUNG DER KUNSTSTOFFE

- **Aktivierungsenergie:**
- **3 Möglichkeiten**
  - Kissinger:

sample	activation energy kJ/mol
System 3	53,9
System 3 + 1% f. Silica	48,0
System 3 + 1% mod. f. Silica	53,0

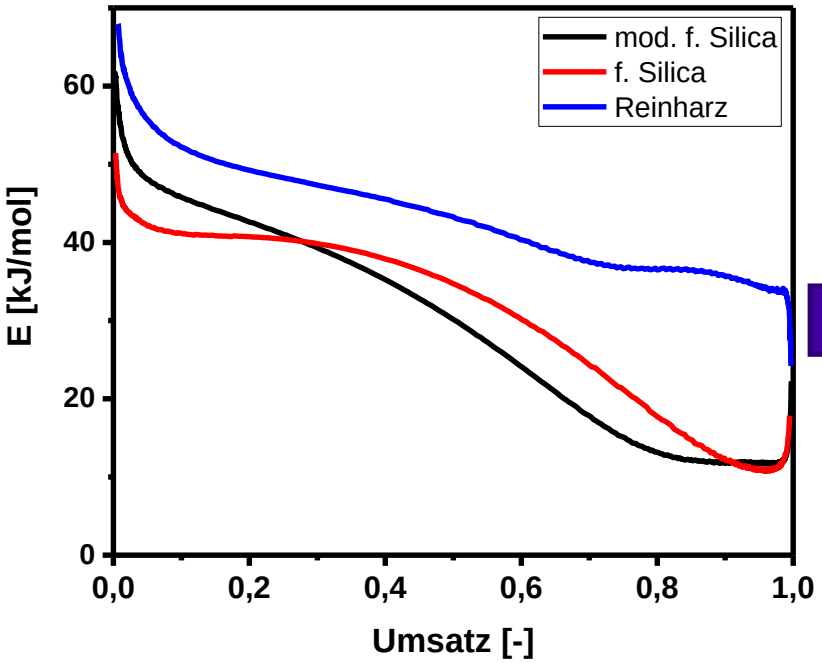
  - Friedmann
  - FOW:



Auswirkung von Silicafüllstoffen auf die Härtung

KUNSTSTOFF TECHNIK LEOBEN
WERKSTOFFKUNDE UND PRÜFUNG DER KUNSTSTOFFE

- **Vernetzungskinetik - Aktivierungsenergiebetrachtung**



Füllstoff setzt Aktivierungsenergie herab
Mögliche Ursachen:

- Füllstoffe reagieren mit einer der Matrixkomponenten
- Füllstoffe werden in Matrix miteingebaut
- Modifizierungen starten ungewollte chem. Reaktionen
- Usw.

MECHANISCHE EIGENSCHAFTEN

Herstellung im Labormaßstab

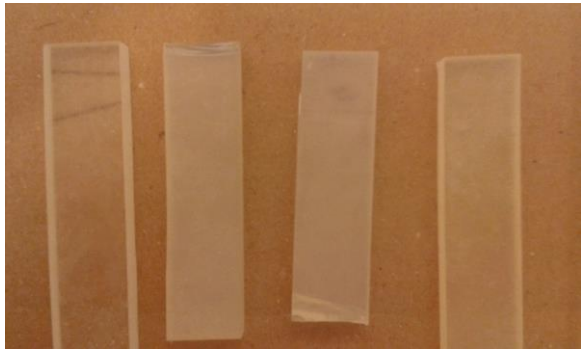
KUNSTSTOFF TECHNIK LEOBEN
WERKSTOFFKUNDE UND PRÜFUNG DER KUNSTSTOFFE

- **Dispergierungsuntersuchungen**
  - Mechanisches Einmischen (Vakuumrührer)
  - Ultraschalldispergierung (verschiedene Energieeinträge)
  - Kombinationen aus mechanischer und Ultraschalldispergierung
  - In welcher Komponente (Harz-Härter)

Herstellung im Labormaßstab

KUNSTSTOFF TECHNIK LEOBEN
WERKSTOFFKUNDE UND PRÜFUNG DER KUNSTSTOFFE

- **Harz mit 1m% Füllstoff**



Reinharz

+ Degussa Silica

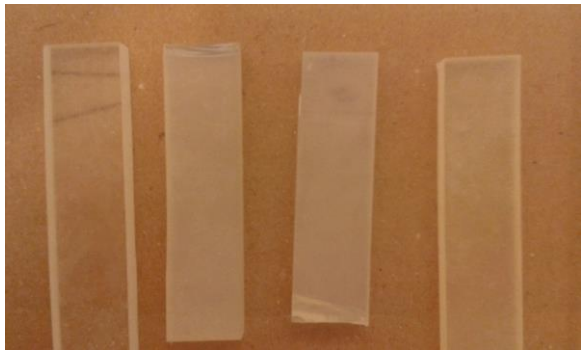
+ Evonik Silica

+ Modifizierte Silica

Herstellung im Labormaßstab

KUNSTSTOFF TECHNIK LEOBEN
WERKSTOFFKUNDE UND PRÜFUNG DER KUNSTSTOFFE

- **Harz mit 1m% Füllstoff**



Reinharz

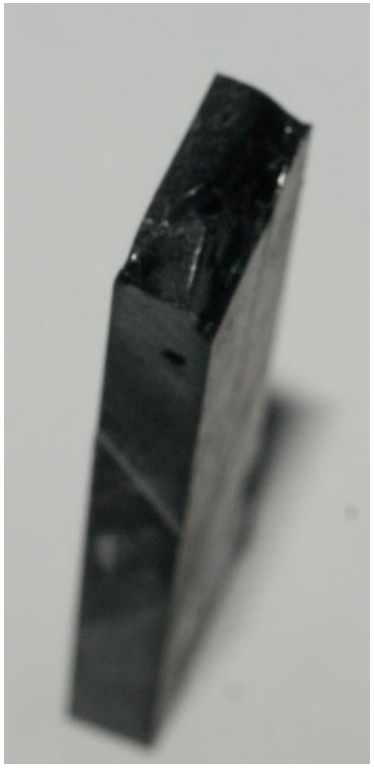
+ Degussa Silica

+ Evonik Silica

+ Modifizierte Silica

Zum Vergleich:

Reinharz + CNT



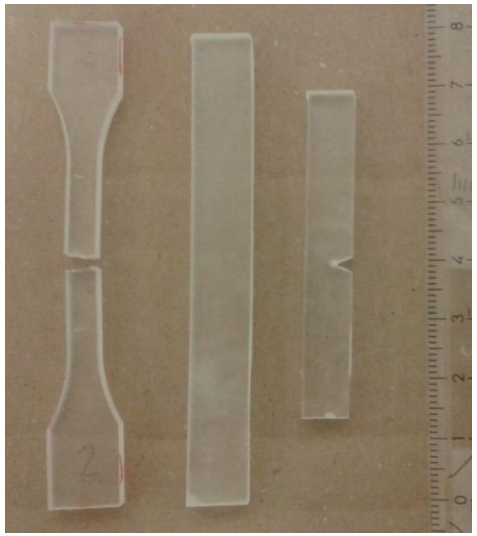
Mechanische Eigenschaften

KUNSTSTOFF TECHNIK LEOBEN
WERKSTOFFKUNDE UND PRÜFUNG DER KUNSTSTOFFE

- **Universalprüfmaschine Z010/Z250 (Zwick, Ulm, D)**

- Temperatur 23° C
- Relative Luftfeuchtigkeit 50%

Prüfkörper



Zugversuch

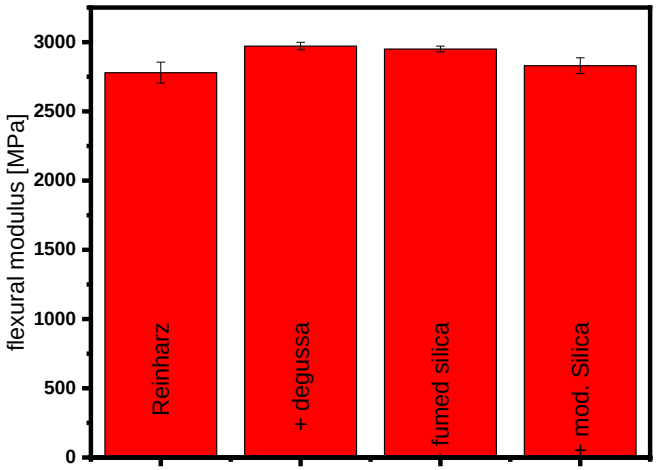
SENB

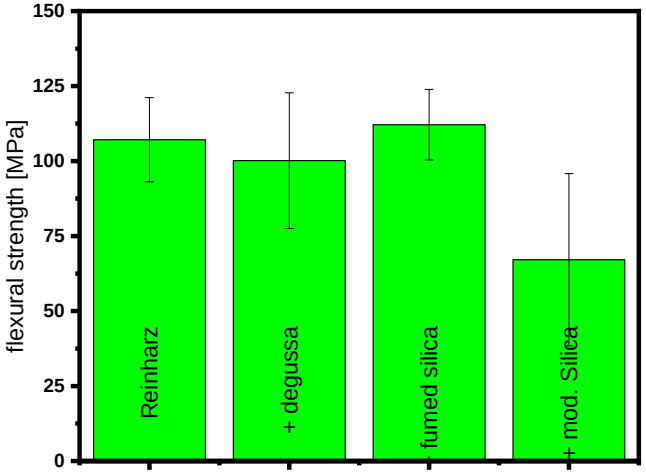
Biegeversuch

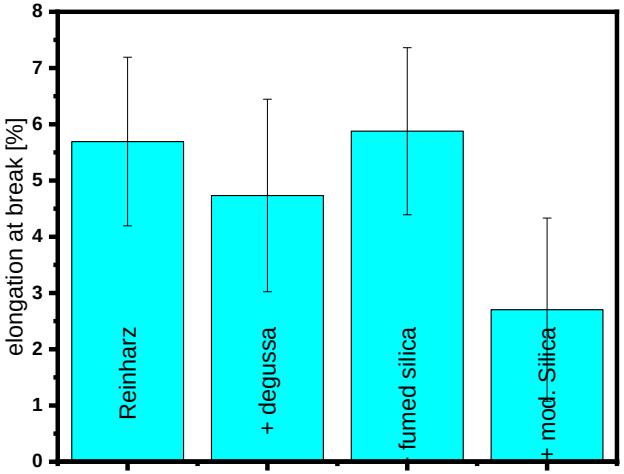
Mechanische Eigenschaften

KUNSTSTOFF TECHNIK LEOBEN
WERKSTOFFKUNDE UND PRÜFUNG DER KUNSTSTOFFE

- **Biegeprüfung in Anlehnung an ISO 178**







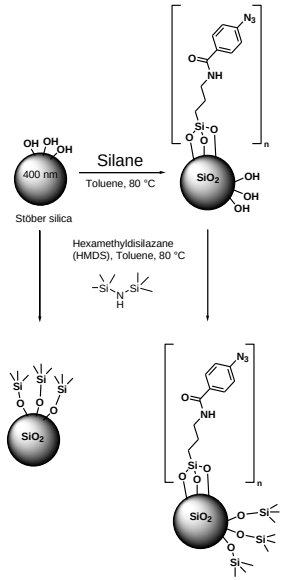
- Leichte Steigerung des Modules
- Bei mod. Silica leichte Einbußen in der Festigkeit

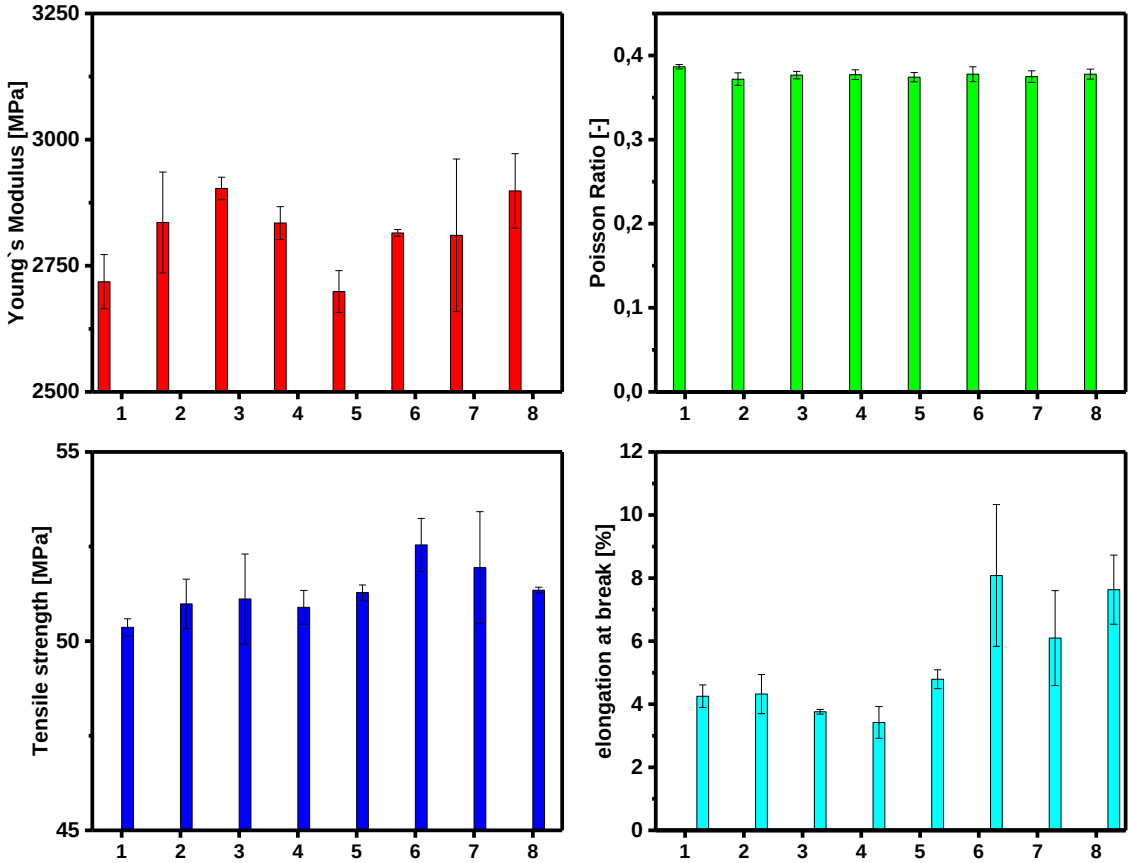
Mechanische Eigenschaften

KUNSTSTOFF TECHNIK LEOBEN
WERKSTOFFKUNDE UND PRÜFUNG DER KUNSTSTOFFE

- **Zugprüfung in Anlehnung an ISO 527**

1 Graphene 0,1%
2 Graphene 0,3%
3 Graphene 0,5%
4 Si02 0,3% 1A
5 Si02 0,3% 2A
6 Si02 0,1% 3A
7 Si02 0,3% 3A
8 Si02 0,5% 3A





- Änderung der Zugeigenschaften durch unterschiedliche Modifikation (Proben 4,5,6)
- Auch Einfluß des Füllstoffgehaltes erkennbar (Proben 6-8)

UPSCALING - RTM

Upscaling - RTM

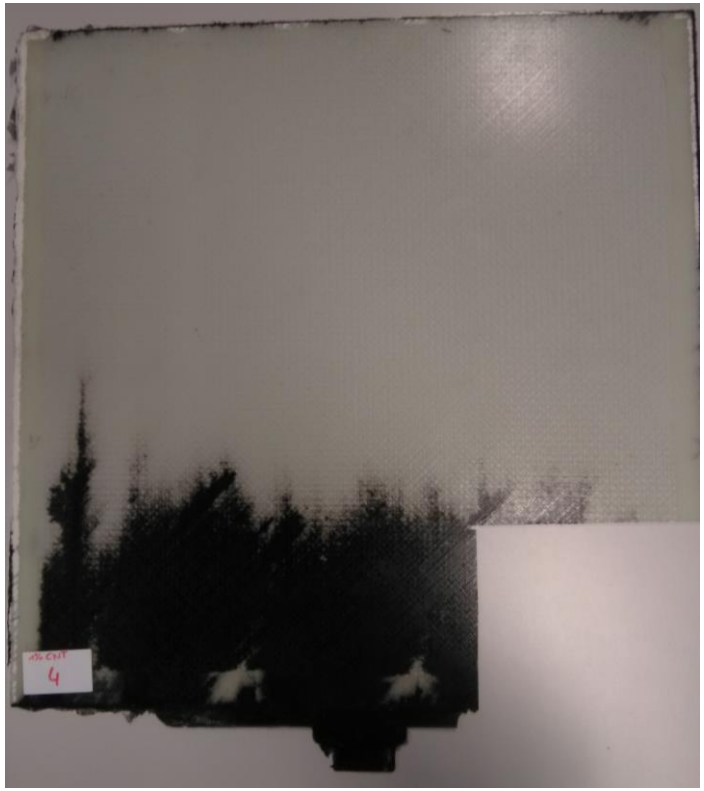
KUNSTSTOFF TECHNIK LEOBEN
WERKSTOFFKUNDE UND PRÜFUNG DER KUNSTSTOFFE

- **Glasfaser- und Kohlenstofffaserverbund mit 1m% CNTs :**

Upscaling - RTM

KUNSTSTOFF TECHNIK LEOBEN
WERKSTOFFKUNDE UND PRÜFUNG DER KUNSTSTOFFE

- **Glasfaser- und Kohlenstofffaserverbund mit 1m% CNTs:**



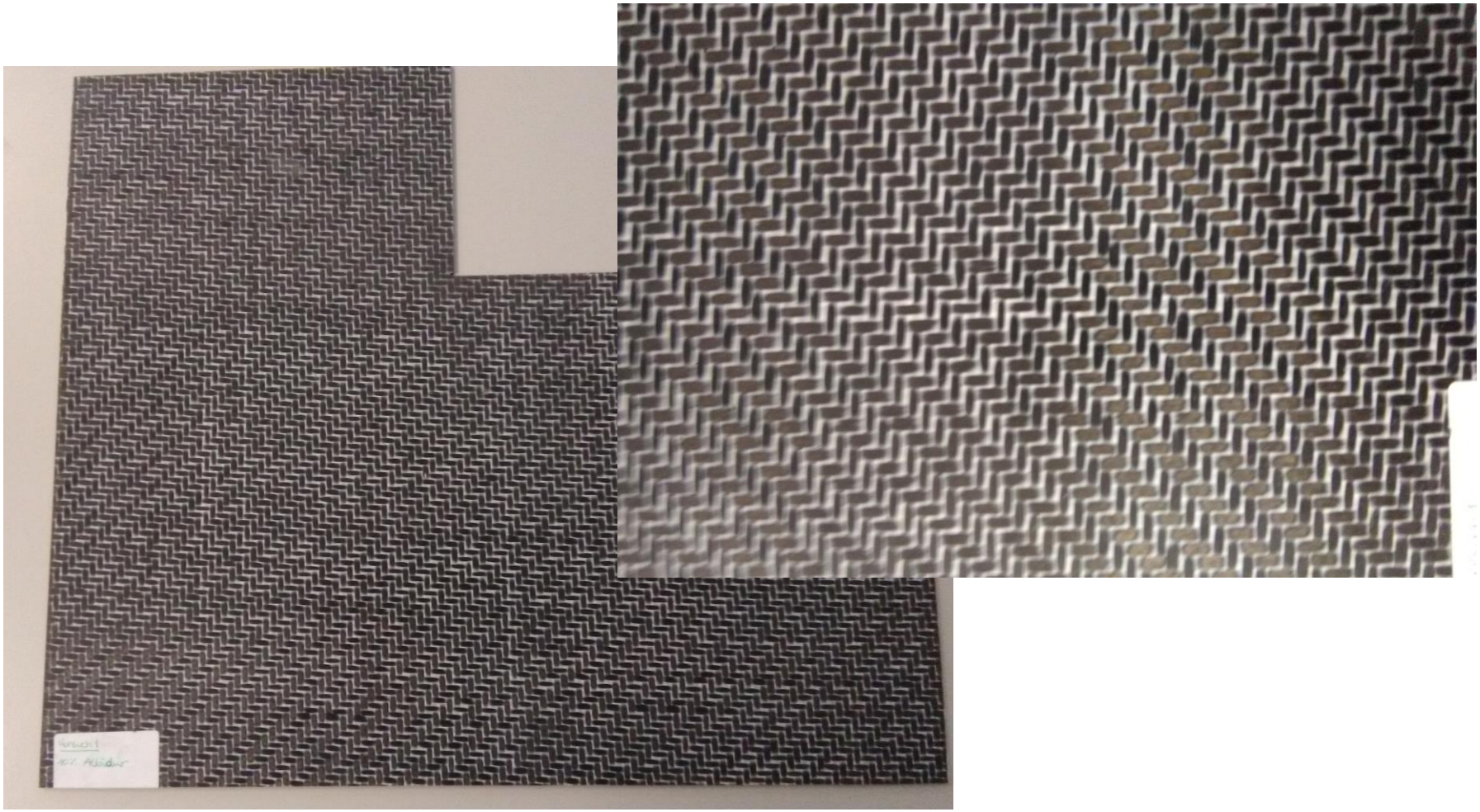
Upscaling - RTM

- **Kohlenstofffaserverbund mit 10m% Silica:**

Upscaling - RTM

KUNSTSTOFF TECHNIK LEOBEN
WERKSTOFFKUNDE UND PRÜFUNG DER KUNSTSTOFFE

- **Kohlenstofffaserverbund mit 10m% Silica:**

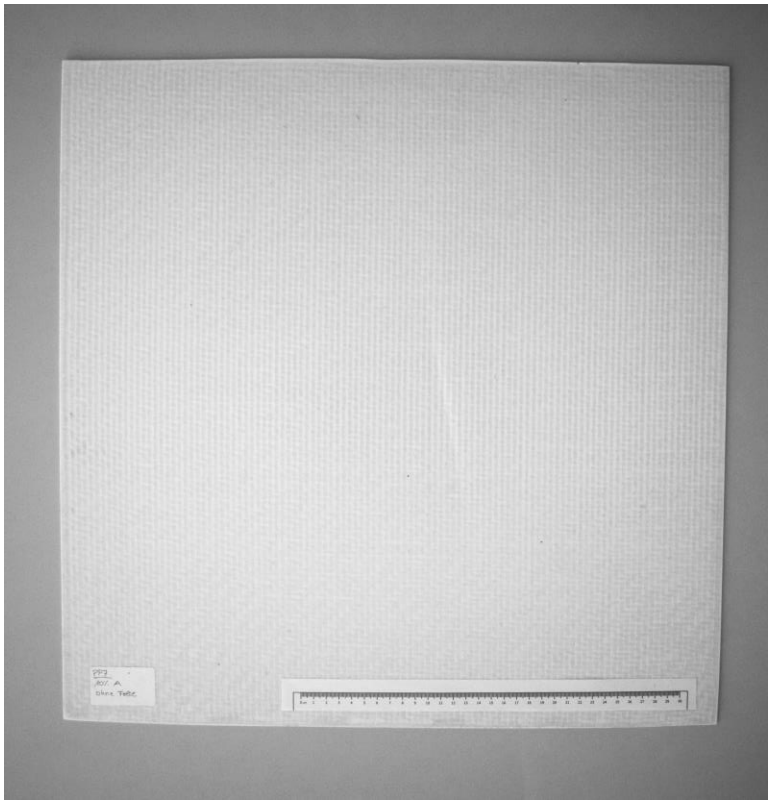


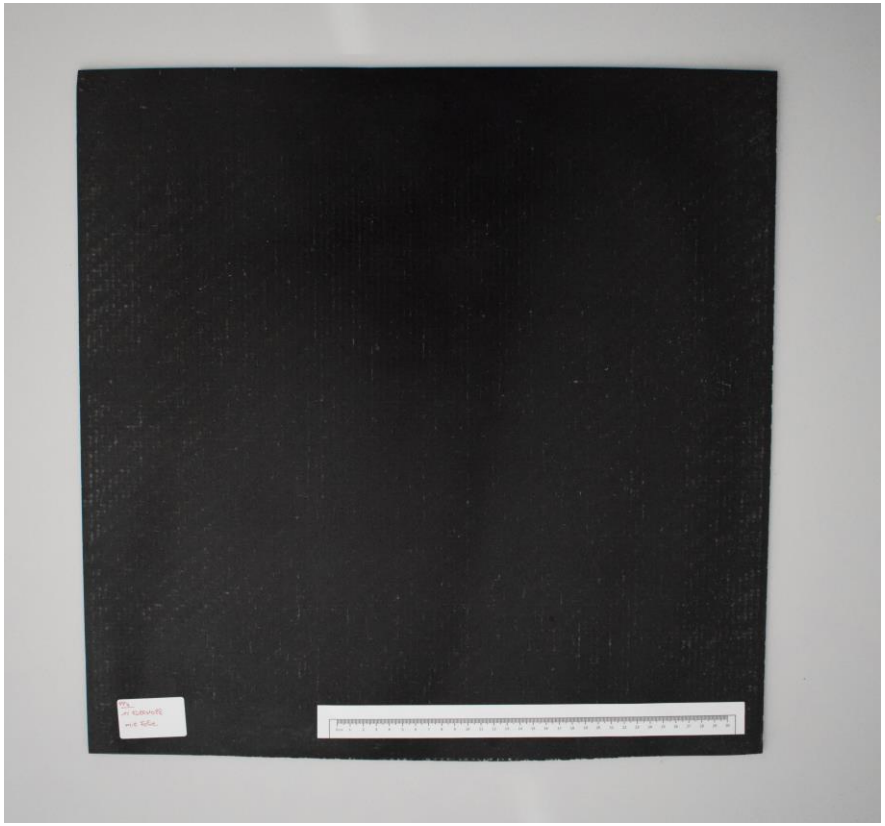
UPSCALING - LAMINIEREN

Upscaling - Laminieren

KUNSTSTOFF TECHNIK LEOBEN
WERKSTOFFKUNDE UND PRÜFUNG DER KUNSTSTOFFE

- **Glasfaserverbund mit 10m% Silica (links) und 1 m% CNT (rechts):**





ZUSAMMENFASSUNG

Zusammenfassung

- **Herstellung hierarchischer Strukturen mit vorgeschlagenem Weg möglich**
- **Verarbeitungsverfahren (Dispergieren des Füllstoffes, Wahl des Verfahrens) müssen auf verwendeten Füllstoff angepasst werden**
- **Gezielte Eigenschaftsverbesserungen können über hierarchische Strukturen erreicht werden**
- **Auch andere Eigenschaften konnten gezielt verbessert werden**
  - Benötigter Energiebedarf während Härtungsprozess
  - Elektrische Leitfähigkeit

Vielen Dank

an die Projektpartner:

bto-epoxy GmbH: DI K. Berger, M. Sieberer
SGL Composite GmbH: DI G. Cespedes-Gonzales,
Montanuniversitaet Leoben: Prof. W. Kern, Prof. G. Pinter, Dr. K. Krawczyk
University POLITEHNICA of Bucharest: Prof. D. M. Constantinescu, Prof. C. Picu, Dr. D. Apostol
SC COMPOZITE SRL: Dr. D. Rosu

und

den Fördergesellschaften:

FFG Austrian Research Promotion Agency

UEFISCDI EXECUTIVE AGENCY FOR HIGHER EDUCATION, RESEARCH, DEVELOPMENT AND INNOVATION FUNDING
INNOVATION AND CREATIVITY

VIELEN DANK FÜR IHRE AUFMERKSAMKEIT