

# Mikrowellenbasiertes Prozessmonitoring von Aushärtungsvorgängen bei der Herstellung von GFK-Bauteilen

Jannis GROH<sup>1</sup>, Mehdi JAVDANITEHRAN<sup>2</sup> und Jan SCHÜR<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Lehrstuhl für Hochfrequenztechnik, Friedrich-Alexander Universität  
Erlangen-Nürnberg, Erlangen

<sup>2</sup> Institute of Polymer Materials and Plastic Engineering, TU Clausthal, Clausthal

Kontakt E-Mail: jannis.groh@fau.de

## Kurzfassung

Die Qualität von GFK-Bauteilen hängt wesentlich vom Verarbeitungsverlauf der Matrix während der Aushärtung ab. Die genaue analytische Prozessführung gestaltet sich aufgrund der komplexen Zusammenhänge zwischen Geometrie und Reaktionskinetik schwierig und lässt sich nur begrenzt auf reale Systeme übertragen. Daher ist eine Online-Überwachung notwendig, um eine hohe Qualität sicher zu stellen.

Im hier betrachteten Anwendungsfall von 2-Komponenten-Matrix-Systemen erfolgt die Aushärtung nach der Vermischung von Harz und Härter als temperaturabhängige exotherme Vernetzungsreaktion. Dabei verknüpfen sich Reaktionspartnermoleküle zu dreidimensionalen Netzwerken, was eine Verringerung der molekularen Beweglichkeit hervorruft. Die Messung der sich entsprechend ändernden dielektrischen Eigenschaften im GHz-Bereich ermöglicht somit einen Rückschluss von der Permittivität auf den Aushärtegrad der Matrix. Durch die lokale Messung von Temperatur und Aushärtegrad an kritischen Stellen einer Faserverbundstruktur, kann ungleichmäßigen Wärmeentwicklungen in Abhängigkeit des Aushärtegrades entgegen gewirkt werden und eine gleichmäßigere und reproduzierbare Aushärtung ohne lokale Überhitzungen und thermische Verspannungen erreicht werden.

Für die Charakterisierung von dünnen aushärtenden Matrixproben ohne Fasern wurde ein offener Resonator verwendet, welcher für hoch präzise Permittivitätsmessungen von sehr dünnen und verlustarmen Proben geeignet ist. Zur Messung der Aushärtung von dickeren GFK-Proben, wurde ein quasioptischer Transmissionsaufbau verwendet. Die separate Vermessung der luft-, faser- und faser-matrix-gefüllten Reaktionskammer ermöglicht durch die Anwendung einer erweiterten Rayleigh Mixing Formel den Rückschluss auf die dielektrischen Eigenschaften der Matrix. Um gezielt den Aushärtegrad sehr lokal im Inneren einer Struktur zu bestimmen, wurde ein neuartiger draht- und chiploser Sensor entwickelt, mit dem Permittivität und Temperatur lokal erfasst werden können.

Die Messergebnisse der aushärtenden Matrix bei unterschiedlichen Temperaturen zeigen bei allen drei Messmethoden eine sehr gute Übereinstimmung im Vergleich mit dem, durch DSC-Messungen bestimmten Aushärtegrad und eignen sich somit bei passender Probengeometrie sehr gut für das Prozessmonitoring.

# Mikrowellenbasiertes Prozessmonitoring von Aushärtungsvorgängen bei der Herstellung von GFK-Bauteilen

J. Groh<sup>1</sup>, M. Javdanitehran<sup>2</sup>, J. Schür<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Friedrich-Alexander Universität Erlangen-Nürnberg (FAU)  
Institute of Microwaves and Photonics (LHFT)

[www.lhft.eei.fau.de](http://www.lhft.eei.fau.de)

[jannis.groh@fau.de](mailto:jannis.groh@fau.de)

<sup>2</sup> TU Clausthal

Institute of Polymer Materials and Plastic Engineering (PuK)

[www.puk.tu-clausthal.de](http://www.puk.tu-clausthal.de)

05.04.2017



## Gliederung

- Grundlagen
- Motivation
- Angewendete dielektrische Prozessmonitoringmethoden
  - Offener Resonator
  - Freistrahlmessaufbau
  - Drahtloser Sensor
- Zusammenfassung
- Ausblick



## Aufbau von Faserverbundwerkstoff

### Faser

- Festigkeit
- Steifigkeit
- Drapierfähigkeit
- Ermüdungsverhalten
- Energieaufnahme

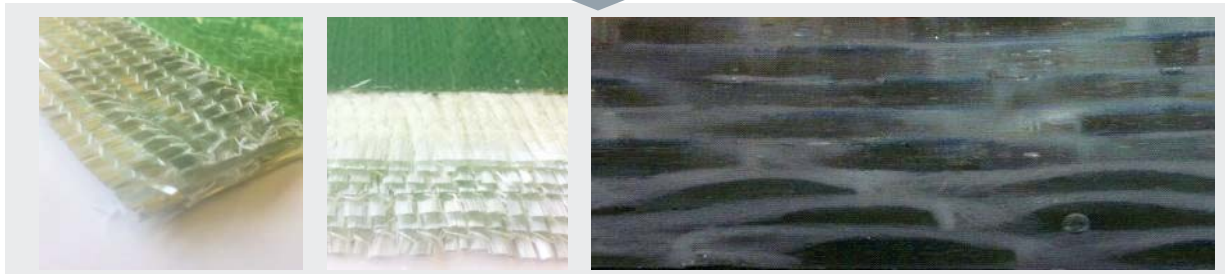


### Matrix

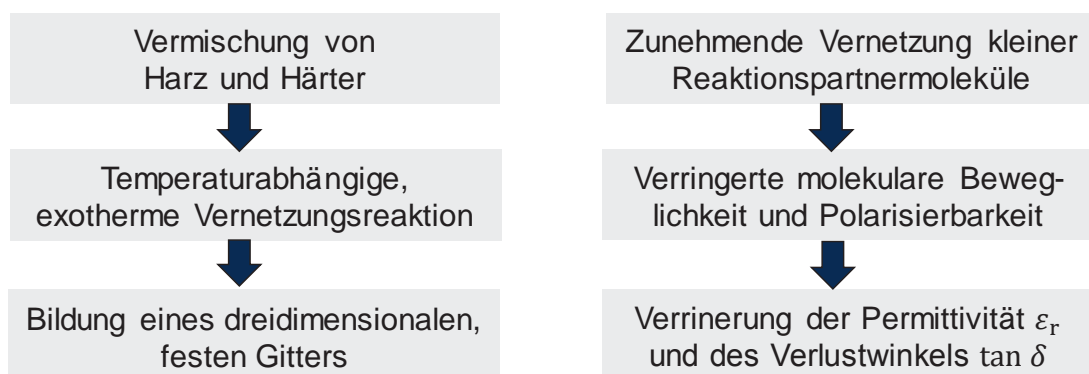
- Kraftübertragung
- Formgebung
- Oberflächenbeschaffenheit
- UV-Beanspruchung
- Wärmeformbeständigkeit

Duroplaste

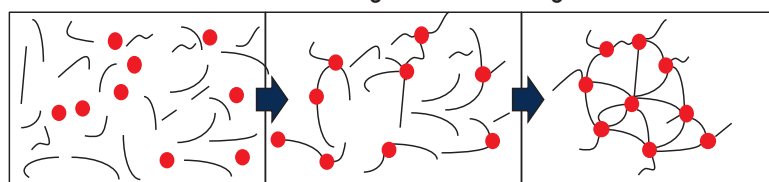
Thermoplaste



## Aushärtung einer duroplastischen Polymermatrix



Schematische Darstellung der Vernetzungsreaktion:



Aushärtung →

→ Detektion über Änderung der Polarisierbarkeit des entstehenden Gitters

→ Messung der dielektrischen Eigenschaften im GHz-Bereich

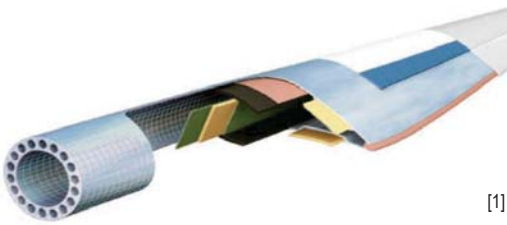
## Problematik bei der Aushärtung einer duroplastischen Polymermatrix

Temperaturabhängige,  
exotherme Vernetzungsreaktion

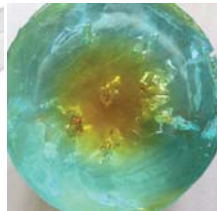
Geringe Temperaturleitfähigkeit  
von Matrix und Fasern

Entstehung eines Lawineneffekt und  
ungleichmäßiger Temperaturverteilungen

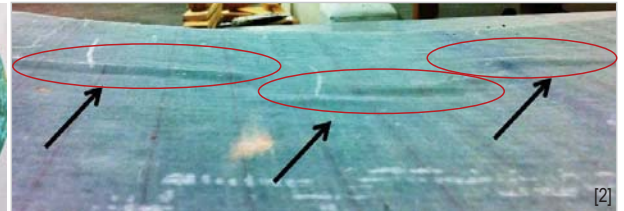
Materialverspannungen durch Temperaturunterschiede,  
ungleichmäßige Aushärtung,  
mögliche Zersetzung der Matrix bei Temperaturmaxima



Rotorblatt einer Windkraftanlage



[1]

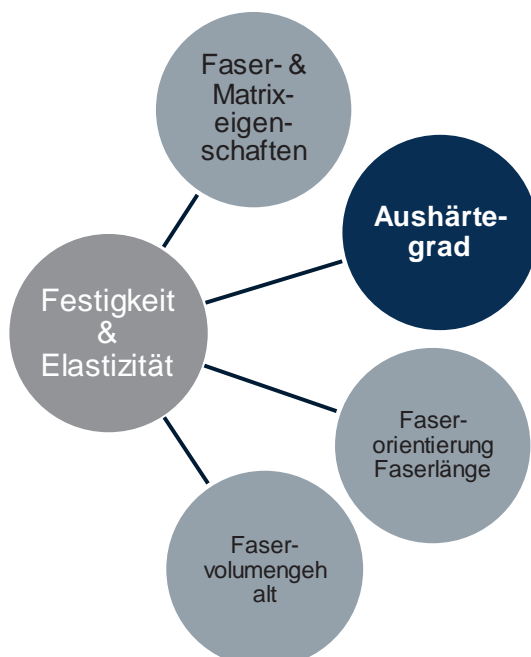


[2]

Verbrennung und Wellenbildung durch lokale Temperaturmaxima

## Motivation

### • Optimierung durch Prozessmonitoring und Regulierung während der Aushärtung:



#### Qualität:

- Uniforme Aushärtung
- Kontrollierbarer Aushärtegrad
- Mechanische Eigenschaften

#### Zeit & Kosten:

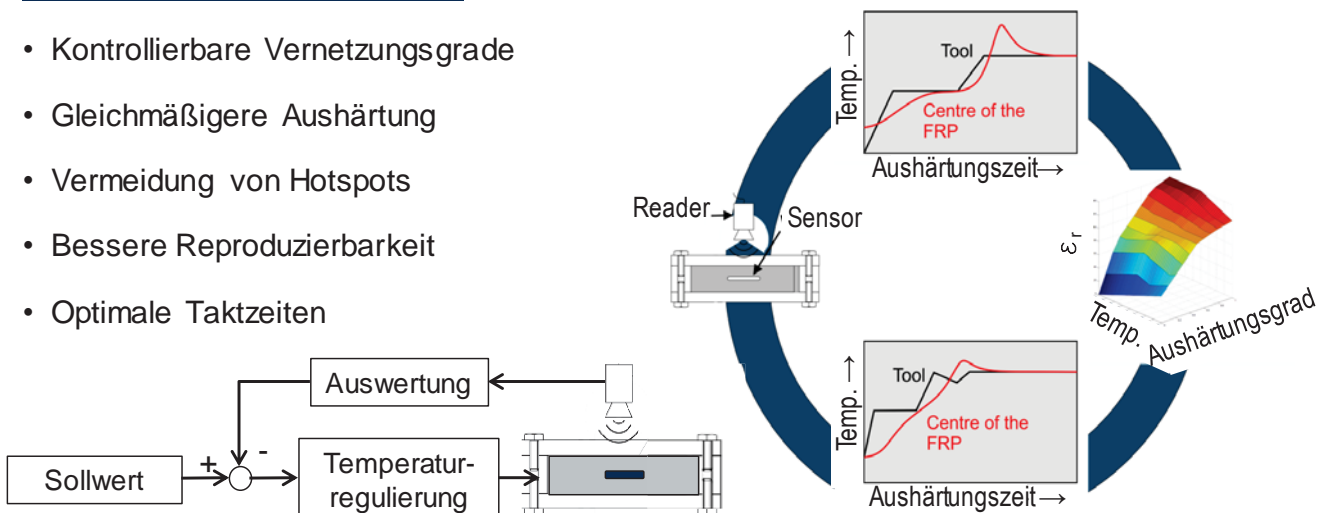
- Taktzeit
- Entformungszeit
- Ausschuss
- Auslastungsgrad der Anlagen

## Prozesskontrolle

- Messung der Permittivität und Temperatur der reagierenden Matrix
- Bestimmung des Vernetzungsgrades
- Regelkreis zur Kontrolle und Anpassung der Temperatur

## Ziele der Prozesskontrolle

- Kontrollierbare Vernetzungsgrade
- Gleichmäßigere Aushärtung
- Vermeidung von Hotspots
- Bessere Reproduzierbarkeit
- Optimale Taktzeiten



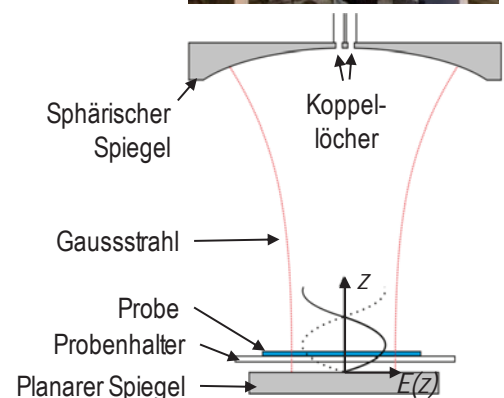
# Cure-Monitoring mit offenem Resonator

## Hemisphärischer offener Resonator

- Sehr präzise Charakterisierung von verlustarmen, dünnen ein- und mehrschichtigen Proben
- Auswertung der Resonanzänderung in Abh. von Ort, Dicke und komplexer Permittivität der Probe
- Nutzung eines erweiterten Algorithmus zu Korrektur der Probendicke

## Eckdaten:

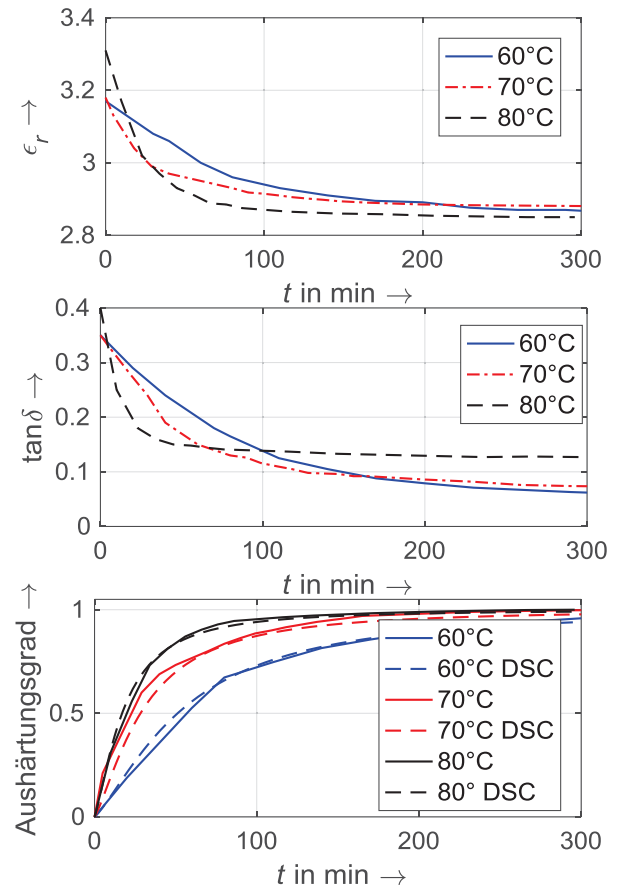
- TEM<sub>0030</sub>-Mode bei 24 GHz
- Güte  $\approx 100.000$
- 0,2 mm Probenhalter aus verlustarmen RO4003C
- Dicke der Probe  $\approx 0,2$  mm
- Messungen in Klimakammer mit konstanter Temperatur



## Messergebnisse:

- Abnehmende Permittivität  $\epsilon_r$  und Verlustwinkel  $\tan \delta$  mit zunehmendem Vernetzungsgrad
- Temperaturabhängigkeit von Permittivität und Reaktionsgeschwindigkeit
- Verifizierung des direkten Zusammenhangs zwischen Aushärtegrad  $\alpha$  und Permittivität durch Normierung und Vergleich mit DSC-Messungen:

$$\alpha = \frac{\epsilon_r(t_0) - \epsilon_r(t)}{\epsilon_r(t_0) - \epsilon_r(t_{\text{end}})}$$

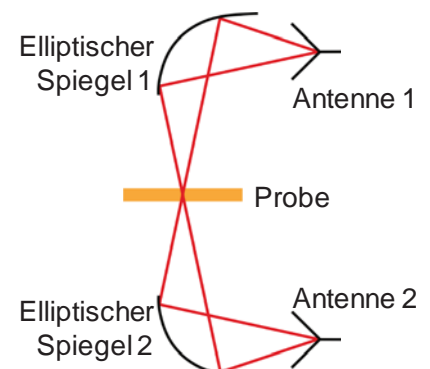


## Quasioptischer Transmissionsaufbau

- Charakterisierung von ein- und mehrschichtigen Proben
- Auswertung des Transmissionsignal in Abh. von Dicke und komplexer Permittivität der Probe

## Aufbau:

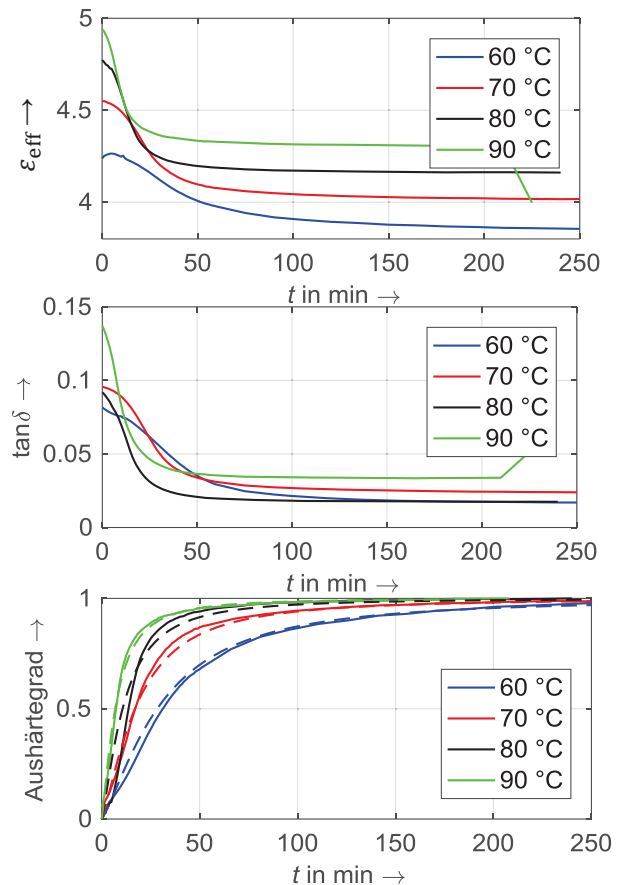
- Betriebsfrequenz: 18 – 26,5 GHz
- Elliptische Spiegel zur Refokussierung in die Probenmitte
- Per Vakuuminfusion befüllbarer Probenhalter
- Dicke der Probe  $\approx 4$  mm
- Messungen in Klimakammer mit konstanter Temperatur



## Messergebnisse GFK-Proben:

- Permittivität der Matrix nicht direkt messbar  
→ Faser-Matrix-Mischpermittivität  $\epsilon_{\text{eff}}$
- Abnehmende Permittivität und Verlustwinkel  $\tan \delta$  mit zunehmendem Vernetzungsgrad
- Temperaturabhängigkeit von Permittivität und Reaktionsgeschwindigkeit
- Verifizierung des direkten Zusammenhangs zwischen Aushärtegrad und Permittivitätsmessungen durch Normierung und Vergleich mit DSC-Messungen (gestrichelt): :

$$\alpha = \frac{\epsilon_r(t_0) - \epsilon_r(t)}{\epsilon_r(t_0) - \epsilon_r(t_{\text{end}})}$$

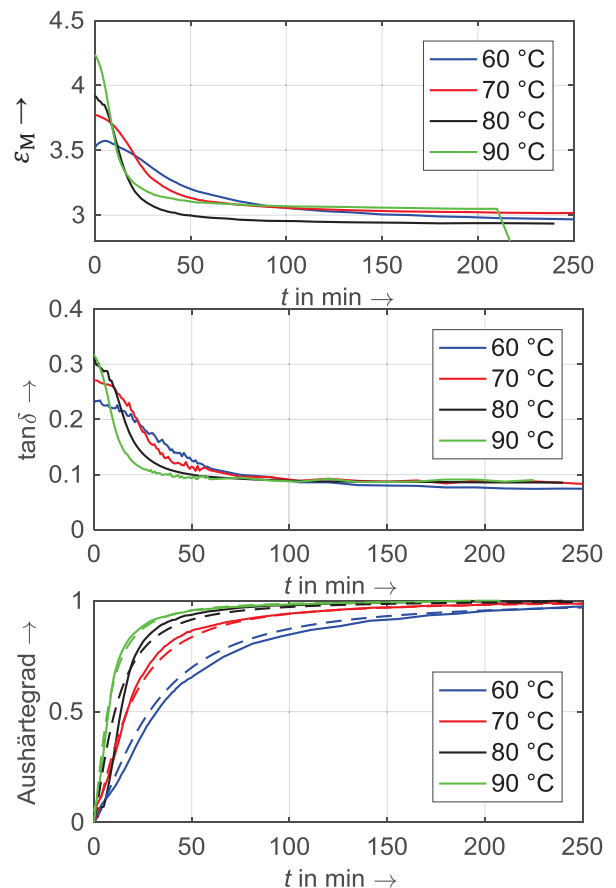
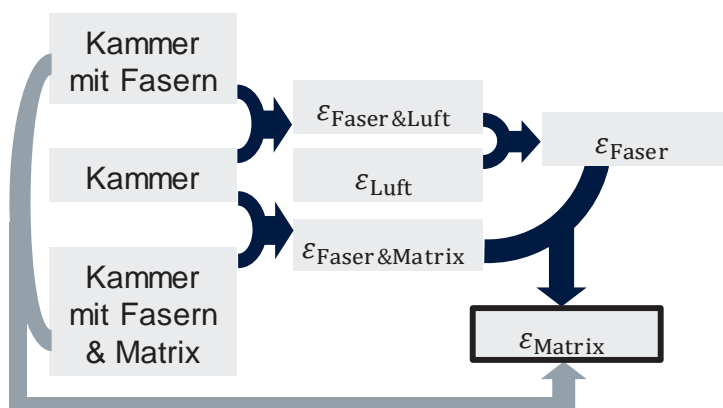


## Messergebnisse GFK-Proben:

- Isolation der Matrixpermittivität  $\epsilon_M$  mittels erweiterter Rayleigh Mixing Formel [3]:

$$\frac{\epsilon_{\text{eff}} - \epsilon_M}{\epsilon_{\text{eff}} + 2\epsilon_M + \nu(\epsilon_{\text{eff}} - \epsilon_M)} = \frac{\delta_F(\epsilon_F - \epsilon_M)}{\epsilon_F + 2\epsilon_M + \nu(\epsilon_{\text{eff}} - \epsilon_M)}$$

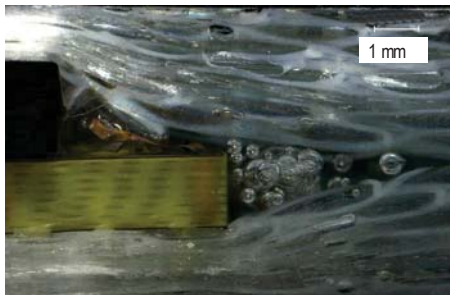
- Iterative Korrektur des Faservolumenanteils  $\delta_F$  über duale Auswertung:



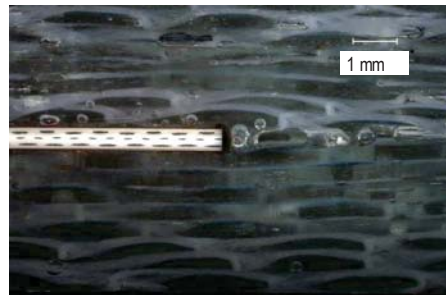
## Einbettung von Sensoren:

- Besonders hohe Beeinträchtigung einer GFK-Struktur durch zunehmende Sensordicke (zunehmende Undulation der Fasern und Entstehung von Harztaschen)
  - Sensorkonzept ausschließlich basierend auf Leitungsstrukturen
  - Verwendung von dünnem HF-Substrat (2 x 0,2 mm RO4003C)
- Stripline-Struktur zur Vermeidung von zusätzlichen Interaktionen mit umgebender Matrix
- Optimierung der Anbindung
  - Sensoroberfläche: Plasma-behandelter Lötstoplack
  - Aussparungen in Sensor für Durchtränkung mit der Matrix

FR4-Platine mit diskreten Bauteilen:



Verwendete RO4003 Stripline-Struktur:



Entwickelter Sensor:

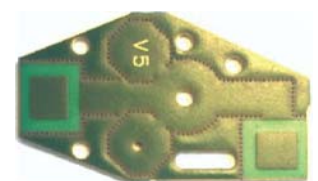


## Passiver, draht- und chiploser Stripline Sensor

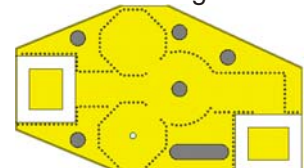
- Lokale Messung mit einbettbarem Sensor
- Charakterisierung eines kleinen Probenvolumens in Bohrung
- Auswertung der Resonanzfrequenz in Abh. der komplexen Permittivität der Probe
- Drahtlose Temperatur- und Permittivitätsmessung

## Aufbau 24 GHz Sensor mit SIW-Resonatoren:

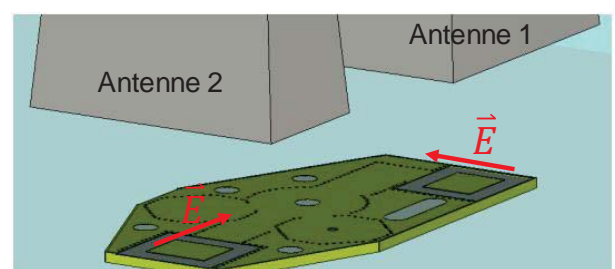
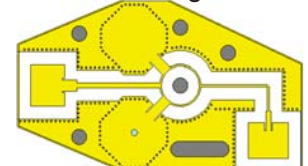
- Orthogonal polarisierte Sende- und Empfangsantennen
- 2 SIW-Resonatoren (mit/ohne Bohrung)
  - Beide temperaturabhängig
  - Durchbohrter zusätzlich beeinflusst von Probenpermittivität



Oberste Lage:



Mittlere Lage:

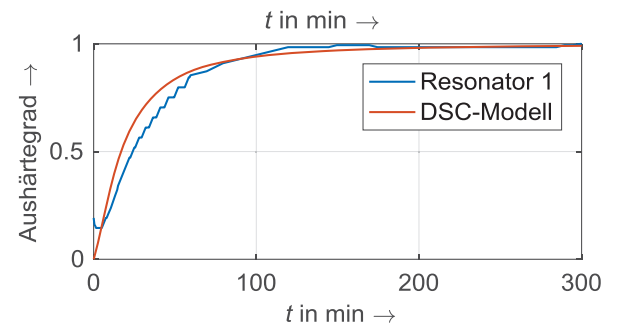
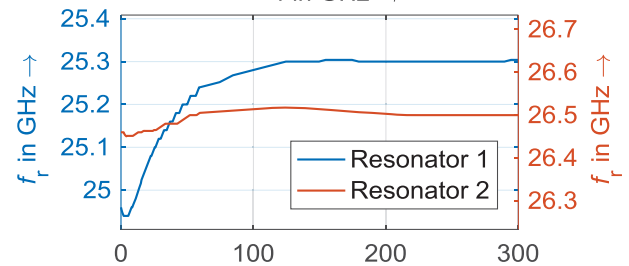
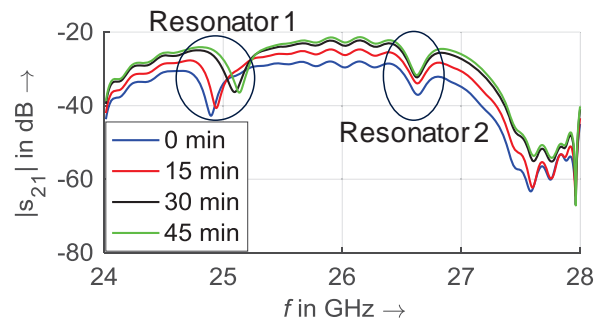
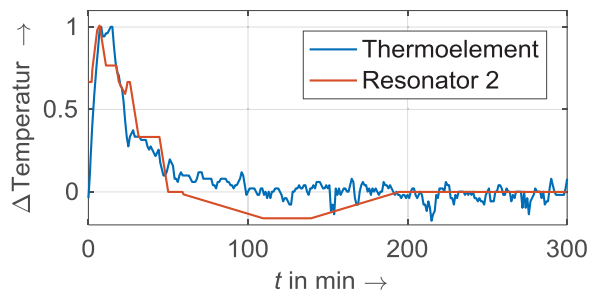




## Messergebnisse bei 80° C:

- Kodiertes Übertragungsspektrum
- Auswertung beider Absorptionsresonanzen
- Konstante Außentemperatur  
→ Kaum Änderungen bei Resonator 2
- Gute Übereinstimmung von DSC-Messung und normierter Änderung der Resonanzfrequenz von Resonator 1

$$\alpha = \frac{f_r(t) - f_r(t_0)}{f_r(t_{\text{end}}) - f_r(t_0)}$$



## Zusammenfassung

### Dielektrisches Prozessmonitoring bei 24 GHz

- Hohe Korrelation zwischen dielektrische Matriceigenschaften und Vernetzungsgrad
- Gute Eignung zur Überwachung und Bestimmung des Aushärtegrades
- Bereitstellung von Online-Regelgrößen zur Prozessoptimierung

### Offener Resonator

- Sehr genau aber langsame Messdatenaufnahme => zeitliche Mittelung
- Nur für sehr dünne Proben (=> ohne Glasfasern) einsetzbar

### Freistrahltransmissionsaufbau

- Dickere durchstrahlbare Proben (mit und ohne Fasern) => Mittelwert über Probenquerschnitt
- Schnelle Datenaufnahme
- Anfällig für geometrische Veränderungen der Probe

### Drahtloser Sensor

- Sehr lokale Messung im Inneren von Strukturen => Bestimmung in Sensorebene
- Simultane Messung von Permittivität und Temperatur

## Weiterentwicklung der drahtlosen Sensoren

- Deutliche Verkleinerung der Sensoren zur Erhöhung der Integrierbarkeit
- Integration von weitem Sensorelementen
  - Belastungsmessung
  - Verformungsmessung
  - Fließfrontendetektion
- Implementierung von Adresselementen zur Nutzung in Sensornetzwerk
- Reduzierung der Störuneempfindlichkeit auch bei tiefer Einbettung
- Nutzung für späteres Healthmonitoring
  - Detektion von Delamination und Rissen
  - Messung von Feuchtigkeit
- Erweiterungsmöglichkeiten zum Einsatz in Kohlefaserverbundstrukturen

## Quellen:

- [1] Gurit WIND ENERGY HANDBOOK, <http://www.gurit.com/wind-energy-handbook.aspx>
- [2] R. Hardis, Cure Kinetics characterization and monitoring of an epoxy resin for this composite structures, 2012, <http://lib.dr.iastate.edu/cgi/viewcontent.cgi?article=3615&context=etd>
- [3] A. H. Sihvola, "Self-Consistency Aspects of Dielectric Mixing Theories", IEEE Transactions on Geoscience and Remote Sensing, Vol. 27. No. 4, July 1989, pp 403-415.