



TECHNISCHE  
UNIVERSITÄT  
DRESDEN



Fakultät Maschinenwesen Institut für Textilmaschinen und Textile Hochleistungswerkstofftechnik

Richard Müller

**Einsatz von Prozessanalyse und Qualitätsregelkreisen  
zur Fehlervermeidung in der Fertigung von  
Gasdiffusionslagen**

Dissertation





**Fakultät Maschinenwesen**

**Institut für Textilmaschinen und  
Textile Hochleistungswerkstofftechnik**

## **DISSERTATION**

### **Einsatz von Prozessanalyse und Qualitätsregelkreisen zur Fehlervermeidung in der Fertigung von Gasdiffusionslagen**

Eingereicht von: Dipl.-Ing. Richard Müller, geb. am  
16.07.1987 in Dresden

Verteidigt: In Dresden, am 26.01.2018

Gutachter: Prof. Dr.-Ing. habil. Dipl.-Wirt. Ing. Chokri  
Cherif (TU Dresden)

Prof. Dr. Frank Ficker (Hochschule Hof)

## Vorwort

Diese Arbeit entstand während meiner Tätigkeit für die Freudenberg-Firmengruppe, hauptsächlich die ehemalige Freudenberg Fuel Cell Components Technology SE & Co. KG sowie zuletzt die Freudenberg Technology Innovation SE & Co. KG, in enger Zusammenarbeit mit dem Institut für Textilmaschinen und textile Hochleistungswerkstofftechnik der TU Dresden.

Mein besonderer Dank gebührt dabei Herrn Prof. Chokri Cherif für sein dem Thema entgegengebrachtes Interesse, die Übernahme der Betreuung meiner Arbeit, die zahlreichen angeregten und sehr konstruktiven Diskussionen und methodischen Ratschläge. Herrn Prof. Frank Ficker möchte ich ebenfalls für sein Interesse und die Bereitschaft zur Erstellung des Zweitgutachtens danken.

Weiterhin gebührt mein Dank Herrn Dr. Stefan Duda von Freudenberg für das Ermöglichen dieser Arbeit und seine Betreuung. Besonders bedanken möchte ich mich bei Frau Dr. Judith Haller für ihren unermüdlichen Einsatz, ihre Motivation und ihre Geduld mit mir im Entstehungsprozess dieser Arbeit, währenddessen wir beide viel gelernt haben.

Auch allen ehemaligen Kollegen bei Freudenberg, die mich über die Jahre mit konstruktiven Ratschlägen, viel Humor, ihrer Gesellschaft und einem offenem Ohr begleitet haben und mir mit großem Einsatz bei der Umsetzung meiner Ideen und Versuche zur Seite standen möchte ich herzlich danken: Achim Bock, Dr. Marina Carrella, David Fischer, Dr. Thomas Fischer, Kristof Klein, Klaus Leister, Dr. Kristina Margarit-Puri, Marco Pötschat, Dr. Christian Quick, Wolfgang Riesner, Karim Salama, Achim Weller, Anja Zeig und alle hier nicht genannten. Außerdem danke ich allen Kollegen der Abteilung Fibers and Textiles für die konstruktiven Diskussionen und die Verköstigung mit leckeren Backwaren sowie Michael Zamminer und der gesamten Mannschaft des Vliesstofftechnikums Weinheim, ohne die mancher Versuch nicht umsetzbar gewesen wäre.

In gleichem Maße zum Erfolg beigetragen haben die Kollegen der Forschungsgruppe Mess- und Sensortechnik des ITM, insbesondere

Dr. Andreas Nocke für seine Betreuung, seinen stets interessierten, humorvollen und unvoreingenommenen Blick von außen und seine stetige Unterstützung meiner Vorhaben. Auch Georg Bardl, Eric Häntzsche, Reimar Unger und den restlichen Kollegen möchte ich danken.

Meiner Familie und meinen Freunden möchte ich für ihre immerwährende Unterstützung und ihr offenes Ohr für all die Probleme danken, die ihnen sicherlich sehr fremd erschienen.

Obwohl diese Arbeit nur einen Autor nennt ist sie doch das Werk vieler Menschen, ohne deren Unterstützung sie nicht möglich gewesen wäre.

Dresden, den 31.07.2017



---

## **Inhaltsübersicht**

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Stand der Technik</b>	<b>5</b>
<b>3</b>	<b>Problemstellung und Zielsetzung</b>	<b>17</b>
<b>4</b>	<b>Analyse und Klassifizierung von GDL-Fehlern</b>	<b>20</b>
<b>5</b>	<b>Theoretische Grundlagen</b>	<b>49</b>
<b>6</b>	<b>Eingesetzte Untersuchungsmethoden</b>	<b>60</b>
<b>7</b>	<b>Herstellungsverfahren der untersuchten Gasdiffusionslagen im Überblick</b>	<b>81</b>
<b>8</b>	<b>Basisvliesstoffherstellung</b>	<b>84</b>
<b>9</b>	<b>Dickenkalibrierung</b>	<b>113</b>
<b>10</b>	<b>Carbonisierung</b>	<b>156</b>
<b>11</b>	<b>Data Mining für die GDL-Herstellung</b>	<b>167</b>
<b>12</b>	<b>Qualitätsregelkreise zum GDL-Produktionsprozess</b>	<b>178</b>
<b>13</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>184</b>
<b>14</b>	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>186</b>
<b>15</b>	<b>Abbildungsverzeichnis</b>	<b>192</b>
<b>16</b>	<b>Abkürzungsverzeichnis</b>	<b>201</b>
<b>17</b>	<b>Formelverzeichnis</b>	<b>203</b>
<b>18</b>	<b>Anlagenverzeichnis</b>	<b>204</b>

---

## Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Stand der Technik</b>	<b>5</b>
2.1	Brennstoffzellen	5
2.2	Gasdiffusionslagen	11
<b>3</b>	<b>Problemstellung und Zielsetzung</b>	<b>17</b>
<b>4</b>	<b>Analyse und Klassifizierung von GDL-Fehlern</b>	<b>20</b>
4.1	Fehlerklassifizierung	22
4.2	Fehleridentifizierung	26
4.3	Auswahl zu analysierender Fehlerbilder	27
4.4	Charakteristika der ausgewählten Fehlerbilder	42
4.4.1	Bahndeformationen	42
4.4.2	Umlaufende Verdickungen von Wickeln in Umfangsrichtung	44
4.4.3	Längs- und Queraufrauhungen sowie Rauhspuren	45
<b>5</b>	<b>Theoretische Grundlagen</b>	<b>49</b>
5.1	Physikalische und mechanische Grundlagen	49
5.1.1	Zug-, Biege- und Druckspannungen in Warenbahnen	49
5.1.2	Elastizitäts- und Kompressionsmoduli	52
5.1.3	Elastizität und Plastizität	53
5.1.4	Umformmechanismen im GDL-Basisvliesstoff und Versagensarten von Fasern	54
5.2	Statistik	55
5.2.1	Korrelationsanalyse	55

---

5.2.2	Regressionsanalyse	56
5.2.3	Zweistichproben-t-Tests und Konfidenzintervalle	56
5.2.4	Stichprobenumfang	57
5.3	Qualitätsregelkreise	58
<b>6</b>	<b>Eingesetzte Untersuchungsmethoden</b>	<b>60</b>
6.1	Mechanische Eigenschaften	64
6.1.1	Höchstzugkraft und Höchstzugkraftdehnung	64
6.1.2	Elastizitätsmodul und Kompressibilität	66
6.1.3	Elastische und plastische Deformation bei Zugbelastungen	67
6.1.4	Flächenmasse	70
6.1.5	Biegesteifigkeit	72
6.1.6	Dickenmessung	74
6.2	Thermische Eigenschaften	75
6.2.1	Wärmeleitfähigkeit	75
6.3	Bildgebende Verfahren	78
6.3.1	Schliffbildmikroskopie	78
6.3.2	Rasterelektronenmikroskopie	78
6.3.3	$\mu$ -Computertomographie	79
<b>7</b>	<b>Herstellungsverfahren der untersuchten Gasdiffusionslagen im Überblick</b>	<b>81</b>
<b>8</b>	<b>Basisvliesstoffherstellung</b>	<b>84</b>
8.1	Prozess der Vliesbildung und Verfestigung	84
8.2	Charakterisierung des GDL-Basisvliesstoffes	90
8.3	Fehlerbilder des GDL-Basisvliesstoffes	103

---

<b>9</b>	<b>Dickenkalibrierung</b>	<b>113</b>
9.1	Prozess der Dickenkalibrierung des GDL-Basisvliesstoffes	113
9.2	Charakterisierung des dickenkalibrierten GDL-Basisvliesstoffes	120
9.3	Fehlerbilder des dickenkalibrierten GDL-Basisvliesstoffes	130
9.3.1	Prozessbeobachtung	130
9.3.2	Hypothesenbildung und Verifikation	135
9.3.3	Maßnahmen zur Fehlervermeidung	146
<b>10</b>	<b>Carbonisierung</b>	<b>156</b>
10.1	Prozess der Carbonisierung	156
10.2	Charakterisierung carbonisierten GDL-Substrates	157
10.3	Fehlerbilder im Carbonisierprozess	163
<b>11</b>	<b>Data Mining für die GDL-Herstellung</b>	<b>167</b>
11.1	Datenerhebung	167
11.2	Auszuwertende Parameter	172
11.3	Ergebnisse der Parameteranalysen	173
<b>12</b>	<b>Qualitätsregelkreise zum GDL-Produktionsprozess</b>	<b>178</b>
12.1	Wulstbildung und Längsaufrauung	178
12.2	Queraufrauung	181
<b>13</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>184</b>
<b>14</b>	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>186</b>
<b>15</b>	<b>Abbildungsverzeichnis</b>	<b>192</b>

<b>16</b>	<b>Abkürzungsverzeichnis</b>	<b>201</b>
<b>17</b>	<b>Formelverzeichnis</b>	<b>203</b>
<b>18</b>	<b>Anlagenverzeichnis</b>	<b>204</b>

## 1 Einleitung

Aufgrund der stetig wachsenden Weltbevölkerung und zunehmenden Industrialisierung in weiten Teilen der Erde zeichnet sich seit längerem ein weltweit steigender Energiebedarf ab. Dessen Deckung beruht derzeit noch größtenteils auf Technologien, die auf fossilen Brennstoffen basieren. Deren endliche Verfügbarkeit wird in Zukunft voraussichtlich zu stark steigenden Preisen führen. Ein weiteres Problem sind von diesen konventionellen Energieträgern ausgehende Gefahren für Menschen und Umwelt, wie beispielsweise der Ausstoß großer Mengen von Abgasen in dicht besiedelten und industrialisierten Gebieten oder die Zerstörung von Landschaften bei der Gewinnung von Kohle, Erdöl und Erdgas. Die Entwicklung alternativer Möglichkeiten zur Erzeugung von Elektroenergie als Primärenergie ist daher eine Notwendigkeit, der sich gewidmet werden muss.

Durch die in den letzten Jahren verstärkte Nutzung von Photovoltaik und Windkraftanlagen haben sich weitere Herausforderungen in der Gestaltung der Energieversorgung aufgetan. Diese beiden Technologien sowie die Stromerzeugung per Wasserkraft und aus Biomasse sind die weltweit und auch in Deutschland hauptsächlich genutzten regenerativen Quellen [1], [2] zur Elektroenergiegewinnung. Photovoltaik und Windenergienutzung sind hinsichtlich ihrer möglichen Nutzung stark von lokal und zeitlich veränderlichen Wetterbedingungen abhängig. Dadurch variiert auch der Energieertrag örtlich und zeitlich, was der Energiebedarf nicht im gleichen Maße tut [2]. Wird die durch Windkraft und Sonne gewonnene Elektroenergie trotzdem in ein auf eine zentrale Energieversorgung optimiertes Stromnetz eingespeist, so ergeben sich starke Lastschwankungen, die durch das logistisch aufwendige Zu- bzw. Abschalten konventioneller Kraftwerke zu kom-

pensieren sind. Es werden folglich Speichertechnologien für elektrische Energie benötigt, welche es erlauben, zu Spitzenzeiten produzierte Energieüberschüsse zu konservieren und später bei Bedarf wieder zur Verfügung zu stellen.

Eine in diesem Bereich vielversprechende Technologie ist „Power to Gas“, womit die Synthese von Wasserstoff oder Methan als chemische Energieträger bezeichnet wird. Diese Gase können anschließend in konventionellen Verbrennungsanlagen oder in Brennstoffzellen (BZ) wieder in elektrische Energie gewandelt werden. [3]

Diese Kombination an Technologien als Möglichkeit zur Zwischenspeicherung und späteren Nutzung von Energieüberschüssen stellt nicht nur eine wichtige Technologie beim schrittweisen Übergang auf eine regenerierbare Energieerzeugung dar, sondern eine Möglichkeit, die Brennstoffzellentechnologie sowohl für stationäre als auch mobile Anwendungen zu etablieren. Es besteht die Möglichkeit die Brennstoffe für Brennstoffzellenaggregate ohne zusätzliche Aufwendungen für Energiekosten mit Hilfe von ohnehin vorhandenen Stromüberschüssen zu synthetisieren. Dadurch entkräftet sich das oft genannte Argument der mangelnden Wirtschaftlichkeit der Brennstoffzellentechnologie aufgrund der hohen Kosten für die Herstellung von Wasserstoff bzw. Methan, welche dieser meist als Treibstoffe dienen.

Die per „Power to Gas“-Technologie synthetisierten Gase können neben konventionellen Verbrennungsprozessen in zentralen Großkraftwerken auch kleineren, dezentralen Blockheizkraftwerken mit Kraft-Wärme-Kopplung zugeführt werden, welche in moderner Ausführung bei Nutzung von Brennstoffzellenaggregaten Gesamtwirkungsgrade bis zu 80 % erreichen können [4]. Weiterhin kann insbesondere Wasserstoff mit seiner hohen gravimetrischen Energiedichte

als Energieträger für mobile Anwendungen eingesetzt werden [5]. Durch jahrzehntelange Erfahrung im Umgang mit Wasserstoff in chemisch-industriellen Anwendungen haben Behälterkonstruktionen heute ein sehr hohes sicherheitstechnisches Niveau erreicht. Diese Behälterkonstruktionen erlauben das Mitführen größerer Mengen Wasserstoff mit gleichem oder geringerem Risiko eines Austretens bei Unfällen, wie es bei Tankkonstruktionen für konventionelle Treibstoffe besteht [5].

Ein großer Vorteil insbesondere der mit Wasserstoff betriebenen Brennstoffzellentechnologie besteht darin, dass aus dem Verbrennungsprozess keinerlei Emissionen außer Wasser bzw. Wasserdampf hervorgehen. Gerade in ohnehin stark mit Emissionen belasteten Gebieten wie Großstädten kann so speziell im Fahrzeugbereich durch den Einsatz von elektrischen Antrieben in Kombination mit Brennstoffzellen anstatt herkömmlicher Verbrennungsmotoren eine erhebliche Senkung der potenziell umwelt- und gesundheitsschädlichen Abgasmenge erfolgen.

Als Argument gegen die Nutzung von Elektrofahrzeugen wird häufig deren gegenüber mit konventionellen Antrieben ausgestatteten Fahrzeugen wesentlich geringere Reichweite angeführt. Diese Einschränkung liegt jedoch nicht der elektrischen Motorisierung zugrunde, sondern der Stromversorgung dieser mittels Akkumulatoren. Wird stattdessen ein Brennstoffzellenaggregat verwendet, lassen sich problemlos Reichweiten realisieren, die denen von mit Verbrennungsmotoren ausgestatteten Fahrzeugen ebenbürtig sind. Ladezeiten für die Akkumulatoren entfallen ebenfalls, da die benötigten Brennstoffe dem Fahrzeug auf einfache Weise analog konventioneller Kraftstoffe wie Benzin oder Diesel per Betankung zugeführt werden. Brennstoffzellenbasierte Elektrofahrzeuge lassen somit ein vergleichbares Nut-

zungsverhalten wie mit konventionellen Verbrennungsantrieben ausgestattete Fahrzeuge zu. [5]

Die Verwendung von Brennstoffzellentechnologie stellt folglich ein Bindeglied dar. Durch sie kann die Erfüllung der gewohnheitsmäßigen Ansprüche von Konsumenten gewährleistet und gleichzeitige der Umstieg auf eine emissionsarme, durch nachhaltige Energiegewinnung gestützte Mobilität und Energieerzeugung realisiert werden.

Einer weitreichenden Verbreitung der Brennstoffzellentechnologie stehen bislang die hohen Herstellungskosten der benötigten Komponenten im Wege. Es wird intensive Forschung betrieben, um teure Materialien, wie z.B. Platin als Katalysator, durch günstigere zu ersetzen [6]. Andere Komponenten sind in ihrer Herstellung sehr aufwendig, hierzu zählen die Gasdiffusionslagen im Inneren des weit verbreiteten Typs der Polymerelektrolytbrennstoffzelle. Es treten zwischen den einzelnen Fertigungsschritten im Herstellungsprozess dieser Gasdiffusionslagen Wechselwirkungen auf, die zu unerwünschten Materialveränderungen führen. Die Ursachen dieser Wechselwirkungen sind nicht vollends verstanden. Diese Arbeit soll durch eine Vertiefung des Verständnisses der Herstellungsprozesse von Gasdiffusionslagen die Grundlage für eine Optimierung der Prozessführung bilden. Zu diesem Zweck soll ein Qualitätsregelkreis aufgestellt werden, der die Einflüsse auf essentielle Materialeigenschaften über verschiedene Prozessstufen hinweg abbildet und bei Abweichungen dieser Eigenschaften Korrekturen erlaubt. Somit sollen eine Kostenreduktion durch Einleitung von Maßnahmen zur Verminderung ungewünschter Materialveränderungen sowie eine Leistungssteigerung der Komponenten durch gezieltes Materialdesign per Prozessmodifikation ermöglicht werden.

## 2 Stand der Technik

### 2.1 Brennstoffzellen

Die Brennstoffzelle ist ein um 1839 von W. Grove [7] entwickelter elektrochemischer Energieumwandler, welcher es erlaubt, durch kontrolliert ablaufende Oxidationsreaktionen die in verschiedenen Brennstoffen, wie etwa Alkoholen, Methan oder auch reinem Wasserstoff, enthaltene chemische Energie direkt in elektrische und thermische Energie umzuwandeln. Je nach Brennstoff unterscheiden sich dabei die Betriebsbedingungen und der Aufbau der Brennstoffzellen beträchtlich. Werden reformierte Gase (Erdgas, Biogas, Kohlegas) als Brennstoff verwendet, so wurden diese zuvor in einer separaten Reaktion in Wasserstoff und Kohlenstoffdioxid bzw. Kohlenstoffmonoxid umgesetzt. Der im jeweiligen Gas enthaltene Wasserstoff kann auf diese Weise genutzt werden. In Tabelle 2-1 sind beispielhaft einige Typen von Brennstoffzellen mit ihren Parameter aufgelistet:

Tabelle 2-1: ausgewählte Brennstoffzellentypen und ihre Betriebsparameter [8], [9]

Bezeichnung	Alkalische Brennstoffzelle	Polyelektrolytmembran-Brennstoffzelle	Phosphorsäure-Brennstoffzelle	Schmelzkarbonat-Brennstoffzelle	Festoxid-Brennstoffzelle
Kurzbezeichnung	AFC	PEMFC	PAFC	MCFC	SOFC
Parameter					
Elektrolyt	Wässrige KOH-Lösung	Protonenaustauschmembran (fest)	Konzentrierte Phosphorsäure in poröser Matrix	Alkali-Carbonat-Schmelzen	oxidkeramischer Elektrolyt
Betriebstemperatur	80 °C	60 °C bis 120 °C	160 °C bis 220 °C	600 °C bis 660 °C	800 °C bis 1000 °C
Brennstoff	Wasserstoff, Hydrazin	Wasserstoff, Methanol (reformiert)	Erdgas (reformiert), Kohlegas (reformiert)	Erdgas, Kohlegas, Biogas	Erdgas, Kohlegas, Biogas
Oxidationsmittel	Sauerstoff (rein)	Sauerstoff (rein), Luft	Sauerstoff (rein), Luft	Sauerstoff (rein), Luft	Sauerstoff (rein), Luft
Wirkungsgrad der Zelle	70 %	50 % bis 68 %	55 %	65 %	60 % bis 65 %
Systemwirkungsgrad	62 %	30 % bis 50 %	40 %	47 %	50 %
Besondere Eigenschaften	CO <sub>2</sub> -empfindlich	CO-empfindlich	CO-empfindlich	CO <sub>2</sub> -Kreislauf erforderlich	externe Reformierung kann entfallen

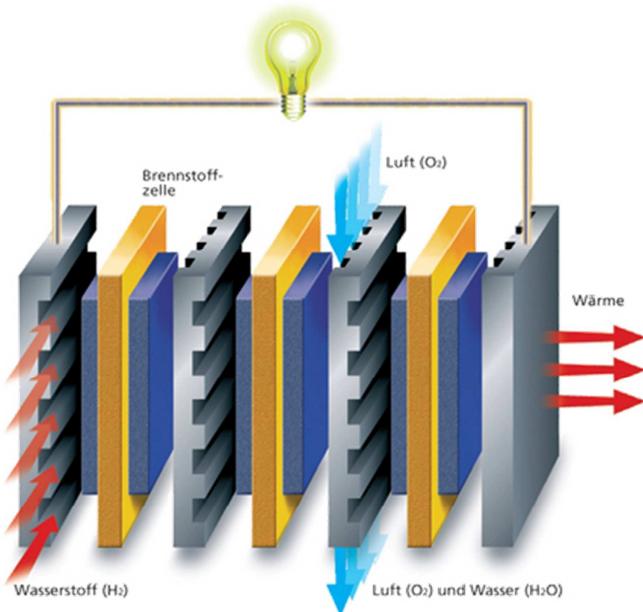
Von den in Tabelle 2-1 aufgelisteten Brennstoffzellentypen weist die Polyelektrolytmembranbrennstoffzelle (PEMFC – engl.: Polyelektrolyte Membrane Fuel Cell) gegenüber den andere Typen einige Vorteile auf, die sie für zahlreiche Einsatzzwecke im stationären, etwa in Blockheizkraftwerken und Notstromversorgungen, und mobilen Bereich, beispielsweise zur Stromversorgung der Bordsysteme auf Boo-

ten oder Wohnmobilen aber auch für elektrische Fahrzeugantriebe, qualifizieren. Diese Vorteile sind zum ersten die Korrosionsbeständigkeit und der feste Aggregatzustand des Elektrolytes, die zu einer hohen Lebensdauer der Zelle führen und Gefahren eines Austretens aggressiver Flüssigkeiten eliminieren, die etwa bei Phosphorsäure-Brennstoffzellen vorhanden sind. Zweitens weist die PEMFC eine hohe Leistungsdichte auf, was kompakte Bauweisen ermöglicht, und zeigt ein gutes dynamisches Verhalten bei Verbraucherlastwechseln. Drittens ist der verwendete Elektrolyt beständig gegen Kohlenstoffdioxid ( $\text{CO}_2$ ). Dadurch kann in PEMFCs auf der Kathodenseite statt Sauerstoff als Reingas, den beispielsweise alkalische Brennstoffzellen benötigen, auch normale Umgebungsluft verwendet werden. Viertens weisen PEMFCs ein sehr gutes Kaltstartverhalten auf und können im Gegensatz zu Phosphorsäure-, Schmelzcarbonat- oder Festoxid-Brennstoffzellen bei niedrigen Temperaturen betrieben werden. Empfindlich reagieren Polymerelektrolytbrennstoffzellen hingegen auf Verschmutzungen der Brenngase mit Kohlenstoffmonoxid ( $\text{CO}$ ), Stickstoff- und Schwefelverbindungen. Es ist in Polymerelektrolytbrennstoffzellen außerdem ein sehr aufwendiges Wassermanagement erforderlich und es wird ein gegenüber den anderen gelisteten Brennstoffzellentypen mit Ausnahme der Phosphorsäure-Brennstoffzelle geringer Zell- und Systemwirkungsgrade erreicht [10], [11].

Aufgrund der beschriebenen Vorteile haben Polymerelektrolytmembranbrennstoffzellen weite Verbreitung in stationären und mobilen Anwendungen gefunden. Sie können je nach Ausführung mit Methanol, bei Vorschaltung eines Reformers mit Methan oder mit reinem Wasserstoff betrieben werden.

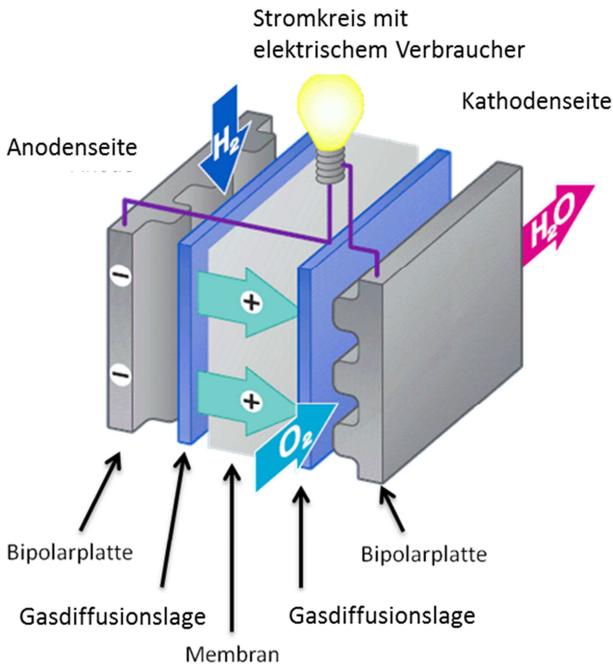
Moderne Brennstoffzellen-Aggregate bestehen dabei aus mehreren Einzelzellen, welche zu einem sogenannten Stack zusammengesetzt

und elektrisch miteinander verschaltet werden. Werden mehrere Zellen im Stack in Reihe geschaltet, addieren sich die erzeugten Einzelspannungen, wodurch die zur Verfügung stehende Leistung vervielfacht wird. Im Umkehrschluss bedeutete dies jedoch, dass keine Zelle innerhalb des in Reihe geschalteten Brennstoffzellenstacks ausfallen darf. Weist eine Zelle einen Defekt auf, muss der ganze Stack zerlegt werden, um diese zu ersetzen. Eine Prinzipskizze eines Stacks ist in Abbildung 2-1 zu sehen.



**Abbildung 2-1: Prinzipskizze einer Reihenschaltung mehrerer Brennstoffzellen innerhalb eines Stacks**

Im Rahmen dieser Arbeit sollen Materialien für mit Wasserstoff betriebene Niedrigtemperatur-Brennstoffzellen mit Polymerelektrolytmembran betrachtet werden. Diese bestehen aus zwei Bipolarplatten, zwischen denen sich auf jeder Seite die von einer Dichtung umschlossene Gasdiffusionslagen (GDL) und mittig die Membran befinden. Auf diese ist jeweils zu beiden Seiten eine Katalysatorschicht aufgetragen. Der beschriebene Aufbau ist in unten stehender Abbildung 2-2 verdeutlicht.



**Abbildung 2-2: Schematischer Aufbau einer Polyelektrolytmembran-Brennstoffzelle mit Brenngasen Wasserstoff und Sauerstoff sowie Stromkreis mit Verbraucher [12]**

Die Bipolarplatten stellen dabei zwei Elektroden dar, an die elektrische Verbraucher angeschlossen werden. Die Gasdiffusionsschichten verteilen die Brenngase gleichmäßig über die aktive Fläche der Membran. Auf der Anodenseite ist dies gasförmiger Wasserstoff, welcher oxidiert wird, und auf der Kathodenseite Sauerstoff, welcher reduziert wird. Beide Gase diffundieren durch die GDL auf der jeweiligen Seite zur auf der Membran aufgetragenen Katalysatorschicht. Hier wird auf der Anodenseite der elementare Wasserstoff in Protonen und Elektronen aufgespalten. Die Elektronen werden von der elektrisch leitfähigen GDL zurück zur Bipolarplatte transportiert, während die Protonen durch die Membran auf die Kathodenseite der GDL diffundieren. Dort reagieren sie mit dem zugeführten Sauerstoff sowie den durch den angeschlossenen Stromkreis dahin geflossenen Elektronen und bilden Wasser in gasförmiger Phase, welches im Anschluss teilweise an der kathodenseitigen GDL kondensiert. Aufgabe der GDL ist es, sowohl das entstehende Wasser als auch Reaktionswärme abzutransportieren und dabei gleichzeitig genügend Sauerstoff zuzuführen, so dass die Reaktion nicht zum Stillstand kommt. Durch die Gasdiffusionsschichten findet dabei gleichzeitig ein Elektronenfluss von der Anode zur Kathode statt. Wird ein Verbraucher an die beiden Elektroden angeschlossen, entsteht so ein geschlossener Stromkreis. [12], [13]

Die beschriebenen Aufgaben der GDL sind in der linken Spalte der Tabelle 2-2 zusammengefasst. Ergänzend hinzu kommen das Wassermanagement der Brennstoffzelle, das nicht nur aus der Abfuhr von als Reaktionsprodukt entstehendem Wasser besteht, sondern gleichzeitig eine ausreichende Befeuchtung der Membran einschließt, und der Ausgleich von Bauteiltoleranzen im Brennstoffzellen-Stack. Zur Erfüllung dieser Aufgaben wird ein elektrisch leitfähiges, fluiddurch-

lässiges und elastisch kompressibles Material benötigt. Diese Eigenschaften sind neben den Aufgaben der GDL, aus denen diese resultieren, in der rechten Spalte von Tabelle 2-2 aufgelistet.

**Tabelle 2-2: Aufgaben und Anforderungen an die GDL**

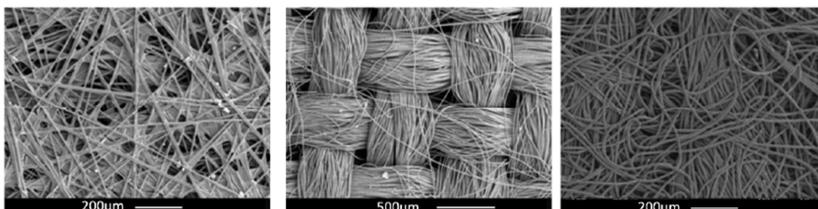
<b>Aufgabe in der Brennstoffzelle</b>	<b>Anforderung an das Material</b>
Verteilung der Reaktionsgase	Hohe, gleichmäßige Fluiddurchlässigkeit in alle Richtungen
Feuchtigkeitsmanagement	
Elektrische Kontaktierung	Hohe elektrische Leitfähigkeit
Abführen von Reaktionswärme	Hohe thermische Leitfähigkeit
Ausgleich von Bauteiltoleranzen im Stack	Hohe Kompressibilität

## 2.2 Gasdiffusionslagen

Gasdiffusionslagen in Polyelektrolytmembranbrennstoffzellen müssen in der Lage sein, die in Abschnitt 2.1 diskutierten und in Tabelle 2-2 zusammengefassten Anforderungen zu erfüllen. Insbesondere die geforderte Kombination aus Kompressibilität und Fluiddurchlässigkeit verleiht dem Einsatz von textilen oder textilähnlichen Materialien Sinn. In Kombination mit der geforderten elektrischen und thermischen Leitfähigkeit führt dies zum Einsatz von textilen Carbonfasermaterialien.

Es existieren auf dem Weltmarkt Lösungen auf Gewebe-, Papier und Vliesstoffbasis, die außerdem jeweils mit hydrophobisierenden Beschichtungen und mikroporösen Schichten ausgerüstet werden kön-

nen. Jede dieser in Abbildung 2-3 gezeigten Lösungen hat spezifische Vor- und Nachteile.



**Abbildung 2-3: Carbonfaserpapier, Carbonfasergewebe und Carbonfaservliesstoff als GDL-Substrate [12] S. 18**

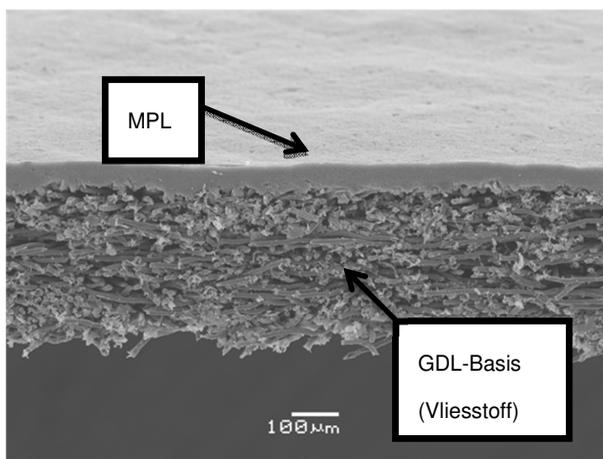
Materialien auf Papierbasis sind aufgrund ihrer vergleichsweise geringen Dicke sehr gut für platzsparende Stackdesigns geeignet, verhalten sich jedoch sehr spröde, was ihre Verarbeitung erschwert. Zu ihrer Herstellung werden Carbonfasern mit einem Binder vermengt, nass abgelegt und auf die gewünschte Zieldicke kalandriert. Dabei wird zeitgleich der Binder thermisch aktiviert und das Halbzeug somit verfestigt. Je nach Art des verwendeten Binders kann eine anschließende Graphitisierung des Carbonfaserpapiers nötig sein, um die erforderliche elektrische und thermische Leitfähigkeit einzustellen. Diese Graphitisierung erfolgt im Gegensatz zur restlichen Herstellung in einem diskontinuierlichen Prozess, was mit höheren Produktionskosten als bei den im Folgenden vorgestellten Materialien einhergeht. [12] S. 18 f., [14]

Gewebe besitzen eine hohe Kompressibilität und sind daher sehr gut geeignet, um Bauteiltoleranzen in Brennstoffzellenstacks auszugleichen. Gleichzeitig ist ihre Ausgangsdicke jedoch im Durchschnitt an-

derhalb- bis dreifach so groß wie die von Materialien auf Papier- oder Vliesstoffbasis. Zu ihrer Herstellung werden zunächst Garne aus Precursor-Fasern für die Carbonfaserherstellung benötigt und diese Garne dann zu einer Gewebekonstruktion verwoben. In Abbildung 2-3, mittig, ist ein Carbonfasergewebe mit Leinwandbindung dargestellt, welche aufgrund der häufigen Garnüberkreuzungen, etwa im Gegensatz zu einer Köperbindung, zu einer hohen Dicke und Struktursteifigkeit im Produkt führt. Gewebestrukturen erlauben durch ihre Konstruktion eine gute Anpassung an die Produkthanforderungen. Ein Nachteil von Geweben ist die an Überkreuzungen der Einzelgarne punktuell besonders erhöhte Materialdicke, welche zu Druckspitzen innerhalb der Brennstoffzelle führen kann, welche sich schädigend auf die Membran auswirken können. Die Carbonfasergewebe werden abschließend veredelt und konfektioniert. Sämtliche Herstellungsschritte können in kontinuierlich geführten Prozessen erfolgen. [12] S. 19

Einen guten Kompromiss von Dicke, Kompressibilität und Verarbeitbarkeit bieten Vliesstoff-basierte GDL-Substrate. Zu deren Herstellung werden Schnitffasern aus einem zur Carbonfaserherstellung geeigneten Precursor in geordneter Richtung zu einem Flor bzw. aus mehreren Florlagen zu einem Vlies abgelegt. Im Anschluss wird dieses Vlies entweder mechanisch per Vernadelung, mittels Wasserstrahlen, thermisch, chemisch mittels Zusatzstoffen oder mit einer Kombination der genannten Methoden zu einem Vliesstoff mit der gewünschten Zieldicke verfestigt. Dieser Precursor-Vliesstoff wird carbonisiert und veredelt, um die fertige GDL zu erhalten. Diese Prozesse der Vliesstofffertigung und -ausrüstung laufen kontinuierlich ab. [12] S. 19, [13], [14], [15]

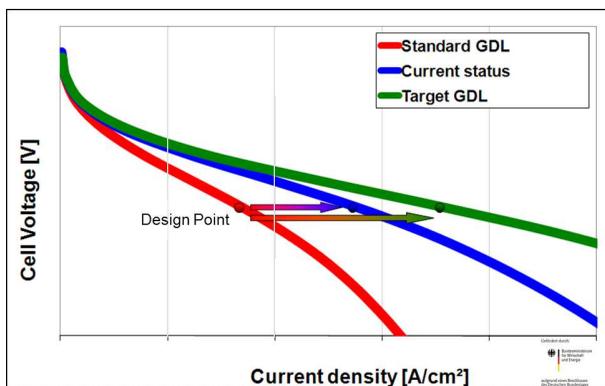
Ein derart hergestelltes vliesstoffbasiertes, elektrisch und thermisch leitfähiges Carbonfasermaterial mit kompressibler, offener Struktur erfüllt alle ein GDL-Material gestellten Anforderungen, die in Tabelle 2-2 festgehalten sind. Solch ein Vliesstoffmaterial wird im Rahmen dieser Arbeit betrachtet. Das Substrat des GDL-Basisvliesstoffes wird mit einer mikroporösen Schicht (MPL – engl.: Micro Porous Layer) ausgerüstet [15]. Eine derart veredelte GDL ist in exemplarischer Ausführung in Abbildung 2-4 in einer Rasterelektronenmikroskop-Aufnahme (REM-Aufnahme) zu sehen.



**Abbildung 2-4: Schnittansicht der GDL, REM-Aufnahme [Quelle: Freudenberg Bildarchiv GDL-Entwicklung]**

Die verfügbare elektrische Zelleistung einer Brennstoffzelle wird zum wesentlichen Teil davon bestimmt, inwieweit die GDL den an sie gestellten Anforderungen nachkommt. Vor allem die elektrische und

thermische Leitfähigkeit sowie das Fluidtransportverhalten sind von großer Bedeutung für die von der Zelle erzielbaren Leistungen. Die Zelleistung wird mit so genannten Polarisationskurve dargestellt. Ein Beispiel für eine derartige Kurve ist in Abbildung 2-5 zu sehen. Hierin ist die erzielbare Zellspannung in Volt über der Stromdichte in Ampere pro Quadratcentimeter für drei verschiedene Polyelektrolytmembran-Brennstoffzellen-Aufbauten aufgetragen. [1 S. 12 f.] Je weiter im positiven Bereich der X-Achse sich eine Kurve befindet, desto leistungsfähiger ist die zugehörige Brennstoffzelle, da bei gegebener Zellspannung eine höhere Stromdichte und damit mehr Leistung pro aktiver Zellfläche erzielt wird. Jede Brennstoffzelle und ihre Komponenten werden dabei für einen Betriebspunkt optimiert. Dies ist eine bestimmte Zellspannung, bei der die Brennstoffzelle eine möglichst hohe Leistung liefern soll. Verschiedene Komponenten bzw. Zellaufbauten lassen sich auf diese Weise für den vorgesehenen Betriebspunkt vergleichen und das Optimum ermitteln.



**Abbildung 2-5: Polarisationskurve mit GDLs nach Stand der Technik zum Projektbeginn (rote Kurve) und Projektende (blaue Kurve) von OptiGAA I sowie Entwicklungsziel (grüne Kurve) von OptiGAA II und Arbeitspunkt für die Zielleistung („Design Point“); Quelle: Projektantrag OptiGAA II**

Die betriebskritischen Eigenschaften der GDL, wie elektrische und thermische Leitfähigkeit, werden durch Inhomogenitäten der Materialeigenschaften, die aus den Herstellungsprozessen resultieren, teils negativ beeinflusst. [2] Liegen im Material Inhomogenitäten vor, die eine Beschädigung der Membran zur Folge haben können, so ist das GDL-Material nicht verwendbar. Eine Vermeidung dieser Inhomogenitäten wird daher angestrebt, um Beschädigungen der Brennstoffzelle, die deren Austausch im Stack erfordern, auszuschließen und somit die Lebensdauer des Stacks zu maximieren. Zu diesem Zweck ist es nötig, die zur Entstehung der Inhomogenitäten führenden Vorgänge zu kennen. Durch eine wissenschaftliche Untersuchung des Materialverhaltens im Produktionsprozess können wertvolle Erkenntnisse über diese Vorgänge gewonnen werden. Die erarbeiteten Erkenntnisse können außerdem einen wertvollen Beitrag zur technischen Weiterentwicklung der GDL liefern.

### 3 Problemstellung und Zielsetzung

Durch die aufwendige und sich über viele räumlich und zeitlich getrennte Teilprozesse erstreckende Prozessführung bei der Herstellung der betrachteten vliesstoffbasierten Gasdiffusionslagen entstehen zum Einen hohe Herstellungskosten, zum Anderen große Herausforderungen bei Handhabung und Transport der textilen Halbzeuge. Dazu kommen nicht vollends verstandene Wechselwirkungen zwischen Prozessparametern der einzelnen Teilstufen. Abweichungen dieser Parameter, Beispiele sind Druck- oder Temperaturverteilungen, können sich in Inhomogenitäten wichtiger Materialeigenschaften, wie Dicke oder Oberflächenbeschaffenheit, manifestieren.

Während des Herstellungsprozesses eingestellte Materialeigenschaften beeinflussen sowohl die Leistungs- als auch die Funktionsfähigkeit der GDL-Materialien. Zu große Abweichungen von Sollwerten von leistungskritischen GDL-Parametern wie Fluiddurchlässigkeit, elektrischer und thermischer Leitfähigkeit führen dazu, dass nicht gebrauchsfähige Ware als Ausschuss deklariert werden muss, was wiederum eine Umlegung der ausschussbedingten Kosten auf die einwandfreie Ware zur Folge hat.

Die Hauptprobleme, welche derzeit einem wirtschaftlich sinnvollen, flächendeckenden Einsatz der PEMFC-Technik im Wege stehen und deren Verbreitung einschränken, sind die hohen Herstellungskosten [16] der Brennstoffzellenkomponenten und die noch steigerungsfähige Zelleistung. [12] S. 12 ff.

Eine generelle Kostenreduktion für Gasdiffusionslagen ist über die Optimierung des Herstellungsprozesses erreichbar. Insbesondere die Fertigung des GDL-Substrates bis zur funktionellen Ausrüstung des

Materials weist Optimierungspotentiale auf, die im Rahmen dieser Arbeit betrachtet werden.

Ziel der Arbeiten ist es, die während der GDL-Herstellung auftretenden Inhomogenitäten und die Faktoren, die zu deren Entstehung führen, zu verstehen und Ansätze zu deren Vermeidung zu erarbeiten.

Diese Inhomogenitäten leistungskritischer GDL-Eigenschaften in ihren verschiedenen Erscheinungsformen werden im Folgenden als Fehlerbilder bezeichnet, welche zunächst aufgelistet und in einem prozessorientierten Fehlerkatalog erfasst werden. Die Fehlerbilder werden nach ihren Auswirkungen kategorisiert. Es erfolgt eine Wichtung nach der Häufigkeit ihres Auftretens und deren Folgen im Prozess. Anhand dessen wird eine Auswahl detailliert zu untersuchender Fehlerbilder getroffen.

Der Produktionsprozess wird dann einer eingehenden Untersuchung unterzogen. Zunächst werden von den für die Fehlerentstehung relevanten Teilprozessen Mikro- und Makro-Prozesslandkarten erstellt, welche die Teilprozesse mit ihren Eingangs- und Ausgangsgrößen, ihren Parametern sowie Möglichkeiten zur Datenerfassungen, abbilden. Es folgen weitere, detaillierte Betrachtungen einzelner Aspekte oder Parameter, um potentielle Schwachstellen des Prozesses aufzudecken.

An den zuvor ausgewählten Fehlerbildern werden Materialanalysen vorgenommen, die gegenüber fehlerfreien Referenzmaterialien veränderte Materialeigenschaften und -strukturen der fehlerbehafteten Stellen aufzeigen. Diese Veränderungen von Eigenschaften wie mechanischer Festigkeit, Dehnbarkeit, Dicke, Biegesteifigkeit, elektrischer und thermischer Leitfähigkeit oder Oberflächenbeschaffenheit dienen als Indizien, von denen auf mögliche Ursachen für deren Ent-

stehung in Form veränderter Prozessparameter geschlossen werden soll. Aufgrund dieser potenziellen Zusammenhänge werden Hypothesen zu den Fehlerursachen gebildet. Es werden daraufhin weitere gezielte Prozessuntersuchungen vorgenommen werden, um diese Hypothesen zu widerlegen oder zu bestätigen.

Sind anschließend die Ansatzpunkte zur Vermeidung der Fehlerentstehung im Prozess bekannt, können Empfehlungen für Abstellmaßnahmen, die zur Verhinderung der Fehlerentstehung geeignet sind, entwickelt werden. Diese Empfehlungen können nach Abschluss der Arbeit technisch umgesetzt, getestet und in den Produktionsprozess implementiert werden.

Als Resultat der durchgeführten Untersuchungen eingestellter Materialeigenschaften in Abhängigkeit von variierten Prozessparametern soll weiterhin das Verständnis des Produktionsprozesses über einzelne Prozessstufen übergreifend vervollständigt werden. Mit Hilfe der Erkenntnisse aus Material- und Prozessanalysen werden Qualitätsregelkreise zu den behandelten Fehlerbildern erstellt, die sich auf die Verarbeitbarkeit in folgenden Teilprozessen auswirken.

## 4 Analyse und Klassifizierung von GDL-Fehlern

Zur korrekten Funktion der GDL innerhalb der Brennstoffzelle ist eine über die Fläche betrachtet hohe Gleichmäßigkeit der Dicke, der elektrischen und thermischen Leitfähigkeit sowie Fluiddurchlässigkeit und Oberflächenbeschaffenheit notwendig. Treten die in Zusammenarbeit mit Kunden erarbeiteten Spezifikationsgrenzen übersteigende Abweichungen dieser Materialeigenschaften auf, kann dies zu Fehlfunktionen und Leistungsminderungen der Brennstoffzelle sowie Schädigungen der Membran innerhalb der Brennstoffzelle bis hin zu deren Zerstörung führen. Um welche fehlerrelevanten Materialeigenschaften es sich handelt wird in den Kapiteln 7, 9 und 10 zu den einzelnen Prozessschritten, in denen diese Eigenschaften definiert werden, dargelegt.

Ein Fehlerbild im engeren Sinn wird als in der Regel lokal auftretende Abweichung der Wareneigenschaften von den gewünschten Werten verstanden, etwa eine mangelnde Fluiddurchlässigkeit oder ein zu hoher elektrischer Widerstand. Der Begriff „lokal“ kann sich dabei – da es sich wenigstens bei der Basisvliesstoffherstellung um einen kontinuierlichen Prozess handelt – auch auf einen ganzen Vliesstoffwickel oder größere Teile eines solchen erstrecken, da dieser als ein „Teilprodukt“ dem kontinuierlichen Herstellungsprozess entnommen wird.

Andere Effekte, die im Produktionsprozess auftreten und diesen oftmals erheblich behindern bzw. unterbrechen, sollen hier ebenfalls als Fehlerbilder im weiteren Sinne definiert werden. Diese resultieren oftmals aus abweichenden Wareneigenschaften und ihren Auswirkungen auf die Verarbeitbarkeit des Materials. Beispielhaft genannt

seien hier Warenbahnabrisse durch Schwachstellen im Material mit geringerer mechanischer Festigkeit, welche in vorhergehenden Prozessschritten entstanden sind.

Die bisherige Definition eines Fehlerbildes nach bestehenden Fehlerkatalogen erstreckte sich nur auf erstgenannte Kategorie, prozessbeeinflussende Effekte wurden außer Acht gelassen. Um diese ebenfalls zu erfassen, wurde ein neuer Fehlerkatalog erstellt, auf welchen im folgenden Abschnitt 4.1 näher eingegangen wird.

Anschließend erfolgt eine Analyse der aktuellen Situation hinsichtlich der Ursachen für die laut jährlicher Auswertung der Fehlerstatistik Anteile an fehlerbehaftetem Material. Eine Erläuterung der bei der Ermittlung exakter Angaben bestehenden Schwierigkeiten aufgrund der Fehlernotation findet sich in Abschnitt 4.3. Es werden weiterhin bekannte Zusammenhänge zwischen Fehlerbildern berücksichtigt und ebenso Fehlerbilder im weiteren Sinne in die Betrachtung einbezogen.

Auf Basis dieser Betrachtungen wird nach folgenden, in Tabelle 4-1 festgehaltenen Kriterien eine Auswahl detailliert zu betrachtender Fehlerbilder getroffen:

**Tabelle 4-1: Kriterien der Fehlerauswahl**

<b>Kriterium</b>	<b>Auszuwertender Parameter</b>
Häufigkeit des Fehlerbildes insgesamt	Gesamte vom Fehlerbild generierte Fehlerlänge
Bevorzugtes Auftreten bei bestimmtem Warentyp	Anteil des Fehlerbildes an gesamter für Warenbild generierter Fehlerlänge
Relevanz für Gesamtproduktion	Anteil insbesondere von bestimmten Fehlerbildern betroffener Warentypen an Gesamtproduktion
Charakter des Fehlerbildes	Kontinuierliches oder punktförmiges Auftreten
Fehlerfortpflanzung	Bekannte Zusammenhänge zwischen Fehlerbildern über Prozessstufen hinweg

Der Auswahlprozess der Fehlerbilder ist detailliert im Abschnitt 4.3 beschrieben.

## 4.1 Fehlerklassifizierung

Bestehende Fehlerkataloge verfolgen das Ziel bei der Konfektionierung und Sichtung der Ware sichtbare Fehlerbilder zu erfassen und in einer Fehlerstatistik aufzulisten.

Um alle nun als Fehlerbild definierten Effekte zu erfassen, wird ein neuer Fehlerkatalog erstellt, welcher die einzelnen Prozessstufen berücksichtigt und die Effekte der Stufe und dem speziellen Teilpro-

zess zuordnet, bei dem diese sich als erstes beobachten lassen. Der Katalog umfasst eine Bezeichnung und eine Beschreibung des Fehlers, eine Nummerierung sowie mögliche bekannte Ursachen bzw. Hypothesen zu dessen Entstehung und Gegenmaßnahmen.

Weiterhin wird eine Klassifizierung der Fehlerbilder hinsichtlich ihrer Auswirkung erarbeitet. Hierbei sind diese nach rein optischen Abweichungen, prozessbeeinträchtigenden Fehlern und potenziell die Brennstoffzelle schädigenden Fehlern unterschieden.

Die erste Kategorie der optischen Fehler zeichnet sich dadurch aus, dass sie der Ware ein anderes als das übliche Erscheinungsbild verleihen. Dabei sind für diese Art Fehler jedoch keinerlei Funktionsbeeinträchtigungen der GDL nachgewiesen. Ein Beispiel findet sich in Abbildung 4-1 in Form einer GDL, welche aus dem Beschichtungsprozess stammende dunkle Flecken auf der nicht beschichteten Materialseite aufweist. Da Tests zum Schädigungspotential von Fehlerbildern gegenüber der Brennstoffzellen-Membran mit hohem experimentellem Aufwand verbunden sind, ist nur für wenige Fehlerbilder überhaupt ein experimenteller Nachweis bezüglich ihres Schädigungspotentials erbracht worden. Die meiste Ware mit optischen Abweichungen vom Normzustand wird dennoch prophylaktisch als Ausschuss deklariert, um das Risiko nicht erkannter Schädigungspotentiale zu vermindern. Gering ausgeprägte Ausbildungen anderweitig kategorisierter Fehlerbilder können ebenfalls zu optischen Abweichungen ohne weitere Beeinträchtigungen führen.

Die zweite Kategorie sind prozessbeeinträchtigende Fehlerbilder umfasst auch all jene Effekte, die bisher nicht als Fehlerbilder gelistet sind, jedoch zu Prozessstillständen führen können. Hier sei beispielhaft in Abbildung 4-2 dargestellte Staufenbildung im Material ge-

nannt, die häufig zu Störungen während der weiteren Verarbeitung führt. Auch etwa eine abweichende Vliesstoffstruktur kann die Durchführbarkeit der sich an die Roh-GDL-Herstellung anschließenden Veredelungsprozesse erheblich erschweren. Diese Effekte können durchaus dazu führen, dass sich größere Materialmengen nicht weiterverarbeiten lassen und noch im laufenden Produktionsprozess zu Ausschuss deklariert werden, ohne anschließend in Fehlerstatistiken gelistet zu werden.



**Abbildung 4-1: optischer Fehler, Beschichtung durchdringt GDL-Substrat**



**Abbildung 4-2: prozessbeeinträchtigender Fehler, Staufalte führt zum Materialstau an Walzenspalten**

Die dritte Kategorie der potenziell Brennstoffzellen-schädigenden Fehler definiert sich durch das Vorkommen einer flächig aufgerauten Warenoberfläche, aus der Fasern herausragen oder einzelne, aus der Oberfläche herausragende Fasern. In-situ-Tests mit fehlerbehafteten Gasdiffusionslagen belegen, dass derart herausragende Fasern die

Membran durchdringen können [17]. Die Folge ist zum einen ein Kurzschluss innerhalb der Zelle und zum anderen kommt es durch das entstandene Loch in der Membran zu unkontrollierten Oxidationsreaktionen an der betroffenen Stelle, was deutliche Verbrennungen auf der GDL und der Membran erzeugt [18]. Es ist exemplarisch nur ein Fehlerbild, welches wie in Abbildung 4-3 zu sehen ist eine raue Oberfläche beziehungsweise herausragende Fasern zeigt, untersucht. Der beschriebene Mechanismus der Membranzerstörung setzt jedoch bei aus der Warenoberfläche herausragenden Fasern ein, unabhängig von der konkreten Ausprägung oder Entstehungsweise eines derartigen Fehlerbildes. Daher kann davon ausgegangen werden, dass sämtliche derartig beschaffene Fehlerbilder zu einem Versagen von Brennstoffzellen führen können.



**Abbildung 4-3: Brennstoffzellen-Membran-schädigender Fehler mit rauher Oberfläche**

Um eine ausgefallene Einzelzelle auszutauschen, muss stets der gesamte Brennstoffzellen-Stack demontiert werden, was mit erhebli-

chem Aufwand und Kosten verbunden ist. Mit membranschädigenden Fehlerbildern behaftete Ware sollte folglich auf jeden Fall erkannt und zu Ausschuss deklariert werden.

Zu den bekannten, sich auf der Ware manifestierenden Fehlerbildern sind bereits Musterstücken vorhanden, welche laufend ergänzt werden. Insbesondere Grenzmuster, welche die schwerste, noch tolerable Ausprägung der Fehler veranschaulichen sollen, sind noch nicht für alle Fehlerbilder vorhanden. Dieser Vorgang wird sich noch über längere Zeit erstrecken, da Fehlermuster stets nur von Ausschusswickeln oder maximal vom Ende eines zur Weiterverarbeitung freigegebenen Wickels entnommen werden.

## 4.2 Fehleridentifizierung

Eine Notation vorhandener Fehler in Form eines Fehlerprotokolls findet im GDL-Herstellungsprozess als erstes bei der Qualitätsprüfung der Roh-GDL nach dem Carbonisierprozess statt. Eine weitere Inspektion erfolgt nach Verarbeitung der Roh-GDL zur Fertigware in Form einer detaillierten Inspektion der Warenbahn. Demnach werden in den Fehlerprotokollen nur Fehler festgehalten, welche sich im Fall der ersten Inspektion nach dem Prozessschritt der Carbonisierung und für die zweite Inspektion nach der Veredelung auf der Ware feststellen lassen.

Diese Fehlerbilder, welche im folgenden Abschnitt 4.3 in den Fehlerstatistiken erscheinen, sind für Roh- und Fertigware zusammengefasst mit kurzer Erläuterung in folgender Tabelle 4-2 aufgelistet:

**Tabelle 4-2: Häufigste Fehlerbilder bei Roh- und Fertig-GDL**

Fehlerbild	Erläuterung
Randdeformation	Einrisse am Rand der Warenbahn oder schwankende Warenbahnbreite
Queraufrauhung	verdickte Stelle mit rauer Oberfläche in Querrichtung auf der Ware
Längsaufrauhung	analog Queraufrauhung, oft länger und in einer Linie in Maschinenrichtung
Rauhspur	Fehlerbild ähnlich wie Längsaufrauhung, jedoch breiter ausgeprägt und manchmal unterbrochen
Staufalte	Faltung des Materials in Längs- oder Diagonalrichtung, führt zu Verarbeitungsstörungen
Bahndeformation	Durchhängen oder Ausbeulung der Warenbahn

Es existieren noch eine ganze Reihe weiterer Fehlerbilder, die jedoch im Rahmen dieser Arbeit nicht näher erläutert werden, da sie Anteile von unter 1 % am Fehleraufkommen haben oder ihnen triviale Ursachen zugrunde liegen. Die Auswahl der zu betrachtenden Fehlerbilder erfolgt nach den in Abschnitt 4.1 erläuterten Kriterien.

### 4.3 Auswahl zu analysierender Fehlerbilder

Aus den zahlreichen, im Fehlerkatalog erfassten Fehlerbildern sind jene Fehler zu identifizieren, die über das größte Schadenspotential sowohl in der Prozessführung als auch aus wirtschaftlicher Sicht verfügen. Hier ist zum einen der Anteil direkt während der Konfektionierung und Sichtung als Ausschuss deklarerter Ware zu betrachten. Zum anderen aber auch die Folgen eines Versagens von Brennstoffzellen. Ein Versagen tritt mit großer Wahrscheinlichkeit ein, falls bestimmte Fehlerbilder mit hohem Schadenspotential der Membran ge-

genüber durch die Qualitätskontrollen unentdeckt bleiben und die betroffenen GDLs verbaut werden.

Als Datengrundlage zur aktuellen Produktionssituation zu Beginn der Arbeiten wurde die Jahresauswertung der aktuellen Fehlerstatistik aus zwei aufeinanderfolgenden Jahren verwendet.

Die jahresweise geführte Fehlerstatistik listet sowohl kontinuierlich als auch punktuell auftretende Fehler aller im jeweiligen Jahr gesichteten Rollen nach Häufigkeit bei verschiedenen Warentypen auf. Eine Erklärung der ausgewerteten Warentypen findet sich in

Tabelle 4-3.

**Tabelle 4-3: betrachtete Warentypen**

Bezeichnung	Aufbau	Verhältnis Längs-/ Quervliesanteil	Flächen- masse- faktor
GDL 1	längs/quer-gelegter Vliesstoff	1:2	1,0
GDL 2	längs/quer-gelegter Vliesstoff	1:2	1,5
GDL 3	Basis ist GDL 1  andere Parameter für Folgeprozessschritte	1:2	1,0
GDL 4	Basis ist GDL 2  auf geringere Dicke kalib- riert	1:2	1,5

Zunächst seien die Anteile der einzelnen Warentypen an der Gesamtproduktion betrachtet. Der Produktionsumfang der Warentypen dient später als ein Auswahlkriterium, um jene Fehlerbilder, die bei bestimmten, häufig produzierten Warentypen verstärkt auftreten, höher zu priorisieren als andere Fehlerbilder, die hauptsächlich selten produzierte Warentypen betreffen. Die Anteile der Warentypen an den Gesamtproduktionen an Roh- und Fertigware der beiden untersuchten Jahre sind in Abbildung 4-4 bis Abbildung 4-7 dargestellt.

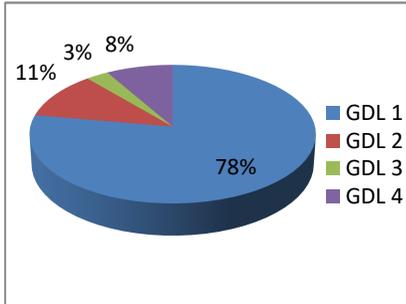


Abbildung 4-4: Anteile Warentypen an Gesamtproduktion von Rohware im Jahr 1

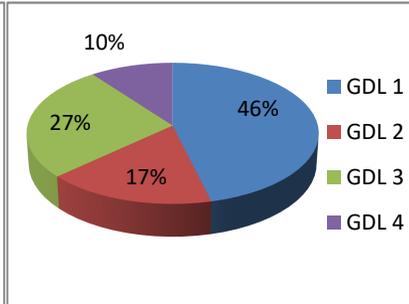


Abbildung 4-5: Anteile Warentypen an Gesamtproduktion von Rohware im Jahr 2

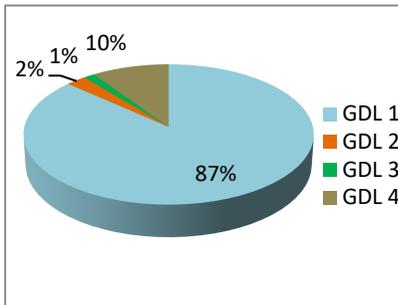


Abbildung 4-6: Anteile Warentypen an Gesamtproduktion von Fertigware im Jahr 1

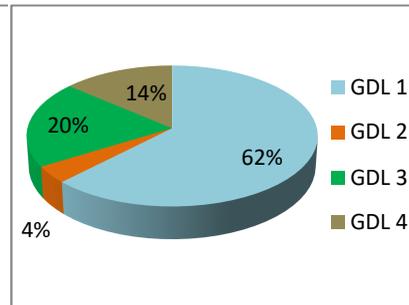


Abbildung 4-7: Anteile Warentypen an Gesamtproduktion von Fertigware im Jahr 2

Aus den Abbildungen geht deutlich hervor, dass es sich bei dem Material GDL 1 um das am häufigsten produzierte Material mit dem jeweils größten Einzelanteil handelt. Im Jahr 1 waren 78 % der produzierten Roh- und 87 % der Fertigware GDL 1. Im 2. Jahr wurde der Anteil im Vergleich zum Vorjahr deutlich verringert, jedoch ist er mit

46 % bei der Rohware und 62 % bei der Fertigware immer noch deutlich größer als der Anteil an GDL 3 mit 27 % Roh- beziehungsweise 20 % Fertigware, die sich im 2. Jahr zu dem am zweithäufigsten produzierten Warentyp entwickelt hat. Die GDL 1 und die typischerweise bei ihr auftretenden Fehler sind folglich bei der Auswahl und Priorisierung näher zu betrachtender Fehlerbilder von besonderer Relevanz.

Bei der den Fehlerprotokollen zugrunde liegenden Notation der Fehlerbilder und deren Charakter sind zwei Aspekte zu beachten:

Erstens ist zwischen punktuell und kontinuierlich auftretenden Fehlern zu unterscheiden. Kontinuierliche Fehler erstrecken sich in einer Spur auf der Warenbahn mindestens über mehrere Laufmeter. Treten punktuelle Fehler wiederholt auf, beispielsweise im Längsabstand von 300 mm auf der Warenbahn befindliche Löcher, werden diese ebenfalls als kontinuierliche Fehler behandelt, bis sie nicht mehr regelmäßig auftreten. Hohe Ausschussquoten werden demnach vor allem durch kontinuierlich auftretende Fehler generiert. Punktfehler werden jeweils mit einer Länge von 0,2 m als Ausschuss berechnet, kontinuierliche Fehler jedoch immer mit mindestens einem Meter Warenbahnlänge. Eine Auswertung des Fehleraufkommens nach den betroffenen Laufmetern der Warenbahnlänge spiegelt zwar somit weniger akkurat die tatsächliche Häufigkeit des Auftretens bestimmter Fehlerbilder wieder, jedoch erlaubt sie bessere Abschätzungen über den tatsächlich durch einen Fehler verursachten wirtschaftlichen Schaden in Form von entsorgter Ware.

Zweitens ist die im ausgewerteten Zeitraum übliche Art der Notation von Fehlern bei Sichtung der Ware für das Ergebnis der Auswertung von großer Relevanz. Befinden sich auf einem Warenbahnabschnitt zwei oder mehrere kontinuierliche Fehler nebeneinander, so werden

beide als fehlerhafte Warenbahnlänge erfasst und zur Fehlerlänge des Wickels addiert. Das Prinzip ist in Abbildung 4-8 veranschaulicht.

Fehler	links	Mitte	rechts	lfm Warenbahn	lfm mit Fehler	lfm berechnet mit Fehler
-				1	0	0
-				2	0	0
-				3	0	0
Fehler 1			X	4	1	1
Fehler 1			X	5	2	2
2x Fehler 1	X		X	6	3	4
2x Fehler 1	X		X	7	4	6
2x Fehler 1	X		X	8	5	8
2x Fehler 1, Fehler 2	X	O	X	9	6	11
2x Fehler 1, Fehler 2	X	O	X	10	7	14
2x Fehler 1, Fehler 2	X	O	X	11	8	17
2x Fehler 1, Fehler 2	X	O	X	12	9	20
Fehler 1, Fehler 2		O	X	13	10	22
Fehler 1, Fehler 2		O	X	14	11	24
Fehler 1, Fehler 2		O	X	15	12	26
Fehler 1, Fehler 2		O	X	16	13	28
Fehler 1			X	17	14	29
Fehler 1			X	18	15	30
Fehler 1			X	19	16	31
Fehler 1			X	20	17	32
			X	21	18	33
				22	19	33
				23	19	33
				24	19	33
				25	19	33
				26	19	33

Abbildung 4-8: Beispiel für die Notation von Fehlerlängen auf einer Warenbahn (mittig, in drei Bereiche eingeteilt) bei mehreren parallel verlaufenden, kontinuierlichen Fehlern

Die Berechnung der Fehlerlänge für einen Wickel findet dabei nach folgender Formel statt:

$$\begin{aligned}
 \text{Fehlerlänge}_{\text{Wickel}} &= \sum_{l_{fm}=0}^{L_{\text{Wickel}}} l_{\text{Fehlerbilder}} & (1) \\
 &= \sum_{l_{fm}=0}^{L_{\text{Wickel}}} \text{Fehlerbild 1} + \sum_{l_{fm}=0}^{L_{\text{Wickel}}} \text{Fehlerbild 2} \\
 &+ \dots + \sum_{l_{fm}=0}^{L_{\text{Wickel}}} \text{Fehlerbild z}
 \end{aligned}$$

Mit:

$$\text{Fehlerbild z} = \sum_{x=0}^{B_{\text{Wickel}}} l_{\text{Fehlerbild z,Pos x}} & (2)$$

$L_{\text{Wickel}}$  ... Länge des Wickels

$B_{\text{Wickel}}$  ... Breite des Wickels

Es können auf diese Weise pro Warenbahnabschnitt Fehlerlängen generiert werden, die größer als die eigentliche Warenbahnlänge des Wickels sind. Im Beispiel in Abbildung 4-8 wird auf einer realen Warenbahnlänge von 26 lfm eine Fehlerlänge von 33 m berechnet. Um-

gekehrt bedeutet dies, dass sich auf einem Abschnitt einer Warenbahn mehrere Fehler zugleich befinden können, die jedoch alle einzeln gezählt werden. Die für einen Warentyp festgestellten Fehlerlängen im Vergleich zu den insgesamt produzierten Laufmetern erlauben damit keinerlei Aussagen über die tatsächlich fehlerbehaftete Warenbahnlänge. Somit kann aus der vorhandenen Fehlerauswertung keine echten Ausschussquoten aufgrund bestimmter Fehlerbilder angegeben werden. Die aus den Jahresauswertungen entnommenen, sehr großen prozentualen Anteile der Fehlerlängen an den inspizierten Gesamtlauflängern erlauben damit keine qualitative Aussage über den Gesamtprozess und dessen realen Ausschuss.

Es werden im Rahmen der Auswertung die Anteile von jedem individuellen Fehlerbild generierten Fehlerlängen bezogen auf die gesamte inspizierte Warenbahnlänge eines Warentyps betrachtet:

$$\text{Anteil}_{\text{Fehlerbild}} = \frac{l_{\text{Fehlerbild}}}{l_{\text{Warentyp,Gesamt}}} \quad (3)$$

Eine vergleichsweise durchgeführte Betrachtung der Fehleranteile nach ihrem Anteil an den generierten Gesamtfehlerlängen, ebenfalls jeweils nach Warentyp aufgeschlüsselt, ergab keine signifikanten Unterschiede zu der erläuterten Betrachtung nach Anteil der Fehlerbilder an der inspizierten Gesamtlauflänge der Materialien.

Es ist nochmals hervorzuheben, dass die in den folgenden Diagrammen dargestellten Fehleranteile an den gesichteten Laufmetern sich aufgrund der eben erläuterten Methodik der Fehlernotation nicht zu einer Gesamtausschussquote aufsummieren lassen. Die Datenerhebung dient lediglich dazu, die Häufigkeit jedes einzelnen Fehlerbildes zu betrachten. Für den untersuchten Zeitraum sind die am häufigsten

auf tretenden Fehlerbilder für die einzelnen Warentypen unveredelter Roh-GDL Abbildung 4-9 und Abbildung 4-10 aufgeführt. Eine analoge Betrachtung der Fertigware erfolgt in Abbildung 4-11 und Abbildung 4-12.

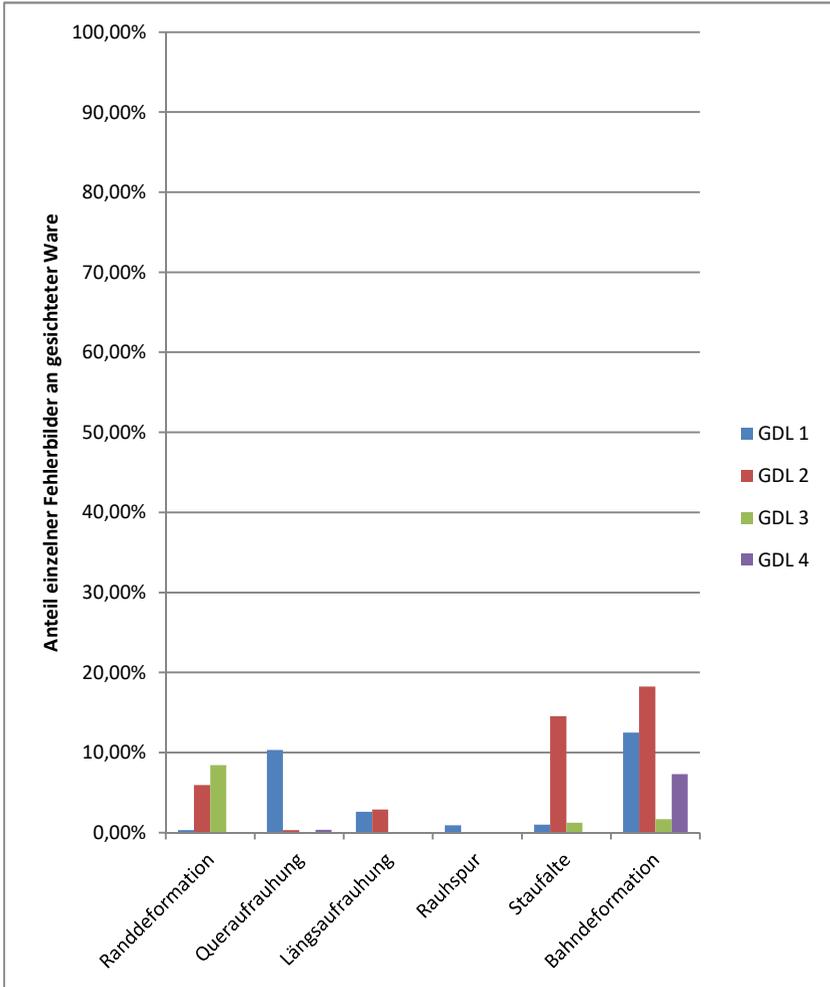


Abbildung 4-9: Fehleranteile nach gesichteten Laufmetern bei Roh-GDL im Jahr 1 nach Warentypen

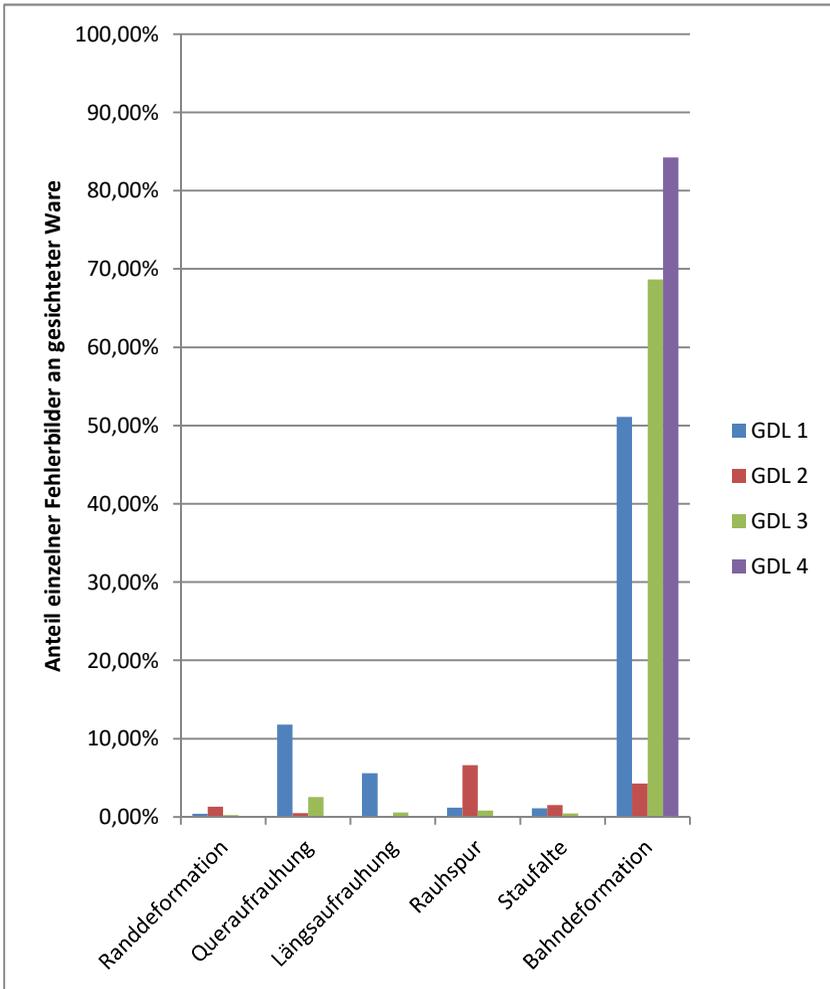


Abbildung 4-10: Fehleranteile nach gesichteten Laufmetern bei Roh-GDL im Jahr 2 nach Warentypen

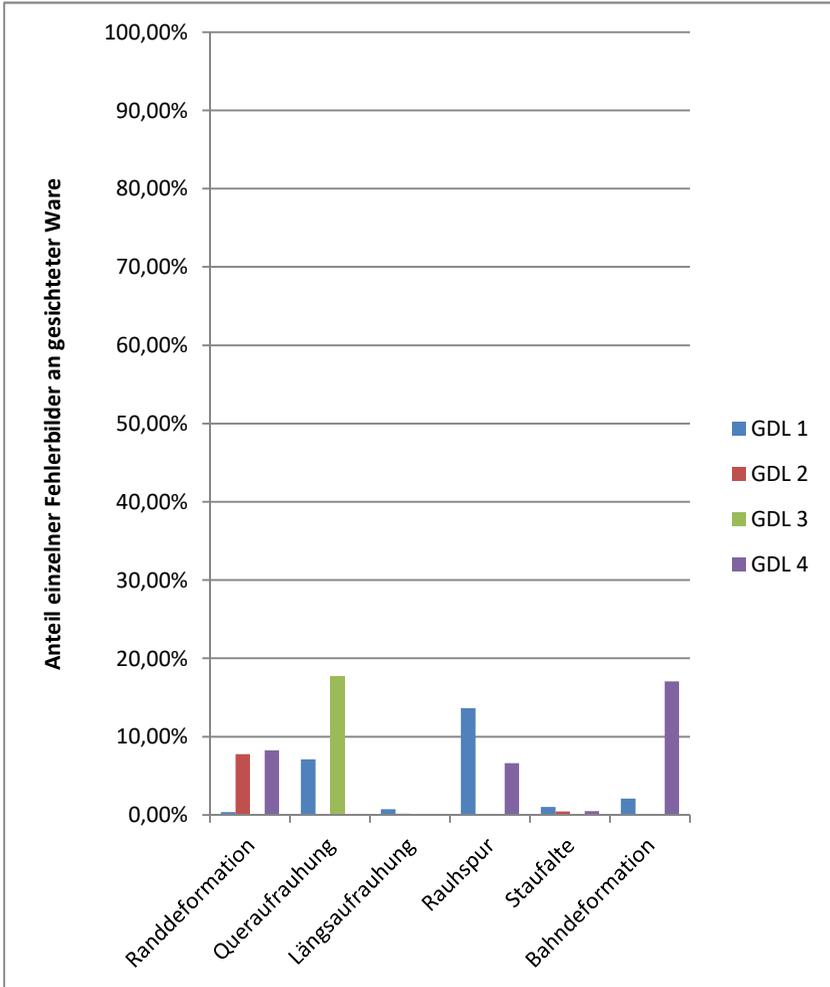


Abbildung 4-11: Fehleranteile nach gesichteten Laufmetern bei Fertigware im Jahr 1 nach Warentypen

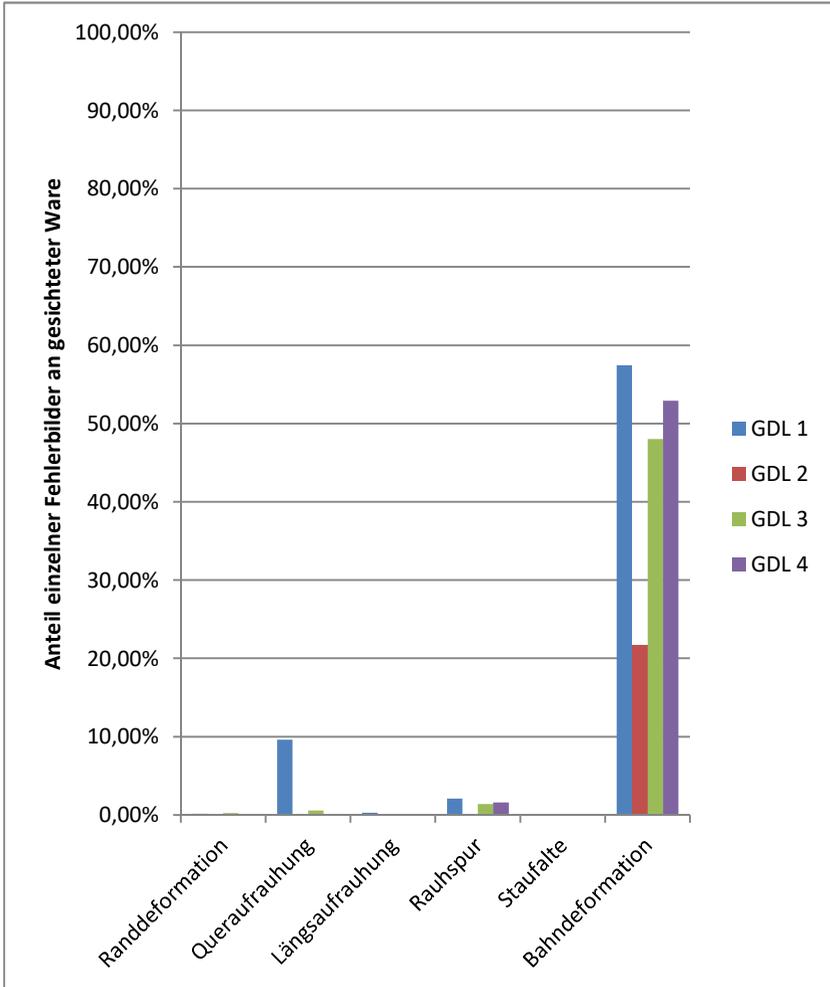


Abbildung 4-12: Fehleranteile nach gesichteten Laufmetern bei Fertigware im Jahr 2 nach Warentypen

Bei vergleichender Betrachtung der Roh-GDL und der Fertigware ergeben sich Unterschiede in der Verteilung der gefundenen Fehlerbilder. Aus der zugrunde liegenden Auswertung ergibt sich die in Anlage I aufgelistete Verteilung der häufigsten Fehlerbilder im untersuchten Zeitraum, welche im Folgenden diskutiert wird.

Wie Anlage I zu entnehmen ist, treten im untersuchten Zeitraum bei allen Warentypen hauptsächlich die gleichen Fehlerbilder auf, jedoch in unterschiedlichem Maße. Eine besondere Priorisierung eines bestimmten Fehlerbildes aufgrund seines exklusiv gehäuften Auftretens bei einem bestimmten, häufig produzierten Warentyp erweist sich somit als nicht notwendig. Die bei allen Warentypen am häufigsten auftretenden Fehlerbilder sind Bahn deformationen in der Ware, Quer- und Längsaufrauungen, Rauhsuren, Staufen sowie Rand deformationen oder schmalere Stellen im Material. Diese sechs genannten Fehlerbilder stellen über allen Warentypen insgesamt aufsummiert den größten Anteil aller dokumentierten Fehlerbilder im 2. Jahr mit 63 % für Rohware beziehungsweise 82 % für Fertigware. Die genannten Anteile beziehen sich jeweils auf das insgesamt festgestellte Fehleraufkommen und ausdrücklich nicht auf die Gesamtmenge der gesichteten Ware.

Es handelt sich bei allen häufig auftretenden Fehlerbildern um kontinuierliche Fehler, mit Ausnahme der Queraufrauungen. Letztgenannte Fehlerbilder können nur vereinzelt auftreten, finden sich jedoch oft in regelmäßigen Abständen über längere Abschnitte der Warenbahn verteilt, wodurch sie bei der Notation oft wie kontinuierliche Fehlerbilder behandelt werden.

Auffällig ist zwischen den Jahren 1 und 2 bei allen betrachteten Warentypen eine starke Zunahme des Fehlerbildes Bahn deformationen.

Bei Randdeformationen handelt es sich um ein aus der Warenbahnführung oder Handlingsprozessen resultierendes Fehlerbild. Beobachtungen ergaben, dass während des Carbonisierprozesses die Warenbahnen mitunter am Eingang oder Ausgang des Carbonisierofens schleifen. Dieses Schleifen führt durch Einreißen der Warenbahn zu dieser Art Beschädigungen [19]. Es wurden zur Vermeidung dieses Fehlerbildes bereits Maßnahmen getroffen. Da die Ursachen des Fehlerbildes bekannt und trivial sind, wird dieses keiner näheren Betrachtung unterzogen.

Es verbleiben als häufig auftretende Fehlerbilder Rauhsuren, Quer- und Längsaufrauungen sowie Bahn deformationen, für die keine gesicherten Erkenntnisse zu deren Ursachen vorliegen beziehungsweise deren Ursachen sich nicht durch bisher getroffene Maßnahmen abstellen ließen. Wie zuvor erläutert handelt es sich, mit Ausnahme der Queraufrauungen, um grundsätzlich kontinuierlich auftretende Fehler. Bis auf die Bahn deformationen, welche die Weiterverarbeitung des Materials einschränken oder verhindern können, haben all diese Fehler ein Aufrauen der Warenoberfläche zur Folge. Aus einer aufgerauten Warenoberfläche hervorstehende Fasern besitzen ein hohes Schadenspotential gegenüber Membranen innerhalb einer Brennstoffzelle (siehe Abschnitt 4.1). Daher werden diese Fehlerbilder in der vorliegenden Arbeit näher betrachtet.

Alle ausgewählten Fehler lassen sich auf dem Material bereits auf der Fertigungsstufe der Roh-GDL beobachten, womit sie folglich in den vorgelagerten Herstellungsschritten entstanden sein müssen. Für die weiteren Untersuchungen zu Ursachen und Fortpflanzung dieser Fehlerbilder sind daher nur die Teilprozesse der Roh-GDL-Herstellung von Interesse und die folgenden Teilprozesse der Veredelung werden im Rahmen dieser Arbeit nicht näher betrachtet.

Im nächsten Abschnitt erfolgt eine detaillierte Vorstellung der ausgewählten Fehlerbilder Bahndeformationen, Längs und Queraufrauhungen sowie Rauhsuren. Weiterhin wird das Fehlerbild der umlaufenden Verdickungen von Wickeln in Umfangsrichtung vorgestellt, aus dem letztere Fehlerbilder in Fortpflanzung entstehen.

#### **4.4 Charakteristika der ausgewählten Fehlerbilder**

Die nachfolgend näher beschriebenen Fehlerbilder werden jeweils mit dem Ort ihres ersten Auftretens, ihrem Erscheinungsbild, ihren Folgen und weiteren bekannten Informationen zu möglichen Ursachen und ihren Zusammenhängen untereinander dargestellt.

##### **4.4.1 Bahndeformationen**

Bahndeformationen treten in verschiedenen Formen und Ausprägungen während der Roh-GDL-Herstellung auf. Es handelt sich dabei um Längendifferenzen im Material in verschiedenen Ausprägungen, von denen derzeit am häufigsten die sogenannten kurze Diagonalverzüge (siehe Abbildung 4-13) und vollfächige Bahndeformationen über die gesamte Warenbahnbreite (siehe Abbildung 4-14) auftreten. Vor dem Auftreten solcher Bahndeformationen ist das Warenbild einwandfrei, die Ursachen ihrer Entstehung sind noch nicht vollständig geklärt. Das Fehlerbild beeinträchtigt die weitere Verarbeitung der Roh-GDL durch Staufaltenbildung, insbesondere an Walzenspalten und beim Speichern von Warenbahnen auf Wickeln. Dadurch kann das Material erstens geschädigt und zweitens teilweise nicht weiterverarbeitet werden.

Vollflächige Bahndeformationen lassen sich bereits zu Beginn der Roh-GDL-Herstellung beobachten, zu den Ursachen ihrer Entstehung liegen keine Informationen vor.

In der internationalen Literatur ist sind Bahndeformationen von Warenbahnen unter anderem als „baggy web“, „camber“ oder „layflat“ beschrieben. Die Ursachen hierfür werden als vielfältig dargestellt und können von Dicken- oder Flächenmasseunregelmäßigkeiten im Ausgangsmaterial, ungleichmäßigen Zugkräften im Prozess bis hin zu Schwankungen sämtlicher anderer Parameter der Verarbeitungsprozesse reichen. [20], [21], [22], [23]



**Abbildung 4-13: Fehlerbild kurze Diagonalverzüge**



**Abbildung 4-14: vollflächige Bahndeformation[24]**

#### 4.4.2 Umlaufende Verdickungen von Wickeln in Umfangsrichtung

Eine umlaufende Verdickung eines Wickels in Umfangsrichtung wird im Weiteren auch als „Wulst“ (Plural: „Wülste“) bezeichnet. Es handelt sich um ein lokal begrenztes, in der Regel nicht mehr als 20 mm breites Fehlerbild, welches jedoch meistens an mehreren Stellen eines Wickels in variierender Intensität auftritt. Während der Roh-GDL-Herstellung entstehen Wülste beim Aufwickeln des Materials. Ein Beispiel für einen Wulst ist in Abbildung 4-15 zu sehen:



Abbildung 4-15: Wulst auf einem GDL-Wickel

Wird der Umfang des Wulstes im Verhältnis zu dem des restlichen Wickels zu groß, platzt die Oberfläche des dickenkalibrierten GDL-

Basismaterials auf. Die davon betroffenen Bereiche werden später als Längsaufrauung bezeichnet, siehe hierzu Abschnitt 4.4.3. Über die genauen Mechanismen im Material, die zu dessen Aufplatzen führen, liegen keine gesicherten Erkenntnisse vor. Eine auf langjährigen Prozessbeobachtungen beruhende Hypothese besagt, dass ein Wulst mit steigender Lagenanzahl auf einem Wickel wächst.

Ziel ist es, die Entstehung der Wülste möglichst ganz zu unterbinden oder zumindest eine derartige Gegenmaßnahme zur Wulstbildung zu finden, welche in der Folge keine weiteren Fehlerbilder generiert.

Ähnliche Fehlerbilder wie die Wulstbildung sind in der internationalen Fachliteratur vor allem aus der Papierverarbeitung als „caliper ridge“ oder „gauge band“ bekannt. Als Ursache für dessen Entstehung sind lokal eng begrenzte Unterschiede in Flächenmasse oder Materialdicke angegeben, welche im letzteren Fall allerdings oft im Bereich von einigen  $\mu$ -Metern bis wenigen Hundertstel Millimetern liegen und damit zu gering sind, um mit herkömmlichen online- oder offline-Messverfahren bei kompressiblen Materialien zuverlässig und reproduzierbar detektiert werden zu können [22], [23], [25].

#### **4.4.3 Längs- und Queraufrauungen sowie Rauhsuren**

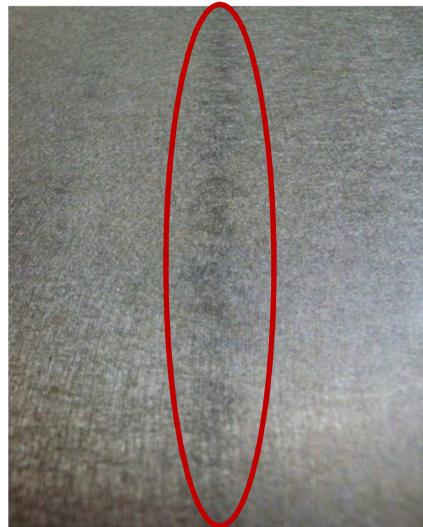
Diese drei Fehlerbilder lassen sich auf der Roh-GDL finden, ihre Ursachen liegen in einer Fortpflanzung des Fehlerbildes der im Abschnitt 4.4.2 beschriebenen umlaufenden Verdickungen in Umfangsrichtung (auch: Wulstbildung). Der Wulst selbst bezeichnet dabei lediglich die Formabweichung des Wickels, die im Folgenden beschriebenen Fehlerbilder generieren sich aus Einwirkungen auf das GDL-Material infolge dieser Formabweichungen des Wickels.

Sogenannte Längsaufrauungen sind Spuren mit aufgerauter Warenoberfläche, welche in Längsrichtung verlaufen. Ein von dem Fehlerbild der Längsaufrauung betroffener Wickel wird in Abbildung 4-17 gezeigt.

Queraufrauungen sind analog definiert, verlaufen jedoch quer zur Warenaufrichtung und sind oft unregelmäßiger geformt als die Längsaufrauungen. Beide Fehlerbilder sind aufgrund der durch her-  
ausstehende Einzelfasern rauen Oberfläche als potentiell die Brennstoffzellenmembran schädigend einzustufen. Das Fehlerbild kann in Abbildung 4-16 betrachtet werden.



**Abbildung 4-16: Fehlerbild Queraufrauung (rot markiert)**



**Abbildung 4-17: Längsaufrauung (aufgerissene Warenoberfläche; rote Markierung) infolge von Wulstbildung**

Das dritte in diesem Abschnitt beschriebene Fehlerbild ist ebenfalls bei der Inspektion der Roh-GDL sichtbar. Es handelt sich um die sogenannten "Rauhspuren". Dies sind unregelmäßige Muster auf der Ware in Längsrichtung. In manchen Fällen ist das Fehlerbild erst nach der Veredelung der Ware erkennbar. Die Ursache der Entstehung der Rauhspuren bei der GDL ist unbekannt, jedoch besteht die Hypothese, dass es sich bei Rauhspuren um eine sich unter bestimmten Bedingungen einstellende, andere Ausprägung der Längsaufrauung handeln könnte.

Folge der Rauhspuren ist - wie auch bei den Längs- und Queraufrauungen – ein Aufreißen der Warenoberfläche mit dem einhergehenden Schädigungspotential für die Membran der Brennstoffzelle. Das Fehlerbild der Rauhspuren weist starke optische Ähnlichkeit mit den Längsaufrauungen auf. Beispiele sind in Abbildung 4-18 und Abbildung 4-19 dargestellt.



**Abbildung 4-18: Fehlerbild "Rauhspur"**  
(Fehler verläuft in Produktionsrichtung,  
quer zur Blickrichtung auf die Probe)



**Abbildung 4-19: Rauhspur auf Roh-GDL**

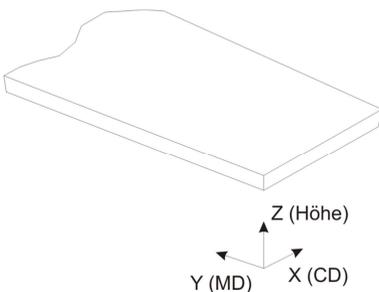
Das von den beschriebenen Fehlerbildern betroffene GDL-Material besitzt eine geringere mechanische Festigkeit als fehlerfreies Material. Dies führt insbesondere im Fall der quer zur Belastungsrichtung ausgeprägten Queraufrauhungen bei der Weiterverarbeitung der Roh-GDL zu Warenbahnabrissen. Diese wiederum verursachen hohe wirtschaftliche Schäden infolge von Stillstandzeiten der Anlagen, die anschließend mit hohem manuellem Aufwand wieder angefahren werden müssen.

## 5 Theoretische Grundlagen

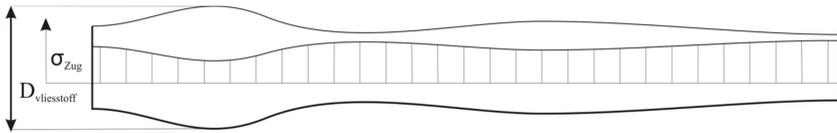
### 5.1 Physikalische und mechanische Grundlagen

#### 5.1.1 Zug-, Biege- und Druckspannungen in Warenbahnen

Auf eine nicht ideal gleichmäßige Warenbahn aufgebrachte Zugspannungslasten bewirken die Entstehung von inneren Spannungsverteilungen. Diese entstehen aufgrund des in Querrichtung betrachtet (Koordinatensystem siehe Abbildung 5-1) vorhandenen Flächenmasseprofils der Warenbahn. Diese Inhomogenitäten in der Flächenmasseverteilung resultieren aus der Herstellung des Vliesstoffes. Dadurch verteilt sich in Segmenten des Querschnitts mit höherer Flächenmasse und folglich größerer belasteter Querschnittsfläche die aufgebrachte Last über eine größere Oberfläche. Dies führt zu geringeren Zugspannungen in diesen Bereichen, wie in Abbildung 5-2 dargestellt.

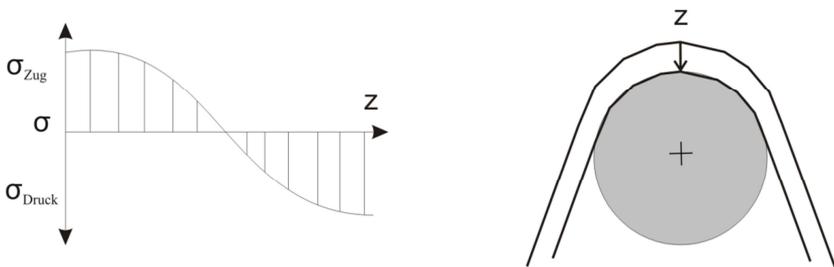


**Abbildung 5-1: Definition des Koordinatensystems für Schnitte durch die Warenbahn, mit Laufrichtung der Warenbahn (Machine Direction - MD) und Querrichtung (Cross Direction - CD)**



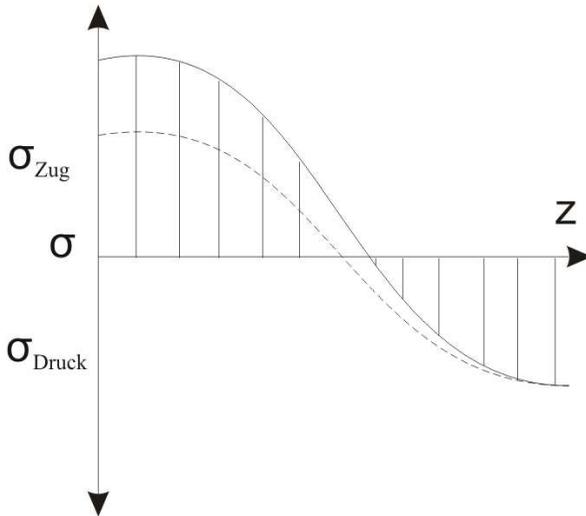
**Abbildung 5-2: Zugspannungsverteilung im Quersprofil (Schnitt in CD, siehe Abbildung 5-1) infolge Warenbahnzugkraft bei variierender Materialmenge**

An Stellen einer Warenbahnführung, an denen die unter Zugspannung stehende Warenbahn eine Rolle umschlingt, tritt zusätzlich zur Zugspannung eine Biegespannung auf. Geht man von einem Material mit homogenem Elastizitätsmodul und Kompressionsmodul und homogener Dichte aus, so würde sich infolge der Biegung die in Abbildung 5-3 dargestellte Spannungsverteilung in der Z-Achse ergeben. Auffallend dabei ist, dass je weiter entfernt von der Rollenoberfläche ein betrachteter Punkt im Material liegt, umso größer die Zugspannung ist, die dieser infolge einer Biegebelastung erfährt.



**Abbildung 5-3: Biegespannungsverteilung bei homogener Material in Z-Richtung betrachtet (Koordinaten siehe Abbildung 5-1)**

Wird diese Biegespannung zusätzlich von einer Zugspannung überlagert, stellt sich eine zur Zugspannungsseite hin verschobene Spannungsverteilung ein, wie in Abbildung 5-4 dargestellt.



**Abbildung 5-4: Spannungsverteilung in homogenem Material bei Überlagerung von Biege- und Zugbeanspruchung, durchbrochen dargestellt zum Vergleich: reine Biegebelastung**

Es ist jedoch infolge der in nicht idealen Warenbahnen vorhandenen Flächenmasseinhomogenitäten nicht davon auszugehen, dass im Material an jeder beliebigen Stelle homogene Elastizitäts- und Kompressionsmoduli (siehe Abschnitt 5.1.2) vorliegen. Vielmehr unterliegen auch diese einer Verteilung. Dies führt im Falle einer Überlagerung von Zug- und Biegebelastungen bei Umschlingungen von Rollen

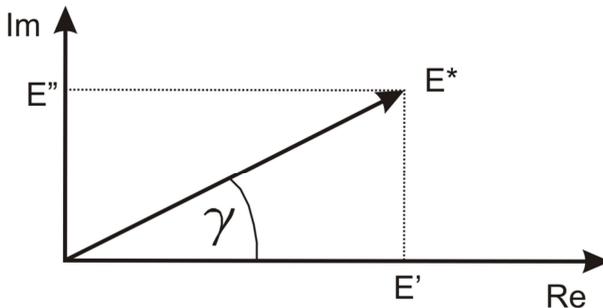
zu besonders ausgeprägten Zugspannungsspitzen in weit von der Rollenoberfläche entfernten Bereichen der Warenbahn.

Umgekehrt zur Spannungsverteilung im Falle einer Zugbelastung in Y-Richtung verhält sich die Verteilung von Druckspannungen bei Druckbelastungen einer nicht idealen Warenbahn in Z-Richtung. In Bereichen mit größerer Flächenmasse befindet sich mehr Material welches einer Kompression Widerstand leistet, was einen lokal höheren Kompressionsmodul (siehe Abschnitt 5.1.2) bedingt. In der Folge entstehen in diesen Bereichen der Warenbahn Druckspannungsspitzen.

### 5.1.2 Elastizitäts- und Kompressionsmoduli

Sowohl für Belastungen mit Zugkräften als mit Drucklasten existieren Kennwerte, die das Verhalten eines Materials beschreiben, die sogenannten Elastizitäts- und Kompressionsmoduli. In der Regel treten irreversible plastische und reversible elastische Anteile bei Verformungen eines Materials auf. Das Gesamtverhalten eines Materials wird durch die komplexen Moduli für Elastizität und Kompression mit  $E^*$  und  $K^*$  beschrieben.

Der elastische Anteil von  $E^*$  wird durch den Speichermodul  $E'$  dargestellt und stellt den Realteil des komplexen Moduls dar, der plastische, imaginäre Anteil ist der Verlustmodul  $E''$ . Der Winkel unter dem Vektor  $E^*$  und der Realachse wird mit  $\gamma$  bezeichnet und stellt die Phasenverschiebung zwischen einer Belastung und der resultierenden Längenänderung dar. Die Beziehung aller genannten Größen zueinander ist in Abbildung 5-5 dargestellt.



**Abbildung 5-5: komplexer Elastizitätsmodul  $E^*$  mit Realanteil  $E'$ , Imaginäranteil  $E''$  und Phasenverschiebung  $\gamma$**

Analog zum Elastizitätsmodul verhält sich der komplexe Kompressionsmodul  $K^*$  mit seinem elastischem Realanteil  $K'$  und seinem plastischen Imaginäranteil  $K''$ .

### 5.1.3 Elastizität und Plastizität

Anders als bei der klaren Trennung eines elastischen und eines plastischen Verformungsbereiches, die für metallische Werkstoffe definiert sind [26] S. 109, zeigen die betrachteten Vliesstoffe bereits bei sehr geringen Gesamtdehnungen ein viskoelastisches Verhalten. Das heißt es finden zeitgleich deutlich ausgeprägte irreversible plastische und reversible elastische Verformungen statt. Diese Verformungen lassen für die untersuchten GDL-Materialien getrennt bestimmen und darstellen.

Die Bestimmung der Anteile plastischer und elastischer Deformation sowie der resultierenden Gesamtverformung bei gegebenem Kräftein-

trag wird mittels Hysterese-Zugversuchen durchgeführt und ist in Abschnitt 6.1.3 erläutert.

#### 5.1.4 Umformmechanismen im GDL-Basisvliesstoff und Versagensarten von Fasern

Es treten während der Umformung des GDL-Basisvliesstoffes verschiedene Verformungsmechanismen innerhalb der Vliesstoffstruktur auf. Zum Ersten ist eine reversible Verformung der Vliesstoffstruktur durch Verdichtung möglich. Dabei werden Fasern dichter nebeneinander positioniert. Unter Annahme eines rein elastischen Verhaltens der Fasern würden diese immer in die Position und Lage zurückkehren, in die sie bei der Basisvliesstoffherstellung gebracht worden sind. Da die Fasern sich jedoch nicht derartig verhalten, sondern auch eine hohe Sprödigkeit besitzen, wirkt ein zweiter Mechanismus in Form einer plastischen Verschiebung der Vliesstoffstruktur durch das Brechen von Fasern durch Zug-, Biege- und Scherbelastungen, die infolge der Druckbelastung und Kompression der Gesamtstruktur innerhalb dieser entstehen können. Diese sind in Abbildung 5-6 verdeutlicht.

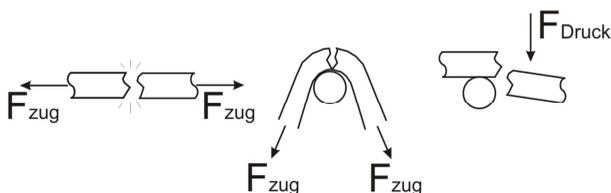


Abbildung 5-6: Faserbrüche durch verschiedene Belastungsarten: Zug, Biegung und Scherung (v.l.n.r.)

Als dritter Mechanismus tritt unter bestimmten Bedingungen eine thermoplastische Verformung der Fasern und damit letztlich auch der gesamten Vliesstoffstruktur auf. Die plastischen und elastischen Verformungsanteile der Fasern unterliegen einer Temperaturabhängigkeit, deren Untersuchung in Abschnitt 6.1.2 beschrieben wird. Eine derartige thermoplastische Umformung ist dauerhafter Natur.

## 5.2 Statistik

### 5.2.1 Korrelationsanalyse

In der multivariaten Statistik wird der sogenannte Korrelationskoeffizient  $R$  als Maß für die Güte eines gefundenen linearen Zusammenhanges zwischen zwei Variablen verwendet.  $R$  kann dabei Werte zwischen  $-1$  und  $+1$  annehmen, die einen vollständigen negativen ( $-1$ ) bzw. positiven ( $+1$ ) Zusammenhang der untersuchten Variablen kennzeichnen. Je näher der Wert von  $R$  an Null liegt, desto geringer ist die Güte des linearen Zusammenhanges einzustufen. Im Rahmen dieser Arbeit wird zur Abschätzung der Güte linearer Zusammenhänge in der Regel das Bestimmtheitsmaß  $R^2$  verwendet, welches die Güte eines linearen Zusammenhanges zwischen  $0$  (kein Zusammenhang) und  $1$  (perfekte Korrelation) angibt. Zur Definition des Korrelationskoeffizienten  $R$  und Bestimmtheitsmaßes  $R^2$  sei auf [26] S. 57 verwiesen.

### 5.2.2 Regressionsanalyse

Als Regressionsanalyse wird die Herstellung eines funktionalen Zusammenhanges zwischen einer unabhängigen und einer abhängigen Variable bezeichnet. Die Messwerte müssen dabei zusammenhängende Wertepaare bilden, was beispielsweise bei einer in ein GDL-Material eingetragenen Zugkraft und der gemessenen resultierenden Dehnung gegeben ist. Als Ansatz für die Regressionsfunktion wird ein Polynom  $k$ -ten Grades verwendet. Zur Definition der Ansatzfunktion sowie Bestimmung der Koeffizienten dieser sei auf [26] S. 57 verwiesen. Der Grad des Polynoms der Ansatzfunktion wird angepasst, bis die Regressionsfunktion den funktionalen Zusammenhang möglichst genau beschreibt. Die in Abschnitt 5.2.1 beschriebene Korrelationsanalyse kann dazu genutzt werden die Güte des gefundenen funktionalen Zusammenhanges zu beschreiben.

### 5.2.3 Zweistichproben-t-Tests und Konfidenzintervalle

Sogenannte Zweistichproben-t-Tests werden durchgeführt, um zu prüfen ob zwei Stichproben zu einer gemeinsamen Grundgesamtheit oder zu zwei unterschiedlichen Grundgesamtheiten gehören. Es wird angenommen, dass die Werte beider Stichproben normalverteilt sind. Im Rahmen dieser Arbeit sollen beispielsweise Vergleiche der Prüfwerte von mit variierten Parametern gefertigten Proben realisiert werden. Es handelt sich dabei um zwei unabhängige Stichproben aus deren Mittelwerten, Stichprobengrößen und Standardabweichungen mit Hilfe der Student'schen t-Verteilung sogenannte Konfidenzintervalle (auch: „Vertrauensbereiche“) bestimmt werden [27] S. 206. Innerhalb des Konfidenzintervalls befindet sich mit einer für die Berech-

nung zugrunde gelegten Wahrscheinlichkeit der wahre Mittelwert der zur Stichprobe gehörigen Grundgesamtheit. Für die getätigten Berechnungen wird im Rahmen dieser Arbeit ein Vertrauensniveau von 95 % zur Bestimmung der Werte der t-Verteilung genutzt. Unterscheiden sich die Konfidenzintervalle gehören, so die Stichproben unterschiedlichen Grundgesamtheiten an. In diesem Fall besteht ein statistisch signifikanter Unterschied zwischen den untersuchten Stichproben.

#### **5.2.4 Stichprobenumfang**

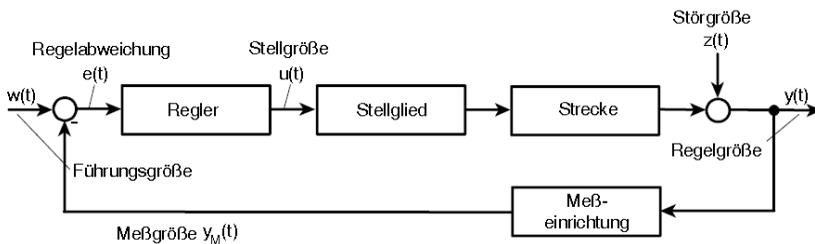
Zur Durchführung statistisch aussagekräftiger Materialuntersuchungen wird eine bestimmte Anzahl an Proben benötigt. Hierzu existieren Berechnungsgrundlagen, die sich wiederum für quantitative Merkmale, etwa Messwerte für Materialdicken, und qualitative Merkmale, z.B. das Vorhandensein eines Fehlerbildes, unterscheiden. Qualitative Merkmale erfordern dabei eine Abschätzung der Varianz der gemessenen Größe sowie der durch die Messung zu erreichenden Genauigkeit. [28]

Für die durchgeführten textilphysikalischen Untersuchungen und Betrachtungen binärer Fehlermerkmale an GDL-Materialien lassen sich bereits mit 10 Proben hinreichend genaue Aussagen treffen. Es wird jedoch bei textilphysikalischen Untersuchungen eine Mindeststichprobengröße von 15 Proben geprüft. Für Untersuchungen, die zur Bestimmung von Eigenschaftsprofilen etwa von Dicken oder Flächenmassen über eine Warenbahnbreite dienen, kommen 20 bis 25 Proben zum Einsatz.

### 5.3 Qualitätsregelkreise

Regelkreise sind ein Modell zur Beschreibung von selbst- oder extern regulierten Vorgängen, welches in der Anlagen- und Steuerungs-, Elektrotechnik aber auch in Naturwissenschaften wie der Biologie genutzt wird.

Es werden dabei verschiedene Größen betrachtet, welche im zeitlichen Verlauf verglichen und manipuliert werden. Ein Beispiel für einen Regelkreis ist in Abbildung 5-7 zu sehen.



**Abbildung 5-7: Allgemeiner Regelkreis mit zeitlich abhängigen Größen, Quelle: [29]**

Dabei wird zunächst als Eingangssignal eine Führungsgröße  $w(t)$  mit einer Führungsgröße in Form einer gemessenen Größe  $y_M(t)$  verglichen und festgestellt ob eine zu korrigierende Regelabweichung  $e(t)$  vorliegt. Ist dies nicht der Fall, wird nichts unternommen. Liegt eine zu korrigierende Abweichung vor, wird ein Stellglied mittels einer Stellgröße  $u(t)$  vom Regler manipuliert, um die Regelgröße  $y(t)$ , welche das Ausgangssignal darstellt, an den gewünschten Wert anzunähern. Zusätzlich kann währenddessen noch eine Störgröße  $z(t)$  auf das

System einwirken und weitere Abweichungen der Messgröße  $y_M(t)$  sowie der Regelgröße  $y(t)$  verursachen. [29]

Im Qualitätswesen wird dieses Prinzip des Überwachens, Korrigierens und Beeinflussens auf zu überwachende Wareneigenschaften übertragen. Bezogen auf die qualitätsrelevanten Eigenschaften der untersuchten Materialien werden als Eingangsgrößen Wareneigenschaften betrachtet, die sich innerhalb eines bestimmten, spezifizierten Bereiches bewegen sollen. Abweichungen von diesen Spezifikationen sind durch Änderungen an Prozessparametern, welche auch Teilprozesse übergreifend sein können, zu korrigieren. Die Ergebnisse sind dabei kontinuierlich weiter zu Überwachen und eventuell auftretenden Störgrößen sowie potentiellen unerwünschten Nebeneffekten der Prozessparameteränderungen ist entgegenzuwirken.

In Qualitätsmanagementsystemen, wie sie beispielsweise in EN ISO 9001:2008 beschrieben werden, wird dieser Kreislauf vereinfacht als sogenannter Deming-Kreis oder PDCA-Schema (Plan-Do-Check-Act) zusammengefasst, wie in Abbildung 5-8 grafisch dargestellt ist. Die vier Phasen beginnen dabei mit der Planung einer passenden Prozessänderung oder -gestaltung, gefolgt von deren testweiser Umsetzung, der Kontrolle der Ergebnisse sowie bei Erfolg der permanenten Implementierung der Änderung für den gesamten Prozess. [30]

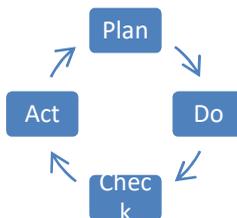


Abbildung 5-8: Deming-Kreis bzw. PDCA-Zyklus

## 6 Eingesetzte Untersuchungsmethoden

Um vergleichende Aussagen bezüglich der Eigenschaften verschiedener Materialien für Gasdiffusionslagen zu treffen, ist es grundsätzlich nötig, diese Eigenschaften mit geeigneten Messverfahren zu charakterisieren. Das betrifft sowohl Unterschiede zwischen Materialien unterschiedlicher Konstruktion oder Materialien identischen Aufbaus aus verschiedenen Fertigungslosen als auch lokale Unterschiede auf von Warenfehlern betroffenen Wickeln. Näheres zur Definition und Arten von Fehlerbildern ist im Kapitel 4 beschrieben. Dazu müssen zunächst geeignete Verfahren erprobt und hinsichtlich der Aussagefähigkeit ihrer Messwerte evaluiert werden. Einige der Messverfahren werden bereits im Rahmen der qualitätssichernden Untersuchungen während der GDL-Produktion eingesetzt, kommen jedoch nun in modifizierter Form zum Einsatz, um auch geringere Unterschiede in den Materialeigenschaften darstellen zu können. Die notwendigen technologisch-konstruktiven Modifikationen wurden für diese Arbeit durchgeführt und getestet. Bisher noch nicht verwendete Messverfahren werden auf ihre Tauglichkeit überprüft und ebenfalls den Erfordernissen der Vermessung von GDL-Proben angepasst.

Zuerst müssen dazu jedoch Überlegungen angestellt werden, welche Wareneigenschaften überhaupt aufschlussreich hinsichtlich der gewünschten GDL-Eigenschaften sein können. Solche sind in Tabelle 6-1 gelistet. Die im Rahmen der Arbeit verwendeten Prüf- und Messmethoden werden in den folgenden Abschnitten behandelt. Es wird dabei in mechanische, elektrische und thermische Materialeigenschaften und bildgebende Verfahren zur Strukturaufklärung unterschieden.

Tabelle 6-1: GDL-Eigenschaften und zugehörige Untersuchungsmethoden

<b>GDL-Eigenschaft</b>	<b>Untersuchungsmethode</b>	<b>Prüfvorschrift</b>
Höchstzugkraft	Zugversuch	ISO 9073-18:2008  (in Anlehnung)
Höchstzugkraftdehnung	Zugversuch	ISO 9073-18:2008  (in Anlehnung)
Elastizitätsmodul	Zugversuch  Dynamisch Mechanische Analyse	ISO 9073-18:2008  (in Anlehnung) Eigene Prüfvorschrift
Kompressibilität	Dynamisch Mechanische Analyse  Force Displacement-Verfahren	Eigene Prüfvorschrift  interne Prüfvorschrift Fa. Freudenberg
Kraft-Dehnungs-Verhalten	Hysteres-Zugversuch mit Relaxationszeiten und stufenweiser Zugkraftsteigerung	Eigene Prüfvorschrift

<b>GDL-Eigenschaft</b>	<b>Untersuchungsmethode</b>	<b>Prüfvorschrift</b>
Flächenmasse	Gravimetrische Bestimmung  online-Messung	DIN EN 29073-1: 1992-08 (in An- lehnung)  interne Prüfvor- schrift Fa. Freu- denberg
Biegesteifigkeit	Automatisierte Cantilever- Prüfung	DIN 53362:2003- 10 (in Anlehnung)
Dicke	Dickentaster	DIN EN ISO 9073-2: 1997-02 (in Anlehnung)
Dickenänderung unter Zugkraftbeanspruchung	vergleichende Messung mit Dickentaster vor und nach Zugversuch mit definierter Höchstkraft	ISO 9073- 18:2008 (in Anlehnung)  DIN EN ISO 9073-2: 1997-02 (in Anlehnung)

---

<b>GDL-Eigenschaft</b>	<b>Untersuchungsmethode</b>	<b>Prüfvorschrift</b>
Thermische Leitfähigkeit	Lock-In-Thermografie	Eigene Prüfvorschrift
Materialstruktur	Auflichtmikroskopie, Schliffbildmikroskopie, Raster-Elektronen-Mikroskopie, $\mu$ -Computer-Thomografie	Eigene Prüfvorschrift

Mechanische Kennwerte werden zur besseren Vergleichbarkeit der Warentypen auf die Flächenmasse des Materials normiert, falls sie nicht ohnehin von dieser unabhängig definiert sind.

Bei der Untersuchung der mechanischen und elektrischen Eigenschaften der GDL in unterschiedlichen Fertigungsstadien wird folgender Ablauf eingehalten:

- 1) Entnahme der Proben
- 2) Wiegen der Proben zur Flächenmassebestimmung
- 3) Prüfung der Ausgangsdicke
- 4) Bei Roh-GDL-Proben: Bestimmung des In Plane-Widerstandes
- 5) Bestimmung der Biegesteifigkeit
- 6) Zugkraftversuche:
  - a. Bestimmung der Höchstzugkraft und Höchstzugkraftdehnung
  - b. Bestimmung des Kraft-/Dehnungsverhaltens mittels vorab definierter Belastungsstufen

- c. Bestimmung der Dickenänderung unter Zugbeanspruchung durch einmalige, vorab definierte Belastung

7) Bei Durchführung von 6) c.: Prüfung der Enddicke

Alle genannten Untersuchungen werden nacheinander mit denselben Streifenproben von 150 mm Länge und 15 mm Breite durchgeführt. Durch diese Vorgehensweise werden mögliche Zusammenhänge zwischen einzelnen Eigenschaften der Proben direkt mittels einer Kreuz-Korrelationsanalyse ermittelt. Es werden jeweils zwischen 15 und 25 Proben von einem Warenbahnabschnitt entnommen und für die Prüfungen verwendet.

Aufgrund des erforderlichen Messaufbaus, der im Abschnitt 6.2.1 beschrieben ist, muss die Untersuchung zur thermischen Leitfähigkeit an ganzen Warenbahnen stattfinden.

Die eingesetzten Untersuchungsverfahren werden in den folgenden Abschnitten 6.1 bis 6.3 anhand der mit ihnen untersuchten Materialeigenschaften erläutert.

## 6.1 Mechanische Eigenschaften

### 6.1.1 Höchstzugkraft und Höchstzugkraftdehnung

Als Höchstzugkraft (HZK) wird die Kraft bezeichnet, die auf eine Materialprobe aufgebracht werden kann, bevor diese durch einen Überlastungsbruch zerstört wird. Die bei dieser Kraft erreichte Dehnung der Probe ist die Höchstzugkraftdehnung (HZK-D). Zur Bestimmung dieser Kennwerte in Anlehnung an ISO 9073-18:2008 [31] werden Zugprüfmaschinen (ZPM) verwendet. Alle durchgeführten Höchstzugkraft-

und Höchstzugkraftdehnungsmessungen wurden in Anlehnung an die eben genannte Norm durchgeführt [32].

Da in den hier getätigten Untersuchungen jedoch teilweise lokal eng begrenzt auftretende Fehlerbilder untersucht werden sollen, muss eine feinere Ortsauflösung erzielt werden, als mit den von der Norm vorgesehenen Probenabmessungen von 250 mm x 50 mm möglich ist. Es wird daher, wie eingangs im Kapitel 6 beschrieben, eine Probengröße von 150 mm Länge x 15 mm Breite gewählt. Aufgrund der abweichenden Probendimensionen beträgt die freie Einspannlänge der Probe  $l_0$  lediglich 100 mm. Die Verfahrensgeschwindigkeit der Traverse entspricht wie üblich der freien Einspannlänge der Probe pro Minute, in diesem Fall also 100 mm/min. Aus der freien Einspannlänge und bei Erreichen des Bruchkriteriums gemessenen Endlänge der Probe  $l_{Ende}$  wird nach Formel (4) die Dehnung  $\epsilon$  berechnet, welche in Prozent angegeben wird:

$$\epsilon = \frac{l_{Ende} - l_0}{l_0} * 100 \quad (4)$$

Die verwendeten verringerten Probenabmessungen bringen eine deutliche Verringerung der zu erwartenden Höchstzugkräfte mit sich. Die verwendete Zugprüfmaschine muss aufgrund der geringen zu erwartenden Kräfte im Bereich von ungefähr 3 N bis 10 N über einen für niedrige Kräfte dimensionierten Kraftaufnehmer verfügen. Im textilphysikalischen Labor des ITM befindet sich ein Gerät, welches mit einem 500 N-Aufnehmer ausgestattet werden kann und somit für die Messungen geeignet ist.

### 6.1.2 Elastizitätsmodul und Kompressibilität

Auf Basis der bei den Höchstzugkraftuntersuchungen erhaltenen Daten kann für beliebige Punkte entlang der Kraft-/Dehnungskurve der komplexe Elastizitätsmodul  $E^*$  (vergleiche Abschnitt 5.1.2) bestimmt werden. Dieser komplexe Elastizitätsmodul enthält sowohl elastische Anteile an der unter der aufgebrauchten Kraft erreichten Materialverformung als auch plastische Anteile. Diese Verformungen können dabei sowohl durch Veränderungen an der Makrostruktur eines Materials – im Fall des GDL-Vliesstoffes der Anordnung der Fasern untereinander - als auch der Fasern, aus denen diese Makrostruktur besteht, hervorgerufen werden. Eine eindeutige Zuordnung der stattfindenden elastischen bzw. plastischen Verformungen zu Vliesstoffstruktur bzw. Fasermaterial ist allein aufgrund des beobachteten Materialverhaltens im Fall des GDL-Vliesstoffes nicht möglich.

Eine Möglichkeit komplexe Elastizitätsmoduli oder Kompressionsmoduli in ihre elastischen und plastischen Bestandteile getrennt messtechnisch abzubilden, stellt die Dynamisch Mechanische Analyse (DMA) dar. Hierbei wird ein Probekörper einer Belastung ausgesetzt, die sich aus einer statischen Grundlast und einem oszillierenden dynamischen Anteil zusammensetzt. Als Belastungsarten sind, je nach zu bestimmender Materialkenngröße, Zug- oder Druckversuche üblich. Bei Durchführung der Dynamisch Mechanischen Analyse sind verschiedene Belastungsmodi möglich: Einerseits kann eine statische Grundlast dauerhaft anliegen, welche dann entweder für den Zeitraum der Messwertaufnahme oder dauerhaft mit einer dynamischen Last überlagert wird. Andererseits kann die statische Last während Zeiten ohne Messwertaufnahme, beispielsweise bis eine bestimmte Prüftemperatur erreicht ist, bis auf eine geringe Haltelast ausgesetzt werden und erst vor der Messwertaufnahme erneut aufgebracht und dann

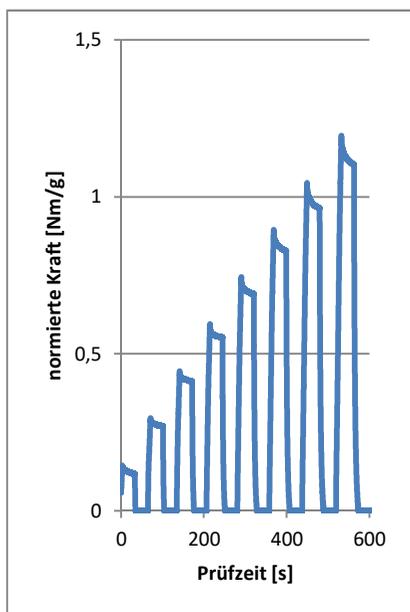
abermals mit dem dynamischen Lastanteil überlagert werden. Letzterer Prüfmodus wird zur Bestimmung der plastischen und elastischen Verformungsanteile eines bereits vorher verformten Materials bei Erreichen einer bestimmten Temperatur eingesetzt. [33], [34]

Im Rahmen der Arbeit wurde die Dynamisch Mechanische Analyse zur Bestimmung des komplexen Kompressibilitätsmoduls  $K^*$  eingesetzt. Dazu wurde eine DMA mit Druckbeanspruchung einer GDL-Basisvliesstoffprobe unter den während des Dickenkalibrierprozesses herrschenden Druck- und Temperaturbedingungen durchgeführt, auf welche in Abschnitt 9.1 näher eingegangen wird.

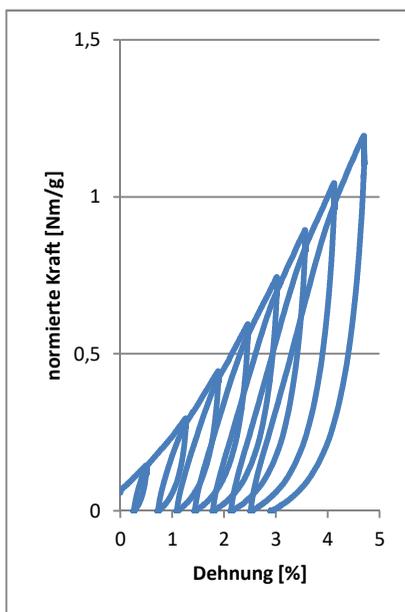
### **6.1.3 Elastische und plastische Deformation bei Zugbelastungen**

Zur Bestimmung der elastischen und plastischen Anteile der bei einem gegebenen Kräfteintrag in Form einer Zugbelastung stattfindenden Gesamtdeformation werden sogenannte Hysterese-Zugversuche eingesetzt. In den durchgeführten Untersuchungen wird die Dehnung unter Zugbeanspruchung mittels einer Zugprüfmaschine untersucht, welche ein Kraft-Dehnungs-Diagramm aufzeichnet. Es kommen dabei Streifenproben mit einer Länge von 150 mm und einer Breite von 15 mm zum Einsatz. Diese werden einer stufenweise gesteigerten Zugbelastung ausgesetzt, wie in Abbildung 6-1 aufgetragen ist. Dabei erfolgt zunächst ein Kräfteintrag mit definierter Verfahrensgeschwindigkeit der Traverse der Zugprüfmaschine von 10 mm/min, anschließend wird die erreichte Dehnung für 30 s gehalten und zum Abschluss die Zugbelastung zurückgefahren und somit eine Relaxationsphase des Materials von wiederum 30s herbeigeführt. Die Zeiträume für die Halte-

und Relaxationsphase sind derart gewählt, dass nach deren Ablauf keine wesentlichen Veränderungen der Materialdehnung mehr auftreten und wurden im Vorfeld der eigentlichen Versuche empirisch ermittelt.



**Abbildung 6-1:** Kraft-Zeit-Diagramm für Hysterese-Zugversuch zur Bestimmung plastischer und elastischer Verformungsanteile



**Abbildung 6-2:** Kraft-Dehnungs-Diagramm für Hysterese-Zugversuch zur Bestimmung plastischer und elastischer Verformungsanteile

Resultierend zu dem jeweiligen Krafteintrag erfolgt eine mit jeder Kraftstufe gesteigerte Dehnung des Materials, welche in Abbildung

6-2 dargestellt ist. Zunächst stellt sich während des Kräfteintrages eine Gesamtdeformation ein, welche während der Haltephase bei sinkendem Kräfteintrag aufrechterhalten wird. In der anschließenden Relaxationsphase ohne Kräfteintrag verschwindet ein Teil dieser Gesamtdeformation wieder, dabei handelt es sich um den elastischen Verformungsanteil. Der plastische Verformungsanteil ist der nach entfernen der Zugbelastung noch erhalten gebliebene Anteil der Gesamtdeformation. Diese Verformungsanteile sind in Abbildung 6-3 dargestellt.

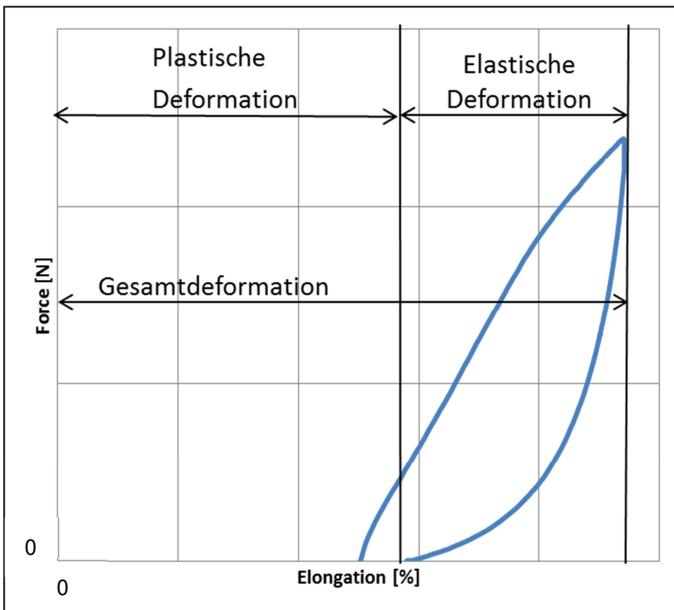


Abbildung 6-3: Elastischer und plastischer Verformungsanteil anhand einer isoliert dargestellten Kraftstufe

Die wiederholte und gesteigerte Belastung dient dabei zum einen dazu, mit einer überschaubaren Probenanzahl Erkenntnisse über einen möglichst großen Verformungsbereich zu erhalten. Andererseits wird eine wiederholte Zugbelastung des Materials, wie sie in den einzelnen Fertigungsprozessen beispielsweise beim Auf- und Abwickeln von Warenbahnen auftritt, nachgestellt. Die sehr niedrige Belastungsgeschwindigkeit von nur 10 mm/min bewirkt dabei in Kombination mit der Haltephase eine annähernd statische Belastung des Materials, so dass das volle Ausmaß der Strukturumformung infolge der jeweils aufgetragenen Zuglast ersichtlich wird. Mittels derartiger Versuche kann somit für verschiedene Belastungen der Anteil an plastischer und elastischer Deformation der GDL-Vliesstoffmaterialien in unterschiedlichen Verarbeitungszuständen bestimmt werden.

#### **6.1.4 Flächenmasse**

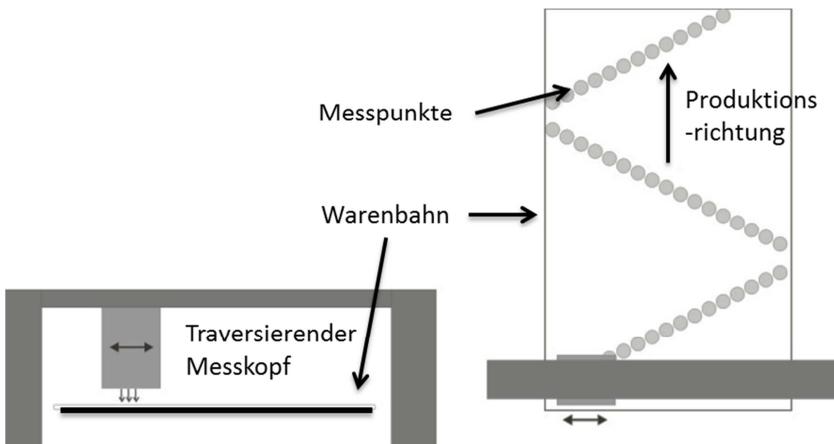
Als Flächenmasse (FLM) oder auch Grammatik des textilen Materials wird die Masse einer Probe mit definierten Oberflächenabmaßen verstanden. Üblicherweise wird diese in  $[g/m^2]$  angegeben. Es werden ein manuelles Bestimmungsverfahren und ein automatisiertes online-Verfahren zur Erfassung der Flächenmasse während der Basisvliesstoffproduktion verwendet.

Die manuelle Bestimmung der Flächenmasse erfolgt in Anlehnung an DIN EN 29073-1: 1992-08. Dafür wird eine Materialprobe mit den Maßen 150 mm x 15 mm verwendet.

Da auch für die Flächenmasse eine genaue Ortsauflösung zum Aufzeigen von lokalen Unterschieden gewünscht ist, werden im Rahmen dieser Arbeit die gleichen Prüfkörper wie für die Bestimmung der

Höchstzugkraft verwendet. Beide Messverfahren beeinträchtigen sich nicht gegenseitig, wenn die zerstörende Prüfung als letztes erfolgt. Da die Ergebnisse beider Prüfungen von denselben Proben stammen, können jedoch eventuelle Zusammenhänge zwischen beiden Prüfgrößen eindeutig abgeleitet werden.

Die Online-Erfassung der Flächenmasse-Daten erfolgt durch ein traversierendes Messgerät, welches während der Produktion kontinuierlich und mit geringem Abstand von etwa 5 mm über die Warenbreite verteilte Messwerte aufnimmt. Das Prinzip ist in Abbildung 6-4 verdeutlicht.



**Abbildung 6-4: Messprinzip der online-Flächenmassebestimmung bei der GDL-Basisvliesstoffherstellung, aufgenommene Messpunkte sind grau dargestellt**

Gemessen wird ein runder Messbereich von etwa 25 mm Durchmesser mit einem berührungslosen, strahlungsbasierten Transmissions-

verfahren. Der Betrag der absorbierten Strahlung über einen definierten Messbereich gibt dabei Aufschluss über die vorhandene Materialmenge in diesem Bereich. Mittels vorheriger Kalibrierung auf das zu vermessende Material und dessen Absorptionsvermögen kann somit die im Messbereich vorhandene Flächenmasse ermittelt werden.

### 6.1.5 Biegesteifigkeit

Die Biegesteifigkeit erlaubt eine Aussage über die erforderliche Kraft, um ein Material um einen bestimmten Winkel zu biegen. Sie kann für biegeschlaife, textile Materialien mittels deren Eigenmasse im Cantilever-Verfahren bestimmt werden. Dabei wird die Probe über eine Kante geschoben, an die sich eine abfallende Rampe im Winkel  $\alpha$  von  $48,5^\circ$  (über Grund gemessen) anschließt. Berührt die Probe die Rampe, wird die Länge des Probenteils bestimmt, der bis zum Eintritt dieses Ereignisses über die Kante hinausgeschoben wurde, die sogenannte Überhanglänge  $l_{\bar{U}}$ . [35] Das Messprinzip ist in Abbildung 6-5 dargestellt. Aus dieser Überhanglänge  $l_{\bar{U}}$  lässt sich mit Hilfe der Probendimensionen und Flächenmasse die Biegesteifigkeit des Materials nach folgender Formel errechnen:

$$B = \frac{g * m_{probe} * (l_{\bar{U}} * 0,5)^3}{l_{probe} * b_{probe}} \quad (5)$$

Mit:

$g$  Erdbeschleunigung ( $g=9,81 \text{ m/s}^2$ )

$m_{Probe}$  Masse der Probe

$l_{\ddot{U}}$  Überhanglänge der Probe bei Berührung der Rampe

$l_{Probe}$  Gesamtlänge der Probe

$b_{Probe}$  Gesamtbreite der Probe

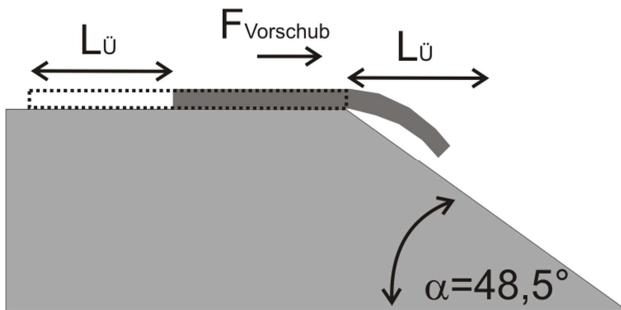


Abbildung 6-5: Messprinzip Cantilever-Methode mit Überhanglänge  $l_{\ddot{U}}$  und Vorschubkraft  $F_{Vorschub}$  und Winkel  $\alpha$  der Prüffläche über Grund (gepunktet dargestellt: Probe in Ausgangsposition)

Für die Prüfungen im Rahmen der Arbeit wurde eine automatisierte Variante des Messverfahrens verwendet, welches mit einem angetriebenen Schlitten und einem Lichtschranken-System arbeitet. Dadurch wird ein konstanter Vorschub des Materials und eine genauere Erfassung des zu erreichenden Probendurchhanges gewährleistet. Die Messungen mit dem Gerät ACPM 200 der Firma Cetex finden im tex-

---

tilphysikalischen Labor des ITM in Anlehnung an DIN 53362:2003-10 statt. [32]

Diese Messungen werden mit den gleichen Prüfkörpern durchgeführt wie die Messung der Höchstzugkräfte und der Flächenmasse. Dadurch können direkte Zusammenhänge zwischen den gemessenen Größen ausfindig zu machen. Die Prüfung ist nicht zerstörend, könnte jedoch unter Umständen durch die verursachte Biegung minimale Vorschädigungen verursachen, welche das Ergebnis der Höchstzugkraftmessung beeinflussen. Diese können bei normaler Probenhandhabung im Vorfeld der HZK-Untersuchung allerdings ebenfalls nicht ausgeschlossen werden. Zudem wurde mit allen geprüften Proben identisch verfahren, so dass sich derartige Effekte auf alle Prüfkörper gleichermaßen auswirken.

### **6.1.6 Dickenmessung**

Für die Bestimmung der Dicke des GDL-Materials werden zur kontinuierlichen Vermessung ganzer Warenbahnen ein online- und für Einzelproben ein offline-Verfahren eingesetzt. Im Rahmen der textilphysikalischen Untersuchungen wurden mit Hilfe des offline-Verfahrens gewonnene Daten verwendet.

Ersteres online-Verfahren besteht in der Erfassung der Dickeninformationen mittels unter einer Präzisionswalze montierten, über deren Breite verteilten, mechanischen Dickentastern. Die zu vermessende Warenbahn läuft dabei zwischen der Messwalze und Schleifblechen, welche ausgelenkt werden und ihrerseits eine Auslenkung der Dickentaster bewirken. Die erfassten Daten werden primär nicht als Absolutwerte für die Warendicke verwendet, sondern liefern Informationen

zur Gleichmäßigkeit und zu Dickensprüngen in der Warenbahn, sowohl in Längsrichtung als auch im Querprofil. Diese Daten finden Eingang in die Aufzeichnungen zur Qualitätssicherung und werden im Rahmen der Prozessbeschreibung und Modellbildung anhand der Datenbankauswertung genutzt, welche in Kapitel 11 beschrieben ist.

Offline wird die Dicke mittels eines Dickentasters in Anlehnung an DIN EN ISO 9073-2: 1997-02 gemessen. Ein mit definierter Kraft vorbelasteter Messfühler wird von oben auf die auf einer ebenen Unterlage befindliche Materialprobe geführt und mittels eines Wegsensors die Probendicke bestimmt. Aufgrund des statischen Versuchsaufbaus entfallen dynamische Einflüsse, wie sie bei der online-Dickenmessung auftreten. Weiterhin wird der Wegsensor während der Messung für eine Haltezeit am Messpunkt belassen. Dadurch ist die offline-Dickenprüfung wesentlich genauer als die online-Messung, jedoch nur zur Vermessung von Einzelproben geeignet.

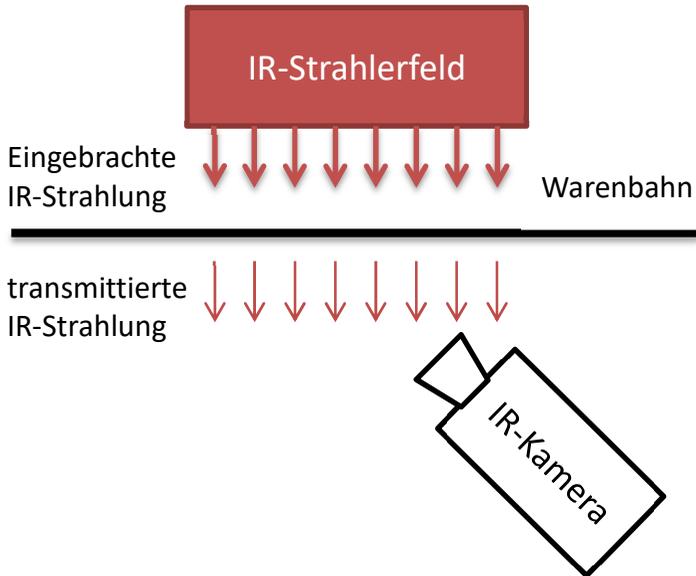
## 6.2 Thermische Eigenschaften

### 6.2.1 Wärmeleitfähigkeit

Neben der für die Energieumwandlung wesentlichen elektrischen Leitfähigkeit zählt auch die Wärmeleitfähigkeit zu den essentiellen Produkteigenschaften der GDL. Beide Leitfähigkeiten treten oftmals korreliert auf, da sie auf ähnlichen physikalischen Vorgängen innerhalb des Materials beruhen [36] S. 88 f..

Zur Analyse von Fehlerbildern auf der Roh-GDL ist es von Interesse, nicht nur die elektrische, sondern auch die thermische Leitfähigkeit des GDL-Materials zu untersuchen. Dies kann auf einfache Weise

mittels Transmissions-Thermografie erfolgen. Hierbei wird eine Probe vor einer Infrarot (IR)-Strahlungsquelle positioniert, die zu Beginn der Messung über einen Einheitssprung aktiviert wird, und die resultierende Erwärmung mittels geeigneter einer Wärmebildkamera aufgezeichnet. Das Verfahren macht sich den Effekt zu Nutze, dass ein Material mit einer sich lokal unterscheidenden thermischen Leitfähigkeit bzw. Wärmekapazität auf eine über seine Fläche konstante Wärmezufuhr mit einer lokal differierenden Erwärmung reagiert. Bei den durchgeführten Untersuchungen wird ein über der Warenbahn angeordneter Infrarotstrahler als IR-Strahlungsquelle genutzt. Unterhalb der Warenbahn mit Blick auf diese ist eine Wärmebildkamera positioniert. Eine schematische Darstellung des Versuchsaufbaus ist in Abbildung 6-6 illustriert.



**Abbildung 6-6: Prinzip des Messaufbaus der Transmissions-Thermografie**

Wird die Strahlungsquelle gepulst betrieben, können Erwärmung und Abkühlung des Materials beobachtet werden. Bei kontinuierlicher Fahrweise mit bewegter Warenbahn kann ein Fehlerbild – sofern es ebenfalls in Maschinenrichtung kontinuierlich auftritt – über einen längeren Zeitraum beobachtet werden. Die Messungen werden stationär an verschiedenen Stellen der Warenbahn mehrfach durchgeführt.

## 6.3 Bildgebende Verfahren

### 6.3.1 Schliffbildmikroskopie

Zur Bestimmung der inneren strukturellen Beschaffenheit von Materialien mittels einfacher optischer Mikroskopie besteht ein gängiges Verfahren darin, die zu untersuchende Probe in ein Matrixmaterial einzubetten und im Anschluss bis zur zu betrachtenden Schicht abzutragen. Im Fall der Schliffbildmikroskopie geschieht dies durch Abschleifen des Probekörpers und Betrachtung mittels eines Auflichtmikroskops.

Die Grundidee des Verfahrens besteht in einer Fixierung der zu analysierenden Struktur und dem Vermeiden von Verschiebungen, beispielsweise durch die Einwirkung einer Klinge beim Schneiden. Jedoch besteht bei empfindlichen Gebilden die Möglichkeit einer unbeabsichtigten Manipulation der Struktur während der Infiltration der Probe mit dem Matrixmaterial. Bei diesem handelt es sich um ein hochviskoses Epoxidharz.

Ein Vorteil der Untersuchungsmethode besteht darin, dass durch die Verwendung von elektromagnetischer Strahlung im sichtbaren Bereich Farbunterschiede innerhalb der Probe erkennbar sind, die auf chemische Veränderungen hinweisen können. Nachteil des Verfahrens gegenüber der Lichtmikroskopie mit Proben auf Objektträgern ist die zeitaufwändige Probenpräparation.

### 6.3.2 Rasterelektronenmikroskopie

Ein weiteres bildgebendes Verfahren, mit dem sich weit höhere Auflösungen als mit rein optischen Mitteln realisieren lassen, ist die Ras-

terelektronenmikroskopie. Geeignete Geräte ermöglichen Betrachtungen von Objekten im Größenbereich von einigen Millimetern bis hin zu wenigen Nanometern. Dabei können bedeutend größere Tiefenschärfen und Ortsauflösungen realisiert werden als mit herkömmlicher Lichtmikroskopie [37].

Zur Bildgebung wird ein fein gebündelter Elektronenstrahl zeilenweise über das zu betrachtende Objekt geführt. Die mit diesem Strahl auf die Objektoberfläche auftreffenden Primärelektronen lösen die Emission von Sekundärelektronen, Röntgenstrahlen und andere Arten von Strahlung aus der zu untersuchenden Probe aus. Diese Sekundärelektronen sowie zurück gestreute Primärelektronen werden von einem Detektor erfasst und anschließend zur Bildgebung verwendet [37].

Nicht leitfähige Proben müssen zunächst mit einer leitfähigen Schicht versehen werden. Zur Erzeugung einer derartigen Schicht findet ein Besputtern mit Edelmetallen oder ein Bedampfen mit Graphit statt. [38]

Aufnahmen mit einem Rastelektronenmikroskop wurden von dickenkalibriertem GDL-Basisvliesstoff angefertigt. Da dieser aus nicht elektrisch leitfähiger Precursor-Faser besteht wird die Probe zuvor mit Gold besputtert.

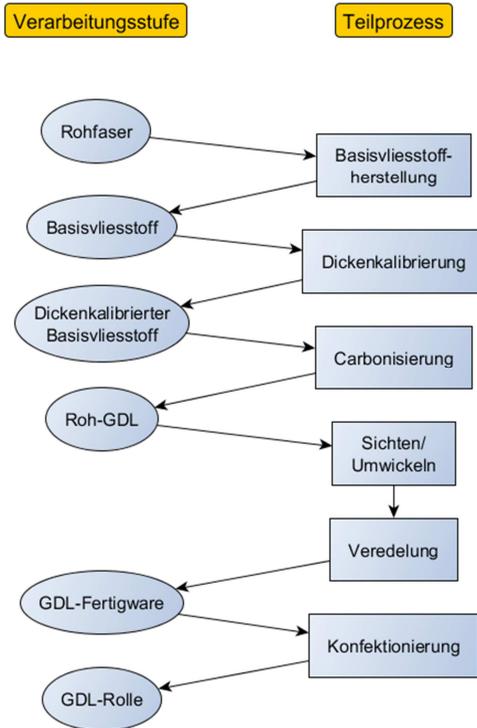
### 6.3.3 $\mu$ -Computertomographie

Zur Strukturanalyse von carbonisiertem GDL-Material kommt das Verfahren der  $\mu$ -Computer-Tomographie ( $\mu$ -CT) zum Einsatz. Bei diesem werden von einer rotierend gelagerten Materialprobe Röntgenaufnahmen erstellt. Dies geschieht mittels von einer Röntgenröhre

emittierter Strahlung, welche in definiertem Winkel auf das Material trifft, dieses durchdringt und hinter dem Material von einem Detektor erfasst wird [39]. Das sich aus dem Detektorsignal ergebende Projektionsbild stellt eine Schichtaufnahme des Probekörpers dar. Verfügt man über genügend Schichtaufnahmen, kann ein dreidimensionales Bild aus diesen erzeugt werden [40]. Ein derartiges 3D-Modell einer Vliesstoffprobe gibt Aufschluss über Aufbau und Faserorientierung der GDL-Materialien. Diese Modelle können zur Strukturaufklärung des stark komprimierten und infolge der Carbonisierung versprödeten GDL-Substrates beitragen, siehe hierzu Abschnitt 10.2.

## **7 Herstellungsverfahren der untersuchten Gasdiffusionslagen im Überblick**

Im Rahmen dieser Arbeit werden auf einem Carbonfaservliesstoff basierende Gasdiffusionslagen untersucht. Aufgrund der hohen geforderten Genauigkeiten und engen Toleranzgrenzen für die gewünschte Flächenmasse, Dicke und Oberflächenbeschaffenheit der betrachteten Substrate für Gasdiffusionslagen ist die Prozessführung bei deren Herstellung komplex. Verschiedene Prozessstufen sind räumlich und zeitlich getrennt. Das GDL-Material zeigt mehrmals während der einzelnen Fertigungsschritte große Änderungen seiner Eigenschaften. Die einzelnen Teilprozesse sind in Abbildung 7-1 veranschaulicht.



**Abbildung 7-1: Teilprozesse und Fertigungsstufen des betrachteten GDL-Herstellungsprozesses**

Zunächst wird ein Vlies aus Precursor-Stapelfasern gelegt. Dieses wird mechanisch zu einem Vliesstoff zwischen 2 mm und 10 mm Dicke mit weichen, textilen Charakter verarbeitet. Anschließend findet mittels einer Kalandriervorrichtung eine Kalibrierung der Materialdicke auf einen typabhängigen Zielwert von 100  $\mu\text{m}$  bis 400  $\mu\text{m}$  statt. Dabei

wird das Material in einen papierartigen und äußerst knick- und zugbelastungsempfindlichen Zustand gebracht. Es folgt die Carbonisierung des Materials. Während dieses Prozesses gewinnt das Material an mechanischer Festigkeit in allen Belastungsrichtungen und verliert bedeutend an Dehnbarkeit. Das derart hergestellte GDL-Substrat wird auch als Roh-GDL bezeichnet. Es besitzt nun noch zwei Drittel der Flächenmasse des Basisvliesstoffes und eine Dicke zwischen 100  $\mu\text{m}$  und 400  $\mu\text{m}$ . Das Material behält sein sprödes Verhalten und einen papierartigen Charakter bei. In der nachfolgenden Veredelung wird das Material mit einer hydrophoben Ausrüstung und einer mikroporösen Schicht ausgestattet. [41]

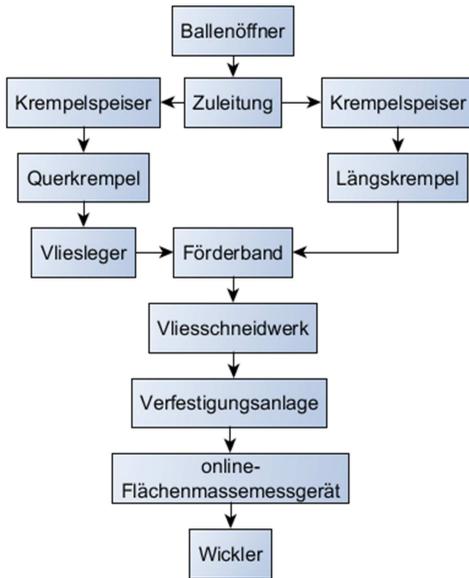
Die einzelnen Teilprozesse haben dabei unterschiedliche Wirkungen auf das Material, welche sich auch in folgenden Fertigungsschritten sowohl auf das Material als auch auf den Prozess selbst auswirken können. Dies betrifft nicht nur in der Fertigung längerfristig eingestellte Parameter, die sich auf einen oder mehrere gesamte Wickel auswirken, sondern auch lokale Abweichungen von diesen Parametern, aus welchen die Entstehung diverser Fehlerbilder resultieren kann. Diese sind nicht immer sofort erkennbar und manifestieren sich zum Teil erst in Folgeprozessen.

## 8 Basisvliesstoffherstellung

Während der Basisvliesstoffherstellung als erstem untersuchten Prozessschritt (vgl. Prozessübersicht in Abschnitt 7) wird aus zur Herstellung von Carbonfasern geeigneten Precursor-Stapelfasern unter Doublierung mehrerer Florlagen in variierender Anordnung ein Vlies mit einer vom Basisvliesstofftyp abhängigen Flächenmasse zwischen  $40 \text{ g/m}^2$  und  $200 \text{ g/m}^2$  gelegt. Dieses Vlies wird anschließend mechanisch zu einem Vliesstoff verfestigt und als Rollenware gespeichert. In diesem Teilprozess werden durch Verarbeitungsparameter, Konstruktion und Verfestigung des Vliesstoffes entscheidend dessen spätere Eigenschaften beeinflusst, wie ausführlich in Abschnitt 8.2 diskutiert.

### 8.1 Prozess der Vliesbildung und Verfestigung

In diesem Abschnitt werden die einzelnen Anlagenkomponenten der Vliesbildungsanlage mit ihren jeweiligen Prozessparametern und die durch diese definierten Materialeigenschaften diskutiert. Eine Übersicht der Anlagenkomponenten findet sich in Abbildung 8-1.



**Abbildung 8-1: Anlagenkomponenten der Vliesbildungslinie zur Herstellung von GDL-Basisvliesstoff**

Wie jeder Vliesbildungsprozess mit Stapelfasern beginnt auch die Herstellung des GDL-Basisvlieses mit der Aufbereitung der Fasern. Dabei handelt es sich um Schnitffasern aus einem Precursormaterial. Diese werden zunächst einem Ballenöffner zugeführt. Dessen Aufgabe besteht darin, eine definierte Menge Fasern in die Zuleitung zu den weiteren Anlagenteilen abzugeben. Eine Begrenzung der geförderten Fasermenge innerhalb dieses Ballenöffners wird mittels einer in definiertem Abstand über einem Förderband rotierenden sogenannten Schlägerwalze realisiert. Die von der Nadelgarnitur der Schlägerwalze erfassten Fasern werden dabei einer physischen Belastung ausge-

setzt, deren Grad von der Relativgeschwindigkeit der rotierenden Walze zum Förderband abhängt. Je größer der Geschwindigkeitsunterschied, desto abrupter werden die Fasern beim Erfassen durch die Nadelgarnituren der Schlägerwalzen erfasst und geknickt.

Die Fasertransportzuleitung zu den nachfolgenden Anlagenkomponenten verzweigt sich zur Speisung der zwei separaten Krempelanlagen. Jene verfügen über vorgelagerte Krempelspeisungen, welche nach unterschiedlichen Wirkprinzipien den eigentlichen Krempelanlagen ein vorverdichtetes Faserpaket als Krempelvorlage zur Verfügung stellen. Es handelt sich um einen Waage- und einen Volumenspeiser, siehe hierzu auch [42] S. 141 ff.. Innerhalb der Krempeln sorgen schnell rotierende, große Hauptwalzen, sogenannte Tamboure, mit um sie herum angeordneten Paaren kleinerer Walzen, den Arbeiter-/Wender-Paaren, dafür, dass die Fasern im zugeführten Faserpaket vereinzelt und in Arbeitsrichtung der Maschine ausgerichtet werden. Die Fasern verlassen die Krempel als ein lockerer, in Maschinenrichtung ausgerichteter Faserflor.

Der Flor aus einer der beiden Krempelanlagen, die gemeinsam mit dem Florleger quer zur Produktionsrichtung der folgenden Anlagenteile angeordnet ist, wird anschließend einem Florleger zugeführt. Dieser legt den Flor changierend als Vlies auf ein Transportband ab. Die Faserrichtung dieses Vlieses liegt je nach Aufbau des Basisvliesstoffes zwischen  $75^\circ$  und  $105^\circ$  (Berechnung aus [43]) zur Maschinenrichtung der Vliesbildungsanlage.

Auch in diesen nach dem Ballenöffner angeordneten Anlagenkomponenten befinden sich mit Nadelgarnituren versehene Walzen, von denen die Fasern erfasst werden. Im Fall der Krempelmaschinen herrschen dabei zwischen den Tambouren und Arbeiter-/Wender-

Paaren sehr hohe Relativgeschwindigkeiten im Verhältnis von mehreren Hundert Metern pro Minute zu Geschwindigkeiten im einstelligen Meter pro Minute-Bereich [42] S. 141 ff.. Folglich sind die Fasern in den Krempelpeisern und vor allem den Krempelmaschinen enormen mechanischen Belastungen ausgesetzt.

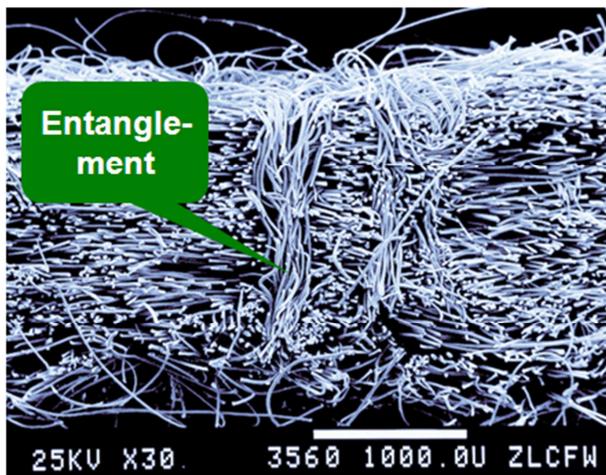
Die Precursor-Fasern besitzen eine hohe Sprödigkeit bei Klimabedingungen von unter 50 % relativer Luftfeuchte bei 20 °C, die unter anderem dazu führt, dass Untersuchungen der Einzelfaserzugkraft oder des Crimps an Einzelfasern bei einer Klimatisierung von Labor und Faserprobe mit geringerer Feuchtigkeit nicht durchführbar sind. Beim Versuch diese einzuspannen brechen die gecrimpten Fasern sofort. Infolge der hohen Sprödigkeit kann es durch diese ständigen Knickbelastungen beim Erfassen der Fasern durch rotierende Nadelwalzen in den Vliesbildungsanlagen leicht zum Brechen der Fasern kommen. Daraufhin erhöht sich der Anteil kürzerer Fasern, was sich negativ auf das Verarbeitungsverhalten auswirkt und zu Materialverlusten infolge von aus den Krempelanlagen fallenden Kurzfasern und Staub führt. Je größer die relativen Geschwindigkeitsunterschiede der die Fasern erfassenden Maschinenelemente ist, desto größer ist auch die Faserschädigung. Kritischer Faktor für das Ausmaß dieser Schädigung ist demnach neben den mechanischen Kennwerten der Faser auch deren Feuchtegehalt während der Verarbeitung. Je höher der Feuchtegehalt der Faser während ihrer Verarbeitung ist, desto weniger spröde verhält sich diese. Dies verringert die Wahrscheinlichkeit von Faserschädigungen bedeutend [15]. Es wird aus diesem Grund eine Klimatisierung der Vliesbildungsanlagen mit einer Luftfeuchte angestrebt, bei der eine optimale Verarbeitung der Fasern möglich ist. Zusätzlich wird die Faser vor und während ihrer Verarbeitung in den Zuführleitungen und Krempelpeisern mittels Vernebelungsanlagen mit Was-

ser befeuchtet, um einen möglichst hohen Faserfeuchtegehalt einzustellen.

In der in Prozessrichtung längs arbeitenden Krempel wird ein mehrfach doublierter Längsflor produziert, welcher auf dem Quervlies abgelegt wird. Jenes Quervlies wird über ein Förderband aus dem der Querkrempel angeschlossenen Vliesleger zum Ausgang der Längskrempelmaschine gefördert. Das Gesamtvlies besitzt eine Flächenmasse zwischen  $40 \text{ g/m}^2$  und  $200 \text{ g/m}^2$ , für welche eine typabhängige Toleranz von  $\pm 2,5 \%$  bis maximal  $\pm 7,5 \%$  der Zielflächenmasse gilt.

Nach der Doublierung des Vlieses wird dieses einem Schneidwerk zugeführt. Dieses verfügt über rotierende Messer, die das Vlies auf die gewünschte Breite zuschneiden.

Über Transportbänder wird das beschnittene Vlies anschließend der Verfestigungsanlage zugeführt. Es erfolgt zunächst eine Vorkompaktierung. Anschließend findet die eigentliche Verfestigung des Materials von der Ober- und Unterseite statt. Dabei wird eine Verschlingung der Fasern untereinander bei gleichzeitiger Kompression des Materials bewirkt. Durch diese Verschlingung von Fasern im Material wird der erreichte, komprimierte Zustand fixiert und der Vliesstoff bekommt infolge der hergestellten Faserverschlingungen seine mechanische Festigkeit verliehen. Das Resultat dieses Vorganges ist in Abbildung 8-2 dargestellt.



**Abbildung 8-2: REM-Aufnahme eines verfestigten GDL-Vliesstoffes im Querschnitt mit markierten Faserverschlingungen ("Entanglement")**

Das Verfestigungsverfahren bringt eine hohe mechanische Beanspruchung der Fasern mit sich. Über Faserschädigungen, die in diesem Verarbeitungsschritt auftreten, lassen sich nur mit großem Messaufwand repräsentative Aussagen treffen. Im verfestigten Vliesstoff lässt sich aufgrund der Verschlingung der Fasern miteinander eine Bestimmung der Faserlängenverteilung mit der üblichen Methode des Vereinzeln und manuellen Sortierens der Fasern nicht mehr durchführen. Dies ist bei allen vorherigen Verarbeitungsstufen noch möglich. Der Grad der erreichten mechanischen Verfestigung hängt dabei sowohl von der Vliesstoffkonstruktion, der Faserlänge und –längenverteilung im Flor als auch von den gewählten Parametern des mechanischen Verfestigungsverfahrens sowie der Anlagengeschwindigkeit ab.

---

Der GDL-Basisvliesstoff wird nach einer online-Flächenmassebestimmung (s.a. Abschnitt 6.1.4) mittels eines Oberflächenwicklers gespeichert.

## 8.2 Charakterisierung des GDL-Basisvliesstoffes

Jede Rolle des aus der Basisvliesstoffherstellung erhaltenen Materials wird im Rahmen der Qualitätssicherung auf seine Höchstzugkraft- und Höchstzugkraftdehnung, Flächenmasse und sein optisches Erscheinungsbild untersucht. Weitere Untersuchungen wurden zum Kraft-Dehnungsverhalten, zum Dicken- und Flächenmasseprofil der Materialien durchgeführt.

Der erzeugte GDL-Basisvliesstoff besitzt einen weichen Griff und textilen Charakter sowie eine Materialdicke von ca. 2 mm bis 10 mm bei kontaktloser Messung. Bei Messung der Dicke mittels eines Dicken-tasters in Anlehnung an DIN EN ISO 9073-2: 1997-02 (siehe Abschnitt 6.1.6) unterliegen die Proben einer Kompression durch ein Auflagemassestück, das auf den Messtaster einen Druck von 25 kPa ausübt, was in geringeren, jedoch präziser gemessenen Dicken resultiert. Die erhaltene Dicke des GDL-Basisvliesstoffes hängt zum Großteil von der vorhandenen Materialmenge, also der Flächenmasse, und den gewählten Verfestigungsparametern der mechanischen Verfestigung ab.

Die mechanische Belastbarkeit des hergestellten Materials ist von der Vliesstoffkonstruktion, der Faserlängenverteilung innerhalb des Vlieses und den Verfestigungsparametern abhängig [42] S. 327. Die Vliesstoffkonstruktion orientiert sich dabei an den gegebenen Anforderungen einer mechanischen Mindestfestigkeit, um das Vliesstoffmate-

rial erfolgreich durch die nachfolgenden Prozessschritte führen zu können. Insbesondere bei GDL-Typen mit niedrigen Gesamtflächenmassen kleiner als  $100 \text{ g/m}^2$  ist eine ausreichende Längsfestigkeit nur dann gewährleistet, wenn genügend Fasern in Maschinenrichtung orientiert sind. Dies macht einen Längsvliesanteil in der Konstruktion des GDL-Basisvliesstoffes mit einer Flächenmasse bis zu  $100 \text{ g/m}^2$  zwingend notwendig. Bei Vliesstoffkonstruktionen mit Gesamtflächenmassen über  $100 \text{ g/m}^2$  kann auf Längsvlies-Anteile verzichtet werden, da diese infolge von Verstreckungen während des Vliestransportes zur Verfestigungsanlage und einer Umorientierung der Fasern während der mechanischen Verfestigung den notwendigen Anteil längs ausgerichteter Fasern aufweisen, um eine ausreichende Festigkeit in Längsrichtung zu gewährleisten [44]. Daten zur Zugfestigkeit und Höchstzugkraftdehnung werden sowohl von dokumentierten Prüfungen im Rahmen der Qualitätssicherung nach ISO 9073-18:2008 [31] als auch aus einer modifizierten Versuchsanordnung mit geringeren Probenabmessungen von  $150 \text{ mm} \times 15 \text{ mm}$  gewonnen. Zur Vergleichbarkeit der unterschiedlichen GDL-Typen und Versuchsanordnungen werden die Zugkraft-Werte auf die jeweilige Flächenmasse  $FLM$  und Probenbreite  $B_{Probe}$  normiert:

$$F_{normiert} = \frac{F_{Zug}}{FLM * B_{Probe}} \tag{6}$$

Mit:

- $F_{Zug}$             Zugkraft
- $FLM$              Fläche    asse
- $B_{Probe}$           Breite    der  
                         Probe

Untersucht wurden drei Warentypen mit unterschiedlicher Flächenmasse und variierendem Anteil an Längs- und Quervlies. Diese sind mit ihren Eigenschaften in Tabelle 8-1 aufgelistet:

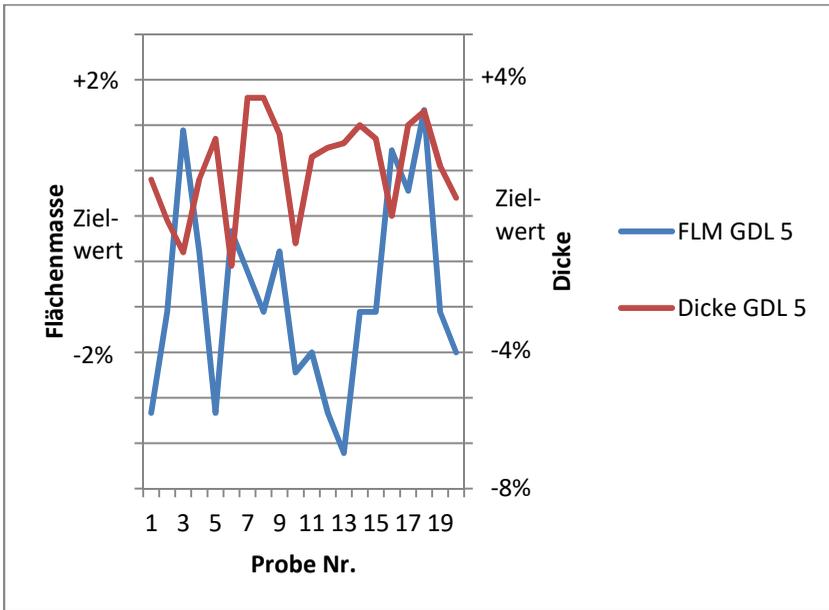
**Tabelle 8-1: Untersuchte GDL-Typen**

Bezeichnung	Flächenmassenfaktor	Verhältnis Längs/Quervliesanteil
GDL 1	1	1:2
GDL 2	1,5	1:2
GDL 5	1,5	0:1

Statt lediglich die zur Auswertung des Fehleraufkommens herangezogenen Warentypen GDL 1 und GDL 2 wird zusätzlich Material vom

Typ GDL 5 untersucht. Dies ist zum einen durch die nach dem zweiten Jahr im betrachteten Zeitraum verstärkte Produktion und somit zunehmenden Relevanz dieses Warentyps begründet, zum Anderen bietet dieser aufgrund seiner reinen Quervliesstoffkonstruktion einen interessanten Kontrast zu der aus Längs- und Quervliesanteilen konstruierten GDL 1. Die aus der Auswertung des Fehleraufkommens bekannten Warentypen GDL 3 und GDL 4 werden an dieser Stelle nicht untersucht, da sie auf den Basisvliesstoff-Typen von GDL 1 und GDL 2 beruhen und sich erst während nachfolgender Prozessschritte hinsichtlich ihrer Fertigungsparameter von diesen unterscheiden. Mechanische Kennwerte werden zur besseren Vergleichbarkeit der Warentypen auf die Flächenmasse des Materials normiert, falls sie nicht ohnehin von dieser unabhängig definiert sind.

Diese Normierung erfolgt jeweils individuell für jede einzelne Probe, da diese eine jeweils unterschiedliche Flächenmasse besitzen. So kann über die Flächenmassen der einzelnen Proben, speziell der in Längsrichtung entnommenen, die Verteilung der Flächenmasse im Querprofil festgestellt werden, wie dies auch anhand der Werte der online-Flächenmassebestimmung (s. Abschnitt 6.1.4) möglich ist. Als zusätzliche Informationen stehen die Werte der Dickenmessung der Einzelproben zur Verfügung. Zu erwarten wäre eine positive Korrelation der Flächenmasse mit der festgestellten Dicke der Proben vorzufinden. Ein höherer Wert der Flächenmasse müsste somit eine erhöhte Materialmenge in einer Probe einhergehend mit einer größeren Dicke anzeigen. Beim Vergleich der Werte miteinander ist jedoch festzustellen, dass diese keinen durchgängigen Zusammenhang erkennen lassen. Beispielhaft dafür sind in Abbildung 8-3 an Proben von Basisvliesstoff des Typs GDL 5 gemessene Werte aufgetragen:

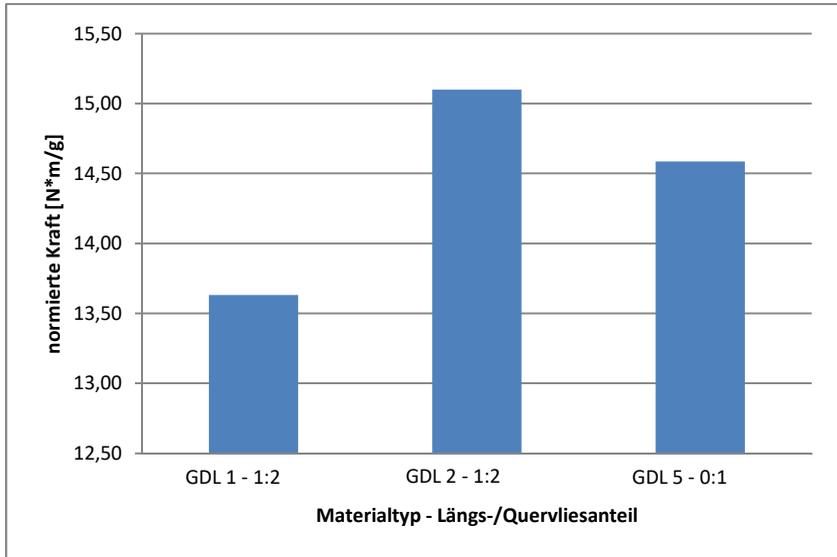


**Abbildung 8-3: Flächenmasse und Dicke von Basisvliesstoff-Proben der GDL 5, in Längsrichtung entnommen**

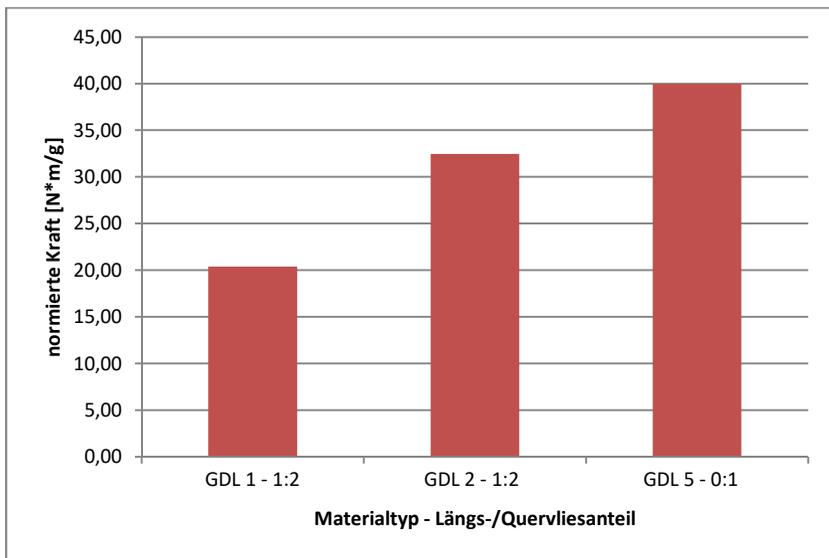
Ebenso verhalten sich die Werte für die Basisvliesstoffe der untersuchten Warentypen GDL 1 und GDL 2. Es lässt sich folglich für die GDL-Basisvliesstoffe unabhängig von deren Konstruktion kein klarer Zusammenhang zwischen der Materialdicke und der Flächenmasse herstellen.

Von der Vliesstoffkonstruktion beeinflusst sind jedoch die mechanischen Kennwerte der GDL-Basisvliesstoffe. In den folgenden Grafiken Abbildung 8-4 und Abbildung 8-5 sind die Höchstzugkraftwerte der untersuchten GDL-Basisvliesstofftypen mit variierender Vliesstoffkon-

struktur dargestellt. Das Verhältnis von Längs- und Quervliesanteil beträgt dabei zwischen 1:2 und 0:1.



**Abbildung 8-4: normierte Höchstzugkräfte in Längsrichtung für verschiedene GDL-Basisvliesstofftypen mit variierender Vlieskonstruktion**

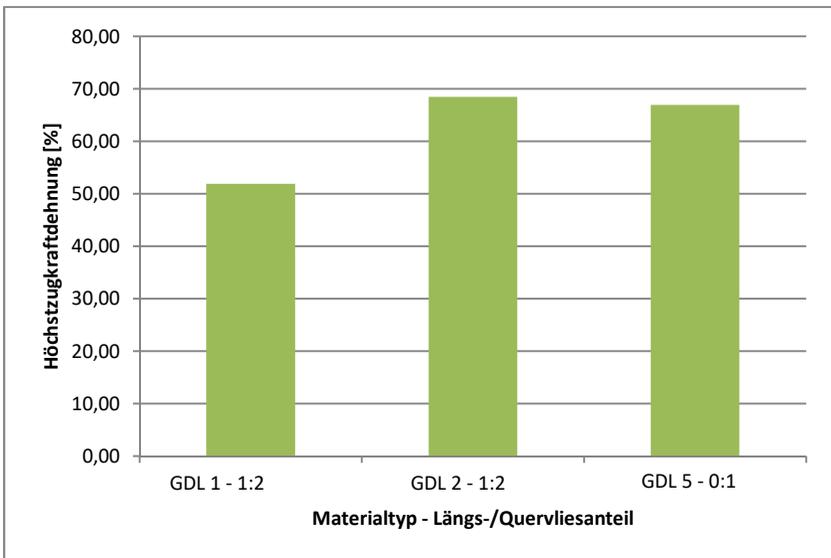


**Abbildung 8-5: normierte Höchstzugkräfte in Querrichtung für verschiedene GDL-Basisvliesstofftypen mit variierender Vlieskonstruktion**

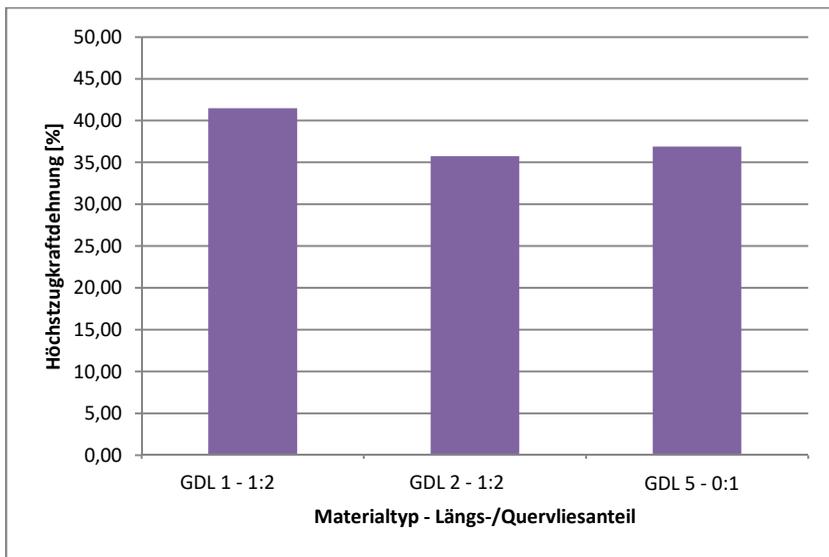
Auffällig sind zunächst die stark unterschiedlichen Kraftbereiche, derenwegen die Höchstzugkräfte in zwei separaten Diagrammen aufgetragen sind. Im Falle der Höchstzugkräfte in Längsrichtung zeichnet sich trotz der Normierung ein Skaleneffekt ab. Die Materialtypen GDL 2 und GDL 5 besitzen eine anderthalbfach so große Flächenmasse wie der erste Materialtyp GDL 1. Durch die größere Fasermenge, aus der sich bei der GDL 2 und GDL 5 die Vliesstoffstruktur zusammensetzt, stehen mehr Einzelfasern für eine Verschlingung miteinander zur Verfügung. Zusätzlich ist durch die größere Dicke der Materialien GDL2 und GDL 5 eine größere Querschnittsfläche vorhanden, über die Fasern miteinander verschlungen werden können. Es stellt sich

infolge dessen eine höhere Festigkeit ein. Auffallend ist hier noch, dass durch den Längsvliesanteil in der GDL 2 eine höhere Längsfestigkeit erreicht wird als bei der GDL 5 mit reiner Quervlieskonstruktion. Bei den Höchstzugkräften in Querrichtung scheinen sich ebenfalls die beschriebenen Skaleneffekte auf die Materialtypen mit höherer Flächenmasse auszuwirken. Außerdem erhöhen sich die Zugfestigkeiten mit dem Quervliesanteil, wie dies auch analog bei den Längszugkräften zu beobachten ist.

In Abbildung 8-6 sind die Höchstzugkraftdehnungen derselben GDL-Basisvliesstofftypen aufgetragen:



**Abbildung 8-6: Höchstzugkraftdehnungen in Längsrichtung für verschiedene GDL-Basisvliesstofftypen mit variierender Vlieskonstruktion**

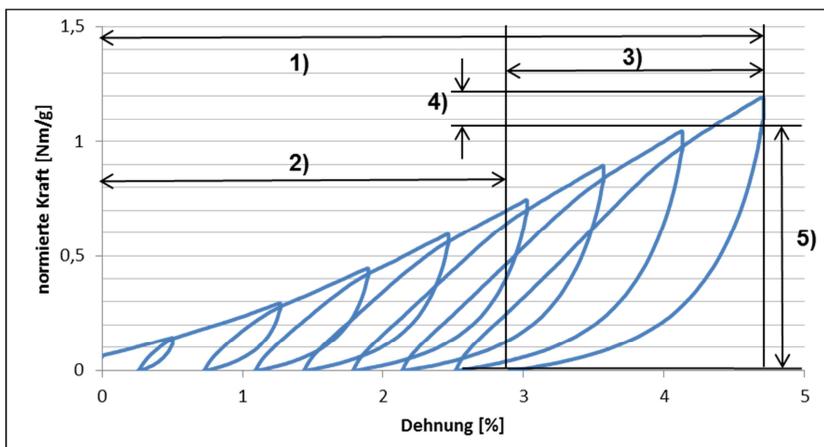


**Abbildung 8-7: Höchstzugkraftdehnungen in Querrichtung für verschiedene GDL-Basisvliesstofftypen mit variierender Vlieskonstruktion**

Auch im Fall der Höchstzugkraftdehnungen bewegen sich die Werte für Längs- und Querrichtungen auf verschiedenen Niveaus, diesmal übersteigen jedoch die Werte in Längsrichtung jene in Querrichtung. In Längsrichtung sind wiederum für die beiden Materialtypen GDL 2 und GDL 5 mit höherer Flächenmasse um etwa 30 % bzw. 25 % größere Höchstzugkraftdehnungen zu beobachten verglichen mit der GDL 1. Dies deutet auf das Vorhandensein des bereits von den Höchstzugkraftwerten bekannten Skaleneffektes durch eine insgesamt effektivere Verfestigung bei einer größeren Menge vorhandenem Fasermaterial hin. Zwischen den schwereren Typen ergibt sich trotz des unterschiedlichen Längsfloranteiles jedoch kein signifikanter Un-

terschied. In Querrichtung hingegen die GDL 1 gegenüber den anderen beiden Materialtypen eine höhere Dehnung, was sich ebenfalls durch den geringeren Anteil an Quervlies in deren Konstruktion erklärt. Aus dieser ohnehin geringeren Menge an in Querrichtung orientierten Fasern wird zusätzlich noch im Prozessschritt der Verfestigung ein Anteil dieser Fasern in Längsrichtung umorientiert, womit eine geringere Strukturstabilität des Vliesstoffes in Querrichtung einhergeht. Die Vliesstoffstruktur verformt sich bei der GDL 1 somit bei Belastung in Querrichtung in höherem Maße als dies in Längsrichtung der Fall ist.

Das Kraft-Dehnungs-Verhalten des GDL-Basisvliesstoffes ist von großer Bedeutung für die Prozessführung, da plastische Verformungen der Warenbahnen oder von Teilen dieser unerwünscht sind. Das Verformungsverhalten unter Zugkrafteinwirkung wird mittels Hysteresis-Zugversuchen, die in Abschnitt 6.1.3 beschrieben sind, ermittelt. Eine typische Kraft-Dehnungskurve für eine GDL 1 in der Verarbeitungsstufe als GDL-Basisvliesstoff ist in Abbildung 8-8 beispielhaft dargestellt.



**Abbildung 8-8:** Kraft-Dehnungskurve aus Hysterese-Zugversuch mit GDL 1-Basisvliesstoff, beschriftete Elemente für letzten Kräfteintrag: 1) Gesamtverformung, 2) plastischer Verformungsanteil, 3) elastischer Verformungsanteil, 4) Haltephase bei gegebener Dehnung mit Relaxation und 5) Entlastungsphase

Aus diesen Hysterese-Zugversuchen an GDL-Basisvliesstoffen geht hervor, dass beim ersten Zugkräfteintrag von etwa 0,15 Nm/g, d.h. bereits bei sehr niedrigen Zuglasten, sowohl irreversible plastische als auch reversible elastische Verformungen auftreten. Diese sind für die GDL 1 exemplarisch jeweils für Längs- und Querbelastrungen in Abbildung 8-9 und Abbildung 8-10 aufgetragen. Gegenüber der Darstellung in Abbildung 8-8, welches den üblichen Konventionen eines Kraft-Dehnungs-Diagrammes entspricht, ist in den folgenden Diagrammen die erreichte Dehnung auf der Y-Achse als Funktion der eingetragenen Kraft auf der X-Achse aufgetragen. Dies vereinfacht zum einen die Erkennbarkeit der elastischen und plastischen Verformungsanteile als Summanden der Gesamtdehnung. Zum anderen illustriert es den

funktionalen Zusammenhang beider Größen besser, der in Abschnitt 8.3 näher diskutiert wird.

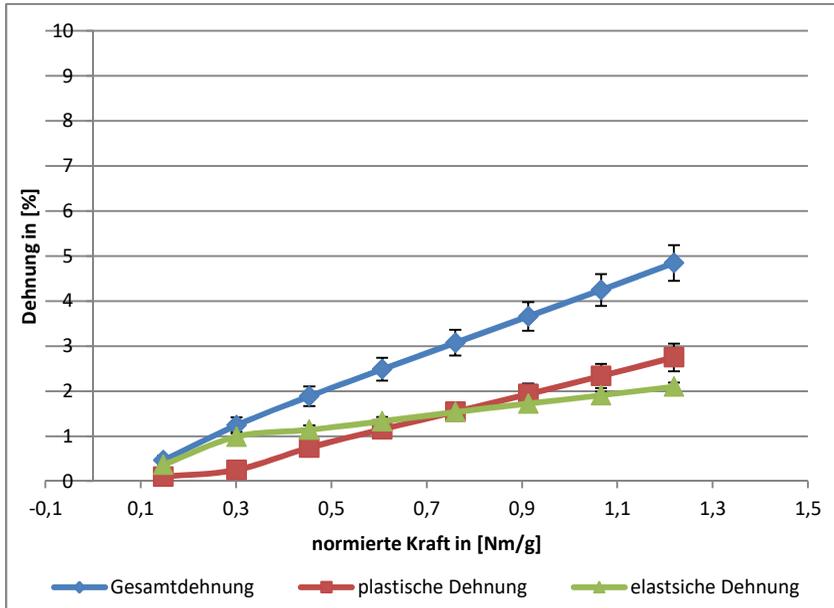
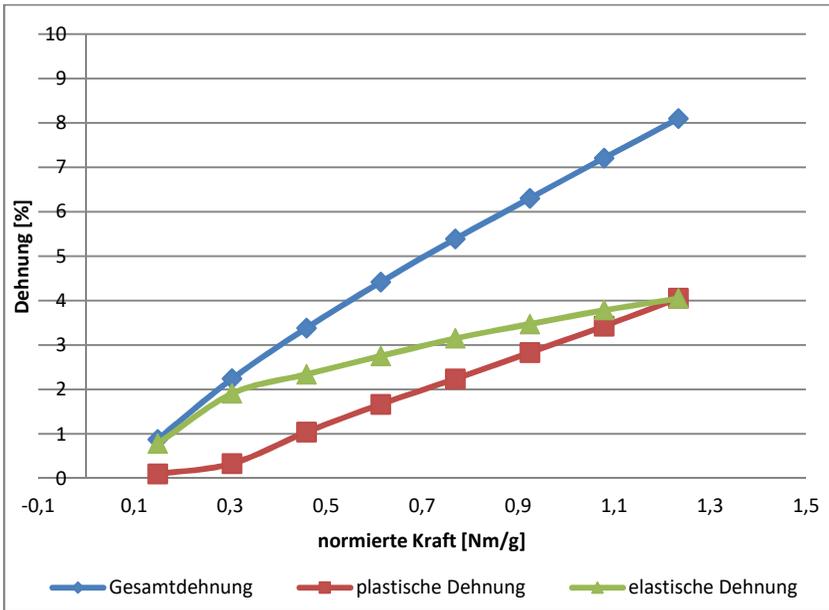


Abbildung 8-9: Kraft-Dehnungs-Verhalten für GDL 1-Basisvliesstoff bei Längsbelastung (mit Konfidenzintervallen)



**Abbildung 8-10: Kraft-Dehnungs-Verhalten für GDL 1-Basisvliesstoff bei Querbelastung (mit Konfidenzintervallen)**

Es ist zu erkennen, dass im dargestellten Kraftbereich sowohl die Gesamtdehnung als auch deren plastische und elastische Komponenten in Querrichtung beinahe doppelt so hohe Werte aufweisen wie in Längsrichtung. Bei Bestimmung der Höchstkraftdehnungen wurden im Gegensatz dazu in Längsrichtung höhere Werte festgestellt als in Querrichtung. Dies deutet darauf hin, dass beim Basisvliesstoff der GDL 1 Verformungen in Längsrichtung verstärkt jenseits des hier untersuchten Kraftbereiches bis zum Erreichen der Höchstzugkraft auftreten. Das im niedrigen Kraftbereich bis ca. 1,3 Nm/g untersuchte Kraft-Dehnungs-Verhalten soll Aussagen über mögliche plastische

Verformungen der Warenbahnen oder Abschnitte dieser durch in den Verarbeitungsprozessen auftretende Zugkräfte ermöglichen. Da in Fertigungsprozessen vorrangig Kräfte in Längsrichtung auf das Material wirken ist deren Betrachtung ausschlaggebend für die Bildung von Hypothesen zur Entstehung von Fehlerbildern.

### 8.3 Fehlerbilder des GDL-Basisvliesstoffes

Bei der Herstellung des GDL-Basisvliesstoffes treten verschiedene Fehlerbilder auf, von denen die meisten bekannte und triviale Ursachen haben und daher im Rahmen dieser Arbeit nicht näher behandelt werden. Das Fehlerbild der Bahn deformationen liegt nach dem letzten Prozessschritt der Roh-GDL-Herstellung voll ausgeprägt vor (vergleiche Abbildung 8-12) und beeinflusst vor allem die Fertigungsschritte der Veredelung des GDL-Substrates negativ. Da für dieses Fehlerbild keine Ursachen bekannt sind wird mit einer Prozessuntersuchung nach der mechanischen Verfestigung des GDL-Basisvliesstoffes begonnen. Es kann dabei festgestellt werden, dass vollflächige Bahn deformationen der Warenbahn erkennbar sind, sobald diese spannungsfrei in den Trockner geführt wird, wie in Abbildung 8-11 zu sehen ist. Die Warenbahn berührt die in der Abbildung dem Betrachter zugewandte Seite des im Bild rechts befindlichen Transportbandes des Trockners ca. 200 mm bis 300 mm eher als auf der anderen Seite. Das erkennbar durchhängende Stück der Warenbahn wurde mit orangen Pfeilen markiert. Nach Trocknung der Warenbahn wird diese wieder unter Zugspannung bis zur Aufwicklung geführt, wobei sich die vollflächigen Bahn deformationen nur bei gezielter manueller Überprüfung der Warenbahnspannung auf Unterschiede im Querprofil bemerkbar machen.

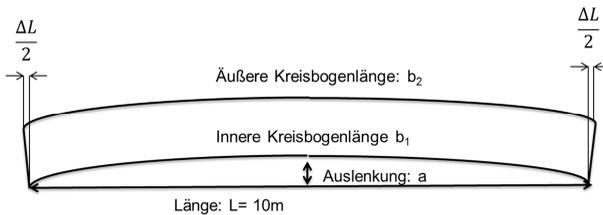


**Abbildung 8-11: vollflächige Bahndeformation in der GDL-Basisvliesstoffherstellung, Markierung des einseitigen Durchhängens mit roten Pfeilen**



**Abbildung 8-12: vollflächige Bahndeformation als fortgepflanztes Fehlerbild, Markierung des einseitigen Durchhängens mit roten Pfeilen**

Bei den vollflächigen Bahndeformationen handelt es sich um einseitige plastische Verformungen der Warenbahn. Es wurden während zweier Produktionsperioden von GDL-Basisvliesstoff von verschiedenen Materialtypen Proben entnommen und wie in [20] vorgeschlagen auf den Grad ihrer jeweiligen plastischen Verformung untersucht. Dazu wurden diese Proben von je 10 m Länge spannungs- und faltenfrei ausgelegt und die Auslenkung von einer idealen geraden Warenbahnkante in der Mitte der Probe bestimmt, wie in Abbildung 8-13 dargestellt.



**Abbildung 8-13: Messprinzip zur Bestimmung der Auslenkung von Warenbahnen nach [20] mit  $\Delta L$  als einseitige plastische Verformung der Warenbahn**

Aufgrund der spannungs- und faltenfreien Warenablage wird die Annahme getroffen, dass als mit  $b_1$  und  $b_2$  ein äußerer und ein innerer Kreisbogen mit jeweils konstantem Radius  $r_1$  und  $r_2$  vorliegen. Aus der gemessenen Auslenkung  $a$  als Sehnenhöhe und der konstanten  $L$  als Länge der Kreissehne lässt sich über den Radius des inneren Kreisbogens  $r_1$  und den Sehnenwinkel  $\alpha$  die innere Bogenlänge  $b_1$  nach folgenden Formeln berechnen:

$$r_1 = \frac{\left(\frac{L}{2}\right)^2 - a^2}{2a} + a \quad (7)$$

$$\alpha = 2 \sin^{-1} \left( \frac{L}{2r_1} \right) \quad (8)$$

$$b_1 = \frac{\pi r_1 \alpha}{180} \quad (9)$$

Die äußere Bogenlänge  $b_2$  ergibt sich mit  $B$  als Breite der Warenbahn und  $r_2$  als Radius des äußeren Kreisbogens zu:

$$r_2 = r_1 + B \quad (10)$$

$$b_2 = \frac{\pi r_2 \alpha}{180} \quad (11)$$

Sind beide Kreisbogenlängen bekannt, kann aus deren Längendifferenz die Längendifferenz der beiden Warenbahnseiten  $\Delta L$  bestimmt werden:

$$\Delta L = b_2 - b_1 \quad (12)$$

Aus der Längendifferenz  $\Delta L$  ergibt sich die relative Verformung  $\varepsilon$ :

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{b_1} \quad (13)$$

Es konnten während zweier Produktionsperioden im dritten und vierten Jahr des untersuchten Zeitraumes für die beiden Materialtypen GDL 1 und GDL 5 folgende in Tabelle 8-2 dargestellte mittlere plastische Verformungen festgestellt werden:

**Tabelle 8-2: Mittlere plastische Verformungen des GDL-Basisvliesstoffes aufgrund vollflächiger Bahn deformationen**

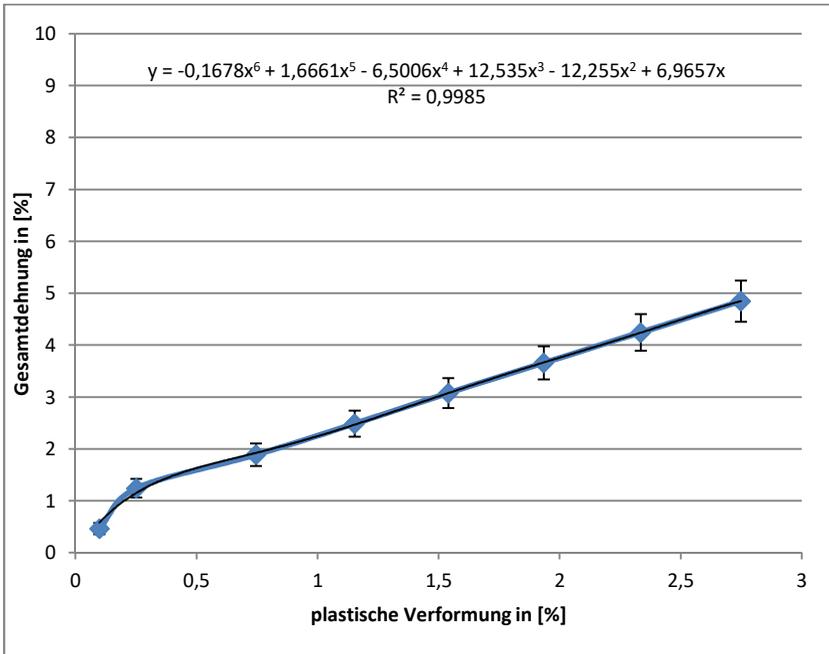
<b>Materialtyp</b>	<b>Anzahl Proben</b>	<b>Dehnung</b>
GDL 1	18	0,13 % +/- 0,03 %
GDL 5	12	0,14 % +/- 0,05 %

Diese plastischen Verformungen der Warenbahnseiten können bereits durch geringfügige, durch reine Beobachtung nicht feststellbare Ungleichmäßigkeiten bei der Vlieslegung oder bei nicht paralleler Ausrichtung der Förderbänder beim Transport des Vlieses zur Verfestigungsanlage entstehen, was zwei Hypothesen zu deren Entstehung darstellt. Aufgrund des sehr voluminösen und kompressiblen Zustandes des unverfestigten Vlieses lässt sich dies allerdings nur mit erheblichem messtechnischen Aufwand überprüfen.

Eine weitere Hypothese zur Entstehung des Fehlerbildes stellt das Einbringen einer einseitigen Deformation des Vliesstoffes während dessen Verfestigung dar. Möglich ist dies durch Gradienten in der Verteilung des Energieeintrages. Um diese Hypothese zu überprüfen, müssen sämtliche Komponenten der Verfestigungseinrichtung einzeln mit einer geeigneten Messmethode untersucht werden. Eine derartige Messmethode muss zunächst erarbeitet, getestet und implementiert werden, was im zeitlichen Rahmen der beschriebenen Arbeiten nicht mehr durchgeführt werden konnte. Sollte das Problem nach Ausschluss der anderen, leichter zu überprüfenden Hypothesen noch bestehen, sind derartige Untersuchungen in Erwägung zu ziehen.

Eine dritte Hypothese zur Entstehung der vollflächigen Bahn deformationen ist eine plastische Deformation des verfestigten GDL-Basisvliesstoffes nach Verlassen der Verfestigungsanlage oder innerhalb dieser und unmittelbar vor dessen Speicherung, da in diesem Bereich der Anlage das Fehlerbild ausgeprägt zu beobachten ist. Diese Möglichkeit lässt sich mittels des in Abschnitt 8.2 diskutierten Kraft-Dehnungs-Verhaltens des Basisvliesstoffes auf Plausibilität überprüfen. Zu diesem Zweck müssen die bei der Untersuchung des Kraft-

Dehnungs-Verhaltens in Längsrichtung gewonnenen Daten bezüglich der Anteile plastischer Dehnung über der erreichten Gesamtdehnung aufgetragen werden. Anschließend wird aus den diskreten Messpunkten eine Regressionsfunktion zur Beschreibung des Zusammenhanges beider Größen erstellt, wie in Abbildung 8-14 dargestellt.



**Abbildung 8-14: Gesamtdehnung über plastischer Dehnung für GDL 1-Basisvliesstoff in Längsrichtung, mit Regressionskurve und Konfidenzintervallen**

Mit Hilfe der erhaltenen Funktion lässt sich die Gesamtdehnung berechnen, die zu der am Fehlerbild vollflächige Bahn deformation beobachteten plastischen Verformung führt:

$$\begin{aligned} \epsilon_{\text{Gesamt}} = & -0,1678\epsilon_{\text{plastisch}}^6 + 1,6661\epsilon_{\text{plastisch}}^5 \\ & - 6,5006\epsilon_{\text{plastisch}}^4 + 12,535\epsilon_{\text{plastisch}}^3 \\ & - 12,255\epsilon_{\text{plastisch}}^2 + 6,9657\epsilon_{\text{plastisch}} \end{aligned} \quad (14)$$

Für die GDL 1 ergeben sich laut dieser Formel für die durch die Messungen ermittelten Mittelwerte und die Ober- und Untergrenze des Vertrauensbereiches folgende, in Tabelle 8-3 verzeichnete Werte der Gesamtdehnung:

**Tabelle 8-3: Errechnete Gesamtdehnungen zu vollflächigen Bahn deformationen an GDL 1-Basisvliesstoff**

GDL 1	Plastische Verformung [%]	Gesamtdehnung [%]
<b>Untergrenze</b>	0,10	0,59
<b>Mittelwert</b>	0,13	0,72
<b>Obergrenze</b>	0,16	0,85

Analoge Berechnungen lassen sich für den zweiten untersuchten Materialtyp GDL 5 durchführen, die Ergebnisse sind Tabelle 8-4 zu entnehmen:

**Tabelle 8-4: Errechnete Gesamtdehnungen zu vollflächigen Bahn deformationen an GDL 5-Basisvliesstoff**

<b>GDL 5</b>	<b>Plastische Verformung [%]</b>	<b>Gesamtdehnung [%]</b>
<b>Untergrenze</b>	0,09	0,48
<b>Mittelwert</b>	0,14	0,69
<b>Obergrenze</b>	0,19	0,87

Für beide Materialtypen bewegt sich die maximale Gesamtdehnung, die zum Erreichen der festgestellten plastischen Verformungen einer Warenbahnseite nötig ist, im Bereich bis 0,87 %. Dies heißt, es ist durchaus plausibel, dass eine derartige Verformung etwa durch das Ziehen der Warenbahn unter Spannung über ein nicht parallel zur restlichen Warenbahnführung installiertes Warenbahnführungselement, wie etwa eine Führungsrolle, zu einer Gesamtverformung in diesem Größenbereich führt. Die erforderliche Auslenkung des Warenbahnführungselementes aus der Parallellage zur Erreichung dieser Gesamtverformungen ist abhängig von der verfügbaren frei dehnbaren Warenbahnlänge. Diese frei dehnbare Warenbahnlänge ist die Länge des Vliesstoffmaterials, die zwischen zwei Fixpunkten geführt wird und dabei das nicht-parallel ausgerichtete Warenbahnführungselement umschlingt. Für eine frei dehnbare Warenbahnlänge von einem Meter beträgt die nötige Auslenkung der deformierten Warenbahnseite und damit des Warenbahnführungselementes beispielsweise

se nur 8,7 mm. Derart geringe Auslenkungen sind bei komplexen, modularen Zusammenstellungen mehrerer Warenbahnführungselemente nicht zwingend durch optische Inspektionen des Aufbaus erkennbar.

Somit wurden drei mögliche Ursachen für die Entstehung der vollflächigen Bahn deformationen während der Basisvliesstoffherstellung identifiziert. Erstens ist eine Bahn deformation des Vlieses vor dessen Verfestigung möglich, etwa durch Transportbänder. Zweitens kann ein ungleichmäßiger Energieeintrag während der mechanischen Verfestigung zu plastischen Verformungen oder lokal variierenden mechanischen Eigenschaften führen, die in der Folge das Entstehen von Bahn deformationen bedingen. Drittens kann eine mechanische Verformung als Folge einer einseitigen plastischen Verformung, etwa durch Führen des Materials unter Zugspannung über nicht korrekt ausgerichtete Warenbahnführungselemente auftreten.

Es wird empfohlen zunächst eine Neuausrichtung der Anlagenkomponenten zur GDL-Basisvliesstoffherstellung vorzunehmen. Insbesondere sind Transportbänder auf ihre lineare Ausrichtung zueinander und zu anderen Anlagenteilen zu prüfen und Warenbahnführungselemente auf Installation in korrekter Parallellage zueinander zu kontrollieren. Sollten diese Maßnahmen keinen Erfolg haben, ist ein Messverfahren für den Energieeintrag innerhalb der Verfestigungsanlage zu finden und diese Parameter zu überprüfen.

Es konnten im Rahmen der in diesem Kapitel beschriebenen Arbeiten die wichtigsten Parameter des Prozesses der GDL-Basisvliesstoffherstellung identifiziert werden, welche bestimmend auf die mechanischen Eigenschaften des hergestellten Vliesstoffes wir-

ken. Dabei handelt es sich um Anlagenparameter, welche die Faserlage und über mechanische Schädigungen der Faser die Faserlängenverteilung im gelegten Vlies beeinflussen sowie die Verfestigung des Vlieses bestimmende Parameter. Die mechanischen Eigenschaften von drei GDL-Basisvliesstofftypen wurden charakterisiert. Das sich später im Teilprozess der Carbonisierung fortpflanzende Fehlerbild der vollflächigen Bahn deformationen konnte während der Basisvliesstoffherstellung nachgewiesen, messtechnisch dargestellt und quantifiziert werden sowie Hypothesen zu drei möglichen Ursachen für dessen Entstehung gebildet werden. Anhand der während der mechanischen Materialcharakterisierung gewonnenen Daten werden ein Plausibilitätsnachweis für eine der Hypothesen erbracht und für alle drei der möglichen Ursachen Ansätze für Abstellmaßnahmen empfohlen.

## 9 Dickenkalibrierung

Während des Teilprozesses der Dickenkalibrierung wird die Dicke des GDL-Materials definiert auf einen Zielwert zwischen 3 % und 5 % des Ausgangswertes eingestellt. Dies wird durch eine isobare Kompression bei gleichzeitigem Wärmeeintrag durch Nutzung der thermoplastischen Eigenschaften des Materials erreicht. Der komprimierte Materialzustand wird abschließend fixiert und die Warenbahn gespeichert. In Abhängigkeit der gewählten Verfestigungsparameter treten starke Änderungen in Haptik und Erscheinungsbild des GDL-Materials auf. Nach der Dickenkalibrierung reagiert das Material äußerst empfindlich auf mechanische Belastungen, wie in Abschnitt 9.2 diskutiert wird. Während dieses Teilprozesses tritt zum ersten Mal das Fehlerbild der umlaufenden Verdickungen der Wickel in Umfangsrichtung (Wulstbildung) auf, vergleiche hierzu Abschnitt 4.4.2. Dieses Fehlerbild pflanzt sich in nachfolgenden Prozessschritten in Form weiterer Fehlerbilder fort. Darauf wird in Abschnitt 9.3 näher eingegangen.

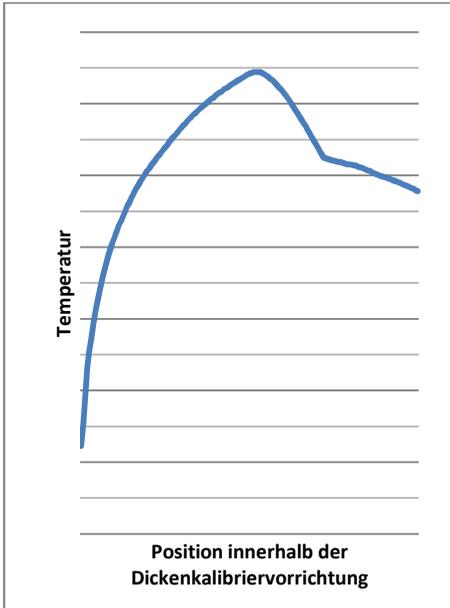
### 9.1 Prozess der Dickenkalibrierung des GDL-Basisvliesstoffes

Im Teilprozess der Dickenkalibrierung kommen jeweils ein Zentrumswickler zur Materialab- und -aufwicklung sowie die eigentliche Dickenkalibriervorrichtung zum Einsatz. Die Abwickelvorrichtung führt die gebremst vom Wickel abgezogene Warenbahn geschwindigkeitsgesteuert der Dickenkalibriervorrichtung zu. Nach der Zugkrafttrennung von der weiteren Warenbahnführung durch die Abwickelvorrich-

tung läuft das Material spannungsfrei in die Dickenkalibriervorrichtung ein.

Bei dieser Dickenkalibriervorrichtung handelt es sich um einen speziellen Typ eines Kalanders. Die eingesetzte Anlage komprimiert ein Material mit einer konstanten Druckverteilung in der Regel unter Temperatureinwirkung über eine definierte Strecke.

Nachdem die Warenbahn in die Dickenkalibriervorrichtung eingeführt wurde, setzt eine Kompression des Materials ein. Im Arbeitsbereich der Dickenkalibriervorrichtung wirken ein definierter Druck und ein definierter Wärmeenergieeintrag auf die Warenbahn ein. Dieser definierte Wärmeenergieeintrag wird durch eine Beheizung der Arbeitselemente des Kalanders eingestellt, die ihrerseits den Wärmestrom an das komprimierte Material weiterleiten. Eine online-Analyse der Temperaturverteilung innerhalb der Dickenkalibriervorrichtung ist in Abbildung 9-1 grafisch dargestellt. Die Erkenntnisse über den Temperaturverlauf und -bereich, der das Prozessfenster darstellt, ist Basis für die im Folgenden beschriebenen Untersuchungen zum Verformungsverhalten des GDL-Materials mittels Dynamisch Mechanischer Analysen.



**Abbildung 9-1: Temperaturverlauf innerhalb der Dickenkalibriervorrichtung**

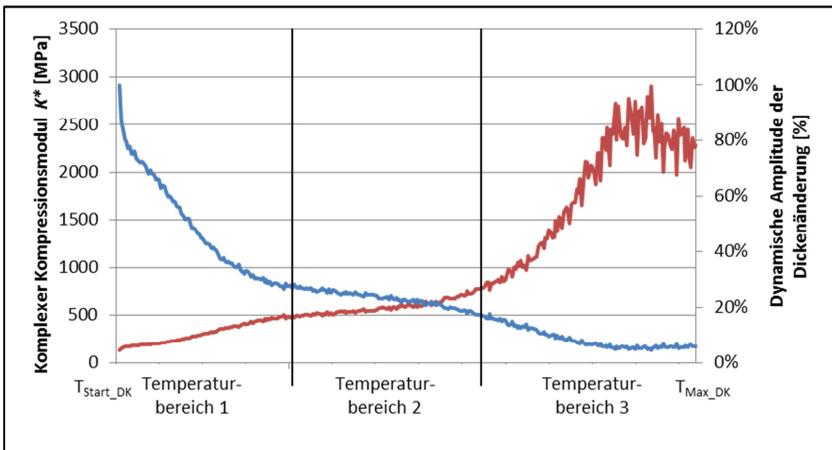
Vom Moment des Einfahrens des GDL-Basisvliesstoffes in die Dickenkalibriervorrichtung wirkt senkrecht zu dessen Oberfläche eine Druckbelastung. Sie komprimiert das Material und sorgt zusammen mit dem Wärmeeintrag dafür, dass es in diesem komprimierten Zustand fixiert wird. Im gesamten Arbeitsbereich herrscht eine konstante Druckbelastung, auf die das Material mit einer Volumenänderung reagiert. Dieses Materialverhalten wird durch den temperaturabhängigen komplexen Kompressionsmodul  $K^*$  beschrieben und setzt sich aus einem elastischen Anteil  $K'$  und einem plastischen Anteil  $K''$  zusammen (siehe hierzu Abschnitt 5.1.2). Welche Kompression im Einzelfall für jede beliebige GDL-Rolle innerhalb der Dickenkalibriervor-

richtung erreicht wird ist unbekannt. Die Prozessparameter Arbeitsdruck und Temperatur werden derart gewählt und bei Bedarf korrigiert, dass das Material bei Entfallen der Druckbelastung nach Verlassen der Dickenkalibriervorrichtung eine Dicke innerhalb des festgelegten Bereiches von Zieldicke plus oder minus der Toleranz besitzt. Diese typabhängige Zieldicke 3 % bis 5 % bezogen auf die Ausgangsdicke wird mit einer Toleranz von 3 % bis maximal 10 % der Zieldicke eingestellt. Die Zieldicke entspricht somit der rein plastischen Materialverformung, zu der während der Kompression innerhalb der Dickenkalibriervorrichtung noch ein elastischer Anteil hinzukommt. Es existiert sowohl für die plastischen als auch für die elastischen Verformungsanteile eine Temperaturabhängigkeit. (siehe Abschnitt 5.1.4).

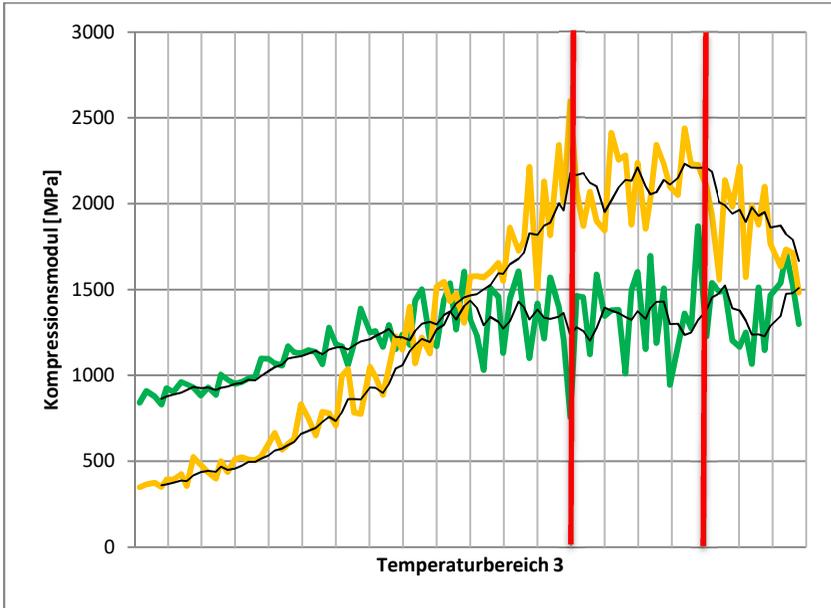
Durchgeführte Dynamisch Mechanische Analysen an drei Basisvliesstoffproben vom Typ GDL 1 bilden den in Abbildung 9-1 dargestellten Bereich des Prozessfensters ab. Das GDL-Material wird im Laufe des Versuches dem durch die online-Messungen gefundenen Temperaturverlauf folgend stufenweise erwärmt. Eine Messung der Kompressibilität des Materials findet jeweils beim Erreichen der Temperaturstufe statt. Die gewählten Versuchsparemeter für die Dynamisch Mechanischen Analysen sind in Tabelle 9-1 dargestellt. Das Erreichen der Arbeitstemperatur wird, wie in Abbildung 9-2 zu sehen ist, durch einen Rückgang der dynamischen Amplitude der Dickenänderung infolge der plastischen Materialumformung und einer Zunahme des Wertes des komplexen Kompressionsmoduls  $K^*$  angezeigt. Dieser wird für den Temperaturbereich 3, welcher einen starken Anstieg von  $K^*$  zeigt, in Abbildung 9-3 einer genaueren Betrachtung unterzogen.

**Tabelle 9-1: Parameter für ersten DMA-Versuch**

Parameter	Wert
Statischer Druck	2 MPa
Dynamische Druckamplitude	0,2 MPa
Frequenz dynamische Druckänderung	1 Hz
Temperaturbereich	$T_{\text{Start\_DK}} \dots T_{\text{Max\_DK}}$



**Abbildung 9-2: Ergebnisse der Dynamisch Mechanischen Analyse, mit komplexem Kompressionsmoduls  $K^*$  (rot) und der Dynamischen Amplitude der Dickenänderung (blau)**



**Abbildung 9-3: Elastischer Kompressionsmodul  $K'$  (grün) und plastischer Kompressionsmodul  $K''$  (orange) im Temperaturbereich 3 mit Arbeitstemperatur (rote Markierung), jeweils mit gleitenden Mittelwerten (5 Werte)**

In Abbildung 9-3 ist der komplexe Kompressionsmodul  $K^*$  in seine Bestandteile  $K'$  und  $K''$  zerlegt dargestellt. Zur besseren Verfolgbarkeit der Werteverläufe sind jeweils über fünf Werte hinweg gleitende Mittelwerte gebildet worden. Anhand dieser zeigt sich, dass in der Mitte des dargestellten Temperaturbereich 3 innerhalb des markierten Bereiches der plastische Anteil an der Verformung gegenüber dem elastischen zu überwiegen beginnt. Dies bedeutet, dass jenseits dieses in der Untersuchung festgestellten Bereiches der Materialtemperatur überwiegend thermoplastische Umformungen im Material stattfinden.

Somit wird unter Ausnutzung des thermoplastischen Materialverhaltens der Vliesstoff im Arbeitsbereich der Dickenkalibriervorrichtung bei den typenabhängig zu wählenden Parametern Arbeitsdruck und Temperatur bis zum Erreichen der gewünschten Dicke umgeformt. Sichtbar wird der thermoplastische Charakter der erreichten Umformungen an Kreuzungspunkten einzelner Fasern innerhalb der Vliesstoffstruktur, wie sie etwa in der Mikroskopieaufnahme in Abbildung 9-4 mittig zu erkennen sind.



**Abbildung 9-4: Mikroskopieaufnahme eines dickenkalibrierten GDL-Basisvliesstoffes, mit Verformungen von Einzelfasern an Kreuzungspunkten**

Nach Passieren der Dickenkalibriervorrichtung wird das Material über eine zugkraftgeregelte und mit einer Warenbahnkantensteuerung versehene Aufwicklung von den Arbeitselementen abgezogen und gespeichert. Der Teilprozessschritt des Aufwickelns ist aufgrund des

empfindlichen Materialzustandes nach dem Dickenkalibriervorgang besonders fehler- und störungsanfällig. Dies manifestiert sich in Form von Prozess- und Warenfehlern während des Wickelns, auf welche in Abschnitt 10.3 eingegangen wird.

## 9.2 Charakterisierung des dickenkalibrierten GDL-Basisvliesstoffes

Während des Prozessschrittes der Dickenkalibrierung ändern sich die mechanischen Eigenschaften des GDL-Basisvliesstoffes in Abhängigkeit der gewählten Fertigungsparameter Arbeitsdruck und Temperatur. Besitzt der GDL-Basisvliesstoff zu Beginn des Prozesses noch einen weichen Griff, matte Oberfläche, hohe Komprimierbarkeit und Dehnbarkeit sowie geringe Sprödigkeit, ändert sich sein Charakter nach Verlassen der Dickenkalibriervorrichtung zu einer papierartigen Konsistenz, geringer Komprimierbarkeit und reduzierter Dehnbarkeit, sowie hoher Empfindlichkeit gegenüber Belastungen in Materialebene.

Untersucht und diskutiert werden im Folgenden Höchstzugkraft, Höchstzugkraftdehnung, Dicke, Biegesteifigkeit, Oberflächenbeschaffenheit und Verformungsverhalten an verschiedenen GDL-Typen, die mit unterschiedlichen Parametern dickenkalibriert sind.

Generell können während der Kompressionsphase infolge der Druck- und Wärmeeinwirkung auf das Material verschiedene Verformungsmechanismen wirken. Diese sind in Abschnitt 5.1.4 erläutert. Es wird davon ausgegangen, dass vor dem Erreichen der Arbeitstemperatur durch kontinuierliche Erwärmung des Materials im Arbeitsbereich die Mechanismen der reversiblen, elastischen Kompression über Ver-

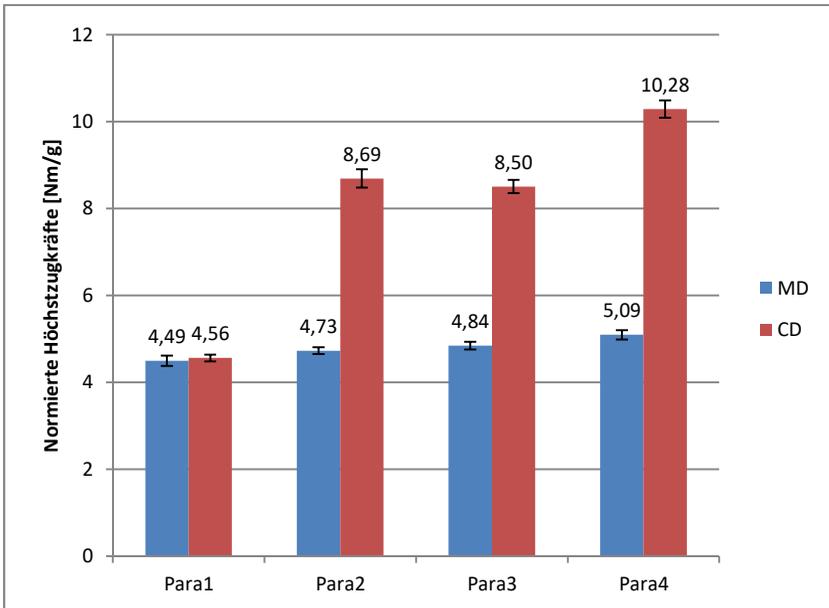
schiebung der Fasern innerhalb der Struktur und der irreversiblen, plastischen Umformung durch Belastungsbruch von Fasern vorrangig auftreten. Nach Erreichen der Arbeitstemperatur können zunehmend auch plastische Verformungen der Fasern stattfinden. Um den Einfluss der Dickenkalibrierungsparameter Druck und Temperatur auf das Materialverhalten dickenkalibrierten GDL-Basisvliesstoffes zu untersuchen, werden Versuche unter Variation dieser Parameter durchgeführt. Für beide Parameter sind jeweils zwei fixe Werte festgelegt und diese zu einem Parametersatz kombiniert. Dadurch ergeben sich vier verschiedene Parametersets, welche in Tabelle 9-2 gelistet sind. Vorteil dieses Vierpunkt-Versuchsdesign ist es, im Anschluss die Einflüsse der beiden Parameter getrennt betrachten zu können.

**Tabelle 9-2: Versuchsparameter Dickenkalibrierversuche mit GDL 1**

<b>Versuch:</b>	<b>Temperaturstufe</b>	<b>Druckstufe</b>
<i>Para1</i>	hoch (HT)	hoch (HD)
<i>Para2</i>	hoch (HT)	niedrig (ND)
<i>Para3</i>	niedrig (NT)	hoch (HD)
<i>Para4</i>	niedrig (NT)	niedrig (ND)

Eine Untersuchung der Höchstzugkräfte und Höchstzugkraftdehnungen zeigt den Einfluss dieser Fertigungsparameter auf die textilphysikalischen Eigenschaften der GDL-Materialien. Analog den Untersuchungen der Eigenschaften der Basisvliesstoffe verschiedener GDL-Typen sind auch hier die Ergebnisse auf die Probenbreite und die Flächenmasse normiert (s. Abschnitt 8.2), um eine einfache Vergleichbarkeit der untersuchten Materialien zu gewährleisten. Die Er-

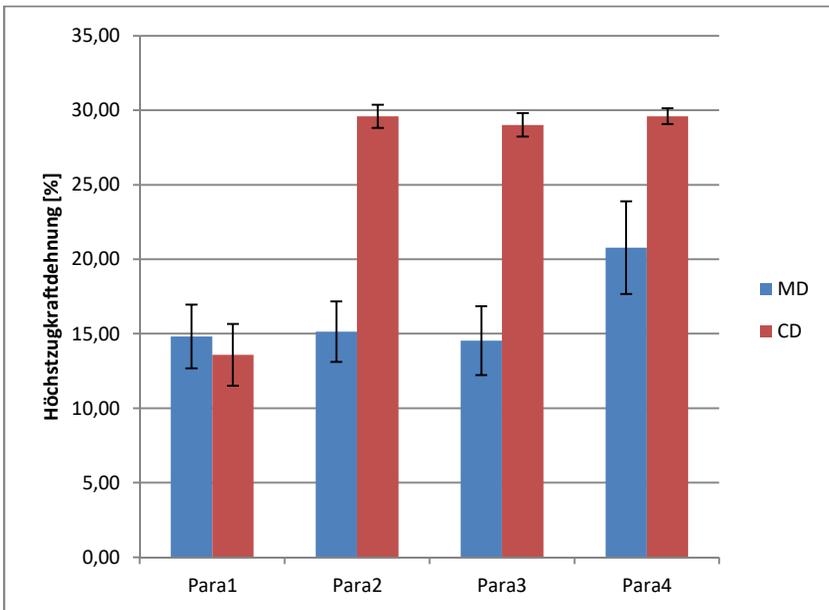
gebnisse der Höchstzugkraftbestimmungen sind in Abbildung 9-5 und Abbildung 9-6 aufgetragen.



**Abbildung 9-5: Höchstzugkräfte aus Parameterversuchen zur Dickenkalibrierung mit GDL 1, in Längs- und Querrichtung (MD und CD), mit Konfidenzintervallen**

Es ist zu erkennen, dass Parametersatz 1 (Para1) mit dem höchsten Energieeintrag in das Material die niedrigsten Höchstzugkräfte sowohl in Längs- als auch in Querrichtung erreicht. Mit sinkendem Energieeintrag erhöhen sich die Höchstzugkräfte in beiden Belastungsrichtungen und damit die mechanische Stabilität des Materials, was in Querrichtung besonders deutlich wird. Zwischen den Werten der Pa-

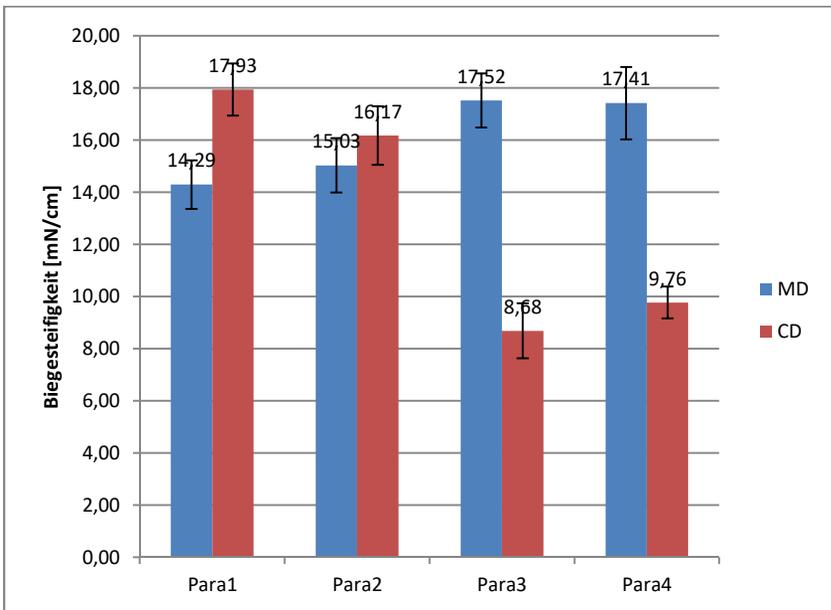
Parametersätze 2 und 3 (Para2 und Para3) bestehen keine signifikanten Unterschiede. Insgesamt sind die Höchstzugkraftwerte in Querrichtung ab dem zweiten Parametersatz deutlich höher als in Längsrichtung.



**Abbildung 9-6: Höchstzugkraftdehnungen aus Parameterversuchen zur Dickenkalibrierung mit GDL 1, in Längs- und Querrichtung (MD und CD), mit Konfidenzintervallen**

Bei Betrachtung der Höchstzugkraftdehnungen treten in Längs- wie auch in Querrichtung lediglich jeweils zwei signifikant unterschiedliche Wertebereiche zu Tage. In Längsrichtung ist die Höchstzugkraftdeh-

nung beim vierten Parametersatz mit dem geringsten Energieeintrag gegenüber den ersten drei Parametersets signifikant erhöht. Für die Querrichtung weist der erste Parametersatz eine signifikant geringere Dehnung auf als die restlichen Proben, welche sich nicht signifikant unterscheiden.



**Abbildung 9-7: Biegesteifigkeiten aus Parameterversuchen zur Dickenkalibrierung mit GDL 1, in Längs- und Querrichtung (MD und CD), mit Konfidenzintervallen**

Wie in Abbildung 9-7 zu sehen ist, nimmt die Biegesteifigkeit des dickenkalibrierten GDL-Basisvliesstoffes in Längsrichtung mit steigen-

dem Energieeintrag für die Parametersets 1 und 2 leicht aber signifikant ab. In Querrichtung findet für die Parametersätze 1 und 2 (Para1 und Para2) jedoch nahezu eine Verdoppelung gegenüber der Parametersätze 3 und 4 (Para3 und Para4) statt. Die starke Erhöhung in Querrichtung tritt erst bei der höheren Prozesstemperatur der HT-Versuche in den Parametersätzen 1 und 2 auf.

Die textilphysikalischen Untersuchungen zeigen, dass die Bruchfestigkeit und Bruchdehnung des dickenkalibrierten GDL-Basisvliesstoffes in Längs- sowie Querrichtung mit steigendem Energieeintrag im Kalibrierprozess abnimmt. Im gleichen Maße ist in Querrichtung eine bedeutend steigende Biegesteifigkeit mit Erhöhung des Wärmeeintrages während der Dickenkalibrierung zu beobachten. Beide Effekte zusammen weisen auf eine Versprödung des GDL-Materials mit zunehmendem Energieeintrag bei der Dickenkalibrierung hin. Da dies möglicherweise ein limitierender Faktor für potenzielle Prozessparameteroptimierungen darstellt ist im Folgenden das Kraft-Dehnungs-Verhalten in kleineren Kraftbereichen untersucht, in denen Zugbelastungen während der Verarbeitung des Materials bewegen.

Während der Zugversuche ist bei allen dickenkalibrierten GDL-Materialien eine Zunahme der Dicke bei Zugkrafteinwirkung zu beobachten. Dabei kommt es zu einem Aufreißen der glatten Warenoberfläche, wonach Fasern aus der Vliesstoffstruktur herausstehen. Die Proben sind nach den Versuchen hinsichtlich ihrer Dicke und Haptik kaum von unkalibriertem GDL-Basisvliesstoff zu unterscheiden. Dieses Verhalten zeigt sich bei allen Proben, unabhängig von deren Entnahmerichtungen.

Da im nachfolgenden Prozessschritt der Carbonisierung Fehlerbilder auftreten, welche Verdickungen des GDL-Materials in Zusammenhang mit einer aufgerauhten Oberfläche und aus dieser herausragenden Fasern zeigen (s. Abschnitt 10.3), wird dieser Effekt im Folgenden näher untersucht und quantifiziert. Es werden wiederum exemplarisch Proben aus den Parameterversuchen mit GDL 1 betrachtet.

Die Proben haben identische Abmessungen wie die für die Bestimmung der Höchstzugkraft verwendeten Exemplare, wie einleitend in Kapitel 6 beschrieben. Sie werden einer vorab definierten Zugbelastung ausgesetzt, welche in Tabelle 9-3 gelistet sind. Für jede Belastungsstufe werden drei Proben untersucht, für die vor und nach der Zugbelastung mittels eines Dickentasters in Anlehnung an DIN EN ISO 9073-2: 1997-02 deren Dicke bestimmt wird. Die Ergebnisse der Untersuchungen sind in Abbildung 9-8 und Abbildung 9-9 aufgetragen. Die in den Diagrammen angegebenen Zugkräfte sind auf die Flächenmasse der einzelnen Proben und die Probenbreite normiert (vergleiche Abschnitt 8.2).

**Tabelle 9-3: Kraftstufen zur Dickenänderung infolge von Zugkrafteinwirkung**

Belastungsrichtung	längs	quer
	Last [N]	
Stufe 1	1	1
Stufe 2	2	2
Stufe 3	3,5	3,5
Stufe 4	5	5
Stufe 5	6	6
Stufe 6		7,5

Stufe 7		10
---------	--	----

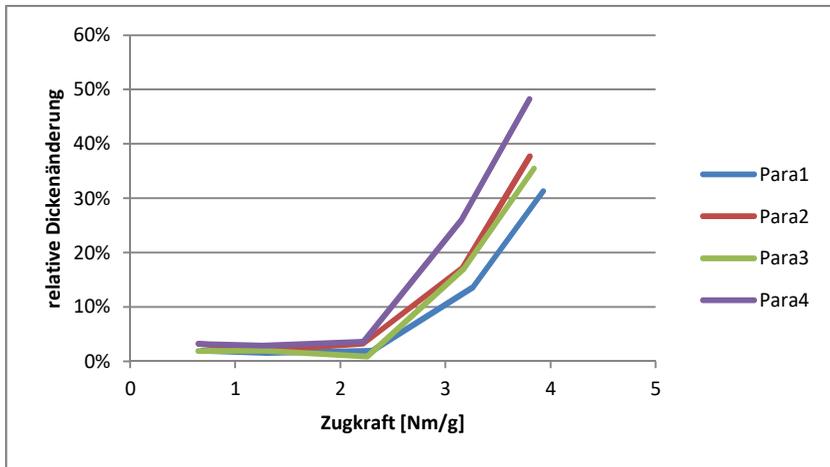
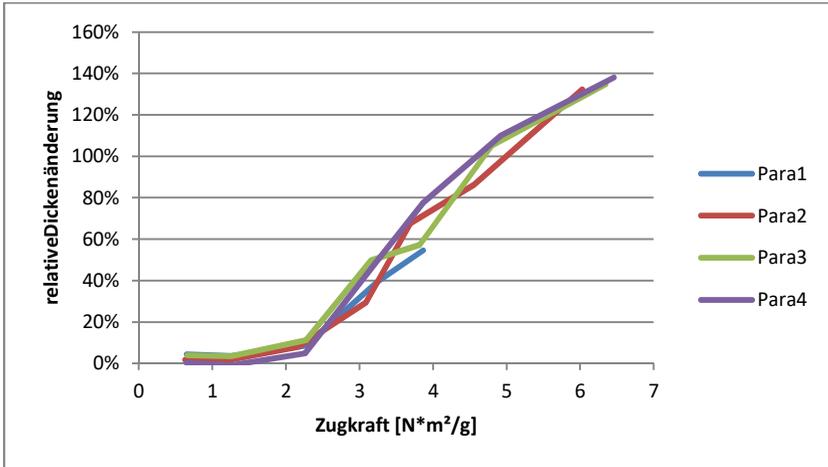


Abbildung 9-8: relative Dickenänderung infolge von Zugkrafteinwirkung in Längsrichtung für GDL 1-Parameterversuche



**Abbildung 9-9: relative Dickenänderung infolge von Zugkrafteinwirkung in Querrichtung für GDL 1-Parameterversuche**

Bei Belastung in Querrichtung ist mit Ausnahme der Proben von Parametersatz 1 (Para1) für alle Proben ein größerer Kraftbereich untersucht worden als für Belastungen in Längsrichtung. Dies hängt mit den größeren Höchstzugkräften in Querrichtung zusammen, die von den Materialien aufgenommen werden können, wobei lediglich die Proben des ersten Parametersets (Para1) eine Ausnahme bilden. Durch den generell größeren abgebildeten Kraftbereich für die Querrichtung ergeben sich in der Folge auch größere Dickenänderungen des Materials. Im Kraftbereich bis 4 Nm/g betrachtet unterscheiden sich die Werte für die resultierende Dickenänderung jedoch nicht wesentlich zwischen den Belastungsrichtungen.

In Längsrichtung (Abbildung 9-8) lassen sich vor allem im Kraftbereich oberhalb von 2 Nm/g klare Unterschiede zwischen den unterschiedli-

chen Sets an Verfestigungsparametern erkennen. Der hauptsächliche Einfluss auf das Dickenänderungsverhalten scheint hier der Arbeitsdruck zu sein, da die Parametersets 4 und 2 als mit niedrigem Druck kalibrierte Materialien (ND) größere Dickenänderungen zeigen als die Parametersätze 3 und 1, welche mit höherem Druck kalibriert (HD) sind. Erst innerhalb dieser beiden Gruppen unterscheiden sich die Proben nach ihrer Verfestigungstemperatur in Niedertemperaturversuche (NT, Para 4 und 2) und Hochtemperaturversuche (HT, Para 3 und 1).

In Querrichtung lassen sich zwischen den Kurvenverläufen der Parametersätzen 2 bis 4 keine klaren Unterschiede erkennen. Einzig die Proben aus dem ersten Parameterset, welche mit dem höchsten Energieeintrag umgeformt sind, zeigen im Kraftbereich oberhalb von 3 Nm/g geringere Dickenänderungen als die anderen Proben, weisen jedoch insgesamt eine geringere mechanische Stabilität auf.

Eine analoge Betrachtung der Dickenänderungen bezogen auf die erreichten Dehnungen ist ebenfalls durchgeführt und wird im folgenden Abschnitt 9.3 verwendet. Diese liefert an dieser Stelle jedoch keine zusätzlichen Erkenntnisse und wird deshalb nicht detailliert beschrieben.

Die untersuchten Proben aus allen Parametersets zur Dickenkalibrierung zeigen unabhängig von der Belastungsrichtung nach einer Belastung von etwa 3 N (dies entspricht ca. 2 Nm/g bis 2,5 Nm/g, abhängig von der Flächenmasse der Probe) eine erhebliche Biegeschlaffheit gegenüber ihrem unbelasteten Ausgangszustand. Diese Veränderung tritt gleichzeitig mit dem Beginn der Dickenänderungen gegenüber dem Ausgangszustand und dem Aufreißen der Materialoberfläche auf. Eine derartige Biegeschlaffheit deutet auf eine erhebli-

che Schädigung vieler Einzelfasern und damit einhergehende Verringerung des Zusammenhaltes der gesamten Vliesstoffstruktur infolge der Zugbelastung und resultierenden Dehnung hin.

Durch die Untersuchungen zeigt sich, dass das beobachtete Verhalten der Dickenänderung bei Zugbelastung des dickenkalibrierten GDL-Basisvliesstoffes sowohl in Längs- als auch in Querrichtung vorliegt. Der Effekt ist quantifizierbar und lässt sich in Abhängigkeit von der aufgetragenen Zugbelastung oder der resultierenden Dehnung darstellen.

## **9.3 Fehlerbilder des dickenkalibrierten GDL-Basisvliesstoffes**

Das während der Dickenkalibrierung am häufigsten auftretende Fehlerbild, welches im Rahmen dieser Arbeit behandelt wird, sind die umlaufenden Verdickungen von Wickeln in Umfangsrichtung, im Folgenden „Wulst“ (Singular) oder „Wülste“ (Plural) genannt. Dieses Fehlerbild ist in Abschnitt 4.4.2 detailliert beschrieben.

### **9.3.1 Prozessbeobachtung**

Um mögliche Ursachen des Fehlerbildes zu erkennen, wird zunächst die Dokumentation des Fehlerbildes im Dickenkalibrierprozess optimiert. Die Positionen der auftretenden Wülste werden von der in Laufrichtung linken Wickelkante gemessen, die Entfernung dieser Wickelkante relativ zur Wand des Wicklergehäuses und die Laufmeteran-

zahl, bei der Gegenmaßnahmen zur Wulstbildung ergriffen werden, notiert.

Die Angaben der erreichten Wickellänge bei Ergreifung von Gegenmaßnahmen zur Wulstbildung sowie die Häufigkeit dieses Vorgangs stellen eine Bewertungsmöglichkeit für die Effektivität getroffener Maßnahmen zur Minderung oder Vermeidung der Wulstbildung dar.

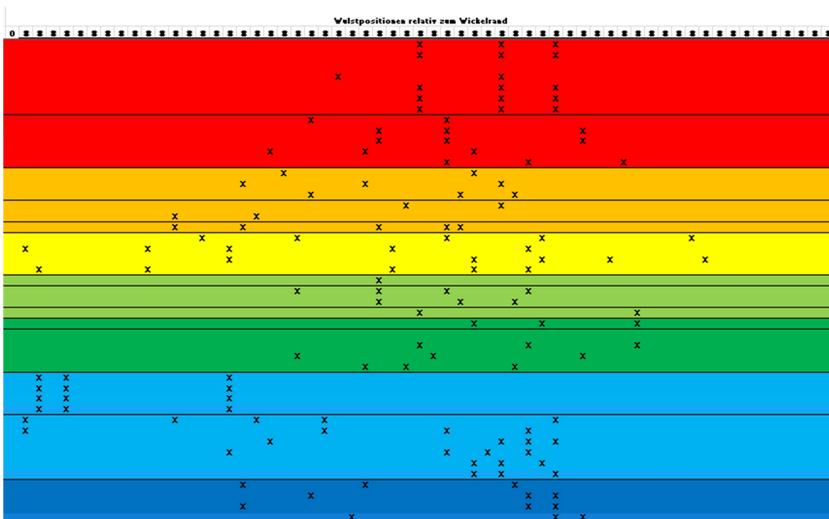
Zu Beginn der Arbeiten werden handelsübliche Pappkerne verwendet. Beim Wickeln des dickenkalibrierten GDL-Basisvliesstoffes auf diese wird im Mittel bei 373 Lagen auf dem Wickel Gegenmaßnahmen zur Wulstbildung ergriffen. Weitere Betrachtungen dazu finden sich in den folgenden Abschnitten 9.3.2 und 9.3.3.

Mit Hilfe der Angaben zu Wulst- und Wickelpositionen sollen Hinweise auf materialbedingte Ursachen im Basisvliesstoff oder anlagenbedingte Ursachen in der Dickenkalibriervorrichtung gefunden werden.

Bei materialbedingten Unregelmäßigkeiten im Basisvliesstoff sollten sich Wulstpositionen auf der Warenbahn bezogen auf den Rand des Wickels bei mehreren während der Basisvliesstofffertigung in Folge produzierten Wickeln wiederholen. Die Wülste müssten in diesem Fall unabhängig vom Abstand des Wickels zum Wicklergehäuse für mehrere Wickel aus einer Basisvliesstoff-Charge, auch über mehrere Produktionsperioden an der Dickenkalibriervorrichtung hinweg, an der gleichen Stelle auftreten.

Liegen hingegen mit der Dickenkalibriervorrichtung in Zusammenhang stehende und somit anlagenbedingte Ursachen der Wulstbildung vor, so sollten sich innerhalb einer Produktionsperiode, auch unabhängig vom Warentyp, Wülste vom Gehäuse des Wicklers aus gemessen an denselben Positionen ausbilden.

Aus der Notation der Positionen werden grafische Verteilungen erstellt, welche Aufschluss über das Vorkommen für die genannten Ursachen relevanter Wiederholungen von Wulstpositionen geben können. Die Verteilung von Wulstpositionen hinsichtlich von Ursachen im Zusammenhang mit dem GDL-Basisvliesstoff findet sich in Abbildung 9-10:

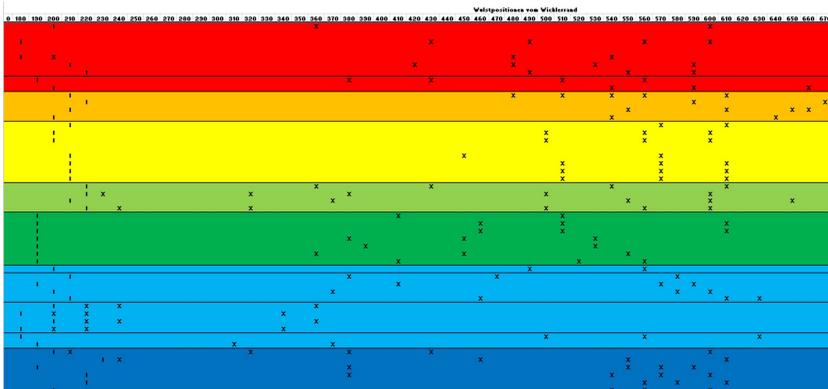


**Abbildung 9-10: Positionen des Fehlerbildes Wulst relativ zur Warenbahnkante, farblich markiert nach Basisvliesstoff-Charge, Trennstriche bei verschiedenen Dickenkalibrier-Chargen**

Bei der in Abbildung 9-10 dargestellten Auswertung werden nur Basisvliesstoff-Chargen berücksichtigt, aus denen mindestens drei Wickel verarbeitet werden. Gleichfarbige Blöcke stellen dabei die Gesamtheit aller Wickel aus einer Basisvliesstoffcharge dar. Diese Wi-

ckel sind folglich auch vom selben Materialtyp. Pro Zeile ist ein Wickel mit den bei ihm relativ zur Warenbahnkante auftretenden Wulstpositionen aufgetragen, welche durch ein **x** markiert sind. Die Trennstriche innerhalb der farbigen Bereiche zeigen auf, dass Wickel aus der gleichen Basisvliesstoff-Charge in unterschiedlichen Produktionschargen dickenkalibriert wurden. Im Fall der rot, hell- und dunkelblau markierten Gruppen ist innerhalb der jeweiligen Dickenkalibrierungs-Produktionschargen eine konsistente Verteilung mit Wiederholungen der Wulstpositionen erkennbar. Diese setzt sich jedoch nicht über mehrere Dickenkalibrierungs-Produktionschargen mit Basisvliesstoff aus derselben Charge hinweg fort. In den übrigen farblich markierten Gruppen herrscht keine erkennbar geordnete Verteilung der Wulstpositionen. Es lassen sich somit keine materialbedingten Wulstursachen durch wiederkehrende Wulstpositionen auf innerhalb der gleichen Basisvliesstoffkampagne produzierter Ware nachweisen.

Es folgt die Auswertung der Wulstpositionen nach Dickenkalibrierungs-Produktionschargen zum Nachweis eventueller prozessbedingter Wulstursachen in Abbildung 9-11:



**Abbildung 9-11: Positionen des Fehlerbildes Wulst relativ zum Gehäuse des Wicklers, farblich markiert nach Dickenkalibrierungs-Charge, Trennstriche bei Wechsel des GDL-Materialtyps**

Es wurden für diese Auswertung wiederum nur Dickenkalibrierungs-Produktionschargen berücksichtigt, in denen mindestens drei Wickel Basisvliesstoff verarbeitet wurden. Diese Basisvliesstoffwickel können aus unterschiedlichen Produktionsperioden der Basisvliesstofffertigung stammen und sogar unterschiedlichen Types sein. Ein farbiger Block stellt hier eine Produktionsperiode der Dickenkalibrierung dar. Die Trennstriche innerhalb der farblich markierten Blöcke stellen Übergänge innerhalb der betrachteten Dickenkalibrierungs-Charge von einem Warentyp zum nächsten dar. Es weisen nur die rot und hellblau markierte Charge derartige Wechsel des Materialtyps auf. Innerhalb des rot markierten Blocks sind vereinzelt über die getrennten Bereiche hinweg wiederkehrende Wulstpositionen zu erkennen, jedoch sind keine direkt nach dem Materialtypwechsel wiederkehrenden Positionen auszumachen. Es können somit auch nicht ausschließlich prozessbedingte Ursachen für die Wulstbildung nachgewiesen werden.

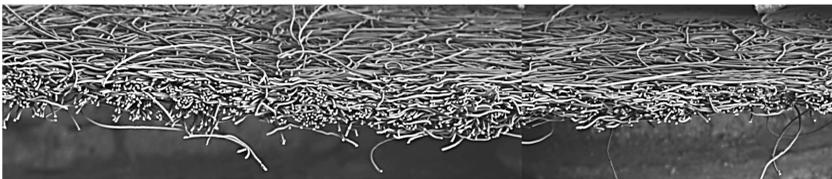
Anhand der Positionsaufzeichnungen der auftretenden Wülste lassen sich folglich keine eindeutigen Schlussfolgerungen ziehen, welche die Ursachen entweder auf den GDL-Basisvliesstoff oder die Dickenkalibriervorrichtung begrenzen. Eine Überlagerung beider Möglichkeiten für Fehlerursachen ist daher wahrscheinlich. Es werden daher in der folgenden Hypothesenbildung zur Fehlerentstehung sowohl material- als auch prozessbedingte Faktoren als mögliche Ursachen für die Wulstbildung in Betracht gezogen.

### 9.3.2 Hypothesenbildung und Verifikation

Ein Wulst ist eine auf einem Wickel befindliche Verdickung in Umfangsrichtung, wie in der Vorstellung des Fehlerbildes in Abschnitt 4.4.2 beschrieben. Diese resultiert aus einem lokalen Dickenunterschied des Materials auf dem Wickel. Langjährige Beobachtungen zeigen, dass sich ein Wulst mit zunehmender Lagenanzahl immer weiter aufbaut, d.h. der Durchmesserunterschied einer betroffenen Stelle des Wickels verglichen mit der restlichen Wickeloberfläche vergrößert sich zunehmend. Der dickenkalibrierte GDL-Basisvliesstoff wird mit einer definierten Zugspannung auf einem Pappkern gespeichert. Beim Aufwickeln von weiterem GDL-Material auf einen bereits bestehenden Wulst stellt sich ein überlagerter Spannungszustand (vergleiche Abschnitt 5.1.1) aus der in Längsrichtung wirkenden Wickelspannung, der Biegebelastung infolge der Krümmung der runden Wickeloberfläche und einer lokalen, engeren Biegung um die bestehende Erhebung des Wulstes auf der Wickeloberfläche ein. Eine Rasterelektronenmikroskop-Aufnahme einer mit dem Fehlerbild behafteten Warenprobe ist in Abbildung 9-12 in Übersicht und der Wulst in Abbildung 9-13 im Detail zu sehen.



**Abbildung 9-12: REM-Aufnahme eines Wulstes, Übersicht über gesamte Probe, Detailansicht von rot markiertem fehlerbehaftetem Bereich siehe Abbildung 9-13**



**Abbildung 9-13: REM-Aufnahme eines Wulstes, Detail**

Aufgrund des in Abschnitt 9.2 diskutierten Verhaltens reißt die Oberfläche des GDL-Materials auf und die Dicke des Materials vergrößert sich im betroffenen Abschnitt zusätzlich. Dieser Effekt, der er in Abbildung 9-14 schematisch dargestellt ist, soll am Beispiel der Parameter und Eigenschaften einer GDL 1 modelliert werden.

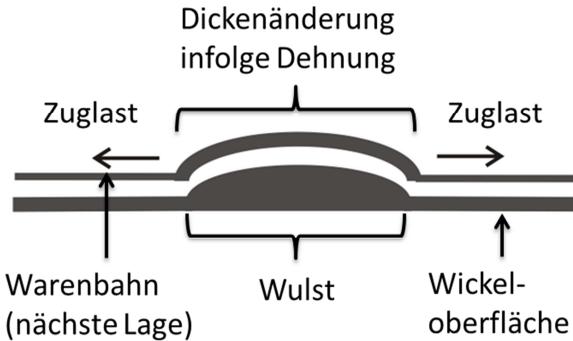


Abbildung 9-14: Dehnung der Warenbahn beim Wickeln auf einen vorhandenen Wulst

Der Querschnitt eines auf dem Wickel befindlichen Wulstes kann dabei, wie in Abbildung 9-15 dargestellt, durch eine Halbellipse in guter Näherung beschrieben werden.

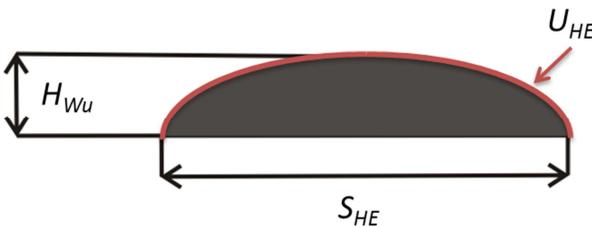


Abbildung 9-15: Querschnitt eines Wulstes, mit Bemaßungen

Der Umfang jener Halbellipse  $U_{HE}$  stellt dabei die zusätzliche Strecke zum normalen Verlauf der Wickeloberfläche dar, über die sich das dickenkalibrierte GDL-Material erstrecken muss. Die zusätzliche Dehnung  $D_{Wu}$  ergibt sich somit aus der Differenz aus  $U_{HE}$  und der Sehne der Halbellipse  $S_{HE}$ , welche den Verlauf der unbeeinflussten Wickeloberfläche darstellt, im Verhältnis zur Warenbahnbreite  $B_{WB}$ , wie in (15) ausgeführt:

$$D_{Wu} = \frac{(U_{HE} - S_{HE})}{B_{WB}} \quad (15)$$

Mit:

$$U_{HE} = \frac{(H_{Wu} + S_{HE})}{2 * \pi} \quad (16)$$

$H_{Wu}$     Höhe des bestehenden Wulstes

Als Initialwert für die Wulsthöhe  $H_{Wu, \text{initial}}$  wurde ein lokaler Dickenunterschied von 7  $\mu\text{m}$  gewählt. Dieser Wert ergibt sich aus den textilphysikalischen Untersuchungen dickenkalibrierter GDL 1-GDL-Proben als repräsentativer Mittelwert der Dickenunterschiede von zwei Sätzen nebeneinander in Längsrichtung entnommenen Proben zu je 20 Stück. Mit jeder zusätzlichen Lage baut sich der vorhandene Wulst weiter auf. Aufgrund der Dehnung des Materials im Wulstbereich tritt, dem in Abschnitt 9.2 diskutierten Materialverhalten folgend, wiederum eine Dickenänderung  $\Delta D$  ein. Diese Dickenänderung infolge der Materialbeanspruchung addiert sich für die erreichte Anzahl Lagen auf dem Wickel  $n_{La}$  zur ohnehin vorhandenen Erhebung, welche sich

durch die Aufsummierung des initial vorhandenen lokalen Dickenunterschiedes ergibt:

$$H_{Wu} = \sum_{x=1}^{n_{La}} (H_{Wu,initial} + \Delta D_x) \quad (17)$$

Dabei ergibt sich  $\Delta D_x$  aus der in jeder Lage erreichten Überdehnung, welche sich aus den in Abschnitt 9.2 diskutierten Versuchsergebnissen mittels einer Regression 6. Grades berechnen lassen:

$$\Delta D_x = 0,0012x^6 - 0,0437x^5 + 0,5583x^4 - 2,8851x^3 + 7,0292x^2 - 3,9864x + 3,2931 \quad (18)$$

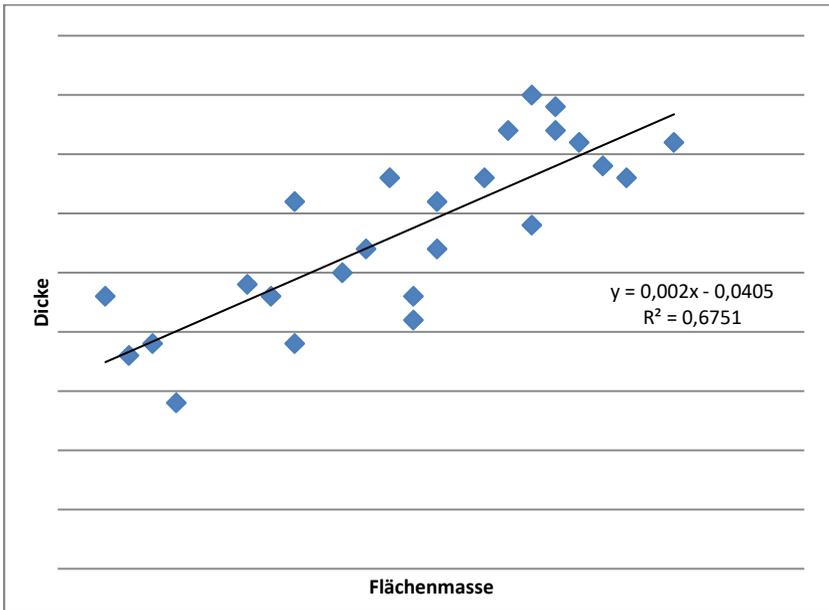
Für  $\Delta D_x$  werden dabei nur die in Querrichtung erreichten Dehnungen des GDL-Materials über den Wulstbereich berücksichtigt, da die in Längsrichtung erzielten Dehnungen im Bereich bis 0,47 % von vernachlässigbarer Größe sind.

Für die zu Beginn der Arbeiten im Mittel vorliegenden 373 Lagen beim Ergreifen von Gegenmaßnahmen zur Wulstbildung ergibt sich mittels dieser Berechnungen eine Wulsthöhe  $H_{Wu}$  von 3,02 mm. Dies entspricht den im Prozess getätigten Beobachtungen zur Höhe der Wülste, welche im Regelfall durch händisches Abtasten der Oberfläche festgestellt und hinsichtlich ihrer Oberflächenrauheit bewertet werden.

Der Aufbau der Wülste ist somit aufgrund der Dickenzunahme des dickenkalibrierten GDL-Basisvliesstoffes bei Zugbelastung ein sich selbst verstärkender Effekt basierend auf einem initialen lokalen Dickenunterschied, der nach der Dickenkalibrierung im GDL-Material auf dem Wickel enthalten ist.

Eine genaue Ursache dieses initial auf dem Wickel vorhandenen Dickenunterschiedes lässt sich, wie in Abschnitt 9.3.1 festgestellt wird, weder eindeutig auf den GDL-Basisvliesstoff noch auf die verwendete Anlagentechnik zurückführen. Daher müssen für die Hypothesenbildung beide dieser Varianten und Kombinationen aus material- und maschinenbedingten Ursachen in Betracht gezogen werden.

Als erste Möglichkeit kann der initiale Dickenunterschied durch eine Flächenmasseanhäufung im Basisvliesstoff verursacht werden. Unter Standardbedingungen dickenkalibrierte GDL-Warenbahnen weisen Stellen, welche größere Materialmengen enthalten, größere Dickenwerte auf als Stellen mit geringerer Flächenmasse. Dies zeigt sich in den Ergebnissen textilphysikalischer Untersuchungen. Dargestellt ist dieser Zusammenhang in Abbildung 9-16. Wie am verhältnismäßig kleinen Wert des Bestimmtheitsmaßes  $R^2$  von rund 0,68 erkennbar, ist die Korrelation beider Werte jedoch nicht stets gegeben. Für die von den Standardbedingungen abweichenden Parametersets 1, 3 und 4 ist der Zusammenhang beider Größen mit Korrelationskoeffizienten zwischen 0,08 und 0,22 noch weit weniger stark ausgeprägt.



**Abbildung 9-16: Korrelationsanalyse der Dicke über der Flächenmasse für unter Parameterset 2 dickenkalibrierte GDL 1, mit linearer Regressionskurve und Bestimmtheitsmaß**

Wie die Charakterisierung der mit den verschiedenen Parametersets dickenkalibrierten Proben in Abschnitt 9.2 gezeigt hat, erhalten Materialien, welche unterschiedlichen Drücken und Temperaturen im Dickenkalibrierprozess ausgesetzt sind, variierende textilphysikalische Eigenschaften. Ein weiterer Effekt, der durch eine Anhäufung von Material an einer Stelle der Warenbahn auftreten kann, ist eine lokale Druckerhöhung. GDL-Vliesstoff, der bei der Dickenkalibrierung bei identischer Temperatur einem höheren Druck ausgesetzt wird, zeigt den Untersuchungen zur Dickenänderung infolge von Zugkrafteinwir-

kungen in Abschnitt 9.2 zufolge eine geringere Neigung zur Dehnung, Dickenänderung und einem Aufreißen der Oberfläche. Wird bei der Kalibrierung ein geringerer Druck appliziert, wie dies etwa an einer lokal dünneren Stelle der Warenbahn der Fall ist, so neigt das GDL-Material zu größeren Dickenänderungen verbunden mit Aufrauhung der Oberfläche infolge von Zugbelastungen. Eine geringere Druckbelastung während der Dickenkalibrierung kann an Stellen der Warenbahn auftreten, welche über eine verringerte Flächenmasse verfügen. Areale mit unterschiedlichen Flächenmassen können demnach während der Dickenkalibrierung unterschiedliche textilphysikalische Eigenschaften annehmen. Sie reagieren in der Folge auch variierend auf identische Zugbelastungen, wobei dieser Effekt noch durch das Vorhandensein unterschiedlicher für die Lastverteilung zur Verfügung stehender Querschnitte verstärkt wird, wie in Abschnitt 5.1.1 erläutert wird.

Folgt man diesen Überlegungen können sowohl eine lokale Flächenmassenanhäufung als Stelle mit initial vergrößerter Materialdicke als auch ein Warenbahnabschnitt mit lokal verringerter Flächenmasse aufgrund des eingestellten zuglastsensibleren Materialverhaltens ein Aufreißen und Verdicken der Warenbahn des dickenkalibrierten Vliesstoffes zur Folge haben.

Neben möglichen Abweichungen, die schon im GDL-Basisvliesstoff vorhanden sind, besteht ebenfalls die Möglichkeit, diese Abweichungen im Material erst im Dickenkalibrierprozess zu erzeugen. Die bestimmenden Faktoren für die Verdichtung des Materials sind der Eintrag von Druck- und Wärmeenergie in das Material. Wie bereits für den Fall der lokal abweichenden Flächenmasse erwähnt, führen Unterschiede in diesen Parametern zu differierenden Höchstzugkräften,

Höchstzugkraftdehnungen und unterschiedlich stark ausgeprägten Dickenänderungen bei Zugbelastungen, einhergehend mit Aufrauung der Materialoberfläche.

Temperaturabweichungen können sich aus einer gestörten Funktion oder inhomogenen Abstrahlung der Heizelemente in der Anlage ergeben, sind jedoch aufgrund des Aufbaus der Dickenkalibriervorrichtung nicht als wahrscheinliche Ursache für die Wulstbildung begünstigende Abweichungen von 15 mm bis 20 mm Breite anzusehen. Lokal eng begrenzte Temperaturabweichungen werden daher nicht weiter als mögliche Prozessparameterabweichungen diskutiert.

Eine lokale Druckabweichung kann durch mechanische Verformungen von Maschinenelementen verursacht werden. Eine Möglichkeit ist das Auftreten von thermischen Verzügen in den Arbeitselementen der Dickenkalibriervorrichtung. Dabei handelt es sich um Verformungen, welche infolge der durch Beheizung induzierten Spannungen entstehen. Als weitere Ursache kommen Fertigungsabweichungen in den Arbeitselementen der Dickenkalibriervorrichtung oder der mit diesen in Kontakt stehenden Druck übertragenden Maschinenelementen in Frage. Auch eine Kombination aus thermischen Spannungen und Fertigungsabweichungen, welche eine Verformung durch innere Spannungen an bestimmten Stellen der Maschinenelemente begünstigen, ist denkbar.

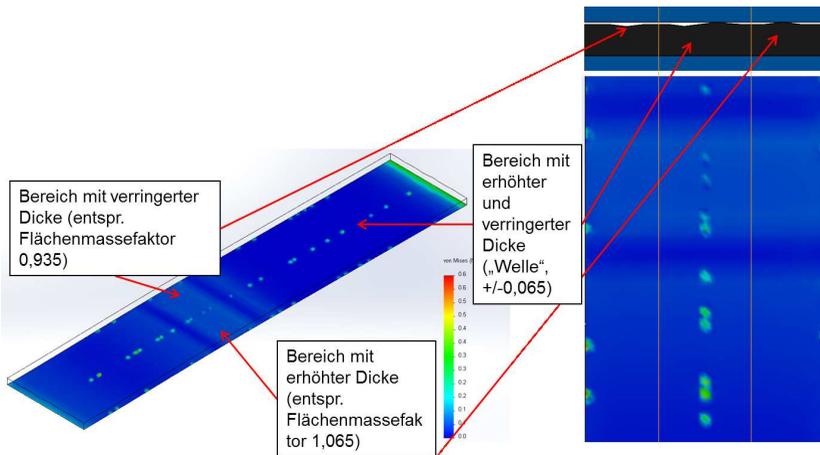
Schließlich ist als letzte Ursache auch eine tatsächlich über die Warenbahnbreite betrachtet lokal abweichende Zugkraft denkbar. Diese kann durch lokale Durchmesserunterschiede von Elementen der Warenbahnführung wie mitlaufenden oder angetriebenen Rollen, aber auch durch eine Verformung des Wickelkerns hervorgerufen werden. Zum Ausschluss dieser Hypothese wurden Messungen mit unter-

schiedlichen Wickelkernen durchgeführt und schließlich bei Umstellung der Wickelkerne, welche im folgenden Abschnitt 9.3.3 beschrieben ist, berücksichtigt. Daher wurden neue Wickelkerne mit mehr als doppelt so hoher Wandstärke wie ursprünglich verwendet eingeführt.

Zur Überprüfung der Hypothesen zu Flächenmassevariationen und Druckabweichungen infolge von lokalen Dickendifferenzen der Maschinenelemente wird ein Finite-Elemente-Methode-Modell (FEM-Modell) aufgestellt. In diesem werden beide Parameter gezielt variiert und die auf das GDL-Material wirkenden Druckspannungen ermittelt. Da eine Darstellung des gesamten Arbeitsbereiches der Dickenkalibriervorrichtung sehr große Rechenleistung erfordert und für den gewünschten Zweck unnötig ist wird ein Ausschnitt des Arbeitsbereiches von 10 mm Breite mit einem Warenbahnabschnitt von 100 mm Länge modelliert. Die auf die Arbeitselemente wirkenden Drücke entsprechen jeweils für den Prozess typischen Werten.

Ohne Variationen ist die Druckverteilung auf die Warenbahn innerhalb des Modells gleichmäßig.

Eine Variation der Flächenmasse lässt sich unter Annahme einer homogenen Dichte durch eine Dickenvariation realisieren. Bei einem Material mit dem Flächenmassfaktor 1,0 und einer lokalen Variation von +/- 6,5 %, welche laut den Untersuchungsergebnissen der textilphysikalischen Prüfungen an den Proben aus den durchgeführten Parameterversuchen durchaus üblich ist, zeigen sich keine signifikanten Druckspannungsspitzen in Bereichen mit entweder niedrigerer oder erhöhter Flächenmasse. Im ebenfalls modellierten Grenzbereich zwischen unmittelbar benachbarten Bereichen mit geringerer und höherer Flächenmasse sind jedoch ausgeprägte Druckspannungsspitzen auszumachen, wie in Abbildung 9-17 zu sehen ist.



**Abbildung 9-17: FEM-Simulation eines Warenbahnabschnittes mit Variation der Flächenmasse, links Gesamtansicht der Druckverteilung auf dem GDL-Vliesstoff, oben rechts Querschnitt durch den unbelasteten Modellaufbau, unten rechts Draufsicht auf die Druckverteilung**

Werden Unregelmäßigkeiten in die Komponenten der Dickenkalibriervorrichtung eingebracht, welche sich laut Herstellerangaben maximal innerhalb einer Toleranz von  $\pm 10 \mu\text{m}$  bewegen können, ergeben sich keine Druckspannungsspitzen auf dem Material. Dies schließt jedoch keine Einflüsse thermischer Verwerfungen in den Arbeitselementen der Dickenkalibriervorrichtung aus. Da für diese Art Einflüsse jedoch keinerlei Anhaltspunkte zu deren Größenordnungen existieren, wird auf somit rein spekulative Modellierungsansätze verzichtet.

Zusammengefasst lässt sich feststellen, dass es sich beim Aufbau der Wülste um einen sich selbst verstärkenden Effekt handelt. Ausgehend

von einem initial im dickenkalibrierten GDL-Basisvliesstoff auf dem Wickel befindlichen lokalen Dickenunterschied steigert sich dieser mit zunehmender Lagenanzahl. Da das GDL-Material an dieser Stelle gedehnt wird, um dem Verlauf der Wickeloberfläche unter der anliegenden Wickelspannung zu folgen, vergrößert sich dessen Dicke ab einer bestimmten Dehnung noch zusätzlich, was weiter zum Wulstaufbau beiträgt. Dieses mechanische Verhalten lässt sich modellieren. Für die Ursache der initial nach Verlassen der Dickenkalibriervorrichtung auf der Warenbahn vorhandenen Dickenunterschiede existieren verschiedene material- und anlagenbedingte Hypothesen. Diese werden teilweise durch FEM-Simulationen des Arbeitsbereiches gestützt.

### 9.3.3 Maßnahmen zur Fehlervermeidung

Es sind einige Gegenmaßnahmen, die dem Fehlerbild der Wulstbildung entgegenwirken, im Dickenkalibrierprozess implementiert. Speziell betrifft diese den fortschreitenden Aufbau der Wülste. Diese werden im Folgenden vorgestellt und hinsichtlich ihrer Effektivität bewertet. Eine zusätzliche Gegenmaßnahme zur Unterbindung des Wulstaufbaus wird vorgeschlagen.

Zunächst ist festzuhalten, dass nicht eine einzelne konkrete Ursache für die initialen Dickenunterschiede im aufgewickelten dickenkalibrierten GDL-Basisvliesstoff nachgewiesen ist, die es abzustellen gilt. Folglich werden Gegenmaßnahmen für alle den diskutierten Hypothesen zugrunde liegenden Ursachen erörtert.

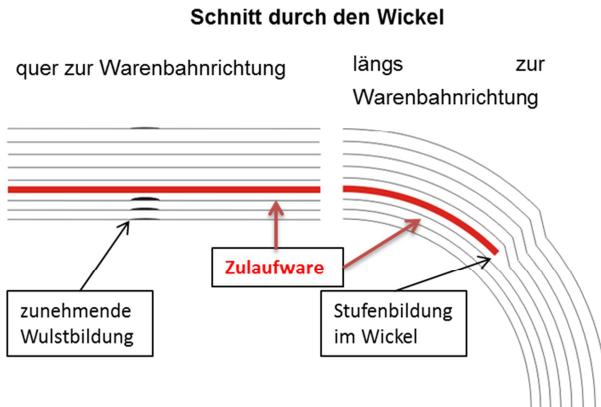
Die Analysen der Produktionsdaten im Zusammenhang mit der Wahrscheinlichkeit des Auftretens der Fehlerbilder Quer- und Längsaufrau-

hung weisen auf einen derartigen Zusammenhang mit der Standardabweichung der in CD gemessenen Flächenmassewerte hin. Sind die initialen Dickenunterschiede bereits durch Unterschiede in der Flächenmasseverteilung des Basisvliesstoffes begründet, so sind Verbesserungen der Gleichmäßigkeit in der Flächenmasseverteilung des Basisvliesstoffes am erfolgversprechendsten. Eine Verbesserung der Gleichmäßigkeit kann in der Vliesbildung durch eine gleichmäßigere Faserspeisung für die Krempeln oder speziell auf die zu verarbeitenden Fasern angepasste Krempelgarnituren erfolgen, wie in Versuchen bei Projektpartnern im Rahmen zur Weiterentwicklung der GDL-Materialien gezeigt werden konnte. [44]

Da keine eindeutige Feststellung zur Ursache des initialen Dickenunterschiedes auf den Wickeln dickenkalibrierten Materials getroffen werden kann, werden im Folgenden Maßnahmen diskutiert, die den Aufbau von Wülsten auf den Wickeln vermindern oder im besten Fall verhindern sollen. Kommt es trotzdem zum Wulstaufbau, sind Gegenmaßnahmen zu ergreifen, die keine nachfolgenden Fehlerbilder generieren, siehe dazu Abschnitt 10.3.

Die übliche Gegenmaßnahme bei Wulstbildung einer derartigen Intensität, dass die Warenbahnoberfläche geschädigt wird, besteht in der Verwendung sogenannter Zulaufware. Es handelt sich dabei um Stücke kompressiblen textilen Materials. Bisher verwendete Zulaufware verursacht am Beginn und Ende der in den Wickel gegebenen Stücke jeweils die Entstehung einer „Stufe“ im Wickel, welche ein Abknicken der mit Spannung aufgewickelten darüber liegenden Lagen der Warenbahn zur Folge hat. Dies ist in Abbildung 9-18 schematisch dargestellt. Die damit einhergehende Biegebeanspruchung bewirkt an der Materialoberfläche ein Herauslösen von Fasern aus der

Vliesstoffstruktur. Das daraus resultierende neue Fehlerbild pflanzt sich im im Folgeprozessschritt der Carbonisierung fort und wird als Queraufrauung bezeichnet, vergleiche hierzu auch Abschnitt 10.3 sowie Abschnitt 4.4.2 für die Beschreibung des Fehlerbildes.



**Abbildung 9-18: Einsatz von Zulaufware (rot) zur Reduzierung der Wulstentstehung und Stufenbildung im Wickelverlauf infolgedessen**

Eine Gegenmaßnahme zur Eindämmung eines bereits auf dem Wickel existenten Wulstaufbaus unter Vermeidung der zu Folgefehlerbildern führender Abdrücke im GDL-Material besteht in der Implementierung einer neuen Art von Zulaufware. Es ist eine Zulaufware zu entwickeln, die kompressibel und weich genug ist, ein derartiges Abknicken der darüberliegenden GDL-Lagen zu verhindern. Ein nur leicht verfestigter, ausschließlich in Längsrichtung gelegter Vliesstoff mit geringer Flächenmasse erfüllt diese Anforderungen. Durch die geringe Verfestigung und die Längsorientierung der Fasern entsteht beim Abreißen

des zuzuführenden Stückes der neu entwickelten Zulaufware keine klare Kante mehr, über welche die nachfolgenden Lagen auf dem Wickel geknickt werden könnten. Eine Knickbelastung mit dem darauf folgend ausgebildeten Fehlerbild Queraufrauung wird somit effektiv vermieden. Nach Versuchen zur Handhabbarkeit im Prozess wurde eine Abwickelvorrichtung für dieses neue Zulaufwarenmaterial entwickelt und dessen Verwendung in der Mitte des zweiten Jahres des untersuchten Zeitraumes in den Aufwickelprozess nach der Dickenkalibrierung implementiert. Die Entwicklungsarbeiten fanden in Kooperation mit Kollegen der Firma Freudenberg Performance Materials SE & Co. KG statt, wobei namentlich vor allem Herr Bock hervorzuheben ist.

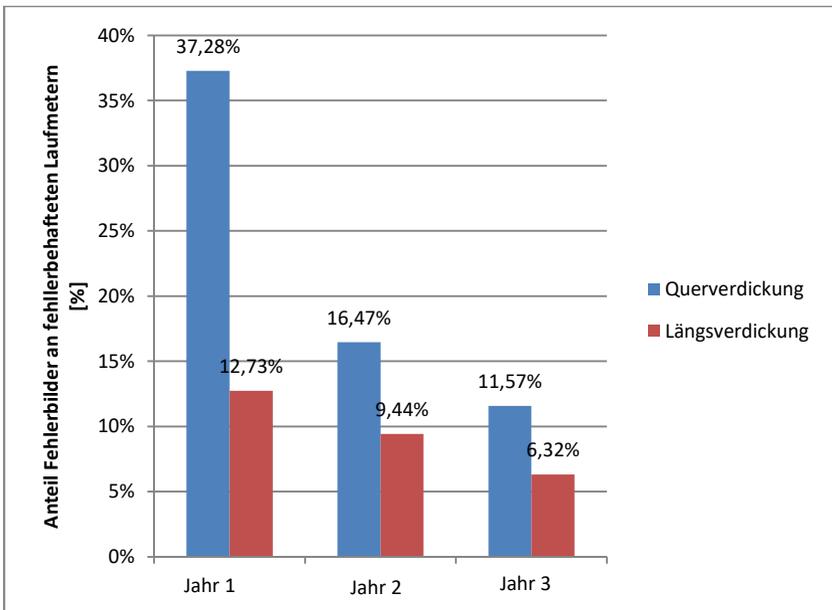
In Folge der Implementierung der neuen Zulaufware konnte die Anzahl der vom Fehlerbild Queraufrauung betroffenen Wickel um 32 % seit Umsetzung der Maßnahme signifikant reduziert werden. Hierbei wurde als binäres Fehlermerkmal ausgewertet, ob ein Wickel das Fehlerbild Queraufrauung aufweist oder nicht.

Ein Rückgang des Aufkommens des Fehlerbildes an der insgesamt gesichteten Menge an GDL 1 um ca. 1,5 % konnte ebenfalls verzeichnet werden. Bei Queraufrauungen handelt es sich in der Regel jedoch um Punktfehler, welche mit nur 0,2 lfm in die Berechnung einfließen. Somit spiegelt die erreichte Reduktion trotz des geringen Betrages von nur rund 1,5% eine erhebliche Verminderung des Auftretens des Fehlerbildes wieder. Zur Systematik der Fehlererfassung und Auswertung von Fehlerstatistiken sei auf Abschnitt 4.3 verwiesen. Dies ist in Tabelle 9-4 und Abbildung 9-19 für GDL 1 dargestellt. Die gezielte Auswertung der von der Prozessänderung betroffenen Wickel in Tabelle 9-4 zeigt eine Reduktion der Auftretenswahrscheinlichkeit

des Fehlerbildes auf einem Wickel auf ca. die Hälfte des vorherigen Aufkommens. Dabei konnten nur Wickel berücksichtigt werden, bei denen Zulaufware eingesetzt wurde. Aufgrund der verstärkten Produktion eines GDL-Typs, der nur selten überhaupt den Einsatz von Zulaufware erfordert, fällt die Stichprobe zu den Wickeln mit neuer Zulaufware vergleichsweise gering aus. Sie ist jedoch für die Betrachtung des binären Merkmals „Fehler Queraufrauung vorhanden“ von ausreichender Größe, um statistisch signifikante Aussagen zu treffen. Dies wird in Abschnitt 5.2.4 diskutiert. Eine deutliche Reduktion des Anteils an Queraufrauungen um rund 24 % des Gesamtfehleraufkommen ist Abbildung 9-19 erkennbar. Ebenfalls von 13 % auf gut 6 % um die Hälfte reduziert werden konnte im betrachteten Zeitraum der Anteil des Fehlerbildes Längsaufrauung. Diese Reduktion überschneidet sich jedoch zeitlich mit der Einführung der im Folgenden diskutierten Vergrößerung des Wickelkerndurchmessers.

**Tabelle 9-4: Anteil der Wickel mit dem Fehlerbild Queraufrauung vor und nach Einführung neuer Zulaufware**

Zeitraum	Zulaufware	Anz. Rollen	Wickel mit Queraufrauungen
18 Monate	Alt	452	61 %
18 Monate	neu	28	29 %



**Abbildung 9-19: Anteile Fehlerbilder Längs- und Queraufrauung an fehlerbehafteter Ware über drei Jahre für GDL 1**

Zur Reduktion des eigentlichen Wulstufbaus ist eine Vergrößerung des Anfangsdurchmessers des Wickels vorgenommen und in den Prozess implementiert worden. Dies wird durch Verwendung von

Pappkernen mit einem größeren Innendurchmesser  $D_i$  von 150 mm im Gegensatz zu den vorher verwendeten Kernen mit 76 mm Innendurchmesser erreicht. Außerdem besitzen die neuen Pappkerne eine größere Wandstärke von 10 mm anstatt 4,5 mm der vorher verwendeten Kerne. Die Hintergründe dafür werden nachfolgend noch diskutiert. Durch den vergrößerten Ausgangsdurchmesser wird die Lagenanzahl zur Speicherung einer definierten Warenbahnlänge auf dem Wickel reduziert, wie Tabelle 9-5 zu entnehmen ist:

**Tabelle 9-5: Reduktion der Lagenanzahl durch größere Wickelkerne**

GDL 1	Lagen mit Kern		Reduktion Lagen	
	<i>l<sub>fm</sub></i>	<i>alt (76/4,5)</i>	<i>neu (150/10)</i>	<i>absolut</i>
200	418	293	125	29,90 %
500	766	598	168	21,93 %
1000	1103	975	128	11,60 %

Da ein Wulst erst mit der Schichtung vieler Lagen im Wickel übereinander entsteht, wird dieses Aufbauen somit verzögert oder bei Wickeln kürzerer Lauflänge ganz verhindert. Durch Implementierung der Maßnahme konnte, wie bereits bei Erläuterung der Abbildung 9-19 erwähnt, eine Halbierung des Anteiles von Längsaufrauungen (vgl. Abschnitte 10.3 und 4.4.2) am gesamten Fehleraufkommen im betrachteten Zeitraum von 3 Jahren erreicht werden. Weiterhin wurde der Einsatz von Zulaufware für die im Rahmen der Fehlerstatistik betrachteten Warentypen GDL 1-4 dokumentiert. Es konnte für die Warentypen GDL 1 und GDL 4 nach Einführung der Wickelkerne mit

größeren Durchmesser eine Reduktion des Einsatzes von Zulaufware erreicht werden, wie in Tabelle 9-6 aufgetragen ist:

**Tabelle 9-6: Zulaufwareeinsatz für GDLs 1-4 mit alten und neuen Wickelkernen**

Kerndurchmesser	76mm	150mm
<b>Materialtyp:</b>	<i>Zulaufware/1000lfm</i>	
GDL 1	3,22	2,62
GDL 2	2,35	3,30
GDL 3	-	0,24
GDL 4	2,78	1,81

Für die GDL 2 lässt sich eine Erhöhung des Zulaufwareeinsatzes erkennen, dies ist jedoch der nach Einführung der neuen Wickelkerne erhöhten durchschnittlichen Rollenlänge geschuldet. Diese Erhöhung der Wickellänge bedingt eine größere Wahrscheinlichkeit für einen zweiten Zulaufwareeinsatz aufgrund erneuter Wulstbildung im Verlauf des Aufwickelvorganges. Für GDL 3 liegen keine Daten zum Zulaufwareeinsatz für die alten Wickelkerne mit 76 mm Durchmesser vor, jedoch scheint dieser Materialtyp aufgrund seiner hohen Dicke generell weniger anfällig für Wulstbildung zu sein und erfordert daher nur selten den Einsatz von Zulaufware.

Da der Vorgang des Wulstaufbaus darauf beruht, dass stets mit einer lokalen Dickenabweichung auf dem Wickel behaftete Stellen der Warenbahn exakt übereinander gewickelt werden, wird abschließend ein geringes Changieren des Wickels während des Wickelvorganges vorgeschlagen. Ein Versatz des Wickels in einer Größenordnung von etwa 10 mm pro 200 lfm sollte in einem Großteil aller Fälle ausrei-

chend sein, um die Entstehung eines Wulstes bei den üblicherweise auf einem Wickel befindlichen Warenbahnlängen wirksam zu unterbinden. Dazu muss sichergestellt sein, dass der entstandenen, nicht kantengerade gewickelte Wickel im nächsten Teilprozessschritt wieder bahnkantengesteuert der nachfolgenden Verarbeitungsanlage zugeführt wird. Im Dickenkalibrierprozess ist durch die Verwendung einer Bahnkantensteuerung, welche die Position der Wickelwelle der Position der aus der Dickenkalibriervorrichtung geführten Warenbahn anpasst, bereits die anlagentechnische Voraussetzung für ein derartiges Changieren erfüllt. Es bedarf lediglich einer zur regulären Bahnkantenkorrektur überlagerten Changierbewegung, welche softwareseitig in der Bahnkantensteuerung zu implementieren ist. Im Dickenkalibrierprozess sind keine weiteren Investitionen in Anlagentechnik zur Umsetzung der vorgeschlagenen Maßnahme nötig.

Als letzte Maßnahme kann eine Änderung von Druck und Temperatur der Dickenkalibriervorrichtung erfolgen, welche die mechanischen Eigenschaften des dickenkalibrierten GDL-Materials definieren. Es zeigt sich bei den in Abschnitt 9.2 diskutierten Untersuchungen, dass ein mit niedrigerem Energieeintrag dickenkalibriertes GDL-Material (Parametersatz 4) sowohl größere mechanische Festigkeit und höhere Dehnbarkeit in allen Belastungsrichtungen als auch eine Tendenz zu geringeren Dickenänderungen mit Aufreißen der Materialoberfläche bei Zugbelastung zeigt. Eine Änderung der Verfestigungsparameter in Richtung einer Kalibrierung mit geringerem Wärme- und höherem Druckeintrag scheint vielversprechend zu sein, um die Neigung des GDL-Materials zum Wulstaufbau und der damit einhergehenden Aufrauung der Warenbahnoberfläche entgegenzuwirken. Es bedarf jedoch in der GDL-Fertigung stets eines sehr hohen experimentellen Aufwandes, um gesicherte Aussagen zu Auswirkungen von Pro-

zessparameteränderungen über die gesamte Prozesskette hinweg zu gewinnen und unerwünschte Änderungen anderer als der modifizierten Eigenschaften auszuschließen. Dazu müssen eine statistisch aussagekräftige Anzahl an Wickeln (vgl. Abschnitt 5.2.4) unter sorgfältiger Überwachung aller Eigenschaften durch den gesamten Produktionsprozess begleitet werden. Um Aussagen über den Dickenkalibrierprozess zu gewinnen, sind mindestens zehn Wickel für jeden GDL-Materialtypen erforderlich. Diese müssen im Anschluss durch die restlichen Verarbeitungsschritte geführt werden, wobei die mit modifizierten Parametern gefertigte Ware nicht zur kommerziellen Verwertung freigegeben werden kann. Im Rahmen dieser Arbeiten konnten kapazitätsbedingt keine Produktionsversuche in derartigem Umfang durchgeführt werden.

Im Prozess der Dickenkalibrierung sind für das dominierende Fehlerbild der Bildung von umlaufenden Verdickungen in Umfangsrichtung auf den Wickeln, welche als Wulst bezeichnet werden, mögliche material- und maschinenbedingte Ursachen identifiziert werden. Der Aufbau der Wülste mit steigender Lagenanzahl in Zusammenhang mit dem speziellen Materialverhalten des dickenkalibrierten GDL-Basisvliesstoffes einer Dickenänderung unter Zugkrafteinwirkung ist modellierbar. Es ist je eine Maßnahme zur Anwendung bei Wulstbildung bei gleichzeitiger Reduktion des Folgefehlerbildes der Queraufrauhungen und eine Maßnahme zur Verringerung der Wulstbildung im Prozess implementiert. Weitere Maßnahmen zur Verhinderung bzw. einer weiteren erheblichen Verringerung der Wulstbildung werden vorgeschlagen.

## 10 Carbonisierung

Um ein elektrisch und thermisch leitfähiges GDL-Material zu erhalten wird der aus einem Precursormaterial bestehende dickenkalibrierte GDL-Basisvliesstoff carbonisiert. Dies geschieht in einem kontinuierlichen Prozess. Des Weiteren ändert sich die mechanische Festigkeit des GDL-Vliesstoffes während der Carbonisierung entscheidend. Es treten in diesem Teilprozess außerdem erstmals aus früheren Prozessschritten fortgepflanzte Fehlerbilder auf.

### 10.1 Prozess der Carbonisierung

Die Carbonisierung ist ein Prozessschritt der Roh-GDL-Herstellung, bei dem unter Inertgasatmosphäre der chemische und in der Folge auch physikalische Zustand des Materials durch eine Pyrolysereaktion dahingehend verändert wird, dass dem Material thermische und elektrische Leitfähigkeit verliehen und sowohl dessen Festigkeit als auch Sprödigkeit erhöht werden. Zu den chemischen Vorgängen während der Carbonisierung von Precursormaterialien sei auf [36] S. 7 ff., [45], [46] und [47] verwiesen.

Eine typische Fertigungslinie zur Herstellung von Carbonfasern verfügt über Vorrichtungen zum Auf- und Abwickeln der gespeicherten Precursorfaser, angetriebene Führungselemente sowie mindestens einen Carbonisierofen, in dem das Material erhitzt wird. [45]

Beim Durchlaufen der Carbonisierlinie geht infolge der ablaufenden Reaktionen bis zu 60 % der anfänglich vorhandenen Masse der Fasern verloren [45]. Während des Prozesses schrumpft das GDL-Material in allen Dimensionen. Da die sich außerhalb des Carboni-

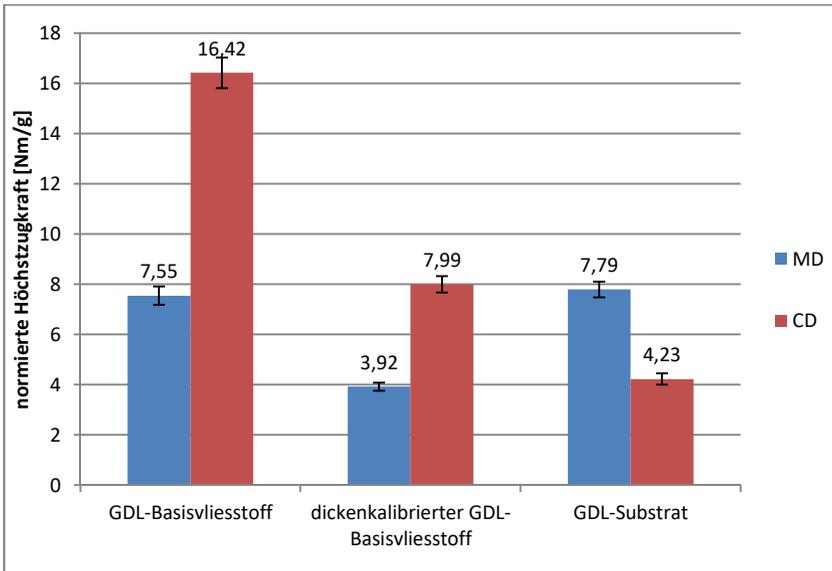
sierofens befindlichen Warenbahnstücken von Warenbahnführungselementen in ihrer Position fixiert sind, entstehen durch den Schrumpf in Längsrichtung der Warenbahn Zugkräfte. Diese haben erheblichen Einfluss auf die Materialeigenschaften des hergestellten GDL-Substrates [48].

Nachdem die Warenbahn den Ofen passiert hat, folgt eine Zugkraftrennung vom restlichen Prozess mittels angetriebener Walzen. Die carbonisierte Roh-GDL wird mit einer definierten Zugspannung aufgewickelt und anschließend auf Fehler gesichtet. [19], [24]

## 10.2 Charakterisierung carbonisierten GDL-Substrates

Durchgeführte textilphysikalische Untersuchungen geben Aufschluss über die starken Veränderungen insbesondere der mechanischen Eigenschaften, welche durch den Carbonisierungsprozess im GDL-Vliesstoff verursacht werden. Es werden im Folgenden Höchstzugkräfte und Höchstzugkraftdehnungen von GDL-Substrat-Proben anhand der GDL 1 diskutiert.

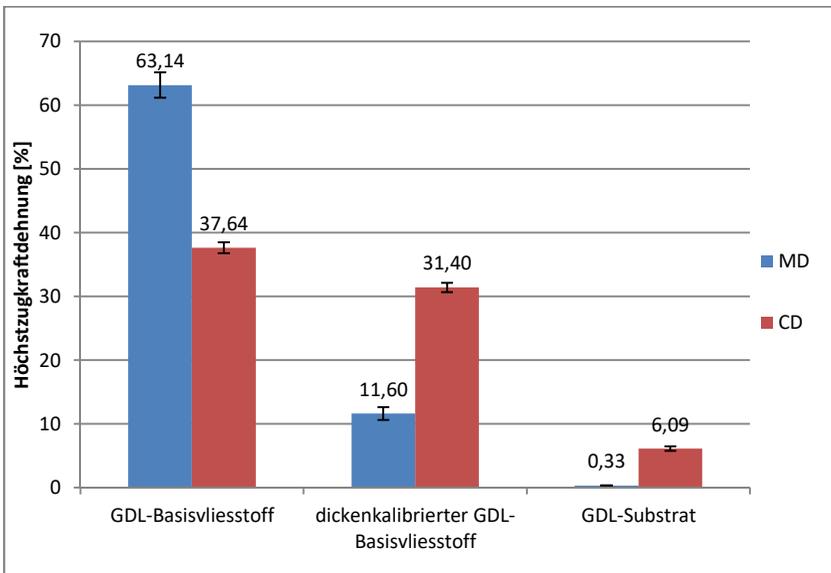
Bei Betrachtung der in Abbildung 10-1 und Abbildung 10-2 aufgetragenen auf die Flächenmasse und Warenbahnbreite normierten Höchstzugkräfte und Höchstzugkraftdehnungen von GDL-Basisvliesstoff, dickenkalibriertem GDL-Basisvliesstoff und carbonisiertem GDL-Substrat fallen zunächst die stark unterschiedlichen Größenordnungen der beiden Materialeigenschaften in den jeweiligen Fertigungsstadien auf.



**Abbildung 10-1: normierte Höchstzugkräfte von uncarbonisiertem GDL-Basisvliesstoff und dickenkalibrierter GDL-Basisvliesstoff sowie carbonisierter Roh-GDL, mit Konfidenzintervallen**

Bei den in Abbildung 10-1 aufgetragenen normierten Höchstzugkräften ist zunächst eine Halbierung der Werte während des Prozessschrittes der Dickenkalibrierung zu verzeichnen. Nach der darauf folgenden Carbonisierung sind die Höchstzugkraftverhältnisse genau entgegengesetzt dem dickenkalibrierten GDL-Basisvliesstoff: Die Höchstzugkraft in Längsrichtung liegt im Bereich der vorherigen in Querrichtung und umgekehrt. Derartige Festigkeitszunahmen in Längsrichtung sind in ähnlicher Weise auch bei der Herstellung von Endlos-Carbonfaser-Rovings vorzufinden. Dabei werden gezielt Zugkräfte aufgebracht, um Carbonfasern mit hohen Festigkeiten und ho-

hem Elastizitätsmodul zu erhalten, vergleiche hierzu [36] S. 18 ff.. Ausschlaggebend ist hier, dass während des Carbonisierungsprozesses eine Zugbelastung in Längsrichtung (MD) des Materials stattfindet, nicht jedoch in Querrichtung. Die für die Festigkeitserhöhung in Längsrichtung verantwortlichen Zugkräfte entstehen infolge des Längsschrumpfes und der Fixierung des Materials an beiden Enden.



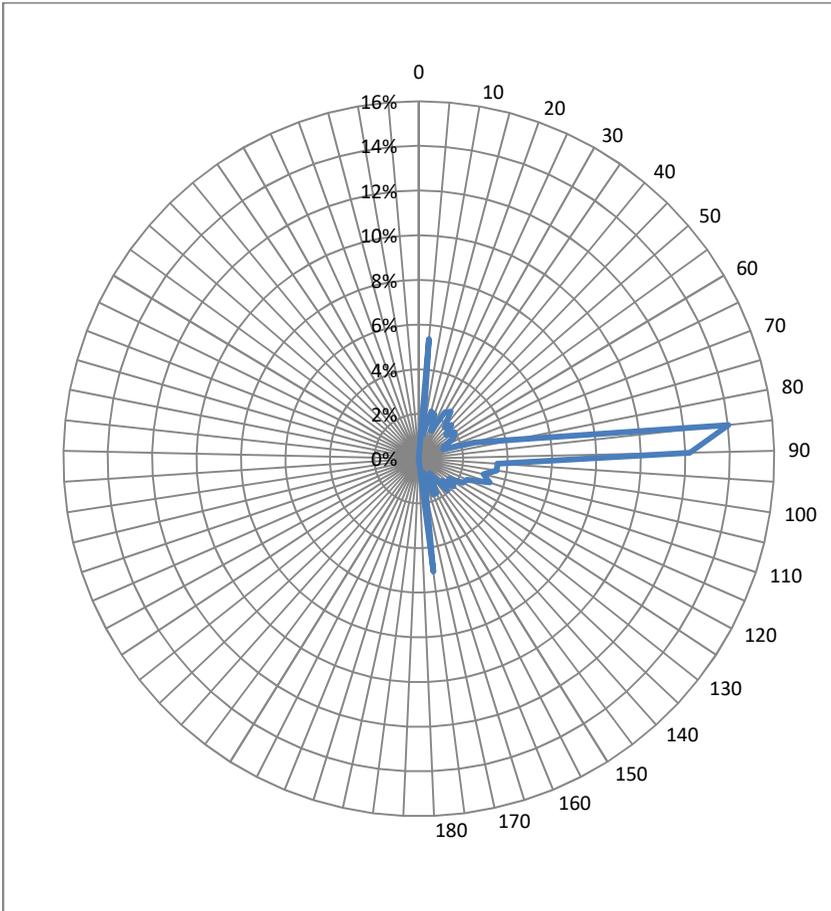
**Abbildung 10-2: Höchstzugkraftdehnungen von uncarbonisiertem GDL-Basisvliesstoff und dickenkalibrierter GDL-Basisvliesstoff sowie carbonisierter Roh-GDL, mit Konfidenzintervallen**

Bei Betrachtung der Höchstzugkraftdehnungen in Abbildung 10-2 stellt sich ein anders Bild dar. Hier findet eine Umkehrung der Ver-

hältnisse von Höchstzugkraftdehnung in Längs- und Querrichtung bereits während des Dickenkalibriervorganges statt. Durch die erreichte Umformung der Vliesstoffstruktur in diesem Teilprozess verliert das GDL-Material bereits etwa 80 % an Dehnbarkeit in Längsrichtung, jedoch nur etwa 20 % in Querrichtung. Im Verlauf des Carbonisierungsprozesses nehmen die Dehnbarkeiten abermals bedeutend ab. Die Höchstzugkraftdehnung der carbonisierten Ware nimmt dabei einen Wert von 0,33 % an, der wesentlich geringer als die für Endlos-Carbonfaser-Rovings typischen Werte zwischen 1 % und 3 %, siehe [36] S. 61 ff.. Dies ist auf die Empfindlichkeit von Carbonfasern gegenüber Belastungen quer zur Faserrichtung und die größtenteils nicht ideal parallel zur Längsrichtung ausgerichtete Faservorzugslage innerhalb des Vliesstoffes zurückzuführen. Die Höchstzugkraftdehnung in Querrichtung nimmt einen Wert von rund 6 % an, was ca. einem Fünftel des ursprünglichen Wertes vor der Carbonisierung entspricht. Bei Vorliegen eines derartigen Wertes ist von einer restlichen Strukturdehnbarkeit des Vliesstoffes bei Belastung in Querrichtung auszugehen. In Längsrichtung hingegen scheint die Vliesstoffstruktur durch die während des Carbonisierungsprozesses herrschenden Zugkräfte bereits bis an ihre Grenzen gedehnt zu werden, so dass bei Belastung keine Verschiebung von Fasern innerhalb der Struktur mehr stattfinden und stattdessen sofort die Fasern die Last aufnehmen. Beobachtungen während der Höchstzugkraftbestimmung weisen ebenfalls in diese Richtung. Bei Zugbelastungen in Längsrichtung ist ein sehr abruptes Versagen des GDL-Materials zu beobachten, in Querrichtung jedoch wird die Struktur zunächst etwas auseinandergezogen und es ist ein stärkeres Zerfasern der Bruchkanten zu bemerken.

Zur Bestimmung der Faserausrichtung innerhalb des GDL-Substrates werden ebenfalls Untersuchungen durchgeführt. Dazu werden

$\mu$ -Computertomographie-Aufnahmen (vgl. Abschnitt 6.3.3) von GDL-Substrat-Proben automatisiert ausgewertet und Häufigkeitsverteilungen der Winkel der enthaltenen Fasern innerhalb des Materials bestimmt. Das Verfahren und dessen Parameter sind detailliert in einer gesonderten Veröffentlichung beschrieben [40]. Für GDL 1 werden  $\mu$ -CT-Scans von zwei Proben mit einem erfassten Bereich von 1 mm x 1 mm ausgewertet. Zu GDL 5 und weiteren experimentelle Materialtypen liegen ebenfalls Untersuchungsergebnisse vor, die an dieser Stelle nicht diskutiert werden. Aufgrund des für Carbonfaser-materialien typischen durchschnittlichen Faserdurchmessers der Carbonfasern von unter 10  $\mu$ m [45] wird bei den gewählten Probendimensionen ein sehr großer Anteil des Faserverbundes der Vliesstoffstruktur mit tausenden Einzelfasern dargestellt. Daher wird der betrachtete Ausschnitt der Vliesstoffstruktur als für das Gesamtmaterial repräsentativ betrachtet. Eine für GDL 1 ermittelte repräsentative Häufigkeitsverteilung ist in Abbildung 10-3 zu sehen.



**Abbildung 10-3: relative Häufigkeitsverteilung der Faserlage-Winkel innerhalb GDL-Substrat vom Typ GDL 1, 90° entspricht der Produktionsrichtung MD, 0° und 180° entsprechen der Querrichtung CD**

Es ist zu erkennen, dass ein Großteil der Fasern eine Lage von 90° +/-15° aufweist, d.h. in Längsrichtung ausgerichtet ist. Weitere wenn

auch kleinere Extrema in der Verteilung finden sich bei etwa  $5^\circ$  und  $175^\circ$ , was beinahe exakt der CD entspricht. Dies zeigt eine erhebliche Umorientierung der Fasern im Verlauf des GDL-Produktionsprozess des Typs GDL 1, da diese ursprünglich im Basisvliesstoff mit einem Längs-/Quervliesverhältnis von 1:2 in einem Winkel von etwa  $20^\circ$  bzw.  $160^\circ$  und ein wesentlich geringerer Anteil der Fasern in den Längsflorlagen in einem Winkel von etwa  $90^\circ$  abgelegt werden. Wann genau diese Verschiebung der Faserorientierung auftritt ist nicht bekannt. Jedoch liefert dies einen weiteren Anhaltspunkt zur Ursache der Festigkeitssteigerung des carbonisierten GDL-Substrates gegenüber dem dickenkalibrierten GDL-Basisvliesstoff in Längsrichtung.

### 10.3 Fehlerbilder im Carbonisierprozess

Im Carbonisierprozess treten verschiedene Fehlerbilder an den Warenbahnen auf, außerdem verursachen teils durch diese Fehlerbilder begünstigte Prozessfehler in Gestalt von Warenbahnabrissen erhebliche Stillstands- und Rüstzeiten an den Carbonisieranlagen.

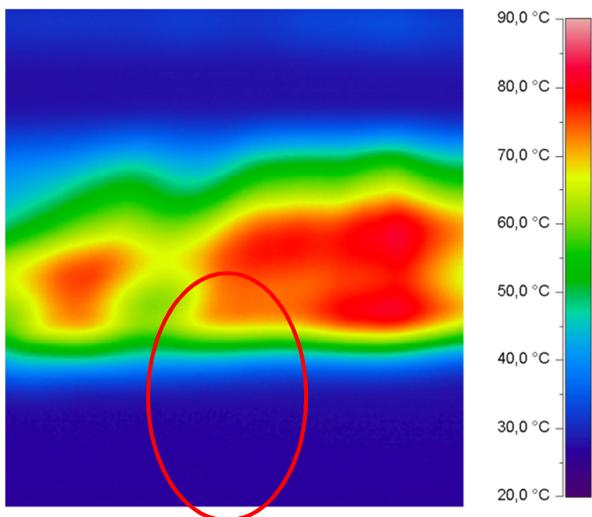
Zunächst sind während des Carbonisierprozesses wieder vollflächige Bahn deformationen zu beobachten, die sich während der Dickenkalibrierung nicht feststellen lassen. Diese vollflächigen Bahn deformationen sind vor dem Einfahren der Warenbahn in die Carbonisierlinie schwach ausgeprägt, nach Abschluss der Carbonisierung jedoch stärker. Da das fertig carbonisierte GDL-Substrat über so gut wie keine Strukturdehnung in Längsrichtung mehr verfügt, sind die nach dem Carbonisierprozess vorliegenden vollflächigen Bahn deformationen im Material fixiert. Auf das Material aufgebraachte Zugkräfte bewirken in den Folgeprozessen, sowie auch bereits im Carbonisierprozess

selbst, eine einseitige Belastung der Warenbahn auf der nicht gedehnten, durchhängenden Seite der Warenbahn. Es sei an dieser Stelle auf Abschnitt 4.4.1 und die dort zu findende Abbildung 4-14 verwiesen.

Im Zusammenhang mit auf der belasteten Warenbahnseite auftretenden Randdeformationen kann das Fehlerbild der vollflächigen Bahn deformationen zu Warenbahnabrissen im Carbonisierungsprozess sowie auch in den nachfolgenden Veredelungsprozessen führen.

Kurze Diagonalverzüge entstehen im Carbonisierungsprozess während das Material den Carbonisierofen durchläuft. Zu diesem Fehlerbild sind textilphysikalische Untersuchungen und Bestimmungen der elektrischen Leitfähigkeit durchgeführt, die jedoch keine signifikanten Resultate liefern.

Eine Untersuchung der Wärmeleitfähigkeit mit der in Abschnitt 6.2.1 beschriebenen Methode zeigte, dass in von diesem Fehlerbild betroffenen Bereichen der Warenbahn eine verringerte und verzögerte Erwärmung des GDL-Materials bei Transmissionsmessungen zu beobachten ist. Dabei wurden ein still stehender Warenbahnabschnitt mit gepulster Bestrahlung von jeweils 20 s Dauer durch eine Infrarot-Strahlungsquelle erwärmt. Während der Aufheiz- und Abkühlphase werden Infrarotaufnahmen mit einer Frequenz von 1 Hz erstellt. Das Ergebnis einer statischen Untersuchung ist beispielhaft für einen Warenbahnabschnitt einer GDL 1 in Abbildung 10-4 dargestellt.



**Abbildung 10-4: Transmissions-Infrarotaufnahme einer Warenbahn mit kurzen Diagonalverzügen (Fehlerbereich markiert)**

Insgesamt wurden an drei Warenbahnen von GDL 1 und zwei Warenbahnen von GDL 2 aus verschiedenen Fertigungszeiträumen über Warenbahnabschnitte von ca. 20 m jeweils sechs statische Messungen durchgeführt. Es wurden mit denselben Materialien ebenfalls Untersuchungen mit bewegter Warenbahn bei konstanter Infrarot-Bestrahlung getätigt, deren Resultate vergleichbar mit denen der statischen Untersuchungen sind. Das Transmissions-Thermografie-Verfahren kann daher für eine Warenbahnüberwachung zur online-Detektierung von kurzen Diagonalverzügen geeignet sein.

Kurze Diagonalverzüge treten nach Änderungen an der Warenbahnführung im Carbonisierungsprozess nicht mehr auf. Diese Änderungen sind kein Resultat dieser Arbeiten sondern wurden parallel dazu entwickelt und implementiert. Eine weitere Behandlung des Fehlerbildes

erübrigt sich somit. Vollflächige Verzüge sind von dieser Änderung jedoch nicht betroffen.

Weitere Fehlerbilder, die sich erstmals während des Carbonisierungsprozesses beobachten lassen, sind sogenannte Längs- und Queraufrauungen des Materials sowie Rauhsuren. Langjährige Beobachtungen bestätigen, dass Längsaufrauungen und Rauhsuren sich an Stellen bilden, an denen sich auf den Wickeln des dickenkalibrierten GDL-Basisvliesstoffes Wülste befinden. Queraufrauungen bilden sich vor und nach Stellen, an denen Zulaufware in den Wickel gegeben wurde, siehe hierzu auch Abschnitt 9.3.3. Weil mit der Entstehung der Queraufrauungen auch eine Schwächung der Materialstruktur und folglich der mechanischen Festigkeit einhergeht, sind auch Warenbahnabschnitte mit diesem Fehlerbild anfällig für Warenbahnabrisse während der Carbonisierung und folgender Prozessschritte.

Die diskutierten Fehlerbilder Längs- und Queraufrauungen sowie Rauhsuren sind aus vorherigen Prozessschritten fortgepflanzt und müssen innerhalb dieser Prozessschritte ursächlich behandelt werden. Das Fehlerbild der Bahn deformationen in Form von kurzen Diagonalverzügen tritt wie beschrieben nicht mehr im GDL-Prozess auf. Die ebenfalls diskutierten vollflächigen Bahn deformationen sind bereits in vorherigen Prozessschritten in weniger ausgeprägter Form vorhanden, jedoch wird deren Auftreten im Carbonisierungsprozess im Rahmen dieser Arbeit nicht näher untersucht. Es können somit an dieser Stelle keine im Carbonisierungsprozess umzusetzenden Maßnahmen vorgeschlagen werden.

## 11 Data Mining für die GDL-Herstellung

Ziel eines Data-Minings für den GDL-Prozess ist es, die Teilprozesse übergreifende Zusammenhänge zwischen der Auftretenswahrscheinlichkeit der behandelten Fehlerbilder und Prozessparametern zu finden. Dazu ist es zunächst nötig, die Daten über Prozessparameter und Fehleraufkommen zu erfassen und zusammenzuführen. Außerdem ist eine Übersicht der zu vergleichenden Fertigungsparameter zu erstellen. Die vorhandenen Daten sind dann in derartiger Form aufzubereiten, dass sie für jeden zu untersuchenden Wickel über den gesamten Fertigungsprozess hinweg betrachtet in einem einzigen Datensatz vorliegen. Mit den aufbereiteten Datensätzen werden in der Folge Korrelationsanalysen durchgeführt, um vorhandene Zusammenhänge und deren statistische Aussagekraft zu bestimmen.

### 11.1 Datenerhebung

Grundvoraussetzung für die Analysen der Zusammenhänge zwischen Prozessparametern und dem Auftreten von Fehlerbildern ist das Vorliegen der Daten in einer auswertbaren Form. Da die Fertigungsdocumentation im untersuchten GDL-Produktionsprozess für jeden einzelnen Teilprozess auftragsbasiert erfolgt, lässt sich die Historie eines beliebigen Wickel nur mit erheblichem Aufwand über die einzelnen Fertigungsprotokolle zu jedem einzelnen Prozessschritt und die darin enthaltenen Informationen über vorherige Bezeichnungen der verarbeiteten Wickel nachvollziehen. Während der verschiedenen Fertigungsschritte werden fünf verschiedene Auftragsnummern pro Rolle vergeben und ebenso viele Fertigungsprotokolle verfasst.

Benötigt man statistisch gesicherte Informationen, ist eine Vielzahl von Wickeln zu betrachten, was bei Erhebung der Daten aus den Einzelprotokollen über alle Fertigungsschritte hinweg mit beträchtlichem Aufwand verbunden ist. Es ist daher nötig eine andere Datenstruktur zu schaffen, die einfachen Zugriff auf die benötigten Informationen zu allen Rollen bietet.

Die vorhandenen Fertigungsprotokolle und Qualitätssicherungs-Daten mit den Fehlerprotokollen liegen in Form von Microsoft Excel-Arbeitsmappen vor. Es bietet sich daher an, diese mittels Microsoft Excel automatisiert auszulesen und in eine Datenbank zu übertragen. Zu diesem Zweck wurde mit Hilfe von Visual Basic for Applications (VBA) für Excel eine Datenbanksoftware programmiert, welche in der Lage ist, die Informationen aus den betreffenden Dokumenten zu extrahieren und in Datensätzen abzulegen. Diese erhalten jeweils eine eindeutige Identifikation (ID), welche aus einem Kürzel für den Verarbeitungsschritt, der Auftrags- und der Rollennummer besteht. Für alle Verarbeitungsschritte nach der Basisvliesstoffherstellung sind zudem Informationen über die zur Weiterverarbeitung eingesetzten Vorgängerrollen, also die Rollenbezeichnung des verwendeten Materials im vorherigen Fertigungsschritt, in den Protokollen enthalten. Diese werden als ID der Vorgängerrolle im Datensatz einer jeden Rolle hinterlegt, wie in Abbildung 11-1 dargestellt.

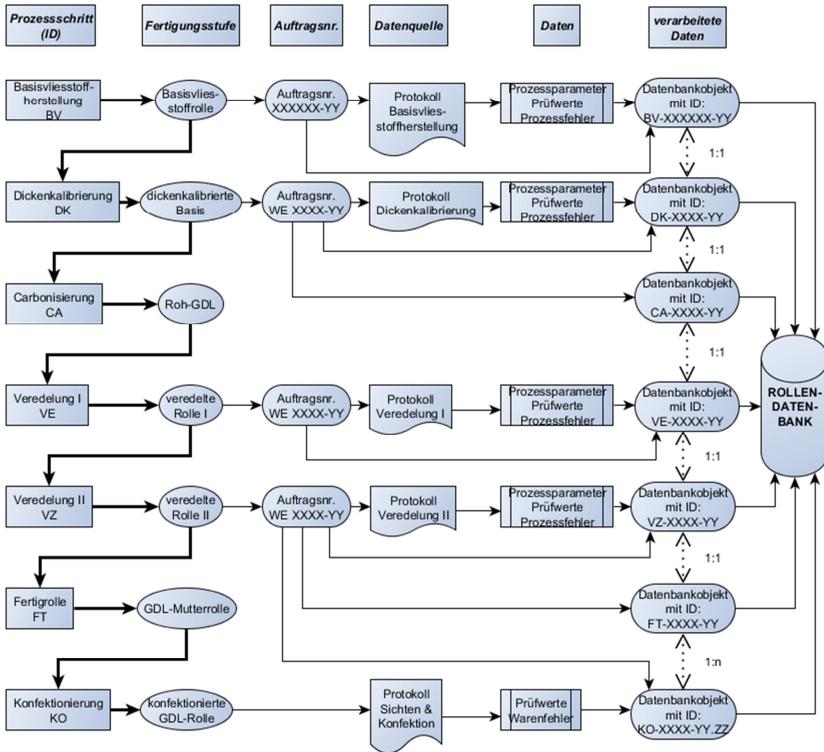


Abbildung 11-1: Struktur der Rolledatenbank

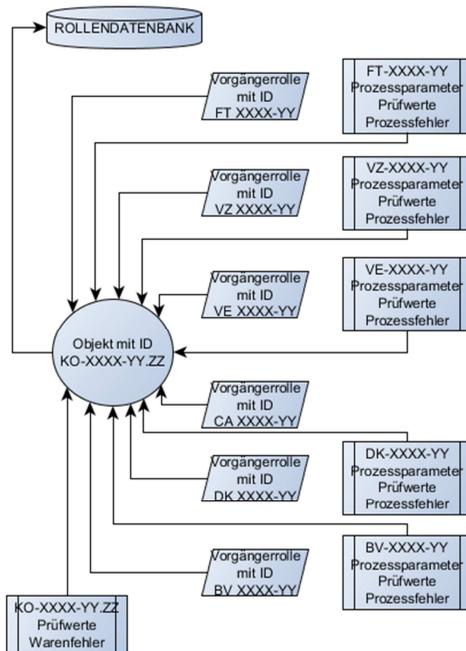
Jede Rolle verfügt somit über eine 1:1-Verknüpfung mit ihrer Vorgängerrolle, da sie nur aus jeweils einer solchen produziert worden sein kann. Andersherum betrachtet können jedoch 1:n-Verknüpfungen mit mehreren Nachfolgerrollen bis zum letzten Verarbeitungsschritt bestehen, da Rollen mitunter während der Verarbeitung in ihrer Länge oder Breite geteilt werden und dabei eine zusätzliche Ziffer an ihre

Bezeichnung angefügt wird. Eine Schwierigkeit bei der Verknüpfung der Datensätze besteht darin, dass eine Rolle nach ihrer Teilung oft auf eine im vorigen Auftragsschritt noch ungeteilte Vorgängerrolle verweist, welche nicht die bei der Teilung hinzugefügte Ziffer in ihrer Bezeichnung enthält. Daher ist es erforderlich, beim Suchen nach Vorgängerrollen innerhalb der Datenbank auch IDs der ungeteilten Vorgängerrollen einzubeziehen, d.h. diese von der angegebenen ID durch Kürzung der angefügten Zusatzbezeichnung abzuleiten, falls die angegebene ID nicht in vollständiger Form gefunden wird.

Unter einer Nachfolgerrolle wird eine Rollenbezeichnung aus einem der auf den gerade betrachteten Fertigungsschritt folgenden Fertigungsschritte verstanden. Eine Suche nach Nachfolgerrollen kann grundsätzlich nur über das Durchsuchen aller Vorgänger-IDs der Rol-  
lendatensätze des nächsten Fertigungsschrittes nach der ID aus dem betrachteten Fertigungsschritt erfolgen, da die Datensätze keine Informationen über die IDs folgender Fertigungsschritte enthalten.

Mit der nun vorhandenen Struktur von miteinander über die Vorgänger-IDs verknüpften Datensätzen von Rollen in jedem Fertigungsstadium lassen sich bereits Vorwärts- und Rückwärtsverfolgungen von Rollen durch den gesamten Prozess realisieren, jedoch ist auch diese Struktur noch nicht optimal geeignet, Zusammenhänge zwischen einzelnen Fertigungsparametern und Fehlerbildern nachzuvollziehen. Zu diesem Zweck wurden die vorhandenen Daten ein weiteres Mal neu angeordnet. Von Interesse für die Auswertung sind die Datensätze des unveredelten GDL-Substrates und der fertig konfektionierten Rollen, da bei der Wareneingangskontrolle sowie beim Konfektionieren jeweils eine optische Warenbahninspektion stattfindet. Diese Datensätze dienen mit ihren jeweiligen IDs als Grundlage für die Umstrukturi-

rierung der Datenbank. Die zu den IDs gehörigen Datensätze der konfektionierten Rollen beziehungsweise Roh-GDL-Rollen und zu ihren Vorgängerrollen werden je einem Datensatz pro Rolle zusammengefasst. So entstehen Rollendatensätze, die Informationen aus allen Fertigungsschritten enthalten. Dieser letzte Schritt der Umstrukturierung ist am Beispiel der fertig konfektionierten Rollen in Abbildung 11-2 schematisiert dargestellt.



**Abbildung 11-2: Umstrukturierung zu Datensätzen mit allen Prozess- und Fehlerinformationen für konfektionierte GDL-Rollen**

## 11.2 Auszuwertende Parameter

Im nächsten Schritt sind die Prozessparameter und Daten festzulegen, welche mit dem Auftreten von Fehlerbildern korreliert werden sollen. Im Folgenden sollen diese zum Vergleich vorgesehenen Daten der Einfachheit halber alle als Parameter bezeichnet werden.

Um sinnvoll erscheinende Vergleiche auszuwählen sind zunächst alle Parameter der Datensätze ausgelesen und in eine Vergleichsmatrix eingetragen worden. Innerhalb dieser sind die zu vergleichenden Parameter festgelegt worden. Die Entscheidung darüber, welche Zusammenhänge sinnvollerweise zu analysieren sind, beruht auf dem während der Prozessanalyse zusammengetragenen, umfangreichen Wissen über die Prozessgestaltung und die Parameter. Eine komplette Auflistung aller verglichenen Parameter kann an dieser Stelle aufgrund deren hohen Umfanges nicht erfolgen. Es handelt sich um Prüfwerte wie beispielsweise Höchstzugkräfte und Höchstzugkraftdehnungen, Dicken und Luftdurchlässigkeiten der GDL-Materialien aus jeder Fertigungsstufe, in der diese erfasst werden sowie während der Fertigung eingestellte Prozessparameter bzw. Abweichungen dieser, etwa der Rollenlänge oder Temperaturen und Drücke während der Dickenkalibrierung.

Werden Zusammenhänge von Prozessparametern mit dem Vorhandensein bestimmter Fehlerbilder gefunden, so ist zu hinterfragen, ob diese Parameter ursächlich für die Entstehung der Fehlerbilder sein können oder infolge der bereits vorhandenen Fehlerbilder selbst einer Veränderung unterliegen, es ist folglich festzustellen wie sich Ursache und Wirkung des Zusammenhanges verhalten.

### 11.3 Ergebnisse der Parameteranalysen

Die untersuchten Datensätze werden nach dem Vorhandensein eines Fehlerbildes in zwei Gruppen eingeteilt und innerhalb dieser mittels Zwei-Stichproben-t-Tests die einzelnen Parameter verglichen. Diese statistische Analyse wird mit der Software STATISTICA 2014 vorgenommen.

Untersucht werden anhand von GDL 1 die Fehlerbilder Längsaufrau-  
hung, Queraufrau-  
hung und Bahn-  
deformationen. Das Auftreten von Wülsten als ursächlichem Fehlerbild der Längsaufrau-  
hungen und  
Rauhspuren sowie indirekt der Queraufrau-  
hungen (s. Abschnitt 4.4.3) konnte nicht wie geplant einer Analyse unterzogen werden. Innerhalb der vorliegenden Datensätze sind 98 % aller Wickel mit diesem Fehlerbild behaftet und eine statistisch signifikante Kontrollgruppe ohne das Fehlerbild somit nicht vorhanden.

Es findet sich als ein genereller Trend bei fast allen Fehlerbildern je-  
weils in den Verarbeitungsstufen GDL-Substrat, dickenkalibrierter  
GDL-Basisvliesstoff und GDL-Basisvliesstoff ein signifikanter Zusam-  
menhang zwischen der Wickellänge und dem Auftreten der Fehlerbil-  
der. Mit den Fehlerbildern behaftete Wickel weisen dabei eine signifi-  
kant größere Wickellänge auf als nicht fehlerhafte Wickel. Ausnahmen  
finden sich bei den Fehlerbildern Bahn-  
deformationen in der Ferti-  
gungsstufe dickenkalibrierter GDL-Basisvliesstoff sowie für Querauf-  
rau-  
hungen in der Fertigungsstufe GDL-Basisvliesstoff, bei denen die  
selbe Tendenz zu größeren Wickellängen fehlerbehafteter Materialien  
erkennbar ist, jedoch kein signifikanter Unterschied besteht.

Für das Fehlerbild der Längsaufrauungen lassen sich in Längs- und Querrichtung größere Höchstzugkräfte in den Verarbeitungsstufen GDL-Substrat und GDL-Basisvliesstoff für nicht fehlerbehaftete Materialien finden. Für den GDL-Basisvliesstoff sind zusätzlich größere Höchstzugkraftdehnungen in beiden Belastungsrichtungen zu verzeichnen. Ähnliche Zusammenhänge zeigen sich mit einigen Ausnahmen für die anderen Fehlerbilder Queraufrauungen, Rauhsur und Bahn deformationen/Überdehnungen. Die mechanischen Kennwerte folgen weitestgehend dem grundsätzlichen Trend zu höheren Werten bei nicht fehlerbehafteter Ware, weisen jedoch nicht alle statistisch signifikante Unterschiede auf. Einzige wirkliche Ausnahme bildet die Höchstzugkraftdehnung des GDL-Basisvliesstoffes in Längsrichtung für das Fehlerbild Bahn deformationen, jedoch liegt hier ein sehr geringer Unterschied vor, dem keine große Bedeutung beizumessen ist. Insgesamt besitzen die mechanischen Kennwerte Höchstzugkraft und Höchstzugkraftdehnung einen wesentlichen Einfluss auf die Auftretenswahrscheinlichkeit der betrachteten Fehlerbilder. Da die GDL-Materialien während der Prozessführung stets mit ähnlichen Lasten beaufschlagt werden wirkt sich eine geringe mechanische Stabilität und Dehnbarkeit begünstigend auf das Auftreten von Strukturveränderungen und –schädigungen des GDL-Materials aus, welche sich in Form von Fehlerbildern auf der Ware zeigen.

Signifikante Unterschiede bei der Materialdicke des GDL-Substrates wurden ebenfalls für alle Fehlerbilder mit Ausnahme der Rauhsuren gefunden. Die festgestellten Unterschiede sind jedoch im geringen einstelligen Mikrometerbereich angesiedelt, es handelt sich daher eher um zufällige Schwankungen.

Bei Betrachtung der Luftdurchlässigkeit lässt sich lediglich beim Fehlerbild Bahn deformationen ein signifikanter Unterschied feststellen, hier ist der Wert des fehlerbehafteten GDL-Substrates deutlich geringer als der Wert des einwandfreien Materials. Für das Fehlerbild Bahn deformationen sind verschiedene Ausprägungen definiert, die in unterschiedlichen Teilprozessen zu beobachten sind. Daher ist eine genauere Differenzierung der Art der Bahn deformationen nötig, um gesicherte Aussagen zur Relevanz dieses Ergebnisses treffen zu können.

Für die Prozessparameter der Dickenkalibrierung lassen sich einige deutliche Unterschiede zwischen fehlerbehafteten und einwandfreien Materialien erkennen. Bei den Fehlerbildern Rauhsur und Bahn deformation lassen sich für einwandfreie Ware signifikante negative Temperaturabweichungen beim Ist-Wert der Beheizung der Dickenkalibriervorrichtung feststellen, welche maximal 4 K (<1% der Aufheizung der Warenbahn) unter dem Sollwert liegen. Derart geringe Temperaturabweichungen innerhalb des betrachteten Temperaturbereichs führen nicht zu signifikanten Änderungen des mechanischen Materialverhaltens, wie den Ergebnissen der Dynamisch Mechanischen Analysen (siehe Abschnitt 9.2) zu entnehmen ist.

Für Druckabweichungen des gemessenen Arbeitsdrucks der Dickenkalibriervorrichtung vom Sollwert und weitere damit in Zusammenhang stehende Parameter finden sich signifikante Zusammenhänge mit dem Auftreten von Fehlerbildern. Für die Fehlerbilder der Längsaufrauungen und Queraufrauungen zeigen sich bei fehlerbehafteten Materialien signifikant höhere Druckabweichungen vom Soll-Arbeitsdruck als bei nicht fehlerbehaftetem Material.

Um weitere Erkenntnisse zu den Einflüssen der Druckgrößen zu finden müssten umfangreiche Anlagenversuche unter gezielter Variation der Parameter durchgeführt werden. Derartige Anlagenversuche gehen jedoch, wie bereits in Abschnitt 9.3.3 festgestellt, mit einem sehr großen Aufwand für die experimentelle Fertigung einiger Chargen für jeden untersuchten GDL-Materialtyp einher, der im Rahmen dieser Arbeit nicht abgebildet werden kann.

Der letzte mit der Dickenkalibrierung assoziierte Parameter des Zulaufwareneinsatzes zeigt mit Ausnahme des Fehlerbildes Bahn deformation höhere Werte bei fehlerbehafteten Materialien, jedoch nur beim Fehlerbild Rauhs pur einen signifikant erhöhten Wert. Das Vorkommen höherer Werte dieses Parameters ist bei den drei Fehlerbildern Längs- und Queraufrauung sowie Rauhs pur zu erwarten, da der Einsatz von Zulaufware durch das Fehlerbild der Wulstbildung erforderlich wird, welches wiederum die Bildung von Längsaufrauungen und Rauhs puren nach sich zieht. Queraufrauungen werden größtenteils durch den Einsatz von Zulaufware hervorgerufen, siehe hierzu Abschnitt 4.4.3.

Es konnten Produktionsdaten und Prüfwerte aus verschiedenen einzelnen Dokumentationen zu einheitlichen Datensätzen in einer Prozessdatenbank zusammengeführt werden. Mit Hilfe dieser Datenbank können innerhalb der Datensätze Informationen zu produzierten GDL-Rollen über den gesamten Fertigungsprozess abgerufen werden. Diese Daten werden derart umstrukturiert, dass eine statistische Analyse von Prozessparametern und Prüfwerten hinsichtlich signifikanter Unterschiede dieser zwischen fehlerbehafteter und einwandfreier Ware durchgeführt werden kann. Durch diese Analysen zeigen sich

Korrelationen des Fehleraufkommens mit mechanischen Kennwerten in verschiedenen Verarbeitungsstufen sowie Prozessparametern des Dickenkalibrierschrittes.

## 12 Qualitätsregelkreise zum GDL-Produktionsprozess

Ein Qualitätsregelkreis ist ein Instrument der kontinuierlichen Prozessverbesserung, wie in Abschnitt 5.3 vorgestellt worden ist. Ein Qualitätsregelkreis ist dabei in vier Phasen unterteilt, welche die Planung von Prozessänderungen, deren experimentelle Umsetzung, die Überwachung der Resultate sowie schließlich im Erfolgsfall die dauerhafte Implementierung der Änderungen im Prozess zum Inhalt haben. Es werden im Folgenden anhand der Fehlerbilder Wulstbildung sowie des zugehörigen Folgefehlerbildes Längsaufrauung und Queraufrauung derartige Qualitätsregelkreise aufgestellt.

### 12.1 Wulstbildung und Längsaufrauung

Eine Maßnahme, um dem Fehlerbild der Wulstbildung und in der Folge der Bildung von Längsaufrauungen entgegenzuwirken, wurde bereits in den Prozess implementiert. Es handelt sich dabei um die Einführung von Wickelkernen mit größerem Durchmesser.

Während der Planungsphase wurde aufgrund von Prozessbeobachtungen festgestellt, dass sich das Fehlerbild der Wulstbildung mit steigender Lagenanzahl auf einem Wickel intensiviert. Als zu ändernder Prozessparameter ist damit die Lagenanzahl der Wicklung auf einer GDL-Rolle festgelegt. Die Änderung wird durch eine Vergrößerung des Ausgangsdurchmessers der Rolle erreicht und mittels Wickelkernen mit größerem Durchmesser umgesetzt. Es erfolgten in der testweisen Umsetzung zunächst Versuche mit einigen Wickeln, bei denen

ein verzögertes Einsetzen der Wulstbildung festgestellt werden konnte, kombiniert mit einem insgesamt geringeren Einsatz an Zulaufware. Weiterhin wirkt sich der größere Anfangsdurchmesser positiv auf das manuell erfolgende Anwickeln der Warenbahnen im Dickenkalibrierprozess aus. Negative Effekte wurden während der Überwachungsphase nicht festgestellt, so dass die Maßnahme dauerhaft in den Prozess implementiert wird. Der Verbesserungsprozess ist in als PDCA-Schema dargestellt.

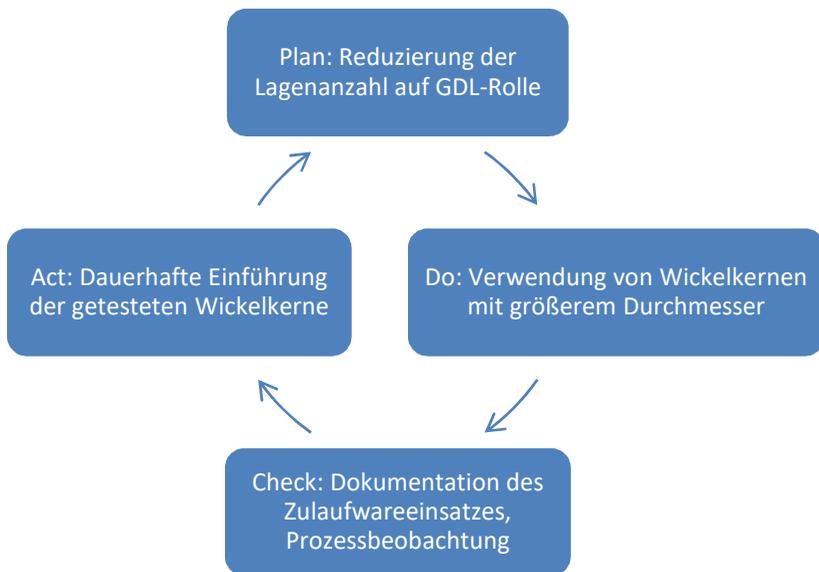
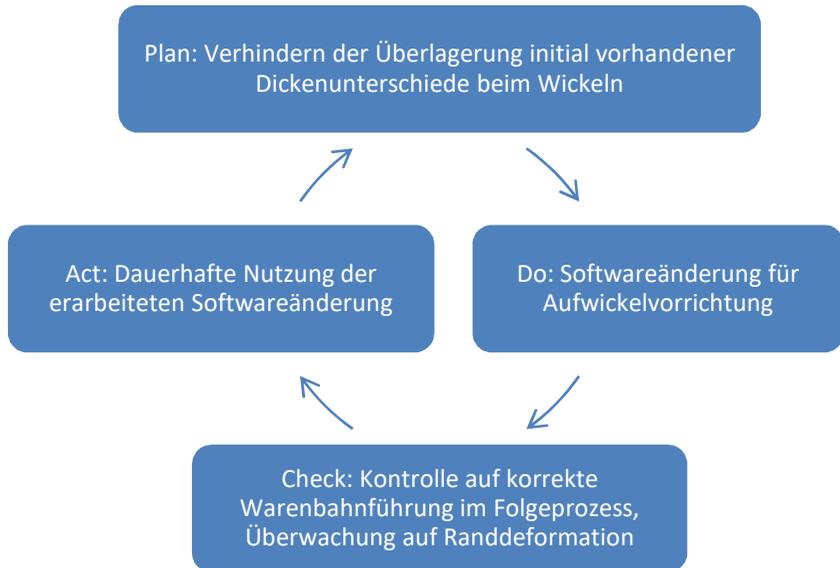


Abbildung 12-1: PDCA-Schema für Reduzierung der Lagenanzahl auf GDL-Rollen

Als weitere Maßnahme gegen das Fehlerbild der Wulstbildung wird im Rahmen der Arbeiten ein Changieren während des Aufwickelns der Warenbahn im Dickenkalibrierprozess vorgeschlagen. Diese Maßnahme befindet sich laut PDCA-Schema in der Planungsphase. Sie beruht auf der in Abschnitt 9.3.2 diskutierten Modellrechnung der Überlagerung initial in der Warenbahn vorhandener und durch Dehnung des Materials zusätzlich eingebrachter Dickenunterschiede der Warenbahn bis zu einem kritischen Punkt. Diese zusätzlich generierten Dickenunterschiede auf der Warenbahn pflanzen sich in folgenden Prozessschritten als Fehlerbild Längsaufrauung fort. Ziel der Maßnahme ist es, durch einen kontrollierten seitlichen Versatz der Warenbahn während des Wickelns das übereinander Schichten der initial vorhandenen Dickenunterschiede auf der Warenbahn zu unterbinden. Experimentell umsetzen lässt sich diese Maßnahme mittels einer Softwaremodifikation der Bahnkantensteuerung des Aufwicklers nach der Dickenkalibriervorrichtung. Zu überwachen wäre in diesem Fall vor allem das korrekte Abwickeln der Warenbahn im Folgeprozessschritt der Carbonisierung und die Warenbahnführung während dieses Prozessschrittes. Gegebenenfalls sind zur Vermeidung von Warenbahnschädigungen Anpassung der Warenbahnführung im Carbonisierungsprozess auszuarbeiten. Es besteht das Risiko durch zu großen Versatz ein Schleifen der Warenbahn an Maschinen- und Anlagenteilen zu begünstigen, was wiederum zu Randdeformationen führen kann. Warenbahn mit geschädigten Rändern weisen in Folgeprozessschritten der Veredelung ein erhöhtes Risiko für Warenbahnabrisse auf. Wird die Maßnahme getestet und keine negativen Folgen festgestellt werden, sind aufgrund der bereits teilweise implementierten Softwareänderung keine weiteren Vorkehrung für eine dauerhafte

Implementierung in den Dickenkalibrierprozess zu treffen. Die beschriebenen Schritte sind in Abbildung 12-2 schematisch dargestellt



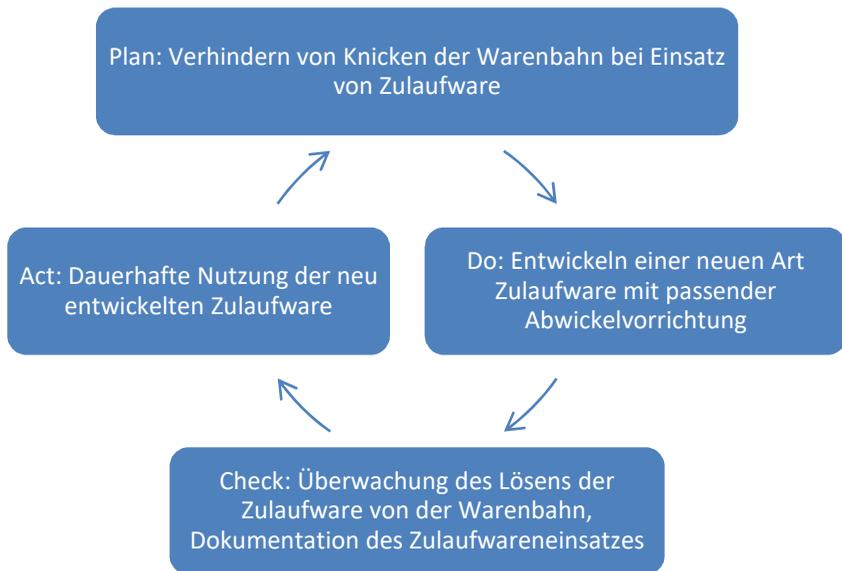
**Abbildung 12-2: PDCA-Schema für changierendes Wickeln im Dickenkalibrierprozess als Gegenmaßnahme zum Fehlerbild Wulstbildung**

## 12.2 Queraufräuhung

Als Gegenmaßnahme zum Fehlerbild Queraufräuhung konnte die Einführung einer neuen Zulaufware implementiert werden.

In der Planungsphase wurde in das Knicken der Warenbahnen am Anfang und Ende der herkömmlich verwendeten Zulaufwarestücke,

welche beim Auftreten Wulstbildung zu einem Wickel gegeben werden, identifiziert. Die Knickbelastung bewirkt dabei eine lokal eng begrenzte Zugbeanspruchung infolge der Biegung der Warenbahn um die Kante der Zulaufware, wie in Abschnitt 4.4.3 erläutert ist. Eine alternative Zulaufware, welche durch ihre starke Komprimierbarkeit keine Kante auf dem Wickel bildet, ist konzipiert und mittels einer für diese konstruierten Abwickelvorrichtung testweise im Prozess verwendet worden. Im Folgeprozess der Carbonisierung konnte während der Prozessüberwachung festgestellt werden, dass die Zulaufwarestücke während der Abwicklung teilweise an der Warenbahn haften bleiben, was zu Prozessfehlern im Carbonisierungsprozess führt. Es wurde daraufhin in einer weiteren Iteration eine Modifikation der Zulaufwarenkonstruktion vorgenommen. Nachdem im Carbonisierungsprozess keine durch die Zulaufware bedingten Fehlfälle mehr auftreten, ist die Maßnahme nun nach nochmaliger Optimierung der Abwickelvorrichtung dauerhaft im Dickenkalibrierprozess implementiert. Weiterhin überwacht werden die Auftretenswahrscheinlichkeit von Queraufrauungen auf dem GDL-Material sowie der Einsatz von Zulaufware im Dickenkalibrierprozess als Maß für Effektivität der Maßnahme. Der für Qualitätsregelkreis für diesen Verbesserungsprozess findet sich in Abbildung 12-3.



**Abbildung 12-3: PDCA-Schema für die Einführung neuer Zulaufware als Maßnahme gegen das Fehlerbild Queraufräuhung**

Zu den Fehlerbildern im GDL-Produktionsprozess, zu denen Gegenmaßnahmen im Rahmen dieser Arbeit entwickelt und teilweise umgesetzt werden, sind Qualitätsregelkreise erstellt worden. Diese setzen sich jeweils mit Grundlage und Planung der Maßnahme, deren experimenteller Umsetzung, anschließend zu überwachender Parameter und Möglichkeiten der dauerhaften Implementierung auseinander. Kontinuierliche Verbesserungsmaßnahmen im GDL-Produktionsprozess werden auf diese Weise übersichtlich verfolgbar.

## 13 Zusammenfassung und Ausblick

Die Fertigung der im Rahmen der Arbeit betrachteten vliesstoffbasierten Gasdiffusionslagen für Polymerelektrolytbrennstoffzellen ist ein komplexer Prozess mit zeitlich und räumlich getrennten Teilprozessen. In diesen Teilprozessen lassen sich Fehlerbilder feststellen, welche sich teils auf die Verarbeitbarkeit und teils auf die Leistungsfähigkeit und Lebensdauer des GDL-Materials innerhalb einer Brennstoffzelle auswirken. Ziel der Arbeiten ist es, bislang nicht vollständig verstandene Fehlerbilder zu identifizieren, Erkenntnisse zu deren Ursachen zu gewinnen und geeignete Maßnahmen zu deren Vermeidung zu finden.

Zu Beginn der Arbeiten wird ein Fehlerkatalog aller bekannten Fehlerbild in allen Teilprozessen der GDL-Fertigung erstellt. In diesem sind die erfassten Fehlerbilder hinsichtlich ihrer Auswirkungen klassifiziert.

Es wird eine Analyse der Produktionsvolumina und des gesamten sowie individuellen Fehleraufkommens für verschiedene GDL-Materialien durchgeführt und anhand deren ökonomischen und technischen Schadenspotentials eine Auswahl an näher zu betrachtenden Fehlerbildern getroffen, deren Entstehungsumstände nicht vollständig geklärt sind. Die Betrachtung dieser Fehlerbilder erstreckt sich jeweils über die Teilprozessschritte der Basisvliesstoffherstellung, Dickenkalibrierung und Carbonisierung.

Diese Teilprozessschritte und die in diesen hergestellten GDL-Materialien werden analysiert und wesentliche, die Eigenschaften der Materialien definierende Prozessparameter identifiziert. Die Analysen des Materialverhaltens mittels textilphysikalischer und weiterer Prüfmethoden zeigen mögliche Ursachen für die Fehlerentstehung auf,

welche sich mit Modellrechnungen und FEM-Simulationen teils verifizieren lassen.

Für die betrachteten Fehlerbilder werden mittels der gewonnenen Erkenntnisse Gegenmaßnahmen zur Reduktion oder Vermeidung des Fehleraufkommens erarbeitet. Diese sind im Prozessschritt der Dickenkalibrierung teilweise erfolgreich implementiert. Eine Reduktion des Fehleraufkommens der durch die Maßnahmen behandelten Fehlerbilder ist eingetreten und wird weiterhin dokumentiert.

Zur Planung und Überwachung der Verbesserungsprozesse werden Qualitätsregelkreise für den GDL-Produktionsprozess aufgestellt, welche die erarbeiteten Gegenmaßnahmen beschreiben.

Die erarbeiteten, noch nicht umgesetzten Gegenmaßnahmen können in Fortführung der Arbeiten in die Teilprozesse implementiert werden.

---

## 14 Literaturverzeichnis

- [1] INTERNATIONAL ENERGY AGENCY: *Tracking Clean Energy Progress 2015*. Paris, 2015
- [2] BUNDESMINISTERIUM FÜR WIRTSCHAFT UND ENERGIE, Referat Öffentlichkeitsarbeit: *BMW i - Erneuerbare Energien*. URL <http://bmwi.de/DE/Themen/Energie/erneuerbare-energien.html> – Überprüfungsdatum 05 12 2015
- [3] ZUKUNFT ERDGAS GMBH: *Wirksames Wegwerfstrom-Recycling*. URL <https://www.zukunft-erdgas.info/markt/erneuerbares-erdgas/power-to-gas>. – Aktualisierungsdatum: 2016-01-01 – Überprüfungsdatum 21 11 2016
- [4] K. HEIKRODT, C. Wittwer J. Scholta: *Forschungsverbund Erneuerbare Energien : Brennstoffzellen im Einsatz als dezentrale Kraft-Wärme-Kopplung*. URL [http://www.fvee.de/fileadmin/publikationen/Themenhefte/th2004/th2004\\_06\\_02.pdf](http://www.fvee.de/fileadmin/publikationen/Themenhefte/th2004/th2004_06_02.pdf). – Aktualisierungsdatum: 2016-01-01 – Überprüfungsdatum 21 11 2016
- [5] DEUTSCHER WASSERSTOFF-UND BRENNSTOFFZELLENVERBAND E.V.: *Deutscher Wasserstoff- und Brennstoffzellenverband - Wissen*. URL <http://dww-info.de/wissen/warum.html> – Überprüfungsdatum 18 12 2015
- [6] O.T. HOLTON, J. Stevenson W.: *The Role of Platinum in Proton Exchange Membrane Fuel Cells*. In: *Platinum Metals Rev* 259 (2013), Nr. 57

- 
- [7] FUEL CELL TODAY LTD: *Fuell Cell Today - History*. URL <http://www.fuelcelltoday.com/history>. – Aktualisierungsdatum: 2016-01-01 – Überprüfungsdatum 20 07 2016
- [8] OHL, Michael: *Hauptfach- und APMB-Versuch Elektrolyse und Brennstoffzelle*. Stuttgart,
- [9] WIKIMEDIA FOUNDATION INC: *Brennstoffzellen - Wikipedia-Artikel*. URL <https://de.wikipedia.org/wiki/Brennstoffzelle>. – Aktualisierungsdatum: 2015-12-01 – Überprüfungsdatum 17 12 2015
- [10] WIKIMEDIA FOUNDATION INC: *Polymerelektrolytbrennstoffzelle - Wikipedia*. URL <https://de.wikipedia.org/wiki/Polymerelektrolytbrennstoffzelle>. – Aktualisierungsdatum: 2016-06-09 – Überprüfungsdatum 20 07 2016
- [11] OFFICE OF ENERGY EFFICIENCY & RENEWABLE ENERGY: *Comparison of Fuel Cell Technologies | Departement of Energy*. URL <http://energy.gov/eere/fuelcells/comparison-fuel-cell-technologies> – Überprüfungsdatum 25 07 2016
- [12] BUTSCH, H.: *Einführung in die Brennstoffzellentechnologie*. Weinheim, 2010
- [13] QUICK, Christian: *Wassertransportphänomene in Gasdiffusionsmedien für Niedertemperaturbrennstoffzellen*. Ulm, 2009
- [14] FUELL CELLS ETC: *What is the Difference Between Carbon Paper and Carbon Cloth Based Gas Diffusion Layers (GDL)?* URL [fuelcellsetc.com/2013/03/comparing-gas-diffusion-layers-gdl/](http://fuelcellsetc.com/2013/03/comparing-gas-diffusion-layers-gdl/). – Aktualisierungsdatum: 2013-03-08 – Überprüfungsdatum 25 07 2016

- 
- [15] MÜLLER, R.: *Analyse und Optimierung der GDL-Basisvliesherstellung*. Weinheim, 2013
- [16] KLEEMANN, J.: *Einflüsse der Gasdiffusionslage auf Leistungsdichte und Kosten der PEM-Brennstoffzelle*. Berlin
- [17] *Investigation of Defects*. Weinheim, 01.01.2013
- [18] PAUL SCHERRER INSTITUTE (PSI): *From pinholes to sudden death : How fuel cells age*. URL <https://www.psi.ch/media/from-pinholes-to-sudden-death-how-fuel-cells-age>. – Aktualisierungsdatum: 2013-01-01 – Überprüfungsdatum 2016-10-25
- [19] D. FISCHER, K. Salama et al.: *Expertengespräch zu Carbonisierungsprozess und Fehlerbildern, 11.02.2014*. 2014-01-01. (Adressat)
- [20] DAVID R. ROISUM, Ph. D.: *Baggy Webs : Making, Measurement and Mitigation thereof*. Neenah : Finishing Technologies, Inc, 01.01.2011
- [21] DAVID R. ROISUM, Ph. D.: *Trouble shooting Baggy Webs* (2010)
- [22] LAND, Cecilia: *Baggy paper webs : Effect of uneven moisture and grammage profiles in different process steps* (2010)
- [23] SMITH, R. Duane: *The Art of Winding Good Rolls* (2010)
- [24] FISCHER, D.: *Warenbahnführung Carbonisierung (interne Präsentation)*. Weinheim, 01.01.2015
- [25] DAVID R. ROISUM, Ph. D.: *Reading a roll*. In: *Tappi Journal* 81 (1997), Nr. 4
- [26] SCHAEFFLER KG: *Technisches Taschenbuch*. Herzogenaurach : Stürtz GmbH, 2002

- 
- [27] MERZINGER, Mühlbach Wille Wirth: *Formeln + Hilfen zur Höheren Mathematik*. Hannover : Binomi Verlag, 2007
- [28] LIPPE, von der: *Wie groß muss meine Stichprobe sein, damit sie repräsentativ ist?* 2011-01-01
- [29] OTTENS: *Einführung in die Regelungstechnik - Skript zur Vorlesung*. Berlin,
- [30] WIKIMEDIA FOUNDATION INC: *Demingkreis*. URL <https://de.wikipedia.org/wiki/Demingkreis>. – Aktualisierungsdatum: 2016-11-05 – Überprüfungsdatum 5 12 2016
- [31] 2008-01-01. *EN ISO 9073-18*
- [32] HEIDRICH, T.: *Expertengespräch textilphysikalische Prüfmethoden*. 2014-01-01. (Adressat)
- [33] STEINHAUS, J.: *Untersuchung der Reaktionskinetik von Photopolymeren im Dentalbereich*. FH Bonn-Rhein-Sieg, 2003
- [34] BUHL, Ernst ; SCHWÖBEL, Stefan: *Expertengespräch zu DMA, 06.11.2015*. 2015-01-01. (Adressat)
- [35] REUMANN, Ralf-Dieter: *Prüfverfahren in der Textil- und Bekleidungstechnik*. Berlin : Springer, 2000
- [36] PEEBLES, Leighton H.: *Carbon Fibres*. Boca Raton, Florida, USA : CRC Press, Inc, 1995
- [37] BERTSCHE, G.: *Das Rasterelektronenmikroskop (REM)*. URL <http://www.uni-ulm.de/physchem-praktikum/media/literatur/AnleitungREM.pdf> – Überprüfungsdatum 28 07 2016

- 
- [38] WIKIMEDIA FOUNDATION INC: *Rasterelektronenmikroskop*. URL [https://de.wikipedia.org/wiki/Rasterelektronenmikroskop#Proben\\_voraussetzung\\_und\\_Probenvorbereitung](https://de.wikipedia.org/wiki/Rasterelektronenmikroskop#Proben_voraussetzung_und_Probenvorbereitung) – Überprüfungsdatum 28 07 2016
- [39] BONN, M.: *Seminar Computer-Thomographie*. 2000-01-01
- [40] R. MÜLLER, G. Bardl M. Klages C. Cherif J. Scholta: *Automatisierte Bestimmung von Faserorientierung und Gesamtstruktur technischer Vliesstoffmaterialien aus  $\mu$ -CT-basierten Modellen*. In: *Textil Plus* (2017), Nr. 01
- [41] BOCK, Weller Salama Duda: *Expertengespräch mit Freudenberg FCCCT Mitarbeitern*. 2012-01-01. (Adressat)
- [42] W. ALBRECHT, H. Fuchs W. Kittelmann: *Vliesstoffe*. Weinheim : Wiley-VCH, 2000
- [43] 2014-01-01. *Richtblatt für GDL 1 (internes Dokument)*
- [44] BOCK, A.: *Expertengespräch zu Roh-GDL-Herstellung*. 2015. (Adressat)
- [45] RAHAMAN, M.S.A. et al.: *A review on heat treatment on polyacrylonitrile fiber*. In: *Polymer degradation and Stability* (2007), Nr. 92
- [46] Ji, M. et al.: *Structural Evolution of Polyacrylonitrile Precursor Fibers during Preoxidation and Carbonization*. In: *Polymer Bulletin* (2007), Nr. 59
- [47] LEE, S. et al.: *Structural Evolution of Polyacrylonitrile Fibers in Stabilization and Carbonization*. In: *Advances in Chemical Engineering and Science* (2012), Nr. 2

- [48] Bock, Achim: *Update mud cracks / membrane penetration (interne Projektpräsentation)*. Weinheim, 01.01.2010

---

## 15 Abbildungsverzeichnis

ABBILDUNG 2-1: PRINZIPSKIZZE EINER REIHENSCHALTUNG MEHRERER  
BRENNSTOFFZELLEN INNERHALB EINES STACKS

ABBILDUNG 2-2: SCHEMATISCHER AUFBAU EINER  
POLYELEKTROLYTMEMBRAN-BRENNSTOFFZELLE  
MIT BRENNGASEN WASSERSTOFF UND  
SAUERSTOFF SOWIE STROMKREIS MIT  
VERBRAUCHER [12]

ABBILDUNG 2-3: CARBONFASERPAPIER, CARBONFASERGEWEBE UND  
CARBONFASERVLIESTOFF ALS GDL-SUBSTRATE  
[12] S. 18

ABBILDUNG 2-4: SCHNITTANSICHT DER GDL, REM-AUFNAHME  
[QUELLE: FREUDENBERG BILDARCHIV GDL-  
ENTWICKLUNG]

ABBILDUNG 2-5: POLARISATIONSKURVE MIT GDLs NACH STAND DER  
TECHNIK ZUM PROJEKTBEGINN (ROTE KURVE) UND  
PROJEKTENDE (BLAUE KURVE) VON OPTIGAA I  
SOWIE ENTWICKLUNGSZIEL (GRÜNE KURVE) VON  
OPTIGAA II UND ARBEITSPUNKT FÜR DIE  
ZIELLEISTUNG („DESIGN POINT“); QUELLE:  
PROJEKTANTRAG OPTIGAA II

ABBILDUNG 4-1: OPTISCHER FEHLER, BESCHICHTUNG DURCHDRINGT  
GDL-SUBSTRAT

ABBILDUNG 4-2: PROZESSBEEINTRÄCHTIGENDER FEHLER, STAUFALTE  
FÜHRT ZUM MATERIALSTAU AN WALZENSALTEN

ABBILDUNG 4-3: BRENNSTOFFZELLEN-MEMBRAN-SCHÄDIGENDER  
FEHLER MIT RAUER OBERFLÄCHE

ABBILDUNG 4-4: ANTEILE WARENTYPEN AN GESAMTPRODUKTION VON  
ROHWARE IM JAHR 1

ABBILDUNG 4-5: ANTEILE WARENTYPEN AN GESAMTPRODUKTION VON  
ROHWARE IM JAHR 2

ABBILDUNG 4-6: ANTEILE WARENTYPEN AN GESAMTPRODUKTION VON  
FERTIGWARE IM JAHR 1

ABBILDUNG 4-7: ANTEILE WARENTYPEN AN GESAMTPRODUKTION VON  
FERTIGWARE IM JAHR 2

ABBILDUNG 4-8: BEISPIEL FÜR DIE NOTATION VON FEHLERLÄNGEN AUF  
EINER WARENBAHN (MITTIG, IN DREI BEREICHE  
EINGETEILT) BEI MEHREREN PARALLEL  
VERLAUFENDEN, KONTINUIERLICHEN FEHLERN

ABBILDUNG 4-9: FEHLERANTEILE NACH GESICHTETEN LAUFMETERN BEI  
ROH-GDL IM JAHR 1 NACH WARENTYPEN

ABBILDUNG 4-10: FEHLERANTEILE NACH GESICHTETEN LAUFMETERN  
BEI ROH-GDL IM JAHR 2 NACH WARENTYPEN

ABBILDUNG 4-11: FEHLERANTEILE NACH GESICHTETEN LAUFMETERN  
BEI FERTIGWARE IM JAHR 1 NACH WARENTYPEN

ABBILDUNG 4-12: FEHLERANTEILE NACH GESICHTETEN LAUFMETERN  
BEI FERTIGWARE IM JAHR 2 NACH WARENTYPEN

ABBILDUNG 4-13: FEHLERBILD KURZE DIAGONALVERZÜGE

ABBILDUNG 4-14: VOLLFLÄCHIGE BAHNDEFORMATION[24]

ABBILDUNG 4-15: WULST AUF EINEM GDL-WICKEL

ABBILDUNG 4-16: FEHLERBILD QUERAUFRAUHMUNG (ROT MARKIERT)

ABBILDUNG 4-17: LÄNGSAUFRAUHMUNG (AUFGERISSENE  
WARENOBERFLÄCHE; ROTE MARKIERUNG) INFOLGE  
VON WULSTBILDUNG

- ABBILDUNG 4-18: FEHLERBILD "RAUHSPUR" (FEHLER VERLÄUFT IN PRODUKTIONSRICHTUNG, QUER ZUR BLICKRICHTUNG AUF DIE PROBE)
- ABBILDUNG 4-19: RAUHSPUR AUF ROH-GDL
- ABBILDUNG 5-1: DEFINITION DES KOORDINATENSYSTEMS FÜR SCHNITTE DURCH DIE WARENBAHN, MIT LAUFRICHTUNG DER WARENBAHN (MACHINE DIRECTION - MD) UND QUERRICHTUNG (CROSS DIRECTION - CD)
- ABBILDUNG 5-2: ZUGSPANNUNGSVERTEILUNG IM QUERPROFIL (SCHNITT IN CD, SIEHE ABBILDUNG 5-1) INFOLGE WARENBAHNZUGKRAFT BEI VARIIERENDER MATERIALMENGE
- ABBILDUNG 5-3: BIEGESPANNUNGSVERTEILUNG BEI HOMOGENEM MATERIAL IN Z-RICHTUNG BETRACHTET (KOORDINATEN SIEHE ABBILDUNG 5-1)
- ABBILDUNG 5-4: SPANNUNGSVERTEILUNG IN HOMOGENEM MATERIAL BEI ÜBERLAGERUNG VON BIEGE- UND ZUGBEANSPRUCHUNG, DURCHBROCHEN DARGESTELLT ZUM VERGLEICH: REINE BIEGEBELASTUNG
- ABBILDUNG 5-5: KOMPLEXER ELASTIZITÄTSMODUL  $E^*$  MIT REALANTEIL  $E'$ , IMAGINÄRANTEIL  $E''$  UND PHASENVERSCHIEBUNG  $\Gamma$
- ABBILDUNG 5-6: FASERBRÜCHE DURCH VERSCHIEDENE BELASTUNGSARTEN: ZUG, BIEGUNG UND SCHERUNG (V.L.N.R.)
- ABBILDUNG 5-7: ALLGEMEINER REGELKREIS MIT ZEITLICH ABHÄNGIGEN GRÖßEN, QUELLE: [29]
- ABBILDUNG 5-8: DEMING-KREIS BZW. PDCA-ZYKLUS

- ABBILDUNG 6-1: KRAFT-ZEIT-DIAGRAMM FÜR HYSTERESE-  
ZUGVERSUCH ZUR BESTIMMUNG PLASTISCHER UND  
ELASTISCHER VERFORMUNGSANTEILE
- ABBILDUNG 6-2: KRAFT-DEHNUNGS-DIAGRAMM FÜR HYSTERESE-  
ZUGVERSUCH ZUR BESTIMMUNG PLASTISCHER UND  
ELASTISCHER VERFORMUNGSANTEILE
- ABBILDUNG 6-3: ELASTISCHER UND PLASTISCHER  
VERFORMUNGSANTEIL ANHAND EINER EINZELNEN  
KRAFTSTUFE
- ABBILDUNG 6-4: MESSPRINZIP DER ONLINE-  
FLÄCHENMASSEBESTIMMUNG BEI DER GDL-  
BASISVLIESSTOFFHERSTELLUNG, AUFGENOMMENE  
MESSPUNKTE SIND GRAU DARGESTELLT
- ABBILDUNG 6-5: MESSPRINZIP CANTILEVER-METHODE MIT  
ÜBERHANGLÄNGE  $L_{ij}$  UND VORSCHUBKRAFT  
 $F_{VORSCHUB}$  UND WINKEL  $\alpha$  DER PRÜFFLÄCHE ÜBER  
GRUND (GEPUNKTET DARGESTELLT: PROBE IN  
AUSGANGSPOSITION)
- ABBILDUNG 6-6: PRINZIP DES MESSAUFBAUS DER TRANSMISSIONS-  
THERMOGRAFIE
- ABBILDUNG 7-1: TEILPROZESSE UND FERTIGUNGSSTUFEN DES  
BETRACHTETEN GDL-HERSTELLUNGSPROZESSES
- ABBILDUNG 8-1: ANLAGENKOMPONENTEN DER VLIESBILDUNGSLINIE ZUR  
HERSTELLUNG VON GDL-BASISVLIESSTOFF
- ABBILDUNG 8-2: REM-AUFNAHME EINES VERFESTIGTEN GDL-  
VLIESSTOFFES IM QUERSCHNITT MIT MARKIERTEN  
FASERVERSCHLINGUNGEN ("ENTANGLEMENT")

ABBILDUNG 8-3: FLÄCHENMASSE UND DICKE VON BASISVLIESSTOFF-  
PROBEN DER GDL 5, IN LÄNGSRICHTUNG  
ENTNOMMEN

ABBILDUNG 8-4: NORMIERTE HÖCHSTZUGKRÄFTE IN LÄNGSRICHTUNG  
FÜR VERSCHIEDENE GDL-BASISVLIESSTOFFTYPEN  
MIT VARIIERENDER VLIESKONSTRUKTION

ABBILDUNG 8-5: NORMIERTE HÖCHSTZUGKRÄFTE IN QUERRICHTUNG  
FÜR VERSCHIEDENE GDL-BASISVLIESSTOFFTYPEN  
MIT VARIIERENDER VLIESKONSTRUKTION

ABBILDUNG 8-6: HÖCHSTZUGKRAFTDEHNUNGEN IN LÄNGSRICHTUNG  
FÜR VERSCHIEDENE GDL-BASISVLIESSTOFFTYPEN  
MIT VARIIERENDER VLIESKONSTRUKTION

ABBILDUNG 8-7: HÖCHSTZUGKRAFTDEHNUNGEN IN QUERRICHTUNG FÜR  
VERSCHIEDENE GDL-BASISVLIESSTOFFTYPEN MIT  
VARIIERENDER VLIESKONSTRUKTION

ABBILDUNG 8-8: KRAFT-DEHNUNGSKURVE AUS HYSTERESE-  
ZUGVERSUCH MIT GDL 1-BASISVLIESSTOFF,  
BESCHRIFTETE ELEMENTE FÜR LETZTEN  
KRAFTEINTRAG: 1) GESAMTVERFORMUNG, 2)  
PLASTISCHER VERFORMUNGSANTEIL, 3)  
ELASTISCHER VERFORMUNGSANTEIL, 4)  
HALTEPHASE BEI GEGEBENER DEHNUNG MIT  
RELAXATION UND 5) ENTLASTUNGSPHASE

ABBILDUNG 8-9: KRAFT-DEHNUNGS-VERHALTEN FÜR GDL 1-  
BASISVLIESSTOFF BEI LÄNGSBELASTUNG (MIT  
KONFIDENZINTERVALLEN)

ABBILDUNG 8-10: KRAFT-DEHNUNGS-VERHALTEN FÜR GDL 1-  
BASISVLIESSTOFF BEI QUERBELASTUNG (MIT  
KONFIDENZINTERVALLEN)

- ABBILDUNG 8-11: VOLLFLÄCHIGE BAHNDEFORMATION IN DER GDL-BASISVLIESSTOFFHERSTELLUNG, MARKIERUNG DES EINSEITIGEN DURCHHÄNGENS MIT ROTEN PFEILEN
- ABBILDUNG 8-12: VOLLFLÄCHIGE BAHNDEFORMATION ALS FORTGEPFLANZTES FEHLERBILD, MARKIERUNG DES EINSEITIGEN DURCHHÄNGENS MIT ROTEN PFEILEN
- ABBILDUNG 8-13: MESSPRINZIP ZUR BESTIMMUNG DER AUSLENKUNG VON WARENBAHNEN NACH [20] MIT  $\Delta L$  ALS EINSEITIGE PLASTISCHE VERFORMUNG DER WARENBAHN
- ABBILDUNG 8-14: GESAMTDEHNUNG ÜBER PLASTISCHER DEHNUNG FÜR GDL 1-BASISVLIESSTOFF IN LÄNGSRICHTUNG, MIT REGRESSIONSKURVE UND KONFIDENZINTERVALLEN
- ABBILDUNG 9-1: TEMPERATURVERLAUF INNERHALB DER DICKENKALIBRIERVORRICHTUNG
- ABBILDUNG 9-2: ERGEBNISSE DER DYNAMISCH MECHANISCHEN ANALYSE, MIT KOMPLEXEM KOMPRESSIOMODULS  $K^*$  (ROT) UND DER DYNAMISCHEN AMPLITUDE DER DICKENÄNDERUNG (BLAU)
- ABBILDUNG 9-3: ELASTISCHER KOMPRESSIOMODUL  $K'$  (GRÜN) UND PLASTISCHER KOMPRESSIOMODUL  $K''$  (ORANGE) IM TEMPERATURBEREICH 3 MIT ARBEITSTEMPERATUR (ROTE MARKIERUNG), JEWEILS MIT GLEITENDEN MITTELWERTEN (5 WERTE)

ABBILDUNG 9-4: MIKROSKOPIEAUFNAHME EINES DICKENKALIBRIERTEN  
GDL-BASISVLIESSTOFFES, MIT VERFORMUNGEN  
VON EINZELFASERN AN KREUZUNGSPUNKTEN

ABBILDUNG 9-5: HÖCHSTZUGKRÄFTE AUS PARAMETERVERSUCHEN ZUR  
DICKENKALIBRIERUNG MIT GDL 1, IN LÄNGS- UND  
QUERRICHTUNG (MD UND CD), MIT  
KONFIDENZINTERVALLEN

ABBILDUNG 9-6: HÖCHSTZUGKRAFTDEHNUNGEN AUS  
PARAMETERVERSUCHEN ZUR  
DICKENKALIBRIERUNG MIT GDL 1, IN LÄNGS- UND  
QUERRICHTUNG (MD UND CD), MIT  
KONFIDENZINTERVALLEN

ABBILDUNG 9-7: BIEGESTEIFIGKEITEN AUS PARAMETERVERSUCHEN ZUR  
DICKENKALIBRIERUNG MIT GDL 1, IN LÄNGS- UND  
QUERRICHTUNG (MD UND CD), MIT  
KONFIDENZINTERVALLEN

ABBILDUNG 9-8: RELATIVE DICKENÄNDERUNG INFOLGE VON  
ZUGKRAFTEINWIRKUNG IN LÄNGSRICHTUNG FÜR  
GDL 1-PARAMETERVERSUCHE

ABBILDUNG 9-9: RELATIVE DICKENÄNDERUNG INFOLGE VON  
ZUGKRAFTEINWIRKUNG IN QUERRICHTUNG FÜR  
GDL 1-PARAMETERVERSUCHE

ABBILDUNG 9-10: POSITIONEN DES FEHLERBILDES WULST RELATIV ZUR  
WARENBANKANTE, FARBlich MARKIERT NACH  
BASISVLIESSTOFF-CHARGE, TRENNSTRICHE BEI  
VERSCHIEDENEN DICKENKALIBRIER-CHARGEN

ABBILDUNG 9-11: POSITIONEN DES FEHLERBILDES WULST RELATIV ZUM  
GEHÄUSE DES WICKLERS, FARBlich MARKIERT  
NACH DICKENKALIBRIERUNGS-CHARGE,

TRENNSTRICHE BEI WECHSEL DES GDL-  
MATERIALTYP

ABBILDUNG 9-12: REM-AUFNAHME EINES WULSTES, ÜBERSICHT ÜBER  
GESAMTE PROBE, DETAILANSICHT VON ROT  
MARKIERTEM FEHLERBEHAFTETEM BEREICH SIEHE  
ABBILDUNG 9-13

ABBILDUNG 9-13: REM-AUFNAHME EINES WULSTES, DETAIL

ABBILDUNG 9-14: DEHNUNG DER WARENBAHN BEIM WICKELN AUF  
EINEN VORHANDENEN WULST

ABBILDUNG 9-15: QUERSCHNITT EINES WULSTES, MIT BEMÄßUNGEN

ABBILDUNG 9-16: KORRELATIONSANALYSE DER DICKE ÜBER DER  
FLÄCHENMASSE FÜR UNTER PARAMETERSET 2  
DICKENKALIBRIERTE GDL 1, MIT LINEARER  
REGRESSIONSKURVE UND BESTIMMTHEITSMAB

ABBILDUNG 9-17: FEM-SIMULATION EINES WARENBAHNABSCHNITTES  
MIT VARIATION DER FLÄCHENMASSE, LINKS  
GESAMTANSICHT DER DRUCKVERTEILUNG AUF DEM  
GDL-VLIESSTOFF, OBEN RECHTS QUERSCHNITT  
DURCH DEN UNBELASTETEN MODELLAUFBAU,  
UNTEN RECHTS DRAUFSICHT AUF DIE  
DRUCKVERTEILUNG

ABBILDUNG 9-18: EINSATZ VON ZULAUFWARE (ROT) ZUR REDUZIERUNG  
DER WULSTENTSTEHUNG UND STUFENBILDUNG IM  
WICKELVERLAUF INFOLGEDESSEN

ABBILDUNG 9-19: ANTEILE FEHLERBILDER LÄNGS- UND  
QUERAUFRAUUNG AN FEHLERBEHAFTETER WARE  
ÜBER DREI JAHRE FÜR GDL 1

ABBILDUNG 10-1: NORMIERTE HÖCHSTZUGKRÄFTE VON  
UNCARBONISIERTEM GDL-BASISVLIESSTOFF UND

DICKENKALIBRIERTEM GDL-BASISVLIESSTOFF  
SOWIE CARBONISIERTER ROH-GDL, MIT  
KONFIDENZINTERVALLEN

ABBILDUNG 10-2: HÖCHSTZUGKRAFTDEHNUNGEN VON  
UNCARBONISIERTEM GDL-BASISVLIESSTOFF UND  
DICKENKALIBRIERTEM GDL-BASISVLIESSTOFF  
SOWIE CARBONISIERTER ROH-GDL, MIT  
KONFIDENZINTERVALLEN

ABBILDUNG 10-3: RELATIVE HÄUFIGKEITSVERTEILUNG DER FASERLAGE-  
WINKEL INNERHALB GDL-SUBSTRAT VOM TYP  
GDL 1, 90° ENTSPRICHT DER  
PRODUKTIONSRICHTUNG MD, 0° UND 180°  
ENTSPRECHEN DER QUERRICHTUNG CD

ABBILDUNG 10-4: TRANSMISSIONS-INFRAROTAUFNAHME EINER  
WARENBAHN MIT KURZEN DIAGONALVERZÜGEN  
(FEHLERBEREICH MARKIERT)

ABBILDUNG 11-1: STRUKTUR DER ROLLENDATENBANK

ABBILDUNG 11-2: UMSTRUKTURIERUNG ZU DATENSÄTZEN MIT ALLEN  
PROZESS- UND FEHLERINFORMATIONEN FÜR  
KONFEKTIONIERTER GDL-ROLLEN

ABBILDUNG 12-1: PDCA-SCHEMA FÜR REDUZIERUNG DER  
LAGENANZAHL AUF GDL-ROLLEN

ABBILDUNG 12-2: PDCA-SCHEMA FÜR CHANGIERENDES WICKELN IM  
DICKENKALIBRIERPROZESS ALS GEGENMAßNAHME  
ZUM FEHLERBILD WULSTBILDUNG

ABBILDUNG 12-3: PDCA-SCHEMA FÜR DIE EINFÜHRUNG NEUER  
ZULAUFWARE ALS MAßNAHME GEGEN DAS  
FEHLERBILD QUERAUFRAUHNUNG

## 16 Abkürzungsverzeichnis

<b>Abkürzung</b>	<b>Bezeichnung</b>
μ-CT	μ-Computer-Tomographie
BZ	Brennstoffzelle
CD	Querrichtung (zur Maschine/Produktion)
DMA	Dynamisch Mechanische Analyse
FEM	Finite-Elemente-Methode
FLM	Flächenmasse
GDL	Gasdiffusionslage
HD	Hochdruck
HT	Hochtemperatur
HZK	Höchstzugkraft
HZK-D	Höchstzugkraftdehnung
ID	Identifikation
IR	Infrarot

ITM	Institut für Textilmaschinen und Textile Hochleistungswerkstofftechnik (an der Technischen Universität Dresden)
MD	Maschinenrichtung (Produktionsrichtung)
MPL	Mikroporöse Schicht
ND	Niederdruck
NT	Niedertemperatur
PDCA	Plan-Do-Check-Act(-Schema)
PEMFC	Polyelektrolytmembran-Brennstoffzelle
REM	Rasterelektronenmikroskop
VBA	Visual Basic for Applications
ZPM	Zugprüfmaschine

## 17 Formelverzeichnis

(1) BERECHNUNG DER FEHLERLÄNGE FÜR EINEN WICKEL	33
(2) BERECHNUNG DER FEHLERLÄNGE FÜR EIN FEHLERBILD	33
(3) ANTEIL EINES FEHLERBILDES AN GESAMTFEHLERLÄNGE PRO WARENTYP	34
(4) HÖCHSTZUGKRAFTDEHNUNG	65
(5) BIEGESTEIFIGKEIT	72
(6) NORMIERTE ZUGKRAFT	92
(7) RADIUS DES INNERERN KREISBOGENS	105
(8) SEHNENWINKEL	105
(9) LÄNGE DES INNEREN KREISBOGENS (WARENBAHNKANTE)	105
(10) RADIUS DES ÄUßEREN KREISBOGENS	106
(11) LÄNGE DES ÄUßEREN KREISBOGENS (WARENBAHNKANTE)	106
(12) LÄNGENDIFFERENZ DER KREISBÖGEN (WARENBAHNKANTEN)	106
(13) RELATIVE VERFORMUNG	106
(14) REGRESSIONSKURVE DER PLASTISCHEN VERFORMUNG ÜBER GESAMTVORFORMUNG	109
(15) DEHNUNG INFOLGE EINES WULSTES	138
(16) UMFANG EINER HALB-ELLIPSE	138
(17) HÖHE EINES WULSTES	139
(18) REGRESSIONSKURVE ZUR PLASTISCHEN VERFORMUNG INFOLGE EINES WULSTES	139

## **18 Anlagenverzeichnis**

ANLAGE I: VERTEILUNG DER FEHLERBILDER IM AUSGEWERTETEN  
ZEITRAUM NACH GDL-TYPEN

205

**Anlage I: Verteilung der Fehlerbilder im ausgewerteten Zeitraum nach GDL-Typen**

Material- typ	Verarbeitungs- stufe	Jahr	Fehlerbild	Anteil	
GDL 1	Roh-GDL	1	Bahn deformation Queraufrauung Längsaufrauung	12,51 % 10,3 % 2,6 %	
		2	Bahn deformation Queraufrauung Längsaufrauung	51,11 % 11,79 % 5,58 %	
	Fertigware	1	Rauhspur Queraufrauung Bahn deformation	13,64 % 7,13 % 2,1 %	
		2	Bahn deformation Queraufrauung	57,45 % 9,61 %	
	GDL 2	Roh-GDL	1	Bahn deformation Staufalte Rand deformation	18,23 % 15,57 % 5,94 %
			2	Rauhspur Bahn deformation Staufalte	6,61 % 4,26 % 1,53 %
Fertigware		1	Rand deformation	7,78 %	
		2	Bahn deformation	21,67 %	
GDL 3	Roh-GDL	1	Rand deformation Bahn deformation Staufalte	8,43 % 1,66 % 1,22 %	
		2	Bahn deformation Queraufrauung	68,64 % 2,56 %	
	Fertigware	1	Queraufrauung	17,66 %	
		2	Bahn deformation Rauhspur	48,02 % 1,4 %	
GDL 4	Roh-GDL	1	Bahn deformation Queraufrauung	7,23 % 3,4 %	
		2	Bahn deformation	84,22 %	
	Fertigware	1	Bahn deformation Rand deformation Rauhspur	17,07 % 8,25 % 6,6 %	
		2	Bahn deformation	52,93 %	





## **Einsatz von Prozessanalyse und Qualitätsregelkreisen zur Fehlervermeidung in der Fertigung von Gasdiffusionslagen**

Aufgrund des weltweit steigenden Energiebedarfs, dessen Deckung derzeit größtenteils auf fossilen Brennstoffen basiert, ist es nötig geworden, die Entwicklung alternativer Möglichkeiten zur Erzeugung von Elektroenergie als Primärenergie voranzutreiben. Eine dieser alternativen Möglichkeiten ist die Brennstoffzellentechnologie, welche sowohl in stationären als auch mobilen Anwendungen zum Einsatz kommen kann. Ihrer weitreichenden Verbreitung stehen bislang die aufgrund des großen Fertigungsaufwandes hohen Herstellungskosten der benötigten Komponenten im Wege. Hierzu zählen die Gasdiffusionslagen des weit verbreiteten Typs der wasserstoffbetriebenen Polymerelektrolytbrennstoffzelle. Es treten zwischen den einzelnen Fertigungsschritten im Herstellungsprozess dieser Gasdiffusionslagen Wechselwirkungen auf, die zu unerwünschten Materialveränderungen führen. Die Ursachen dieser Wechselwirkungen sind nicht vollends verstanden. Eine Vertiefung des Verständnisses der Herstellungsprozesse soll die Grundlage für eine Optimierung der Prozessführung bilden. Es sollen eine Kostenreduktion sowie eine Leistungssteigerung der Gasdiffusionslagen ermöglicht werden.

## **Employing process analysis and quality feedback loops for avoidance of material failures in the production of gas diffusion layers**

Due to worldwide increasing energy consumption, which is mainly covered by fossile fuels nowadays, it has become a necessity to further develop alternative possibilities to create electricity as primary energy. One alternative technology to accomplish this is fuel cell technology which can be used in stationary as well as in mobile applications. One aspect hindering its widespread use is the high manufacturing cost of the needed components due to the complicated production processes. Among these are gas diffusion layers of the commonly used hydrogen-driven polymer electrolyte fuel cells. There are interactions occurring between the several production steps leading to unwanted changes in material properties. The causes of these interactions are not completely understood. A deeper understanding of these shall be the basis for optimizations in process design and therefore cost reductions and improvements in performance of gas diffusion layers can be achieved.