

## SAPP

### Spektroskopische Analyse von Prepregs

<b>Programm / Ausschreibung</b>	Produktion der Zukunft, Produktion der Zukunft, 36. AS PdZ - Nationale Projekte 2020	<b>Status</b>	abgeschlossen
<b>Projektstart</b>	01.02.2021	<b>Projektende</b>	31.01.2024
<b>Zeitraum</b>	2021 - 2024	<b>Projektlaufzeit</b>	36 Monate
<b>Keywords</b>	Nahinfrarot-Spektroskopie; Prepreg; Inline Prozessmonitoring		

### Projektbeschreibung

Prepregs sind qualitativ hochwertige Faser Matrix Halbzeuge. Bei der Herstellung werden textile Verstärkungsstrukturen mit einer Harzmatrix imprägniert. Erst in einem anschließenden Arbeitsschritt wird das Prepreg in seine endgültige Bauteilgeometrie überführt. Da es sich um reaktive Harzsysteme handelt muss das Prepreg bis zur Verarbeitung gekühlt (-18°C) gelagert werden. Die Haltbarkeit gekühlter Prepregs beträgt dabei 6 24 Monate. Abgelaufene Prepregs werden in der Regel entsorgt.

Aus ökologischen und ökonomischen Gründen erfolgt die Prepregherstellung zunehmend im lösungsmittelfreien Hot-Melt-Prozess. Der Hot-Melt-Prozess ist anspruchsvoller in der Steuerung als der konkurrierende Lösungsmittelprozess. Um dennoch einen stabil laufenden Prozess und somit ein hochwertiges Produkt zu erhalten ist ein effizientes Inline Monitoring notwendig. Je nach zu überwachendem Parameter muss die Monitoring Technologie dabei unterschiedliche Anforderungen erfüllen. Im statischen Prozessabschnitt, dem Harzbad, muss der Messkopf sowohl die Bedingungen im Harzbad aushalten als auch eine (häufig mechanische erfolgende) Reinigung von möglicherweise ausgehärtetem Harz überstehen. Im restlichen, dynamischen Prozess muss die Messung möglichst kontaktlos und ohne größeren Wärmeeintrag erfolgen. Eine geeignet erscheinende Technologie ist die Schwingungsspektroskopie, konkret Nah Infrarot-Spektroskopie (NIR) und Raman-Spektroskopie. Mittels Lichts werden charakteristische molekulare Schwingungen erzeugt. Die molekularen Schwingungen ergeben charakteristische Spektren die zur Bestimmung der Parameter genutzt werden können. Die Bestimmung erfolgt auf Grundlage einer zuvor erstellten Kalibrierung. Für die Kalibrierung werden Spektren von Proben mit bekannten Eigenschaften gemessen. Anschließend werden die Spektren geeignet vorbehandelt um unerwünschte physikalische Effekte zu eliminieren und den Einfluss der gemessenen Eigenschaft auf die Spektren zu stärken. Aus den vorbehandelten Spektren wird die Kalibrierung auf Basis von Algorithmen der Multivariaten Datenanalyse bspw. der Partial-Least-Square-Regression (PLS), erstellt.

Die Möglichkeiten des Einsatzes von Schwingungsspektroskopie zur Überwachung der Prepregherstellung ist bisher kaum bzw. für den Hot-Melt-Prozess gar nicht erforscht.

Relativ neu auf dem Markt sind sogenannte NIR-Mikro-Spektrometer. Diese zeichnen sich durch ein niedriges Gewicht und Volumen sowie einen deutlich niedrigeren Preis aus. Entsprechend sind sie auch technisch weniger leistungsfähig. Nichts desto trotz erscheinen sie als eine geeignete Alternative zu herkömmlichen Spektrometern für bestimmte

Anwendungsfelder. Sie könnten die Basis für ein „Hand-held“-Gerät darstellen, mit dem während der Lagerung und Verarbeitung des Prepregs dessen Zustand überprüft werden kann. Dies würde die Abkehr von einer zeitbasierten hin zu einer qualitätsbasierten Entsorgung abgelaufener Prepregs ermöglichen und die entsorgten Mengen somit erheblich reduzieren.

Die erhebliche Reduktion des Ausschusses während der Produktion sowie eine qualitätsbasierte Entsorgung leistet indirekt ein Beitrag zu Kunststoffzielen 2025.

Im vorliegenden Forschungsvorhaben soll das Potenzial schwingungsspektroskopischer Methoden zur Überwachung des Prepreg Hot Melt Prozesses demonstriert werden. Außerdem soll die Leistungsfähigkeit der NIR-Mikro Spektrometer zur Qualitätssicherung während Lagerung und Verarbeitung der Prepregs evaluiert werden. Dazu werden für die zu überwachenden Prozessparameter Kalibrierungsmodelle erstellt und deren Leistungsfähigkeit im laufenden Betrieb einer Hot-Melt-Prepreganlage demonstriert.

## **Abstract**

Prepregs are high quality semi-finished products out of a fibre and a matrix material. In their production process textile reinforcement structures are impregnated with a resin matrix. In an additional procedure the prepreg is transferred in its final component geometry. As a reactive resin system is concerned, the prepreg must be kept cold (-18°C) until its finishing process. The storage life of cooled prepregs adds up to 6-24 months. Expired prepregs are usually disposed of.

For ecological and economic reasons, the production of the prepregs is increasingly done in the solvent-free Hot-Melt-Process. The Hot-Melt-Process is more discerning regarding the process control than the rivalling solvent-process. To achieve a stable operating process and thus a high-grade product an efficient Inline-monitoring is necessary. Depending on the parameters that need monitoring the technology used therefor has to comply with different requirements. In the static phase of the process, the resin-bath, the sensing head has to withstand the conditions in the resin-bath as well as a (frequently mechanically performed) cleaning of cured resin. In the remaining, dynamical, process the measuring has to be carried out in a non-contacting way and without greater heat introduction.

A technology seemingly suitable is the vibrational spectroscopy, more precisely the Near-Infrared-Spectroscopy (NIR) and Raman-Spectroscopy. Using light, characteristic molecular vibrations are created. The molecular vibrations show characteristic spectrums that are used to determine certain parameters. The determination is based on a prior established calibration. The calibration is based on the spectrums of samples with known properties, determined using adequate methods of reference. The spectrums are initially processed with chemometric methods to computationally eliminate unwanted physical effects and to strengthen the influence of the measured properties on the spectrums. Subsequently the calibration is established on the basis of algorithms of the multivariable data analysis e.g. the Partial-Least-Square-Regression (PLS).

The possible applications of vibrational spectroscopy for the monitoring of the prepreg production is barely researched so far and respectively for the Hot-Melt-Process not researched at all.

So-called NIR-Micro-Spectrometers are very new on the market. These distinguish themselves through low weight and volume as well as a significantly lower price. Equivalently they are less efficient. Nonetheless they seem suitable alternatives to the conventional spectrometers for certain areas of application. They could be the basis for a hand-held tool, with which the condition of the prepregs can be tested during their storage and treatment. This could initiate the renunciation of the time-based disposal of expired prepregs in favour of a quality-based disposal and thus reduce the amount of discarded prepregs.

Reducing reject during production as well as a quality based disposal of prepreg generate an indirect contribution to the

Kunststoffziele 2025.

The research project on hand shall demonstrate the potential of the vibrational spectroscopy methods for the monitoring of the prepreg in the Hot-Melt-Process. Furthermore shall the capability of the NIR-Micro-Spectrometer for the quality control during the storage and treatment of the preregs be evaluated. Thereto calibration models will be established for the process parameters monitored and their capability in the running operation of the Hot-Melt prepreg facility demonstrated.

### **Projektkoordinator**

- Montanuniversität Leoben

### **Projektpartner**

- i-RED Infrarot Systeme GmbH
- ISOVOLTA AG