Zerstörungsfreie Charakterisierung des Schädigungszustandes von Kurzglasfaserverstärkten Thermoplasten mit Röntgenverfahren

Volker TRAPPE*, Stephan GÜNZEL*, Jürgen GOEBBELS*
* Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Unter den Eichen 87, 12205 Berlin
volker.trappe@bam.de

Kurzfassung. Polyamid mit 30% Gewichtsanteil an Kurzglasfaserverstärkung wurde im ungeschädigten und im infolge mechanischer Beanspruchung geschädigten Zustand charakterisiert. Hierzu wurde zunächst die Faserorientierungsverteilung mittels hochauflösender Computertomographie am Synchrotron BESSY II bestimmt und mit einer elliptischen Orientierungsverteilung approximiert. Gestützt auf dieses Ergebnis wurde die Ablösung der Faserfilamente von der Matrix sowohl der Mantelfläche als auch der Stirnflächen mittels dem Röntgenrefraktionsverfahrens quantitativ bestimmt und somit der Schädigungszustand charakterisiert.

Einführung

Kurzfaserverstärkte Kunststoffe mit thermoplastischer Matrix sind im Automobilbau von zunehmendem Interesse für Strukturbauteile, deren Versagen die Gebrauchsfähigkeit des Fahrzeugs ganz oder teilweise beeinträchtigen und ggf. auch die Betriebssicherheit gefährden. Die guten mechanischen Eigenschaften dieser Werkstoffklasse, gepaart mit der Verfügbarkeit wirtschaftlicher Verarbeitungsprozesse macht den Einsatz für große Stückzahlen attraktiv. Forschungsbedarf besteht hingegen für die Entwicklung von Konzepten und Modellen, die es ermöglichen, die Betriebsfestigkeit schon im Entwurfsprozess numerisch vorhersagen zu können, wie dies für metallische Strukturbauteile Stand der Technik ist.

Vorrausetzung hierfür ist die Kenntnis der Schädigungsentwicklung unter Betriebsbeanspruchung, die in idealer Weise mit zerstörungsfreien Prüfverfahren parallel zum mechanischen Belastungsprozess bestimmt werden kann. Zur Charakterisierung des Schädigungszustandes wird an der BAM schon seit geraumer Zeit mit Erfolg das Röntgenrefraktionsverfahren eingesetzt, mit dem Mikrorisse und die Faser-Matrix Enthaftung an Faser-Kunststoff-Verbunden (FKV) zerstörungsfrei bestimmt werden können. Der Refraktionswert ist aber ein Mittelwert der inneren Oberflächen im Probenvolumen infolge der heterogenen Struktur (Faser, Matrix), der Zunahme an Mikrorissen und/oder der Faser-Matrix-Enthaftung. Für Endlosfaserverstärkte Kunststoffe ist eine quantitative Bestimmung der Mikrodefekte vergleichsweise einfach anzugeben, da die Orientierung der Faserfilamente bekannt ist [1]. Für im Spritzgussverfahren hergestellte Kurzfaserverstärkte Kunststoffe ist dies nicht so leicht möglich, da die

Lizenz: http://creativecommons.org/licenses/by-nd/3.0/de

Faserorientierungsverteilung und die Mikroriss-Orientierung und -Dichte zunächst unbekannt sind und sich als Messeffekt im gemessenen Refraktionswert überlagern [2, 3].

Mittels hochauflösender CT-Messungen, mit Voxel-Größen von 0,5 bis 2 µm³, wurde an der BAM-line am BESSY II die dreidimensionale Faserorientierungsverteilung bestimmt und als Faserorientierungstensor angegeben. Somit kann die ebene Projektion des Refraktionsverfahrens interpretiert und der Schädigungszustand charakterisiert werden.

Material und Methoden

Das untersuchte Material war kurzfaserverstärktes Polyamid 6 mit 30% Massenanteil an Kurzglasfasern mit einer mittleren Faserlängenverteilung von 20µm bis 1000µm. Das Verteilungsmaximum lag bei 200µm und der mittlere Faserfilament-Durchmesser bei ca. 11µm. Die Untersuchungen wurden an im Spritzgussverfahren hergestellten Norm-Zugstäben nach ISO 527, Typ A durchgeführt.

Das Verfahren der Röntgenrefraktionstopographie [4] nutzt die Brechungseigenschaften von Röntgenstrahlung an Grenzflächen zwischen Medien unterschiedlicher Dichte („Innere Oberflächen“) und verhält sich ganz ähnlich der Lichtbrechung an Glaslinsen. Somit steht die Intensität des gebrochenen Röntgenstrahls in funktionaler Abhängigkeit zu den inneren Oberflächen im betrachteten Werkstoffvolumen. Durch geeignete Referenzversuche lassen sich somit Faser-Matrix-Grenzflächen, Faser-Matrix-Ablösungen und Matrixrisse in Verbundwerkstoffen zerstörungsfrei bestimmen. Dabei ermöglicht die kurze Wellenlänge der Röntgenstrahlung (Mo-Kα = 0,07 nm), dass Fehlstellen ab einer Größe von 70 nm (also 1000 Wellenlängen) sicher refraktive Streuung bewirken.

Der Refraktionswert C wird nach der Gl. (1)

$$C = \left[\frac{I_R / I_{R0}}{I_A / I_{A0}} - 1 \right] \cdot \frac{1}{d} \qquad (1)$$

berechnet. Die Refraktionsintensität I_R und ihr Nullwert I_{R0} (ohne Probe) werden unter einem festen Winkel direkt mittels eines Detektors gemessen. Hingegen wird die durch Absorption geschwächte Intensität I_A und ihr Nullwert I_{A0} (ohne Probe) indirekt über eine Streufolie bestimmt (s. Abbildung 1).

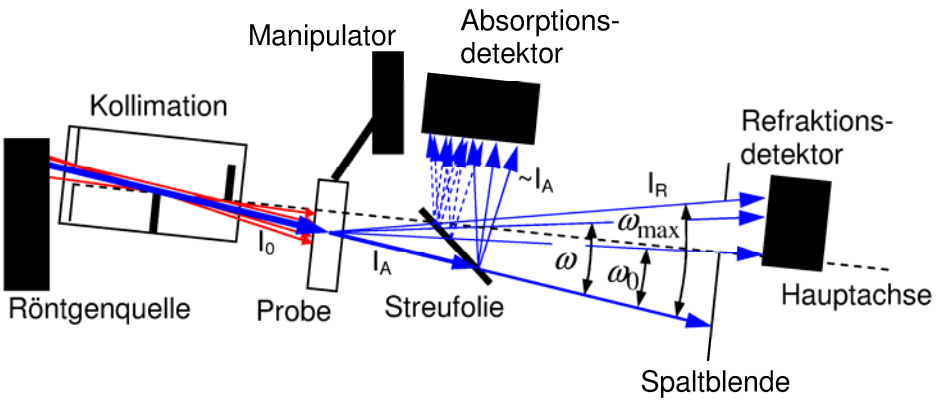


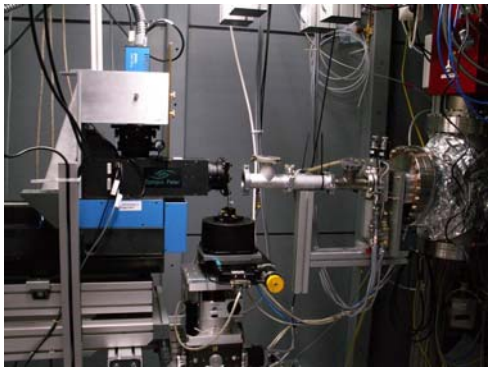
Abbildung 1: Experimenteller Aufbau der Röntgenrefraktionstopographie

Bei Faserkunststoffverbunden (FKV) stellt jede Einzelfaser eine Zylinderlinse dar, an der die Röntgenstrahlung in der zur Faserlängsachse parallelen Ebene gebrochen wird. Liegt das Faserfilament parallel zur Kollimationsebene wird das Refraktionssignal maximal. Wird es in der Ebene, zu der die Strahlrichtung die Flächennormale ist, um den Winkel Θ verdreht, wird die Intensität minimal, wenn das Faserfilament senkrecht zur Kollimationsebene steht. Infolge freier Faserenden (Kurzglasfaserverstärkung) bleibt ein Offsetwert wegen der Totalreflektion an den freien Faserenden bestehen. auf Die Intensität als Funktion des Verdrehwinkels Θ ist gegeben als (Herleitung in [1]):

$$\frac{C_m(\theta)}{C_m(\theta)_{\max}} = A + (1-A)\cdot\cos^2(\theta) = f(\theta) \qquad (2)$$

Der Parameter A berücksichtigt die Zahl der Faserenden pro Volumen und ist somit für eine bestimmte Faserlängenverteilung repräsentativ.

Im nächsten Schritt wurde die Faserorientierungsverteilung mit hochauflösender Röntgencomputertomographie an der BAM-line bei BESSY II mit Synchrotronstrahlung in einer Parallelstrahlanordnung bestimmt (s. Abbildung 2, links). Bei Probenvolumen von 1mm³ kann eine Submikrometerauflösung erreicht werden (s. Abbildung 2, rechts) mit der Faserfilamente einzeln sichtbar gemacht werden können.



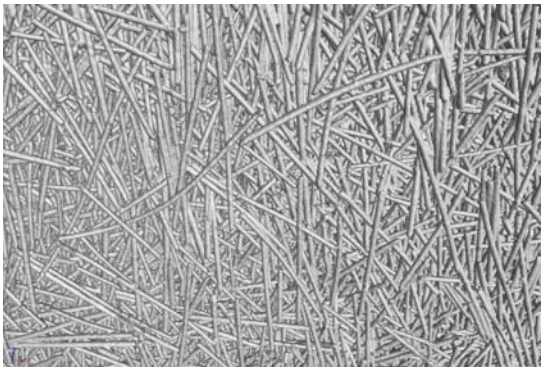


Abbildung 2: links – Röntgencomputertomographie an der BAM-line BESSY II; rechts – hochauflösende Röntgen-CT (Voxel 0,4µm³) von kurzfaserverstärktem Polyamid. Die Glasfaserfilamente wurden mittels Dichtefilterung sichtbar gemacht.

In die in der Röntgen-CT gewonnenen Datensätze wurden virtuelle Schnitte gelegt, aus denen mittels Bildverarbeitung die Faserorientierung als Winkelverteilung in der Ebene ausgewertet wurde. Dabei zeigte sich, dass bei der Herstellung der Zugstäbe infolge des Spritzgussprozesses die Faserfilamente Vorzugsorientierung besitzen und vornehmlich komplanar zur breiten Seite des Prüfstabes liegen. Somit ist es ausreichend die Daten als ebene Verteilungsfunktion auszuwerten (s. Abbildung 3). Die experimentell bestimmte Orientierungsverteilung G(θ) kann mit einer zweidimensionalen elliptischen Funktion h(θ) gut approximiert werden:

$$h(\theta) = \frac{h_2}{\sqrt{1-\frac{h_1^2-h_2^2}{h_1^2}\cdot\cos^2(\theta)}} \quad \text{und} \quad h(\theta) = B\cdot G(\theta) \qquad (3)$$

B ist ein Skalierungsfaktor, der die apparativen Einflüsse der Kleinwinkelstreuapparatur berücksichtigt (z.B. der Streuwinkel, auf dem gemessen wurde).

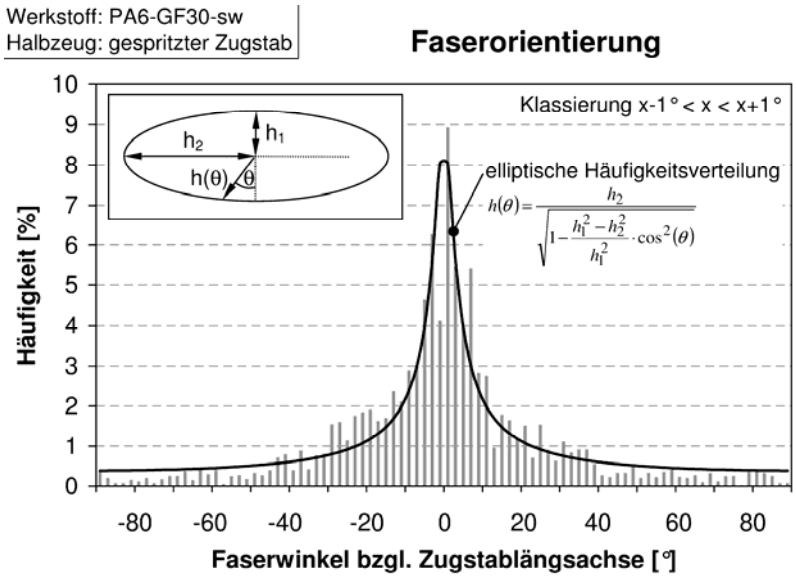


Abbildung 3: Faserorientierungsverteilung im Zugstab – Messung und mathematische Approximation mit elliptischer Häufigkeitsverteilung

Schließlich muß das Refraktionssignal jedes Faserfilaments und Berücksichtigung der Faserorientierungsverteilung superponiert werden, was in Gleichung (4) ausgedrückt ist:

$$F(\theta)=\frac{1}{T}\cdot\int_{\alpha}^{\alpha+T} f(\tau)\cdot G(\theta-\tau)d\tau \qquad (4)$$

Dies führt wieder auf eine cos²-Abhängigkeit des gemessenen Refraktionssignals als Funktion des Drehwinkels θ der Probe um die Strahlrichtung, also zwischen 0° und 90° im Bezug auf die Kollimationsebene. Die beiden Konstanten C und D können durch Messungen dieser beiden Orientierungen experimentell bestimmt werden. Die Konstanten enthalten die o.g. Effekte der beiden Parameter A und B und berücksichtigen zudem Streueffekte, die aus der Kristallinität des Polyamids herrühren.

$$F(\theta)=C\cdot\cos^2(\theta)+D \qquad (5)$$

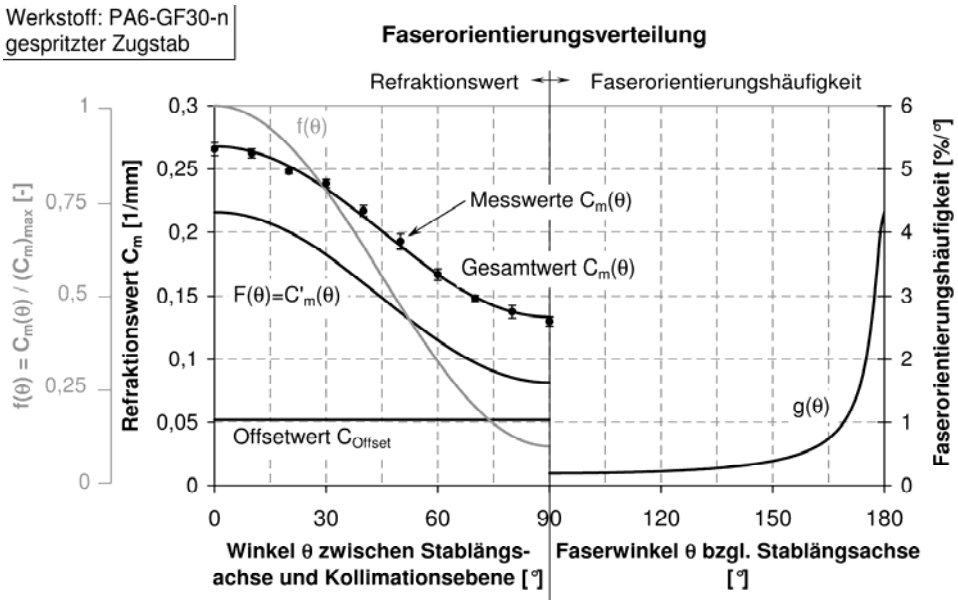


Abbildung 4: Graphische Darstellung der Winkelabhängigkeit des berechneten Refraktionssignals F(θ), des Einzelfilaments f(θ), der Faserorientierungsverteilung h(θ) und des gemessenen Refraktionswertes $C_m(\theta)$

In Abbildung 4 ist graphisch das rechnerische Vorgehen dargestellt. Mit der winkelabhängigen Intensität des einzelnen Filaments kann unter Berücksichtigung der experimentell ermittelten Faserorientierungsverteilung und des Offsetwertes resultierend aus der Teilkristallinität der Matrix, die an den spritzgegossenen Zugstäben ermittelte Winkelabhängigkeit des Refraktionswertes abgeleitet werden. Somit ist die ebene Projektion des winkelabhängigen Refraktionseffektes an den Zugstäben qualitativ und quantitativ verstanden.

Ergebnisse und Diskussion

Ziel des Forschungsvorhabens war es, durch mechanische Beanspruchung erzeugte Mikrorisse quantifizieren zu können. In Abbildung 5 ist die ebenfalls winkelabhängige Zunahme an inneren Oberflächen dargestellt, die sich aus der Differenz der beiden Messkurven ergibt. Infolge einer schwingenden Beanspruchung ist die Werkstoffschädigung quer zur Faservorzugsrichtung (Zugstab-Längsrichtung) größer, als in Faservorzugsrichtung. Diese Erkenntnisse wurden in anderen Forschungsarbeiten [5] genutzt. Dabei gelang es den Schädigungsprozess in Kurzfaserverstärktem Polyamid vom Beginn bis zum technischen Anriss, der zum Probenbruch führt, zu verstehen. Somit konnte von der Mikro- über die Meso- bis zur Makroebene die Evolution der Schädigungsmechanismen verstanden werden. Erst das Zusammenbringen mechanischer, bruchmechanischer [6] und zerstörungsfreier Prüftechniken kann ein umfassendes Bild der Schädigungsprozesse in FKV liefern.

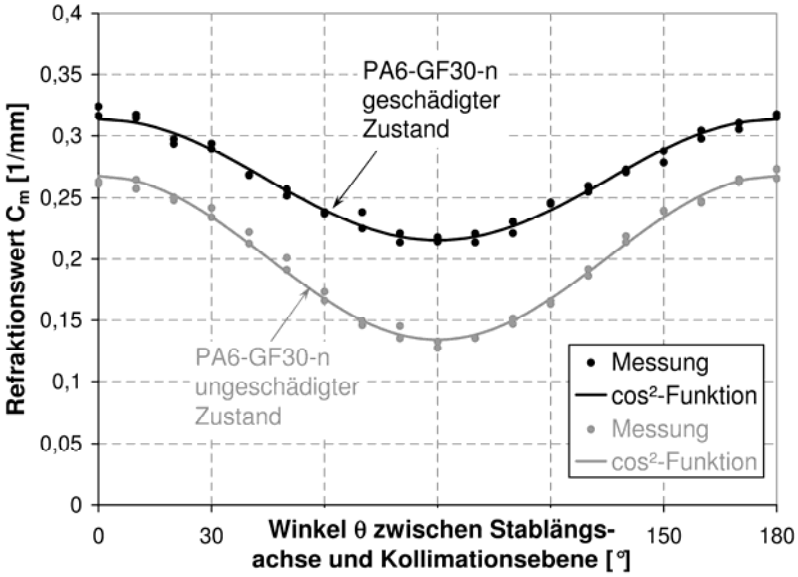


Abbildung 5: Winkelabhängigkeit der Refraktionswertzunahme – Vergleich zwischen geschädigtem und ungeschädigtem Zustand

Zusammenfassung

Die Schädigungsprozesse in Kurzfaserverstärktem Polyamid 6 unter mechanischer Beanspruchung sollten mittels Röntgenverfahren untersucht und aufgeklärt werden. Die Bildung von Mikrorissen infolge mechanischer Belastung wurde in der Vergangenheit schon mit dem Röntgenrefraktionsverfahren zerstörungsfrei qualitativ nachgewiesen [2, 3]. Für ein umfassenderes Verständnis der Evolution von Mikrorissen zum makroskopischen

technischen Anriss muss die Faserorientierungsverteilung des Kurzfaserverstärkten Polyamid bekannt sein. Diese wurde mittels hochauflösender Röntgencomputertomographie bestimmt. Im Rahmen dieser Forschungsarbeit wurde der mathematische Zusammenhang zwischen der Faserorientierungsverteilung, dem Refraktionssignal am Einzelfilament und den gemessenen Röntgenrefraktionswert am spritzgegossenen Zugstab dargestellt. Mit Hilfe dieses modellhaften Werkstoffverständnisses können nun die infolge mechanischer Belastung entstandenen Mikrorisse bezüglich Größe und Orientierung quantitativ abgeschätzt und damit der Schädigungsprozess verstanden werden.

Danksagung

Die Autoren danken der INPRO Innovationsgesellschaft mbH und der BASF AG für die finanzielle Unterstützung des Vorhabens sowie für die Bereitstellung des Probenmaterials.

Referenzen

[1] Trappe, V., Hickmann, S., Sturm, H.: „Bestimmung des Zwischenfaserbruchversagens in textilverstärktem Glasfaserkunststoff mittels der Röntgenrefrationstopografie“, MP Materials Testing Vol. **50-10**, pp. 615-622, (2008)

[2] RUDOLPH, H.-V.; IVERS, H.; HARBICH, K.-W.: ”Application of X-ray refraction topography to fibre reinforced plastics”, Composites Part A, Vol. **32**, pp. 473-476 (2001)

[3] TRAPPE, V.; GÜNZEL, S.; HICKMANN, S.: ”Non-Destructive Evaluation of Mikro Cracking in Short Fibre Reinforced Thermoplastics with X-Ray-Refraction”, 17th Int. Conf. on Composite Materials (2009) Edinburgh

[4] Hentschel, M.P., Harbich, K.-W., Lange, A.: „Non-destructive evaluation of single fibre debonding in composites by X-ray refraction“, NDT&E International, Vol. **27-5**, pp. 275 (1994)

[5] GÜNZEL, S.: „Analyse der Schädigungsprozesse in einem kurzglasfaserverstärktem Polyamid unter mechanischer Belastung mittels Röntgenrefraktometrie, Bruchmechanik und Fraktografie“, eingereichte und genehmigte Dissertation TU-Berlin 2012, im Druck

[6] GÜNZEL, S., HICKMANN, S., WITTEMEYER, C., TRAPPE, V.: Effects of Fiber Orientation and Moisture on the Crack Growth in Short Glass Fiber Reinforced Polyamide”, *Advanced Engineering Materials* 14 (2012) 10, p. 867-872