

Risse an gekerbten kurzglasfaserverstärkten Thermoplasten zerstörungsfrei charakterisiert mit Röntgenverfahren

Volker TRAPPE¹, Stefan HICKMANN¹, Andreas KUPSCH¹, Bernd R. MÜLLER¹,
René LAQUAI¹, Matthias DE MONTE²

¹ BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, 12205 Berlin

² Robert Bosch GmbH, Zentralbereich Forschung und Voraentwicklung,
71272 Renningen

Kontakt E-Mail: volker.trappe@bam.de

Kurzfassung. Proben mit einer Mittelkerbe aus Polyamid 66 mit 35% Gewichtsanteil an Kurzglasfaser (PA-GF35) wurden im Spritzgießverfahren hergestellt und in einem ungeschädigten und durch Schwingbeanspruch geschädigten Zustand mittels Röntgenverfahren charakterisiert. Sowohl die Faserorientierungsverteilung als auch die Riss-/Mikrorissbildung wurden mit der Röntgenrefraktionstopographie in einem SAXS-Aufbau und dem Diffraction-Enhanced-Imaging am Synchrotron (BESSY II) analysiert. Beide Verfahren spiegeln in guter Übereinstimmung die Charakteristiken dieser Werkstoffklasse in Bezug auf die Fertigungsqualität und die Schädigungsmechanismen wider.

Einführung

Die guten mechanischen Eigenschaften von kurzfaserverstärkten Kunststoffen mit thermoplastischer Matrix, gepaart mit der Verfügbarkeit wirtschaftlicher Verarbeitungsprozesse führen zu einem vermehrten Einsatz im Automobilbau. Diese Werkstoffklasse wird auch für Strukturbauteile verwendet, deren Versagen die Gebrauchsfähigkeit des Fahrzeugs ganz oder teilweise beeinträchtigen und ggf. auch die Betriebssicherheit gefährden kann. Insbesondere die Rissentwicklung an Kerben ist dabei für den Konstrukteur von besonderem Interesse.

In früheren Untersuchungen konnte mittels der Röntgenrefraktionstopographie [1] an kurzglasfaserverstärkten Thermoplast-Werkstoffen [2] im Labor und 10 Jahre später unter Zuhilfenahme hochauflösender Röntgen-Computertomographie an kurzglasfaserverstärktem Polyamid (PA-GF30) [3, 4] an der BAMline am BESSY II gezeigt werden, dass Proben, die mit einer über dem Querschnitt gleichmäßig verteilten Nennspannung beaufschlagt werden, eine spezifische Schädigungsentwicklung aufweisen. Dabei bilden sich im Volumen zuerst verteilte Mikrorisse an den Faserfilament-Enden und an den Fasermantelflächen, je nach Orientierung und Spannungszustand ([4] - uni-axiale, [5] – bi-axiale Beanspruchung). Diese Mikrorisse wachsen mit zunehmender Schwingspielzahl zu Agglomerationen von Mikrorissen zusammen, die schließlich in der Dimension weniger Millimeter einen technischen Anriss bilden [4, 6, 7].



Jüngst wurde nun untersucht, ob dieses Degradationsverhalten an Kerben qualitativ in gleicher Weise auftritt. Hierzu wurden seitens des Projektpartners BOSCH Proben aus PA66 mit 35 Gew.% Kurzglasfaserverstärkung im Spritzgießverfahren gefertigt, in die eine ca. $10 \times 0,4 \text{ mm}^2$ (Kerbradius 0,2 mm) große Mittelkerbe durch Umspritzen eines Einsatzes gefertigt wurde. Aus Versuchen und rechnerischen Betrachtungen war bekannt [8], dass ausgehend von der Mittelkerbe jeweils zu den Seiten der Proben Ermüdungsrisse auftreten werden. Mittels der Röntgenrefraktionstopographie [1] bei der in einem herkömmlichen SAXS-Aufbau auf einem festen Streuwinkel von ca. $0,3^\circ$ gemessen wird, wurden die Faserorientierungsverteilung in der Umgebung der Kerbe und die Mikrorissbildung bestimmt. In der Kratky-Kollimation hat der Röntgenstrahl einen Querschnitt von $50 \mu\text{m} \times 1000 \mu\text{m}$. Wegen dieser geringen Ortsauflösung wurde an der BAMline mit Diffraction-Enhanced-Imaging [9, 10, 11] die Probe flächig um die Kerbe mit einer Ortsauflösung von ca. $5,5 \mu\text{m}$ und $3,5 \mu\text{m}$ untersucht, um die im Labor mit der SAXS-Anlage bestimmte Mikrorissbildung zu verifizieren. Nachfolgend werden die Ergebnisse aus beiden Verfahren einander gegenübergestellt und in Bezug auf das spezifische Degradationsverhalten der kurzfaserverstärkten Thermoplaste diskutiert.

Experimente

SAXS – Faserorientierungsverteilung und Schädigungsentwicklung

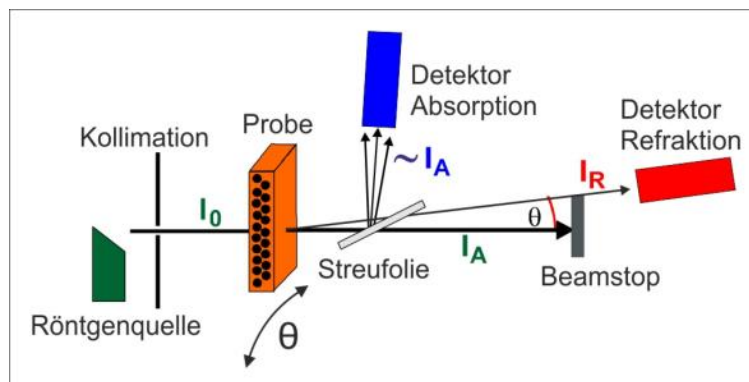


Abb. 1: Experimenteller Aufbau der Röntgenrefraktionstopographie

Das Verfahren der Röntgenrefraktionstopographie [1] 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 [12]. 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 ($\text{Mo-K}\alpha = 0,07 \text{ nm}$, $17,4 \text{ keV}$), dass Fehlstellen ab einer Größe von 70 nm (also 1000 Wellenlängen) sicher refraktive Streuung bewirken. Der Refraktionswert C wird nach der Gl. (1)

$$C = \left[\frac{I_R/I_{R0}}{I_A/I_{A0}} - 1 \right] \cdot \frac{1}{d} \quad \text{Gl. 1}$$

berechnet. Die Refraktionsintensität I_R und ihr Nullwert I_{R0} (ohne Probe) werden auf einem festem 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. Abb. 1).

Die Absorption ist nach dem Lambert-Beerschen Gesetz gegeben durch:

$$I = I_0 \cdot e^{-\mu \cdot d} \quad \text{Gl. 2}$$

Hierin ist d die Probendicke und μ der Absorptionskoeffizient. Zweckmäßig ist es, aus Gl. 1 und Gl. 2 das Verhältnis C/μ zu bilden, da somit eine von der Probendicke unabhängige, aber den inneren Oberflächen proportionale Messgröße entsteht. Diese wird nachfolgend als spezifischer Refraktionswert bezeichnet.

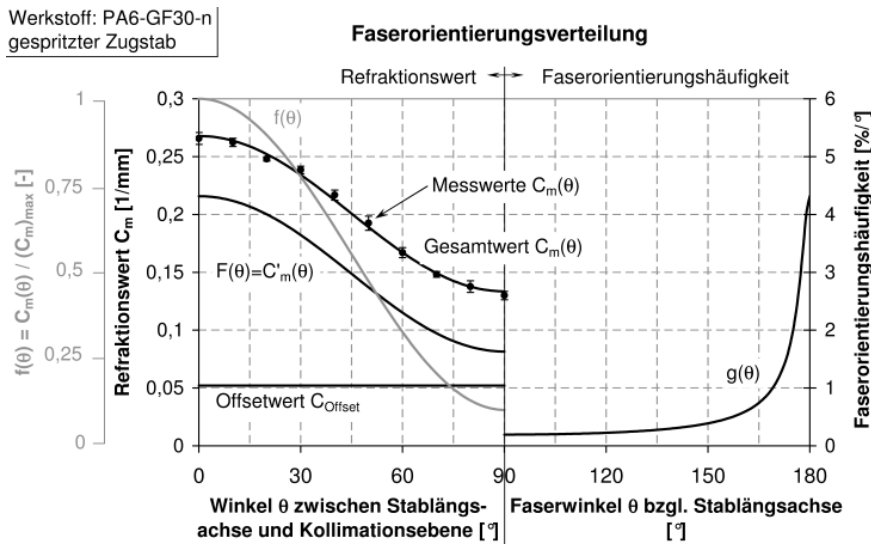


Abb. 2: Graphische Darstellung der Winkelabhängigkeit des berechneten Refraktionssignals $F(\theta)$, des Einzel-filaments $f(\theta)$, der Faserorientierungsverteilung $g(\theta)$ und des gemessenen mittleren Refraktionswertes $C_m(\theta)$

Bei Faserkunststoffverbunden (FKV) stellt jede Einzelfaser eine Zylinderlinse dar, an der die Röntgenstrahlung in der zur Faserlängsachse parallelen Ebene gebrochen wird [12]. 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. Experimentelle kann der Nachweis im SAXS-Aufbau nur an Faserbündeln und für Kurzglasfasern über Probenmittelwerte C_m geführt werden. Wegen der Refraktion an Poren und freien Faserenden sowie der Streuung an Kristalliten der Polyamid-Matrix bleibt ein Offsetwert bestehen. Die auf den Maximalwert normierte mittlere Refraktions-Intensität C_m als Funktion des Drehwinkels Θ ist gegeben als [4, 5]:

$$\frac{C_m(\theta)}{C_m(\theta)_{\max}} = A + (1 - A) \cdot \cos^2(\theta) = f(\theta) \quad \text{Gl. 3}$$

Der Parameter A berücksichtigt u.a. die Zahl der Faserenden pro Volumen und ist somit für eine bestimmte Faserlängenverteilung repräsentativ. Bei den weiteren Berechnungen für das hier verwendete PA66-GF35 wurden die in [4] an einem ähnlichen Werkstoff ermittelten Werte für A übernommen. In Abb. 2 ist graphisch das rechnerische Vorgehen dargestellt, wie die Winkelabhängigkeit des Refraktionseffekts der Einzelfaser, des Offsetwertes und der Proben-Messwerte mit der Faserorientierungsverteilung verknüpft sind. Die Herleitung findet sich in [3, 4, 5]. Hierbei wird davon ausgegangen, dass sich die Fasern im Spritzgussprozess im Wesentlichen parallel zur x-y-Ebene des Probekörpers orientieren und nur wenigen Filamente (<5%) in Dicken-Richtung kippen (mit Röntgen-CT-Messungen Norm-Zugproben verifiziert in [5]). An der Probe mit Mittelkerbe sind die

Filamente unmittelbar am Kerbgrund in Dicken-Richtung orientiert [8]. Bezogen auf die Gesamtanzahl der Filamente im betrachteten Probenausschnitt (s. Abb. 3 u. 4) liegen diese zu >90% in der x-y-Ebene. Unter Annahme eines ebenen Problems kann die Faserorientierungsverteilung in guter Näherung als elliptisch angenommen werden [3, 4]. Die Längen der Halbachsen der Ellipse sind äquivalent zu den Matrixelementen a_{11} und a_{22} des Faserorientierungstensors nach Gl. 4 [13]:

$$a_{ij} = \begin{bmatrix} \cos^2(\theta) & 0 \\ 0 & \sin^2(\theta) \end{bmatrix} \quad \text{Gl. 4}$$

Somit können für eine elliptische Faserorientierungsverteilung bei bekanntem Offsetwert die Matrixelemente in Gl. 4 direkt aus zwei orthogonalen Messungen (0° - Probenlängsachse parallel zur Kollimationsebene; 90° - Probenlängsachse senkrecht zur Kollimationsebene) ermittelt werden, da die dazwischen liegenden Werte nach Gl. 3 bekannt sind.

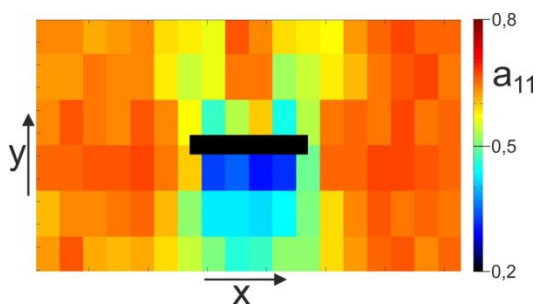


Abb. 3: Faserorientierungsverteilung a_{11} -Koeffizient, Anguss in negativer y-Richtung

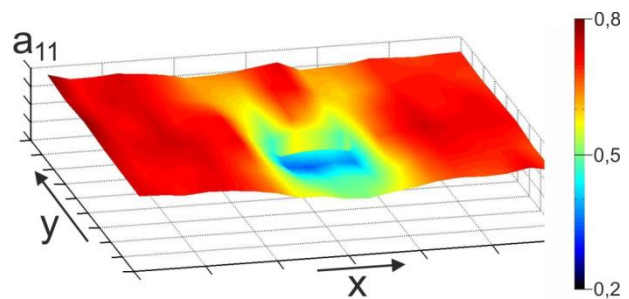


Abb. 4: Faserorientierungsverteilung a_{11} -Koeffizient in 3D-Auftragung, Anguss in negativer y-Richtung

Die Proben hatten eine Breite von 40mm und eine Länge von 250mm. Davon wurde der Bereich um die Mittelkerbe im Röntgenrefraktionsscanner in verschiedenen Schädigungszuständen untersucht. Die gescannte Probenfläche betrug $40\text{mm} \times 11\text{mm}$ in der senkrechten Probenausrichtung mit einer Schrittweite von 1mm in x-Richtung und $50\mu\text{m}$ in y-Richtung. In waagerechter Probenausrichtung betrug der Scanbereich $11\text{mm} \times 40\text{mm}$ mit einer Schrittweite von 1mm in x-Richtung und $50\mu\text{m}$ in y-Richtung. Durch das Aspektverhältnis von 1:20 des Röntgenstrahls ergibt sich so ein flächendeckender Scan der Probe in beiden Orientierungen. Anschließend wurde ein virtuelles Raster von $2\text{mm} \times 2\text{mm}$ über die Messwerte gelegt und je 40 Werte a $50\mu\text{m}$ Schrittweite und 2 Werte a 1mm Schrittweite zu einem Mittelwert zusammengefasst. Dadurch lassen sich die Werte beider Messungen ortstreu einander zuordnen, um die Matrixelemente in Gl. 4 zu bestimmen. Um verfälschende Messartefakte an der Probenkante zu vermeiden, bleiben die am äußeren Rand befindlichen Messwerte unberücksichtigt, sodass auf der Probe 18×6 Mittelwerte für die weiteren Analysen berücksichtigt werden. Gleichermäßen bleiben die Messwerte an und um die Mittelkerbe unberücksichtigt. Das Ergebnis ist als Farbverlauf in Abb. 3 und als 3D-Darstellung in Abb. 4 gezeigt. Der Anguss erfolgte in negativer y-Richtung. Es ist gut zu erkennen, dass die Faserfilamente im Randbereich der Probe mit a_{11} -Werten von ca. 0,7 in Probenlängsrichtung orientiert sind. Hingegen liegen viele Filamente hinter der Kerbe eher quer (a_{11} -Werte ca. 0,3).

In Abb. 5 und 6 ist der spezifische Refraktionswert C/μ der ungeschädigten und der geschädigten Probe für die Orientierung senkrecht (90°) aufgetragen. Wie nach Gl. 3 zu erwarten ist, zeigt sich hinter der Kerbe an den quer liegenden Faserfilamenten ein höherer spezifischer Refraktionswert, was zu helleren Bildpunkten in der Schwarz-Weiß-Darstellung in Abb. 5 führt. In gleicher Weise ist im Zentrum vor der Kerbe die Faserorientierung in Spritzgussrichtung orientiert, was zu dunklen Bildpunkten führt.

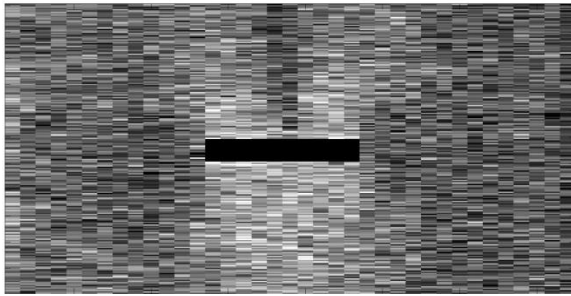


Abb. 5: C_m/μ Scan senkrecht 38x220 Messpunkte auf der Probe, ungeschädigt

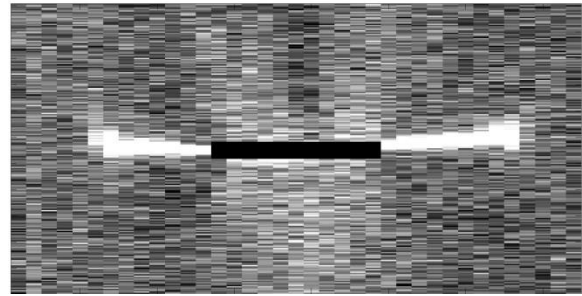


Abb. 6: C_m/μ Scan senkrecht 38x220 Messpunkte auf der Probe, geschädigt

Die Probe wurde in einer Axialprüfmaschine vom Typ Instron 8800 mit einer Nennspannungsamplitude von 13MPa (18MPa bezogen auf den Querschnitt ohne Kerbe) bei R=0 über 1,2 Mio. Lastwechsel bei Raumtemperatur und im trockenen Zustand schwingend beansprucht. An beiden Seiten der Kerbe entstanden Anrisse von ca. 8mm (links) und 9mm (rechts) Länge. Beide Risse zeichnen sich im Röntgenrefraktions-Topogramm (Abb. 6) deutlich ab. Wie unten noch ausführlich dargestellt wird, kann schon in Abb. 6 erkannt werden, dass der geschädigte Probenbereich deutlich breiter als der physikalische Riss ist.

DEI – Messprinzip am Beispiel von Querrissen in $0^\circ/90^\circ$ -CFK-Laminaten

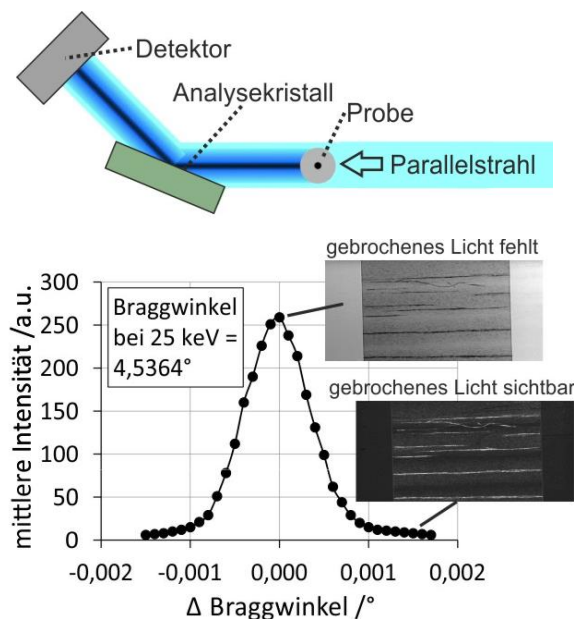


Abb. 7: Messprinzip Diffraction Enhanced Imaging (DEI) – gebrochene Röntgenstrahlung wird über einen Analysekristall diskriminiert (Intensität vs. Winkel – „Rocking-Curve“)

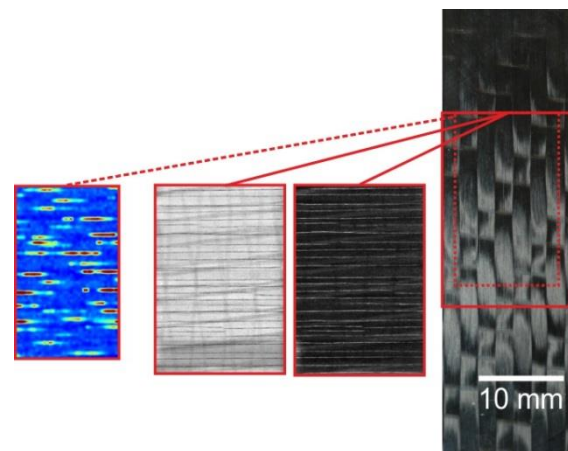


Abb. 8: Abbildung von Querrissen in CFK mittels des Refraktionseffekts – von rechts nach links: $0^\circ/90^\circ$ -CFK-Probe, DEI am Rand und im Maximum der Rocking-Curve, SAXS-Technik

Beim Diffraction Enhanced Imaging (DEI) wird der Refraktionseffekt der Röntgenstrahlen, der an den inneren Grenzflächen in Composite-Werkstoffen auftritt, über einen Einkristall-Analysator diskriminiert. Die Messungen wurden am BESSY II durchgeführt. Mittels eines Doppelkristallmonochromators wird die Synchrotronstrahlung auf „weiche“ Röntgenstrahlung (15-30keV) eingestellt, um einen hohen Refraktionskontrast zu erzielen. Die Probe wird von einem Parallelstrahlbündel mit einem Querschnitt von ca. 20mm × 20mm durchstrahlt und über den Analysekristall (hier Si (111)) auf den Detektor abgebildet. Der Glanzwinkel des Kristalls muss auf 1/1000 Grad genau eingestellt werden, damit die

Bragg-Bedingung erfüllt wird. Über die trigonometrische Beziehung aus Bragg-Winkel und der Länge des Analysekrystals folgte eine Reduktion des reflektierten Strahlenbündels auf eine Höhe von ca. 7mm.

In Abb. 7 ist das Verfahren mit einer 0°/90°-CFK-Probe illustriert, die in der 90°-Schicht Querrisse aufweist. Ist der Winkel des Analysekrystals auf die maximale Intensität eingestellt, so erfüllt nur die ungebrochene Röntgenstrahlung die Bragg-Bedingung und die durch Refraktionseffekt an den Querrissen gebrochene Strahlung wird diskriminiert. Die Risse zeigen sich als schwarze Streifen. Wird der Kristall auf den Rand der Rocking-Curve justiert, so erfüllt nur die an den Rissen gebrochene Strahlung die Bragg-Bedingung und die Risse erscheinen hell. In Abb. 8 ist ebenfalls eine 0°/90°-CFK-Probe dargestellt, die eine Quer-Rissdichte von ca. 1/mm aufweist. Hier sind Probenfoto, das DEI-Verfahren und die SAXS-Technik einander gegenübergestellt. Auf dem Foto ist die textile Bindungsform gut zu erkennen, aber es sind keine Risse sichtbar. Mit dem formatfüllenden DEI beträgt die Pixelgröße $28,8\mu\text{m} \times 28,8\mu\text{m}$ (es wurden über der Höhe 4 Bilder zusammengesetzt). Die Querrisse sind im Hell-Dunkel und Dunkel-Hell-Kontrast gleichermaßen gut zu erkennen. Das im SAXS-Aufbau aufgenommene Röntgenrefraktionstopogramm enthält nur 40×67 Messwerte die mit einer Schrittweite von 0,3mm jeweils in x- und y-Richtung aufgenommen wurden, um eine Probenfläche von $12\text{mm} \times 20\text{mm}$ zu erfassen. Dennoch gelingt es auch hier, die gleiche Rissdichte zu bestimmen. Die Querrisse werden jedoch nicht als geschlossenen Linien abgebildet, da die Zwischenfaserbrüche den Faserbündeln folgen, die in einem technischen Textil nicht ideal gerade verlaufen.

DEI – Messergebnisse an der PA-GF35-Mittelrissprobe

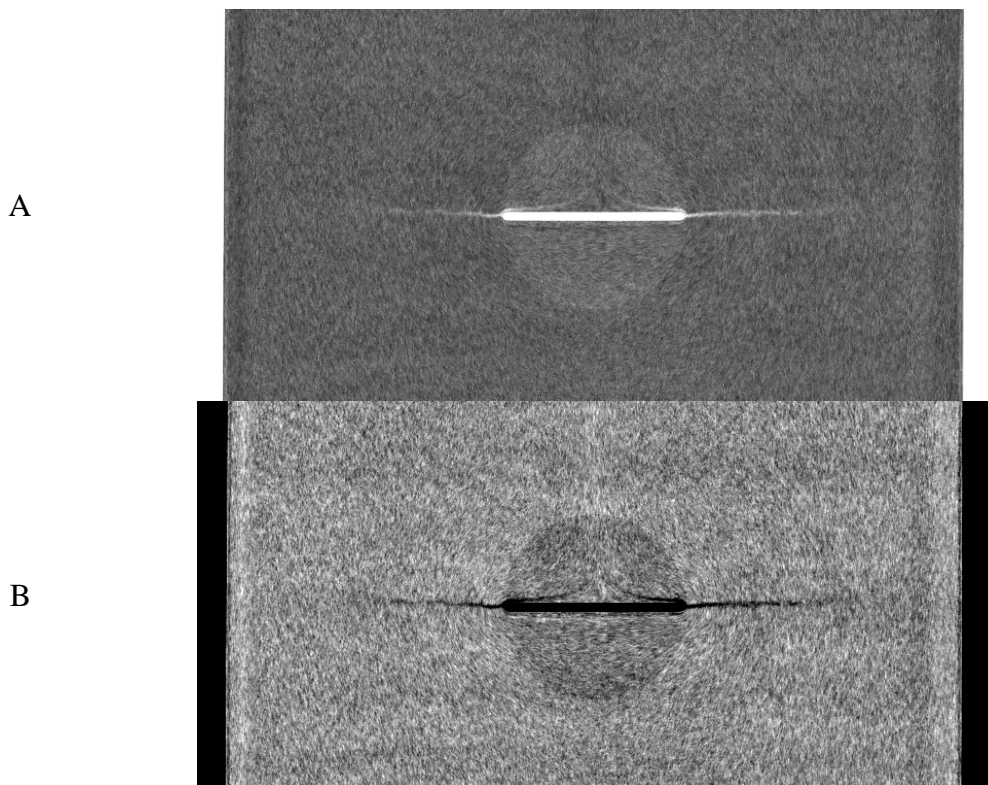


Abb. 9: Durchstrahlungsaufnahmen der Mittelrissprobe am Synchrotron, Probenlängsachse senkrecht orientiert. A) Röntgenabsorption I_A ohne Analysekristall, B) μ^*d (proportional $-\ln(I_A)$) ohne Analysekristall

Die mit einem Schwingriss beidseitig der Mittelkerbe geschädigte PA-GF35-Probe (s.o.) wurde an der BAMline am BESSY II mit monochromatischer Synchrotron-Strahlung mit

einer Energie von 17,5 keV charakterisiert. Die nachfolgenden Bilder wurden je aus 16×5 Teilbildern zusammengesetzt, in dem jeder Bildpunkt $5,5 \mu\text{m} \times 5,5 \mu\text{m}$ groß ist. Zunächst wurde ohne den Analysekristall eine Absorptionaufnahme (I_A) gemacht (Abb. 9-A). Hieraus wurde ein μ^*d -Bild (s. Abb. 9-B) berechnet (proportional $-\ln(I_A)$, s. Gl. 2). Folglich werden hohe Durchstrahlungsintensitäten dunkel abgebildet und es ergibt sich ein besserer Kontrast. Neben den Rissen beidseitig der Mittelkerbe fallen zwei schwarze Linien auf der Angussseite auf. Hierbei handelt es sich nicht um Risse, sondern um Bindenähte, die Folge der Umströmung der Mittelkerbe sind und eine reduzierte Dichte aufweisen, also weniger Glasfaserfilamente enthalten. Zudem ist die reduzierte Dicke des kreisrunden Formeinsatzes zu erkennen. Auch zeichnet sich die Faserorientierung in beiden Aufnahmen ab.

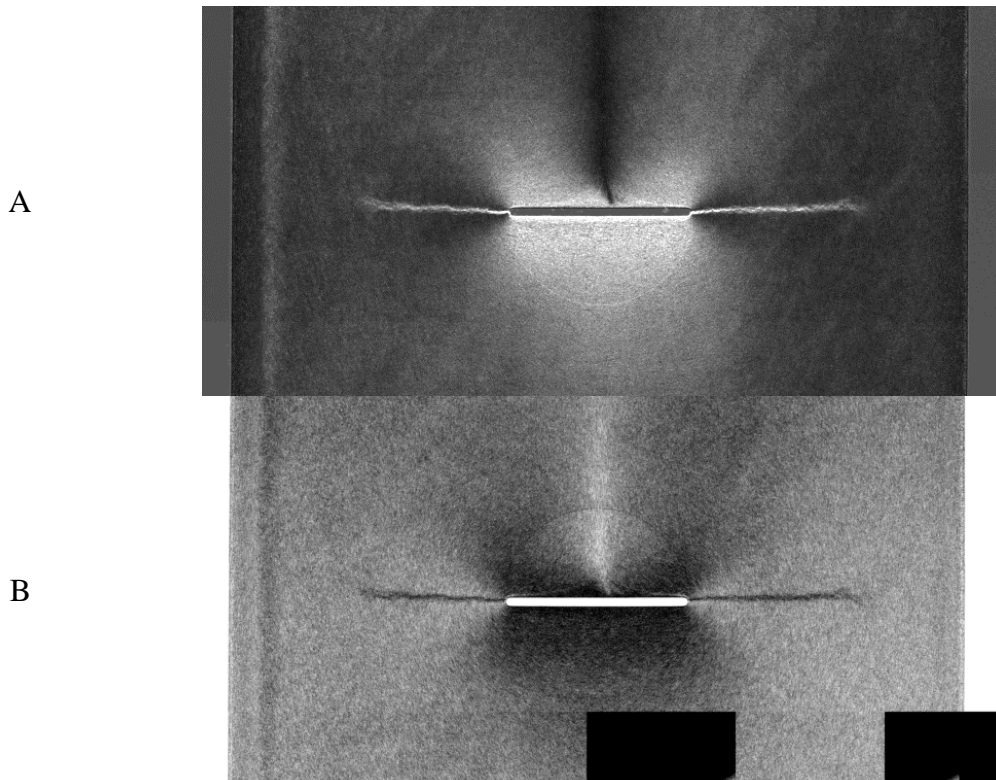


Abb. 10: Durchstrahlungsaufnahmen der Mittelrissprobe am Synchrotron, Probenlängsachse senkrecht orientiert. A) Röntgenrefraktion I_R aufgenommen mit Analysekristall am Rande der Rocking-Curve. B) (inverse) Röntgenrefraktion I_R aufgenommen mit Analysekristall bei maximaler Intensität.

In Abb. 10-A ist das über den Analysekristall auf der Flanke der Rocking-Curve aufgenommene Refraktionsbild gezeigt (innere Oberflächen werden hell abgebildet) und in Abb. 10-B ist das im Intensitätsmaximum aufgenommene (inverse) Refraktionsbild dargestellt (innere Oberflächen erscheinen dunkel). Deutlich treten beidseitig der Mittelkerbe die geschädigten Bereiche hervor. Diese sind länger, als aus dem Absorptionbild zu vermuten ist. Gleichermäßen ist in guter Übereinstimmung mit den Refraktionsmessungen im SAXS-Aufbau die Faserorientierung zu erkennen. Unterhalb der Mittelkerbe führen die quer liegenden Kurzglasfasern zu einer erhöhten Refraktionsintensität, während sich die mehr senkrecht orientierten Fasern im Bereich des Angusses und seitlich der Kerbe dunkel abzeichnen.

Im zweiten Schritt wurde die Probe mit ihrer Längsachse waagrecht im Manipulator eingespannt. Die Absorptionaufnahme (Abb. 11-A) zeigt, wie zu erwarten war, im Vergleich zur senkrechten Ausrichtung der Probe die gleichen Informationen. In Abb. 11-B ist die Refraktionsaufnahme auf der Flanke und in Abb. 11-C im Zentrum der Rocking-Curve gezeigt. Werden die inneren Oberflächen hell abgebildet, ist der um die Risse ge-

geschädigte Bereich wieder gut zu erkennen. Hingegen zeichnet sich im dunklen Kontrast der geschädigte Bereich nur schwach ab. Die infolge des Umspritzens der Mittelkerbe (Anguss von rechts) erzeugte Faserorientierungsverteilung zeichnet sich hingegen wieder deutlich in beiden Refraktionsaufnahmen ab. Der Vergleich der Abb. 10-A und Abb. 11-B zeigt eine komplementäre Hell-Dunkel-Verteilung. Bei waagerechter Proben-Längsausrichtung erscheinen die Faserfilamente, die parallel zur Probenlängsrichtung liegen (Spritzgussrichtung) hell. Die quer ausgerichteten Filamente hinter der Kerbe erscheinen wiederum dunkel, da sie senkrecht zur Kristall-Ebene orientiert sind.

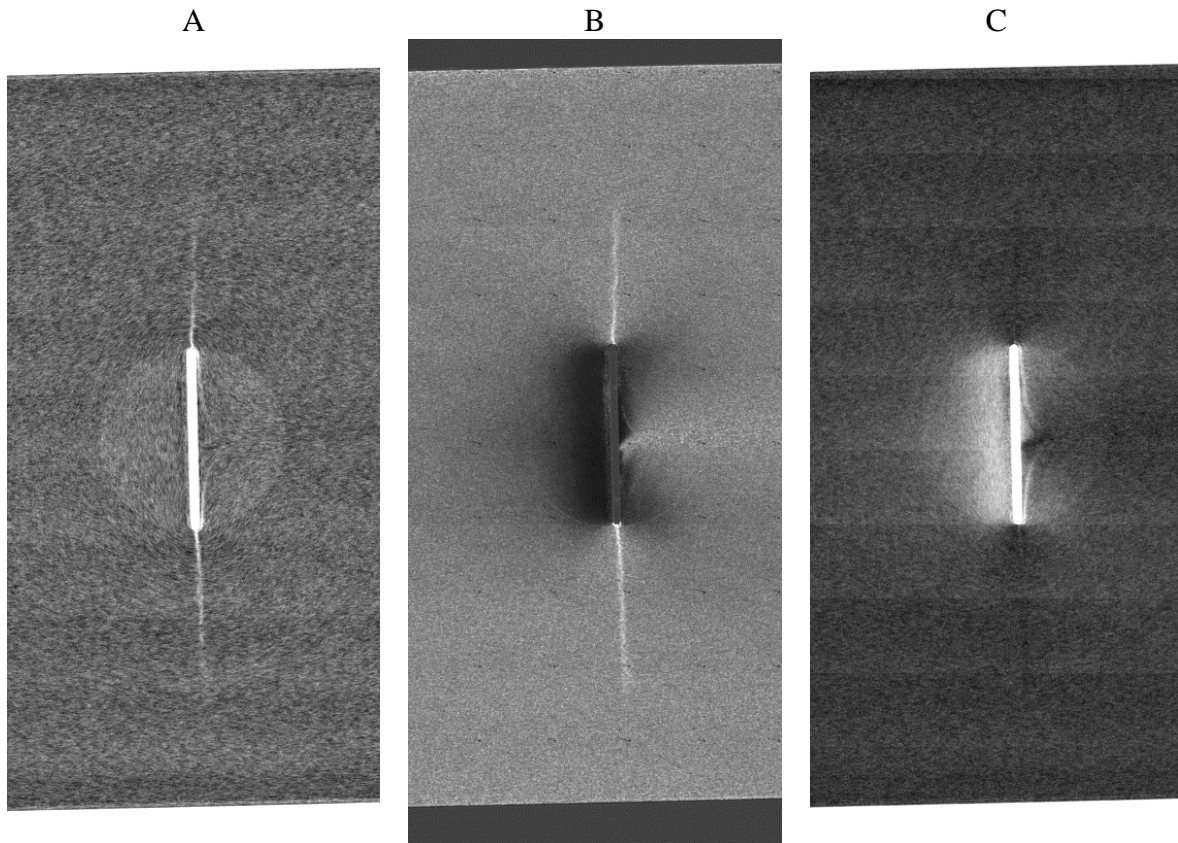


Abb. 11: Durchstrahlungsaufnahmen der Mittelrissprobe am Synchrotron, Probenlängsachse horizontal orientiert. A) Röntgenabsorption I_A ohne Analysekristall, B) Röntgenrefraktion I_R aufgenommen mit Analyse-kristall am Rand der Rocking-Curve C.) (inverse) Röntgenrefraktion aufgenommen mit Analysekristall bei maximaler Intensität

In einer weiteren Messung wurden die Rissbereiche rechts und links von der Mittelkerbe mit einer Ortsauflösung von $3,5\mu\text{m}$ je in x- und y-Richtung am Synchrotron vermessen. In Abb. 12-A und 12-B ist in gleichem Maßstab wieder die Absorption in $\mu \cdot d$ ohne den Analysekristall aufgenommen worden. Abb. 12-C und 12-D zeigt den spezifischen Refraktionswert C/μ , also die auf die lokale Masse normierte innere Oberfläche. Deutlich ist zu erkennen, dass der geschädigte Bereich im C/μ -Bild rechts und links der Kerbe größer (länger und breiter) ist, als es das Absorptionssbild wieder gibt.

Zudem wurden mit dem Mikroskop Bilder der Risse von der Probenoberfläche aufgenommen (s. Abb. 13). Hierzu wurde die Probenoberfläche poliert. Es zeigt sich ein zickzackförmiger Rissverlauf, wie es für ein Risswachstum senkrecht zur Faserorientierung aus anderen Arbeiten bekannt ist [7, 8]. Hingegen zeigen weder die Absorptions- noch die Refraktionsaufnahmen qualitativ einen zickzackförmigen Schädigungsverlauf. Vielmehr ist die Dichte in einem breiteren Gebiet um den das Material trennenden Riss in Folge von Mikroporositäten reduziert. Dies zeigt sich insbesondere am Rande der Kerbe (Abb. 13-C) wo der Riss deutlich geöffnet ist.

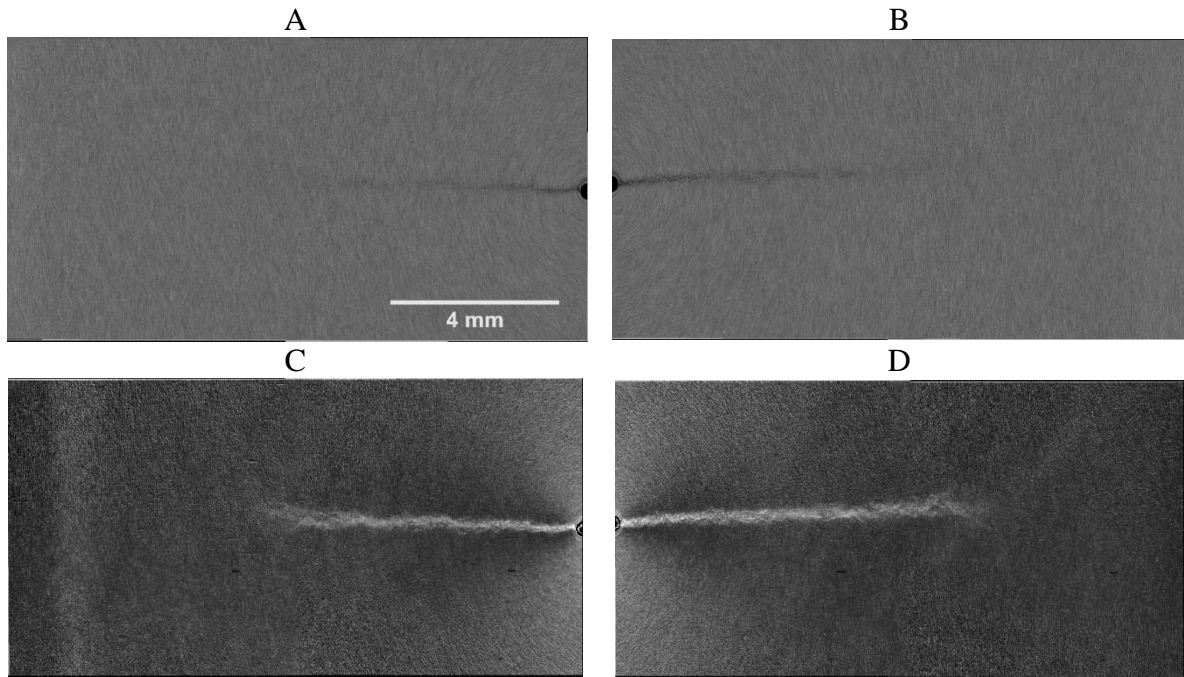


Abb. 12: Durchstrahlungsaufnahmen der Mittelrissprobe am Synchrotron, Probenlängsachse senkrecht orientiert. A) und B) Röntgenabsorption $\mu \cdot d$ ohne Analysekrystall, C) und D) C/μ - Röntgenrefraktion aufgenommen mit Analysekrystall, Pixelgröße $3,5\mu\text{m}$.

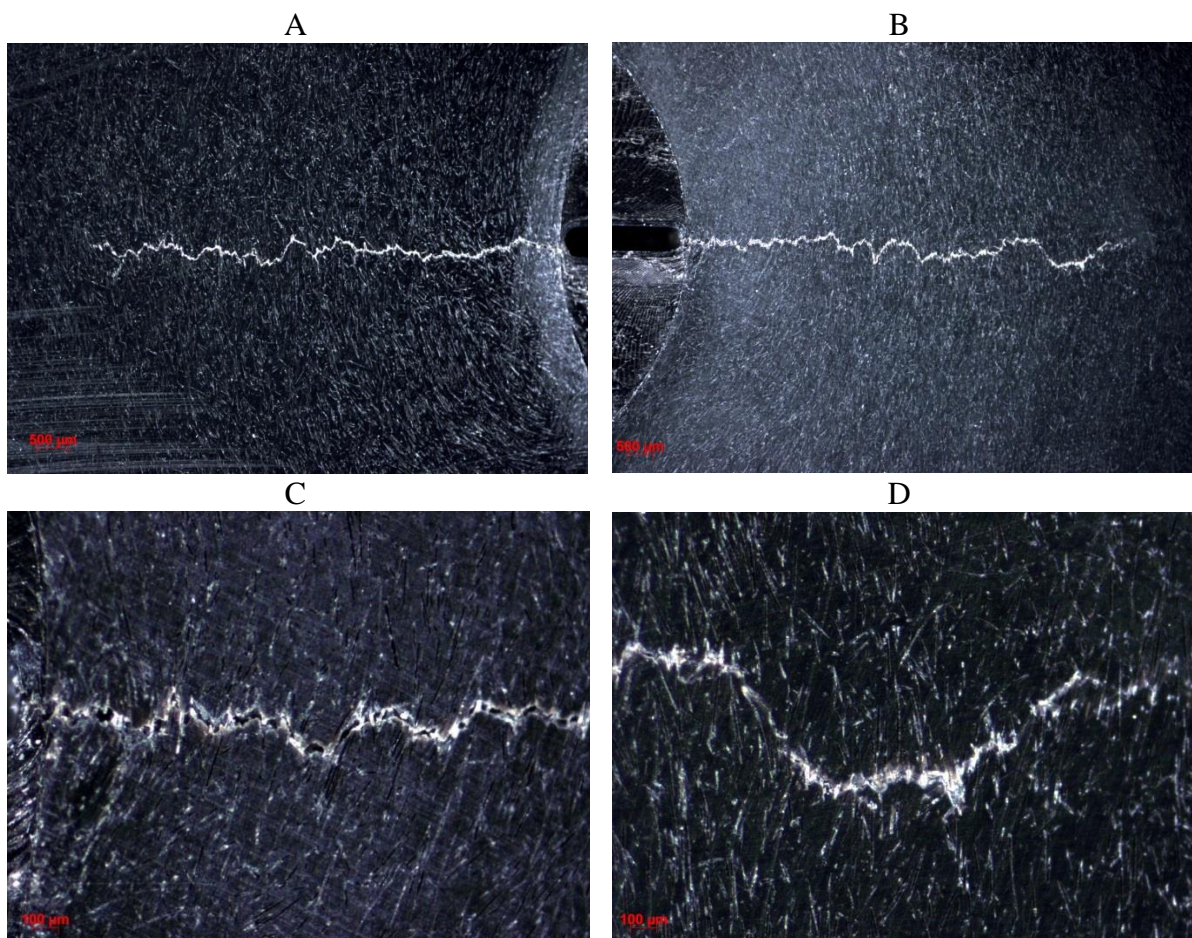


Abb. 13: Mikroskop-Aufnahmen der Mittelrissprobe. A) und B) an der Probenoberfläche sichtbarer Rissverlauf links und rechts der Mittelkerbe, C) Vergrößerung des rechten Risses unmittelbar an der Kerbe, D) Vergrößerung der Risspitze des rechten Risses

An der Rissspitze hingegen ist die Abnahme der Dichte gering, jedoch die Zunahme an inneren Oberflächen deutlich im Refraktionsbild zu erkennen, das im Vergleich zum Oberflächenriss einen nochmals größeren Bereich als geschädigt anzeigt. Die an der geschliffenen Oberfläche erkennbare Risslänge der linken (ca. 8mm) und rechten (ca. 9mm) Seite ist jeweils nahezu gleich dem Refraktionsbild. An der Rissspitze ist im Mikroskopbild (Abb. 13-D) deutlich zu erkennen, dass der Oberflächenriss unterbrochen ist, was sich im Refraktionsbild als diffuser Auslauf an inneren Oberflächen zeigt.

Diskussion der Ergebnisse

Mittels des Refraktionseffektes, also der Brechung von Röntgenstrahlung an inneren Oberflächen infolge des Dichteunterschieds verschiedener Materialien, lassen sich Faser-Kunststoff-Verbunde (FKV) sehr effektiv untersuchen. Sehr aussagekräftig wurde diese Technik auf endlosfaserverstärkte Kunststoffe auch in-situ mechanischer Beanspruchung angewendet. Mit der Kenntnis der Faserorientierung lässt sich das intralaminare Ermüdungsverhalten und die Schädigungsmechanismen in der Faser-Matrix Grenzfläche zerstörungsfrei an undurchsichtigen Werkstoffen (CFK, gefärbte FKV) bestimmen [11, 12, 14]. Qualitativ wurde das Verfahren auch schon seit geraumer Zeit [2] zur Charakterisierung kurzfaserverstärkte Thermoplaste angewendet, aber erst die Erweiterung [3, 4] der Theorie auf die Bestimmung der Faserorientierungsverteilung erlaubte es, quantitativ die durch Schädigungsprozesse entstandenen inneren Oberflächen von den Grenzflächensignalen des ungeschädigten Werkstoffs zu trennen.

Die Forschungshypothese, ob an einer scharfen Kerbe das Degradationsverhalten kurzfaserverstärkter Thermoplaste sich grundsätzlich anders darstellt, als in einem homogenen Spannungsfeld einer ungekerbten Probe kann wie folgt beantwortet werden: Die Kerbe bewirkt eine Spannungskonzentration ($K_{t_n}=9,8$ [8]) am Kerbgrund, sodass der Schädigungsprozess auf ein vergleichsweise kleines Probenvolumen beidseitig der Mittelkerbe beschränkt bleibt. Der geschädigte Probenbereich ist jedoch messbar größer, als der an der Probenoberfläche sichtbare Riss. Das durch Refraktionseffekte abgebildete Band von Mikroschäden ist deutlich breiter als der Trennbruch und folgt auch nicht seinem Zickzack-Verlauf. An der Rissspitze zeigt sich bei einem unterbrochenen Oberflächenriss, dass die Mikroschadensbildung (Mikrorissbildung an den Faserend- und Fasermantelflächen) dem Riss in einer Art plastischen Zone vorausleitet. Ob es sich hierbei nur um das Zusammenwachsen von vorhandenen fertigungsbedingten Rissen handelt, ist unwahrscheinlich. Durch den Fertigungsprozess sind die Filament-Stirnflächen ohne Sizing und schlecht an die Matrix angebunden. In anderen Untersuchungen [4, 5] wurde festgestellt, dass die Filamente sich am Ende ablösen und ausgezogen werden, also sich μm -Poren vor der Rissspitze bilden und zu einer Refraktionswerterhöhung beitragen, wie es auch in dieser Untersuchung beobachtet wurde. Über die hier dargestellte Probe hinaus wurden weitere untersucht, bei denen deutlich kürzere Anrisse vorlagen. Auch hier endete die Mikroschadensbildung unmittelbar an der Rissspitze. Somit ist davon auszugehen, dass sich infolge der mechanischen Beanspruchung Mikrorisse bilden, die nach dem Spritzgussprozess noch nicht im Material vorhanden sind.

Eine quantitative Bestimmung der durch Schädigungsprozesse gebildeten absoluten inneren Oberfläche ist nicht erfolgt. Dennoch ist anzunehmen, dass diese ein Vielfaches der Oberfläche des Trennbruchs beträgt, wie dies auch schon für ungekerbte Proben nachgewiesen wurde [4, 6]. Dies ist letztendlich auch ein Grund für die deutlich höhere Energiefreisetzungsrates, die für den Rissfortschritt in einen kurzfaserverstärkten Kunststoff im Vergleich zum unverstärkten Kunststoff aufgewendet werden muss und die die Schadenstoleranz dieser Werkstoffklasse ausmacht.

Zusammenfassung

Im Rahmen der hier dargestellten Untersuchungen an einer gekerbten PA-GF35-Probe zeigt sich, dass das Refraktionssignal die Faserorientierungsverteilung und die Mikroschädigung gleichermaßen gut abbildet. Es ist viel effektiver mit Refraktionseffekten die geschädigten Bereiche zu analysieren, deren Gesamtvolumen als Porosität weniger als 1% beträgt, als im Dichtekontrast über 99% des Probenvolumens möglichst hochpräzise mittels Röntgencomputertomographie zu erfassen, um in der Differenzbildung das kleine interessierende Defektvolumen zu visualisieren.

Auch wenn der SAXS-Aufbau gegenüber der DEI-Technik Schwächen in der Ortsauflösung aufweist, werden in einem groben Raster Faserorientierungsverteilung und Mikroschadensentwicklung richtig erfasst. Da Strahlzeit am Synchrotron ein knappes Gut ist, ist die SAXS-Technik zur begleitenden Charakterisierung der Schädigungsentwicklung in FKV unter Ermüdungsbeanspruchung vergleichsweise effektiv.

Referenzen

- [1] 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)
- [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., Goebbels, J.: „Modelling the damage behaviour of short fibre reinforced composites using a non-destructively evaluated fibre orientation distribution and micro cracking“, 15th European Conference on Composite Materials (ECCM15), Venice, 2012, (ISBN 978-88-88785-33-2)
- [4] Günzel, S.: „Analyse der Schädigungsprozesse in einem kurzglasfaserverstärktem Polyamid unter mechanischer Belastung mittels Röntgenrefraktometrie, Bruchmechanik und Fraktografie“, Dissertation Band 97, Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), (2013), ISBN 978-3-9815360-4-1
- [5] Lenke, K.: „Kurzfaserverstärktes Polyamid — Charakterisierung der Mikroschädigungsentwicklung unter zweiachsiger mechanischer Last“, Dissertation Band 141, Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), (2015), ISBN 978-3-9817502-2-5
- [6] Trappe, V., Günzel, S., Metzkes, K.: „Degradation mechanism of short-fibre reinforced polyamide due to uniaxial fatigue loading evaluated by non-destructive testing and fractometry“, International Conference on Fatigue of Composites (ICFC6) Paris 2015
- [7] 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
- [8] Belmonte, E., De Monte, M., Hoffmann, C.J., Quaresimin, M.: „Damage mechanisms in a short glass fiber reinforced polyamide under fatigue loading“, *Int. J. Fatigue* 94 (2017): 145-157
- [9] Müller, B.R., Lange, A., Harwardt, M., Hentschel, M.P.: „Synchrotron-based micro-CT and refraction-enhanced micro-CT for non-destructive materials characterization“, *Advanced Engineering Materials* 11 (2009) 435-440.
- [10] Görner, W., Hentschel, M.P., Müller, B.R., Riesemeier, H., Krumrey, M., Ulm, G., Dietsch, W., Klein, U., Frahm, R.: „BAMline: The first hard X-ray beamline at BESSY II“, *Nucl. Instrum. Meth. A*, vol. 467-468, pp. 703-706 (2001).
- [11] Trappe, V., Müller, A., Hickmann, S.: „Infinite Life of CFRP Evaluated Non-Destructively with X-Ray-Refraction Topography In-Situ Mechanical Loading“, 19th World Conference on Non-Destructive Testing, Munich 2016
- [12] Trappe, V., Hickmann, S., Sturm, H.: „Bestimmung des Zwischenfaserbruchversagens in textilverstärktem Glasfaserkunststoff mittels der Röntgenrefractionstopografie“, *MP Materials Testing* Vol. 50-10, pp. 615-622, (2008)
- [13] Advani, S.A., Tucker, C.L.: „The Use of Tensors to Describe and Predict Fiber Orientation in Short Fiber Composites“, *J Rheology* 31-8 (1987) 751-784
- [14] Trappe, V., Harbich, K.-W., „Intralaminar fatigue behaviour of carbon fibre reinforced plastics“, *International Journal of Fatigue* 2006 (28) 10, 1187-1196