

Untersuchung der Mikrorissbildung in Faserkunststoffverbunden mittels Röntgenrefraktions- und Schallemissionsmessung

Hans-Peter ORTWEIN, Jürgen BOHSE, Volker TRAPPE
Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung
(Hans-Peter.Ortwein@bam.de)

Kurzfassung. Hinsichtlich Materialermüdung in Faserkunststoffverbunden besteht – verglichen mit anderen Aspekten des Faserverbundeleichtbaues – noch erheblicher Forschungsbedarf. Schon weit vor den globalen Festigkeiten des Laminates treten eine Vielzahl von Zwischenfaserbrüchen und vereinzelte Faserbrüche auf. Die Dichte dieser Mikrorisse soll als Indikator für den Zustand des Verbundes genutzt werden. Ihre Ermittlung stellt insbesondere bei Kohlenstofffasern eine Herausforderung dar. Über vergleichende Messungen mit der Schallemissionsanalyse (SEA) und der Röntgenrefraktionsanalyse (RR) wird die Entwicklung der Rissdichte bei Belastung untersucht. Die SEA zeichnet die Entstehung der Risse auf und kann wegen der kompakten Messtechnik auch gut am Bauteil eingesetzt werden. Die RR beobachtet die Änderung der inneren Grenzflächen, die ebenfalls eine Entwicklung der Rissdichte widerspiegelt. Sie ist allerdings zurzeit nur als Laborverfahren geeignet. Der Vortrag berichtet über den aktuellen Stand des vergleichenden Einsatzes beider Verfahren an Zugproben und Modellbehältern.

Einführung

In der Fahrzeugindustrie sind zurzeit Druckgasspeicher mit bis zu 700 bar Betriebsdruck das Mittel der Wahl, um Erdgas oder Wasserstoff als Treibstoff für Fahrzeuge zu speichern. Wegen der hohen spezifischen Festigkeiten und der Möglichkeit, die Verstärkungsfasern belastungsgerecht auszurichten, werden bevorzugt Faserkunststoffverbunde zur Fertigung der Behälter eingesetzt. Wegen der großen gespeicherten Energiemengen handelt es sich um sicherheitskritische Bauteile, deren Versagen unter allen Umständen auszuschließen ist. Während für metallische Druckbehälter bewährte Verfahren etabliert sind, befinden sich die Regelwerke und Prüfverfahren für Kompositdruckbehälter teilweise noch in der Entwicklung. Aufgrund der grundlegend anderen Schädigungsmechanismen ist eine direkte Übertragung von Prüfverfahren aus der Prüfung metallischer Druckbehälter nicht sinnvoll. Die hydraulische Überdruckprüfung erhöht die Sicherheit zwischen den Prüfintervallen bei Metalldruckbehältern, indem vorhandene Risse entweder in der Risspitze plastifizieren und verlangsamen oder schon während der Prüfung zur Leckage führen. Wenn in für sicher befundenen Behältern der darauf folgende Betriebsdruck weit unter dem Prüfdruck bleibt, ist im Weiteren kein kritisches Risswachstum zu erwarten. In Kompositdruckbehältern ist das Schädigungsverhalten ein anderes: die rissverzögernde Wirkung von Überlast ist hier nicht gegeben. Jede Belastung, und damit insbesondere auch eine Überdruckprüfung, führt zu einer Zunahme diffus verteilter Schädigung [1].

Deshalb sind geeignete Prüfverfahren zur Zustandsüberwachung gesucht, die die klassische hydraulische Überdruckprüfung ersetzen können. Ein möglicher Ansatz ist die

Nutzung der Schallemissionsmesstechnik [1],[2],[3],[8]. Zur effektiven Nutzung dieser Technik ist aber ein noch besseres Verständnis der Schädigungsprozesse in Druckbehältern aus Faserkunststoffverbunden nötig. Einen Beitrag dazu soll der im Folgenden vorgestellte Ansatz der Untersuchung des Zwischenfaserrisswachstums mittels Röntgenrefraktions- und Schallemissionsmessung liefern.

Methodisches Vorgehen

Analyse der Zwischenfaserbruchentwicklung zur Lebensdauerabschätzung

Die Betrachtung der Belastung des Werkstoffes in Druckbehältern konzentriert sich oft auf die Faserbelastung. Es gibt jedoch wichtige Gründe, detaillierter die Matrixschädigung zu betrachten.

Unter Zeitstandlast (Druckbehälter: hohe Fülldrücke bei wenigen tausend Lastwechseln) bestimmen die Kriecheigenschaften und der Schädigungszustand der Matrix die Lebensdauer, da Faserrisse von der Matrix überbrückt werden und die Fasern gestützt werden müssen [1]. Die Fasern selbst unterliegen im Falle von Kohlenstofffasern keiner nennenswerten Alterung. Matrixschäden treten schon weit vor dem endgültigen Versagen der Struktur auf, und können damit als Indikator für den Schädigungszustand dienen. Als Zielstellung ergibt sich damit, die Zwischenfaserrissentwicklung als Zustandsvariable für die Werkstoffschädigung zu nutzen. Das Vorgehen besteht im gezielten Einbringen von Zwischenfaserbrüchen in Werkstoffproben, das mittels zweier zerstörungsfreier Prüfverfahren beobachtet wird.

Modellbehälter

Die genutzten $[+54^\circ, -54^\circ, -54^\circ, +54^\circ]$ -Rohrproben von 44mm-Durchmesser und 1mm Wandstärke werden im Gegensatz zu typischen Behältern nicht im Nasswickelverfahren sondern im Resin-Transfer-Moulding-Verfahren aus Kohlenstofffasergelege und Epoxidharz hergestellt. Die selbst entwickelte Druckprüfeinrichtung, bestehend aus Klemmstücken und Druckmembran, ermöglicht eine leichte Handhabbarkeit (Abb. 1). Der Spannungszustand in den Einzelschichten jedes als Isotensoid ausgelegten Druckbehälters ist durch einige wichtige Eigenschaften gekennzeichnet. Zu nennen sind (Abb. 1):

- die biaxiale Zugbelastung in der Ebene bei gleichen Dehnungen, also kombinierte Längs- und Querszugbelastung bezogen auf die Faserrichtung
- vernachlässigbare Schubspannungen in den Einzelschichten.

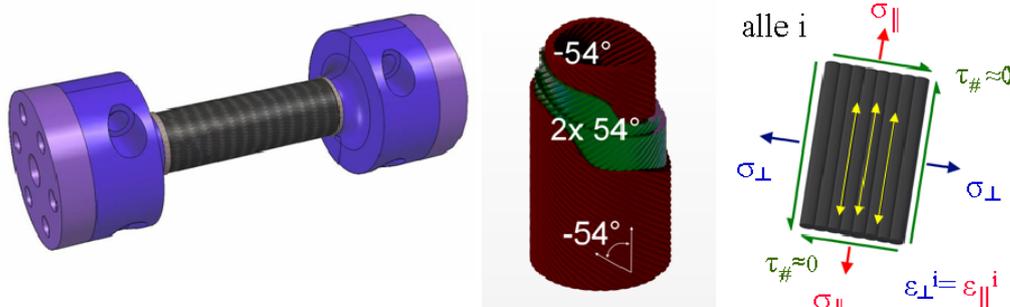


Abbildung 1: Innendruckprüfeinrichtung für Rohrproben, Lagenaufbau und Spannungen in den Einzelschichten

Zugproben

Dies ermöglicht Teilaspekte der Belastung in uniaxialen Zugversuchen nachzustellen. Die verwendeten Halbzeuge, ein Gelege aus der Toray T700-Faser und das Huntsman Harzsystem LY564, sind die gleichen wie in den Modellbehältern. Wird die faserparallele Spannung in der Längsschicht so gewählt wie die in allen Schichten im Modellbehälter, so ergeben sich partiell vergleichbare Werkstoffbelastungen. In der Längsschicht (0°) von kompakten $[0^\circ, 90^\circ, 90^\circ, 0^\circ]$ -Zugproben (Abb. 2) findet man:

- nun isoliert auftretende Längs- bzw. Quersugbelastungen
- vergleichbare Quersugbelastung in der 90° -Schicht und somit eine ähnliche Zwischenfaserbruchentwicklung wie im Behälter.

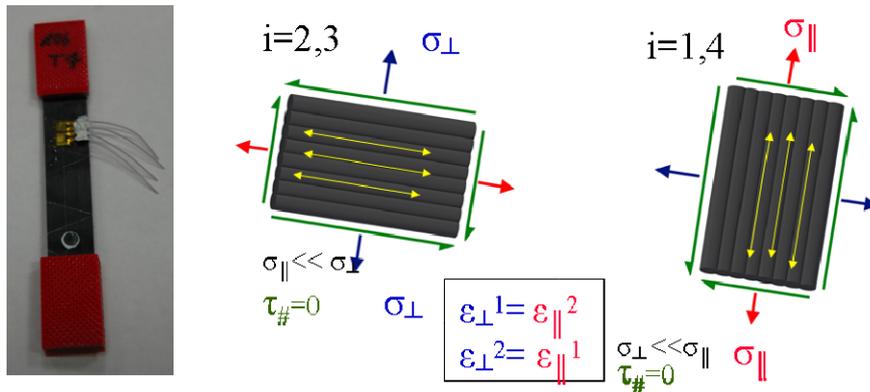


Abbildung 2: $[0^\circ, 90^\circ, 90^\circ, 0^\circ]$ -Zugprobe (170mm x 15mm x 1mm) mit Aufleimern; Spannungen in den Einzelschichten

Experimentelle Methoden

Schallemissionsanalyse (SEA):

Die SEA ist ein etabliertes, mobiles ZfP-Verfahren. Sie detektiert und bewertet die unter Belastung emittierten Körperschallsignale einer Probe oder eines Bauteils. Zu den Vorteilen zählen:

- die Möglichkeit, die „Entstehung neuer Risse“ in Echtzeit zu beobachten
- die mögliche Ortung der Schallquellen
- die unter günstigen Bedingungen durchführbare Unterscheidung typischer Signalarten, die beispielsweise eine Unterscheidung von Faser- und Zwischenfaserbrüchen erlaubt
- die Fähigkeit, mit geringem Sensoraufwand auch größere Bauteile überwachen oder prüfen zu können.

Als wesentlicher Nachteil muss die schwierige Unterscheidung schädigungsrelevanter Bruchsignale von Störsignalen (etwa Reibvorgängen) genannt werden [2],[3].

Röntgenrefraktionstopographie (RR)

Die an der BAM von Hentschel [4] entwickelte Röntgenrefraktionsmessung ist ein Laborverfahren basierend auf einem modifizierten Röntgenkleinwinkelstreuenaufbau, wie er zur Strukturaufklärung mesoskopischer Materialien eingesetzt wird. Allerdings wird ein fester Streuwinkel ausgewertet und der Messeffekt wird von Brechungseffekten an inneren Grenzflächen der Proben dominiert. Diese inneren Grenzflächen sind Faser-Matrix-Grenz-

flächen, Lunker und Mikrorisse, wobei eine gemessene Änderung der Inneren Oberfläche direkt ein Maß für die Änderung der Rissdichte darstellt. Bei der RR wird die Probe durch den Messstrahl bewegt, was eine flächige Darstellung der Rissdichtenzunahme ermöglicht (Abb. 3) [5].

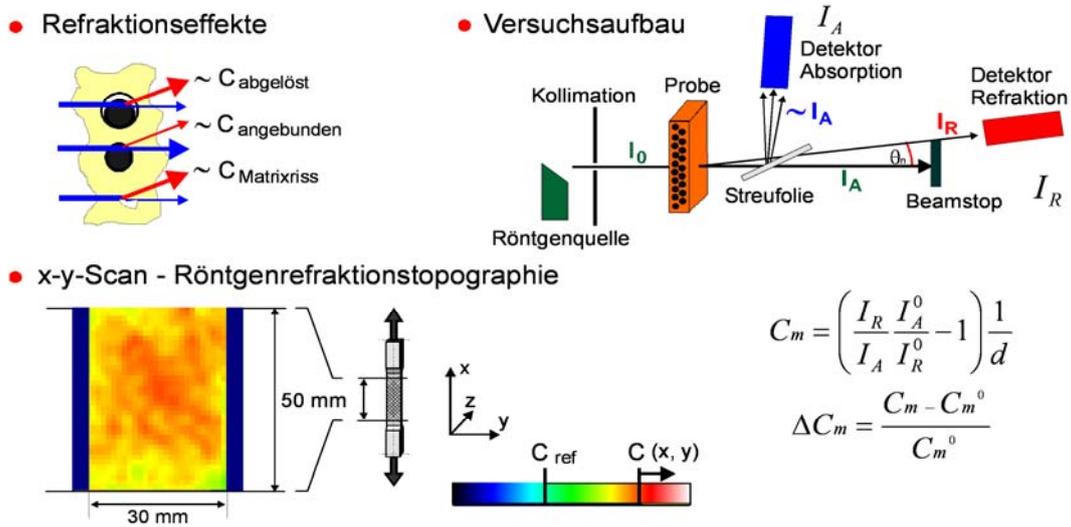


Abbildung 3: Röntgenrefraktionstopographie – Messprinzip und Versuchsaufbau [5]

Ergebnisse

Zugversuche

An $[0^\circ, 90^\circ, 90^\circ, 0^\circ]$ -Proben wurden gestufte Zugversuche begleitet von SEA und RR durchgeführt. Für die Dauer der Röntgenrefraktionsscans (Abb. 4) wurde die Laststeigerung für ca. 10h weggesteuert angehalten.

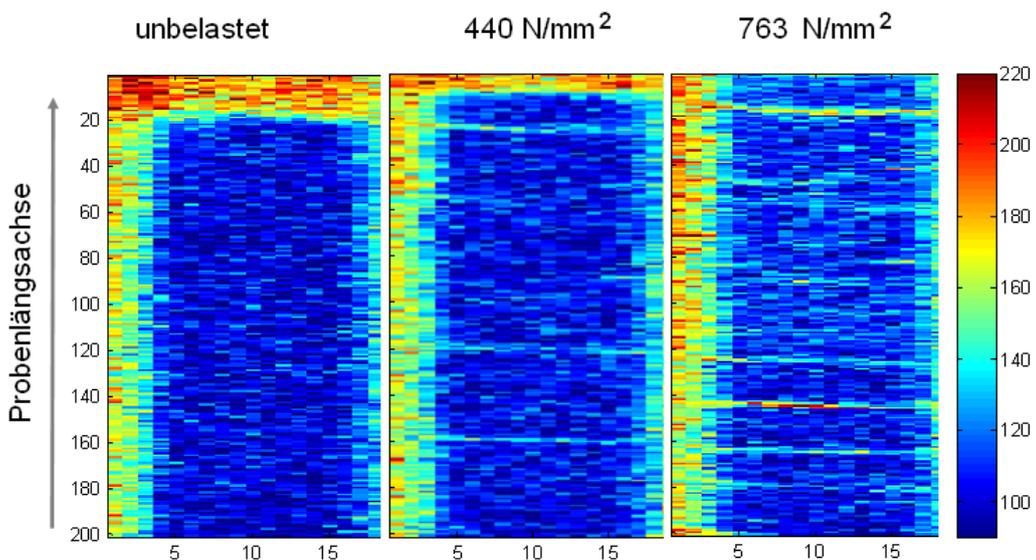


Abbildung 4: In-Situ-Röntgenrefraktionsmessung $0/90^\circ$ -Zugversuch – Röntgenrefraktionsscans bei 0MPa, 440 MPa und 763MPa (vgl. Abb. 5 und 6)

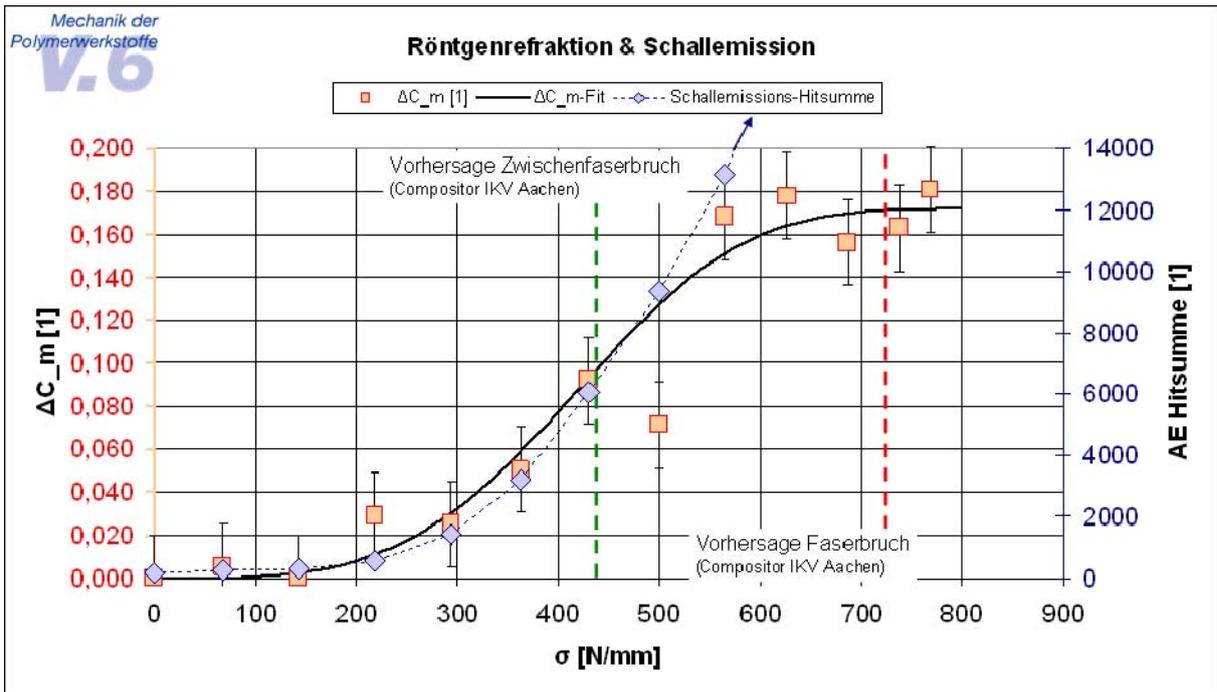


Abbildung 5: In-Situ-Röntgenrefraktionsmessung und Schallemissionshitsumme im 0/90°-Zugversuch

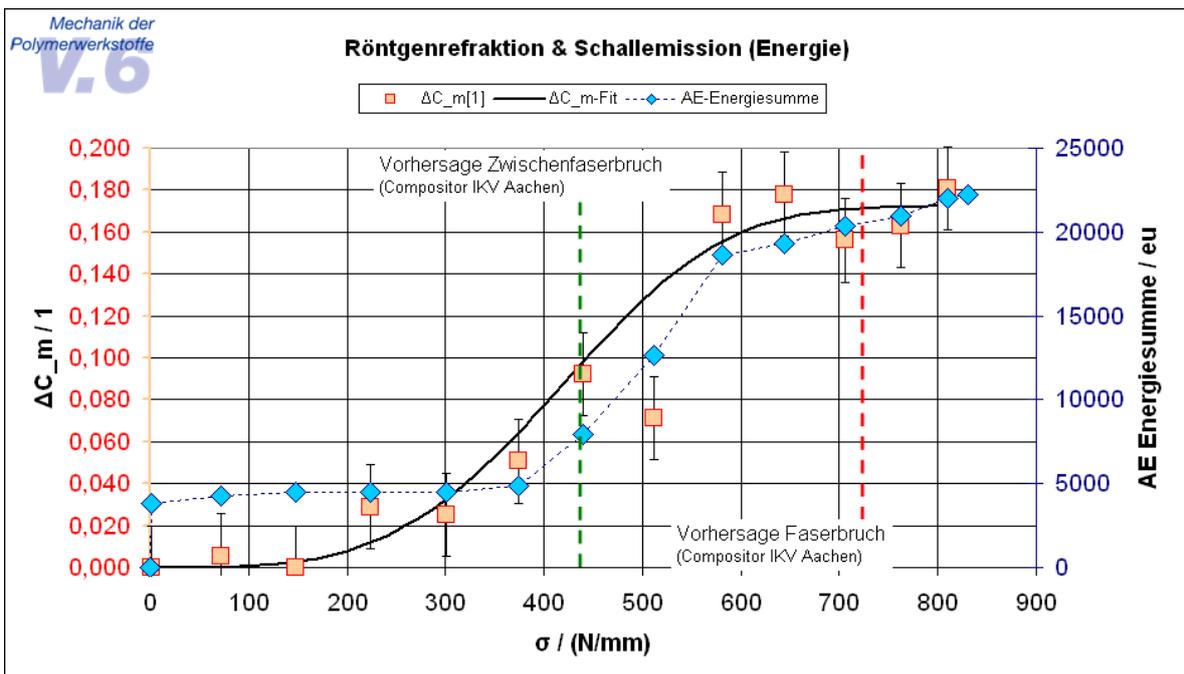


Abbildung 6: In-Situ-Röntgenrefraktionsmessung und Schallemissionsenergiesumme im 0/90°-Zugversuch

Vor den Versuchen wurde der Spannungsbereich des Versagens der Querschicht (Zwischenfaserbruch) und der Längsschicht (Faserbruch) mit der schichtweisen Festigkeitsanalyse (SFA) errechnet [6]. Die zugehörigen Spannungsniveaus sind in den Diagrammen gestrichelt eingezeichnet.

Im Vergleich von RR und der Summe der SE-Ereignisse (Abb. 5, 6) soll hervorgehoben werden:

- Die RR zeigt im Gegensatz zur Schallemissionshitsumme eine Sättigung, die mit dem aus der Literatur bekannten Characteristic Damage State (CDS) [5], [7] für den Zwischenfaserbruch gedeutet wird
- Im Bereich von 200N/mm^2 bis 700N/mm^2 sind die Signalenergien am größten, von 700N/mm^2 an bis zum Bruch geringer. Damit zeigt die Schallemissionsenergiesumme einen zur RR ähnlichen Verlauf (Abb. 6)
- Die Schallemissionshitsumme kann ohne Signalklassifizierung noch nicht zwischen Faserbruch, Zwischenfaserbruch und Störgeräuschen aus der Einspannung unterscheiden und diesen CDS damit hier nicht abbilden (Abb. 5)
- Beide Verfahren stellen weit vor dem nach SFA vorhergesagten Zwischenfaserbruch eine beginnende Mikroschädigung fest.

Modellbehälterversuche

An Rohrproben werden mit Hilfe der eigens entwickelten Druckprüfeinrichtung (Abb.1) in einer Impulsprüfanlage Zyklerversuche durchgeführt. Der Maximaldruck der schwelenden Last wurde mit 180 bar ($R=0,1$; $10/\text{min}$) etwas unterhalb der Hälfte des mittleren gemessenen Berstdruckes an baugleichen Rohren von 370 bar gewählt. So sind die Querdehnungen bereits groß genug, um Zwischenfaserbruch zu initiieren. Dabei wurde die Schädigungszunahme mit der RR und SEA beobachtet. Die Betriebsbelastungen in realen Behältern sind auf ähnlichem Niveau. Zur RR-Messung werden die Proben periodisch aus dem Impulsprüfstand ausgebaut. Die Schallemissionsmessung erfolgt während der Belastung. Für die spätere Auswertung der Schallemission wurde vor und nach den Zyklierungsphasen je zwei trapezförmige Druckrampen bis 180bar angefahren.

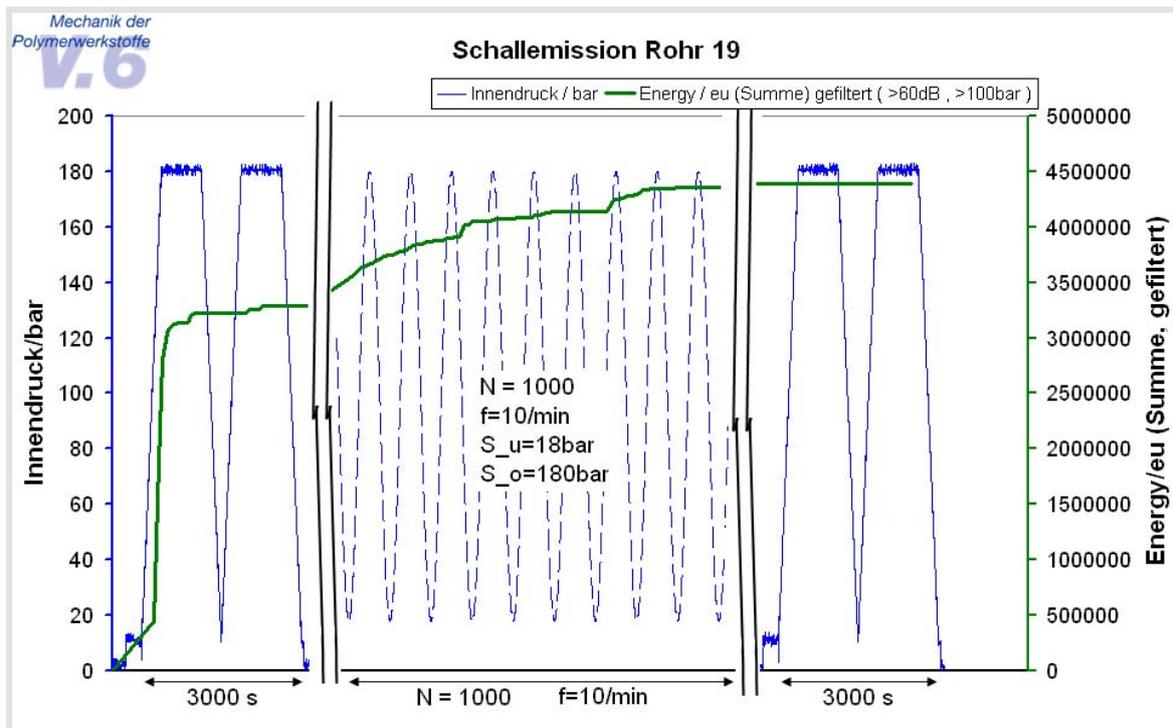


Abbildung 8: In-Situ-Schallemissionsergebnis Energie-Summe bei Erstbelastung, Druckzyklierung über 1000LW und nach der Zyklierung

Von den Daten aus der Schallemissionsmessung ist die Energiesumme gezeigt (Abb. 7). Die Signale wurden gefiltert, so dass nur solche über 60dB_{AE} Maximalamplitude und bei Innendruck größer 100bar dargestellt werden. Mit hoher Wahrscheinlichkeit werden damit nur Events von Schädigungsprozessen (Rissbildung, -wachstum) erfasst. Aus vorherigen Erfahrungen ist bekannt, dass viele und energiereiche Signale bei der Erstbelastung eines Behälters auftreten. Dies ist in Abbildung 7 auch deutlich zu erkennen. Um nach vorangegangener Belastung neue Schallemission zu generieren, müssten die Prüfdrücke nach der Zyklisierung gesteigert werden. Dies war jedoch im Rahmen der RR-Messung nicht geplant.

Zum Vergleich mit der RR liegen zurzeit noch wenige Messwerte vor. Die jeweils vor und nach den 1000 Lastwechseln durchgeführten Scans zeigen für das hier dargestellte Beispiel eine Steigerung des Refraktionswertes um 12%. In einem Versuch ohne Schallemissionsmessung zeigte sich eine Zunahme in den ersten 1000 Lastwechseln von 19%, wohingegen nach dem Versagen bei 10.000LW im optisch noch scheinbar intakten Bereich eine Steigerung von nur weiteren 14% zu ermitteln war. Dies deutet einen Sättigungseffekt der Zunahme der inneren Oberfläche (vgl.: [5], [7]) an.

Zusammenfassung und Ausblick

Das Zwischenfaserrisswachstum, als möglicher Indikator für die Schädigung in Faserverbundwerkstoffen, wurde in situ an Zugproben beobachtet. Die genutzten Verfahren Schallemissionsanalyse und Röntgenrefraktionsmessung weisen übereinstimmend schon vor dem nach schichtweiser Festigkeitsanalyse vorhergesagten Versagen der Querschicht eine Schädigungszunahme nach. Die verglichen mit Berechnungen frühe Ausbildung von Matrixschäden verdeutlicht den theoretisch oft vernachlässigten Unterschied zwischen Einzelschicht und Verbund. Auch an Modellbehältern konnte mit den Verfahren die Zwischenfaserbruchentwicklung nachgewiesen werden. Wie bereits an den Modellbehältern begonnen, werden weitere Versuche zur Nutzung der Zwischenfaserrissdichte zur Lebensdauererforschung bei biaxialer Belastung unternommen. Auch der Verlauf der Matrixrissentwicklung bei der Erstbelastung von Behältern soll genauer untersucht werden. Hier sei auf den Beitrag [8] des Kolloquiums verwiesen.

Referenzen

- [1] A. Bunsell u. a., „Damage accumulation and lifetime prediction of carbon fiber composite pressure vessels“, Proceedings of the ASME 2010 pressure vessels and piping division, 2010
- [2] Nondestructive Testing HANDBOOK, Vol. 6 Acoustic Emission Testing, 3rd. Ed., ASNT, 2005
- [3] J. Bohse, „Acoustic Emission Examination of Polymer Matrix Composites“, J. Acoustic Emission, 22, 2004
- [4] M.P. Hentschel, K.-W. Harbich, und A. Lange, „Nondestructive evaluation of single fibre debonding in composites by X-ray refraction“, NDT & E International Vol. 27/ 5, 1994
- [5] V. Trappe, S. Hickmann, H. Sturm, „Bestimmung des Zwischenfaserbruchversagens in textilverstärktem Glasfaserkunststoff mittels der Röntgenrefraktionstopographie“, MP Materials Testing, Vol. 50/10, 2008
- [6] N. N., COMPOSITOR – Hilfsmittel zur Analyse von Laminaten aus Faserkunststoffverbunden, Version 4.1 IKV Aachen, 2009
- [7] K. Schulte., „Faserverbundwerkstoffe mit Polymermatrix – Aufbau und Mechanische Eigenschaften –“, DLR-FB 92-28, DLR, 1992
- [8] E. Duffner, C. Gregor und J. Bohse, „Überwachung der Fertigungsqualität von Faserverbund-Druckbehältern mittels Schallemissionsprüfung“, 18. Kolloquium Schallemission, Wetzlar, 27.-28.10.2011