

# Quantitative Bestimmung von Porositäten in kohlefaserverstärkten Kunststoffen mittels Pulsthermographie

Günther MAYR\*, Günther HENDORFER\*, Jürgen GRUBER\*, Bernhard PLANK\*,  
Jakov SEKELJA\*\*

\* FHOÖ Forschungs & Entwicklungs GmbH, Stelzhamerstraße 23, A-4600 Wels

\*\* FACC AG, Fischerstraße 9, A-4603 Ried im Innkreis

**Kurzfassung.** Diese Arbeit zeigt die Anwendung der Temperaturleitfähigkeitsbestimmung mittels Pulsthermographie zur quantitativen Bestimmung von Porositäten in kohlefaserverstärkten Kunststoffen. Die Untersuchung der Wärmeleitung durch einen porösen Körper anhand von analytischen und numerischen Modellen ergibt, dass die Porenmorphologie, im speziellen die örtliche Verteilung und die Form, einen entscheidenden Einfluss auf die gemessene effektive Temperaturleitfähigkeit hat. Die Ergebnisse der Puls-Thermographie korrelieren mit den Ultraschallergebnissen, der derzeitigen Standardmethode in der Luftfahrtindustrie.

## 1 Einführung

### 1.1 Porosität in kohlenfaserverstärkte Kunststoffen

Die mechanischen Eigenschaften von kohlenfaserverstärkten Kunststoffen (CFK) zeigen eine starke Abhängigkeit vom Volumen der Hohlräume. Das Volumenverhältnis der sogenannten Poren  $V_P$  zum Gesamtvolumen  $V$  wird als Porosität  $\Phi = V_P / V$  bezeichnet. Grundlegende Studien über das mechanische Verhalten von porösen CFK Bauteilen zeigen, dass schon ab einer Porosität von 0,9 % die interlaminaire Schubfestigkeit deutlich abnimmt [1]. Weiters kann ein Anstieg der Porosität von einem Prozentpunkt zu einer deutlichen Verminderung der Schubfestigkeit um bis zu 7 % führen [2]. Aufgrund dieses starken Einflusses auf das mechanische Verhalten werden vor allem in der Luftfahrtindustrie große Anstrengungen unternommen, sämtliche Bauteile quantitativ auf Porosität hin zu bewerten.

### 1.2 Zerstörungsfreie Nachweis von Porosität

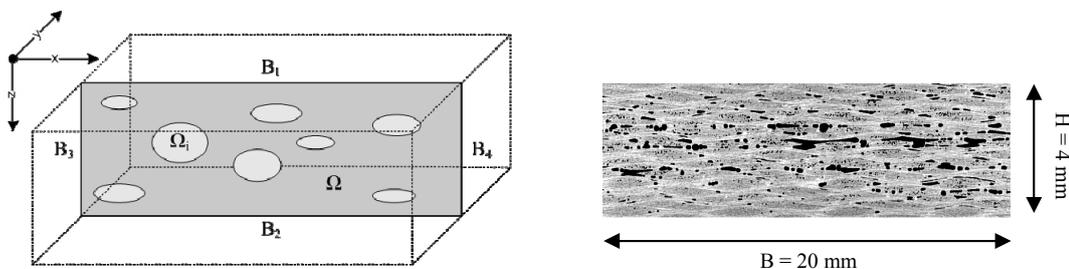
Die derzeitige Standardmethode zur zerstörungsfreien Prüfung von CFK-Bauteilen ist die Ultraschall Prüfung. In verschiedenen Studien konnte gezeigt werden, dass die Amplitudenabschwächung des Ultraschallsignals mit dem Porositätsgehalt und der Porenmorphologie korreliert [3,4]. Speziell bei der Untersuchung von großflächigen und komplex - geformten CFK-Bauteilen hat die Ultraschall Prüfung den Nachteil, dass bei der gegebenen kontaktbehaftete Messung eine aufwendige Mechanik notwendig ist. Bei der vollständigen Prüfung eines Bauteils verursacht die rasterförmige Abtastung zusätzlich einen hohen Zeitaufwand. Eine Alternative zur Prüfung großflächige Bauteile ist das

berührungslose Verfahren der Pulsthermographie. Vorangegangne Studien [5, 6] zeigen, dass die effektive Temperaturleitfähigkeit als Maß für die Porosität verwendet werden kann. Diese physikalische Größe kann mittels Pulsthermographie bildgebend für jeden Punkt der Probenoberfläche bestimmt werden. Um nun aus der gemessenen Temperaturleitfähigkeit die Porosität quantitativ ermitteln zu können, müssen sämtliche Einflussfaktoren, wie etwa die Porenform, -verteilung, -größe und –lage bekannt sein [7]. Aus diesem Grund werden in dieser Arbeit analytische und numerische Modelle zur Beschreibung der Wärmeleitung in porösen Körpern vorgestellt und anhand von Messdaten verifiziert.

## 2. Wärmeleitungsmodelle

### 2.1 Wärmeleitung in einem porösen Körper

Zur Modellierung des Wärmetransportes wird der zu untersuchende CFK – Körper als 2-Phasen-System aufgefasst (Abb. 1). Die kontinuierliche Phase  $\Omega$  stellt die Faser-Harz-Matrix dar und die disperse Phase  $\Omega_i$  beschreibt die dabei eingeschlossenen Poren.



**Abbildung 1.** Darstellung des 2-Phasen-Modells (links) und ein exemplarisches Querschnittsbild normal zur Faserrichtung, ermittelt aus einer Röntgen Computertomographie Messung (rechts).

Zur Beschreibung der Wärmeleitung in diesem System kann die Fourier'schen Differentialgleichung (Gl. 1) mit der Dichte  $\rho$ , der Wärmekapazität  $c$ , der Temperatur  $T$ , der Zeit  $t$ , der Wärmeleitfähigkeit  $\lambda$  und den Ortskoordinaten  $x, y, z$  verwendet werden:

$$\rho(x, y, z) \cdot c(x, y, z) \cdot \frac{\partial T(t, x, y, z)}{\partial t} = \nabla(\lambda(x, y, z) \cdot \nabla T(t, x, y, z)). \quad (1)$$

Die Materialeigenschaften können hierbei nicht als konstant angenommen werden, sondern müssen als diskontinuierliche Funktionen des Ortes formuliert werden. Diese Art der Differentialgleichung erlaubt allerdings keine exakte analytische Lösung nach der Temperatur. Als Lösungsmethode wird daher nun einerseits die Approximation eines effektiven Mediums und andererseits die numerische Lösung mittels der Finiten Elemente (FE) Methode verwendet.

### 2.2 Analytisches Lösung mittels Approximation eines effektiven Mediums

Um die Approximation durch ein effektives Medium anwenden zu können, muss eine gewisse Homogenität der dispersen Phase vorliegen. Ein Kriterium dafür lieferte Kerrisk [8] mit dem sogenannten „Criterion for Homogeneity“:  $D \cdot \Phi^{-(1/3)} < H / M$ , wobei für diese Untersuchungen ein empirischer Faktor von  $M = 100$  angewendet wird.  $D$  und  $H$  stehen für

den maximalen Porendurchmesser und die Probendicke. Wird dieses Kriterium erfüllt, kann die effektive Temperaturleitfähigkeit

$$a_{eff.} = \lambda_{eff.} / (\rho c)_{eff.} \quad (2)$$

ermittelt werden. Die effektive Wärmespeicherszahl  $(\rho c)_{eff.}$  wird durch eine Linearkombination der beiden Phasen (Indizes P ... Pore, Indizes M ... Matrix)

$$(\rho c)_{eff.} = \Phi \cdot (\rho c)_P + (1 - \Phi) \cdot (\rho c)_M \quad (3)$$

Bestimmt werden. Durch die Modellierung eines anisotropen Materials ist die Wärmeleitfähigkeit als Tensor 2. Klasse zu berücksichtigen. Dadurch muss bei der Berechnung der effektiven Temperaturleitfähigkeit auch die Porenmorphologie mit eingeschlossen werden [9]:

$$\lambda_{eff.} = \lambda_M + \Phi \cdot \frac{\lambda_P - \lambda_M}{1 + f \cdot \frac{\lambda_P - \lambda_M}{\lambda_M}}, \quad (4)$$

wobei  $f$  den Depolarisationsfaktor beschreibt. Der Depolarisationsfaktor berücksichtigt mithilfe des Formfaktors  $m_{xz} = s_x / s_z$  bzw.  $m_{yz} = s_y / s_z$  (auf das Koordinatensystem projizierte Länge der Hauptachse  $s_x, s_y$  zur Länge der Nebenachse  $s_z$ ) die Geometrie der Pore. Der Depolarisationsfaktor  $f$  unterscheidet sich für den Fall einer zwei- bzw. dreidimensionalen Geometrie:

$$f_{2D} = \frac{m}{m+1} \quad \text{und} \quad f_{3D} = \frac{m^2}{m^2-1} - \frac{m^2}{(m^2-1)^{3/2}} \arcsin\left(\frac{(m^2-1)^{1/2}}{m}\right). \quad (5) \text{ und } (6)$$

Zur Verifizierung dieses analytischen Modells, welches auf verschiedenen Näherungen basiert [10], werden nun die numerische Lösung für den zweidimensionalen (2D) Fall und die Pulsthermographie Messungen für den dreidimensionalen (3D) Fall verwendet.

### 2.3 Numerische Lösung mittels der Finiten Elemente Methode

Zur numerischen Berechnung wird die FE Methode verwendet. Die Berechnung basiert auf dem physikalischen Modell der zweidimensionalen Fourier'schen Differentialgleichung:

$$\rho(x, z) \cdot c(x, z) \cdot \frac{\partial T(t, x, z)}{\partial t} = \nabla(\lambda(x, z) \cdot \nabla T(t, x, z)). \quad (7)$$

Die Anregung durch eine Blitzlampe am Rand B1 (siehe Abb. 1) wird durch eine Neumann'sche Randbedingung modelliert, wobei die Wärmestromdichte  $\dot{q}$  für eine Zeitdauer  $t_p$  anliegt und die Ränder B2, B3 und B4 als adiabatisch gelten:

$$-\lambda \cdot \nabla T|_{B1} = \begin{cases} \dot{q} \rightarrow t \in [t_0, t_p] \\ 0 \rightarrow t \in [t_p, t_{end}] \end{cases} \quad \text{und} \quad -\lambda \cdot \nabla T|_{B2, B3, B4} = 0, \quad (8) \text{ und } (9)$$

mit  $\dot{q} = 2 \times 10^6 \text{ W} / \text{m}^2$  und  $t_p = 50 \text{ ms}$ . Die Materialparameter der kontinuierlichen Phase wurden anhand von Messungen bestimmt:  $k_M = 0,8 \text{ W} / (\text{mK})$ ,  $\rho_M = 1600 \text{ kg} / \text{m}^3$  und  $c_M = 1200 \text{ J} / (\text{kgK})$ . Die Wärmeleitung in den Poren wird aufgrund des geringen Einflusses vernachlässigt. Die Simulationszeit beträgt  $150 \text{ s}$  bei einer zeitlichen Abtastung von  $40 \text{ ms}$ , was einer Bildwiederholfrequenz von  $25 \text{ Hz}$  entspricht. Die Simulation liefert als Ergebnis ein 2D Temperaturfeld  $T(t, x)$  in Abhängigkeit der Zeit und des Ortes. Aus diesen Temperaturwerten lässt sich nun die effektive Temperaturleitfähigkeit berechnen. Diese Methode gleicht dem Algorithmus, welcher bei der Pulsthermographie Messung im Transmissionsmodus angewendet wird. Eine genaue Beschreibung der Methoden zur Temperaturleitfähigkeitsbestimmung erfolgt daher im nächsten Kapitel.

### 3. Experiment

#### 3.1 Proben

Für die experimentellen Untersuchungen wurden 15 unterschiedliche CFK - Proben mit der Dimension  $(40 \times 20) \text{ mm}^2$  verwendet. Durch die Variation der Prozessparameter werden unterschiedliche Porositäten im Bereich von 0 % bis 5.8 % hergestellt. Die Probendicken  $L$  des 20-lagigen Prepreg Aufbaus variieren je nach Porosität zwischen 4,4 mm und 5,0 mm. Der Faseranteil beträgt zirka 60 % der Gesamtmasse.

#### 3.2 Pulsthermographie

Zur Bestimmung der ortsabhängigen effektiven Temperaturleitfähigkeit wird ein Pulsthermographie Aufbau im Transmissionsmodus verwendet (Abb. 2). Mithilfe einer langwelligen IR-Kamera (FPS = 25 Hz,  $\Delta T = 80 \text{ mK}$ ) wird die zeitliche Temperaturentwicklung für jede Position auf der Vorderseite der Probe gemessen. Die aktive thermische Anregung der Rückseite erfolgt dabei durch die Absorption der Strahlung eines Blitzlichtes ( $Q = 6 \text{ kJ}$ ,  $t_p = 4 \text{ ms}$ ).

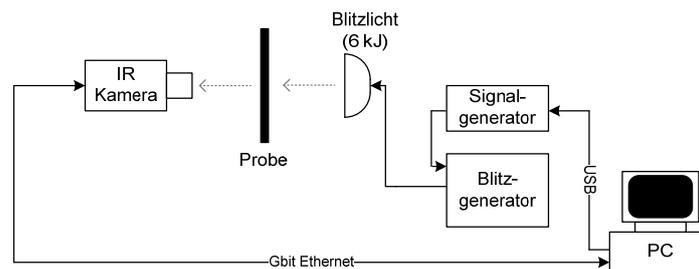


Abbildung 2. Aufbau der Pulsthermographie im Transmissionsmodus.

Aus den gemessenen zeitlichen Temperaturverläufen (Abb. 3 - links) kann mithilfe einer analytischen Lösung der eindimensionalen (1D) Fourier'schen Differentialgleichung die effektive Temperaturleitfähigkeit bestimmt werden. Die verwendete Lösung ist für einen halbumendlich ausgedehnten Körper bei einer dirac-förmigen Anregung gültig:

$$T(t, z) = T_0 + \frac{q}{(\rho c) \sqrt{\pi \cdot a \cdot t}} \exp\left(-\frac{z^2}{4 \cdot a \cdot t}\right), \quad (7)$$

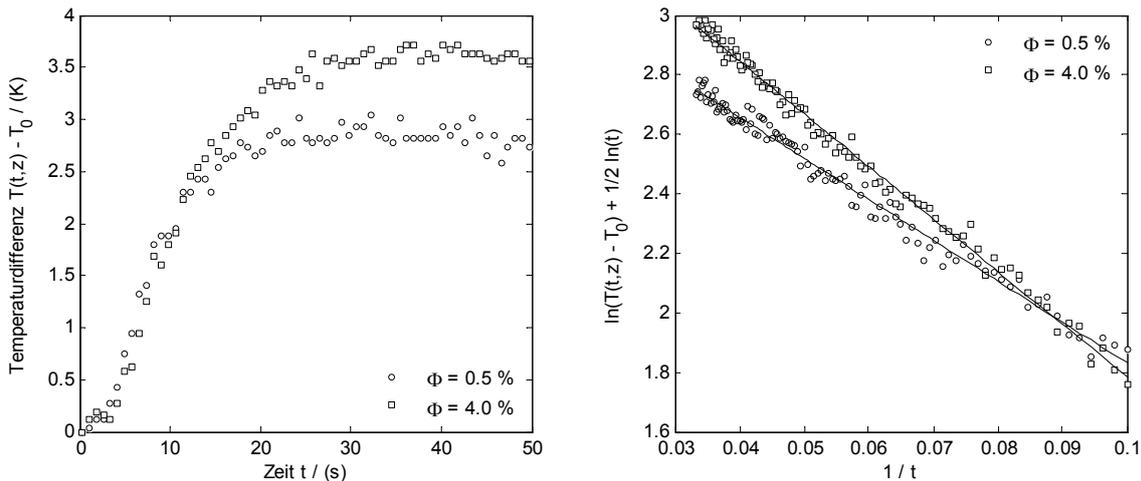
wobei  $T_0$  der Anfangstemperatur und  $q$  der flächenbezogenen Anregungsenergie entspricht. Durch die Transformation der Gleichung in den logarithmischen Raum erfolgt eine Linearisierung ( $y = kx + d$ ) des Temperaturverlaufes:

$$\underbrace{\ln(T(t, z) - T_0) + \frac{1}{2} \ln(t)}_y = \underbrace{\left(-\frac{z^2}{4 \cdot a}\right)}_k \cdot \underbrace{\frac{1}{t}}_x + \underbrace{\ln\left(\frac{q}{(\rho c) \sqrt{\pi \cdot a}}\right)}_d, \quad (7)$$

Eine lineare Approximation der Messwerte liefert die Steigung  $k$  aus den transformierten Messwerten (Abb. 3 - rechts). Bei bekannter Probendicke  $L$  berechnet sich die effektive Temperaturleitfähigkeit aus der Steigung wie folgt:

$$a_{\text{eff.}} = -\frac{L^2}{4 \cdot k}. \quad (8)$$

Gegenüber der allgemein verwendeten Parker Methode [11] hat diese Methode den Vorteil, dass für die Auswertung nicht nur ein Messwert herangezogen wird, sondern durch die lineare Approximation über viele Messwerte gemittelt wird. Dies führt zu genaueren Ergebnissen der Temperaturleitfähigkeit hinsichtlich verrauschter Signale.



**Abbildung 3.** Zeitlicher Temperaturverlauf bei der Messung im Transmissionsmodus für zwei unterschiedliche Porositätsproben (links) und die Transformation der Temperaturkurven in den logarithmischen Raum (rechts).

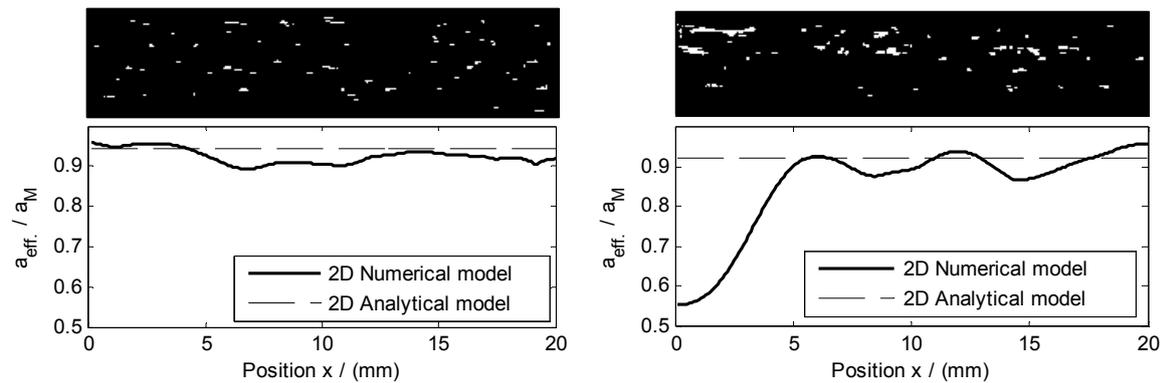
### 3.3 Referenzmethoden

Als Referenzstandard für die Bestimmung der Porosität wird die Röntgen Computertomographie (CT) verwendet. Die örtliche Auflösung beträgt  $(10 \mu\text{m})^3$  Voxelgröße bei einem maximalen Prüfkörpervolumen von  $(20 \text{ mm})^3$ . Die CT-Ergebnisse wurden anhand von nasschemischen Untersuchungen verifiziert und zeigten dabei eine sehr gute Korrelation ( $R^2 = 0,98$ ) [12]. Reproduzierbarkeitsuntersuchungen ergaben, dass die Abweichungen bei der Porositätsbestimmung einen Wert kleiner als 0.04 % Punkte Porosität aufweisen. Mittels Ultraschall C-Scan Messungen in Transmission können die Pulsthermographie Ergebnisse mit dem derzeitigen Standardverfahren verglichen werden. Die Messungen wurden mit einer Frequenz von 5 MHz und einen Prüfkopfdurchmesser von 19 mm durchgeführt. Die Ankopplung erfolgt durch einen Wasserstrahl in einem Abstand von 120 mm.

## 4. Ergebnisse und Diskussion

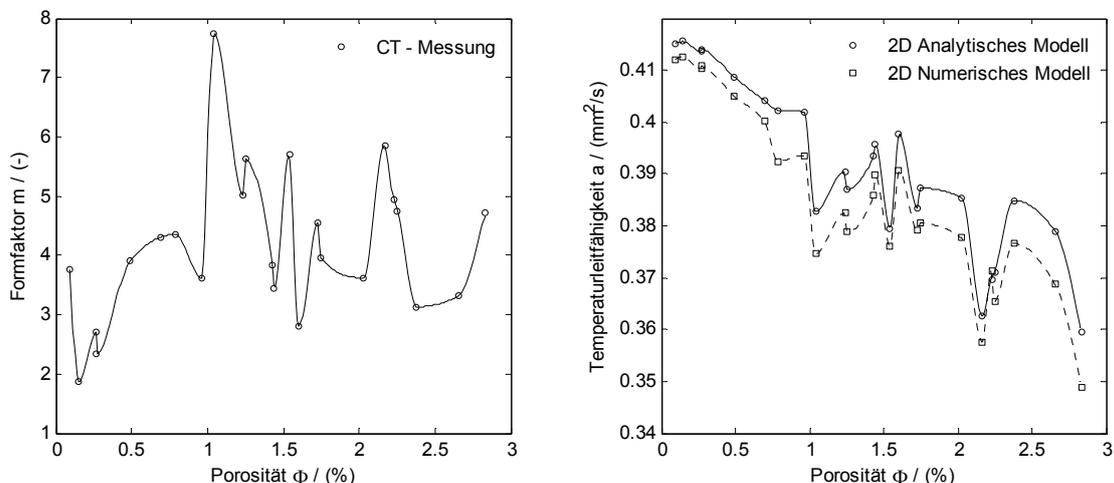
### 4.1 Gegenüberstellung der analytischen und numerischen Wärmeleitungsmodelle

In Abbildung 4 werden die auf dem analytischen 2D-Modell (Gl. 5) basierende Werte der Temperaturleitfähigkeit mit Ergebnissen des numerischen Modells verglichen. Bei einer örtlichen homogenen Porenverteilung und gleich bleibender Porengröße weichen die numerischen Werte nur geringfügig von den analytischen Ergebnissen (Abb. 4 - links) ab. Bei großflächigen Poren und inhomogener örtlicher Verteilung zeigt sich ein deutlicher Unterschied zwischen dem numerischen und analytischen Modell (Abb. 4 - rechts). Diese Porenmorphologie kann durch den Ansatz des effektiven Mediums nicht gänzlich erfasst werden, was zu Abweichungen zwischen der Analytik und Numerik führen kann.



**Abbildung 4.** Darstellung der ortsabhängigen normierten effektiven Temperaturleitfähigkeit für eine homogene Porenverteilung bei einer Porosität von  $\Phi = 1,3\%$  (links) und einer inhomogenen Porenverteilung bei einer Porosität von  $\Phi = 2,5\%$  (rechts).

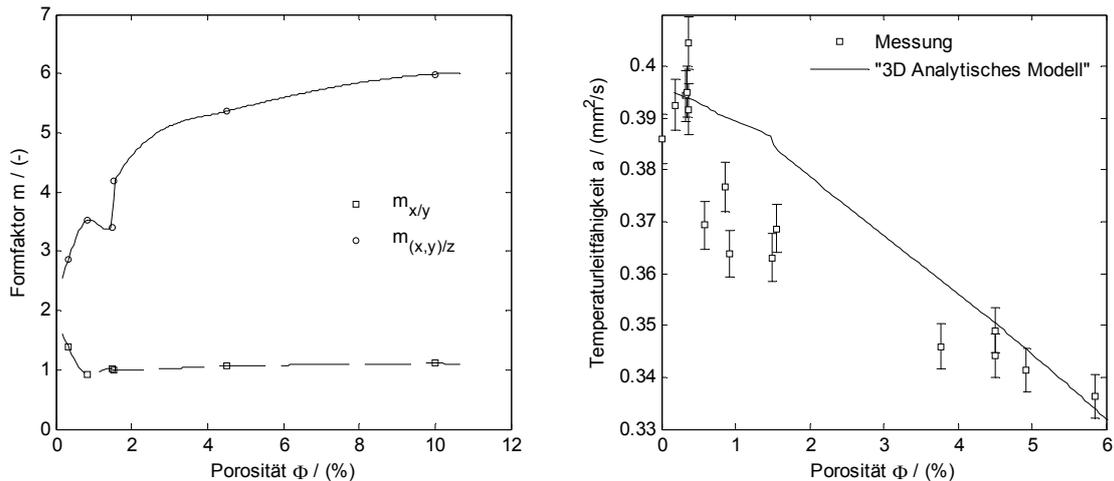
In Abbildung 5 sind die gemittelten Ergebnisse der Modellrechnungen, wie sie in Abbildung 4 dargestellt sind, über die Porosität aufgetragen. Der Formfaktor variiert dabei stark über die Porosität (Abb. 5 - links), was wiederum einen signifikanten Einfluss auf die Ergebnisse der analytischen und numerischen Modelle hat (Abb. 5 - rechts). Die Abweichungen des analytischen Modells zur numerischen Berechnung sind kleiner als 2,5%. Aus der hohen Korrelation der beiden Modelle lässt sich ableiten, dass der Ansatz des effektiven Mediums mit der Einflussgröße der Porenform, alle wesentlichen Faktoren der Wärmeleitung durch ein 2-Phasenmaterial beschreibt.



**Abbildung 5.** Darstellung des Formfaktors von verschiedenen geometrischen Simulationsmodellen über die Porosität (links) und der aus numerischen und analytischen Modellen berechneten Temperaturleitfähigkeit über die Porosität (rechts).

#### 4.2 Gegenüberstellung des analytischen 3D-Modells mit Pulsthermographiemessungen

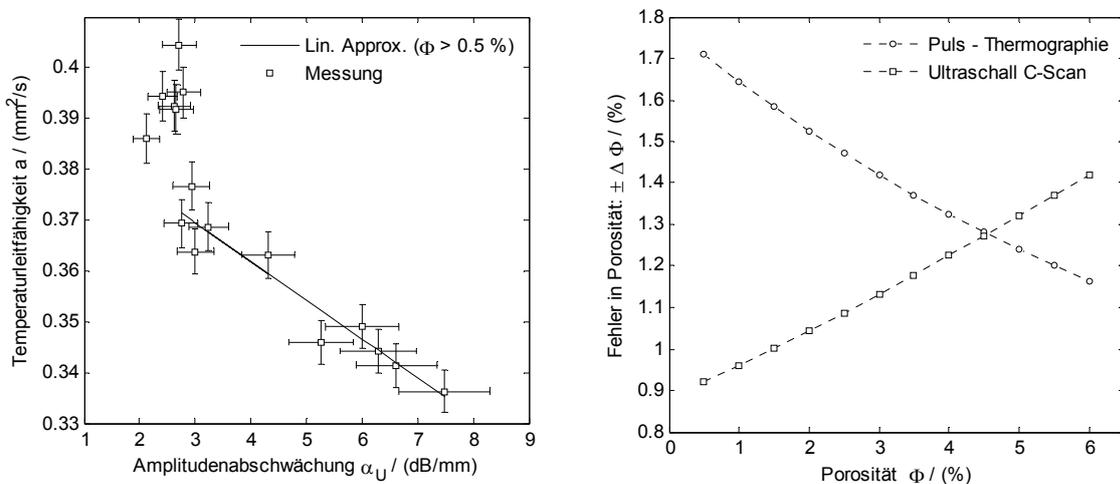
Der experimentelle Vergleich des analytischen 3D-Modells mit Pulsthermographie Ergebnissen ist in Abbildung 6 dargestellt. Der Formfaktor parallel zur Faserrichtung  $m_{x/y}$  hat nahezu den Wert eins, d.h. es liegt wie vom Modell gefordert eine Axialsymmetrie vor. Im Gegensatz dazu, hängt der Formfaktor  $m_{(x,y)/z}$  normal zur Faserrichtung, deutlich von der Porosität ab. Dieser Anteil wird für das analytische Modell herangezogen und mit Messwerten verglichen. Das Modell gibt die grundsätzliche Abhängigkeit der Temperaturleitfähigkeit zur Porosität wieder. Im Bereich von 0,5 – 1,5 % ist das Homogenitätskriterium nicht erfüllt, wodurch die Abweichungen zwischen Modell und Messung erklärt werden könnten.



**Abbildung 6.** Darstellung des aus CT-Daten ermittelten Formfaktors von verschiedenen CFK Proben über die Porosität (links) und ein Vergleich der aus dem analytischen 3D-Modell berechneten Temperaturleitfähigkeit mit den aus Pulsthermographie Messungen ermittelten Temperaturleitfähigkeitswerten (rechts).

#### 4.3 Gegenüberstellung der Ergebnisse der Pulsthermographie mit Ultraschallmessungen

Der Vergleich der Pulsthermographie mit den Ultraschallergebnissen ist in Abbildung 7 - links dargestellt. Der Vergleich der beiden Methoden zeigt ab einen Porositätsgehalt von  $\Phi > 0,5$  % eine lineare Abhängigkeit. Auf Basis einer Studie über die Wiederholgenauigkeit der beiden Methoden konnte der absolute Fehler in % Punkte - Porosität bei verschiedenen Porositätsgehalten angegeben werden (Abb. 7 - rechts).



**Abbildung 7.** Vergleich der Puls-Thermographie mit Ergebnissen der Ultraschalluntersuchung (links) und eine Fehlerabschätzung der beiden Methoden in Abhängigkeit der Porosität (rechts).

## 5. Zusammenfassung

Diese Arbeit zeigt die Anwendung der Pulsthermographie zur quantitativen Bestimmung von Porositäten in CFK - Prüfkörper. Die morphologischen Größen, wie das Volumen, die Form und die Lage der einzelnen Poren, wurden mithilfe der CT ermittelt. Auf Basis einer analytischen Lösung der eindimensionalen Wärmeleitgleichung konnte aus dem gemessenen Temperaturverlauf die Temperaturleitfähigkeit bestimmt werden. Um lokale Abweichungen der Temperaturleitfähigkeit aufgrund der Porosität auch quantitativ auswerten zu können, wurden analytische Wärmeleitungsmodelle entwickelt, welche den Zusammenhang zwischen der Porenmorphologie, den physikalischen Eigenschaften der einzelnen Phasen sowie der effektiven Wärmeleitfähigkeit beschreiben. Durch die Berücksichtigung dieses Formfaktors wurde die Eignung der Wärmeleitungsmodelle zur Beschreibung der Wärmetransportvorgänge in porösen CFK gezeigt. Ein weiterer Vergleich der Pulsthermographie mit Ultraschall zeigte ähnliche Abhängigkeiten beider Prüfmethode von der Porosität. Eine Untersuchung der Wiederholgenauigkeit der beiden Verfahren ergab, dass diese bei einer Porosität von 4.5 % in etwa vergleichbar sind. Durch Verwendung eines Quantendetektors sollte die Genauigkeit der Puls-Thermographie um den Faktor 5 gesteigert werden.

## Danksagung

Dieses Projekt wurde unterstützt vom TAKE OFF und COMET Programm der österreichischen Forschungsförderungsgesellschaft und der oberösterreichischen Landesregierung. Weiterer Dank gilt unseren Projektpartner FACC AG und Eurocopter GmbH.

## Referenzen

- [1] E.A. Birt & R.A. Smith. A review of NDE methods for porosity measurement in fibre-reinforced polymer composites. *Insight*, 46(11): 681-686 (2004).
- [2] M.L. Costa, S.F.M de Almeida & M.C. Rezende. The influence of porosity on the interlaminar shear strength of carbon/epoxy and carbon /bismaleimide fabric laminates. *Composite Sciences & Technology*, 61: 2101-2108 (2001).
- [3] L. Lin, X. Zhang, J. Chen, Y. Mu & X. Li. A novel random void model and its application in predicting void content of composites based on ultrasonic attenuation coefficient. *Applied Physics A*, 103: 1153-1157 (2011).
- [4] H. Jeong & D.K. Hsu. Experimental analysis of porosity-induced ultrasonic attenuation and velocity change in carbon composites. *Ultrasonics*, 33(3): 195-203 (1995).
- [5] M.P. Connolly. The measurement of porosity in composite materials using infrared thermography. *Journal of Reinforced Plastic Composites*, 2: 1367-1375 (1992).
- [6] J.N. Zalameda & W.P. Winfree. Thermal diffusivity measurements on composite porosity samples. *Review of Quantitative Nondestructive Evaluation*, 9: 1541-1548 (1990).
- [7] G. Mayr, B. Plank, J. Sekelja & G. Hendorfer. Active thermography as a quantitative method for non-destructive evaluation of porous carbon fiber reinforced polymers. *NDT&E International*, 44: 537-543 (2011).
- [8] J.F. Kerrisk. Thermal diffusivity of heterogeneous materials. *Journal of Applied Physics*, 42(1): 267 – 271 (1971).
- [9] H.I. Ringermacher, D.R. Howard & R.S. Gilmore., Discriminating porosity in composites using thermal depth imaging, *Proceedings of Review of Quantitative Nondestructive Evaluation*, AIP, 21: 528-535 (2001).
- [10] S. Torquato, *Random heterogeneous materials – Microstructure and macroscopic properties*. Springer Verlag, New York (2002).
- [11] W.J. Parker, R.J. Jenkins, C.P. Butler & G.L. Abbott. Flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity and thermal conductivity. *Journal of Applied Physics*, 32(9): 1679-1684 (1961).
- [12] B. Plank, J. Sekelja, G. Mayr & J. Kastner. Porositätsbestimmung in der Flugzeugindustrie mittels Röntgen-Computertomographie. *Tagungsband der Industriellen Computertomographie Fachtagung*, Wels: 25-34 (2010).