

Untersuchung des Zwischenfaserrisswachstums in Faserverbundwerkstoffen mit Schallemissions- und Röntgenrefraktionsverfahren

Hans-Peter ORTWEIN, Jürgen BOHSE, Volker TRAPPE, Stefan HICKMANN
BAM Bundesanstalt für Materialforschung und –prüfung,
Unter den Eichen 87, 12205 Berlin
Hans-Peter.Ortwein@bam.de

Kurzfassung. Hinsichtlich Materialermüdung und Betriebsfestigkeit in Faserkunststoffverbunden besteht - verglichen mit anderen Aspekten des Faserverbundleichtbaues – 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 hier 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 Röntgenrefraktionsscans (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 die Entwicklung der Rissdichte widerspiegelt. Sie ist allerdings zurzeit nur als Laborverfahren geeignet. Der Vortrag berichtet(e) über den aktuellen Stand des vergleichenden Einsatzes beider Verfahren an Flachproben und innendruckbelasteten Rohrproben.

Einführung

Der Einsatz der Erdgas- und Wasserstofftechnologie im Fahrzeugbau macht leichte und leistungsfähige Transport- und Lagerbehälter erforderlich. Vorherrschend ist die Lagerung in Druckgasspeichern. Da weder Erdgas noch Wasserstoff bei Umgebungstemperatur verflüssigt werden können, ist ein hoher Druck von einigen hundert bar das Mittel der Wahl um große Mengen dieser Gase kompakt zu speichern. Beim Einsatz in Verkehrsmitteln ist ein katastrophales Versagen solcher Behälter so weit als möglich auszuschließen. Dies betrifft nicht nur die unter Umständen immensen direkten Folgen, sondern auch die medialen Wirkungen schlimmstenfalls explodierender Treibstofftanks.

Der Einsatz von Faserverbundwerkstoffen zur Fertigung solcher Druckbehälter wurde zunächst für die Raumfahrt entwickelt. Ausschlaggebend für das Leichtbaupotential sind nicht nur die guten spezifischen Festigkeiten von Faserkunststoffverbunden, sondern auch die Möglichkeit die Verstärkungsfasern genau in Lastrichtung auszunutzen. Dies lässt sich beispielhaft am zylindrischen Bereich solcher Druckbehälter aufzeigen. Dort ist die Umfangsspannung doppelt so groß wie die Längsspannung (Abb. 1 links). Begegnet man dieser Tatsache mit angepassten Faserorientierungen, so werden die Spannungen in allen Faserschichten gleich groß (Isotensoid) und der Werkstoff maximal ausgenutzt. Einfache

Beispiele für eine solche Auslegung sind etwa die Orientierung in Umfangsrichtung (90°) und Längsrichtung (0°) mit doppelter Schichtdicke in Umfangsrichtung oder die Wahl gleicher Schichtdicken, die zu Winkeln von etwa 54° und -54° führt (Abb. 1 rechts). In der Konstruktionspraxis führen Kombinationen aus mehreren fertigungstechnisch günstigen Winkeln und entsprechenden Schichtdicken ebenfalls zum Ergebnis bestmöglicher Faserausnutzung.

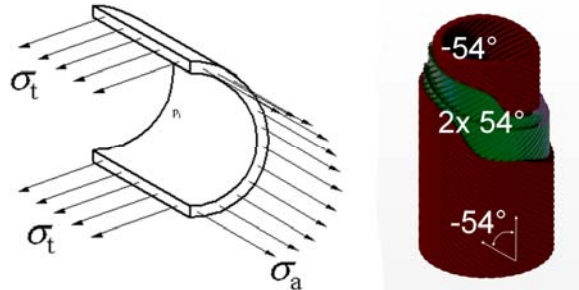


Abbildung 1 Spannungen in zylindrischen Druckbehältern und möglicher isotensoidischer Lagenaufbau

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 Verfahren aus der Prüfung metallischer Druckbehälter nicht sinnvoll. Die hydraulische Überdruckprüfung erhöht die Sicherheit zwischen den Prüfintervallen bei Metalldruckbehältern indem immer vorhandene Risse auf ihre Relevanz hin geprüft werden. Wenn der folgende Betriebsdruck weit unter dem Prüfdruck bleibt, ist im weiteren Einsatzzyklus kein kritisches Risswachstum zu erwarten. In Kompositdruckbehältern ist das Schädigungsverhalten ein anderes: Rissverzögernde Wirkung von Überlast ist hier nicht gegeben, jede Belastung führt zu einer Zunahme diffus verteilter Schädigung. [1]

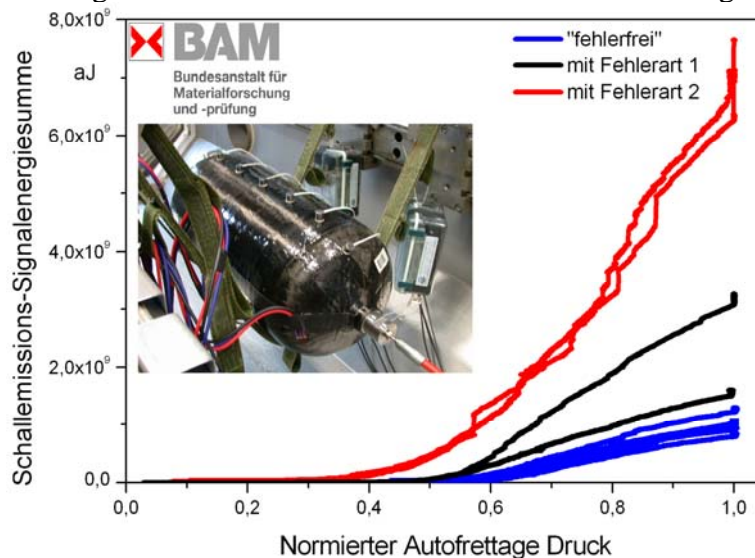


Abbildung 2 Schallemissionsmessungen an hydraulischen Erstbefüllungen von Behältern mit bekannten Produktionsfehlern [2]

Deshalb sind geeignete Prüfverfahren zur Fertigungs- und Zustandsüberwachung gesucht. Ein möglicher Ansatz ist die Nutzung der Schallemissionsmesstechnik (Abb.2) [1],[2]. Auch unabhängig vom Prüfverfahren ist aber ein noch besseres Verständnis der Schädigungsprozesse in Druckbehältern aus Faserkunststoffverbunden nötig. Die Entwicklung der Schädigung über die Nutzungsdauer muss an Werkstoff-, Modell- und Bauteilversuchen beobachtet werden um Modelle zur Lebensdauervorhersage zu entwickeln. Einen Beitrag dazu soll der im Folgenden vorgestellte Ansatz liefern.

Ansatz

Untersuchung des Zwischenfaserrisswachstums

Die Belastung des Werkstoffes in Druckbehältern ist vorwiegend Faserbelastung. Es gibt jedoch wichtige Gründe hier detaillierter die Matrixschädigung zu betrachten:

- Unter Zeitstandlast bestimmen die Matrixeigenschaften die Lebensdauer, einzelne Faserrisse werden von der Matrix überbrückt [1].
- Die Zwischenfaserrissentwicklung ist zwar vorrangig lastwechselabhängig, jedoch werden im Betrieb nicht nur die wenigen mechanischen Lastwechsel aus den Befüllvorgängen die Matrixdegradation vorantreiben, sondern auch Umwelteinflüsse.
- Matrixschäden treten schon länger vor dem Versagen der Struktur auf und können damit als Indikator für den Schädigungszustand dienen.

Als Zielstellung ergibt sich damit die Zwischenfaserrissentwicklung als Indikator für die Werkstoffschädigung zu nutzen. Das konkrete Vorgehen besteht im gezielten Einbringen von Zwischenfaserbruch in Werkstoffproben, der mittels zweier zerstörungsfreier Prüfverfahren beobachtet und bewertet wird.

Proben

Als Probekörper werden an der BAM im RTM-Verfahren nahezu porenfrei gefertigte Rohr- und Flachproben verwendet.

Rohrproben

Die Rohrproben werden im Gegensatz zu realen Behältern nicht im Nasswickelverfahren, sondern im RTM-Verfahren aus Kohlenstofffasergelege hergestellt. Gründe hierfür sind die Vergleichbarkeit zu den Flachproben, sowie die Möglichkeit im Haus zu fertigen, und somit viele Prozessparameter selbst kontrollieren zu können. Gewählt wurde ein $[+54^\circ, -54^\circ, -54^\circ, +54^\circ]$ -Lagenaufbau mit gleichen Schichtdicken. Die sich ergebende Wanddicke von maximal einem Millimeter hält den Radieneinfluss in den 44mm-Rohren gering, führt aber dennoch zu Auslegungsdrücken bis über 500bar. Die speziell entwickelte Druckprüfeinrichtung - bestehend aus schweren Klemmstücken und einer herausnehmbaren Druckmembran - ermöglicht bei demontierten Klemmstücken die leichte Handhabbarkeit, die für die verwendete Prüftechnik nötig ist (Abb. 3 links).

Der Spannungszustand in den Einzelschichten jedes isotensoidisch ausgelegten Druckbehälters ist durch folgende Eigenschaften gekennzeichnet (Abb. 3 rechts):

- biaxiale Zugbelastung in der Ebene bei gleichen Dehnungen, also kombinierte Längs- und Querspannung bezogen auf die Faserrichtung
- im Idealfall keine Schubspannungen in den Einzelschichten

Dies ermöglicht Teile der Belastung in uniaxialen Zugversuchen nachzustellen.

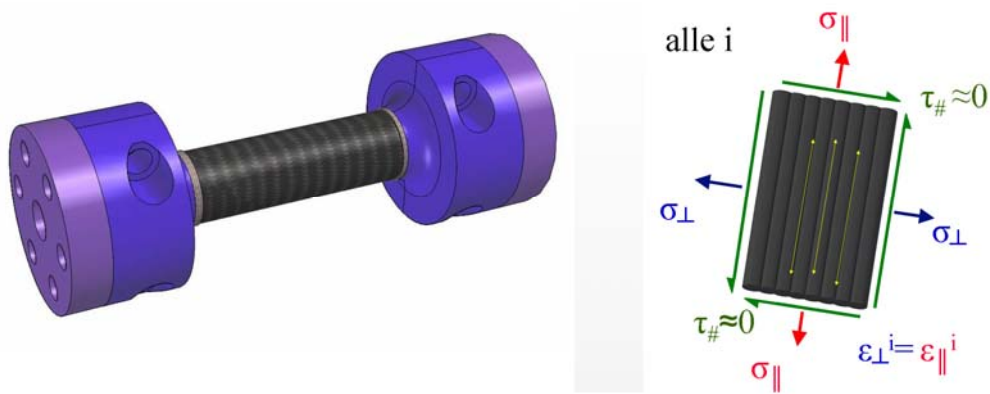


Abbildung 3 Druckprüfeinrichtung, Lagenaufbau und Spannungen in den Einzelschichten

Zugproben

Die hierzu genutzten Proben messen 170mm x 15mm x 1mm und sind aus dem gleichen Gelegehalbzeug in der Lagenreihenfolge $[0^{\circ}, 90^{\circ}, 90^{\circ}, 0^{\circ}]$ ebenfalls im RTM-Verfahren gefertigt. Bei gleich gewählter faserparalleler Spannung in der Längsschicht (0°) ergeben sich (Abb. 4):

- getrennt auftretende Längs- bzw. Quersugbelastung
- eine zu den Rohrproben vergleichbare Quersugbelastung in der 90° -Schicht und somit eine ähnliche Zwischenfaserbruchentwicklung dort
- einfache und kompakte Proben.

Geeignet gewählte Aufleimer aus PVC oder Aluminium entkoppeln die Probe weitgehend akustisch von der Zugprüfmaschine.

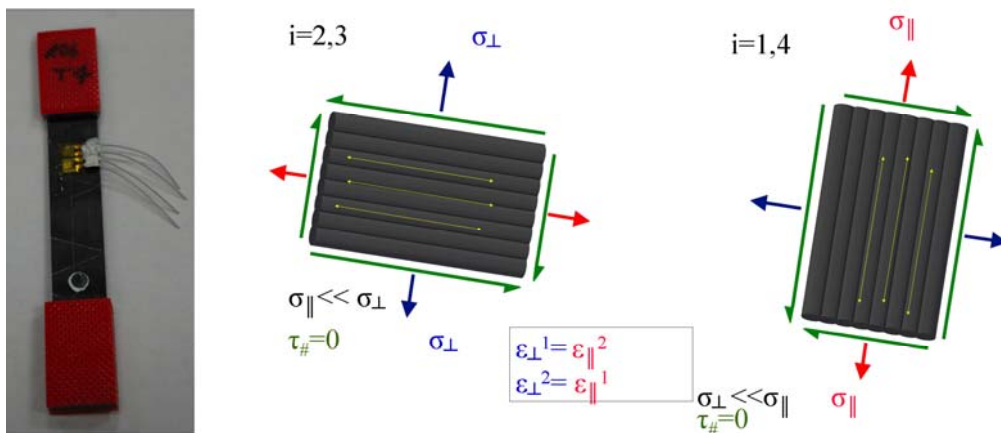


Abbildung 4 Zugprobe mit Aufleimern und Spannungen in den Einzelschichten

Methoden

Zur Untersuchung des Zwischenfaserrisswachstums werden die Schallemissionsmessung und die Röntgenrefraktionsmessung unterstützt durch die Dehnungsfeldbestimmung mittels digitaler Bildkorrelationstechnik verwendet.

Schallemissionsmesstechnik

Die Schallemissionsmessung ist ein etabliertes ZfP-Verfahren, das die unter Belastung emittierten Körperschallsignale einer Probe oder eines Bauteils auswertet. Zu den Vorteilen zählen die:

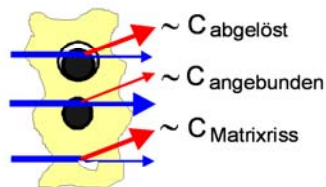
- Möglichkeit, die „Entstehung neuer Risse“ in Echtzeit zu beobachten
- Ortung der Schallereignisse
- unter günstigen Bedingungen durchführbare Unterscheidung typischer Signalarten, die beispielsweise die Unterscheidung von Faser und Zwischenfaserbrüchen erlaubt
- Fähigkeit, mit geringem Sensoraufwand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

Als wesentlicher Nachteil muss die aufwändige Unterscheidung relevanter Signale von Störsignalen genannt werden.

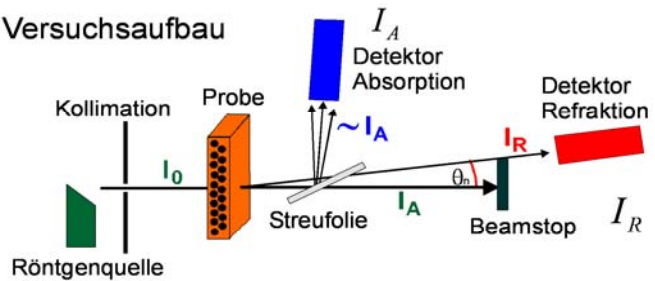
Röntgenrefraktionstopographie

Das an der BAM von Professor Hentschel [3] entwickelte Röntgenrefraktionsmessverfahren basiert auf einem modifizierten Röntgenkleinwinkelstreuaufbau, wie er etwa zur Strukturaufklärung mesoskopischer Materialien eingesetzt wird. Allerdings wird hier ein fester Streuwinkel ausgewertet und der Messeffekt wird von Brechungseffekten an inneren Grenzflächen des Werkstoffs dominiert. Diese inneren Grenzflächen sind neben Faser-Matrix-Grenzflächen auch Lunker und Mikrorisse, so dass eine Änderung der Inneren Oberfläche die Änderung der Rissdichte widerspiegelt [4]. Bei der Röntgenrefraktionstopographie wird die Probe durch den Messstrahl bewegt, was eine flächige Darstellung der Inneren Oberfläche ermöglicht (Abb. 5).

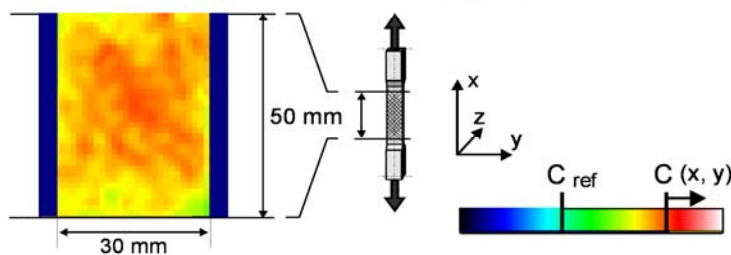
• Refraktionseffekte



• Versuchsaufbau



• x-y-Scan - Röntgenrefraktionstopographie



$$C_m = \left(\frac{I_R}{I_A} \frac{I_A^0}{I_R^0} - 1 \right) \frac{1}{d}$$

$$\Delta C_m = \frac{C_m - C_m^0}{C_m^0}$$

Abbildung 5 Röntgenrefraktionstopographie [5]

Digitale Bildkorrelationsmesstechnik

Mit einem digitalen Bildkorrelationsmesssystem konnte die BAM-Fachgruppe 8.1 die Dehnungsverteilung an der Oberfläche der Proben berührungsfrei darstellen. Das System benötigt neben guter Beleuchtung nur einen Kontrastfarbanstrich der Proben und ist ansonsten rückwirkungsfrei.

Ergebnisse

Zugversuche an 0°/90°/90°/0°-Proben

An 0°/90°/90°/0°-Proben wurden Zugversuche begleitet von Schallemissionsmessung und Röntgenrefraktionsmessung durchgeführt. Zusätzlich konnte die Probenoberfläche teilweise mit optischer Feldmesstechnik beobachtet werden. Es handelte sich um gestufte Zugversuche, da die Laststeigerung (1mm/min) für die Dauer der Röntgenrefraktionssscans (bis zu 10h) angehalten wurde.

Vor den Versuchen wurde der Bereich in dem ein Versagen der Querschicht (Zwischenfaserbruch) bzw. das der Längsschicht (Faserbruch und damit der Bruch der gesamten Probe) mit der schichtweisen Festigkeitsanalyse (SFA) auf Basis der „Klassischen Laminattheorie“ errechnet [6]. Die zugehörigen Spannungen sind in allen Diagrammen gestrichelt eingezeichnet.

Schallemissionsergebnisse

Der Kraftabfall in der Haltephase ist teilweise durch die zur Schallisolierung nötigen Aufleimer bedingt und bei der Interpretation der Ergebnisse zu beachten. Betrachtet man die SE-Hitsumme (Summe aller aufgezeichneten Signale), so fällt vor allem die erhebliche Anzahl an Ereignissen auf, die schon vor der vorhergesagten Zwischenfaserrissgrenze zu messen ist (Abb. 6). Eine nicht zu vernachlässigende Schädigung tritt also bereits weit vor dieser Grenze auf. Weiterhin ist zu erkennen, dass der Hauptteil der Schallsignale in zeitlich unmittelbarer Nähe zur Lasterhöhung zu finden ist, jedoch auch noch im Verlauf einiger Stunden danach eine gewisse Anzahl an Schallsignalen hinzu kommt.

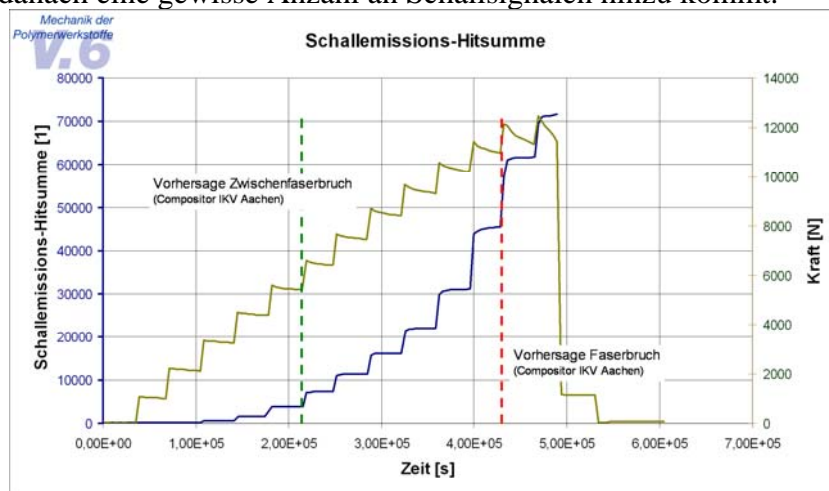


Abbildung 6 SE-Hitsumme und Kraftverlauf

Röntgenrefraktionsergebnisse im Vergleich mit Schallemissionsergebnissen

Für die Röntgenrefraktionsmessungen wurde ein Bereich von 10mm Länge im 0,05 mm x 1 mm Raster gescannt. Mittels mit gemessener Luft und Referenzprobe wurden die Werte normiert (Abb. 8 links). Im Vergleich von Röntgenrefraktionsergebnissen und der SE-Hitsumme sollen folgende Ergebnisse hervorgehoben werden (Abb. 7):

- Die Röntgenrefraktionsmessung zeigt im Gegensatz zur (unbearbeiteten) Hitsumme eine Sättigung, die mit dem aus der Literatur bekannten Characteristic Damage State (CDS [7]) für den Zwischenfaserbruch übereinstimmt.

- Die Schallemissionshitsumme kann in dieser Auswertung noch nicht zwischen Faserbruch und Zwischenfaserbruch unterscheiden und kann diesen CDS damit nicht abbilden.
- Beide Verfahren stellen weit vor dem nach SFA vorhergesagtem Zwischenfaserbruch eine beginnende Schädigung fest.

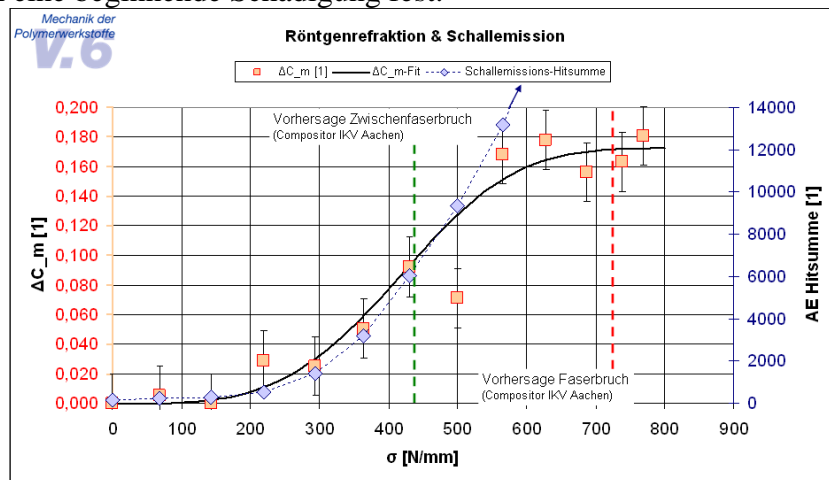


Abbildung 7 Röntgenrefraktions- und Schallemissionsergebnisse im Vergleich

Röntgenrefraktionsergebnisse im Vergleich mit Bildkorrelationsergebnissen

Im Vergleich von Röntgenrefraktionsergebnissen von $0^\circ/90^\circ/90^\circ/0^\circ$ -Proben mit Bildkorrelationsergebnissen von $90^\circ/0^\circ/0^\circ/90^\circ$ -Proben (Querschicht außen!) zeigt sich, dass beide Verfahren größere Querrisse ähnlich gut darstellen. Die Falschfarbendarstellung der Längsdehnung aus der Bildkorrelationsmessung kann dabei nur Risse an der Oberfläche darstellen, während die Röntgenrefraktionsmessung alle Querrisse auch im Inneren der Probe darstellen kann (Abb. 8).

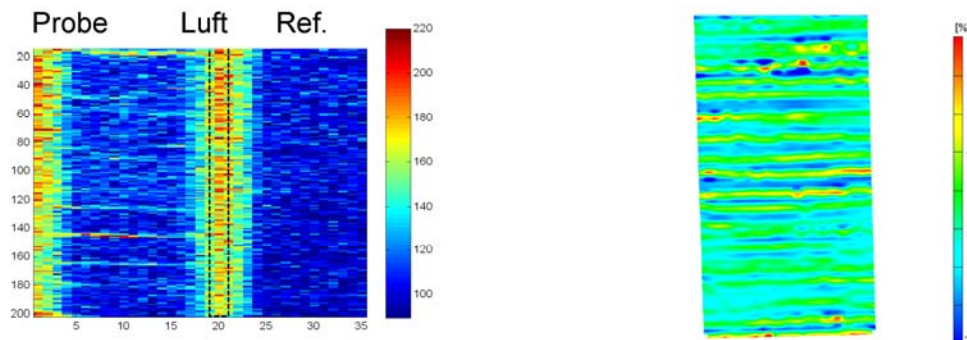


Abbildung 8 Röntgenrefraktionstopogramm verborgener Schädigung im Vergleich mit Dehnungsverteilung bei außen liegenden Schäden

Rohrprobenversuche

Die Erprobung des Druckversuchsaufbaus für die Rohrproben zeigte bei den Berstversuchen gute Ergebnisse. Die getesteten Proben versagten mit im Mittel 370 bar deutlich über dem zum Erzeugen des gewünschten Zwischenfaserbruchs nötigen Niveau von etwa 200 bar. Damit sind die folgenden Versuche ohne größere Gefahr der Beschädigung des Versuchsaufbaus und der Sensorik möglich.

Röntgenrefraktionsmessungen an geschädigten und ungeschädigten Proben (Abb. 9) zeigen bereits gute Messergebnisse.

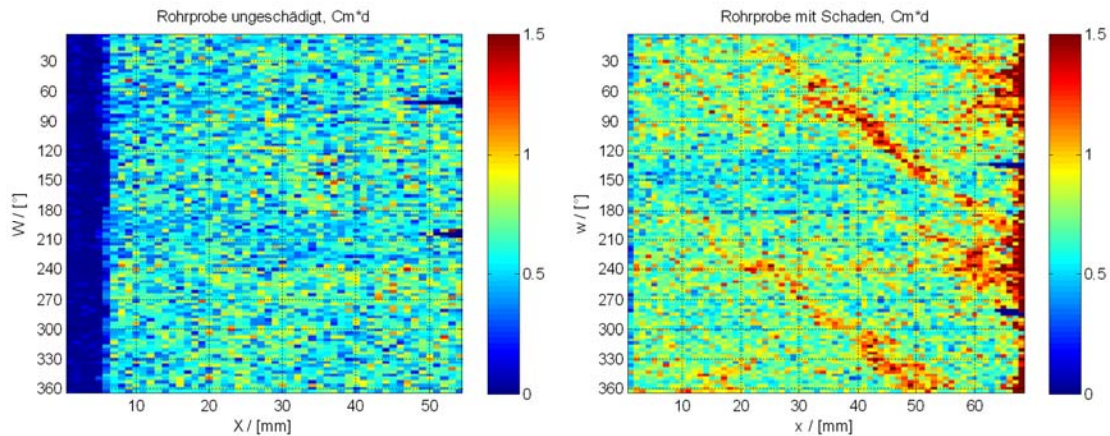


Abbildung 9 Röntgenrefraktionstopogram von ungeschädigter Probe (links) und geschädigter Probe (rechts)

Zusammenfassung und Ausblick

Das Zwischenfaserrisswachstum als möglicher Indikator für die Schädigung in Faserverbundwerkstoffen wurde in situ an Zugproben beobachtet. Die genutzten Verfahren Schallemissionsmessung und Röntgenrefraktionsmessung weisen übereinstimmend schon vor dem nach schichtweiser Festigkeitsanalyse vorhergesagten Versagen der Querschicht Schädigungszunahme nach. Dies verdeutlicht den Unterschied im Schädigungsverhalten in einer isolierten Einzelschicht und in der Einzelschicht im Laminat.

Erkenntnisse hinsichtlich des Betriebsverhaltens werden dann von der Beobachtung von Zyklerversuchen erwartet. Dabei wird die Entwicklung des Zwischenfaserbruchs bei zyklischer Belastung von Zugproben und Rohrproben ausgewertet.

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] BAM Patent “Method for Evaluating Pressure Containers of Composite Materials by Acoustic Emission Testing” (DE 10 2006 033 905.3 – EP 07 111 704.8 – US 60/807,720)
- [3] 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
- [4] V. Trappe „Damage state of CFRP characterized nondestructively by X-ray-refraction-topography and ultrasound“, 48th International SAMPE Symposium, Vol. 48/1, 2003
- [5] V. Trappe, S. Hickman, 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] Schulte, K., „Faserverbundwerkstoffe mit Polymermatrix – Aufbau und Mechanische Eigenschaften –“, DLR-FB 92-28, DLR, 1992