

# Untersuchung von zerstörungsfreien Prüfmethoden zur Charakterisierung partikelbefüllter Faserverbundkunststoffe

Marcel Littig - Institut für Flugzeugbau (IFB) der Universität Stuttgart

## I. Einleitung

Das Potential faserverstärkter Kunststoffe ist auf Basis des aktuellen Forschungsstands nicht ausgeschöpft. Daher ist die Funktionalisierung dieser Werkstoffe ein Schwerpunkt aktueller Forschungsarbeit. [1] Funktionalisierung in diesem Kontext umfasst die gezielte Optimierung bestimmter Werkstoffeigenschaften durch Kombination neuer Basismaterialien oder das Einbringen von zusätzlichen Komponenten über Fasern und Matrix hinaus. Dadurch können neben den mechanischen auch die elektromagnetischen und thermischen Eigenschaften des Materials beeinflusst werden. Jedoch steigt die Komplexität der Charakterisierung dieser Materialien, im vorliegenden Fall von mit ferromagnetischen Mikropartikeln befülltem Glasfaserverbundkunststoff, dadurch überproportional an. Die Materialeigenschaften sind dabei wesentlich vom Partikelgehalt abhängig. Die genaue Kenntnis dessen ist daher von großer Bedeutung bei der Beurteilung der Werkstoffqualität und -eignung. Für die Feststellung des Partikelgehalts stehen aktuell lediglich zerstörende Methoden zur Verfügung. Diese liefern nur eine lokale Aussage und vielfach abweichende Ergebnisse. Zudem sind die Methoden mit einem hohen Zeitaufwand und im Fall der nasschemischen Analyse mit dem Einsatz gefährlicher Chemikalien verbunden.

Ziel der Arbeit ist es also, ein zerstörungsfreies Prüfverfahren zu entwickeln, welches die orts aufgelöste Bestimmung des Partikelgehalts im Faserverbundmaterial ermöglicht. Zudem soll auf Basis der Ergebnisse eine In-line-Überwachung der Herstellung von partikelbefüllten Glasfaserrovings realisiert werden. Darüber hinaus soll die Eignung etablierter zerstörungsfreier Prüfverfahren zur Detektion von Defekten anhand von modellierten Delaminationen im Faserverbundmaterial untersucht werden.

## II. Material und Methoden

Um die Eignung zerstörungsfreier Prüfverfahren beurteilen zu können, werden zunächst geeignete Probenkörper definiert, gefertigt und anhand zerstörender Methoden charakterisiert. Zur Untersuchung des Partikelgehalts werden Reinharzproben gefertigt, die aus einem Gemisch von kaltaushärtendem Epoxid-Gießharz und sphärischen ferromagnetischen Mikropartikeln mit einem Durchmesser  $d_{50} = 5,63 \mu\text{m}$  bestehen. Hierzu werden insgesamt sieben Proben gefertigt bei denen Partikelgehalte von 0 – 50 %vol in 10 %vol-Schritten

realisiert werden, sowie eine Probe mit 25 %vol. Zur Überprüfung der Übertragbarkeit der Ergebnisse auf eine abweichende Partikelgeometrie werden die sphärischen Partikel in einer Kugelmühle zu Flakes verarbeitet und zwei verkleinerte Proben mit Partikelgehalten von 10 %vol und 20 %vol gefertigt.

Zur Untersuchung der Detektierbarkeit der modellierten Delaminationen im Laminat, werden Glasfaserverbundproben gefertigt. Die Glasfaserrovings werden dazu im trockenen Zustand durch einen Suspensionsauftrag mit Partikeln befüllt und anschließend mit einem Prepreg-Harzsystem zu TowPregs infiltriert. Im Hand-Layup-Verfahren wird ein symmetrisches [0 90]-Laminat aus 14 Lagen aufgebaut, wobei außerhalb der Symmetrieebene des Laminats drei quadratische Teflonfolien unterschiedlicher Größe einlaminiert werden.

Zur Bestimmung des Partikelgehalts der Reinharzproben werden Dichtemessungen mit einem Gaspyknometer durchgeführt. Die Partikelverteilung wird anhand von mechanischen Schlibfbildern qualitativ beurteilt, um eine inhomogene Partikelverteilung, beispielsweise durch Sedimentation, ausschließen zu können. Die Faserverbundproben werden durch ein nasschemisches Verfahren, in Anlehnung an DIN EN 2564 [3], charakterisiert. Zusätzlich wird ein eigens entwickeltes optisches Verfahren verwendet, welches der Feststellung des Partikel- und Fasergehalts durch Analyse von Ionen-Schlibfbildern dient. Der Partikelgehalt wird hierbei durch Konvertierung des Graustufen-Bildes in ein Schwarz-Weiß-Bild unter Anwendung des Delesse Prinzips [2] realisiert. Die Bestimmung des Faservolumen-gehalts beruht auf der automatisierten Detektion von Faserquerschnitten (Vgl. Abb. 1).

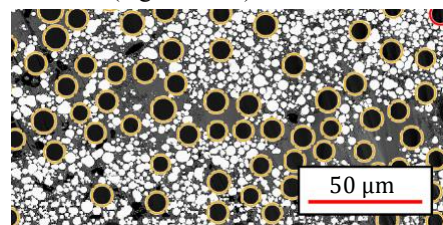


Abbildung 1: automatische Detektion von Faserquerschnitten im Schlibfbild des Laserscanning-Mikroskops

Nachdem die Charakterisierung der Proben abgeschlossen ist, werden verschiedene zerstörungsfreie Prüfverfahren angewendet. Hierbei werden die Verfahren Ultraschall, Thermografie, Röntgen-Computertomografie, Wirbelstrom, Shearografie sowie ein eigens entwickeltes magnetisches Verfahren und eine Permeabilitätsmessung betrachtet.

### III. Ergebnisse

Die Ergebnisse der Versuchsreihe mit zerstörungsfreien Prüfverfahren zeigen, dass die Röntgen-Computertomografie am besten zur Detektion mikroskopischer Defekte geeignet ist, wohingegen die Ultraschallverfahren die Auflösung makroskopischer Defekte ermöglichen. Wesentliches Ergebnis der Arbeit ist die Entwicklung eines Verfahrens unter Verwendung konventioneller Wirbelstrom-Prüftechnik mithilfe dessen die Feststellung des Partikelgehalts sowohl an Reinharz- als auch an Faserverbundproben und Inline im TowPreg Prozess möglich ist. Hierzu wird anhand der Reinharzproben eine Referenzkurve aufgezeichnet und zur Auswertung un-

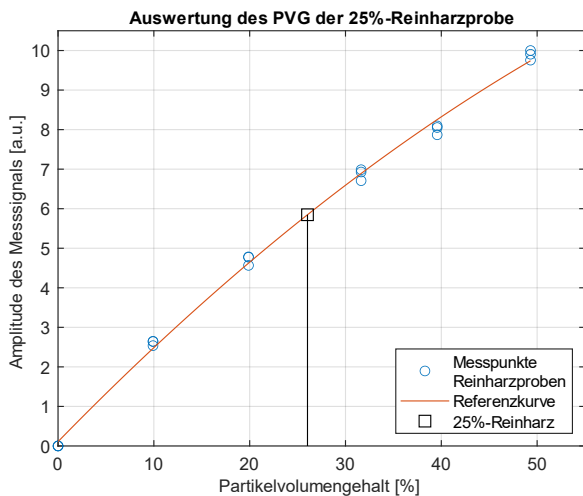


Abbildung 2: Referenzkurve des Wirbelstromverfahrens mit Messpunkt der 25%-Reinharzprobe

kanter Signale herangezogen. Dazu wird die Amplitude der komplexen Impedanz der Wirbelstromsonde in einer relativen Einheit über dem Partikelvolumengehalt (PVG) aufgetragen (Vgl. Abb. 2). Für die als unbekannt geführte Probe mit einem PVG von 25 % kann dann der PVG anhand der Referenzkurve aus dem gemessenen Signal bestimmt werden. Die Referenzkurve der Reinharzproben ist auch für die Bestimmung des PVG an Faserverbundproben geeignet. Eine neue Referenzkurve wird dann für die Inline-Messung an unterschiedlich hoch befüllten Rovings im Prozess ermittelt. Damit ist eine Inline-Überwachung des Fertigungsprozesses ferromagnetisch befüllter Glasfaserrovings und deren Füllgrad in Echtzeit möglich (Vgl. Abb 3).

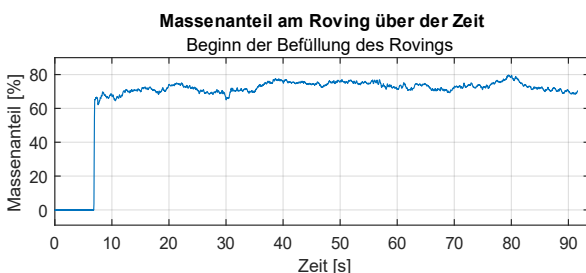


Abbildung 3: zeitlicher Verlauf des Massenanteils der ferromagnetischen Partikel am befüllten Roving

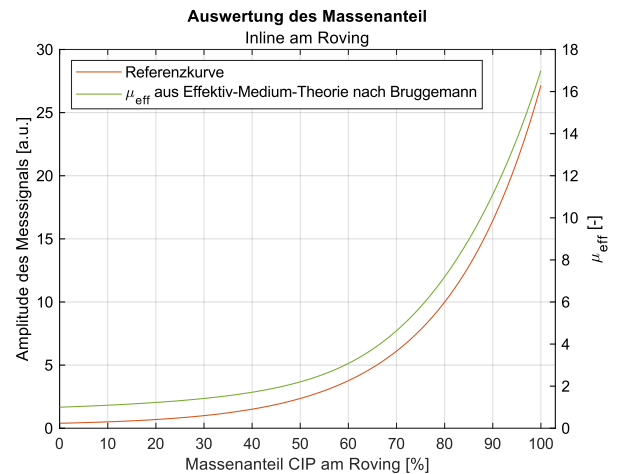


Abbildung 4: Referenzkurve für Inline-Messungen. Qualitative Übereinstimmung mit Effektiv-Medium-Theorie nach Bruggemann

Die Ergebnisse sind in qualitativer Übereinstimmung mit einem analytischen Ansatz für die Permeabilität eines Mehrkomponentensystems, der Effektiv-Medium-Theorie nach Bruggemann (Vgl. Abb. 4).

### IV. Zusammenfassung und Ausblick

Die Arbeit liefert eine Übersicht zur Anwendbarkeit zerstörungsfreier Prüfverfahren auf partikelbefüllte Faserverbundwerkstoffe. Als wesentliches Ergebnis ist das Verfahren auf Basis der konventionellen Wirbelstromprüfung anzuführen. Dieses Verfahren ermöglicht es, die bis dahin aufwändig durchzuführende Feststellung des Partikelgehalts bei hinterlegter Referenzkurve in wenigen Sekunden, statt wie bisher innerhalb mehrerer Tage durchzuführen. Des Weiteren erfordert das entwickelte Verfahren keine Qualifizierung der Bedienerin oder des Bedieners über eine kurze Einweisung hinaus, was das Verfahren ebenso schnell wie auch anwenderfreundlich und zuverlässig macht.

Zusätzlich zur Anwendung in stationärer Form, kann das Verfahren zur Inline-Überwachung im TowPreg Prozess dienen und somit die Prozessentwicklung fördern sowie zur Qualitätssicherung dienen. Möglich wäre auch eine Erstellung eines digitalen Zwillings des Materials auf Basis der Messergebnisse.

### Literatur

- [1] De, B., Bera, M., Bhattacharjee, D., Ray, B. C., and Mukherjee, S. 2024. A comprehensive review on fiber-reinforced polymer composites: Raw materials to applications, recycling, and waste management. *Progress in Materials Science* 146, 101326.
- [2] Delesse, A. 1847. Procédé mécanique pour déterminer la composition des roches. *Compt Rend Acad Sci*.
- [3] DIN Deutsches Institut für Normung e.V. 2018. *Luft- und Raumfahrt - Kohlenstofffaser-Laminat - Bestimmung der Faser-, Harz- und Porenanteile* 49.025.40. Beuth Verlag, Berlin 49.025.40, DIN EN 2564.