

Präzisionsbestimmung des Anteils enthafteter Fasern in Verbundwerkstoffen (Kompositen) mit Röntgen-Refraktometrie

Schlagwörter

Röntgenrefraktion, zerstörungsfreies Verfahren, Komposite, innere Ober- und Grenzflächen, Faser-Enhaftung

Prüfgrößen und -objekte

Volumenanteil enthafteter Fasern in Faserkompositen

Prüfbereich

Faservolumengehalt in Kompositen von 0,05 bis 0,75

Ergebnisunsicherheit

von 2 %

bis 5 %

Einsatzgebiete

Werkstoffentwicklung, Qualitätssicherung, Optimierung von Herstellungsparametern und Faserschlichte, Mikroschäden

Prüfmethodik und Gerätetechnik

Die Probe wird in einer Röntgen-Feinstrukturanlage (Kratky-Streukammer) oder einem kommerziellen "X-ray refraction scanner" (SPECS GmbH) in zwei orthogonalen Richtungen in kleinen Schritten senkrecht zur Achse des Röntgenstrahls bewegt. Die für die Analyse erforderlichen Messgrößen der Refraktions- und Transmissionsintensität werden simultan von zwei Szintillationszählern ortsabhängig erfasst und als Datensatz weiterverarbeitet.

Qualifikation und Qualitätssicherung

Die Methode wurde an der BAM entwickelt und erfordert spezielle Kenntnisse auf dem Gebiet der Röntgen-Refraktionsanalyse.

Insbesondere liegen Erfahrungen zur Charakterisierung von CFK, GFK, CFC sowie faserverstärkten Spritzguss-Thermoplasten vor.

Qualitätssicherung durch Vergleichsmessungen mit Röntgen-Refraktions-Anlagen der Universität Stuttgart, des Wehrwissenschaftlichen Instituts für Werk-, Explosiv- und Betriebsstoffe (WIWEB) und der Fachgruppe Mechanik der Polymerwerkstoffe der BAM.

Ansprechpartner:

Bundesanstalt für Materialforschung und –prüfung

Dr. Bernd R. Müller, Telefon +49 30 8104 1852, Fax +49 30 8104 71852, bernd.mueller@bam.de

[Fachbereich 8.5: Mikro-Zerstörungsfreie Prüfung \(ZFP\)](#)

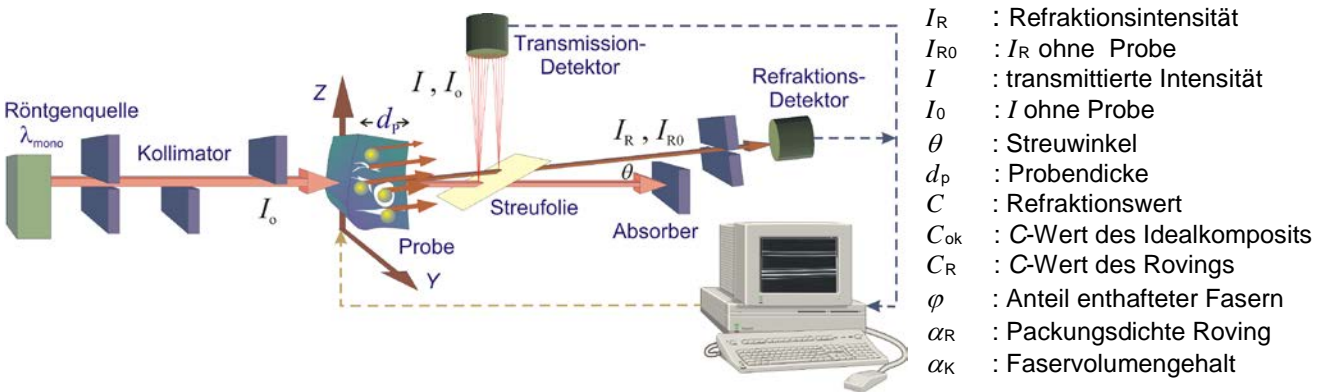
[Referenzverfahren auf www.rrr.bam.de](http://www.rrr.bam.de)

Ergänzende Angaben

Röntgen-Refraktion an Faserkompositen

Röntgenstrahlen werden an Grenzflächen zwischen Materialbereichen mit unterschiedlichem Brechungsindex abgelenkt. Dieser Effekt wird genutzt, um heterogene Materialien zu charakterisieren. Die kontinuierliche Röntgenkleinwinkelstreuung an Mikrofasern wird hauptsächlich durch Refraktionseffekte an der Faseroberfläche und dem sie umgebenden Medium verursacht. Deshalb lassen sich gebundene und enthaftete Fasern in einer Matrix anhand der gemessenen Refraktionsintensitäten I_R signifikant voneinander unterscheiden. Mit zunehmender relativer Dichtedifferenz an den beteiligten Grenzflächen steigt I_R quadratisch an, während die transmittierte Intensität I ausschließlich dem Schwächungsgesetz $I = I_0 \cdot e^{-\mu \cdot d_p}$ für elektromagnetische Strahlung folgt. Zur quantitativen Auswertung des Röntgen-Refraktions-Effekts wird die Probe mit monochromatischer Röntgenstrahlung durchstrahlt. Die gestreute Strahlung wird unter einem konstanten Beobachtungswinkel von ca. $\theta > 2,5$ Bogenminuten detektiert. Die gemessene Refraktionsintensität I_R ist proportional zur Größe der brechenden Oberflächen im Streuvolumen und der durchstrahlten Dicke der Probe d_p . Die transmittierte Intensität I hinter der Probe wird apparativ bedingt mit Hilfe einer Streufolie gemessen. Die Messgleichung $C = ((I_R \cdot I_0 / I_{R0} \cdot I) - 1) / d_p$ liefert einen Refraktionswert C als direkt proportionales Maß für die Oberflächendichte des Komposits. Durch Kalibrierung der Messapparatur mit einem Faseroving bekannter Oberflächendichte lässt sich die Absolutgröße der Oberflächendichte eines Faserkomposits bestimmen [1].

Messapparatur



Die Röntgen-Refraktions-Messungen werden an einer konventionellen Röntgen-Feinstrukturanlage mit geschlossener Feinfokusröhre oder mit dem kommerziellen "X-ray refraction scanner" (SPECS GmbH, Berlin) durchgeführt. Die Messapparatur ist so konzipiert, dass mit charakteristischer Cu- bzw. Mo- k_α -Strahlung unter Verwendung zweier Szintillationsdetektoren die Refraktionsintensität I_R simultan zur transmittierten Intensität I bei konstantem Streuwinkel θ gemessen wird.

Quantitative Bestimmung des Anteils enthafteter Fasern

Bei der Kalibrierung der Messapparatur muss beachtet werden, dass die Refraktionsintensität entscheidend von der Differenz der Dichten von Faser ρ_F und Matrix ρ_M abhängt. Um den Faservolumengehalt eines Komposits zu berücksichtigen, ist ein Verhältnissfaktor einzuführen, der den Faservolumengehalt des Komposits α_K zu der Packungsdichte α_R des Faserrovings in Beziehung setzt. Bezeichnet man mit C_R den Refraktionswert des Faserrovings und mit C_{ok} den des Idealkomposits (alle Fasern sind an die Matrix gebunden), gilt quantitativ:

$C_{ok} / C_R = (\alpha_K / \alpha_R) \cdot (\rho_F - \rho_M)^2 / \rho_F^2$. Der Refraktionswert des Idealkomposits C_{ok} kann somit aus den Materialdichten, der jeweiligen Faserkonzentration und dem Refraktionswert des Faserrovings C_R berechnet werden. Bei einem Realkomposit setzt sich dessen Refraktionswert C aus den Beiträgen sowohl der gebundenen als auch der enthafteten Fasern zusammen. Ist C_{ok} bekannt, so ist es möglich, beide Anteile zu separieren, und den Anteil enthafteter Fasern φ , bezogen auf die Gesamtmenge der Fasern im Komposit, aus dem Messwert C des realen Komposits zu ermitteln: $\varphi = (C - C_{ok}) / (\alpha \cdot C_R - C_{ok})$. Hierbei ist $\alpha = \alpha_K / \alpha_R$ stets < 1 .

Literatur

[1] M. P. Hentschel, K.-W. Harbich, A. Lange
 Nondestructive evaluation of single fibre debonding in composites by X-ray refraction
 NDT & E International 27 (1994) 5