



Marcel Schaller

Vorname Nachname

Maschinenbau, 2009, 4051242

Studiengang, Matrikel, Matrikelnummer

Bachelorarbeit

zur Erlangung des akademischen Grades
Bachelor of Engineering (B. Eng.)

Thema:

**In situ Röntgen-CT Untersuchung des
mechanischen Verhaltens eines Poly-
merhartschaumstoffes im Zugversuch**

Prof. Dr. Werner Zscheyge

Vorsitzende(r) der Bachelorprüfungskommission

Prof. Dr. Jürgen Pohl

1. Prüfer(in)

Dipl.-Ing. (FH) Ralf Schlimper

2. Prüfer(in)

24. 10. 2013

Abgabe am

Aufgabenstellung

„In situ Röntgen-CT Untersuchung des mechanischen Verhaltens eines Polymerhartschaumstoffes im Zugversuch“

„Investigation of the mechanical Behavior of a Rigid Polymer Foam via In situ X-Ray Computed Tomography under tensile stress“

Die Mesostruktur von Werkstoffen, wie Faserverbundwerkstoffen und Schaumstoffen, beeinflusst deren mechanisches Verhalten wesentlich. Die inneren Strukturen des Werkstoffes müssen daher in die Analyse des Verformungs- und Versagensverhaltens einbezogen werden. Die Röntgenanalyse, insbesondere die Röntgen-Computertomographie (Röntgen-CT) ermöglicht eine zerstörungsfreie 3-dimensionale (3d) Visualisierung und Charakterisierung innerer Strukturen. Für die Untersuchung des Einflusses der Mesostruktur von Schaumstoffen auf das mechanische Verhalten sind mechanische Experimente durchzuführen und mit 3d-Bilddaten der inneren Struktur, zu korrelieren. In vorhergehenden Arbeiten wurde zu diesem Zweck eine Verformungseinrichtung für die am Fraunhofer IWM vorhandene Röntgen-CT-Anlage konstruiert und gefertigt. Im Rahmen dieser Arbeit soll diese Einrichtung erprobt und für die Untersuchung des Verformungsverhaltens von Polymerhartschaumstoffen eingesetzt werden. Ggf. soll eine Optimierung der Einrichtung erfolgen. Die Arbeit beinhaltet folgende Teilaufgaben:

- Literaturrecherche zum mechanischen Verhalten von Polymerhartschäumen und den Analysemöglichkeiten basierend auf 3d-Bildanalyse
- Vorversuche zur Bestimmung einer optimalen Probengeometrie
- Versuchsplanung und Probenpräparation für mechanische Experimente und die Röntgen-CT-Analyse
- Versuchsdurchführung und -dokumentation
- Auswertung der Versuche mit Hilfe von 3d-Bildanalyse-Tools

Inhalt

Aufgabenstellung	I
1 Einleitung	1
2 Grundlagen	2
2.1 Polymerschäume	2
2.1.1 Herstellung	2
2.1.2 Morphologie	2
2.1.3 Anwendungen	3
2.2 Röntgen-Computertomographie	4
2.2.1 Röntgenstrahlung	4
2.2.2 Grundlagen der Computertomographie (CT)	6
2.3 Die In-situ-CT-Untersuchung	12
2.3.1 Begriff „in situ“	12
2.3.2 Stand der Technik von In-situ-CT-Versuchen	12
3 Material und Methoden	15
3.1 Polymethacrylimidschaumstoff (PMI)	15
3.1.1 Rohacell® RIST	16
3.2 Die In-situ-Verformungseinrichtung	18
3.2.1 Aufbau und Funktion	18
3.2.2 Probenaufnahmevorrichtung und Probenform	19
3.3 Vorbereitende Maßnahmen zu den Verformungsexperimenten	21
3.3.1 Genauigkeit der Wegsteuerung	21
3.3.2 Piezoelektrische Drift des Kraftaufnehmers	22
3.4 Verformungsexperimente	24
3.4.1 Quasistatischer Zugversuch	24
3.4.2 In-situ-CT-Versuch	25
4 Ergebnisse und Diskussionen	28
4.1 Quasistatischer Zugversuch	28
4.2 In-situ-CT-Versuch	31
4.2.1 Festigkeits- und Verformungskennwerte	31

4.2.2	Bildauswertung	33
5	Zusammenfassung und Ausblick	40
	Quellen- und Literaturverzeichnis	II
	Abbildungen	V
	Abkürzungen	VII
	Tabellenverzeichnis	VIII
	Eidesstattliche Erklärung	IX
	Danksagung	X
	Anhang	XI

1 Einleitung

Aufgrund des knappen Vorkommens an Rohstoffen und Energieressourcen, gewinnen intelligente Leichtbausysteme nahezu in allen Industrie- und Haushaltsbranchen zunehmend an Bedeutung. Der Einsatz von Leichtbauwerkstoffen ist ein zukunftsweisender Weg, um den Energie- und Materialbedarf zu reduzieren und damit die Effizienz und die Wirtschaftlichkeit von Produkten und Systemen zu erhöhen. Um die nötigen Sicherheitsstandards bei der Verwendung von Leichtbaukonstruktionen einhalten zu können, forscht das Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik in Halle (IWMH) an neuen Materialien, um eine Aussage über das Verhalten dieser unter unterschiedlichsten Bedingungen zu erhalten. Wechselnde Beanspruchungen bei unterschiedlich thermischen Einflüssen, mechanisch veränderliche Randbedingungen, sowie eine Resistenz gegenüber chemische Einflussfaktoren müssen daher vorab gründlich untersucht werden, um sie ihrer Verwendung zurechnen zu können.

Das IWMH untersucht unter anderem das mechanische Verhalten polymerer Faserverbundwerkstoffe, sowie die Veränderung der Mesostruktur von Schaumstoffen unter mechanisch veränderlichen Belastungen. Im Fokus steht hier die Untersuchung eines geschlossenzelligen Polymerhartschaumstoffes, der als Kernmaterial in Sandwichverbundsystemen eingesetzt wird. Speziell handelt es sich um einen Polymethacrylimid-Schaumstoff, der in Luft- und Raumfahrt, in der Automobilindustrie oder in Rotoren von Windkraftanlagen im Verbundsystem seine Verwendung findet. Um das Verformungs- und Versagensverhalten der inneren Zellstruktur analysieren zu können, eignet sich hierzu insbesondere die computertomographische Untersuchung.

Hierfür wird eine speziell angefertigte In situ- Prüfeinrichtung genutzt, welche die Möglichkeit bietet Druck- sowie Zugbelastungen auf den Probenkörper auszuführen und simultan eine 3D-Bildanalyse mittels Computertomographie (CT) zu erstellen. Auf eine Modifizierung der Versuchseinrichtung, sowie die Bestimmung einer geeigneten Probengeometrie unter Voraussetzung von benötigten Vorversuchen, soll in dieser Arbeit eingegangen werden. Das Hauptaugenmerk liegt bei der Durchführung, Dokumentation und der Auswertung der Zugversuche, um die Einflüsse der Zellstruktur auf das mechanische Verhalten zu untersuchen. Dies ist hilfreich, um Hinweise auf das Versagensverhalten zu erlangen, die für den sicheren Einsatz von Schäumen in hochbelasteten Strukturen benötigt werden. Die Versuche dienen dabei in erster Linie als Studie, um die Eignung der In-situ-Verformungseinrichtung speziell für den Zugversuch festzustellen.

2 Grundlagen

2.1 Polymerschäume

2.1.1 Herstellung

Die meisten Schäume entstehen indem ein Gas in eine flüssige Polymerphase dispergiert und diese im Anschluss zu einem resultierenden Schaumgefüge erstarrt. In den meisten Fällen wird die Schaumform- und Größe erreicht indem die beim Gaseinleitungsprozess entstehenden Blasen auf das gewünschte Ausmaß erweitert werden bevor sich das System stabilisiert. Schäume die durch eine solche Dispersion entstehen werden in folgende Typen klassifiziert [1].

- Thermoplastische Polymere, die in fester Form ein Treibmittel gebunden haben, dessen Freisetzung durch den Schmelzprozess nach Erhitzen erfolgt
- Duroplastische Schäume wobei die miteinander reagierenden Inhaltsstoffe sich nur teilweise verfestigen, gefolgt von einem Aushärtungsprozess der dem Schaum seine stabile Form gibt.
- Ein Latex der geschäumt wird und durch anschließende Phaseninversion stabilisiert wird.

Durch das Aufschäumen ist die Dichte des Schaumstoffes wesentlich geringer als die des Grundmaterials, was ihn besonders als Komponente für den Leichtbau eignen lässt. Ein besonderer Fokus soll auf die Verwendung in Sandwichsystemen gelegt werden, wobei sich der Polymerschäum hervorragend als Kernmaterial auszeichnet.

Häufig verwendete Materialien für Polymerschäume:

Polyurethan (PUR), Polystyrol (PS), Polyvinylchlorid (PVC), Polymethacrylimid (PMI), Polyisocyanurate, Polyethylen (PE) Polyetherimide, Polyphenol und Acrylonitril (SAN) [1]

2.1.2 Morphologie

Offen- und geschlossenzellige Schäume:

Im Schaumstoff sind die über das gesamte Volumen verteilte Zellen entweder offen, geschlossen oder beides. Begrenzt sind diese durch Zellstege, die über Knotenpunkte ein zusammenhängendes Gerüst bilden. Existieren zwischen den Zellstegen sogenannte Schaumlamellen oder auch Zellwände spricht man von einem geschlossenzelligen Schaum. Sind diese jedoch zerstört oder fließen beim Erstarrungsvorgang in die Zellstege zurück, wird der Schaum als offenzellig oder offenzellig bezeichnet [2]. In Abbildung 1 sind die Unterschiede schematisch dargestellt.

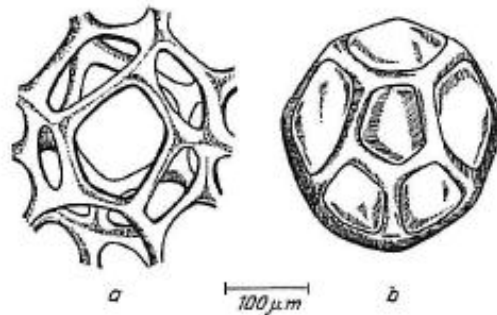


Abbildung 1: (a) offenzellige und (b) geschlossenzellige Struktur in Schäumen [1]

Offenzellige Schäume sind in der Regel Weichschäume, wobei das eingeleitete Treibgas lediglich die Aufgabe hat die Schaummasse zu expandieren. Wenn dieser Prozess beendet ist, öffnen sich die Zellen und das Treibgas, z. B. Kohlenstoffdioxid, kann nach der Steigzeit aus dem Schaumgefüge entweichen. Zellstrukturen die geschlossen vorliegen, sind deutlich stabiler und druckfester. Sie finden unter anderem Anwendung in Sandwichsystemen. Aber auch als Isolierschaum, da nur das durch die geschlossenen Zellen enthaltene Gas die maximale Isolierwirkung gewährleistet [3]. Die Einteilung zwischen offenzelligen und geschlossenzelligen Schäumen reicht aber für eine wesentliche Charakterisierung von Schaumstoffen nicht aus. Nicht nur Form und Größe der Zellen sind von Bedeutung, sondern auch ihre Anordnung und deren Abstand zueinander. Auch die Art und Dicke der Zellwände sollte zu einer Charakterisierung hinzugezogen werden [4].

In dieser Arbeit soll auf die Morphologie der Schaumstoffe und deren Veränderung unter mechanischer Beanspruchung anhand eines geschlossenzelligen Hartschaumstoffes aus Polymethacrylid eingegangen werden. Dazu wird besonders auf die Zugfestigkeit bzw. auf die Veränderung der inneren Zellstruktur unter Zugbelastung eingegangen.

2.1.3 Anwendungen

Schäume lassen sich in einer Vielzahl von Anwendungsgebieten unterteilen. Einige Schäume und ihr Einsatzgebiet sollen folgend genannt werden [5]:

- Schallabsorber (PUR)
- Verpackungsmaterialien, Transportsicherung (Styropor)
- Wärmedämmung (geschlossenzellige Schäume weil keine Konvektion)
- Korrosionsschutz von Hohlräumen (Fahrzeug und Schiffbau)
- Luftfilterelemente (offenzellig und nachbehandelt)
- Bootsbau (hoher Auftrieb)
- Bestandteil von Verbundkonstruktionen (Sandwichstrukturen PMI als Kernmaterial)

2.2 Röntgen-Computertomographie

2.2.1 Röntgenstrahlung

Definition und Einordnung im elektromagnetischen Spektrum:

Als Röntgenstrahlen werden elektromagnetische Wellen bezeichnet deren Frequenz höher ist als von ultraviolettem Licht.

Bei einem Vergleich von Gamma- und Röntgenstrahlung, ist eine Überschneidung in einem weiten Bereich erkennbar (Abbildung 2).

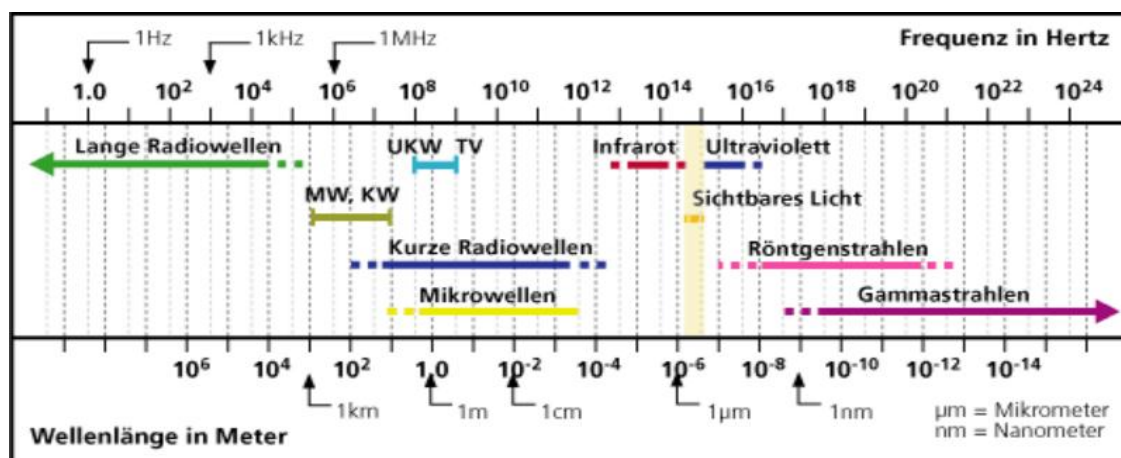


Abbildung 2: Elektromagnetisches Spektrum [2]

Beide sind elektrische Strahlungsarten und bei gleicher Energie äquivalent. Die beiden Strahlungsarten unterscheiden sich jeweils von der Herkunft. Gammastrahlen entstehen bei Prozessen im Atomkern, Röntgenstrahlen entgegen durch hochenergetische Elektronenprozesse. Die Energie der Röntgenphotonen liegt bei etwa 100 eV bis 250 keV und entspricht einer Frequenz von ca. $3 \cdot 10^{16}$ Hz bis $3 \cdot 10^{21}$ Hz bei einer Wellenlänge von ca. 1 nm bis 10 pm [7].

Erzeugung von Röntgenstrahlen:

Röntgenstrahlen entstehen indem aus einer Katode heraus Elektronen stark beschleunigt werden. Eine weitere Möglichkeit ist ein hochenergetischer Übergang der Elektronen innerhalb der Elektronenhülle. Um diese Vorgänge zu ermöglichen wird eine Röntgenröhre benötigt, (Abbildung 3) in der die Elektronen beschleunigt werden. Diese Beschleunigung ist zur Erzeugung von Röntgenstrahlung jedoch nicht ausreichend. Erst wenn die Elektronen anschließend auf eine Anode treffen, welche heute häufig aus Keramik, Kupfer oder Wolfram gefertigt ist, wird durch starke Ab-

bremsung der Elektronen eine Bremsstrahlung freigesetzt. Durch diesen Beschuss werden wiederum Elektronen aus der Anode herausgeschlagen und durch andere aufgefüllt. Durch diesen Vorgang entsteht letztlich die charakteristische Röntgenstrahlung [7].

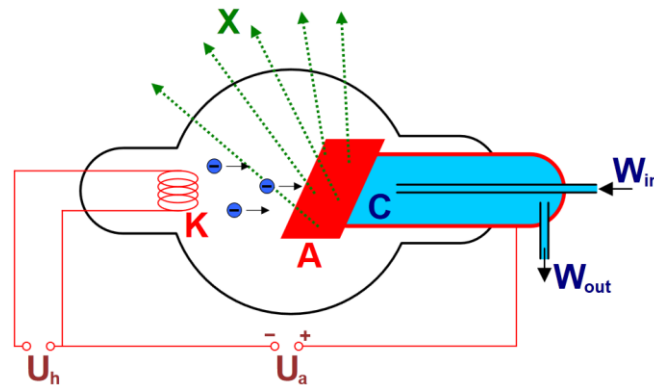


Abbildung 3: Schematische Darstellung einer Röntgenröhre, Heizspannung (U_h), Beschleunigungsspannung (U_a), Anode (A), Kathode (K), Wasserkühler (C), Röntgenstrahlung (X), Wassereingang (W_{in}) und Wasserausgang (W_{out}) [8]

Wechselwirkung mit der Materie

Das Durchdringungsvermögen der Röntgenstrahlung ist je nach Stoffart unterschiedlich. Dies ist ein wichtiger Faktor bei der radiologischen Bilderzeugung. Dabei gilt, dass die Intensität der Röntgenstrahlen exponentiell mit der im Material zurückgelegten Weglänge abnimmt. Dies lässt sich durch das Schwächungsgesetz beschreiben. Für monoenergetische Strahlung gilt [9]:

$$I = I_0 \cdot e^{-\mu \cdot d} \quad [F1]$$

- I: Intensität nach dem Materiedurchgang
- I_0 : Intensität vor dem Materiedurchgang
- μ : Schwächungskoeffizient (Extinktionskoeffizient)
- d: Dicke der absorbierten Schicht

Die Schwächung der Intensität wird verursacht durch die Absorption, die durch den Absorptionskoeffizienten τ ausgedrückt wird und der Streuung σ .

Dies bedeutet für den Schwächungskoeffizienten $\mu = \tau + \sigma$ [F2]

2.2.2 Grundlagen der Computertomographie (CT)

Die 1967 vom englischen Physiker Godfrey N. Hounsfield entwickelte Computertomographie kam Anfang der 70er Jahre in die Praxis und ermöglichte eine Darstellung von Querschnittsbildern des menschlichen Körpers. Hounsfield erhielt für seine Errungenschaft 1979 den Nobelpreis für Medizin. Im Gegensatz zu konventionellen Röntgen-Durchleuchtungsaufnahmen, die Überlagerungsbilder aller durchstrahlten Strukturen darstellen, können mit der Computertomographie überlagerungsfreie Schichtbilder des zu prüfenden Materials erzeugt werden. Auch geringe Dichteunterschiede des durchstrahlten Gewebes werden deutlich wiedergegeben und Strukturen können hinsichtlich ihrer Lage, Form, Größe und Verteilung zugeordnet werden [10]. Abbildung 4 zeigt einen schematischen Aufbau einer 3d-CT-Anlage.

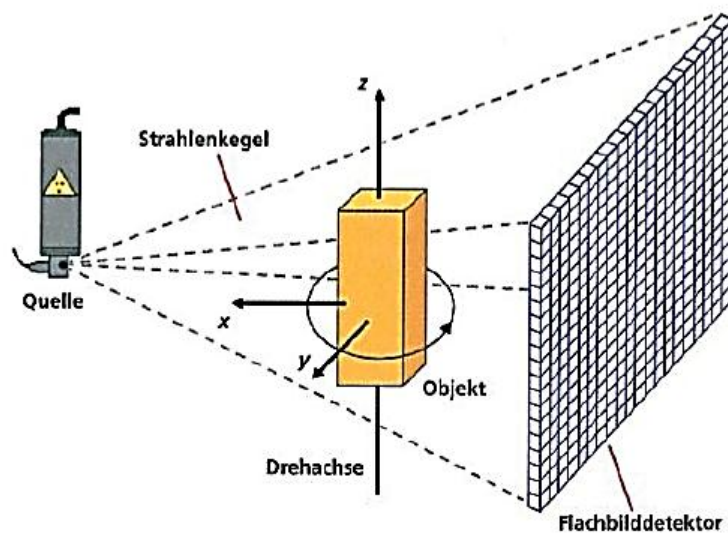


Abbildung 4: Prinzip Skizze Versuchsaufbau 3D-CT [12]

Prinzip der Computertomographie:

Die Computertomographie ist das erste radiologische Verfahren, das statt der analogen Bilder, die schon von konventionellen Röntgenverfahren bekannt sind, ausschließlich errechnete digitale Bilder zur Verfügung stellt. Prinzipiell wird beim Röntgen-CT das zu prüfende Objekt 360° um seine Drehachse durchstrahlt, Projektionen werden digital gespeichert und zu einem Volumenmodell rekonstruiert. Beim 3D-CT rotiert dabei das zu untersuchende Objekt unter Verwendung eines Flächendetektors in einem kegelförmigen Röntgenstrahl, wobei mehrere nacheinander folgende Messungen in verschiedenen Winkelpositionen erfolgen. Da das menschliche Auge keine Stufen oder keine diskreten Bildpunkte erkennen kann, geht man intuitiv zur Annahme, dass kontinuierli-

che Übergänge von Konturen gegeben sind und diese in beliebig feine Grautöne dargestellt werden. Es ist sinnvoll sich den zu prüfenden Körper so vorzustellen, als wenn er aus endlich vielen Volumenkörpern, zum Beispiel Scheiben besteht. Diese Scheiben stellen die sogenannten transversalen Schichten dar. Solch eine Schicht, wie sie in Abbildung 5 dargestellt wird, ist wiederum in einzelne quaderförmige Volumenelemente unterteilt, die als Voxel bezeichnet werden. Jeder Wert der einem Volumenelement zugordnet werden kann wird als Bildelement in einer digitalen Bildmatrix dargestellt. Bildelemente werden hingegen als Pixel bezeichnet, welche sich aus dem Akronym „picture element“ herleiten [22].

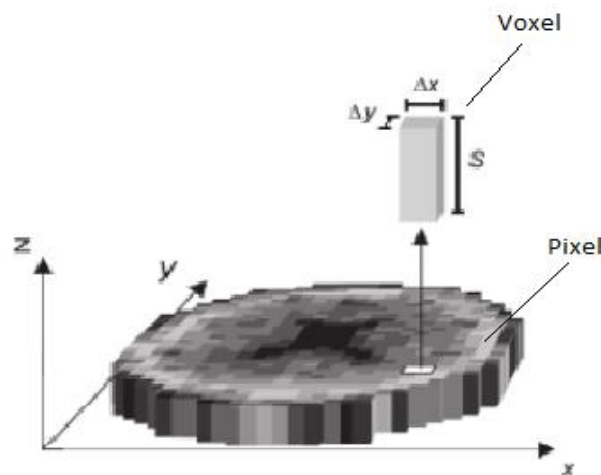


Abbildung 5: transversale Schicht mit herausgelöstem Voxel [22]

Wenn nun Röntgenstrahlung durch das zu prüfende Objekt strahlt, wird die Absorption der Strahlung entlang einer Geraden zwischen Röntgenquelle und dem Detektor bestimmt. Mit anderen Worten, es wird ein Linienintegral über die Absorption bzw. über die Absorptionskoeffizienten einer Weglänge bestimmt. Die mittleren Absorptionskoeffizienten werden innerhalb eines Voxel in Grauwerte übersetzt. Die Bestimmung der lokalen Absorptionskoeffizienten erfolgt wiederum durch die gemessene Röntgenschwächung mittels des Schwächungsgesetzes, welches in Formel [F1] beschrieben ist [10]. Der österreichische Mathematiker Johann Radon hatte 1917 in seiner Arbeit gezeigt, (...)„*dass eine zweidimensionale Verteilung einer Objekteigenschaft exakt beschrieben ist, wenn eine unendliche Anzahl von Linienintegralen vorliegt.*“ (...) ¹ Eine Beschreibung anhand eines inhomogenen Objektes bei monochromatischer Strahlung gibt Abbildung 6, die zeigt, dass bei inhomogenen Objekten sich der Beitrag zur Gesamtschwächung aus den lokalen Werten der Schwächungskoeffizienten μ_i aus den einzelnen Weglängenabschnitten ergibt [22].

¹ Willi A. Kalender; Computertomographie Grundlagen, Gerätetechnologie Bildqualität, Anwendungen; Verlag Publicis Corporate Publishing; 2. überarbeitete Auflage 2006, S. 26

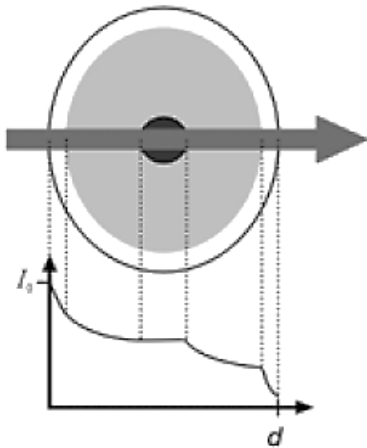


Abbildung 6: inhomogenes Objekt bei monochromatischer Strahlung [22]

$$I = I_0 \cdot e^{-\mu_1 \cdot d_1 - \mu_2 \cdot d_2 - \mu_3 \cdot d_3 \dots}$$

$$I = I_0 \cdot e^{-[\sum_{i=1}^n \mu_i d_i]}$$

$$I = I_0 \cdot e^{-\int_0^d \mu ds} \tag{F3}$$

$$P = \ln \frac{I_0}{I} = \sum \mu_i d_i \tag{F4}$$

I ... Intensität der Röntgenstrahlung

P ... Schwächung bzw. Projektionswert

μ ... Schwächungskoeffizient

Bestimmt man eine Radon-Transformation aus den erhaltenen Linienintegralen der Röntgenabsorption, kann mit Hilfe einer Rücktransformation und einem mathematisch berechneten Faltungskern ein zweidimensionales Schnittbild gewonnen werden. Wenn alle erhaltenen Schnittbilder aneinandergereiht werden, ergibt dies ein dreidimensional rekonstruiertes CT-Bild. Bei der sogenannten Faltung handelt es sich um eine Hochpassfilterung zur Vermeidung von Verunschärfungen in der Bildrekonstruktion. Die Wahl des Faltungskerns kann die Bildcharakteristik wesentlich beeinflussen (Abbildung 7). So kann zum Beispiel bei steigender Auflösung mit einem kantenbetonenden Faltungskern der Kontrast, aber auch das Bildrauschen erhöht werden [22].

Originalprofil * Faltungskern = gefiltertes Profil

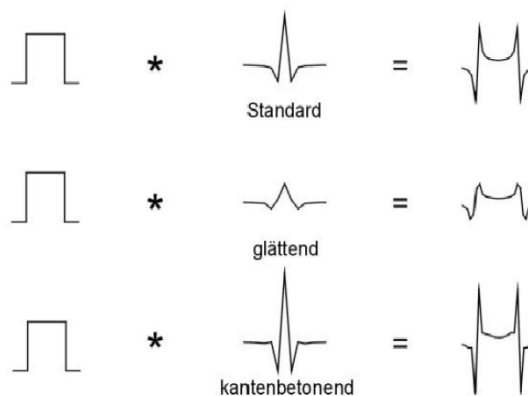


Abbildung 7: Veränderung der Bildcharakteristik durch die Wahl des Faltungskerns [22]

Wie schon erwähnt, wird bei einer CT-Untersuchung die räumliche Verteilung des linearen Schwächungskoeffizienten μ gemessen und berechnet. Da diese physikalische Messgröße nicht sehr anschaulich und stark von der verwendeten Energie abhängig ist, wären quantitative Aussagen des-

halb eher schwierig und ein Vergleich von Bildern, die an Anlagen mit unterschiedlichen Leistungsparametern gewonnen wurden, nur eingeschränkt möglich. Deshalb führte man zu Ehren von Hounsfield, dem Erfinder der Computertomographie, CT-Zahlen ein, die als Einheit in (HE) für Hounsfield-Einheit oder international in Hounsfield Units (HU) angegeben werden. Diese CT-Zahlen werden in Relation zur Schwächung von Wasser angegeben. Zur Berechnung der CT-Zahl eines beliebigen Gewebes mit dem Schwächungskoeffizienten μ_G gilt [22]:

$$CT - Zahl = \frac{(\mu_G - \mu_{Wasser})}{\mu_{Wasser}} \cdot 1000 HU \quad [F5]$$

Übliche CT-Zahlen sind in einer Hounsfield-Skala hinterlegt, wobei Wasser einen definierten Wert von 0 HU besitzt. Luft dagegen wird mit einem negativen Wert von -1000 HU angegeben. Diese beiden Werte sind unabhängig von der Energie der Röntgenstrahlung und stellen feste Punkte in der CT-Skala dar. Besitzen Materialien hingegen positiv höhere Werte als Wasser, was überwiegend auf die physikalische Dichte zurückzuführen ist, sind diese stärker von der Energie der Röntgenstrahlung abhängig. Die erhöhten CT-Werte sind auf eine erhöhte Dichte oder einer erhöhten Ordnungszahl der Elemente zurückzuführen. Wie in Gleichung [F6] dargestellt, ist der lineare Schwächungskoeffizient dabei das Produkt aus der Dichte ρ und dem Massenschwächungskoeffizienten μ/ρ . Dieser ist abhängig von der Ordnungszahl Z des zu prüfenden Materials und von der Energie E der Röntgenquelle [22].

$$\mu = \left(\frac{\mu}{\rho}\right) (E, Z) \cdot \rho \quad [F6]$$

Kontraste hingegen sind bei höheren Energien zunehmend dichteabhängig. Ein geringer Kontrast ist zum einen an der geringen Ordnungszahl und zum anderen an der geringen Dichte zu erklären [22]. Bei Überprüfungen von Materialien mit geringer Dichte, wie zum Beispiel auch bei einigen Polymerschäumen, ist deshalb auf die Verwendung der richtigen Leistungsparameter der Röntgenröhre zu achten. Zu Problemen kann es führen, wenn verschiedene Phasen im Material zu ähnliche Dichten besitzen, so dass man kaum Kontraste erkennen kann.

Nach Patterson und Hamilton ist die Kontrastqualität direkt proportional zur Anzahl der Einzelbilder, die bei der Untersuchung gemacht werden [23]. Wenn sich aber die Mikrostruktur einer Probe bei Zug-, Druck- oder Temperaturbelastung ändert, ist die Anzahl der erreichbaren Einzelaufnahmen nur beschränkt. Ebenso können nur endlich viele Winkelschritte realisiert werden, wobei die Anzahl der Aufnahmen hier technisch eingeschränkt wird.

Industrielle Computertomographie:

Die industrielle Computertomographie unterscheidet sich hinsichtlich zur medizinischen CT-Untersuchung unter anderen an der Lage von Röntgenquelle und Detektor. Wenn sich in der Medizin Röntgenröhre und Detektor als Einheit um den Patienten bewegen, wird entgegen in der industriellen Röntgen-CT in der Regel das zu untersuchende Objekt bewegt. Röntgenquelle und Detektor sind dabei fest an der Anlage montiert. Ein weiterer Unterschied ist das Untersuchungsobjekt selbst. Der menschliche Körper besteht aus ca. 60 % Wasser und besitzt wenig schwere Elemente [13]. Bei der industriellen CT-Untersuchung werden homogene Stoffe, z. B. reine Metalle, oder völlig inhomogene Stoffe wie Faserverbundmaterialien untersucht. Die Leistungsanforderungen können demnach sehr unterschiedlich sein. In den Abbildungen 8 bis 10 sind verschiedene industrielle CT-Untersuchungen dargestellt, die aktuell in der Praxis Anwendung finden [14]:

Die Röntgen-CT-Untersuchung an Polymerschäumen wird in den nachfolgenden Kapiteln näher erklärt, weil sie wesentlicher Bestandteil dieser Arbeit ist. Des Weiteren kann die CT-Untersuchung auch in der Metrologie verwendet werden, um eine Verifikation einzelner Geometriemaße zu erhalten. Auch bei alten Kulturfunden ist die zerstörungsfreie CT-Untersuchung von Vorteil. Sensible Materialien alter Tonskulpturen oder Versteinerungen können schonend bis zum Kern untersucht werden [14].

- CT in der zerstörungsfreien Prüfung (ZfP)

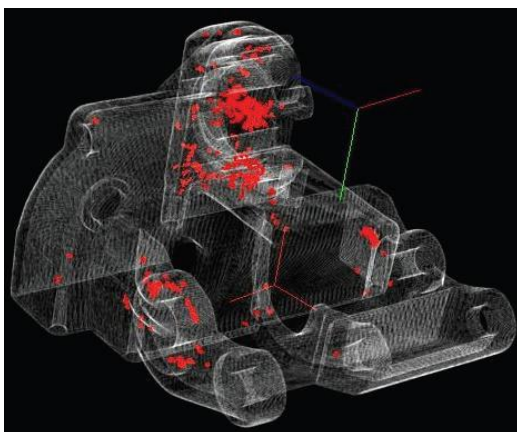


Abbildung 8: CT in der ZfP [14]

- Erkennung von Defekten wie Lunkern, Poren und Fremdkörper
- Generierung von Lage und Form
- Trennung verschiedener Materialien

- CT für biologische Proben



Abbildung 9: CT- Untersuchung in der Tierbiologie [14]

- Überprüfung der Keimfähigkeit durch Volumenbestimmung
- Sicherstellung der Astfreiheit von Hölzern für hochwertige Möbel und Parkettböden
- Untersuchungen von Käfern, Wanzen etc. (Abbildung 6)

- CT an Schäumen

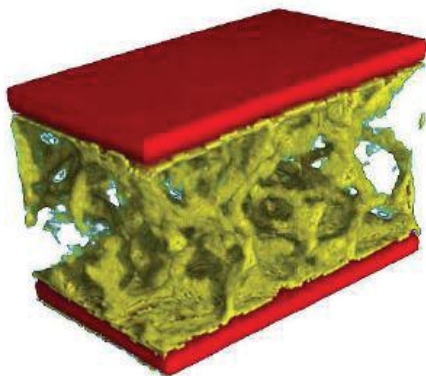


Abbildung 10: CT-Untersuchungen an Schäumen [14]

- Metallische Schäume
- Keramische Schäume
- Polymerschäume
- Offen- / geschlossenporig
- Porengröße und Verteilung

Die Möglichkeiten der CT-Technik sind heute sehr weitreichend und reichen vom bildgebenden Prüfmittel bis zum kalibrierten Messmittel. Sie ist eine zerstörungsfreie Methode, um Bauteile dreidimensional zu vermessen, um Materialfehler zu eruieren oder physikalische Eigenschaften von Werkstoffen zu ermitteln.

Die Trends gehen heute in Richtung von hochauflösender Synchrotron-CT, simulationsgebundenen Untersuchungen, Hochgeschwindigkeitsuntersuchungen, sowie dem Inline- und Nano-CT. Auch Komplettscans an großen Objekten sind eine zukunftsweisende Richtung in der CT-Technik.

2.3 Die In-situ-CT-Untersuchung

2.3.1 Begriff „in situ“

Der Begriff „in situ“ stammt aus dem Lateinischen und bedeutet „am Platz“, bzw. „an Ort und Stelle“. Allgemein kann man davon ausgehen, dass bei jeweiligen In Situ-Experimenten, die Probe vor Ort und zeitlich analog untersucht wird. In den meisten Fällen liegen die Zeiten für einen Durchlauf einer Untersuchung in der gleichen Größenordnung, wie die Zeiten in denen sich die Struktur des zu prüfenden Materials infolge äußerer Lasteinwirkung verändert. Es gibt aber auch Größen, die zu einer zusätzlichen Unschärfe von Messergebnissen führen können. Belastet man einen Hartschaumkörper auf Zug oder Druck, kann in den Belastungspausen ein deutlicher Relaxationsprozess erkannt werden. Da nach einer solchen Relaxationsphase das Experiment an derselben Probe und gleicher Position fortgeführt werden kann, bleibt das Prinzip einer In-situ-Untersuchung jedoch erhalten.

2.3.2 Stand der Technik von In-situ-CT-Versuchen

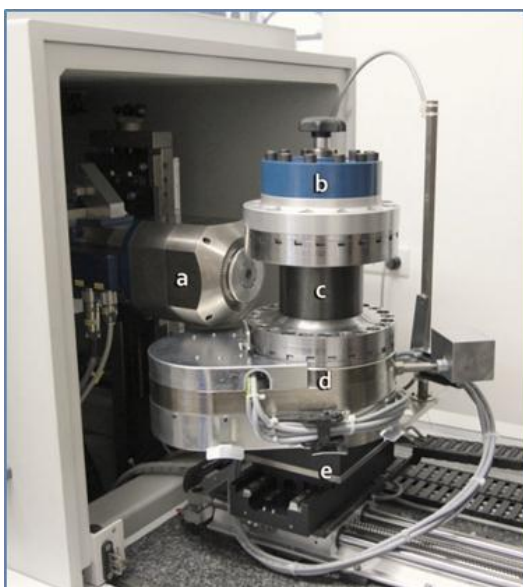
Aufgrund einer steigenden Nachfrage nach Materialien ist die Untersuchung deren inneren Struktur und deren mechanischer Belastbarkeit besonders sinnvoll. In der heutigen Praxis werden oft Bauteile für ihre eigentliche Aufgabe überdimensioniert, um eine ausreichende Sicherheit der Gesamtstruktur zu erlangen. Der Grund dafür liegt oft darin, dass nicht ausreichende Kenntnisse von Versagensmechanismen verschiedenster Materialien vorliegen. Um ein wirtschaftlich effizientes Design moderner Bauteile zu erhalten, ist eine Identifikation verschiedenster Belastungseigenschaften besonders wichtig. Eine Balance zwischen hohem experimentellen Aufwand und Grad des Informationsbedarfs sollte dabei jedoch eingehalten werden. Die Aussagekraft einer CT-Analyse ist hierfür besonders geeignet, weil hierfür räumliche Betrachtungsweisen hinzugefügt werden können. Die Herausforderung besteht hierbei die CT-Anlage mit einer In-situ Test-Einrichtung zu kombinieren. Dieser Prüfmethode gewinnt aktuell immer mehr an Zuspruch [15].

Das europäische Zentrum für Kernforschung (CERN) nutzt z. B. ein mobiles CT-System für die in situ-Prüfung an seinem Teilchenbeschleuniger „Large Hadron Collider“ (LHC), um den Zustand der Komponenten in den Verbindungselementen zu kontrollieren. Der „RayScan Mobile“ wurde so konzipiert, dass er an jeder Position des 27 km langen Tunnels universell einsetzbar ist. Da mit diesem Gerät die Verbindungselemente überprüft werden können ohne diese zu öffnen, was sehr zeitintensiv wäre, können die Kosten dafür immens reduziert werden. Abbildung 11 zeigt das mobile CT und eine zu prüfende Verbindungsstelle [16].



Abbildung 11: Der Röntgentomograph RayScan Mobile im Betrieb am LHC (links) und Verbindungszone (rechts) [16]

Gerade was die Materialforschung betrifft, erhält die In-situ-CT-Technik immer neueren Zuspruch. Im Institut für Keramik, Glas und Baustofftechnik der TU Bergakademie Freiberg, wurden unter anderem an einer In-situ-Druckapparatur Druckverformungen an MMC-(Metal-Matrix-Composites) Schäumen durchgeführt. Es konnten dadurch einzigartige physikalische und mechanische Eigenschaften festgestellt werden. Durch diese Erfahrungen konnten Kombinationen aus Keramik und duktilen Metallen hergestellt und deren mechanische Eigenschaften nachgewiesen werden. Für diese Untersuchungen wurde ein Alpha-XCT der Firma ProCon X-Ray GmbH verwendet, welches mit einer Druckverformungs-Apparatur (Abb. 12) erweitert wurde. Mit dieser Apparatur können Druckverformungskräfte bis 100 kN ermöglicht werden [17].



- a...Röntgenröhre
- b...Kraftmesskopf
- c...CFK-Rohr
- d...Getriebesystem
- e...Drehteller

Abbildung 12: Aufbau einer in situ-Druckapparatur auf ein Alpha-XCT der Fa. ProCon x-Ray GmbH [17]

Auch ein Projekt an der TU Dresden nutzt das In Situ Messprinzip, um Versagensmechanismen an Verbundwerkstoffen zu studieren. Das Institut für Leichtbau und Kunststofftechnik setzt das CT-System Vjtomejx-L450 (GE Phoenix X-Ray) mit einer 300 kV Mikrofokus und 450 kV Makrofokus-Röntgenröhre ein um kohlefaserverstärkte Kunststoffe zu testen. Ein besonderer Schwerpunkt wurde dabei auf die Belastung in Dickenrichtung gelegt. Dazu wurden zylindrische Zugproben nach ASTM D 7291 hergestellt um die Bruchstauchung zu studieren. Auch bei dieser Anlage wurde eine speziell entwickelte Testvorrichtung in den Drehtisch der CT modular integriert, die in Abbildung 13 zu sehen ist. Ein wesentlicher Bestandteil dieser In-situ-Testvorrichtung ist ein speziell geformter Zylinder der aus hochfestem Aluminium besteht. Er ermöglicht einerseits während der gesamten 360° Drehung eine gleichmäßige Abschwächung des Röntgenstrahls, sowie eine artefaktfreie Abbildung des Prüfobjektes [15].

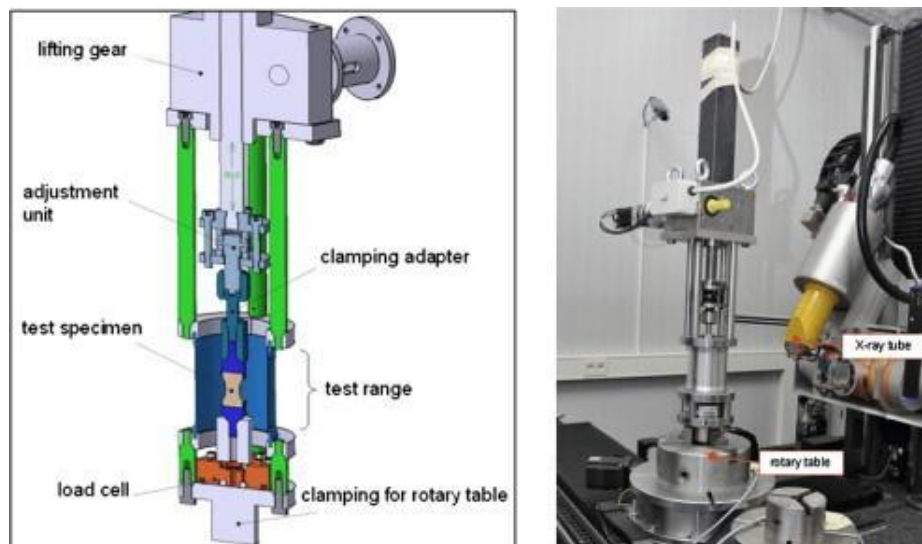


Abbildung 13: Test-Geräte-Konzept (links) schematisch, (rechts) in die CT-Anlage integriert [10]

Bei Patterson et al. wurden unter Benutzung einer speziellen Spannvorrichtung Druckversuche an einem Silikonschaum durchgeführt. Die Micro X-ray-Abtastung erfolgte als eine Folge von rekonstruierten 2d-Bilddaten. Es konnten Veränderungen der Zellstruktur über mehrere Dehnungsschritte erfasst werden. Die Komprimierung erfolgte dabei in Schritten von 0 % bis 40 %. Die Zellstege wurden vektorieLL nachgebildet, wobei eine Veränderung der Zellen mathematisch über den gesamten Dehnungsverlauf nachgewiesen werden konnte. [18]

3 Material und Methoden

3.1 Polymethacrylimidschaumstoff (PMI)

PMI-Schäume sind hochfeste, geschlossenzellige Polymerhartschäume. Sie finden in der Luft- und Raumfahrt, im Schiffs- und Schienenfahrzeugbau, aber auch bei der Herstellung von Sportartikeln sowie im Modellbau ihre Verwendung. Der Schaumstoff besitzt hervorragende thermo-mechanische Eigenschaften, die ihn auch als Verstärkerfüllstoff, zum Beispiel bei Konstruktionen in der Formel 1 verwendbar machen. Die ersten Vorläufer wurden 1962 im Labor entwickelt, bevor 1970 der industrielle Durchbruch gelang. Der PMI-Schaum vom Typ Rohacell®, ist aus den Entwicklungen der Acrylat- und Methacrylatchemie hervorgegangen, die bei der damaligen Röhm & Haas OHG in Darmstadt betrieben wurde. Der Poymethacrylimidschaum (PMI Schaum) erhielt 1972 seine erste Luftfahrtzulassung und wird heute in elf unterschiedlichen Typen am Standort Darmstadt von Evonik Industries hergestellt [19].

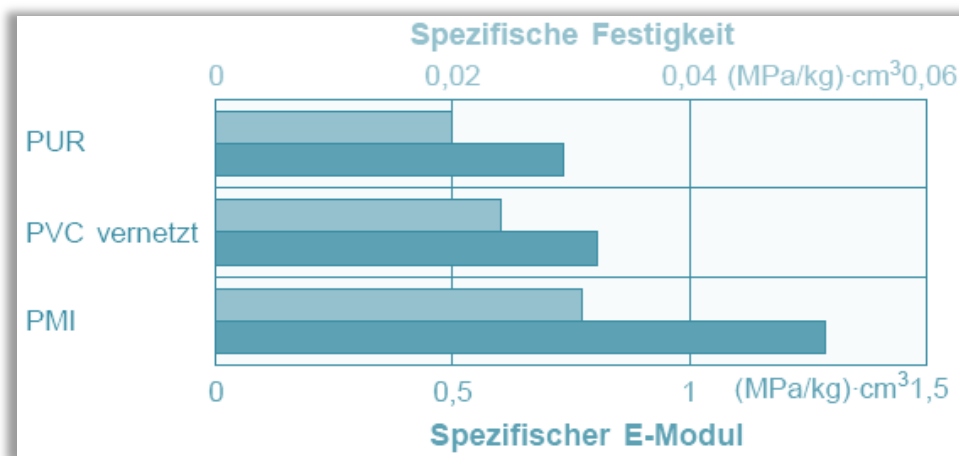


Abbildung 14: Vergleich der spezifischen Zugfestigkeit bzw. des spezifischen E-Moduls [20]

Beim Vergleich von PMI mit Polyurethan- oder PVC-Schaumstoff, weist PMI-Schaumstoff ausgezeichnete mechanische Eigenschaften auf (Abbildung 14). Er besitzt Wärmeformbeständigkeiten von 180 °C bis 250 °C, ausgezeichnete thermomechanische Eigenschaften und eine sehr gute Kriechbeständigkeit. Die spezifischen Eigenschaften tragen entscheidend zur Realisierung gewichtsoptimierter Konstruktionen, wie zum Beispiel Sandwichbauteilen bei.

3.1.1 Rohacell® RIST

Rohacell® RIST ist ein spezieller geschlossenzelliger Hartschaumstoff, der auf Grundlagen der Polymethacrylimidchemie basiert. Rohacell® RIST wurde speziell als strukturelles Kernmaterial konzipiert. Seine mechanischen und thermomechanischen Eigenschaften ähneln denen von Rohacell® WF. Die Zellgröße allerdings steht im optimalen Kompromiss zwischen niedriger Harzaufnahme (etwa 50 % weniger als bei Rohacell® WF) und zufriedenstellender Verklebung von Deckschichten auf den Schaumkern. Seine optimierte Zellstruktur (Abb.15) macht Rohacell® RIST besonders geeignet für Vakuuminfusions- und RTM-Verfahren, wobei er bei Temperaturen von 130 °C und bis zu einem Druck von 0,7 MPa einsetzbar ist. Die Thermoumformbarkeit bietet dabei enorme Fertigungsvorteile [21]. Die Typenbezeichnung für die Schaumstoffe Rohacell 51 RIST, 71 RIST und 110 RIST basieren auf der mittleren Dichte der Werkstoffe. Einige technische Daten sind in Tabelle 1 ersichtlich. Es ist zu erkennen, dass Zug-, Druck- und Scherfestigkeit sowie E- und Schub-Modul mit steigender Dichte zunehmen. Die Bruchdehnung bleibt durch den ebenfalls ansteigenden E-Modul konstant.

Tabelle 1: Technische Daten im Bezug zur Materialdichte [21]

Eigenschaften von Rohacell® RIST					
Eigenschaft	Einheit	Rohacell® 51 RIST	Rohacell® 71 RIST	Rohacell® 110 RIST	Norm
Dichte	kg/m ³	52	75	110	ISO 845
	lbs./cu.ft	3,25	4,68	6,87	ASTM D 1622
Druckfestigkeit	Mpa	0,8	1,7	3,6	ISO 844
	psi	116	246	522	ASTM D 1621
Zugfestigkeit	Mpa	1,6	2,2	3,7	ISO 527-2
	psi	232	319	536	ASTM D 638
Scherfestigkeit	Mpa	0,8	1,3	2,4	DIN 53294
	psi	116	188	348	ASTM C 273
Elastizitätsmodul	Mpa	75	105	180	ISO 527-2
	psi	10.875	15.225	26.100	ASTM D 638
Schubmodul	Mpa	24	42	70	DIN 53294
	psi	3.480	6.090	10.170	ASTM C 273
Bruchdehnung	%	3	3	3	ISO 527-2
					ASTM D 638

Die Versuche in dieser Arbeit wurden ausschließlich mit Rohacell 71 RIST durchgeführt. Sie sollen Aufschluss über die Versagensmechanismen und die Veränderung in der Zellstruktur geben. Diese Informationen sind für die Herstellung von Sandwichkonstruktionen wichtig, weil der Kernwerkstoff so ausgelegt ist, dass er die Schubspannungen zwischen den Deckheuten in Richtung Sandwichebene und die Druckspannungen senkrecht zur Sandwichebene überträgt. Dieser PMI-Schaumstoff übernimmt damit als Kernwerkstoff die Aufgabe eines tragenden Strukturelements. Weil Schaumkerne wie PMI-Schäume häufig nur in einem Schritt gefertigt werden können, sind sie entgegen alternativer Kerne, zum Beispiel Wabenkerne, häufig attraktiver was die Herstellungskosten betrifft. Weiterhin wird die Effizienz der Fertigung und der Grad an Prozesssicherheit erhöht.

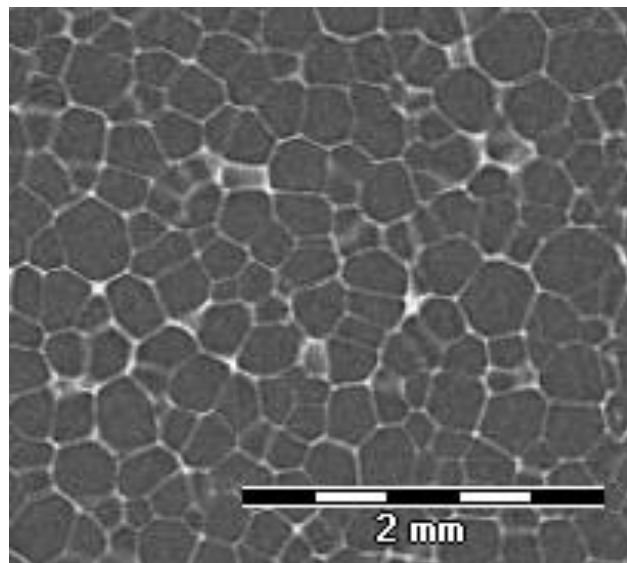


Abbildung 15: Zellstruktur von 71 RIST (CT-Aufnahme)

3.2 Die In-situ-Verformungseinrichtung

3.2.1 Aufbau und Funktion

Die in Abbildung 16 dargestellte In situ Verformungsanlage besitzt zwei miteinander verbundene Achsen mit jeweils zwei unterschiedlichen Funktionen. In der Abbildung links dargestellt, ist ein Hohlwellenmotor (1) der Firma Orientalmotor, der die Aufgabe hat mit Hilfe eines Spindelanschlusses (2) die vom Elektromotor gegebene Drehbewegung in eine Linearbewegung umzuwandeln. Diese Linearbewegung realisiert eine Druck- oder eine Zugbeanspruchung auf die eingespannte Probe. Durch die sehr feine Abstimmung des verwendeten Schrittmotors können Wege im μm -Bereich angefahren werden. Die rechte Achse wird von einem Elektromotor der CT-Anlage (3) in eine Rotationsbewegung versetzt. Der CT-Achsmotor ermöglicht es einzelne Winkelschritte anzufahren, die bei der jeweiligen CT-Messung benötigt werden.

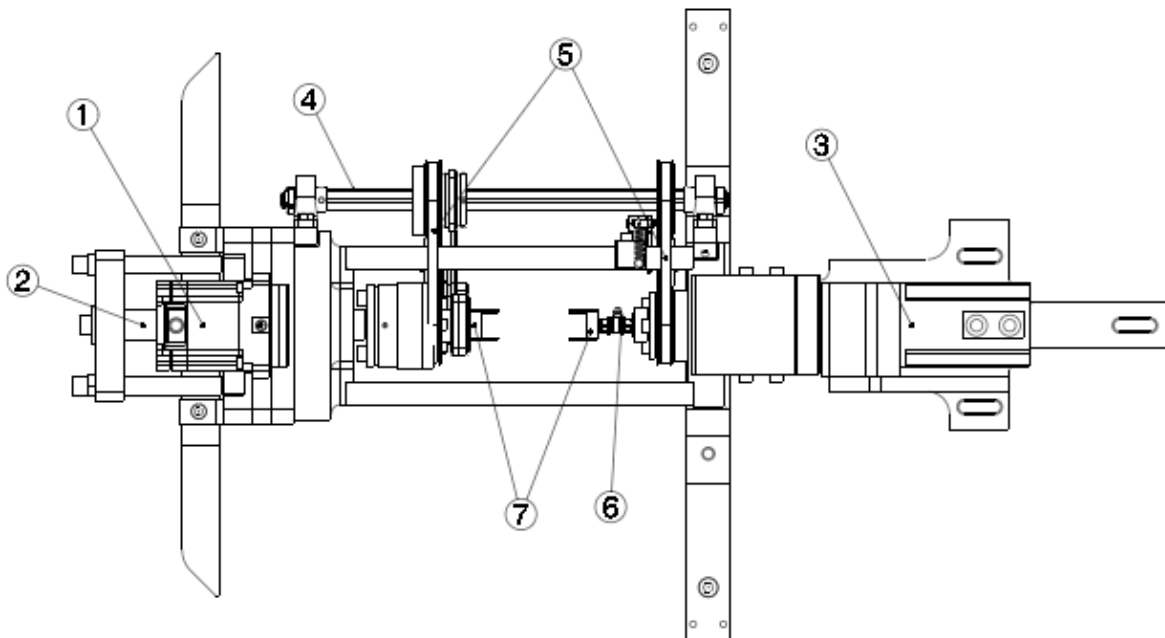


Abbildung 16: In situ Verformungseinrichtung (Draufsicht)

Um eine Drehmomentübertragung, ausgehend von der CT-Achse, auf die Achse des Hohlwellenmotors zu gewährleisten, wurde eine spezielle Welle (4) mit Riemenantrieb (5) konstruiert. Sie ermöglicht eine Rotation eines drehbar gelagerten Mitnehmers auf der Hohlwellenachse. Diese Konstruktion verhindert, dass eine eingespannte Zugprobe, die in die Einspannvorrichtung (7) befestigt wird, auf Torsion beansprucht wird. Das Versagensverhalten würde sich bei solch einer Beanspruchung entscheidend ändern und eine aussagekräftige CT-Messung wäre nahezu unmöglich. Zur Aufnahme von Kraftkennwerten wird ein Quarz-Kraftelement (6) vom Typ 9301B der Firma Kistler genutzt. Es kann sowohl Zug- als auch Druckkräfte aufnehmen und proportional zur

wirkenden Kraft elektrische Ladungen abgeben. Die Polarität der Ladungen ist je nach Krafrichtung positiv (Druck) oder negativ (Zug). Nach Umwandlung der elektrischen Ladungen in einem Ladungsverstärker kann die proportionale Ausgangsspannung durch eine entsprechende Auswertelektronik erfasst und in entsprechende Messwerte weiterverarbeitet werden. Der Rahmen der Verformungsanlage wird an definierten Punkten am Tisch der CT-Anlage montiert. Somit ist die Aufnahmequalität auch nach einem Umbau reproduzierbar und erleichtert somit die Ausrichtung der Verformungsanlage zu den Achsen der CT-Anlage.

3.2.2 Probenaufnahmevorrichtung und Probenform

Obwohl die technischen Möglichkeiten für Zugversuche an der In-situ-Verformungsanlage vorhanden waren, gab es noch keine Überlegung hinsichtlich der Probenform und deren Arretierung. Bei der Entwicklung einer adäquaten Lösungsmöglichkeit mussten mögliche Probleme in Betracht gezogen werden.

- **Geringer Bauraum**
 - Auch nach Einbau der Probe muss genügend Platz für Messvorgänge vorhanden sein
 - Arretierung darf nicht in den Scan-Bereich der CT-Messung gelangen
- **Materialwahl**
 - Die Sicherheit der Arretierung ist nur für bestimmte Probenmaterialien ausgelegt (nur für Proben aus Polymerschaum)
- **Probengeometrie**
 - Das Maß der Probe darf auf Grund des Platzmangels nicht zu lang sein
- **Wie soll die Schaumprobe befestigt werden**
 - Das Einspannen der Probe kann an den gefährdeten Stellen zu einer ungewollten Schwächung des Material führen

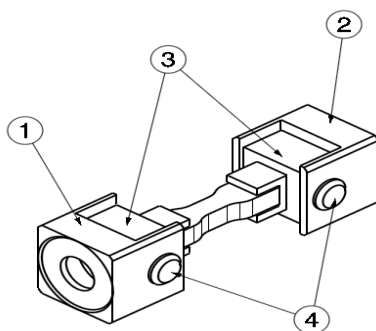


Abbildung 17: Aufnahmevorrichtung für PMI - Zugproben

- 1...Aufnahme 1
- 2...Aufnahme 2
- 3...Klebadapter
- 4...Sicherungsbolzen

Die Gestaltung der Aufnahmevorrichtung wurde auf Grund von mangelnden Platzverhältnissen relativ einfach gehalten. Wie in Abbildung 17 und 18 erkennbar ist, wurde die Probe an beiden Schulterstücken in ein Adapterstück eingeklebt, um das Schaummaterial nicht mechanisch zu belasten. Als Klebstoff wurde ein zähelastischer Zweikomponentenklebstoff auf Methacrylsäureesterbasis verwendet, der sich durch seine schnelle Aushärtung bei Raumtemperatur auszeichnet. Ein Datenblatt des verwendeten Klebstoffes vom Typ Araldite® 2021 ist im Anhang beigelegt. Die Adapterstücke können anschließend mit der eingeklebten Probe in die Aufnahmen eingesetzt und mit Bolzen gesichert werden. Die Aufnahmen wurden zum einen mit dem Quarz-Kraftelement an der CT-Achse verschraubt und zum anderen mit dem beweglichen Mitnehmer der Zug-Achse, der durch den Riemenantrieb mit der rotierenden CT-Achse gekoppelt ist.

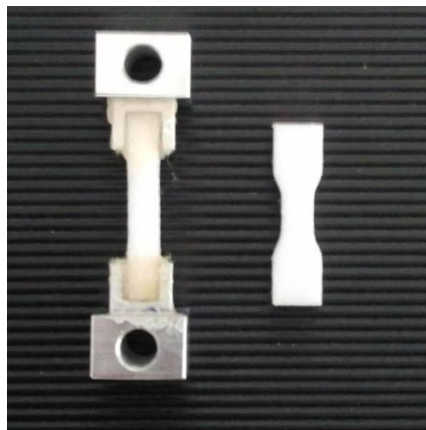


Abbildung 18: Zugprobe aus PMI links eingeklebt, rechts unpräpariert

Durch die vorhandene Spielpassung am Sicherungsbolzen, sowie dem Spielraum zwischen Adapterstück und Aufnahme, kann sich die eingesetzte Probe axial zur Dreh- und Zugachse ausgleichen. Ein auftretendes Biegemoment auf die Probe kann dadurch verhindert werden. Eine Biegebelastung auf die Probe würde Einfluss auf das örtliche Versagen der Probe nehmen. Durch auftretende Querkräfte könnte der Bruch der Probe viel früher eingeleitet und die Ergebnisse des Zugversuches verfälscht werden.

Die in Abbildung 18 dargestellte Zugprobe ist eine 30 mm lange Flachprobe mit einem reduzierten Querschnitt von 5 x 5 mm. Sie ist in der Form eine Anlehnung an eine Zugprobe aus der Norm ISO 1926:2009(E). Weil PMI-Schaum nur schlecht drehend zu zerspanen ist, waren die Möglichkeiten eine zylindrische Probe zu fertigen nur begrenzt. Hingegen ließ sich die Schulterprobe recht gut in einem CNC-Fräszentrum bearbeiten. Das Rohmaterial ist als eine industriell hergestellte Schaumplatte geliefert worden. Durch die industrielle Fertigung wird eine gute Oberflächengüte erreicht. Bei der Herstellung der Zugprobe werden die meisten Deckschichtzellen beschädigt, was eine

Verminderung der Druckfestigkeit an der Oberfläche mit sich führt. Dies ist ein weiterer Grund sich für das Einkleben der Probe in die Zugvorrichtung zu entscheiden. Durch die zusätzliche Druckbelastung der Einspannbacken würde eine erhöhte Kerbwirkung und damit eine Sollbruchstelle erzeugt werden. Es ist aber dennoch zu erwarten, dass das Versagen der Probe am Übergang von Verjüngung bis zur Schulter der Probe, also am Radius eintreten wird. Abhilfe könnte eine zusätzliche Kerbe in der Probenmitte schaffen, welche aber zu einem geringeren Probenquerschnitt beitragen würde und somit bei der Berechnung von Festigkeits- und Längenänderungswerten berücksichtigt werden muss.

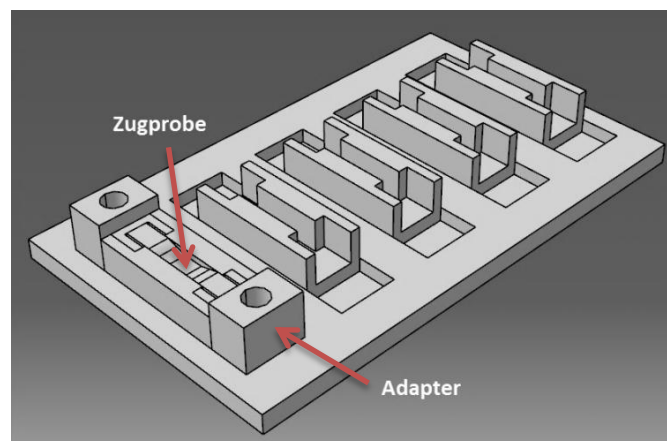


Abbildung 19: Schablone zum Einkleben der PMI-Zugprobe in das Adapterstück

Da der gesamte, nicht verklebte Bereich vom Strahlengang der Röntgenröhre abgedeckt ist, ist eine Kerbe nicht unbedingt nötig und somit eine höhere Güte der Oberfläche gewährleistet. Bei der Präparation muss darauf geachtet werden, dass die Probe mittig in den Adapter geklebt wird damit bei Zugbelastung keine Biegemomente auf die Probe wirken. Bei statistischen Untersuchungen wäre es sinnvoll zum Kleben mehrerer Proben eine Schablone zu benutzen. Abbildung 19 zeigt eine Möglichkeit der praktischen Umsetzung.

3.3 Vorbereitende Maßnahmen zu den Verformungsexperimenten

3.3.1 Genauigkeit der Wegsteuerung

Wie schon in Kapitel 3.2.1 erwähnt, werden in den Versuchen die Verformungen weggesteuert durchgeführt indem der Hohlwellenschrittmotor über eine Gewindespindel die Rotation in eine lineare Bewegung umwandelt. Um die Genauigkeit der angesteuerten Wegstrecke zu ermitteln, wurde mittels mehrerer Messungen iterativ der „Distanz pro Umdrehung Faktor bestimmt“. Dieser Faktor konnte anschließend in der zugehörigen Software „immediate Motion Control“ festgelegt werden.

3.3.2 Piezoelektrische Drift des Kraftaufnehmers

Die Messungen mit der Piezo-Kraftmessdose wiesen im Vorfeld eine auffällige Drift auf, die in den Messungen der folgenden Versuche korrigiert werden muss. Der Isolationswiderstand des Kraftaufnehmers ist dabei eine bedeutende Größe die entscheidend zur Genauigkeit der Messwerte beiträgt. Der Widerstand sollte etwa $10\text{ T}\Omega$ betragen. Sauberkeit und Trockenheit der Steckeranschlüsse sind Voraussetzungen um diesen Wert erhalten zu können. Trotz sorgfältiger Einhaltung der Herstellerhinweise neigt der Ladungsverstärker zu einer Drift von etwa $\pm 0,05\text{ pC/s}$ bei Raumtemperatur. Die prozentuale Drift des Messsignals pro Minute lässt sich durch folgende Gleichung berechnen [24]:

$$\mathbf{Drift[\%/min]} = \frac{\mathbf{0,05pC \cdot 60sec \cdot 100\%}}{\mathbf{E \cdot F}} \quad [\text{F7}]$$

Benötigte Größen zur Berechnung sind zum einen die Empfindlichkeit des Sensors (E), also des Quarz-Kraftelements und zum anderen die zu messende Kraft (F). Bei einer Empfindlichkeit des eingesetzten Sensors Typ 9301B von $-3,5\text{ pC/N}$ und einer zu messenden Kraft von -200 N (Zugkraft), liegt das Ergebnis bei $0,43\text{ \% / min}$. Anhand dieser Gleichung lässt sich berechnen, dass mit steigender Kraft die Drift des Ladungsverstärkers abnimmt.

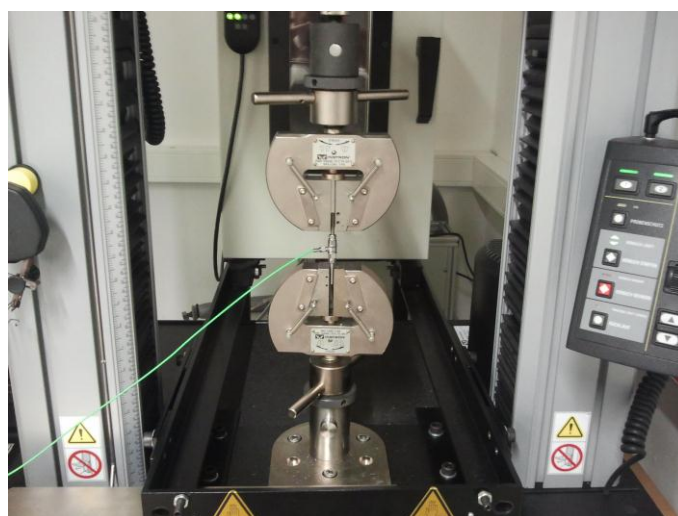


Abbildung 20: Abgleich der Kraftkennwerte einer Kraftmessdose an einer Universalprüfmaschine

Um das Driftverhalten zu prüfen und um den daraus erhaltenen Faktor mit den späteren Kraftdaten verrechnen zu können, wurden Vergleichsmessungen mit unterschiedlichen Kräften durchgeführt. Als Gegenmessstelle diente eine Universalprüfmaschine vom Typ INSTRON 5566, welche in Abbildung 20 zu sehen ist. Nach einer Warmlaufphase des Ladungsverstärkers wurden Messungen in Bereichen von 50 N bis 250 N durchgeführt. Die Schrittfolge betrug dabei 50 N, wobei pro Lastschritt die Kraft für 10 Minuten gehalten wurde.

Von dieser Messfolge wurden insgesamt drei Durchgänge durchgeführt, wobei am Ladungsverstärker nach Ende eines Durchgangs ein Reset durchgeführt wurde. Die vom Ladungsverstärker gesendeten Messwerte werden mittels einer Messkarte DT9822 von Data Translation zum Rechner übertragen. Die Aufzeichnung der Messergebnisse erfolgte anhand der Software Quick QAD, die Wertepaare aus Zeit und elektrischer Spannung in einer separaten Datei speichert. Die Abtastrate betrug dabei 6,25 Hz, wobei alle 0,16 Sekunden ein Wertepaar aufgenommen wird. In der späteren Datenauswertung können weitere Größen, wie Wegdaten und Kräfte hinzugezogen werden.

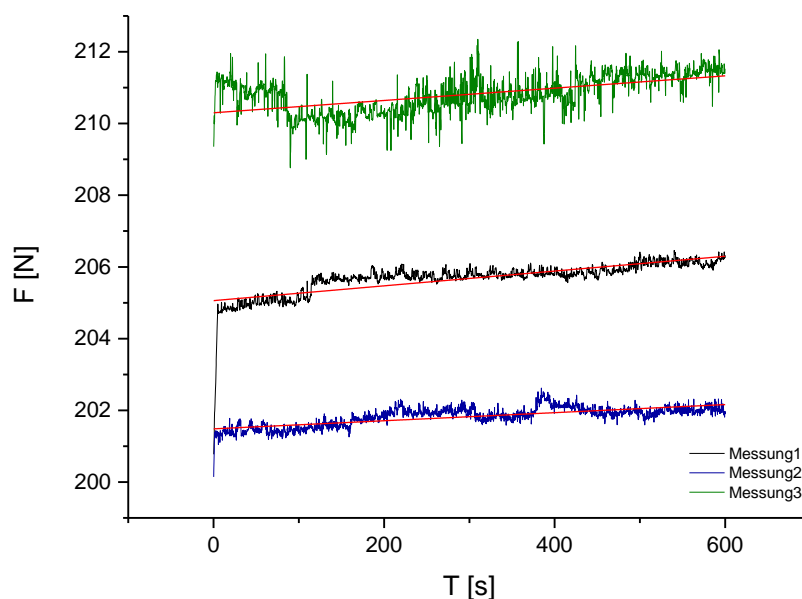


Abbildung 21: Linearisierung der Kraftverläufe im Bereich von 200 N

Die Linearisierungen der drei Messkurven in Abbildung 21 ergaben einen gemittelten Steigungswert von 0,00164 N/s. Weiterhin zeigte sich in den Messungen von 0 N, 50 N, 100 N, 150 N, und 250 N, dass die Drift kaum merkbar von der Messung im 200 Newton-Bereich abweicht. Der Schnitt aller Werte ergab einen Drift-Korrekturwert von 0,00146 N/s. Dieser Wert entspricht einer

Steigung von $\approx 0,15\%$ und ist geringer als das Ergebnis des Herstellers. In Tabelle 2 sind die ermittelten Ergebnisse der Messungen dargestellt.

Tabelle 2: Driftkalibrierwerte einzelner Lastbereiche

Lastbereich	Mittelwerte [N/s]	Standardabweichung
0 Newton	3,42221E-4	1,66199E-4
50 Newton	0,00285	0,00248
100 Newton	0,00104	6,36396E-5
150 Newton	0,00144	2,12132E-4
200 Newton	0,00164	4,70567E-4
250 Newton	0,00134	3,53553E-4
Gesamt	0,00146	8,30666E-4

Weiterhin sollte beachtet werden, dass die Messungen bei Raumtemperatur (23 °C) durchgeführt werden. Temperaturänderungen können zu thermischen Spannungen der Vorspannelemente des Quarzkraft-Elementes führen [25]. Es ist deshalb zu berücksichtigen, dass sich die Messaufnahme-Geräte ausreichend lang in der Umgebungstemperatur des Messvorganges befinden und ein nachträglicher Körperkontakt zu vermeiden ist.

3.4 Verformungsexperimente

3.4.1 Quasistatischer Zugversuch

Um einen ersten Eindruck vom Zugverhalten der entworfenen Probe zu erhalten, wurde im Vorfeld ein quasistatischer Zugversuch in der In-situ-Verformungsanlage durchgeführt. Weiterhin sollte untersucht werden, ob mit der Versuchseinrichtung aussagekräftige Festigkeits- und Verformungskennwerte ermittelt werden können. Die Längenänderung der Probe wird dabei nicht durch zusätzliche Längenänderungsaufnehmer ermittelt, sondern durch die Werte der Wegsteuerung. Folgende Parameter wurden für den Versuch angewandt:

Motoreinstellungen

Geschwindigkeit: 16 $\mu\text{m} / \text{s}$

Kraftmessung

Abtastrate:	12,5 Hz (Schrittdauer 0,08 s)
Anzahl der Schritte:	880 (entspricht einer Prüfdauer von 70,4 s)

Probe

Anfangsquerschnitt:	$S_0 = 23,93 \text{ mm}^2$
Anfangsmesslänge:	$L_0 = 6,2 \text{ mm}$

Die Daten, die mit diesem Versuch aufgezeichnet werden, werden im Anschluss mit den Werten eines Zugversuchs verglichen, wobei die Längenänderungen der Probe mit dem optischen System von ARAMIS erfasst werden. Dadurch soll untersucht werden, ob die ermittelten Werte in ihrer Aussage repräsentativ sind.

3.4.2 In-situ-CT-Versuch

Weil das Untersuchungsverfahren sehr zeitaufwendig ist, wurden anfangs mehrere Einzelversuche mit wenigen Einzelprojektionen durchgeführt, um schnell die richtigen Parameter zu erfassen. Verwendet wurde das CT-System nanome|x 180 NF der Firma phoenix|x-ray mit einem Detektor mit dem Auflösungsvermögen von 1024×1024 Pixel a $200 \mu\text{m}$. Die besten Ergebnisse konnten mit einer Röhrenspannung von 60 kV und einer Stromstärke von $160 \mu\text{A}$ erreicht werden. Die Wahl der geringen Spannung ist auf die geringe Dichte von PMI-Schäumen zurückzuführen.

Durchführung:

Wie schon in Kapitel 3.2.1 beschrieben ist, wird die In-situ-Verformungsanlage auf dem Tisch der CT-Anlage montiert (Abb. 22). Außerhalb der Anlage wurden die Elektronik der Hohlwellenmotorsteuerung, sowie der Ladungsverstärker und die Messkarte aufgestellt. Die Kommunikation zwischen Software und Hohlwellenmotor wird mittels einer RS232 Schnittstelle und einem USB-Adapter realisiert. Um genaue Kraftkennwerte zu erhalten, benötigt der Ladungsverstärker eine einstündige Warmlaufphase.

In den Vorversuchen hat sich außerdem gezeigt, dass die Spindel des Hohlwellenmotors in der Zylindermutter ein geringes Spiel besitzt, was sich als ein horizontales Kippen periodisch alle $5000 \mu\text{m}$ Spindellänge bemerkbar macht. Dieses Kippen verursacht in der In-situ-Verformungsanlage geringe Abweichungen der beiden Achsen zueinander, welche wiederum zu einer exzentrischen Drehbewegung der Probe führen können. Um Überlagerungen von Schnittbildern zu vermeiden, müssen die Wegänderungen innerhalb des Bereiches mit der geringsten Ab-

weichung durchgeführt werden. Die Startposition der Motorsteuerung konnte durch eine Korrekturwertermittlung der CT-Software ermittelt werden. Durch diese Ermittlung wurde festgestellt, dass der geringste Korrekturwert am Anfang, sowie am Ende des Bereiches von 5000 μm auftrat und somit eine optimierte Wegstrecke ermittelt werden konnte.

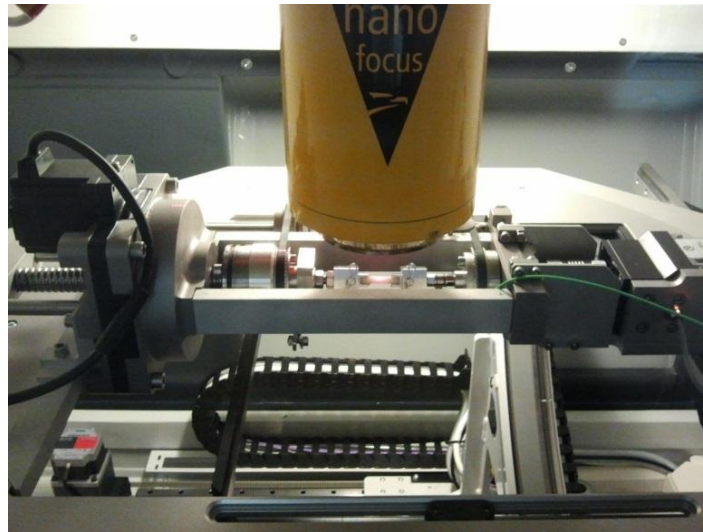


Abbildung 22: Aufbau der In-situ-Verformungsanlage am CT-Tisch

Nach Einsetzen der Probe und Ausrichtung des CT-Tisch, wurde eine geringe Vorkraft von 7,25 N mit einer Geschwindigkeit von $5 \mu\text{ms}^{-1}$ angefahren. Diese Kraft resultiert aus einer Wegänderung von 60,4 μm . Eine geringe Last ist nötig, um der Probe in der Aufnahmevorrichtung einzuspannen, so dass diese bei Rotation nicht verrutschen kann. In diesem Zustand wurde die erste CT-Aufnahme durchgeführt. Bei einer Bildrate von 720 Bildern und einer Integrationsrate von 1000 ms dauerte dieser Scanvorgang 36 Minuten. Die Voxelgröße betrug bei den Aufnahmen 16,5 μm . Bei einem Scanvorgang werden immer jeweils zwei Bilder zu einem gemittelt und danach wird wieder ein Bild verworfen. Dies wird gemacht um ein detektorbedingtes Nachleuchten in den Aufnahmen zu unterbinden. Das Abklingverhalten ist abhängig von der Absorptionsstärke des zu prüfenden Materials und bei PMI-Schaumproben aufgrund der geringen Dichte eher gering.

Die Abtastrate der Kraftaufzeichnung wurde bei den CT-Aufnahmen von 12,5 Hz auf 6,25 Hz reduziert, um unnötig hohe Datenansammlungen zu vermeiden. Grund dafür ist der deutlich höhere Zeitaufwand der CT-Messungen gegenüber den Schritten der Kraftänderungen. Nach Erreichen der Vorkraft, die quasi als lastfrei betrachtet wurde, folgten 3 weitere Lastschritte gefolgt von jeweils einer CT-Aufnahme. Die Wegänderung betrug für die ersten beiden Lastschritte jeweils 200 μm . Beim dritten Lastschritt jedoch nur um 100 μm , weil ein Versagen der Probe zu

erwarten war. Der Bruch der Probe wurde im dritten Lastschritt bestätigt. Es ist zu erwarten, dass der Schaumstoff in den belastungsruhenden Bereichen relaxiert und die Kraftkennwerte abfallen werden. Weil die Arretierung der Probe nach dem Versagen gelöst werden würde, musste die Probe an beiden Probenenden mit einem Heißkleber an der Probenaufnahme gesichert werden (Abb.23). Damit wurde gewährleistet, dass eine qualitativ gute CT-Aufnahme auch nach Versagen der Probe durchgeführt werden konnte.

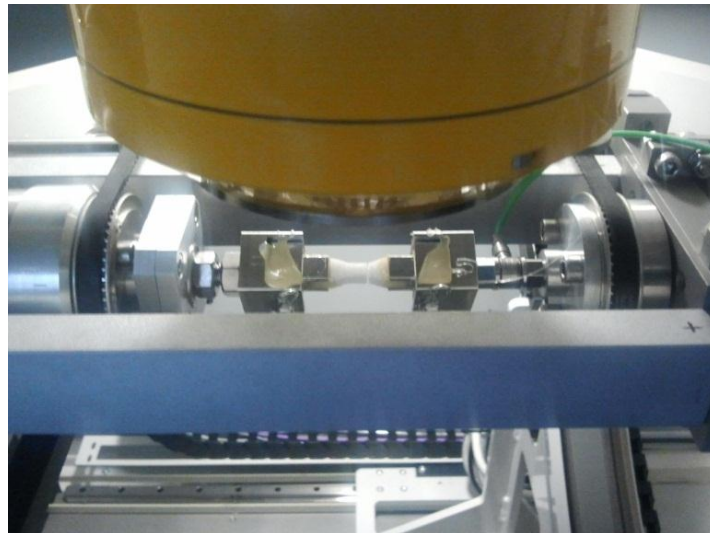


Abbildung 23: Der Heißkleber verhindert das Verrutschen der Probenhälften nach dem Versagen

Bildrekonstruktion:

Mit der zur CT-Anlage dazugehörigen Software datosx 2, wurden nach den durchgeführten CT-Aufnahmen aus den gespeicherten Projektionsdaten die 3d-Bilddaten rekonstruiert. Leichte Verschiebungen der Probe, die während der Messung aufgetreten sind, konnten mit der Funktion scan optimiser korrigiert werden. Weiterhin wurden Volumenoptimierungsfunktionen wie Rauschreduzierungs-Filter und eine Ringartefaktereduzierung angewendet. Eine weitere Bildbearbeitung wie Einstellung der Lichteigenschaften, Kontrast bzw. Grauwerteinstellung wurde im Anschluss mit VGStudio MAX von Volume Chraphics durchgeführt. Mit diesem Programm lassen sich einzelne Schnittbilder bis hin zu kompletten Volumenkörpern darstellen und stehen für weitere Untersuchungen zu Verfügung. Bei der Erzeugung der einzelnen Schnittbilder, die in Bildstapeldateien gespeichert wurden, musste darauf geachtet werden, dass die rekonstruierten Bilder von allen Aufnahmeschritten die gleiche Größe besitzen um diese miteinander vergleichen zu können. Um die gesamte Probe abbilden zu können, wurde eine Bildgröße von jeweils 700 x 700 x 1000 Pixeln gewählt. Die Abbildungsgröße wurde dadurch verkleinert um die Dateigröße auf ein Minimum zu reduzieren.

4 Ergebnisse und Diskussionen

4.1 Quasistatischer Zugversuch

Das Spannungs-Dehnungs-Diagramm in Abbildung 24 zeigt anhand der blauen Verformungskurve einen für Schäume typisch linearen Verlauf, welcher auf eine linear elastische Verformung deutet. Es ist zu sehen, dass bis zu einer nominellen Dehnung von etwa 1,5 % die Steigung des Graphen etwas flacher verläuft. Dieses flachere Teilstück beschreibt den Anfahrbereich und gibt Rückschluss auf eine Überwindung eines Restspiels in der Probenaufnahme, sowie in verschiedenen Komponenten der Verformungseinrichtung.

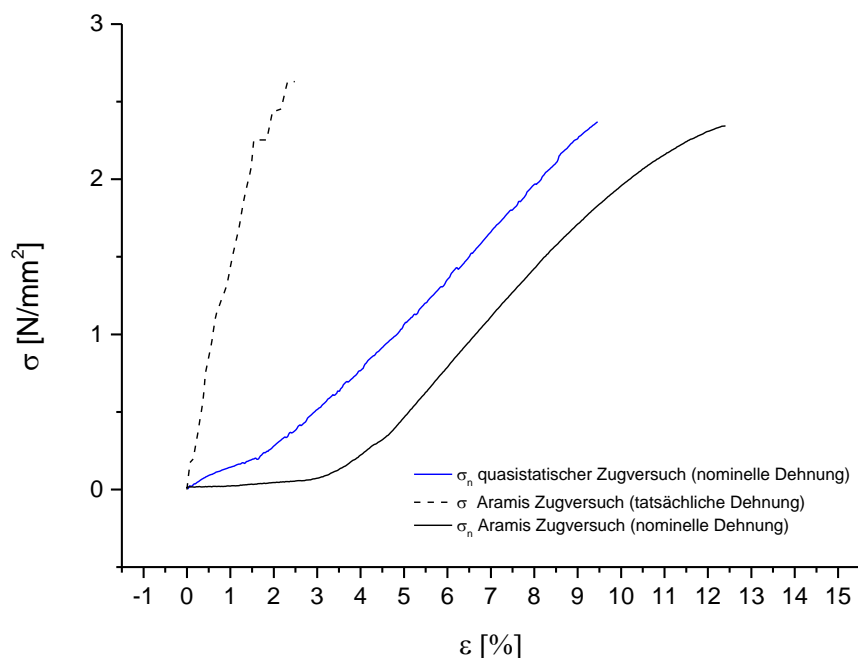


Abbildung 24: Spannungs-Dehnungs-Diagramm quasistatischer Zugversuch von 71 RIST

Die beiden anderen Kurven zeigen die Spannungs-Dehnungsverläufe, die bei dem ARAMIS-Zugversuch aufgezeichnet wurden. Die schwarze durchgehende Kurve wurde aus den Maschinendaten der Universalprüfmaschine vom Typ Zwick Z050 ermittelt. Sie zeigt ein ähnliches Verhalten wie die Kurve, die aus den Daten der In-situ-Verformungsanlage ermittelt wurde. Die Längenänderung der Probe wurde ähnlich wie bei der In-situ-Verformungsanlage, aus der Wegänderung der Traverse ermittelt. Die nominelle Dehnung ist hier sogar noch höher. Die gestrichelte Kurve zeigt hingegen den Verlauf, der aus den Daten der optischen Messung des ARAMIS-

Systems resultiert. Die erreichte Bruchdehnung von 2,5 % ist der Angabe des Herstellers am nahestehendsten.

Die erreichten Festigkeits- und Verformungskennwerte, die in Tabelle 3 ersichtlich sind, zeigen dass die maximale Zugspannung (σ), die in der In-situ-Verformungsanlage erreicht wurde, den Angaben des Herstellers hinsichtlich der Zugfestigkeit annähernd entspricht. Sie wurde wie folgt berechnet.

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \quad [F8]$$

F...Zugkraft, S_0 ...Anfangsquerschnitt der Probe

Die nominelle Bruchdehnung (ϵ_n) hingegen hat die Angaben des Herstellers deutlich überschritten.

$$\epsilon_n = \frac{s}{L_0} \cdot 100 \% \quad [F9]$$

s...Wegänderung der Verformungsanlage, L_0 ...Ausgangsmesslänge der Probe

Da die Wegänderungsdaten der Verformungseinrichtung zu den Berechnungen einer nominellen Dehnung genutzt wurden, zeigt sich, dass die angegebene Dehnung nicht repräsentativ ist. Ein vorhandenes Spiel in den Verbindungskomponenten der Verformungsanlage, die Steifigkeit des Lastrahmens oder die gewählte Probengeometrie könnten Ursache für die vorliegende Abweichung zu den Herstellerangaben sein.

Tabelle 3: Ergebnisse der Quasistatischen Zugverformung

71 RIST	E-Modul In MPa	Bruchdehnung In %	Zugspannung in MPa
In-situ- Verformung	24,69	9,6	2,37
ZWICK Maschi- nendaten	18,87	12,4	2,34
ARAMIS	104,8	2,5	2,62
Angaben laut Hersteller [21]	105	3	2,2

Sollten in zukünftigen Versuchen an der In-situ-Verformungsanlage die Verformungskennwerte von Relevanz sein, so sollte eine zusätzliche Messeinrichtung zum Gesamtversuch hinzugezogen werden. Ein optisches Messsystem wie zum Beispiel ARAMIS bietet auf Grund der fehlenden Anbaumöglichkeiten eine mögliche Option. In Verbindung mit einem CT-Versuch könnten auch rechnerische Auswertungen des Bildmaterials Rückschlüsse auf das Verformungsverhalten der Probe, sowie von Probenabschnitten geben.

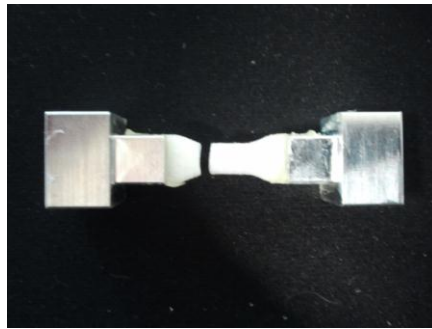


Abbildung 25: Zugprobe aus 71 RIST nach Versagen

Weiterhin konnte durch den Versuch eine Aussage über die Bruchstelle getroffen werden. Die Vermutung war, dass das Versagen im Übergang vom verjüngten Bereich zur Schulter der Probe eintreten wird. Wie in Abbildung 25 dargestellt, hat sich diese Annahme bestätigt. Dies könnte eventuell fertigungstechnische Hintergründe haben. Es ist anzunehmen, dass im Bereich des Radius eine unregelmäßigere Oberflächenstruktur des Probenmaterials vorhanden ist. Die dadurch erhöht auftretende Kerbwirkung in diesem Bereich würde das örtliche Versagen erklären. Ein alternatives Herstellungsverfahren der Probe oder eine Vergrößerung des Radius (Abb. 26) vom Übergang könnten zu einer zentraleren Bruchstelle an der Probe führen.

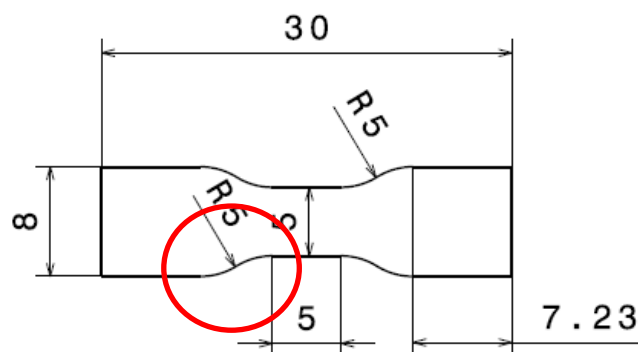


Abbildung 26: Zugprobe Bemaßung

Ein weiterer Grund für das Versagen in diesem Bereich wäre ein auftretendes Biegemoment auf die Probe. Ein möglicher Versatz der Probenenden, welcher beim Einkleben in die Adapterstücke

auftreten kann, wäre verantwortlich für entstehende Querkräfte, die die Probe zusätzlich belasten und sie im Bereich des Radius zu einem Versagen zwingen würden.

4.2 In-situ-CT-Versuch

4.2.1 Festigkeits- und Verformungskennwerte

Das Kraft-Zeit-Diagramm in Abbildung 27 zeigt die Kraftverläufe über den Zeitraum des kompletten Versuchs. Der in Kapitel 3.3.2 errechnete Driftkorrekturfaktor wurde in die Verarbeitung der Kraft-Weg-Daten mit einbezogen und der Verlauf der Kurven konnte korrigiert werden. Durch das Einleiten einer Vorkraft von 7,25 N ist das Spiel in den Komponenten der Probenaufnahme beseitigt worden und die Probe dadurch rutschfest vorgespannt. In dem darauf folgenden Zeitraum der CT-Untersuchung ist im orangefarbenen Bereich des Graphen zu erkennen, dass der Schaum im ersten Abschnitt relaxiert. Im gleichen Abschnitt verläuft der Graph noch während der ersten CT-Aufnahme entgegen der Relaxation nach oben. Dieser Verlauf ist hingegen eher untypisch und beweiskräftig nicht zu erklären. Durch ein oder ausschalten der Turbomolekularpumpe der CT-Anlage, die für die Erzeugung des Röhrenvakuums verantwortlich ist, kann es zu gewissen Temperaturschwankungen in der CT-Kammer kommen.

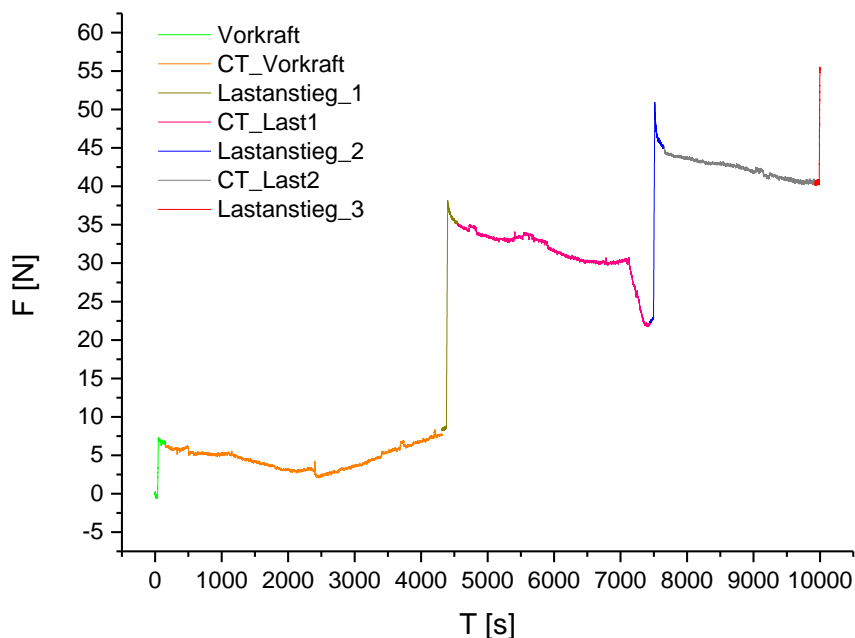


Abbildung 27: Kraft-Zeit-Diagramm des In-situ-CT-Versuchs

Diese Temperaturunterschiede könnten in einem niedrigen Lastbereich der In-situ-Verformungsanlage die Probe dazu veranlassen sich entweder auszudehnen oder zusammenzuziehen. Ein veränderlicher Kraftverlauf bei Ein- oder Ausschalten der Pumpe wäre die Folge. Eine

Temperaturänderung kann auch zu thermischen Spannungen in den Vorspannelementen des Piezo-Kraftaufnehmers führen, was ebenfalls zu verfälschten Messergebnissen führen kann. Auch ein Verrutschen der Probe führt zu einer sprunghaften Kraftänderung, welche in den Aufzeichnungen ersichtlich wäre. Die Relaxationskurve nach dem nächsten Lastanstieg zeigt ebenfalls einen eher ungleichmäßigen Verlauf, sowie einen plötzlichen Abfall der Zugkraft. Auch in diesem Abschnitt lassen sich nur Vermutungen über diesen Verlauf anstellen. Die Probe versagt schließlich im letzten Lastschritt bei einer Kraft von 55,5 N. Mit einer Anfangsquerschnittsfläche von $S_0 = 23,46 \text{ mm}^2$ und einer Ausgangslänge $L_0 = 6,1 \text{ mm}$ konnten wiederum Aussagen über die Zugfestigkeit sowie die nominelle Bruchdehnung getroffen werden. Die ermittelten Werte sind in Ihrer Aussage denen des quasistatischen Zugversuches ähnlich. Tabelle 4 zeigt, dass die Bruchdehnung und dem daraus resultieren E-Modul von den Herstellerangaben deutlich abweichen. Die Gründe für diese Abweichungen wurden bereits in Kapitel 4.1 erörtert und finden im In-situ-CT-Versuch ihre Bestätigung.

Tabelle 4: Ergebnisse des In-situ-CT-Versuches

71 RIST	E-Modul In MPa	Bruchdehnung In %	Zugspannung in MPa
Probe	25,11	9,44	2,37
Angaben laut Hersteller [21]	105	3	2,2

Das Spannungs-Dehnungsdiagramm in Abbildung 28 zeigt die linear elastischen Verformungsbe-
reiche. Das Abfallen des Graphen zeigt die Bereiche in dem der Schaum relaxiert und die Span-
nung dadurch abnimmt.

Das Verhalten der Probe auf einen möglichen Wärmeeinfluss sollte vor weiteren Versuchen, die
mit dieser Methode durchgeführt werden, im Vorfeld untersucht werden. Eine Nachrüstung der
Verformungsanlage mit einem Temperaturfühler wäre denkbar. Wenn sich die Annahme einer
wesentlichen Ausdehnung des Schaumstoffes bestätigt, sollte konstruktiv über eine mögliche
Wärmeabschirmung der Probe nachgedacht werden. Die Verwendung einer Röhre aus einem
schwach absorbierenden Material, die die Probe, sowie die Probenaufnahme umgibt, könnte hier-
für eine Option darstellen. Allerdings muss das Röntgenabsorptionsverhalten dieser Schutzröhre
schwächer sein als das der Schaumprobe, um eine adäquates CT-Ergebnis zu erhalten.

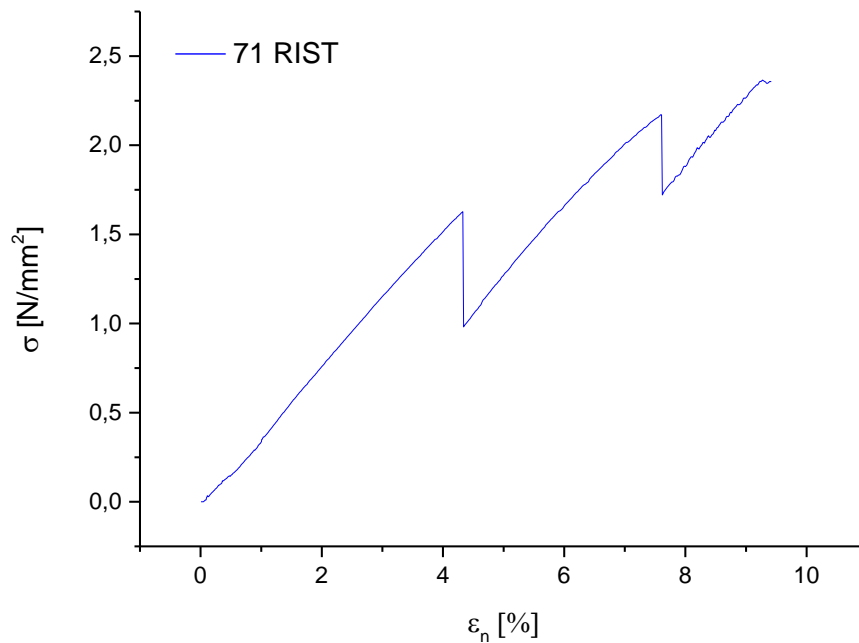


Abbildung 28: Spannungs-Dehnungs-Diagramm des In-situ-CT-Versuchs

4.2.2 Bildauswertung

Zur Auswertung der erhaltenen CT-Schnittbilder wurden in der Frontalebene Schnittbilder in den zwei Außenbereichen, sowie im Zentrum der Probe untersucht. Bei jeder CT-Messung wurden gleich viele Bilder aufgenommen. Damit konnten Bilder der jeweiligen Laststufen, die die gleiche Bildnummer besaßen, miteinander verglichen werden. Weil die Probe nicht ausgespannt wurde, konnte gewährleistet werden, dass immer die gleichen Schnittbereiche verglichen wurden.

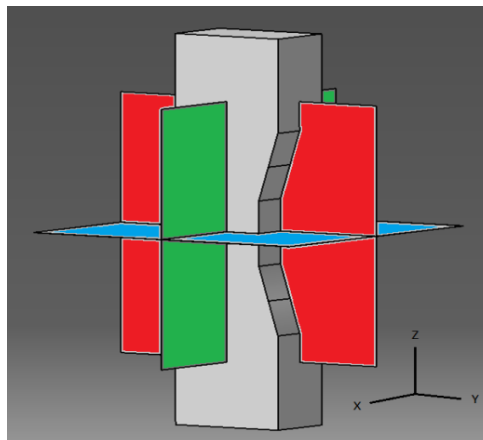


Abbildung 29: Frontal-, Axial- und Sagittalebene der CT-Messung

In Abbildung 29 werden die Ebenen, aus denen die einzelnen Schnittbilder entnommen werden, farblich dargestellt. Die blaue Ebene stellt die axiale Ebene dar, die für die durchgeführte CT-Untersuchung eher nebensächlich ist. Da bei der Untersuchung die Zugbelastung im Vordergrund steht und die Probe längst in Z-Richtung aufgespannt ist, sind die Frontalebene in rot und die Sagittalebene, die grün gefärbt ist, von größerer Bedeutung.

Ein rein optischer Unterschied der CT-Bilder zwischen den einzelnen Lastschritten ist kaum erkennbar. Die aufgebrachten Kräfte, die für eine Verformung aufgebracht wurden, reichen nicht aus, um eine hinreichende Verformung von Zellwänden mit dem bloßen Auge zu erfassen. Bevor eine deutliche Verformung beim durchgeführten Zugversuch entstehen konnte, kam es zum Versagen der Zugprobe. Obwohl eine Veränderung einzelner Zellen nicht ersichtlich scheint, konnte eine Längenänderung über größere Abschnitte der Probe erkannt werden. Dabei wurden die Schnittbilder der einzelnen Laststufen beim Abspielen einer schnellen Bildfolge verglichen. In Abbildung 30 ist der Unterschied zwischen den Laststufen 1 und 2, sowie nach dem Versagen ersichtlich. Dazu wurde der Abstand zwischen den Unterkanten zwei frei gewählter Zellen gemessen. Zwischen den Aufnahmen der ersten und zweiten Laststufe konnte eine Verlängerung von 120 μm festgestellt werden. Die Kraftänderung wurde in diesen Schritten von 38 N auf 50 N erhöht. Nach Versagen der Probe hat sich die Zellstruktur wieder entspannt und der Abstand sich somit verringert.

Da die benötigte Vorkraft, die für eine rutschfeste Sicherung der Probe nötig ist, vermutlich zu gering war, kam es innerhalb der ersten CT-Messung zu Bewegungen der Probe. Es kam dadurch zu einer deutlichen Bildung von Bewegungsartefakten in den Aufnahmen. Dadurch konnte nicht sichergestellt werden ob es zu einer ersichtlichen Veränderung von Zellen zwischen Vorkraftbelastung und dem ersten Lastschritt kam. Daraufhin sollte in Folgeversuchen über eine Optimierung der Probenarretierung nachgedacht werden. Eine Fixierung der Probenenden mittels Heißkleber sollte dafür ausreichend sein. Diese Methode, die in Kapitel 3.4.2 beschrieben ist, war im Aufnahmestadium nach Versagen der Probe erfolgreich

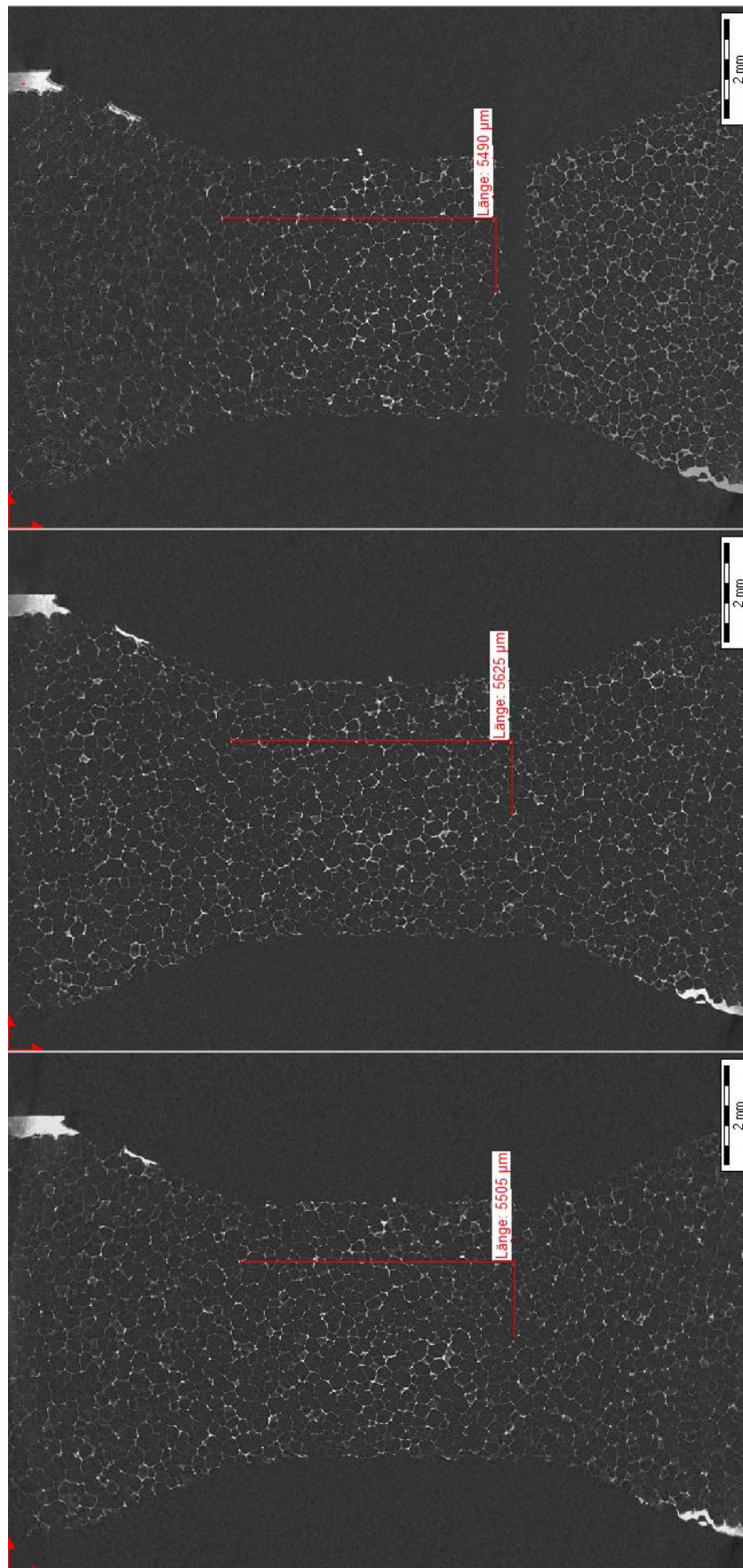


Abbildung 30: Längenänderung eines gewählten Abschnitts der Zugprobe (von links nach rechts, bei 38 N, 50 N Zugkraft und nach Bruch).

Um eine Geometrische Veränderung einzelner Zellen festzustellen, wurde ein Bereich in der Bruchnähe vergrößert und auf Auffälligkeiten untersucht (Abb. 31).

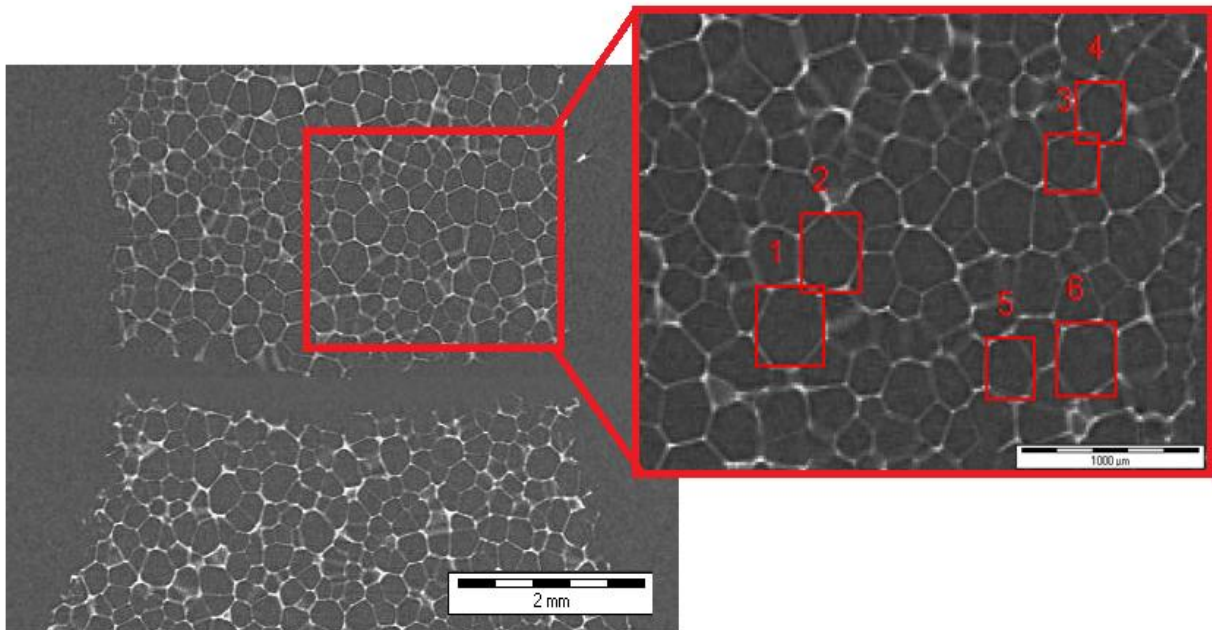


Abbildung 31: Bereich der Zelluntersuchung

In diesem Abschnitt wurden 6 Zellen für eine Untersuchung frei gewählt. Zelle 1 und 2 sowie 3 und 4 sind unmittelbare Nachbarzellen. Zelle 5 und 6 befinden sich jeweils in der gleichen Region. Gemessen wurde jeweils die Veränderung der Zelllänge sowie der Zellbreite der gewählten Zellen. Folgende Abstandsänderungen konnten in Tabelle 5 ermittelt werden.

Tabelle 5: Abstandsänderungen einzelner Zellen in Abhängigkeit der Zugkraft

Laststufe	Zelle	Länge / vertikal [µm]	Länge / horizontal [µm]
38 N	1	395,0	395,0
38 N	2	410,8	331,8
38 N	3	300,2	300,2
38 N	4	316,0	268,6
38 N	5	316,0	268,6
38 N	6	379,2	331,8

Laststufe	Zelle	Länge / vertikal [μm]	Länge / horizontal [μm]
50 N	1	442,4	379,2
50 N	2	395,0	347,6
50 N	3	331,8	300,2
50 N	4	331,8	268,6
50 N	5	316,0	252,8
50 N	6	379,2	331,8
Bruch	1	410,8	379,2
Bruch	2	395,0	331,8
Bruch	3	300,2	268,6
Bruch	4	316,0	268,6
Bruch	5	284,4	237,0
Bruch	6	331,8	331,0

Eine optische Veränderung der gewählten Zellen war wie vermutet nicht zu erkennen. Anhand der Messwerte stellte sich heraus, dass sich bei einer Zugkraftänderung von 38 N auf 50 N die Zellen 1, 3 und 4 vertikal verlängerten. Zelle 2 verkürzte sich und die Zellen 5 und 6 blieben im vertikalen Maß gleich. Dabei kam es bei den Zellen 1 und 5 zu einer Verkürzung im Horizontalmaß.

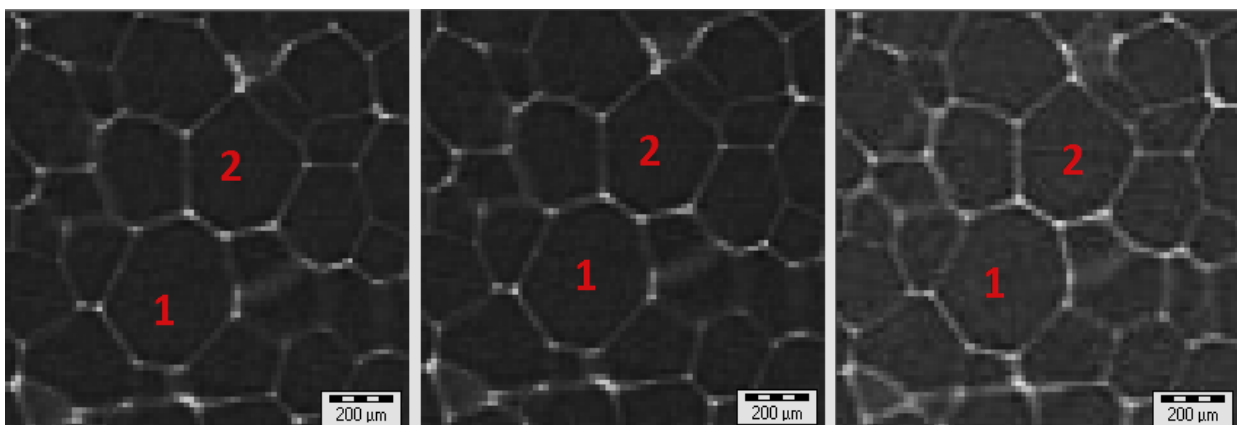


Abbildung 32: Vergleich der Deformation von Zelle 1 und 2 (von links nach rechts) bei 38 N, 50 N Zugkraft und nach Versagen der Probe

Zelle 2 verlängerte sich und bei den Zellen 3, 4 und 6 gab es keine Veränderung. Nach Versagen der Probe kam es bis auf Zelle 1 zu einem Rückgang der Längenänderungen und zu einer Entspannung des Schaumgefüges. Eine Deformation einzelner Zellwände konnte innerhalb dieser Lastzustände nicht festgestellt werden, wie es in Abbildung 32 beim Vergleich von Zelle 1 und 2 dargestellt ist. Anhand der Ergebnisse konnte festgestellt werden, dass sich die Struktur des Schaumstoffes bis zum Versagen kaum verändert. Die Ausdehnung einzelner Zellen in Zugrichtung ist eher gering, was dem Material eine gewisse Formstabilität verleiht.

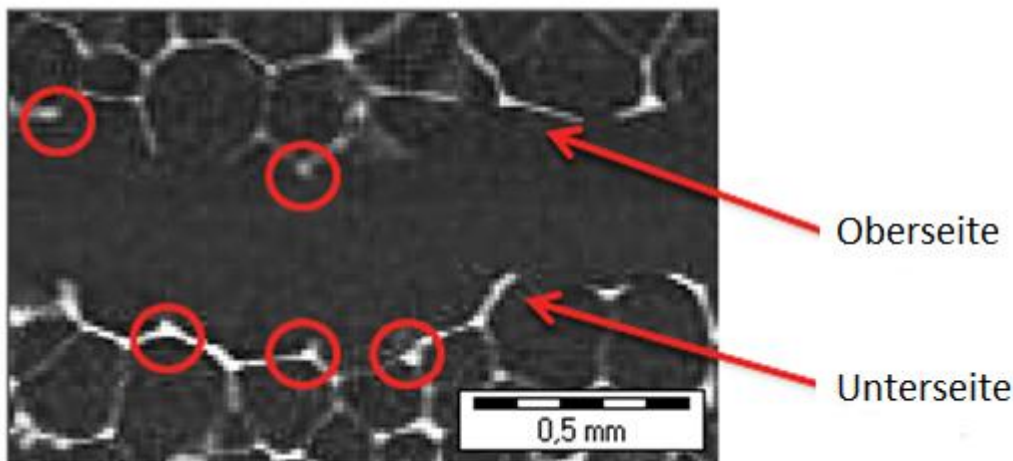


Abbildung 33: Bruchmuster nach Zugbeanspruchung

In Abbildung 33 ist zu erkennen, dass im Stadium des Bruchs die Zellwände zum größten Teil an den Knotenpunkten des gegenüberliegenden Bruchufer ausreißen. Dies konnte beim Vergleich mehrerer Einzelbilder aus verschiedenen Bereichen der Bruchzone festgestellt werden. Ein Versagen im Knoten selbst ist eher unwahrscheinlich, weil in diesem Bereich die Dicke der Polymermatrix am größten ist. Weil durch das Aufblähen der Kunststoffbasis die Zellwanddicke zu ihrer Mitte hin am geringsten ist, war die Vermutung, dass sie an dieser Stelle versagen wird. Vermutlich kann die Zellwand als Hebel betrachtet werden, die das auftretende Biegemoment zum Knoten hin verstärkt.

Abbildung 34 zeigt isometrisch die Draufsicht der Bruchoberfläche der Probe. Dabei wurde das 3d-Bild der Probenhälfte zugeschnitten, dass nur ein Ausschnitt der Bruchoberfläche zu sehen ist. Durch eine Nachbearbeitung in VGStudio Max konnten durch Einstellung der Grauwerte auch die Zellwände dargestellt werden, um einen räumlicheren Eindruck der Zellstruktur zu erlangen.

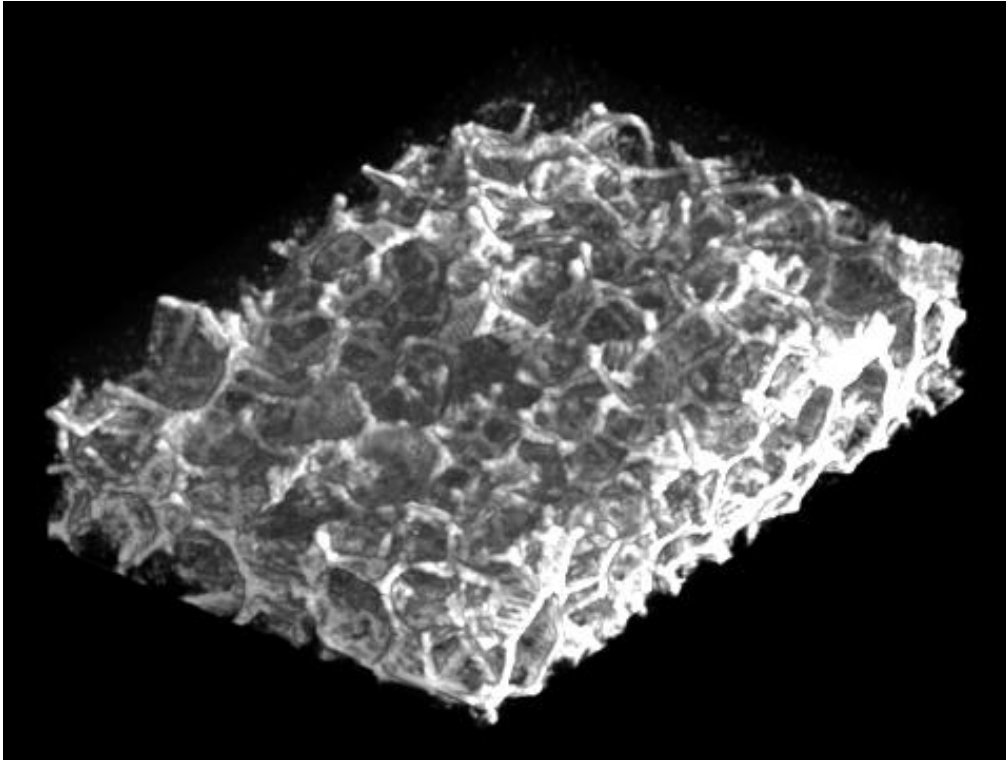


Abbildung 34: Volumenrekonstruktion einer PMI-Zugprobe (Bruchoberfläche)

5 Zusammenfassung und Ausblick

Ziel dieser Arbeit war es mit einer speziell angefertigten In-situ-Verformungsanlage Zugversuche an einem geschlossenzelligen Polymethacrylimid-Hartschaum durchzuführen, die Belastungsänderung in den Relaxationsphasen mit CT-Aufnahmen bildlich darzustellen und eine Veränderung der Zellstruktur des Schaumstoffes zwischen den einzelnen Lastzuständen festzustellen. Eine mögliche Probenform wurde anhand von mechanischen Versuchen konzipiert. Eine Optimierung der Verformungseinrichtung konnte mit einer Probenaufnahme, speziell für Zugversuche, realisiert werden. Die Umsetzung der Wegbefehle der In-situ-Verformungsanlage und deren Funktion im Zusammenspiel mit den CT-Messungen konnte realisiert werden. Die Zugkrafttraftmessungen konnten mit Hilfe von vorangegangenen Kalibrierversuchen korrigiert und aufgezeichnet werden. Die mit der In-situ-Verformungseinrichtung ermittelten Festigkeitswerte hinsichtlich der Zugfestigkeit, entsprachen annähernd den Angaben des Herstellers. Anhand von Vergleichsmessungen, die mit ARAMIS durchgeführt wurden, konnte bewiesen werden, dass die Wegänderungsdaten der In-situ-Verformungsanlage nicht repräsentativ sind um eine Bruchdehnung der Probe zu ermitteln. Die aus den Versuchen erhaltenen Verformungskurven zeigten dennoch einen für Schäume typischen Verlauf. Mit Hilfe der Bildanalysesoftware datosx 2 und einer Nachbearbeitung im Bildbearbeitungsprogramm VGStudio Max, wurden qualitativ gute CT-Bilddaten aus den Aufnahmen der einzelnen Belastungsphasen rekonstruiert. Die Eignung der In-situ-Verformungseinrichtung für In-situ-CT-Versuche konnte damit bestätigt werden. Durch die Protokollierung der Versuche und der Ermittlung von möglichen Störquellen, wurde der Ablauf der Versuche optimiert. Der Vergleich der CT-Bilddaten zwischen den einzelnen Belastungsschritten, ergab optisch nur eine geringe Veränderung der Zellstruktur. Eine Längenänderung einzelner Zellen, sowie über festgelegte Bereiche der Probe konnte ermittelt werden. Geometrische Verformungen, wie z. B. Beulen und Knicke an Zellstegen, konnten hingegen nicht nachgewiesen werden. Somit konnten auch keine möglichen Bruchquellen, die zum Beispiel durch geometrisch abweichende Initialzellen hervorgerufen werden könnten, erkannt werden.

Für zukünftige Arbeiten mit der In-situ-Verformungsanlage sollten mögliche Störquellen wie Temperatureinflüsse vorab untersucht werden. Eine geeignete Sicherung gegen ein Verrutschen der Probe im lastfreien Bereich sollte in Zukunft erfolgen, um gute Bildergebnisse zu erhalten. Die Lastschritte im kritischen Bereich könnten in kleineren Stufen durchgeführt werden, um höhere Details für Verformungen von Zellstegen zu erhalten. Eine Ausweitung der Bildanalysemöglichkeiten wäre wünschenswert, um auch geringste Verformungen feststellen zu können. Das Analysewerkzeug MAVI bietet hierfür eine mögliche Option. Zellparameter könnten dadurch im 2d- sowie

im 3d-Bereich bestimmt werden. Hinsichtlich einer Aufzeichnung von Längenänderungen der Probe, sollte konstruktiv über eine Erweiterung der Verformungsanlage nachgedacht werden. Separate Längenänderungsaufnehmer oder ein optisches System wie ARAMIS würden sich hierfür anbieten. Da das Zusammenspiel von Wegsteuerung der Verformungsanlage, der Kraftaufzeichnung und den CT-Messungen im Wesentlichen manuell gesteuert wurde, wäre es sinnvoll diese Teilprozesse zu automatisieren. Die Datenaufzeichnung würde somit optimiert werden und eine Reproduzierbarkeit der Abläufe wäre verständlicher.

Quellen- und Literaturverzeichnis

- [1] Dr. Fyodor A. Shutov; Cellular Structure and Properties of Foamed Polymers; Edited by Daniel Klempner and Vahid Sendijarevic; Handbook of Polymeric Foams and Foam Technology, 2nd Edition, Carl Hanser Verlag, Munich, 2004
- [2] Sigurd, Lohmeyer, Die speziellen Eigenschaften der Kunststoffe 2, Expert Verlag, Reninggen Malmsheim, Band 2, 1995
- [3] Hans- Michael Sulzbach und Jürgen Wirth; Schaumbildungsprozess in der PUR Verfahrenstechnik (PDF), erstellt am 07.05.2004, geändert am 29.12.2010
- [4] Lorna J. Gibson, Michael F. Ashby; Cellular Solids, Cambridge University Press, 1999
- [5] Heinz Greif; Schäume, Gieß- und Klebstoffe, Vogel Verlag, Würzburg, 2. Auflage 1990
- [6] Elektromagnetische Wellen und Licht; <http://www.teialehrbuch.de/Kostenlose-Kurse/Markup-Sprachen/16367-Elektromagnetische-Wellen-und-Licht.html>, erstellt am 05.03.2013
- [7] Röntgenstrahlen; <http://flexikon.doccheck.com/de/R%C3%B6ntgenstrahlen>, doccheck, 2013
- [8] Röntgenstrahlung; <http://de.wikipedia.org/wiki/R%C3%B6ntgenstrahlung>, letzte Änderung 17.04.2013
- [9] Versuchsanleitung Röntgenstrahlung; <http://www.physik.uni-erlangen.de/lehre/daten/Versuchsanleitungen/2.FS-V24-Roentgenstrahlung.pdf>, erstellt am 22.08.2008
- [10] Hatem Alkadhi, sebastian Leschka, Paul Stolzman, Hanz Scheffel; Wie funktioniert CT?, Springer Verlag, Berlin Heidelberg, 2011
- [11] Computertomographie und Analyseverfahren für industrielle Anwendungen; Workshop, 5./6.03.2008
- [12] Bauer, N.; Handbuch zur industriellen Bildverarbeitung- Qualitätssicherung in der Praxis, Fraunhofer IRB Verlag, Stuttgart, 2007

- [13] Franz van den Berg, Prof. Dr. Jan Cabri; Angewandte Physiologie; Georg Thieme Verlag; Stuttgart; 1. Auflage 1999
- [14] Stefan Kasperl; Grundlagen und Anwendungen industrieller Computertomographie; Vortrag DGZfP- Jahrestagung 2007; Fraunhofer EZRT Fürth; 14.-16.05.2007
- [15] W. Hufenbach et al.; A test device for damage characterisation of composites based on in situ computed tomography; Composites Science and Technology, 72 (2012) 1361–1367
- [16] C. SAUERWEIN, F. Caspers, V. Hämmerle, I. Tiseanu, L.R. Williams; Mobiles CT-System für die In-Situ Prüfung des LHC am CERN (PDF); DGZfP-Jahrestagung 2010 - Computertomographie II (Di.3.A.1); erstellt am 03.08.2010
- [17] H. Berek, U. Ballaschk, and C.G. Aneziris, "In situ characterization of internal damage in TRIP-steel/Mg-PSZ composites under compressive stress using X-ray computed tomography," Advanced Engineering Materials, in press, DOI: 10.1002/adem201100117, 2011
- [18] Patterson, B.M.; Marks, T.G.; Gleiman, S.: Microstructural characterization of in situ MXCT images of high density foams under large strains. In: Los Alamos National Laboratory (2009)
- [19] ROHACELL® - Das Evonik Geschichtsportal - Die Geschichte von Evonik Industries; <http://geschichte.evonik.de/sites/geschichte/de/erfindungen/rohacell/pages/default.aspx>; Erstellt am 07.02.2013
- [20] Herrmann Seibert; KU Kunststoffe; Carl Hanser Verlag, München; Online-Archiv; www.kunststoffe.de; 13,04,1999
- [21] EVONIK INDUSTRIES AG; Product Information; ROHACELL® RIST; <http://www.rohacell.com/sites/dc/Downloadcenter/Evonik/Product/ROHACELL/product-information/ROHACELL%20RIST%20Product%20Information.pdf>; erstellt am 27.01.2011
- [22] Willi A. Kalender; Computertomographie Grundlagen, Gerätetechnologie Bildqualität, Anwendungen; Verlag Publicis Corporate Publishing; 2. überarbeitete Auflage 2006
- [23] Patterson, B.M. ; Hamilton, C.E.; Dimensional Standard for Micro X-ray Computed Tomography. In: Analytical Chemistry 82 (2010)

- [24] Rolf H. Kuratle, André Signer; Robuste Signale von mechanischen Messgrößen (PDF); Sonderdruck Kistler Instrumente AG, Schweiz; erstellt am: 26.08.2003
- [25] Kistler Instrumente AG Winterthur; Quarz-Kraftmesselemente (PDF); Betriebsanleitung, Typ 9301B...9371B; CH-8408 Winterthur, Schweiz; erstellt am: 24.02.2003

Abbildungen

Abbildung 1:	(a) offenzellige und (b) geschlossenzellige Struktur in Schäumen [1]	3
Abbildung 2:	Elektromagnetisches Spektrum [2]	4
Abbildung 3:	Schematische Darstellung einer Röntgenröhre, [8]	5
Abbildung 4:	Prinzip Skizze Versuchsaufbau 3D-CT [12]	6
Abbildung 5:	transversale Schicht mit herausgelöstem Voxel [22]	7
Abbildung 6:	inhomogenes Objekt	8
Abbildung 7:	Veränderung der Bildcharakteristik durch die Wahl des Faltungskerns [22]	8
Abbildung 8:	CT in der ZfP [14]	10
Abbildung 9:	CT- Untersuchung in der Tierbiologie [14]	11
Abbildung 10:	CT-Untersuchungen an Schäumen [14]	11
Abbildung 11:	Der Röntgentomograph RayScan Mobile [16]	13
Abbildung 12:	Aufbau einer in situ-Druckapparatur [17]	13
Abbildung 13:	Test-Geräte-Konzept [10]	14
Abbildung 14:	Vergleich der spezifischen Zugfestigkeit bzw. des spezifischen E-Moduls [20]	15
Abbildung 15:	Zellstruktur von 71 RIST (CT-Aufnahme)	17
Abbildung 16:	In situ Verformungseinrichtung (Draufsicht)	18
Abbildung 17:	Aufnahmevorrichtung für PMI - Zugproben	19
Abbildung 18:	Zugprobe aus PMI links eingeklebt, rechts unpräpariert	20
Abbildung 19:	Schablone zum Einkleben der PMI-Zugprobe in das Adapterstück	21
Abbildung 20:	Abgleich der Kraftkennwerte einer Kraftmessdose an einer Universalprüfmaschine	22
Abbildung 21:	Linearisierung der Kraftverläufe im Bereich von 200 N	23
Abbildung 22:	Aufbau der In-situ-Verformungsanlage am CT-Tisch	26
Abbildung 23:	Der Heißkleber verhindert das Verrutschen der Probenhälften nach dem Versagen	27
Abbildung 24:	Spannungs-Dehnungs-Diagramm quasistatischer Zugversuch von 71 RIST	28
Abbildung 25:	Zugprobe aus 71 RIST nach Versagen	30
Abbildung 26:	Zugprobe Bemaßung	30
Abbildung 27:	Kraft-Zeit-Diagramm des In-situ-CT-Versuchs	31
Abbildung 28:	Spannungs-Dehnungs-Diagramm des In-situ-CT-Versuchs	33
Abbildung 29:	Frontal-, Axial- und Sagittalebene der CT-Messung	33
Abbildung 30:	Längenänderung eines gewählten Abschnitts der Zugprobe (von links nach rechts, bei 38 N, 50 N Zugkraft und nach Bruch).	35

Abbildung 31:	Bereich der Zelluntersuchung	36
Abbildung 32:	Vergleich der Deformation von Zelle 1 und 2	37
Abbildung 33:	Bruchmuster nach Zugbeanspruchung	38
Abbildung 34:	Volumenrekonstruktion einer PMI-Zugprobe (Bruchoberfläche)	39
Abbildung 36:	Datenblatt Araldite 2021 (Auszug)	XII
Abbildung 37:	Produktbeschreibung nanomex 180 NF (Auszug)	XIII
Abbildung 38:	Produktbeschreibung nanomex 180 NF (Auszug 2)	XIV
Abbildung 39:	Zeichnung Zugprobe	XV
Abbildung 40:	Zeichnung Zugvorrichtung	XVI

Abkürzungen

CFK	kohlefaserverstärkter Kunststoff
CT	Computertomographie
E-Modul	Elastizitätsmodul
GFK	glasfaserverstärkter Kunststoff
LHC	Large Hadron Collider
MMC	Metal-Matrix-Composites
PE	Polyethylen
PMI	Polymethacrylimid
PS	Polystyrol
PUR	Polyurethan
PVC	Polyvinylchlorid
SAN	Styrol-Acrylnitril
ZfP	Zerstörungsfreie Prüfung
2d	zweidimensional
3d	dreidimensional

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1:	Technische Daten im Bezug zur Materialdichte [21]	16
Tabelle 2:	Driftkalibrierwerte einzelner Lastbereiche	24
Tabelle 3:	Ergebnisse der Quasistatischen Zugverformung	29
Tabelle 4:	Ergebnisse des In-situ-CT-Versuches	32
Tabelle 5:	Abstandsänderungen einzelner Zellen in Abhängigkeit der Zugkraft	36

Eidesstattliche Erklärung

Hiermit versichere ich, die vorliegende Arbeit selbstständig und ausschließlich unter Verwendung der angegebenen Literatur und Hilfsmittel erstellt zu haben.

Diese Arbeit wurde bisher in gleicher oder ähnlicher Form keiner anderen Prüfungsbehörde vorgelegt und nicht veröffentlicht.

Halle, 21.10.2013

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich herzlichst bei Herrn Prof. Dr. Pohl bedanken, der mich hinsichtlich der Hochschule für das Thema betreute und mir dadurch diese Arbeit ermöglichte. Ein besonderer Dank geht an meinen Betreuer Dipl.-Ing. (FH) Ralf Schlimper vom Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik in Halle, der mir dieses Thema vorschlug und mich mit seiner Erfahrung unterstützte. Seine Anregungen und Verbesserungsvorschläge trugen stets zur Entstehung dieser Arbeit bei. Auch danke ich allen anderen Kollegen vom Institut, die für eine angenehme Atmosphäre und Unterstützung gesorgt haben. Abschließend möchte ich mich bei meinen Eltern und Freunden bedanken die mich bei meinem Studium unterstütz haben, besonders bei meiner Freundin, die in schwierigen Zeiten an meiner Seite stand.

Anhang

Advanced Materials

Araldite® 2021

Structural Adhesives

Araldite® 2021 Zähelastischer Zweikomponentenklebstoff auf Methacrylsäureesterbasis

Spezifische Eigenschaften

- Schnelle Härtung
- Hohe Schälfestigkeit
- Allzweck-Klebstoff
- Ausgezeichnete Haftung auf einer Vielzahl von Kunststoffen, Verbundstoffen und Metallen
- Einsatzfähig bei Temperaturen von bis zu 100°C

Produkt- beschreibung

Araldite 2021 ist ein bei Raumtemperatur aushärtender Allzweck-Zweikomponentenklebstoff auf Methacrylsäureesterbasis für die schnelle Verklebung einer Vielzahl von Substraten.

Produktdaten

Eigenschaften	2021/A	2021/B	2021 (gemischt)
Farbe (visuell)	gebrochen weiss	beige / gelb	hellgelb
Dichte	1.03	0.96	ca. 1
Viskosität bei 25°C (Pas)	ca. 45	ca. 40	ca. 45
Gebrauchsdauer (100 g bei 25°C)	-	-	2 – 3 Minuten
Flammpunkt (°C)	10	10	-

Verarbeitung

Vorbehandlung

Die Voraussetzung zum Erreichen fester und dauerhafter Verklebungen ist eine zweckmässige Vorbehandlung der Klebfläche. Klebstoffe auf Methacrylsäureesterbasis können jedoch selbst bei wenig Vorbehandlung verwendet werden.

Die Klebflächen werden am besten mit einem guten Fettlösungsmittel wie z.B. Aceton, oder einem firmenspezifischen Fettlösungsmittel gründlich von Öl, Fett und Schmutz gereinigt.

Alkohol, Benzin oder Lackverdünner sollten hierfür nicht verwendet werden.

Beste Festigkeiten werden erreicht, wenn die entfetteten Klebflächen mechanisch aufgeraut oder chemisch vorbehandelt ("pickling-beizen") werden.

Mischungsverhältnis	Gewichtsteile	Volumenteile
Araldite 2021/A	100	100
Araldite 2021/B	90	100

Abbildung 35: Datenblatt Araldite 2021 (Auszug)

2 Produktbeschreibung

2.1 Geräteeigenschaften

- Einfache und schnelle Einstellung von Hochspannung und Röhrenstrom.
- Automatische Konditionierung der Röntgenröhre.
- Hohe Betriebssicherheit durch mehrere Sicherheitsschaltkreise.
- Voreinstellbare Röntgenparameter (Hochspannung und Röhrenstrom).
- Einfach zu bedienendes Manipulationssystem.
- Automatische Positionierung (Auto Positioning Control APC)
- Bildverarbeitungssoftware: quality|assurance.
- Hochwertiger Röntgenbildverstärker mit 105mm (4") Eingangsfelddurchmesser.
- Spezielle Röntgen CCD- Kamera.
- Optional: Röntgenbildverstärker mit 145mm (6") Eingangsfelddurchmesser, elektro-optisch umschaltbar auf 100mm (4").
- Optional: Spezielle 12 bit digital Röntgen CCD- Kamera.
- Optional: high-contrast|set mit 16bit Graustufen und 512x512 Pixel.
- Optional: Dreh / Kipp Einheit für 360° Drehung und Kippwinkel von $\pm 45^\circ$.
- Optional: Laserkreuz zur besseren Orientierung während der Manipulation.
- Optional: Kollisionsschutzschaltung zur Vermeidung von Schäden an Röntgenröhre oder Probe.
- Optional: ovhm|module 2 mit 70° Winkel
- Optional: ovhm|module 4 mit 70° Winkel.
- Optional: rotation|table.
- Optional: Zusatzsoftware Wire Sweep, BGA, ML, Voiding Calculation.

2.2 Technische Daten

Allgemeine Daten

Abmessung BxHxT (ohne Bedienkonsole) 2020x1920x1860 mm

Gewicht ca. 2400 kg

Energieversorgung

Spannung 1~ 230 VAC/N/PE

Leistungsaufnahme 2200 VA

Sicherung in der Zuleitung 1 x 10 A

Max. Strom Normalbetrieb 8.7 A

Schaltvermögen Schutzschalter im Netzeingang (nach IEC 947-2) 10 kA

Abbildung 36: Produktbeschreibung nanomex 180 NF (Auszug)

nanome x 180NF	Produktbeschreibung
Umgebungsbedingungen	
Betriebstemperatur	10 °C - 30 °C
Luftfeuchtigkeit	25% - 85% rF, nicht kondensierend
Röntgenparameter	
Hochspannung	10 kV – 180 kV
Röntgenröhrenstrom	5 μ A – 880 μ A (15W Isowatt)
Ausgangsfenster	Beryllium (400 μ m Dicke)
Nutzstrahlkegel	ca. 180 °
Detailerkennbarkeit	400 nm
Leckstrahlung	< 1 μ Sv/h

Abbildung 37: Produktbeschreibung nanomex 180 NF (Auszug 2)

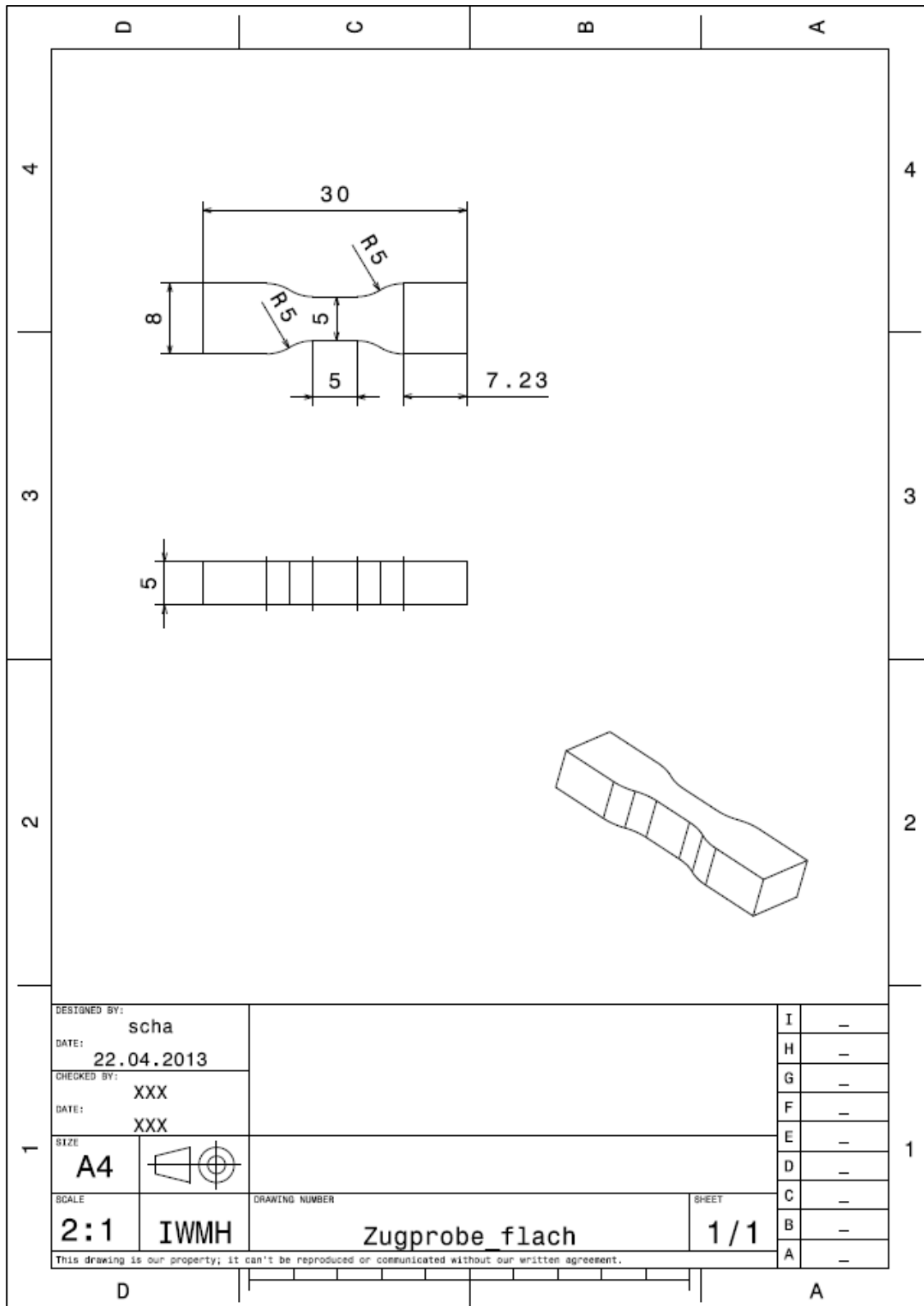


Abbildung 38: Zeichnung Zugprobe

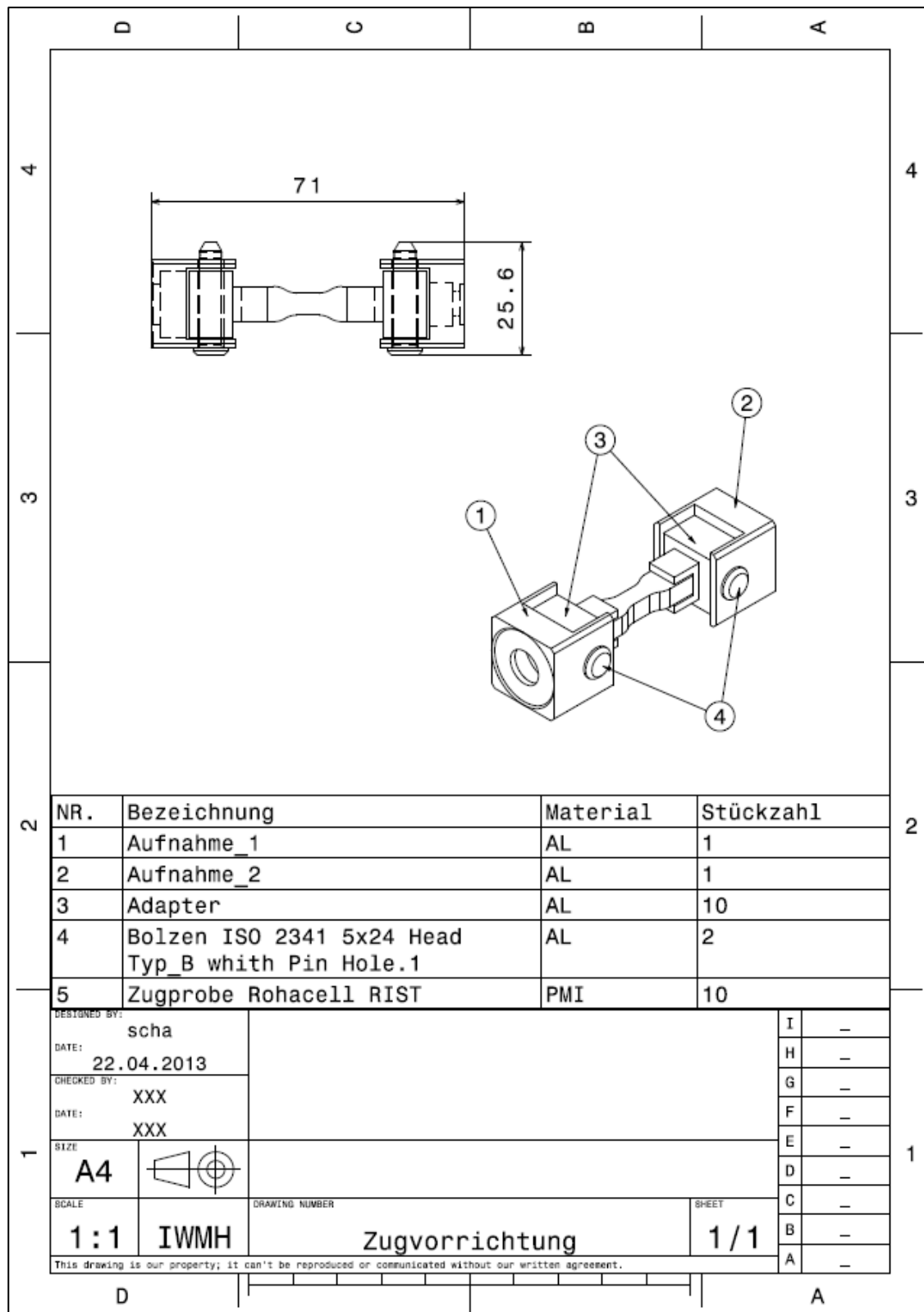


Abbildung 39: Zeichnung Zugvorrichtung