

Talbot-Lau Gitter-Interferometer-Computertomografie für die Charakterisierung von faserverstärkten Kunststoffen

Johann KASTNER¹, Bernhard PLANK¹, Christian HANNESSCHLÄGER¹, Vincent REVOL²

¹ FH OÖ Forschungs & Entwicklungs GmbH, Wels, Österreich ² Centre Suisse d'Électronique et Microtechnique - CSEM, Zürich, Schweiz

Kurzfassung. Mit der konventionellen Röntgen-Computertomografie (CT) kann eine dreidimensionale Verteilung des Absorptionskoeffizienten erfasst werden. Damit lassen sich die Geometrie und Fehlerstellen eines Objekts bestimmen, vorausgesetzt der Kontrast im Absorptionskoeffizienten ist genügend groß. Mit Hilfe eines Talbot-Lau Interferometers kann eine differentielle Phasenkontrasttomografie durchgeführt werden, bei der gleichzeitig die Absorption, die Phasenverschiebung und das Streufeldbild (=Dunkelfeldbild) ermittelt werden.

In dieser Arbeit werden kohlenstofffaserverstärkte Kunststoff Laminate (CFK) sowie glasfaserverstärkte Polypropylen Proben (GFK) mittels eines Talbot-Lau Interferometermessaufbaus untersucht. Die Dunkelfeldtomografie ermöglicht eine Charakterisierung der einzelnen Kohlenstoff-Faserbündel in den CFK-Proben. Die anisotropen Eigenschaften der Ultrakleinwinkelstreuung werden dazu verwendet, um Richtungsinformationen auf Mikrostrukturebene aus der Probe zu generieren. Anhand der CFK-Laminaten können dadurch die einzelnen gleichgerichteten Faserbündel extrahiert werden, obwohl die einzelnen Kohlenstofffasern deutlich unter der Auflösungsgrenze liegen. Auf Grund des geringen Röntgenkontrastunterschieds zwischen Kohlenstofffasern und Epoxidharz Matrix sind diese Faserbündel mittels Absorptionskontrasts nicht erkennbar. Durch Kombination von zwei aufeinander normalen Dunkelfeld-CT Messungen können somit die Gewebearten von 0/90 Grad Gelegen visualisiert und quantifiziert werden. In mittels Spritzguss hergestellten GFK-Proben werden in den Dunkelfeld-CT Daten die Faserhauptorientierungen in den Materialien sichtbar. Somit ist eine qualitative Darstellung von anisotropen Faserorientierungen (z.B. Bindenähte) möglich. Die Dunkelfeld-CT Ergebnisse werden mit hochauflösender Absorptions-Röntgen-Computertomografie verglichen und verifiziert. Die erzielten Ergebnisse zeigen eine vielversprechende Anwendung der Gitter-Interferometer Computertomografie für die zerstörungsfreie Prüfung und Bewertung von faserverstärkten Polymeren. Die Hauptvorteile dieser Methode sind, dass Materialinhomogenitäten im Sub-Voxelbereich (Porositäten, Risse oder Faserstrukturen) erkannt werden können

1. Einführung

Talbot-Lau Gitter-Interferometer-Computertomografie (TLGI-CT) mit konventionellen Mikro-fokusröntgenröhren und 3 Gittern (Phasengitter G0 zur Erzeugung von Kohärenz nach der Röntgenquelle, Phasengitter G1 nach der Probe und Absorptionsgitter G2 vor dem



Detektor) (Siehe auch Abb.1) ist in den letzten 10 Jahren eine essentielle und mächtige Methode in der Medizin, Biologie sowie Werkstoffcharakterisierung geworden [1-5]. Hierbei wird das G0-Gitter stufenweise bewegt, um Phaseninformation zu erhalten [1,2]. Das Messprinzip dieses TLGI-CT wird genutzt, um Röntgen-CT-Aufnahmen mit der Gitter-Phasenkontrast-Methode zu erstellen und um die folgenden drei Modalitäten auf einmal zu messen:

- 1) Absorption Standard-CT: Die Gitter-Phasenkontrast-Methode liefert also auch das gewohnte Bild der herkömmlichen Röntgenbildgebung. Der physikalische Hintergrund dieser Bildinformation ist der Imaginärteil der komplexen Brechungsindizes der Materialien des zu vermessenden Objekts.
- 2) Brechung/Refraktion- Phasenkontrast-CT: Die differentielle Phasenverschiebung kann aus der Verschiebung des Talbot-Musters berechnet werden. Hiefür ist der Realteil der komplexen Brechungsindizes entlang der Strahlrichtung ausschlaggebend.
- 3) Kleinwinkelstreuung Dunkelfeldkontrast-CT: Die Dunkelfeldinformation beruht auf der Kleinwinkelstreuung von Röntgenstrahlen in der Probe. Zur Beschreibung dieses Effektes kann der Streukoeffizient herangezogen werden.

Mit diesen prinzipiell voneinander unabhängigen Messmodalitäten ist es möglich, viel bessere Kontraste für eine Reihe von Anwendungsfälle zu erhalten, was zu besseren Segmentierungsergebnissen führen kann. In diesem Beitrag präsentieren wir Anwendungsfälle von TLGI-CT aus dem faserverstärkten Kunststoffbereich. Es werden Messergebnisse für kohlenstofffaserverstärkte Laminate (CFK) und glasfaserverstärkte Kunststoffproben (GFK), die mittels Spritzguss hergestellt wurden, präsentiert und diskutiert.

2. Experimentelles

2.1 Werkstoffe

In diesem Beitrag wurden verschiedene CFK Proben, hergestellt aus 6 bis 20 Lagen Preg, untersucht. Der Anteil an Epoxidharz betrug zwischen 35 und 44 Gew. %. Eine Übersicht der untersuchten CFK-Proben ist in Tabelle 1 dargestellt:

	Tabelle 1: Übersicht der untersuchten CFK Proben P1-P5.									
Probe	PrePreg Material	Aufbau	Dichte Epoxid (g/cm ³)	Proben -dicke [mm]	Laminat -dicke [mm]	Harz- Anteil [Gew. %]				
P1	C 6376C-926-35%	5H/6K	1,310	2,10	0,350	35				
P2	C 913C/G926(1070)/35%F	5H/6K	1,230	2,20	0,350	35				
Р3	C W4G-282-F584-128:40%	PLAIN WEAVE	1,219	3,15	0,210	40				
P4	C W3T-282-F593-44%	PLAIN WEAVE/3K	1,220	1,90	0,237	44				
P5	C 970/PWC T300 3K UT	PLAIN WEAVE	1,260	5	0,216	40				

Des Weiteren wurden zwei spritzgegossene Kunststoffproben (P6 und P7) aus Polypropylen (PP) gefüllt mit Kurzglasfasern (GFK) untersucht. Der Fasergehalt betrug 30 Gew. % und der mittlere Faserdurchmesser ~13 µm. In Probe P7 treffen zwei Schmelzfronten aufeinander und es soll sich eine Bindenaht bilden. Im Bereich dieser Bindenaht wird eine deutlich andere Faserorientierung erwartet als in P6, in der die Fasern hauptsächlich in Spritzgussrichtung orientiert sind. Die Probengröße der untersuchten Proben (P1-P4 sowie P6 und P7) betrug ~10x10x2 mm³. Die Abmessungen von Probe P5 betrugen ~5x5x5 mm³.

2.2 Talbot-Lau Gitterinterferometer-CT

Für diese Untersuchungen wurde ein Gitter-Interferometer-Computertomograf-Messaufbau des CSEM in der Schweiz [5,6] verwendet. Das Phasen-Gitter G1 besteht aus Silizium und die beiden Absorptions-Gitter G0 und G2 aus Gold. Als Röntgenquelle kam eine Comet MXR-160HP 20 Röntgenröhre mit einem Brennfleck von 1×1 mm² zum Einsatz. Der verwendetet Detektor war ein RadIcon Shad-o-Box 2k mit 2048×1024 pixel mit einem Min-R 2190 Szintillator. Alle Proben wurden mit einer Röhrenspannung von 40 kV und einem Strom von 22.5 mA tomografiert. In Summe wurden 541 Projektionen mit jeweils 9 Phasen-Schritte über 360° aufgenommen. Für die einzelnen Probentypen wurde jeweils ein anderes Setup verwendet. Die genauen Parameter sind in Tabelle 2 dargestellt. Die resultierende Voxelgröße war zwischen (39 μ m)³ und (43 μ m)³. Die Messzeit pro einzelnen Scan betrug 465 Minuten.

 Tabelle 2: Messparameter Talbot-Lau Gitterinterferometer-CT für CFK und GFK Proben: Abstand und Tiefe der Gratings G0, G1 and G2. Distanzen zwischen G0-G1, G1-G2, Fokus-Objekt (FOD), Objekt-Detektor (ODD) und resultierende Vergrößerung (M).

Proben	Abstand [µm]			Tiefe [µm]		Distanzen [mm]				Μ	
Тур	GO	G1	G2	GO	G1	G2	G0-G1	G1-G2	FOD	ODD	
CFK	20	5,2	3	45	30,9	30	515	77	488	137	1,28
GFK	57	2,85	3	60	12,7	30	1310	69	1285,5	124	1,10

In Abbildung 1 ist eine schematische Darstellung des TLGI-CT dargestellt. Für jede Winkelstellung werden durch die Phasen-Schritte ein Absorptions-, Phasenkontrast- und Dunkelfeld-Streubild berechnet. Aus diesen drei verschiedenen Bildern werden in einem weiteren Rekonstruktionsschritt mittels gefilterter Rückprojektion die 3D-Daten generiert. Jeder Probentyp wurde einmal in 0° und einmal in 90° zu den Gittern (b) tomografiert, um anisotrope Faserorientierungen mittels Dunkelfeld-Streubilder zu detektieren.



Abbildung 1: Schematischer Aufbau des Talbot-Lau Gitterinterferometer CTs mit den 3 Gittern G0, G1 und G2 (a). Für Faserorientierungsmessung wurden zwei normal aufeinander ausgerichtet CT-Messungen durchgeführt (b) (adaptiert von [7])

2.3 Hochauflösende Absorptions-Röntgen- Computertomografie

Zur Validierung der TLGI-CT Daten wurden hochauflösende Absorptions-Röntgen-Computertomografie (μ CT) Untersuchungen mit einem Nanotom 180NF (GE phoenix | Xray) durchgeführt [8]. Die verwendete Voxelgröße für die CFK Proben betrug (10 μ m)³ und für die GFK Proben (6,5 μ m)³. In Summe wurden zwischen 1500 und 1800 Projektionsbilder aufgenommen. Die daraus resultierende Messzeit beläuft sich zwischen 120 und 184 Minuten.

2.4 3D Datenauswertung

Die 3D Datenauswertung der TLGI-CT Daten erfolgte mit der Software ImageJ. Die Auswertung der μ CT Daten erfolgte mit VGStudio Max v2.2 sowie der eigenen Software iAnalyse, die auch zur Fasercharakterisierung eingesetzt wurde [9].

3. Ergebnisse und Diskussion

3.1 Charakterisierung von kohlenstofffaserverstärkten Kunststoff Laminate (CFK)

Abbildung 2 zeigt Absorptions-CT-Schnittbilder einer hochauflösender µCT-Messung (a und b) der CFK-Probe P5, wobei in (b) der Kontrast zusätzlich erhöht wurde, um die einzelnen Faserbündel besser hervorzuheben. (c-e) zeigen TLGI-CT Bilder in den Messmodalitäten Absorption (c), Phasenkontrast (d) und Streukontrast (e). In den Absorptions- und Phasenbilder- (a-d) können vor allem die Poren im CFK aufgelöst werden. Bei Erhöhung des Kontrastes (b) können die Faserbündel in einer Richtung erahnt werden. Für eine Segmentierung ist dieser Kontrast nicht ausreichend. Mittels Streukontrast (e) in der TLGI-CT Messung entsteht ein sehr starkes Signal von den Kohlenstofffaserbündeln, welche im rechten Winkel zu den Gittern orientiert sind. Die Faserbündel sind damit mittels Streukontrast-CT viel besser detektierbar als mit den anderen Messmodalitäten.



Abbildung 2: Vergleich einer hochauflösenden Absorptions-CT-Messung (a und b) der CFK Probe P5 mit den 3 Messmodalitäten Absorption (c), Phasenkontrast (d) und Streukontrast/ Dunkelfeldkontrast (e) eines Talbot Lau-Gitterinterferometer-CT.

Wie bereits erwähnt, erhalten die Streukontrastdaten auch eine Richtungsinformation. Dies ist in Abb. 3 dargestellt, wo zwei aufeinander normal stehende Streukontrast-CT-Messungen präsentiert werden. Dazu werden die Proben einmal bei 0° (grün eingefärbt) und einmal bei 90° (rot eingefärbt) am Drehtisch positioniert und tomografiert. Durch Fusionieren der beiden Datensätze erhält man dadurch einen vollständigen Datensatz, in dem die Faserbündel in Abhängigkeit ihrer Orientierung farblich kodiert dargestellt werden können.



Abbildung 3: Fusion der Streukontrast-CT-Messungen mit 0°/90° Messanordnung (a und b) der CFK Proben P1-P4 zu einem kombinierten Datensatz (c). Die Farben grün und rot geben die Richtungen der Faserbündelorientierungen an (adaptiert von [5])

Abbildung 4 zeigt eine 3D-Darstellung der CFK-Probe P3 gemessen mit μ CT Absorptionskontrast (links) und mittels fusioniertem TLGI-CT Streukontrast (links) aus zwei Messungen. Anhand des fusionierten Streukontrastbildes lässt sich sehr gut der CFK-Aufbau "Plain Weave" erkennen.



Abbildung 4: 3DCT-Bilder der CFK-Laminatprobe P3, gemessen mit Absorptionskontrast (links) und gemessen mit 0°/90° Streukontrast-CT (rechts) (Adaptiert von [5])

3.2 Charakterisierung von kurzglasfaserverstärkten Polypropylen (GFK)

Abbildung 5 zeigen die GFK-Probe P6 in einer axialen (oben) und frontalen Ansicht (unten). In dieser Probe sind die Fasern hauptsächlich in Spritzgussrichtung (Schmelzefluss) orientiert. (a) und (b) zeigen den TLGI-CT Streukontrast. In der Messung der Hauptfaserorientierung 90° zu den Gittern können starke Streusignale detektiert werden, wodurch hier ein Rückschluss auf die Faserhauptorientierung geschlossen werden kann. In den μ CT Absorptionsdaten (c) können bei einer Voxelgröße von (6,5 μ m)³ bereits

die einzelnen Glasfasern aufgelöst werden. Im Randbereich der GFK-Probe P6 sind die Fasern hauptsächlich in Spritzgussrichtung (Z) orientiert.



2 mm

Abbildung 5: Streubild-CT in 0 und 90° Mess-Anordnung (a, b) der glasfaserverstärkten Kunststoffprobe P6 und hochauflösende Absorptions-CT-Aufnahme (b). Axialer Schnitt (oben).

Bei der GFK-Probe P7 in Abbildung 6 treffen zwei Fließfronten aufeinander. Dadurch bildet sich in der Probenmitte eine Bindenaht. Diese ist in dem µCT Absorptionsbild (c) vor allem durch erhöhte Porosität aber auch bereits durch unterschiedliche Faserorientierungen zu erkennen. Diese unterschiedlichen Faserorientierungen sind auch sehr deutlich in den TLGI-CT Streukontrast Bildern (a, b) zu erkennen. Vor allem bei der 0° Messung ist das Streusignal im Zentrum der Probe sehr stark.



Abbildung 6: Streubild-CT in 0 und 90° Mess-Anordnung (a, b) der glasfaserverstärkten Kunststoffprobe P7 im Bereich einer Bindenaht und hochauflösende Absorptions-CT-Aufnahme (c). Axialer Schnitt (oben), frontaler Schnitt (unten).

Anhand der μ CT Daten lassen sich die einzelnen Glasfasern extrahieren und entsprechend ihrer Orientierung farblich darstellen. Details mit welchen algorithmischen Schritten dies durchgeführt wurde, sind in [6,9] zu finden. Abbildung 7 zeigt eine 3D-Darstellung der extrahierten Fasern aus der GFK-Probe P7. Im Bereich der Bindenaht sind die Fasern deutlich stärker in Y (grün) und Z (blau) orientiert.



Abbildung 7: 3D-Darstellung der µCT Daten von GFK-Probe P7. Die Fasern sind in Abhängigkeit ihrer Orientierung farblich codiert.



Abbildung 8: 3D-Darstellung eines kleinen Ausschnittes der µCT Daten von GFK-Probe P7 (oben) und P6 (unten). Die Fasern sind in Abhängigkeit ihrer Orientierung farblich codiert.

Abbildung 8 zeigt einen Detailausschnitt der GFK-Probe P7 (oben) bzw. P6 (unten) sowie die dazugehörige 3D Darstellung der Fasern, farbcodiert in Abhängigkeit ihrer Orientierung. Im Bereich der Bindenaht sind die Fasern in Prob P7 im Zentrum sehr stark

in Y-Richtung (grün) orientiert. Diese Fasern liefern auch das relativ starke Streusignal in Abbildung 6 (a). An der Probenoberfläche sind die Fasern im Bereich der Bindenaht verstärkt in Z-Richtung (blau) orientiert. In der GFK-Probe P6 (unten), sind die Fasern vorwiegend in die Spritzgussrichtung Z (blau) orientiert. Nur an der Probenoberfläche und etwas im Probenzentrum gibt es Fasern die sich auch in Y (grün) und X (rot) Richtung ausrichten. Diese Randeigenschaften sind auch im axialen Schnittbild in Abbildung 5 (b) in den Streubildern deutlich zu erkennen.

Die Faserorientierungen in einem Bauteil oder Bauteilbereich lassen sich auch quantitativ anhand eines Orientierungstensors bestimmen [6,7,9]. Das Diagramm in Abbildung 9 zeigt die Faserhauptorientierungen der GFK-Proben P6 und P7. In Probe P6 sind die Fasern hauptsächlich in Z-Richtung ($Z=a_{zz}=0,86$) orientiert. In der Bindenahtprobe P7 hingegen sind die Fasern neben der Z-Richtung ($Z=a_{zz}=0,57$) auch sehr stark in X-Richtung ($X=a_{xx}=0,34$) orientiert. Auch der Anteil der Fasern in Y-Richtung ist in Probe P7 mit 0,09 deutlich stärker als in P6 mit 0,04. Insgesamt wurden aus den Probenausschnitten aus Abbildung 8 & 9 jeweils über 100.000 Fasern extrahiert und analysiert. Zusätzlich zu der stark unterschiedlichen Faserorientierung reduziert sich auch die mittlere Faserlänge in der Bindenaht-Probe P7 deutlich gegenüber der Probe P6 [7].



Abbildung 9: Faserhauptorientierungen der GFK Proben P6 (Orientierungen hauptsächlich entlang des Schmelzflusses) und P7 (unterschiedliche Orientierungen im Bereich einer Bindenaht) aus Abbildung 8. X=a_{xx}, Y=a_{yy}, Z=a_{zz} sind die Diagonalelemente des Orientierungstensors.

4. Zusammenfassung

In diesem Beitrag wurden die Möglichkeiten von Talbot-Lau Gitterinterferometer CT zur Charakterisierung von faserverstärkten Kunststoffen präsentiert und mit konventioneller Absorptions-CT verglichen. Hierbei wurden zwei Anwendungsfälle diskutiert:

- Charakterisierung der Faserbündel von kohlefaserverstärkten Laminaten: Hierbei konnten mit zwei aufeinander normalen (0° und 90°) Dunkelfeld-CT-Messungen die 3D-Orientierung und 3D-Geometrie der Kohlefaserbündel sehr gut gemessen werden. Dies ist mit konventioneller Absorptions-CT aufgrund des geringen Kontrastes zwischen Faserbündel und Harz oft nicht möglich.
- Charakterisierung von kurzglasfaserverstärkten Kunststoffproben: Hier wurden mit (0° und 90°) Dunkelfeld-CT-Messungen die Hauptorientierungen der Glasfasern gemessen. Hierbei kann man mit 0°/90°-Dunkelfeld-CT die Orientierungen der

Glasfasern sehr gut bestimmen, auch wenn die Glasfasern aufgrund der beschränkten Auflösung nicht einzeln detektierbar sind. Mit konventioneller Absorptions-CT können die Faserorientierungen auch bestimmt werden, allerdings muss die CT-Auflösung gleich oder kleiner als der Faserdurchmesser sein.

Insgesamt ist festzustellen, dass Talbot-Lau Gitterinterferometer-CT ein sehr interessantes Verfahren für die Charakterisierung von Kunststoffen ist, das auch in der industriellen Praxis sehr viel Potenzial für nutzbringende Anwendungen hat.

Danksagung

Diese Arbeit ist Teil des K-Projekts für "Zerstörungsfreie Prüfung und Tomographie Plus" unterstützt durch die COMET Programmlinie der österreichischen Forschungsförderungsgesellschaft (FFG) und den Bundesländern Oberösterreich und Steiermark.

Referenzen

[1.]en.wikipedia.org/wiki/Phase-contrast_X-ray_imaging

- [2.]F. Pfeiffer, T. Weitkamp, O. Bunk, C. David, Phase retrieval and differential phasecontrast imaging with low-brilliance X-ray sources, Nat. Phys. 2, 258–261, 2006.
- [3.]F. Pfeiffer, M. Bech, O. Bunk, P. Kraft, et al, Hard-X-ray dark-field imaging using a grating interferometer. Nat Mater 7, 134–7, 2008.
- [4.]W. Yashiro, Y. Terui, K. Kawabata, A. Momose, On the origin of visibility contrast in x-ray Talbot interferometry, Optics Express 18, 16890–16901, 2010.
- [5.]V. Revol, B. Plank, R. Kaufmann, J. Kastner, C. Kottler, A. Neels, Laminate fibre structure characterisation of carbon fibre-reinforced polymers by X-ray scatter dark field imaging with a grating interferometer, NDT E Int. 58, 64–71, 2013.
- [6.]C. Hannesschläger, V. Revol, B. Plank, D. Salaberger, J. Kastner, Fibre structure characterisation of injection moulded short fibre-reinforced polymers by X-ray scatter dark field tomography, Case Studies in NDT & E Int. 3, 34-41 2015.
- [7.]B. Plank, Ch. Hannesschläger, V. Revol, J. Kastner, Characterisation of anisotropic fibre orientation in composites by means of X-ray grating interferometry computed tomography, 20. Symposium Verbundwerkstoffe und Werkstoffverbunde, Wien, 2015, in Druck.
- [8.]J. Kastner, B. Harrer, G. Requena, O. Brunke, A comparative study of high resolution cone beam X-ray tomography and synchrotron tomography applied to Fe- and Al-alloys, NDT&E International 43, 599-605, 2010.
- [9.]D. Salaberger, K.A. Kannappan, J. Kastner, J. Reussner, T. Auinger, Evaluation of Computed Tomography Data from Fibre Reinforced Polymers to Determine Fibre Length Distribution, International Polymer Processing. 26, 283–291, 2011.