

Intrinsische Risse und Poren in Kohlenstoff Verbundwerkstoffen

Zur Erlangung des akademischen Grades eines
Doktors der Ingenieurwissenschaften
Dr.-Ing.

von der Fakultät für Maschinenbau des
Karlsruher Instituts für Technologie (KIT)
genehmigte

Dissertation

von

Dipl.-Ing. Jörg-Martin Gebert
aus Stuttgart

Tag der mündlichen Prüfung: 13.12.2010

Hauptreferent: Prof. Dr.rer.nat. Alexander Wanner
Korreferent: Prof. Dr.rer.nat. Michael J. Hoffmann

Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Werkstoffkunde I des Karlsruher Instituts für Technologie (KIT). Herrn Prof. Dr. Alexander Wanner danke ich herzlich für Übertragung des Teilprojektes D11 (SFB 551), das damit entgegengebrachte Vertrauen, das stetige Interesse am Fortschritt der Arbeit und die Übernahme des Hauptreferates. Herrn Prof. Dr. Michael Hoffmann danke ich für die Übernahme des Korreferates. Der Institutsleitung danke ich für die fortwährende Unterstützung auch über den Förderzeitraum des DFG-Projektes hinaus.

Die Arbeit wäre sicherlich nicht ohne fachliche Unterstützung gelungen, wofür ich meinen ehemaligen Kollegen am Institut für Werkstoffkunde I sowie im Sonderforschungsbereich 551 herzlich danke. Für ein angenehmes und zielorientiertes Arbeitsklima danke ich allen Kollegen, insbesondere Herrn Dr. Kay Weidenmann. Aus dem SFB 551 danke ich Frau Dr. Romana Piat sowie den Herren Dr. Andreas Pfrang, Dr. Aijun Li, Dr. Moez Guellali, Dr. Boris Reznik und Ralf Ermel. Für die Berechnung effektiver elastischer Konstanten mittels Abaqus danke ich Herrn Felix Fritzen für die entscheidenden Hinweise. Besonderer Dank gilt meinem langjährigen Zimmerkollegen und Freund, Herrn Dr. Siddhartha Roy.

In dieser Arbeit sind zahlreiche Ergebnisse von Studien- und Diplomarbeiten eingeflossen. Hierfür danke ich herzlich: Jörg Weber, Manuela Gauweiler, Benjamin Viering und Stefan Dietrich. Ferner danke ich allen studentischen Mitarbeitern für deren Unterstützung.

Im Besonderen danke ich meinen Eltern, Gabriele und Horst Gebert, meinem Bruder Dr. Matthias Gebert sowie meiner Ehefrau, Stephanie Gebert.

Inhaltsübersicht

1	EINLEITUNG	1
2	KENNTNISSTAND.....	3
2.1	Verbundwerkstoffe.....	3
2.1.1	Grundlagen zu Verbundwerkstoffen.....	3
2.1.2	Fasereigenschaften.....	5
2.1.3	Matraxeigenschaften	6
2.1.4	Faser-Matrix-Grenzfläche.....	7
2.1.5	Anwendungsbeispiele	8
2.2	Kohlenstofffaser-Kohlenstoffmatrix-Verbundwerkstoffe.....	9
2.2.1	Allotrope Modifikationen des Kohlenstoffs	9
2.2.2	Herstellung von Kohlenstofffasern	11
2.2.3	Herstellung von C/C-Verbundwerkstoffen	15
2.2.4	Charakterisierung der Mikrostruktur	20
2.2.5	Gefügebestandteile auf oberster Hierarchieebene.....	22
2.2.6	Evolution und Klassifizierung von Rissen und Poren in Laminaten	23
2.3	Berechnung effektiver elastischer Kenngrößen	24
2.4	Zerstörungsfreie Prüfmethode zur Struktur-Eigenschafts-Korrelation	29
2.4.1	Mikro-Computertomografie.....	29
2.4.2	Dynamische Verfahren zur Materialcharakterisierung	34
3	VERSUCHSWERKSTOFFE UND PROBENGEOMETRIEN	41
3.1	Versuchswerkstoffe	41
3.1.1	Untersuchte Faserpreforms.....	41
3.1.2	Chemische Gasphaseninfiltration.....	43
3.1.3	Sukzessive thermische Nachbehandlung	44
3.1.4	Pyrolytischer Kohlenstoff von Schunk Kohlenstofftechnik.....	44
3.2	Probengeometrien	45
3.2.1	Probengeometrien der nicht infiltrierten Preform.....	46
3.2.2	Probengeometrien des C/C-Verbundwerkstoffs.....	47
3.2.3	Probengeometrien des pyrolytischen Kohlenstoffs	49
4	VERSUCHSEINRICHTUNGEN UND VERSUCHSDURCHFÜHRUNG	53
4.1	μ -Computertomographie.....	53
4.1.1	CT mit konventioneller Röhrenstrahlung (Desktop-CT der Firma Skyscan)	53
4.1.2	CT am Synchrotron (ANKA).....	54
4.2	Ultraschallspektroskopische Untersuchungen	55
4.2.1	Ultraschallphasenspektroskopie.....	55
4.2.2	Resonante Ultraschallspektroskopie	56

4.3	Weitere Charakterisierungen	57
4.3.1	Porositäts- und Dichtemessungen	57
4.3.2	Metallographische Untersuchungen.....	57
5	ERGEBNISSE.....	59
5.1	CVI-C/C: Filz.....	59
5.1.1	Lichtmikroskopische Aufnahmen.....	59
5.1.2	Dichte und offene Porosität.....	62
5.1.3	μ -computertomographische Ergebnisse	64
5.1.4	Ultraschallphasenspektroskopische Ergebnisse	69
5.1.5	Resonanzspektren	76
5.2	CVI-C/C: 2D-Laminat.....	78
5.2.1	Lichtmikroskopische Aufnahmen.....	78
5.2.2	Dichte und offene Porosität.....	81
5.2.3	μ -computertomographische Ergebnisse	83
5.2.4	Ultraschallphasenspektroskopische Ergebnisse	99
5.2.5	Resonanzspektren	114
5.2.6	Berechnung effektiver elastischer Konstanten.....	116
5.3	CVI-C/C: 2D-Laminat. Glühungen bis 2800 °C.....	121
5.4	Pyrolytischer Kohlenstoff (PyC).....	125
6	DISKUSSION.....	137
7	ZUSAMMENFASSUNG.....	155
8	LITERATURANGABEN.....	183

ANHANG

Symbolverzeichnis.....	159
Berechnung der Kohlenstoffoberfläche	161
Berechnung elastischer Konstanten für orthotropes Materialverhalten	164
Berechnung elastischer Konstanten für transversalisotropes Materialverhalten und Abschätzung des fortgepflanzten Fehlers	165
Tabellarische Ergebnisse der untersuchten Chargen.....	167
Berechnete elastische Konstanten für Filz- und UD-Lagen (CFC-Laminat)	173

1 Einleitung

Kohlenstofffaserverstärkte Kohlenstoffe (C/C) sind Hochleistungswerkstoffe, die sich durch sehr gute Festigkeit und Steifigkeit auch bei sehr hohen Temperaturen, geringe Kerbempfindlichkeit, hohe Beständigkeiten gegen Thermoschock und Korrosion, gute Biokompatibilität sowie gute elektrische und thermische Leitfähigkeiten auszeichnen. Diese Eigenschaften machen die Werkstoffgruppe für unterschiedlichste Anwendungen interessant. Beispiele sind Widerstandsheizelemente zur Erzeugung von Temperaturen über 3000 °C, Hochleistungsbremsscheiben, Hitzeschutzschilde oder Implantate. Die Herstellung der Werkstoffe erfordert die Infiltration einer für die Anwendung optimierten porösen Faservorform mit graphitartigem Kohlenstoff, die durch Pyrolyse von flüssigen oder gasförmigen Kohlenwasserstoffprecursoren erfolgt [THO93, FIT98].

Bei der Pyrolyse von flüssigen Kohlenwasserstoffprecursoren verbleiben auf Grund der enormen Schrumpfung des Precursors ausgeprägte Riss- und Porenmuster im Werkstoff [WAN91, SCH06, SCH07], die zu hohen Porositäten führen und durch mehrfache Nachinfiltration reduziert werden. Deutlich geringere Porositäten findet man hingegen bei der Infiltration mit gasförmigen Precursoren (Chemical Vapor Infiltration, CVI). Das CVI-Verfahren ermöglicht die Abscheidung von pyrolytischem Kohlenstoff definierter Textur, das heißt einer vorzugsweisen Orientierung der Graphenebenen zum Substrat, welche das Eigenschaftsprofil des Verbundwerkstoffes neben den Fasereigenschaften und der Faserarchitektur beeinflusst. Die Porosität nimmt im Laufe der Gasphaseninfiltration sukzessive ab, allerdings verbleibt nach vollständiger Infiltration ohne weitere Nachinfiltration immer noch eine Restporosität von bis zu 10 % [ZHA02, ZHA03]. Durch eine geeignete Glühbehandlung nach der Infiltration lassen sich Elastizitätsmodul und Zugfestigkeit durch eine Graphitierung des Kohlenstoffs weiter erhöhen, welche allerdings die Bildung von ausgeprägten Rissmustern zur Folge hat [PET94, DOM95].

Die Risse und Poren sind demnach intrinsisch vorhanden und wirken sich mit unterschiedlichen Größenskalen auf die Materialeigenschaften aus. Im Rahmen dieser Arbeit werden Riss- und Porensysteme auf mesoskopischer Hierarchieebene betrachtet – d. h. Risse und Poren, die deutlich größer sind als der mittlere Faserdurchmesser und kleiner sind als die makroskopischen Probenabmessungen. Ziel dieser Arbeit ist es, die Evolution dieser Gefügebestandteile im Laufe der Gasphaseninfiltration und sukzessiven thermischen Nachbehandlungen in ihrer dreidimensionalen Struktur zu erfassen und die Auswirkung auf das effektive elastische Materialverhalten zu beschreiben. An Methoden werden hierbei die Röntgen-Computertomographie, die Ultraschallphasenspektroskopie und die resonante Ultraschallspektroskopie angewandt. Alle Verfahren sind zerstörungsfrei und erlauben dadurch eine Prozess-Struktur-Eigenschaftskorrelation an ein und derselben Probe. Mit geeigneten Modellen aus der Literatur werden aus den gewonnenen Gefügeinformationen effektive elastische Konstanten berechnet und mit den ultraschallspektroskopischen Ergebnissen korreliert.

2 Kennnisstand

2.1 Verbundwerkstoffe

Das Ziel in der Herstellung und Anwendung von Verbundwerkstoffen besteht immer darin, in dem kombinierten Werkstoff bessere Eigenschaftsprofile einzustellen als es bei den jeweils einzelnen Materialien, aus denen dieser Werkstoff besteht, möglich wäre. Dabei spielt nicht nur die richtige Wahl der Einzelkomponenten eine entscheidende Rolle, sondern auch deren Volumengehalte, die Architektur der Verstärkungskomponenten wie auch die Grenzflächen zwischen den einzelnen Phasen.

2.1.1 Grundlagen zu Verbundwerkstoffen

Verbundwerkstoffe sind per Definition bereits heterogene Materialien, da sie aus mindestens zwei unterschiedlichen Werkstoffen aufgebaut sind [KEL94]. Die Frage der Homogenität bzw. Heterogenität bedarf demnach immer auch der Angabe der Vergrößerung, mit welcher der Werkstoff betrachtet wird. Verbundwerkstoffe werden direkt gefertigt und die unterschiedlichen Phasen sind so fein verteilt, dass bei makroskopischer Betrachtung des Werkstoffes dieser als homogen erscheint. Werkstoffverbunde hingegen werden in der Regel gefügt und bestehen makroskopisch bereits aus unterschiedlichen Materialien (beispielsweise eine Bohrung in einem Polymer, welche mit Metall verstärkt ist).

Verbundwerkstoffe spielten bereits in den Frühzeiten der Menschheit eine wichtige Rolle und es wird erwartet, dass auch in den kommenden Jahren ihre Bedeutung stetig zunehmen wird, wie aus Abbildung 2.1 hervorgeht [ASH05]. Bereits einige tausend Jahre vor Christus wurden Verbundwerkstoffe aus natürlichen Werkstoffen generiert, wie beispielsweise mit Stroh verstärkte Lehmwände. Der Menschheit standen mit dem steigenden Wissen über die Metallurgie neben den gediegenen Metallen auch Kupfer, Bronze oder Eisen zur Verfügung. Mit einer steigenden Anzahl an reinen Metallen und Legierungen und einer immer höheren Reinheit wurden die Metalle, verglichen mit allen anderen Werkstoffgruppen, bis 1960 immer wichtiger. Verbunden mit einem vertieften Verständnis über die Verformungs- und Verfestigungsmechanismen konnten gezielt mechanische Eigenschaften optimiert werden. Aber auch hier sind die erzielbaren mechanischen und physikalischen Eigenschaften nicht beliebig erweiterbar. Verfestigend wirkende Ausscheidungen in einer Legierung können sich bei Erhöhung der Temperatur auflösen und der Werkstoff verliert seine gewünschte Festigkeit. Durch Einbringung oxidischer Partikel mit einer hohen thermischen Beständigkeit an Stelle der thermodynamisch bedingten Ausscheidung kann die Festigkeit auch bei höheren Temperaturen stabil gehalten werden. Mit diesem Schritt hat man bereits einen Verbundwerkstoff generiert, bestehend aus keramischen Partikeln in einer metallischen Matrix. In gleicher Art und Weise lassen sich auch die Eigenschaften anderer Werkstoffgruppen verbessern. Polymere zeigen, verglichen mit anderen Werkstoffgruppen, geringere Steifigkeiten und Festigkeiten und darüber hinaus auch ein ausgeprägtes zeitabhängiges Verformungsverhalten.

Diese Eigenschaften lassen sich beispielsweise durch Zugabe von Glasfasern deutlich verbessern und man erhält einen leichten und kosteneffizienten Verbundwerkstoff.

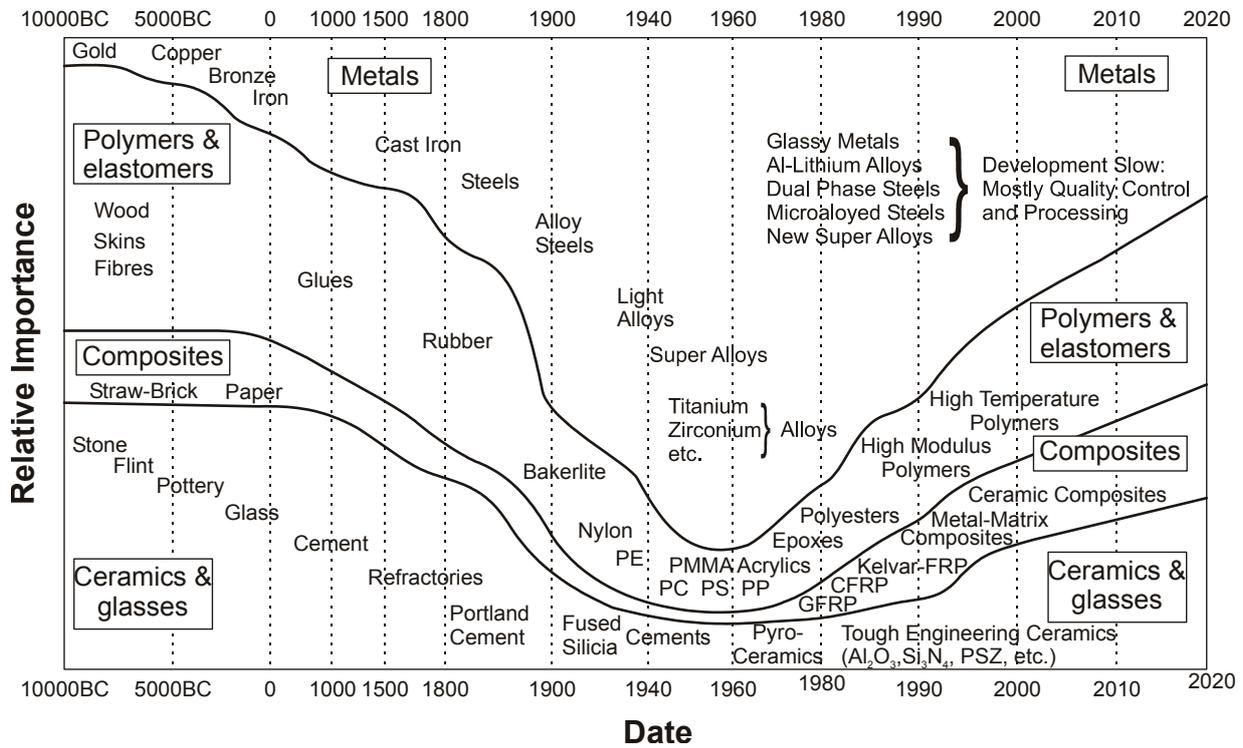


Abbildung 2.1: Die Entwicklung der Bedeutung von Ingenieurwerkstoffen [ASH05]

Grundlegende Verstärkungsarchitekturen sind in Abbildung 2.2 dargestellt [KEL94]. Der eben angesprochene Metall-Matrix-Verbundwerkstoff mit oxidischen Partikeln entspricht dem in (a) gezeigten Modell. Die Verstärkung von Polymeren mit Kurz- oder Endlosfasern entspricht dem Modell (b). Darüber hinaus denkbar ist ein Laminat, um beispielsweise eine hohe Biegesteifigkeit zu erzielen (c) oder eine irreguläre Anordnung mit sich durchdringenden Phasen (d).

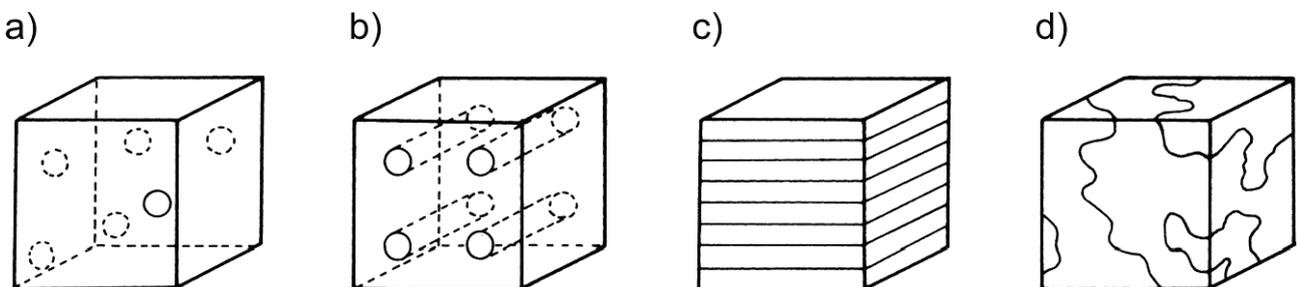


Abbildung 2.2: Verbundgeometrien: Zufällige Verteilung von Partikeln in einer kontinuierlichen Matrix (a), regelmäßige Anordnung von ausgerichteten Fasern (b), kontinuierliches Laminat (c) und Durchdringungsgefüge (d) [HAL76]

2.1.2 Fasereigenschaften

Im Allgemeinen werden die mechanischen Eigenschaften des Verbundwerkstoffes dadurch verbessert, dass die Fasern die äußeren Kräfte aufnehmen und somit die Matrix entlasten. Daher kommen für Fasern vor allem Materialien in Frage, die eine hohe Steifigkeit und Festigkeit aufweisen. Diese Eigenschaften werden auf unterschiedlichen Größenskalen bestimmt. Auf atomarer Ebene entscheiden die Bindungsverhältnisse über die Steifigkeit und theoretische Festigkeit der Fasern. Keramische Fasern mit ionischen oder kovalenten Bindungen führen zu Fasern mit deutlich höheren E-Modulen und Festigkeiten als Polymerfasern mit kovalenten und sekundären Bindungen, welche entsprechend geringere Bindungsenergien aufweisen. Auf nächst höherer Größenskala spielen kristalline oder amorphe Bereiche eine Rolle, sowie bei Polymerfasern der Grad der Orientierung der Polymerketten parallel zur Faserachse. Diese werden durch die Prozessparameter bei der Faserherstellung signifikant beeinflusst und haben einen entscheidenden Einfluss auf die erzielbaren thermomechanischen Eigenschaften. Auf einer makroskopischen Ebene spielt die Fasermorphologie eine Rolle. Wichtige Kriterien sind hierbei der Faserquerschnitt, die Konstanz des Faserdurchmessers entlang der Faserrichtung, Porositäten und strukturelle Defekte in der Faser sowie Oberflächeneigenschaften wie Rauigkeit und Oberflächenenergie [KRE08].

Fasern lassen sich nach Abbildung 2.3 generell in anorganische und organische Fasern einteilen. Unter organischen Fasern versteht man Polymerfasern sowie Kohlenstofffasern, da diese aus organischen Precursoren hergestellt werden. Polymerfasern zeigen verglichen mit Kohlenstofffasern keine thermische Stabilität und dienen vor allem der Verstärkung von Polymermatrix-Verbundwerkstoffen. Die anorganischen Fasern lassen sich weiter unterteilen in Metallfasern und Nichtmetall-Fasern. Unter den Metallfasern sind als wichtige Vertreter Federstahldrähte, Nickel- und Kobaltlegierungen sowie Titanlegierungen zu nennen, da diese einen hohen E-Modul sowie eine hohe Zugfestigkeit aufweisen und auch in neuartigen Herstellverfahren wie dem Verbundstrangpressen Anwendung finden können [WEI06a].

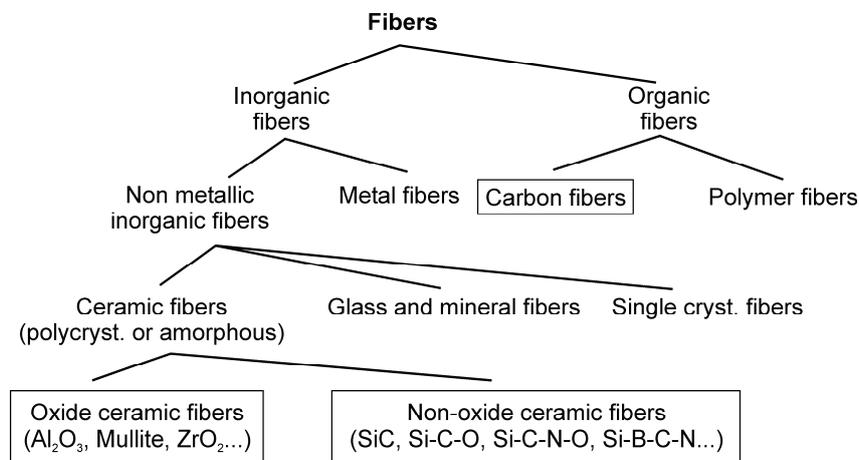


Abbildung 2.3: Einteilung unterschiedlicher Fasertypen [KRE08]

Die nichtmetallischen, anorganischen Fasern lassen sich weiter klassifizieren in amorphe bzw. polykristalline keramische Fasern, Glas- bzw. Mineralfasern und einkristalline Fasern. Dabei umfassen die keramischen Fasern alle nichtmetallischen anorganischen Fasern (oxidische und nichtoxidische Fasern), welche nicht über die Abkühlung einer typischen auf Silikaten basierenden Glasschmelze hergestellt wurden. Letztere werden als Glasfasern bezeichnet. Wenn ferner für die Glasschmelze Mineralien wie Basalt verwendet wurden, spricht man von Mineralfasern.

Ein Vergleich typischer Mittelwerte für die genannten Fasern ist in Abbildung 2.4 für den E-Modul und die Zugfestigkeit dargestellt. In Hinblick auf den E-Modul und die Zugfestigkeit zeigen Kohlenstofffasern das höchste Potential. Auch sind diese Fasern bei hohen Temperaturen stabil, sofern sie keiner oxidierenden Atmosphäre ausgesetzt werden und können daher u. a. zur Herstellung keramischer Verbundwerkstoffe eingesetzt werden.

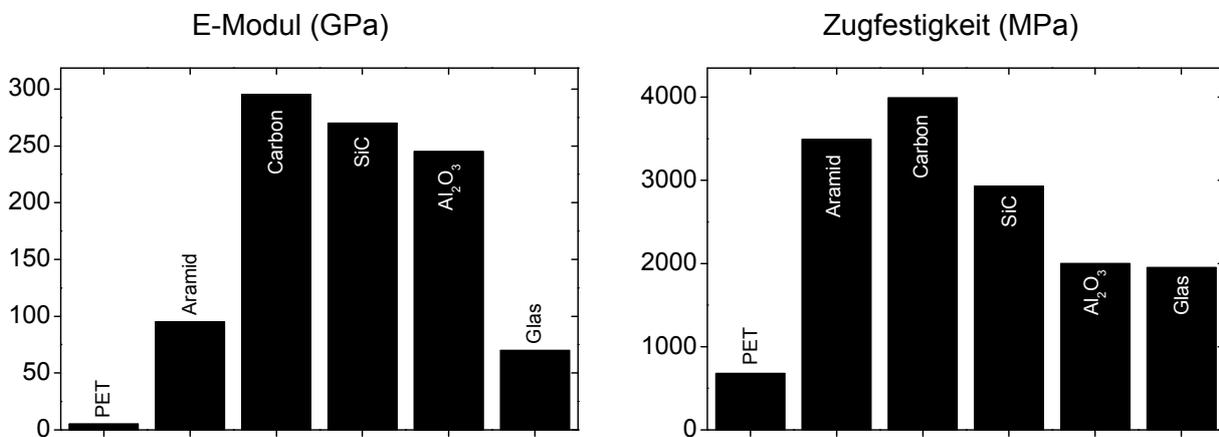


Abbildung 2.4: Typische Mittelwerte von E-Modul (links) und Zugfestigkeit (rechts) unterschiedlicher Fasern [KRE08]

2.1.3 Matriceigenschaften

Als Matrixwerkstoffe kommen prinzipiell drei unterschiedliche Werkstoffhauptgruppen in Frage: Polymere, Metalle und Keramiken. Auf die jeweiligen Vor- und Nachteile wird im Folgenden näher eingegangen [KEL94, KRE08]:

Polymermatrix

Polymere zeichnen sich durch eine besonders geringe Dichte von etwa 1 g/cm³ aus. Sie haben dadurch bereits ein hohes Anwendungspotential im Leichtbau und lassen sich teilweise durch automatisierte Fertigungsverfahren wie dem Spritzgießen oder dem Pressen umformen. Ebenfalls positiv zeichnen sich bei den meisten Polymeren die geringen spezifischen Kosten aus, wodurch wettbewerbsfähige Bauteile aus Verbundwerkstoffen gefertigt werden können. Nachteilig ist allerdings die begrenzte Temperaturbeständigkeit der Polymermatrix, welche bei den meisten Polymeren bereits bei 200 °C erreicht ist sowie ein viskoplastisches Verformungsverhalten. Typische Matrixwerkstoffe sind duromere Harzsysteme sowie Thermoplaste wie Polyamide oder Polyethylen.

Metallmatrix

Metalle haben zwar eine höhere Dichte als Polymere, allerdings sind die erzielbaren spezifischen Module in Verbundwerkstoffen mit Metallmatrix verglichen mit denen mit Polymermatrix über fünf Mal höher [KEL94]. Durch die besseren mechanischen Eigenschaften der Metallmatrix, verglichen mit der Polymermatrix, verbessern sich auch die transversalen Eigenschaften im Verbundwerkstoff durch einen höheren Beitrag der Matrix. Ferner lässt sich die maximale Betriebstemperatur verglichen mit Polymeren deutlich erhöhen, bis hin zu 1200 °C bei Verwendung hochschmelzender Legierungen [KEL94]. Allgemein werden Leichtmetalle wie Aluminium, Magnesium oder Titan für die Herstellung von Metallmatrixverbundwerkstoffen verwendet.

Keramikmatrix

Auch bei Verwendung einer keramischen Matrix lässt sich die Betriebstemperatur des Verbundwerkstoffes deutlich erhöhen. Ebenso zeigen Keramiken eine allgemein höhere Beständigkeit gegenüber korrosiven Medien. Als Nachteil ist das spröde Verhalten von Keramiken zu nennen, welches sich in Verbundwerkstoffen allerdings deutlich von dem in unverstärkten Keramiken unterscheidet. Dies ist auf Mechanismen der Rissüberbrückung durch Fasern zurückzuführen, welche eine definierte Faser-Matrix-Haftung erfordern. Auf die Faser-Matrix-Grenzfläche wird im Folgenden näher eingegangen.

2.1.4 Faser-Matrix-Grenzfläche

Eine Mindestanbindung der Faser an die Matrix ist erforderlich, um überhaupt die Kräfte aus der Matrix in die Faser einzuleiten. Eine zu hohe Faser-Matrix-Haftung wirkt sich allerdings bei spröden Metallen oder Keramiken negativ auf die Risszähigkeit aus. Wenn die Spannungskonzentration an der Risspitze nicht durch plastische Verformung abgebaut werden kann, wie beispielsweise bei viskoplastischen Polymeren oder duktilen Metallen, dann müssen andere Mechanismen wirken, um die elastische Energie der Risspitze zu reduzieren. Abbildung 2.5 zeigt schematisch, wie die Rissausbreitung in der spröden Matrix durch Rissüberbrückung verzögert werden kann [MCE93]. Vor der Risspitze gibt es Ablösevorgänge an der Faser-Matrix-Grenzfläche und die Rissausbreitung erfolgt um die Faser herum, ohne diese zu durchtrennen. Bei fortschreitender Rissausbreitung kann dadurch die intakte Faser die Spannungskonzentration an der Risspitze durch Überbrückung der Rissflanken deutlich reduzieren. Tritt ein späterer Faserbruch nicht genau zwischen den Rissflanken ein, führt ein Pullout der Faser aus der Matrix zu einem weiteren Abbau der Rissenergie.

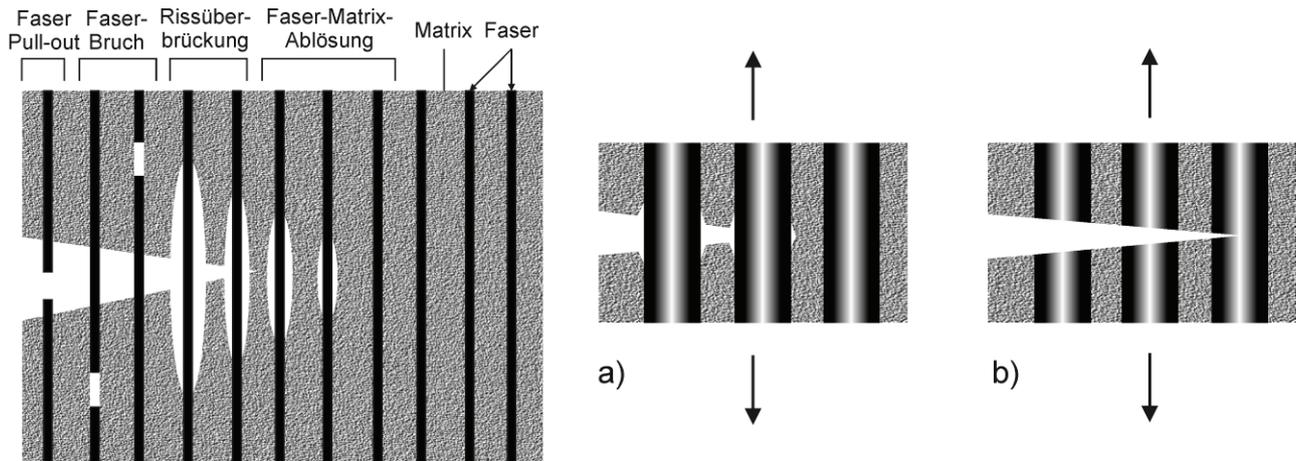


Abbildung 2.5: Bruchverhalten von CFC-Werkstoffen (links, [MCE93]). Einfluss der Faser-Matrix-Haftung mit optimaler (a) und idealer (b) Haftung (rechts, [PAP94]).

2.1.5 Anwendungsbeispiele

Aufgrund des technologischen Fortschritts gibt es eine Vielzahl von Anwendungen für Verbundwerkstoffe. Daher werden hier nur exemplarische Beispiele aufgeführt: Glasfaserverstärkter Kunststoff (GFK) ist in allen Leichtbauanwendungen wie der Automobilindustrie oder der Luftfahrt fest etabliert [FRA09]. Aber auch in der Windenergie finden sich Rotorblätter aus GFK [HAU08] welche für den Einsatz in Off-Shore-Bereichen mit höheren Leistungen und damit höheren Beanspruchungen zunehmend aus CFK gefertigt werden [SGL09a]. Keramische Verbundwerkstoffe (CMC) finden sich vor allem in Hochtemperaturanwendungen, wie dem Ofenbau oder der Luft- und Raumfahrt. Auch als Hochleistungsbremsscheiben finden diese Werkstoffe Anwendung [SGL09b].



Vestas Wind Systems A/S



2008 © SGL Group

Abbildung 2.6: Anwendungsbeispiele für Verbundwerkstoffe: Rotorblätter von Windkraftanlagen (links) und keramische Hochleistungsbremsscheiben (rechts)

2.2 Kohlenstofffaser-Kohlenstoffmatrix-Verbundwerkstoffe

Die im ersten Moment paradox klingende „*Verstärkung eines Elementes mit sich selbst*“ ist auf die ausgeprägte Anisotropie der Modifikation Graphit zurückzuführen. Daher wird in diesem Kapitel zunächst auf die Eigenschaften und allotropen Modifikationen von Kohlenstoff eingegangen, um schließlich über die Faser- und Preformherstellung sowie anschließender Infiltration zum eigentlichen kohlenstofffaserverstärkten Kohlenstoff-Verbundwerkstoff zu gelangen.

2.2.1 Allotrope Modifikationen des Kohlenstoffs

Das Element Kohlenstoff befindet sich in der IV. Hauptgruppe des Periodensystems und hat die Elektronenkonfiguration $1s^2 2s^2 2p^2$. Durch Hybridisierung lassen sich Kombinationen aus den 2s und 2p Orbitalen erzeugen welche zu den folgenden Hybridisierungen führen:

Die sp^3 -Hybridisierung resultiert in vier gleichwertigen Orbitalen mit einer tetragonalen Anordnung. Diese Hybridisierung liegt in der Modifikation **Diamant** vor, in der jedes Kohlenstoffatom mit jeweils vier Kohlenstoffatomen über eine σ -Bindung kovalent gebunden ist. Diese Anordnung und die hohe Bindungsenergie führen unter anderem zu dem höchsten E-Modul aller Materialien von über 1000 GPa. Diamant zeichnet sich ferner durch eine hohe Härte und hohe thermische Leitfähigkeit (durch Phononen) aus. Diamant zeigt keine elektrische Leitfähigkeit und ist optisch transparent.

Eine sp^2 -Hybridisierung, die sich aus Kombination von einem s- und zwei p-Orbitalen bildet, ist trigonal planar aufgebaut. Das verbleibende p-Orbital bildet hierbei eine Π -Bindung aus. Diese Hybridisierung liegt in der Modifikation **Graphit** vor. Im Graphit sind die Kohlenstoffatome innerhalb der trigonal planaren Ebene durch kovalente Bindungen verbunden und zeigen in dieser Richtung einen ähnlich hohen E-Modul wie Diamant, allerdings verbindet nur eine schwache sekundäre Bindung die Ebenen miteinander, so dass die Ebenen leicht aneinander abgleiten können. Auch ist der E-Modul senkrecht zur trigonal planaren Ebene etwa um den Faktor 20 niedriger als parallel, was zu der bereits erwähnten ausgeprägten Anisotropie führt. In der Π -Bindung sind die Elektronen ferner delokalisiert und führen zu einer hohen elektrischen Leitfähigkeit parallel zu den Ebenen. Die Wechselwirkung des Lichts mit Graphit führt zu einem metallischen Glanz.

Kohlenstoff kann auch sp -hybridisiert werden, wobei das Molekül linear aufgebaut ist. Neben den bereits genannten Modifikationen gibt es auch Fullerene welche 1985 entdeckt wurden [KRO85]. In Fullerenen liegen Übergangsformen der Hybridisierung vor, die als $sp^{2+\epsilon}$ beschrieben werden. Fullerene sind aus Kohlenstoff aufgebaute Hohlkugeln oder Hohlkörper, wie beispielsweise das Buckminster-Fulleren (C_{60}) oder Kohlenstoffnanoröhren [DET94]. Letztere sind zylindrisch gewickelte Graphitebenen, welche aus einer Einzelwand (single wall nanotube, SWNT) oder aus mehreren Einzelwänden (multi wall nanotubes MWNT) bestehen.

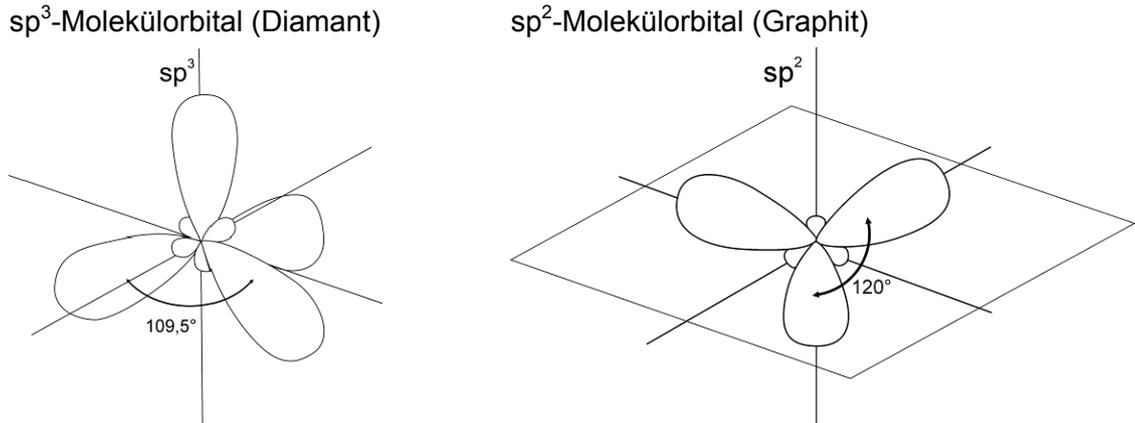


Abbildung 2.7: sp^3 -hybridisiertes Molekülorbital (links) der Modifikation Diamant und sp^2 -hybridisiertes Molekülorbital (rechts) der Modifikation Graphit

Fullerene können sich auf Grund des Nichtgleichgewichtszustandes bereits bei sehr viel niedrigeren Temperaturen zersetzen, als es bei der Modifikation Graphit der Fall ist. Das C_{60} -Fulleren zerfällt bereits bei 527 °C [CES09]. Graphit hat in einer inerten Atmosphäre hingegen eine thermische Beständigkeit bis über 3000 °C, wie aus dem Zustandsschaubild in Abbildung 2.8 hervorgeht. Die thermische Beständigkeit ermöglicht sehr hohe Betriebstemperaturen und die geringe thermische Ausdehnung, verbunden mit einer hohen thermischen Leitfähigkeit, ermöglicht ferner eine hohe Thermoschockbeständigkeit.

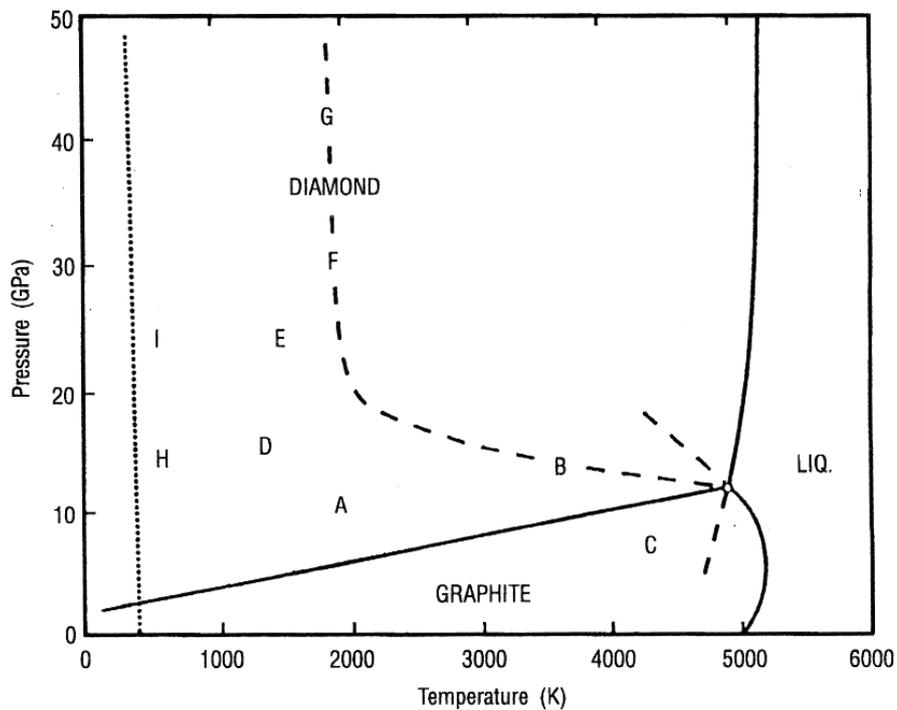


Abbildung 2.8: Phasendiagramm von Kohlenstoff [FIT98]

Wird der spätere Verbundwerkstoff in einer sauerstoffhaltigen Atmosphäre eingesetzt, so muss dieser mit einem entsprechenden Schutz versehen werden. Andernfalls wird er bereits bei Temperaturen von 450 °C sukzessive abbrennen, wie dies beispielsweise bei C/C-Bremsscheiben in der Formel 1 der Fall war [SUR09].

2.2.2 Herstellung von Kohlenstofffasern

Nahezu alle kommerziellen Fasern werden über einen der folgenden drei Prozesse hergestellt. Dabei erfordert das Schmelzspinnverfahren keine Lösungsmittel und ist daher der bevorzugte Herstellungsprozess für Fasern. Zersetzt sich der Precursor allerdings bei Erreichen oder kurz unterhalb der Schmelztemperatur muss die Herstellung entweder über das Nassspinnen oder Trockenspinnen erfolgen [DEL03]:

Schmelzspinnverfahren (melt spinning):

Der schmelzflüssige Precursor wird durch feine Spinn Düsen gedrückt. Nachdem der Precursor aus der Düse austritt, kühlt dieser ab und erstarrt in Faserform.

Nassspinnverfahren (wet spinning):

Eine konzentrierte Lösung des Precursors wird durch feine Spinn Düsen in ein Koagulationsbad gedrückt. Das Lösungsmittel, in dem der Precursor gelöst ist, hat eine höhere Löslichkeit im Koagulationsbad, sodass es aus dem Precursor austritt und sich die Fasern aus dem verbleibenden Precursor bildet.

Trockenspinnverfahren (dry spinning):

Auch bei dem Trockenspinnen wird eine konzentrierte Lösung des Precursors durch feine Spinn Düsen gedrückt. Nach der Spinn Düse befindet sich allerdings eine Trockenkammer, sodass das Lösungsmittel verdampft und sich die Faser bildet.

Kohlenstofffasern werden hauptsächlich über die Precursor Polyacrylnitril (PAN) oder Pech hergestellt. Abbildung 2.10 zeigt schematisch die jeweiligen Herstellungsrouten, auf die später näher eingegangen wird. Pech-basierte Fasern werden direkt über das Schmelzspinnverfahren hergestellt. PAN-basierte Fasern müssen entweder über Nass- oder Trockenspinnen hergestellt werden, wobei nahezu alle PAN-Fasern für die Herstellung von Kohlenstofffasern über das Nassspinnen hergestellt werden. Die Eigenschaften der Kohlenstofffasern sind stark von der Struktur der PAN-Faser abhängig, weshalb zunächst auf die Herstellung der textilen Faser eingegangen wird.

Abbildung 2.9 zeigt die Struktur von PAN. Die Stickstoffatome sind negativ polarisiert, wodurch vergleichsweise starke Dipol-Bindungen zwischen den Molekülketten vorliegen. Diese verringern die Beweglichkeit der Ketten untereinander und erschweren die Ausrichtung der Polymerketten entlang der Faser bei dem Spinnprozess. Daher werden vor der Polymerisation 6-9 % Co-Monomere beigefügt, wie beispielsweise Itakonsäure, Acrylsäure, Methacrylsäure, Methacrylat, Vinylbromid und andere.

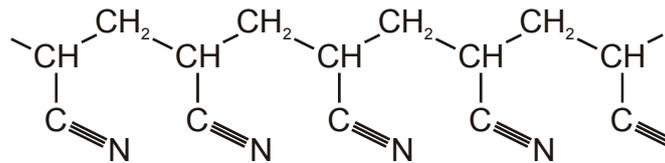


Abbildung 2.9: Struktur von Polyacrylnitril (PAN)

Nach der Polymerisation wird die Faser über ein Nassspinnverfahren hergestellt. In polaren Lösungsmitteln, wie beispielsweise Natriumthiozyanat, Salpetersäure oder Diethylacetamid, werden etwa 10-30 % des Polymers gelöst. Für das Koagulationsbad werden verschiedene Lösungen eingesetzt, beginnend von Wasser mit Natriumthiozyanat oder Diethylacetamid, bis hin zu Ethylalkohol mit Diethylacetamid oder Dimethylformamid. Die Stoffmenge des Lösungsmittels im Koagulationsbad ist vergleichsweise hoch, sodass das Lösungsmittel innerhalb der Faser schneller diffundieren kann, als es von der Faseroberfläche in das Koagulationsbad diffundieren kann. Dies führt zu einem radialen Schrumpfen der Faser und kreisförmigen Faserquerschnitten. Typische Faserdurchmesser liegen in der Größenordnung von 35 μm .

Für die Herstellung einer Kohlenstofffaser aus PAN wird die Faser zunächst, wie in Abbildung 2.10 (oben) dargestellt, gestreckt. Hierbei reduziert sich der Faserdurchmesser auf etwa 10 μm . Anschließend wird die gestreckte Faser in Luftumgebung bei 230-280 °C stabilisiert. Bei diesem Prozess wird die Ausrichtung der Molekülketten durch Quervernetzung gefestigt, damit diese bei den folgenden Prozessen nicht durch Relaxationsprozesse verloren geht. Anschließend wird die stabilisierte Faser bei etwa 1000-1500 °C in einer inerten Atmosphäre carbonisiert. Dabei verflüchtigen sich die meisten Nicht-Kohlenstoff-Elemente in Form von Methan, Wasserstoff, Wasserstoffzyanide, Wasser, Kohlenmonoxid, Kohlendioxid, Ammoniak und weiteren Gasen. Übrig bleibt eine kohlenstoffhaltige Faser, welche aufgrund des Masseverlustes von etwa 55-60 % einen Durchmesser von etwa 7 μm aufweist. Nach der Carbonisierung können die Eigenschaften der Faser durch eine anschließende Graphitierung weiter verbessert werden. Dabei wird die Faser bei Temperaturen von 2400-3000 °C in Vakuum oder einer inerten Atmosphäre von Argon oder Helium glühbehandelt. Die Graphitierung führt zu einer Ausheilung der kristallographischen Defekte. Abschließend werden die Fasern oberflächenbehandelt und mit einer Schlichte versehen.

Die Herstellung von Kohlenstofffasern aus Pech unterscheidet sich in der Faserherstellung. Die Faser zeigt, verglichen mit PAN-basierten C-Fasern, eine geringere Schrumpfung durch den höheren Kohlenstoffgehalt, wie auch durch die lösungsmittelfreie Herstellung über das Schmelzspinnverfahren. Dadurch zeigt diese C-Faser nach der Herstellung und ggf. anschließender Graphitierung einen höheren E-Modul verglichen mit PAN-basierten C-Fasern. Allerdings auch eine geringere Zugfestigkeit, da diese Fasern eine höhere Kerbempfindlichkeit aufweisen, verglichen mit PAN-basierten C-Fasern.

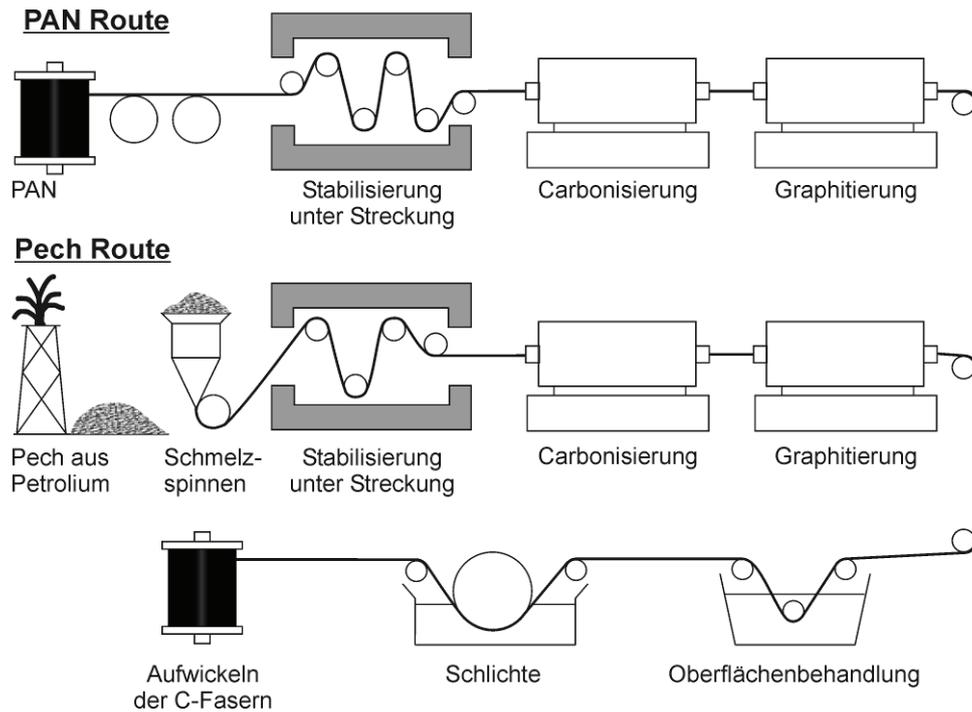


Abbildung 2.10: Herstellungsrouten für Kohlenstofffasern [KRE08]

Abbildung 2.11 zeigt die Mikrostruktur einer PAN-basierten C-Faser nach Johnson [JOH87]. Die graphitartigen Lagen sind an der Außenseite der Faser vorzugsweise parallel zur Faseroberfläche orientiert (Region A) und zeigen nadelförmige Poren bei denen die Längsrichtung parallel zur Faserrichtung orientiert ist. Im Kern der C-Faser (Region B) sind die graphitartigen Lagen mehrfach gefaltet (oft um 180°) mit deutlich größeren Abständen zueinander. Diese defekt-behaftete Mikrostruktur reduziert zwar die Graphitierbarkeit der Faser, erhöht aber zugleich die Risszähigkeit, verglichen mit pechbasierten C-Fasern.

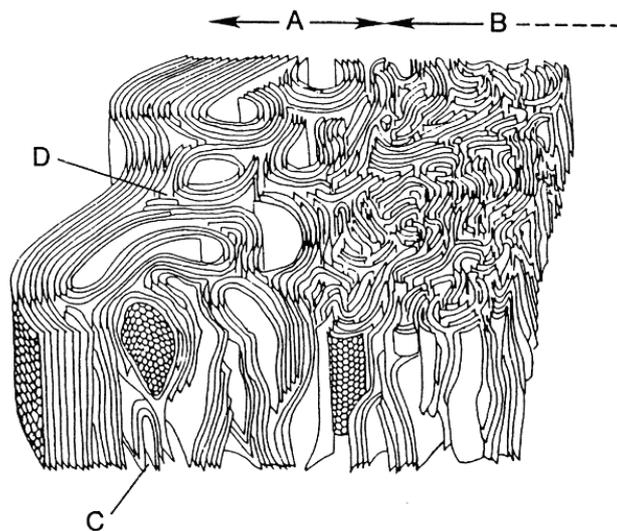


Abbildung 2.11: Mikrostruktur einer PAN-basierten Faser [JOH87]

Tabelle 2.1 zeigt eine Einteilung kommerziell erhältlicher Kohlenstofffasern [KRE08]. Typische E-Module liegen in der Größenordnung von 200 GPa für hochfeste C-Fasern (Typ II) bis 600 GPa für hochsteife C-Fasern (Typ I). Die Zugfestigkeiten liegen in der Größenordnung von 4-7 GPa. Stärker unterscheiden sich die Kosten von Kohlenstofffasern. Diese reichen von etwa 50 €/kg, für die in der Luftfahrt etablierte C-Faser T300 von Toray Industries, bis hin zu 1500 €/kg.

Tabelle 2.1: Einteilung unterschiedlicher Fasertypen [KRE08]

Hersteller	Faserdurchmesser (μm)	Dichte (g/cm^3)	Zugfestigkeit (MPa)	E-Modul (GPa)	Geschätzter Preis
Toray Industries T300 (6K)	7	1,76	3530	230	53 €/kg
Toray Industries T700 S (12K)	7	1,80	4900	230	30 €/kg
Toray Industries T800HB (6K)	5	1,81	5490	294	250 €/kg
Toray Industries T1000G (6K)	5	1,80	7060	294	240 €/kg
Toray Industries M60J (6K)	5	1,94	3920	588	1500 €/kg
Toho Tenax HTA 5131 (3K)	7	1,77	3950	238	59 €/kg
Toho Tenax HTS 5631 (12K)	7	1,77	4300	238	29 €/kg
Toho Tenax STS 5631 (24K)	7	1,79	4000	240	22 €/kg
Toho Tenax UMS 2731 (24K)	4,8	1,78	4560	395	95 €/kg
Toho Tenax UMS 3536 (12K)	4,7	1,81	4500	435	158 €/kg
SGL Carbon Sigrafil C (50K)	7	1,80	3800-4000	230	15-25 €/kg

2.2.3 Herstellung von C/C-Verbundwerkstoffen

Die Herstellung von C/C-Verbundwerkstoffen beginnt mit der Anordnung der Kohlenstofffasern zu unterschiedlichen Verstärkungsarchitekturen. Eine mögliche Herstellung erfolgt über textile Halbzeuge, wie sie in Abbildung 2.12 dargestellt sind [NEI04]. Hierbei können die Fasern in unterschiedlichen Vorzugsrichtungen angeordnet sein, beispielsweise regellos, wie es bei Filzen möglich ist, bis hin zu einer unidirektionalen Anordnung, wie es bei Fasergelegen realisierbar ist. In Geweben werden die Faserbündel durch konventionelle Webtechnik zu flächenförmigen Halbzeugen verarbeitet. Je nach Webtechnik können Verstärkungssysteme mit wenigen Webpunkten (Atlasbindung) und vielen Webpunkten (Leinwandbindung) hergestellt werden, welche mit zunehmender Anzahl an Webpunkten eine geringere Ausnutzung der mechanischen Eigenschaften parallel zur Beanspruchungsrichtung, aber eine höhere Scherfestigkeit in der Verstärkungsebene aufweisen. Aus den unterschiedlichen Halbzeugen werden durch textiles Fügen (Konfektionieren) verschiedene Preformen hergestellt, welche anschließend mit Kohlenstoff infiltriert werden.

Nicht orientierte bzw. in
Schlaufen orientierte Ware

Orientierte Endlosware

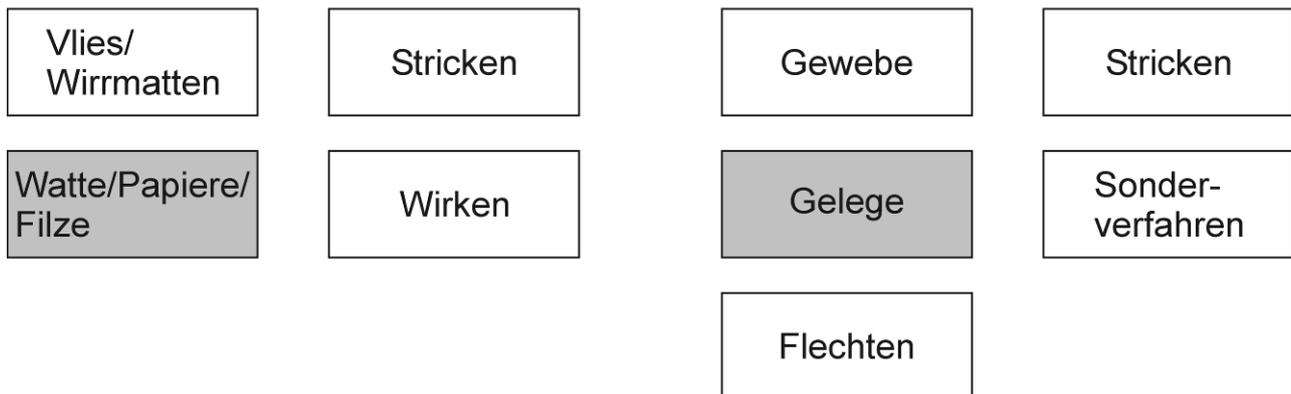


Abbildung 2.12: Methoden zur textilen Halbzeugfertigung (nach [NEI04]).

Abbildung 2.13 zeigt schematisch mögliche Herstellungsrouten für C/C-Verbundwerkstoffe aus porösen Preformen. Auf Grund der hohen thermischen Stabilität von Kohlenstoff kann die Herstellung nicht über Gießen oder Sintern erfolgen. Die Kohlenstoffmatrix wird daher über die Pyrolyse eines kohlenstoffhaltigen organischen Precursors in die poröse Form eingebracht. Hierbei gibt es zwei Möglichkeiten: Entweder die Pyrolyse einer organischen Flüssigkeit bzw. eines organischen Feststoffes (*Liquid Phase Impregnation, LPI*) oder die Pyrolyse von kohlenstoffhaltigen Spezies und deren Abscheidung auf einem heißen Substrat (*Chemical Vapor Infiltration, CVI*).

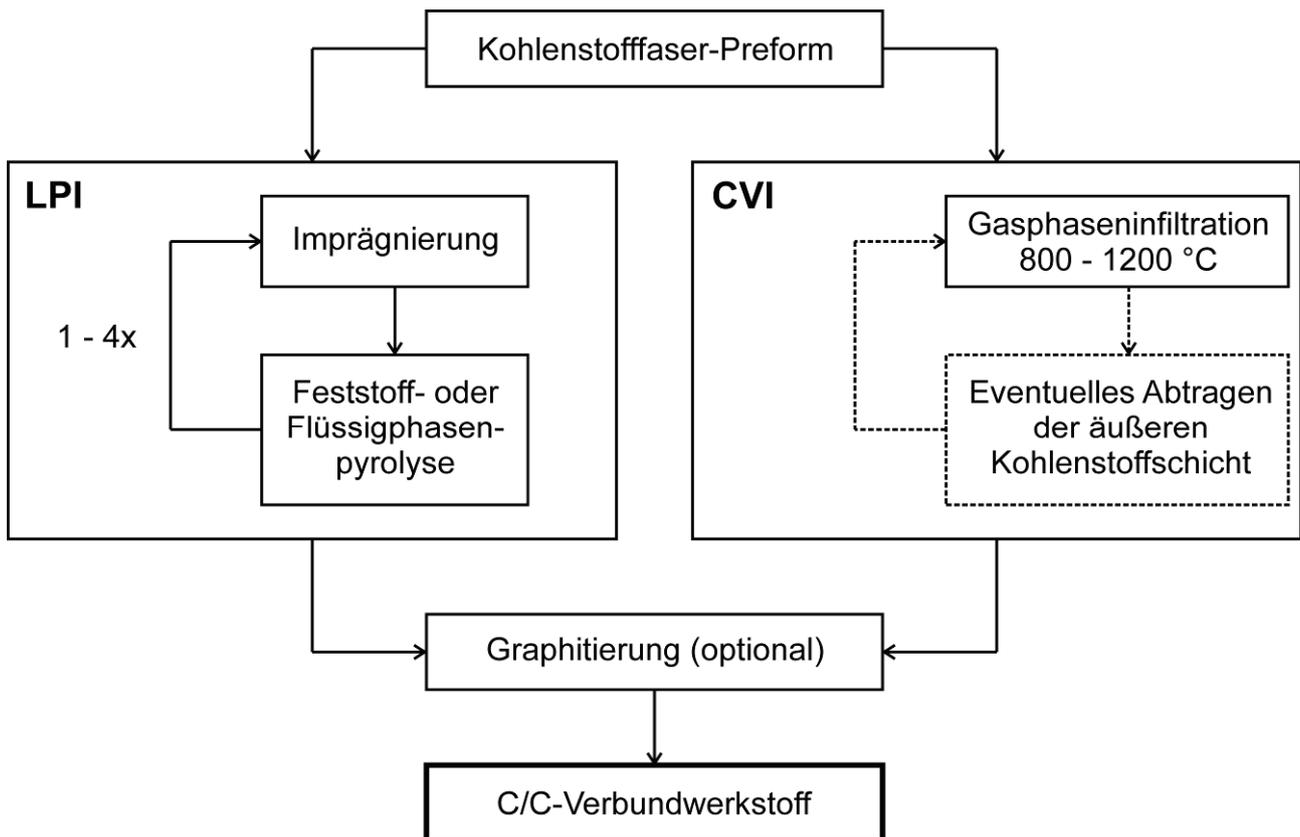


Abbildung 2.13: Mögliche Herstellungsverfahren von Kohlenstofffaserverstärkten-Kohlenstoff-Verbundwerkstoffen. Links die Infiltration über die Flüssig- oder Festphase (*Liquid Phase Infiltration*, LPI), rechts die Infiltration über die Gasphase (*Chemical Vapour Infiltration*, CVI).

Bei der Pyrolyse einer Flüssigkeit oder eines Feststoffes kommt es im späteren Verbundwerkstoff zur Ausbildung von Rissen und Poren, da die Matrix aufgrund der Kohlenstoffausbeute von 30-70 % schrumpft, die Volumenabnahme durch die Verstärkungsarchitektur behindert ist und gasförmige Reaktionsprodukte (im Wesentlichen Wasserstoff) aus dem Inneren nach außen entweichen. Um die Porosität zu reduzieren, wird der Prozess der Infiltration und der Pyrolyse mehrmals wiederholt. Nach maximaler Infiltration kann abschließend noch eine Graphitierung erfolgen, um die mechanischen Eigenschaften zu optimieren. Weitere Details zum LPI-Verfahren finden sich in [FIT98, MEN03]. Wie in Abbildung 2.13 rechts dargestellt ist, kann die Infiltration auch über die Gasphase erfolgen, auf die im Folgenden näher eingegangen wird.

Bei der chemischen Gasphasenabscheidung (CVD) wird pyrolytischer Kohlenstoff auf einem heißen Substrat ausgehend von einem kohlenstoffhaltigen Precursor wie Methan, Ethan, Propan oder Benzen abgeschieden. Ziel der CVD ist die Abscheidung einer dichten Schicht aus pyrolytischen Kohlenstoff, welche beispielsweise als Schutz vor korrosiven Medien dient. Bei der Abscheidung innerhalb einer porösen Preform spricht man von chemischer Gasphaseninfiltration (CVI). Hierbei besteht das Ziel in der Verdichtung einer porösen Preform zur Herstellung von C/C-Verbundwerkstoffen [GOL03]. Auch wenn sich Verweilzeiten und Diffusionswege unterscheiden, so ähneln sich die chemischen Prozesse von CVD und CVI. Zur Erläuterung der Gasphaseninfiltration wird zunächst die CVD von Methan beschrieben.

Abbildung 2.14 zeigt schematisch die elementaren Prozesse, die bei einer Abscheidung von pyrolytischem Kohlenstoff, ausgehend von Methan, auf einem heißen Substrat stattfinden [HUE03]. Auf Grund der hohen Temperatur finden Pyrolysereaktionen von Methan statt, welche zur Bildung von höheren Kohlenwasserstoffen führen. Bei den für die CVI relevanten Temperaturen von etwa 1100 °C werden aromatische und polyzyklische aromatische Kohlenwasserstoffe durch homogene Gasphasenreaktionen rasch gebildet, welche durch heterogene Oberflächenreaktionen zur Bildung von pyrolytischem Kohlenstoff auf dem Substrat führen (C_6 , $C_{\geq 10}$). Parallel dazu können bereits heterogene Oberflächenreaktionen von Zwischenspezies stattfinden (C_1 , C_2), welche in Konkurrenz zu den Aufbaureaktionen in der Gasphase stehen.

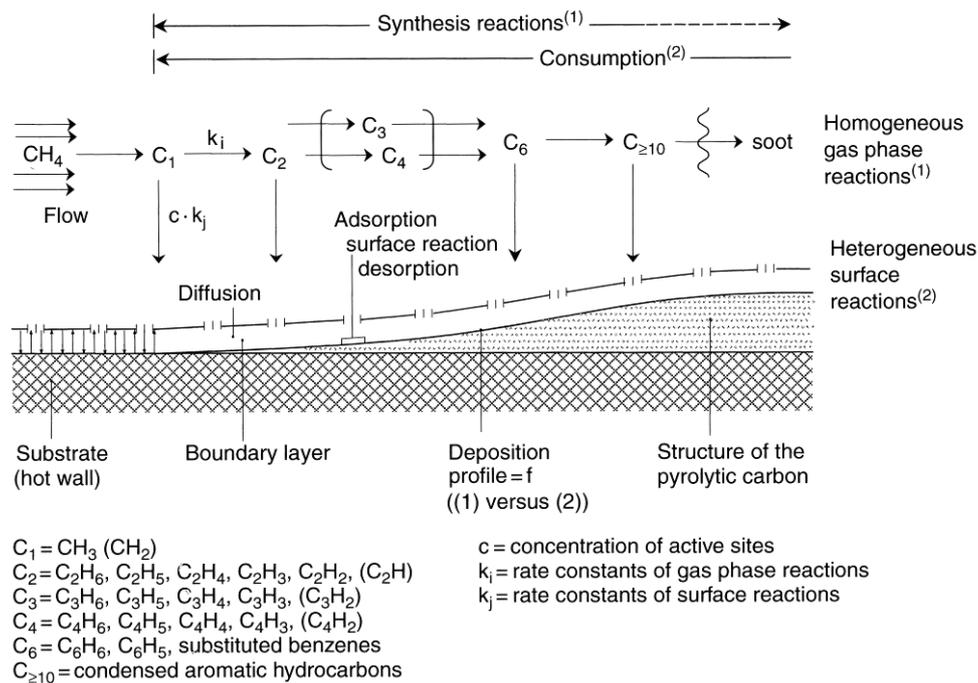


Abbildung 2.14: Elementare Prozesse der Abscheidung von pyrolytischem Kohlenstoff auf heißen Substraten bei Verwendung von Methan als Precursor ([HUE03])

Um die Gasphasenabscheidung adäquat beschreiben zu können, müssen die involvierten chemischen Spezies identifiziert und die Reaktionen mit den entsprechenden Kinetiken quantifiziert werden. Für die Gasphasenreaktionen wurde bereits ein umfangreicher Reaktionsmechanismus entwickelt, welcher mit über 200 Spezies und 800 Reaktionen die Aufbaureaktionen von leichten ungesättigten Kohlenwasserstoffen bis hin zu großen Aromaten beschreibt [Li08]. Unter Kenntnis der Reaktions- und Transportprozesse können mit Hilfe von CFD-Programmen auch zunehmend die heterogenen Oberflächenreaktionen und die damit verbundene Abscheidung von pyrolytischem Kohlenstoff beschrieben werden. Die Abscheidung kann man auch unter Kenntnis des Reaktionsmechanismus durch ein neues Phasenfeld-Modell beschreiben [EKH08]. Da dieses Gebiet noch Gegenstand aktueller Forschung ist, wird die Abscheidung von pyrolytischem Kohlenstoff bislang durch vereinfachte Modellvorstellungen beschrieben. Details hierzu finden sich u. a. in [PFR04].

Für die Umsetzung der chemischen Gasphaseninfiltration wurden verschiedene Verfahren entwickelt, welche in Abbildung 2.15 dargestellt sind. Verbreitet ist vor allem die isotherme, isobare chemische Gasphaseninfiltration (I-CVI), da mit diesem Verfahren komplexe und unterschiedliche Geometrien in derselben Charge infiltriert werden können. Dieses Verfahren wurde auch für die im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Werkstoffe angewandt.

Isotherme, isobare chemische Gasphaseninfiltration (I-CVI) (Abbildung 2.15 a)

Bei der I-CVI werden die Bauteile in einem Reaktor bei konstanter Temperatur und konstantem Druck infiltriert. Abbildung 2.15 (a) zeigt schematisch den Reaktor. Die Proben werden von außen über eine Widerstandsheizung oder eine induktive Heizung gleichmäßig erhitzt und kontinuierlich von einem kohlenstoffhaltigen Precursor umströmt. Neben dem verwendeten Precursor sind die wesentlichen Prozessparameter Temperatur (T), (Partial-)Druck (p), Verweilzeit (τ) und Verhältnis von Oberfläche zu Reaktionsvolumen (A_S/V_R). Bei richtiger Wahl der Prozessparameter wird neben einer Verdichtung von innen nach außen auch die Abscheidung von pyrolytischem Kohlenstoff mit definierter Mikrostruktur erzielt [ZHA02, ZHA03].

Temperaturgradienten-Abscheidung (Abbildung 2.15 b)

Bei diesem Verfahren wird die Innenseite des Bauteils durch induktive Heizung auf eine höhere Temperatur gebracht als die Außenseite (siehe Abbildung 2.15 (b)). Da die Abscheiderate exponentiell mit der Temperatur zunimmt, kommt es zu einer beschleunigten Verdichtung des Bauteils von innen nach außen und die gesamte Infiltrationsdauer kann reduziert werden. Nachteilig ist allerdings die konstruktive Anpassung des Suszeptors und der Heizung an die jeweiligen Bauteile sowie die Beschränkung auf einfache Bauteilgeometrien [DEL05].

Druckgradienten-Abscheidung (Abbildung 2.15 c)

Bei der Druckgradienten-Abscheidung erfolgt die Infiltration nicht in Diffusionsrichtung, wie beispielsweise bei der I-CVI, sondern ein Druckgradient wird entlang der Bauteilgeometrie aufgebaut. Die dadurch erzwungene Konvektion erhöht die Abscheiderate innerhalb des Bauteils. Mit zunehmender Verdichtung nimmt auf Grund der geringeren Permeabilität dieser Effekt ab.

Druck- und Temperaturgradienten-Abscheidung (Abbildung 2.15 d)

Eine gekoppelte Variante von Temperatur- und Druckgradient ist in Abbildung 2.15 (d) dargestellt. Der Temperaturgradient wird gegen den Druckgradient angelegt ($T_1 > T_2$ und $p_1 < p_2$), was zu einer weitgehend homogenen Verdichtung des Bauteils führt. Auch bei diesem Verfahren wird eine deutlich höhere Abscheiderate erzielt, als es bei der I-CVI zu beobachten ist. Das Verfahren ist allerdings in Hinblick auf die Prozess- und Anlagentechnik deutlich anspruchsvoller und dadurch auf einfache, serienmäßige Bauteile beschränkt.

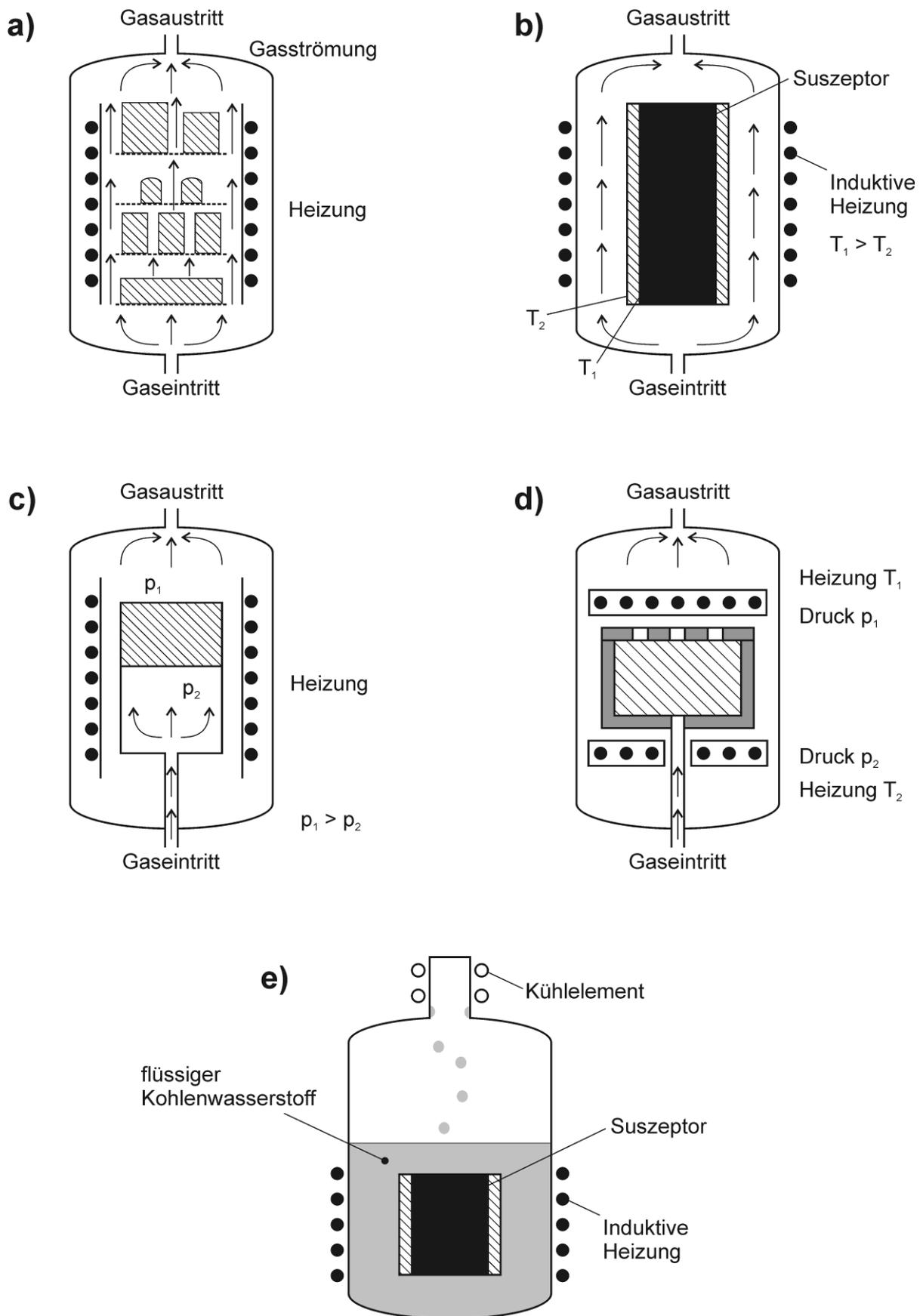


Abbildung 2.15: Varianten des CVD-Verfahrens: Isotherme und Isobare Abscheidung (a); Temperaturgradienten Abscheidung (b); Druckgradienten-Abscheidung (c); Druck- und Temperaturgradienten-Abscheidung (d) und „film-boiling“-Abscheidung (e). Die Preform ist jeweils schraffiert dargestellt.

„film-boiling“-Abscheidung (Abbildung 2.15 e)

Eine neuartige Prozessführung mit einem flüssigen Precursor verspricht deutlich höhere Abscheideraten und eine über zehnfach höhere Kohlenstoffausbeute als bei dem I-CVI Verfahren [ROV01, DEL05, VIG06, WAN06]. Bei dem „Film-Boiling“-Prozess (FB-CVI), auch Kamanzoo-Prozess oder Chemical Liquid Vaporized Infiltration (CLVI) genannt, wird die poröse Preform in einen flüssigen Precursor getaucht und induktiv beheizt. Auf Grund der hohen thermischen Energie wird an der Innenseite der Precursor verdampft und zersetzt, sodass es zu einer Abscheidung von pyrolytischem Kohlenstoff auf dem Substrat kommt. Verdampfter und nicht thermisch zersetzter Precursor wird über eine Kühlfalle dem Bad wieder zugeführt.

2.2.4 Charakterisierung der Mikrostruktur

Die Struktur von pyrolytisch abgeschiedenem Kohlenstoff unterscheidet sich deutlich von der idealen hexagonalen Struktur des Graphits. Pyrolytischer Kohlenstoff (PyC) weist außerordentlich häufig Defekte in Form von Stapelfehlern oder Verdrehungen der Graphenebenen zueinander auf, weshalb dessen Struktur auch als turbostratisch bezeichnet wird [BOK69]. Diese auf atomarer Ebene vorliegenden Defekte können mittels röntgenographischer oder transmissionselektronenmikroskopischer Methoden untersucht werden, und durch Angabe der Netzebenenabstände quantifiziert werden. Defekte dieser Größenordnung sollen im Folgenden nicht betrachtet werden, sondern wie die turbostratischen Ebenen integral gesehen vorzugsweise zu einem Substrat orientiert sind.

Abbildung 2.16 (a) zeigt eine polarisationslichtmikroskopische Aufnahme einer senkrecht geschnittenen C-Faser mit darauf abgeschiedenem PyC. Das polarisierte Licht trifft auf die Probenoberfläche, welches nach Durchlaufen des Analysators auf der Kamera abgebildet wird. Allgemein erscheint die Aufnahme lichtschwach, da bei gekreuzten Polfiltern theoretisch kein Licht die Kamera erreicht. Es gibt allerdings Bereiche auf der Probenoberfläche, in denen das Licht nach Reflexion auf Grund der optischen Anisotropie des Kohlenstoffs eine Drehung erfuhr und dadurch heller als die benachbarten Bereiche erscheint. Das sind die Bereiche entlang der 1. und 2. Winkelhalbierenden. Entlang der Abzisse und der Ordinate findet keine Drehung des Lichts statt, sodass diese Bereiche dunkel erscheinen.

Dreht man nun den Analysator relativ zum Polarisator, nähern sich die Maxima und Minima an, bis sie schließlich gemäß Abbildung 2.16 (b) komplett überlappen und nur noch zwei Maxima beobachtet werden. Der Winkel, bei dem sich die Schenkel der Minima und Maxima erstmals berühren, wird Auslöschungswinkel genannt (A_e). Dieser ist für die zwei unterschiedlichen PyC-Schichten, die in Abbildung 2.16 beobachtet werden, spezifisch. Bei der inneren Schicht nähern sich die Schenkel bereits bei einem kleineren Auslöschungswinkel an als es bei der äußeren Schicht der Fall ist [DIE71].

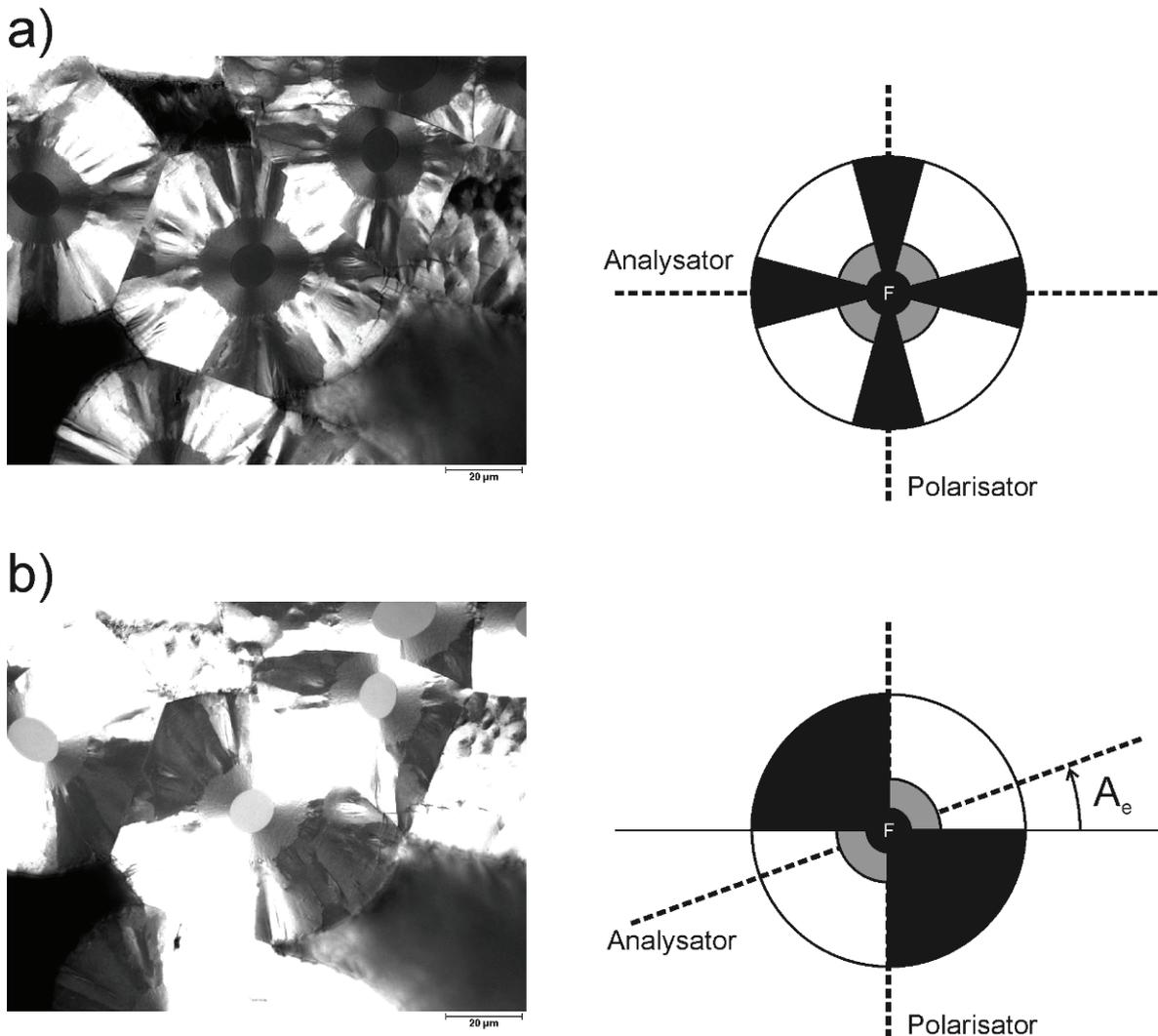


Abbildung 2.16: Bestimmung des Auslöschungswinkels (A_e) an rotationssymmetrischen Proben. a) Analysator senkrecht zu Polarisator führt zur Beobachtung eines Malteserkreuzes, b) Auslöschung bei A_e . Der Auslöschungswinkel ist abhängig vom Texturgrad und daher spezifisch für die einzelnen beobachteten Schichten.

Die Polarisationslichtmikroskopie wird seit den 60er Jahren zur Klassifizierung von pyrolytischem Kohlenstoff angewandt [BOK65, GRA66, PIE75, BOU00, OBE02]. Zunächst wurden die unterschiedlichen Texturen qualitativ in isotropen PyC, glatt laminaren PyC (smooth laminar, SL) und rau laminaren PyC (rough laminar, RL) unterschieden. Durch Ermittlung des Auslöschungswinkels konnte auch eine quantitative Einteilung der unterschiedlichen PyC-Texturen erfolgen [DIE71]. Reznik et al. haben eine strukturbasierte Einteilung der PyC-Texturen in isotrop, niedrig-, mittel- und hochtexturiert vorgeschlagen [REZ02]. Abbildung 2.17 zeigt eine schematische Darstellung der unterschiedlichen Texturen. Isotroper PyC zeigt keine optische Anisotropie und hat einen Auslöschungswinkel von 0° , niedrigtexturierter PyC hat einen Auslöschungswinkel von $0-12^\circ$, mitteltexturierter PyC hat einen Auslöschungswinkel $12-18^\circ$ und hochtexturierter PyC hat einen Auslöschungswinkel größer als 18° . Neben der polarisierten Lichtmikroskopie, kann die Textur auch durch Feinbereichselektronenbeugung ermittelt werden [BOU00, REZ03]. Hierbei wird die Textur durch den Orientierungswinkel (OA) beschrieben (siehe Abbildung 2.17).

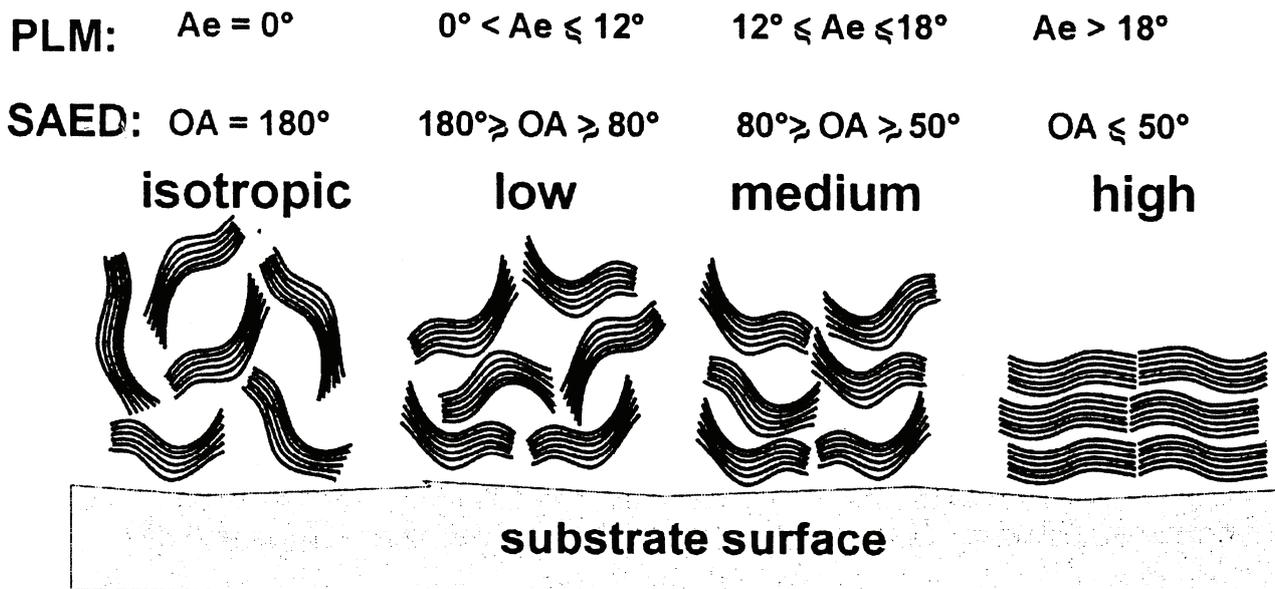


Abbildung 2.17: Schematische Darstellung der Vorzugsorientierung von pyrolytischen Kohlenstoff und die Klassifizierung in isotropen, niedrig-, mittel- und hochtexturierten Kohlenstoff [REZ02]

2.2.5 Gefügebestandteile auf oberster Hierarchieebene

Die Abscheidung von pyrolytischem Kohlenstoff (PyC) auf dem Substrat führt zu einer sukzessiven Verdichtung der porösen Vorform. Dabei erfolgt die Verdichtung nicht vollständig, sondern es verbleibt immer noch eine Restporosität von etwa 1-10 %, welche auch durch mehrstufige I-CVI nicht weiter reduziert werden kann [GOL03]. Bei der FB-CVI werden ebenfalls Restporositäten von 2-9 % [VIG06] bzw. von über 10 % [WAN06] berichtet.

Die verbleibende Restporosität bei dem I-CVI Verfahren ist darauf zurückzuführen, dass der Diffusionskoeffizient innerhalb des Bauteils mit zunehmender Infiltrationsdauer abnimmt und sich dadurch die Gesamtdichte einem Grenzwert asymptotisch nähert. Während der Diffusion können auch geschlossene Porositäten im Bauteil verbleiben, welche bei weiterer Infiltrationsdauer aufgrund der fehlenden Konnektivität nach außen nicht weiter infiltriert werden können. Abbildung 2.18 zeigt mesoskopische Risse und Poren für eine 120 Stunden infiltrierte Probe eines 2D-Laminatwerkstoffes (Infiltration gemäß Tabelle 3.1 [ZHA03]). Die Restporosität ist schwarz dargestellt und findet sich vorwiegend als nicht infiltrierte Bereiche zwischen Faserbündeln. Auch innerhalb der Faserbündel finden sich nicht infiltrierte Bereiche, wie in der rechten Abbildung dargestellt ist. Durch Glühbehandlungen können sich ausgeprägte Rissysteme entwickeln, welche auf die anisotrope Ausdehnung unterschiedlich orientierter Lagen zurückgeführt werden können.

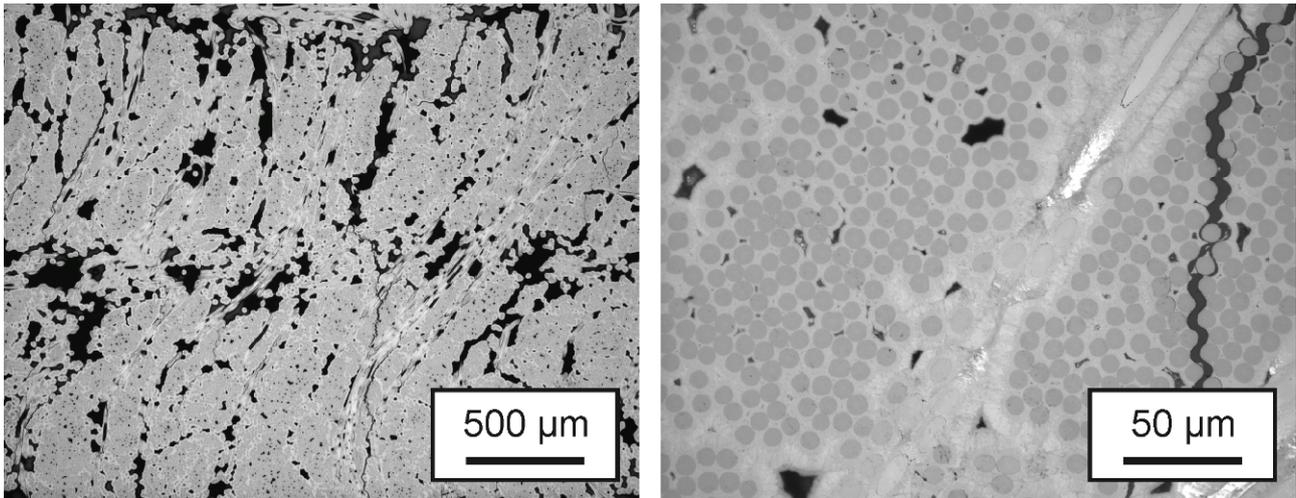


Abbildung 2.18: Lichtmikroskopische Aufnahmen (Hellfeld) einer I-CVI infiltrierten Probe. Risse und Poren sind schwarz dargestellt.

2.2.6 Evolution und Klassifizierung von Rissen und Poren in Laminaten

Die verleibende Porosität in dem Werkstoff kann nach ihrer Lage und Ausdehnung klassifiziert werden. Für C/C-Verbundwerkstoffe, welche über das LPI Verfahren hergestellt wurden, haben Gao et al. eine Einteilung der Risse und Poren abhängig von ihrer Lage, Größe und Orientierung in 2D-Geweben vorgeschlagen [GAO93]. Durch die starke Schrumpfung der Matrix während der Pyrolyse bilden sich ausgeprägte Rissysteme, welche in vier Klassen eingeteilt werden:

Teildelaminationen (*“co-planar cracks”*)

Die Teildelaminationen sind flächenförmig und parallel zu den Lagen orientiert. Je nach Ausrichtung der benachbarten Lagen werden sie als X-X- bzw. Y-Y-Teildelamination bezeichnet, wenn sie sich zwischen gleichorientierten Lagen mit Faserbündeln in X- bzw. Y-Richtung befinden und X-Y-Teildelamination, wenn sie sich zwischen senkrecht zueinander orientierten Lagen befinden.

Segmentierungsrisse (*“bundle cracks”*)

Segmentierungsrisse sind senkrecht zu den Lagen orientiert und verlaufen zwischen ganzen Faserbündeln.

Zwischenfaserrisse (*„Inter-fiber-cracks“*)

Zwischenfaserrisse liegen in ihren Ausmaßen innerhalb eines Faserbündels. Hierzu zählen beispielsweise Faser-Matrix-Ablösungen.

Zwischenfaserporen (*„Inter-fiber-pore“*)

Im Gegensatz zu Zwischenfaserrissen sind die Querschnitte von Zwischenfaserporen eher abgerundet. Beispiele sind nicht infiltrierte Bereiche zwischen einzelnen Fasern.

Abbildung 2.19 zeigt die eben diskutierte Einteilung nach Gao et al. [GAO93]. Eine Übertragung auf den in dieser Arbeit untersuchten Laminatwerkstoff ist nicht 1:1 möglich, da kein Gewebe sondern ein Gelege untersucht wurde. Die unidirektionalen Lagen (UD-Lagen) sind durch Filzlagen voneinander getrennt, sodass thermisch induzierte Spannungen aufgrund der anisotropen thermischen Ausdehnung der UD-Lagen durch die Filzlagen reduziert werden. Dadurch werden keine Teildelaminationen der UD-Lagen beobachtet, da diese nicht direkt in Kontakt stehen.

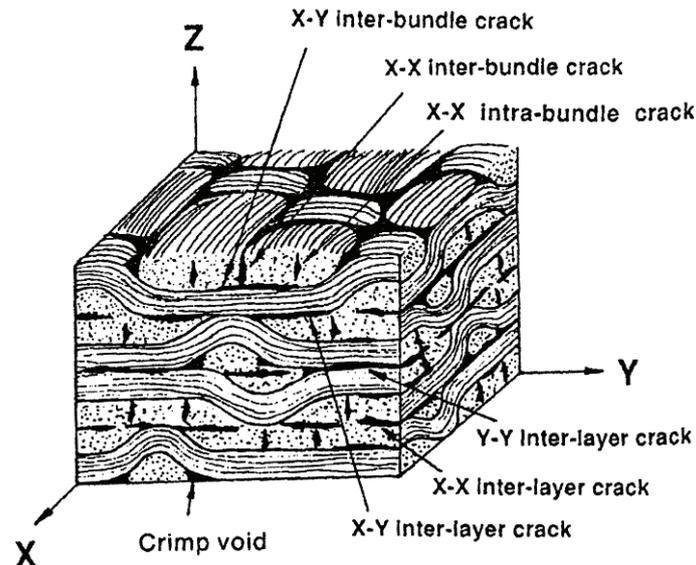


Abbildung 2.19: Position und Einteilung von großen Rissen und Poren in einem 2D C/C Verbundwerkstoff nach Gao [GAO93]

Ferner werden unterschiedliche Stadien der chemischen Gasphaseninfiltration untersucht, bei der die Porosität sukzessive reduziert wird. Anfangs werden große Porositäten mit wenig voneinander getrennten Poren vorliegen, welche erst im Endstadium der Verdichtung voneinander zu separieren sind.

2.3 Berechnung effektiver elastischer Kenngrößen

Die in dem Werkstoff verbleibenden Risse und Poren wirken sich auf das effektive elastische Materialverhalten aus, welches im Rahmen der vorliegenden Arbeit mit zerstörungsfreien Prüfmethoden untersucht wurde. Die daraus gewonnenen Erkenntnisse wurden ferner in ein bereits entwickeltes hierarchisches Materialmodell aufgenommen, auf welches im folgenden Kapitel eingegangen wird.

Über die Mikromechanik kann das effektive Materialverhalten durch Homogenisierungen auf unterschiedlichen Größenskalen beschrieben werden [GRO07]. Hierbei wird der Werkstoff auf mindestens zwei unterschiedlichen Ebenen betrachtet – der Mikro- und der Makroebene. Auf der Mikroebene betrachtet man einen Bereich der hinreichend viele Inhomogenitäten enthält, deren Abmessungen deutlich kleiner sind als die Abmessungen des betrachteten Volumenelementes und welcher als repräsentativ für das Materialverhalten auf der Makroebene angesehen werden kann. Für dieses repräsentative Volumenelement (RVE) werden effektive Größen durch

Homogenisierung berechnet, welche das Materialverhalten ortsunabhängig beschreiben. Hierfür verwendet man geeignete Näherungsverfahren bei denen die Materialeigenschaften, Phasenanteile und –morphologien berücksichtigt werden.

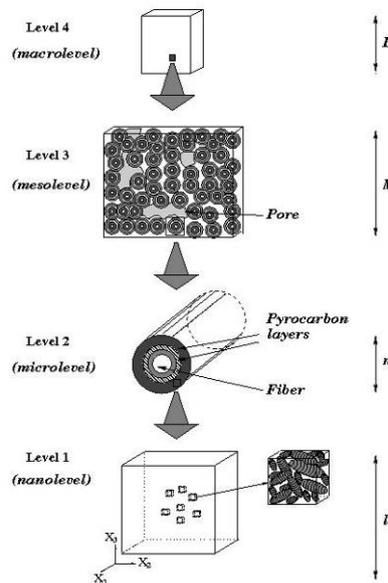


Abbildung 2.20: Hierarchisches Materialmodell für den C/C Verbundwerkstoff [PIA03]

Abbildung 2.20 zeigt schematisch das entwickelte Materialmodell, welches auf vier unterschiedlichen Ebenen das Gefüge betrachtet [PIA03]. Auf der Nanoebene werden die effektiven elastischen Konstanten unterschiedlich texturierter PyC-Schichten mittels Homogenisierung ermittelt. Mit diesen Materialparametern werden auf nächst höherer Hierarchieebene PyC-Schichten mit C-Fasern homogenisiert und auf der Ebene 3 mesoskopische Defekte berücksichtigt, bei denen die Inhomogenitäten deutlich größer sind als typische Durchmesser PyC-beschichteter Fasern. Diese Hierarchieebene wird auch in der vorliegenden Arbeit betrachtet. Ebene 4 beschreibt letztlich das makroskopische Bauteilverhalten [PIA03].

Mittelungen der elastischen Konstanten

Die Berechnung effektiver elastischer Konstanten von Verbundwerkstoffen kann beispielsweise durch die Mittlung der jeweiligen Steifigkeitstensenoren oder die Mittlung der jeweiligen Nachgiebigkeitstensenoren erfolgen. Diese Mittelwerte werden als iso-Dehnung (Voigt-Mittlung) und iso-Spannung (Reuss-Mittlung) bezeichnet und stellen zugleich Grenzwerte der effektiven elastischen Konstanten dar [NEM99].

$$C_{Voigt}^* = \langle C \rangle = \sum_{\alpha=1}^n c_{\alpha} C_{\alpha} \tag{Gleichung (2.3.1)}$$

$$C_{Reuss}^{*-1} = \langle C^{-1} \rangle = \sum_{\alpha=1}^n c_{\alpha} C_{\alpha}^{-1} \tag{Gleichung (2.3.2)}$$

Gleichung 2.3.1 entspricht der Mittlung nach Voigt. c_{α} ist der Volumenanteil und C_{α} der Steifigkeitstensor der Phase α . Bei dem in Gleichung 2.3.2 dargestellten Reuss-Modell erfolgt die Mittlung über die Nachgiebigkeitstensenoren (C_{α}^{-1}). Im allgemeinen liegen die Voigt- und Reuss-Schranken weit voneinander entfernt. Hashin und Shtrikman [HAS63] haben speziell für

heterogene Werkstoffe geeignete Schranken entwickelt, welche nicht die gesamten Spannungs- und Verzerrungsfelder betrachten, sondern Abweichungen von geeigneten Hilfsfeldern. Neben diesen Grenzwertbetrachtungen gibt es auch zahlreiche Näherungsverfahren, mit denen die elastischen Konstanten berechnet werden können (*Mori-Tanaka-Modell, Selbstkonsistenzmethode, Differentialschema u. ä.*) [NEM99]. Diese basieren im allgemeinen auf der Eshelby-Lösung eines ellipsoiden Einschlusses in einem unendlich ausgedehnten Kontinuum [ESH57] und betrachten unterschiedliche Wechselwirkungen der Defekte untereinander [GRO07]. Bei diesen Näherungsverfahren liegen zwar Lösungen für beliebig orientierte Einschlüsse in isotropen Matrizen vor, allerdings gibt es bisher nur für speziell orientierte Einschlüsse Lösungen mit transversalisotroper Matrix, wie es bei dem pyrolytischen Kohlenstoff der Fall sein kann [SEV05, WIT89, GAV90, GIR07].

Mit dem in Abbildung 2.20 gezeigten Materialmodell können die effektiven elastischen Konstanten beschrieben werden. Allerdings erfordert diese Herangehensweise eine auf allen Betrachtungsebenen hinreichend genaue Beschreibung der Struktur. Bislang liegen noch keine statistisch relevanten Informationen über Riss- und Porenverteilungen auf der Nanoebene vor, sodass wegen der fehlenden experimentellen Datenbasis das Modell noch nicht angewandt werden kann. Um dies zu umgehen, können experimentell ermittelte elastische Kenngrößen für Proben aus pyrolytischen Kohlenstoff herangezogen werden, welche ebenfalls die effektiven Steifigkeiten auf der Nanoebene beschreiben. Papadakis und Bernstein [PAP63] haben die elastischen Konstanten von transversalisotropem pyrolytischen Graphit ermittelt (siehe Tabelle 2.2). Die Messung erfolgte nach dem Impuls-Echo-Verfahren an Proben mit Abmessungen von über 1 cm. Gemittelt wurde über drei unterschiedliche Chargen, welche von *Lockheed Aircraft Company* geliefert wurden. Kostka et al. [KOS89] geben als typischen E-Modul parallel zu dem Substrat (entspricht Richtung 1 in Tabelle 2.2) 25,0 GPa und eine Dichte von 2,18 g/cm³ an. Guellali et al. [GUE08] haben den E-Modul an hochtexturierten pyrolytischen Kohlenstoff unterschiedlicher Abscheide- und maximaler Wähmebehandlungstemperaturen untersucht. Die aus dem Biegeversuch ermittelten E Modulen parallel zum Substrat liegen für den nicht glühbehandelten PyC der Firma *Schunk Kohlenstofftechnik* bei 18,5 GPa.

Tabelle 2.2: Elastische Konstanten von pyrolytischem Graphit [PAP63].

	ρ [g/cm ³]	C_{11} [GPa]	C_{12} [GPa]	C_{13} [GPa]	C_{33} [GPa]	C_{44} [GPa]
[PAP63]	2,17	52,1	18,8	18,0	25,8	1,5

Einfluss von Poren bei zellulären Werkstoffen

Kohlenstofffaserverstärkte Filze können in erster Näherung als zelluläre Werkstoffe aufgefasst werden, sodass sich der Einfluss der Porosität auf die Reduktion des Elastizitätsmoduls nach dem Modell von Gibson und Ashby berechnen lässt [GIB97]. Die Autoren haben für isotrope offenzellige Schäume die Gleichung 2.3.3 und für isotrope geschlossenzellige Schäume die Gleichung 2.3.4 im linear-elastischen Bereich abgeleitet (siehe Abbildung 2.21 (a)):

$$\frac{E^*}{E_S} \approx \left(\frac{\rho^*}{\rho_S} \right)^2 \tag{Gleichung (2.3.3)}$$

$$\frac{E^*}{E_S} \approx \phi^2 \left(\frac{\rho^*}{\rho_S} \right)^2 + (1-\phi) \frac{\rho^*}{\rho_S} + \frac{P_0(1-2\nu^*)}{E_S \left(1 - \frac{\rho^*}{\rho_S} \right)} \tag{Gleichung (2.3.4)}$$

$$\nu^* \approx \frac{1}{3} \tag{Gleichung (2.3.5)}$$

Die Poissonzahl ist in beiden Fällen unabhängig von der Porosität. Die mit „*“ gekennzeichneten Werte entsprechen den Werkstoffdaten des Schaumes, die mit „S“ markierten Werte den Werkstoffdaten des dichten Werkstoffes. P_0 entspricht dem ursprünglichen Gasdruck im Inneren der geschlossenen Zellen. ϕ entspricht dem Volumenanteil an Materie, welche auf Zellkanten liegt ($\phi=1$ offenzelliger Schaum, $\phi=0$ geschlossenzelliger Schaum). Trägt man diese Potenzgesetzte für $\phi=0$ in einem doppellogarithmischen Diagramm auf, so erhält man die in Abbildung 2.22 dargestellten Proportionalitäten. Der Einfluss der Porosität auf den effektiven Elastizitätsmodell ist für offenzellige Schäume höher als für geschlossenzellige Schäume. Würde man willkürlich orientierte Risse in dem Material vorliegen haben, wäre deren Einfluss auf die Porosität vernachlässigbar klein, die Reduktion des Elastizitätsmoduls wäre hingegen signifikant, was zu einem nahezu senkrechten Verlauf von relativem E-Modul versus relativer Dichte führt.

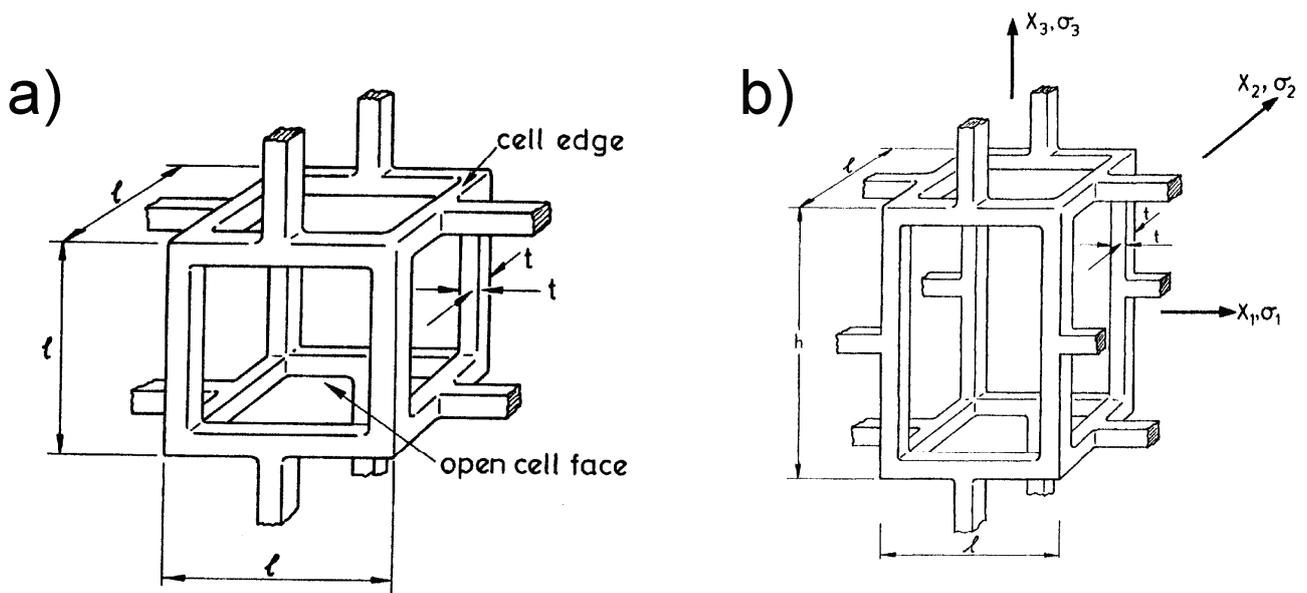


Abbildung 2.21: Ein kubisches (a) und ein achsensymmetrisches (b) Modell einer offenzelligen Einheitszelle (nach [GIB97])

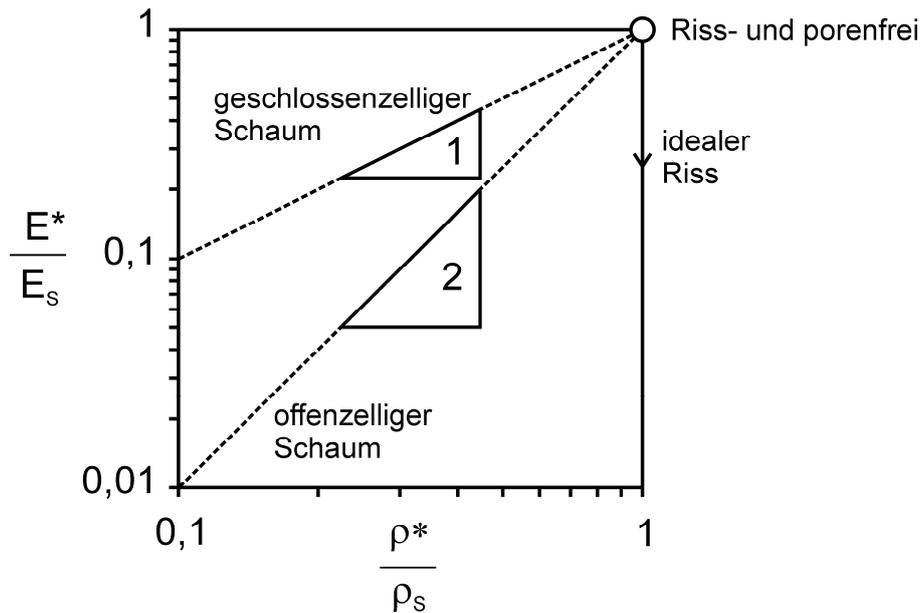


Abbildung 2.22: Einfluss der Porosität auf die Reduktion der Steifigkeit für isotrope Schäume (nach [GIB97])

Bisher wurden rein isotrope Schäume betrachtet. Im Allgemeinen sind Schäume anisotrop, da sowohl die Materialeigenschaften anisotrop sein können als auch die Zellstrukturen eine Vorzugsorientierung aufweisen können. Der Einfluss der Zellstruktur kann durch einen Geometriefaktor (R) berücksichtigt werden, welcher sich als Quotient von maximaler Zelllänge zu minimaler Zelllänge errechnet. Dadurch erhält man für die in Abbildung 2.21 (b) dargestellte achsensymmetrische Einheitszelle die folgende Abhängigkeit der Anisotropie des E-Moduls:

$$\frac{E_3^*}{E_1^*} = \frac{2R^2}{1 + \left(\frac{1}{R}\right)^3} \quad \text{offenzellige Schäume} \quad \text{Gleichung (2.3.6)}$$

2.4 Zerstörungsfreie Prüfmethode zur Struktur-Eigenschafts-Korrelation

In der Beschreibung von Werkstoffen stellt sich oftmals die Frage, wie sich Gefügebestandteile auf das makroskopische Materialverhalten auswirken. Untersucht man mehrere Proben derselben Charge, so findet man bei hinreichend hoher Auflösung statistische Schwankungen der Gefügebestandteile, aber auch entsprechende Schwankungen in dem jeweils ermittelten Materialverhalten. Verwendet man für die Charakterisierung hingegen zerstörungsfreie Prüfverfahren, so kann die Auswirkung einzelner Gefügebestandteile auf das makroskopische Materialverhalten an derselben Probe untersucht werden. Dies ist ein Vorteil zerstörungsfreier Prüfverfahren, der in dieser Arbeit ausgenutzt wird. Ein weiterer Aspekt besteht darin, den Werkstoff nicht durch mechanische Werkstoffprüfung zu beschädigen und damit das intrinsische Materialverhalten ermitteln zu können.

2.4.1 Mikro-Computertomografie

Die Tomografie ermöglicht generell eine dreidimensionale Gefügeabbildung. Dabei kann die Bilderstellung entweder zerstörend erfolgen, in dem die Aufnahmen der inneren Struktur durch sukzessives Abtragen der Probe erstellt werden oder die volumetrischen Daten werden zerstörungsfrei durch computertomografische Rekonstruktion von Durchstrahlungsbildern erstellt. Abbildung 2.23 gibt einen Überblick tomografischer Verfahren und deren erzielbare Auflösungen [VEL08]. Dabei spielen einerseits die Probenvolumina eine Rolle, welche einen direkten Einfluss auf die Betrachtungsebene des Werkstoffes haben (z. B. Berücksichtigung der vollständigen Ausdehnung und der statistisch relevanten Anzahlen von Gefügebestandteilen). Andererseits können jeweils unterschiedliche Mechanismen für die Bildgebung ausgenutzt werden [JAE04]. Bei der FIB-Tomografie lassen sich sehr detailliert Strukturen abbilden und in Kombination mit Rasterelektronenmikroskopie weitere Informationen über chemische Zusammensetzung oder Texturen gewinnen [VEL08]. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde die Computertomographie mittels konventioneller Röntgenröhrenstrahlung und mittels Synchrotronstrahlung angewandt, auf die im Folgenden näher eingegangen wird.

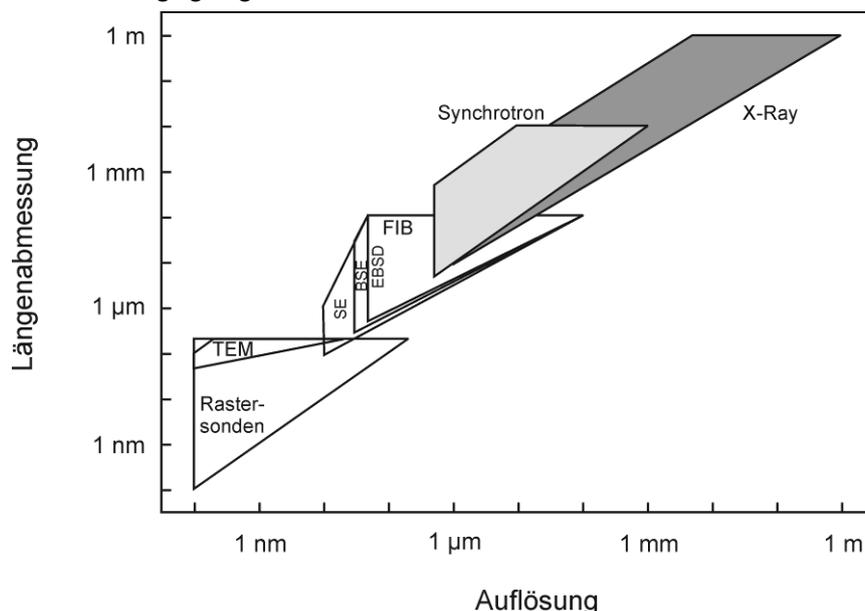


Abbildung 2.23: Tomografische Verfahren: Betrachtete Probenvolumina und erzielbare Auflösungen (nach [VEL08])

Computertomografie mit Röhren- oder Synchrotronstrahlung

Bei der Computertomografie wird aus einer Serie von Durchstrahlungsbildern die dreidimensionale Struktur rekonstruiert. Die mathematische Grundlage wurde bereits 1917 durch die Arbeit von Radon gelegt [RAD17]. Hounsfield et al. entwickelten 1972 den ersten Prototypen eines Computertomografen, dessen Weiterentwicklung vor allem durch die Anwendung in der Medizin vorangetrieben wurde. Durch die zunehmende Leistungsfähigkeit von Computern und die Weiterentwicklung von Röntgenröhren und -detektoren ist die Computertomografie mittlerweile nicht nur in der Medizin sondern auch in der industriellen und universitären Forschung fest etabliert [BAR00].

Die Abbildung und Rekonstruktion der Durchstrahlungsbilder kann auf unterschiedliche Weise erfolgen. Im **Absorptionskontrast** wird die zu untersuchende Probe zwischen Röntgenquelle und Detektor platziert und schrittweise um die vertikale Achse rotiert. Der Detektor befindet sich unmittelbar hinter der Probe und die für die Abbildung ausgenutzte Eigenschaft ist die Absorption der Röntgenstrahlung. Die Abschwächung des Röntgenstrahls kann durch das Lambert-Beer-Gesetz beschrieben werden:

$$\frac{I}{I_0} = e^{-\mu \cdot x} \quad (\text{Gleichung 2.4.1})$$

Dabei sind I_0 und I die Strahlungsintensitäten vor bzw. nach Durchlaufen der Probe, x der zurückgelegte Weg des Strahls und μ der Absorptionskoeffizient. Letzterer hängt von der Dichte und der Ordnungszahl des Materials ab und ist ferner eine Funktion der Wellenlänge der verwendeten Röntgenstrahlung. Harte Röntgenstrahlung, mit entsprechend geringer Wellenlänge, wird weniger stark geschwächt als weiche Röntgenstrahlung mit höherer Wellenlänge. Dadurch ist die Schwächung der Röntgenstrahlung, welche am Detektor als Grauwert interpretiert wird, nicht mehr allein durch die materialspezifische Absorption gegeben, wodurch sich bei der Rekonstruktion Artefakte bilden, welche durch Korrekturfunktionen im Rekonstruktionsalgorithmus reduziert werden. Um dieses Dilemma zu umgehen, filtert man oftmals aus dem Spektrum der Röntgenstrahlung die langwelligen Anteile heraus, um den störenden Einfluss zu reduzieren. Ganz umgehen könnte man diese Fehlerquelle durch Verwendung monochromatischer Röntgenstrahlung, wie sie in hoher Intensität beispielsweise an einer Synchrotronquelle erzeugt werden kann. Bei dieser Strahlungsquelle ist auch eine Abbildung im **Phasenkontrast** möglich. Dabei wird der Detektor weiter von Röntgenquelle und Probe entfernt, so dass man von dem Bereich der Absorption in den Bereich der Fresnelbeugung kommt. Für die Bildgebung werden dabei die unterschiedlichen Brechungsindices der Materialien ausgenutzt. Eine Wellenfront erfährt dabei an den Grenzflächen einen Phasensprung verschiedener Größe, sodass bei der Rekonstruktion der Daten vor allem Phasengrenzen abgebildet werden. Beide Mechanismen werden kombiniert in der sogenannten Holo-Tomografie ausgenutzt, bei der die Probe nicht nur rotiert wird, sondern auch in unterschiedlichen Abständen zwischen Probe und Detektor abgebildet wird. Auch Riss- und Porenstrukturen in C/C-Werkstoffen wurden bereits zahlreich mittels Computertomografie untersucht ([PAR01, DOU01, COI03]).

Methoden der Bildauswertung

Die einfachste Art, Informationen aus den volumetrischen Daten zu gewinnen, ist die reine Betrachtung der 3D-Daten. Dabei kann man schnell grundlegende Erkenntnisse beispielsweise über die Schädigungsentwicklung gewinnen. Allerdings ist es für eine quantitative Auswertung erforderlich, die Daten durch geeignete Algorithmen auszuwerten. Eine generelle Übersicht der Bildauswertung findet sich im Handbuch von Bernd Jähne [JAE04]. Im Folgenden wird nur auf die im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Algorithmen eingegangen.

Region of Interest und Segmentierung

Das dreidimensionale Objekt wird zunächst durch eine Rasterung, die aus einzelnen Voxeln aufgebaut ist, diskretisiert. Eine Verdopplung der Auflösung führt zu einer Halbierung der Voxelgröße und damit zu einer acht Mal größeren Datenmenge. Jedem Voxel wird ein Grauwert zugeordnet, der z.B. bei 8 bit-Daten 256 und bei 16 bit 65536 unterschiedliche Werte annehmen kann. Um die Datenmengen bei gegebener Auflösung und Grauwerttiefe auswerten zu können, wird zunächst ein Volumen definiert, welches bei gegebener Rechenleistung noch auswertbar ist, die sogenannte „*region of interest*“. Um die Daten durch Algorithmen auszuwerten, müssen diese zunächst segmentiert werden. Dieser Schritt ist eine starke Abstraktion des Graustufenbildes in logische Daten und Bedarf einer entsprechenden Sorgfalt. In dieser Arbeit wurden zwei Methoden der Binarisierung angewandt:

- Bei der Schwellenwertmethode wird ein Grauwert definiert, welcher die Voxel in zwei Klassen unterteilt. Bei einer automatischen Schwellenwertdetektion wird in dem Histogramm eine bimodale Verteilung angenommen und der Schwellenwert durch Minimierung der Überlappung bestimmt [OTS79, JAE04].
- Bei dem Regionenwachstum werden zwei Grauwertbereiche definiert. Ein Bereich, dessen Voxel bereits zur ersten Klasse gehören („*Seed-points*“), und ein zweiter Bereich, der die noch zulässigen Grauwerte definiert, welche bei Anwachsen der *Seed-points* zu der ersten Klasse hinzugefügt werden [ADA94, JAE04].

Die Güte der Binarisierung kann durch Vergleich eines selben Bereiches mit einer leicht zu segmentieren Aufnahme deutlich höherer Auflösung (z. B. einem Schliffbild) beurteilt werden. Für eine Quantifizierung dienen statistische Methoden, wie beispielsweise die mittlere quadratische Abweichung der binären Daten oder der so genannte Bhattacharyya Koeffizient. Diese Vergleiche sind allerdings mit einer Zerstörung der Probe verbunden, da ein Schliff des inneren Probenbereiches angefertigt werden muss. Zerstörungsfrei kann die Qualität der Binarisierung durch Vergleich mit weiteren Informationen wie mittlere Gefügeabmessungen oder –anteile überprüft werden.

Anisotrope Gaußfilterung

Die anisotrope Gaußfilterung ermöglicht, die vorzugsweise Orientierung von Fasern zu ermitteln. Dabei wird für jeden Voxel, welcher zu einer Faser gehört, die Nachbarschaft mit einem anisotropen Gaußfilter multipliziert. Das betragsmäßig höchste Produkt entspricht der vorzugsweisen Orientierung an dieser Position und wird mit einem der Richtung entsprechenden Grauwert markiert. Beschränkt man sich auf eine Unterteilung der Richtungen entlang der kartesischen Koordinatenachsen, so ergeben sich die in Abbildung 2.24 gezeigten

rotationssymmetrischen Filterkerne. Dabei ist ein Verhältnis von großer zu kleiner Halbachse von 2:1 optimal, wobei die kleine Halbachse dem mittleren Faserradius entspricht [ROB07]. Die vorzugsweise Orientierung der Faser ist für den jeweiligen Voxel durch den maximalen Betrag der Filterantwort gegeben.

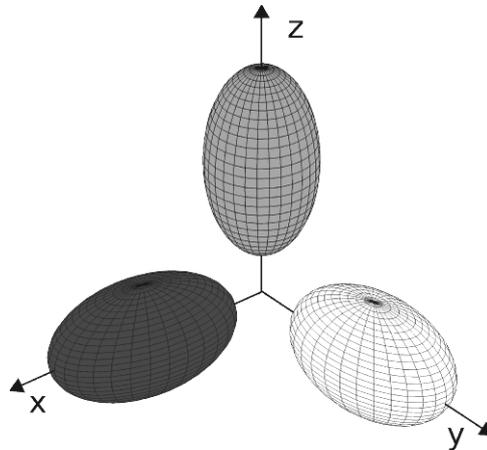


Abbildung 2.24: Filterkerne für die Orientierungsanalyse der Faserpreform. Die außerordentliche Achse der Ellipsoide ist entlang der kartesischen Koordinaten orientiert.

Euklidische Abstandstransformation

Mit der euklidischen Abstandstransformation (EDT) können Zwischenstadien der chemischen Gasphaseninfiltration durch ein homogenes Anwachsen der Faserpreform berechnet werden [PFR07]. Dabei wird mit der EDT für jeden Voxel mit Zahlenwert *null* der Abstand zum nächstgelegenen Voxel mit Zahlenwert *eins* berechnet. In dem in Abbildung 2.25 gezeigten Beispiel sind links die Originaldaten der CT mit 8 bit Graustufen dargestellt (dunkle Grauwerte entsprechen Fasern, helle Grauwerte entsprechen Poren). Diese Daten müssen zunächst segmentiert werden (b). Da der Abstand im Porenvolumen zum nächsten Faservolumen interessant ist, müssen die Daten komplementiert werden (c). Die Abstandstransformation schreibt nun in jedem Voxel mit dem Zahlenwert *eins* eine *null* und in jeden Voxel mit Zahlenwert *null* den Abstand zum nächstgelegenen Faservoxel (d).

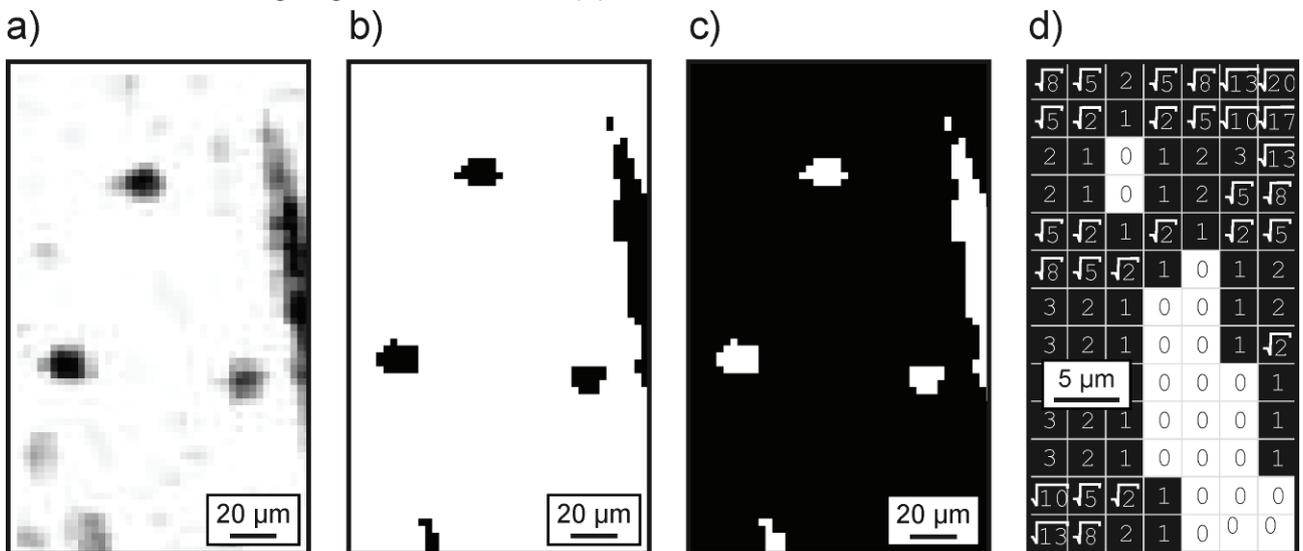


Abbildung 2.25: Berechnung der Abstandstransformation: 8 bit Graustufenbild (a), segmentiertes Bild (b), komplementäres Bild zu b (c) und euklidische Abstandstransformation (d). Die Zahlenwerte in (d) entsprechen dem Abstand zum nächstgelegenen Voxel mit Wert 1.

Hauptkomponentenanalyse

Mit der Hauptkomponentenanalyse können die Poren in unidirektional verstärkten Lagen durch Ellipsoide angenähert werden. Dadurch lassen sich statistisch relevante Porenorientierungen und -verteilungen ermitteln, welche in das in Kapitel 2.3 beschriebene mikromechanische Modell aufgenommen werden können. Abbildung 2.26 zeigt das Ablaufschema der Bildverarbeitung und Approximation. Zunächst werden die Volumendaten segmentiert und voneinander getrennte Poren durch ein Labeln indiziert. Für jede einzelne Pore wird die Oberfläche durch Oberflächenpunkte beschrieben. An diese Punkt看le wird mit der Hauptkomponentenanalyse ein Ellipsoid mit gleichem Volumen der entsprechenden Pore angenähert, dessen Abmessungen durch die Halbachsen und deren Orientierung durch die Eulerwinkel gegeben sind. Die Hauptkomponentenanalyse ermöglicht es, den Schwerpunkt der Punkt看le zu gewichten, wodurch eine fehlertolerante Approximation erzielt wird.

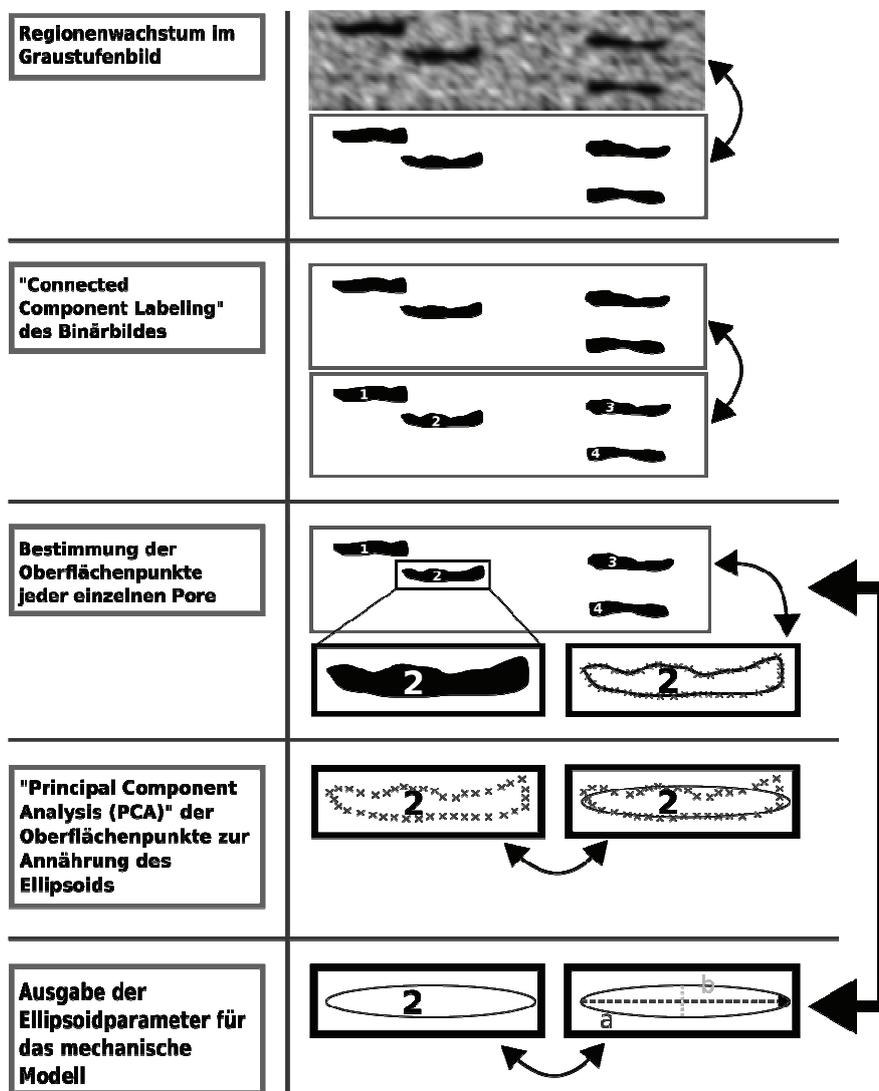


Abbildung 2.26: Ablaufschema der Approximation von Poren in UD-Lagen durch Ellipsoide

2.4.2 Dynamische Verfahren zur Materialcharakterisierung

Die elastischen Kenngrößen lassen sich in quasi-statischen Experimenten, wie dem Zug-, Biege- oder Torsionsversuch, nur bei einer hinreichend genauen Dehnungsmessung ermitteln. Vorteilhaft ist bei diesen Versuchen die direkte Ermittlung von effektiven Materialgrößen, wie sie bereits in Kapitel 2.3 eingeführt wurden. Bei quasi-statischen Experimenten kann es allerdings während des Versuchs zu einer Veränderung (Zerstörung) der Mikrostruktur kommen, so dass die ursprünglichen elastischen Konstanten des Werkstoffs von den im Versuch bestimmten Werten abweichen können. Demgegenüber ermöglichen dynamische Verfahren, die auf Zeit- oder Frequenzmessungen beruhen, deutlich höhere Genauigkeiten und sind oftmals auch an kleinen Proben durchzuführen [SCH73, EVE01, KRA86, ROS99]. Ein weiterer Vorteil besteht in den geringen Amplituden der elastischen Wellen, welche zu kleinen Auslenkungen führen und damit keine nichtlinearen Effekte verursachen, wie beispielsweise mikrostrukturelle Plastifizierung [WAN00] bzw. Rissinitiierung und -ausbreitung in keramischen Werkstoffen.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden zwei grundsätzlich verschiedene dynamische Verfahren angewandt, auf die im Einzelnen noch näher eingegangen wird. Wichtig ist bei der Anwendung der Prüfverfahren an Verbundwerkstoffen die Relation von Wellenlänge zur Größe der Gefügebestandteile. Da Verbundwerkstoffe inhomogen aufgebaut sind, muss die Wellenlänge deutlich größer sein als typische Abmessungen der Inhomogenitäten (z. B. Durchmesser von Fasern und Faserbündel, Porengrößen und -abstände, Dicken von Laminatlagen, etc.). Ist diese Voraussetzung gegeben, so wird die Ausbreitungsgeschwindigkeit der Ultraschallwellen nicht durch einzelne Gefügebestandteile dominiert (beispielsweise durch Faserbündel, welche entlang der Ausbreitungsrichtung der Wellen orientiert sind) sondern die Ausbreitungsgeschwindigkeit entspricht vielmehr einem Mittelwert aller Gefügebestandteile [ROS99, GIB07].

Ultraschallphasenspektroskopie

Die Ultraschallphasenspektroskopie ermöglicht die Ermittlung von Ausbreitungsgeschwindigkeiten in stark schallschwächenden Materialien [WAN98a] und wurde erstmals in den 70er Jahren zur Ermittlung von Phasen- und Gruppengeschwindigkeiten u. a. in Verbundwerkstoffen entwickelt [LYN73, PAP76]. Bei der Ultraschallphasenspektroskopie werden kontinuierliche harmonische Schwingungen durch zwei planparallele Oberflächen einer Probe geleitet und die Phasendifferenz zwischen Ausgangs- und Eingangssignal gemessen. Dieses Experiment wird nun über einen weiten Frequenzbereich wiederholt und als Messergebnis wird die Phasendifferenz über der Frequenz ermittelt. Im Gegensatz zu Impulsverfahren, bei denen für eine hinreichend genaue Zeitmessung die Wellenlänge deutlich kleiner sein muss als die Probenlänge, gibt es bei kontinuierlichen Wellen diese Einschränkung nicht. Dadurch kann auch die Voraussetzung erfüllt werden, dass die Wellenlänge deutlich größer ist, als die Gefügeabmessungen.

Zunächst unterscheidet man bei der Ausbreitung von Ultraschallwellen zwischen Phasengeschwindigkeit (V), welche der Geschwindigkeit von Wellenoberflächen gleicher Phase entspricht und der Gruppengeschwindigkeit (U), die der mittleren Geschwindigkeit eines Pakets von Wellen ähnlicher aber unterschiedlicher Frequenz entspricht. Für die meisten homogenen Materialien sind

Phasengeschwindigkeit und Gruppengeschwindigkeit gleich und unabhängig von der Frequenz der Wellen. Sind Phasen- und Gruppengeschwindigkeit jedoch unterschiedlich, spricht man von Dispersion. Dispersion kann bedingt sein durch interne Grenzflächen (*geometrische Dispersion*), Frequenzabhängigkeit der Materialkonstanten, wie beispielsweise Massendichte, elastische oder dielektrische Konstanten (*materialabhängige Dispersion*), die Streuung der Wellen durch fein verteilte Inhomogenitäten (*streuende Dispersion*), die irreversible Umwandlung der Wellenenergie beispielsweise in latente Wärme (*dissipative Dispersion*) oder die Abhängigkeit der Wellengeschwindigkeit von der Wellenamplitude (*nicht-lineare Dispersion*) [SAC78]. Bei Ultraschallwellen unterscheidet man ferner zwischen Longitudinalwellen, bei denen die Teilchenbewegung parallel zur Ausbreitungsrichtung der Ultraschallwelle erfolgt und Transversalwellen (auch Scherwellen genannt), bei denen die Teilchenbewegung senkrecht zur Ausbreitungsrichtung der Ultraschallwelle erfolgt. Diese Wellenarten breiten sich in einem unendlich ausgedehnten Kontinuum aus. Liegen Grenzflächen vor, können weitere Wellenarten vorliegen (beispielsweise Rayleighwellen bei Ausbreitung an freien Oberflächen).

Die eindimensionale Ausbreitung einer ebenen, monochromatischen und ungedämpften Welle entlang der x-Richtung kann wie folgt dargestellt werden [PAP76, WAN98]:

$$U_{(x,t)} = U_0 \cdot e^{i(\omega t + kx)} \quad (\text{Gleichung 2.4.2})$$

Dabei entspricht $(\omega t + kx)$ der Phase, ω Kreisfrequenz und k der Wellenzahl. Diese lassen sich ferner darstellen als:

$$\omega = 2 \pi f \quad (\text{Gleichung 2.4.3})$$

$$k = \frac{2\pi}{\lambda} \quad (\text{Gleichung 2.4.4})$$

Wobei f der Frequenz und λ der Wellenlänge entspricht. Die Phasengeschwindigkeit (V) gibt nun an, mit welcher Geschwindigkeit sich Wellenoberflächen gleicher Phase ausbreiten:

$$V = \frac{dx}{dt} = \frac{\omega}{k} = f \lambda \quad (\text{Gleichung 2.4.5})$$

Die Energie der Welle breitet sich allerdings mit der Gruppengeschwindigkeit (U) aus:

$$U = \frac{d\omega}{dk} = \frac{df}{d\left(\frac{1}{\lambda}\right)} \quad (\text{Gleichung 2.4.6})$$

Aus Gleichung 2.4.5 und Gleichung 2.4.6 lässt sich die Beziehung zwischen Phasen- und Gruppengeschwindigkeit ableiten:

$$U = \frac{d(Vk)}{dk} = V + k \frac{dV}{dk} \quad (\text{Gleichung 2.4.7})$$

Demnach sind Phasen- und Gruppengeschwindigkeit gleich, wenn die Phasengeschwindigkeit unabhängig von der Wellenzahl (bzw. der Frequenz) ist.

Betrachtet man kontinuierliche harmonische Wellen der Frequenz f , die sich durch eine Probe der Länge L ausbreiten, so lassen sich die Phasen- und Gruppengeschwindigkeiten wie folgt berechnen:

$$V = f \lambda = L \frac{f}{N} \quad (\text{Gleichung 2.4.8})$$

$$U = - \frac{df}{d\left(\frac{1}{\lambda}\right)} = L \frac{df}{dN} \quad (\text{Gleichung 2.4.9})$$

Dabei entspricht N der Anzahl an Wellenlängen in der Probe. Die Phasendifferenz zwischen Ausgangs- und Eingangssignal ist wie folgt von N abhängig:

$$\Delta\phi = -2\pi N \quad (\text{Gleichung 2.4.10})$$

Daraus ergibt sich für die Gruppengeschwindigkeit der folgende Zusammenhang:

$$U = - \frac{2\pi L}{\frac{d\Delta\phi}{df}} \quad (\text{Gleichung 2.4.11})$$

Demnach kann bei einer Auftragung von $\Delta\phi$ über f die Gruppengeschwindigkeit aus der Steigung der Kurve ermittelt werden. Frequenzbereiche, in denen keine Dispersion vorliegt, zeichnen sich durch einen linearen Verlauf aus.

Da die Phasendifferenz zweier Wellen gleicher Frequenz nur Werte zwischen $\pm\pi$ ergibt, kann die absolute Anzahl an Wellenlängen aus Messung der Phasendifferenz nicht ermittelt werden, welche für die Berechnung der Phasengeschwindigkeit durch Integration von Gleichung 2.4.7 erforderlich ist. Die Phasengeschwindigkeit kann in dispersiven Medien dennoch wie folgt ermittelt werden [TIN78]:

Bei gleicher Probendicke wird die niedrigste Frequenz ermittelt, bei der Ausgangs- und Eingangssignal gerade außer Phase sind. Dies entspricht einer halben Wellenlänge in der Probe ($L = \lambda/2$). Bei so niedrigen Frequenzen kann sich die experimentelle Ermittlung der Phasenverschiebung erschweren, da störende Interferenzen, Reflexionen der Seitenwände und komplizierte Schwingungsmoden auf Grund der geringeren Schallschwächung bei niedrigen Frequenzen vorliegen und die vereinfachte Annahme der eindimensionalen Wellenausbreitung nicht mehr erfüllt ist [PAP76].

Bei unterschiedlichen Probendicken werden die jeweiligen Frequenzen ermittelt, bei denen Ausgangs- und Eingangssignal außer Phase sind. Untersucht man m unterschiedliche Proben mit Dickenverhältnissen von 1:1, 1:2, 1:3, ... 1:m, erhält man m unabhängige Gleichungen für die Wellenzahl:

$$k_i(f) = \frac{2\pi}{L_i} (N_i^*(f) + \delta N_i(f) - n(f)) \quad i = 1, \dots, m \quad (\text{Gleichung 2.4.12})$$

Dabei ist L_i die Dicke der Probe i, $N_i^*(f)$ die gemessene Phasendifferenz, $\delta N_i(f)$ die Phasendifferenz welche sich auf Grund der Probe ergibt und $n(f)$ die Phasendifferenz auf Grund der Prüfköpfe und der Verstärker, welche durch Messung ohne Probe ermittelt werden kann. Da die Dispersionsbeziehung $\omega = \omega(k)$ eine Materialeigenschaft und unabhängig von der Probenlänge ist, sind die jeweiligen Wellenzahlen in den Proben gleich:

$$k_1(f) = k_2(f) = k_3(f) = \dots = k_m(f) \quad (\text{Gleichung 2.4.13})$$

Daraus ergeben sich für die Phasendifferenzen in den Proben die folgenden (m-1) Gleichungen (eine weitere Beziehung ergibt sich daraus, dass die δN_i Werte ganzzahlig sind):

$$\delta N_i = \frac{L_i}{L_1} \delta N_1 + B_i \quad i = 2, \dots, m \quad (\text{Gleichung 2.4.14})$$

$$B_i = \frac{L_i}{L_1} N_1^*(f) - N_i^*(f) - (L_i - L_1)n(f) \quad (\text{Gleichung 2.4.15})$$

Aus den ermittelten Phasengeschwindigkeiten lassen sich die effektiven elastischen Konstanten mit den im Anhang aufgeführten Gleichungen für orthotrope Symmetrie bzw. für Transversal-isotropie berechnen. Die mechanischen Kenngrößen können entweder aus der Nachgiebigkeitsmatrix bestimmt werden oder für Transversal-isotropie direkt aus den effektiven elastischen Konstanten (siehe Anhang).

Resonante Ultraschallspektroskopie

Bei der resonanten Ultraschallspektroskopie (*Resonant Ultrasound Spectroscopy*) werden die elastischen Konstanten über die Eigenfrequenzen von Proben einfacher Geometrie ermittelt. Die Eigenfrequenzen hängen von der Probengeometrie, der Dichte, der elastischen Konstanten sowie der Dämpfung des untersuchten Materials ab. Demnach können durch ein systematisches Anpassen experimentell gemessener und theoretisch berechneter Eigenfrequenzen die elastischen Konstanten sehr genau ermittelt werden. Typische Abweichungen betragen für Nebendiagonalelemente der Steifigkeitsmatrix etwa 3 % und für Schubmoduli nur etwa 0,02 % [MIG97, LEI97].

Vorteilhaft bei der resonanten Ultraschallspektroskopie ist ferner die Ermittlung einer geschlossenen Lösung der elastischen Konstanten für ein und dieselbe Probe [SCH02]. Ein Fehler, der sich auf Grund statistischer Schwankungen von mehreren untersuchten Proben ergibt, ist hierbei ausgeschlossen. Weitere Vorteile liegen in den kleineren Probenabmessungen, da im Gegensatz zu Ultraschallmessungen mit Wellenimpulsen oder kontinuierlichen Wellen die Anforderung an eine ebene Wellenausbreitung entfällt. Auch Streuungen an den Grenzflächen, welche der ebenen Wellenausbreitung entgegen wirken, spielen keine Rolle, und die Ein- und Auskopplung von Ultraschallwellen von Prüfköpfen und Probe entfällt. Nachteilig hingegen ist die aufwendige Probenfertigung mit tolerierten Abweichungen in Planparallelität und Rechtwinkligkeit von maximal 10^{-3} und auch eine notwendige geringe Schallschwächung der Probe, um hinreichend viele Resonanzfrequenzen messen zu können.

Zunächst stellt sich bei der resonanten Ultraschallspektroskopie die Frage, wie die Resonanzfrequenzen der Probe berechnet werden können. Da es hierfür keine geschlossene analytische Form gibt, müssen Näherungsverfahren herangezogen werden. Einerseits können die Resonanzfrequenzen mittels Finite-Elemente-Methoden berechnet werden. Diese Herangehensweise hat zwar weniger Einschränkungen die Probe betreffend, allerdings erfordert sie einen großen Rechenaufwand und ist zur Lösung des inversen Problems nur bedingt möglich [KOL05]. Andererseits können die Resonanzfrequenzen auch durch Minimierung der Energie berechnet werden, wobei die Lagrange-Minimierung die am häufigsten angewandte Methode ist.

Die folgende Berechnung der Resonanzfrequenzen ist aus [EVE01] entnommen. Bei der Lagrange-Formulierung (L) wird über das Probenvolumen die Differenz aus kinetischer Energie (KE) und potentieller Energie (PE) minimiert:

$$L = \int_{\text{Volumen}} (KE - PE) dV \quad (\text{Gleichung 2.4.16})$$

Die Energien lassen sich wie folgt formulieren:

$$KE = \frac{1}{2} \sum_i \rho \omega^2 u_i^2 \quad (\text{Gleichung 2.4.17})$$

$$PE = \frac{1}{2} \sum_{i,j,k,l} C_{ijkl} \frac{\partial u_i}{\partial x_j} \frac{\partial u_k}{\partial x_l} \quad (\text{Gleichung 2.4.18})$$

Dabei ist u_i die Komponente des Verschiebungsvektors in Richtung i , ω wieder die Kreisfrequenz, die sich aus der Annahme einer harmonischen Anregung ergibt (entsprechend Gleichung 2.4.2), ρ die Dichte und C_{ijkl} die Komponente des Steifigkeitstensors. Bei Verbundwerkstoffen versteht man darunter entsprechend den effektiven Steifigkeitstensor $\langle C_{ijkl} \rangle$. Um ein Minimum der Lagrange-Formulierung (L) zu finden werden die Gleichungen 2.4.17 und 2.4.18 in 2.4.16 eingesetzt und nach u abgeleitet:

$$\delta L = \int_{\text{Volumen}} \left\{ \sum_i \left[\rho \omega^2 u_i^2 - \sum_{j,k,l} C_{ijkl} \frac{\partial^2 u_k}{\partial x_j \partial x_l} \right] \delta u_i \right\} dV \quad (\text{Gleichung 2.4.19})$$

$$- \int_{\text{Oberfläche}} \left\{ \sum_i \left[\sum_{j,k,l} \vec{n}_j C_{ijkl} \frac{\partial u_k}{\partial x_l} \right] du_i \right\} dS$$

Da δu_i im Volumen (V) und auf der Oberfläche (S) beliebig ist, müssen die Werte von u_i die zu stationären Werten in L führen, die Bedingung erfüllen, dass beide Werte in den Klammern jeweils gleich null sind. Der zweite Term in Gleichung 2.4.19 ist ein Ausdruck für die Randbedingung der freien Oberfläche. Hierbei ist \vec{n}_j der Einheitsvektor senkrecht auf der Oberfläche (S). Für einen freien Körper ohne angreifende äußere Kräfte summiert sich der letzte Term zu null und muss in den folgenden Betrachtungen nicht mehr berücksichtigt werden. Für die folgende Berechnung der Resonanzfrequenzen wird das Rayleigh-Ritz-Variationsprinzip angewandt. Dabei wird der Verschiebungsvektor als eine Menge von Basisfunktionen ausgedrückt.

$$u_i = \sum_{\lambda} a_{i\lambda} \phi_{\lambda} \quad (\text{Gleichung 2.4.20})$$

Dabei sind $a_{i\lambda}$ die Entwicklungskoeffizienten und ϕ_{λ} die Basisfunktionen. Holland [HOL68] hat trigonometrische Basisfunktionen angewandt, wohingegen Demarest [DEM71] und Ohno [OHN76] Legendre Polynome verwendet haben. Visscher [VIS91] hat als Basisfunktionen Potenzen der kartesischen Koordinatenachsen angewandt ($\phi_{\lambda}=x^l y^m z^n$ mit $\lambda=(l,m,n)$ einen Satz von nicht negativen ganzen Zahlen). Diese Art von Basisfunktionen hat sich als numerisch stabil und geeignet für unterschiedliche Formen und Symmetrien erwiesen. Durch Einsetzen von Gleichung 2.4.20 in 2.4.19 erhält man letztlich ein Eigenwertproblem, für dessen Lösung Algorithmen zur Verfügung stehen:

$$\omega^2 \mathbf{E} \mathbf{a} = \Gamma \mathbf{a} \quad (\text{Gleichung 2.4.21})$$

Das systematische Anpassen der Startwerte für die elastischen Konstanten an die exakten Werte kann mit einer Levenberg-Marquardt-Optimierung erfolgen. Dabei wird eine nichtlineare Optimierung der quadratischen Fehlerabweichung von experimentell ermittelten und berechneten Resonanzfrequenzen durchgeführt:

$$F = \sum_{i=1}^N w_i (f_i - g_i) \quad (\text{Gleichung 2.4.22})$$

w_i ist dabei ein Wert zwischen 0 und 1 mit dem der Einfluss einer entsprechenden Resonanzfrequenz angepasst werden kann. f_i und g_i sind die berechneten und gemessenen Resonanzfrequenzen. Es ist offensichtlich, dass die Startwerte für die elastischen Konstanten bereits vor der Optimierung durch die resonante Ultraschallspektroskopie hinreichend genau bekannt sein müssen. Würde man bei einer Probe orthotropes Materialverhalten erwarten und man parametrisiert jede unbekannte Konstante mit zehn Werten, hätte man 10^9 unterschiedliche Startwerte für eine RUS-Rechnung. Allerdings kann man allgemein mit komplementären Methoden, wie beispielsweise der Ultraschallphasenspektroskopie, einzelne elastische Konstanten bereits sehr genau ermitteln und über Mischungsregeln Ideen für die fehlenden elastischen Konstanten gewinnen.

Die resonante Ultraschallspektroskopie wurde ursprünglich für die Ermittlung elastischer Konstanten an sehr kleinen Probenvolumina von dichten und homogenen Materialien entwickelt [MIG97]. Mittlerweile gibt es zunehmend Publikationen über RUS-Messungen an Verbundwerkstoffen. Bei den meisten Untersuchungen wurden Metallmatrix-Verbundwerkstoffe untersucht, welche eine geringere Schallschwächung als poröse Materialien aufweisen. Auch sind die Größenordnungen der Inhomogenitäten verglichen mit den Abmessungen der Proben viel kleiner. Jung et al. [JUN99] führten RUS-Messungen an mit SiC-Partikel verstärkten Aluminiumlegierungen mit Partikelgehalten von bis zu 30 % durch, mit Partikelgrößen von 8 μm bei Probenabmessungen von etwa 2 mm. Vuorinen et al. [VUO02] untersuchten SiC-faserverstärktes Ti6Al-4V mit Faser-volumengehalten von 50 %. Die Probenabmessungen lagen hier bei etwa 4 mm. Koopman et al. [KOO02] haben WC/Co-MMC untersucht mit Probenabmessungen im cm-Bereich und Partikelgrößen und -volumina von 14 μm und 20 %. Bei diesen Veröffentlichungen sind die Größenordnungen der Inhomogenitäten deutlich kleiner als die Probenabmessungen. Liu et al. [LIU97] haben an einem keramischen Verbundwerkstoff mit Laminatarchitektur RUS-Messungen durchgeführt. Dabei haben sie zwei Proben untersucht, eine mit 0° -orientierten Lagen und eine mit $0^\circ/90^\circ$ -orientierten Lagen. Die Abmessungen der Proben lagen bei etwa 3 mm, die Dicke der Lagen bei etwa 200 μm und die Faserdurchmesser bei etwa 15 μm . Die Porosität der Proben lag

bei unter 1 %. Bei den Proben konnten die ersten 70 Resonanzen erfolgreich gemessen werden, allerdings wurden nur die ersten 33 Resonanzfrequenzen für die Berechnung der elastischen Konstanten berücksichtigt. Die quadratische Fehlerabweichung von gemessenen und berechneten Resonanzfrequenzen lag für die 0°-orientierte Probe bei 0,25 % (transversale Isotropie) bzw. bei 0,19 % (orthotrope Symmetrie). Die 0°/90°-orientierte Probe zeigte eine höhere quadratische Fehlerabweichung von 0,45 % für tetragonale Symmetrie. Dass nicht weitere Resonanzfrequenzen für die Berechnung berücksichtigt wurden, lässt vermuten, dass die Abweichung von gemessenen und berechneten Resonanzfrequenzen für diese Probe deutlich größer geworden wäre. Dies könnte daran liegen, dass die 0°/90°-Probe die Anforderung an Homogenität nicht hinreichend erfüllt. Der Einfluss an Heterogenität bei einer RUS-Messung wurde in einer neueren Veröffentlichung von Kaplan et al. [KAP09] diskutiert. Hierbei wurden polykristalline Proben aus reinem Kupfer mit Abmessungen von 4,5 x 6,0 x 7,0 mm³ sukzessive wärmebehandelt, was zu einem Kornwachstum führte. Die quadratische Fehlerabweichung hat mit steigendem Korndurchmesser ebenfalls zugenommen. Kaplan et al. haben daraus als maximal zulässige Größe der Inhomogenitäten, in diesem Fall der Korndurchmesser, bezogen auf die kürzeste Abmessung der Probe, von 15 % vorgeschlagen.

3 Versuchswerkstoffe und Probengeometrien

3.1 Versuchswerkstoffe

Untersucht wurden Kohlenstoff/Kohlenstoff-Verbundwerkstoffe in unterschiedlichen Stadien der chemischen Gasphaseninfiltration und nach sukzessiven Wärmebehandlungen. Die Probenherstellung erfolgte überwiegend am Institut für Technische Chemie und Polymerchemie des KIT. Zur Untersuchung größerer Proben stand auch eine bei der Firma SinTec infiltrierte Charge zur Verfügung. Die Charakterisierung der pyrolytischen Kohlenstoffmatrix (PyC) erfolgte an einem vergleichbaren Material der Firma Schunk Kohlenstofftechnik.

3.1.1 Untersuchte Faserpreforms

Es handelt sich um zwei unterschiedliche C/C-Vorformen (Preforms): Ein Filz mit einem Faservolumengehalt von 7,1 % und ein zweidimensional verstärktes Laminate mit einem Faservolumengehalt von 22,5 %.

Filz-Preform

Die Filz-Preform stammt ursprünglich von der Firma Conradty (Nürnberg) und wird beispielsweise als Wärmeisulationsmaterial in Hochtemperaturanwendungen verwendet. Dies erklärt auch den vergleichsweise niedrigen Faservolumengehalt von 7,1 %, welcher sich durch Wiegen und Abmessen errechnet¹ (siehe Kapitel 4.3.1). Es ist anzunehmen, dass es sich bei den Fasern um HT-Fasern handelt, da diese neben einer hinreichenden thermischen und mechanischen Stabilität unter den Kohlenstofffasern am preiswertesten sind. Abbildung 3.1 zeigt einen metallographischen Schliff der Filz-Preform, bei dem die Preform zuvor in Epoxidharz eingebettet wurde. Die Kohlenstofffasern sind regellos in der 1-2-Ebene angeordnet. Einzelne Faserbündel sind parallel zur Richtung 3 orientiert, so dass aufgrund der Faserarchitektur von Transversalisotropie auszugehen ist.

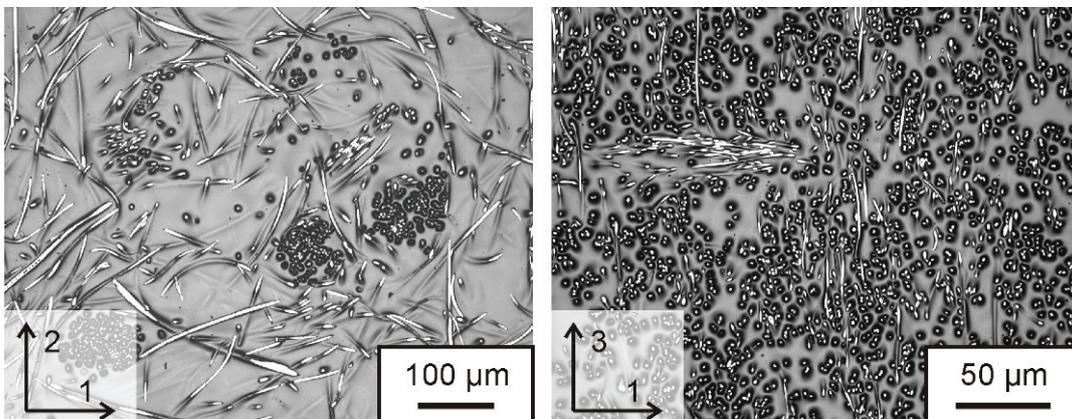


Abbildung 3.1: Metallographische Aufnahme des Filz-Preforms. Links parallel und rechts senkrecht zur isotropen Ebene.

¹ bei Annahme einer Faserdichte für HT-Fasern von 1,72 g/cm³ [ZHA02]

2D-0°/0°/90°/90°-Preform

Der Laminatwerkstoff stammt von der Firma Surface Transforms (Ellesmere Port, UK). Die Kohlenstofffasern sind HT-Fasern (Panox[®] von SGL Carbon) mit einem E-Modul von 190 GPa und einer Dichte von 1,72 g/cm³ [HEN02]. Abbildung 3.2 zeigt einen metallographischen Schliff der, in Epoxidharz eingebetteten, Preform mit einer schematischen Darstellung der unterschiedlichen Lagen. Unidirektionale Lagen (UD-Lagen) sind entweder parallel zu Richtung 1 oder parallel zu Richtung 2 orientiert, mit jeweiligen Dicken von 1,05 mm. Die UD-Lagen sind durch Filzlagen voneinander getrennt, welche zwischen gleichorientierten UD-Lagen eine Dicke von 0,2 mm und zwischen senkrecht zueinander orientierten UD-Lagen eine Dicke von 0,4 mm aufweisen. Die Laminatlagen wurden miteinander vernäht, wodurch auch vergleichsweise viele C-Fasern senkrecht zu den Laminatlagen orientiert sind. Diese zeigen allerdings keine geradlinige, sondern eine geschwungene Form.

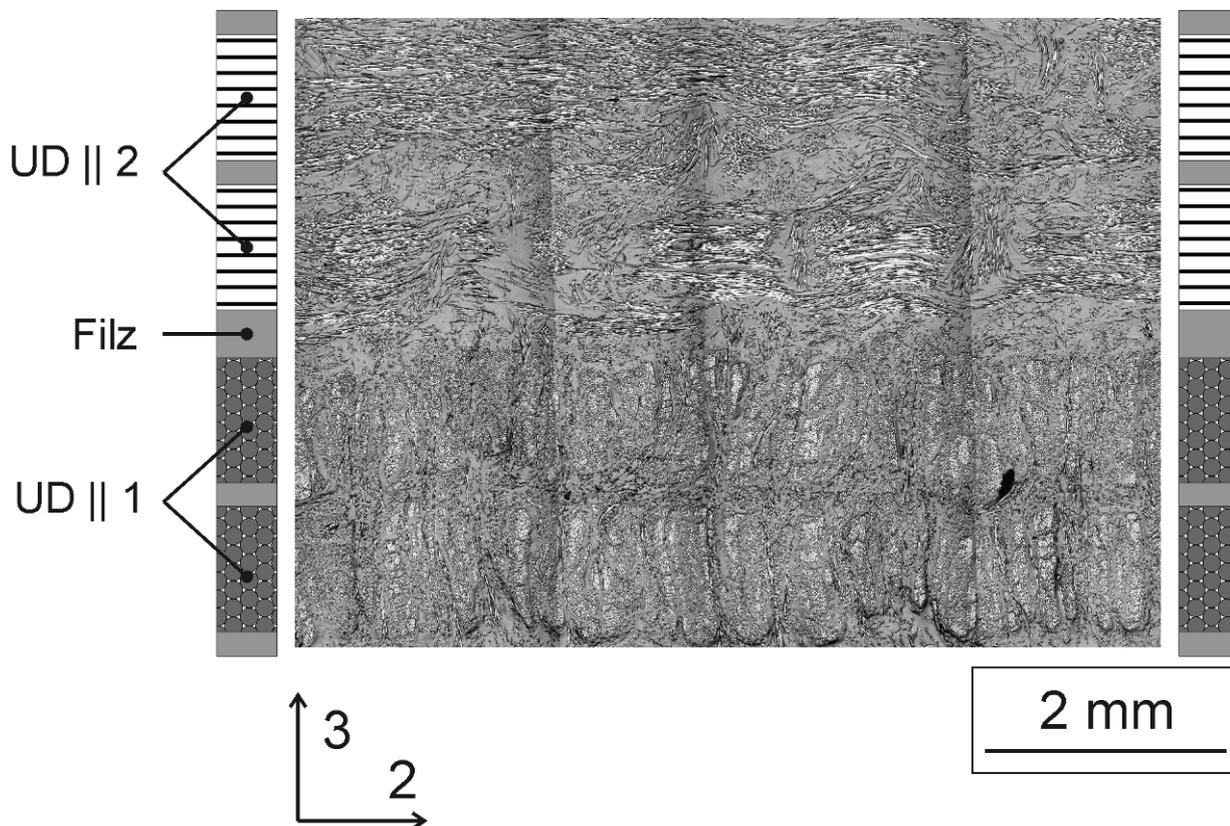


Abbildung 3.2: Metallographische Aufnahme des 2D-0°/0°/90°/90°-Preforms und schematische Darstellung der UD- und Filz-Lagen

Abbildung 3.3 zeigt eine detailliertere Ansicht der UD-Lagen. Die Fasern sind hier überwiegend parallel zu Richtung 2 orientiert und stehen somit senkrecht zur Bildebene. Die Fasern sind in Bündeln (Rovings) angeordnet, welche durch die Nadelung in 3-Richtung durchdrungen werden. Der mittlere Faserdurchmesser aus Abbildung 3.3 rechts errechnet sich zu 8,1 µm (331 ausgewertete Fasern, Standardabweichung 0,66 µm) und bestätigt somit die Werte von 8,0 µm [ZHA03] bzw. 8,7 µm [ERM06].

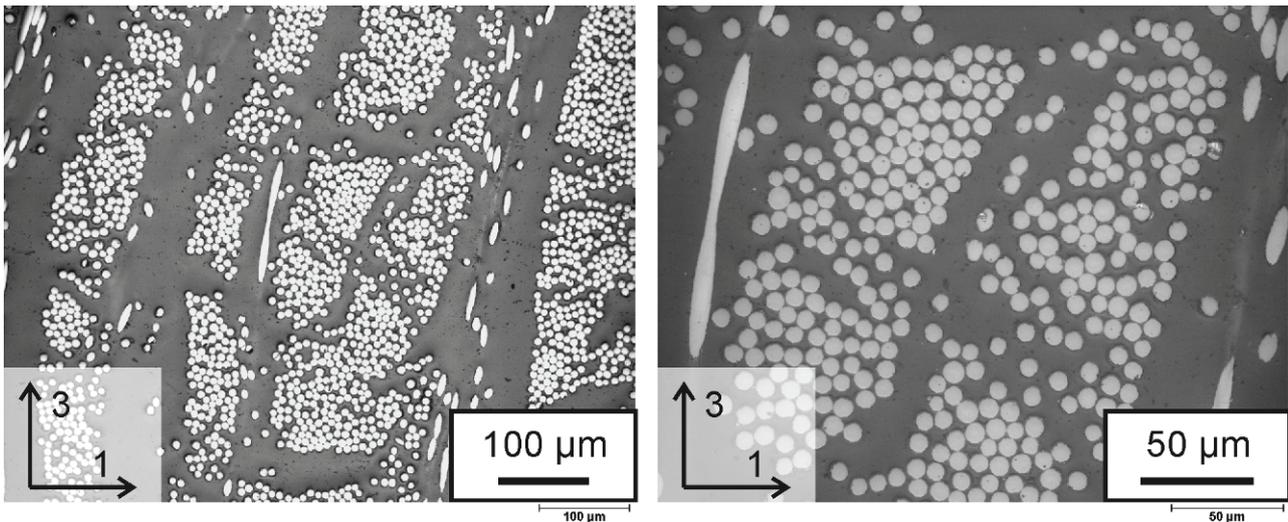


Abbildung 3.3: Detailansichten einer UD-Lage (Fasern parallel zu Richtung 2). Die Fasern sind in Bündeln angeordnet und werden durch die Nadelung in vertikaler Richtung durchdrungen.

3.1.2 Chemische Gasphaseninfiltration

Die chemische Gasphaseninfiltration (Chemical Vapour Infiltration, CVI) erfolgte vorwiegend am Institut für Chemische Technik und Polymerchemie des Karlsruher Instituts für Technologie unter isothermen, isobaren Bedingungen. Eine Korrelation zwischen Infiltrationsparametern und resultierenden PyC-Texturen ist für die beiden untersuchten Preformen in den Arbeiten von Zhang und Hüttinger dargestellt [ZHA02, ZHA03]. Die Infiltrationsparameter wurden so gewählt, dass die resultierende PyC-Matrix überwiegend hochtexturiert ist. Die Abmessungen der infiltrierten Probenblöcke betragen 15 x 45 x 50 mm³ für das Filz-Substrat und 15 x 50 x 55 mm³ für das 2D-Laminat. Die Herstellung der Proben mit Laminat-Substrat erfolgte in der Diplomarbeit von Manuela Gauweiler [GAU07].

Tabelle 3.1: Parameter der isothermen, isobaren chemischen Gasphaseninfiltration (Precursor: Methan)

Substrat	Faservolumen- gehalt (%)	Temperatur (°C)	Druck (kPa)	Verweilzeit (s)	Infiltrationsdauer (h)
Filz	7,1	1095	10	0,1	25, 45, 120
Filz	7,1	1095	10	0,05	120
2D-0/0/90/90	22,5	1095	25	0,1	20, 60, 90, 120

Für die Untersuchung größerer Proben des 2D-Laminats wurde eine bei der Firma SinTec (Schongau, DE) infiltrierte Charge untersucht. Die Infiltration dieses Probenblocks, mit Abmessungen von 165 x 116 x 35 mm, erfolgte bei einem Druck von 175 mbar, einem Gasfluss von 1106 l/h und einer Dauer von 120 Stunden. Die Abscheidetemperatur ist nicht bekannt.

3.1.3 Sukzessive thermische Nachbehandlung

Maximal infiltrierte Proben (120 h) des 2D-Laminatwerkstoffes wurden zusätzlich thermisch bis 2800 °C am Institut für Keramik im Maschinenbau des Karlsruher Instituts für Technologie gegläht. Die Glühung erfolgte in einem mit Helium gespülten Hochtemperaturofen für jeweils zwei Stunden, wobei Kohlenstoffspindeln die Proben kontaktfrei erhitzen. Nach zwei Stunden wurde die Stromzufuhr der Kohlenstoffspindeln abgeschaltet und die Abkühlung erfolgte im Ofen bei weiterer Spülung mit Helium.

3.1.4 Pyrolytischer Kohlenstoff von Schunk Kohlenstofftechnik

Zur Charakterisierung der PyC-Matrix wurden vergleichbare Proben eines kommerziellen Herstellers untersucht (Firma Schunk Kohlenstofftechnik GmbH, Heuchelheim). Das Ausgangsmaterial (Werkstoffbezeichnung FP 34) lag als Scheiben mit 100 mm Durchmesser und 1,5 mm Dicke vor. Laut Herstellerangaben beträgt der Anteil an Verunreinigungen weniger als 10 ppm. Eine Wärmebehandlung bei 2000 °C führt zu keiner Änderung der mechanischen Eigenschaften, was darauf schließen lässt, dass der untersuchte PyC bei Temperaturen ≥ 2000 °C abgeschieden wurde [GUE08]. Abbildung 3.4 zeigt metallographische Aufnahmen des untersuchten Materials. Typisch für diesen Werkstoff ist die konusförmige Struktur des pyrolytischen Kohlenstoffs (Abbildung links) bei der die Spitze der Konen in Richtung des Substrats zeigen [DEL03].

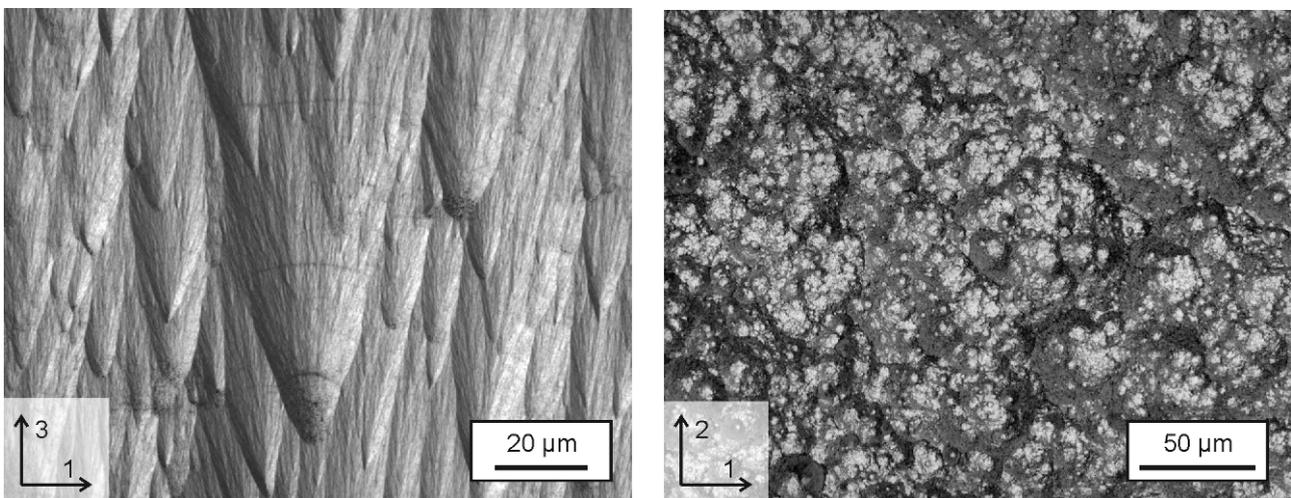


Abbildung 3.4: Metallographische Aufnahmen des pyrolytischen Kohlenstoffs im Ausgangszustand. Die Schlitze sind links senkrecht und rechts parallel zur Substratebene orientiert.

3.2 Probengeometrien

Da die Charakterisierungsmethoden zerstörungsfrei sind, wurden zu den untersuchten Werkstoffen auch Probengeometrien verwendet, die einen kombinierten Einsatz an ein und derselben Probe ermöglichen. Für die Untersuchungen denkbare Probengeometrien sind in Abbildung 3.5 dargestellt. Bei allen Proben ist eine Gefügeuntersuchung mittels der Computertomographie möglich, wobei mit zunehmender Probengröße die Auflösung abnimmt.

Zylinder weisen in nur einer Richtung planparallele Flächen auf, wodurch nur drei elastische Konstanten durch direkte Schallgeschwindigkeitsmessungen ermittelt werden können und die verbleibenden sechs elastischen Konstanten (bei Annahme von orthotroper Symmetrie) durch die resonante Ultraschallspektroskopie bestimmt werden müssen.

Quader bzw. Würfel hingegen weisen in drei senkrecht zueinander orientierten Richtungen planparallele Flächen auf und ermöglichen die Ermittlung von sechs elastischen Konstanten durch direkte Schallgeschwindigkeitsmessungen. Die verbleibenden drei elastischen Konstanten (C_{12} , C_{13} und C_{23}) lassen sich durch die resonante Ultraschallspektroskopie ermitteln.

Eine in Abbildung 3.5 rechts dargestellte **Facettenprobe** ermöglicht die Bestimmung aller neun elastischen Konstanten durch direkte Schallgeschwindigkeitsmessungen. Hierbei werden zusätzlich zu den bei Quadern vorliegenden Flächen nochmals in drei senkrecht zueinander orientierten Richtungen parallele Flächen präpariert, welche zu den bereits vorliegenden Richtungen um jeweils 45° orientiert sind.

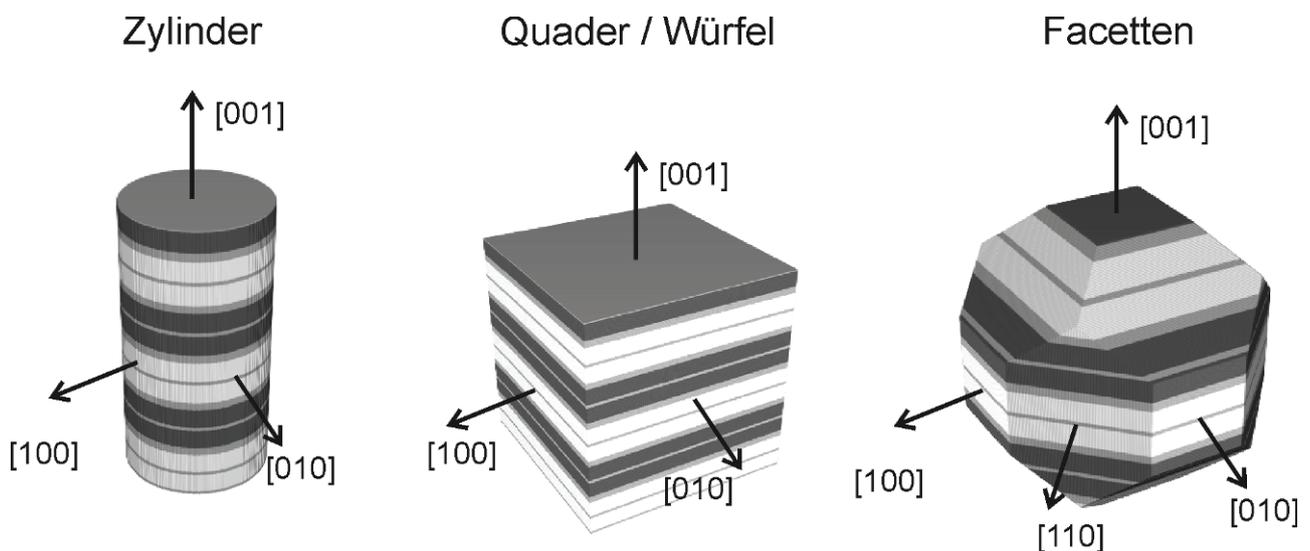


Abbildung 3.5: Mögliche Probengeometrien: Zylinder (links) mit planparallelen Flächen in einer Richtung. Quader (mittig) mit in drei senkrecht zueinander stehenden Richtungen planparallelen Flächen und eine Facettenprobe (rechts) mit zusätzlich in drei senkrecht zueinander stehenden Richtungen planparallelen Flächen, welche um jeweils 45° zu den übrigen drei Richtungen gedreht sind.

Neben der Probengeometrie ist auch die Probengröße von entscheidender Bedeutung. Die Ermittlung effektiver elastischer Konstanten erfordert Proben, die ein repräsentatives Probenvolumen erfassen und als homogen angesehen werden können [ROS99]. Betrachtet man bei dieser Überlegung den in Kapitel 3.1.1 beschriebenen 2D-Laminatwerkstoff, so liegen abhängig von der Probengröße verschiedene Volumenanteile von Filz- und UD-Lagen innerhalb der Probe vor, wie in Abbildung 3.6 dargestellt ist. Bei sehr großen Probenabmessungen konvergieren die Volumenanteile zu den auf Grund der Verstärkungsarchitektur gegebenen Anteilen von 22 % in Filz und jeweils 39 % in UD-Lagen.

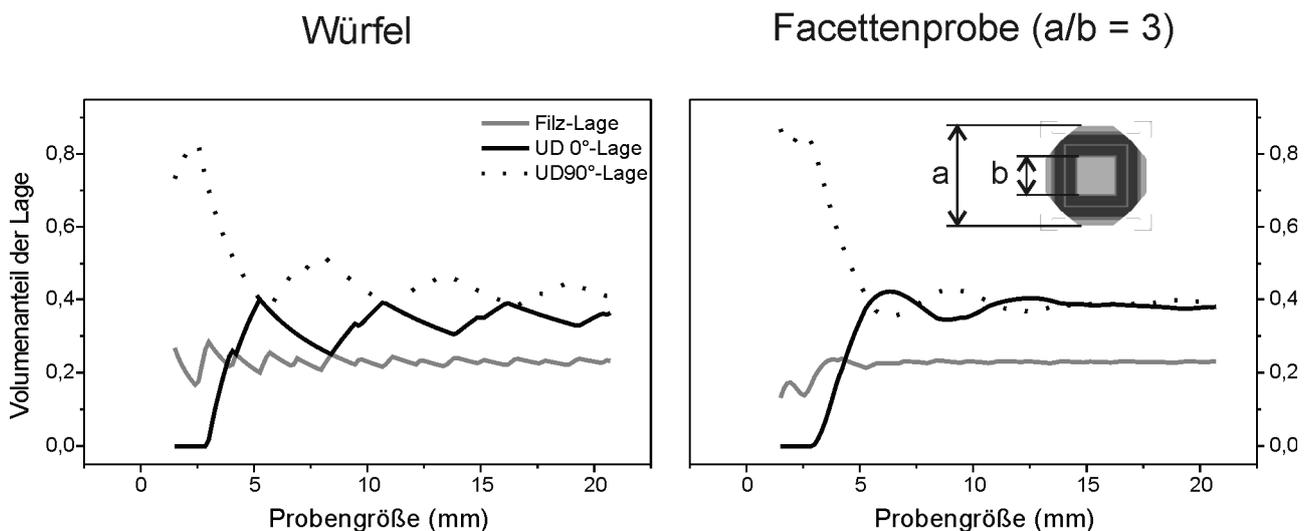


Abbildung 3.6: Verlauf der Volumenanteile unterschiedlicher Lagen des 2D-Laminatwerkstoffes (Filz-, UD 0°- und UD 90°-Lagen) als Funktion der Probengröße für die in Abbildung 3.5 dargestellten Probengeometrien und den in Kapitel 3.1.1 beschriebenen Laminataufbau.

Die Überlegung einer Mindestgröße des untersuchten Probenvolumens sowie die kombinierte Anwendung der zerstörungsfreien Prüfverfahren (Kapitel 4) an ein und derselben Probe führt zwangsläufig auf den folgenden Zielkonflikt: Einerseits ermöglichen kleine Proben eine hohe erzielbare Auflösung in der computertomographischen Untersuchung und dadurch eine genauere Abbildung der Gefügebestandteile, andererseits erfüllen große Proben die Anforderung an Homogenität, welche für die Beschreibung durch effektive elastische Konstanten erforderlich ist. Ultraschallspektroskopische Untersuchungen sind sowohl an kleinen als auch an großen Proben möglich, wobei die Schallschwächung mit steigender Probengröße ebenfalls zunimmt.

3.2.1 Probengeometrien der nicht infiltrierten Preform

Die Untersuchung der nicht infiltrierten Preform verfolgte zwei unabhängige Ziele, weshalb auch zwei unterschiedliche Probengeometrien verwendet wurden: Zum einen sollte die dreidimensionale Struktur des Preforms für ein Verständnis der Gasphaseninfiltration und eine Materialmodellierung beschrieben werden, zum anderen sollten ultraschallspektroskopische Messungen die zu erwartenden elastischen Konstanten für den Fall maximaler Porosität liefern.

Die Strukturuntersuchung wurde an einer zylindrischen Probe mit einem Durchmesser von 3 mm und einer Länge von 15 mm durchgeführt, deren Längsachse senkrecht zu den Laminatlagen orientiert ist. Durch die Wahl einer kleineren Probe konnte die computertomographische Untersuchung mit einer entsprechend höheren Auflösung durchgeführt werden. Die Messung der elastischen Konstanten erfolgte an quaderförmigen Proben gleicher Geometrie und Orientierungen wie die infiltrierten Proben, welche im folgenden Kapitel beschrieben werden. In beiden Fällen erfolgte die Probenpräparation mittels Wasserstrahlschneiden.

3.2.2 Probengeometrien des C/C-Verbundwerkstoffs

Proben unterschiedlicher Infiltrationsdauern

Für die Untersuchung von Proben unterschiedlicher Infiltrationsdauern wurden Würfel gewählt, die zumindest die Ermittlung von sechs der neun unabhängigen elastischen Konstanten durch direkte Schallgeschwindigkeitsmessungen mittels der Ultraschallphasenspektroskopie ermöglichen. Da die infiltrierten Probenblöcke kleinste Abmessungen von etwa 15 mm hatten, wurden Würfel mit einer Kantenlänge von 10,5 mm präpariert, welche acht UD-Lagen mit dazwischen liegenden Filzlagen umfassen. Ein Entnahmeplan der Proben in Bezug auf den CVI-Reaktor zeigt Abbildung 3.7 (links). Hellgrau dargestellt ist der Probenblock, dunkelgrau die 15 funkenerosiv präparierten Proben mit den Bezeichnungen 1A bis 3E. Ein metallographischer Schliff senkrecht zu den Laminatlagen ist rechts dargestellt mit einer schematischen Darstellung der Lagenfolge (Probe Nr. 3C nach 120 h Infiltrationsdauer).

Tabelle 3.2: Untersuchte Probenvarianten unterschiedlicher Infiltrationsdauern
(Werte für Probenposition 2C)

Probenvariante	L1 (mm)	L2 (mm)	L3 (mm)	Dichte (g/cm ³)
F-025-2C	8,78	8,97	8,72	0,36
F-045-2C	8,94	9,02	8,92	0,65
F-120-2C	8,96	9,02	8,95	1,44
F-120X-2C	9,02	9,01	9,01	1,75
L-020-2C	10,53	10,55	10,46	1,00
L-060-2C	10,52	10,53	10,45	1,58
L-090-2C	10,52	10,53	10,57	1,61
L-120-2C	10,45	10,46	10,46	1,69

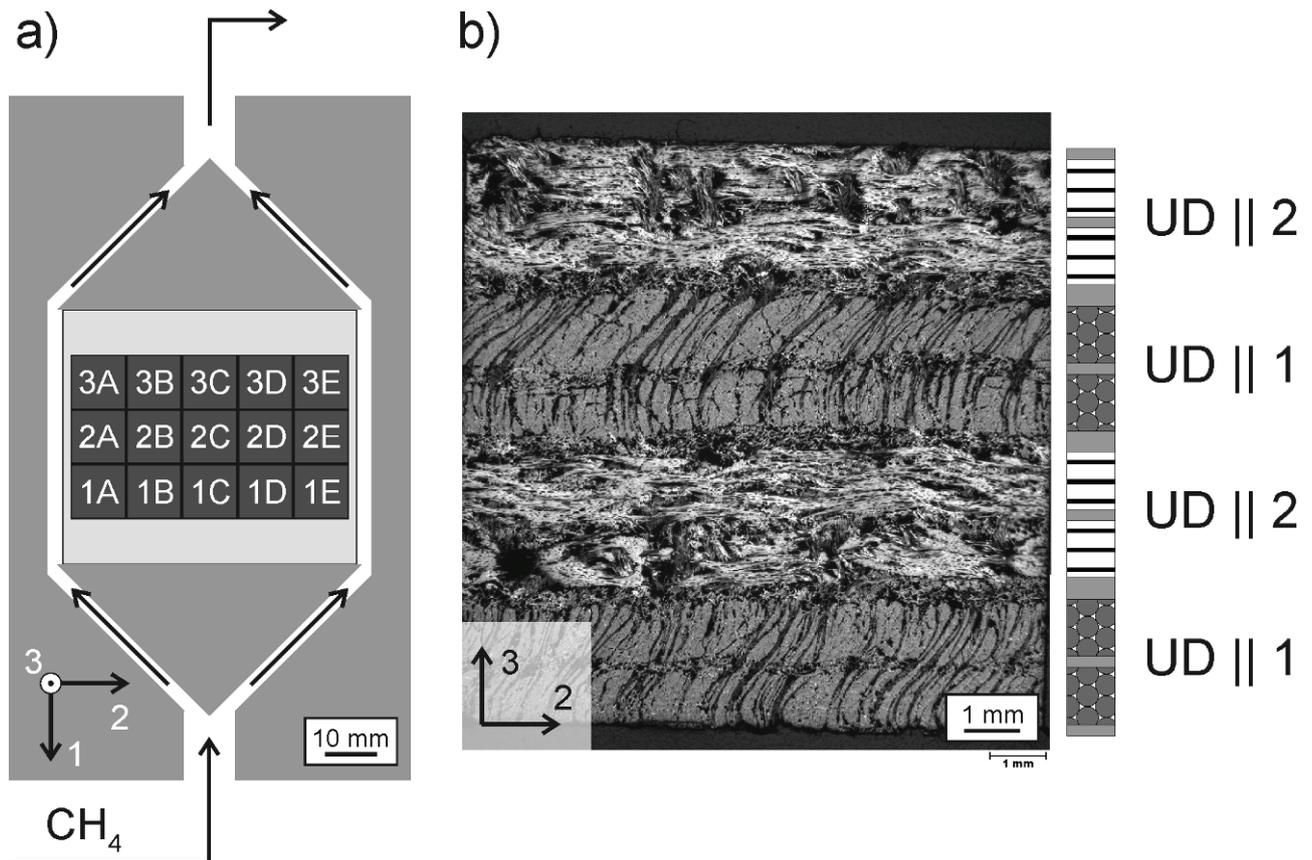


Abbildung 3.7: Chemische Gasphaseninfiltration: Skizze des CVI-Reaktors am Institut für Chemische Technik und Polymerchemie (a). Der Probenblock ist hellgrau dargestellt, die entnommenen 15 Proben mit den Bezeichnungen 1A bis 3E sind dunkelgrau dargestellt. Metallographischer Schliff einer Probe der Position 3C nach 120 Stunden Infiltrationszeit, mit einer schematischen Darstellung der Lagenfolge (b).

Tabelle 3.2 zeigt eine Übersicht der untersuchten Chargen. In der Probenbezeichnung gibt „F“ bzw. „L“ die verwendete Preform an (Filz- bzw. 2D-Laminat), die folgende dreistellige Zahl die Infiltrationsdauer in Stunden und das abschließende Kürzel die Lage im CVI Reaktor (gemäß Abbildung 3.7). Für das Filzsubstrat lag noch eine 120 h infiltrierte Charge mit einer Verweilzeit von 0,05 s (anstelle von 0,1 s) vor (Charge F120X).

Zusätzlich glühbehandelte Proben (2D-Laminat, $t=120$ Stunden)

Die in Tabelle 3.3 dargestellten Proben sind zusätzlich sukzessive glühbehandelt worden. An allen Proben wurden in den Zwischenstadien ultraschallspektroskopische Messungen durchgeführt, an der Probe L-WB-1 wurden zusätzlich computertomographische Messungen durchgeführt, um die Evolution von Rissmustern in den einzelnen Lagen zu charakterisieren. Die Proben L-WB-2, -3, -4 und -5 wurden nach den Glühbehandlungen bei 1900 °C, 2200 °C, 2500 °C und 2800 °C zur metallographischen Untersuchung entnommen.

Tabelle 3.3: Untersuchte Probenvarianten und exemplarische Angabe von Masse, geometrischen Abmessungen und berechneter Dichte

Probe	L1 (mm)	L2 (mm)	L3 (mm)	Dichte (g/cm ³)
L-WB-1	10,77	10,92	10,61	1,73
L-WB-2	8,96	9,03	10,81	1,75
L-WB-3	8,97	9,14	10,76	1,72
L-WB-4	8,97	9,03	10,81	1,73
L-WB-5	8,96	9,04	10,81	1,80
L-WB-6	8,96	9,02	10,78	1,79

Kommerziell infiltrierte Proben der Firma SinTec (2D-Laminat)

Aus dem in Kapitel 3.1.2 beschriebenen Probenmaterial der Firma SinTec sind die in Tabelle 3.4 angegebenen Proben funkenerosiv und mittels Diamantdrahtsäge präpariert worden. Dabei konnten größere Proben untersucht werden, die bis zu 20 UD-Lagen (mit dazwischen liegenden Filz-Lagen) umfassen.

Tabelle 3.4: Untersuchte Probenvarianten des bei der Firma SinTec infiltrierten Probenmaterials

Probe ¹	L1 (mm)	L2 (mm)	L3 (mm)	a/b ²	Dichte (g/cm ³)
L-SinTec-Facette	15,61	15,54	15,53	1/3	1,87
L-SinTec-20UD	30,90	30,90	30,93		1,71

¹ zur Bezeichnung der Probenvariante: „L“ entspricht dem 2D-Laminat-Preform. SinTec bezeichnet die bei der Firma SinTec durchgeführte CVI. Die Bezeichnung „Facette“ entspricht einer in Kapitel 3.2 beschriebenen Facettenprobe. Die Bezeichnung 20 UD entspricht einem Quader 20 UD-Lagen.

² a/b entspricht dem Seitenverhältnis vor bzw. nach Präparation der Facettenprobe (siehe Abbildung 3.6).

3.2.3 Probengeometrien des pyrolytischen Kohlenstoffs

Zur Untersuchung standen zwei Chargen gleicher Herstellungsparameter der Firma Schunk Kohlenstofftechnik (Material: FP34) zur Verfügung. Die Charge PyC 1 ist dieselbe, welche von Guellali et al. quasistatisch und röntgenografisch charakterisiert wurde [GUE08]. Die Präparation der Proben dieser Charge erfolgte am Institut für Keramik im Maschinenbau nach einem in [MIG97] beschriebenden Verfahren aus sechs Polierschritten. Untersucht wurde der von Schunk Kohlenstofftechnik erhaltene PyC im Ausgangszustand (AZ) sowie der Werkstoff nach einer zusätzlichen Glühung bei 2900 °C für zwei Stunden (WB). Masse, Geometrie und Dichte der vier untersuchten Proben sind in Tabelle 3.5 näher beschrieben.

Tabelle 3.5: Untersuchte Proben des pyrolytischen Kohlenstoffs (Chargen PyC 1). „AZ“ entspricht dem Ausgangszustand, „WB“ nach einer zusätzlichen Glühbehandlung bei 2900 °C

Probe	Masse (g)	L1 (mm)	L2 (mm)	L3 (mm)	Dichte (g/cm ³)
PyC1-AZ1	0,0096	1,94	1,49	1,55	2,15
PyC1-AZ2	0,0102	1,58	1,93	1,56	2,14
PyC1-WB1	0,0090	1,65	1,78	1,42	2,16
PyC1-WB2	0,0091	1,65	1,78	1,42	2,18

Um die Steifigkeitsmatrix vollständig durch Schallgeschwindigkeitsmessungen ermitteln zu können, wurden Proben aus einer zweiten Charge in einer um 45° zur Abscheiderichtung gedrehten Orientierung untersucht. Hierfür wurden aus der in Abbildung 3.8 a) gezeigten Scheibe zunächst Balken mit einer Diamantdrahtsäge präpariert. Die beiden äußeren Balken wurden in 18 kleinere Quader gesägt, um den Verlauf der Dichte in radialer Richtung zu ermitteln. Die an den 36 Proben nach dem Wassereindringverfahren ermittelte Dichte beträgt 2,178 g/cm³ mit einer Standardabweichung von 0,0078 g/cm³. Da die relative Abweichung weniger als 0,4 % beträgt, kann von einer konstanten Dichte der PyC-Scheibe ausgegangen werden. Aus einem der inneren Balken wurden die in Abbildung b) und c) exemplarisch gezeigten Proben präpariert. Die in b) gezeigte Probe ist parallel zu dem globalen Koordinatensystem orientiert und somit direkt mit den Proben im Ausgangszustand der Charge PyC 1 vergleichbar. Die in c) gezeigte Probe ist um 45° zur Abscheiderichtung orientiert. Masse, Geometrie und Dichte der Proben in 0°-Orientierung sind in Tabelle 3.6 und der Proben in 45°-Orientierung in Tabelle 3.7 aufgelistet.

Tabelle 3.6: Untersuchte Proben des pyrolytischen Kohlenstoffs (Chargen PyC 2). Die Orientierung der Proben entspricht der in Abbildung 3.8 (b).

Probe	Masse (g)	L1 (mm)	L2 (mm)	L3 (mm)	Dichte (g/cm ³)
PyC2-AZ01	0,0063	1,26	1,52	1,52	2,16
PyC2-AZ02	0,0064	1,29	1,52	1,52	2,16
PyC2-AZ03	0,0064	1,29	1,52	1,52	2,16
PyC2-AZ04	0,0066	1,34	1,52	1,52	2,14

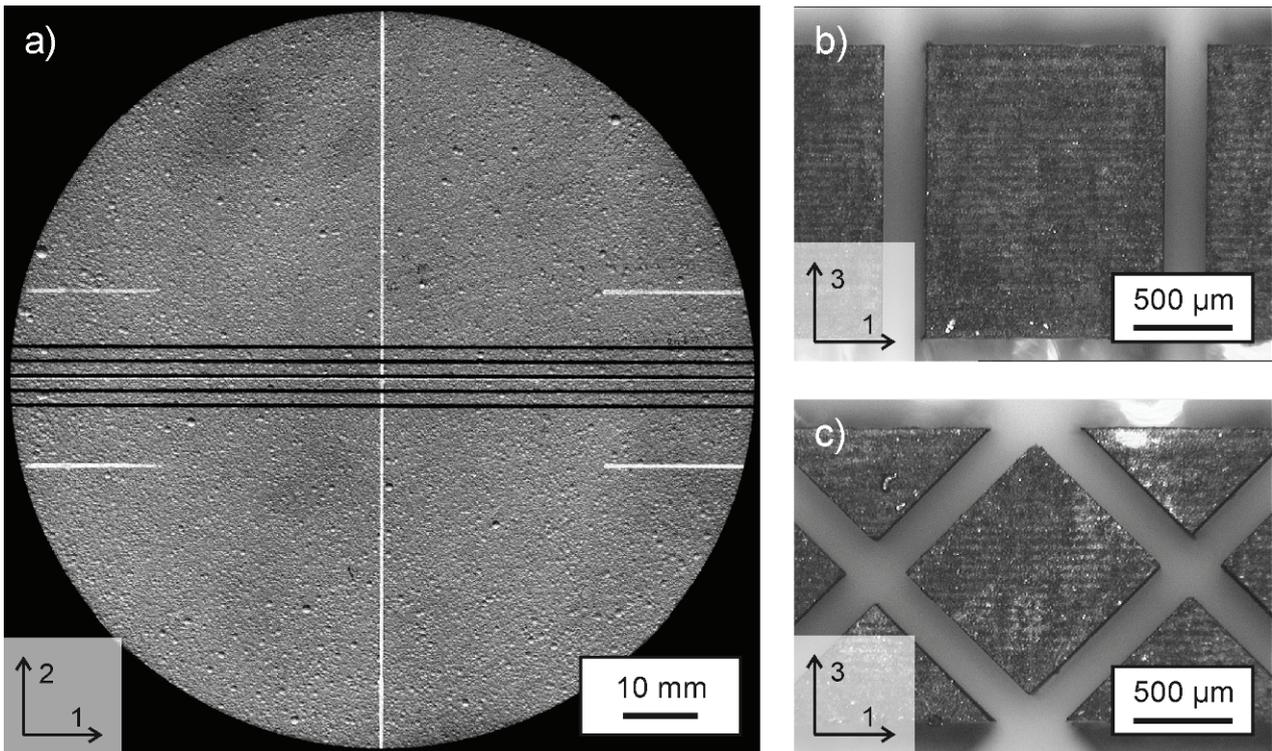


Abbildung 3.8: Präparation von Balken aus der Mitte der PyC-Scheibe (a). Einer der Balken wurde in die 1-3-Ebene gedreht aus dem vier Quader mit Orientierung parallel (b) zu dem globalen Koordinatensystem und sechs Proben um 45° zur 3-Richtung gedreht (c) präpariert wurden. Richtung 3 entspricht der Abscheiderichtung.

Tabelle 3.7: Untersuchte Proben des pyrolytischen Kohlenstoffs (Chargen PyC 2). Die Orientierung der Proben entspricht der in Abbildung 3.8 (c).

Probe	Masse (g)	L45-1 (mm)	L2 (mm)	L45-2 (mm)	Dichte (g/cm ³)
PyC2-AZ05	0,0025	0,91	1,52	0,87	2,04
PyC2-AZ06	0,0028	0,91	1,52	0,97	2,09
PyC2-AZ07	0,0027	0,93	1,52	0,91	2,13
PyC2-AZ08	0,0028	0,94	1,52	0,92	2,15
PyC2-AZ09	0,0028	0,91	1,53	0,92	2,15
PyC2-AZ10	0,0027	0,90	1,52	0,93	2,16

Anmerkung zum Koordinatensystem (siehe Abbildung 3.8):

Richtung 45-1 ist parallel zur 1. Winkelhalbierenden in der 1-3-Ebene

Richtung 45-2 ist parallel zur 2. Winkelhalbierenden in der 1-3-Ebene

4 Versuchseinrichtungen und Versuchsdurchführung

Abbildung 4.1 zeigt plakativ den kombinierten Einsatz der zerstörungsfreien Prüfverfahren an ein und derselben Probe. Vor jeder Untersuchung wurden die Proben in demineralisiertem Wasser gereinigt und im Ofen bei 120 °C getrocknet (Lagerung im Exsikkator).

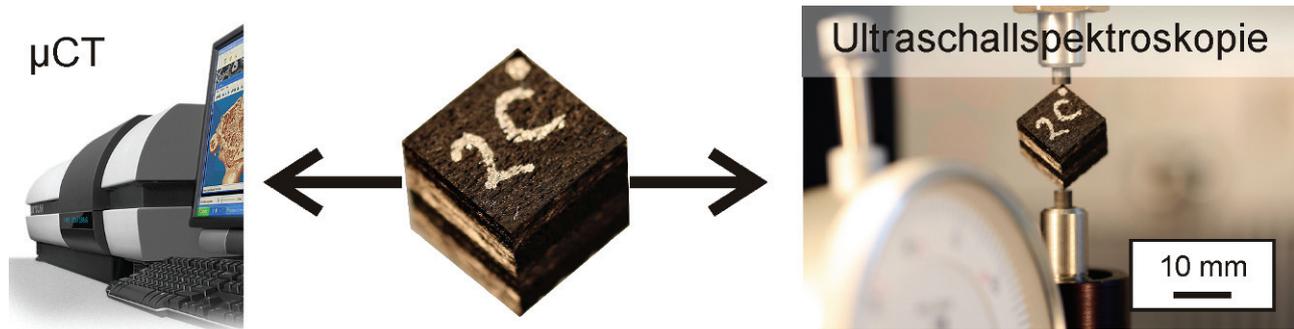


Abbildung 4.1: Verwendete zerstörungsfreie Versuchseinrichtungen: Desktop CT System der Firma Skyscan (links) und Ultraschallphasenspektroskopie, resonante Ultraschallspektroskopie (rechts) zur Struktur-Eigenschaftskorrelation an ein und derselben Probe.

4.1 µ-Computertomographie

Die Mikro-Computertomographie wurde mit dem Ziel angewandt, die mesoskopischen Riss- und Porensysteme im Werkstoff zerstörungsfrei abzubilden. Dabei sollte einerseits ein hinreichend großer Bereich der Probe abgebildet werden, andererseits sollten die Gefügebestandteile mit zufriedenstellender Auflösung dargestellt werden. Da bei dieser Untersuchung nicht eine Unterscheidung von Kohlenstofffasern und pyrolytischem Kohlenstoff erforderlich war, konnten die Messungen primär an einem konventionellen Desktop CT-System erfolgen. Für die Auswertung der µCT Daten wurden die Softwarepakete VG Studio MAX² und MATLAB³ verwendet.

4.1.1 CT mit konventioneller Röhrenstrahlung (Desktop-CT der Firma Skyscan)

Die Messungen mit einem konventionellen Desktop CT-System erfolgte in Zusammenarbeit mit der Firma RJL Micro&Analytic GmbH (Karlsdorf-Neuthardt) an den in Tabelle 4.1 aufgelisteten Proben durchgeführt. Hierbei wurden Desktop-CT-Systeme der Firma Skyscan (Kontich, Belgien) verwendet.

² VG Studio MAX 1.2, Volume Graphics, Heidelberg

³ MATLAB 7, The MathWorks Inc., Natick, Massachusetts (USA)

Tabelle 4.1: Details zu den dargestellten Desktop-CT-Ergebnissen

Probenbezeichnung	Probengeometrie und -abmessungen	Voxelkantenlänge und ROI
F-Preform	Zylinder, 3,0 mm x 15 mm	2,95 μm (900 x 900 x 800) Voxel
L-Preform	Zylinder, 3,0 mm x 15 mm	2,93 μm , (700 x 700 x 1550) Voxel
L-020-2A	Quader, 2,2 mm x 2,2 mm x 10,5 mm	3,45 μm , (400 x 400 x 2000) Voxel
L-020-2C	Würfel, (10,5 mm) ³	14,65 μm , (700 x 700 x 700) Voxel
L-120-2C	Würfel, (10,5 mm) ³	14,65 μm , (700 x 700 x 700) Voxel
L-WB-1	Würfel, (10,5 mm) ³	14,65 μm , (700 x 700 x 700) Voxel

Die Desktop-CT-Messungen der Laminatproben erfolgte mit dem System Skyscan 1072, dessen Spezifikationen in Tabelle 4.2 zusammengefasst sind. Für die Wahl der Aufnahme und Rekonstruktionsparameter wurde ein möglichst guter Kontrast zwischen Kohlenstoff und Poren bei gleichzeitig minimalen Voxelgrößen gewählt. Die Messung an der Filz-Preform wurde an einem neueren System durchgeführt (Skyscan 1172), welches sich durch eine CCD-Kamera höherer Auflösung verglichen mit dem System Skyscan 1072 unterscheidet (11 MP).

Tabelle 4.2: Spezifikationen des verwendeten Desktop CT System (Skyscan 1072)

	Spezifikation des Desktop CT-Systems Skyscan 1072
Röhrenart	geschlossen, luftgekühlt
Röhrenspannung, -leistung	20-100 kV, 10 W
Röhrenstrom	0-100 μA
Brennfleckdurchmesser	< 5 μm
Targetmaterial	Wolfram
Bilderzeugung	Umwandlung der Röntgenstrahlung durch Szintillator und Aufnahme durch CCD Kamera
CCD-Kamera	1,3 MP, 12-Bit Röntgenkamera, Sichtfeld 25 mm x 25 mm
Vergrößerung	bis 120 fach
Auflösung	< 1 μm
Probengröße	max. 68 mm
Rekonstruktion	Feldkampalgorithmus auf Rekonstruktionscluster
Rekonstruktionszeit	0,63-0,69 s

4.1.2 CT am Synchrotron (ANKA)

Die in Tabelle 4.3 aufgelisteten Proben sind Gegenstand von CT-Messungen an der Topo-Tomo-Beamline der Angströmquelle Karlsruhe (ANKA) [DIE08]. Die Messungen erfolgten im Phasenkontrast und ermöglichten durch die Abbildung von Phasengrenzen auch eine qualitative Unterscheidung zwischen C-Fasern und PyC.

Tabelle 4.3: Untersuchte Proben mittels Synchrotronstrahlung

Probenbezeichnung	Probengeometrie und -abmessungen	Voxelkantenlänge und ROI
L-Preform	Zylinder, 3,0 mm x 15 mm	1,8 μm (1450 x 1450 x 2400) Voxel
L-090-2E	Quader, 2,0 mm x 2,0 mm x 10,5 mm	1,8 μm (1200 x 1200 x 2400) Voxel
L-120-2E	Quader, 2,0 mm x 2,0 mm x 10,5 mm	1,8 μm (1200 x 1200 x 2400) Voxel

4.2 Ultraschallspektroskopische Untersuchungen

Die ultraschallspektroskopischen Verfahren ermöglichen es, die effektiven elastischen Konstanten der mittels μ CT untersuchten Proben zu ermitteln. Abbildung 4.2 zeigt schematisch den Versuchsaufbau für die Ultraschallphasenspektroskopie (links) und die resonante Ultraschallspektroskopie (rechts). In beiden Fällen wurde ein Netzwerkanalysator der Firma Advantest des Typs R3754A verwendet. Die Ansteuerung des Netzwerkanalysators erfolgte mit einer LabView Programmierung.

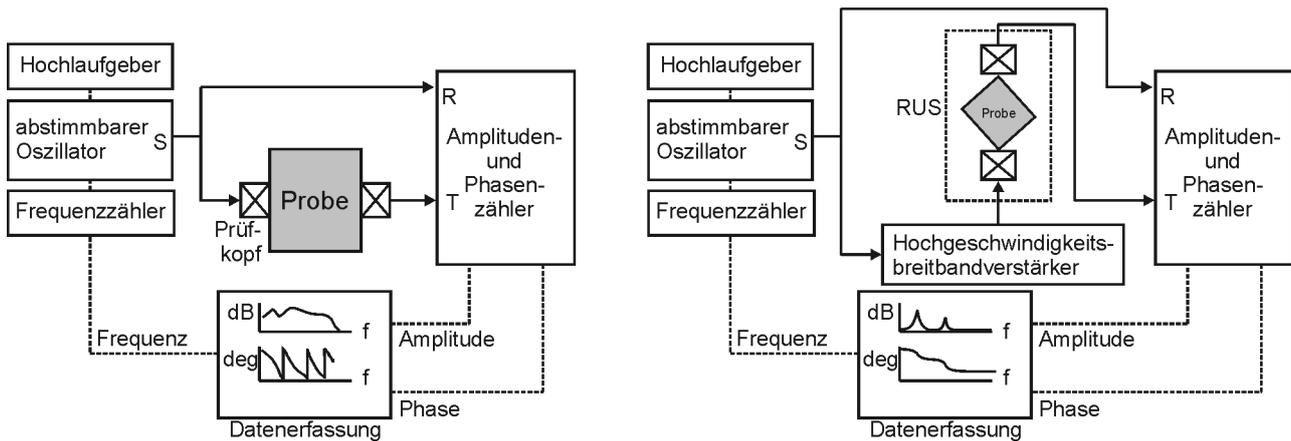


Abbildung 4.2: Schematische Darstellung der Ultraschallphasenspektroskopie (links) und der resonanten Ultraschallspektroskopie (rechts)

4.2.1 Ultraschallphasenspektroskopie

Für die ultraschallphasenspektroskopischen Messungen sind jeweils zwei baugleiche Ultraschallprüfköpfe aus Tabelle 4.4 verwendet worden. Die Polarisierung der Scherwellenprüfköpfe wurde mit einer in [KAR80] beschriebenen Apparatur überprüft. Die Ankopplung der Prüfköpfe an die Proben erfolgte mit Rübensirup, welcher nach der Messung mit demineralisiertem Wasser von den Proben gelöst wurde. Jedes aufgenommene Phasenspektrum umfasst 1201 Datenpunkte mit einer Messzeit von 25 ms pro Datenpunkt.

Tabelle 4.4: Übersicht der verwendeten Ultraschallprüfköpfe

Ultraschallprüfkopf	Polarisation	Durchmesser (mm)	Mittenfrequenz (MHz)
Panametrics V101	longitudinal	25,4	0,5
Panametrics V110	longitudinal	6,4	5,0
Panametrics V122	longitudinal	9,5	7,5
Panametrics V153	transversal	12,7	1,0
Panametrics V155	transversal	12,7	5,0

An die Phasenspektren wurde in einem möglichst weiten Frequenzbereich eine lineare Regression durchgeführt und aus der Steigung die Ausbreitungsgeschwindigkeit der Wellen berechnet. Die Auswertung der Phasenspektren erfolgte mit Microsoft Excel [WAN98a].

4.2.2 Resonante Ultraschallspektroskopie

Die für die resonante Ultraschallspektroskopie verwendete kommerziell erhältliche Apparatur stammt von der Firma Quasar (Quasar International Inc., Albuquerque, USA). Abbildung 4.3 (a) zeigt exemplarisch eine Probe, die zwischen die beiden Prüfköpfe der RUS-Apparatur platziert ist. Für die RUS-Messungen wurde zwischen Apparatur und Netzwerkanalysator ein Hochgeschwindigkeitsbreitbandverstärker der Firma NF⁴ geschaltet (Typ BA4825), der das Spannungssignal von 3 V (peak-to-peak) auf 40 V (peak-to-peak) in einem Frequenzbereich bis 2 MHz verstärkt. Ein typisches Resonanzspektrum ist ebenfalls in Abbildung 4.3 dargestellt. Ersichtlich sind sehr scharfe und klar voneinander trennbare Eigenfrequenzen. Die Bestimmung der Eigenfrequenzen erfolgte mit der Software DRS⁵.

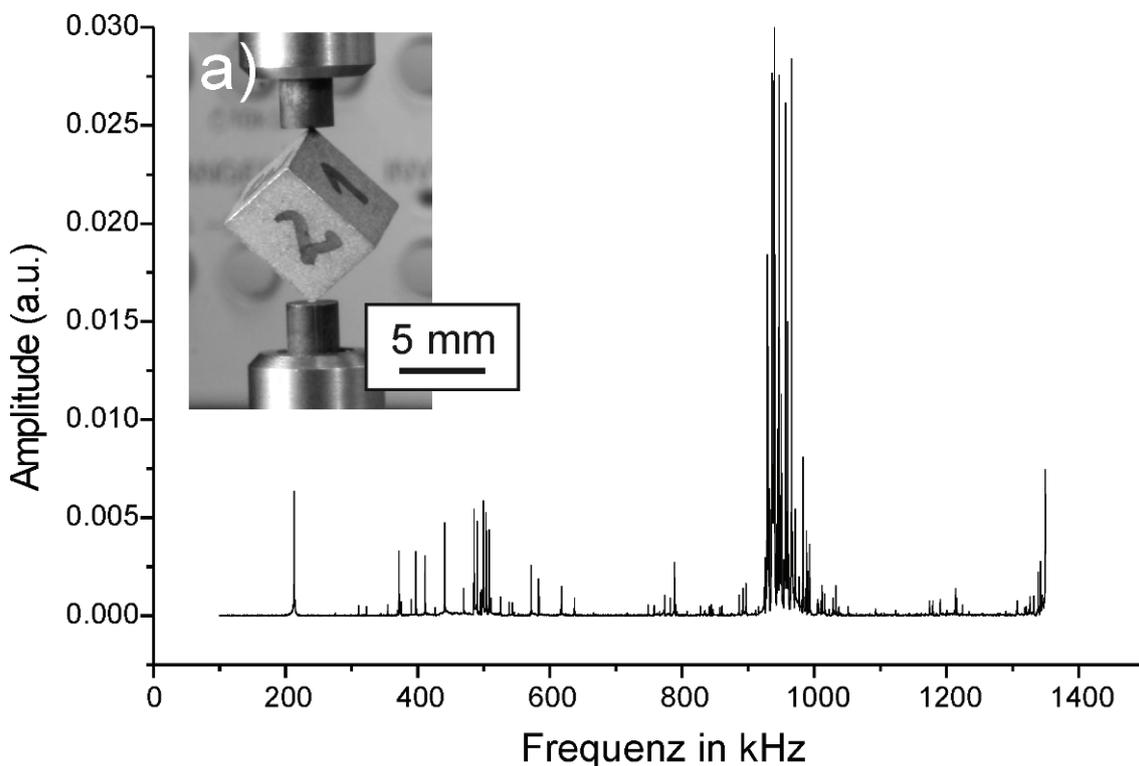


Abbildung 4.3: Typisches Resonanzspektrum. Abbildung (a) zeigt die Lage der Probe in der RUS-Apparatur.

Das systematische Anpassen der elastischen Konstanten an die gemessenen Eigenfrequenzen erfolgte mit dem Code von Migliori und Sarrao⁶. Als Startwerte wurden elastische Konstanten gewählt, die aus der ultraschallphasenspektroskopischen Messung bestimmt wurden.

⁴ NF Corporation, Yokohama, Japan

⁵ DRS Version 1.13.0, Dynamic Resonance Systems Inc., Powell, USA

⁶ LANL RPRcode Ver. 6.0, Los Alamos National Laboratory, USA

4.3 Weitere Charakterisierungen

4.3.1 Porositäts- und Dichtemessungen

Für die Berechnung der elastischen Konstanten wurde die Dichte der Proben inklusive offener Porosität verwendet. Die Dichte wurde aus dem Probengewicht und den geometrischen Abmessungen errechnet, wobei die Gewichtsmessung mit einer Waage der Firma Mettler (Typ AE240, Auflösung 0,01 mg) und die Längenmessung mit einem Tastsystem der Firma Swissinstruments (Typ TESA μ Hite, Auflösung 1 μ m) erfolgte. Bei den Chargen F025, F045 und L020 erfolgte die Längenmessung allerdings mit einem Messschieber, um sicher zu stellen, dass die Proben nicht durch ein mögliches Eindringen des Tastkopfes in die porösen Proben beschädigt werden. Ferner wurde auch die Porositäts- und Dichtemessung nach dem Wassereindringverfahren durchgeführt [DIN993-2]. Dabei wurde die folgende Gleichung verwendet, um die Dichte inklusive offener Poren zu ermitteln:

$$\rho_{\text{Gesamt}} = \rho_{\text{Wasser}} \frac{m_{\text{trocken}}}{m_{\text{feucht}} - m_{\text{tauch}}} \quad (\text{Gleichung 4.3.1})$$

Hierbei ist ρ_{Wasser} die Dichte des demineralisiertem Wasser bei der Untersuchungstemperatur, m_{trocken} das Gewicht der Probe nach 24 Stunden Trocknung bei 120°C und Abkühlung im Exhikkator, m_{tauch} das Gewicht der Probe in Wasser und m_{feucht} das Gewicht der Probe nach Abrollen auf einem feuchten Tuch (wodurch immer noch Feuchtigkeit in den offenen Poren verbleibt, die Seitenflächen allerdings keine Wassertropfen mehr aufweisen).

4.3.2 Metallographische Untersuchungen

Die lichtmikroskopischen Untersuchungen erfolgten zur Bestimmung von Faservolumengehalten und Porositäten im Hellfeld und zur Ermittlung von Schichtdicken und Texturen des pyrolytischen Kohlenstoffs mit polarisiertem Licht. Hierbei wurde das inverse Mikroskop Axiovert 200 der Firma Zeiss verwendet. Die Faservolumengehalte und Porositäten wurden quantitativ mittels MATLAB ausgewertet. Die Ermittlung der Faserdurchmesser (der nicht infiltrierten Preform) und der PyC-Schichtdicken erfolgt an senkrecht zur Schliffebene orientierten Fasern mit einer Grafiksoftware (Corel Draw).

Die Proben wurden zuvor in Epoxidharz eingebettet und mit SiC-Papier unterschiedlicher Körnung geschliffen. Abschließend erfolgte ein Polieren mit Diamantpaste.

5 Ergebnisse

Untersucht wurden zwei Faserarchitekturen in unterschiedlichen Stadien der chemischen Gasphaseninfiltration. Abbildung 5.1 zeigt die mittleren Dichten und offenen Porositäten der jeweiligen Chargen. Die Fehlerbalken entsprechen einer Standardabweichung der 15 entnommenen Proben pro Charge. Ersichtlich ist eine überwiegend geringe Streuung der Dichte und offenen Porosität innerhalb einer Charge. In Relation zu dichtem Graphit liegt auch bei den höchsten Infiltrationszeiten die Dichte immer noch etwa 25 % niedriger, bei der nicht infiltrierten Filz-Preform entsprechend 95 % niedriger.

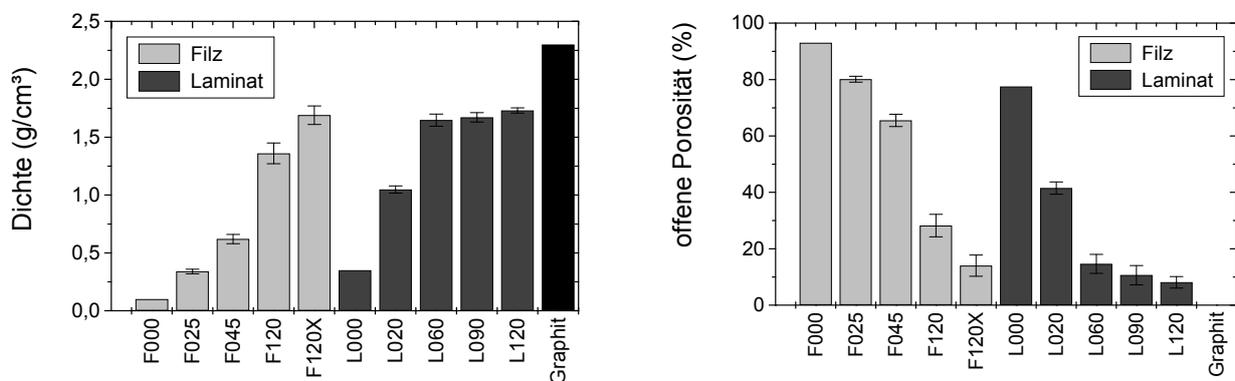


Abbildung 5.1: Mittlere Dichten (links) und offene Porositäten (rechts) der untersuchten Chargen. Zum Vergleich sind die infiltrierten Chargen mit der Dichte von Graphit sowie den Dichten und offenen Porositäten der nicht infiltrierten Preforms gegenübergestellt

In Kapitel 5.3 sind Ergebnisse zu sukzessive glühbehandelten Proben des Laminats dargestellt, welche 120 h infiltriert wurden. In Kapitel 5.4 sind Ergebnisse zu ultraschallspektroskopischen Messungen an einem HT-PyC dargestellt.

5.1 CVI-C/C: Filz

5.1.1 Lichtmikroskopische Aufnahmen

Abbildung 5.2 zeigt lichtmikroskopische Aufnahmen im polarisierten Licht zur Texturbestimmung des pyrolytischen Kohlenstoffs. Die Schliffe wurden jeweils an Proben der Position 3C angefertigt. Ersichtlich sind für alle vier Chargen zwei unterschiedliche PyC-Schichten, welche konzentrisch um die Kohlenstofffaser abgeschieden sind. Diese Schichten zeigen unterschiedliche optische Anisotropien, welche auf jeweils unterschiedlich texturierten pyrolytischen Kohlenstoff zurückzuführen sind. Mit der in Kapitel 2.2.4 beschriebenen Vorgehensweise wurden die Auslöschungswinkel A_e für die jeweiligen Lagen bestimmt. Neben den Mittelwerten sind auch die auf den Mittelwert bezogenen Standardabweichungen (σ/A_e) dargestellt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 5.1 zusammengefasst. Nach der in Abbildung 2.17 dargestellten Klassifizierung ist die jeweils 1. Schicht PyC niedrigtexturiert und die jeweils 2. Schicht PyC hochtexturiert.

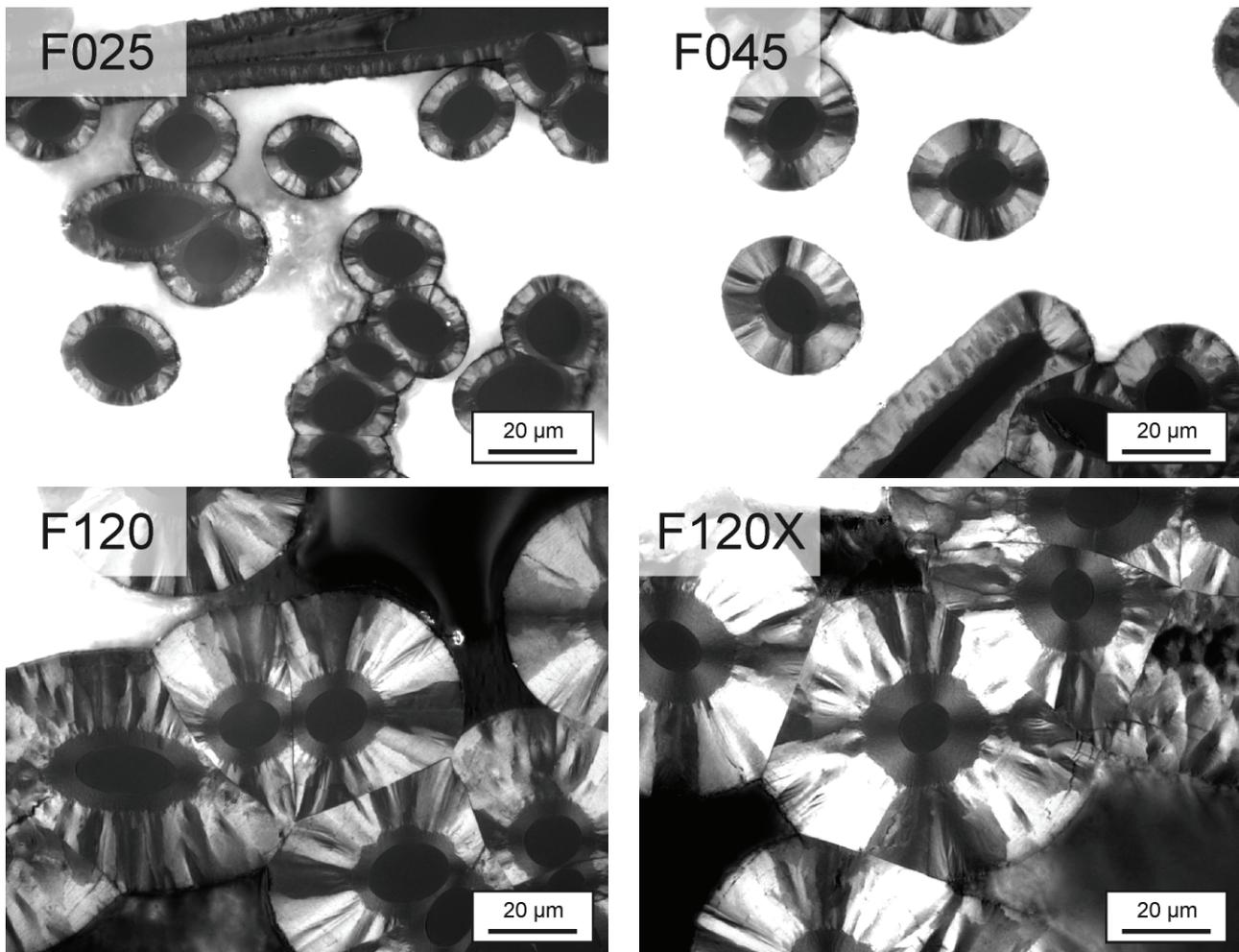


Abbildung 5.2 : CFC Filz: Lichtmikroskopische Aufnahmen im polarisierten Licht (Polarisator und Analysator gekreuzt). Detailaufnahmen der vier Chargen (Probenposition 3C, Ansicht der 1-3-Ebene)

Tabelle 5.1: CFC Filz: Ermittelte Texturen des PyC (Probenposition 3C)

Charge	Ausgewertete Fasern	1. PyC-Schicht		2. PyC-Schicht	
		A_e [deg]	$\frac{\sigma}{A_e}$	A_e [deg]	$\frac{\sigma}{A_e}$
F025	10	8,3	8,1 %	18,8	5,5 %
F045	10	7,7	8,8 %	19,7	4,8 %
F120	10	7,9	9,3 %	21,5	4,0 %
F120X	10	9,3	12,5 %	22,2	7,3 %

Ebenfalls an Aufnahmen im polarisierten Licht wurden die PyC-Schichtdicken bezogen auf den Faserradius ermittelt. Die Mittelwerte (Balken) und Standardabweichungen (Fehlerbalken) für jeweils mindestens 20 ausgewertete Fasern sind in Abbildung 5.3 dargestellt. Sowohl die Schichtdicke von LT- als auch von HT-PyC nimmt mit steigender Infiltrationszeit zu. Für die 120 Stunden infiltrierte Charge mit einer geringeren Verweilzeit von $\tau = 0,05$ s (F120X) beträgt die PyC-Schichtdicke 4,6 Faserradien und liegt damit um 1,0 Faserradien höher als bei der Charge mit $\tau = 0,1$ s und gleicher Infiltrationsdauer (F120).

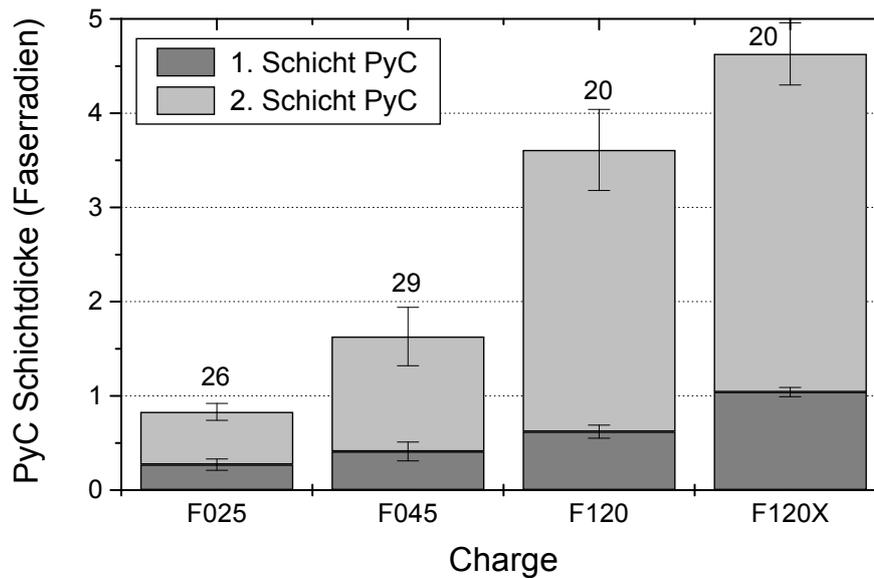


Abbildung 5.3: CFC Filz: Ermittelte Schichtdicken des PyC (in Faserradien, Probenposition 3C). Die Zahl entspricht der Anzahl ausgewerteter Fasern.

Neben der Kenntnis der Textur des pyrolytischen Kohlenstoffs und den dazugehörigen Schichtdicken ist auch die verbleibende Porosität von Interesse, welche an lichtmikroskopischen Aufnahmen im Hellfeld bestimmt wurde. Exemplarische Aufnahmen der vier Chargen sind in Abbildung 5.4 dargestellt, welche ebenfalls an Schliften der Probenposition 3C erstellt wurden. Durch den ausgeprägten Kontrast zwischen Poren und Kohlenstoff können diese Aufnahmen leicht mittels Schwellenwert segmentiert werden, so dass die Poren- und Kohlenstoffanteile quantifiziert werden können. Die Ergebnisse sind in Tabelle 5.2 dargestellt. Neben dem Mittelwert der Porosität (P_{gesamt}), ist auch die auf den Mittelwert bezogene Standardabweichung (σ/P_{gesamt}) und die Anzahl an Einzelaufnahmen dargestellt.

Tabelle 5.2: CFC Filz: Ermittelte Porositäten durch Bildauswertung (Probenposition 3C)

Charge	Einzelaufnahmen	P_{gesamt}	$\frac{\sigma}{P_{\text{gesamt}}}$
Filz-Preform	39	94,4 %	2 %
F025	10	86,5 %	5 %
F045	10	65,2 %	6 %
F120	10	28,7 %	15 %
F120X	10	14,0 %	22 %

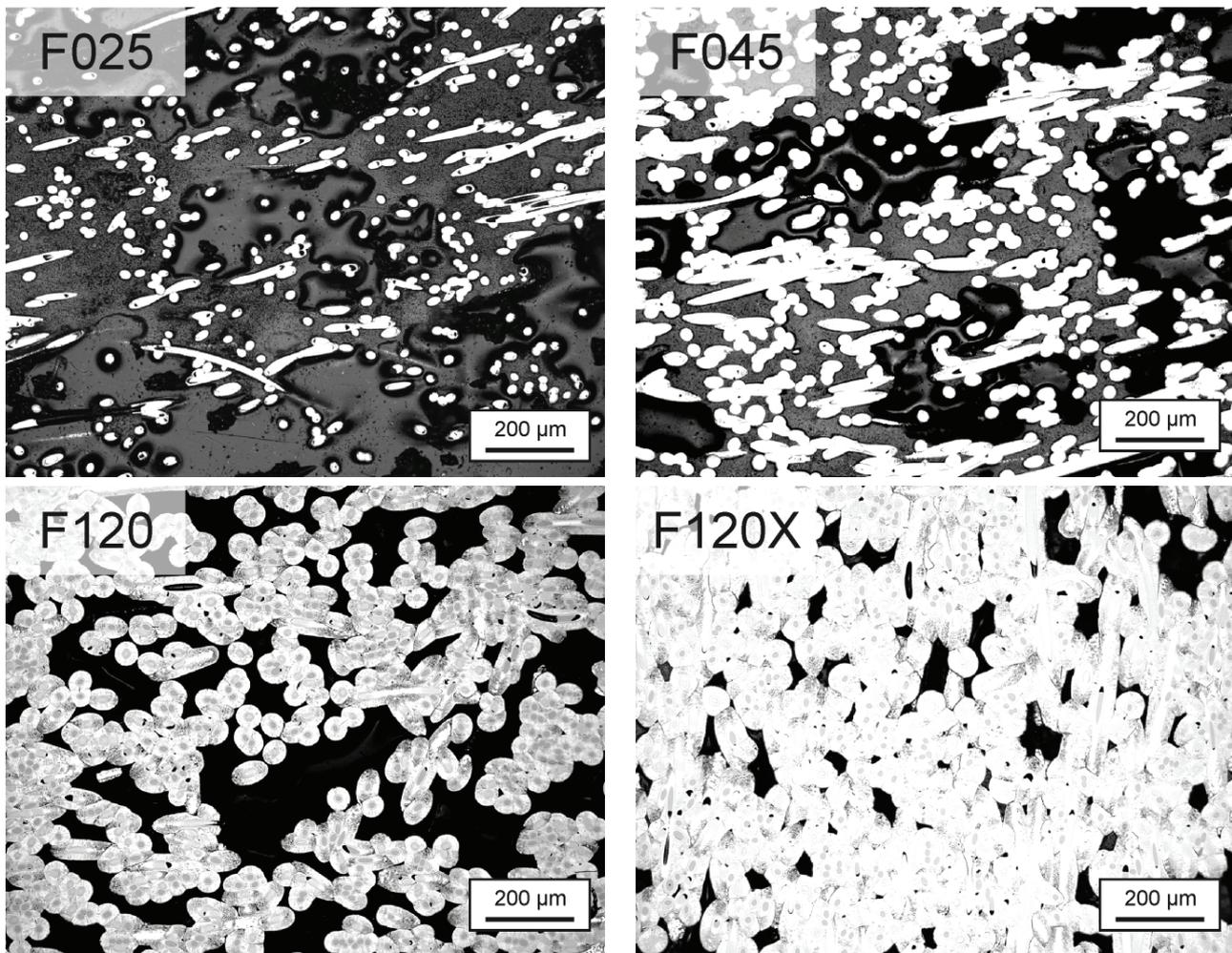


Abbildung 5.4: CFC Filz: Lichtmikroskopische Aufnahmen im Hellfeld. Übersichtsaufnahmen der vier Chargen (Probenposition 3C, Ansicht der 1-3-Ebene)

5.1.2 Dichte und offene Porosität

Die Dichte wurde einerseits über das Gewicht und die geometrischen Abmessungen der jeweiligen Probe, andererseits nach Gleichung 4.3.1 über das Wassereindringverfahren errechnet. Eine Gegenüberstellung der mittleren Dichten ist in Tabelle 5.3 dargestellt. Die mittels Wassereindringverfahren bestimmten Dichten liegen um 3-9 % über den mittels Gewicht und Abmessungen berechneten Dichten.

Tabelle 5.3: CFC Filz: Ermittelte Dichten über Masse und Geometrie (ρ_1) bzw. über Wassereindringverfahren (ρ_2)

Charge	Proben	Dichte ermittelt über Gewicht und Abmessungen		Dichte ermittelt über Wassereindringverfahren	
		ρ_1 [g/cm ³]	$\frac{\sigma}{\rho_1}$	ρ_2 [g/cm ³]	$\frac{\sigma}{\rho_2}$
F025	15	0,34	5 %	0,37	5 %
F045	15	0,62	6 %	0,68	6 %
F120	15	1,36	7 %	1,47	5 %
F120X	15	1,69	5 %	1,75	4 %

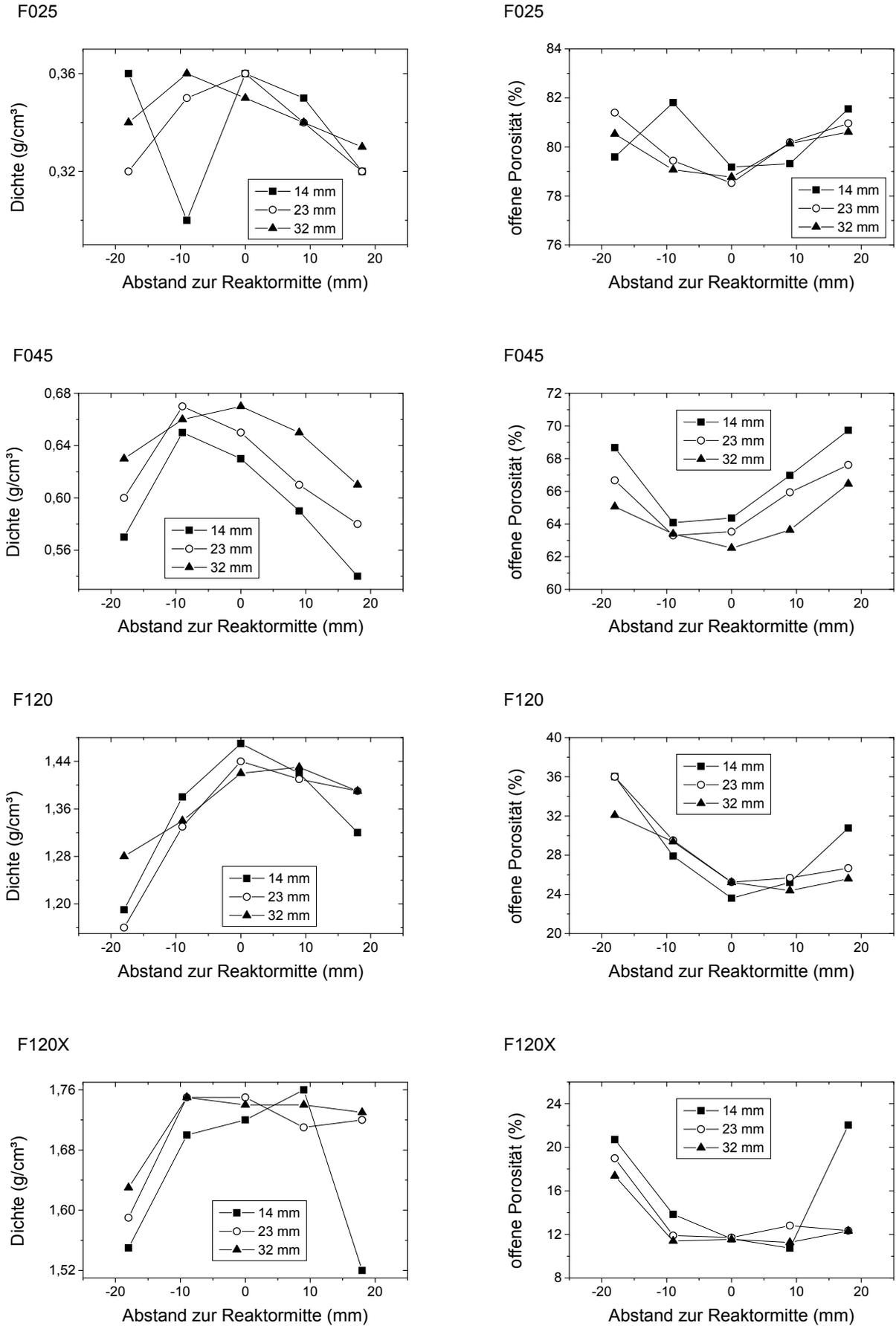


Abbildung 5.5: Dichte ρ_1 (links) und offene Porosität (rechts) der Chargen F025, F045, F120 und F120X

Abbildung 5.5 zeigt für alle Proben der vier unterschiedlichen Chargen die mittels Gewicht und Abmessungen berechnete Dichte sowie die mittels Wassereindringverfahren ermittelte offene Porosität in Bezug auf die Position im CVI-Reaktor. Die Angaben 14, 23 und 32 mm beziehen sich dabei auf den Abstand des Probenmittelpunkts zum unteren Ende des Probenblockes, am Gaseintritt. Die im Reaktor mittig gelegenen Proben zeigen eine geringfügig höhere Dichte als die Proben am äußeren Rand. Entsprechend ist die offene Porosität in den im Reaktor mittig gelegenen Proben niedriger, als die der am Rand gelegenen Proben.

5.1.3 μ -computertomographische Ergebnisse

Abbildung 5.6 zeigt einen Ausschnitt der computertomografischen Daten, welche mit dem in Kapitel 4.1.1 beschriebenen Desktop-CT-System Skyscan 1172 an der nicht infiltrierten Preform erstellt wurden. Die Voxelgröße wurde auf $2,95 \mu\text{m}$ gesetzt. Links dargestellt ist eine Projektion der maximalen Intensitäten entlang Richtung 3. Bei dieser Aufnahme wurde über alle Voxel entlang dieser Richtung integriert. Ersichtlich sind einzelne helle Bereiche von einigen hundert Mikrometern Durchmesser, welche sich von einem sonst überwiegend gleichhellen Hintergrund hervorheben. Diese Bereiche entsprechen Fasernbündel welche nahezu parallel zu Richtung 3 orientiert sind. Der überwiegend konstante Grauwert des Hintergrundes deutet auf eine Gleichverteilung der Fasern in der 1-2-Ebene hin. Dies spiegelt sich auch in dem rechts dargestellten Schnittbild der 1-2-Ebene wieder, in der die hell dargestellten Fasern überwiegend regellos in der Ebene verteilt sind. Erkennbar sind auch die Faserbündel mit senkrecht zur Faserrichtung geschnittenen Fasern.

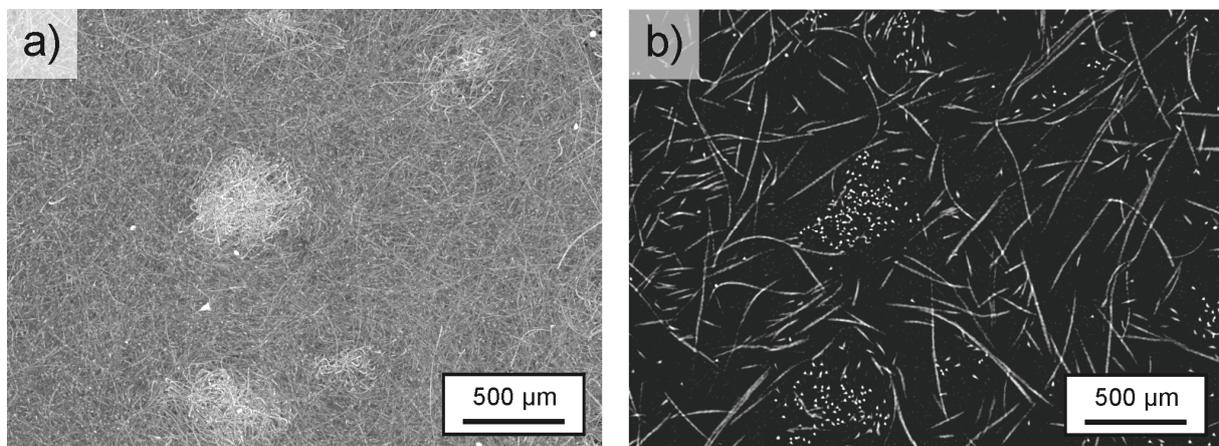


Abbildung 5.6: CFC-Filz: CT-Daten der nicht infiltrierten Preform mit einer Voxelgröße von $2,95 \mu\text{m}$.
Abbildung der maximalen Intensitäten entlang Richtung 3 (a) und Schnittbild senkrecht zur Richtung 3 (b).

Für eine quantitative Auswertung wurden die CT-Daten mit zwei unterschiedlichen Verfahren segmentiert. Die sich daraus ergebenden Faservolumenanteile und mittlere Faserdurchmesser sind in Tabelle 5.4 dargestellt. Die Faservolumenanteile wurden über das gesamte Volumen von $900 \times 900 \times 800$ Voxel ($2,6 \times 2,6 \times 2,3 \text{ mm}^3$) ermittelt. Dabei zeigt sich, dass der nominelle Faservolumenanteil von 7,1 % am besten durch die Segmentierung mittels Regionenwachstum beschrieben wird, wohingegen der Faservolumenanteil mit 10,0 % bei Schwellenwert-Segmentierung leicht überschätzt wird. Die mittleren Faserdurchmesser wurden an drei senkrecht zueinander stehenden, zentralen Schnittbildern an senkrecht geschnittenen Fasern ermittelt. In

allen Fällen wird der mittlere Faserdurchmesser überschätzt. In den Graustufenbildern ergibt sich ein Faserdurchmesser von etwa $12\ \mu\text{m}$, welcher um 50 % über dem nominellen Faserdurchmesser von $8\ \mu\text{m}$ liegt. In den segmentierten Bildern wird der Faserdurchmesser um bis zu Faktor 2 überschätzt. Die Fasern werden auch nach der Segmentierung mit beiden Methoden als zusammenhängend dargestellt, was als „Konnektivität der Fasern“ bezeichnet wurde.

Tabelle 5.4: CFC-Filz: CT-Daten nach Segmentierungen mittels Schwellenwert und Regionenwachstum

Binarisierung	Faseranteil	mittlerer Faserdurchmesser im Graustufenbild	mittlerer Faserdurchmesser im Binärbild (in μm)	Konnektivität der Fasern
Schwellenwert	10,0 %	$12,3\ \mu\text{m}$	$15,7\ \mu\text{m}$	ja
Regionenwachstum	7,2 %	$12,3\ \mu\text{m}$	$13,5\ \mu\text{m}$	ja

Die Faserverteilung entlang Richtung 3 ist in Abbildung 5.7 (links) dargestellt, welche durch eine anisotrope Gaußfilterung ermittelt wurde (siehe Kapitel 2.4.1). Dabei wurden die Faseranteile auf den gesamten Faservolumengehalt normiert. Etwa zwei Drittel der Fasern sind vorzugsweise in der 1-2-Ebene orientiert. Ein Drittel der Fasern sind vorzugsweise parallel zu Richtung 3 orientiert. Der addierte Faseranteil in 1- und 2-Richtung zeigt einen „zick-zack“-förmigen Verlauf entlang Richtung 3, was darauf deutet, dass die Faserdichte in dieser Richtung fluktuiert. Schnittbilder der markierten Positionen S1 und S2 sind in Abbildung 5.7 (rechts) dargestellt. Die Faserdichten dieser Aufnahmen betragen 9,1 % und 10,5 %.

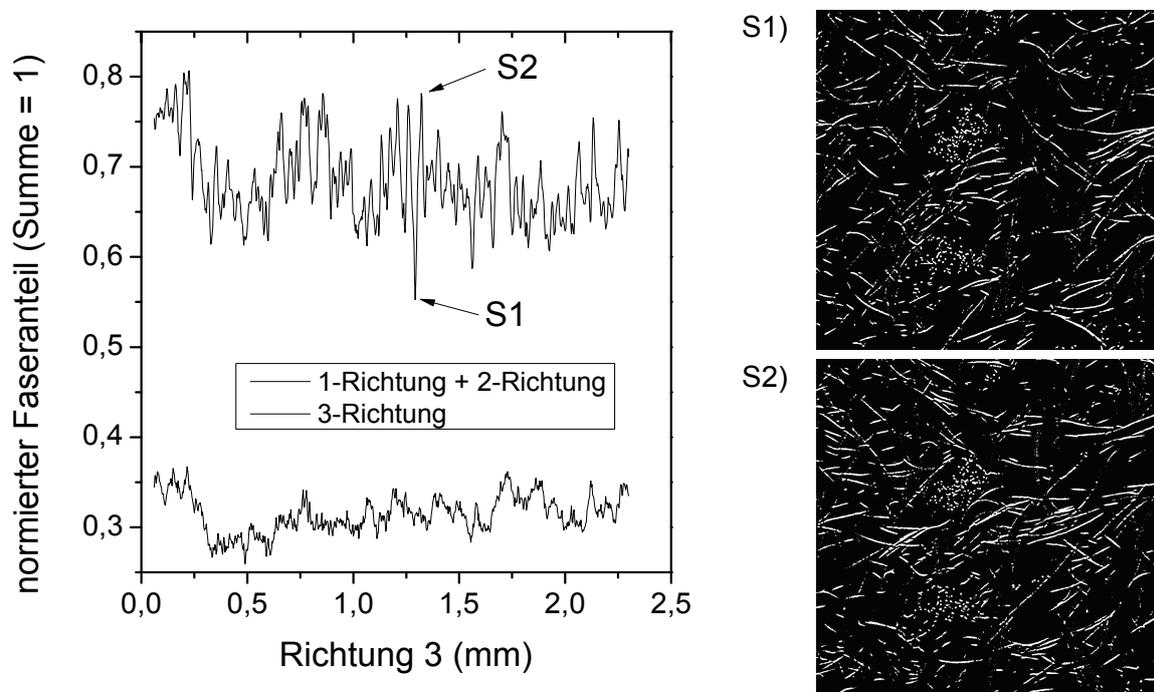


Abbildung 5.7 : CFC-Filz: Auf den gesamten Faservolumengehalt normierte Faseranteile entlang Richtung 3 (links). Das betrachtete Volumen umfasst $900 \times 900 \times 800$ Voxel. Rechts dargestellt sind Schnittbilder an den markierten Positionen S1 und S2. Die Faservolumengehalte betragen 9,1 % (S1) und 10,5 % (S2)

Die Zwischenstadien der chemischen Gasphaseninfiltration wurden näherungsweise durch ein homogenes Anwachsen der Struktur berechnet. Hierzu wurde das gesamte Volumen in 18 kleinere Volumina der Größe 301^3 Voxel unterteilt, um den Bedarf an Arbeitsspeicher zu begrenzen. Für diese Volumina wurde jeweils die euklidische Abstandstransformation berechnet, welche im Bereich des Porenvolumens den Abstand zum nächstgelegenen Faservolumen ermittelt. Sukzessive wurden benachbarte Voxel zu den Fasern hinzuaddiert und somit Zwischenstadien der Gasphaseninfiltration berechnet. Um einen Randeffekt auszuschließen, wurde für die folgende Auswertung ein innerer Bereich ausgeschnitten mit einem jeweiligen Volumen von 271^3 Voxel. Dieser Randeffekt hätte sonst zu einem geringeren Wachsen geführt, da sich auch Schichten von nahegelegenen, sich außerhalb des betrachteten Volumens befindlichen, Fasern bilden.

Abbildung 5.8 zeigt Ansichten der 1-3-Ebene für unterschiedliche Schichtdicken. Die Stadien entsprechen näherungsweise den vier untersuchten Chargen: F025 (0,74 Faserradien), F045 (1,70 Faserradien), F120 (3,69 Faserradien) und F120X (4,43 Faserradien). Grau dargestellt ist die Struktur der Fasern, weiß der abgeschiedene PyC und schwarz die verbleibende Porosität. Die Aufnahmen sind direkt vergleichbar mit den metallografischen Schlibfbildern in Abbildung 5.4.

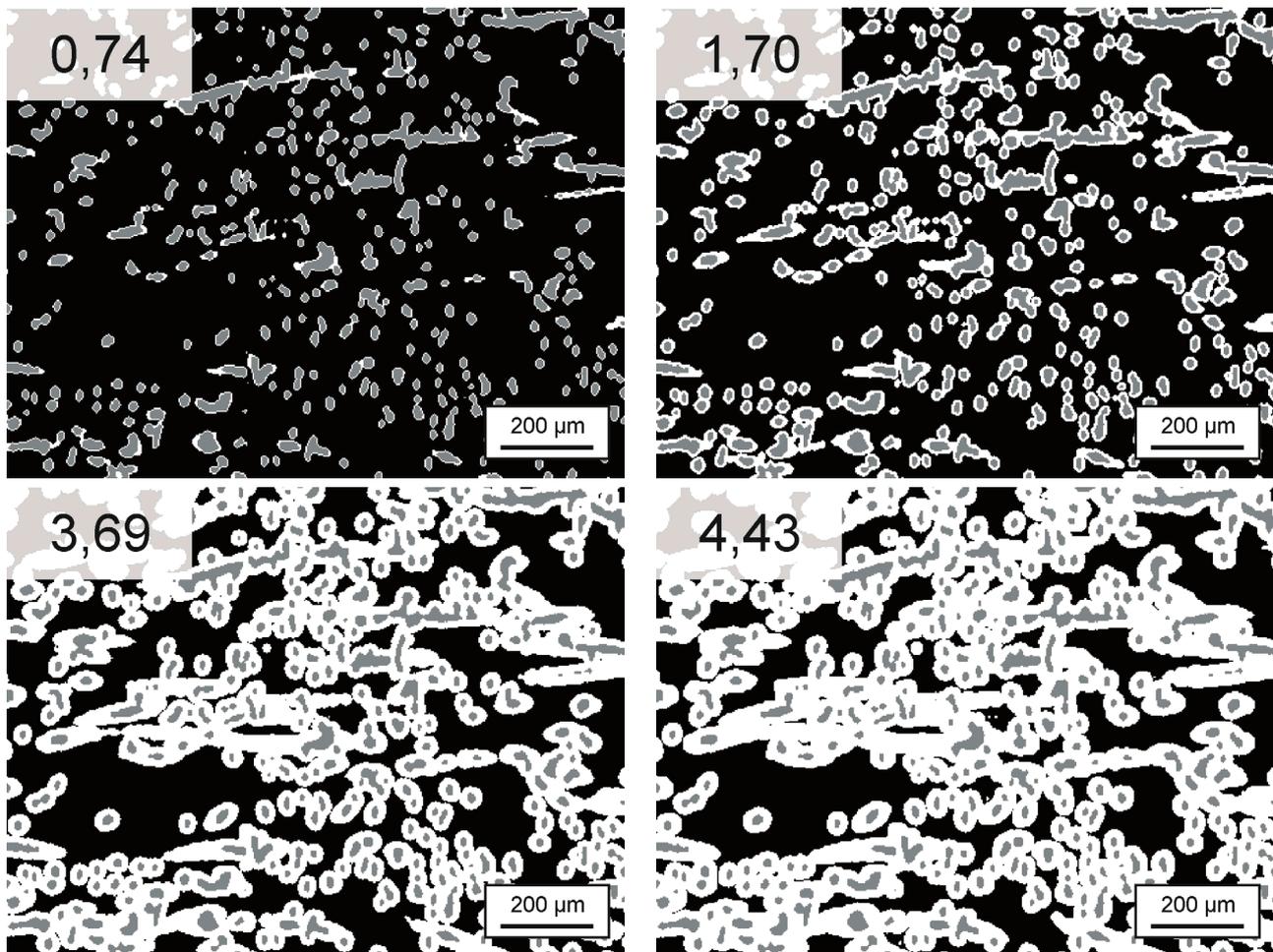


Abbildung 5.8: CFC-Filz: Berechnung der abgeschiedenen Schichtdicken auf Basis der CT-Daten. Die Schichtdicken 0,74, 1,70, 3,69 und 4,43 entsprechen näherungsweise den Chargen F025, F045, F120 und F120X. Die Darstellung ist ebenfalls in der 1-3-Ebene und direkt mit den metallographischen Aufnahmen in Abbildung 5.4 vergleichbar (Binarisierung mit Schwellenwert, angenommener Faserradius $4\ \mu\text{m}$. PyC weiss, C-Fasern hellgrau und Porosität schwarz).

Berechnet man für die 18 Volumina die Anzahl separater Poren und deren jeweiligen Volumenanteil am Gesamtvolumen als Funktion der abgeschiedenen Schichtdicke, so erhält man den in Abbildung 5.9 dargestellten Verlauf. Bis zu einer Schichtdicke von etwa 6,6 Faserradien gibt es für die 18 Volumina jeweils nur eine Pore mit einem Porenvolumenanteil von über 90 % der Gesamtporosität. Bis zu einer Schichtdicke von etwa 5,2 Faserradien liegt der Porenvolumenanteil dieser Pore bei über 99 %. Unter Annahme einer mittleren Dichte der Kohlenstofffasern von $1,72 \text{ g/cm}^3$ [ZHA02] und einer mittleren Dichte des PyCs von $2,17 \text{ g/cm}^3$ [ZHA02] lässt sich ebenfalls der Verlauf der Dichte über der abgeschiedenen Schichtdicke des PyCs berechnen. Für die Schwellenwert-Binarisierung erhält man eine Dichte des Preform von $0,17 \text{ g/cm}^3$ welche für eine Schichtdicke von 4,42 Faserradien auf $1,40 \text{ g/cm}^3$ zunimmt.

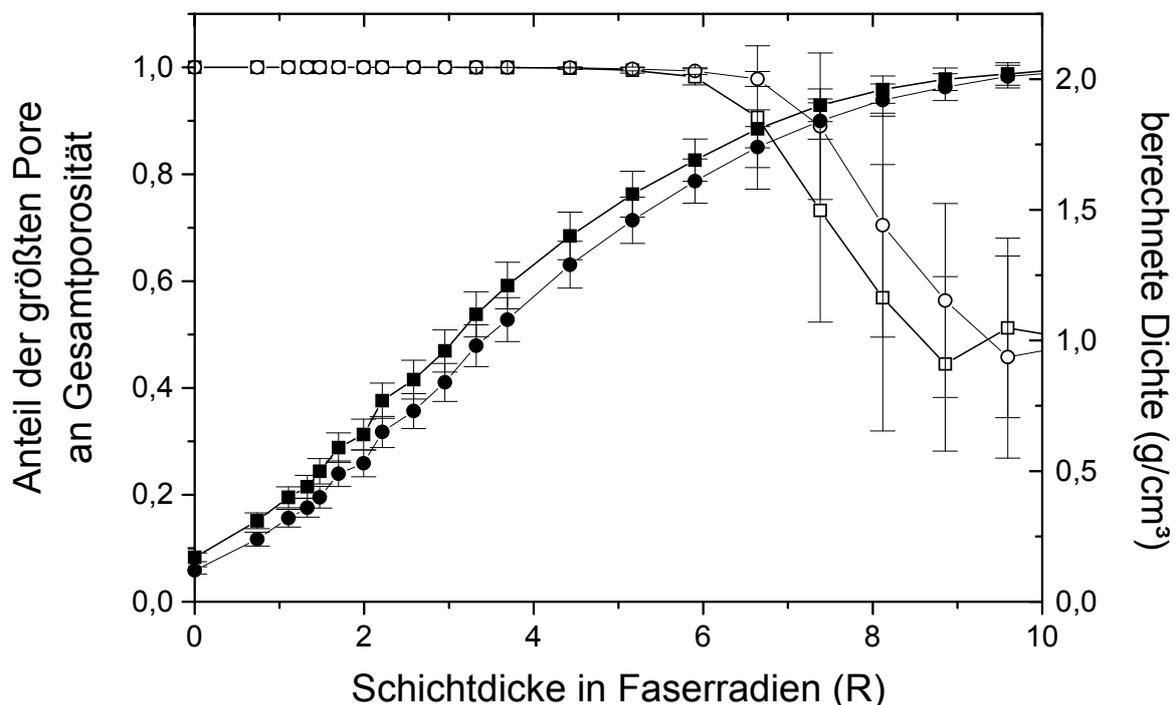


Abbildung 5.9: CFC-Filz: Anteil der größten Pore an der Gesamtporosität (offene Symbole) und berechnete Dichte (geschlossene Symbole) als Funktion der abgeschiedenen Schichtdicke. Quadrate entsprechen Segmentierung mit Schwellenwert, Kreise mit Regionenwachstum (Annahme einer Faserdichte von $1,72 \text{ g/cm}^3$ [ZHA02] und einer Dichte des PyC von $2,17 \text{ g/cm}^2$ [ZHA02])

Aus den Zwischenstadien lässt sich ferner die Entwicklung der Oberfläche der Kohlenstoffstruktur (A) und des verbleibenden Reaktionsvolumens (V) berechnen, aus dem das für die Gasphasen-infiltration wichtige A/V-Verhältnis berechnet werden kann. Die in Abbildung 5.10 (oben) gezeigte Oberfläche wurde für die beiden Binarisierungen mittels MATLAB berechnet (eine detaillierte Beschreibung des Algorithmus findet sich im Anhang). Zunächst nimmt die Oberfläche mit wachsender Schichtdicke zu, bis benachbarte und zuvor voneinander getrennte Bereiche zusammenwachsen. Danach fällt die Oberfläche monoton ab. Für beide Binarisierungen ist der Kurvenverlauf ähnlich. Bei der Schwellenwert-Segmentierung errechnet sich eine geringfügig höhere Oberfläche für Schichtdicken kleiner 4 Faserradien und eine geringfügig kleinere Oberfläche für Schichtdicken größer als 4 Faserradien, verglichen mit der Segmentierung mittels

Regionenwachstum. Das in Abbildung 5.10 (Mitte) gezeigte freie Reaktionsvolumen fällt monoton mit steigender Schichtdicke. Die Fehlerbalken entsprechen einer Standardabweichung der 18 Volumina. Berechnet man den Quotienten aus Oberfläche und Reaktionsvolumen erhält man den in Abbildung 5.10 (unten) gezeigten Verlauf. Die Fehlerbalken werden mit steigender Schichtdicke immer größer, da bei der Berechnung der fortgepflanzten Standardabweichung der Beitrag der Streuung durch das kleiner werdende Reaktionsvolumen immer größer wird.

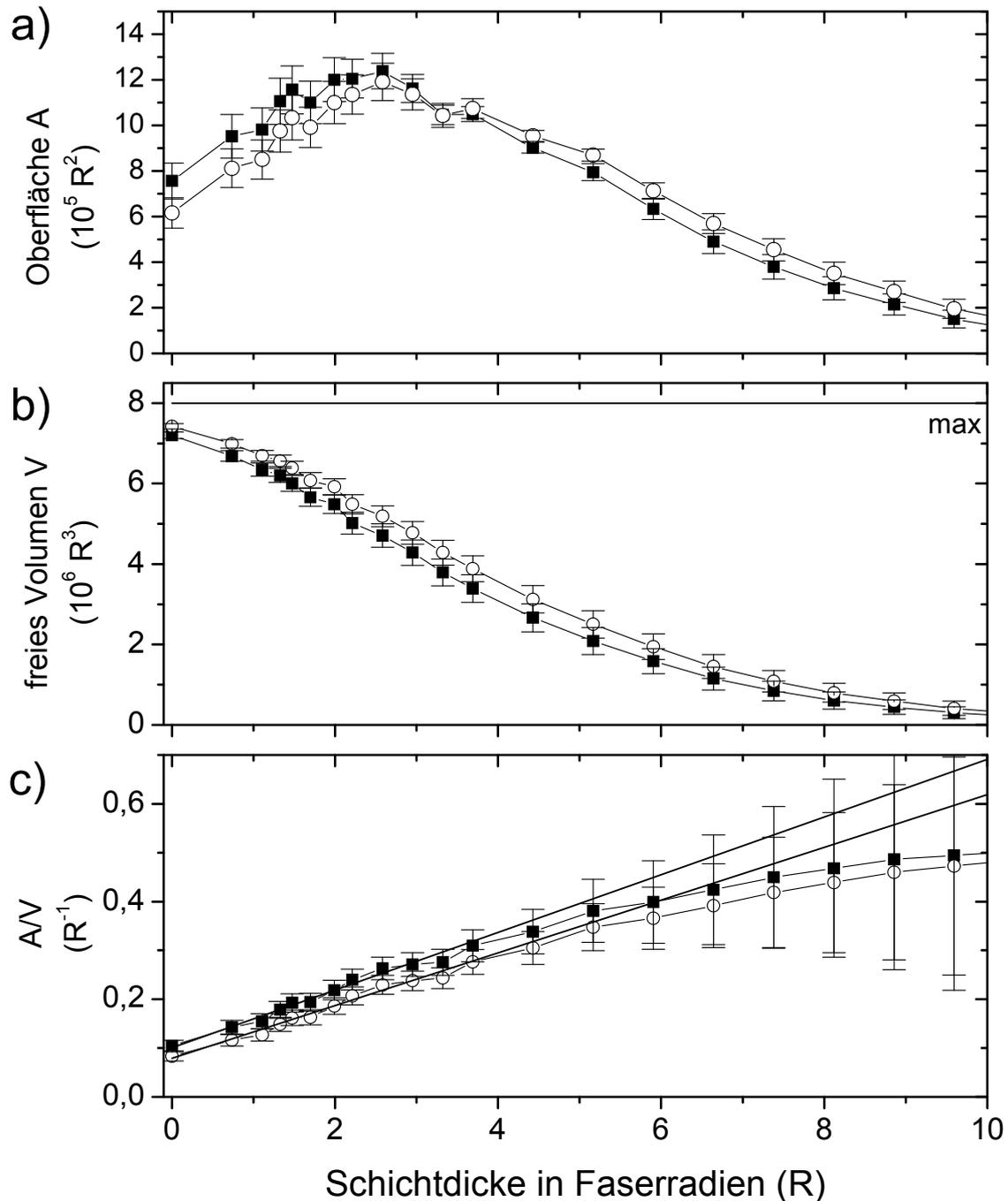


Abbildung 5.10 : CFC-Filz: Berechnete Entwicklung von Oberfläche (oben), freiem Volumen (Mitte) und A/V-Verhältnis (unten) für Binarisierungen mittels Schwellenwert (■) bzw. mittels Regionenwachstum (○). Gemittelt wurde über 18 Volumina mit jeweils 271^3 Voxel (entspricht $8,00 \cdot 10^6$ Faserradien³). Die durchgezogenen Linien an Abbildung c entsprechen den jeweiligen linearen Regressionen bis 4 Faserradien.

Zunächst beobachtet man einen linearen Anstieg des A/V-Verhältnisses mit steigender Schichtdicke. Die Steigung beträgt $0,059 R^{-2}$ für die Binarisierung mit Schwellenwert und $0,054 R^{-2}$ für die Segmentierung mit Regionenwachstum für eine Schichtdicke bis 4 Faserradien. Die Achsenabschnitte liegen entsprechend bei $0,101 R^{-1}$ bzw. $0,079 R^{-1}$.

5.1.4 Ultraschallphasenspektroskopische Ergebnisse

Abbildung 5.11 zeigt typische Amplituden- und Phasenspektren von Longitudinalwellen für Proben der Charge F025 (oben) bzw. für Proben der Charge F120X (unten) bei Ausbreitung innerhalb der 1-2-Ebene. Generell konnten die Ausbreitungsgeschwindigkeiten für die Chargen F120 und F120X bis 3 MHz ermittelt werden. Die Auswertung der entsprechenden Phasenspektren für Proben der Charge F045 erfolgte bis etwa 1,5 MHz und für Proben der Charge F025 bis etwa 0,5 MHz. Die Schallschwächung bei Ausbreitung senkrecht zur isotropen Ebene (U_{33}) war bei allen Chargen höher, wodurch sich auch der Frequenzbereich für die Ermittlung der Ausbreitungsgeschwindigkeiten verringert hat. Für die Proben der Charge F025 konnten auf Grund zu hoher Schallschwächung keine Longitudinalwellengeschwindigkeiten ermittelt werden. Ferner sind bei der Charge F025 vier Proben während der Messung parallel zur 1-2-Ebene gebrochen.

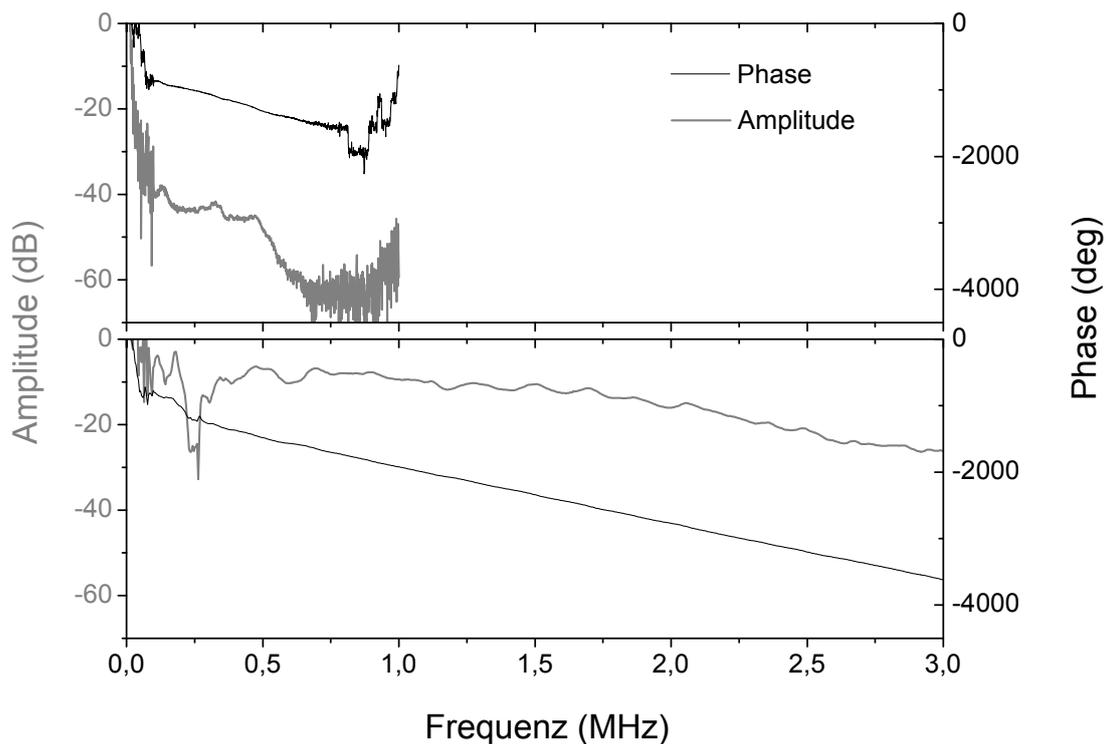


Abbildung 5.11 : CFC-Filz: Typische Amplituden- und Phasenspektren von Longitudinalwellen bei Ausbreitung parallel zur Symmetrieebene. Oben für die Charge F025 (bis 1 MHz), unten für die Charge F120X (bis 3 MHz).

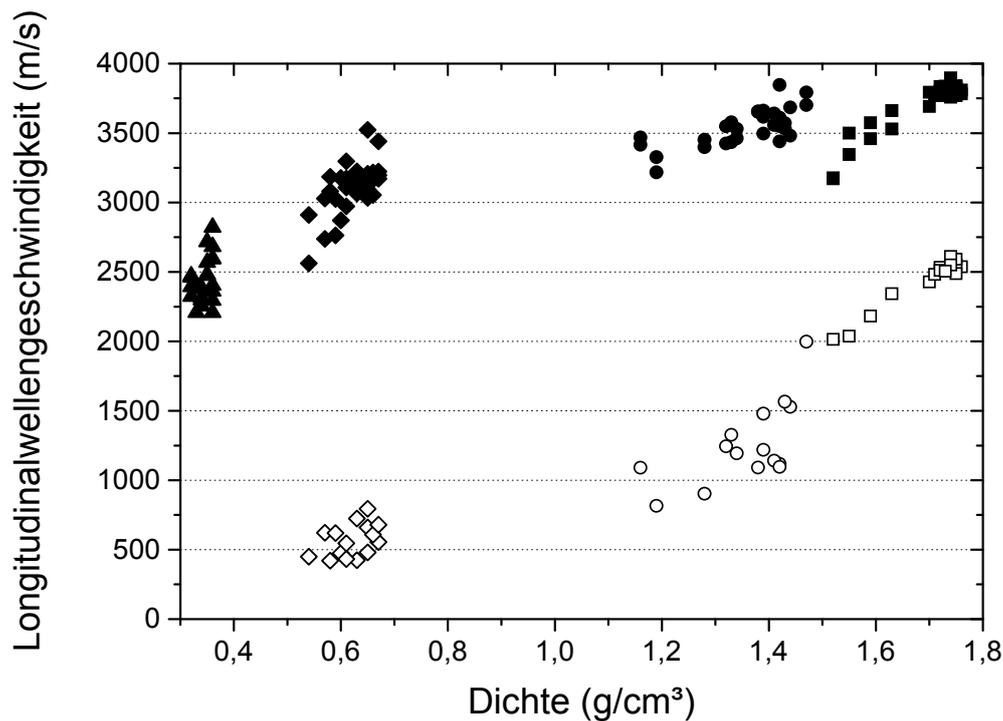


Abbildung 5.12: CFC-Filz: Longitudinalwellengeschwindigkeiten der Chargen F120X (■,□), F120 (●,○), F045 (◆,◇) und F025 (▲,△). Die geschlossenen Symbole entsprechen den Longitudinalwellengeschwindigkeiten U_{11} und U_{22} , die offenen Symbole der Longitudinalwellengeschwindigkeit U_{33} .

Abbildung 5.12 zeigt die ermittelten Longitudinalwellengeschwindigkeiten parallel (U_{11} , U_{22} , geschlossene Symbole) und senkrecht (U_{33} , offene Symbole) zur Symmetrieebene. Generell nimmt die Longitudinalwellengeschwindigkeit sowohl innerhalb der Symmetrieebene als auch senkrecht zur Symmetrieebene mit steigender Porosität ab. Die Streuung der ermittelten Geschwindigkeiten ist für die dichten Chargen auf Grund der höheren Qualität der Phasenspektren geringer. Die Longitudinalwellengeschwindigkeiten U_{11} und U_{22} sind nahezu gleich und unterscheiden sich deutlich von der Longitudinalwellengeschwindigkeit U_{33} , was auf ein transversalisotropes Materialverhalten deutet.

Diese Annahme wird auch durch die in Abbildung 5.13 gezeigten Scherwellengeschwindigkeiten bestätigt. Die offenen Symbole entsprechen den Scherwellengeschwindigkeiten U_{12} und U_{21} , bei denen die Ausbreitungsrichtung und Polarisation innerhalb der Symmetrieebene liegt. Diese unterscheiden sich wiederum deutlich von den übrigen vier Scherwellengeschwindigkeiten (U_{13} , U_{31} , U_{23} , U_{32}), bei denen entweder die Ausbreitungsrichtung oder die Polarisation parallel zur Richtung 3 liegt (mit geschlossenen Symbolen dargestellt).

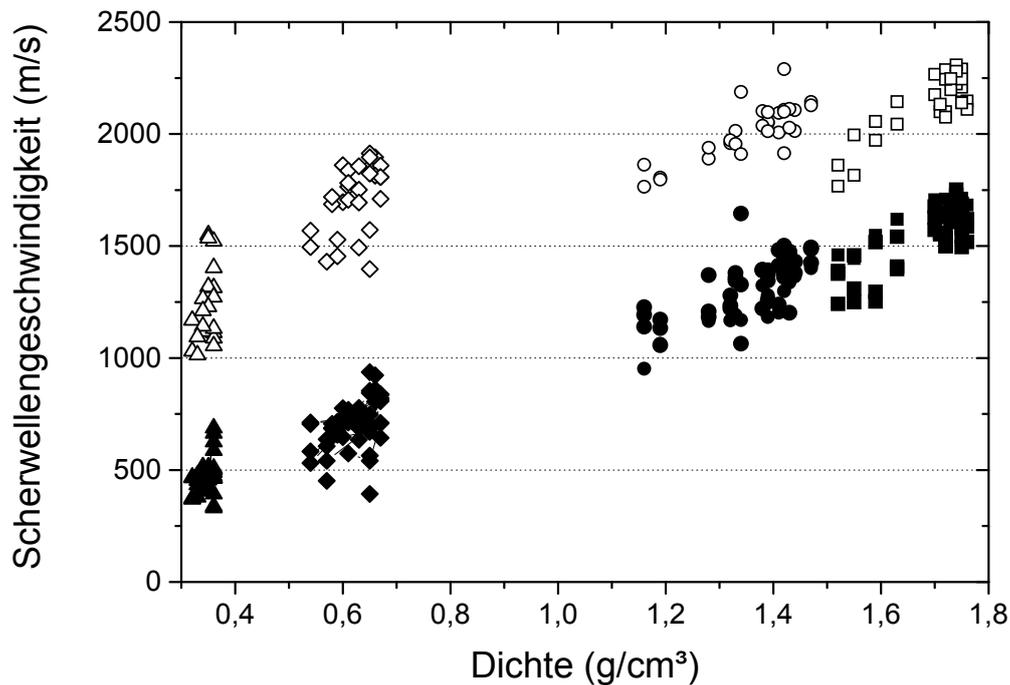


Abbildung 5.13: CFC-Filz: Scherwellengeschwindigkeiten der Chargen F120X (■,□), F120 (●,○), F045 (◆,◇) und F025 (▲,△). Die geschlossenen Symbole entsprechen den Scherwellengeschwindigkeiten U_{13} , U_{31} , U_{23} , U_{32} , die offenen Symbole den Scherwellengeschwindigkeiten U_{12} , U_{21} .

Aus den ermittelten Geschwindigkeiten lassen sich bereits die elastischen Konstanten C_{11} , C_{12} , C_{33} und C_{44} berechnen, welche in Abbildung 5.14 und Abbildung 5.15 dargestellt sind.

Um die Steifigkeitsmatrix vollständig beschreiben zu können, müssen noch quasi-Longitudinalwellengeschwindigkeiten in der 1-3-Ebene ermittelt werden. Die Bezeichnung quasi-Longitudinalwelle kommt daher, da in dieser Ausbreitungsrichtung bei dieser Symmetrie keine reine Longitudinalwelle mit genau parallel zueinander orientierten Ausbreitungs- und Polarisationsvektoren vorliegt.

Hierzu wurden die Proben unter 45° zur 3-Richtung orientiert in kleinere Quader mittels Diamantdrahtschneiden präpariert. Die ermittelten Geschwindigkeiten sind in Abbildung 5.16 mit geschlossenen Symbolen dargestellt. Die offenen Symbole entsprechen quasi-Scherwellengeschwindigkeiten mit Polarisierung entlang Richtung 2.

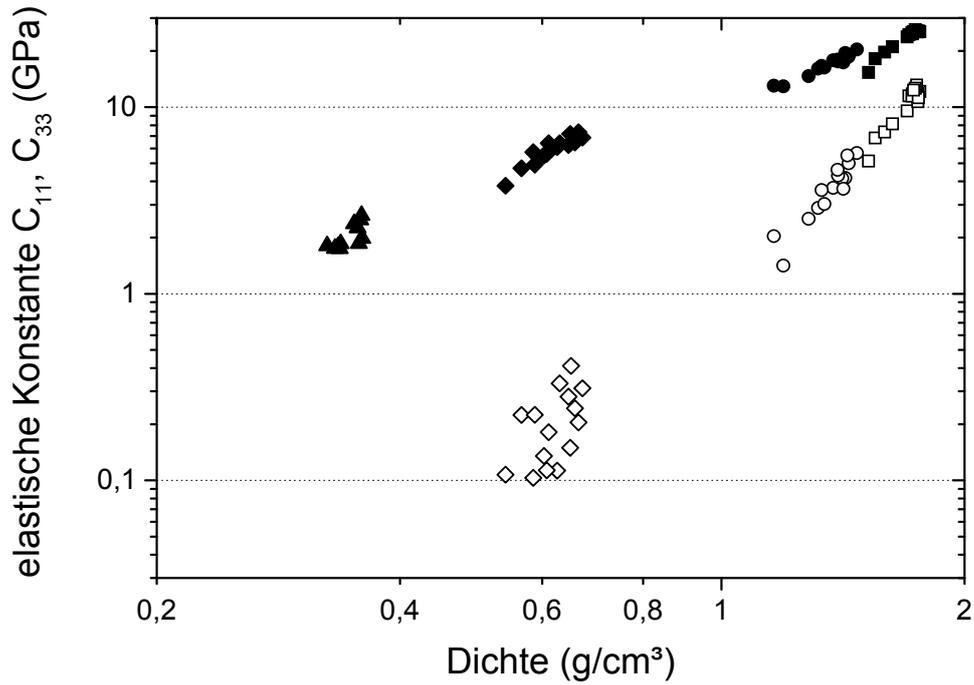


Abbildung 5.14: CFC-Filz: Berechnete elastische Konstanten C_{11} (geschlossene Symbole) und C_{33} (offene Symbole) der Chargen F120X (■,□), F120 (●,○), F045 (◆,◇) und F025 (▲).

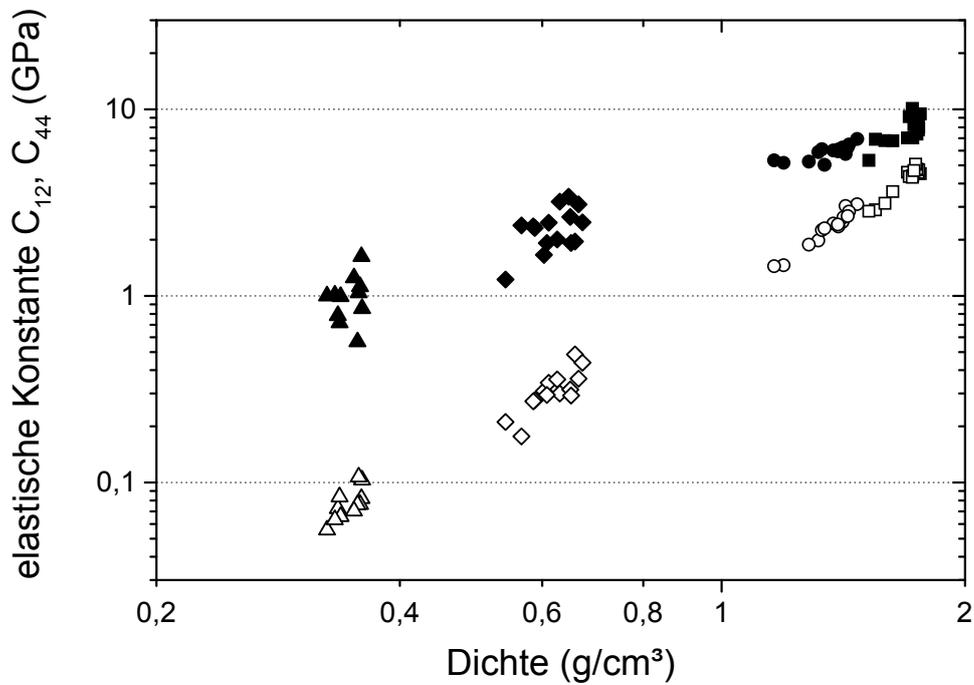


Abbildung 5.15: CFC-Filz: Berechnete elastische Konstanten C_{12} (geschlossene Symbole) und C_{44} (offene Symbole) der Chargen F120X (■,□), F120 (●,○), F045 (◆,◇) und F025 (▲,△).

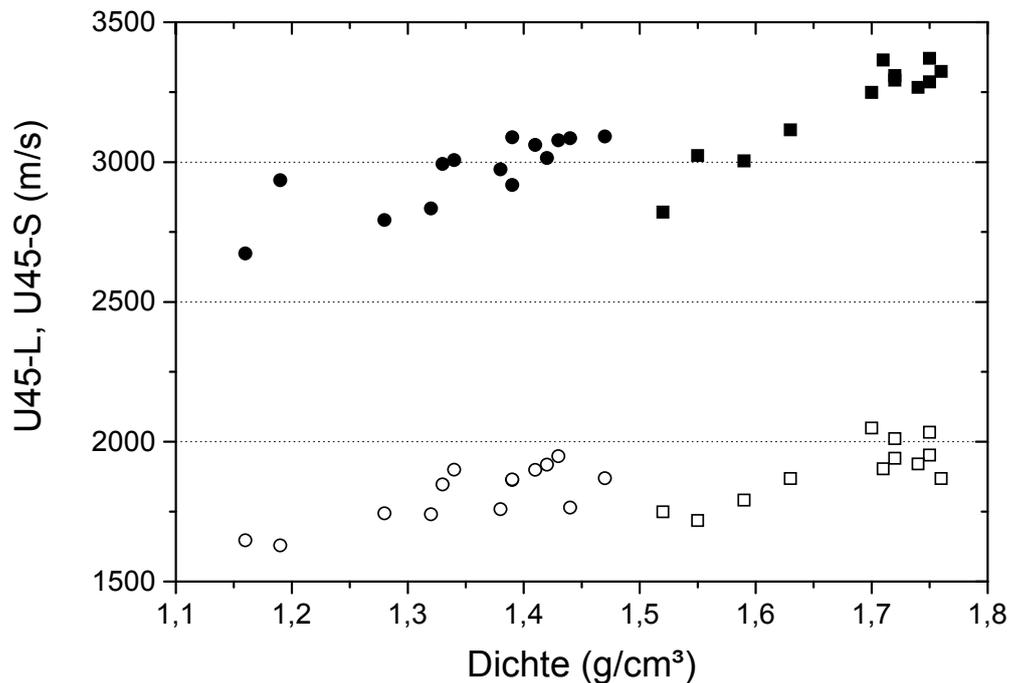


Abbildung 5.16: CFC-Filz: Ausbreitungsgeschwindigkeiten entlang der 1. und 2. Winkelhalbierenden in der 1-3-Ebene (nach Präparation mittels Diamantdrahtsäge). Die geschlossenen Symbole entsprechen quasi-Longitudinalwellengeschwindigkeiten der Chargen F120X (■) bzw. F120 (●), die offenen Symbole entsprechen Scherwellengeschwindigkeiten der Chargen F120X (□) bzw. F120 (○) mit Polarisierung entlang Richtung 2

Berechnet man nun aus den ermittelten quasi-Longitudinalgeschwindigkeiten die fehlende elastische Konstante C_{13} , erhält man für sechs Proben der Charge F120 Werte, bei denen die ermittelte Steifigkeitsmatrix nicht positiv definit ist. Aus der Charge F045 wurden drei Proben unter 45° präpariert, für die ebenfalls die berechnete Steifigkeitsmatrix nicht positiv definit ist.

Für die übrigen Proben sind die ermittelten mechanischen Kenngrößen in Abbildung 5.17 für den E-Modul, in Abbildung 5.18 für den Schubmodul und Abbildung 5.19 für die Poissonzahl dargestellt. Dabei wurde über eine Gaußsche Fehlerfortpflanzung die maximale Streuung für jeden Datenpunkt errechnet (Details zur Fehlerrechnung finden sich im Anhang). Die Streuung ist für die dichte Charge F120X deutlich geringer, da, wie eingangs erwähnt, die Streuung der gemessenen Phasenspektren auf Grund der höheren Qualität geringer ist.

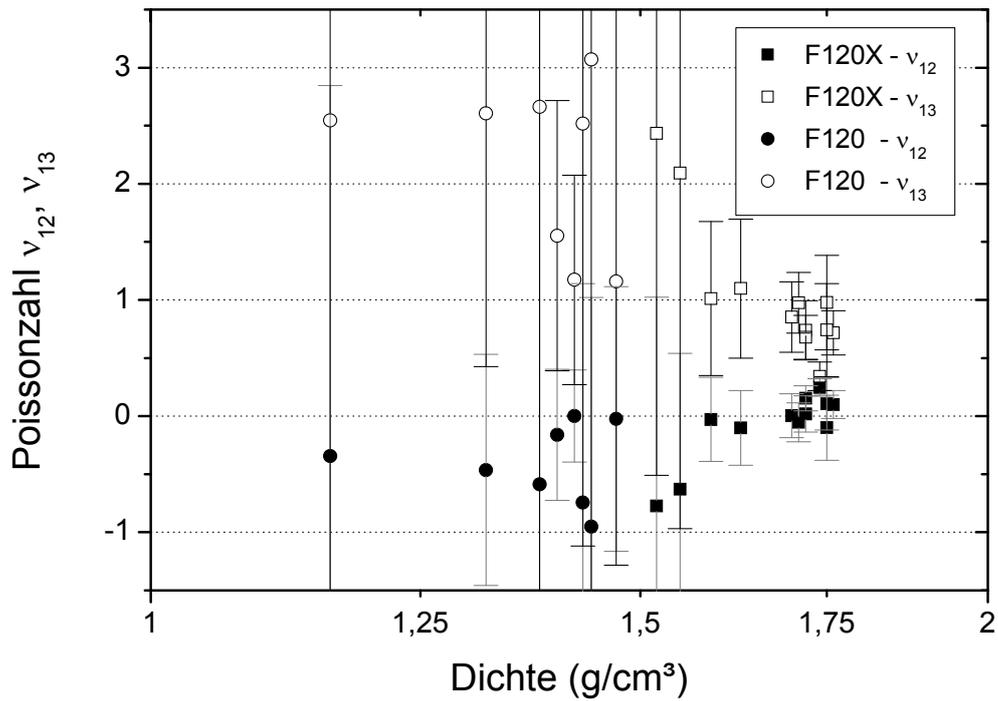


Abbildung 5.19: CFC-Filz: Poissonzahlen der Chargen F120X und F120

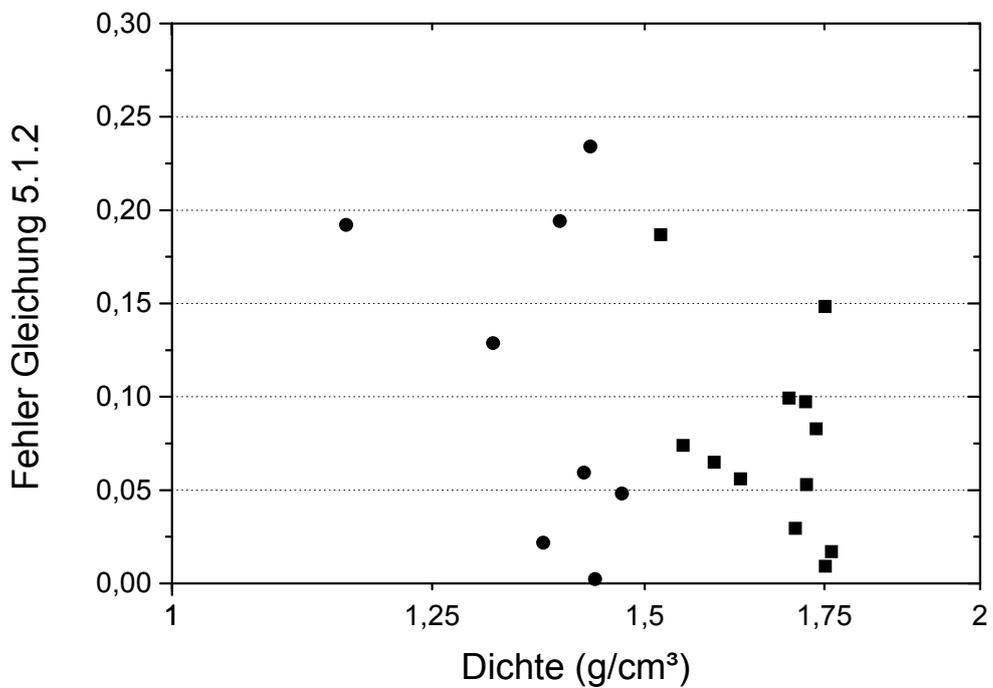


Abbildung 5.20: CFC-Filz: Fehler aus Gleichung 5.1.2, der sich aus den gemessenen Scherwellengeschwindigkeiten aus Abbildung 5.16 errechnet

Bei Annahme von Transversalisotropie muss die in Abbildung 5.16 gezeigte Scherwellengeschwindigkeit, die folgende Gleichung erfüllen:

$$C_{44} + C_{66} = 2\rho U_{45-S}^2 \quad (\text{Gleichung 5.1.1})$$

Der in Abbildung 5.20 gezeigte Fehler wurde dabei wie folgt berechnet:

$$\text{Fehler} = \frac{\text{abs}(C_{44} + C_{66} - 2\rho U_{45-S}^2)}{\min((C_{44} + C_{66}); (2\rho U_{45-S}^2))} \quad (\text{Gleichung 5.1.2})$$

5.1.5 Resonanzspektren

Abbildung 5.21 zeigt ein Resonanzspektrum der Probe F120X-3B im Frequenzbereich von 10 kHz bis 300 kHz, welches typisch für die maximal infiltrierten Proben der Chargen F120 und F120X ist. An Proben aus den poröseren Chargen F025 und F045 konnten keine Resonanzfrequenzen ermittelt werden. Erkennbar sind zwischen 20-30 Resonanzfrequenzen bis 300 kHz. Vergleicht man nun die experimentell ermittelten Resonanzfrequenzen qualitativ mit den in Abbildung 5.23 dargestellten berechneten Resonanzfrequenzen, so erwartet man etwa doppelt so viele Resonanzfrequenzen. Die unterschiedlichen Startwerte ergeben sich aus den unterschiedlichen, mittels Ultraschallphasenspektroskopie vollständig beschriebenen Proben der Charge F120X. Eine quantitative Auswertung der Resonanzfrequenzen im Sinne einer systematischen Anpassung der elastischen Konstanten an die experimentell ermittelten Resonanzen erscheint in Anbetracht der Qualität der Resonanzspektren nicht möglich. Abbildung 5.22 verdeutlicht nochmals das unzureichende Signal-zu-Rausch-Verhältnis des in Abbildung 5.21 gezeigten Spektrums. Die Resonanzfrequenzen bei 135 kHz heben sich kaum von dem Hintergrundrauschen hervor.

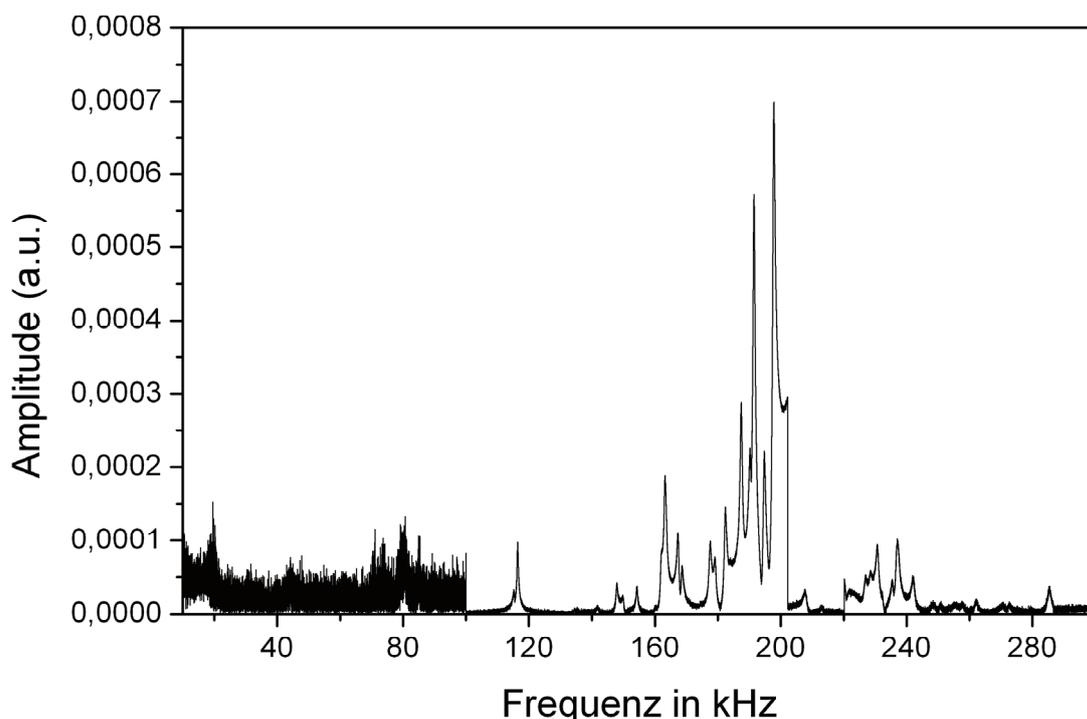


Abbildung 5.21: CFC-Filz: Resonanzspektrum der Probe F120X-3B bis 300 kHz

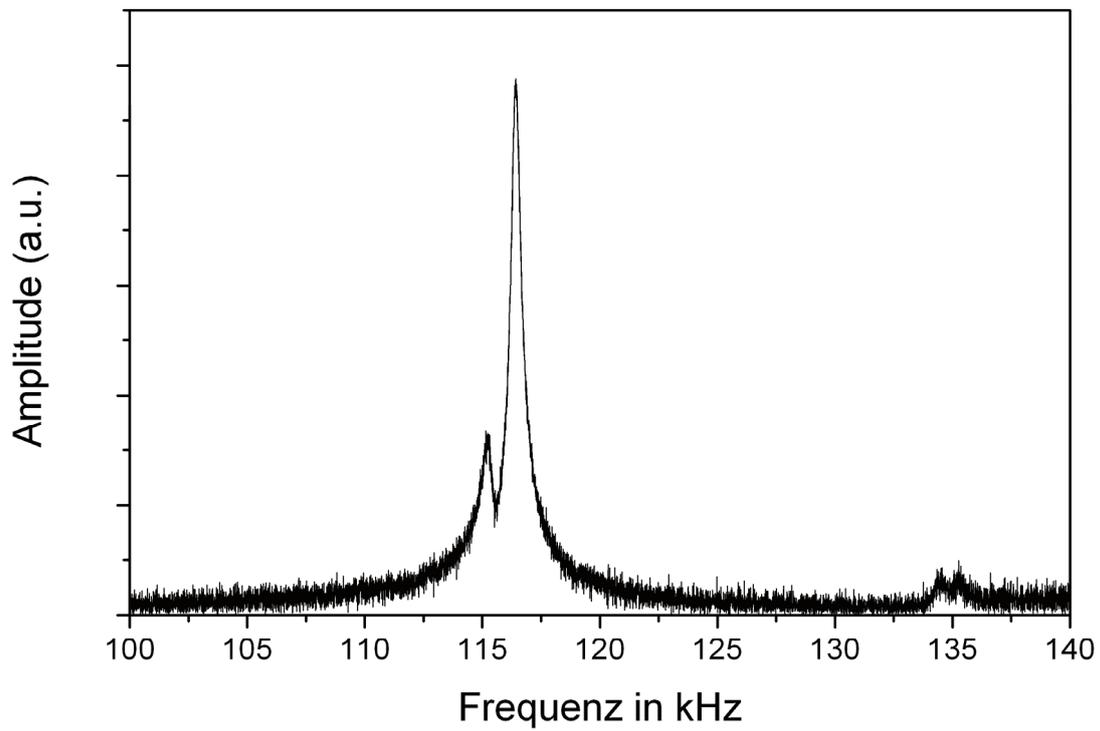


Abbildung 5.22: CFC-Filz: Resonanzspektrum der Probe F120X-3B im Frequenzbereich 100 kHz – 140 kHz

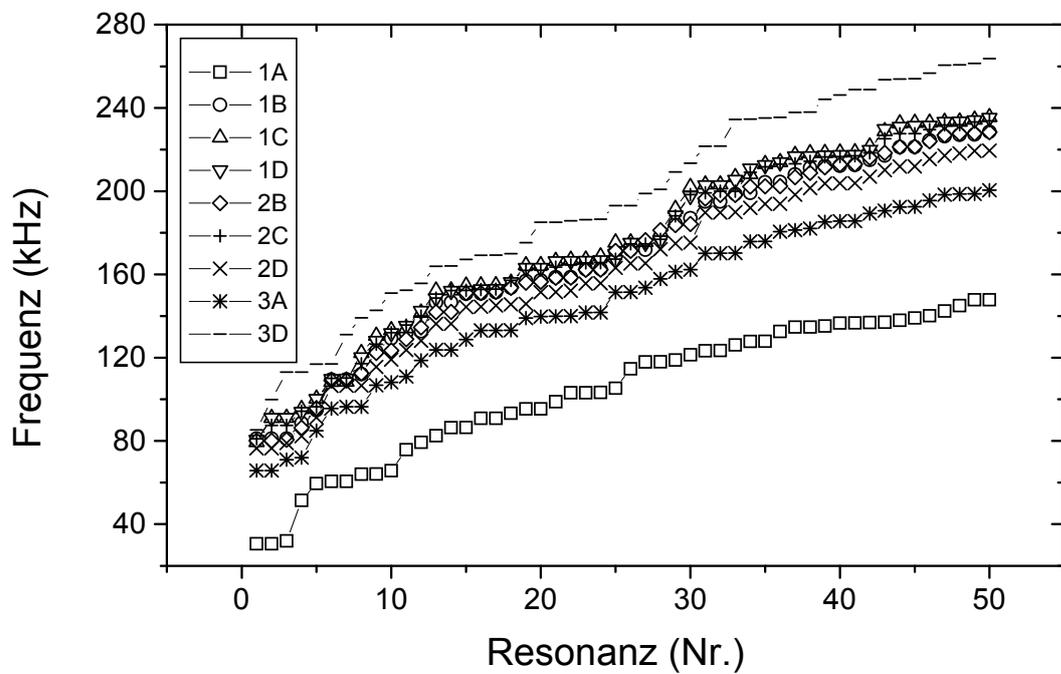


Abbildung 5.23: CFC-Filz: Berechnete Resonanzfrequenzen der Probe F120X-3B. Die unterschiedlichen Startwerte ergeben sich aus den unterschiedlichen Proben, die mittels Ultraschallphasenspektroskopie vollständig charakterisiert wurden.

5.2 CVI-C/C: 2D-Laminat

5.2.1 Lichtmikroskopische Aufnahmen

Abbildung 5.25 zeigt lichtmikroskopische Aufnahmen im polarisierten Licht zur Texturbestimmung des pyrolytischen Kohlenstoffs. Die Schriffe wurden für die Chargen L020, L060, L090 und L120 an Proben der Position 3C angefertigt. Für diese Chargen findet sich eine erste PyC-Schicht mit einer jeweiligen Dicke von etwa 0,3 Faserradien direkt an der Faser. Diese unterscheidet sich nur leicht von der darauffolgenden PyC-Schicht, welche mitteltexturiert ist. Eine Texturbestimmung an der ersten Schicht mittels polarisierten Lichts war auf Grund der geringen Schichtdicken nicht möglich. Die Chargen L090 und L120 zeigen eine dritte PyC-Schicht aus isotropem PyC. Der Anteil dieser Lage ist bei der Charge L090 höher als bei der Charge L120. Die bei der Firma SinTec infiltrierte Charge zeigt höhere Schichtdicken und eine überwiegend gleichmäßige, nahezu hochtexturierte Matrix. Die ermittelten Auslöschungswinkel und die ermittelten Schichtdicken sind in Tabelle 5.5 und in Abbildung 5.24 zusammengefasst.

Tabelle 5.5: CFC-Laminat: Ermittelte Texturen des PyC (Probenposition 3C)

Charge	Ausgewertete Fasern	1. PyC-Schicht		2. PyC-Schicht		3. PyC-Schicht
		A_e [deg]	$\frac{\sigma}{A_e}$	A_e [deg]	$\frac{\sigma}{A_e}$	A_e [deg]
L020	5	Schicht zu dünn		(10,6)	20,0 %	
L060	5	Schicht zu dünn		15,1	15,6 %	
L090	5	Schicht zu dünn		15,0	15,9 %	keine optische Anisotropie beobachtet
L120	5	Schicht zu dünn		14,4	5,2 %	
SinTec	5	Schicht zu dünn		17,3	4,2 %	

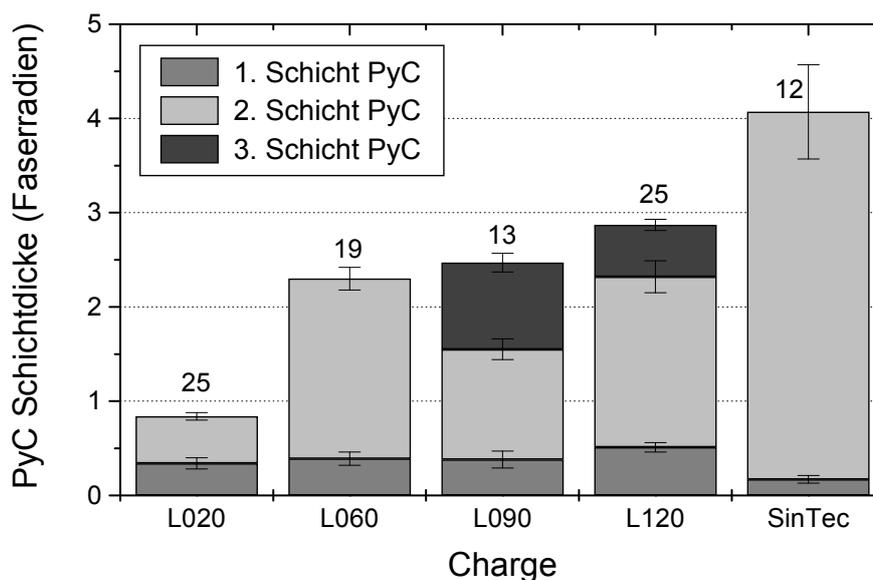


Abbildung 5.24: CFC-Laminat: Ermittelte Schichtdicken des PyC (in Faserradien, Probenposition 3C (außer Charge SinTec)). Die Zahl entspricht jeweils der Anzahl der ausgewerteten Fasern.

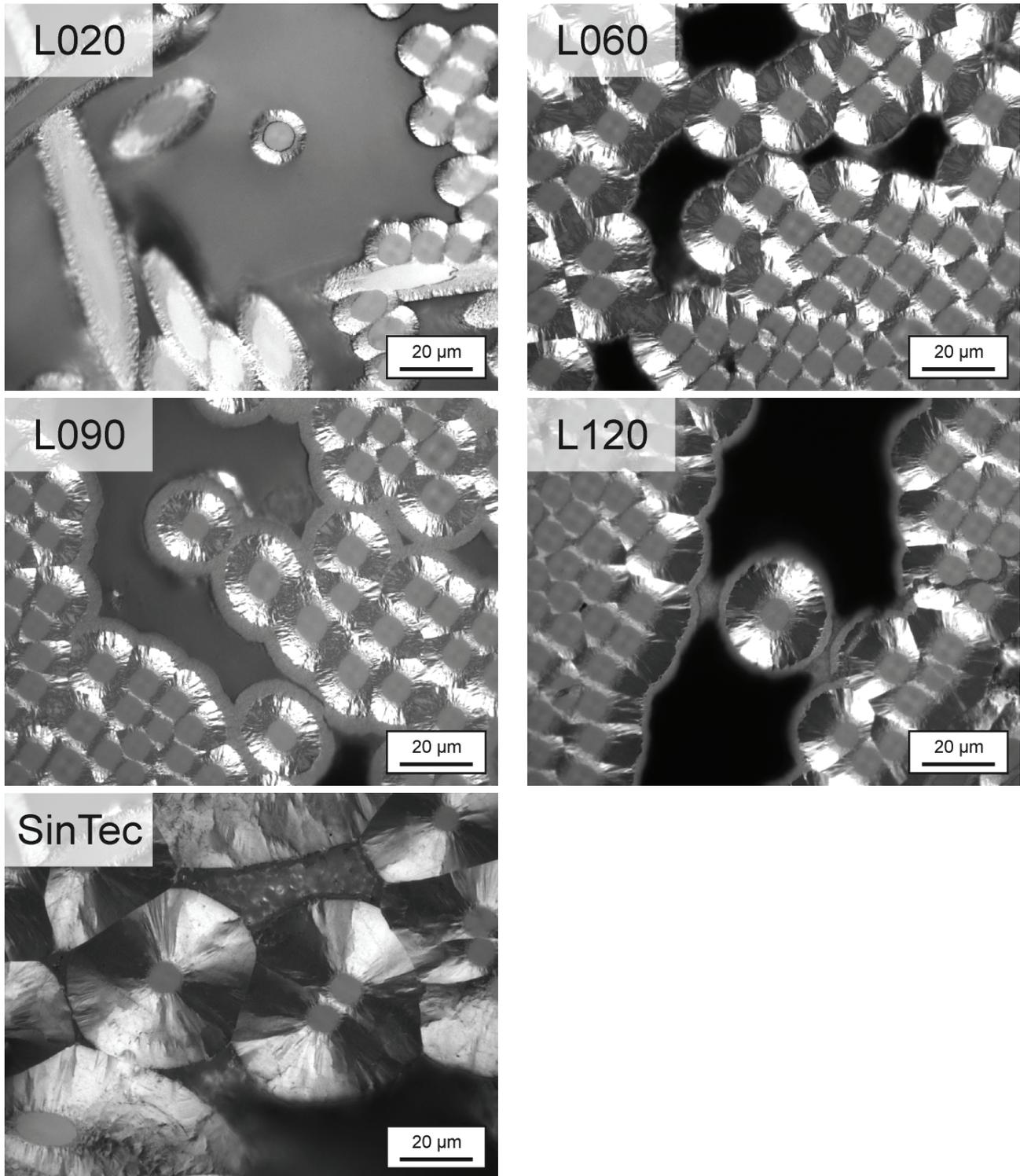


Abbildung 5.25: CFC-Laminat: Lichtmikroskopische Aufnahmen im polarisierten Licht. Detailaufnahmen der vier Chargen (Probenposition 3C (außer Charge SinTec), Ansicht der 1-3-Ebene in einer UD-Lage)

An lichtmikroskopischen Aufnahmen im Hellfeld wurde für dieselben Schlitze die Porosität bestimmt. Abbildung 5.26 zeigt Übersichtsaufnahmen der fünf Chargen, bei denen 0° und 90° orientierte UD-Lagen sowie eine dazwischen liegende Filzlage erkennbar sind. Die Porosität wurde für Filz- und UD-Lagen separat an Aufnahmen höherer Vergrößerung bestimmt. Dabei wurden UD-Lagen ausgewertet, bei denen die Fasern senkrecht zur Schlitzebene orientiert sind, da bei

UD-Lagen mit parallel zur Schliffebene orientierten Fasern diese beim Polieren abbrechen und dadurch zu einer überschätzten Porosität führen.

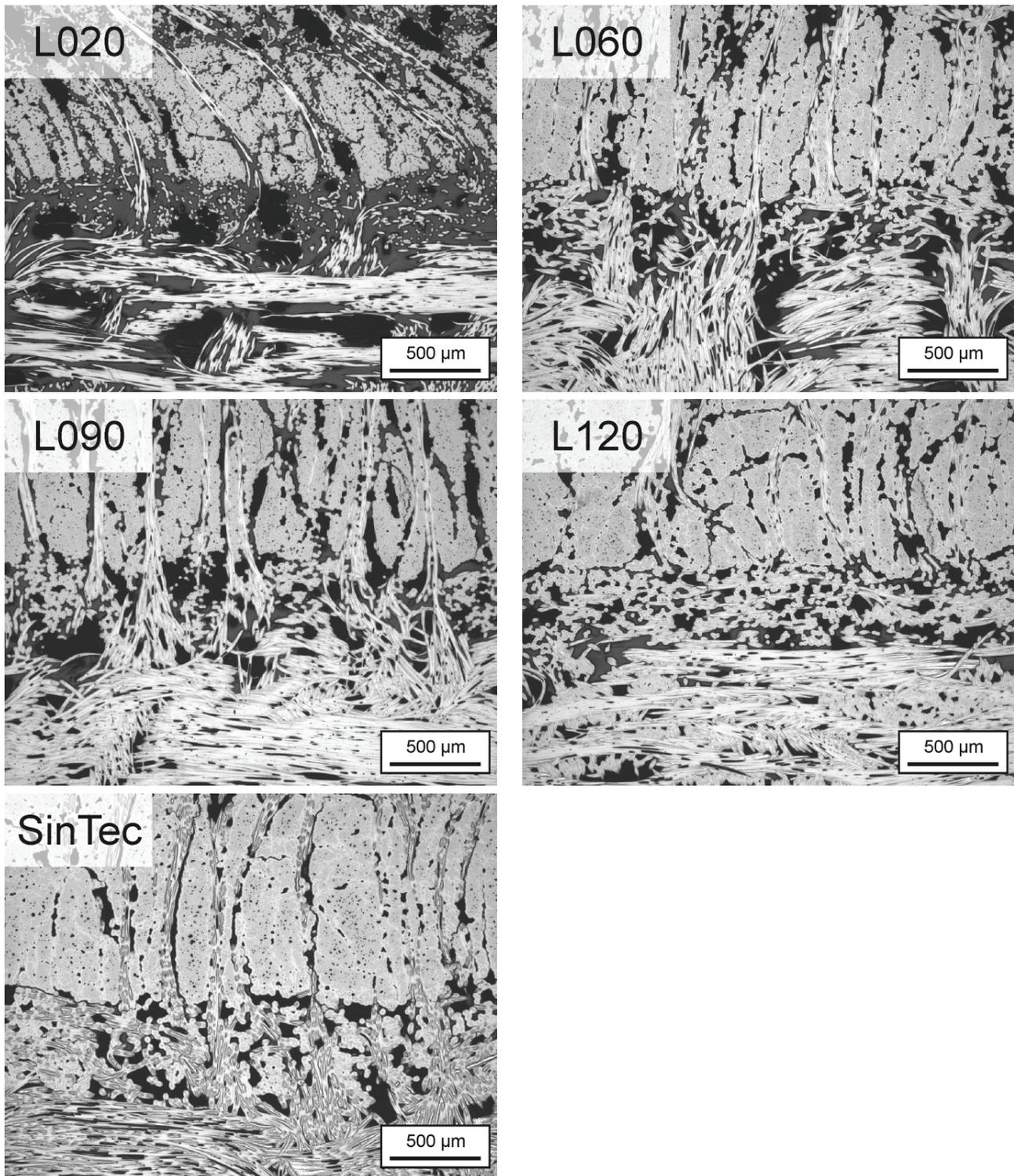


Abbildung 5.26: CFC-Laminat: Lichtmikroskopische Aufnahmen im Hellfeld. Dargestellt ist der Bereich von zwei UD-Lagen in $0^\circ/90^\circ$ -Orientierung mit einer dazwischen liegenden Filzlage. Übersichtsaufnahmen der fünf Chargen (Probenposition 3C, Ansicht der 1-3-Ebene)

Die Ergebnisse sind in Tabelle 5.6 zusammengefasst. Die Porosität in den Filzlagen liegt deutlich über der Porosität in den UD-Lagen, was auf den geringeren Faservolumengehalt in diesen Lagen zurückzuführen ist.

Tabelle 5.6: CFC-Laminat: Ermittelte Porositäten in Filz- und UD-Lagen durch Bildauswertung (Probenposition 3C)

Charge	Filzlage			UD-Lage		
	Aufnahmen	P_{gesamt}	$\frac{\sigma}{P_{\text{gesamt}}}$	Aufnahmen	P_{gesamt}	$\frac{\sigma}{P_{\text{gesamt}}}$
L020	69	68,1 %	10,5 %	58	34,3 %	15,0 %
L060	73	33,9 %	24,6 %	59	14,8 %	23,0 %
L090	75	25,9 %	28,6 %	60	14,8 %	25,2 %
L120	72	25,4 %	26,9 %	59	9,4 %	32,8 %
SinTec	131	17,1 %	44,0 %	86	8,4 %	29,7 %

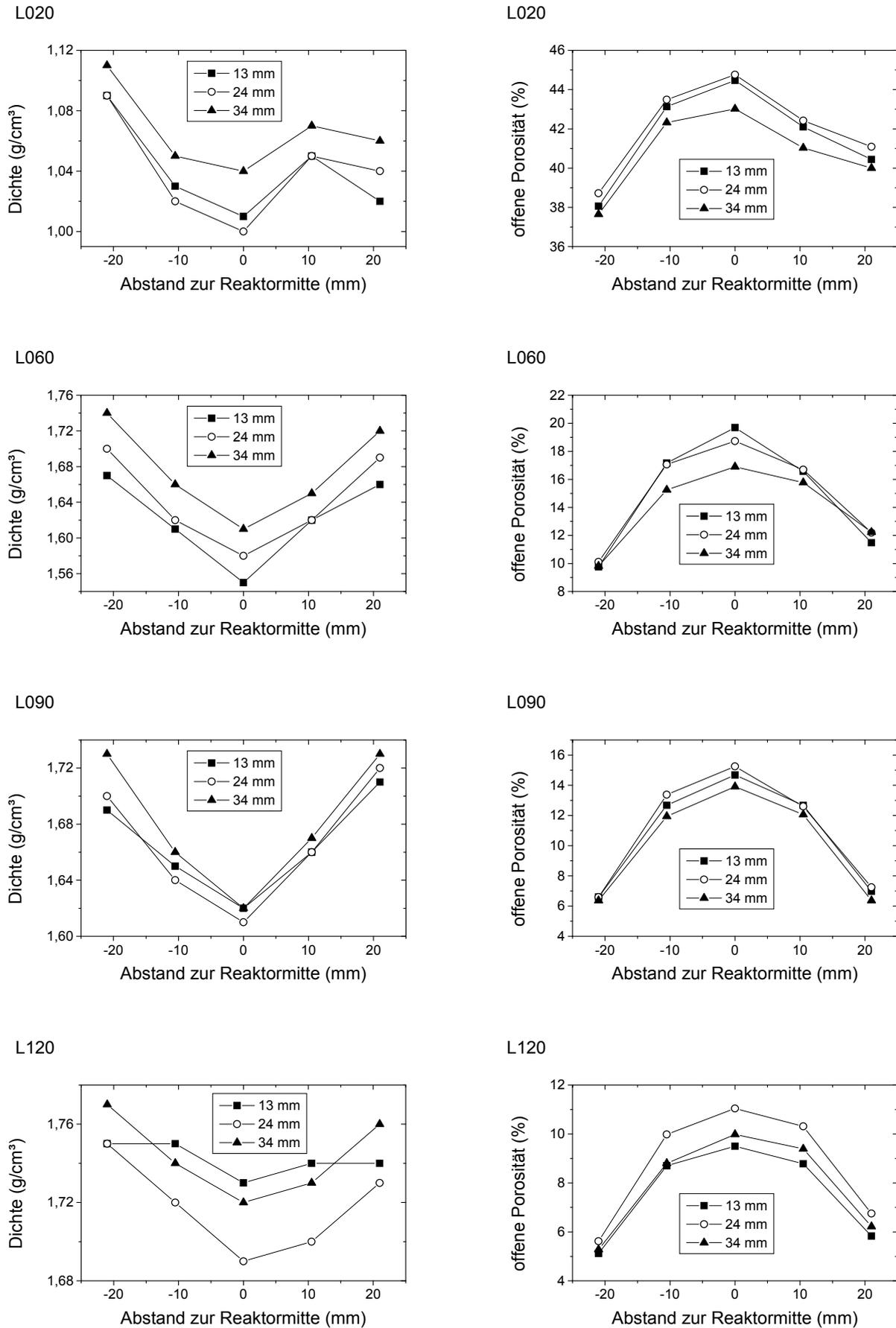
5.2.2 Dichte und offene Porosität

Auch für die Laminat-Proben wurde die Dichte einerseits über das Gewicht und die geometrischen Abmessung der jeweiligen Probe errechnet (ρ_1), andererseits nach Gleichung 4.3.1 über das Wassereindringverfahren (ρ_2). Eine Gegenüberstellung der mittleren Dichten ist in Tabelle 5.7 dargestellt. Die mittels Wassereindringverfahren bestimmten Dichten liegen um 1-6 % über den mittels Geometrie und Masse berechneten Dichten.

Tabelle 5.7: CFC-Laminat: Ermittelte Dichten über Masse und Geometrie (ρ_1) bzw. über Wassereindringverfahren (ρ_2)

Charge	Proben	Dichte ermittelt über Gewicht und Abmessungen		Dichte ermittelt über Wassereindringverfahren	
		ρ_1	$\frac{\sigma}{\rho_1}$	ρ_2	$\frac{\sigma}{\rho_2}$
		[g/cm ³]		[g/cm ³]	
L020	15	1,05	3,0 %	1,11	2,5 %
L060	15	1,65	3,2 %	1,67	2,7 %
L090	15	1,67	2,4 %	1,68	2,2 %
L120	15	1,73	1,3 %	1,78	1,1 %

Abbildung 5.27 zeigt für alle Proben der vier unterschiedlichen Chargen die mittels Gewicht und Abmessungen berechnete Dichte, sowie die mittels Wassereindringverfahren ermittelte offene Porosität in Bezug auf die Position im CVI-Reaktor. Die Angaben 13, 24 und 34 mm beziehen sich dabei auf den Abstand des Probenmittelpunkts zum unteren Ende des Probenblockes, am Gaseintritt. Entgegen den Proben mit dem Filz-Substrat zeigen die im Reaktor mittig gelegenen Proben eine geringfügig niedrigere Dichte als die Proben am äußeren Rand. Entsprechend ist die offene Porosität in den im Reaktor mittig gelegenen Proben höher, als die der am Rand gelegenen Proben.

Abbildung 5.27: Dichte ρ_1 (links) und offene Porosität (rechts) der Chargen L020, L060, L090 und L120

5.2.3 μ -computertomographische Ergebnisse

Die computertomografischen Ergebnisse gliedern sich in zwei Fragestellungen: Einerseits die Berechnung der Evolution von Poren im Laufe der Gasphaseninfiltration, wie sie in analoger Vorgehensweise in Kapitel 5.1.3 an dem Filz-Substrat durchgeführt wurde, andererseits in Porenorientierungen und -verteilungen in CVI-infiltrierten Proben.

Berechnung der Evolution von Poren im Laufe der chemischen Gasphaseninfiltration

Die Evolution von Poren im Laufe der chemischen Gasphaseninfiltration wurde für die 2D-Laminat-Preform auf Basis computertomografischer Daten berechnet. Hierfür wurde eine zylindrische Probe mit 3 mm Durchmesser sowohl mit einem Desktop-CT-System im Absorptionskontrast (Skyscan 1072) als auch mit einem CT-System am Synchrotron (ANKA) im Phasenkontrast untersucht (siehe Kapitel 4.1).

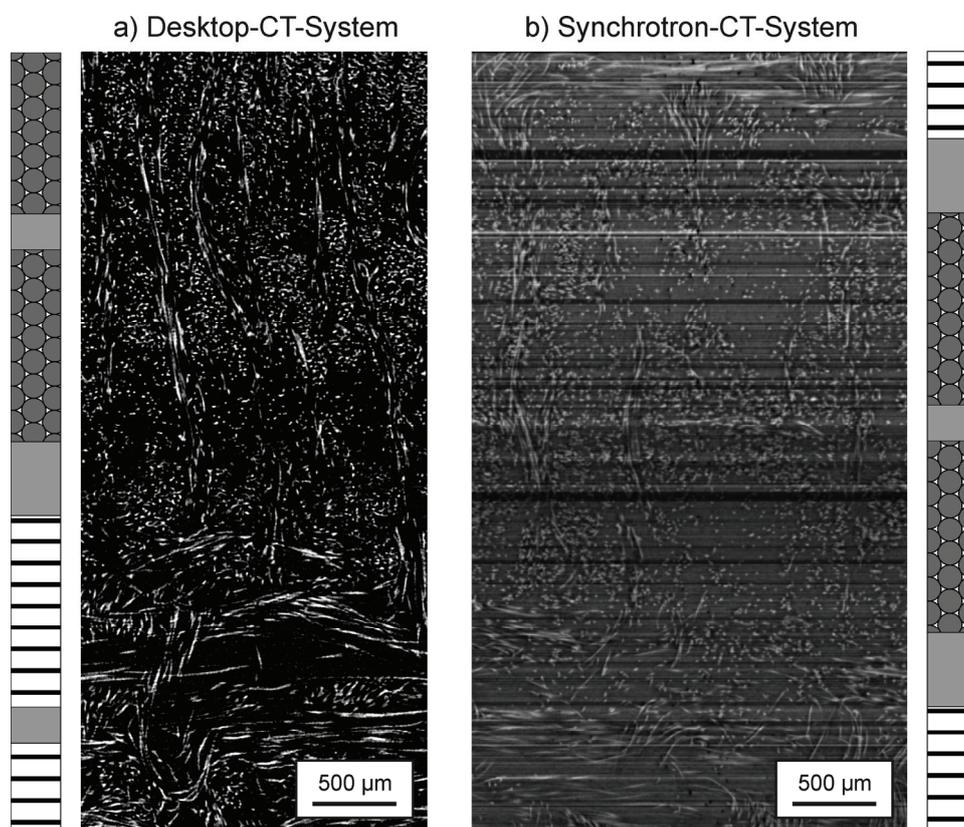


Abbildung 5.28: CFC-Laminat (Preform): Schnittbild durch die CT-Daten (1-3 Ebene) und schematische Darstellung der Lagen für Desktop-CT-System (a) und Synchrotron-CT-System (b).

Ein Ausschnitt der am Desktop-CT-System erstellten Daten ist in Abbildung 5.28 (a) dargestellt. Die Voxelgröße beträgt $2,93 \mu\text{m}$, wodurch die C-Fasern mit einem Durchmesser von etwa $8 \mu\text{m}$ gerade noch hinreichend abgebildet werden können. Das betrachtete Volumen umfasst $700 \times 700 \times 1590$ Voxel ($2,1 \times 2,1 \times 4,6 \text{ mm}^3$). Abbildung 5.28 (b) zeigt einen Ausschnitt der CT-Daten, welche am Synchrotron gewonnen wurden. Die Voxelgröße beträgt bei diesen Daten $1,8 \mu\text{m}$ und das betrachtete Volumen umfasst $1450 \times 1450 \times 2600$ Voxel ($2,6 \times 2,6 \times 4,7 \text{ mm}^3$). Erkennbar sind Helligkeitsschwankungen der Schnittbilder in vertikaler Richtung.

Zur quantitativen Auswertung wurden die Desktop-CT-Daten sowohl mit einem Schwellenwert als auch mit einem Regionenwachstum segmentiert. Beide Segmentierungen unterschätzen den nominellen Faservolumengehalt von 22,5 % [ZHA03] mit 12,6 % (Schwellenwert) und 16,1 % (Regionenwachstum). Wie auch bei dem Filzsubstrat in Kapitel 5.1.3 wird der Faserdurchmesser überschätzt. Bereits im Graustufenbild erscheint der nominelle Faserdurchmesser von 8 μm [ZHA03] mit 10,0 μm als zu hoch, welcher in den binären Aufnahmen mit 11,5 μm und 13,0 μm noch leicht darüber liegt. Für die Auswertung der am Synchrotron erstellten CT-Daten wurde nur eine Segmentierung mit einem Schwellenwert durchgeführt, da die Helligkeitsschwankungen der Schnittbilder in vertikaler Richtung nicht ausgeglichen werden konnten und somit die Grenzwerte für das Regionenwachstum nicht mehr für den ganzen Datensatz global gültig sind. Da bei der Schwellenwert-Segmentierung für jedes Schnittbild der Schwellenwert separat ermittelt wird, ist die Auswirkung der Helligkeitsschwankungen auf die extrahierte Struktur vernachlässigbar. Die Segmentierung führt zwar zu einer guten Abbildung des Faservolumengehaltes mit 22,2 %, allerdings wird der mittlere Faserdurchmesser mit 15,7 μm deutlich überschätzt. Aus diesem Grund wurde der Schwellenwert mit einem Skalierungsfaktor multipliziert, welcher den Schwellenwert in Richtung der C-Fasern verschiebt und durch Vergleich von Graustufen und Binärbild zu 0,94 ermittelt wurde. Die daraus resultierenden Faseranteile und –durchmesser sind mit den Schwellenwert-segmentierten CT-Daten des Desktop-Systems vergleichbar. Auch bei den Synchrotron-CT-Daten wird bereits im Graustufenbild der Faserdurchmesser mit 11,3 μm überschätzt. Eine Zusammenfassung der strukturellen Daten nach der Segmentierung ist in Tabelle 5.8 dargestellt.

Tabelle 5.8: CFC-Laminat: CT-Daten der nicht infiltrierte Preform nach den Binarisierungen mittels Schwellenwert (Synchrotron und Desktop CT-Daten) und Regionenwachstum (Desktop CT-Daten)

CT-System und Binarisierung	Voxelgröße	Faseranteil	mittlerer Faserdurchmesser im Graustufenbild	mittlerer Faserdurchmesser im Binärbild	Konnektivität der Fasern
Desktop-CT-Daten: Binarisierung mit Schwellenwert	2,93 μm	12,6 %	10,0 μm	11,5 μm	ja
Desktop-CT-Daten: Binarisierung mit Regionenwachstum	2,93 μm	16,1 %	10,0 μm	13,0 μm	ja
Synchrotron-CT-Daten: Binarisierung mit Schwellenwert	1,80 μm	22,2 %	11,3 μm	15,7 μm	ja, aber Fasern „wachsen“ teilweise zusammen
Synchrotron-CT-Daten: Binarisierung mit Schwellenwert Skalierungsfaktor: 0,94	1,80 μm	12,9 %	11,3 μm	11,0 μm	nein, siehe Abbildung 5.30 (f)

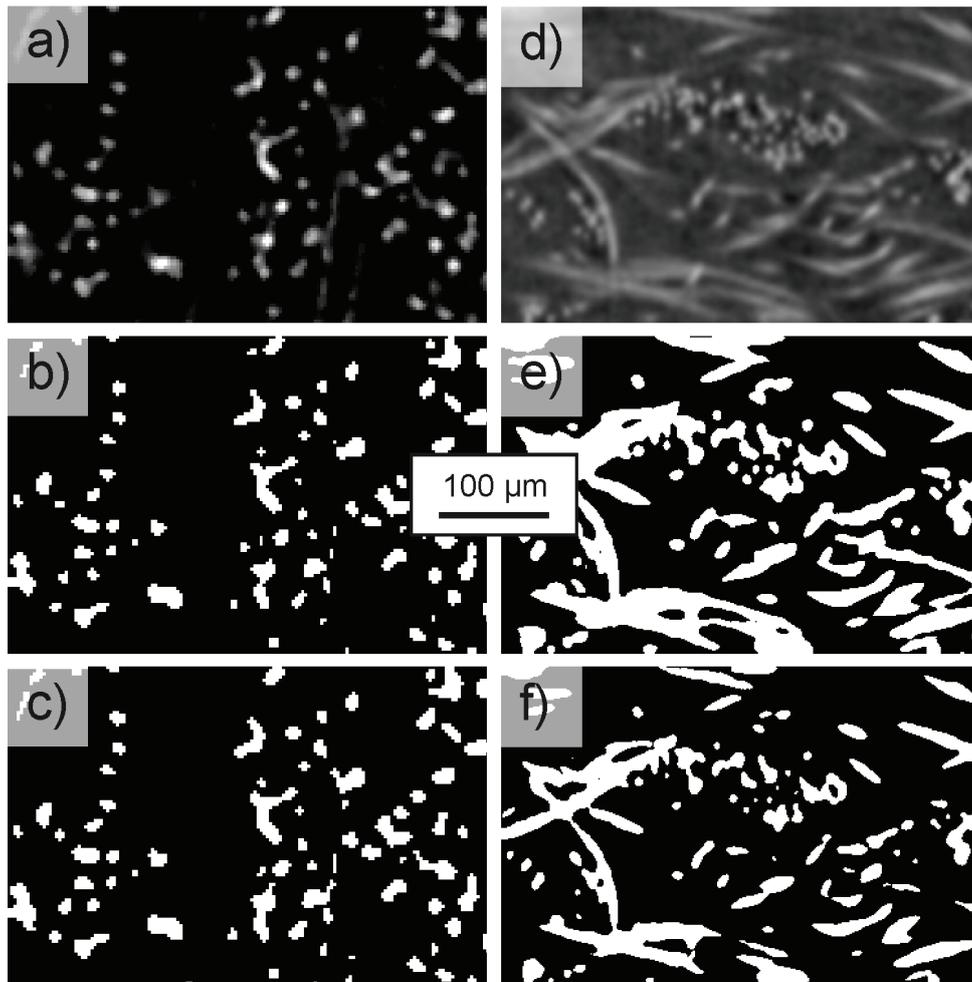


Abbildung 5.29: CFC-Laminat (Preform): Vergleich der CT-Daten mit den entsprechenden Binarisierungen. Desktop-CT-Daten (a) mit Binarisierung mittels Schwellenwert (b) und Regionenwachstum (c) sowie Synchrotron-CT-Daten (d) mit Binarisierung mittels Schwellenwert (e) und Schwellenwert mit Skalierungsfaktor (f).

Die CT-Daten sind nochmals in Abbildung 5.29 gegenübergestellt. Die Desktop-CT-Daten (a) zeigen eine deutlich geringere Auflösung als die Synchrotron-CT-Daten (d), welche eine entsprechend kleinere Voxelgröße aufweisen. Weiterhin erkennbar ist die Überschätzung des Faserdurchmessers in den binären Daten. Einzelne Kohlenstofffasern sind getrennt voneinander in den Graustufenbildern zu erkennen, welche nach der Binarisierung nicht mehr voneinander unterschieden werden können. Bei der korrigierten Schwellenwert-Segmentierung der Synchrotron-CT-Daten wird zwar der mittlere Faserdurchmesser besser abgebildet, allerdings werden die Fasern nicht mehr zusammenhängend erkannt, wie in den unteren Faserbündeln in Abbildung 5.29 (d,f) zu sehen ist. Abbildung 5.30 und Abbildung 5.31 zeigen die Faserorientierung nach anisotroper Gaußfilterung. Erkennbar ist ein etwa gleichbleibender Anteil der Kohlenstofffasern von 30 %, welche vorzugsweise senkrecht zu den Lagen orientiert sind (Richtung 3). Diese Fasern zeigen keine geradlinige, sondern eine gewobene Form (siehe Abbildung 5.30). Unidirektional verstärkte Lagen heben sich in Abbildung 5.31 durch Maxima in den Richtungen 1 bzw. 2 hervor. Zwischen den unidirektionalen Lagen befinden sich die Filzlagen, welche durch einen Anstieg des Faseranteils in der jeweils unverstärkten Richtung zu erkennen sind.

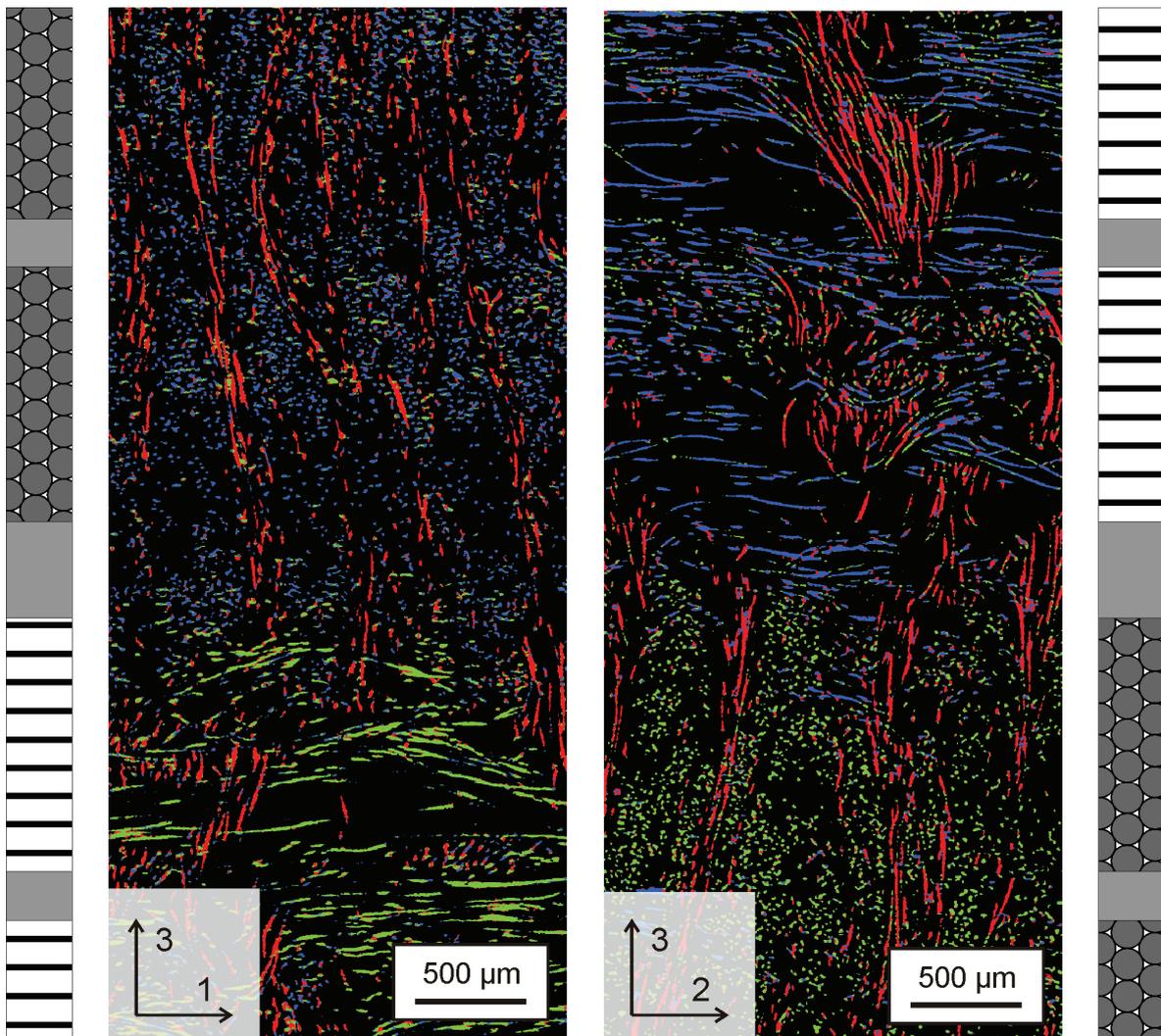


Abbildung 5.30: CFC-Laminat (Preform): Darstellung der Faserorientierungen nach anisotroper Gaußfilterung (Desktop-CT-Daten)

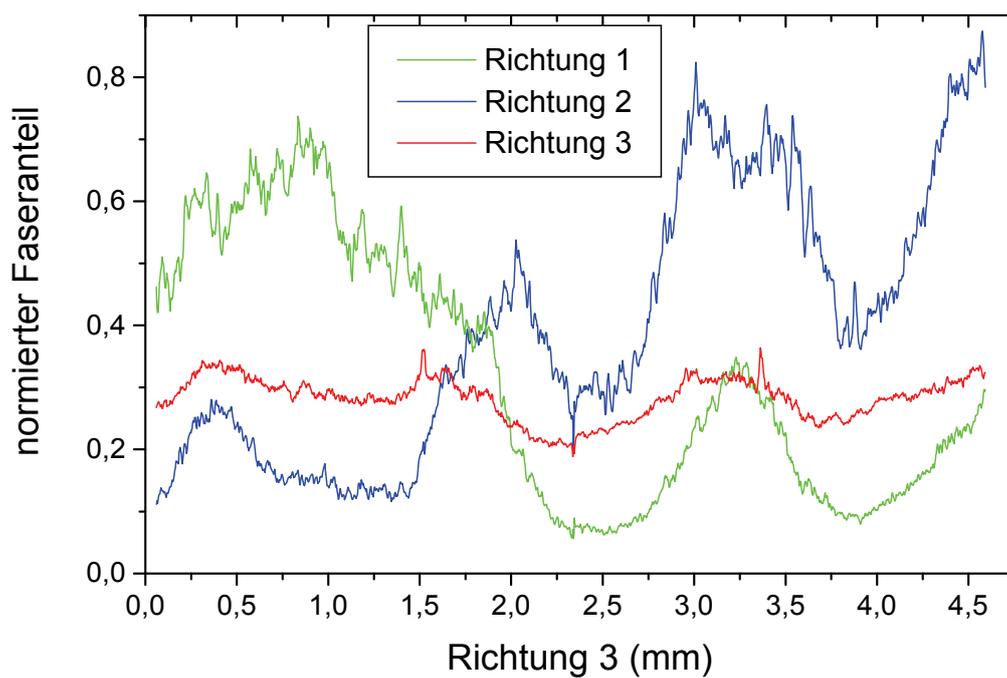


Abbildung 5.31: CFC-Laminat (Preform): Normierte Faseranteile entlang Richtung 3 (Desktop-CT-Daten)

Die Zwischenstadien der chemischen Gasphaseninfiltration wurden nahrungsweise durch ein homogenes Anwachsen der Struktur berechnet (vgl. Kapitel 5.1.3). Die Desktop-CT-Daten wurden in 20 kleinere Volumina der Groe 301^3 Voxel unterteilt, um den Bedarf an Arbeitsspeicher zu begrenzen. Die Synchrotron-CT-Daten wurden in 128 Volumina unterteilt (ebenfalls 301^3 Voxel), von denen 21 Volumina uber den Datensatz verteilt ausgewertet wurden. Wie auch fur das Filzsubstrat wurde die Gasphasenabscheidung durch ein homogenes Anwachsen der Struktur beschrieben. Hierfur wurde zunachst die euklidische Abstandstransformation berechnet und im Anschluss sukzessive benachbarte Porenvoxel zur Kohlenstoffstruktur addiert, was zu einer schrittweisen Verdichtung mit Kohlenstoff fuhrt. Um Randeffekte zu vermeiden, wurde jeweils ein innerer Bereich von 271^3 Voxel ausgewertet. Abbildung 5.32 zeigt ein Zwischenstadium der berechneten CVI, welche nahrungsweise der Charge L120 entspricht. Dargestellt ist jeweils die 1-3-Ebene, also ein Schnitt senkrecht zu den Lagen. Die beiden linken Abbildungen entsprechen dabei den Desktop-CT-Daten, die beiden rechten Abbildungen den Synchrotron-CT-Daten.

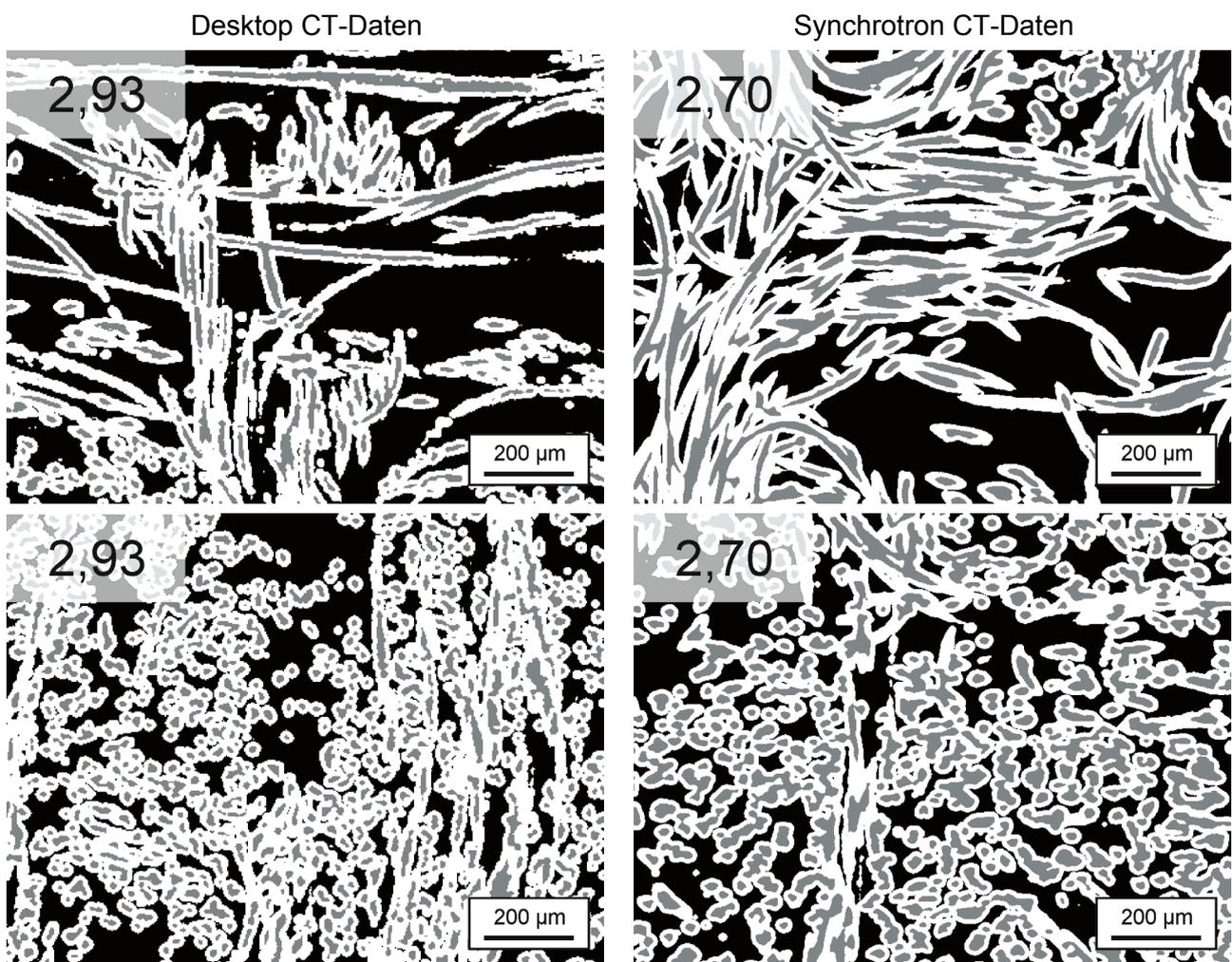


Abbildung 5.32: CFC-Laminat: Berechnung der abgeschiedenen Schichtdicken auf Basis der Desktop-CT-Daten (links) sowie der Synchrotron-CT-Daten (rechts). Die Schichtdicken entsprechen nahrungsweise der Charge **L120**. Dargestellt ist die Ansicht der 1-3-Ebene im Bereich einer Filzlage (oben) bzw. einer UD-Lage (unten) (Binarisierung mit Schwellenwert, angenommener Faserradius 4 µm. PyC weiss, C-Fasern hellgrau und Porositat schwarz).

Die beiden oberen Darstellungen in Abbildung 5.32 entsprechen einer Filzlage, die beiden unteren Darstellungen einer UD-Lage. Durch die kleinere Voxelgröße der Synchrotron-CT-Daten kann das Anwachsen der Struktur, verglichen mit den Desktop-CT-Daten, besser abgebildet werden.

Zur Beurteilung der Qualität dieser Vorgehensweise können neben einem direkten Vergleich der berechneten Strukturen aus Abbildung 5.32 mit den Schliffbildern der realen Strukturen aus Abbildung 5.26, auch die Dichten und Porositäten aus Abbildung 5.33 herangezogen werden. Dabei wurden die aus der Berechnung ermittelten Volumenanteile von C-Fasern und PyC-Matrix mit den entsprechenden Dichten von $1,72 \text{ g/cm}^3$ für die C-Fasern und $2,17 \text{ g/cm}^3$ für die PyC-Matrix gewichtet [ZHA03]. Die nominelle Gesamtporosität von 77,5 % wird im Ausgangsstadium überschätzt, was sich aus dem eingangs erwähnten geringeren Faservolumengehalt ergibt. Dadurch wird auch die nominelle Dichte von $0,39 \text{ g/cm}^3$ unterschätzt. Die beste Übereinstimmung liegt bei den Synchrotron-CT-Daten mit Schwellenwert-Segmentierung vor, bei der sich Porosität und Dichte etwa ein Prozent von den an der realen Preform ermittelten Werten unterscheiden. Die mittlere Dichte und Gesamtporosität der Charge L120, mit einer PyC-Schichtdicke von 2,9 Faserradien, liegt bei $1,78 \text{ g/cm}^3$ und 13 %. Die Porosität der Berechnungen liegt mit 35-40 % um einen Faktor drei darüber. Entsprechend wird auch die Dichte mit etwa $1,3 \text{ g/cm}^3$ um 30 % unterschätzt.

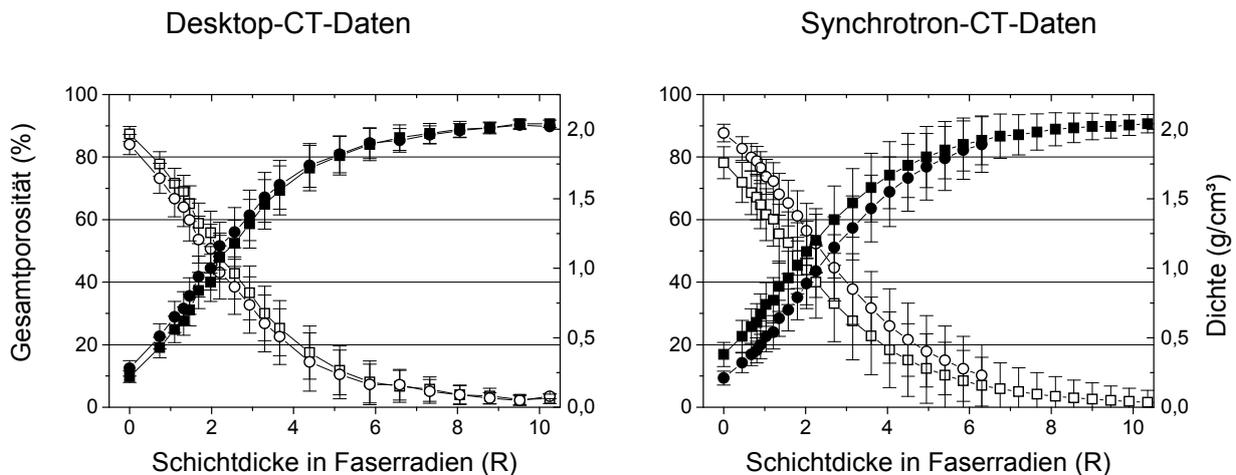


Abbildung 5.33: CFC-Laminat: Gesamtporosität (offene Symbole) und berechnete Dichte (geschlossene Symbole) als Funktion der abgeschiedenen Schichtdicke. Links dargestellt sind die Auswertungen der Desktop-CT-Daten und rechts dargestellt sind die Auswertungen der Synchrotron-CT-Daten. Angenommene Dichte der C-Fasern $1,72 \text{ g/cm}^3$ und angenommene Dichte des PyC $2,17 \text{ g/cm}^3$

Die auf Basis der Berechnungen ermittelten Verläufe von Oberfläche (A), freiem Volumen (V) und A/V-Verhältnis als Funktion der PyC-Schichtdicke sind in Abbildung 5.34 dargestellt. Dabei entsprechen die offenen Symbole den Berechnungen auf Basis der CT-Daten der Preform. Die geschlossenen Symbole entsprechen berechneten Verläufen auf Basis von CT-Daten infiltrierter Proben (Proben L020-2A, L090-2E und L120-2E).

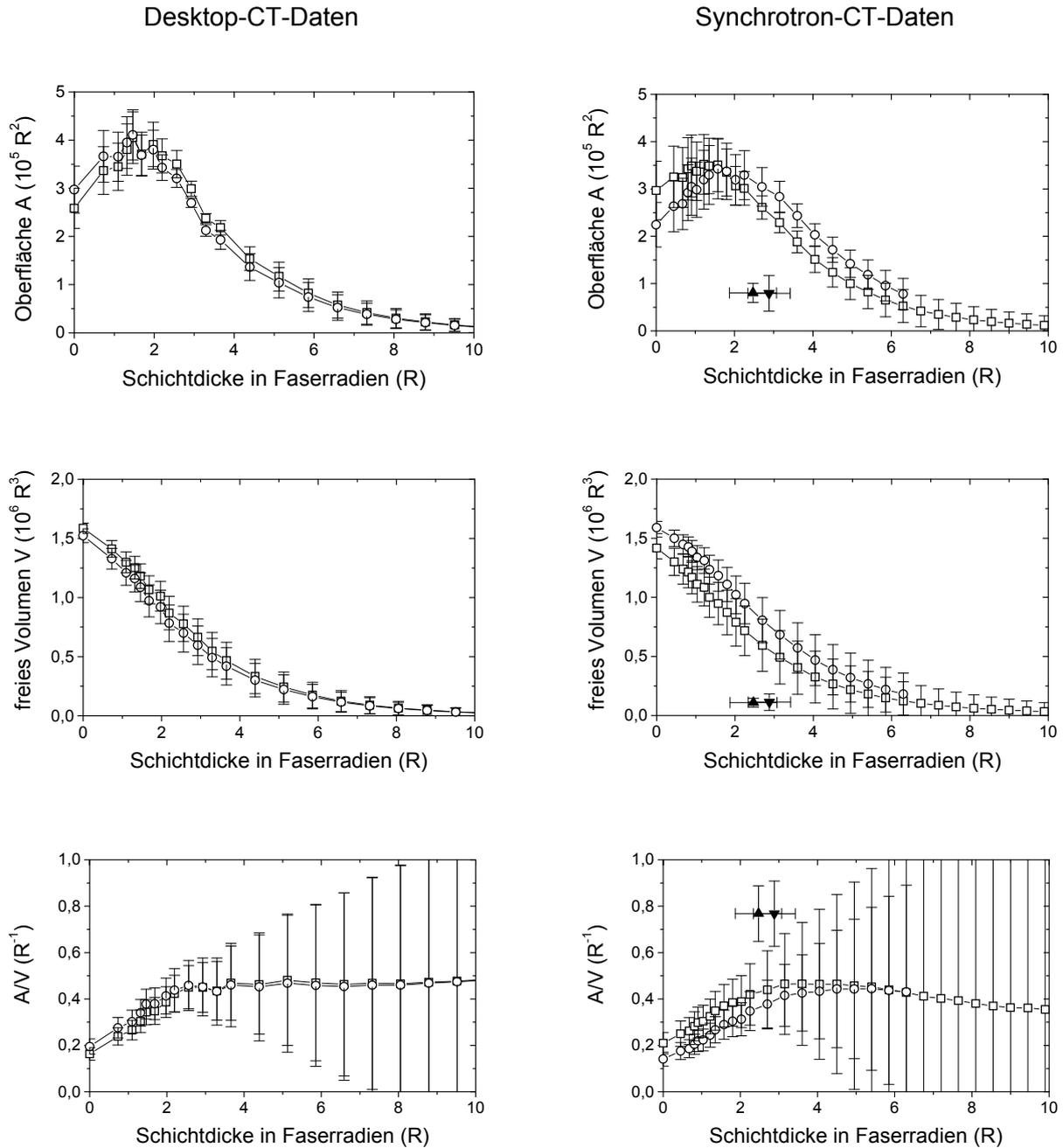


Abbildung 5.34: CFC-Laminat: Berechnete Entwicklung von Oberfläche (A), freiem Volumen (V) und AV auf Basis der Desktop-CT-Daten (links, Segmentierung mit Schwellenwert \square und Regionenwachstum \circ) und der Synchrotron-CT-Daten (rechts, Segmentierung mit Schwellenwert \square und korrigiertem Schwellenwert \circ). Gemittelt wurde über 20 Volumina (Desktop-CT) bzw. 21 Volumina (Synchrotron-CT) mit jeweils 271^3 Voxel. Die betrachteten Volumina umfassen $7,81 \cdot 10^6$ Faserradien³ (Desktop-CT) bzw. $1,81 \cdot 10^6$ Faserradien³ (Synchrotron-CT). Die Fehlerbalken entsprechen jeweils einer Standardabweichung. Die geschlossenen Symbole der Synchrotron-CT-Daten entsprechen Werten von infiltrierten Proben (L090-2E \blacktriangle und L120-2E \blacktriangledown). Gemittelt wurde über 32 Volumina mit 301^3 Voxeln. Alle Werte wurden auf ein Volumen von $1,81 \cdot 10^6$ Faserradien³ skaliert, um sie besser vergleichen zu können.

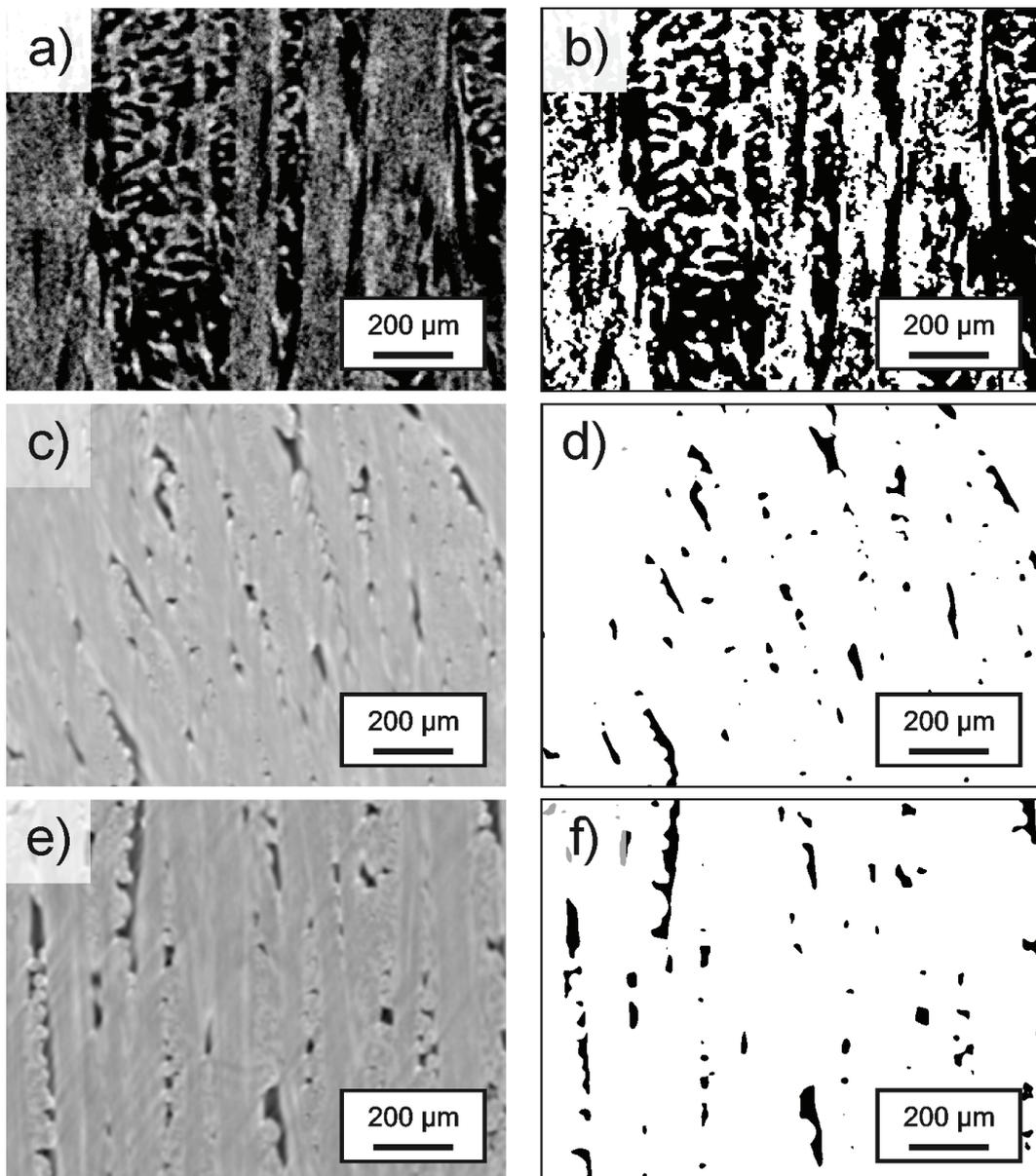


Abbildung 5.35: CFC-Laminat: CT-Daten infiltrierter Proben (Poren sind schwarz dargestellt): Probenlagen L020-2A (a,b), Probe L090-2E (c,d) und Probe L120-2E (e,f). Links dargestellt ein Schnittbild durch die Graustufen-Daten und rechts das zugehörige schwellenwert-segmentierte Bild. Die Probe L020 wurde mittels Desktop-CT untersucht (Voxelgröße 3,45 µm), die Proben L090-2E und L120-2E wurden mittels Synchrotron-CT untersucht (Voxelgröße 1,8 µm).

Abbildung 5.35 (links) zeigt einen Ausschnitt der CT-Daten infiltrierter Proben. Dabei wurden die Proben L020-2A, L090-2E und L120-2E mittels Diamantdrahtsäge in jeweils kleinere Quader präpariert, um eine höhere Auflösung zu erzielen (Abmessungen ca. 2,0 mm x 2,0 mm x 10,5 mm). Die Probe L020-2A wurde am Desktop-CT untersucht (Voxelgröße 3,45 µm), die Proben L090-2E und L120-2E mittels Synchrotronstrahlung (Voxelgröße 1,80 µm). Rechts dargestellt sind die entsprechenden Schnittbilder der segmentierten Daten. Ein Vergleich der Graustufen- und binären Bilder zeigt eine gute Wiedergabe der Poren. Die sich nach der Segmentierung errechnenden Porositäten sind in Tabelle 5.9 zusammengefasst. Die Werte liegen geringfügig unter den entsprechenden offenen Porositäten aus Abbildung 5.27, welche allerdings an den 10,5 mm Proben ermittelt wurden.

Tabelle 5.9: CFC-Laminat: CT-Daten infiltrierter Proben (siehe Abbildung 5.35)

Probe	Voxelgröße	Segmentierung	Porosität	Ausgewertete Volumina (271 ³ Voxel)
L020-2A	3,45 µm	Schwellenwert der gefilterten CT-Daten	41,1 %	6
L090-2E	1,80 µm	Schwellenwert	6,0 %	30
L120-2E	1,80 µm	Schwellenwert	6,3 %	30

Die in Abbildung 5.34 dargestellten Verläufe von Oberfläche (A), freiem Volumen (V) und A-V-Verhältnis wurden alle auf ein gleiches Volumen von $1,81 \cdot 10^6$ Faserradien³ bezogen, welches dem betrachteten Volumen der Synchrotron-CT-Daten mit 271³ Voxel entspricht. Dadurch ist ein direkter Vergleich der Daten möglich. Die auf Basis der CT-Daten der Preform berechneten Verläufe von Oberfläche und freiem Volumen sind für die vier unterschiedlichen Datensätze sehr ähnlich. Zunächst beobachtet man einen linearen Anstieg des A/V-Verhältnisses bis zu einer Schichtdicke von etwa zwei Faserradien. Danach beobachtet man einen horizontalen Verlauf bzw. ein leichtes Abfallen für die Synchrotron-CT-basierten Datensätze. Die ermittelten Achsenabschnitte und Steigungen bis zu einer Schichtdicke von zwei Faserradien sind in Tabelle 5.10 dargestellt. Die an den realen Proben L090-2E und L120-2E berechneten Oberflächen liegen um etwa 60 % unter dem berechneten Kurvenverlauf. Das freie Volumen beträgt sogar weniger als 20 % der berechneten Porosität, wodurch das jeweils ermittelte A/V-Verhältnis etwa 70 % über den auf Basis der Preform berechneten Werten mit jeweils $0,77 R^{-1}$ liegt.

Tabelle 5.10: CFC-Laminat: Berechnete Verläufe von Oberfläche zu freiem Volumen für die unterschiedlichen CT-Daten und Segmentierungen. R² entspricht dem Bestimmtheitsmaß und N der Anzahl berücksichtigter Datenpunkte bis zu einer Schichtdicke von 2 Faserradien.

CT-System und Binarisierung	Faseranteil	Achsenabschnitt Faserradien ⁻¹	Steigung Faserradien ⁻²	R ²	N
Desktop-CT-Daten:					
Binarisierung mit Schwellenwert	12,6 %	0,157	0,115	0,980	10
Desktop-CT-Daten:					
Binarisierung mit Regionenwachstum	16,1 %	0,193	0,113	0,981	10
Synchrotron-CT-Daten:					
Binarisierung mit Schwellenwert	22,2 %	0,203	0,102	0,989	7
Synchrotron-CT-Daten:					
Binarisierung mit Schwellenwert	12,9 %	0,132	0,096	0,984	7
Skalierungsfaktor: 0,94					

Porenorientierungen und -verteilungen

Die Porenmorphologie in Filz- und UD-Lagen unterscheidet sich deutlich aufgrund der unterschiedlichen Faserorientierungen. Betrachtet man die in Abbildung 5.36 (a) dargestellten Bereiche von Filz-Lagen aus den Synchrotron-CT-Daten der Probe L120-2E, ergeben sich nach Schwellenwertsegmentierung die in Tabelle 5.11 dargestellten Porositäten. In beiden Filzlagen liegen über 80 % der Gesamtporosität in jeweils zusammenhängenden Bereichen vor. Die ausgewerteten Filzlagen befinden sich zwischen 0°- und 90°-orientierten UD-Lagen.

Tabelle 5.11: CFC-Laminat: Auswertung der Filzlagen (Synchrotron-CT-Daten der Probe L120-2E)

	Gesamtvolumen (Voxel)	Gesamtporosität	Porosität der größten Pore	Anteil der größten Pore an Gesamtporosität
Filz-Lage 1	170.100.000	13,5%	11,0%	81,4 %
Filz-Lage 2	194.400.000	16,0%	13,8%	86,3 %

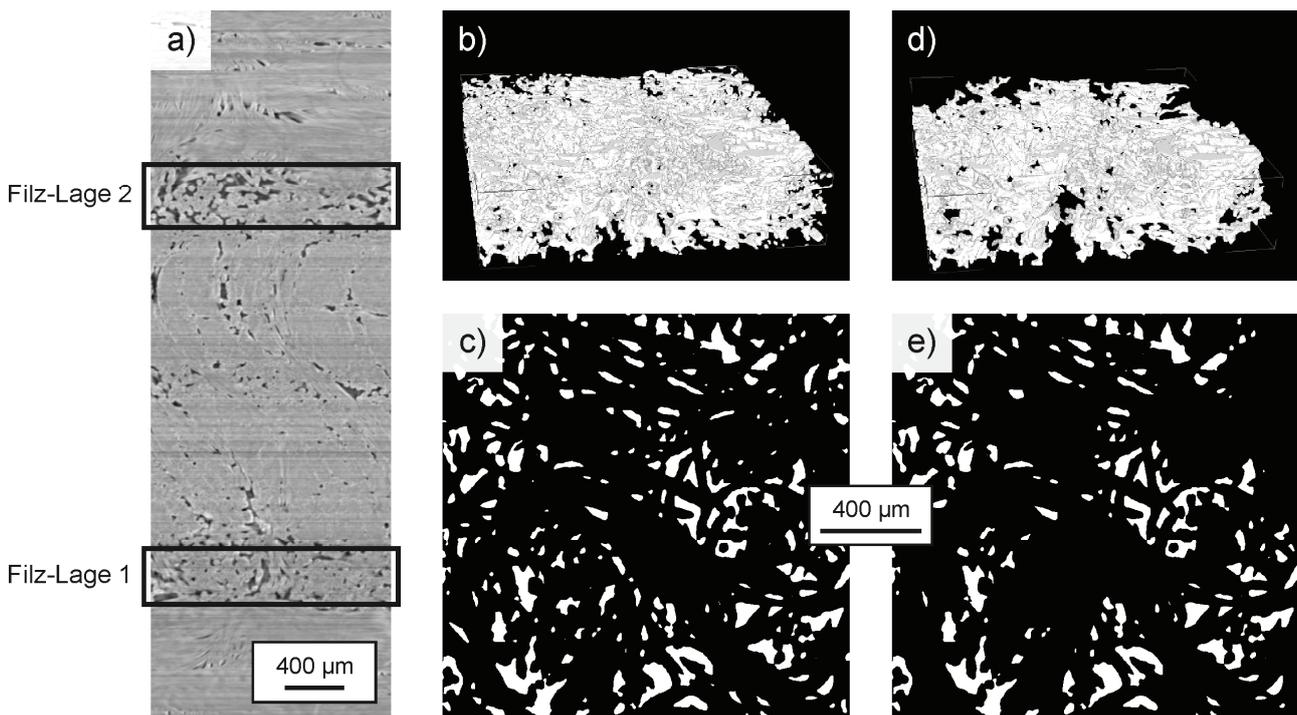


Abbildung 5.36: CFC-Laminat: Synchrotron-CT-Daten der Probe L120-2E. Darstellung der Graustufen-CT-Daten in der 1-3-Ebene (a) und Bezeichnung der Filz-Lagen. Darstellung der gesamten Porenstruktur in Filzlage 1 (b,c) und der größten zusammenhängenden Pore (d,e), als 3D-Ansicht sowie als Schnittbild in der 1-2-Ebene. Die Poren sind jeweils weiß dargestellt.

Die größte Pore in den Filzlagen zeigt keine offensichtliche Vorzugsorientierung. Dem gegenüber zeigen die Poren in unidirektionalen Lagen eine tendenzielle Vorzugsorientierung parallel zu den Faserbündeln. Um die Porenorientierung zu ermitteln, wurden diese in unidirektionalen Lagen jeweils durch einen Ellipsoid gleichen Volumens nach dem in Kapitel 2.4.1 beschriebenen Verfahren der Hauptkomponentenanalyse approximiert. Um die Poren in ihrer gesamten Länge und in einem statistisch relevanten Probenvolumen zu untersuchen, wurde die Auswertung an den Desktop-CT-Daten durchgeführt.

Als Parameter wurden die Halbachsen der Ellipsoide, das Verhältnis der Halbachsen, welches die Poren in oblate und prolate Poren unterscheidet, sowie die Eulerwinkel ermittelt. Die Definition der Winkel geht aus Abbildung 5.37 hervor. Dabei ist β der Winkel zur globalen 1-Richtung und θ der Winkel zur globalen 3-Richtung, welche senkrecht zu den Lagen orientiert ist. Der Winkel β' ist der Winkel zur vorzugsweisen Faserorientierung ($\beta'=\beta$, wenn Fasern parallel zur 1-Richtung und $\beta'=\beta+90^\circ$, wenn Fasern parallel zur 2-Richtung orientiert sind).

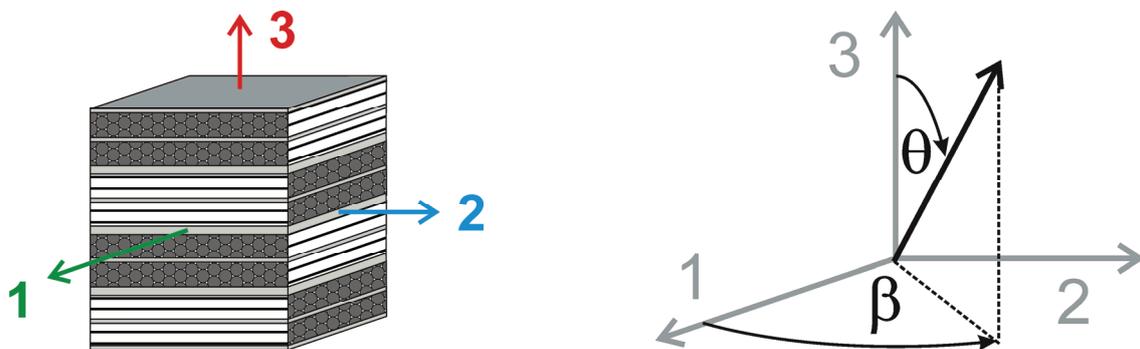


Abbildung 5.37: CFC-Laminat: Schematische Darstellung der untersuchten Probengeometrie und zugehöriges Koordinatensystem (links). Definition der Winkel β und θ (rechts)

Details zu den ausgewerteten UD-Lagen der Proben L120-2C und L120-3A sind in Tabelle 5.12 zusammengefasst. Die aus den segmentierten CT-Daten berechnete Porosität liegt immer höher, als die aus den Ellipsoid-Volumina berechnete Porosität, da Poren erst ab einem Volumen von 200 Voxel durch einen Ellipsoid approximiert wurden. Da auch Teilmengen mit Ellipsoid-Volumina von 200-30.000 Voxel und 200-3.000 Voxel ausgewertet wurden, sind die daraus ermittelten Porositäten ebenfalls in Tabelle 5.12 aufgelistet.

Tabelle 5.12 : CFC-Laminat: Volumina und Porositäten der betrachteten UD-Lagen
(ausgewertete Porenvolumina > 200 Voxel)

L120-2C	Volumen (Voxel)	Porenvolumen (Voxel)	Porosität im Datensatz	Porosität bei Auswertung von Poren mit Volumen (Voxel) von ...		
				200-max.	200-30.000	200-3.000
2C UD-1	16.092.030	620.782	4,1 %	3,9%	2,6%	1,7%
2C UD-2	13.252.260	576.283	4,8 %	4,3%	3,4%	1,5%
2C UD-3	6.152.835	406.292	7,5 %	6,6%	5,5%	3,6%
2C UD-4	18.931.800	880.047	5,0 %	4,6%	3,3%	1,7%
2C UD-5	8.519.310	667.033	8,5 %	7,8%	6,7%	3,2%
2C UD-6	20.824.980	528.326	2,9 %	2,5%	1,9%	1,3%
2C UD-7	14.672.145	1.013.974	7,5 %	6,9%	4,5%	1,6%
2C UD-8	11.832.375	899.327	8,1 %	7,6%	3,3%	1,8%
3A UD-1	18.675.696	374.848	2,0%	2,0%	1,1%	0,4%
3A UD-2	19.633.424	360.441	2,0%	1,8%	1,7%	0,6%
3A UD-3	19.154.560	367.864	2,0%	1,9%	1,8%	0,6%
3A UD-4	21.548.880	357.828	1,7%	1,7%	1,5%	0,6%
3A UD-5	14.844.784	232.560	1,7%	1,6%	1,6%	0,8%
3A UD-6	16.281.376	168.807	1,1%	1,0%	1,0%	0,5%
3A UD-7	17.717.968	443.648	2,6%	2,5%	1,8%	0,6%
3A UD-8	18.675.696	590.239	3,2%	3,2%	1,3%	0,7%

Abbildung 5.38 zeigt die ermittelten Exzentrizitäten über dem Porenvolumen für alle 16 unidirektional verstärkten Lagen der Proben L120-2C und L120-3A. Die Mehrzahl der Poren ist prolat mit tendentiell höheren Volumina (L120-2C ▼ und L120-3A ▲). Sowohl bei den prolaten als auch bei den oblate Poren gibt es sehr große Porenvolumina in der Größenordnung von 10^5 Voxel. Diese Poren sind bei der Segmentierung der Daten zusammengelaufene Porenbereiche, welche vorwiegend an den Randbereichen der Daten zu finden sind und die Porenstruktur bei Vergleich mit den Graustufenbildern nicht richtig abbilden.

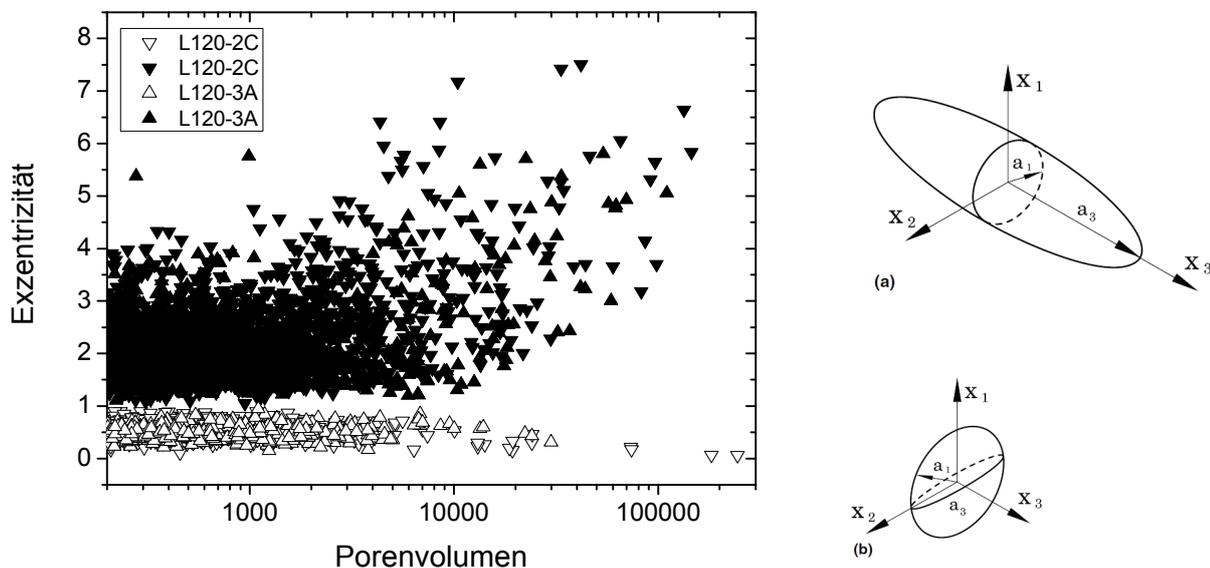


Abbildung 5.38 : CFC-Laminat: Exzentrizität über Porenvolumen (Voxel) für die Proben 2C und 3A. Die geschlossenen Symbole entsprechen prolaten Poren (a), die offenen Symbole oblaten Poren (b).

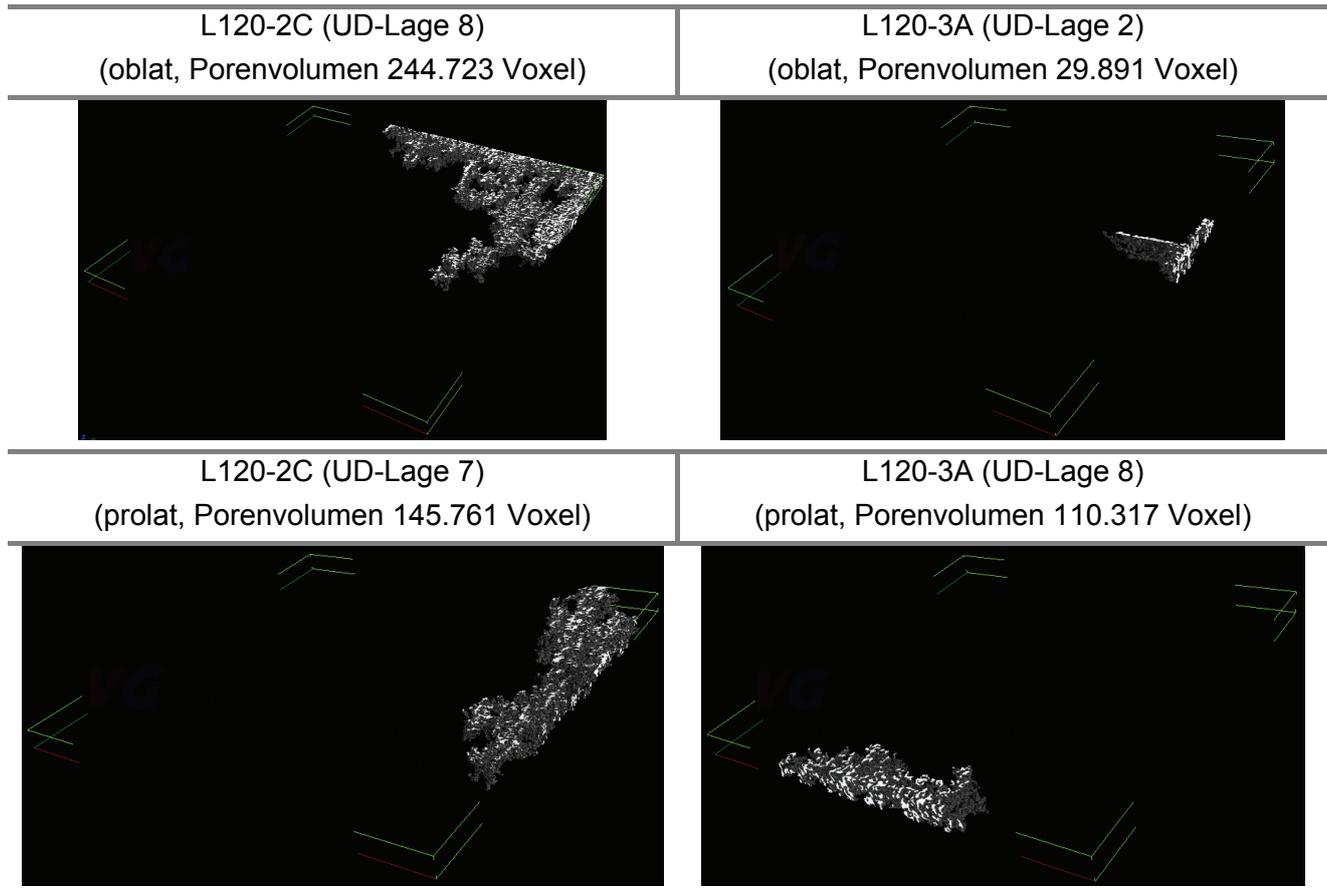


Abbildung 5.39 : CFC-Laminat: Darstellung der größten oblaten und prolaten Poren der Proben 2C und 3A

Tabelle 5.13 zeigt die Volumina von prolaten und oblaten Ellipsoiden, sowie deren Verhältnisse. Das Verhältnis von prolaten zu oblaten Poren liegt in der Größenordnung von 70:30. Für die Berechnung effektiver elastischer Konstanten nach Sevostianov [SEV05] in Kapitel 5.2.6 werden unter anderem diese Daten zu Grunde gelegt.

Tabelle 5.13 : CFC-Laminat: Verhältnis von prolaten zu oblaten Poren

Probe	Maximales Porenvolumen	Volumen prolater Poren (Voxel)	Volumen oblater Poren (Voxel)	Verhältnis prolat : oblat
L120-2C	alle Ellipsoide	4151990	1440074	74 : 26
	bis 30.000 Voxel	2986462	865399	78 : 22
	bis 3.000 Voxel	1388352	621461	69 : 31
L120-3A	alle Ellipsoide	2309063	587172	80 : 20
	bis 30.000 Voxel	1585368	587172	73 : 27
	bis 3.000 Voxel	578612	293950	66 : 34

Abbildung 5.40 zeigt die Verteilung von prolaten (rot) und oblaten (grün) Poren in Anhängigkeit der Winkel β' und θ für die UD-Lagen der Proben L120-2C und L120-3A. Dabei wurde die Anzahl an Ellipsoiden auf die Gesamtanzahl normiert. Beide Proben zeigen eine nahezu gleiche Verteilung.

Die Symmetrieachse prolater Poren ist vorzugsweise parallel zur Faserrichtung ($\beta' = 0^\circ$) und innerhalb der unidirektional verstärkten Lage ($\theta = 90^\circ$) orientiert. Oblate Poren sind mit ihrer außerordentlichen Achse vorzugsweise senkrecht zur Faserrichtung orientiert (leicht höhere Werte für $\beta' = -90^\circ$ bzw. $\beta' = +90^\circ$ verglichen mit $\beta' = 0^\circ$) und eher nicht senkrecht zur UD-Lage (leicht niedrigere Werte für $\theta = 0^\circ$ bzw. $\theta = 180^\circ$).

Entscheidend für die Berechnung effektiver elastischer Konstanten ist allerdings nicht die Häufigkeit, mit der eine Pore eine gewisse Orientierung aufweist, sondern die Gewichtung der Orientierung mit dem jeweiligen Porenvolumen [GRO07]. Abbildung 5.41 zeigt die entsprechende Auftragung, welche ein deutlich unterschiedliches Bild zeigt: Prolate Poren zeigen keine vorzugsweise Orientierung parallel zu den Faserbündeln und oblate Poren zeigen eine deutliche Orientierung ihrer Symmetrieachse senkrecht zu den Lagen. Grund hierfür sind großen zusammenhängenden Porenbereiche, welche exemplarisch bereits in Abbildung 5.39 gezeigt wurden. Berücksichtigt man die Ellipsoidvolumina von 200 – 30.000 Voxel bzw. 200 – 3.000 Voxel erhält man die Verteilungen in Abbildung 5.42 bzw. Abbildung 5.43. Letztere Abbildung stimmt mit der Auftragung der Häufigkeiten wieder nahezu überein und entsprechen auch dem, was bei bloßer Betrachtung der Graustufendaten näherungsweise zu erwarten wäre.

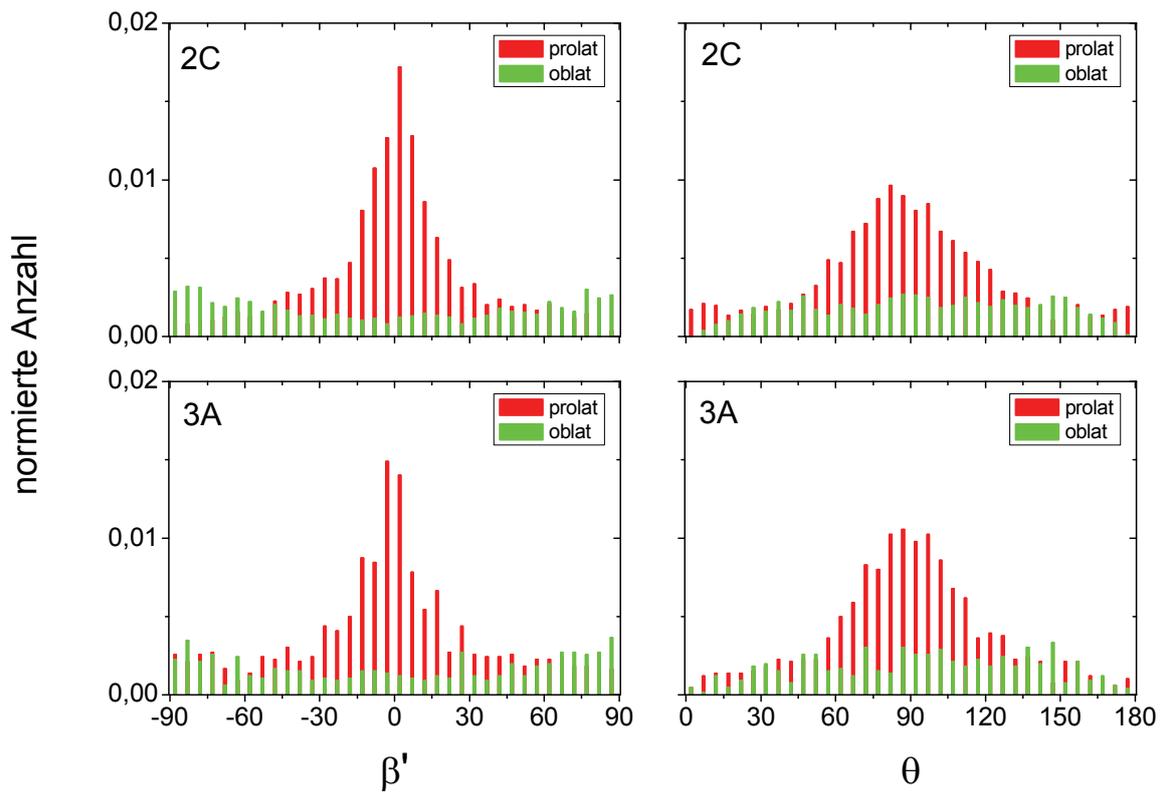


Abbildung 5.40 : CFC-Laminat: Darstellung der auf die Gesamtanzahl an Poren normierten Häufigkeiten von prolaten (rot) und oblaten (grün) Poren in den UD-Lagen der Proben L120-2C (oben) und L120-3A (unten).

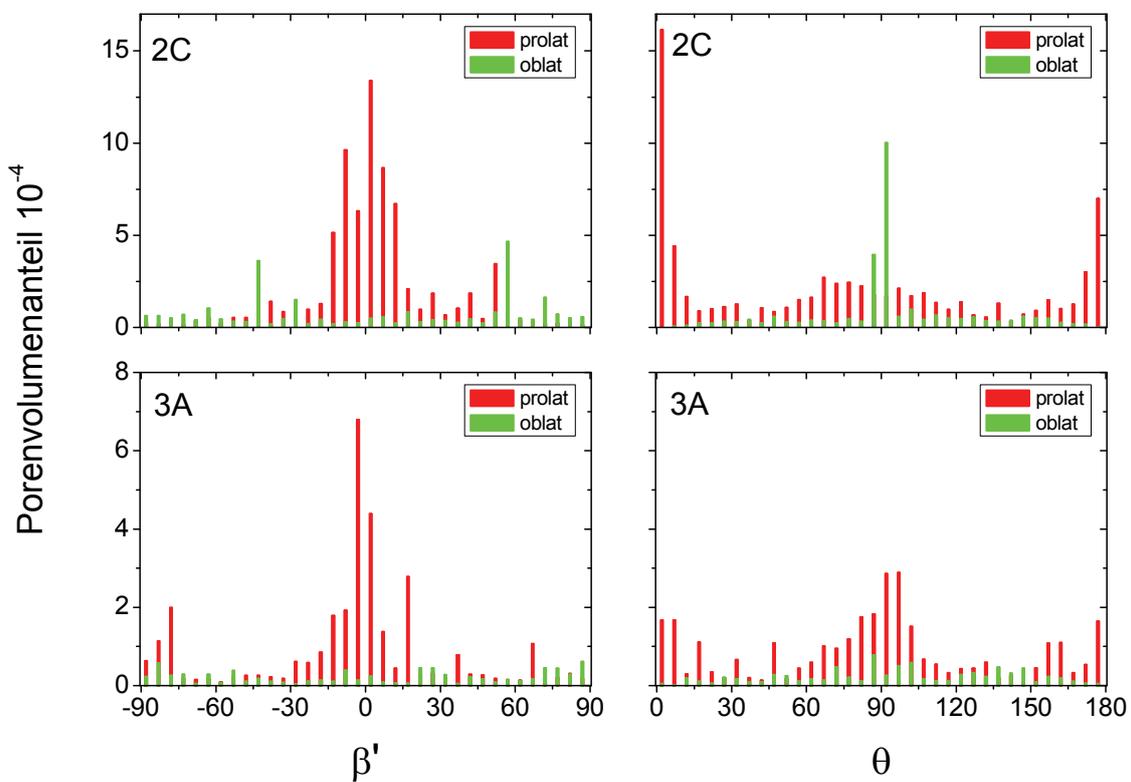


Abbildung 5.41 : CFC-Laminat: Darstellung der Porenvolumenanteile von prolaten (rot) und oblaten (grün) Poren in den UD-Lagen der Proben L120-2C (oben) und L120-3A (unten) bei Berücksichtigung aller Ellipsoide.

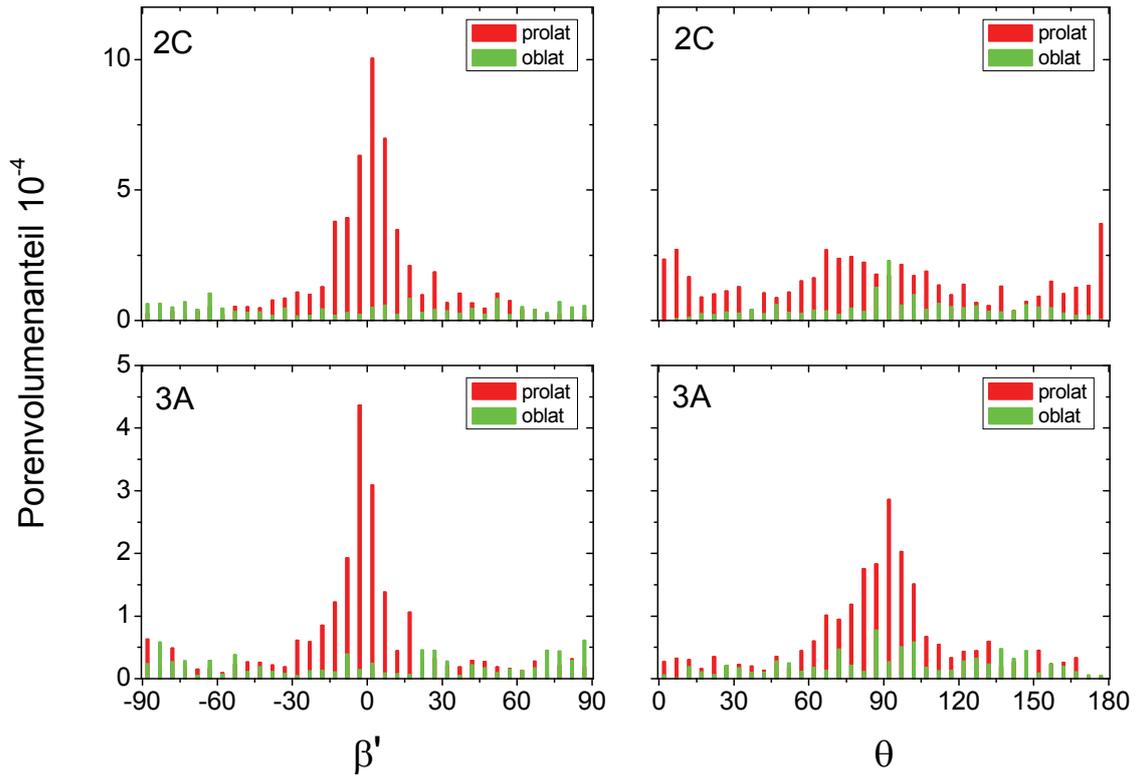


Abbildung 5.42 : CFC-Laminat: Darstellung der Porenvolumenanteile von prolaten und oblaten Poren in den UD-Lagen der Proben L120-2C (oben) und L120-3A (unten) für Porenvolumina von 200 – 30000 Voxel.

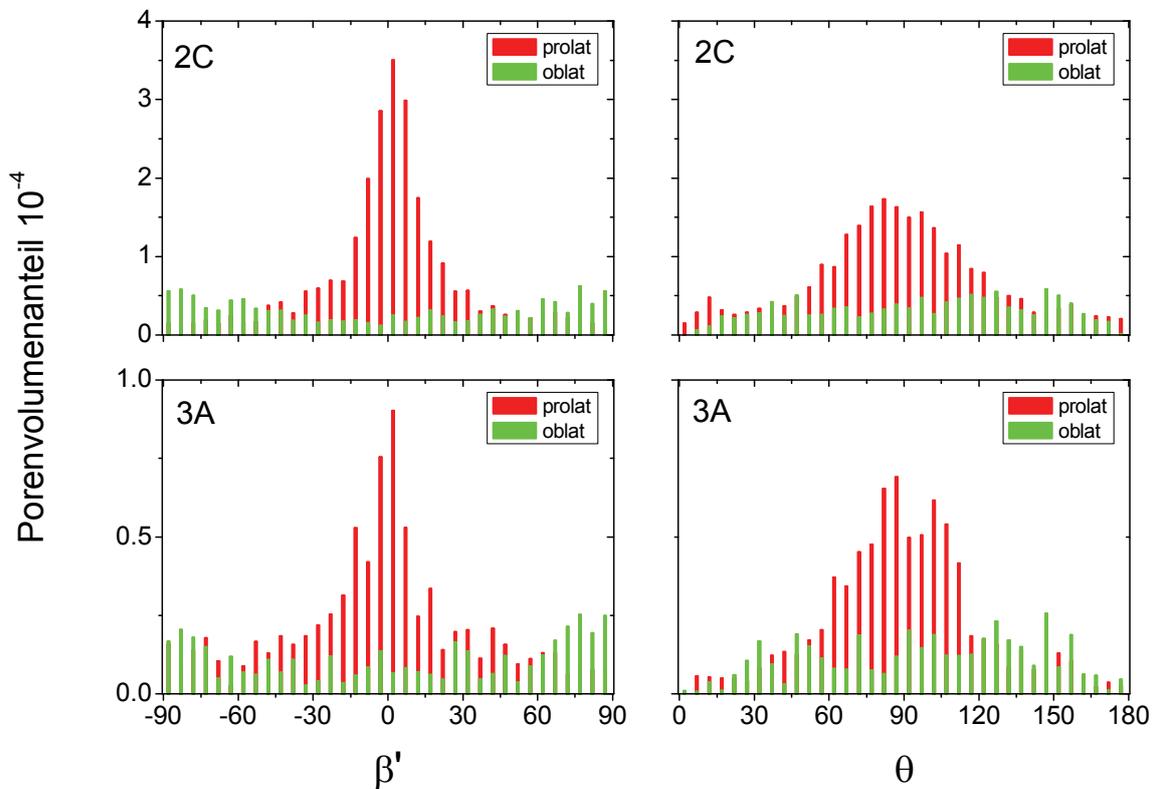


Abbildung 5.43 : CFC-Laminat: Darstellung der Porenvolumenanteile von prolaten und oblaten Poren in den UD-Lagen der Proben L120-2C (oben) und L120-3A (unten) für Porenvolumina von 200 – 3000 Voxel.

5.2.4 Ultraschallphasenspektroskopische Ergebnisse

Für die nicht infiltrierte Preform konnte die Ausbreitungsgeschwindigkeit von Longitudinalwellen im Frequenzbereich von 300-500 kHz mit den Prüfköpfen Panametrics V101 an Quadern mit 10,5 mm Kantenlänge ermittelt werden. Die zugehörigen Amplituden- und Phasenspektren sind in Abbildung 5.44 dargestellt. U_{11} wird demnach zu 4172 m/s und U_{22} zu 3340 m/s ermittelt. Bei einer Dichte der nicht infiltrierte Preform von $0,35 \text{ g/cm}^3$ betragen die elastischen Konstanten $C_{11} = 6 \text{ GPa}$ und $C_{22} = 4 \text{ GPa}$, welche in Hinblick auf die Qualität der Phasenspektren, siehe Abbildung 5.44, nahezu gleich sind. U_{33} konnte aufgrund zu hoher Schallschwächung nicht ermittelt werden.

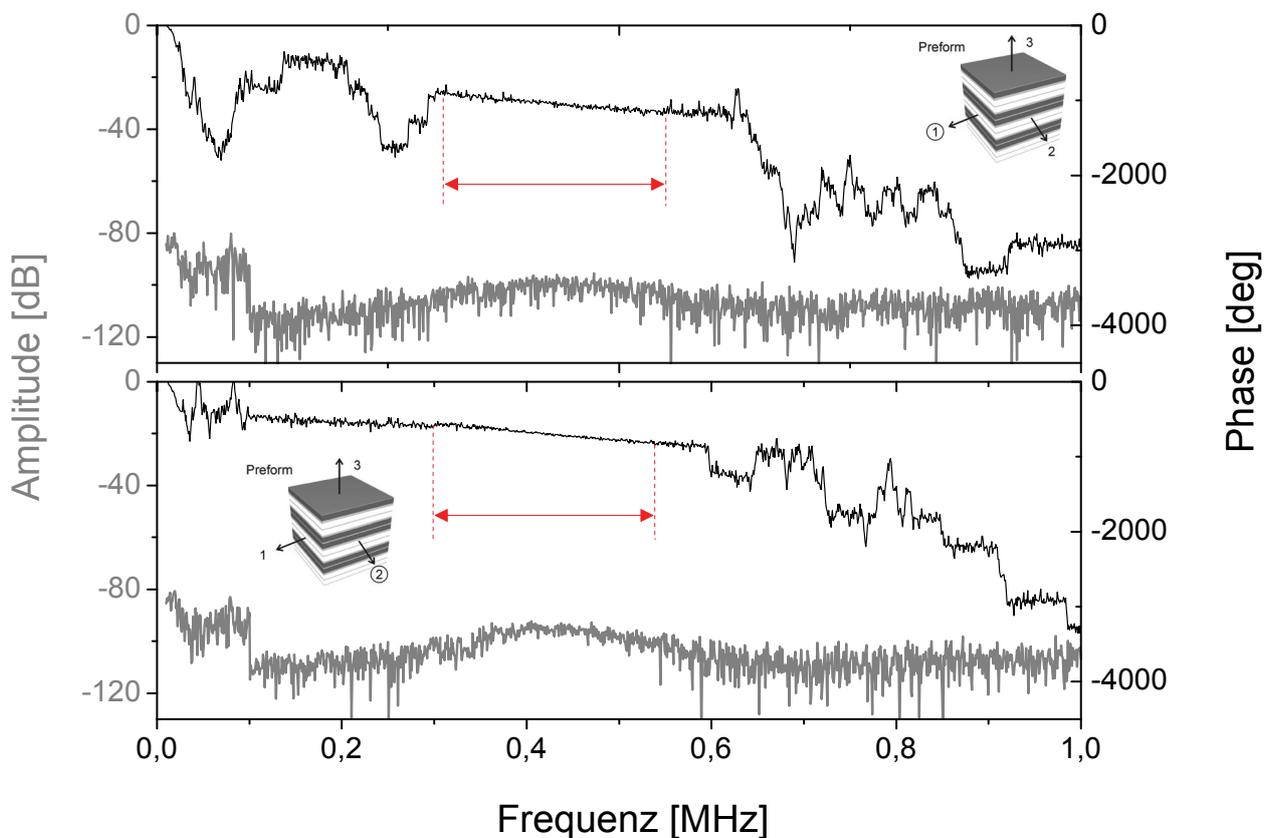


Abbildung 5.44 : CFC-Laminat (Preform): Amplituden- und Phasenspektren von Longitudinalwellen bei Ausbreitung entlang Richtung 1 (oben) bzw. Richtung 2 (unten)

Typische Phasen- und Amplitudenspektren der Chargen L020 und L120 für Longitudinalwellen, welche sich parallel zu den Laminatlagen ausbreiten, sind in Abbildung 5.45 dargestellt. Bei den porösen Proben (Charge L020) können die Phasenspektren bei Ausbreitung in diesen Richtungen bis zu einer Frequenz von etwa 8 MHz ausgewertet werden. Demgegenüber lassen sich lineare Verläufe in den Phasenspektren der dichten Proben (Charge L120) nur bis etwa 3 MHz ermitteln. Ferner beobachtet man eine Frequenzabhängigkeit der Schallgeschwindigkeit (*Dispersion*), welche bei den Proben höherer Porosität deutlich ausgeprägter ist, aber auch für dichtere Proben beobachtet wird. Der Übergang liegt bei etwa 1,2 MHz. Unterhalb dieser Frequenz ermittelt man eine geringere Ausbreitungsgeschwindigkeit (höhere Steigung in Abbildung 5.45) verglichen mit

einer linearen Regression des oberen Frequenzbereiches. Diese Frequenzabhängigkeit wird nur bei Ausbreitung der Ultraschallwellen parallel zu den Laminatlagen beobachtet (Richtung 1 und Richtung 2), allerdings nicht bei Ausbreitung senkrecht zu den Laminatlagen (Richtung 3).

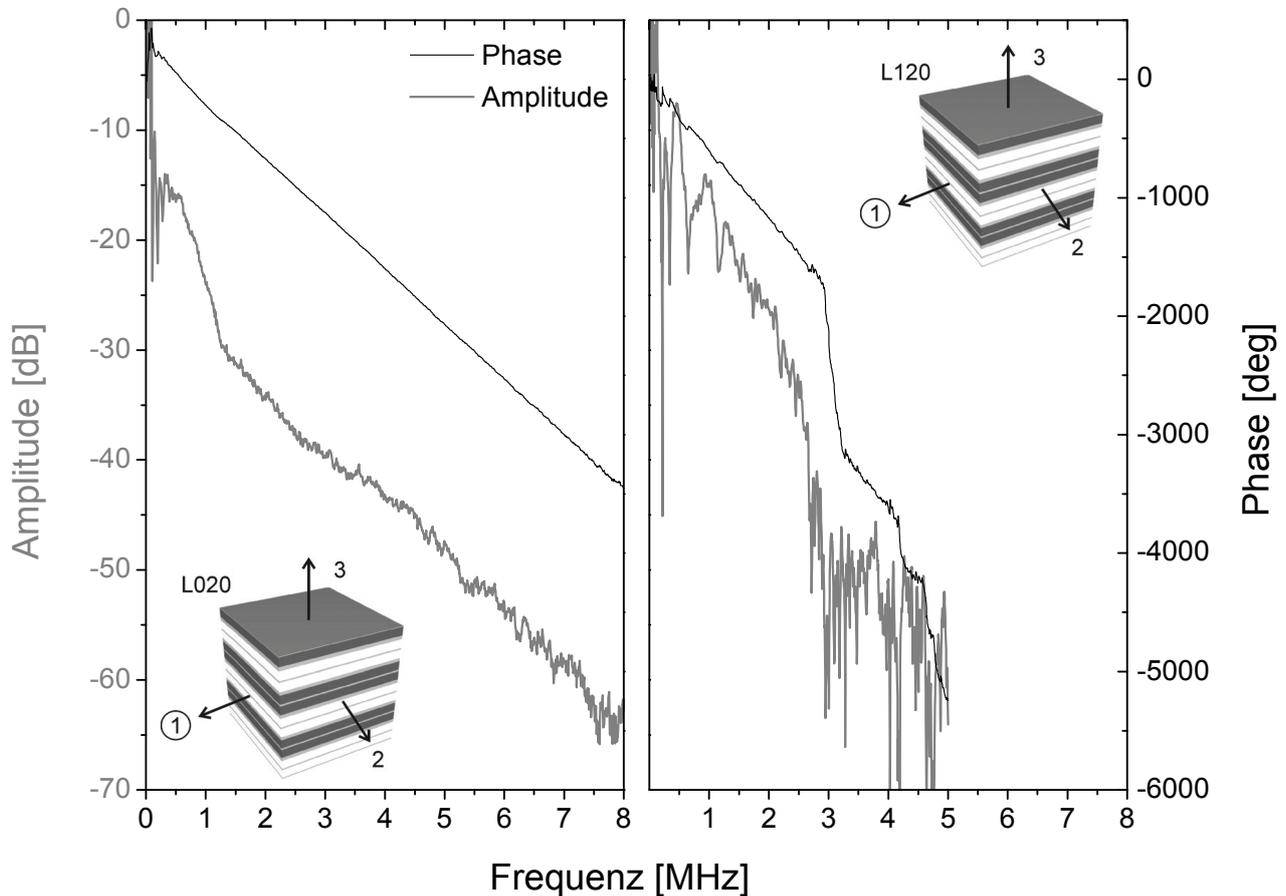


Abbildung 5.45 : CFC-Laminat: Typische Amplituden- und Phasenspektren von Longitudinalwellen bei Ausbreitung parallel zu den Lagen für die Probe L020-2C (links) bzw. L 120-2C (rechts).

Details der Amplituden- und Phasenspektren für Proben der Charge L020 und L120 im Frequenzbereich bis 3 MHz für Ausbreitung parallel sowie senkrecht zu den Lagen, sind in Abbildung 5.46 dargestellt. Die Schallschwächung ist senkrecht zu den Lagen generell höher als bei Ausbreitung parallel zu den Laminatlagen. Besonders schallschwächend ist die Richtung 3 bei porösen Proben der Charge L020 (Abbildung 5.46, oben rechts), so dass eine Bestimmung der Ausbreitungsgeschwindigkeit in diesen Richtungen nur näherungsweise möglich ist. Die Frequenzweite, in der diese Ausbreitungsgeschwindigkeit ermittelt wurde, liegt zwischen 50-100 kHz und damit deutlich unter den übrigen Frequenzweiten. Für die dichteren Proben der Charge L120 kann wiederum die Ausbreitungsgeschwindigkeit in einem Frequenzbereich bis 1 MHz bestimmt werden, wie aus Abbildung 5.46 (unten rechts) ersichtlich ist.

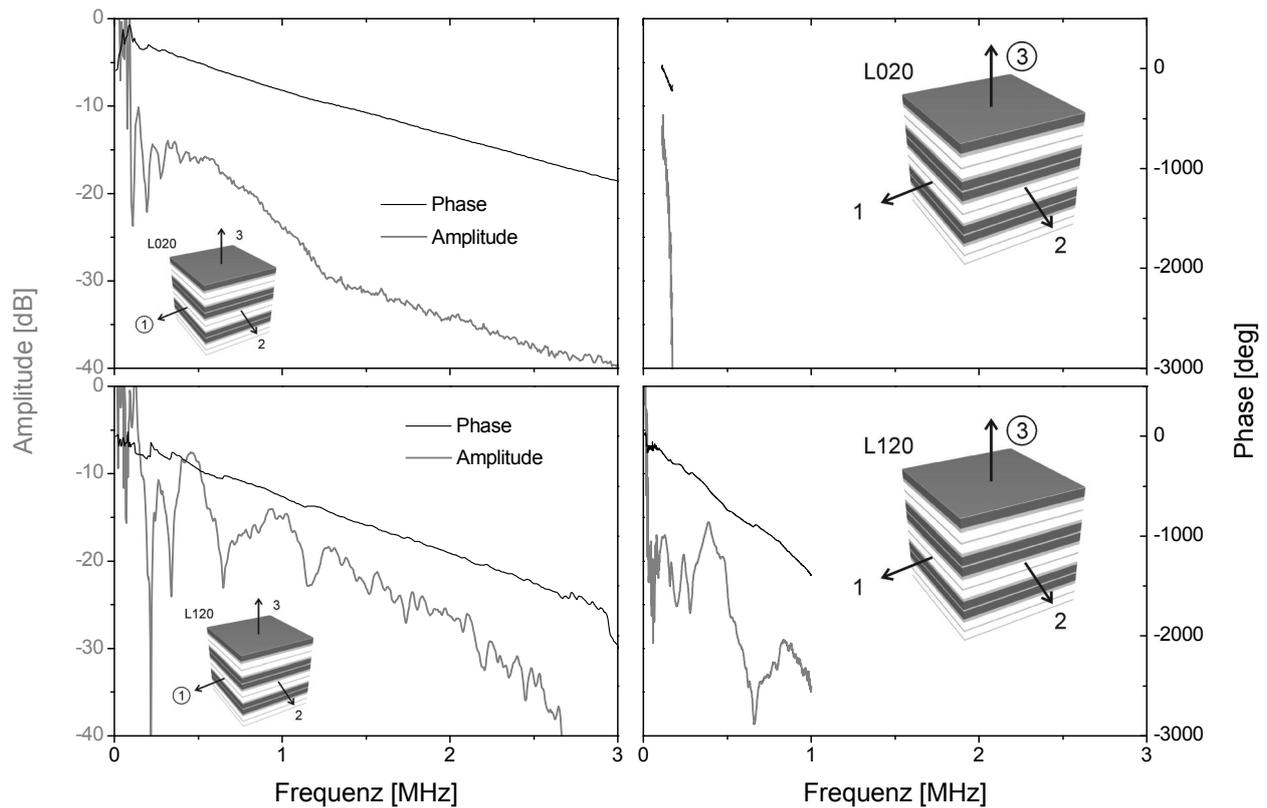


Abbildung 5.46 : CFC-Laminat: Typische Amplituden- und Phasenspektren von Longitudinalwellen bei Ausbreitung parallel zu den Lagen (links) bzw. senkrecht zu den Lagen (rechts). Oben für die Charge L020, unten für die Charge L120 (Probenlage 2C).

Abbildung 5.47 zeigt die Ausbreitungsgeschwindigkeiten von Longitudinalwellen in Abhängigkeit der Frequenz für die Proben L020-2C und L120-2C. Die drei unterschiedlichen Richtungen sind mit jeweils unterschiedlichen Farben kodiert. Die Länge der Balken entspricht dem ausgewerteten Frequenzbereich. Für beide Proben sind die Ausbreitungsgeschwindigkeiten U_{11} und U_{22} nahezu identisch, was aufgrund der Probensymmetrie erwartet wird (siehe Abbildung 3.7 b). Deutlich erkennbar ist die Frequenzabhängigkeit dieser Ultraschallgeschwindigkeiten. Die Ausbreitungsgeschwindigkeit entlang Richtung 3 (U_{33} , rot dargestellt) ist nur im unteren Frequenzbereich messbar und mit etwa 1000 m/s (Probe L020-2C) bzw. 2000 m/s (Probe L120-2C) deutlich geringer als die entsprechenden Ausbreitungsgeschwindigkeiten parallel zu den Lagen.

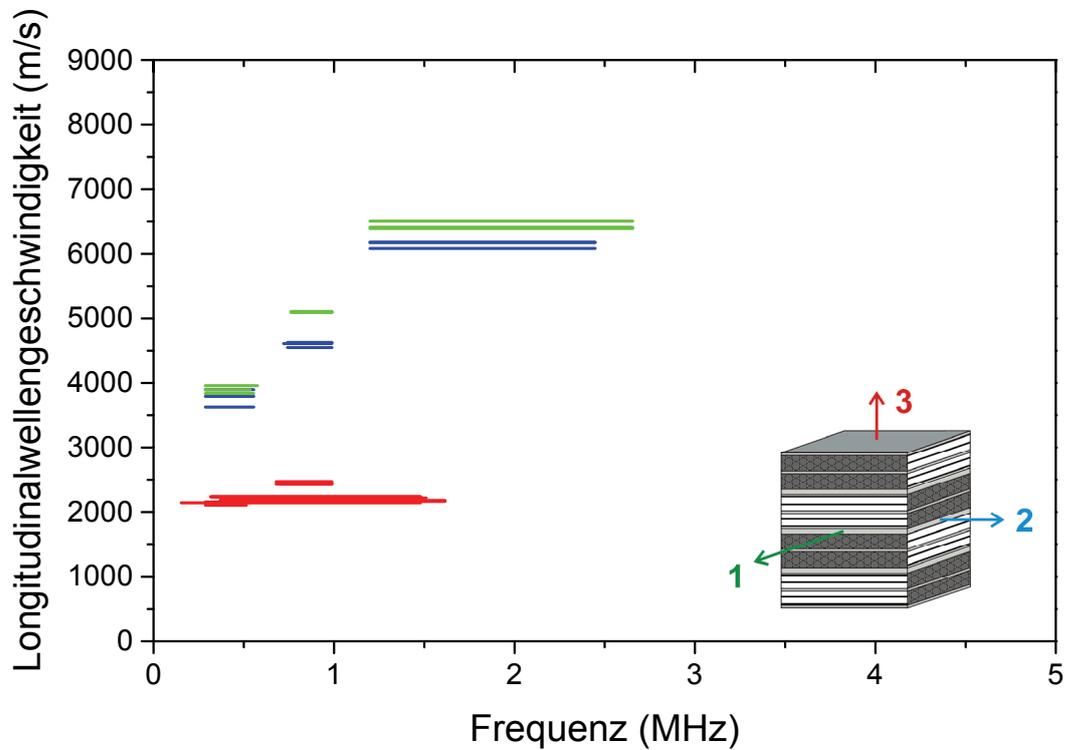
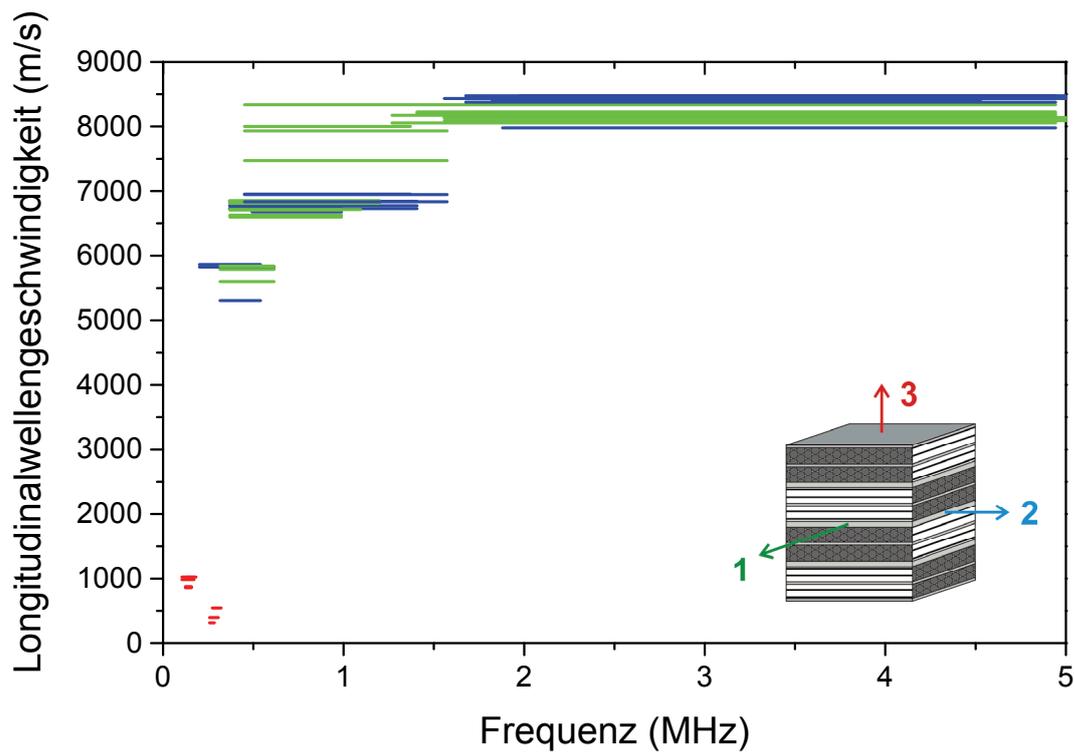


Abbildung 5.47: CFC-Laminat: Ermittelte Longitudinalwellengeschwindigkeiten für die Proben L020-2C (oben) und L120-2C (unten). Grün und blau entsprechen Ausbreitung parallel zu den Lagen (Richtungen 1 und 2), rot entspricht Ausbreitung senkrecht zu den Lagen (Richtung 3).

Abbildung 5.48 zeigt die aus den Longitudinalwellengeschwindigkeiten berechneten elastischen Konstanten für die nicht infiltrierte Preform, sowie für die Proben L020-2C und L120-2C. Für die infiltrierten Proben wurden drei separate Mittelwerte berechnet, entsprechend den in Abbildung 5.47 ersichtlichen Anhäufungen gleicher Ausbreitungsgeschwindigkeit. Die höheren elastischen Konstanten entsprechen den höheren ermittelten Ultraschallgeschwindigkeiten. Erkennbar sind nahezu gleich große elastische Konstanten parallel zu den Lagen (C_{11} und C_{22}) für die poröse Probe L020-2C und die dazu vergleichsweise dichte Probe L120-2C. Die elastische Konstante der nicht infiltrierten Preform liegt etwa eine Größenordnung unter diesen Werten. Die Konstante C_{33} ist deutlich kleiner als die Konstanten parallel zu den Lagen und zeigt eine ausgeprägte Abhängigkeit von der Porosität.

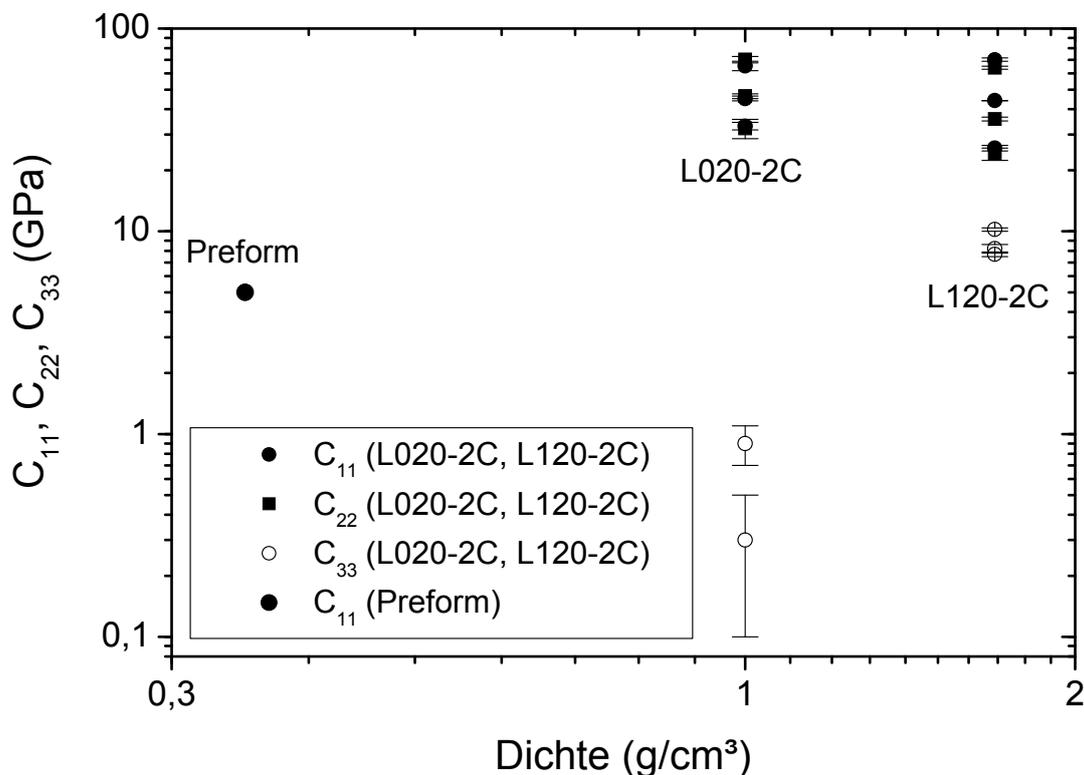


Abbildung 5.48 : CFC-Laminat: Berechnete elastische Konstanten C_{11} , C_{22} und C_{33} für die nicht-infiltrierte Preform (Dichte 0,35 g/cm³), die Probe L020-2C (Dichte 1,00 g/cm³) und die Probe L020-2C (Dichte 1,69 g/cm³). Die drei unterschiedlichen Mittelwerte entsprechen unterschiedlichen ausgewerteten Frequenzbereichen (siehe Anhäufungen in Abbildung 5.47).

Abbildung 5.49 zeigt die ermittelten Scherwellengeschwindigkeiten. Die Farbkodierung entspricht dabei den Ultraschallwellen innerhalb der Ebene senkrecht zu den Richtungen (U_{23} und U_{32} (grün) zur Berechnung der Konstanten C_{44} , U_{13} und U_{31} (blau) zur Berechnung der Konstanten C_{55} , sowie U_{12} und U_{21} (rot) zur Berechnung der Konstanten C_{66}). Hierbei beobachtet man eine deutliche Streuung der Ausbreitungsgeschwindigkeiten von Scherwellen, welche sich entweder senkrecht zu den Lagen ausbreiten (U_{31} , U_{32}) oder senkrecht zu den Lagen polarisiert sind (U_{13} , U_{23}). Die rot dargestellten Geschwindigkeiten (U_{12} und U_{21}) entsprechen Scherwellen, welche sich sowohl parallel zu den Lagen ausbreiten als auch parallel zu den Lagen polarisiert sind und zeigen eine deutlich geringere Streuung.

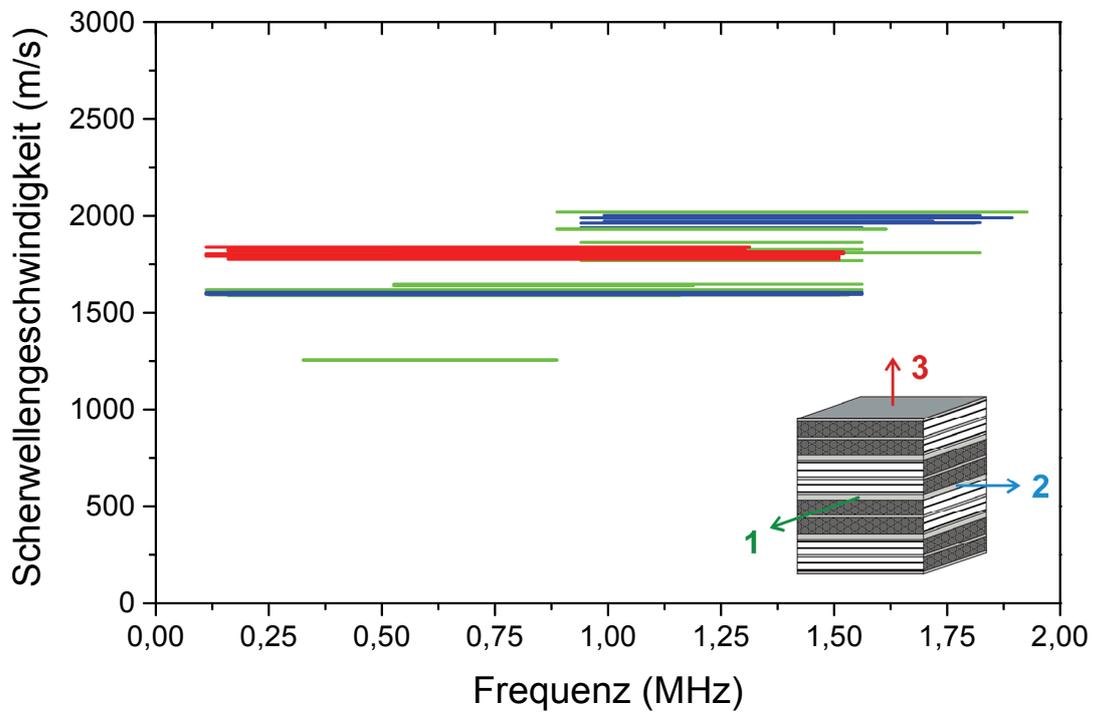
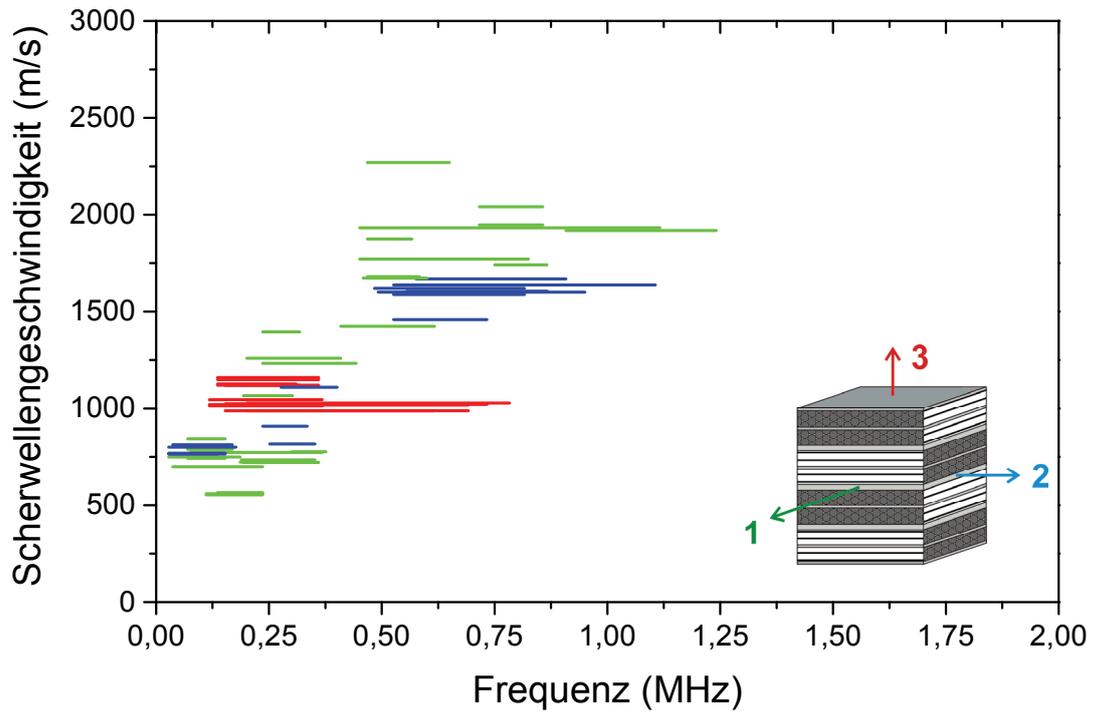


Abbildung 5.49: CFC-Laminat: Ermittelte Scherwellengeschwindigkeiten für die Proben L020-2C (oben) und L120-2C (unten). Grün entspricht Scherwellen in der 2-3-Ebene (U_{23} und U_{32}), blau und rot entsprechen Scherwellen in den 1-3- und 1-2-Ebenen.

Tabelle 5.14 zeigt die aus den ermittelten Scherwellengeschwindigkeiten berechneten elastischen Konstanten C_{44} , C_{55} und C_{66} . Die hohe Streuung bei Ausbreitung oder Polarisation senkrecht zu den Lagen macht sich besonders bei der porösen Probe L020-2C bemerkbar. Die auf den Mittelwert bezogene Standardabweichung beträgt für die Konstante C_{44} sogar über 100 %.

Tabelle 5.14 : CFC-Laminat: Berechnete Scherkonstanten C_{44} , C_{55} und C_{66} .

Probe	Dichte	C_{44} [GPa]		C_{55} [GPa]		C_{66} [GPa]	
		Mittelwert	$\frac{\sigma}{C}$	Mittelwert	$\frac{\sigma}{C}$	Mittelwert	$\frac{\sigma}{C}$
L020-2C	1,00	1,4	105%	1,6	59%	1,1	12%
L120-2C	1,69	4,9	25%	5,8	17%	5,5	2%

Schnitte parallel zu den Lagen (Chargen L020 und L120, Position 2D)

Der Grund der Dispersion liegt vermutlich in der geringen Anzahl an unidirektionalen Lagen, welche eine Probe umfassen und zu inhomogener Wellenausbreitung führt. Um dies zu belegen wurden für die Chargen L020 und L120 an Proben der Position 2D Schnitte parallel zu den Lagen mittels Diamantdrahtschneiden durchgeführt. Tabelle 5.15 zeigt die geometrischen Abmessungen und Dichten der Proben nach der Präparation. Dabei wurde die ursprünglich acht UD-Lagen umfassende Probe in der Mitte halbiert und eine der beiden Hälften nochmals mittig geteilt.

Tabelle 5.15: CFC-Laminat: Geometrische Abmessungen und Dichten der parallel zu den Lagen geschnittenen Proben (Schnitte senkrecht zu Richtung 3 an Proben L020-2D und L120-2D)

Probe	Beschreibung	L1 (mm)	L2 (mm)	L3 (mm)	Dichte (g/cm ³)
L020-2D	acht UD-Lagen	10,54	10,55	10,45	1,05
L020-2D-S1	ca. drei UD-Lagen 0°/90°	10,54	10,53	4,67	1,03
L020-2D-S2	zwei UD-Lagen (0°)	10,55	10,52	2,06	1,13
L020-2D-S3	zwei UD-Lagen (90°)	10,52	10,55	2,32	1,05
L120-2D	acht UD-Lagen	10,45	10,45	10,46	1,70
L120-2D-S1	vier UD-Lagen 0°/90°	10,45	10,45	5,40	1,68
L120-2D-S2	zwei UD-Lagen (0°)	10,44	10,45	2,41	1,73
L120-2D-S3	zwei UD-Lagen (90°)	10,46	10,43	2,30	1,70

Abbildung 5.50 zeigt die ermittelten Ausbreitungsgeschwindigkeiten von Longitudinalwellen für Proben mit acht UD-Lagen (L020-2D, L120-2D) bzw. für Proben mit zwei parallel zueinander orientierten UD-Lagen (L020-2D-S2, L120-2D-S2). Ersichtlich ist wieder eine Frequenzabhängigkeit der Ausbreitungsgeschwindigkeit für Proben mit alternierenden Lagen. Diese Frequenzabhängigkeit wird auch noch für die Probe L020-2D-S2 beobachtet, in der die Faserbündel zwar überwiegend parallel zur Richtung 1 orientiert sind, allerdings auch benachbarte 90°-orientierte UD-Faserbündel aufweist. Die 120 Stunden infiltrierte Probe L020-2D-S2 mit zwei UD-Lagen parallel zur Richtung 1 zeigt hingegen keine Frequenzabhängigkeit der Ultraschall-

geschwindigkeit. Die ermittelten Geschwindigkeiten bei Ausbreitung parallel zu den Lagen sind für die Proben mit alternierenden Lagen gleich groß wie die Geschwindigkeiten der Proben mit parallel zur Ausbreitungsgeschwindigkeit orientierten Lagen.

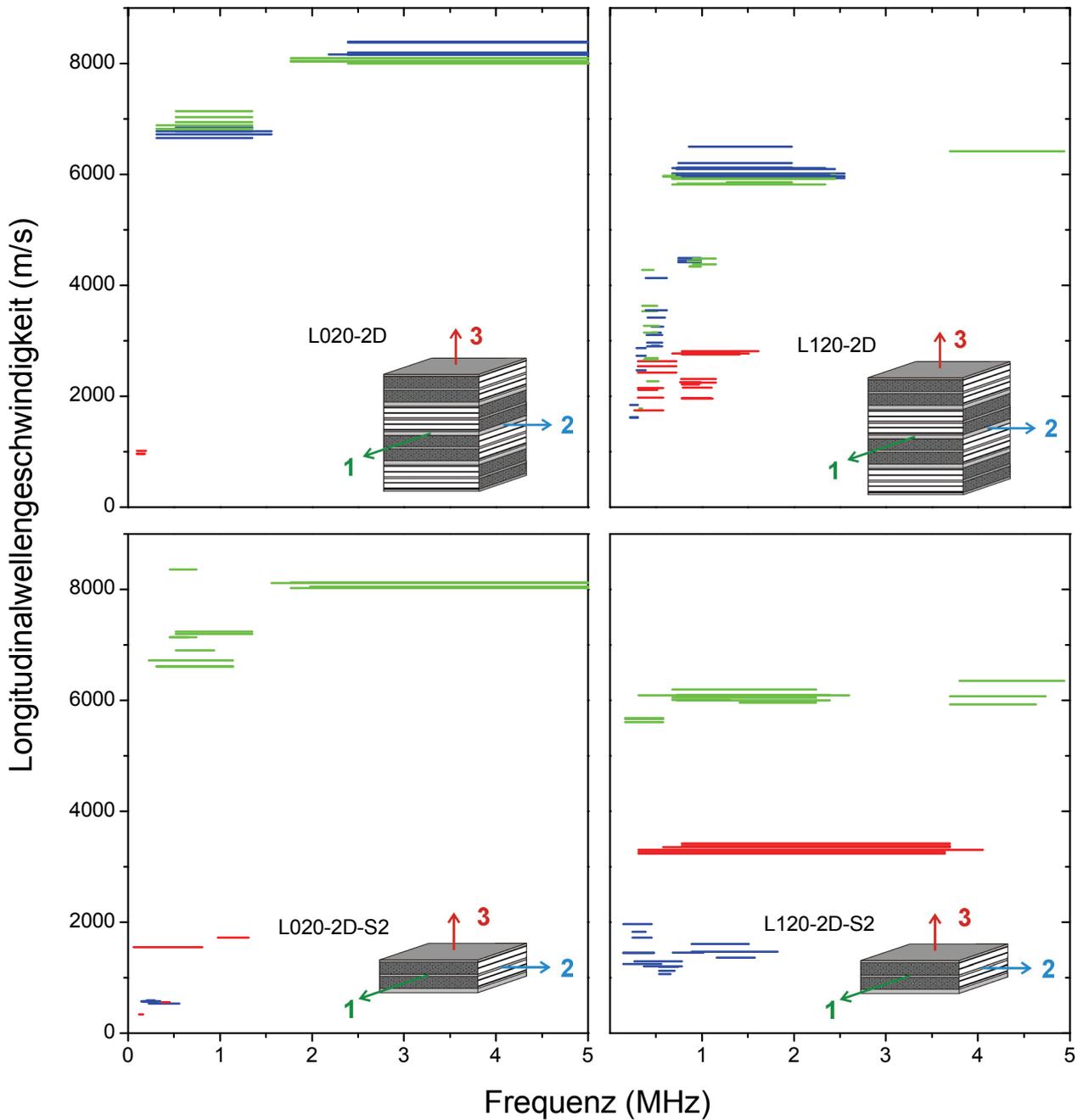


Abbildung 5.50 : CFC-Laminat: Ermittelte Longitudinalwellengeschwindigkeiten für die Proben mit acht bzw. zwei UD-Lagen der Chargen L020 und L120 (Probenposition 2D).

Die zugehörigen Scherwellengeschwindigkeiten sind in Abbildung 5.51 dargestellt. Auch hier zeigt die dichtere Probe der Charge L120 eine deutlich geringere Streuung verglichen mit der poröseren Probe der 20 Stunden infiltrierten Charge und es ist keine ausgeprägte Frequenzabhängigkeit festzustellen. Für beide Proben wird beobachtet, dass die Scherwellengeschwindigkeiten in der 1-3-Ebene (U_{13} , U_{31}) höhere Werte aufweisen als die Scherwellengeschwindigkeiten parallel zu den Lagen (U_{12} , U_{21}) und diese wiederum höhere Werte aufweisen als die Scherwellen-

geschwindigkeiten der 2-3-Ebene (U_{23} , U_{32}). Eine Scherung in der Ebene senkrecht zu den Faserbündeln zeigt demnach den geringsten Widerstand.

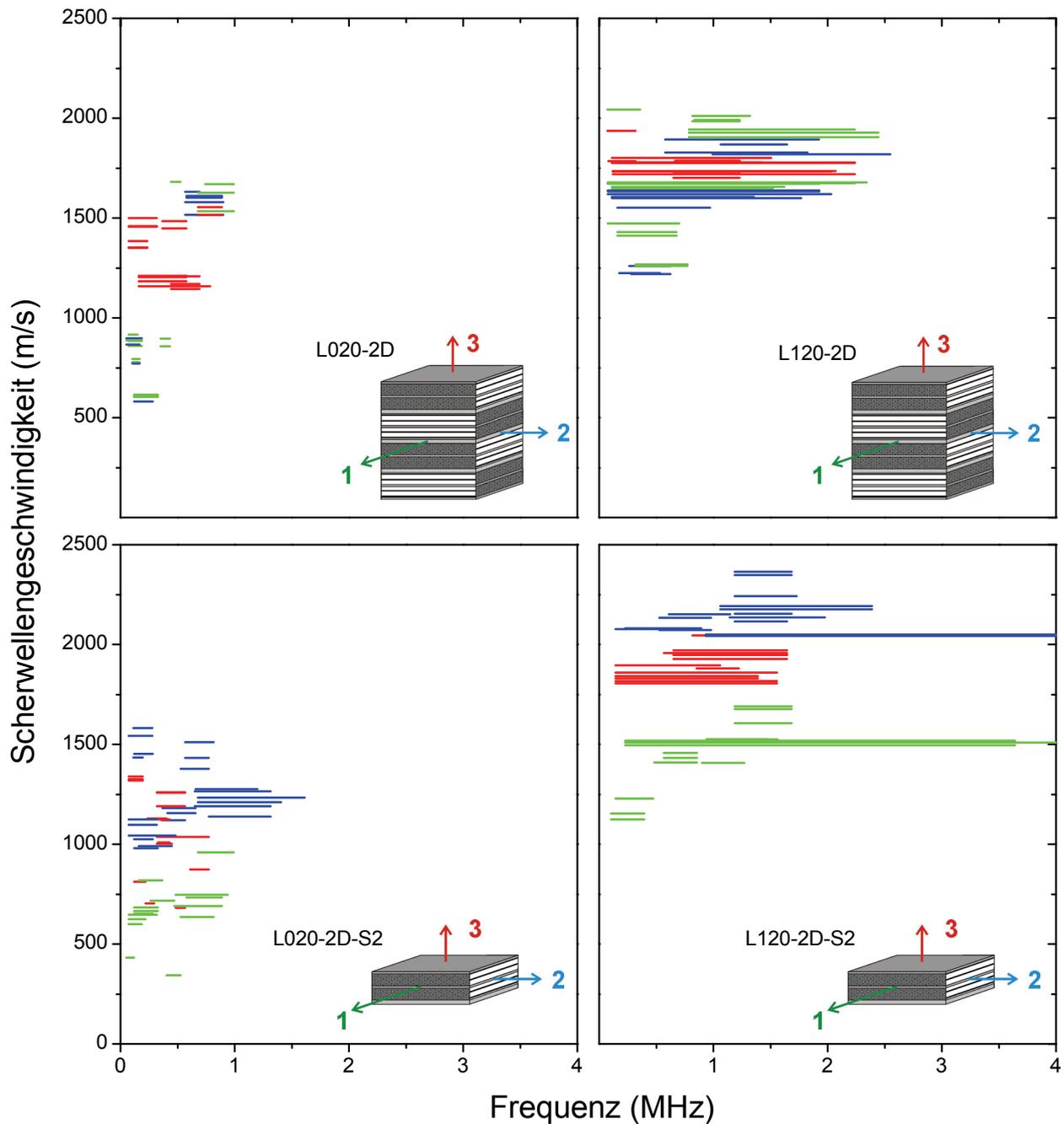


Abbildung 5.51 : CFC-Laminat: Ermittelte Scherwellengeschwindigkeiten für die Proben mit acht bzw. zwei UD-Lagen der Chargen L020 und L120 (Probenposition 2D).

Die Dispersion scheint mit dem geringen Zusammenhalt der Lagen verbunden zu sein, so dass die Wellenausbreitung nicht durch die gesamte Probe erfolgt, sondern bei bestimmten Frequenzen durch die Wellenausbreitung in einzelnen Lagen dominiert wird. Dies soll mit dem folgenden Modell begründet werden.

Modell zur Dispersion der Ultraschallwellen parallel zu den Laminatlagen

Wie eingangs erwähnt, ermittelt man an würfelförmigen Proben aus acht unidirektional verstärkten Lagen, mit alternierender Orientierung der Faserbündel parallel zu Richtung 1 bzw. Richtung 2, abhängig von der Frequenz unterschiedliche Ausbreitungsgeschwindigkeiten. Diese Frequenzabhängigkeit der Ausbreitungsgeschwindigkeit ist bei Proben höherer Porosität (Charge L020) deutlich ausgeprägt, aber auch bei Proben niedriger Porosität (Charge L120) messbar. Dies führt auf eine Modellvorstellung von separaten und nicht miteinander verbundenen Lagen, in denen die Schallleitung wechselwirkungsfrei erfolgt. Dieses Modell ist in Abbildung 5.52 schematisch dargestellt. Dabei wird ferner angenommen, dass die Ausbreitungsgeschwindigkeiten in den Lagen bekannt sind und die Dämpfung in dem Exponentialterm durch ein Verhältnis von Probendicke zu Wellenlänge in der betrachteten Lage berücksichtigt werden kann. Die Phase der Lage i berechnet sich dann aus der Frequenz (f), der Probendicke (L), der Ausbreitungsgeschwindigkeit (v_i), dem Volumenanteil (w_i) der Dämpfungskonstanten (a_i) und der vorliegenden Wellenlänge in der Lage i nach der folgenden Gleichung:

$$\phi_i = \frac{2\pi f L}{v_i} \cdot w_i \cdot e^{-a_i \frac{L}{\lambda_i}} \quad \text{Gleichung (5.2.1)}$$

Die effektive Phase, welche an den Prüfköpfen gemessen wird, errechnet sich durch vektorielle Addition der Phasen der einzelnen Lagen.

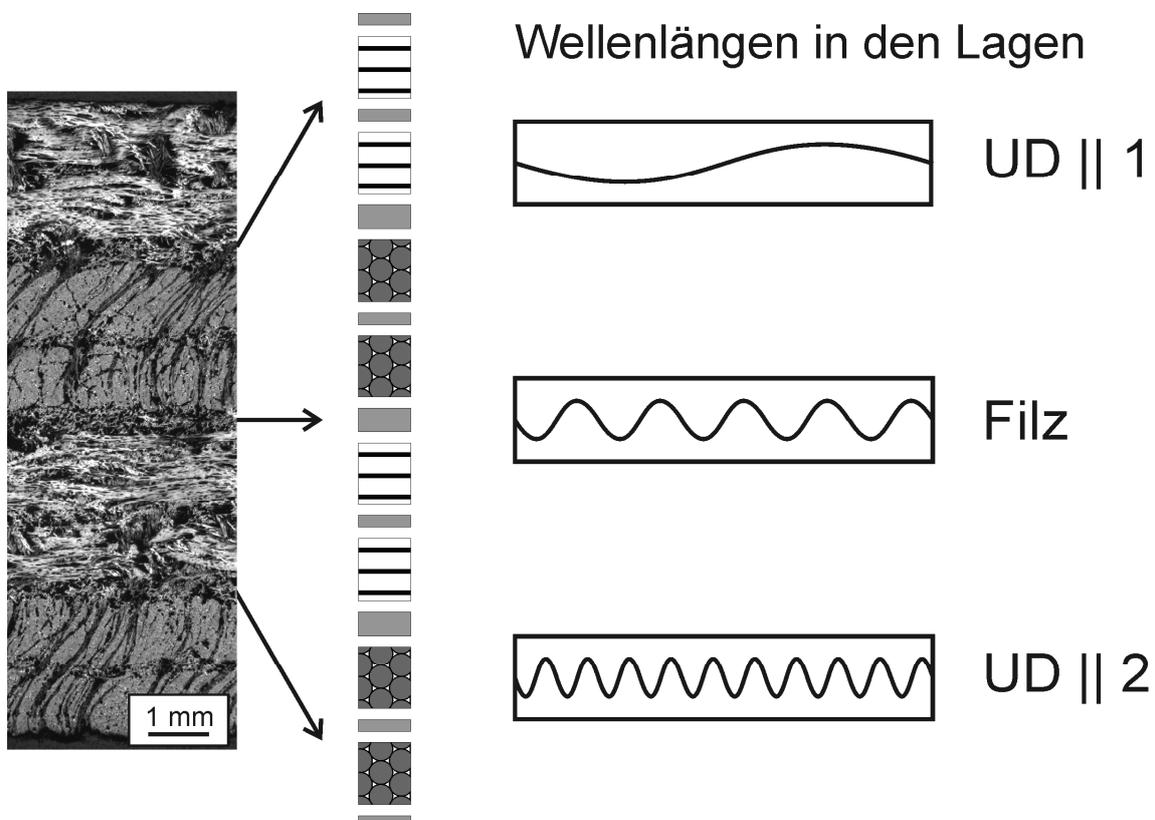


Abbildung 5.52: UPS-Modell der wechselwirkungsfreien Schallausbreitung in den Filz- und UD-Lagen

Abbildung 5.53 (a) zeigt ein typisches Amplitudenspektrum der Probe L120-2D bei Ausbreitung der Wellen parallel zu den Lagen. Erkennbar ist eine abnehmende Amplitude mit zunehmender Frequenz, was bei Werkstoffen generell beobachtet wird [KRA86]. In Abbildung 5.53 (b) sind

typische Amplitudenspektren eines Teilbereiches der Probe gezeigt, welcher durch Schneiden parallel zu den Lagen präpariert wurde. Dieser Teilbereich umfasst zwei UD-Lagen, die parallel zu Richtung 1 orientiert sind. Für Ultraschallwellen, welche sich entlang der Faserbündel ausbreiten, beobachtet man eine geringere Schallschwächung verglichen mit der Laminatprobe aus alternierenden Faserorientierungen. Noch deutlicher ist die höhere Schallschwächung bei Ausbreitung senkrecht zu den Faserbündeln (entlang Richtung 2 in Abbildung 5.53 (b)). Die unterschiedliche Schallschwächung wird in dem Exponentialterm in Gleichung 5.2.1 durch das Verhältnis von Probenlänge zu Wellenlänge in der entsprechenden Lage berücksichtigt. Letztere ist direkt proportional zur Ausbreitungsgeschwindigkeit, so dass die Dämpfung richtig abgebildet.

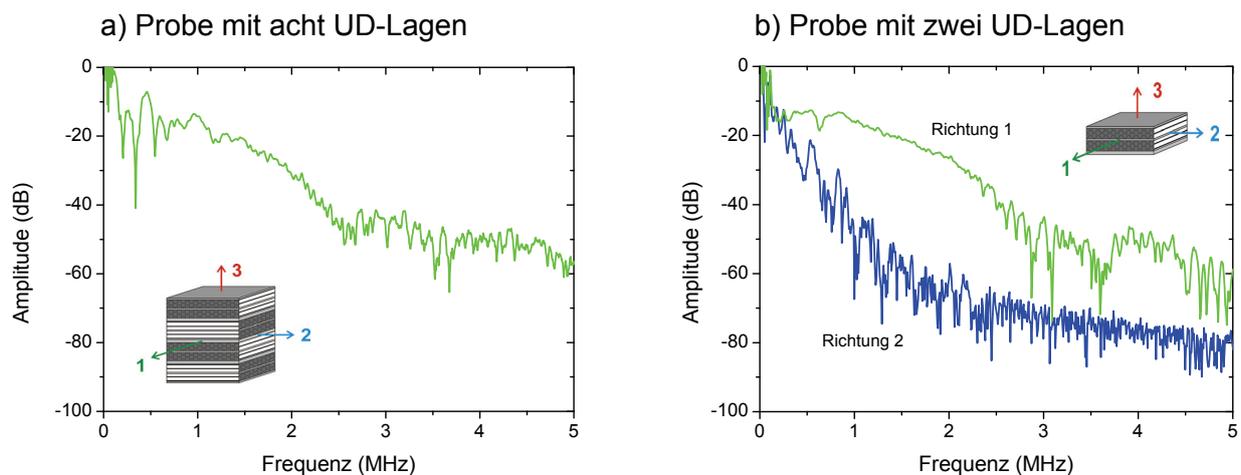


Abbildung 5.53: UPS-Modell: Typische Amplitudenspektren von Longitudinalwellen bei Ausbreitung parallel zu den Lagen (Probe L120-2D). Links für die Probe mit acht UD-Lagen, rechts für die Probe mit nur zwei UD-Lagen (grün: Ausbreitung parallel zu den Faserbündeln, blau: Ausbreitung senkrecht zu den Faserbündeln).

Die für die Berechnung der Amplituden- und Phasenspektren angenommenen Werte sind in Tabelle 5.16 zusammengefasst.

Tabelle 5.16: UPS-Modell: Angenommene Werte für die Berechnung der Phasenspektren

Parameter	Lage	angenommener Wert
Ausbreitungsgeschwindigkeit (v)	90°-UD-Lage	1000 m/s
	Filz-Lage	2000 m/s
	0°-UD-Lage	8000 m/s
Volumenanteile	90°-UD-Lage	0,39
	Filz-Lage	0,22
	0°-UD-Lage	0,39
Dämpfungsfaktor (a)	alle Lagen	10^{-5}
Dicke der Probe (L_0)	alle Lagen	10,8 mm
Mittlere Ausbreitungsgeschwindigkeit nach Voigt (berechnet aus Ausbreitungsgeschwindigkeiten und Volumenanteilen, Annahme gleicher Dichte in den Lagen)	alle Lagen	5122 m/s

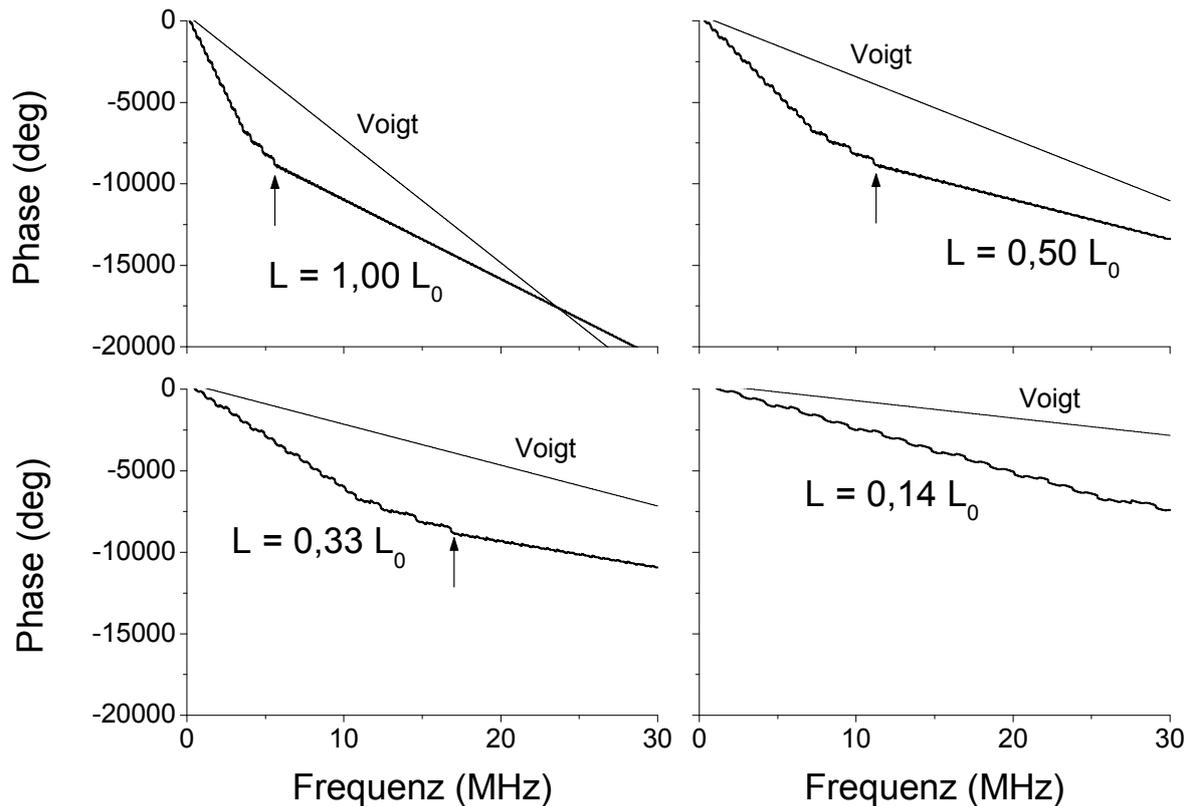


Abbildung 5.54 : UPS-Modell : Berechnete Phasenspektren nach Werten aus Tabelle 5.16 für Probendicken von $1,00 \cdot L_0$, $0,50 \cdot L_0$, $0,33 \cdot L_0$ sowie $0,14 \cdot L_0$.

Abbildung 5.54 zeigt die berechneten Phasenspektren für die nicht geschnittene Probe ($L_0 = 10,5 \text{ mm}$) sowie für dünnere Proben ($0,50 \cdot L_0$, $0,33 \cdot L_0$ sowie $0,14 \cdot L_0$). Deutlich erkennbar ist eine Übergangsfrequenz, welche für dünnere Proben bei höheren Frequenzen liegt. Die Geschwindigkeit unterhalb der Übergangsfrequenz ist gleich der angenommenen Ausbreitungsgeschwindigkeit der Filz-Lage (2000 m/s). Oberhalb der Übergangsfrequenz beträgt die Ausbreitungsgeschwindigkeit 8000 m/s und ist damit gleich der angenommenen Ausbreitungsgeschwindigkeit der 0° -orientierten UD-Lage (parallel zur Faserorientierung).

Mit diesem Modell lässt sich zeigen, dass die Dispersion zumindest geometrisch bedingt ist und aus der inhomogenen Wellenausbreitung resultiert. Bei höheren Frequenzen sind die ermittelten Geschwindigkeiten durch die optimal orientierten UD-Lagen dominiert. Um dieses Modell zu bestätigen wurden Proben der Chargen L020 und L120 (Position 1C) senkrecht zu den Lagen mit den o.g. Dicken präpariert.

Schnitte senkrecht zu den Lagen (Chargen L020 und L120, Position 1C)

Tabelle 5.17 zeigt die nach der Präparation mittels Diamantdrahtschneiden resultierenden geometrischen Abmessungen und Dichten der Proben. Abbildung 5.55 zeigt typische Amplituden- und Phasenspektren für die in Tabelle 5.17 dargestellten Proben. Betrachtet man die Charge L020, so beobachtet man für die nicht geschnittene Probe mit der Ausgangsdicke $L = 1,00 \cdot L_0$ (schwarze Kurve) und die dazu etwa halb so dicke Probe ($L = 0,51 \cdot L_0$, rote Kurve) wieder ausgeprägt unterschiedliche Steigungen im Phasenspektrum.

Tabelle 5.17: CFC-Laminat: Geometrische Abmessungen und Dichten der senkrecht zu den Lagen geschnittenen Proben (Schnitte senkrecht zu Richtung 2 an Proben L020-1C und L120-1C)

Probe	Längenverhältnis	L_1 (mm)	L_2 (mm)	L_3 (mm)	Dichte (g/cm^3)
L020-1C	1 : 1,00	10,53	10,43	10,49	1,01
L020-1C-S1	1 : 0,51	10,52	5,35	10,49	1,01
L020-1C-S2	1 : 0,32	10,51	3,36	10,46	1,01
L020-1C-S3	1 : 0,12	10,53	1,29	10,42	1,01
L120-1C	1 : 1,00	10,43	10,46	10,46	1,73
L120-1C-S1	1 : 0,50	10,42	5,25	10,46	1,73
L120-1C-S2	1 : 0,33	10,42	3,45	10,46	1,71
L120-1C-S3	1 : 0,14	10,43	1,43	10,46	1,70

Die Übergangsfrequenz zwischen einer höheren Steigung im unteren Frequenzbereich und einer dazu niedrigeren Steigung im oberen Frequenzbereich liegt für beide Proben bei etwa 1,8 MHz. Nach dem eben vorgestellten idealen Modell getrennter Lagen liegt die Übergangsfrequenz der dünneren Probe bei höheren Frequenzen. Die Frequenz korreliert mit einem markanten Übergang im Amplitudenspektrum, welcher für diese Probendicken am ausgeprägtesten ist (siehe auch Probe 1C der Charge L120). Vor der Übergangsfrequenz nimmt die Schallschwächung stark zu und bleibt kurz nach Überschreiten der Übergangsfrequenz auf einem Plateau.

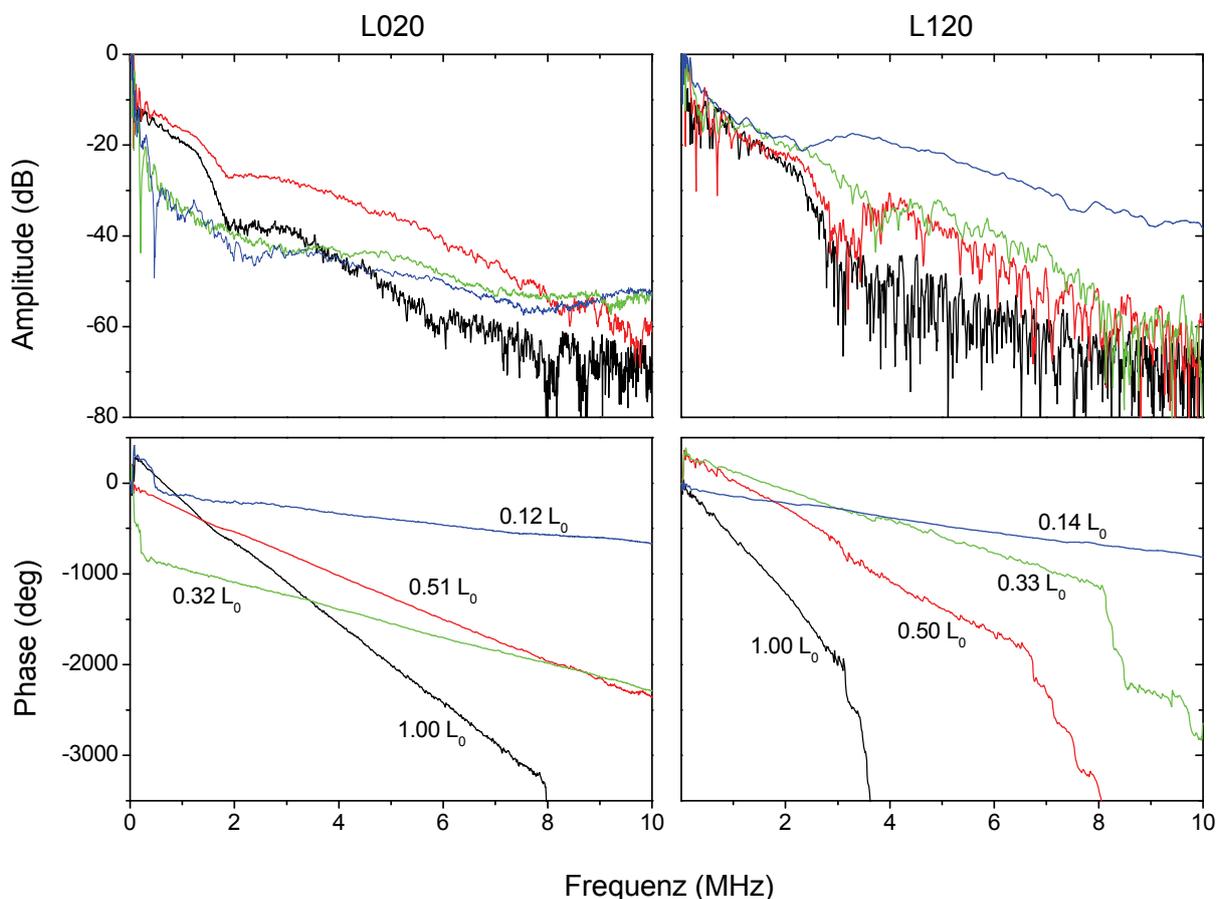


Abbildung 5.55 : CFC-Laminat (Probenposition 1C): Typische Amplituden- und Phasenspektren von Longitudinalwellen entlang Richtung 2 für unterschiedlich dicke Proben.

Ergebnisse der Facettenprobe

Die in Tabelle 3.4 dargestellte Facettenprobe eignet sich generell zur Bestimmung aller neun elastischen Konstanten für orthotropes Materialverhalten. Aufgrund der gleichen Lagenfolge von 0°- und 90°-orientierten UD-Lagen, werden die in Abbildung 5.56 zusammengefassten Symmetrien der Ausbreitungsgeschwindigkeiten erwartet (transversale Symmetrie). Die elastische Konstante C_{12} (ermittelt aus $U_{[110]}$) unterscheidet sich von den gleich großen elastischen Konstanten C_{13} (ermittelt aus $U_{[101]}$) und C_{23} (ermittelt aus $U_{[011]}$). Da sich die Konstanten C_{11} und C_{22} für hinreichend viele Lagen dem gleichen Wert nähern (siehe Abbildung 3.6), werden auch gleich große Geschwindigkeiten $U_{[100]}$ und $U_{[010]}$ erwartet.

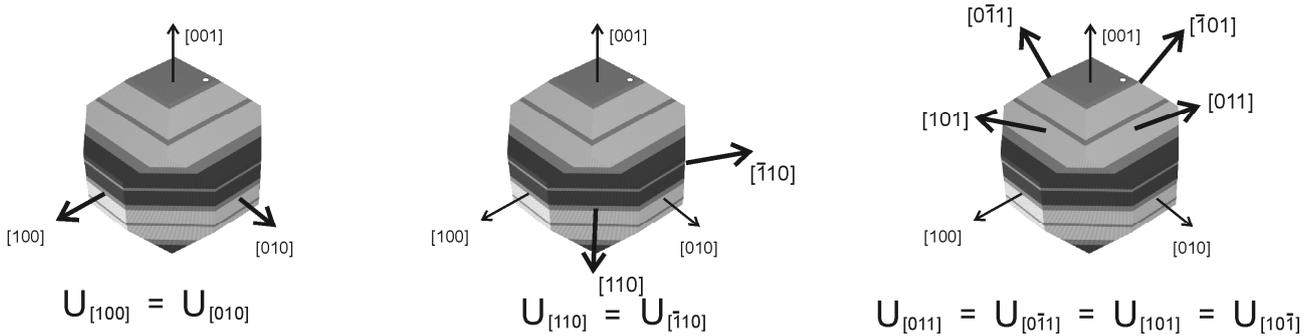


Abbildung 5.56 : CFC-Laminat (Facettenprobe) : Erwartete Symmetrie der Ultraschallgeschwindigkeiten

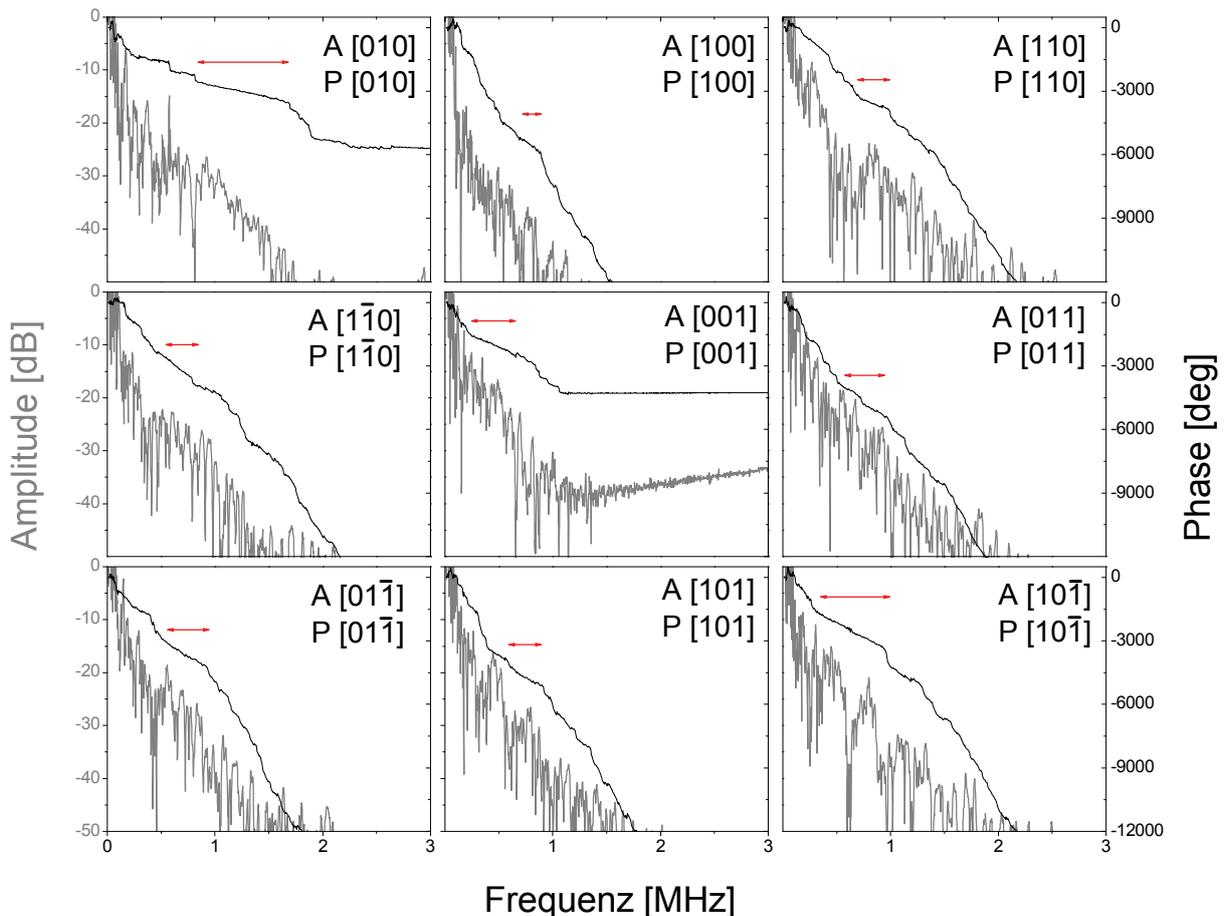


Abbildung 5.57 : CFC-Laminat (Facettenprobe): Typische Amplituden- und Phasenspektren entlang der neun unterschiedlichen Richtungen im Frequenzbereich bis 3 MHz (zur Definition der Ausbreitungs- (A) und Polarisationsvektoren (P) siehe Koordinatensystem in Abbildung 5.56).

Betrachtet man nun die in Abbildung 5.57 dargestellten typischen Amplituden- und Phasenspektren der neun unterschiedlichen Longitudinalwellengeschwindigkeiten, so ist die Qualität der Spektren generell unzureichend für die Bestimmung der Ausbreitungsgeschwindigkeiten. Ferner beobachtet man einen deutlichen Unterschied der Ausbreitungsgeschwindigkeiten $U_{[100]}$ und $U_{[010]}$. Die Geschwindigkeit $U_{[010]}$ zeigt eine deutlich geringere Steigung (entsprechend höhere Ausbreitungsgeschwindigkeit) verglichen mit $U_{[100]}$, da ein größerer Flächenanteil mit einer zur Richtung 2 parallel orientierten UD-Lage vorliegt. Ermittelt man trotz der geringen Qualität der Spektren die Ausbreitungsgeschwindigkeiten, so erhält man die Tabelle 5.18 dargestellten Werte.

Tabelle 5.18 : CFC-Laminat (Facettenprobe): Ermittelte Ausbreitungsgeschwindigkeiten (der jeweils erste Vektor entspricht der Ausbreitungsrichtung, der zweite Vektor der Polarisierung). Die auf den Mittelwert bezogene Standardabweichung ist prozentual unter dem Wert angegeben.

zur Ermittlung der Konstanten C_{11} , C_{22} und C_{33} (Werte in m/s)

$U_{[100][100]} =$	3149	$U_{[010][010]} =$	6161	$U_{[001][001]} =$	2325
	78%		14%		6%

zur Ermittlung der Konstanten C_{44} , C_{55} und C_{66} (Werte in m/s)

$U_{[010][001]} =$	1628	$U_{[001][010]} =$	1695
	19%		3%
$U_{[100][001]} =$	1912	$U_{[001][100]} =$	1488
	5%		1%
$U_{[100][010]} =$	1614	$U_{[010][100]} =$	1669
	1%		1%

zur Ermittlung der Konstanten C_{12} , C_{13} und C_{23} (Werte in m/s)

$U_{[110][110]} =$	1296	$U_{[1\bar{1}0][1\bar{1}0]} =$	1282
	7%		3%
$U_{[101][101]} =$	1480	$U_{[10\bar{1}][10\bar{1}]} =$	2110
	12%		20%
$U_{[011][011]} =$	1098	$U_{[01\bar{1}][01\bar{1}]} =$	1444
	45%		29%

zur Kontrolle weiterer Randbedingungen (Werte in m/s)

$U_{[110][001]} =$	1625	$U_{[1\bar{1}0][001]} =$	1625
	1%		1%
$U_{[101][010]} =$	1653	$U_{[10\bar{1}][010]} =$	1653
	6%		6%
$U_{[011][100]} =$	1653	$U_{[01\bar{1}][100]} =$	1653
	6%		6%

Die deutlich unterschiedlichen Longitudinalwellengeschwindigkeiten entlang der Richtungen 1 und 2 sind natürlich nicht repräsentativ für den Laminatwerkstoff und resultieren aus der bereits genannten ungleichen Verteilung der UD-Lagen innerhalb der Messfläche. Um die Steifigkeitsmatrix dennoch zu berechnen, wurden die Mittelwerte aus beiden Richtungen herangezogen. Dabei wurden auch die Mittelwerte für die übrigen, jeweils gleichwertigen Richtungen aus Abbildung 5.56 ermittelt. Die Ergebnisse mit den jeweils relativen Streuungen sind in Tabelle 5.19 dargestellt.

Tabelle 5.19 : CFC-Laminat (Facettenprobe): Ermittelte Ausbreitungsgeschwindigkeiten unter Berücksichtigung der in Abbildung 5.56 dargestellten Symmetrie.

Richtung ($U_{[\text{Ausbreitung}] [\text{Polarisation}]}$)	Mittelwert m/s	$\frac{\sigma}{\bar{U}}$
$U_{[100][100]} = U_{[010][010]}$	5157	40 %
$U_{[001][001]}$	2325	6 %
$U_{[010][001]} = U_{[001][010]} = U_{[100][001]} = U_{[001][100]}$	1714	13 %
$U_{[100][010]} = U_{[010][100]}$	1641	2 %
$U_{[110][110]} = U_{[1\bar{1}0][1\bar{1}0]}$	1290	6 %
$U_{[101][101]} = U_{[10\bar{1}][10\bar{1}]} = U_{[011][011]} = U_{[01\bar{1}][01\bar{1}]}$	1542	36 %
$U_{[110][001]} = U_{[1\bar{1}0][001]}$	1625	1 %
$U_{[101][010]} = U_{[10\bar{1}][010]} = U_{[011][100]} = U_{[01\bar{1}][100]}$	1653	6 %

Berechnet man nun die elastischen Konstanten gemäß den im Anhang gezeigten Gleichungen (Tabelle 7.2 und Tabelle 7.3), so erhält man für die Kontrollbedingungen teilweise Abweichungen von bis zu Faktor 10. Aus diesem Grund wird auf die Darstellung der Steifigkeitsmatrix verzichtet.

$$Fehler 1 = \frac{C_{44} + C_{55} - 2 \cdot \rho \cdot U_{[110][001]}^2}{\min((C_{44} + C_{55}); 2 \cdot \rho \cdot U_{[110][001]}^2)} \approx 3\%$$

$$Fehler 2 = \frac{C_{44} + C_{66} - 2 \cdot \rho \cdot U_{[101][010]}^2}{\min((C_{44} + C_{66}); 2 \cdot \rho \cdot U_{[101][010]}^2)} \approx 900\%$$

$$Fehler 3 = \frac{C_{55} + C_{66} - 2 \cdot \rho \cdot U_{[011][100]}^2}{\min((C_{55} + C_{66}); 2 \cdot \rho \cdot U_{[011][100]}^2)} \approx 900\%$$

5.2.5 Resonanzspektren

Abbildung 5.58 zeigt Resonanzspektren für die Laminat-Proben L120-2C und L-SinTec-20UD im Frequenzbereich von 100 – 600 kHz. Verglichen mit den Resonanzspektren der infiltrierten Filzproben (siehe Abbildung 5.21) beobachtet man deutlich weniger Resonanzfrequenzen und das Signal-zu-Rausch-Verhältnis ist ebenfalls schlechter. Die größere Probe L-SinTec-20UD (Würfel mit 30 mm Kantenlänge) erfüllt zwar besser die Anforderung an Homogenität, zeigt aber auch eine deutlich höhere Schallschwächung als die kleinere Probe L120-2C (Würfel mit 10,5 mm Kantenlänge). Abgesehen von der bereits beobachteten Frequenzabhängigkeit der Schallgeschwin-

digkeit, welche die Anwendung der RUS-Methode mit dem Code von Migliori nicht gerechtfertigt, lassen sich keine Resonanzfrequenzen in ausreichender Anzahl und Genauigkeit ermitteln. Aus diesem Grund wurde die RUS-Methode für den CFC-Werkstoff nicht weiter verfolgt.

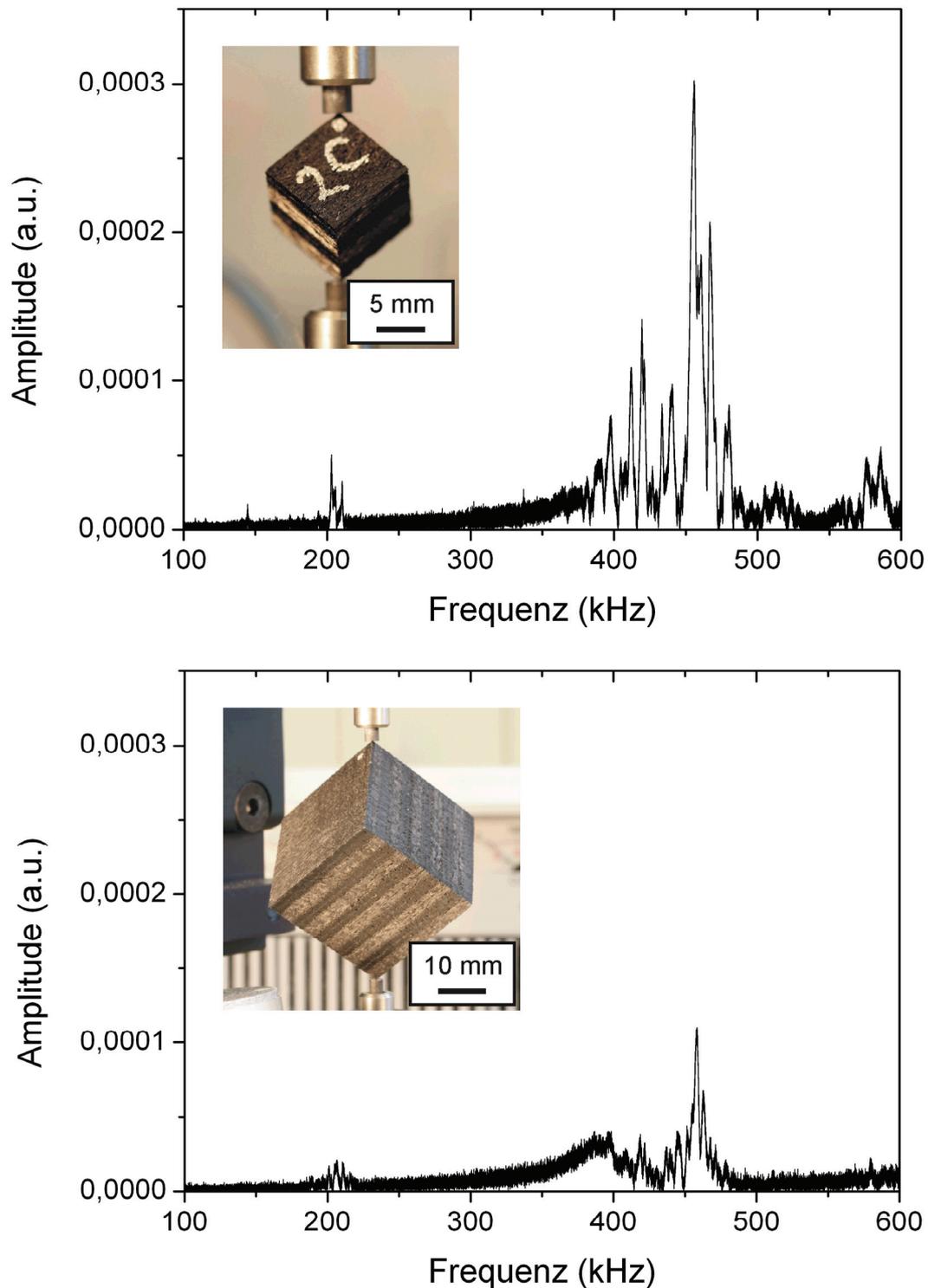


Abbildung 5.58 : CFC-Laminat: Resonanzspektren der Probe L120-2C (oben) und L-Sintec-20UD (unten) im Frequenzbereich von 100 – 600 kHz

5.2.6 Berechnung effektiver elastischer Konstanten

Mit dem in Kapitel 2.3 beschriebenen Materialmodell wurden effektive elastische Konstanten für maximal verdichtete Proben berechnet. Hierfür wurden die in Tabelle 5.20 dargestellten Annahmen für Faser- und PyC-Eigenschaften sowie Faservolumenanteile und Porositäten getroffen. Für die Kohlenstofffasern wurden eine Dichte von $1,72 \text{ g/cm}^3$ [ZHA03] und die elastischen Konstanten von T300 Fasern angenommen, welche den hier untersuchten Fasern vergleichbar sind. Für die elastischen Konstanten des pyrolytischen Kohlenstoffs (PyC) wurden die in Kapitel 5.4 an PyC von Schunk Kohlenstofftechnik ermittelten Werte herangezogen. Dieser PyC ist ebenfalls hochtexturiert wie der überwiegende Anteil des PyCs im untersuchten Verbundwerkstoff. Auch die Dichte des PyCs stimmt mit der gemittelten Dichte der PyC-Matrix der CVI-infiltrierten Proben überein (siehe Tabelle 5.29 und [ZHA03]). Die Faservolumenanteile in Filz- und UD-Lagen wurden aus dem gesamten Faservolumenanteil von 20,4 % [CHE05] und den entsprechenden Lagenanteilen von 0,22 (Filz-Lage) und 0,78 (UD-Lage) ermittelt. Die Porositäten in Filz- und UD-Lagen wurden an die in Tabelle 5.6 dargestellten Ergebnissen angepasst.

Tabelle 5.20: Angenommene Werte für die Berechnung effektiver elastischer Konstanten

	Dichte [g/cm ³]	E ₁₁ [GPa]	E ₃₃ [GPa]	G ₁₂ [GPa]	G ₁₃ [GPa]	ν ₁₂	ν ₁₃
C-Fasern	1,72	14,7	204	10,83	22,2	0,2833	0,06666
	Dichte [g/cm ³]	C ₁₁ [GPa]	C ₁₂ [GPa]	C ₁₃ [GPa]	C ₃₃ [GPa]	C ₄₄ [GPa]	
PyC-Matrix	2,17	40,0	20,0	12,8	18,2	1,78	
	Lagendicken		Faservolumenanteile		Porositäten		
Filzlage	0,2 mm zwischen 0/0 und 90/90 0,4 mm zwischen 0/90 und 90/0		10 %		15, 20, 25 %		
UD-Lage	1,05 mm		23 %		5, 7, 9, 11, 13 %		

Die Berechnung der effektiven elastischen Konstanten des Laminatwerkstoffes erfolgte in zwei Schritten [PIA09]: Zunächst wurden effektive Größen für die Filz und UD-Lagen über Homogenisierung berechnet. Danach erfolgte die Berechnung der effektiven Größen für den Laminatwerkstoff mit einem FE-Modell.

Homogenisierung von Filz- und UD-Lagen

Die Filz-Lagen wurden näherungsweise als isotrop behandelt und effektive elastische Konstanten nach dem in [PIA06a] beschriebenen Verfahren berechnet. Aus dem in Tabelle 5.20 dargestellten transversalisotropen PyC wurden zunächst isotrope elastische Konstanten durch Mittelung des Nachgiebigkeitstensors (Reuss-Mittelung) bzw. durch Mittelung des Steifigkeitstensors (Voigt-Mittelung) bestimmt. Danach wurden C-Fasern und isotrope PyC-Matrix nach dem Mori-Tanaka-Verfahren homogenisiert. Im Anschluss erfolgte die Einbettung der Poren in die homogenisierte Matrix aus C-Fasern und PyC-Matrix durch das *non-interacting-scheme*.

Die UD-Lagen wurden als transversalisotrop behandelt. Die statistische Auswertung der Porenorientierungen aus Kapitel 5.2.3 zeigte, dass die Poren überwiegend prolat sind und die rotationssymmetrische Achse parallel zu den Faserbündeln orientiert ist. Kleinere oblate Poren sind regellos verteilt mit der außerordentlichen Achse senkrecht zu den Faserbündeln. Der Einfluss der Poren wurde demzufolge mit zwei unterschiedlichen Verfahren berücksichtigt (die Werte nach Homogenisierung sind im Anhang tabellarisch aufgelistet):

- Der Einfluss der Poren wurde nach einer in [TSU05] beschriebenden Methode berücksichtigt. Dabei wird der Einfluss der Porenmorphologie auf die elastischen Konstanten in der Ebene senkrecht zu den Fasern genau berücksichtigt, allerdings werden die Poren senkrecht zu dieser Ebene als unendlich ausgedehnt angenommen. Auch hier liegen Werte nach Reuss und Voigt vor, da die elastischen Konstanten in Faserlängsrichtung über die Mischungsregel bestimmt wurden.
- Die Poren wurden als Ellipsoide in eine transversalisotrope Matrix aus C-Fasern und PyC nach einer in [SEV05] beschriebenen Methode eingebettet. Dabei stimmt die Symmetrieachse der transversalisotropen Matrix mit der außerordentlichen Achse der prolaten Poren überein. Ferner wurden oblate Poren mit der außerordentlichen Achse senkrecht zu den Faserbündeln berücksichtigt. Untersucht wurden drei unterschiedliche Verhältnisse von prolaten zu oblaten Poren (70:30, 80:20 und 90:10).

Berechnung der effektiven elastischen Konstanten des Laminats mittels FE

Die effektiven elastischen Konstanten des untersuchten Laminatwerkstoffes wurden mit einem Finiten-Elemente-Modell berechnet. Abbildung 5.59 zeigt rechts eine Ansicht des Modells mit einem Vergleich zu metallografischen Aufnahmen. Das Modell ist würfelförmig mit einer Kantenlänge von 10,8 mm und besteht aus C3D8-Elementen. Parallel zu den Lagen wurde das Modell mit 20 Elementen je Richtung und senkrecht zu den Lagen (Richtung 3) mit 140 Elementen unterteilt. Durch die Wahl eines BIAS-Faktors von 2 bzw. 0,5 sind die Knotenabstände an den Lagengrenzflächen kleiner. Für die Filz- und die UD-Lagen wurden die aus der Homogenisierung bestimmten effektiven Größen angenommen.

Zur Berechnung der effektiven Steifigkeitsmatrix wurden sechs Lastfälle mit periodischen Randbedingungen aufgeprägt [XU08, XIA03], welche in Tabelle 5.21 zusammengefasst sind. Zu jedem Lastfall wurden die globalen Spannungen nach der folgenden Gleichung berechnet.

$$[\bar{\sigma}_{ij}] = \frac{1}{V} \int_{\text{Volumen}} [\sigma_{ij}] dV \approx \frac{1}{V} \sum_{\text{Element Nr.1}}^{\text{Element Nr.n}} [\sigma_{ij}] \cdot \text{Elementvolumen} \quad \text{Gleichung (5.2.2)}$$

Die effektive Steifigkeitsmatrix bzw. die effektive Nachgiebigkeitsmatrix können danach aus der globalen Dehnung und globalen Spannung berechnet werden:

$$[C_{ij}] = [\bar{\sigma}_{ij}] \cdot [\bar{\varepsilon}_{ij}]^{-1} \quad \text{Gleichung (5.2.3)}$$

$$[S_{ij}] = [\bar{\varepsilon}_{ij}] \cdot [\bar{\sigma}_{ij}]^{-1} \quad \text{Gleichung (5.2.4)}$$

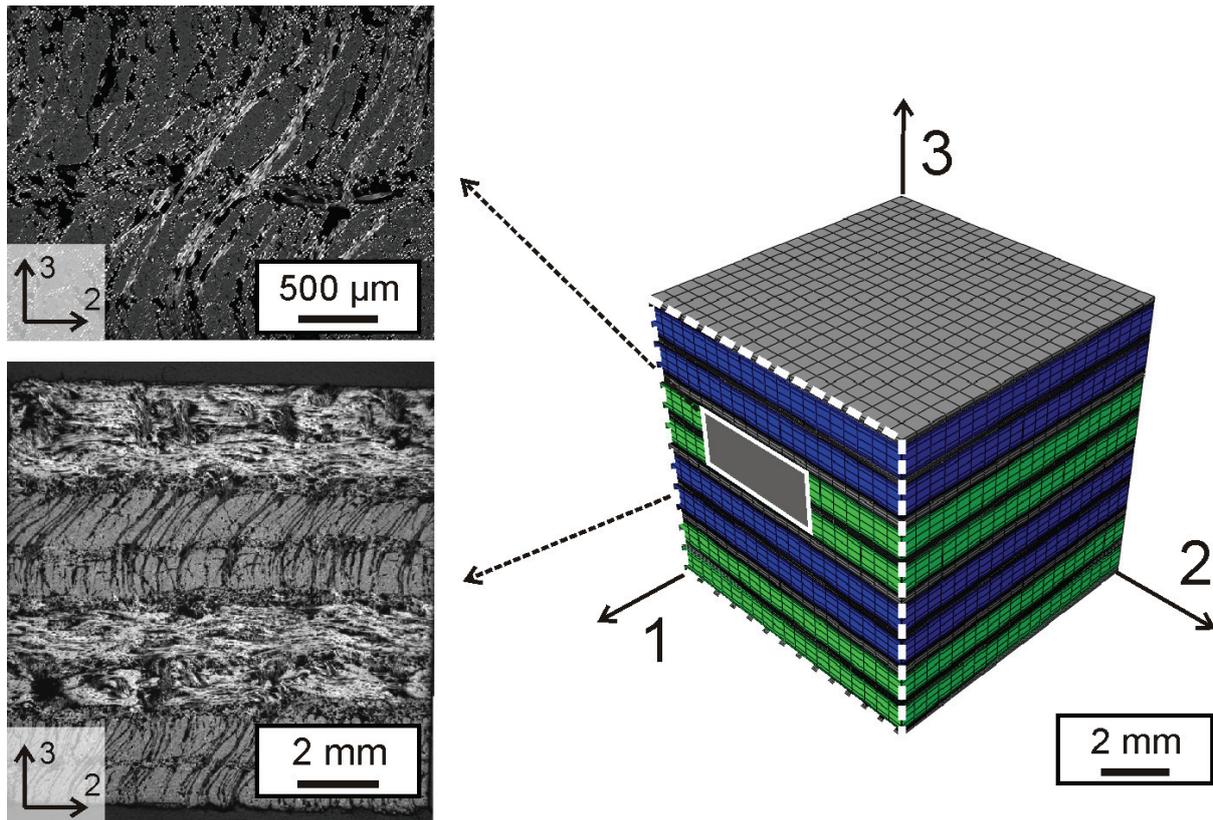
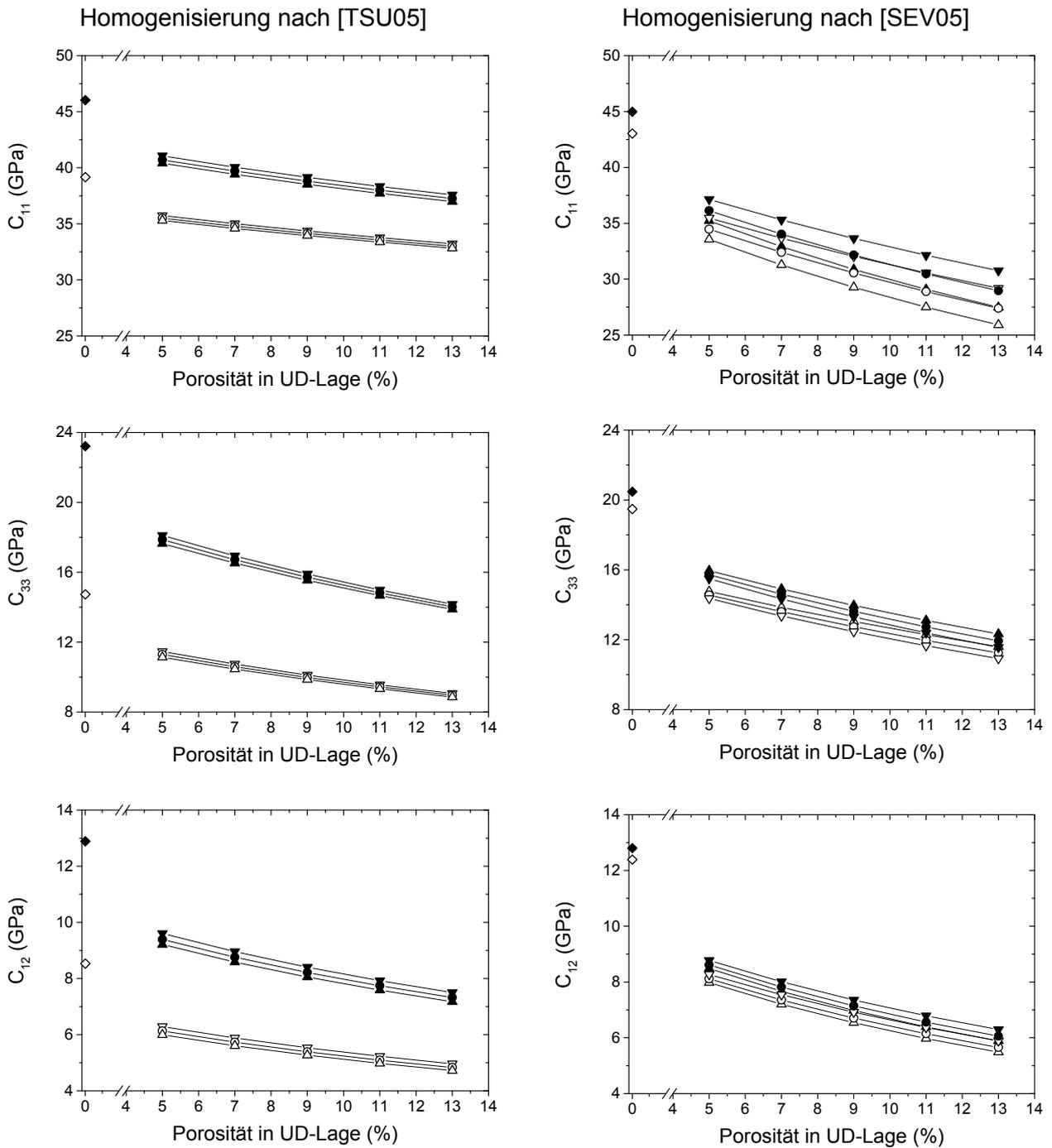


Abbildung 5.59: ABAQUS Modell (rechts) der Laminatproben. Das Modell besteht aus acht unidirektionalen Lagen mit dazwischen liegenden Filzlagen. Links dargestellt ist ein Vergleich mit lichtmikroskopischen Aufnahmen einer typischen Probe.

Tabelle 5.21: Sechs Lastfälle mit periodischen Randbedingungen [XU08]

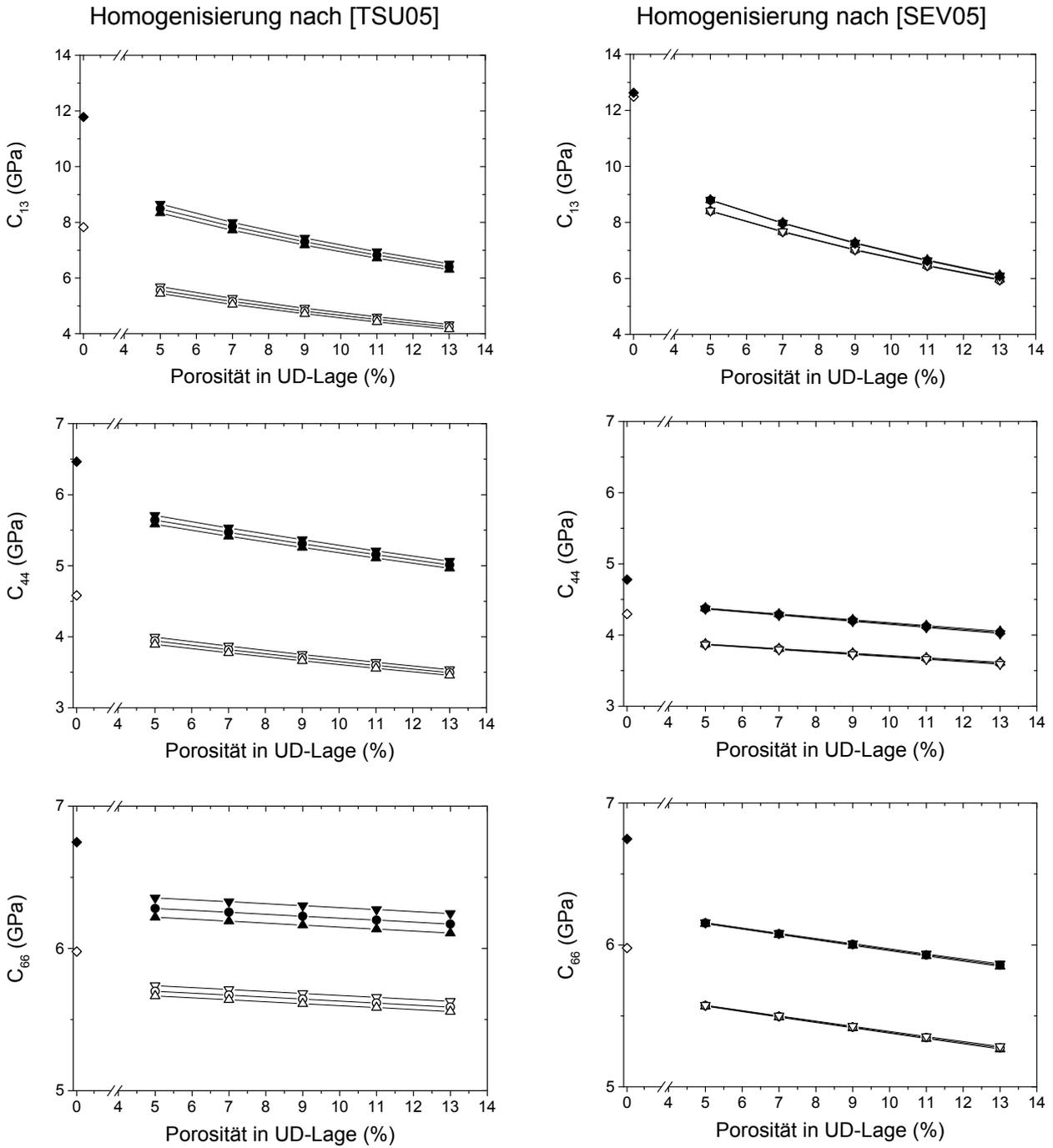
Lastfall	$\bar{\varepsilon}_{11}$	$\bar{\varepsilon}_{22}$	$\bar{\varepsilon}_{33}$	$\bar{\gamma}_{23}$	$\bar{\gamma}_{13}$	$\bar{\gamma}_{12}$
1	$1 \cdot 10^{-3}$	0	0	0	0	0
2	0	$1 \cdot 10^{-3}$	0	0	0	0
3	0	0	$1 \cdot 10^{-3}$	0	0	0
4	0	0	0	$2 \cdot 10^{-3}$	0	0
5	0	0	0	0	$2 \cdot 10^{-3}$	0
6	0	0	0	0	0	$2 \cdot 10^{-3}$



Porenvolumenanteile in Filz-Lage:
 0 % (◆,◇), 15 % (▲,△), 20 % (●,○)
 bzw. 25 % (▼,▽)

Porosität in Filzlage 0 % für (◆,◇), sonst 20 %,
 Anteile prolater Poren zu oblaten Poren in UD-
 Lage: 70:30 (▲,△), 80:20 (●,○), 90:10 (▼,▽)

Abbildung 5.60: 0°/90° Laminat: Berechnete effektive elastische Konstanten C_{11} , C_{33} und C_{12} für unterschiedliche Porositäten in Filz und UD-Lagen nach der Methode von Tsukrov et al. [TSU05] (links) bzw. nach Sevostianov et al. [SEV05] (rechts). Die Mittelung nach Reuss entspricht den offenen Symbolen, nach Voigt den geschlossenen Symbolen.



Porenvolumenanteile in Filz-Lage:
 0 % (◆,◇), 15 % (▲,△), 20 % (●,○)
 bzw. 25 % (▼,▽)

Porosität in Filzlage 0 % für (◆,◇), sonst 20 %,
 Anteile prolater Poren zu oblaten Poren in UD-
 Lage: 70:30 (▲,△), 80:20 (●,○), 90:10 (▼,▽)

Abbildung 5.61: 0°/90° Laminat: Berechnete effektive elastische Konstanten C_{13} , C_{44} und C_{66} für unterschiedliche Porositäten in Filz und UD-Lagen nach der Methode von Tsukrov et al. [TSU05] (links) bzw. nach Sevostianov et al. [SEV05] (rechts). Die Mittelung nach Reuss entspricht den offenen Symbolen, nach Voigt den geschlossenen Symbolen.

5.3 CVI-C/C: 2D-Laminat. Glühungen bis 2800 °C

Die in Tabelle 3.3 dargestellten Proben einer 120 h infiltrierte Charge (Parameter siehe Tabelle 3.1) wurden sukzessive thermisch glühbehandelt. Abbildung 5.62 zeigt lichtmikroskopische Aufnahmen der Probe L-WB-2 nach einer maximalen Glüh Temperatur von 1900 °C und der Probe L-WB-5 nach einer maximalen Glüh Temperatur von 2800 °C. Deutlich erkennbar sind die zunehmenden Rissöffnungen der Segmentierungsrisse. Ferner ist auch eine Faser-Matrix-Ablösung zu beobachten, welche sich in den Schlibfbildern durch einen stärkeren Kontrast zwischen Faser und Matrix widerspiegelt. Neben den Segmentierungsrisse zwischen Faserbündeln, werden mit zunehmender Glüh Temperatur auch Risse zwischen den Fasern beobachtet (siehe Abbildung 5.62 rechts unten), die als *inter-fiber-cracks* zu klassifizieren sind.

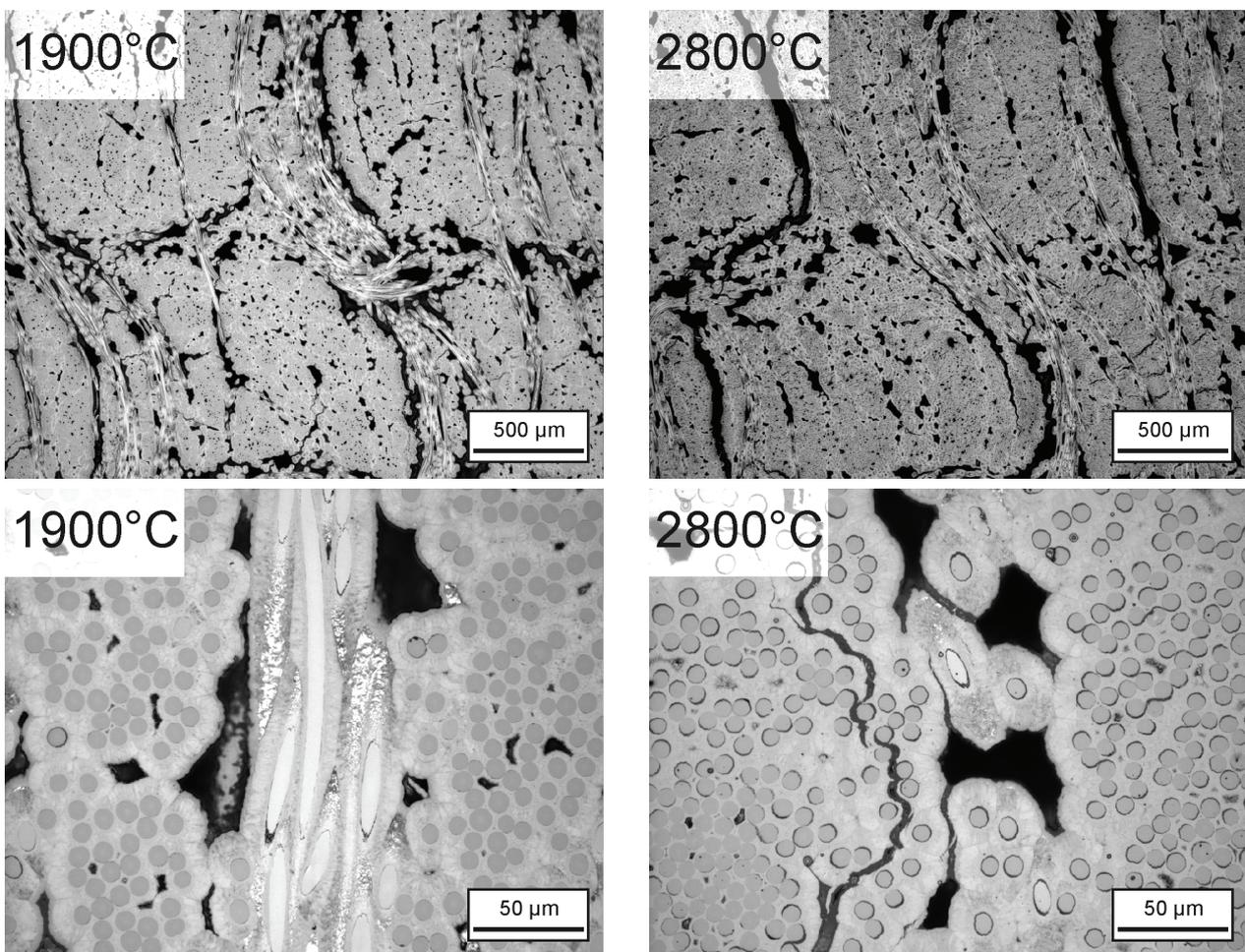


Abbildung 5.62 : CFC-Laminat (glühbehandelt): Lichtmikroskopische Aufnahmen nach sukzessiven Glühungen der Proben L-WB-2 (nach 1900 °C) und L-WB-5 (nach 2800 °C)

Die Evolution der Risse wurde mittels μ CT an der Probe L-WB-1 verfolgt. Abbildung 5.63 zeigt einen Ausschnitt der Segmentierungsrisse innerhalb einer UD-Lage bei unterschiedlichen maximalen Glüh Temperaturen. Die Faserbündel sind in vertikaler Richtung (Richtung 2) orientiert und die Risse verlängern sich vorzugsweise parallel zu den Faserbündeln bei zunehmender maximaler Glüh Temperatur.

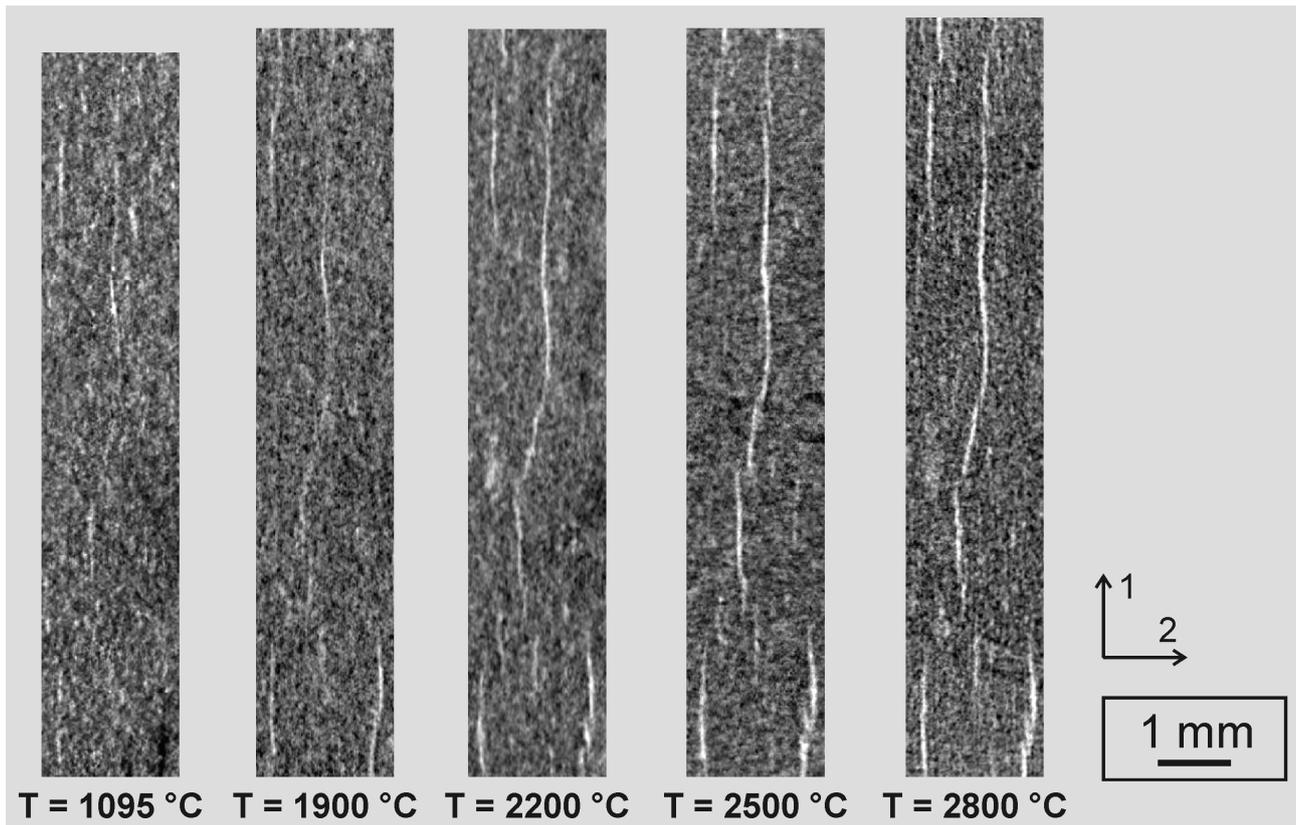


Abbildung 5.63 : CFC-Laminat (glühbehandelt): Darstellung der Evolution einzelner Risse innerhalb einer UD-Lage (Faserbündel parallel zu Richtung 1) nach sukzessiven Glühungen der Probe L-WB-1.

Die quantitative Auswertung der μ CT-Daten erfolgte bei dieser Untersuchung durch die Bestimmung von Risslänge, -öffnung und -dichte bei Auswertung einzelner Risse derselben UD-Lagen, ähnlich denen, die in Abbildung 5.63 dargestellt sind. Wie in Abbildung 5.64 ersichtlich, nimmt die Risslänge von etwa 1 mm nach CVI-Herstellung bis $T_{\max} = 2800 \text{ °C}$ um Faktor 3 zu. Die Rissöffnung vergrößert sich von $25 \text{ }\mu\text{m}$ bis auf $75 \text{ }\mu\text{m}$ und die Rissdichte steigt von etwa $0,2 \text{ mm/mm}^2$ auf über 1 mm/mm^2 . Delaminationen der UD-Lagen konnten aufgrund der porösen Filzlagen nicht beobachtet werden.

Typische Amplituden- und Phasenspektren der Probe L-WB-1 sind in Abbildung 5.65 dargestellt, welche auch für die übrigen glühbehandelten Proben mit acht UD-Lagen in dieser Art beobachtet werden. Mit zunehmender Glühtemperatur können die Phasenspektren zu höheren Frequenzen ausgewertet werden. Allerdings wird auch hier wieder eine Frequenzabhängigkeit bei Ausbreitung parallel zu den Lagen beobachtet. Die Steigung verläuft im Frequenzbereich bis etwa 2 MHz steiler (demnach mit geringerer Ultraschallgeschwindigkeit) als im oberen Frequenzbereich.

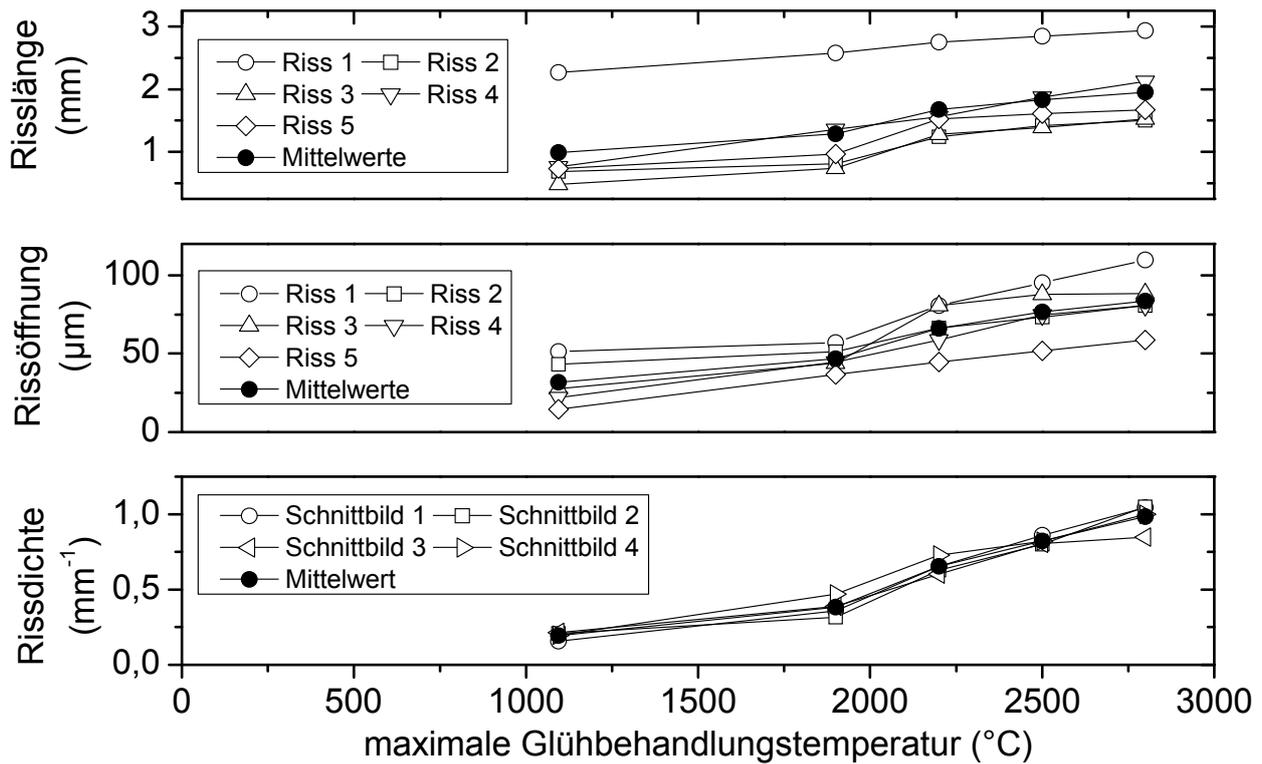


Abbildung 5.64 : CFC-Laminat (glühbehandelt): Probe L-WB-1. An CT-Daten ermittelte Risslänge, -öffnung und -dichte diskreter Risse.

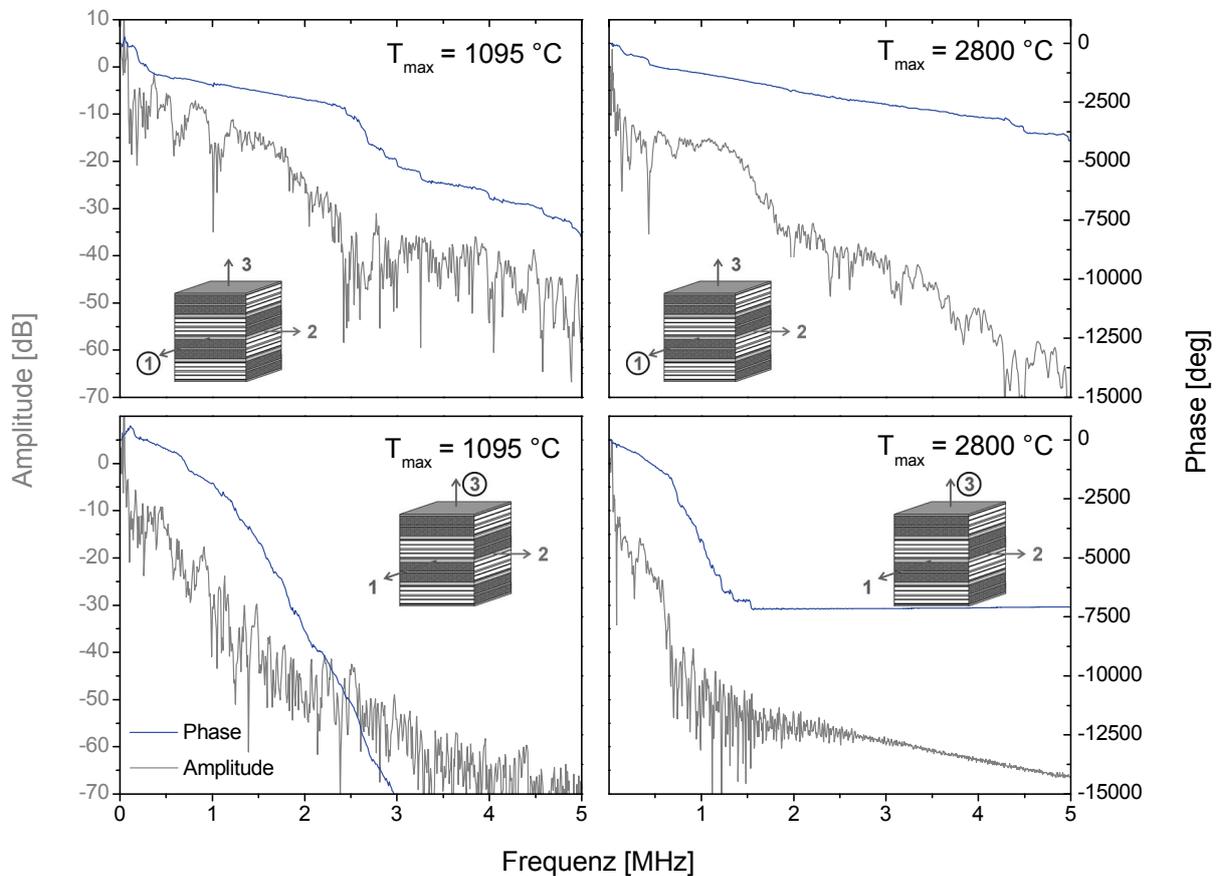


Abbildung 5.65 : CFC-Laminat (glühbehandelt): Typische Amplituden- und Phasenspektren der Probe L-WB-1 nach CVI Herstellung ($T_{max}=1095\text{ °C}$) und nach maximaler Glühtemperatur von 2800 °C

Die aus den ermittelten Geschwindigkeiten berechneten elastischen Konstanten sind in Abbildung 5.66 dargestellt. Dabei entsprechen die beiden linken Diagramme der auch mittels μ CT untersuchten Probe L-WB-1 und die beiden rechten Diagramme den Mittelwerten aus den übrigen Proben. Die Phasenspektren wurden im unteren Frequenzbereich bis max. 2,5 MHz ausgewertet und die elastischen Konstanten C_{44} , C_{55} und C_{66} wurden aus den Schergeschwindigkeiten U_{23} , U_{13} und U_{12} ermittelt.

Sowohl die Probe L-WB-1 als auch die etwas kleineren Proben L-WB-2, -3, -4, -5 und -6 zeigen mit zunehmender max. Glühtemperatur einen Abfall der Konstanten C_{33} um bis zu 70 %. Die elastischen Konstanten C_{11} und C_{22} hingegen zeigen zunächst einen Abfall nach Glühung bei 1900 °C und einen anschließenden Anstieg bei Glühung bis 2500 °C. Die Glühung nach 2800 °C führt zu keiner signifikanten Änderung. Die scherelastischen Konstanten zeigen generell eine Abnahme bis 2800 °C von etwa 20 %. Die Konstante C_{44} der Probe L-WB-1 zeigt demgegenüber einen leichten Anstieg von etwa 10 %.

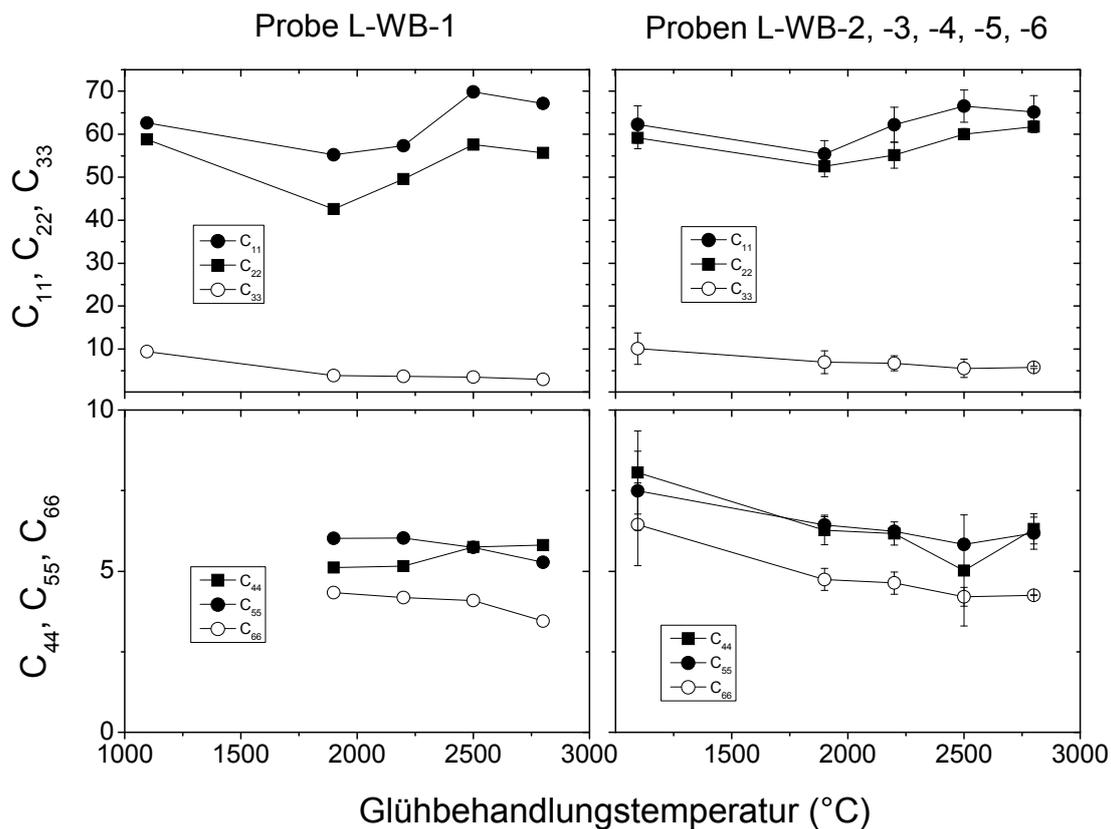


Abbildung 5.66 : CFC-Laminat (glühbehandelt): Ermittelte elastische Konstanten bei Auswertung der Phasenspektren bis maximal 2,5 MHz

5.4 Pyrolytischer Kohlenstoff (PyC)

Da Ergebnisse aus zwei unterschiedlichen Chargen vorliegen, werden diese im Folgenden separat dargestellt. Proben der Charge PyC 1 wurden in der Diplomarbeit von Herrn Viering [VIE07] sowohl mittels Ultraschallphasenspektroskopie als auch mittels resonanter Ultraschallspektroskopie untersucht. Aus dieser Charge konnten im Nachhinein keine Proben mehr präpariert werden, um eine fehlende elastische Konstante zu ermitteln, weshalb eine weitere Charge gleicher Herstellungsparameter untersucht wurde (PyC 2). Abbildung 5.67 zeigt eine typische Probe bei den entsprechenden ultraschallspektroskopischen Charakterisierungen.

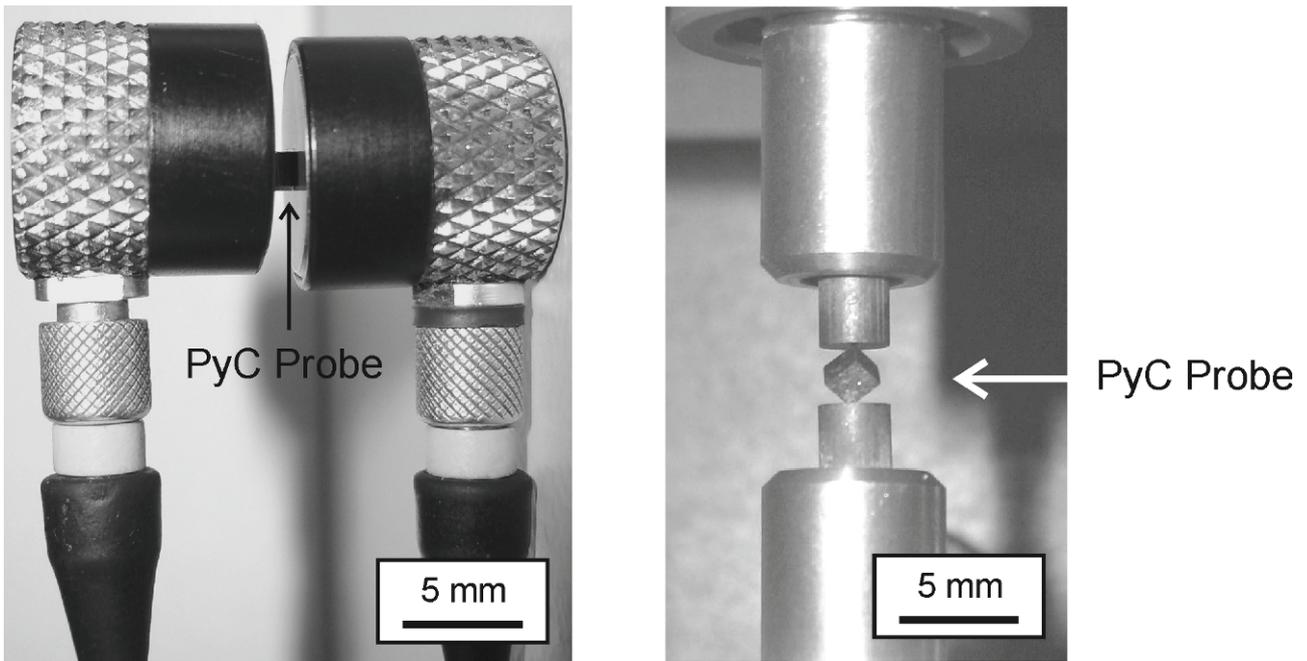


Abbildung 5.67: Probe aus pyrolytischem Kohlenstoff bei einer Messung mittels Ultraschallphasenspektroskopie (links) und resonanter Ultraschallspektroskopie (rechts)

Charge PyC 1

Zur Untersuchung lagen zwei Proben im Ausgangszustand und zwei Proben nach einer zusätzlichen Glühung bei 2900 °C vor. Die Proben wurden nach einem in [MIG97] beschriebenen Verfahren in sechs Polierschritten zu Quadern präpariert. Abbildung 5.68 zeigt makroskopische Aufnahmen der sechs Seitenflächen der Probe PyC1-AZ1. Die Streuungen der Winkel wurden durch vektorielle Auswertung der sechs Seitenflächen ermittelt, welche für die genannten Proben in Tabelle 5.22 angegeben sind. Hierbei wurde als Maß der Rechtwinkligkeit die Streuung der acht Winkel in den beiden entsprechenden Ebenen angegeben. Für die Planparallelität wurde die Differenz aus maximaler und minimaler Länge der Probe, bezogen auf den Mittelwert, angegeben. Die Längenmessung erfolgte nach den ultraschallspektroskopischen Messungen mit dem in Kapitel 4.3.1 beschriebenen Tastsystem.

Tabelle 5.22: Streuung der Proben der Charge PyC 1 in Rechtwinkligkeit und Planparallelität

	Rechtwinkligkeit (deg)			Planparallelität		
	1-2-Ebene	1-3-Ebene	2-3-Ebene	1-Richtung	2-Richtung	3-Richtung
AZ1	1,3	1,1	0,7	1,0 %	1,8 %	0,4 %
AZ2	1,5	1,1	0,7	4,5 %	0,5 %	0,7 %
WB1	0,6	0,8	0,6	2,5 %	1,3 %	1,0 %
WB2	0,6	1,1	1,6	2,4 %	2,6 %	0,9 %

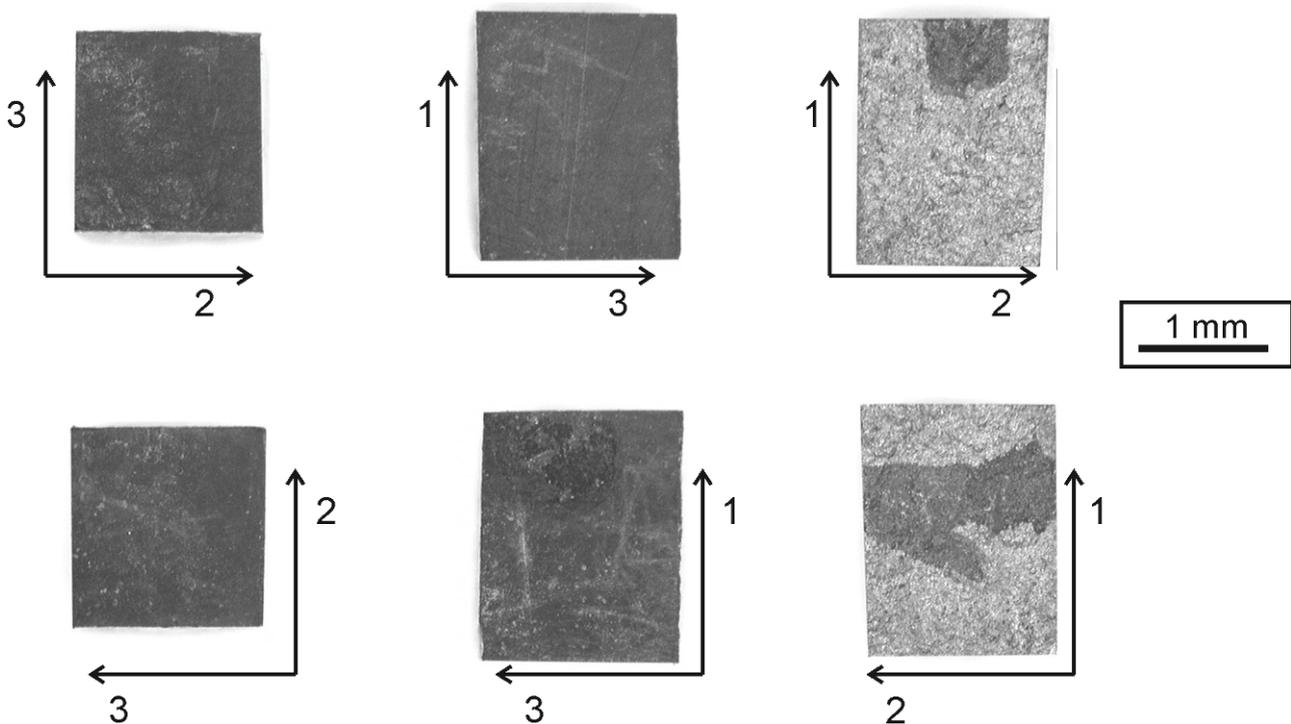


Abbildung 5.68: Makroskopische Aufnahmen der Probe PyC1-AZ1. Durch vektorielle Auswertung der Eckpunkte der sechs Seitenflächen wurde die Rechtwinkligkeit der Proben beurteilt.

Abbildung 5.69 zeigt typische Amplituden- und Phasenspektren von Longitudinalwellen, welche sich parallel bzw. senkrecht zur Abscheiderichtung ausbreiten. Bei Ausbreitung parallel zur Abscheiderichtung (U_{33}) sind deutlich stehende Wellen ab einer Frequenz von 6 MHz ersichtlich, welche Maxima im Amplitudenspektrum und Phasengänge im Phasenspektrum zur Folge haben. Für die Berechnung der Ausbreitungsgeschwindigkeiten in dieser Richtung wurde der Frequenzbereich 2-6 MHz ausgewertet. Würde man die Phasenspektren über die stehenden Wellen bis etwa 15 MHz auswerten, so liegen die ermittelten Longitudinalwellengeschwindigkeiten 5-10 % höher. Amplituden- und Phasenspektren bei Ausbreitung senkrecht zur Abscheiderichtung sind in Abbildung 5.69 (rechts) dargestellt. Qualitativ ähneln sich die Spektren, wenn auch die Ausbildung von stehenden Wellen nicht beobachtet wird. Die Auswertung der Phasenspektren erfolgte im Frequenzbereich von 3-12 MHz.

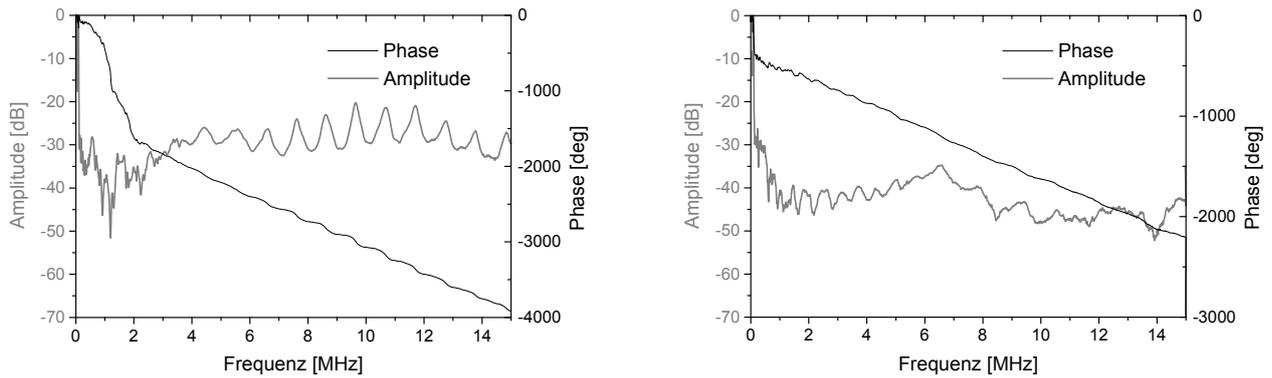


Abbildung 5.69: Typische Amplituden- und Phasenspektren von **Longitudinalwellen** der Proben im Ausgangszustand. Ausbreitungsrichtung parallel (links) bzw. senkrecht (rechts) zur Abscheiderichtung

Die Amplituden- und Phasenspektren von Longitudinalwellen der zusätzlich wärmebehandelten Proben sind in Abbildung 5.70 dargestellt. Qualitativ sind die Phasenspektren bei Ausbreitung parallel zur Abscheiderichtung (U_{33}) besser als bei Ausbreitung senkrecht zur Abscheiderichtung. Die Ausbildung von stehenden Wellen bei Ausbreitung parallel zur Abscheiderichtung, wie bei den Proben im Ausgangszustand, wird nicht beobachtet.

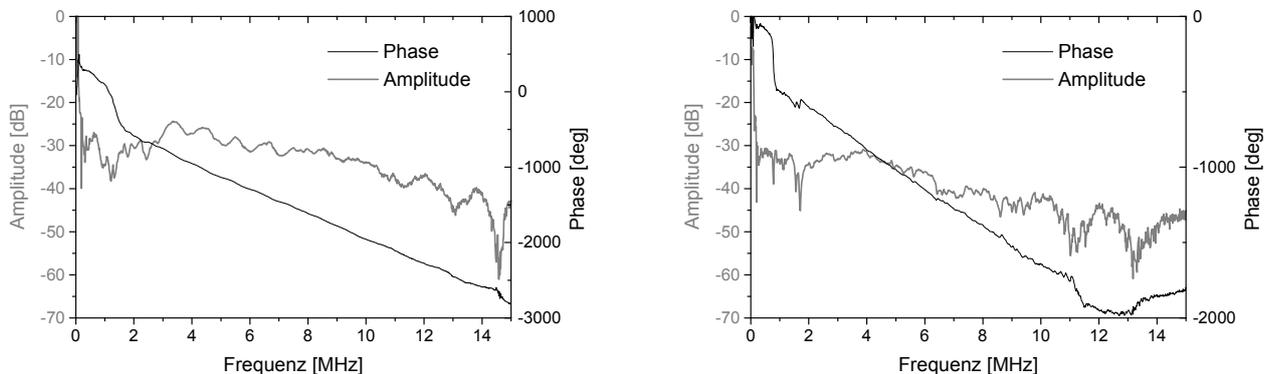


Abbildung 5.70: Typische Amplituden- und Phasenspektren von **Longitudinalwellen** der zusätzlich glühbehandelten Proben. Ausbreitungsrichtung parallel (links) bzw. senkrecht (rechts) zur Abscheiderichtung

Typische Scherwellenspektren der Proben im Ausgangszustand sind in Abbildung 5.71 dargestellt. Die Spektren bei Ausbreitung und Polarisation senkrecht zur Abscheiderichtung (U_{12} , U_{21}), wie sie rechts dargestellt sind, sind qualitativ schlechter als die Amplituden- und Phasenspektren der übrigen vier möglichen Scherwellen (U_{13} , U_{31} , U_{23} , U_{32}), wie sie in der linken Abbildung exemplarisch dargestellt sind. Dies äußert sich in der höheren Standardabweichung aus Wiederholungsmessungen des gleichen Wellentyps. Ausgewertet wurden für die Scherwellen U_{12} und U_{21} die Frequenzbereiche von etwa 1-4 MHz und für die übrigen Scherwellen die Frequenzbereiche von etwa 1-7 MHz.

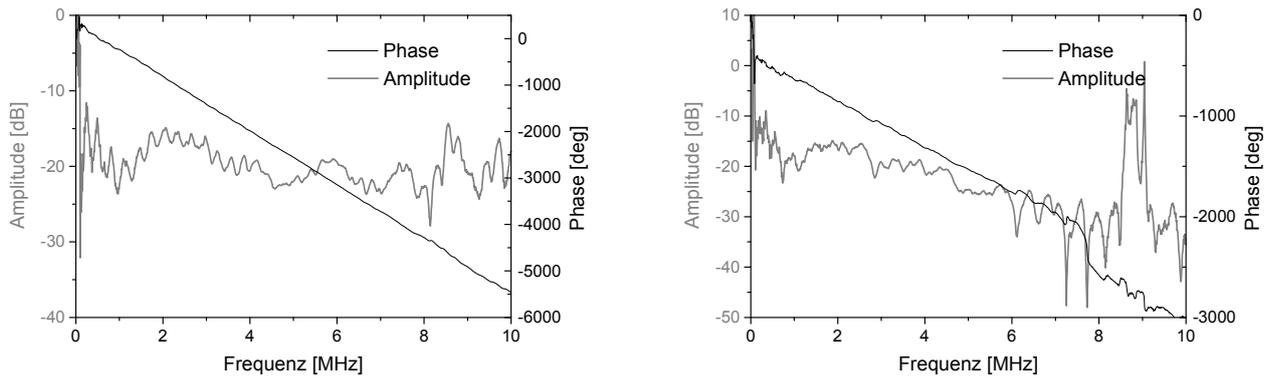


Abbildung 5.71: Typische Amplituden- und Phasenspektren von **Scherwellen** der Proben im Ausgangszustand. Ausbreitungsrichtung parallel und Polarisation senkrecht zur Abscheiderichtung (links) bzw. Ausbreitungsrichtung und Polarisation senkrecht zur Abscheiderichtung (rechts).

Die Amplituden- und Phasenspektren von Scherwellen der zusätzlich glühbehandelten Proben sind in Abbildung 5.72 dargestellt. Qualitativ unterscheiden sich die Spektren kaum von denen im Ausgangszustand, allerdings wird eine Auffächerung der Scherwellengeschwindigkeiten U_{13} und U_{31} sowie U_{23} und U_{32} beobachtet, wie aus Tabelle 5.24 hervorgeht. Die jeweiligen Scherwellengeschwindigkeiten gleicher Ausbreitungsrichtung sind nahezu gleich ($U_{13} \approx U_{23}$ sowie $U_{31} \approx U_{32}$).

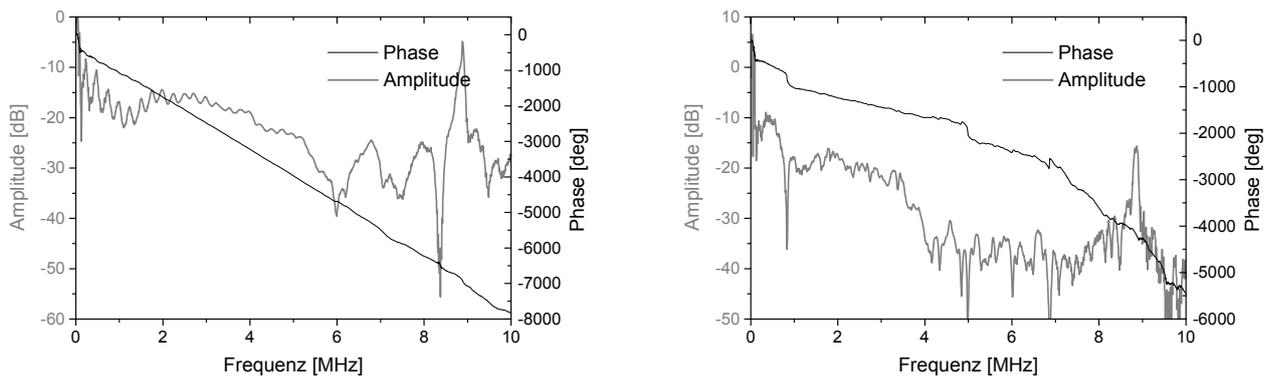


Abbildung 5.72: Typische Amplituden- und Phasenspektren von **Scherwellen** der zusätzlich glühbehandelten Proben. Ausbreitungsrichtung parallel und Polarisation senkrecht zur Abscheiderichtung (links) bzw. Ausbreitungsrichtung und Polarisation senkrecht zur Abscheiderichtung (rechts).

Tabelle 5.23: Ergebnisse der Ultraschallphasenspektroskopie mit Longitudinalwellen: Mittelwerte und auf den Mittelwert bezogene Standardabweichungen von min. zehn Wiederholungsmessungen (in m/s)

	U_{11}	$\frac{\sigma}{U}$	U_{22}	$\frac{\sigma}{U}$	U_{33^*}	$\frac{\sigma}{U}$
PyC1-AZ1	4398	1,6 %	4290	1,9 %	3013	2,5 %
PyC1-AZ2	4283	2,3 %	4250	2,7 %	2974	2,2 %
PyC1-WB1	4982	3,4 %	4656	2,9 %	2850	2,8 %
PyC1-WB2	4838	3,3 %	4857	3,5 %	2797	2,5 %

*ausgewertet im Frequenzbereich bis 6 MHz (ohne stehende Wellen)

Tabelle 5.24: Ergebnisse der Ultraschallphasenspektroskopie mit Scherwellen: Mittelwerte und auf den Mittelwert bezogene Standardabweichungen von min. zehn Wiederholungsmessungen (in m/s)

	U_{12}	$\frac{\sigma}{U}$	U_{21}	$\frac{\sigma}{U}$	U_{13}	$\frac{\sigma}{U}$	U_{31}	$\frac{\sigma}{U}$	U_{23}	$\frac{\sigma}{U}$	U_{32}	$\frac{\sigma}{U}$
PyC1-AZ1	2225	8,6 %	2300	4,6 %	986	1,8 %	961	1,3 %	972	3,0 %	959	1,9 %
PyC1-AZ2	2239	8,1 %	2240	11,5 %	998	1,7 %	965	2,1 %	988	9,3 %	969	1,3 %
PyC1-WB1	2908	7,2 %	2983	6,9 %	785	1,9 %	711	2,1 %	786	2,1 %	700	1,9 %
PyC1-WB2	2885	5,9 %	2924	6,4 %	815	2,7 %	693	1,3 %	805	1,5 %	683	3,1 %

Die Ergebnisse zeigen transversalisotropes Materialverhalten für die Proben im Ausgangszustand mit Rotationssymmetrie parallel zur Abscheiderichtung. Berechnet man aus den mittleren Ausbreitungsgeschwindigkeiten und einer mittleren Dichte von 2,15 g/cm³ die elastischen Konstanten, erhält man die in Tabelle 5.25 angegebenen Werte.

Tabelle 5.25: Berechnete elastische Konstanten für die Proben im Ausgangszustand

	ρ	C_{11}	$\frac{\sigma}{C}$	C_{12}	$\frac{\sigma}{C}$	C_{13}	$\frac{\sigma}{C}$	C_{33}	$\frac{\sigma}{C}$	C_{44}	$\frac{\sigma}{C}$
PyC 1	2,15	39,8	4,9 %	18,1	22,7 %			19,3	4,8 %	2,0	7,8 %

Um die Steifigkeitsmatrix vollständig beschreiben zu können, muss noch die fehlende Konstante C_{13} ermittelt werden. Der Maximalwert für die Konstante C_{13} ist dabei durch die folgende Gleichung gegeben [NYE85]:

$$C_{13} \leq \sqrt{\frac{(C_{11} + C_{12})C_{13}}{2}} \approx 24 \text{ GPa} \quad (\text{Gleichung 5.4.1})$$

Für die Ermittlung wurde zunächst die resonante Ultraschallspektroskopie herangezogen. Abbildung 5.73 zeigt die ersten 50 Resonanzen für die elastischen Konstanten aus Tabelle 5.25. Für C_{13} wurden 5, 10, 15 bzw. 20 GPa angenommen. Erkennbar ist, dass für höhere Werte für C_{13}

die Resonanzfrequenzen niedriger liegen und dass sich für Werte von $C_{13} < 10$ GPa die ersten 50 Resonanzfrequenzen kaum unterscheiden.

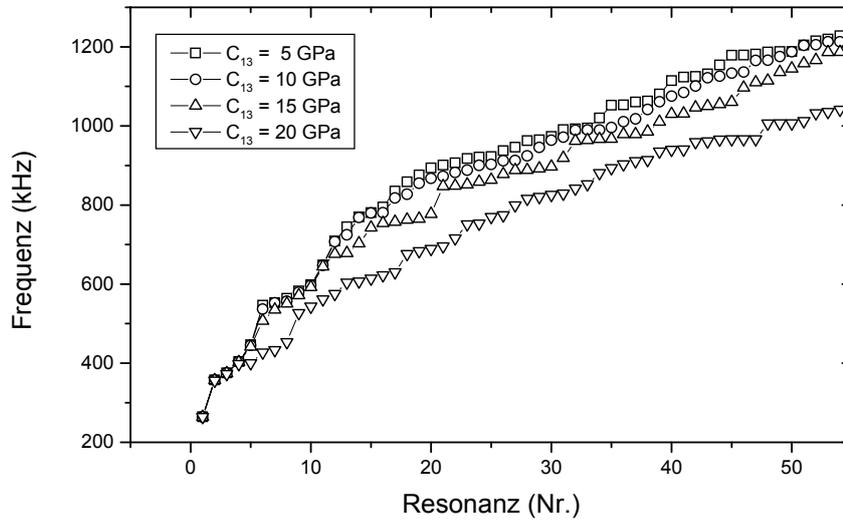


Abbildung 5.73: Berechnete Resonanzfrequenzen für die Probe PyC1-AZ1

Abbildung 5.74 zeigt Resonanzspektren der Proben PyC-AZ1 entlang unterschiedlicher Raumdiagonalen. Zwar sind einige Resonanzen der Probe erkennbar, allerdings nicht ausreichend viele, wie nach der Forwardrechnung erwartet werden. Auch ist die Reproduzierbarkeit der gemessenen Resonanzfrequenzen nicht ausreichend hoch, wie in Abbildung 5.74 (rechts) zu sehen ist. Dies könnte auf den experimentellen Aufbau zurückgeführt werden, da die Proben mit Gewichten von etwa 10 mg ausgesprochen leicht sind und die Kraft, mit denen die Probe zwischen den Transducern gehalten wird, variieren kann.

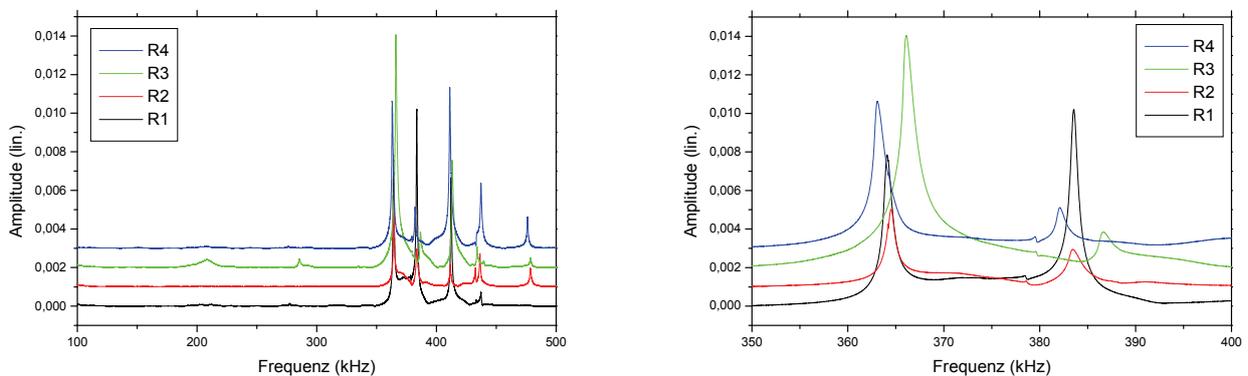


Abbildung 5.74: Resonanzspektren der Probe PyC1-AZ1 im Frequenzbereich von 100-500 kHz entlang der vier Raumdiagonalen. Der Bereich zwischen 350 und 400 kHz ist rechts vergrößert dargestellt.

Charge PyC 2

Da eine Ermittlung der Steifigkeitsmatrix aus dem Resonanzspektrum der Probe nicht möglich war, wurde die fehlende elastische Konstante C_{13} aus Schallgeschwindigkeitsmessungen in der 1-3-Ebene ermittelt. Tabelle 5.26 und Tabelle 5.27 zeigen die Streuungen in Rechtwinkligkeit und Planparallelität der mittels Diamantdrahtsäge präparierten Proben. Die Streuung der Rechtwinkligkeit liegt in den 1-3 und 2-3-Ebenen deutlich unter einem Grad und damit genauso gut, wie die der mittels Schleifen und Polieren gefertigten Proben der Charge PyC 1. Lediglich die 1-2-Ebene (senkrecht zur Abscheiderichtung) zeigt höhere Abweichungen in der Rechtwinkligkeit von bis zu 3 Grad.

Tabelle 5.26: Streuung der 0°-orientierten Proben der Charge PyC 2 in Rechtwinkligkeit und Planparallelität

	Rechtwinkligkeit (deg)			Planparallelität		
	1-2-Ebene	1-3-Ebene	2-3-Ebene	1-Richtung	2-Richtung	3-Richtung
AZ01	2,4	0,5	0,7	0,9 %	0,3 %	0,4 %
AZ02	1,4	0,2	0,6	0,9 %	0,3 %	0,4 %
AZ03	2,8	0,9	0,5	1,8 %	0,2 %	1,0 %
AZ04	1,9	0,5	0,5	1,7 %	0,6 %	0,3 %

Tabelle 5.27: Streuung der 45°-orientierten Proben der Charge PyC 2 in Rechtwinkligkeit und Planparallelität

	Rechtwinkligkeit (deg)			Planparallelität		
	a-b-Ebene	a-c-Ebene	b-c-Ebene	a-Richtung	b-Richtung	c-Richtung
AZ05	1,4	1,3	3,9	2,2 %	0,1 %	7,0 %
AZ06	0,3	1,6	0,7	0,5 %	0,4 %	8,0 %
AZ07	0,9	1,7	0,2	1,9 %	0,5 %	1,2 %
AZ08	0,6	0,7	1,3	1,1 %	0,3 %	2,4 %
AZ09	0,5	1,6	1,2	5,7 %	0,6 %	1,8 %
AZ10	0,9	3,0	1,3	4,2 %	0,8 %	2,0 %

Anmerkung zum Koordinatensystem (siehe Abbildung 3.8):

Richtung a ist parallel zur 1. Winkelhalbierenden in der 1-3-Ebene

Richtung b ist parallel zur Richtung 2

Richtung c ist parallel zur 2. Winkelhalbierenden in der 1-3-Ebene

Tabelle 5.28 und Tabelle 5.29 zeigen die Ergebnisse an den 0°-orientierten Proben. Die Amplituden- und Phasenspektren sind direkt mit denen der Charge PyC 1 im Ausgangszustand vergleichbar und werden daher nicht nochmals dargestellt. Auch ist die Reproduzierbarkeit der Messungen ähnlich hoch wie in der Charge PyC 1.

Tabelle 5.28: Ergebnisse der Ultraschallphasenspektroskopie mit Longitudinalwellen an den Proben aus Abbildung 3.8 (b): Mittelwerte und auf den Mittelwert bezogene Standardabweichungen von min. drei Wiederholungsmessungen (in m/s)

	U_{11}	$\frac{\sigma}{U}$	U_{22}	$\frac{\sigma}{U}$	U_{33^*}	$\frac{\sigma}{U}$
PyC2-AZ01	4256	0,0 %	4354	4,1 %	2854	1,8 %
PyC2-AZ02	4510	0,4 %	4463	0,1 %	2835	3,7 %
PyC2-AZ03	4326	0,8 %	4149	0,8 %	2987	2,1 %
PyC2-AZ04	4273	1,8 %	4102	3,3 %	2930	2,5 %

*ausgewertet im Frequenzbereich bis 6 MHz (ohne stehende Wellen)

Tabelle 5.29: Ergebnisse der Ultraschallphasenspektroskopie mit Scherwellen an den Proben aus Abbildung 3.8 (b): Mittelwerte und auf den Mittelwert bezogene Standardabweichungen von min. drei Wiederholungsmessungen (in m/s)

	U_{12}	$\frac{\sigma}{U}$	U_{21}	$\frac{\sigma}{U}$	U_{13}	$\frac{\sigma}{U}$	U_{31}	$\frac{\sigma}{U}$	U_{23}	$\frac{\sigma}{U}$	U_{32}	$\frac{\sigma}{U}$
PyC2-AZ01	2097	4,5 %	2205	0,5 %	934	1,2 %	902	2,0 %	937	1,9 %	910	1,9 %
PyC2-AZ02	2273	11,9 %	2229	2,8 %	867	1,0 %	913	0,5 %	894	1,2 %	890	0,5 %
PyC2-AZ03	1918	5,6 %	2125	2,4 %	940	2,6 %	870	1,9 %	920	1,4 %	886	0,4 %
PyC2-AZ04	2268	11,0 %	2097	1,2 %	940	3,0 %	913	1,2 %	918	0,6 %	903	0,6 %

Als problematisch haben sich Geschwindigkeitsmessungen an den unter 45° orientieren Proben herausgestellt (Abbildung 3.8 (c)). Die Schwierigkeit besteht einerseits in einem „Wegrutschen“ der Probe während der Messung, welche die Reproduzierbarkeit der Messungen nicht gewährleistet. Dieses Problem konnte durch eine geeignete Halterung der Prüfköpfe und der Probe beseitigt werden. Andererseits ist die Qualität der Amplituden- und Phasenspektren sowohl von Longitudinal- als auch von Transversalwellen nicht zufriedenstellend, wie aus Abbildung 5.75 hervorgeht. Zwar erhält man sehr geringe Abweichungen von Wiederholungsmessungen bei Auswertung im gleichen Frequenzbereich, allerdings ist die Streuung durchaus größer, wenn der Frequenzbereich variiert wird. Für die in Tabelle 5.30 und Tabelle 5.31 angegebenen Ausbreitungsgeschwindigkeiten von Longitudinal- bzw. Transversalwellen wurde der Frequenzbereich ausgewertet, in dem das Amplitudenspektrum weitgehend konstant bleibt (für Abbildung 5.75 links: 3,3 bis 8,0 MHz, Abbildung 5.75 rechts: 2,4 bis 3,2 MHz).

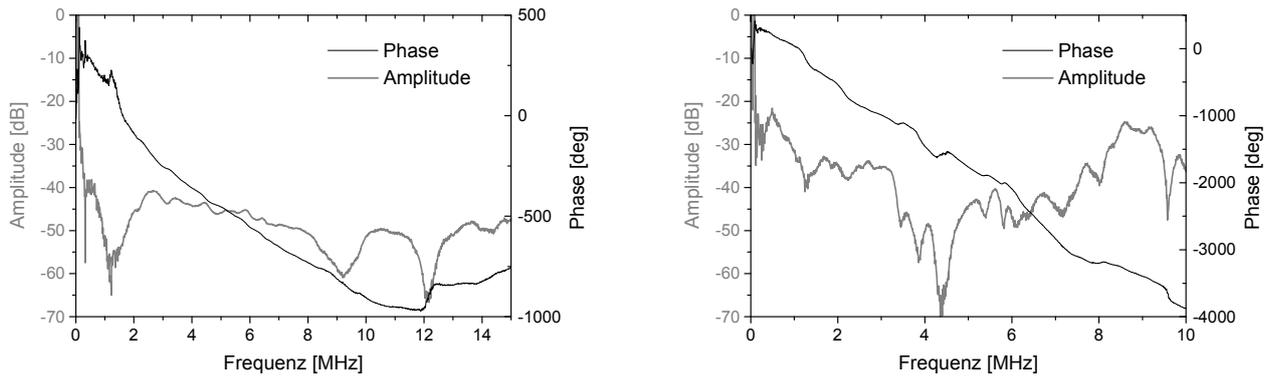


Abbildung 5.75: Typische Amplituden- und Phasenspektren von Longitudinal- (links) und Scherwellen (rechts) der Proben aus Abbildung 3.8 (c).

Tabelle 5.30: Ergebnisse der Ultraschallphasenspektroskopie mit Longitudinalwellen an den Proben aus Abbildung 3.8 (c): Mittelwerte und auf den Mittelwert bezogene Standardabweichungen von min. zehn Wiederholungsmessungen (in m/s).

	Frequenzbereich (MHz)	U_{45-1L}	$\frac{\sigma}{\bar{U}}$	Frequenzbereich (MHz)	U_{45-2L}	$\frac{\sigma}{\bar{U}}$
PyC2-AZ05	4,8-9,2	3996	0,1 %	4,8-9,2	3475	0,7 %
PyC2-AZ06	3,6-6,7	3240	3,1 %	3,8-8,0	3476	0,7 %
PyC2-AZ07	4,5-8,3	3752	0,4 %	4,5-8,3	3822	0,1 %
PyC2-AZ08	4,2-8,3	3783	0,9 %	4,2-8,3	3590	0,2 %
PyC2-AZ09	3,3-8,0	3394	0,4 %	4,5-8,0	3784	0,3 %
PyC2-AZ10	3,0-6,7	3302	0,5 %	3,0-6,7	3173	0,4 %

Tabelle 5.31: Ergebnisse der Ultraschallphasenspektroskopie mit Scherwellen an den Proben aus Abbildung 3.8 (c): Mittelwerte und auf den Mittelwert bezogene Standardabweichungen von min. zehn Wiederholungsmessungen (in m/s).

	Frequenzbereich (MHz)	U_{45-1S}	$\frac{\sigma}{\bar{U}}$	Frequenzbereich (MHz)	U_{45-2S}	$\frac{\sigma}{\bar{U}}$
PyC2-AZ05	3,2-5,3	1476	1,9 %	3,2-5,3	1648	0,6 %
PyC2-AZ06	2,4-4,1	1315	0,3 %	2,4-4,1	1169	1,0 %
PyC2-AZ07	4,1-5,3	1127	1,7 %	2,6-3,8	1266	0,9 %
PyC2-AZ08	2,4-4,9	1345	1,1 %	3,4-4,5	1371	0,7 %
PyC2-AZ09	2,4-3,2	1111	1,7 %	2,2-3,0	952	0,2 %
PyC2-AZ10	2,2-3,4	898	0,3 %	2,4-3,0	744	0,6 %

Vergleich der Chargen PyC 1 und PyC 2 und Berechnung der elastischen Konstanten

Vergleicht man die untersuchten Chargen, so sind sowohl die Dichte als auch die mittleren Ausbreitungsgeschwindigkeiten im Rahmen der Messgenauigkeit gleich. Die Longitudinalwellengeschwindigkeiten parallel zur Abscheiderichtung unterscheiden sich um 3 %, senkrecht zur Abscheiderichtung um weniger als 0,03 %. Die Abweichungen der mittleren Scherwellengeschwindigkeiten betragen 5 % bei einer Scherung parallel zur Substratebene und unter 8 % bei einer Scherung in den beiden zur Substratebene senkrecht orientierten Flächen.

Tabelle 5.32: Vergleich der Dichte (g/cm^3) und mittleren Ausbreitungsgeschwindigkeiten (m/s) der beiden Chargen PyC 1 und PyC 2. σ entspricht der Standardabweichung des links gelegenen Mittelwertes

	ρ	$\langle U_{11}, U_{22} \rangle$	$\frac{\sigma}{U}$	U_{33} ³⁾	$\frac{\sigma}{U}$	$\langle U_{12}, U_{21} \rangle$	$\frac{\sigma}{U}$	$\langle U_{23}, U_{32}, U_{13}, U_{31} \rangle$	$\frac{\sigma}{U}$
PyC 1	2,15 ¹⁾	4305	2,4 %	2993	2,4 %	2251	8,3 %	975	3,9 %
PyC 2	2,178 ²⁾	4304	3,3 %	2902	2,4 %	2151	5,5 %	907	2,6 %

¹⁾ Dichte über Geometrie und Masse errechnet

²⁾ Dichte über Wassereindringverfahren errechnet

³⁾ U_{33} im Frequenzbereich von 3-6 MHz ermittelt

In Tabelle 5.33 sind die aus den in Tabelle 5.32 und Tabelle 5.30 gegebenen Werten berechneten elastischen Konstanten aufgelistet. Dabei wurden nur die Ausbreitungsgeschwindigkeiten in Tabelle 5.30 berücksichtigt, welche zu reellen Werten für die elastische Konstante C_{13} , sowie zu einer positiv definiten Steifigkeitsmatrix führen. Für die dargestellten Werte liegt dieser Bereich von 3120 bis 3670 m/s vor. Die Standardabweichung der elastischen Konstanten wurde über eine Gaußsche Fehlerfortpflanzung errechnet. Details zur Fehlerrechnung sind im Anhang beigefügt.

Tabelle 5.33: Berechnete elastische Konstanten (GPa) der Chargen PyC 1 und PyC 2. σ entspricht der über eine Gaußsche Fehlerfortpflanzung errechneten Standardabweichung des links gelegenen Wertes.

	ρ ¹⁾	C_{11}	$\frac{\sigma}{C_{11}}$	C_{12}	$\frac{\sigma}{C_{12}}$	C_{13}	$\frac{\sigma}{C_{13}}$	C_{33}	$\frac{\sigma}{C_{33}}$	C_{44}	$\frac{\sigma}{C_{44}}$
PyC 1	2,15	39,8	4,9 %	18,1	22,7 %			19,3	4,8 %	2,0	7,8 %
PyC 2	2,178	40,0	6,6 %	20,0	17,1 %	13,1	46,4 %	18,2	4,9 %	1,8	5,6 %

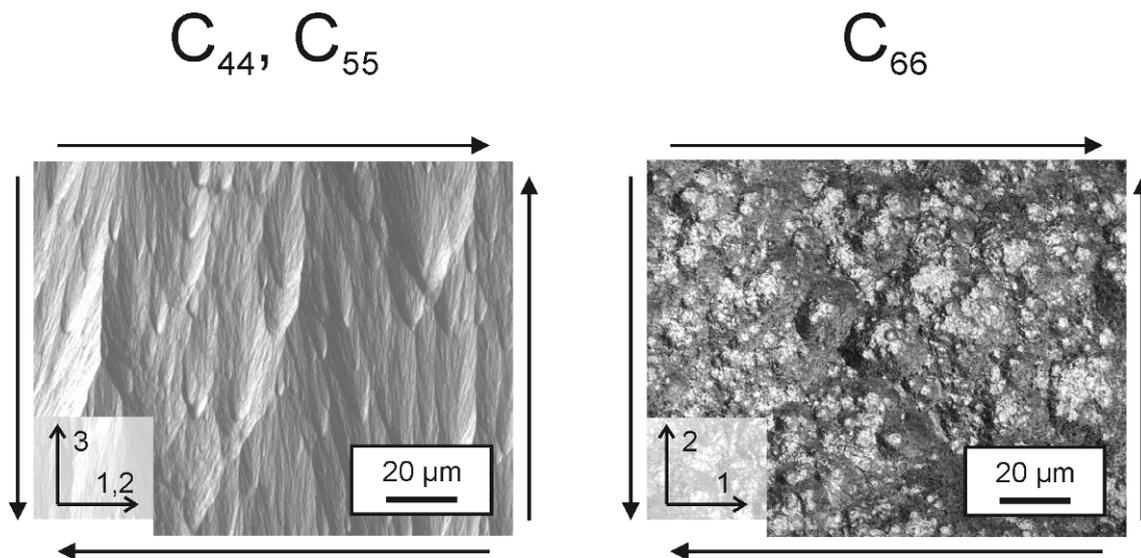


Abbildung 5.76: Vergleich der schererelastischen Konstanten mit den mikrostrukturellen Aufnahmen aus Abbildung 3.4

Ein Vergleich der Mikrostruktur mit den schererelastischen Konstanten ist in Abbildung 5.76 dargestellt. Für Transversalisotropie muss die folgende Gleichung erfüllt sein [VAN81]:

$$C_{44} + C_{66} = 2\rho U_{45/S}^2 \quad (\text{Gleichung 5.4.2})$$

Dabei ist $U_{45/S}$ die mittlere Scherwellengeschwindigkeit aus Tabelle 5.31. Wertet man die Gleichung aus, so beträgt die Abweichung 96 %.

6 Diskussion

Die in Kapitel 5 dargestellten Befunde zu kohlenstofffaserverstärkten Filz- und Laminatwerkstoffen werden im Folgenden diskutiert. Da die Gasphaseninfiltration der verwendeten Substrate mit Methan bereits in vorangegangenen Untersuchungen von Zhang et al. [ZHA02, ZHA03] detailliert studiert wurde, können Texturen, Schichtdicken, Porositäten und Dichten direkt verglichen werden, weil sich die verwendeten Infiltrationsparameter der vorliegenden Arbeit an den Ergebnissen dieser Studien orientierten. Auch zu der Berechnung der Evolution von Kohlenstoffoberfläche (A) und freiem Volumen (V), welches für die Berechnung des A/V -Verhältnisses von Bedeutung ist, sind Ergebnisse zu genau diesen Substraten publiziert. Die ultraschallspektroskopischen Befunde der effektiven elastischen Konstanten der CFC-Werkstoffe sowie die Ergebnisse der mikro-mechanischen Modellierung können ebenfalls direkt mit quasi-statischen Zugversuchen an Proben gleicher Infiltrationsparameter überprüft werden. Ferner liegen Vergleichswerte aus quasi-statischen Biegeversuchen und Ergebnisse von Nano-Indenterversuche zu den untersuchten Proben aus pyrolytischem Kohlenstoff vor.

Textur, Schichtdicke, Dichte und Porosität

Die in Tabelle 3.1 dargestellten Parameter der chemischen Gasphaseninfiltration wurden so gewählt, dass die Matrix aus pyrolytischem Kohlenstoff sowohl für den CFC-Filz als auch für den CFC-Laminat-Werkstoff überwiegend hochtexturiert ist. Wie in Kapitel 5.1.1 beschrieben, findet sich für den CFC-Filz zunächst eine niedrigtexturierte Schicht mit einer Dicke von 0,3 – 1,0 Faserradien, welche in allen untersuchten Chargen für die Probenposition 3C beobachtet wird. Nach [ZHA02] wird für einen Methandruck von 10 kPa eine rein hochtexturierte Matrix erwartet (siehe Abbildung 6.1 links), welche eine Schichtdicke von 16-20 μm aufweist. Letztere wird bei den hier vorliegenden Ergebnissen mit 3,6 Faserradien (entspricht 15 μm) minimal unterschätzt. Die Texturen für den untersuchten CFC-Laminatwerkstoff unterscheiden sich ebenfalls von den Erwartungen. Wie in Kapitel 5.2.1 beschrieben, ist die Textur des PyCs in allen Chargen des Laminatwerkstoffs überwiegend mitteltexturiert mit Auslöschungswinkeln von 15-17°. Bei diesen Proben wird noch eine erste Schicht von etwa 0,5 Faserradien beobachtet, welche sich im polarisierten Licht leicht von der darauf folgenden Schicht unterscheidet. Eine Texturmessung dieser ersten Schicht war auch bei maximaler Vergrößerung von 1000x nicht möglich. Die Chargen L090 und L120 zeigen sogar eine dritte Schicht, welche keine optische Anisotropie aufweist und demnach aus isotropem PyC besteht. Die Dicke dieser Schicht beträgt für die Probe L090-3C 38 % und für die Probe L120-3C 19 % der gesamten Schichtdicke. In mehreren Studien wurden für die gleichen Infiltrationsparameter bei dem gleichen Substrat höhere Auslöschungswinkel berichtet [ZHA03, ERM04, ERM06, CHE05], weshalb sich die Frage stellt, ob die Messung in der gleichen Art und Weise durchgeführt wurde. Die Ermittlung der Textur mit der in Kapitel 2.2.4 beschriebene Methode ist durchaus von der subjektiven Einschätzung des Experimentators abhängig. Der Winkel ergibt sich demnach durch Drehung des Analysators relativ zum feststehenden Polarisator, bis sich die Minima und Maxima des Malteserkreuzes erstmals berühren. Dies ist keine rein objektive Messgröße, wonach sich bei großzügiger Über- oder

Unterschätzung des erstmaligen Berührens Abweichungen in der Größenordnung von wenigen Grad ergeben können. Es ist demnach durchaus möglich, dass die PyC-Matrix der CFC-Laminat Proben hochtexturiert ist (die Auslöschungswinkel werden nur um etwa $1-3^\circ$ von dem Schwellenwert unterschätzt). Die isotrope Schicht bei den Proben L090-3C und L120-3C ist hingegen eindeutig feststellbar.

Betrachtet man die in Kapitel 5.1.2 (CFC-Filz) und Kapitel 5.2.2 (CFC-Laminat) gezeigten Ergebnisse der ermittelten Dichten und Porositäten, so ist festzustellen, dass sich die Verdichtung von innen nach außen bei dem Filz-Substrat bestätigt, wohingegen bei dem Laminat-Substrat die Dichte in der Mitte leicht unter der Dichte am Rand liegt. Der Unterschied ist allerdings marginal und die Dichten unterscheiden sich merklich für unterschiedliche Infiltrationsdauern, wie in Abbildung 5.1 zu sehen ist. Ferner liefern beide Methoden der Dichtebestimmung nahezu gleiche Ergebnisse. Die ermittelten Dichten über geometrische Abmessungen und Gewichte der Proben liefern um 3-9 % geringere Werte für die Filz-Proben und 1-6 % geringere Werte für die Laminat-Proben. Dies ist auch ein Indiz dafür, dass die Proben nach der Präparation mittels Funkenerosion eine hinreichend genaue Quadergeometrie aufweisen. Quantitativ liegen die Dichten der Filz-Proben etwa 25 % unter den in [ZHA02] dargestellten Ergebnissen (kreisförmige Symbole in Abbildung 6.1 rechts). Dies ist unter anderem darauf zurückzuführen, dass die erste PyC-Schicht niedrigtexturiert ist und dadurch einen geringeren Beitrag zur Gesamtdichte leistet, als eine entsprechend hochtexturierte PyC-Schicht. Für die übrigen Chargen des Filz-Substrates konnten keine Vergleichswerte aus Zwischenstadien gefunden werden. Für das Laminat-Substrat liegen hingegen für die fast identischen Infiltrationsparameter auch Werte in Zwischenstadien vor, wie in Abbildung 6.2 gezeigt. Der einzige Prozessparameter, der sich unterscheidet, ist der Methandruck, welcher 22,5 kPa in [ZHA03] beträgt und auf 25 kPa in der vorliegenden Arbeit festgesetzt wurde. Die Sensitivität der Dichte für diesen Parameter lässt sich näherungsweise aus Vergleich mit dem Filzsubstrat abschätzen. Dort führt eine Zunahme des Methandrucks von 22,5 kPa auf 25 kPa zu einer Abnahme der Dichte von 1 %, also einer eher geringeren Abhängigkeit [BEN99]. Die Dichten und offenen Porositäten der Laminatproben stimmen sehr gut mit denen aus [ZHA03] überein. Einzig die Chargen L090 und L120, mit ausgeprägten isotropen PyC-Schichten, unterschätzen die in [ZHA03] angegebenen Dichten um 7 % bzw. 5 %.

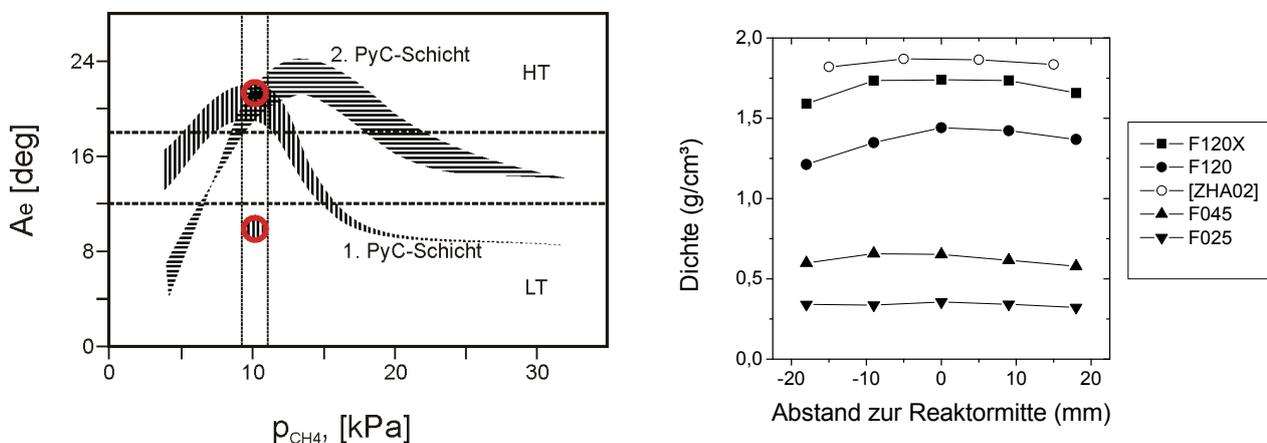


Abbildung 6.1: CFC-Filz: Vergleich der Textur (Charge F120, kreisförmige Symbole) mit den Ergebnissen aus [ZHA02] (links). Vergleich der Dichten (Mittelwerte in vertikaler Richtung) mit den Ergebnissen aus [ZHA02] (rechts). Infiltrationsparameter: $T = 1095^\circ\text{C}$, $p = 10$ kPa, $\tau = 0,1$ s, $t = 120$ h.

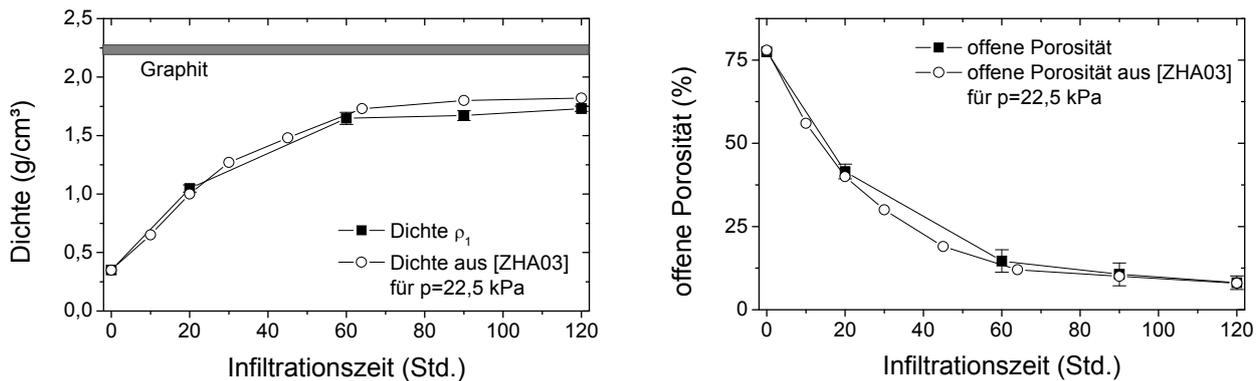


Abbildung 6.2: CFC-Laminat: Vergleich von Dichte (ermittelt über Geometrie und Masse) und offener Porosität mit den Werten aus [ZHA03] für einen Methan Partialdruck von 22,5 kPa.

Die ebenfalls in Abbildung 6.2 dargestellte Dichte von einkristallinem Graphit kann auch bei maximaler Infiltration nicht erreicht werden, da die turbostratische Struktur des pyrolytischen Graphits bereits zu geringeren Dichten führt, als es für die perfekte hexagonale Gitterstruktur möglich wäre [BOK69]. Die mittlere Dichte des pyrolytischen Kohlenstoffs wurde in Zhang et al. [ZHA02] für die hier verwendeten Infiltrationsparameter über Quecksilberporosimetrie zu etwa $2,15 \text{ g/cm}^3$ ermittelt. Unter Berücksichtigung der Faserdichte von $1,72 \text{ g/cm}^3$ und dem Faservolumengehalt von 22,5 % beträgt die maximal mögliche Dichte für riss- und porenfreie Proben $2,05 \text{ g/cm}^3$. Die Dichte maximal infiltrierter Proben liegt um 11 % unter diesem Wert, was auf die betrachteten Riss- und Porenstrukturen zurückzuführen ist.

Abbildung 6.3 zeigt einen Vergleich der Gesamtporosität, welche durch Bildauswertung der Schiffe an den Probenpositionen 3C ermittelt wurde, und der offenen Porosität, welche für diese Proben zuvor zerstörungsfrei mit dem Wassereindringverfahren ermittelt wurde. Für die infiltrierten Filze ist die Übereinstimmung der Porositäten sehr hoch, was darauf schließen lässt, dass die Gesamtporosität der offenen Porosität nahezu entspricht. Bei genauer Betrachtung liegen die mittels Bildauswertung ermittelten Werte systemmatisch über den, mittels Wassereindringverfahren bestimmten Werten. Dies ist durchaus plausibel, da über die Bildauswertung die Gesamtporosität und über das Wassereindringverfahren die offene Porosität, also ohne innere Poren, bestimmt wird. Die hohe Übereinstimmung von offener Porosität und Gesamtporosität wird auch durch die Ergebnisse der computertomografischen Daten aus Abbildung 5.9 belegt. Demnach ist der berechnete Anteil der größten Pore für Schichtdicken der untersuchten Chargen über 99 % der Gesamtporosität. Zwar wurden nur Volumina der Größe $(800 \mu\text{m})^3$ untersucht und nicht das entsprechend gleich große Volumen der Proben, allerdings für unterschiedlichste Positionen (z.B. mit oder ohne Fasern in 3-Richtung). Auch die Übereinstimmung der offenen Porosität und der Gesamtporosität für die infiltrierten Lamine ist sehr hoch, wenn auch die offene Porosität leicht unter der Gesamtporosität liegt (strichpunktierte Linie in Abbildung 6.3 rechts). Hierbei wurden die Porositäten in den Filz- und UD-Lagen getrennt voneinander ermittelt, um entsprechende Werte für die mikromechanische Modellierung zu gewinnen. Die Filzlagen zeigen höhere Porositäten, welche auf die geringeren Faservolumengehalte, verglichen mit UD-Lagen, zurückzuführen sind.

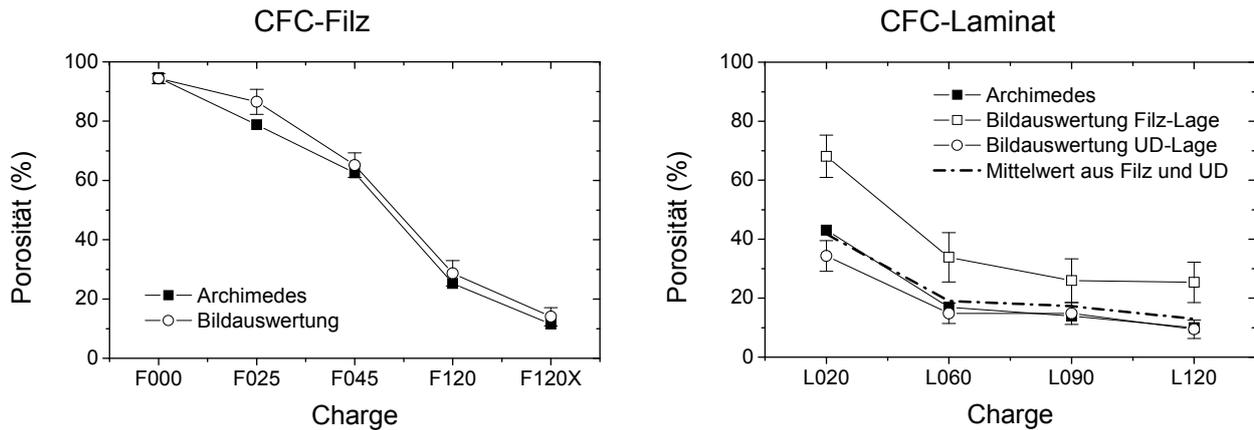


Abbildung 6.3: Vergleich der ermittelten Porositäten durch Wassereindringverfahren (geschlossene Symbole) und durch Auswertung der lichtmikroskopischen Aufnahmen an der Probenposition 3C. Für das CFC-Laminat ist die Porosität in Filz-Lage (□) und UD-Lage (○) separat angegeben.

Faserverteilung in Filz und Laminat

Die untersuchten Faserarchitekturen unterscheiden sich prinzipiell in den Faservolumengehalten und der Ausrichtung der Fasern. Die grundsätzlichen Ausrichtungen der Fasern lassen sich bereits an metallografischen Schlibfbildern erkennen (siehe Abbildung 3.1 und Abbildung 3.2). So erscheinen die Fasern im Filz-Substrat in der 1-2-Ebene nahezu regellos verteilt und sind in senkrechter Richtung mit Faserbündeln zusammengeheftet. Die Auswertung der Faserorientierungen durch anisotrope Gaußfilterung in 3D liefert hierzu keine neuen Erkenntnisse, abgesehen von den Faseranteilen in den unterschiedlichen Richtungen (siehe Abbildung 5.7). Im betrachteten Volumen von $2,6 \times 2,6 \times 2,3 \text{ mm}^3$ sind etwa $2/3$ der Fasern in der 1-2-Ebene und etwa $1/3$ der Fasern senkrecht zu dieser Ebene vorzugsweise orientiert. Hierbei wird angenommen, dass das betrachtete Volumen einen hinreichend großen Bereich umfasst und eine typische Dichte von Faserbündeln in 3-Richtung beinhaltet, was sich aus Vergleich von Abbildung 5.6 mit lichtmikroskopischen Aufnahmen niedrigerer Vergrößerung als Abbildung 3.1 bestätigt hat. Die Faserorientierung in dem untersuchten CFC-Laminat ist hingegen deutlich komplizierter. Aus den metallografischen Schlibben senkrecht zu den Laminatlagen lassen sich Faserbündel parallel zu den Richtungen 1 bzw. 2 erkennen, abhängig davon, welche der unidirektional verstärkten Lage man gerade betrachtet (siehe Abbildung 3.2, Abbildung 3.3 und Abbildung 5.26). Schlibbe parallel zu den Lagen offenbaren Faserbündel, welche die Filz und UD-Lagen in senkrechter Richtung zusammenheften. Diese Fasern durchdringen die Faserbündel parallel zur 1- bzw. 2-Richtung und es lässt sich nicht mehr abschätzen, wie viele tausend Fasern ursprünglich in einem Faserbündel vorlagen. Die anisotrope Gaußfilterung zeigt, dass die Faserbündel senkrecht zu den Laminatlagen keine geradlinige sondern eine gewobene Form haben (siehe Abbildung 5.30). Daraus lässt sich bereits ableiten, dass bei Beanspruchung in Richtung 3 die Fasern nicht direkt auf Zug belastet werden und dadurch die Steifigkeit in Richtung 3 geringer sein wird als in den Richtungen 1 und 2, in denen die Fasern nahezu geradlinig vorliegen. Ferner sind die Faservolumengehalte in den Richtungen parallel zu den Lagen deutlich höher als in Richtung senkrecht zu den Lagen. In einer UD-Lage sind etwa 30 % der Fasern vorzugsweise entlang Richtung 3, etwa 60 % der Fasern vorzugsweise parallel zur Faserverstärkungsrichtung und die übrigen 10 % senkrecht zu diesen beiden Richtungen orientiert. In einer Filzlage gleichen sich die Faservolumengehalte in

den Richtungen parallel zu den Lagen nahezu an. In der Arbeit von Chen et al. [CHE05] wurde unter anderem die Faserarchitektur dieses Lamiantes mikroskopisch untersucht. Die hier dargestellten Ergebnisse zur Faserorientierung sind allerdings detaillierter und gehen über die dort gezeigte schematische Darstellung der Preform-Architektur hinaus.

Evolution von Poren im Laufe der Gasphaseninfiltration

In den folgenden Abschnitten werden zwei wesentliche Ergebnisse der Strukturauswertung diskutiert: Zunächst die Berechnung der Evolution von Poren auf Basis der CT-Daten der Filz- und der Laminatstruktur. Diese Ergebnisse spielen für das Verständnis der CVI eine besondere Rolle. Im Anschluss werden die ermittelten Porenverteilungen in maximal infiltrierten Probenzuständen diskutiert, wobei diese Ergebnisse wiederum für die mikromechanische Materialmodellierung von Bedeutung sind.

Berechnung der Evolution von Oberfläche und freiem Volumen

Zunächst wurden die computertomografischen Daten mit einer Schwellenwertsegmentierung bzw. durch ein Regionenwachstum segmentiert. Dabei wurde die Qualität der Segmentierung durch Überprüfung der mittleren Faserdurchmesser und Faservolumengehalte beurteilt. Neben diesen quantitativ erfassbaren Parametern wurde auch die Faserkonnektivität in den segmentierten Daten kontrolliert. Die Beurteilungen der Segmentierungen sind für die nicht infiltrierten Substrate in Tabelle 5.4 (CFC-Filz) und Tabelle 5.8 (CFC-Laminat) dargestellt. Am besten wird die Filz-Struktur durch Segmentierung mit Regionenwachstum wiedergegeben. Der sich nach der Segmentierung ergebende Faservolumengehalt wird mit 7,2 % sehr gut abgebildet. Allerdings wird der Faserdurchmesser mit 13,5 μm deutlich überschätzt. Ähnlich ist es bei den CT-Daten des CFC-Laminats. Auch hier werden die Faserdurchmesser systematisch überschätzt. Bei den CT-Daten mittels Synchrotronstrahlung liegt es vor allem an dem geringen Kontrast der Daten. Auch wenn die Voxelgröße kleiner als bei den CT-Daten mittels Desktop-CT ist, so führt der verschwommene Übergang zu größeren ermittelten Faserdurchmessern. Dies ist besonders deutlich in Abbildung 5.29 zu erkennen. Die besten Approximationen liefert die Segmentierung der Desktop-CT-Daten mittels Regionenwachstum, da die Faserdurchmesser nicht so ausgeprägt überschätzt werden, verglichen mit der Schwellenwert-Segmentierung der Synchrotron-CT-Daten. Letztere bilden zwar den Faservolumengehalt mit 22,2 % sehr gut ab, überschätzen allerdings deutlich den Faserdurchmesser mit 15,7 μm . Der Versuch, durch einen Skalierungsfaktor den durch die Methode von Otsu [OTS79] berechneten Schwellenwert so zu verschieben, dass der Faserdurchmesser abnimmt, führt zu einem Abbruch der Faserkonnektivität und scheidet dadurch aus.

Auf Basis der segmentierten Daten der nicht infiltrierten Substrate wurde die Evolution von Poren im Laufe der Gasphaseninfiltration analog zur Vorgehensweise von Pfrang et al. [PFR07] berechnet. In der genannten Veröffentlichung wurde für computergenerierte Kohlenstoffstrukturen unterschiedlicher Faservolumengehalte und Faserorientierungen jeweils die Euklidische Abstandstransformation berechnet, welche als Ergebnis für jedem Voxel den Abstand zum nächstgelegenen Kohlenstoffvoxel berechnet. Die Gasphaseninfiltration wurde dadurch simuliert, dass sukzessive benachbarte Bereiche zur Kohlenstoffstruktur hinzuaddiert wurden. Die Anwendung dieser Vorgehensweise auf die Berechnungen an den CT-Daten der realen Substrate ist in Abbildung 5.8

(CFC-Filz) und Abbildung 5.32 (CFC-Laminat) dargestellt. Deutlich erkennbar ist das gleichmäßige Anwachsen der Kohlenstoffstrukturen, welche schließlich zu dem Zusammenwachsen benachbarter und zuvor getrennter Bereiche führt. Diese so berechneten Strukturen sind mit den experimentell zugänglichen Größen Porosität und Dichte in Abbildung 6.4 verglichen. Hierbei wurden die Werte für die Probenposition 3C ausgewählt, da für diese Probe die gesamte Porosität aus der Bildauswertung des metallografischen Schliffes vorliegt. Deutlich erkennbar ist die gute Übereinstimmung von Porosität und Dichte für die Startwerte. Allerdings wird die Porosität in den EDT-Berechnungen der Zwischenstadien verglichen mit den Werten der realen Probe zunehmend überschätzt. Entsprechend unterschätzt wird die berechnete Dichte.

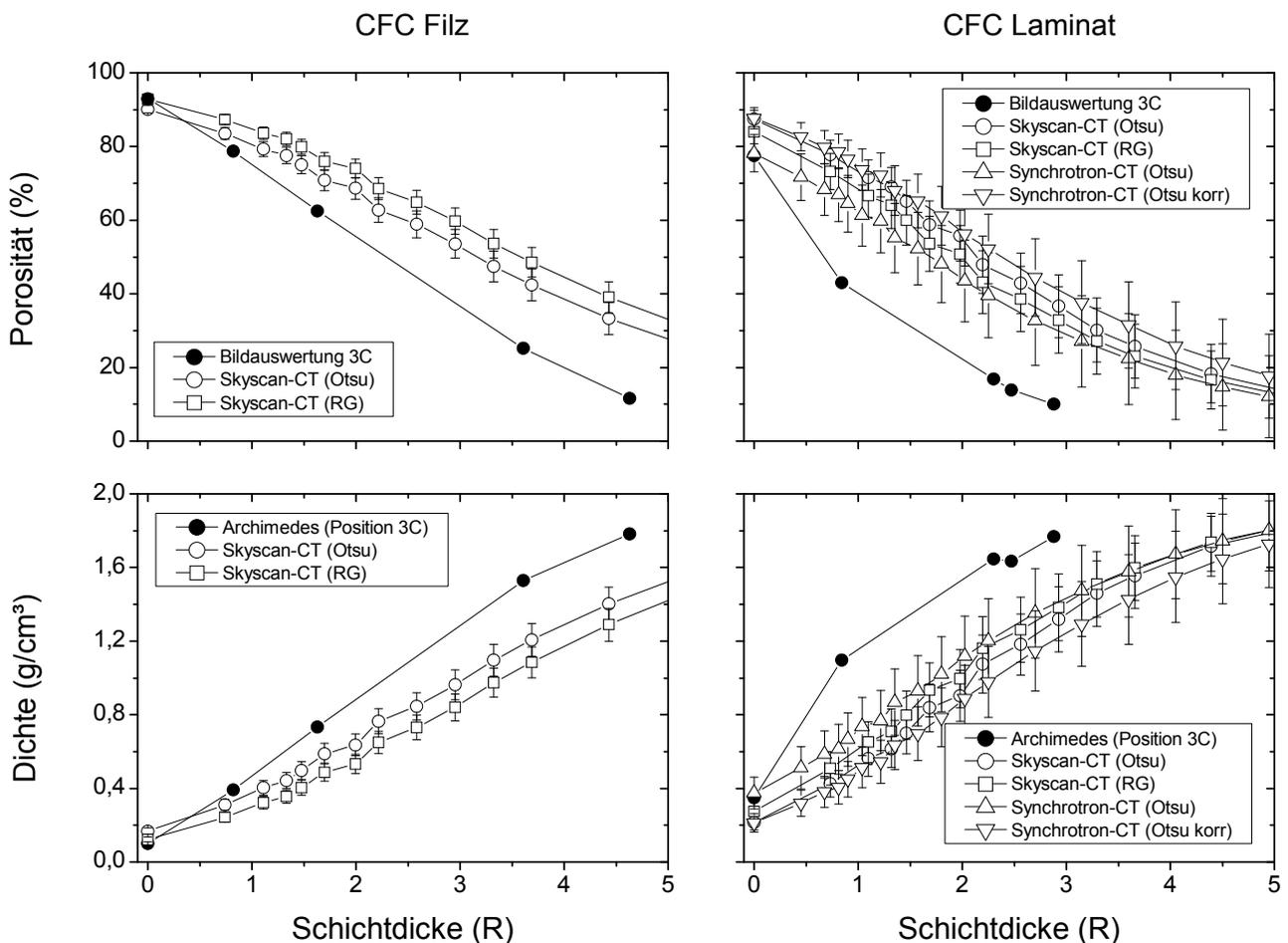


Abbildung 6.4 : Vergleich der berechneten Porositäten und Dichten (offene Symbole) mit Werten von realen Proben der Position 3C (geschlossene Symbole)

Die berechneten Verläufe für CFC-Filz und CFC-Laminat von Kohlenstoffoberfläche (A), freiem Volumen (V) und A/V-Verhältnis sind in Abbildung 6.5 (offene Symbole) mit den entsprechenden Modellen von Pfrang et al. [PFR07] gegenübergestellt. Dabei wurden alle Daten auf ein gleiches Volumen von $1,81 \cdot 10^6$ Faserradien³ skaliert, um sie miteinander vergleichen zu können. Für den CFC-Filz wurden drei Modelle ausgewählt: Zwei Modelle mit einer isotropen Faserverteilung (Anisotropiefaktor $\beta = 1$) mit Füllfaktoren von 10 % sowie 7,5 % und ein Modell mit einer nahezu planaren Faserausrichtung ($\beta = 10^6$) mit einem Füllfaktor von ebenfalls 7,5 %. Für das CFC-Laminat wurde ein für dieses Substrat bereits optimiertes Modell mit einem Füllfaktor von 22,5 % ausgewählt. Vergleicht man die Oberflächen, so werden die auf Basis der CT-Daten

berechneten Oberflächen sowohl für den Filz als auch für das Laminat-Substrat deutlich unterschätzt. Die Oberfläche in [PFR07] wurde mit der Software MAVI[®] des Fraunhofer ITWM (Kaiserslautern) berechnet, welche für die vorliegende Arbeit nicht zur Verfügung stand. Stattdessen wurde die Oberfläche in dieser Arbeit durch ein in MATLAB[®] geschriebenes Programm berechnet, welches im Anhang erläutert ist. Die damit berechneten Oberflächen, freien Volumina und A/V-Verläufe wurden an denselben Strukturen mit den Ergebnissen aus [PFR07] verglichen. Die Werte weichen minimal voneinander ab, wie aus Abbildung 7.2 ersichtlich ist. Die deutliche Unterschätzung der Oberfläche in den CT-Daten, verglichen mit den Modellen aus [PFR07], muss demnach einen anderen Grund haben. Abbildung 6.6 (a) zeigt einen stark vergrößerten Bereich der CT-Daten, welche mittels Synchrotronstrahlung (CFC-Laminat) gewonnen wurden. In dem Graustufenbild sind knapp 30 voneinander getrennte Fasern erkennbar, deren Positionen schematisch in Abbildung 6.6 (b) dargestellt sind. In den Schwellenwert-segmentierten Daten sind viele dieser Fasern in einem zusammenhängenden Bereich miteinander verbunden und können nicht mehr als voneinander getrennt erkannt werden (siehe Abbildung 6.6 (c)). Dadurch ist ersichtlich, dass die Oberfläche deutlich unterschätzt wird. Ferner fällt in Abbildung 6.5 auf, dass das freie Volumen im Anfangsstadium zwar gut abgebildet wird, allerdings beim Anwachsen der Struktur deutlich schwächer abfällt, verglichen mit den Modellen aus [PFR07]. Dies ist auch im Einklang mit dem in Abbildung 6.4 bereits gezeigten Vergleich von berechneter Porosität und Dichte. Dieser Befund ist ebenfalls auf die geringere Oberfläche zurückzuführen, da beim Anwachsen der Struktur nur die direkt an der Oberfläche angrenzenden Voxel berücksichtigt werden. Mit zunehmender Schichtdicke nimmt das auf Basis von CT-Daten berechnete A/V-Verhältnis linear zu, nähert sich für das CFC-Laminat ab einer Schichtdicken von 3 Faserradien allerdings einem Plateauwert von $0,5 \text{ R}^{-1}$ (Abbildung 6.5 Diagramm rechts unten, offene Symbole).

Eine etwas bessere Übereinstimmung mit dem Laminat-Modell liefern die Berechnungen auf Basis von CT-Daten bereits infiltrierter Proben (L020-2A, L090-2E und L120-2E). Die Beurteilung der Segmentierungen ist in Tabelle 5.9 und in Abbildung 5.35 dargestellt und deutlich besser verglichen mit den Segmentierungen der nicht infiltrierten Substrate. Näherungsweise wurde die gleiche Schichtdicke für die Proben der Positionen 2A bzw. 2E mit der Position 3C angenommen, an der die Schichtdicke an lichtmikroskopischen Aufnahmen ermittelt wurde. Eine direkte Bestimmung der Schichtdicken aus den im Phasenkontrast aufgenommenen Synchrotron-CT-Daten war leider nicht möglich. Dennoch wird das berechnete A/V-Verhältnis um bis zu 30 % unterschätzt. Festzuhalten ist, dass die bessere Abbildung der Struktur zu einer deutlichen Annäherung mit den Modellen führt.

Vergleicht man letztlich die ermittelten A/V-Verhältnisse mit den über Quecksilberporosimetrie experimentell ermittelten Werte für das Filz- und das Laminatsubstrat, so liegen die Werte für die Substrate bei 30 mm^{-1} [ZHA02] und 145 mm^{-1} [ZHA03]. Diese Werte stimmen sehr gut mit den Modellen von Pfrang et al. [PFR07] und liegen daher auch für die hier erzielten Ergebnisse aus CT-Berechnungen deutlich darüber.

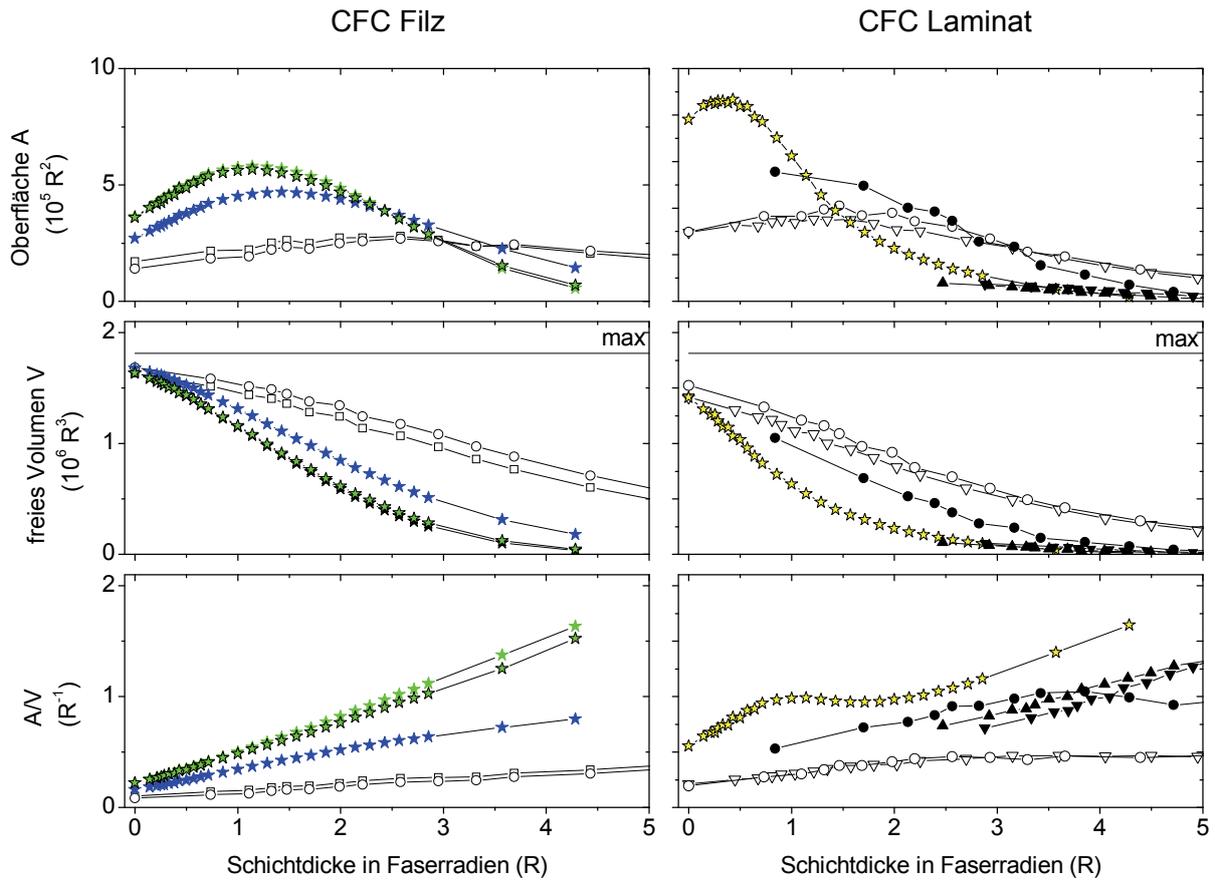


Abbildung 6.5 : Vergleich der berechneten Verläufe von Oberfläche (A), freiem Volumen (V) und A-V-Verhältnis mit Modellgeometrien aus [PFR07]. Links dargestellt sind die Verläufe für den CFC-Filz: Binarisierung mit Schwellenwert (□) und Regionenwachstum (○), Modelle aus [PFR07] mit $\beta = 1$ und 7,5% (★) bzw. 10% Füllfaktoren (★) sowie 10 % Füllfaktor und $\beta = 10^6$ (★). Rechts dargestellt sind die Verläufe für das CFC-Laminat : Schwellenwert-segmentierte Daten von Desktop-CT (○) und Synchrotron-CT (▽). Das Modell (★) entspricht dem aus [PFR07] entnommenen Laminatmodell. Alle Werte wurden auf ein gleiches Volumen von $1,81 \cdot 10^6$ Faserradien³ skaliert.

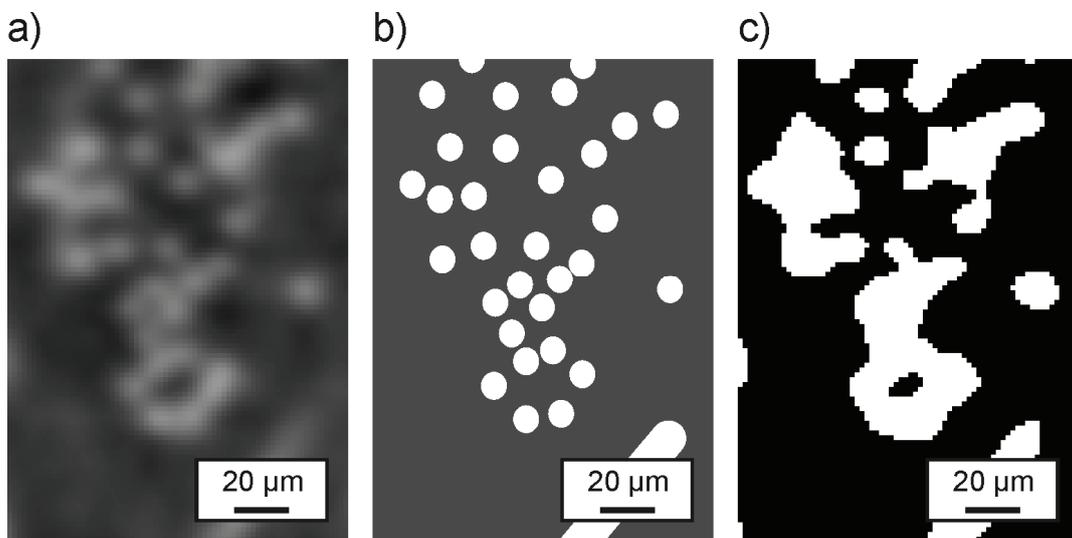


Abbildung 6.6: CFC-Laminat (Preform): Ausschnitt der CT-Daten mittels Synchrotronstrahlung (in Graustufen) (a). Schematische Darstellung der Position einzelner C-Fasern (b). Schwellenwert segmentierte

Daten zur Berechnung der Oberfläche (c). Einzelne Kohlenstofffasern können nach der Segmentierung nicht voneinander unterschieden werden.

Porenverteilungen im Laminatwerkstoff

Durch die Approximation der Poren mit einem Ellipsoid gleichen Volumens können die strukturellen Ergebnisse direkt in ein mikromechanisches Modell übernommen werden. Die Bestimmung mit der Hauptkomponentenanalyse ist dabei eine sichere und fehlertolerante Methode [DIE08]. Beispiele für richtig approximierte Poren sind in Abbildung 6.7 dargestellt. Wenn die Poren allerdings innere Oberflächen aufweisen, wie es bei den in Abbildung 5.39 gezeigten Poren der Fall ist, ist die Approximation nicht mehr zutreffend. Diese Poren entstanden hierbei durch eine fehlerhafte Abbildung, in der, vor allem an den Randbereichen der Datensätze, benachbarte Poren zusammengewachsen sind. Die Segmentierung der Synchrotrondaten der Probe L120-2E würde aufgrund der höheren Qualität der Segmentierung (siehe Abbildung 5.35) diese Problematik nicht zeigen, allerdings unterscheiden sich die Volumina der Voxel um Faktor 540 und die betrachteten Riss- und Porenstrukturen können in ihrer gesamten Ausdehnung nicht erfasst werden.

Die in Abbildung 5.40 gezeigten Porenverteilungen deuten auf eine vorzugsweise Orientierung prolater Poren parallel zu Faserbündeln ($\beta' = 0^\circ$) und senkrecht zu den Lagen hin ($\theta = 90^\circ$). Oblate Poren zeigen eine vorzugsweise Orientierung senkrecht zu den Faserbündeln (höhere Werte für $\beta' = -90^\circ$ und $+90^\circ$) und eine nahezu Gleichverteilung entlang der Richtung senkrecht zu den Faserbündeln im Winkelbereich von $\theta = 30-150^\circ$. Die geringere Anhäufung von oblaten Poren welche parallel zu Richtung 3 orientiert sind ($\theta = 0^\circ$ bzw. 180°) ist vermutlich auf die gewobene Form der Fasern zurückzuführen, welche die Laminatlagen in 3-Richtung zusammenheften (siehe Abbildung 5.30). Bei diesen Verteilungen wurden nur die Häufigkeiten der Poren betrachtet, ohne eine Gewichtung mit dem jeweiligen Porenvolumenanteil. Letztere ist allerdings für eine mikromechanische Modellierung relevant und zeigt bei Auswertung aller Poren eine deutlich unterschiedliche Verteilung (siehe Abbildung 5.41), welche allein auf die fehlerhafte Auswertung der großen Poren mit inneren Oberflächen zurückzuführen ist.

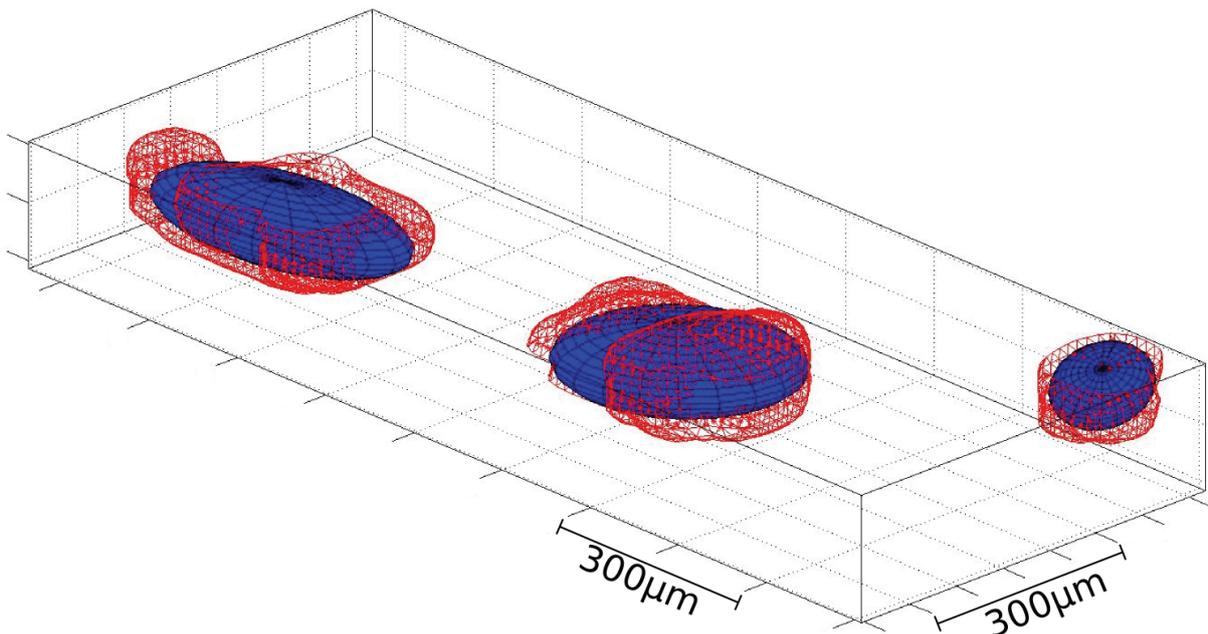


Abbildung 6.7 : CFC-Laminat: Beispiele für approximierte Poren (Pore = rot, Ellipsoid = blau).

Begrenzt man nicht nur das Mindestvolumen einer Pore (200 Voxel) sondern auch das maximale Volumen einer Pore (30.000 Voxel in Abbildung 5.42 bzw. 3000 Voxel in Abbildung 5.43), erhält man die gleiche Verteilung wie bei Betrachtung der Häufigkeiten. Bei real vorliegenden großen Porenvolumina sind diese natürlich nicht einfach auszuklammern, sondern dominieren sogar das effektive Materialverhalten [GRO07]. In früheren Stadien der Gasphaseninfiltration, in denen noch große, sich durchdringende Porenstrukturen vorliegen ist die Approximation der Strukturen durch Ellipsoide daher nicht möglich. Dies gilt auch für die Filzlagen 120 Stunden infiltrierter Proben, welche niedrigere Fasergehalte aufweisen als die UD-Lagen und in denen dadurch noch große, zusammenhängende Porenstrukturen vorliegen.

Elastische Konstanten unterschiedlicher C/C-Werkstoffe

Durch ultraschallspektroskopische Messungen, konnte für den CFC-Filz die Steifigkeitsmatrix für die dichten Chargen (F120, F120X) vollständig ermittelt werden, wo hingegen für die porösen Chargen F025 und F045 einzelne elastische Konstanten ermittelt werden konnten. Das CFC-Laminat zeigte eine Frequenzabhängigkeit einzelner Ultraschallgeschwindigkeiten und daher mehrdeutige Ergebnisse elastischer Konstanten. Entgegen dem CFC-Filz konnten bei dem CFC-Laminat an der nicht infiltrierten Preform einzelne elastische Konstanten ermittelt werden.

CFC-Filz

Die CFC-Filz Proben zeigen ein transversalisotropes Materialverhalten, wie aus den Longitudinal- (Abbildung 5.12) und Scherwellengeschwindigkeiten (Abbildung 5.13) zu sehen ist. An den quaderförmigen Proben konnten bereits vier der fünf unabhängigen elastischen Konstanten ermittelt werden, welche bei doppellogarithmischer Auftragung über der Dichte einem Potenzgesetz folgen. Die fehlende elastische Konstante C_{13} wurde durch quasi-Longitudinalwellen unter 45° zur Symmetrieachse in der 1-3-Ebene ermittelt. In dieser Richtung wurden auch Scherwellenmessungen durchgeführt, um die Kontrollbedingung nach Gleichung 5.1.2 zu überprüfen.

Der ermittelte E-Modul über der Dichte ist in Abbildung 6.8 dargestellt. Dabei wurden bei der Charge F120X die Proben der Position 1A und 1E nicht betrachtet, da diese einen, um etwa eine Größenordnung niedrigeren E-Modul aufweisen, als direkt benachbarte Proben. Da diese Proben der Position am Gaseintritt des Reaktors entsprechen, zeigen sie möglicherweise einen Gradienten der Porosität oder Textur. Bei der Charge F120 konnte nur für 9 Proben die Steifigkeitsmatrix vollständig ermittelt werden. 6 Proben zeigten eine nicht positiv definite Steifigkeitsmatrix, sodass diese keine physikalisch sinnvollen Lösungen darstellen. Ferner wurde die Probe F120-2C in Abbildung 6.8 nicht berücksichtigt, da diese die geringste Poissonzahl von fast „-1“ aufweist, sowie ein außerordentlich hohes Verhältnis von C_{11} / E_{11} von über 70. Auffällig ist diese Probe in der geringen Ausbreitungsgeschwindigkeit von quasi-Longitudinalwellen unter 45° zur 3-Richtung. Eine mögliche Erklärung wäre eine höhere Porosität im Inneren der Probe, welche zu niedrigeren Ausbreitungsgeschwindigkeiten der unter 45° geschnittenen Probe führt, verglichen mit einer entsprechend dichteren Probe. Vergleicht man die Dichte nach der Präparation der unter 45° orientierten Proben mit der Dichte nach der funkenerosiven Herstellung ist hingegen keine Auffälligkeit zu beobachten.

Neben den Werkstoffhauptgruppen und einkristallinem Graphit sind in Abbildung 6.8 auch Ergebnisse aus quasi-statischen Zugversuchen parallel zur Symmetrieebene dargestellt [PIA06]. Die Werte liegen näherungsweise auf einer Geraden, was bei doppellogarithmischer Auftragung einem Potenzgesetz entspricht.

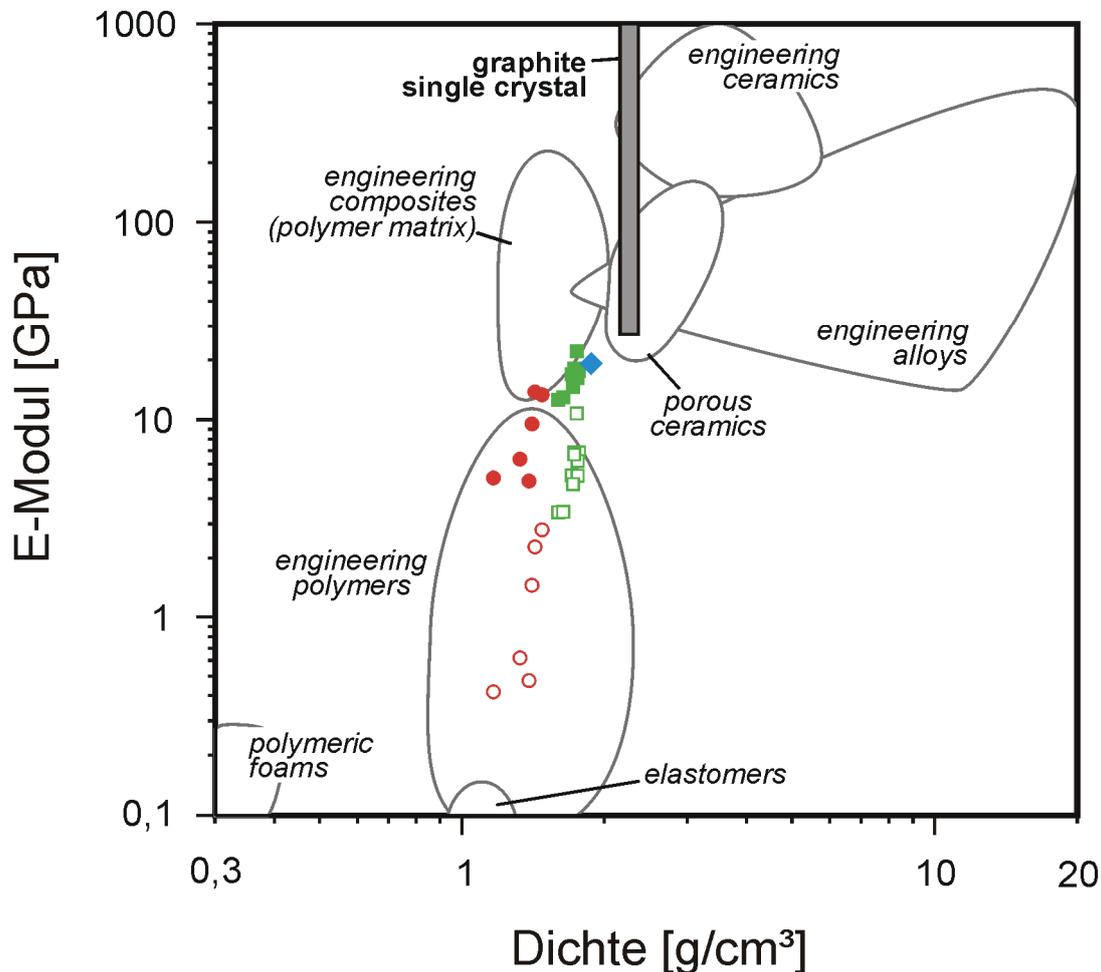


Abbildung 6.8: CFC-Filz: Berechnete Werte des E-Moduls der Chargen F120X (grün) und F120 (rot) im Vergleich zu den Werkstoffhauptgruppen und zu einkristallinem Graphit. Die geschlossenen Symbole entsprechen den Richtungen 1 und 2, die offenen Symbole entsprechen der Richtung 3. Der blaue Datenpunkt stammt aus quasi-statischen Zugversuchen an Proben aus [PIA06].

Der Einfluss der Porosität auf die Reduktion des E-Moduls ist in Abbildung 6.9 dargestellt. Hierbei wurden die ermittelten E-Moduln auf den jeweils maximalen E-Modul für riss- und porenfreies Material normiert, welcher nach Voigt-Mittelung berechnet wurde (siehe Tabelle 7.17). Parallel zur Symmetrieebene beobachtet man ein Potenzgesetz mit einem Exponenten von 2, wie es nach dem Modell von Gibson und Ashby für offenzellige Strukturen vorhergesagt wird [GIB97]. Senkrecht zur Symmetrieebene hingegen ist die Abhängigkeit des E-Moduls von der Porosität deutlich ausgeprägter mit einem Exponenten von etwa 6. Dies kann man mit den computertomografischen Ergebnissen aus Abbildung 5.7 korrelieren. Dort beobachtet man einen „zick-zack“-förmigen Verlauf der Faseranteile entlang dieser Richtung. Erst ab gewissen Schichtdicken sind die Fasern auch in dieser Richtung hinreichend miteinander verbunden, um Kräfte zu übertragen und die Steifigkeit entsprechend zu erhöhen. Noch ausgeprägtere Abhängigkeiten des

E-Modul von der Dichte sind für plasma-gespritzte Keramiken bekannt, in denen sehr feine Risse mit einer Fläche parallel zur gespritzten Oberfläche vorliegen, welche eine geringe Auswirkung auf die Dichte aber zu einer großen Reduktion des Elastizitätsmoduls führen [WAN98b, WAN98c, DAM00].

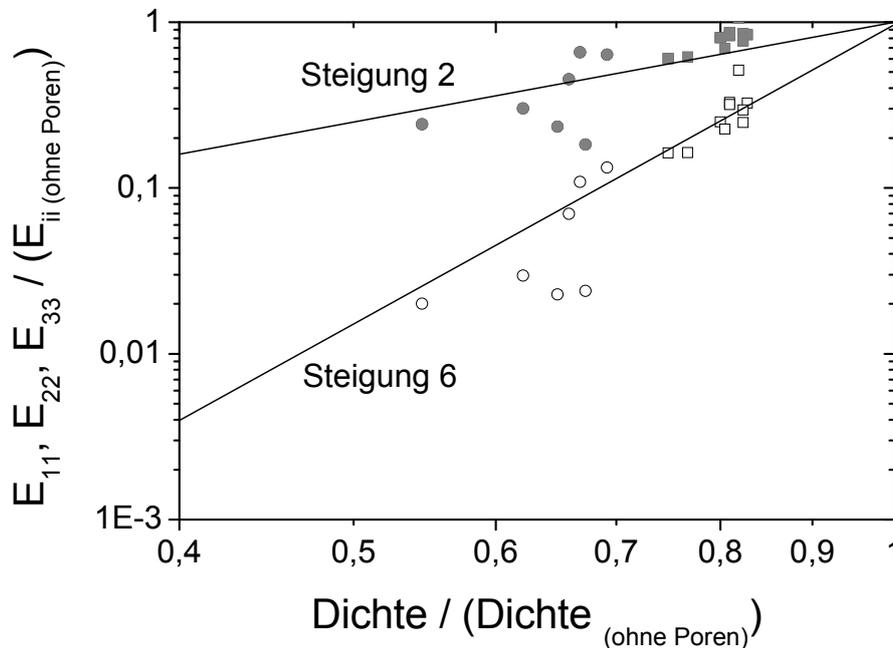


Abbildung 6.9: CFC-Filz: Auf riss- und porenfreie Werte bezogene Auftragung von E-Modul über Dichte.

CFC-Laminat

Für den CFC-Laminatwerkstoff beobachtet man eine Frequenzabhängigkeit der Ultraschallgeschwindigkeiten bei Ausbreitung parallel zu den Lagen. Diese Dispersion ist für die porösen Proben der Charge L020 deutlich ausgeprägter, als für die dichteren Proben der Charge L120 (siehe Abbildung 5.45). Aus dem in Kapitel 5.2.4 beschriebenen Modell vollkommen getrennter Lagen lässt sich folgen, dass die Dispersion geometrisch bedingt ist und die Schallleitung bei hohen Frequenzen durch parallel zur Ausbreitungsrichtung orientierte Lagen begünstigt ist. Dies ist auch in Einklang mit der Beobachtung, dass bei hohen Frequenzen die Ausbreitungsgeschwindigkeiten von nahezu UD-Proben und Proben mit alternierenden Lagen gleich groß sind (Abbildung 5.50). Bei diesem einfachen Modell skaliert die Übergangsfrequenz oberhalb deren die Ausbreitungsgeschwindigkeit durch die optimal orientierten UD-Lagen bestimmt wird mit der Dicke der Proben. Dies liegt an dem unterschiedlichen Dämpfungsverhalten der Lagen, welche im Exponentialterm in Gleichung 5.2.1 durch das Verhältnis von Probendicke zur Wellenlänge in dieser Lage dargestellt ist, und die Amplitudenspektren für Filz- (Abbildung 5.11) und UD-Lagen (Abbildung 5.53, rechts) qualitativ gut abbilden. An entsprechenden Proben, welche senkrecht zu den Lagen geschnitten wurden, konnte man diese Frequenzabhängigkeit allerdings nicht feststellen. Diese in Tabelle 5.17 dargestellten Proben der Position 1C entsprechen unterschiedlichen, nicht durcheinander teilbaren Längenverhältnissen.

Die elastischen Konstanten parallel (C_{11} und C_{22}) sowie senkrecht (C_{33}) zu den Lagen sind in Abbildung 5.48 für Proben der Position 2C dargestellt. Dabei wurden drei unterschiedliche Frequenzbereiche ausgewertet. Die unteren Frequenzbereiche entsprechen den jeweils niedrigeren elastischen Konstanten, die höheren Frequenzbereiche den höheren elastischen Konstanten. Um nun das effektive Materialverhalten des Verbundwerkstoffes zu ermitteln, muss man sich nach den bisherigen Erkenntnissen auf den unteren Frequenzbereich konzentrieren, da dort die Wellenlänge groß genug ist, damit die Wellenausbreitung nicht durch einzelne Lagen, sondern durch alle Lagen bestimmt ist. Für die Konstanten C_{11} und C_{22} kann man zwischen den deutlich unterschiedlich dichten Proben L020-2C ($\rho = 1,00 \text{ g/cm}^3$) und L120-2C ($\rho = 1,69 \text{ g/cm}^3$) keine Abhängigkeit der elastischen Konstanten von der Dichte feststellen. Erst ein Vergleich mit der nicht infiltrierte Preform ($\rho = 0,35 \text{ g/cm}^3$) zeigt eine Reduktion um 80 %. Die Konstante C_{33} , welche die Steifigkeit senkrecht zu den Lagen beschreibt, zeigt hingegen eine deutliche Abhängigkeit von der Porosität. Dies deutet darauf hin, dass erst ab einem gewissen Anteil an PyC die Fasern miteinander verbunden werden und ähnlich wie bei dem CFC-Filz die Fasern in 3-Richtung zur Kraftübertragung und damit zum Steifigkeitsanstieg beitragen. Die Faserbündel parallel zu den Richtungen 1 und 2 tragen hingegen sehr früh zur Kraftübertragung und damit zum Steifigkeitsanstieg bei. Die in Tabelle 5.14 dargestellten scherelastischen Konstanten C_{44} , C_{55} und C_{66} zeigen jeweils etwa gleich große Werte für die Probe L020-2C (ca. 1 GPa) bzw. L120-2C (ca. 5 GPa). Dabei ist die Streuung für die Konstante C_{66} (ermittelt über U_{12} und U_{21}) deutlich geringer als für die Konstanten C_{44} und C_{55} .

Laminates zeigen im Allgemeinen eine orthotrope Symmetrie [BER97], welche durch neun unabhängige elastische Konstanten beschrieben wird. Eine Probe, welche die Ermittlung aller neun elastischen Konstanten durch Schallgeschwindigkeitsmessungen an ein und derselben Probe ermöglicht, wurde ebenfalls untersucht. Aufgrund der gleich großen Lagen- und Faseranteile in diesen Lagen wird eine transversale Symmetrie erwartet. Als problematisch bei den Messungen hat sich die ungleiche Verteilung von Lagenanteilen in den Messflächen entlang der [100]- und der [010]-Richtungen gezeigt, sowie die schlechte Qualität der Phasenspektren (Abbildung 5.57). Den ersten Punkt kann man durch eine Optimierung des a/b-Verhältnisses (siehe Abbildung 3.6) verbessern (an Stelle $a/b = 3$ z.B. $a/b = 2$), sowie durch Verwendung größerer Probenvolumina, sofern diese verfügbar sind. Die Qualität der Phasenspektren hingegen wird mit größeren Probenvolumina durch eine höhere Schallschwächung abnehmen. Die elastischen Konstanten wurden nicht berechnet, da die Kontrollbedingungen um bis zu Faktor 10 abweichen.

Sowohl für das CFC-Laminat, als auch für den CFC-Filz wurden quaderförmige Proben präpariert und mittels resonanter Ultraschallspektroskopie untersucht. Die in Abbildung 5.21 und Abbildung 5.58 gezeigten Resonanzspektren sind allerdings qualitativ nicht für eine systematische Anpassung der elastischen Konstanten geeignet und die Methode konnte daher nicht erfolgreich angewandt werden. Es werden auch deutlich weniger Resonanzfrequenzen ermittelt, als nach den Berechnungen auf Basis plausibler Startwerte (ermittelt aus ultraschallphasenspektroskopischen Messungen) erwartet werden. Erfolgreiche Messungen mittels resonanter Ultraschallspektroskopie an Verbundwerkstoffen wurden beispielsweise an Kompositen mit einer geringeren Schallschwächung (Metallmatrix, [JUN99], [VUO02], [KOO02]) oder Keramiken mit einer geringen

Porosität [LIU97] berichtet. In der Publikation von Liu et al. [LIU97] wurden auch Laminat-Proben untersucht, allerdings mit deutlich kleineren Dicken der Lagen. Von den 70 experimentell ermittelten Resonanzfrequenzen haben die Autoren nur die ersten 33 Resonanzfrequenzen in der Auswertung berücksichtigt, was vermuten lässt, dass bei höheren Frequenzen die kleineren Wellenlängen zu inhomogenen Wellenausbreitungen führen, bei denen einzelne Lagen und nicht die gesamte Probe in Resonanz sind und das zugrunde liegende Modell einer homogenen Probe nicht mehr gewährleistet ist. Kaplan et al. [KAP09] haben in einer jüngeren Publikation die maximalen Dimensionen von Inhomogenitäten mit 15 % angegeben. Dabei wurden polykristalline Kupferproben untersucht und durch sukzessive Glühungen eine Kornvergrößerung verursacht.

Einfluss von sukzessive Glühungen bis 2800 °C

Die Evolution von Rissystemen in CFC-Laminat-Proben in Abhängigkeit der maximalen Glühtemperatur wurde durch sukzessives Glühen bis 2800 °C untersucht, in denen die Proben bei Raumtemperatur in den Zwischenstadien zerstörungsfrei charakterisiert wurden. Die μ CT-Daten wurden in diesem Fall nicht mit der Hauptkomponentenanalyse ausgewertet, sondern durch manuelles Auswerten einzelner Risse in UD-Lagen. Die ermittelten Risslängen, -öffnungen und -dichten zeigen einen monotonen Anstieg (Abbildung 5.64). Ausgehend von bereits vorliegenden Rissen wachsen diese parallel zu den Faserbündeln. Die Triebkraft für das Risswachstum sind Spannungen, welche durch eine anisotrope Dehnung der Lagen bei steigenden Glühtemperaturen entstehen. Durch Rissverlängerung können diese Spannungen reduziert werden, so dass in benachbarten Regionen zu diesen Rissen keine neuen Risse entstehen oder sich verlängern können. Diese zugrunde liegende Modellvorstellung zur Entstehung von Segmentierungsrissen ist bereits bekannt [WAN91]. Risse zwischen 0°- und 90°-orientierten UD-Lagen konnten nicht beobachtet werden, da sich dort Filzlagen mit einer höheren Porosität befinden. Auf mikroskopischer Ebene beobachtet man ferner Zwischenfaserrisse und Faser-Matrix-Ablösungen (Abbildung 5.62). Letztere begünstigen ferner das pseudoplastische Materialverhalten von CFC mit hochtexturierter Matrix durch einen Faser-Matrix-Pullout und die damit verbundene Rissüberbrückung [ERM06].

Die ultraschallspektroskopischen Messungen wurden im Frequenzbereich bis 2 MHz ausgewertet, welche zu geringeren elastischen Konstanten führen als bei Auswertung im oberen Frequenzbereich, aber eher das effektive Materialverhalten widerspiegeln. Erkennbar ist für alle Laminat-Proben zunächst eine Reduktion der elastischen Konstanten parallel zu den Lagen (Abbildung 5.66). Diese ist auf das Risswachstum zurückzuführen, vor allem in den senkrecht zu der Ausbreitungsrichtung orientierten Lagen, da in diesen die Rissflächen derart orientiert sind, dass sie zur ausgeprägtesten Reduktion beitragen. Durch eine Graphitierung von C-Fasern und PyC-Matrix wird diese Abnahme durch die parallel zur Belastungsrichtung orientierten UD-Lagen überkompensiert und es kommt wieder zu einem Anstieg der ermittelten Steifigkeiten. Senkrecht zu den Laminatlagen nimmt die Steifigkeit hingegen kontinuierlich ab, da die gewobenen Faserbündel, welche die UD-Lagen zusammenheften, diesen Effekt nicht zeigen können.

Elastische Konstanten von pyrolytischem Kohlenstoff

Pyrolytischer Kohlenstoff kann je nach Abscheidebedingungen ein isotropes oder stark anisotropes elastisches Verhalten aufweisen [BOK69]. Isotroper PyC ist begünstigt durch die Abscheidung von großen Spezies (bisher zu Ruß) auf dem Substrat, welche sich ohne eine Vorzugsorientierung abscheiden. Über einen Wachstumsmechanismus entsteht hingegen ein PyC, welches eine starke Vorzugsorientierung der turbostratischen Ebenen parallel zum Substrat aufweist. Ein solcher PyC liegt im hochtexturierten PyC der untersuchten CFC-Proben vor.

Da die Ermittlung der elastischen Konstanten des in dem CFC-Werkstoff konzentrisch abgeschiedenen PyCs, mit Schichtdicken von einigen 10 µm, nicht möglich ist, wurden die elastischen Konstanten an planar abgeschiedenen Proben untersucht. Die beiden Chargen PyC1 und PyC2 entsprechen demgleichen Produkt des Herstellers Schunk Kohlenstofftechnik. Tabelle 5.32 zeigt die ermittelten Ausbreitungsgeschwindigkeiten von Longitudinal- und Scherwellen, welche sich je nach Wellenart und Richtung um maximal 8 % bis 0,03 % unterscheiden und eine transversale Isotropie zeigen. Da aus dem verbleibenden Material der Charge PyC1 keine unter 45° zur Symmetrierichtung orientierten Proben hergestellt werden konnten, um die Steifigkeitsmatrix vollständig beschreiben zu können, wurden die Charge PyC2 untersucht. An dieser Charge wurde auch die Mikrostruktur mittels polarisierter Lichtmikroskopie und hochauflösender TEM untersucht. Die Ergebnisse zeigen eine hochtexturierte Matrix und keinen Gradienten entlang der Abscheiderichtung [GEB10].

In der Literatur finden sich nicht viele Ergebnisse zu den elastischen Konstanten von pyrolytischen Kohlenstoff. Papadakis und Bernstein haben 1963 alle fünf elastischen Konstanten von pyrolytischen Kohlenstoff publiziert, allerdings ohne nähere Angaben zur Mikrostruktur [PAP63]. Ein Vergleich mit den hier ermittelten elastischen Konstanten ist in Tabelle 6.1 dargestellt. Die prozentualen Werte in Klammern entsprechen für den PyC2 der berechneten Standardabweichung und für den PyC aus [PAP63] dem berechneten maximalen Fehler. In beiden Fällen ist die Ungenauigkeit für die Konstante C_{13} am höchsten, da in der Fehlerfortpflanzung für diese Konstante die Streuungen von C_{11} , C_{33} , C_{55} und der quasi-Longitudinalwellen entlang der unter 45° orientierten Richtung einfließen. Generell sind die elastischen Konstanten von dem PyC2 deutlich kleiner, verglichen mit den Werten aus [PAP63]. Andere Publikationen liefern nur Teilergebnisse, wie beispielsweise quasi-statische Biege- oder Zugversuche [PAP61], sowie Mikro- und Nanoindenterversuche [DIS02, TAY03, GUE08, PIA08] aber keine geschlossene Darstellung aller unabhängigen elastischen Konstanten.

Tabelle 6.1 : Vergleich der elastischen Konstanten für PyC mit denen von Papadakis und Bernstein [PAP63]

Probe	Dichte g/cm ³	C_{11} [GPa]	C_{12} [GPa]	C_{13} [GPa]	C_{33} [GPa]	C_{44} [GPa]	E_1 [GPa]	E_2 [GPa]
PyC2	2,178	40,0 (7 %)	20,0 (17 %)	13,1 (46 %)	18,2 (5 %)	1,8 (6 %)	27,1	12,8
[PAP63]	2,16	52,1 (5 %)	18,8 (23 %)	18,0 (56 %)	25,8 (5 %)	1,5 (5 %)	38,6	16,7

An der Charge PyC1 wurden auch Proben untersucht, die bei 2900 °C gegläht wurden. Diese zeigen eine deutliche Graphitierung, welche sich durch eine Änderung der in Tabelle 6.2 gezeigten mittleren Ausbreitungsgeschwindigkeiten widerspiegelt. Die Longitudinalwellengeschwindigkeiten parallel zur Symmetrieebene (U_{11} , U_{22}) nehmen um etwa 12 % zu, wohingegen die Geschwindigkeit senkrecht zur Symmetrieebene (U_{33}) um 6 % abnimmt. Ein Anstieg der Schersteifigkeit parallel zur Symmetrieebene von 30 % ist aus den Scherwellengeschwindigkeiten U_{12} und U_{21} ersichtlich. Die Scherwellengeschwindigkeiten U_{31} und U_{32} nehmen jeweils um 28 % ab und die Ausbreitungsgeschwindigkeiten U_{13} und U_{23} nehmen jeweils um 19 % ab. Die paarweise genannten Geschwindigkeiten gehören allerdings zu unterschiedlichen Ebenen und müssten ansich gleich groß sein ($U_{23} = U_{32}$ zur Berechnung von C_{44} und $U_{13} = U_{31}$ zur Berechnung von C_{55}). Für orthotrope Materialien muss die Gleichheit der genannten Scherwellengeschwindigkeiten erfüllt sein und die fehlende Erklärung hierfür könnte in einer geringeren Symmetrie als orthotrop liegen [ROS99], welche sich durch die Graphitierung und die damit verbundenen Änderung der Mikrostruktur ergeben hat.

Tabelle 6.2 : Einfluss der Glühbehandlung auf die Ausbreitungsgeschwindigkeiten der Charge PyC1

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{12}	U_{21}	U_{13}	U_{31}	U_{23}	U_{32}
PyC1-AZ	4341	4270	2993	2232	2270	992	963	980	964
PyC1-WB	4910	4757	2824	2897	2953	800	702	795	692
Änderung	13 %	11 %	-6 %	30 %	30 %	-19 %	-27 %	-19 %	-28 %

Berechnung effektiver elastischer Konstanten

Die Berechnung effektiver elastischer Konstanten erfolgte aus einer getrennten Betrachtung von Filz und UD-Lagen. Für beide Lagen wurden zunächst durch Homogenisierung effektive elastische Konstanten berechnet, wobei die untere Schranke durch Mittelung des Nachgiebigkeitstensors (Reuss) und die obere Schranke durch Mittelung des Steifigkeitstensors (Voigt) berechnet wurde. Für die UD-Lagen wurden zwei Methoden angewandt: Die Berücksichtigung genauer Porenmorphologien in 2D [TSU05] sowie die Einbettung von Ellipsoiden in eine transversalisotrope Matrix nach [SEV05]. Die effektiven Größen des Laminatwerkstoffes wurden durch ein FE-Modell berechnet (siehe Abbildung 5.59), in dem die Lagen ideal miteinander verbunden sind und auf welches sechs Lastfälle mit periodischen Randbedingungen aufgeprägt wurden. Die effektiven Größen folgen aus der Relation von globalen Spannungen und globalen Dehnungen.

Die Eingabeparameter für die Modellierung sind in Tabelle 5.20 zusammengefasst und umfassen eine große Bandbreite an Kenngrößen, welche möglichst realistisch angenommen wurden: Die C-Faser entspricht der preiswerten T300 Faser, deren E-Modul mit Ergebnissen aus Einzelfaserzugversuchen übereinstimmt [WEI06b]. Für die elastischen Konstanten von pyrolytischem Kohlenstoff wurden die Ergebnisse an dem Material von Schunk Kohlenstofftechnik (PyC2) herangezogen, welche ebenfalls eine hochtexturierte Matrix aufweist [GEB10]. Die Volumenanteile von Filz- und UD-Lagen wurden durch Abmessen an Schliften zu 0,22 und 0,78 ermittelt. Aus diesen Volumenanteilen und dem gesamten Faservolumengehalt von 20,4 % [CHE05] wurde unter Annahme eines Fasergehaltes von 10 % in der Filzlage der Fasergehalt in der UD-Lage zu 23 %

berechnet. Die Porositäten in Filz und UD-Lagen wurde aus Schliffen im Hellfeld ermittelt (Tabelle 5.6) und auf einen ausgedehnten Bereich parametrisiert. Für die Modellierung der UD-Lagen nach [SEV05] wurden die aus μ CT ermittelten Porenorientierungen der Probe L120-2C herangezogen.

Abbildung 6.10 zeigt einen Vergleich der berechneten effektiven elastischen Konstanten mit den experimentell ermittelten Ausbreitungsgeschwindigkeiten für die Probe L120-2D. Die elastischen Konstanten wurden hierbei in Ausbreitungsgeschwindigkeiten umgerechnet, wobei die Wertebereiche (grau dargestellt) den maximalen und minimalen Ausbreitungsgeschwindigkeiten für Porositäten in UD-Lagen von 5-13 % entsprechen (siehe Abbildung 5.60 und Abbildung 5.61).

Für die Probe mit alternierenden $0^\circ/90^\circ$ -orientierten Lagen stimmen die Longitudinalwellengeschwindigkeiten parallel zu den Lagen (U_{11} , U_{22}) sehr gut im unteren Frequenzbereich bis etwa 1,5 MHz überein. Auch die Geschwindigkeit senkrecht zu den Lagen (U_{33}) wird richtig vorhergesagt. Die Scherung parallel zu den Lagen (Scherwellengeschwindigkeiten U_{12} , U_{21}) wird in den Berechnungen leicht höher wiedergegeben, als die Scherungen in den beiden Ebenen senkrecht zu den Lagen (Scherwellengeschwindigkeiten U_{13} , U_{31} , U_{23} , U_{32}). Die experimentell ermittelten Ausbreitungsgeschwindigkeiten zeigen bei Betrachtung des Frequenzbereiches bis 1,5 MHz den gleichen Trend und stimmen auch quantitativ gut überein.

Die unidirektionale Probe L120-2D-S2 zeigt eine Unterschätzung der Ausbreitungsgeschwindigkeiten U_{11} und U_{33} in den Berechnungen. Die experimentellen Werte liegen wenige Prozent über der Voigt-Grenze. Die Geschwindigkeit U_{22} , welche experimentell nur im unteren Frequenzbereich ermittelt werden kann und zu deutlich geringeren Ausbreitungsgeschwindigkeiten führt, wird in der Modellierung etwa gleich groß wie die Geschwindigkeit U_{33} vorhergesagt. Aufgrund der Orientierung der Segmentierungsrisse in den UD-Lagen wird durchaus erwartet, dass diese Richtung auch die geringste elastische Konstante (und damit auch die geringste Ausbreitungsgeschwindigkeit) aufweist, da parallel zu Richtung 2 die Risse ihre maximale Rissfläche aufweisen. Auch bei den scherelastischen Konstanten gibt es eine Symmetrie in den Ergebnissen der Modellierung. Die Ausbreitungsgeschwindigkeiten U_{12} , U_{21} , U_{13} und U_{31} zeigen etwa gleichgroße Werte und liegen etwas unter den Geschwindigkeiten U_{23} und U_{32} . Experimentell beobachtet man drei unterschiedliche Geschwindigkeiten, wobei die Geschwindigkeiten der 1-3-Ebene (U_{13} , U_{31}) über den Werten der 1-2-Ebene und diese wiederum über den Werten der 2-3-Ebene liegen. Einflüsse der Probengeometrie könnten hierfür auch eine Rolle spielen. Bei der Berechnung der effektiven elastischen Konstanten wird das FE-Modell mit periodischen Randbedingungen beansprucht. Die Verformung ist dabei, wie der Name schon sagt, periodisch und das Modell ist somit in den Raumrichtungen unendlich ausgedehnt. Das FE-Modell spiegelt also einen Probenbereich aus dem Inneren des Körpers wieder. Die realen Proben umfassen hingegen deutlich weniger Lagen, insbesondere die dünne Probe L120-2D-S2.

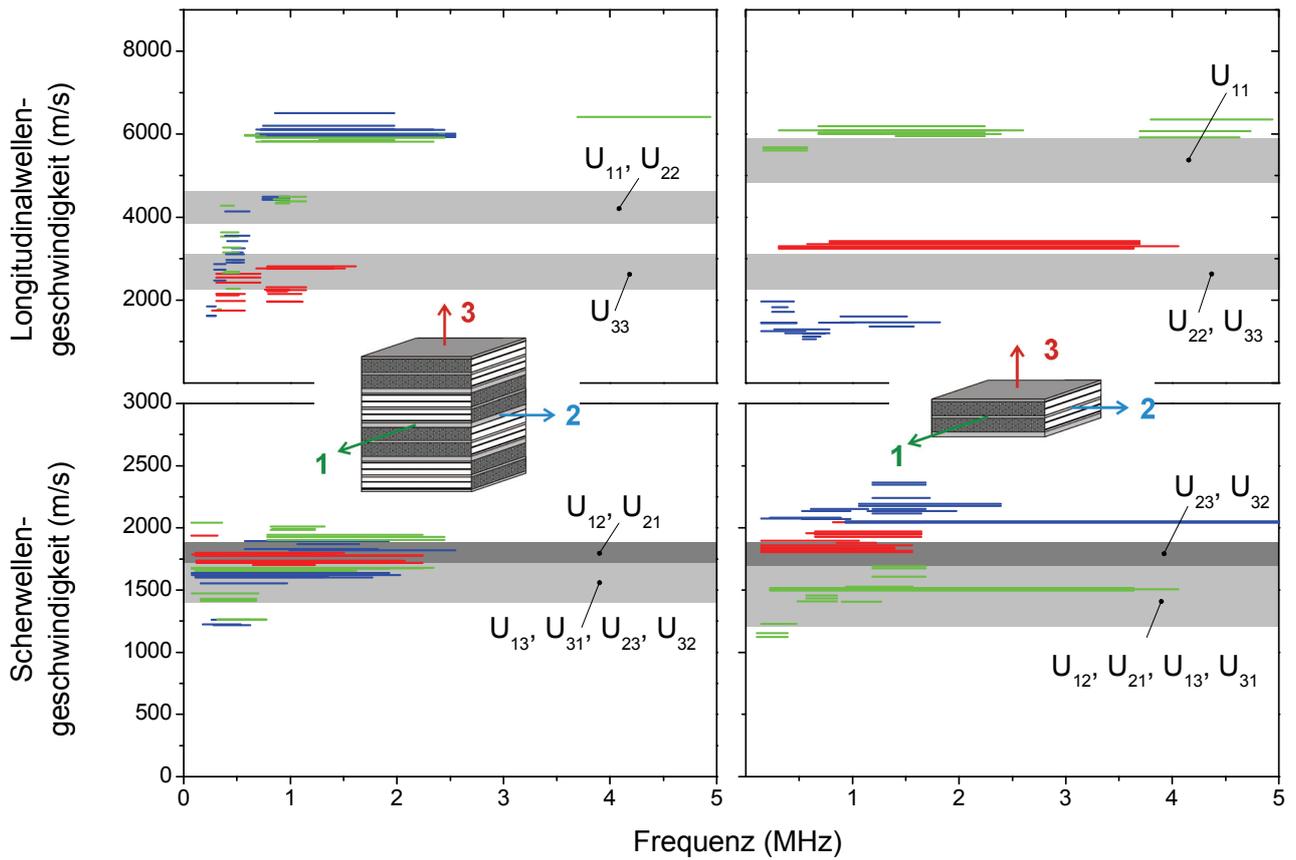


Abbildung 6.10 : CFC-Laminat: Vergleich der Ausbreitungsgeschwindigkeiten (die grauen Bereiche entsprechen Wertebereichen aus Abbildung 5.60 und Abbildung 5.61 für Porositäten in UD-Lagen von 5 – 13 %). Links für die Probe L120-2D und rechts für die Probe L120-2D-S2.

7 Zusammenfassung

Das Ziel der vorliegenden Arbeit war die systematische Charakterisierung der dreidimensionalen Porenstruktur in unterschiedlichen Stadien der chemischen Gasphaseninfiltration von Kohlenstoff/Kohlenstoff-Verbundwerkstoffen und deren Auswirkung auf die effektiven elastischen Konstanten. Dabei wurden Poren auf einer mesoskopischen Größenskala untersucht, welche groß, verglichen mit Faserdurchmessern, aber klein, verglichen mit Probenabmessungen, sind (Porenvolumina von ca. $6 \cdot 10^5 - 10^8 \mu\text{m}^3$ bei Probenabmessungen von $10^{12} \mu\text{m}^3$). Zwei Substrate wurden untersucht: Ein Filz und ein Laminat.

Um die Auswirkung der mesoskopischen Porenstruktur auf die effektiven elastischen Konstanten zu untersuchen, wurde die Mikrostruktur auf niedrigerer Größenskala durch Wahl geeigneter Infiltrationsparameter möglichst konstant gehalten. Die Mikrostruktur auf dieser Größenskala ist durch die vorzugsweise Orientierung der Graphenebenen zum Substrat bestimmt und wurde durch Texturmessungen im polarisierten Licht überprüft.

Die Porenstruktur wurde durch Mikro-Computertomografie dreidimensional erfasst und durch Ellipsoide approximiert. Dadurch konnten die ermittelten Porenverteilungen auch in ein geeignetes mikromechanisches Modell übernommen werden, aus denen die effektiven elastischen Konstanten berechnet wurden. Die experimentelle Bestimmung der elastischen Konstanten erfolgte durch ultraschallspektroskopische Methoden, wobei die resonante Ultraschallspektroskopie aufgrund zu hoher Schallschwächung (CFC-Proben) bzw. zu geringer Probenabmessungen und -gewichten (Proben aus PyC) nicht angewendet werden konnte. Die Ultraschallphasenspektroskopie konnte hingegen für alle Proben erfolgreich angewendet werden.

Die wesentlichen Ergebnisse lassen sich wie folgt zusammenfassen:

- Auf Basis von 3D-Daten der nicht infiltrierten Substrate wurde die Evolution der Kohlenstoffoberfläche und des verbleibenden Gasvolumens durch ein homogenes Anwachsen der Struktur berechnet. Verglichen mit anderen Ergebnissen [PFR07, ZHA03] wird die berechnete Oberfläche als Funktion der abgeschiedenen Schichtdicke unterschätzt. Dies wird auch bei Berechnungen auf Basis von 3D-Daten bereits infiltrierter Proben beobachtet und ist auf eine unzureichende Auflösung der Kohlenstoffstruktur in den segmentierten Daten zurückzuführen.
- Die Porenmorphologie im CFC-Laminat unterscheidet sich deutlich in den Filz- und UD-Lagen. Auch nach 120 h Infiltration liegen große, offene Porositäten in den Filzlagen vor, wohingegen die Porenbereiche in den UD-Lagen durch das Anwachsen der Strukturen weitestgehend voneinander getrennt sind. Die Poren in den UD-Lagen wurden durch Ellipsoide gleichen Volumens approximiert, um Daten für eine Berechnung effektiver

elastischer Konstanten zu gewinnen. Das Anpassen der prolaten bzw. oblaten Ellipsoide erfolgte durch die Hauptkomponentenanalyse. Die Verteilungen zeigen, dass prolata Ellipsoide vorzugsweise parallel zu den Faserbündeln und oblate Ellipsoide vorzugsweise senkrecht zu dieser Richtung orientiert sind.

- Der CFC-Filz zeigt bei den ultraschallphasenspektroskopischen Ergebnissen Transversalisotropie mit einer exponentiellen Abhängigkeit des E-Moduls von der Dichte. Für sehr poröse Proben konnte die Steifigkeitsmatrix nicht vollständig ermittelt werden, da die Proben vor allem in Richtung senkrecht zur Symmetrieebene eine ausgeprägte Schallschwächung zeigen.
- Das CFC-Laminat mit alternierenden Lagen ($0^\circ/90^\circ$) zeigt eine Frequenzabhängigkeit der Ultraschallgeschwindigkeiten bei Ausbreitung parallel zu den Lagen. Dies ist auf eine inhomogene Wellenausbreitung zurückzuführen, bei der die Schallleitung im höheren Frequenzbereich durch parallel zur Ausbreitungsrichtung orientierte Lagen dominiert wird. Die Ultraschallgeschwindigkeiten bei Ausbreitung senkrecht zu den Lagen zeigen keine Frequenzabhängigkeit.
- Effektive elastische Konstanten wurden durch mikromechanische Modellierungen berechnet. Dabei wurden 6 Lastfälle mit periodischen Randbedingungen auf ein FE-Modell des Laminatwerkstoffs aufgeprägt. Aus den globalen Spannungen und globalen Dehnungen wurden die effektiven Größen berechnet. Die Berücksichtigung der Porosität und der Faser- und Matrixeigenschaften erfolgte in den Eingabedaten der Filz- und UD-Lagen aus vorhergegangener Homogenisierung. Der Vergleich von gemessenen und berechneten Ausbreitungsgeschwindigkeiten zeigt eine gute Übereinstimmung im unteren Frequenzbereich.
- Sukzessive Glühungen 120 h infiltrierter Laminatproben bis 2800°C führen zu einer Erhöhung der Risslänge und -öffnung. μCT -Messungen der gleichen Probe in Zwischenstadien der Glühungen zeigen ein Risswachstum von Segmentierungsrissen parallel zu den Faserbündeln. Die Berechnung elastischer Konstanten im Frequenzbereich bis 2,5 MHz zeigt zunächst einen Abfall der elastischen Konstanten C_{11} und C_{22} (parallel zu den Lagen), welcher durch eine Graphitierung von C-Fasern und PyC-Matrix und dem damit verbundenen Steifigkeitsanstieg parallel zur Lastrichtung orientierter Lagen überkompensiert wird. Die Konstante C_{33} (senkrecht zu den Lagen) fällt monoton ab.
- Die elastischen Konstanten von hochtexturiertem pyrolytischen Kohlenstoff wurden durch Ultraschallphasenspektroskopie vollständig ermittelt. Die Proben zeigen Transversalisotropie mit der Symmetrieachse parallel zur Abscheiderichtung. Eine Glühung bei 2900°C führt zu einer Erhöhung der elastischen Konstanten parallel zur Symmetrieebene und eine Reduktion der elastischen Konstanten senkrecht zur Symmetrieebene. Wegen der dadurch verursachten Aufspaltung der Scherwellengeschwindigkeiten gleicher Ebenen ($U_{23} \neq U_{32}$ sowie $U_{13} \neq U_{31}$) können die scherelastischen Konstanten C_{44} und C_{55} mit diesem Verfahren nicht ermittelt werden.

- Die resonante Ultraschallspektroskopie zur Ermittlung der Steifigkeitsmatrix konnte bei allen untersuchten Kohlenstoff-Verbundwerkstoffen sowie dem pyrolytischen Kohlenstoff nicht erfolgreich angewendet werden. Bei den Verbundwerkstoffen werden deutlich weniger Resonanzfrequenzen gemessen als auf Basis der Startwerte erwartet werden. Dies ist auf die hohe Schallschwächung der Proben zurückzuführen. Bei dem Laminat-Substrat ist ferner die Anforderung an Homogenität in Richtung senkrecht zu den Lagen nicht gewährleistet. Die Proben aus pyrolytischem Kohlenstoff zeigten neben der geringeren Anzahl an gemessenen Resonanzfrequenzen auch Probleme der reproduzierbaren Bestimmung der Frequenzen. Bei dem verwendeten Messaufbau ist dies auf das geringe Probengewicht von etwa 10 mg und die damit verbundenen Schwankungen der Anpresskräfte zurückzuführen.

Die vorliegende Arbeit befasst sich mit einer Werkstoffgruppe, die auf allen Größenskalen einen komplexen strukturellen Aufbau besitzt. Die Analyse der Struktur-Eigenschafts-Beziehung stellt hier eine weit größere Herausforderung dar als bei den meisten anderen Ingenieurwerkstoffen. Der Beitrag dieser Arbeit liegt vor allem in dem kombinierten Einsatz von 3D-Gefügeanalyse, mikromechanischer Modellierung und Korrelation von berechneten und experimentell gemessenen effektiven elastischen Konstanten. Durch die Approximation mit Ellipsoiden konnte eine statistisch relevante Anzahl an mesoskopischen Poren im betrachteten Volumen berücksichtigt werden. Allerdings gehen bei dieser Vorgehensweise zwangsläufig Details der Struktur verloren. In zukünftigen Arbeiten könnte bei entsprechend höherer Rechenleistung die Struktur direkt in einem FE-Modell abgebildet werden, wodurch sich die genannten Fehler reduzieren.

Anhang

Symbolverzeichnis – numerische und arabische Symbole

123		Koordinatensystem
a	[-]	Dämpfungsfaktor
A_e	[deg]	Auslöschungswinkel
C_{ij}	[GPa]	Komponente der Steifigkeitsmatrix (Voigt Notation)
E	[GPa]	Elastizitätsmodul
E_s	[GPa]	Elastizitätsmodul des porenfreien Materials
f	[Hz]	Frequenz
G	[GPa]	Schubmodul
G_s	[GPa]	Schubmodul des porenfreien Materials
I		Strahlungsintensität
I_0		Strahlungsintensität vor Durchlaufen einer Probe
k	$[m^{-1}]$	Wellenzahl
L45-1		Länge der Probe nach Präparation mittels Diamantdrahtsäge entlang der 1. Winkelhalbierenden in der 1-3-Ebene.
L45-2		Länge der Probe nach Präparation mittels Diamantdrahtsäge entlang der 2. Winkelhalbierenden in der 1-3-Ebene.
P_{gesamt}		Gesamtporosität (ermittelt durch Bildauswertung von Schliiffbildern)
P_{offen}		offene Porosität (ermittelt durch das Wassereindringverfahren)
R	$[\mu m]$	Faserradien
R	[-]	Quotient von maximaler Zelllänge zu minimaler Zelllänge (Kapitel 2.3)
U_{ij}	[m/s]	Ausbreitungsgeschwindigkeit von Ultraschallwellen i = Richtung der Ausbreitung j = Richtung der Polarisation Für $i=j$ ($i,j = 1,2,3$): Longitudinalwelle Für $i \neq j$ ($i,j = 1,2,3$): Scherwelle in der ij-Ebene Bei orthotroper Symmetrie: Angabe von Vektoren: z. B. $U_{[110][001]}$: Ausbreitung entlang Richtung [110] und Polarisation entlang Richtung [001].
U_{45-1L}	[m/s]	Longitudinalwellengeschwindigkeit entlang der 1. Winkelhalbierenden in der 1-3-Ebene. Transversalisotropie entlang Richtung 3.
U_{45-2L}	[m/s]	Longitudinalwellengeschwindigkeit entlang der 2. Winkelhalbierenden in der 1-3-Ebene. Transversalisotropie entlang Richtung 3.
U_{45L}	[m/s]	Mittelwert der Longitudinalwellengeschwindigkeiten entlang der Winkelhalbierenden in der 1-3-Ebene. Transversalisotropie entlang Richtung 3.
U_{45-1S}	[m/s]	Scherwellengeschwindigkeit entlang der 1. Winkelhalbierenden in der 1-3-Ebene. Polarisation entlang Richtung 3. Transversalisotropie entlang Richtung 3.

U_{45-2S}	[m/s]	Scherwellengeschwindigkeit entlang der 2. Winkelhalbierenden in der 1-3-Ebene. Polarisation entlang Richtung 3. Transversalisotropie entlang Richtung 3.
U_{45S}	[m/s]	Mittelwert der Scherwellengeschwindigkeiten entlang der Winkelhalbierenden in der 1-3-Ebene. Polarisation entlang Richtung 3. Transversalisotropie entlang Richtung 3.
v	[m ³ /m ³]	Volumenanteil
V	[m/s]	Phasengeschwindigkeit
V	[m ³]	Volumen
xyz		Koordinatensystem

Symbolverzeichnis – griechische Symbole

β		Anisotropiefaktor (siehe [PFR07])
ρ	[g/cm ³]	Dichte
ϕ	[deg]	Phase
ϕ	[-]	Volumen an Materie, welcher sich auf Zellkanten befindet
σ		Standardabweichung
ν	[-]	Poissonzahl
μ	[m ⁻¹]	Absorptionskoeffizient
λ	[m]	Wellenlänge
ω	[s ⁻¹]	Kreisfrequenz

Abkürzungen

AZ	Ausgangszustand (<i>für Proben des pyrolytischen Kohlenstoffs</i>)
CVI	chemische Gasphaseninfiltration (<i>chemical vapour infiltration</i>)
CVD	chemische Gasphasenabscheidung (<i>chemical vapour deposition</i>)
CFC	carbon fibre reinforced carbon
PyC	Pyrolytischer Kohlenstoff
LT-PyC	niedrigtexturierter pyrolytischer Kohlenstoff (<i>low textured PyC</i>)
MT-PyC	mitteltexturierter pyrolytischer Kohlenstoff (<i>medium textured PyC</i>)
HT-PyC	hochtexturierter pyrolytischer Kohlenstoff (<i>high textured PyC</i>)
RUS	Resonante Ultraschallspektroskopie
UD	unidirektional (<i>unidirektional orientierte Lage im CFC Laminat</i>)
UPS	Ultraschallphasenspektroskopie
WB	wärmebehandelt (<i>für Proben des pyrolytischen Kohlenstoffs</i>)

Berechnung der Kohlenstoff-Oberfläche

In Kapitel 5.1.3 und Kapitel 5.2.3 wurde das A/V-Verhältnis auf Basis computertomografischer Daten berechnet, welche die Approximation der Oberfläche der jeweiligen Kohlenstoffstruktur erfordert. In der vorliegenden Arbeit wurde die Oberfläche der kubischen Voxel auf Basis einer Sechser-Nachbarschaft berechnet. In Abbildung 7.1 und Tabelle 7.1 sind die möglichen Kombinationen von Kohlenstoffvoxel (Wert = 1) mit benachbarten Porenvoxel (Wert = 0) zusammengefasst.

Ist ein Kohlenstoffvoxel mit genau einem Porenvoxel über eine der Seitenflächen in Kontakt, berechnet sich der Beitrag dieses Voxels zur Gesamtoberfläche zu einer Seitenfläche ($= 1 \text{ unit}^2$). Für diesen Fall gibt es sechs Kombinationen, welche den sechs Seitenflächen entsprechen (*Fälle A1-A6*). Ist ein Kohlenstoffvoxel mit zwei Porenvoxel über die Seitenflächen in Kontakt, gibt es 15 mögliche Kombinationen. Hiervon entsprechen zwölf Kombinationen Porenvoxel, welche an den zwölf Würfelkanten des Kohlenstoffvoxel aneinandergrenzen (*Fälle B1-B12*). Der Beitrag dieser Kohlenstoffvoxel zur Gesamtoberfläche entspricht jeweils zwei Seitenflächen ($= 2 \text{ unit}^2$). Die übrigen drei Kombinationen entsprechen Porenvoxel, welche sich an gegenüberliegenden Seitenflächen befinden (*Fälle B13-B15*). Die Beiträge dieser Kohlenstoffvoxel zur Gesamtoberfläche entsprechen ebenfalls zwei Seitenflächen.

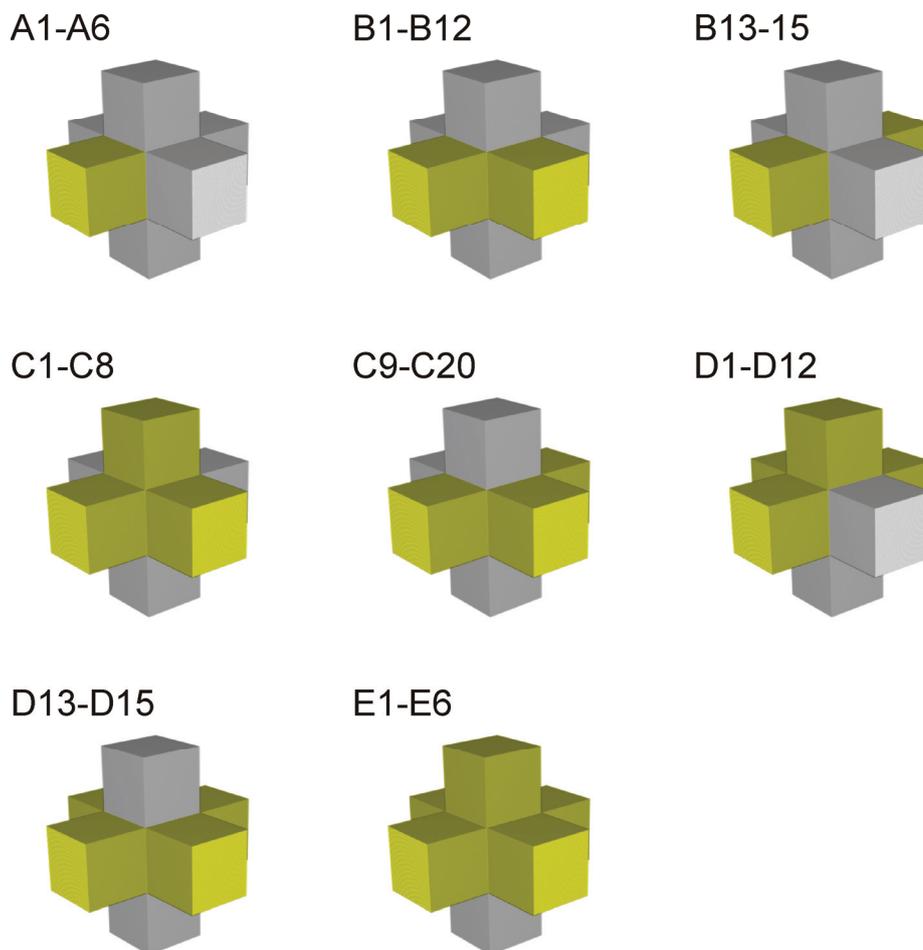


Abbildung 7.1 : Mögliche Positionen von Porenvoxel (gelb) bei einer sechser-Nachbarschaft:
 Ein Porenvoxel (Fälle A1-A6), zwei Porenvoxel (Fälle B1-B15) , drei Porenvoxel (Fälle C1-C20) , vier
 Porenvoxel (Fälle D1-D15) sowie fünf Porenvoxel (Fälle E1-E6)

Für drei benachbarte Porenvoxel gibt es 20 mögliche Kombinationen. Davon entsprechen acht Kombinationen der Angrenzung dreier Voxel an jeweils einer der acht Ecken des zentrierten Voxels (*Fälle C1-C8*). Die Beiträge dieser Kohlenstoffvoxel zur Gesamtoberfläche entsprechen der Fläche eines gleichseitigen Dreiecks mit der Kantenlänge der Flächendiagonalen einer Seitenfläche. Die übrigen 12 Kombinationen (*Fälle C9-C20*) entsprechen u-förmig angeordneten Porenvoxel mit der Öffnung entlang einer der drei Koordinatenachsen. In den drei Richtungen gibt es jeweils vier mögliche Anordnungen, von denen jedoch zwei äquivalent sind. Die Oberfläche für diese Fälle entspricht drei Seitenflächen ($= 3 \text{ unit}^2$). Die Kombinationen für vier bzw. fünf angrenzende Porenvoxel sind analog zu den Fällen *B1-B12* und *A1-A6*, wobei Poren- und Kohlenstoffvoxel gerade vertauscht sind. Die Oberflächen berechnen sich für vier benachbarte Poren, bei denen sich die verbleibenden zwei Kohlenstoffvoxel an einer Kante befinden, zu zwei mal einer halben Seitenfläche plus Kantenlänge mal Seitendiagonale ($= 1 + \sqrt{2}$) unit^2 . Bei den übrigen Fällen entspricht die Oberfläche vier Seitenflächen (*Fälle D13-D15*) bzw. fünf Seitenflächen (*Fälle E1-E6*).

Tabelle 7.1 : Oberflächenberechnung für einen Kohlenstoffvoxel bei Untersuchung einer sechser-Nachbarschaft

Typ	mögliche Kombinationen	Beschreibung der Fälle	Beitrag zur Oberfläche
A	$\binom{6}{1} = 6$	6 Fälle: Porenvoxel befindet sich an einer der sechs Seitenflächen <i>A1-A6</i>	$A = 1 \text{ unit}^2$
B	$\binom{6}{2} = 15$	12 Fälle: Porenvoxel sind aneinandergrenzend an einer der zwölf Kanten <i>B1-B12</i>	$A = 2 \text{ unit}^2$
		3 Fälle: Porenvoxel sind an gegenüberliegenden Seitenflächen <i>B13-B15</i>	$A = 2 \text{ unit}^2$
C	$\binom{6}{3} = 20$	8 Fälle: Porenvoxel sind aneinandergrenzend an den acht Ecken <i>C1-C8</i>	$A = \frac{\sqrt{3}}{2} \text{ unit}^2$
		12 Fälle: Porenvoxel sind in U-Form angeordnet, mit Öffnung entlang einer der drei Koordinatenachsen und in jeweils vier möglichen Orientierungen <i>C9-C20</i>	$A = 3 \text{ unit}^2$
D	$\binom{6}{4} = 15$	12 Fälle: Kohlenstoffvoxel sind aneinandergrenzend an einer der zwölf Kanten. <i>D1-D12</i>	$A = (1 + \sqrt{2}) \text{ unit}^2$
		3 Fälle: Kohlenstoffvoxel sind an gegenüberliegenden Seitenflächen <i>D13-D15</i>	$A = 4 \text{ unit}^2$
E	$\binom{6}{5} = 6$	6 Fälle: Kohlenstoffvoxel befindet sich an einer der sechs Seitenflächen <i>E1-E6</i>	$A = 5 \text{ unit}^2$

Die Berechnung der Oberfläche wurde mit denselben Strukturen verglichen, welche auch in [PFR07] untersucht wurden. Die Oberfläche der Kohlenstoffstruktur wurde in [PFR07] mit der Software MAVI[®] des Fraunhofer Instituts für Techno- und Wirtschaftsmathematik (Kaiserslautern, Deutschland) berechnet. Abbildung 7.2 zeigt eine exemplarische Gegenüberstellung von Oberfläche (A), freiem Volumen (V) und A/V-Verhältnis für die in Abbildung 7.2 (d) dargestellte computergenerierte Filz-Struktur mit einem Füllfaktor von 10 %. Es zeigt sich eine gute Übereinstimmung der berechneten Oberflächen mit den beiden Methoden. Die maximale Abweichung der berechneten Oberfläche überschreitet 8 % nicht.

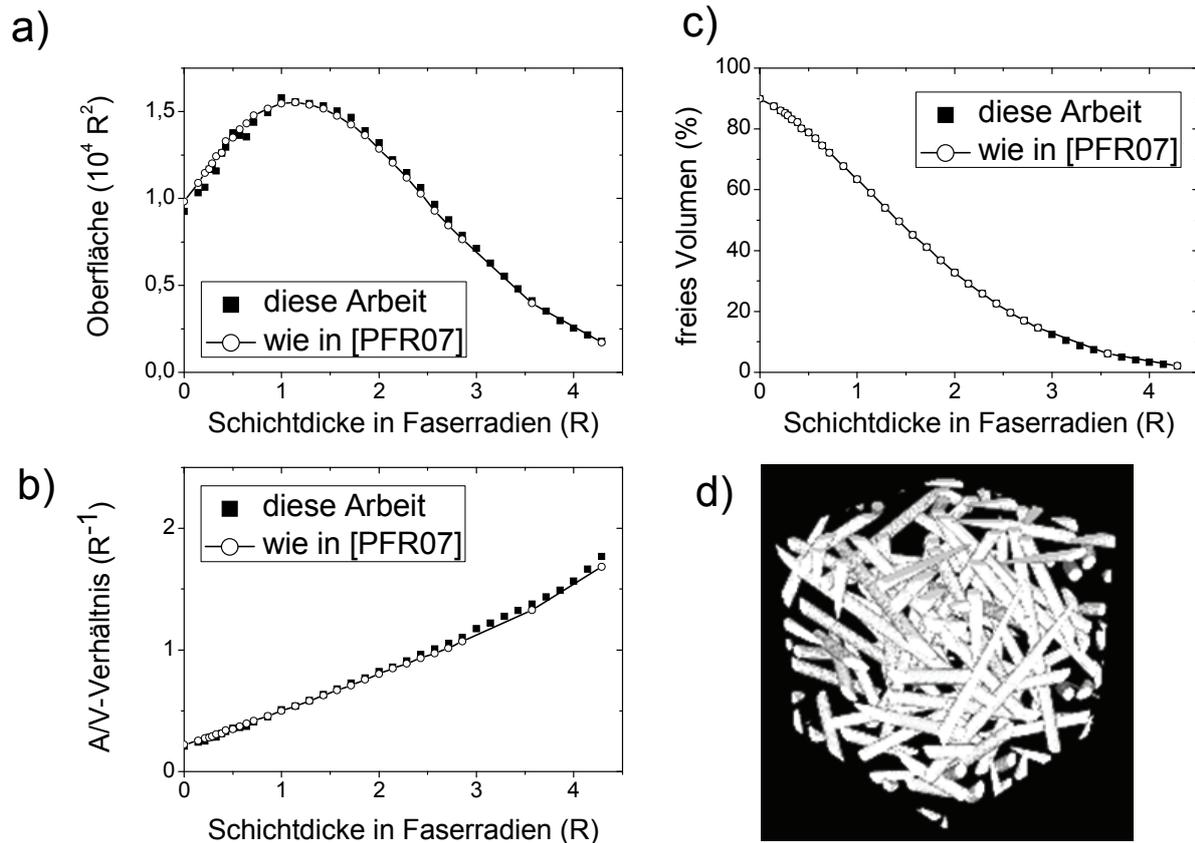


Abbildung 7.2 : Vergleich der berechneten Verläufe von Oberfläche (a), freiem Volumen (c) und A/V-Verhältnis (b) mit Berechnungen aus [PFR07]. Die Struktur mit isotroper Faserorientierung und einem Füllfaktor von 10 % ist in (d) dargestellt.

Berechnung elastischer Konstanten für orthotropes Materialverhalten

Im Folgenden sind tabellarisch die Gleichungen für die Berechnung der elastischen Konstanten für orthotropes Materialverhalten dargestellt [VAN81, EVE01]. Die Darstellung von Ausbreitungs- und Polarisierungsvektoren der Ultraschallwellen bezieht sich auf das in Abbildung 3.5 (rechts) gezeigte Koordinatensystem.

Tabelle 7.2 : Berechnung elastischer Konstanten für orthotrope Symmetrie [VAN81, EVE01]

Wellenart	Ausbreitung	Polarisation	Variable (m/s)	elastische Konstante (GPa)
longitudinal	[100]	[100]	U_{11}	$C_{11} = \rho \cdot U_{11}^2$
longitudinal	[010]	[010]	U_{22}	$C_{22} = \rho \cdot U_{22}^2$
longitudinal	[001]	[001]	U_{33}	$C_{33} = \rho \cdot U_{33}^2$
quasi-longitudinal	[110]	[110]	$U_{12/12}$	*)
quasi-longitudinal	[1 $\bar{1}$ 0]	[1 $\bar{1}$ 0]	$U_{21/21}$	
quasi-longitudinal	[101]	[101]	$U_{13/13}$	**)
quasi-longitudinal	[10 $\bar{1}$]	[10 $\bar{1}$]	$U_{31/31}$	
quasi-longitudinal	[011]	[011]	$U_{23/23}$	***)
quasi-longitudinal	[01 $\bar{1}$]	[01 $\bar{1}$]	$U_{32/32}$	
transversal	[010]	[001]	U_{23}	$C_{44} = \rho \cdot U_{23}^2 = \rho \cdot U_{32}^2$
transversal	[001]	[010]	U_{32}	$C_{44} = \rho \cdot U_{23}^2 = \rho \cdot U_{32}^2$
transversal	[100]	[001]	U_{13}	$C_{55} = \rho \cdot U_{13}^2 = \rho \cdot U_{31}^2$
transversal	[001]	[100]	U_{31}	$C_{55} = \rho \cdot U_{13}^2 = \rho \cdot U_{31}^2$
transversal	[100]	[010]	U_{12}	$C_{66} = \rho \cdot U_{12}^2 = \rho \cdot U_{21}^2$
transversal	[010]	[100]	U_{21}	$C_{66} = \rho \cdot U_{12}^2 = \rho \cdot U_{21}^2$
*)	$C_{12} = \sqrt{(C_{11} + C_{66} - 2 \cdot \rho \cdot U_{12/12}^2)(C_{33} + C_{66} - 2 \cdot \rho \cdot U_{12/12}^2)} - C_{66}$			
**)	$C_{13} = \sqrt{(C_{11} + C_{55} - 2 \cdot \rho \cdot U_{13/13}^2)(C_{33} + C_{55} - 2 \cdot \rho \cdot U_{13/13}^2)} - C_{55}$			
***)	$C_{23} = \sqrt{(C_{11} + C_{44} - 2 \cdot \rho \cdot U_{23/23}^2)(C_{33} + C_{44} - 2 \cdot \rho \cdot U_{23/23}^2)} - C_{44}$			

Tabelle 7.3 : Kontrollbedingungen für orthotrope Symmetrie

Wellenart	Ausbreitung	Polarisation	Variable (m/s)	Kontrollbedingung
quasi-transversal	[110]	[001]	$U_{12/3}$	$C_{44} + C_{55} = 2 \cdot \rho \cdot U_{12/3}^2$
quasi-transversal	[1 $\bar{1}$ 0]	[001]	$U_{12/3}$	
quasi-transversal	[101]	[010]	$U_{13/2}$	$C_{44} + C_{66} = 2 \cdot \rho \cdot U_{13/2}^2$
quasi-transversal	[10 $\bar{1}$]	[010]	$U_{13/2}$	
quasi-transversal	[011]	[100]	$U_{23/1}$	$C_{55} + C_{66} = 2 \cdot \rho \cdot U_{23/1}^2$
quasi-transversal	[01 $\bar{1}$]	[100]	$U_{23/1}$	

Berechnung elastischer Konstanten für transversalisotropes Materialverhalten und Abschätzung des fortgepflanzten Fehlers

Der Fehler in den berechneten elastischen Konstanten und mechanischen Kenngrößen wird im Folgenden über eine Gaußsche Fehlerfortpflanzung abgeschätzt. Dabei wird von Transversal-isotropie ausgegangen, wobei die 1-2-Ebene die Symmetrieebene ist.

Die elastischen Konstanten wurden nach den folgenden Gleichungen aus Dichte und Ausbreitungsgeschwindigkeit von Longitudinal- bzw. Scherwellen berechnet [EVE01]:

$$C_{11} = C_{22} = \rho \cdot \langle U_{11}, U_{22} \rangle^2$$

$$C_{12} = C_{11} - 2 \cdot C_{66} = \rho \cdot (\langle U_{11}, U_{22} \rangle^2 - 2 \cdot \langle U_{12}, U_{21} \rangle^2)$$

$$C_{13} = \sqrt{(C_{11} + C_{55} - 2 \cdot \rho \cdot U_{45L})(C_{33} + C_{55} - 2 \cdot \rho \cdot U_{45L}) - C_{55}^2} \\ = \sqrt{(\rho \langle U_{11}, U_{22} \rangle^2 + \rho \langle U_{23}, U_{32}, U_{13}, U_{31} \rangle^2 - 2 \rho U_{45L}^2) \cdot \dots - \rho \langle U_{23}, U_{32}, U_{13}, U_{31} \rangle^2} \\ \dots (\rho U_{33}^2 + \rho \langle U_{23}, U_{32}, U_{13}, U_{31} \rangle^2 - 2 \rho U_{45L}^2)$$

$$C_{33} = \rho \cdot U_{33}^2$$

$$C_{44} = C_{55} = \rho \cdot \langle U_{23}, U_{32}, U_{13}, U_{31} \rangle^2$$

Dabei bezeichnen die in $\langle \dots \rangle$ -Klammern zusammengefassten Ausbreitungsgeschwindigkeiten die Mittelwerte aus den jeweiligen Ausbreitungsgeschwindigkeiten. U_{45L} ist eine Longitudinalwelle, welche sich in der 1-3-Ebene in einem Winkel von 45° zur 3-Richtung ausbreitet. Aus den partiellen Ableitungen der o. g. Gleichungen lassen sich die Standardabweichungen der elastischen Konstanten aus den Standardabweichungen der Dichte und Ausbreitungsgeschwindigkeiten wie folgt berechnen:

$$\sigma_{C_{11}} = \sqrt{\left(\frac{\partial C_{11}}{\partial \rho}\right)^2 \cdot (\sigma_\rho)^2 + \left(\frac{\partial C_{11}}{\partial \langle U_{11}, U_{22} \rangle}\right)^2 \cdot (\sigma_{\langle U_{11}, U_{22} \rangle})^2}$$

$$\sigma_{C_{12}} = \sqrt{\left(\frac{\partial C_{12}}{\partial \rho}\right)^2 \cdot (\sigma_\rho)^2 + \left(\frac{\partial C_{12}}{\partial \langle U_{11}, U_{22} \rangle}\right)^2 \cdot (\sigma_{\langle U_{11}, U_{22} \rangle})^2 + \left(\frac{\partial C_{12}}{\partial \langle U_{12}, U_{21} \rangle}\right)^2 \cdot (\sigma_{\langle U_{12}, U_{21} \rangle})^2}$$

$$\sigma_{C_{13}} = \sqrt{\left(\frac{\partial C_{13}}{\partial \rho}\right)^2 \cdot (\sigma_\rho)^2 + \left(\frac{\partial C_{13}}{\partial \langle U_{11}, U_{22} \rangle}\right)^2 \cdot (\sigma_{\langle U_{11}, U_{22} \rangle})^2 + \left(\frac{\partial C_{13}}{\partial \langle U_{23}, U_{32}, U_{13}, U_{31} \rangle}\right)^2 \cdot (\sigma_{\langle U_{23}, U_{32}, U_{13}, U_{31} \rangle})^2 + \dots} \\ \dots + \left(\frac{\partial C_{13}}{\partial \langle U_{33} \rangle}\right)^2 \cdot (\sigma_{\langle U_{33} \rangle})^2 + \left(\frac{\partial C_{13}}{\partial \langle U_{45L} \rangle}\right)^2 \cdot (\sigma_{\langle U_{45L} \rangle})^2$$

$$\sigma_{C_{33}} = \sqrt{\left(\frac{\partial C_{33}}{\partial \rho}\right)^2 \cdot (\sigma_\rho)^2 + \left(\frac{\partial C_{33}}{\partial \langle U_{33} \rangle}\right)^2 \cdot (\sigma_{\langle U_{33} \rangle})^2}$$

$$\sigma_{C_{44}} = \sqrt{\left(\frac{\partial C_{44}}{\partial \rho}\right)^2 \cdot (\sigma_\rho)^2 + \left(\frac{\partial C_{44}}{\partial \langle U_{23}, U_{32}, U_{13}, U_{31} \rangle}\right)^2 \cdot (\sigma_{\langle U_{23}, U_{32}, U_{13}, U_{31} \rangle})^2}$$

Aus den Standardabweichungen der elastischen Konstanten wurde über die analytischen Gleichungen für die mechanischen Kenngrößen aus dem Buch von Barthelot [BER97] die Standardabweichung für E_1 , E_3 , ν_{12} und ν_{13} berechnet:

$$E_1 = C_{11} + \frac{C_{13}^2(C_{11} - 2C_{12}) + C_{33}C_{12}^2}{C_{13}^2 - C_{11}C_{33}}$$

$$\sigma_{E_1} = \sqrt{\left(\frac{\partial E_1}{\partial C_{11}}\right)^2 (\sigma_{C_{11}})^2 + \left(\frac{\partial E_1}{\partial C_{12}}\right)^2 (\sigma_{C_{12}})^2 + \left(\frac{\partial E_1}{\partial C_{13}}\right)^2 (\sigma_{C_{13}})^2 + \left(\frac{\partial E_1}{\partial C_{33}}\right)^2 (\sigma_{C_{33}})^2}$$

$$E_3 = C_{33} + \frac{2C_{13}^2}{C_{11} - C_{12}}$$

$$\sigma_{E_3} = \sqrt{\left(\frac{\partial E_3}{\partial C_{11}}\right)^2 (\sigma_{C_{11}})^2 + \left(\frac{\partial E_3}{\partial C_{12}}\right)^2 (\sigma_{C_{12}})^2 + \left(\frac{\partial E_3}{\partial C_{13}}\right)^2 (\sigma_{C_{13}})^2 + \left(\frac{\partial E_3}{\partial C_{33}}\right)^2 (\sigma_{C_{33}})^2}$$

$$\nu_{12} = \frac{C_{13}^2 - C_{12}C_{33}}{C_{13}^2 - C_{11}C_{33}}$$

$$\sigma_{\nu_{12}} = \sqrt{\left(\frac{\partial \nu_{12}}{\partial C_{11}}\right)^2 (\sigma_{C_{11}})^2 + \left(\frac{\partial \nu_{12}}{\partial C_{12}}\right)^2 (\sigma_{C_{12}})^2 + \left(\frac{\partial \nu_{12}}{\partial C_{13}}\right)^2 (\sigma_{C_{13}})^2 + \left(\frac{\partial \nu_{12}}{\partial C_{33}}\right)^2 (\sigma_{C_{33}})^2}$$

$$\nu_{13} = \frac{C_{13}(C_{12} - C_{11})}{C_{13}^2 - C_{11}C_{33}}$$

$$\sigma_{\nu_{13}} = \sqrt{\left(\frac{\partial \nu_{13}}{\partial C_{11}}\right)^2 (\sigma_{C_{11}})^2 + \left(\frac{\partial \nu_{13}}{\partial C_{12}}\right)^2 (\sigma_{C_{12}})^2 + \left(\frac{\partial \nu_{13}}{\partial C_{13}}\right)^2 (\sigma_{C_{13}})^2 + \left(\frac{\partial \nu_{13}}{\partial C_{33}}\right)^2 (\sigma_{C_{33}})^2}$$

Geometrie und Masse der untersuchten Chargen

Die Angabe der Position bezieht sich auf die Lage im CVI-Reaktor gemäß Abbildung 3.7.

Tabelle 7.4 : Infiltrationsparameter der Charge F025 (siehe Tabelle 3.1)

Precursor	Temperatur	Verweilzeit	Druck	Infiltrationsdauer
Methan	1095 °C	0,1 s	10 kPa	25 h

Tabelle 7.5 : Geometrische Abmessungen, Gewichte und Dichten der Charge F025

Position	L1 (mm)	L2 (mm)	L3 (mm)	L45-1 (mm)	L45-2 (mm)	Masse (g)	Dichte (g/cm ³)
1A	8,77	8,85	8,41			0,2341	0,36
1B	8,75	8,85	8,35			0,1963	0,30
1C	8,80	8,96	8,59			0,2418	0,36
1D	8,80	8,90	8,69			0,2413	0,35
1E	8,80	8,89	8,70			0,2147	0,32
2A	8,72	8,78	8,49			0,2113	0,32
2B	8,75	8,92	8,68			0,2378	0,35
2C	8,78	8,97	8,72			0,2466	0,36
2D	8,74	8,95	8,68			0,2276	0,34
2E	8,80	8,93	8,73			0,2183	0,32
3A	8,74	8,85	8,15			0,2129	0,34
3B	8,76	8,85	8,64			0,2383	0,36
3C	8,79	8,96	8,64			0,2405	0,35
3D	8,73	8,92	8,59			0,2253	0,34
3E	8,79	8,91	8,14			0,2118	0,33

Tabellarische Ergebnisse der Charge F045

Tabelle 7.6 : Infiltrationsparameter der Charge F045 (siehe Tabelle 3.1)

Precursor	Temperatur	Verweilzeit	Druck	Infiltrationsdauer
Methan	1095 °C	0,1 s	10 kPa	45 h

Tabelle 7.7 : Geometrische Abmessungen, Gewichte und Dichten der Charge F045

Position	L1 (mm)	L2 (mm)	L3 (mm)	L45-1 (mm)	L45-2 (mm)	Masse (g)	Dichte (g/cm ³)
1A	8,89	8,99	8,78	-	-	0,3968	0,57
1B	8,97	8,99	8,86	5,81	5,56	0,4621	0,65
1C	8,95	8,94	8,89	5,64	6,08	0,4486	0,63
1D	8,89	8,98	8,91	5,56	5,88	0,4179	0,59
1E	8,99	8,96	8,92	-	-	0,3883	0,54
2A	8,89	8,99	8,80	-	-	0,4240	0,60
2B	8,90	8,90	8,82	-	-	0,4647	0,67
2C	8,94	9,02	8,92	-	-	0,4674	0,65
2D	8,90	9,00	8,92	-	-	0,4367	0,61
2E	8,96	9,01	8,96	-	-	0,4230	0,58
3A	8,93	9,00	8,85	-	-	0,4454	0,63
3B	8,93	8,95	8,78	-	-	0,4621	0,66
3C	8,94	8,99	8,90	-	-	0,4811	0,67
3D	8,91	9,02	8,92	-	-	0,4669	0,65
3E	8,95	9,00	8,94	-	-	0,4379	0,61

Tabelle 7.8 : Durch Ultraschallphasenspektroskopie ermittelte Ausbreitungsgeschwindigkeiten von Longitudinal- und Scherwellen (in m/s) der Charge F045. Gemittelt wurde über mindestens drei Wiederholungsmessungen.

Position	Dichte	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₁₂	U ₂₁	U ₁₃	U ₃₁	U ₂₃	U ₃₂
1A	0,57	3029	2738	622	1430	-	606	452	541	637
1B	0,65	3034	3185	659	1572	1397	689	703	687	670
1C	0,63	3225	3147	724	1493	1694	742	687	705	635
1D	0,59	2763	3025	619	1454	1528	691	676	715	657
1E	0,54	2910	2562	449	1569	1495	705	583	712	531
2A	0,60	3176	2871	474	1696	1861	730	647	728	776
2B	0,67	3197	3441	555	1711	1859	807	710	821	644
2C	0,65	3126	3523	480	1852	1896	853	393	690	747
2D	0,61	3173	3297	545	1765	1837	753	734	768	726
2E	0,58	3080	3185	420	1687	1719	687	686	706	648
3A	0,63	3176	3066	424	1751	1856	770	731	750	777
3B	0,66	3216	3054	608	1896	1814	923	860	845	805
3C	0,67	3172	3223	680	1808	1808	836	838	814	709
3D	0,65	3093	3207	794	1913	1823	937	564	844	541
3E	0,61	3108	2972	432	1706	1782	738	756	712	574

Tabellarische Ergebnisse der Charge F120

Tabelle 7.9 : Infiltrationsparameter der Charge F120 (siehe Tabelle 3.1)

Precursor	Temperatur	Verweilzeit	Druck	Infiltrationsdauer
Methan	1095 °C	0,1 s	10 kPa	120 h

Tabelle 7.10 : Geometrische Abmessungen, Gewichte und Dichten der Charge F120

Position	L1 (mm)	L2 (mm)	L3 (mm)	L45-1 (mm)	L45-2 (mm)	Masse (g)	Dichte (g/cm ³)
1A	8,90	9,00	8,85	5,78	6,05	0,8462	1,19
1B	8,92	9,02	8,92	5,69	5,93	0,9865	1,38
1C	8,97	9,03	8,96	5,85	6,27	1,0673	1,47
1D	8,93	9,04	8,96	6,02	6,19	1,0296	1,42
1E	9,00	9,00	8,98	6,14	6,21	0,9585	1,32
2A	8,92	9,05	8,84	5,81	5,89	0,8290	1,16
2B	8,95	9,01	8,88	6,08	6,15	0,9525	1,33
2C	8,96	9,01	8,94	6,34	6,41	1,0391	1,44
2D	8,95	9,09	8,94	6,13	5,97	1,0270	1,41
2E	8,95	9,01	8,96	5,91	5,90	1,0073	1,39
3A	8,89	8,91	8,83	6,01	5,75	0,8968	1,28
3B	8,96	9,02	8,89	6,28	5,77	0,9640	1,34
3C	8,99	9,01	8,97	-	-	1,0294	1,42
3D	8,96	9,05	8,99	6,03	5,94	1,0428	1,43
3E	8,94	9,03	8,97	5,95	6,00	1,0088	1,39

Tabelle 7.11 : Durch Ultraschallphasenspektroskopie ermittelte Ausbreitungsgeschwindigkeiten von Longitudinal- und Scherwellen (in m/s) der Charge F120. Gemittelt wurde über mindestens drei Wiederholungsmessungen.

Position	Dichte	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₁₂	U ₂₁	U ₁₃	U ₃₁	U ₂₃	U ₃₂
1A	1,19	3364	3212	742	1805	1796	1171	1057	1133	1063
1B	1,38	3582	3614	1698	2102	2037	1395	1221	1390	1324
1C	1,47	3720	3718	1859	2143	2128	1487	1425	1494	1401
1D	1,42	3786	3612	1710	2290	2099	1501	1442	1492	1399
1E	1,32	3505	3482	1359	1959	1972	1221	1234	1279	1168
2A	1,16	3309	3387	1156	1863	1765	1227	1192	1140	952
2B	1,33	3614	3454	1416	2014	1955	1359	1380	1345	1192
2C	1,44	3692	3516	1717	2107	2013	1429	1431	1380	1364
2D	1,41	3598	3574	1665	2094	2007	1482	1239	1412	1202
2E	1,39	3587	3514	1806	2049	2012	1371	1260	1345	1183
3A	1,28	3392	3365	1142	1890	1939	1370	1183	1208	1165
3B	1,34	3602	3369	1301	2188	1910	1328	1064	1645	1170
3C	1,42	3560	3440	1433	2108	1914	1440	1361	1374	1299
3D	1,43	3656	3536	1773	2112	2028	1466	1202	1475	1337
3E	1,39	3589	3591	1810	2053	2097	1381	1251	1392	1280

Tabelle 7.12 : Unter Annahme von Transversalisotropie ermittelte mittlere Ausbreitungsgeschwindigkeiten der Charge **F120**. Die auf den Mittelwert bezogene Standardabweichung ist rechts neben dem entsprechenden Mittelwert angegeben. U_{45L} und U_{45S} sind die unter 45° zur 3-Richtung ermittelten Longitudinal- bzw. Scherwellengeschwindigkeiten. Hierbei wurde über die Ausbreitung entlang der 1. und 2. Winkelhalbierenden der 1-3- Ebene gemittelt.

Position	Dichte	$\langle U_{11}, U_{22} \rangle$	$\frac{\sigma}{U}$	U_{33}	$\frac{\sigma}{U}$	$\langle U_{12}, U_{21} \rangle$	$\frac{\sigma}{U}$	$\langle U_{13}, U_{31}, U_{23}, U_{32} \rangle$	$\frac{\sigma}{U}$	$\langle U_{45L} \rangle$	$\frac{\sigma}{U}$	$\langle U_{45S} \rangle$	$\frac{\sigma}{U}$
1A	1,19	3288	3,0%	1090	39,8%	1801	4,6%	1106	4,7%	2935	1,3%	1629	5,7%
1B	1,38	3598	1,4%	1637	23,7%	2070	2,6%	1333	6,8%	2974	10,0%	1759	8,6%
1C	1,47	3719	0,9%	1963	8,2%	2135	1,0%	1452	3,3%	3092	9,0%	1869	1,9%
1D	1,42	3699	2,7%	1711	18,6%	2195	5,0%	1458	3,8%	3014	2,0%	1918	3,1%
1E	1,32	3493	1,2%	1479	12,9%	1966	4,3%	1226	6,1%	2834	1,4%	1740	4,6%
2A	1,16	3348	2,5%	1324	24,2%	1819	5,7%	1114	12,7%	2673	6,7%	1647	2,3%
2B	1,33	3534	2,5%	1642	17,4%	1988	4,1%	1300	8,3%	2993	4,0%	1847	2,1%
2C	1,44	3604	2,7%	1865	12,7%	2060	3,2%	1402	4,7%	3085	1,9%	1764	1,9%
2D	1,41	3586	0,9%	1713	17,2%	2054	4,0%	1328	10,6%	3061	0,9%	1899	2,9%
2E	1,39	3550	2,3%	1754	14,0%	2031	3,7%	1299	7,8%	2918	1,5%	1863	0,7%
3A	1,28	3378	1,1%	1401	26,2%	1914	4,5%	1211	8,6%	2793	8,9%	1744	6,4%
3B	1,34	3485	4,0%	1501	19,9%	2049	7,8%	1310	23,2%				
3C	1,42	3500	1,9%	1605	22,8%	1992	5,6%	1364	5,1%				
3D	1,43	3596	2,1%	1960	15,8%	2070	2,6%	1366	11,8%	3078	2,6%	1948	0,3%
3E	1,39	3590	1,5%	1820	9,1%	2075	2,5%	1316	6,7%				

Berechnet man die Steifigkeitsmatrizen für diese Ausbreitungsgeschwindigkeiten und Dichten, so sind für die folgenden sechs Proben die C-Matrizen nicht positiv definit: 1A, 2B, 2D, 3A, 3B und 3E.

Tabellarische Ergebnisse der Charge F120X

Tabelle 7.13 : Infiltrationsparameter der Charge F120X (siehe Tabelle 3.1)

Precursor	Temperatur	Verweilzeit	Druck	Infiltrationsdauer
Methan	1095 °C	0,05 s	10 kPa	120 h

Tabelle 7.14 : Geometrische Abmessungen, Gewichte und Dichten der Charge F120X

Position	L1 (mm)	L2 (mm)	L3 (mm)	L45-1 (mm)	L45-2 (mm)	Masse (g)	Dichte (g/cm ³)
1A	8,98	9,05	9,03	6,28	6,13	1,1375	1,55
1B	9,02	9,07	9,03	6,18	6,17	1,2548	1,70
1C	9,11	9,07	9,03	6,34	6,20	1,2863	1,72
1D	9,02	9,07	9,05	6,25	5,99	1,3024	1,76
1E	8,99	9,01	8,97	5,77	6,02	1,1049	1,52
2A	9,02	9,07	9,03	6,32	6,22	1,1768	1,59
2B	9,06	9,02	9,06	6,31	6,25	1,2964	1,75
2C	9,01	9,01	9,05	6,42	6,45	1,2871	1,75
2D	9,05	9,02	9,04	6,29	6,35	1,2595	1,71
2E	9,05	9,02	9,01	5,89	6,03	1,2672	1,72
3A	9,11	9,07	9,03	6,26	5,99	1,2154	1,63
3B	9,11	9,04	9,05	-	-	1,3058	1,75
3C	9,10	9,02	9,04	-	-	1,2950	1,74
3D	9,09	9,07	9,04	6,37	6,31	1,2949	1,74
3E	9,08	9,03	9,02	-	-	1,2804	1,73

Tabelle 7.15 : Durch Ultraschallphasenspektroskopie ermittelte Ausbreitungsgeschwindigkeiten von Longitudinal- und Scherwellen (in m/s) der Charge F120X. Gemittelt wurde über mindestens drei Wiederholungsmessungen.

Position	Dichte	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₁₂	U ₂₁	U ₁₃	U ₃₁	U ₂₃	U ₃₂
1A	1,55	3499	3346	2037	1816	1996	1444	1310	1458	1249
1B	1,70	3793	3691	2428	2267	2176	1706	1676	1627	1572
1C	1,72	3801	3770	2533	2287	2244	1709	1499	1646	1534
1D	1,76	3810	3783	2538	2147	2110	1683	1518	1620	1586
1E	1,52	3178	3170	2015	1861	1767	1460	1376	1388	1242
2A	1,59	3574	3460	2183	1972	2056	1547	1296	1517	1252
2B	1,75	3834	3812	2551	2225	2290	1714	1580	1652	1495
2C	1,75	3821	3774	2487	2143	2139	1679	1541	1635	1619
2D	1,71	3789	3774	2483	2099	2133	1653	1552	1629	1560
2E	1,72	3835	3800	2512	2099	2075	1640	1499	1644	1554
3A	1,63	3662	3529	2343	2044	2144	1619	1397	1541	1408
3B	1,75	3842	3770	2592	2209	2246	1610	1611	1688	1670
3C	1,74	3897	3759	2611	2260	2309	1651	1607	1703	1661
3D	1,74	3880	3857	2550	2223	2280	1695	1658	1752	1728
3E	1,73	3838	3815	2505	2198	2247	1658	1616	1683	1630

Tabelle 7.16 : Unter Annahme von Transversalisotropie ermittelte mittlere Ausbreitungsgeschwindigkeiten der Charge **F120X**. Die auf den Mittelwert bezogene Standardabweichung ist rechts neben dem entsprechenden Mittelwert angegeben. U_{45L} und U_{45S} sind die unter 45° zur 3-Richtung ermittelten Longitudinal- bzw. Scherwellengeschwindigkeiten. Hierbei wurde über die Ausbreitung entlang der 1. und 2. Winkelhalbierenden der 1-3- Ebene gemittelt.

Position	Dichte	$\langle U_{11}, U_{22} \rangle$	$\frac{\sigma}{U}$	U_{33}	$\frac{\sigma}{U}$	$\langle U_{12}, U_{21} \rangle$	$\frac{\sigma}{U}$	$\langle U_{13}, U_{31}, U_{23}, U_{32} \rangle$	$\frac{\sigma}{U}$	$\langle U_{45L} \rangle$	$\frac{\sigma}{U}$	$\langle U_{45S} \rangle$	$\frac{\sigma}{U}$
1A	1,55	3423	2,8%	2098	8,0%	1906	6,2%	1365	11,0%	3023	1,0%	1718	3,5%
1B	1,70	3742	1,6%	2369	8,1%	2221	4,9%	1645	4,7%	3249	0,8%	2049	1,2%
1C	1,72	3786	0,5%	2612	3,9%	2265	3,3%	1597	6,0%	3293	1,5%	2011	6,1%
1D	1,76	3796	0,4%	2625	3,7%	2128	2,7%	1602	5,4%	3324	0,8%	1868	4,0%
1E	1,52	3174	0,6%	1839	12,1%	1814	5,1%	1367	8,4%	2821	2,8%	1749	0,9%
2A	1,59	3517	2,0%	2150	8,7%	2014	3,3%	1403	10,9%	3004	1,8%	1791	0,3%
2B	1,75	3823	0,4%	2598	8,8%	2257	4,8%	1610	7,6%	3371	1,2%	1952	5,3%
2C	1,75	3797	0,8%	2471	1,8%	2141	3,9%	1619	4,4%	3287	2,8%	2034	2,8%
2D	1,71	3781	0,4%	2595	4,8%	2116	1,2%	1599	3,2%	3365	1,0%	1903	3,1%
2E	1,72	3817	0,7%	2577	4,7%	2087	1,1%	1584	4,9%	3309	0,9%	1941	2,6%
3A	1,63	3596	2,0%	2234	7,7%	2094	4,2%	1403	10,9%	3115	1,1%	1868	4,2%
3B	1,75	3806	1,1%	2532	7,7%	2227	3,8%	1610	7,6%				
3C	1,74	3828	2,0%	2743	5,5%	2285	2,2%	1619	4,4%				
3D	1,74	3869	0,6%	2693	5,9%	2251	3,7%	1599	3,2%	3267	1,6%	1920	2,4%
3E	1,73	3827	0,4%	2670	7,1%	2222	2,7%	1584	4,9%				

Tabelle 7.17 : Homogenisierte Werte für Filz- und UD-Lagen mit unterschiedlichen Methoden und Porositäten (Werte von Frau Dr. Piat, 2009).

Sim.	Porosität		Methode	Filz-Lage			UD-Lage									
	UD	Filz		Dichte Kg/m ³	E GPa	ν	Dichte Kg/m ³	D ₁₁₁₁ GPa	D ₁₁₂₂ GPa	D ₂₂₂₂ GPa	D ₁₁₃₃ GPa	D ₂₂₃₃ GPa	D ₃₃₃₃ GPa	D ₁₂₁₂ GPa	D ₁₃₁₃ GPa	D ₂₃₂₃ GPa
001	0 %	0 %	1	2125	11,8429	0,3952	2067	13,2279	5,8756	13,2279	7,2592	7,2592	75,3612	6,4732	6,4732	3,6761
002	5 %	15 %	1	1800	9,4926	0,3650	1958	10,5623	4,3660	10,5623	5,6464	5,6464	72,6390	6,3844	6,3844	3,0982
003	5 %	20 %	1	1691	8,9629	0,3576	1958	10,5623	4,3660	10,5623	5,6464	5,6464	72,6390	6,3844	6,3844	3,0982
004	5 %	25 %	1	1583	8,5235	0,3510	1958	10,5623	4,3660	10,5623	5,6464	5,6464	72,6390	6,3844	6,3844	3,0982
005	7 %	15 %	1	1800	9,4926	0,3650	1915	9,7860	3,9530	9,7860	5,1861	5,1861	71,6922	6,3489	6,3489	2,9165
006	7 %	20 %	1	1691	8,9629	0,3576	1915	9,7860	3,9530	9,7860	5,1861	5,1861	71,6922	6,3489	6,3489	2,9165
007	7 %	25 %	1	1583	8,5235	0,3510	1915	9,7860	3,9530	9,7860	5,1861	5,1861	71,6922	6,3489	6,3489	2,9165
008	9 %	15 %	1	1800	9,4926	0,3650	1871	9,1213	3,6095	9,1213	4,7955	4,7955	70,7989	6,3134	6,3134	2,7559
009	9 %	20 %	1	1691	8,9629	0,3576	1871	9,1213	3,6095	9,1213	4,7955	4,7955	70,7989	6,3134	6,3134	2,7559
010	9 %	25 %	1	1583	8,5235	0,3510	1871	9,1213	3,6095	9,1213	4,7955	4,7955	70,7989	6,3134	6,3134	2,7559
011	11 %	15 %	1	1800	9,4926	0,3650	1828	8,5459	3,3198	8,5459	4,4598	4,4598	69,9478	6,2779	6,2779	2,6130
012	11 %	20 %	1	1691	8,9629	0,3576	1828	8,5459	3,3198	8,5459	4,4598	4,4598	69,9478	6,2779	6,2779	2,6130
013	11 %	25 %	1	1583	8,5235	0,3510	1828	8,5459	3,3198	8,5459	4,4598	4,4598	69,9478	6,2779	6,2779	2,6130
014	13 %	15 %	1	1800	9,4926	0,3650	1784	8,0430	3,0728	8,0430	4,1683	4,1683	69,1304	6,2424	6,2424	2,4850
015	13 %	20 %	1	1691	8,9629	0,3576	1784	8,0430	3,0728	8,0430	4,1683	4,1683	69,1304	6,2424	6,2424	2,4850
016	13 %	25 %	1	1583	8,5235	0,3510	1784	8,0430	3,0728	8,0430	4,1683	4,1683	69,1304	6,2424	6,2424	2,4850
017	0 %	0 %	2	2125	20,8414	0,3522	2067	21,3095	9,4876	21,3095	11,7000	11,7000	78,7382	6,4732	6,4732	5,9110
018	5 %	15 %	2	1800	16,6153	0,3283	1958	16,8608	6,9890	16,8608	9,0208	9,0208	75,1916	6,3844	6,3844	4,9359
019	5 %	20 %	2	1691	15,6575	0,3224	1958	16,8608	6,9890	16,8608	9,0208	9,0208	75,1916	6,3844	6,3844	4,9359
020	5 %	25 %	2	1583	14,8588	0,3171	1958	16,8608	6,9890	16,8608	9,0208	9,0208	75,1916	6,3844	6,3844	4,9359
021	7 %	15 %	2	1800	16,6153	0,3283	1915	15,5652	6,3064	15,5652	8,2560	8,2560	74,0098	6,3489	6,3489	4,6294
022	7 %	20 %	2	1691	15,6575	0,3224	1915	15,5652	6,3064	15,5652	8,2560	8,2560	74,0098	6,3489	6,3489	4,6294
023	7 %	25 %	2	1583	14,8588	0,3171	1915	15,5652	6,3064	15,5652	8,2560	8,2560	74,0098	6,3489	6,3489	4,6294
024	9 %	15 %	2	1800	16,6153	0,3283	1871	14,4552	5,7388	14,4552	7,6067	7,6067	72,9168	6,3134	6,3134	4,3582
025	9 %	20 %	2	1691	15,6575	0,3224	1871	14,4552	5,7388	14,4552	7,6067	7,6067	72,9168	6,3134	6,3134	4,3582
026	9 %	25 %	2	1583	14,8588	0,3171	1871	14,4552	5,7388	14,4552	7,6067	7,6067	72,9168	6,3134	6,3134	4,3582

Tabelle 7.18 : Homogenisierte Werte für Filz- und UD-Lagen mit unterschiedlichen Methoden und Porositäten (Werte von Frau Dr. Piat, 2009). (cont.)

Sim.	Porosität		Methode	Filz-Lage			UD-Lage									
	UD	Filz		Dichte Kg/m ³	E GPa	ν	Dichte Kg/m ³	D ₁₁₁₁ GPa	D ₁₁₂₂ GPa	D ₂₂₂₂ GPa	D ₁₁₃₃ GPa	D ₂₂₃₃ GPa	D ₃₃₃₃ GPa	D ₁₂₁₂ GPa	D ₁₃₁₃ GPa	D ₂₃₂₃ GPa
027	11 %	15 %	2	1800	16,6153	0,3283	1828	13,4930	5,2602	13,4930	7,0485	7,0485	71,8937	6,2779	6,2779	4,1164
028	11 %	20 %	2	1691	15,6575	0,3224	1828	13,4930	5,2602	13,4930	7,0485	7,0485	71,8937	6,2779	6,2779	4,1164
029	11 %	25 %	2	1583	14,8588	0,3171	1828	13,4930	5,2602	13,4930	7,0485	7,0485	71,8937	6,2779	6,2779	4,1164
030	13 %	15 %	2	1800	16,6153	0,3283	1784	12,6508	4,8515	12,6508	6,5632	6,5632	70,9265	6,2424	6,2424	3,8996
031	13 %	20 %	2	1691	15,6575	0,3224	1784	12,6508	4,8515	12,6508	6,5632	6,5632	70,9265	6,2424	6,2424	3,8996
032	13 %	25 %	2	1583	14,8588	0,3171	1784	12,6508	4,8515	12,6508	6,5632	6,5632	70,9265	6,2424	6,2424	3,8996
033	0 %	0 %	3	2125	11,8429	0,3952	2067	18,4018	11,9389	18,4018	11,5292	11,5292	78,6063	6,4732	6,4732	3,2315
034	5 %	15 %	4	1691	8,9629	0,3576	1958	14,7205	9,0133	14,7205	7,8678	7,8678	63,1112	6,2164	6,2164	3,0318
035	5 %	20 %	5	1691	8,9629	0,3576	1958	14,4629	8,8189	14,4629	8,0527	8,0527	65,6866	6,2205	6,2205	3,0228
036	5 %	25 %	6	1691	8,9629	0,3576	1958	14,2182	8,6360	14,2182	8,2599	8,2599	68,4848	6,2246	6,2246	3,0139
037	7 %	15 %	4	1691	8,9629	0,3576	1915	13,5865	8,1498	13,5865	6,8678	6,8678	58,4218	6,1169	6,1169	2,9542
038	7 %	20 %	5	1691	8,9629	0,3576	1915	13,2723	7,9172	13,2723	7,0850	7,0850	61,5906	6,1226	6,1226	2,9420
039	7 %	25 %	6	1691	8,9629	0,3576	1915	12,9784	7,7023	12,9784	7,3366	7,3366	65,1279	6,1284	6,1284	2,9300
040	9 %	15 %	4	1691	8,9629	0,3576	1871	12,5890	7,4071	12,5890	6,0403	6,0403	54,3347	6,0190	6,0190	2,8779
041	9 %	20 %	5	1691	8,9629	0,3576	1871	12,2347	7,1495	12,2347	6,2768	6,2768	57,9418	6,0265	6,0265	2,8628
042	9 %	25 %	6	1691	8,9629	0,3576	1871	11,9074	6,9152	11,9074	6,5591	6,5591	62,0683	6,0340	6,0340	2,8478
043	11 %	15 %	4	1691	8,9629	0,3576	1828	11,7033	6,7619	11,7033	5,3472	5,3472	50,7373	5,9228	5,9228	2,8027
044	11 %	20 %	5	1691	8,9629	0,3576	1828	11,3212	6,4888	11,3212	5,5940	5,5940	54,6660	5,9320	5,9320	2,7849
045	11 %	25 %	6	1691	8,9629	0,3576	1828	10,9719	6,2438	10,9719	5,8967	5,8967	59,2614	5,9413	5,9413	2,7673
046	13 %	15 %	4	1691	8,9629	0,3576	1784	10,9106	6,1963	10,9106	4,7604	4,7604	47,5443	5,8283	5,8283	2,7287
047	13 %	20 %	5	1691	8,9629	0,3576	1784	10,5099	5,9147	10,5099	5,0115	5,0115	51,7054	5,8393	5,8393	2,7084
048	13 %	25 %	6	1691	8,9629	0,3576	1784	10,1470	5,6652	10,1470	5,3266	5,3266	56,6726	5,8503	5,8503	2,6884
049	0 %	0 %	7	1691	20,8414	0,3522	2067	18,4018	11,9389	18,4018	11,5292	11,5292	78,6063	6,4732	6,4732	3,2315
050	5 %	15 %	8	1691	15,6575	0,3224	1958	14,7205	9,0133	14,7205	7,8678	7,8678	63,1112	6,2164	6,2164	3,0318
051	5 %	20 %	9	1691	15,6575	0,3224	1958	14,4629	8,8189	14,4629	8,0527	8,0527	65,6866	6,2205	6,2205	3,0228
052	5 %	25 %	10	1691	15,6575	0,3224	1958	14,2182	8,6360	14,2182	8,2599	8,2599	68,4848	6,2246	6,2246	3,0139

Tabelle 7.19 : Homogenisierte Werte für Filz- und UD-Lagen mit unterschiedlichen Methoden und Porositäten (Werte von Frau Dr. Piat, 2009). (cont.)

Sim.	Porosität		Methode	Filz-Lage			UD-Lage									
	UD	Filz		Dichte Kg/m ³	E GPa	ν	Dichte Kg/m ³	D ₁₁₁₁ GPa	D ₁₁₂₂ GPa	D ₂₂₂₂ GPa	D ₁₁₃₃ GPa	D ₂₂₃₃ GPa	D ₃₃₃₃ GPa	D ₁₂₁₂ GPa	D ₁₃₁₃ GPa	D ₂₃₂₃ GPa
053	7 %	15 %	8	1691	15,6575	0,3224	1915	13,5865	8,1498	13,5865	6,8678	6,8678	58,4218	6,1169	6,1169	2,9542
054	7 %	20 %	9	1691	15,6575	0,3224	1915	13,2723	7,9172	13,2723	7,0850	7,0850	61,5906	6,1226	6,1226	2,9420
055	7 %	25 %	10	1691	15,6575	0,3224	1915	12,9784	7,7023	12,9784	7,3366	7,3366	65,1279	6,1284	6,1284	2,9300
056	9 %	15 %	8	1691	15,6575	0,3224	1871	12,5890	7,4071	12,5890	6,0403	6,0403	54,3347	6,0190	6,0190	2,8779
057	9 %	20 %	9	1691	15,6575	0,3224	1871	12,2347	7,1495	12,2347	6,2768	6,2768	57,9418	6,0265	6,0265	2,8628
058	9 %	25 %	10	1691	15,6575	0,3224	1871	11,9074	6,9152	11,9074	6,5591	6,5591	62,0683	6,0340	6,0340	2,8478
059	11 %	15 %	8	1691	15,6575	0,3224	1828	11,7033	6,7619	11,7033	5,3472	5,3472	50,7373	5,9228	5,9228	2,8027
060	11 %	20 %	9	1691	15,6575	0,3224	1828	11,3212	6,4888	11,3212	5,5940	5,5940	54,6660	5,9320	5,9320	2,7849
061	11 %	25 %	10	1691	15,6575	0,3224	1828	10,9719	6,2438	10,9719	5,8967	5,8967	59,2614	5,9413	5,9413	2,7673
062	13 %	15 %	8	1691	15,6575	0,3224	1784	10,9106	6,1963	10,9106	4,7604	4,7604	47,5443	5,8283	5,8283	2,7287
063	13 %	20 %	9	1691	15,6575	0,3224	1784	10,5099	5,9147	10,5099	5,0115	5,0115	51,7054	5,8393	5,8393	2,7084
064	13 %	25 %	10	1691	15,6575	0,3224	1784	10,1470	5,6652	10,1470	5,3266	5,3266	56,6726	5,8503	5,8503	2,6884

Methoden:

- 1) Filz-Lage: Berechnung nach [PIA2006a]. Werte für isotropen PyC durch Reuss-Mittelung.
UD-Lage: Berechnung nach [TSU05]. Homogenisierung von PyC und C-Fasern in Faserlängsrichtung durch Reuss-Mittelung.
- 2) Filz-Lage: Berechnung nach [PIA2006a]. Werte für isotropen PyC durch Voigt-Mittelung.
UD-Lage: Berechnung nach [TSU05]. Homogenisierung von PyC und C-Fasern in Faserlängsrichtung durch Voigt-Mittelung.
- 3) Porosität = 0. Sonst analog zu 4-6.
- 4) Filz-Lage: Berechnung nach [PIA2006a]. Werte für isotropen PyC durch Reuss -Mittelung.
UD-Lage: Berechnung nach [SEV05]. Anteil prolater Poren 70 %, Anteil oblater Poren 30 %.
- 5) Filz-Lage: Berechnung nach [PIA2006a]. Werte für isotropen PyC durch Reuss -Mittelung.
UD-Lage: Berechnung nach [SEV05]. Anteil prolater Poren 80 %, Anteil oblater Poren 20 %.
- 6) Filz-Lage: Berechnung nach [PIA2006a]. Werte für isotropen PyC durch Reuss -Mittelung.
UD-Lage: Berechnung nach [SEV05]. Anteil prolater Poren 90 %, Anteil oblater Poren 10 %.
- 7-10) Analog zu Mittelungen 3-6, mit Mittelung von C-Fasern und PyC nach Voigt.

Tabelle 7.20 : Berechnete elastische Konstanten des 2D-Laminat-Werkstoffs (UD-Lagen in 0°/90° Orientierung).

Sim.	Porosität UD	Porosität Filz	Methode	Dichte Kg/m ³	C ₁₁ GPa	C ₂₂ GPa	C ₃₃ GPa	C ₁₂ GPa	C ₁₃ GPa	C ₂₃ GPa	C ₄₄ GPa	C ₅₅ GPa	C ₆₆ GPa
001	0 %	0 %	1	2080	39,166	8,531	7,829	39,166	7,829	14,734	4,582	4,582	5,978
002	5 %	15 %	1	1923	35,739	6,289	5,691	35,739	5,691	11,465	3,994	3,994	5,738
003	5 %	20 %	1	1899	35,501	6,130	5,559	35,501	5,559	11,292	3,941	3,941	5,699
004	5 %	25 %	1	1876	35,301	5,995	5,443	35,301	5,443	11,134	3,893	3,893	5,666
005	7 %	15 %	1	1890	35,020	5,882	5,275	35,020	5,275	10,745	3,869	3,869	5,711
006	7 %	20 %	1	1866	34,791	5,732	5,158	34,791	5,158	10,593	3,818	3,818	5,672
007	7 %	25 %	1	1842	34,599	5,605	5,053	34,599	5,053	10,455	3,773	3,773	5,639
008	9 %	15 %	1	1855	34,368	5,532	4,917	34,368	4,917	10,115	3,751	3,751	5,683
009	9 %	20 %	1	1831	34,147	5,389	4,811	34,147	4,811	9,980	3,703	3,703	5,644
010	9 %	25 %	1	1808	33,962	5,269	4,717	33,962	4,717	9,858	3,661	3,661	5,611
011	11 %	15 %	1	1822	33,772	5,229	4,606	33,772	4,606	9,560	3,641	3,641	5,656
012	11 %	20 %	1	1798	33,557	5,092	4,510	33,557	4,510	9,440	3,596	3,596	5,616
013	11 %	25 %	1	1774	33,377	4,978	4,424	33,377	4,424	9,330	3,556	3,556	5,584
014	13 %	15 %	1	1788	33,219	4,962	4,333	33,219	4,333	9,067	3,537	3,537	5,628
015	13 %	20 %	1	1764	33,010	4,831	4,245	33,010	4,245	8,959	3,495	3,495	5,588
016	13 %	25 %	1	1740	32,835	4,721	4,167	32,835	4,167	8,859	3,457	3,457	5,556
017	0 %	0 %	2	2080	46,032	12,889	11,781	46,032	11,781	23,214	6,464	6,464	6,747
018	5 %	15 %	2	1923	41,069	9,603	8,655	41,069	8,655	18,112	5,707	5,707	6,355
019	5 %	20 %	2	1899	40,709	9,391	8,487	40,709	8,487	17,868	5,642	5,642	6,281
020	5 %	25 %	2	1876	40,404	9,210	8,335	40,404	8,335	17,643	5,584	5,584	6,219
021	7 %	15 %	2	1890	40,056	8,958	8,000	40,056	8,000	16,934	5,531	5,531	6,328
022	7 %	20 %	2	1866	39,708	8,758	7,851	39,708	7,851	16,720	5,470	5,470	6,254
023	7 %	25 %	2	1842	39,413	8,588	7,717	39,413	7,717	16,523	5,415	5,415	6,192
024	9 %	15 %	2	1855	39,151	8,404	7,436	39,151	7,436	15,901	5,366	5,366	6,300
025	9 %	20 %	2	1831	38,813	8,214	7,303	38,813	7,303	15,712	5,309	5,309	6,226
026	9 %	25 %	2	1808	38,526	8,052	7,182	38,526	7,182	15,538	5,257	5,257	6,164

Tabelle 7.21 : Berechnete elastische Konstanten des 2D-Laminat-Werkstoffs (UD-Lagen in 0°/90° Orientierung). (cont.)

Sim.	Porosität UD	Porosität Filz	Methode	Dichte Kg/m ³	C ₁₁ GPa	C ₂₂ GPa	C ₃₃ GPa	C ₁₂ GPa	C ₁₃ GPa	C ₂₃ GPa	C ₄₄ GPa	C ₅₅ GPa	C ₆₆ GPa
027	11 %	15 %	2	1822	38,333	7,921	6,944	38,333	6,944	14,987	5,209	5,209	6,273
028	11 %	20 %	2	1798	38,002	7,739	6,824	38,002	6,824	14,819	5,156	5,156	6,199
029	11 %	25 %	2	1774	37,723	7,584	6,715	37,723	6,715	14,664	5,107	5,107	6,136
030	13 %	15 %	2	1788	37,585	7,498	6,512	37,585	6,512	14,172	5,062	5,062	6,245
031	13 %	20 %	2	1764	37,262	7,322	6,402	37,262	6,402	14,022	5,011	5,011	6,171
032	13 %	25 %	2	1740	36,988	7,173	6,304	36,988	6,304	13,883	4,965	4,965	6,108
033	0 %	0 %	3	2080	43,030	12,389	12,489	43,030	12,489	19,479	4,296	4,296	5,978
034	5 %	15 %	4	1899	33,560	7,979	8,407	33,560	8,407	14,759	3,874	3,874	5,568
035	5 %	20 %	5	1899	34,471	8,113	8,404	34,471	8,404	14,556	3,869	3,869	5,572
036	5 %	25 %	6	1899	35,469	8,268	8,414	35,469	8,414	14,362	3,864	3,864	5,575
037	7 %	15 %	4	1866	31,282	7,200	7,670	31,282	7,670	13,856	3,809	3,809	5,491
038	7 %	20 %	5	1866	32,405	7,355	7,661	32,405	7,661	13,601	3,802	3,802	5,496
039	7 %	25 %	6	1866	33,675	7,544	7,673	33,675	7,673	13,360	3,795	3,795	5,500
040	9 %	15 %	4	1831	29,277	6,539	7,028	29,277	7,028	13,037	3,745	3,745	5,415
041	9 %	20 %	5	1831	30,558	6,706	7,013	30,558	7,013	12,740	3,736	3,736	5,421
042	9 %	25 %	6	1831	32,046	6,916	7,026	32,046	7,026	12,462	3,727	3,727	5,427
043	11 %	15 %	4	1798	27,497	5,973	6,464	27,497	6,464	12,288	3,680	3,680	5,340
044	11 %	20 %	5	1798	28,895	6,145	6,443	28,895	6,443	11,958	3,670	3,670	5,347
045	11 %	25 %	6	1798	30,559	6,370	6,456	30,559	6,456	11,654	3,659	3,659	5,354
046	13 %	15 %	4	1764	25,908	5,484	5,965	25,908	5,965	11,600	3,616	3,616	5,266
047	13 %	20 %	5	1764	27,390	5,655	5,937	27,390	5,937	11,245	3,603	3,603	5,275
048	13 %	25 %	6	1764	29,195	5,890	5,951	29,195	5,951	10,920	3,591	3,591	5,284
049	0 %	0 %	7	1984	44,979	12,799	12,627	44,979	12,627	20,473	4,779	4,779	6,747
050	5 %	15 %	8	1899	35,226	8,481	8,803	35,226	8,803	15,956	4,379	4,379	6,150
051	5 %	20 %	9	1899	36,137	8,615	8,793	36,137	8,793	15,720	4,373	4,373	6,154
052	5 %	25 %	10	1899	37,136	8,771	8,798	37,136	8,798	15,494	4,366	4,366	6,157

Tabelle 7.22 : Berechnete elastische Konstanten des 2D-Laminat-Werkstoffs (UD-Lagen in 0°/90° Orientierung). (cont.)

Sim.	Porosität UD	Porosität Filz	Methode	Dichte Kg/m ³	C ₁₁ GPa	C ₂₂ GPa	C ₃₃ GPa	C ₁₂ GPa	C ₁₃ GPa	C ₂₃ GPa	C ₄₄ GPa	C ₅₅ GPa	C ₆₆ GPa
053	7 %	15 %	8	1866	32,911	7,666	7,984	32,911	7,984	14,906	4,296	4,296	6,073
054	7 %	20 %	9	1866	34,034	7,820	7,968	34,034	7,968	14,611	4,288	4,288	6,078
055	7 %	25 %	10	1866	35,304	8,009	7,975	35,304	7,975	14,333	4,279	4,279	6,082
056	9 %	15 %	8	1831	30,879	6,978	7,276	30,879	7,276	13,963	4,215	4,215	5,997
057	9 %	20 %	9	1831	32,160	7,144	7,254	32,160	7,254	13,623	4,204	4,204	6,003
058	9 %	25 %	10	1831	33,648	7,354	7,262	33,648	7,262	13,305	4,192	4,192	6,009
059	11 %	15 %	8	1798	29,080	6,392	6,660	29,080	6,660	13,107	4,133	4,133	5,922
060	11 %	20 %	9	1798	30,477	6,562	6,631	30,477	6,631	12,732	4,120	4,120	5,929
061	11 %	25 %	10	1798	32,141	6,788	6,640	32,141	6,640	12,388	4,106	4,106	5,936
062	13 %	15 %	8	1764	27,475	5,887	6,117	27,475	6,117	12,327	4,052	4,052	5,849
063	13 %	20 %	9	1764	28,957	6,058	6,083	28,957	6,083	11,927	4,036	4,036	5,857
064	13 %	25 %	10	1764	30,762	6,293	6,093	30,762	6,093	11,562	4,021	4,021	5,866

Methoden:

- 1) Filz-Lage: Berechnung nach [PIA2006a]. Werte für isotropen PyC durch Reuss-Mittelung.
UD-Lage: Berechnung nach [TSU05]. Homogenisierung von PyC und C-Fasern in Faserlängsrichtung durch Reuss-Mittelung.
- 2) Filz-Lage: Berechnung nach [PIA2006a]. Werte für isotropen PyC durch Voigt-Mittelung.
UD-Lage: Berechnung nach [TSU05]. Homogenisierung von PyC und C-Fasern in Faserlängsrichtung durch Voigt-Mittelung.
- 3) Porosität = 0. Sonst analog zu 4-6.
- 4) Filz-Lage: Berechnung nach [PIA2006a]. Werte für isotropen PyC durch Reuss -Mittelung.
UD-Lage: Berechnung nach [SEV05]. Anteil prolater Poren 70 %, Anteil oblater Poren 30 %.
- 5) Filz-Lage: Berechnung nach [PIA2006a]. Werte für isotropen PyC durch Reuss -Mittelung.
UD-Lage: Berechnung nach [SEV05]. Anteil prolater Poren 80 %, Anteil oblater Poren 20 %.
- 6) Filz-Lage: Berechnung nach [PIA2006a]. Werte für isotropen PyC durch Reuss -Mittelung.
UD-Lage: Berechnung nach [SEV05]. Anteil prolater Poren 90 %, Anteil oblater Poren 10 %.
- 7-10) Analog zu Mittelungen 3-6, mit Mittelung von C-Fasern und PyC nach Voigt.

Tabelle 7.23 : Berechnete elastische Konstanten des 2D-Laminat-Werkstoffs (UD-Lagen in 0° Orientierung).

Sim.	Porosität UD	Porosität Filz	Methode	Dichte Kg/m ³	C ₁₁ GPa	C ₂₂ GPa	C ₃₃ GPa	C ₁₂ GPa	C ₁₃ GPa	C ₂₃ GPa	C ₄₄ GPa	C ₅₅ GPa	C ₆₆ GPa
001	0 %	0 %	1	2080	63,456	8,506	8,428	14,925	7,230	14,734	5,797	3,789	5,978
002	5 %	15 %	1	1923	59,970	6,264	6,231	11,559	5,150	11,465	5,384	3,175	5,738
003	5 %	20 %	1	1899	59,720	6,105	6,091	11,333	5,027	11,292	5,287	3,141	5,699
004	5 %	25 %	1	1876	59,508	5,970	5,968	11,144	4,918	11,134	5,201	3,110	5,666
005	7 %	15 %	1	1890	59,189	5,856	5,801	10,902	4,748	10,745	5,365	3,025	5,711
006	7 %	20 %	1	1866	58,949	5,707	5,677	10,684	4,639	10,593	5,268	2,994	5,672
007	7 %	25 %	1	1842	58,746	5,580	5,566	10,502	4,541	10,455	5,183	2,967	5,639
008	9 %	15 %	1	1855	58,452	5,506	5,428	10,336	4,406	10,115	5,344	2,889	5,683
009	9 %	20 %	1	1831	58,220	5,364	5,315	10,125	4,307	9,980	5,249	2,861	5,644
010	9 %	25 %	1	1808	58,025	5,244	5,215	9,949	4,219	9,858	5,164	2,836	5,611
011	11 %	15 %	1	1822	57,750	5,203	5,102	9,844	4,110	9,560	5,325	2,766	5,656
012	11 %	20 %	1	1798	57,525	5,067	4,999	9,640	4,020	9,440	5,230	2,740	5,616
013	11 %	25 %	1	1774	57,336	4,953	4,908	9,468	3,940	9,330	5,146	2,717	5,584
014	13 %	15 %	1	1788	57,076	4,936	4,813	9,413	3,853	9,067	5,305	2,653	5,628
015	13 %	20 %	1	1764	56,858	4,806	4,719	9,213	3,770	8,959	5,210	2,629	5,588
016	13 %	25 %	1	1740	56,674	4,696	4,636	9,046	3,697	8,859	5,127	2,608	5,556
017	0 %	0 %	2	2080	68,499	12,851	12,718	23,641	10,844	23,214	6,712	6,234	6,747
018	5 %	15 %	2	1923	63,854	9,563	9,504	18,364	7,807	18,112	6,355	5,179	6,355
019	5 %	20 %	2	1899	63,478	9,352	9,324	18,019	7,650	17,868	6,275	5,125	6,281
020	5 %	25 %	2	1876	63,158	9,171	9,162	17,728	7,508	17,643	6,202	5,077	6,219
021	7 %	15 %	2	1890	62,895	8,918	8,825	17,298	7,175	16,934	6,328	4,913	6,328
022	7 %	20 %	2	1866	62,532	8,719	8,666	16,964	7,037	16,720	6,248	4,865	6,254
023	7 %	25 %	2	1842	62,223	8,548	8,522	16,681	6,912	16,523	6,177	4,821	6,192
024	9 %	15 %	2	1855	62,003	8,364	8,235	16,379	6,637	15,901	6,300	4,673	6,300
025	9 %	20 %	2	1831	61,651	8,174	8,092	16,054	6,513	15,712	6,221	4,629	6,226
026	9 %	25 %	2	1808	61,352	8,012	7,963	15,779	6,401	15,538	6,150	4,590	6,164

Tabelle 7.24 : Berechnete elastische Konstanten des 2D-Laminat-Werkstoffs (UD-Lagen in 0° Orientierung). (cont.)

Sim.	Porosität UD	Porosität Filz	Methode	Dichte Kg/m ³	C ₁₁ GPa	C ₂₂ GPa	C ₃₃ GPa	C ₁₂ GPa	C ₁₃ GPa	C ₂₃ GPa	C ₄₄ GPa	C ₅₅ GPa	C ₆₆ GPa
027	11 %	15 %	2	1822	61,165	7,881	7,716	15,580	6,172	14,987	6,273	4,454	6,273
028	11 %	20 %	2	1798	60,822	7,699	7,587	15,261	6,060	14,819	6,195	4,415	6,199
029	11 %	25 %	2	1774	60,531	7,545	7,471	14,993	5,959	14,664	6,124	4,379	6,136
030	13 %	15 %	2	1788	60,372	7,459	7,257	14,877	5,766	14,172	6,245	4,256	6,245
031	13 %	20 %	2	1764	60,036	7,284	7,140	14,564	5,664	14,022	6,168	4,220	6,171
032	13 %	25 %	2	1740	59,753	7,135	7,034	14,301	5,573	13,883	6,098	4,187	6,108
033	0 %	0 %	3	2080	66,431	12,388	12,320	19,632	12,658	19,479	5,797	3,413	5,978
034	5 %	15 %	4	1899	52,394	7,965	7,961	14,753	8,854	14,759	5,196	3,088	5,568
035	5 %	20 %	5	1899	54,399	8,107	8,104	14,555	8,704	14,556	5,199	3,081	5,572
036	5 %	25 %	6	1899	56,575	8,267	8,266	14,366	8,562	14,362	5,201	3,073	5,575
037	7 %	15 %	4	1866	48,725	7,182	7,162	13,876	8,179	13,856	5,142	3,025	5,491
038	7 %	20 %	5	1866	51,196	7,347	7,330	13,630	7,993	13,601	5,146	3,015	5,496
039	7 %	25 %	6	1866	53,954	7,542	7,527	13,399	7,819	13,360	5,148	3,005	5,500
040	9 %	15 %	4	1831	45,509	6,516	6,478	13,091	7,579	13,037	5,088	2,962	5,415
041	9 %	20 %	5	1831	48,326	6,697	6,660	12,810	7,366	12,740	5,092	2,950	5,421
042	9 %	25 %	6	1831	51,548	6,915	6,881	12,547	7,171	12,462	5,096	2,938	5,427
043	11 %	15 %	4	1798	42,666	5,946	5,887	12,383	7,042	12,288	5,034	2,900	5,340
044	11 %	20 %	5	1798	45,738	6,134	6,075	12,075	6,810	11,958	5,039	2,885	5,347
045	11 %	25 %	6	1798	49,331	6,368	6,313	11,792	6,600	11,654	5,045	2,870	5,354
046	13 %	15 %	4	1764	40,134	5,453	5,371	11,742	6,558	11,600	4,981	2,838	5,266
047	13 %	20 %	5	1764	43,391	5,643	5,561	11,414	6,313	11,245	4,987	2,821	5,275
048	13 %	25 %	6	1764	47,279	5,888	5,810	11,115	6,093	10,920	4,993	2,804	5,284
049	0 %	0 %	7	1984	68,378	12,798	12,450	21,584	12,804	20,473	6,712	3,711	6,747
050	5 %	15 %	8	1899	54,037	8,466	8,320	16,444	9,285	15,956	6,148	3,401	6,150
051	5 %	20 %	9	1899	56,049	8,609	8,470	16,238	9,117	15,720	6,152	3,392	6,154
052	5 %	25 %	10	1899	58,234	8,769	8,639	16,041	8,958	15,494	6,155	3,383	6,157

Tabelle 7.25 : Berechnete elastische Konstanten des 2D-Laminat-Werkstoffs (UD-Lagen in 0° Orientierung). (cont.)

Sim.	Porosität UD	Porosität Filz	Methode	Dichte Kg/m ³	C ₁₁ GPa	C ₂₂ GPa	C ₃₃ GPa	C ₁₂ GPa	C ₁₃ GPa	C ₂₃ GPa	C ₄₄ GPa	C ₅₅ GPa	C ₆₆ GPa
053	7 %	15 %	8	1866	50,333	7,645	7,437	15,530	8,531	14,906	6,072	3,324	6,073
054	7 %	20 %	9	1866	52,811	7,812	7,611	15,275	8,324	14,611	6,077	3,312	6,078
055	7 %	25 %	10	1866	55,576	8,007	7,818	15,035	8,131	14,333	6,081	3,300	6,082
056	9 %	15 %	8	1831	47,092	6,953	6,687	14,716	7,866	13,963	5,997	3,249	5,997
057	9 %	20 %	9	1831	49,915	7,133	6,876	14,425	7,631	13,623	6,003	3,234	6,003
058	9 %	25 %	10	1831	53,145	7,352	7,107	14,155	7,417	13,305	6,008	3,219	6,009
059	11 %	15 %	8	1798	44,232	6,363	6,043	13,986	7,276	13,107	5,922	3,174	5,922
060	11 %	20 %	9	1798	47,309	6,550	6,240	13,669	7,022	12,732	5,929	3,156	5,929
061	11 %	25 %	10	1798	50,908	6,786	6,488	13,378	6,793	12,388	5,936	3,138	5,936
062	13 %	15 %	8	1764	41,688	5,855	5,486	13,327	6,748	12,327	5,848	3,100	5,849
063	13 %	20 %	9	1764	44,949	6,045	5,684	12,991	6,482	11,927	5,857	3,079	5,857
064	13 %	25 %	10	1764	48,842	6,291	5,944	12,687	6,243	11,562	5,865	3,059	5,866

Methoden:

- 1) Filz-Lage: Berechnung nach [PIA2006a]. Werte für isotropen PyC durch Reuss-Mittelung.
UD-Lage: Berechnung nach [TSU05]. Homogenisierung von PyC und C-Fasern in Faserlängsrichtung durch Reuss-Mittelung.
- 2) Filz-Lage: Berechnung nach [PIA2006a]. Werte für isotropen PyC durch Voigt-Mittelung.
UD-Lage: Berechnung nach [TSU05]. Homogenisierung von PyC und C-Fasern in Faserlängsrichtung durch Voigt-Mittelung.
- 3) Porosität = 0. Sonst analog zu 4-6.
- 4) Filz-Lage: Berechnung nach [PIA2006a]. Werte für isotropen PyC durch Reuss -Mittelung.
UD-Lage: Berechnung nach [SEV05]. Anteil prolater Poren 70 %, Anteil oblater Poren 30 %.
- 5) Filz-Lage: Berechnung nach [PIA2006a]. Werte für isotropen PyC durch Reuss -Mittelung.
UD-Lage: Berechnung nach [SEV05]. Anteil prolater Poren 80 %, Anteil oblater Poren 20 %.
- 6) Filz-Lage: Berechnung nach [PIA2006a]. Werte für isotropen PyC durch Reuss -Mittelung.
UD-Lage: Berechnung nach [SEV05]. Anteil prolater Poren 90 %, Anteil oblater Poren 10 %.
- 7-10) Analog zu Mittelungen 3-6, mit Mittelung von C-Fasern und PyC nach Voigt.

8 Literaturangaben

- [ADA94] R. Adams, L. Bischof, *Seeded Region Growing*. IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence. **6** 641-647, **1994**
- [ASH05] M. F. Ashby, *Materials Selection and Mechanical Design*. Elsevier Butterworth-Heinemann Verlag, Burlington, **2005**
- [BAR00] J. Baruchel, J.-Y. Buffière, E. Maire, P. Merle, G. Peix, *X-ray Tomography in Materials Science*, Hermes Science Publications, Paris, **2000**
- [BEN99] W. Benzinger, K. J. Hüttinger, *Why carbons of different structure are deposited in chemical vapour infiltration of porous structures*. In: 24th Biennial Conference on Carbon, Charleston, S.C., American Carbon Society, Vol. II, 560 **1999**
- [BER97] J.-M. Berthelot, *Composite materials: mechanical behavior and structural analysis*. Springer, **1997**
- [BOK65] J. C. Bokros, *The structure of pyrolytic carbon deposited in a fluidized bed*. Carbon, **3** 17-29, **1965**
- [BOK69] J. C. Bokros, *Deposition, Structure and Properties of Pyrolytic Carbon*. Chemistry and Physics of Carbon, **5** 1-118, **1969**
- [BOU00] X. Bourrat, B. Trouvat, G. Limousin, G. Vignoules, F. Doux, *Pyrocarbon anisotropy as measured by electron diffraction and polarized light*. Journal of Materials Research, **15** 92-101, **2000**
- [CES09] CES Education Pack 2009, CES Selector Version 5.1.0, Granta Design, Cambridge U. K., **2009**
- [CHE05] T. Chen, B. Reznik, D. Gerthsen, W. Zhang, K. Hüttinger, *Microscopical study of carbon/carbon composites obtained by chemical vapour infiltration of 0°/0°/90°/90° carbon fiber preforms*. Carbon, **43** 3088-3098, **2005**

- [COI03] O. Coindreau, G. Vignoles, P. Cloetens, *Direct 3D microscale imaging of carbon carbon composites with computed holotomography*. Nuclear Instruments and Methods in Physics B, **200** 308-314, **2003**
- [DAM00] R. J. Damani, A. Wanner, *Effect on annealing on the microstructure and elastic properties of plasma-sprayed alumina*. Journal of Materials Science, **35** 4307-4318, **2000**
- [DEL03] P. Delhaès (volumeeditor), *World of Carbon - Volume 2 Fibers and Composites*. Taylor & Francis, New York, USA, **2003**
- [DEL05] P. Delhaès, M. Trinquencoste, J.-F. Lines, A. Coscolluela, J.-M. Goyhénèche, M. Couzi, *Chemical vapor infiltration of C/C composites: Fast densification processes and matrix characterizations*. Carbon, **43** 681–691, **2005**
- [DEM71] H. H. Demarest, *Cube resonance method to determine the elastic constants of solids*. The Journal of the Acoustical Society of America, **49** 768-775, **1971**
- [DET94] J. Dettmann, *Fullerene: Die Bucky-Balls erobern die Chemie*. Birkhäuser Verlag, Basel Schweiz, **1994**
- [DIE71] R. J. Diefendorf, E. W. Tokarsky, *The relationship of structure to properties in graphite fibers*. Part I. USA Air Force Report AF33 (615)-70-C-1530, **1971**
- [DIE08] S. Dietrich, *Dreidimensionale Charakterisierung von Rissen und Poren in Kohlenstoff Verbundwerkstoffen durch Computer Tomographie*. Universität Karlsruhe (TH) (heutiges KIT), Diplomarbeit, **2008**
- [DIN993-2] DIN EN 993-2, *Prüfverfahren für dichte geformte feuerfeste Erzeugnisse – Teil 2: Bestimmung der Dichte*. Deutsches Institut für Normung, Berlin, **1995**
- [DIS02] P. Diss, J. Lamon, L. Carpentier, J.L. Loubet, P. Kapsa, *Sharp indentation behaviour of carbon/carbon composites and varieties of carbon*. Carbon, **40** 2567-2579, **2002**
- [DOM95] A. Domanivich, H. Peterlik, A. Wanner, K. Kromp, *Elastic moduli and interlaminar shear strength of a bidirectional C/C composite after heat treatment*. Composite Science and Technology, **53** 7-12, **1995**

- [DOU01] N. Douarche, D. Rouby, G. Peix, J.M. Jouin, *Relations between x-ray tomography, density and mechanical properties in carbon-carbon composites*. Carbon, **39** 1455-1465, **2001**
- [EKH08] A. Ekhlakov, S. Dimitrov, T.-H. Langhoff, E. Schnack, *Phase-field model for deposition of pyrolytic carbon*. Communications in numerical methods in engineering, **24** 2139–2154, **2008**
- [ERM04] R. Ermel, T. Beck, O. Vöhringer, *Mechanical properties and microstructure of carbon fibre reinforced carbon materials produced by chemical vapour infiltration*. Materials Science and Engineering A, **387-389** 845-851, **2004**
- [ERM06] R. Ermel, T. Beck, E. Kerscher, *Analysis of failure behaviour of carbon/carbon composites made by chemical vapour infiltration considering fibre, matrix and interface properties*. International Journal of Materials Research, **97** 1401-1409, **2006**
- [ESH57] J. D. Eshelby, *The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion and related problems*. Proceedings of Royal Society, **A241** 376-396, **1957**
- [EVE01] A. Every, W. Sachse (volume editors), *Handbook of Elastic Properties of Solids, Liquids, and Gases, Volume I Dynamic Methods for Measureing the Elastic Properties of Solids*. Academic Press San Diego, USA, **2001**
- [FIT98] E. Fitzer, L. M. Manocha, *Carbon Reinforcements and Carbon/Carbon Composites*. Springer Verlag, Berlin, **1998**
- [FRA09] Fraunhofer Institut für Chemische Technologie (ICT), *Jahresbericht 2008/09*. Pfinztal, **2009**
- [GAR07] G. Garces, G. Bruno, A. Wanner, *Load transfer in short fibre reinforced metal matrix composites*. Acta Materialia, **55** 5389–5400, **2007**
- [GAO93] F. Gao, J. W. Patrick, A. Walker, *The characterization of cracks and voids in two dimensional carbon-carbon composites*. Carbon, **31** 103-108, **1993**
- [GAU07] M. Gauweiler, *Verdichtungsverhalten bei der Gasphaseninfiltration einer Kohlenstoff-faservorform: Kombiniertes Einsatz von Röntgentomographie und Rasterelektronenmikroskopie*. Universität Karlsruhe (TH) (heutiges KIT), Diplomarbeit, **2007**

- [GAV90] A. C. Gavazzi, D. C. Lagoudas, *On the numerical evaluation of Eshelby's tensor and its application to elastoplastic fibrous composites*. Computational mechanics, **7** 13-19, **1990**
- [GEB10] J.-M. Gebert, B. Rezinik, R. Piat, B. Viering, K. Weidenmann, A. Wanner, O. Deutschmann, *Elastic constants of high-texture pyrolytic carbon measured by ultrasound phase spectroscopy*. Carbon, **48** 3647-3650, **2010**
- [GIB97] L.J. Gibson, M.F. Ashby, *Cellular solids, Structure and properties*. Cambridge University Press, Second edition, **1997**
- [GIB07] R.F. Gibson, *Principles of composite material mechanics*. CRC Preff, Boca Raton, USA, **2007**
- [GIR07] A. Giraud, Q. V. Huynh, D. Hoxha, D. Kondo, Effective poroelastic properties of transversely isotropic rock-like composites with arbitrarily oriented ellipsoidal inclusions. Mechanics of Materials, **39** 1006-1024, **2007**
- [GUE08] M. Guellali, R. Oberacker, M. J. Hoffmann, *Influence on heat treatment on microstructure and properties of highly textured pyrocarbons deposited during CVD at about 1100 °C and above 2000 °C*. Composite Science and Technology, **68** 1122-1130, **2008**
- [GOL03] I. Golecki, *Industrial Carbon Chemical Vapour Infiltration (CVI) Processes*. In: World of Carbon: Volume 2 Fibers and Composites. Taylor and Francis, New York, USA, **2003**
- [GRA66] R. J. Gray, J. V. Cathcart, *Polarized light microscopy of pyrolytic carbon deposits*. Journal of Nuclear Materials, **19** 81-89, **1966**
- [GRO07] D. Gross, Th. Seelig, *Bruchmechanik – Mit Einführung in die Mikromechanik*. Springer Verlag, 4. Auflage, **2007**
- [HAL76] D. K. Hale, *The physical properties of composite materials*. Journal of Materials Science, **11** 2105-41, **1976**
- [HAR07] H. Hart, *Organische Chemie*. Wiley-VCH, Weinheim, **2007**

- [HAU08] E. Hau, *Windkraftanlagen*. Springer Verlag Berlin Heidelberg, **2008**
- [HAS63] Z. Hashin, S. Shtrikman, A variational approach to the theory of the elastic behaviour of multiphase materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, **11** 127-140, **1963**
- [HEN02] E-Mail Korrespondenz von Herrn Dr. Henn und Herrn Prof. Dr. Hüttinger, 19.08.2002
- [HUE03] K. J. Hüttinger, *Fundamentals of chemical vapor deposition*. In: *World of Carbon: Volume 2 Fibers and Composites*. Taylor and Francis, New York, USA, **2003**
- [HOL68] R. Holland, *Resonant properties of piezoelectric ceramic rectangular parallelepipeds*. *The Journal of the Acoustical Society of America*, **43** 988-997, **1968**
- [JAE04] B. Jähne, *Practical handbook on image processing for scientific and technical applications*. CRC Press, Boca Raton, Florida, USA, **2004**
- [JOH87] D. J. Johnson, *Structure property relationships in carbon fibers*. *Journal of Physics D: Applied Physics*, **20** 287-291, **1987**
- [JUN99] H. K. Jung, Y. M. Cheong, H. J. Ryu, S. H. Hong, *Analysis of anisotropy in elastic constants of SiCp/2124 Al Metal Matrix Composites*. *Scripta Materialia*, **41** 1261-1667, **1999**
- [KAC94] M. Kachanov, I. Tsukrov, B. Shafiro, *Elastic moduli of solids with cavities of various shapes*. *Applied Mechanics Review*, **47** 151-174, **1994**
- [KAP09] G. Kaplan, T.W. Darling, K.R. McCall, *Resonant ultrasound spectroscopy and homogeneity in polycrystals*. *Ultrasonics*, **49** 139-142, **2009**
- [KAR80] H. Karplus, *Apparatur für checking the direction of polarization of shear wave ultrasonic transducers*. US Patent 4,238,725, United States Patent and Trademark Office, USA, **1980**
- [KEL94] A. Kelly, *Concise encyclopedia of composite materials*. Pergamon Press, **1994**
- [KRA86] J. Krautkrämer, H. Krautkrämer, *Werkstoffprüfung mittels Ultraschall*. Springer Verlag, **1986**

- [KRE08] W. Krenkel (Herausgeber), *Ceramic matrix composites: fiber reinforced ceramics and their applications*. Wiley-VCH Verlag, Weinheim, **2008**
- [KRO85] K. W. Kroto, J. R. Heath, S. C. O'Brien, R. F. Curl, R. E. Smally. *C₆₀: Buckminsterfulleren*. *Nature*, **318** 162-163, **1985**
- [KOL05] R. Kolman, J. Plešek, M. Landa, *Finite Element Computational Technology in Resonant Ultrasound Spectroscopy of Composite Materials*. *Materials Science Forum*, **482** 343-346, **2005**
- [KOO02] M. Koopman, K. K. Chawla, C. Coffin, B. R. Patterson, X. Deng, B. V. Patel, Z. Fang, G. Lockwood, *Determination of Elastic Constants in WC/Co Metal Matrix Composite by Resonant Ultrasound Spectroscopy and Impulse Excitation*. *Advanced Engineering Materials*, **4** 37-41, **2002**
- [KOS89] H. Kostka, S. Birkle, W. Küsebauch, *Pyrographit – Eigenschaften und Anwendung*. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, **20** 92-100, **1989**
- [LI08] A. Li, K. Norinaga, W. Zhang, O. Deutschmann, *Modeling and simulation of materials synthesis: Chemical vapor deposition and infiltration of pyrolytic carbon*. *Composites Science and Technology*, **68** 1097–1104, **2008**
- [LIU97] Y. Liu, Y. He, F. Chu, T. E. Mitchell, *Elastic properties of Laminated Calcium Aluminosilicate/Silicon Carbide Composite Determined by Resonant Ultrasound Spectroscopy*. *Journal of the American Ceramic Society*, **80** 142-148, **1997**
- [LEI97] R. G. Leisure, F. A. Willis, *Resonant Ultrasound Spectroscopy*. *Journal of Physics: Condensed Matter*, **9** 6001-6029, **1997**
- [LYN73] L.C. Lynnworth, E.P. Papadakis, W.R. Rea, *Ultrasonic measurements of phase and group velocity using continuous wave transmission techniques*. AMMRC CTR73-2 Final Report DAAG46-72-C-0186, **1973**
- [MCE93] B. McEnaney, T. J. Mays. *Relationship between microstructure and mechanical properties in carbon-carbon composites*. In: C. R. Thomas (Herausgeber). *Essentials of carbon-carbon composites*. Royal Society of Chemistry, Cambridge, England, 143-173, **1993**

- [MEN03] R. Menéndez, E. Casal, M. Granda, Liquid impregnation technique for carbon-carbon composites. In: *World of Carbon: Volume 2 Fibers and Composites*. Taylor and Francis, New York, USA, **2003**
- [MIG97] A. Migliori, J. Sarrao, *Resonant Ultrasound Spectroscopy: Applications to Physics, Materials Measurements, and Nondestructive Evaluation*. John Wiley & Sons, Inc., New York, USA, **1997**
- [NEI04] M. Neitzel, P. Mitschang, *Handbuch Verbundwerkstoffe: Werkstoffe, Verarbeitung, Anwendung*. Hanser Verlag, **2004**
- [NEM99] S. Nemat-Nasser, *HMicromechanics: overall properties of heterogeneous materials*. Elsevier, **1999**
- [NYE85] J. F. Nye, *Physical properties of crystals – Their Representation by Tensors and Matrices*. Oxford Science Publications, U. K., **1995**
- [OBE02] A. Obelin, *Pyrocarbons*. Carbon, **40** 7-24, **2002**
- [OHN76] I. Ohno, *Free vibration of a rectangular parallelepiped crystal and its application to determinatin of elastic constants of orthorhombic crystals*. Journal of physics of the earth, **24** 355–379, **1976**
- [OTS79] N. Otsu, *A threshold selection method from gray-level histograms*. IEEE Trans. Sys., Man., Cyber, **9** 62–66, **1979**
- [PAP61] J. Pappis, S.L. Blum, *Properties of pyrolytic graphite*. The Journal of the American Ceramic Society, **44** 592-597, **1961**
- [PAP63] E. Papadakis, H. Bernstein, *Elastic Moduli of Pyrolytic Graphite*. The Journal of the Acoustical Society of America, **35** 521-524, **1963**
- [PAP76] E.P. Papadakis, *Ultrasonic velocity and attenuation: measurement methods with scientific and industrial applications*. Physical Acoustics, **XII** 277-374, **1976**
- [PAP94] U. Papenburg, Faserverstärkte keramische Werkstoffe [CMC]. In: J. Kriegesmann (Herausgeber), Technische keramische Werkstoffe, Kapitel 4.4.1.0. Deutscher Wirtschaftsdienst, Köln, **1994**

- [PAR01] O. Paris, H. Peterlik, D. Loidl, C. Rau, T. Weitkamp, *Microcracks in carbon/carbon composites: A microtomography investigation using synchrotron radiation*. Materials Research Society Symposia Proceedings, **678** EE3.8.1-EE3.8.6, **2001**
- [PET94] H. Peterlik, A. Wanner, K. Kromp, *Einfluss der Graphitierungstemperatur auf Mikrostruktur und elastische Eigenschaften von C/C-Werkstoffen*. Fortschrittsberichte der Deutschen Keramischen Gesellschaft, **9** 228-240, **1994**
- [PFR04] A. Pfrang, *Von den Frühstadien der Pyrokohlenstoffabscheidung bis zum Kompositwerkstoff – Untersuchungen mit Rastersondenverfahren*. Dissertation, Universität Karlsruhe (TH) (heutiges KIT), **2004**
- [PFR07] A. Pfrang, K. Schladitz, A. Wiegmann, T. Schimmel, *Calculation of the Evolution of Surface Area and Free Volume During the Infiltration of Fiber Felts*. Chemical Vapour Deposition, **13** 705-715, **2007**
- [PIA03] R. Piat, E. Schnack, Hierarchical material modeling of carbon/carbon composites. Carbon, **41** 2121-2129, **2003**
- [PIA06] R. Piat, I. Tsukrov, N. Mladenov, M. Guellali, R. Ermel, T. Beck, E. Schnack, M. J. Hoffmann, *Material modeling of the CVI-infiltrated carbon felt II. Statistical study of the microstructure, numerical analysis and experimental validation*. Composites Science and Technology, **66** 2769-2775, **2006**
- [PIA08] R. Piat, et al., *Numerical studies of the influence of textural gradients on the local stress concentrations around fibers in carbon/carbon composites*. Communication of Numerical Methods in Engineering. **24** 2194-2205, **2008**
- [PIE75] H. O. Pierson, M. L. Lieberman, *The chemical vapor deposition of carbon on carbon fibers*. Carbon, **13** 159-166, **1975**
- [PIE93] H. O. Pierson, *Handbook of carbon, graphite, diamond and fullerenes: properties, processing and applications*. Park Ridge, New York, USA, **1993**
- [PIA06a] R. Piat, I. Tsukrov, N. Mladenov, V. Verijenko, M. Guellali, E. Schnack, M. J. Hoffmann, *Material modeling of the CVI-infiltrated carbon felt I: Basic formulae, theory and numerical experiments*. Composites Science and Technology **66** 2997–3003, **2006**

- [PIA06b] R. Piat, I. Tsukrov, N. Mladenov, M. Guellali, R. Ermel, T. Beck, E. Schnack, M.J. Hoffmann, *Material modeling of the CVI-infiltrated carbon felt II. Statistical study of the microstructure, numerical analysis and experimental validation*. Composites Science and Technology, **66** 2769–2775, **2006**
- [PIA09] R. Piat, T. Böhlke, S. Dietrich, J.-M. Gebert, A. Wanner, *Modeling of effective elastic properties of carbon/carbon laminates*. 17th International Conference on Composite Materials, 27.07 – 31.07.2009, Edinburgh, UK.
- [RAD17] J. Radon, *Über die Bestimmung von Funktionen durch ihre Integralwerte längs gewisser Mannigfaltigkeiten*. Berichte über die Verhandlungen, **69** 262-277, **1917**
- [REZ02] B. Reznik, K. J. Hüttinger, *On the terminology for pyrolytic carbon*. Carbon, **40** 621-624, **2002**
- [REZ03] B. Reznik, D. Gerthsen, W. Zhang, K. J. Hüttinger, *Texture changes in the matrix of an infiltrated carbon fiber felt studied by polarized light microscopy and selected area electron diffraction*. Carbon, **41** 376-380, **2003**
- [ROB07] K. Robb, O. Wirjadi, K. Schladitz, *Fiber orientation estimation from 3D image data: Practical algorithms and visualization and interpretation*. In: HIS 07: Proceedings of the 7th international conference on hybrid intelligent systems. Washington DC, USA. IEEE Computer society, **2007**
- [ROS99] J. Rose, *Ultrasonic Waves in Solid Media*. Cambridge University Press, **1999**
- [ROV01] D. Rovillaina, M. Trinquetosteb, E. Brunetona, A. Derré, P. Davida, P. Delhaès, *Film boiling chemical vapor infiltration: An experimental study on carbon/carbon composite materials*. Carbon, **39** 1355–1365, **2001**
- [SAC78] W. Sachse, Y.-H. Pao, *On the determination of phase and group velocities of dispersive waves in solids*. Journal of Applied Physics, **49** 4320-4327, **1978**
- [SCH02] J. Schreuer, *Elastic and Piezoelectric Properties of $La_3Ga_5SiO_{14}$ and $La_3Ga_{5.5}Ta_{0.5}O_{14}$: An Application of Resonant Ultrasound Spectroscopy*. IEEE Transactions on ultrasonic, Ferroelectrics, and Frequency control, **49** 1474-1479, **2002**

- [SCH06] J. Schulte-Fischedick, *Die Entstehung der Rissmuster während der Pyrolyse von CFK zur Herstellung von C/C-Werkstoffen*, Dissertation, Universität Stuttgart, **2006**
- [SCH07] J. Schulte-Fischedick, S. Seiz, N. Lutzenburger, A. Wanner, H. Voggenreiter, *The crack development on the micro- and mesoscopic scale during the pyrolysis of carbon fibre reinforced plastics to carbon/carbon composites*. Composites: Part A, **38** 2171-2181, **2007**
- [SCH73] E. Schreiber, O. L. Anderson, N. Soga, *Elastic constants and their measurement*, McGraw – Hill Book Company, **1973**
- [SEV05] I. Sevostianov, N. Yilmaza, V. Kushchb, V. Levinc, *Effective elastic properties of matrix composites with transversely-isotropic phases*. International Journal of Solids and Structures, **42** 455-476, **2005**
- [SGL09a] SGL Rotec GmbH, *Carbon-Composites für die Windkraft*. Konstruktion, Zeitschrift für Produktentwicklung und Ingenieur-Werkstoffe. Springer-VDI Verlag, Düsseldorf, **61** IW 9, **2009**
- [SGL09b] SGL Carbon Group. <http://www.sgllcarbon.de>, Download 25.08.2009
- [SUR09] Surface Transforms Plc. Cheshire, U. K. <http://www.surface-transforms.com>, Download 25.08.2009
- [TAY03] C.A. Taylor, M.F. Wayne, W.K.S. Chiu. *Residual stress measurements in thin carbon films by Raman spectroscopy and nanoindentation*. Thin solid films, **429** 190-200, **2003**
- [THO93] C. R. Thomas, *Essentials of Carbon-Carbon Composites*, The Royal Society of Chemistry, Cambridge, U. K., **1993**
- [TIN78] C.S. Ting, W. Sachse, *Measurement of ultrasonic dispersion by phase comparison of continuous harmonic waves*. Journal of the Acoustical Society of America, **64** 852-857, **1978**
- [TSU05] I. Tsukrov, R. Piat, J. Noval, E. Schnack, *Micromechanical Modeling of Porous Carbon/Carbon Composites*. Mechanics of Advanced Materials and Structures, **12** 43-54, **2005**

- [VAN81] W. C. Van Buskirk et al., *Ultrasonic Measurement of Orthotropic Elastic Constants of Bovine Femoral Bone*. Journal of Biomechanical Engineering, **103** 67-72, **1981**
- [VEL08] A. Velichko, *Quantitative 3D Characterization of Graphite Morphologies in Cast iron using FIB Microstructure Tomography*. Dissertation, Universität des Saarlandes, **2008**
- [VIE07] B. Vierung, *Ermittlung der Steifigkeitsmatrix von pyrolytischem Kohlenstoff mittels ultraschallphasenspektroskopischer Verfahren*. Universität Karlsruhe (TH) (heutiges KIT), Diplomarbeit, **2007**
- [VIG06] G. L. Vignolesa, J.-M. Goyhénèchea, P. Sébastian, J.-R. Puiggalib, J.-F. Linesa, J. Lachauda, P. Delhaès, M. Trinquocostec, *The film-boiling densification process for C/C composite fabrication: From local scale to overall optimization*. Chemical Engineering Science, **61** 5636 – 5653, **2006**
- [VIS91] W. M. Vissher, A. Migliori, T. M. Bell, R. A. Reinert, *On the normal modes of free vibration of inhomogeneous and anisotropic elastic objects*. The Journal of the Acoustical Society of America, **90** 2154-2162, **1991**
- [VUO02] J. E. Vuorinen, R. B. Schwarz, *Elastic Constants of Ti-6Al-4V/SiC unidirectional Continuous-Fiber Composite between 10 and 300 K*. Journal of Composite Materials, **36** 173-182, **2002**
- [WAN91] A. Wanner, *Gefüge und mechanische Eigenschaften des Kohlenstofffaser/Kohlenstoffmatrix-Verbundwerkstoff CF222*, Dissertation, Universität Stuttgart, **1991**
- [WAN98a] A. Wanner, Elastic modulus measurements of extremely porous ceramic materials by ultrasonic phase spectroscopy. Materials Science and Engineering, **A248** 35-43, **1998**
- [WAN98b] A. Wanner, E. H. Lutz, *Elastic Anisotropy of Plasma-Sprayed, Free-Standing Ceramics*. Journal of the American Ceramic Society, **81** 2706-2708, **1998**
- [WAN98c] A. Wanner, Elastic Properties of Porous Structural Ceramics Produced by Plasma-Spraying, In: Porous and Cellular Materials for Structural Applications, D. S. Schwartz, D. S. Shih, H. N. G. Wadley, A. G. Evans (Editors), Mat. Res. Soc. Sympos. Proc. **521**, Materials Research Society, Warrendale, PA, USA, **1998**

- [WAN00] A. Wanner, B. Kriszt, *Charakterisierung des linear-elastischen Verhaltens von Metallschäumen mittels Ultraschall-Phasenspektroskopie*. Materialwissenschaft und Werkstofftechnik, **31** 481-483, **2000**
- [WAN06] J.-p. Wang, J.-m. Qian, G.-j. Qiao, Z.-h. Jin, *Improvement of film boiling chemical vapor infiltration process for fabrication of large size C/C composite*. Materials Letters **60** 1269–1272, **2006**
- [WEB05] J. Weber, *Mikro-Computertomographische Analyse zur Evolution von Rissen in einem CVI-CFC Laminatwerkstoff in Abhängigkeit von nachfolgenden Wärmebehandlungen*. Universität Karlsruhe (TH) (heutiges KIT), Diplomarbeit, **2006**
- [WEI06a] K. A. Weidenmann, *Werkstoffsysteme für verbundstranggepresste Aluminiummatrix-verbunde*. Dissertation, Universität Karlsruhe (TH) (heutiges KIT), **2006**
- [WEI06b] S. Weidmann, R. Ermel, T. Beck, E. Kerscher, *Influence of heat treatment on the mechanical properties of carbon fibers and fiber matrix interface of C/C with high textures matrix*. The international carbon conference, Aberdeen, **2006**
- [WIT89] P. Withers, *The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion in a transversely isotropic medium and its relevance to composite materials*. Philosophical Magazine A **59** 759-781, **1989**
- [XIA03] Z. Xia, Y. Zhang, F. Ellyin, *A unified periodical boundary conditions for representative volume elements of composites and applications*. International Journal of Solids and Structures, **40** 1907–1921, **2003**
- [XU08] K. Xu, X.W. Xu, *Finite element analysis of mechanical properties of 3D five-directional braided composites*. Materials Science and Engineering A **487** 499–509, **2008**
- [ZHA02] W. G. Zhang, K. J. Hüttinger, *Chemical Vapor Infiltration of carbon fibre felt: optimization of densification and carbon microstructure*. Carbon, **40** 2529-2545, **2002**
- [ZHA03] W. G. Zhang, K. J. Hüttinger, *Densification of a 2D carbon fiber preform by isothermal, isobaric CVI: Kinetics and carbon microstructure*. Carbon, **41** 2325-2337, **2003**

Persönliche Daten

Name Jörg-Martin Gebert
geboren am 22.12.1978
in Stuttgart
Familienstand verheiratet



Akademische Ausbildung

- 12/2010 Promotion zum Dr.-Ing. an der Fakultät für Maschinenbau am
Karlsruher Institut für Technologie (KIT)
- 10/1998 – 09/2004 Chemieingenieurtechnik an der Universität Karlsruhe (TH), (*heutiges KIT*)
- Schwerpunkte: Werkstoffkunde, Verbrennungstechnik, Energietechnik
- 11/2003 – 07/2004 Diplomarbeit an der University of California San Diego, UCSD
- Themengebiet: Studie der mikrostrukturellen Entwicklung von feinkörnigem zu ultra-feinkörnigem Zirkonium durch kurzzeitdynamische Verformung

Schulische Ausbildung

- 09/1995 – 06/1998 Technisches Gymnasium in Schwäbisch Hall
- Allgemeine Hochschulreife

Berufserfahrung

- seit 01/2010 W. C. Heraeus GmbH (Heraeus Precious Metals)
Medical Components Division, Hanau
- Projektleiter Entwicklung
- 10/04 – 12/2009 Universität Karlsruhe (TH) (*heutiges KIT*), Institut für Werkstoffkunde I
promotionsbegleitende Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter
- Bearbeitung eines Teilprojektes im Sonderforschungsbereich 551 „Kohlenstoff aus der Gasphase“ auf dem Gebiet der zerstörungsfreien Charakterisierung kohlenstofffaserverstärkter Kohlenstoffe
 - Redaktion eines Praktikumsskriptes für über 800 Studenten p.a.
 - Bearbeitung von Industriaufträgen im Bereich der Ultraschallspektroskopie