

# Zerstörungsfreie Mikrostrukturanalyse

## Röntgen-Computertomographie als Entwicklungswerkzeug für H<sub>2</sub>-Hochdrucktanks

Gasförmiger Wasserstoff lässt sich unter hohem Druck in dickwandigen Druckbehältern aus CFK effizient speichern und transportieren. Mit Hilfe der Röntgen-Computertomographie kann die reale Materialstruktur in der Behälterwand detailgenau abgebildet werden. Eine zerstörungsfreie Strukturanalyse liefert Hinweise zur Optimierung von Design und Herstellungsprozess und ermöglicht signifikante Einsparungen bei Material, Kosten und Gewicht bei gleichzeitiger Erhöhung der Zuverlässigkeit.

Dr. Ralf Schäuble

**G**rüner Wasserstoff spielt eine Schlüsselrolle für die Energiewende, er kann das verbindende Element zwischen den Sektoren Strom, Mobi-

lität und Industrie bilden. Damit sich das Potenzial entfalten kann, sind effiziente Verfahren zur Speicherung und zum Transport von Wasserstoff notwendig. Die

höchste Speicherdichte wird mit tiefkalttem, verflüssigtem H<sub>2</sub> erreicht. Der technische Aufwand ist bei diesem Verfahren jedoch sehr hoch, für den Straßentransport

besitzt deshalb die gasförmige Speicherung bei sehr hohem Druck die größere Bedeutung.

Ein moderner Typ-IV-Druckbehälter besteht aus einem innenliegenden, thermoplastischen Kunststoff-Liner, der die Gasdichtheit gewährleistet. Hinzu kommen metallische Lasteinleitungselemente (Bossteile) an den Enden des Behälters zur Aufnahme der Ventile für die Betankung und Entnahme des Gases. Hochfeste Carbonfasern in einer duroplastischen Kunststoffmatrix (CFK) werden im Wickelverfahren aufgebracht und bilden die tragende Behälterstruktur.

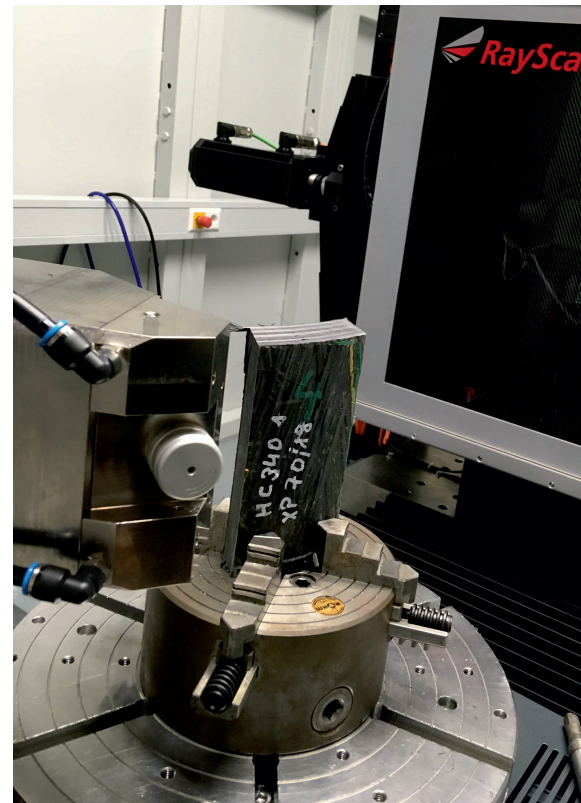
Aktuelle Typ-IV-Transportbehälter sind für Betriebsdrücke von 300 bis 700 bar konzipiert. Das Projektkonsortium H<sub>2</sub>-HD aus dem Wasserstoffnetzwerk „Hypos“ (Hydrogen Power Storage & Solutions East Germany e.V.) hat nun einen Wasserstoff-Hochdruckbehälter für Betriebsdrücke bis zu 1000 bar entwickelt. Entscheidende Verbesserungen am Design der lasttragenden CFK-Ummantelung wurden mit neuen Auslegungsstrategien unter Berücksichtigung von zerstörungsfrei erfassten Mikrostrukturmerkmalen erreicht. So wird das kostenintensive Fasermaterial effizienter eingesetzt.

### Homogenere Mikrostruktur ermöglicht höheren Berstdruck

Der aus Sicherheitsgründen um ein Vielfaches höher als der Betriebsdruck bemessene Berstdruck solcher Tanks erfordert Wandstärken von mehreren Zentimetern, das Behältergewicht übersteigt das Gewicht des transportierten Wasserstoffs selbst bei Einsatz von leichten und hochfes-

ten Carbonfasern noch um das 10- bis 20-fache. Der Materialeinsatz kann minimiert werden, indem die durch den Innendruck verursachten Zugspannungen in der Behälterwand optimal, das heißt möglichst gleichmäßig, auf alle Verstärkungsfasern verteilt werden. Numerische Auslegungswerkzeuge berechnen die Belastungen im Material für vorgegebene Behälterformen bereits sehr genau. Geeignete Ablagewinkel und Lagenabfolgen lassen sich daraus direkt ableiten, sodass der angestrebte Berstdruck mit möglichst geringem Materialeinsatz erreicht wird.

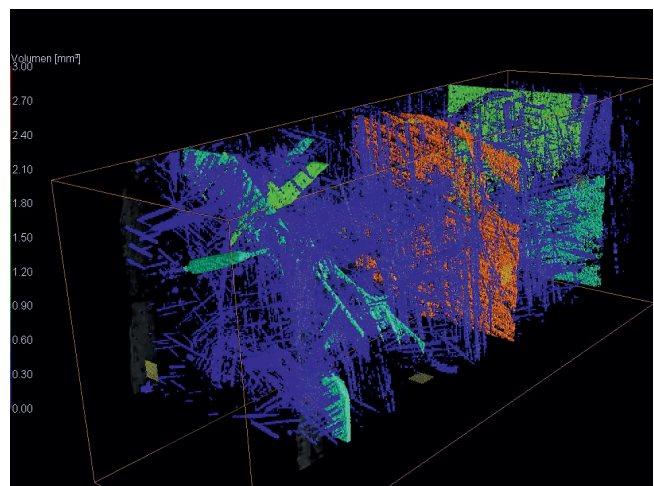
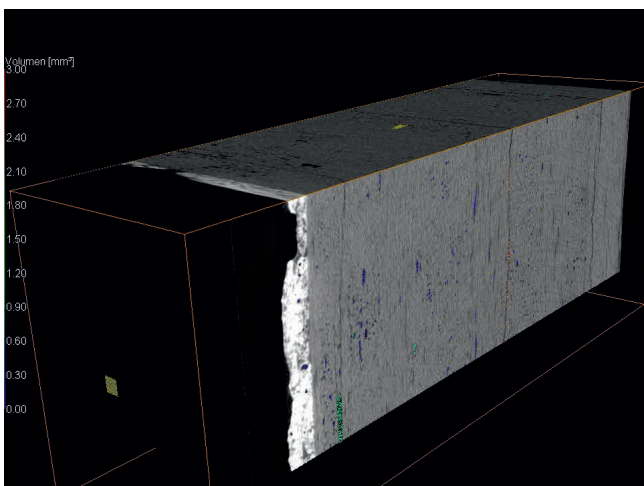
Beim Wickeln der Behälter werden die Faserstränge dann entsprechend diesem Ablagemuster kontinuierlich auf dem zylindrischen Innenbehälter (Liner) abgelegt, es entstehen viele dünne Schichten mit wechselnder Faserorientierung. Die Faserwickeltechnologie ist aufgrund technischer Randbedingungen jedoch nicht in der Lage, die vorausberechneten Ablagemuster homogen und vollständig fehlerfrei auf das zylindrische Bauteil mit den Domkappen an beiden Enden zu übertragen. Verfahrensbedingt überschneiden sich Faserstränge vielfach, es entstehen zwangsläufig Kreuzungspunkte, die wiederum Unebenheiten in den Wickellagen verursachen. Diese Effekte summieren sich mit jeder neu hinzugefügten, dünnen Schicht. Je größer die Wanddicke des Behälters ist, umso auffälliger sind die Abweichungen vom idealisierten Berechnungsmodell. Toleranzen im Wickelwinkel, Welligkeiten einzelner Faserbündel (Ondulationen), Lufteinschlüsse (Poren) und mikroskopisch kleine Schrumpfrisse sind nicht gänzlich vermeidbar, sie können in unterschiedlicher



Teilstück der CFK-Behälterwand in einem RayScan-200E-CT. © Fraunhofer IMWS

Weise die tatsächliche Festigkeit und zyklische Belastbarkeit eines Druckbehälters verringern.

Ein entscheidender Schritt hin zu einer besseren Ausnutzung des kostenintensiven CFK-Materials besteht folglich darin, die mikroskopisch kleinen Abweichungen von der Idealstruktur signifikant zu reduzieren. Das gelingt in einem mehrstufigen Designprozess, indem mikrostrukturelle Imperfektionen zunächst am gefertigten Behälter mit hoher Detailauflösung detektiert, kategorisiert und quantifiziert werden. >>>



CT-Scan über die Wanddicke eines Versuchsbehälters (Ausschnitt 10 x 10 x 26 mm<sup>3</sup>). Im rechten Bild sind die Porencluster farblich separiert. © Fraunhofer IMWS

Als Analyseverfahren bietet die zerstörungsfreie Röntgen-Computertomographie (CT) hervorragende Möglichkeiten. Mit jeweils unterschiedlicher Qualität und Detailauflösung kann sowohl ein Abbild des gesamten Behälters als auch ein Modell eines kleineren Ausschnittes erzeugt werden. Ein noch tieferer Einblick wird möglich, indem Proben mit Kantenlängen von 10 bis 15 Zentimetern aus dem Tank entnommen und separat gescannt werden. Details bis hin zu Abmessungen von wenigen zehn Mikrometern werden auf diese Weise sichtbar gemacht.

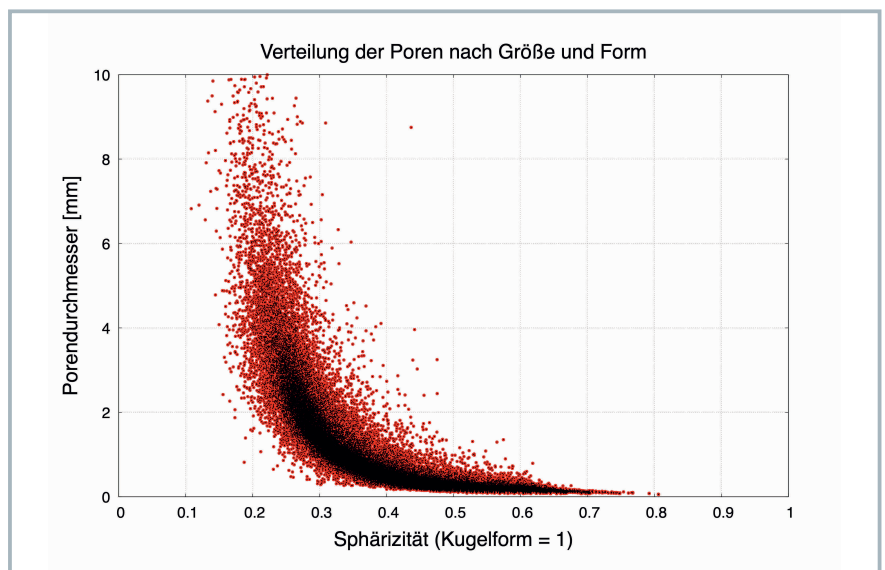
### Mikrostrukturanalyse mit Röntgen-CT

Der Informationsgehalt solcher CT-Scans ist enorm, zur sachgerechten Bewertung sind computergestützte Bildanalyseverfahren erforderlich. Neu entwickelte Auswerterroutinen können die Grauwertverteilung in dem umfangreichen 3D-Datensatz eines CT-Scans mathematisch interpretieren und in werkstoffmechanisch relevante, mikrostrukturelle Objekte (z.B. Schlauchporen) übersetzen sowie deren Vorkommen mit Hilfe statistischer Kenngrößen ausdrücken.

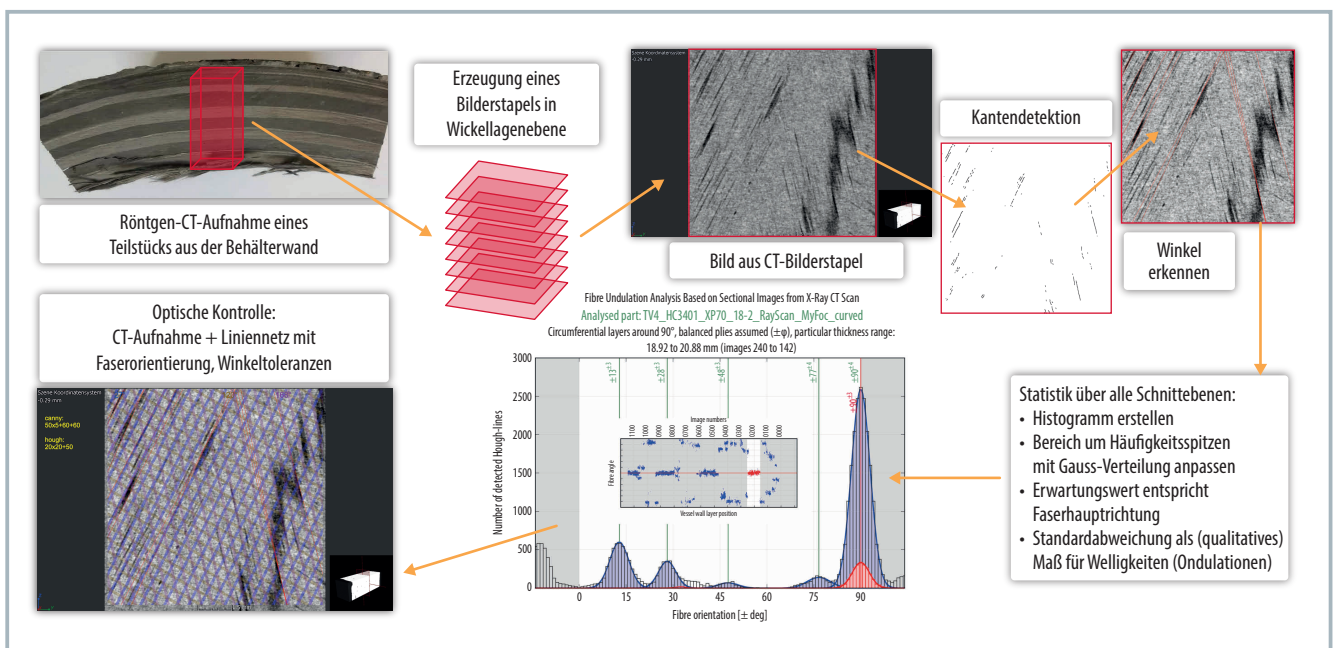
Die Bilder im Beitrag zeigen die Vorgehensweise. Teilstücke aus CFK-Versuchsbehältern wurden in der CT-Anlage gescannt. Lufteingüsse unterschiedlicher Form, Größe und Ausrichtung innerhalb der lasttragenden CFK-Wicklungen werden damit sichtbar gemacht. Mikroporen erzeugen aufgrund des Dichteunterschiedes zum CFK einen hohen Kontrast im Röntgenbild und sind deshalb gut detektierbar. Im rechten Teil der Abbildung ist die Materialstruktur ausgeblendet, die Mikroobjekte sind farblich kodiert nach Form und Größe und an ihrer natürlichen Position im Material

## Förderhinweis

Die Arbeiten wurden im Rahmen des Innovationsprojektes Hypos durch das Bundesministerium für Bildung und Forschung gefördert. Im Gemeinschaftsvorhaben FKZ 03ZZ0743 arbeiteten die vier Projektpartner Hexagon Purus GmbH, RayScan Technologies GmbH, Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik IWM in Freiburg und das Fraunhofer-Institut für Mikrostruktur von Werkstoffen und Systemen IMWS in Halle an der Entwicklung von sicheren und leichten Hochdrucktanks, in denen Wasserstoff bei einem Betriebsdruck bis 1000 bar gespeichert und transportiert werden kann.



Verteilung von Poren nach Größe und geometrischer Form. Winzig kleine und schlanke Schlauchporen treten mit der größten Häufigkeit auf (schwarze Bereiche im Diagramm). © Fraunhofer IMWS



Ein neuer Algorithmus analysiert Winkelabweichungen und Welligkeiten lagenweise über die gesamte Wanddicke. Die statistischen Kenngrößen beschreiben die Laminatqualität. © Fraunhofer IMWS

dargestellt. Auf diese Weise zeichnen sich übergeordnete Muster und Netzwerke von Mikroporen ab, die erst in dieser zusammenhängenden Form tatsächlich eine festigkeitsrelevante Wirkung entfalten. Jede einzelne Mikropore würde für sich selbst betrachtet keinerlei Gefahr darstellen. Insofern sind standardmäßig in der Prüfsoftware erzeugbare Einzelobjektstatistiken wenig aussagekräftig und können nicht für eine Behälteroptimierung herangezogen werden.

Aus der räumlichen Darstellung können hingegen Rückschlüsse auf die Entstehung der flächenhaften Porennetzwerke gezogen werden. Die hier grün und orange eingefärbten Cluster treten im Modellbehälter in der Grenzschicht genau zwischen zwei Lagenorientierungen auf. Der Bereich sensitiver Differenzwinkel ist klein, andere Winkelkombinationen sind unkritisch. Eine geringfügige Designänderung bringt hier bereits eine große Wirkung, die Porennetzwerke können vermieden werden, indem die Lagenabfolge geändert wird. Interessant hierbei ist, dass nicht auf bestimmte Faserorientierungen verzichtet, sondern lediglich die Reihenfolge der Schichten optimiert werden muss. Die Gesamtbilanz der vorab im numerischen Berechnungstool ermittelten Faseranteile bleibt davon unberührt.

### Welligkeiten der Faserstränge können gemessen werden

Unidirektionale Faserstränge wirken mit maximaler Steifigkeit und Festigkeit im Bauteil, wenn sie ideal gestreckt und ausgerichtet sind. Welligkeiten reduzieren den

Effekt geringfügig und sind deshalb ebenfalls Gegenstand mikrostrukturbasierter Optimierung. Bei praxisrelevanten Auflösungen im CT können die lokalen Faserondulationen innerhalb eines Stranges wegen des zu geringen Kontrastes nicht direkt detektiert werden. Der Blick auf eine schichtparallele Schnittebene zeigt jedoch, dass kleine Welligkeiten vor allem im Zusammenspiel mit Schlauchporen auftreten, die ihrerseits gut detektiert sind. Über einen adaptierten Algorithmus können so auf indirektem Weg, anhand der Form der Schlauchporen, die Wellenlängen und Winkelabweichungen von Faserondulationen abgeschätzt werden. Hierzu werden Stapel von hochaufgelösten Schnittbildern erzeugt und Operationen zur Kantendetektion ausgeführt. Im Ergebnis werden lagenweise jeweils die mittleren Faserorientierungen bestimmt, ein Maß für die Welligkeiten im Faserstrang ist dann die Standardabweichung einer Winkelverteilung.

### Optimierungspotenzial gemeinsam erfolgreich genutzt

Ein mikrostrukturgestützter Designprozess kann hoch belastete und sicherheitsrelevante Faserverbund-Drucktanks noch weiter verbessern und das Leichtbaupotenzial bestmöglich ausnutzen. Das Verfahren hat im praktischen Einsatz bereits sein Potenzial nachgewiesen, in Verbindung mit mikrostrukturbasierten Simulationsmethoden haben bessere Designvorgaben gewichtsoptimierte Druckbehälter mit Materialeinsparungen von bis zu zehn Prozent ermöglicht. ■



Ein Typ-IV-Druckbehälter besteht aus einem innenliegenden thermoplastischen Kunststoff-Liner, der die Gasdichtheit gewährleistet. Hochfeste Carbonfasern in einer duroplastischen Kunststoffmatrix werden im Wickelverfahren aufgebracht und bilden die tragende Behälterstruktur. © Hexagon Purus GmbH

## INFORMATION & SERVICE

### AUTOR

Dr.-Ing. Ralf Schäuble ist seit 1993 auf dem Gebiet der Bewertung und Optimierung von Hochleistungsfaserverbundbauteilen für das Fraunhofer IMWS in Halle tätig.  
ralf.schaeuble@imws.fraunhofer.de

### FORSCHUNGSINSTITUT

Das Fraunhofer-Institut für Mikrostruktur von Werkstoffen und Systemen IMWS ist eine außeruniversitäre Forschungseinrichtung der Fraunhofer-Gesellschaft zur Förderung der angewandten Forschung in Halle (Saale). Es ist aus dem Institut für Festkörperphysik und Elektronenmikroskopie der Akademie der Wissenschaften der DDR hervorgegangen. Von 1992 bis 2015 gehörte das Fraunhofer IMWS als Instituts- teil Halle zum Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik IWM, das 1971 in Freiberg im Breisgau gegründet worden war. Seit 2016 ist die Einrichtung ein eigenständiges Fraunhofer-Institut. Das IMWS bietet mikrostrukturbasierte Diagnostik und Technologieentwicklung für Werkstoffe, Bauteile und Systeme. Aufbauend auf den Kernkompetenzen in Mikrostrukturanalytik und im mikrostrukturbasierten Materialdesign erforscht das Institut Fragen der Funktionalität und des Einsatzverhaltens sowie der Zuverlässigkeit, Sicherheit und Lebensdauer von Werkstoffen. Für seine Partner in der Industrie und für öffentliche Auftraggeber verfolgt das Fraunhofer IMWS das Ziel, zur beschleunigten Entwicklung neuer Werkstoffe beizutragen, Materialeffizienz und Wirtschaftlichkeit zu steigern sowie Ressourcen zu schonen.

### KONTAKT

Fraunhofer-Institut für Mikrostruktur von Werkstoffen und Systemen IMWS  
Walter-Hülse-Straße 1  
06120 Halle (Saale)  
imws.fraunhofer.de  
info@imws.fraunhofer.de