

# **Mikrowellen-Orientierungsmessungen zur zerstörungsfreien Charakterisierung kurzfaserverstärkter Kunststoffe**

Von der Fakultät Maschinenbau der Universität Stuttgart  
zur Erlangung der Würde eines Doktor-Ingenieurs (Dr.-Ing.)  
genehmigte Abhandlung

vorgelegt von

Dipl.-Phys. Sabine Predak

aus Hofgeismar

Hauptberichter: Prof. Dr. rer. nat. habil. G. Busse

Mitberichter: Prof. Dr.-Ing. E. Haberstroh

Tag der mündlichen Prüfung: 09.07.2007

Institut für Kunststofftechnik der Universität Stuttgart

2007



## Danksagung

Diese Arbeit entstand während meiner Tätigkeit am Institut für Kunststofftechnik IKT (bis 2006: Institut für Kunststoffprüfung und Kunststoffkunde IKP) der Universität Stuttgart, in der Abteilung Zerstörungsfreie Prüfung.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Prof. Busse, der diese Arbeit angeregt und in zahlreichen Gesprächen begleitet, mir darüber hinaus aber auch viel kreative Freiheit gewährt hat. Er hat ein Klima geprägt, das den vielfältigen Austausch mit Forschungs- und Industriepartnern ermöglichte, sowohl im eigenen Haus als auch auf zahlreichen nationalen und internationalen Konferenzen.

Herrn Prof. Haberstroh vom Institut für Kunststoffverarbeitung Aachen gilt mein Dank für die spontane Bereitschaft zur Übernahme des Mitberichts. In guter Erinnerung sind mir auch die sehr konstruktiven Diskussionen mit ihm und seinen Mitarbeitern im Rahmen der Projekttreffen des TFB 28.

Auch Herrn Dr. Ehbing von der Bayer MaterialScience AG möchte ich für seine freundliche Unterstützung und die gute Zusammenarbeit im TFB 28 danken. Den Kollegen des SFB 381 gebührt ebenfalls ein herzlicher Dank für das gute Miteinander und die Einblicke in benachbarte Arbeitsfelder der Messtechnik und Simulation. Der Deutschen Forschungsgemeinschaft danke ich für die Finanzierung dieser Arbeit im Rahmen der Projekte SFB 381 und TFB 28.

Danken möchte ich allen Kollegen der Abteilung Zerstörungsfreie Prüfung, für die angenehme Arbeitsatmosphäre, den guten Zusammenhalt und so manche Kaffeerunde. Ganz besonders danke ich Dr. Oliver Bullinger und Dr. Henry Gerhard für die intensive Zusammenarbeit und ihre Freundschaft.

Ein weiterer Dank gilt meinen beiden Vorgängern auf dem Gebiet der Mikrowellen: Dr. Rainer Steegmüller für die hervorragende Einarbeitung und Dr. Lorenz Diener für wertvolle Ratschläge zur Apparatur. Ein Dank geht auch an all die anderen Ehemaligen für ihre Unterstützung.

Herrn Prof. Solodov danke ich für die zahlreichen konstruktiven Gespräche und seinen wohlwollend kritischen Blick, der diese Arbeit bereichert hat.

Für die Hilfe beim Aufbau der Mikrowellenapparatur danke ich Wilfried Rippel und Günther Trinkle. Ein besonderer Dank gilt Andreas Pfitzenmeier, der die Ansteuerung pro-

grammiert hat und der mir mit seinen Kenntnissen der „alten“ Apparatur häufig weiterhelfen konnte.

Die „Hiwis“ der Abteilung IKT-ZfP haben entscheidend und umfangreich zu dieser Arbeit beigetragen. Ich danke Dimitar Lilchev, Tianqi Sun, Ingo Tammer, Yi Yu und Dehao Yao. Vielen Dank auch an Nadine Schlatterer, die durch ihren unermüdlichen Einsatz im Rahmen ihrer Diplomarbeit auch die vorliegende Arbeit voran gebracht hat.

Allen weiteren Kollegen des IKT möchte ich an dieser Stelle für die angenehme Zusammenarbeit und ihre stete Unterstützung danken.

Ich danke meiner Familie und meinen Freunden, die mich auf meinem Weg in vielfältiger Weise unterstützt und ermutigt haben.

Leinfelden-Echterdingen, im Juli 2007

Sabine Predak

# Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung.....	1
1.1. Entwicklung der Mikrowellentechnik bis zum Einsatz in der zerstörungsfreien Prüfung (ZfP).....	1
1.2. Messung von Werkstoffanisotropien.....	3
1.3. Anisotropiemessungen mit Mikrowellenverfahren.....	5
1.4. Zielsetzung dieser Arbeit.....	7
2. Mikrowellenmessung der Anisotropie.....	9
2.1. Aufbau und Funktionsprinzip der Mikrowellenmessung.....	9
2.2. Beispiele zur Werkstoffcharakterisierung.....	12
2.2.1. Spritzgegossene kurzfaserverstärkte Thermoplaste.....	12
2.2.2. Extrudiertes langfaser-verstärktes Polypropylen.....	13
2.2.3. Anisotropie von Holz.....	15
2.3. Optimierungspotential der Mikrowellenmethode.....	17
2.3.1. Elektrische und Mikrowellenkomponenten.....	17
2.3.2. Mechanische Komponenten.....	19
2.3.3. Mikrowellenfeld im Resonator.....	19
3. Beschreibung des Mikrowellenverfahrens mit einem Mehrschichtmodell für den Fall isotroper Schichten.....	21
3.1. Einflussgrößen beim Messvorgang: Vergleich des Mehrschichtmodells mit Messungen.....	22
3.1.1. Feldverteilung im Mehrschichtmodell: Beschreibung.....	22
3.1.2. Feldverteilung im Mehrschichtmodell: Berechnung.....	23
3.1.3. Parametervariation im Mehrschichtmodell und Vergleich mit der Messung...27	
3.1.4. Einfluss des Brechungsindex auf das Detektorsignal und Anwendung zur Fasergehaltsmessung.....	30
3.1.5. Einfluss von Probenposition und Probendicke auf das Detektorsignal.....	33
3.2. Wellenausbreitung im realen Mikrowellenmesssystem: Abweichungen vom Schichtmodell.....	36
4. Schichtmodell für den Fall anisotroper Schichten.....	39
4.1. Dielektrische Werkstoffeigenschaften anisotroper Medien.....	39
4.1.1. Polarisierbarkeit eines Ellipsoids.....	39
4.1.2. Dielektrizitätszahl eines Werkstoffs mit ellipsoidförmigen Einschlüssen.....	42
4.1.3. Mischungsformeln für mehrere Komponenten.....	43
4.1.4. Beschreibung der Orientierungen in einem Kurzfaser-Spritzguss-Werkstoff.....	43
4.1.5. Abschätzung der effektiven Dielektrizitätszahl für einen Kurzfaser-Spritzgusswerkstoff.....	46
4.2. Ausbreitung von Mikrowellen in anisotropen Werkstoffen.....	47
4.2.1. Doppelbrechung und elliptische Polarisierung bei der Wellenausbreitung im anisotropen Medium.....	47

4.2.2. Erweiterung des Schichtmodells auf anisotrope Werkstoffe.....	49
4.2.3. Anisotropiemessung mit Parametervariation zur Abschätzung der Einflussfaktoren.....	52
4.2.4. Optimierung der Scans durch Variation der Probenposition am Beispiel von PUR-RRIM.....	56
4.2.5. Tiefenauflösung: Langfaserverstärktes Laminat (0/90 Grad) im anisotropen Schichtmodell.....	57
4.2.6. Kurzfaserverstärktes Spritzgussteil im anisotropen Schichtmodell.....	58
5. Werkstoffcharakterisierung mit dem Mikrowellenverfahren unter Kombination mit weiteren Verfahren.....	59
5.1. Optimierung des Herstellungsprozesses von PUR-RRIM.....	59
5.2. Werkstoff- und Schädigungscharakterisierung von kurzfaserverstärkten Thermoplasten.....	67
5.2.1. Faserorientierungsmessung.....	67
5.2.2. Schädigungscharakterisierung.....	69
6. Diskussion und Ausblick.....	76
7. Anhang.....	80
7.1. Physikalische Grundlagen der Wellenausbreitung im Mehrschichtmodell.....	80
7.1.1. Maxwellgleichungen und Wellengleichung.....	80
7.1.2. Wellenausbreitung im dielektrischen Medium.....	82
7.1.3. Wellenausbreitung in guten Leitern.....	83
7.1.4. Reflexion und Transmission an Grenzflächen: Fresnelsche Formeln.....	85
7.1.5. Intensität des elektromagnetischen Feldes.....	89
7.1.6. Energiebilanz bei Reflexion an einer Grenzfläche.....	91
7.1.7. Stehende Wellen.....	92
7.1.8. Randbedingungen an Grenzflächen unter Berücksichtigung rücklaufender Wellen.....	95

## Formel- und Abkürzungsverzeichnis

Zeichen	Bedeutung
$a, b, c$	Halbachsen des Ellipsoids
$a_{ij}$	Orientierungstensor zweiter Stufe
$A_i, A_i'$	Komplexe Amplituden der elektrischen Feldstärke der hinlaufenden Welle in Schicht i (ungestrichen: rechte Seite der Schicht, gestrichen: linke Seite der Schicht)
$A_{ip}, A_{ip}', A_{is}, A_{is}'$	Komponenten von $A_i, A_i'$ parallel und senkrecht zur Vorzugsorientierung im Werkstoff
$A_s, A_p$	Komplexe Amplituden der elektrischen Feldstärke der hinlaufenden Welle an der Messposition x (parallel und senkrecht zur Vorzugsorientierung im Werkstoff)
$\vec{B}$	Magnetische Flussdichte
$B_x, B_y, B_z$	Räumliche Komponenten der Magnetischen Flussdichte
$B_i, B_i'$	Komplexe Amplituden der elektrischen Feldstärke der rücklaufenden Welle in Schicht i (ungestrichen: rechte Seite der Schicht, gestrichen: linke Seite der Schicht)
$B_{ip}, B_{ip}', B_{is}, B_{is}'$	Komponenten von $B_i, B_i'$ parallel und senkrecht zur Vorzugsorientierung im Werkstoff
$B_s, B_p$	Komplexe Amplituden der elektrischen Feldstärke der rücklaufenden Welle an der Messposition x (parallel und senkrecht zur Vorzugsorientierung im Werkstoff)
$c$	Ausbreitungsgeschwindigkeit einer Welle
$c_0$	Lichtgeschwindigkeit
$c_{Lamb}$	Lambwellengeschwindigkeit
$d$	Eindringtiefe
$d_i$	Schichtdicke der Schicht i, $i=1,2,\dots$
$D$	Probendicke
$\vec{D}$	Dielektrische Verschiebung
$e$	Exzentrizität des Ellipsoids
$\vec{e}_x, \vec{e}_y, \vec{e}_z$	Einheitsvektoren in x, y, z-Richtung
$\vec{e}_{yz}$	Beliebiger Einheitsvektor in der y-z-Ebene
$\vec{E}$	Elektrische Feldstärke
$E_x, E_y, E_z$	Räumliche Komponenten der Elektrischen Feldstärke

Zeichen	Bedeutung
$\vec{E}_0, E_0$	Vektor und Amplitude der Elektrischen Feldstärke (einfallende Welle)
$\vec{E}_e, \vec{E}_r, \vec{E}_t$	Elektrische Feldstärke (einfallende, reflektierte, transmittierte Welle)
$E_e, E_r, E_t$	Amplitude der Elektrischen Feldstärke (einfallende, reflektierte, transmittierte Welle)
$E_{0,tang}, E_{r,tang}, E_{t,tang}$	Relativ zur Grenzfläche zweier Medien tangentielle Komponenten der Elektrischen Feldstärke (einfallende, reflektierte, transmittierte Welle)
$E_{y0}, E_{yr}, E_{yt}$	y-Komponenten der Elektrischen Feldstärke (einfallende, reflektierte, transmittierte Welle)
$E_s$	Amplitude der Elektrischen Feldstärke der stehenden Welle
$E_{Max}, E_{Min}$	Maxima und Minima der Elektrischen Feldstärke der stehenden Welle
$E_{i,hin}, E_{i,rück}$	Amplitude der Elektrischen Feldstärken der hin- und rücklaufenden Welle in Medium i, i=1,2,....
$\vec{E}_i, \vec{E}_p$	Elektrisches Feld im Inneren des Ellipsoids und das von der Polarisation erzeugte elektrische Feld
$E_{ix}, E_{iy}, E_{iz}$	Räumliche Komponenten von $\vec{E}_i$
$f$	Frequenz
$f_i$	Volumenanteil der Ellipsoide
$G_{i\ i+1}$	Grenzflächen-Übertragungsmatrix für die Komponenten der Elektrischen Feldstärke zwischen den Schichten i und i+1
$\vec{H}$	Magnetische Feldstärke
$H_x, H_y, H_z$	Räumliche Komponenten der Magnetischen Feldstärke $\vec{H}$
$\vec{H}_0, \vec{H}_r, \vec{H}_t$	Magnetische Feldstärke (einfallende, reflektierte, transmittierte Welle)
$H_{0,tang}, H_{r,tang}, H_{t,tang}$	Relativ zur Grenzfläche zweier Medien tangentielle Komponenten der Magnetischen Feldstärke (einfallende, reflektierte, transmittierte Welle)
$I$	Intensität der elektromagnetischen Welle
$I_{Max}, I_{Min}, I_{Extrem}$	Maxima, Minima bzw. Extremstellen der Intensität der stehenden Welle
$I_x$	Intensität der in x-Richtung laufenden Welle
$\vec{J}$	Verschiebungsstrom
$\vec{k}, k$	Wellenvektor, Wellenzahl
$k_x, k_y, k_z$	Räumliche Komponenten des Wellenvektors
$\vec{k}_e, \vec{k}_r, \vec{k}_t$	Wellenvektor (einfallende, reflektierte, transmittierte Welle)



Zeichen	Bedeutung
$k_i$	Wellenzahl in Schicht $i$ , $i=1,2,\dots$
$k_{hin}, k_{rück}$	Wellenzahl der hin- und der rücklaufenden Welle
$k_{i,hin}, k_{i,rück}$	Wellenzahl der hin- und der rücklaufenden Welle in Schicht $i$ , $i=1,2,\dots$
$k_{is}, k_{ip}$	Komponenten von $k_i$ parallel und senkrecht zur Vorzugsorientierung im Werkstoff
$k_{x10}, k_{x1r}, k_{x2t}$	x-Komponente des Wellenvektors, in Medium 1: einfallende und reflektierte Welle, in Medium 2: transmittierte Welle
$\vec{l}$	Dipol
$m$	Zählvariable, natürliche Zahl
$n, n', n''$	Brechungsindex, Real- und Imaginärteil von $n$
$n_i$	Brechungsindex von Schicht $i$ , $i=1,2,\dots$
$n_{is}, n_{ip}$	Komponenten von $n_i$ parallel und senkrecht zur Vorzugsorientierung im Werkstoff
$n_e, n_r, n_t$	Brechungsindex für die einfallende, reflektierte und transmittierte Welle
$n_{Luft}, n_{Probe}$	Brechungsindex der Luft bzw. der Probe
$N$	Depolarisationsfaktor
$N_x, N_y, N_z$	Räumliche Komponenten des Depolarisationsfaktors
$N_D$	Anzahl der Dipole im Dielektrikum
$\tilde{N}$	Normierungsfaktor
$\vec{p}$	Polarisation
$\vec{p}_{el}$	Elektrisches Dipolmoment
$p_{el,x}, p_{el,y}$	Räumliche Komponenten des Elektrischen Dipolmomentes
$p_{el,z}$	
$\vec{p}$	Orientierungsvektor einer Einzelfaser
$p_x, p_y, p_z$	Räumliche Komponenten des Orientierungsvektors $\vec{p}$
$q$	Ladung
$r$	Reflexionskoeffizient
$r_{TE}, t_{TE}$	Reflexions- und Transmissionskoeffizient; transversal elektrischer Fall
$r_{TM}, t_{TM}$	Reflexions- und Transmissionskoeffizient; transversal magnetischer Fall
$\vec{r}$	Ortsvektor
$R$	Reflexionsfaktor

Zeichen	Bedeutung
$s$	Ortsvariable zur Berechnung von $N_x$
$\vec{S}$	Energieflussdichte
$S_x, S_y, S_z$	Räumliche Komponenten der Energieflussdichte $\vec{S}$
$S_e, S_r, S_t$	Einfallender, reflektierter und transmittierter Anteil der Energieflussdichte $\vec{S}$
$S_{ii}$	Schicht-Übertragungsmatrix der Schicht $i$ für die Komponenten der Elektrischen Feldstärke linksseitig und rechtsseitig der Schicht
$t$	Zeit
$t$	Transmissionskoeffizient
$T$	Transmissionsfaktor
$V$	Volumen
$v_{xm}$	Volumenanteile unterschiedlicher effektiver Dielektrizitätszahlen
$w_{mittl}$	Mittlere räumliche Energiedichte des elektromagnetischen Feldes
$w_{el}$	Mittlere räumliche Energiedichte des elektrischen Feldes
$w_{mg}$	Mittlere räumliche Energiedichte des magnetischen Feldes
$x$	Ortskoordinate
$x_{Min}, x_{Max},$ $x_{Extrem}$	Position, an der ein Minimum, Maximum bzw. Extremum des elektrischen Feldes auftritt
$y$	Ortskoordinate
$z$	Ortskoordinate
$\vec{Z}$	Feldwellenwiderstand
$Z_x, Z_y, Z_z$	Räumliche Komponenten des Feldwellenwiderstandes
$\alpha$	Elektrische Polarisierbarkeit
$\alpha_x, \alpha_y, \alpha_z$	Räumliche Komponenten der Elektrischen Polarisierbarkeit
$\beta$	Drehwinkel
$\beta_2$	Nichtlinearitätsparameter
$\tan \delta$	Dielektrischer Verlustfaktor
$\epsilon$	Dielektrizitätszahl
$\epsilon_0$	Elektrische Feldkonstante
$\epsilon_r, \epsilon_r', \epsilon_r''$	Dielektrizitätskonstante des Mediums, Real und Imaginärteil von $\epsilon_r$

Zeichen	Bedeutung
$\epsilon_e, \epsilon_{re}$	Dielektrizitätszahl und -konstante außerhalb des Ellipsoids
$\epsilon_i, \epsilon_{ri}$	Dielektrizitätszahl und -konstante innerhalb des Ellipsoids
$\epsilon_{eff}, \epsilon_{eff, j}$	Effektive makroskopische Dielektrizitätszahl bei Ellipsoiden in einem Medium, $j=x,y,z$
$\lambda$	Wellenlänge
$\lambda_0$	Wellenlänge im Vakuum
$\Delta\varphi$	Phasenverschiebung bei der Doppelbrechung
$\varphi_r, \varphi_t$	Phasenverschiebung der reflektierten bzw. transmittierten Welle gegenüber der einfallenden Welle
$\phi$	Phase der hinlaufenden Welle
$\phi_i$	Phasenverschiebung in Schicht i
$\phi_{is}, \phi_{ip}$	Phasenverschiebung in Schicht i parallel und senkrecht zur Vorzugsorientierung im Werkstoff
$\phi_k$	Phasenverschiebung (Summe aus $\phi_2$ und $\phi_4$ )
$\psi$	Phase der rücklaufenden Welle
$\psi(\vec{p})$	Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion
$\theta$	Einfallswinkel beim Luftultraschall
$\theta_x$	Azimutwinkel bei der Orientierung einer Einzelfaser (Kugelkoordinaten)
$\theta_z$	Polarwinkel bei der Orientierung einer Einzelfaser (Kugelkoordinaten)
$\theta_0$	Einfallswinkel mit maximaler Transmission beim Luftultraschall
$\theta_1$	Einfallswinkel in Schicht 1
$\theta_2$	Ausfallswinkel in Schicht 2
$\rho$	Ladungsdichte
$\sigma$	Elektrische Leitfähigkeit
$\sigma_0$	Gleichstromleitfähigkeit
$\tau$	Relaxationszeit
$\mu$	Permeabilität
$\mu_0$	Magnetische Feldkonstante
$\mu_r$	Permeabilität des Materials
$\mu_i$	Permeabilität in Medium i

Zeichen	Bedeutung
$\mu_{10}, \mu_{1r}, \mu_{2t}$	Permeabilität, in Medium 1: einfallende und reflektierte Welle, in Medium 2: transmittierte Welle
$\omega$	Winkelfrequenz
$\omega_p$	Plasmafrequenz
$\chi$	Dielektrische Suszeptibilität
FFT	Fast Fourier Transformation
LSM	Laser-Scanning Mikroskop
NETD	Noise equivalent temperature difference
NDT	Nondestructive Testing
PA	Polyamid
PC	Polycarbonat
POM	Polyacetal (Polyoximethylen)
PP	Polypropylen
PUR-RRIM	Polyurethane – Reinforced Reaction Injection Moulding
SWR	Standing wave ratio, Stehwellenverhältnis
TE	Transversal elektrische Welle
TM	Transversal magnetische Welle
TMA	Thermo-mechanische Analyse
UD	Unidirektional
ZfP	Zerstörungsfreie Prüfung

## Zusammenfassung

Mikrowellen eignen sich in der zerstörungsfreien Prüfung zur Untersuchung dielektrischer Werkstoffe, in die sie eindringen können. Dabei haben sich besonders polarisierte Mikrowellen zur berührungslosen Messung von Werkstoffanisotropien bewährt. Sie sprechen auf den richtungsabhängig unterschiedlichen Brechungsindex im anisotropen Werkstoff an. Der Einsatz eines in Reflexion betriebenen Hohlleitersensors in Kombination mit einem offenen Resonator variabler Länge ermöglicht scannende Untersuchungen an Proben unterschiedlicher Dicke und ist damit flexibler als andere Mikrowellenmethoden zur Anisotropiemessung wie die Störkörpermethode für Hohlraumresonatoren.

In der vorliegenden Arbeit wird die Mikrowellenmethode zur Untersuchung von Anisotropien in kurzfaserverstärkten Kunststoffen genutzt, die zahlreiche industrielle Anwendungen finden (z.B. im Fahrzeugbau). Kennt man die Anisotropie, so können Schwachstellen im Bauteil wie Bindenähte detektiert oder die Produktqualität beurteilt werden. Auch langfaserverstärkte Kunststoffe oder Holz sind so charakterisierbar.

Der Einsatz des Mikrowellenverfahrens war erfolgreich bei der Bestimmung der Orientierungsrichtung, zeigte aber eine unzureichende Reproduzierbarkeit hinsichtlich des Anisotropiegrades. Deshalb wurden Verbesserungsmöglichkeiten der Reproduzierbarkeit untersucht, um die Methode praxistauglicher zu machen. Um eine bessere Vergleichbarkeit der Ergebnisse zu erzielen, wurden Maßnahmen zur Optimierung der Justage ergriffen, was sich aber als nicht ausreichend erwies. Daher wurde der Einfluss verschiedener Parameter auf das Messsignal am Detektor systematisch untersucht. Variiert wurden dabei Resonatorlänge sowie Brechungsindex, Probendicke und Position der Probe im Resonator. Ein neuer, flexiblerer Messaufbau ermöglichte dabei eine bessere Einstellbarkeit dieser Größen, die nun über weitere Bereiche verändert werden können. Als wesentlicher störender Faktor in Bezug auf die Messung des Anisotropiegrades erwies sich dabei die Probenposition.

Ein Schichtmodell des Messaufbaus, das qualitativ eine gute Übereinstimmung mit den gemessenen Abhängigkeiten ergab, zeigte, dass die stehende Welle im Resonator und damit auch das Detektorsignal von allen oben genannten Größen bestimmt wird. Wenn Messung und Ergebnisse des Schichtmodells auch nicht ausreichen, um den Brechungsindex der Probe exakt anzugeben, wird die Aussagefähigkeit über den Anisotropiegrad einer Probe und die Interpretierbarkeit von Messergebnissen doch erheblich verbessert. So gelang auch die Anpassung der Mikrowellenmethode zur Fasergehaltsmessung.

Die Messergebnisse zeigten eine besondere Empfindlichkeit der Methode im Fall einer relativ kurzen Resonatorlänge, weshalb die Orientierungsrichtung bei Proben mit geringem Anisotropiegrad hier am zuverlässigsten bestimmt werden kann.

Mit dem flexibleren Messaufbau ließ sich auch der Einsatz eines in der Frequenz verstimmbaren Sensors für die Anisotropiemessung erfolgreich testen, wegen seiner zu geringen Bandbreite wurde aber für die Anwendungen das herkömmliche Messprinzip der Längen Anpassung des offenen Resonators beibehalten.

In der Materialcharakterisierung hat sich die Mikrowellenmethode bei der Faserorientierungsmessung an kurzfaserverstärktem PUR-RRIM bewährt. Da die integral messende Mikrowellenmethode schneller ist als die bekannten Referenzverfahren, war eine systematische Untersuchung möglich, wie sich verschiedene Prozessparameter bei der Herstellung auf die Faserorientierungsverteilung im Endprodukt auswirken. Vergleichsmessungen mit Ultraschallverfahren und thermische Ausdehnungsmessungen bestätigten die Mikrowellenergebnisse, die dann als Eingangsdaten für den Vergleich mit Simulationsverfahren dienten. Dies ermöglichte die Kalibrierung von Simulationsergebnissen und die Optimierung des Herstellungsprozesses.

Bei Faserorientierungsmessungen an kurzfaserverstärkten Thermoplasten wurden die Ergebnisse des Mikrowellenverfahrens mit Schlißbild- und Ultraschalluntersuchungen kombiniert. Die Kenntnis der integral oder tiefenaufgelöst mit unterschiedlicher lateraler Auflösung ermittelten Orientierungen ermöglicht die Vorhersage von Bauteileigenschaften.

Neue praxisrelevante Anwendungen der Mikrowellenanisotropiemessung ergeben sich in der Schädigungscharakterisierung kurzglasfaserverstärkter Thermoplaste. Es zeigte sich, dass Faser-Matrix-Ablösungen zu einem Anstieg der Mikrowellenanisotropie führen. Die Methode ermöglicht also neben der Schädigungsdetektion eine Aussage über die Schadensart. Der mit der Mikrowellenmethode bestimmte Anisotropiegrad des intakten Materials erlaubt die Vorhersage des Schädigungsablaufs und des Ortes des späteren Versagens. Zur Schädigungscharakterisierung dieser Werkstoffe hat es sich auch bewährt, verschiedene zerstörungsfreie Prüfverfahren einzusetzen. Die gegenseitige Ergänzung mikroskopischer Methoden, Ultraschallmethoden und die Messung von Oberflächentemperatur und -dehnung während eines Zugversuchs ermöglichten ein umfassendes Verständnis des Schädigungsprozesses.

## **Abstract**

As microwaves can penetrate into dielectric materials, they are used for nondestructive testing. In this field, polarized microwaves have been established for remote measurement of material anisotropy. They respond to the direction dependent refraction index of the anisotropic material. Using a waveguide probe in the reflection mode, combined with an open resonator of variable length, specimens of different thicknesses can be investigated and scanned, which allows a higher flexibility as compared to other corresponding methods (e.g. the microwave cavity perturbation method).

In this thesis, the microwave technique is applied to study of anisotropy in short fiber reinforced plastics, which have found numerous applications in many branches of industry (e.g. automotive). The knowledge of anisotropy can identify weak areas in a component (e.g. weldlines) as well as monitor product quality. Long fiber reinforced plastics or wood can be characterized as well.

The method has been successfully used to determine the direction of fibre reinforcement in the above mentioned materials. However, the reproducibility of the results on the degree of anisotropy was not sufficient. Therefore, possibilities for the improvement of the reproducibility were investigated with the aim to apply the method to practical applications. For a better comparability of measurements, the adjustment was optimized, but this did not turn out to be sufficient. Therefore, the influence of different factors on the measured detector signal was investigated systematically. The refraction index (which had to be measured) was varied, as well as the thickness and position of the sample in the resonator, and the resonator length. A new, more flexible measurement setup made it easier to adjust all these parameters, which can be varied over a much broader range now. The sample position was thus identified as a main influence factor on the measured degree of anisotropy.

A layer model of the measurement setup developed was in good qualitative agreement with the measured dependencies, and showed that the standing wave in the resonator and therefore the detector signal depend on all of the above mentioned parameters. Though the results of these measurements and the layer model were not enough to give an exact value of the refraction index of a specimen, it was much easier to determine the degree of anisotropy and to interpret the measured results. The applicability of the method could be expanded to fiber content measurements as well.

Measurements showed a high sensitivity of the method in the case of a short resonator length, so this turned out to be the best way to determine with high reliability the orientation of reinforcement with a low degree of anisotropy.

The more flexible measurement setup allowed to test successfully a microwave sensor with variable frequency. However, due to its small bandwidth, the conventional setup of adjusting the length of the resonator was used for the applications in this thesis.

In the field of material characterisation, the microwave measurements were successfully applied to fiber orientation measurements of short fiber reinforced PUR-RRIM. Since the microwave method which measures an integral value over the thickness of the specimen was faster than other corresponding methods, systematical investigations could be performed. The influence of different parameters of the production process on the fiber orientation distribution in components was investigated. The results were compared with those of ultrasound and thermal expansion measurements, which confirmed the validity of microwave measurements. The results were then used for calibration of fiber orientation in simulations, which enabled to optimize the production process.

For fiber orientation measurements in short fiber reinforced thermoplastics, the microwave results were combined with micrograph analysis and ultrasound investigations. The knowledge of integral and depth resolved orientations with different lateral resolution makes it possible to predict material parameters.

New developments of the microwave method were applied to damage characterization of short fiber reinforced thermoplastics. Fiber-matrix-delaminations were found to cause an increase of the microwave anisotropy. Thus the method not only indicates the damage, it can also identify a type of damage. The degree of anisotropy determined by the microwave method in the intact material can also be used to predict and locate the failure of the material during a damage process. For damage characterization of these materials the use of different testing methods turned out to be worthwhile. The combination of microscopic methods and ultrasound methods with surface measurements of temperature and strain provided information on different aspects of the damage.



# 1. Einleitung

## 1.1. Entwicklung der Mikrowellentechnik bis zum Einsatz in der zerstörungsfreien Prüfung (ZfP)

Die Geschichte der Mikrowellentechnik begann mit der Entdeckung der elektromagnetischen Wellen. Die grundlegenden Zusammenhänge wurden von Maxwell formuliert [1], der experimentelle Nachweis gelang 1886 durch Heinz Rudolph Hertz [2]. Mikrowellen sind elektromagnetische Wellen mit Frequenzen in der Größenordnung von Gigahertz, verbunden mit Wellenlängen von ca. 1 m bis unter 1 mm (Abbildung 1) [3].

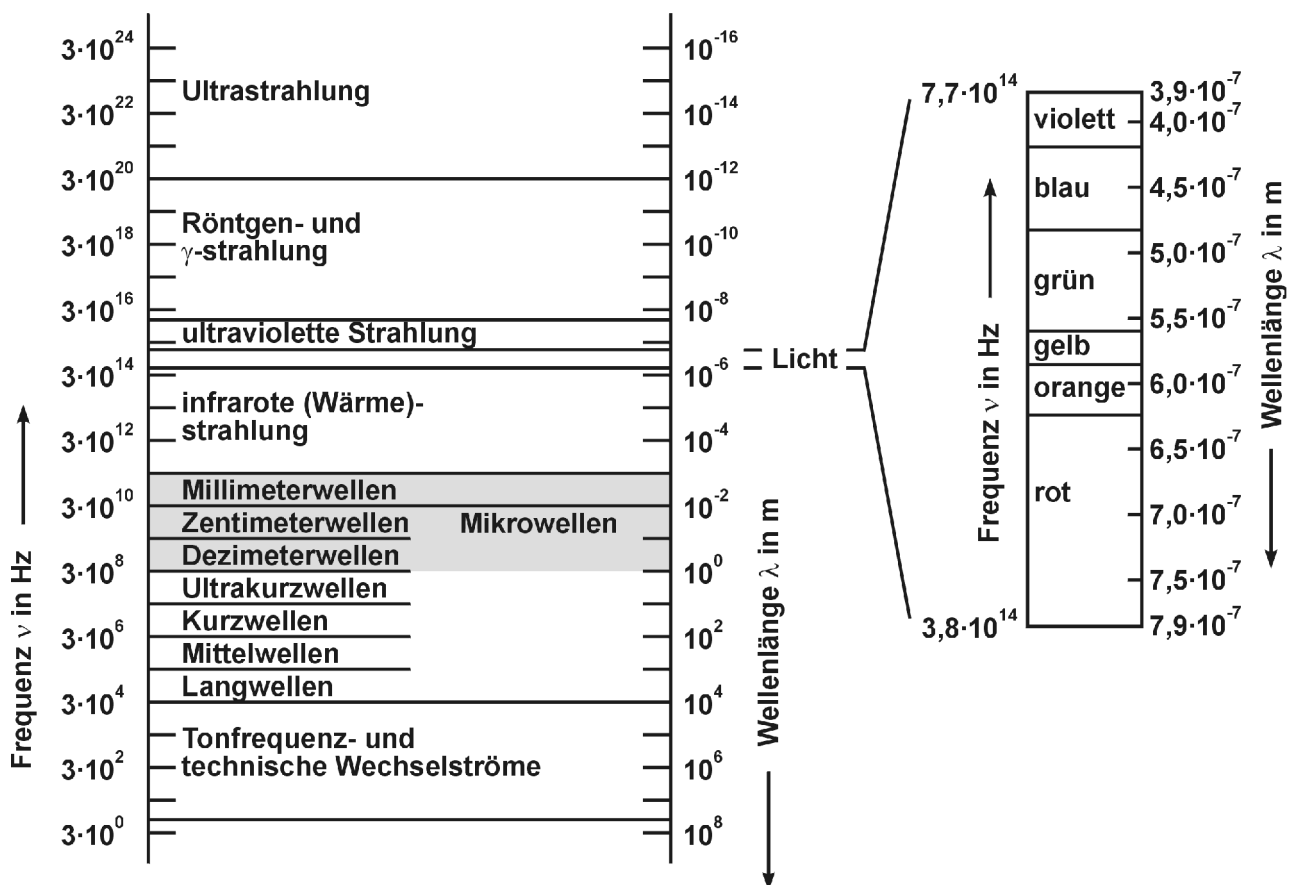


Abbildung 1: Spektrum elektromagnetischer Wellen.

Die ersten Mikrowellenanwendungen waren Radarmessungen. Im Jahre 1904 erfand der deutsche Hochfrequenztechniker Christian Hülsmeier das „Telemobiloskop“, das zur Entfernungsmessung eingesetzt wurde und damit eine wesentlich bessere Verkehrsüberwachung auf dem Wasser ermöglichte [4].

Nach der Erfindung von Magnetron (Hull, 1921) [5] und Klystron (Metcalf und Hahn, 1936) [6], trieb der Zweite Weltkrieg die Entwicklung der Radartechnik sprunghaft voran, zunächst in England, dann aber auch in Deutschland. In den 50er und 60er Jahren wurden

weitere Anwendungen für Mikrowellen erschlossen.

Heute gibt es eine Vielzahl von Radarverfahren, z.B. für Geschwindigkeits- und Ortungsmessungen, Höhenmessungen, Richtfunk und Radioastronomie [7]. Zu den thermischen Anwendungen der Mikrowellen zählen der Mikrowellenherd, die Mikrowellentrocknung sowie die Aushärtung von Polymeren, außerdem die Plasmaphysik. Der Mobilfunk ist eine weitere sehr verbreitete Technik, die in den Mikrowellenbereich hineinreicht. Im entgegengesetzten, oberen Frequenzbereich der Mikrowellen, im Terahertzbereich, werden derzeit neue Anwendungen erschlossen [8]. Darüber hinaus gibt es eine Reihe von Anwendungen zur Materialcharakterisierung, die z.B. in der Grundlagenforschung eingesetzt werden. Dazu zählen Resonanzmessungen der Elektronenspinresonanz (ESR) [9] oder zur Ermittlung der komplexen Permeabilität und Mikrowellenleitfähigkeit [10].

Eine kurze Übersicht über die Geschichte der zerstörungsfreien Prüfung mit Mikrowellen geben Master et al. [11], die den Beginn der ZfP/NDT in einem US-Patent von Liskow, 1948, sehen [12].

Im Jahre 1963 gibt Hochschild [13] eine Übersicht über Mikrowellenbauteile und -aufbauten sowie über Materialien, für deren Untersuchung Mikrowellen eingesetzt werden können. Er nennt als wesentliche Anwendungsbereiche:

- Dickenmessungen
- Defekterkennung
- Messung von Dielektrizitätszahl und Verlusten, damit verbunden die indirekte Anzeige von Eigenschaften wie Feuchtegehalt, Aufbau, Reinheit, Struktur, Aushärtungsgrad, Dichte, Porosität
- Hochpräzise Abstandsmessungen
- Analyse von Bewegungen, Schwingungen, Oberflächenrauigkeit

Der Begriff NDT wurde im Zusammenhang mit Mikrowellen zuerst von Leonard und Stropki verwendet [14]. Weitere Übersichten zur Mikrowellen-ZfP geben Hochschild (1968) [15], Bahr (1982) [16] und Wittig [17], später Zoughi [18], [19] und Bahr et al. [20]. Mikrowellenmethoden finden somit zahlreiche Anwendungsgebiete in der Zerstörungsfreien Prüfung. Zu Einschränkungen in der Einsetzbarkeit führt der Skineffekt bei leitfähigen Materialien, der nur ein oberflächliches Eindringen der Mikrowellen erlaubt. Bei Nahfeldmessungen ist

die Abstandsabhängigkeit zu berücksichtigen.

Radarverfahren wie das Georadar in der Geophysik, das Bodenradar zur Untersuchung von Brücken, Straßenbelägen, zum Aufspüren von Minen oder das Radar zur Prüfung von Bauwerken [21] sind ebenfalls zur ZfP zu zählen.

Mit der Weiterentwicklung von Werkstoffen und der Erschließung neuer technischer Anwendungen nimmt die Prüfung von Verbundwerkstoffen (zum Auffinden innerer Strukturen) eine wichtige Rolle ein, daneben besteht nach wie vor Bedarf zur Charakterisierung klassischer Werkstoffe (z.B. Zement und Beton). Gegenstand aktueller Forschung ist auch die Weiterentwicklung von Sensortechniken und Auswertalgorithmen, um die Anpassung an neue Messaufgaben zu ermöglichen [22], [23], [24]. Dabei gibt es auch Ansätze, die Einschränkungen, die durch die Abstandsabhängigkeit des Signals gegeben sind, zu überwinden, sei es durch Kombination mit optischen Sensoren [25] oder durch Entwicklung spezieller an das Prüfproblem angepasster Antennen [26].

## **1.2. Messung von Werkstoffanisotropien**

Kunststoff-Verbundwerkstoffe haben besonders in den letzten 20 Jahren große wirtschaftliche Bedeutung erlangt. Die Kombination von guten mechanischen Eigenschaften mit niedrigem spezifischen Gewicht hat besonders zu Anwendungen im Fahrzeug- und Flugzeugbau, aber auch in vielen weiteren Gebieten (Gerätegehäuse, Sportartikel, usw.) geführt. Je nach Anforderung werden dabei unterschiedlichste Verstärkungsmaterialien und Herstellungsverfahren eingesetzt. Die mechanischen Eigenschaften des Endprodukts werden wesentlich vom Fasermaterial, der Faserlänge und Faserorientierungsverteilung bestimmt. Zur Werkstoffoptimierung ist es also notwendig, die lokale Faserorientierung zu kennen oder messen zu können. Dazu werden verschiedene zerstörungsfreie und zerstörende Messmethoden eingesetzt. Je nach Fragestellung sind unterschiedliche Aspekte bei der Auswahl der Methode zu berücksichtigen. So gibt es große Unterschiede hinsichtlich der lateralen Auflösung. Darüber hinaus erfassen manche Methoden die Oberfläche, andere liefern ein tiefengemittelttes Signal. Die Eindringtiefe elektromagnetischer Wellen wird dabei von deren Frequenz und von der Leitfähigkeit des Werkstoffs bestimmt. Mikrowellen eignen sich deshalb hervorragend zur Untersuchung glasfaserverstärkter Werkstoffe, aber nicht für kohlefaserverstärkte Werkstoffe. Im folgenden wird eine Übersicht über Messmethoden gegeben, die zur Orientierungsmessung eingesetzt werden.

Optische Methoden lassen sich neben der Messung der spannungsinduzierten Doppel-

brechung in bestimmten transparenten Werkstoffen (wie z.B. Polycarbonat) [27], [28] besonders zur Charakterisierung von Schliffbildern einsetzen. Da im zweiten Fall nur die Oberfläche erfasst wird, muss die Probe für eine Tiefenmessung zerstört werden. Vorteil ist aber die hohe laterale Auflösung, die so erzielt werden kann. Dies ist besonders relevant für kurzfaserverstärkte spritzgegossene Kunststoffe, die eine komplexe, über die Dicke variierende Faserorientierungsverteilung besitzen. Die durchgeschnittenen Fasern stellen sich in den Schliffbildern als Ellipsen dar. Durch automatisierte Bildauswertung kann die 3d-Orientierungsverteilung ermittelt werden [29]. Nach Optimierung des Verfahrens ist es möglich, alle Komponenten des Faserorientierungstensors zu erfassen [30], was einen direkten Vergleich mit Ergebnissen von Faserorientierungssimulationen erlaubt. Nachteile des Verfahrens sind der hohe präparative Aufwand und die lange Messzeit, die nur lokale Messungen an Bauteilen erlauben. Die mechanische Behandlung der Oberfläche kann zudem zum Herausreißen von Fasern und zur Zerstörung der Oberflächenstruktur führen, was die Einsatzmöglichkeiten (z.B. bei PUR-RRIM) [31] einschränkt.

Auch verschiedene Röntgenverfahren eignen sich zur Faserorientierungsmessung. Radiografien ergeben ein dickengemitteltetes Signal und können in Kombination mit Bild-Auswerteverfahren eingesetzt werden, wenn ein genügend großer Unterschied in den Ordnungszahlen der Elemente von Faser und Matrix besteht [32], [33]. Für einen kurzglasfaserverstärkten Werkstoff sind sie begrenzt für sehr dünne Proben geeignet. Die Erfassbarkeit lokaler Orientierungen mittels Röntgen-Computertomografie wurde inzwischen demonstriert [34], erfordert aber einen hohen Aufwand hinsichtlich Mess- und Auswertezeit und den Einsatz dazu geeigneter Algorithmen. Bei kristallinen Fasern wie Kohlefasern lassen sich Faserorientierungen mittels Rotationstopografie (Weitwinkelstreuung, Diffraktometrie) bestimmen [35], bei amorphen Glasfasern ist dies nicht möglich. Für diese kann prinzipiell Röntgen-Refraktion (Kleinwinkelstreuung) eingesetzt werden, die auf die Lage innerer Oberflächen anspricht [36]. Der Zeitaufwand bei dieser integral messenden Methode ist allerdings sehr hoch.

Thermische Verfahren zur Orientierungsmessung nutzen Unterschiede in der Temperaturleitfähigkeit von Faser und Matrix. In einem langfaserverstärkten CFK-Werkstoff kommt es bei punktförmiger Erwärmung mit einem Laserfokus zu einer ellipsenförmigen Temperaturverteilung um diesen Punkt herum, die mit einer Thermografiekamera erfasst werden kann. Aus der Lage der Ellipse ergibt sich die Faserorientierung [37], [38], [39]. Auch das thermische Ausdehnungsverhalten ist längs und quer zur Faser unterschiedlich und kann zur Messung der Faserorientierung verwendet werden [40] (Kapitel 5.1).

Das Ansprechen von Ultraschall auf Anisotropien in Verbundwerkstoffen wurde mit Hilfe des Backscattering-Verfahrens demonstriert [41], [42]. Die Bestimmung verschiedener elastischer Konstanten in einem kurzfaserverstärkten Spritzgusswerkstoff zeigte das Potential von Ultraschallverfahren zur Anisotropiemessung in diesem Werkstoff [43]. Laufzeitmessungen von Scherwellen oder die Auswertung der Lambwellen-Ausbreitung in Platten oder Folien dienen der Bestimmung von Faser- und Molekülorientierungen [43], [44], [45].

Der Einsatz elektromagnetischer Verfahren wird von der verwendeten Frequenz bestimmt. So eignet sich Wirbelstrom zur Messung der Faserorientierung in CFK [46]. Richtungsabhängig treten unterschiedlich starke Stromdichten auf, die sich im Wirbelstromsignal zeigen. Für nichtleitende Fasern ist dieses Prinzip nicht anwendbar. Hier werden Mikrowellenmethoden eingesetzt. Darauf wird im folgenden Kapitel eingegangen.

### **1.3. Anisotropiemessungen mit Mikrowellenverfahren**

Anisotropiemessungen mit Mikrowellen sind hinsichtlich der angewandten Messmethoden unterscheidbar. Dabei finden sich zwei Schwerpunkte:

Zum einen werden Resonatoranordnungen eingesetzt, wobei die Anisotropiebestimmung nach der Störkörpermethode für Hohlraumresonatoren erfolgt [47]. Dabei wird aus Änderungen von Güte und Resonanzfrequenz auf die dielektrischen Eigenschaften des Untersuchungsmaterials geschlossen. Durch Drehen der Probe relativ zum Feld wird dann die Anisotropie ermittelt [48]. Voraussetzung ist hier, dass die Probe das Mikrowellenfeld im Resonator nur wenig stört, also die Feldverteilung („Mode“) im Resonator erhalten bleibt. Damit ist diese Methode allerdings je nach Messanordnung auf dünne Filme [48], [49] oder (im Vergleich zur Wellenlänge) kleine Objekte beschränkt [47].

Eine weitere Gruppe von Methoden nutzt die von der Anisotropie verursachte Doppelbrechung oder darauf basierende Phänomene wie z.B. Änderungen im Reflexions- und Transmissionsverhalten der Mikrowellen [50], [51]. Auch die Messung von Spannungsdoppelbrechung ist für bestimmte Materialien möglich, wie für Bleisilikatgläser demonstriert wurde [52].

Mikrowellen eignen sich zur Anisotropiebestimmung von Papier [53], [54] oder Kunststofffolien [48], [50]. Besonders bei opaken Materialien, wo klassische optische Methoden an ihre Grenzen stoßen, werden Mikrowellenmethoden eingesetzt. Eine weitere wichtige Materialklasse für solche Untersuchungen sind glas-, mineral-, oder naturfaserverstärkte

Werkstoffe [55], [56].

Kurzfaserverstärkte spritzgegossene Kunststoffe finden besonders im Fahrzeugbau breite technische Anwendungen. Hier ist es erforderlich, leichte Bauteile mit an den Einsatz angepassten mechanischen Eigenschaften in großen Stückzahlen und konstanter Qualität zu fertigen. Dabei werden wesentliche Bauteileigenschaften von der Faserorientierung bestimmt. Die Kenntnis der Faserorientierung ist Voraussetzung für die Optimierung des Werkstoffs. Von den oben vorgestellten Methoden eignen sich besonders die Schliffbildauswertung und die Ultraschallverfahren für diese Werkstoffe. Die Schliffbildauswertung ist ein sehr zeitaufwändiges und zerstörendes Verfahren. Die vorgestellten Ultraschallmethoden sind für Untersuchungen größeren Umfangs (Scannen großer Flächen, große Anzahl von Proben) ebenfalls bisher nicht einsatzreif, da sie nicht weit genug automatisiert sind und einen erfahrenen Experimentator erfordern. Auch kann es frequenzbedingte Einschränkungen geben. Die Resonanzfrequenz einer Lambwelle ergibt sich aus Probendicke und elastischen Eigenschaften des zu untersuchenden Werkstoffs. Das eingesetzte Equipment muss darauf abgestimmt sein. Auch Zugversuche geben Aufschluss über die Faserorientierung, wenn Proben in unterschiedlichen Richtungen entnommen werden. Sie sind aber ebenfalls zerstörend und liefern nur über die Zugstabgeometrie gemittelte Werte.

Die integral messende Mikrowellenmethode zur Anisotropiebestimmung [57] eignet sich besonders für die Faserorientierungsmessung an spritzgegossenen Kunststoffen. Faserorientierungen werden in kürzerer Zeit und für große Flächen (bis etwa DIN-A4-Größe) an plattenartigen Proben ermittelt.

Bei der Entwicklung der Anlage war zunächst der reflektierte und der transmittierte Anteil der Mikrowellen bei schrägem Einfall ermittelt worden [58]. In einem kurzfaserverstärkten Kunststoff zeigt sich eine deutliche Winkelabhängigkeit dieser Größen, wenn die Anordnung gedreht wird. Diese Untersuchungen dienten als Grundlage für einen kompakten, in Reflexion betriebenen Aufbau [59], der in Kapitel 2.1 genauer beschrieben wird.

#### 1.4. Zielsetzung dieser Arbeit

Wie im vorherigen Kapitel gezeigt, sind viele Mikrowellenmethoden zur Anisotropiemessungen auf dünne Proben (Folien, Papier) beschränkt. Zur Messung von Faserorientierungen in spritzgegossenen Kunststoffplatten (Dicke ca. 1-4 mm) hat sich die Verwendung eines offenen Resonators bewährt, der in Reflexion betrieben und von einem Rechteckhohlleiter gespeist wird [59] (Kapitel 2.1). Die Orientierungsverteilung in der Probe lässt sich durch Verschieben im offenen Messaufbau ermitteln. Die Eignung der Methode konnte für unterschiedliche Materialien und Probendicken gezeigt werden. Gegenüber der vorher verwendeten Methode der Schrägeinstrahlung bestand neben der verbesserten lateralen Auflösung auch der Vorteil, dass der Einfluss des Kippwinkels auf das Messsignal entfällt.

Diener [59] hat an Messbeispielen an kurzfaserverstärkten Thermoplasten und PUR-RRIM gezeigt, wie aus Faserorientierungsverteilungen auf den Herstellungsprozess oder Schwachstellen im Bauteil geschlossen werden kann. Dabei ist die Mikrowellenmethode wesentlich schneller als andere Methoden der Orientierungsmessung (wie die zerstörende Schliffbildauswertung).

Ziel dieser Arbeit ist es, die Methode hinsichtlich Ihrer Praxistauglichkeit weiterzuentwickeln. Sie eröffnet die Möglichkeit, auch umfangreiche Messaufgaben durchzuführen. Im Rahmen des TFB 28 mit dem Ziel der Vorhersage mechanischer Bauteileigenschaften von kurzfaserverstärktem PUR-RRIM unter Berücksichtigung von Faserorientierungen soll deshalb die Mikrowellenmethode zur systematischen Untersuchung des Einflusses unterschiedlicher Herstellungsparameter auf die sich einstellende Faserorientierungsverteilung eingesetzt werden. Die Ergebnisse dienen als Eingangsdaten für Simulationsrechnungen, die bei der Bauteilentwicklung zum Einsatz kommen [60], [61]. Um eine zuverlässige Datenbasis mit der Mikrowellenmethode zu erhalten, sind aber apparative Weiterentwicklungen erforderlich. So hat sich gezeigt, dass zwar die Orientierungsrichtung meistens zuverlässig bestimmt werden kann, hinderlich ist aber z.B. die schlechte Reproduzierbarkeit bei der Messung des Orientierungsgrades. Justagebedingt kann es vorkommen, dass ein zu geringer Orientierungsgrad gemessen wird, was in diesem Fall auch zu einem Fehler bei der Bestimmung der Orientierungsrichtung führt. Die Verbesserung der Reproduzierbarkeit der Mikrowellenmethode soll auch für längere Messreihen zuverlässige und vergleichbare Aussagen ermöglichen.

Dazu sind apparative Weiterentwicklungen erforderlich. Zunächst soll die Justierung durch den Einsatz stabilerer Komponenten, die genauer positioniert und über einen größeren

Bereich variiert werden können, verbessert werden. Außerdem wird eine alternative Methode zur Anisotropiemessung erprobt, wobei die bisher verwendete Resonatorlängenänderung bei konstanter Frequenz durch eine Frequenzänderung bei konstanter Resonatorlänge ersetzt wird. Vorteil wäre die mögliche Zeitersparnis durch Verzicht auf mechanische Komponenten.

Um Messfehler abzuschätzen und das Optimierungspotential der Mikrowellenmethode zu ermitteln, wird die Auswirkung der bei einer Messung prinzipiell variablen Parameter (Brechungsindex der Probe, Probenposition, Probendicke, Resonatorlänge) auf das Messergebnis (Detektorsignal) experimentell und analytisch (Schichtmodell) bestimmt. Aus dem Einfluss dieser Größen auf die Anisotropiemessung wird geschlossen, unter welchen Bedingungen Orientierungsrichtung und -grad zuverlässig messbar sind. Zur Verifizierung der Mikrowellenergebnisse werden lokale Vergleichsmessungen mit Referenzverfahren durchgeführt. Die im Projekt gewonnenen Erkenntnisse sollen anschließend auf komplexe Praxisbauteile übertragen werden. Auch die Einsetzbarkeit der Mikrowellenmethode zur Fasergehaltsmessung wird in diesem Rahmen erprobt.

Bei der Untersuchung kurzfaserverstärkter Thermoplaste soll die Mikrowellenmethode nicht nur zur Material- sondern auch zur Schädigungscharakterisierung eingesetzt werden. Durch Kombination mit Ergebnissen weiterer zerstörungsfreier Prüfverfahren wird ermittelt, welche Informationen mit dem Mikrowellenverfahren über den Werkstoff und sein Schädigungsverhalten gewonnen werden können, die mit Standardverfahren (wie dem Zugversuch) nicht erfassbar sind. Dies ist wichtig, da Schädigungen in Faserverbundwerkstoffen wesentlich von ihrem inneren Aufbau (und den richtungsabhängig auftretenden Lasten) abhängen.



## 2. Mikrowellenmessung der Anisotropie

### 2.1. Aufbau und Funktionsprinzip der Mikrowellenmessung

Der kompakte Mikrowellenaufbau zur Anisotropiemessung beruht auf einer Reflexionsmessung im offenen Resonator, wobei die Mikrowellen senkrecht auf die Probe treffen, hinter der sich ein metallischer Reflektor befindet. Zur Messung wird ausgenutzt, dass die Wellenlänge in der Probe gegenüber Luft um den Faktor ihres Brechungsindex  $n$  verkürzt ist. Bei einer anisotropen faserverstärkten Probe ist der Brechungsindex in Faserrichtung und quer dazu unterschiedlich. Dreht man die Messrichtung um 90 Grad, so findet man für polarisierte Mikrowellen unterschiedliche Wellenlängen in der Probe. Stimmt man die Resonatorlänge durch Variation der Position des metallischen Reflektors so ab, dass sich ein Minimum an der Position des Detektors befindet (siehe Abbildung 2), so ist die für diesen Fall ermittelte Resonatorlänge ein Maß für den Brechungsindex in der Probe. Die Differenz  $\Delta L$  für die Messrichtungen längs und quer zur Faserorientierung entspricht dem Grad der Anisotropie.

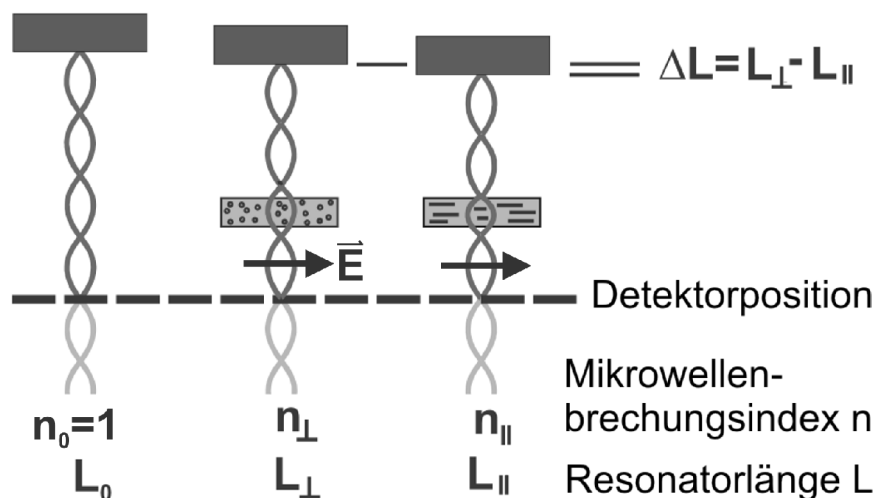


Abbildung 2: Grundprinzip der Mikrowellenmessung im offenen Resonator: Die Resonatorlänge wird so abgestimmt, dass ein Minimum der stehenden Welle an der Detektorposition liegt. Links: leerer Resonator. Mitte und rechts: Mit faserverstärkter Probe, elektrische Feldrichtung  $\vec{E}$  senkrecht (Mitte) bzw. parallel (rechts) zur Faserorientierung.

Abbildung 3 zeigt zu erwartende Signalverläufe bei Positionsänderung des metallischen Reflektors, wenn die Polarisationsrichtung der Mikrowellen parallel oder senkrecht zur Faserorientierung ist. Zur Messung der Anisotropie wird eines der Minima als Arbeitspunkt gewählt. Denkbar wäre auch eines der Maxima.

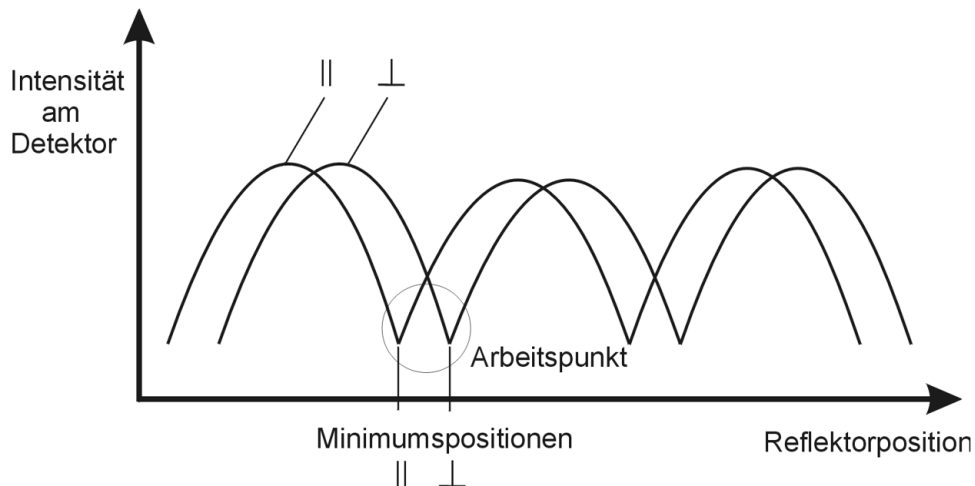


Abbildung 3: Prinzip des Signalverlaufs am Detektor bei Variation der Reflektorposition für die Fälle, dass das elektrische Feld  $\vec{E}$  parallel bzw. senkrecht zur Faserorientierung ist (siehe auch gemessene Verläufe in Kapitel 3.1.3). Am Arbeitspunkt werden die Minimumpositionen in Abhängigkeit von der Richtung des Mikrowellenfeldes bestimmt.

Im Mikrowellenaufbau, der im folgenden vorgestellt wird, sind die Minima aber günstiger, weil sie spitzer sind als die Maxima und ihre Position deshalb genauer bestimmbar ist. Die so ermittelte Reflektorposition in Abhängigkeit des Messwinkels liefert das für die Orientierungsmessung auszuwertende Signal. Die apparative Umsetzung dieses Prinzips ist in Abbildung 4 dargestellt [59], [62].

Mikrowellen mit einer Frequenz von 30 GHz werden in einem Gunn-Oszillator erzeugt und über einen Zirkulator und einen Hohlleiter in die Messvorrichtung mit der Probe ausgekoppelt. Das reflektierte Signal wird wieder über Hohlleiter und Zirkulator zum Mikrowellendetektor geleitet, der die Intensität des Mikrowellenfeldes erfasst. Durch Drehen der Sender-Empfänger-Einheit kann die Messrichtung der ausgekoppelten linear polarisierten Mikrowellen vorgegeben werden. Wie oben gezeigt, treten in einer anisotropen Probe parallel und senkrecht zur Faserorientierung unterschiedliche Wellenlängen auf, die die Phasenlage der stehenden Welle im Mikrowellenresonator bestimmen. Zur Messung der Anisotropie wird die Position des metallischen Reflektors so gewählt, dass für den jeweiligen Messwinkel ein Minimum der stehenden Welle des Mikrowellenfeldes am Detektor liegt.

Trägt man die so ermittelte Reflektorposition über dem Drehwinkel  $\beta$  auf (dargestellt als „Resonatorlänge“ in Abbildung 5), so findet man ein doppelperiodisches Signal, dessen Phasenlage mit der Orientierungsrichtung korrespondiert und dessen Modulationstiefe ein Maß für den Grad der Anisotropie in der Probe ist.

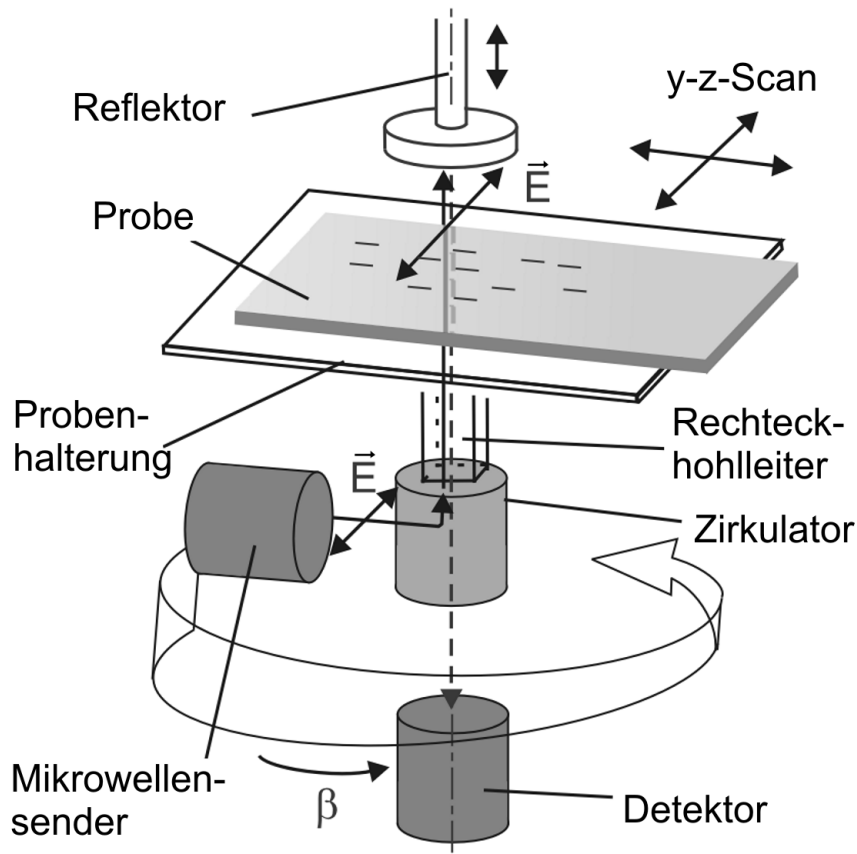


Abbildung 4: Prinzip des Messaufbaus der Mikrowellen-Orientierungsmessung.

Eine anschauliche Darstellung des Messergebnisses erfolgt in Form von Strichbildern. Die Strichrichtung gibt die Orientierungsrichtung, die Strichlänge den Grad der Anisotropie an. Orientierungsfelder erhält man durch Scannen der Probe. Jede Einzelmessung gibt dabei die über die Probendicke gemittelte Orientierung an. Alternativ zu den Strichbildern können die bei einem Flächenscan ermittelten Größen für Orientierungsrichtung, Anisotropie und Dielektrische Dicke auch in drei Bilder aufgetrennt farb- oder grauwertcodiert über der Fläche aufgetragen werden.

Die laterale Auflösung beträgt etwa 5-7 mm Durchmesser im Nahfeld des offenen Hohlleiters. Durch Anpassung der Position des metallischen Reflektors können Proben unterschiedlicher Dicke (bis ca. 4 mm) vermessen werden.

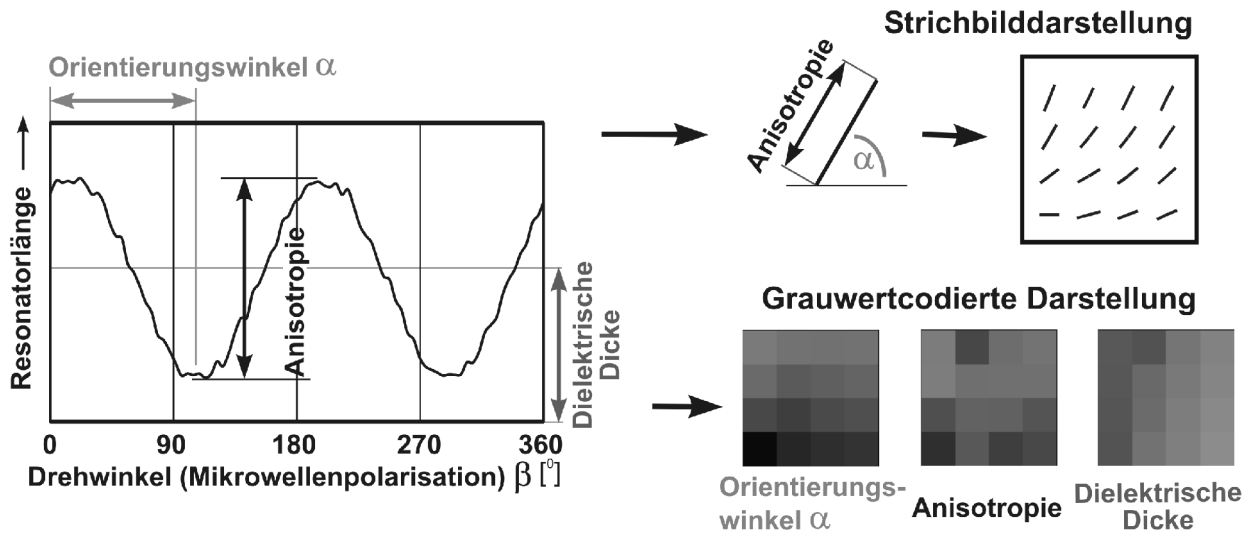


Abbildung 5: Auswerteprinzip der Mikrowellen-Orientierungsmessung und Ergebnisdarstellung als Strichbild (rechts oben) oder als Graubilder derselben Messdaten (rechts unten).

## 2.2. Beispiele zur Werkstoffcharakterisierung

Im folgenden wird dargestellt, wie sich Mikrowellenmessungen der Anisotropie zur Charakterisierung von kurzfaserverstärkten, spritzgegossenen Kunststoffen, langfaserverstärkten Polymerwerkstoffen und Holz einsetzen lassen.

### 2.2.1. Spritzgegossene kurzfaserverstärkte Thermoplaste

Abbildung 6 zeigt typische Orientierungsfelder am Beispiel unterschiedlicher Angussarten beim Spritzguss [59].

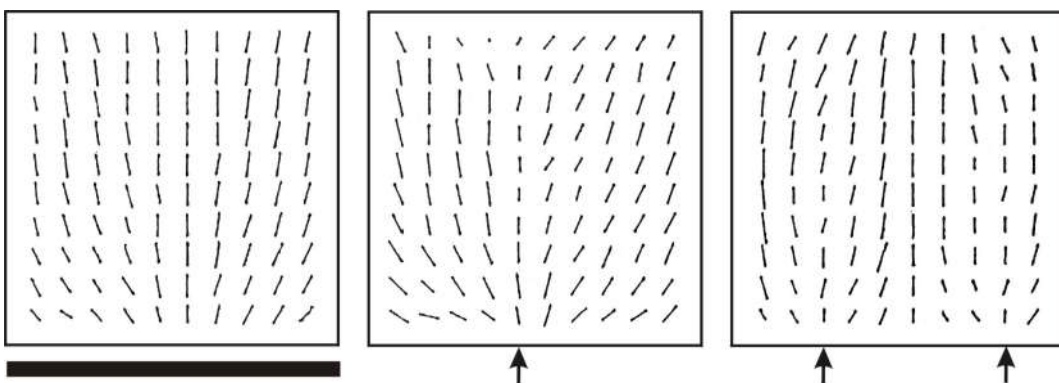
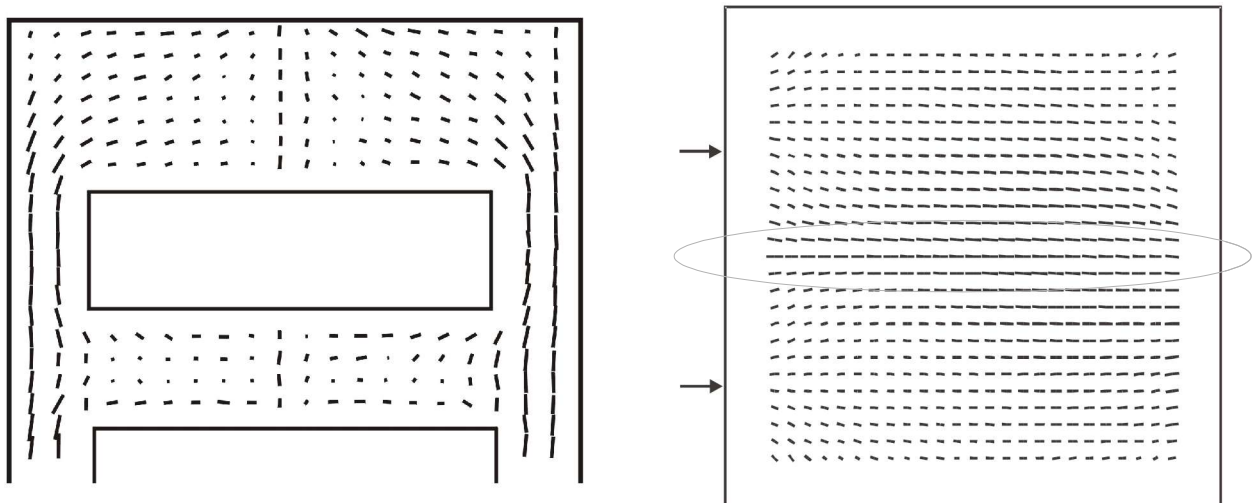


Abbildung 6: Faserorientierungsverteilung bei Bandanguss und Punktangüssen beim Spritzgießen [59].

Es wurde gezeigt, dass sich die Methode zur Anisotropiemessung von verschiedenen spritzgegossenen Werkstoffen wie POM, PP und PC eignet [38]. Die Kenntnis der Faserorientierung ermöglicht die Abschätzung mechanischer und thermomechanischer Eigenschaften und des Schwindungs- und Verzugsverhaltens eines Bauteils. Durch Ermittlung der Orientierungsfelder gelingt es auch, die für Thermoplaste typischen bauteilschwächenden Bindenähte zu identifizieren, wo die Fasern entlang der Bindenaht ausgerichtet sind, so dass quer dazu keine Verstärkung mehr erfolgt [59] (Abbildung 7 links). Rechts dargestellt ist die Erhöhung der Anisotropie in der Bindenaht einer Probe, die mit zwei Angüssen gefertigt wurde [63]. Die Bindenaht in der Probe rechts wird auch als Fließnaht bezeichnet, da hier die Schmelzestromen parallel zueinander fließen, während sie in der „klassischen“ Bindenaht aufeinander zu laufen [64].



*Abbildung 7: Bindenähte in kurzglasfaserverstärkten Thermoplasten: Entstehung links durch Teilung der Schmelze, rechts durch Verwendung zweier Angüsse.*

Es wurde außerdem belegt, dass beim Gegentaktspritzgießen im Gegensatz zum konventionellen Spritzgießen eine stärkere Ausrichtung der Fasern erfolgt [59].

### **2.2.2. Extrudiertes langfaser-verstärktes Polypropylen**

Naturfaserverstärkte Polymere kombinieren ebenfalls niedriges spezifisches Gewicht mit ausgezeichneten mechanischen Eigenschaften und werden deshalb zunehmend im Fahrzeugbau eingesetzt [65]. Damit wird auch die Qualitätskontrolle dieser Werkstoffe immer wichtiger. Die konventionelle Methode zur Charakterisierung dieser Materialien sind zerstörende Prüfungen, in denen mechanische Kenngrößen wie E-Modul oder Schlagfestigkeit ermittelt werden. Aufgrund dieser Untersuchungen ist bekannt, dass homogenes Material von besonders hoher Qualität ist. Um zwischen qualitativ hoch- und minderwertige-

rem Material zu unterscheiden, werden die Proben optisch durchstrahlt. Dies gelingt allerdings nur bei niedrigem Fasergehalt, da die Matrix transparent ist, die Fasern aber opak sind. Mikrowellen hingegen können wesentlich besser in das Material eindringen und zeigen eine starke Wechselwirkung mit den Fasern.

Bei den hier untersuchten Proben handelt es sich um flachsfaserverstärktes extrudiertes Polypropylen mit einem Fasergehalt von 20% (Abbildung 8) [66]. Die Anisotropiemessungen wurden an einer homogenen und einer inhomogenen Probe durchgeführt, in der Fasercluster enthalten waren. Das jeweils untersuchte Feld hatte eine Größe von  $40 \times 40 \text{ mm}^2$ , wobei hochauflösend mit einem Raster von  $1 \times 1 \text{ mm}^2$  gemessen wurde. Dabei stellte sich heraus, dass die Messgröße der Dielektrischen Dicke besonders gut zur Unterscheidung dieser Proben geeignet war.

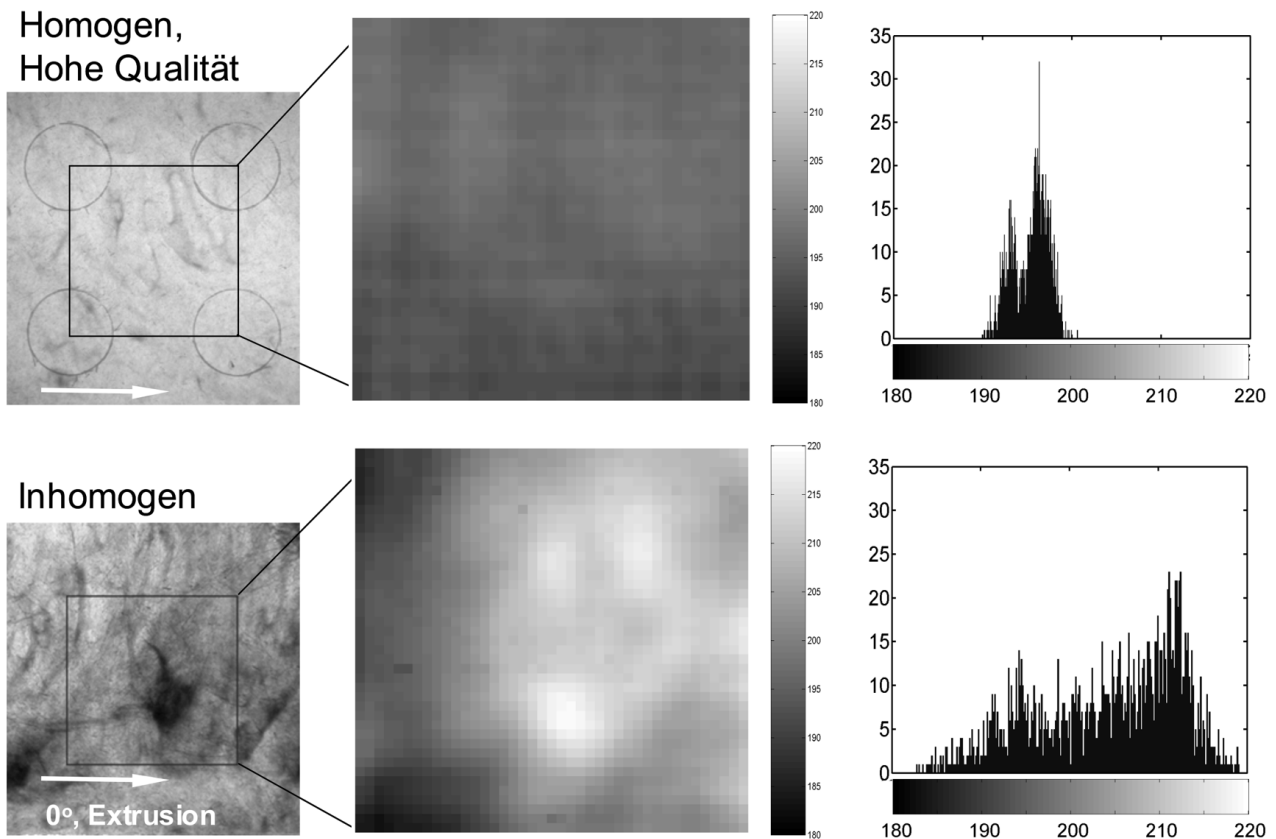


Abbildung 8: Vergleich einer homogenen (oben) und einer inhomogenen (unten) Probe aus Flachslangfaserverstärktem PP. Links: optisches Bild im Durchlicht, Mitte: Dielektrische Dicke der Mikrowellenmessung in relativen Längeneinheiten (siehe Abbildung 5), rechts: Histogramm der Grauwertverteilung der Dielektrischen Dicke.

Bei der homogenen Probe findet man ein fast konstantes Signal im gesamten untersuchten Bereich, während die inhomogene Probe eine wesentlich breitere Verteilung zeigt.

Dies wird besonders deutlich im Histogramm der Grauwertverteilung. Somit ist die Mikrowellenmethode eine gute Alternative zu optischen Methoden zur Inspektion dieser Materialien, besonders für opake Proben.

### 2.2.3. Anisotropie von Holz

Die herausragenden Eigenschaften von Holz als Bau- und Konstruktionsmaterial beruhen auf seinem anisotropen Aufbau [67], [68]. Aufgrund der Jahrringstruktur oder bei Astansätzen kommt es zusätzlich zu lokalen Inhomogenitäten. Reflexionsmessungen mit Mikrowellen zeigen, dass diese auf Inhomogenitäten im Holz ansprechen [59], [66].

Um Zusatzinformationen über die lokale Anisotropie zu gewinnen, wurde eine 3 mm dicke Probe untersucht, die einen Ast senkrecht zur Messebene enthielt, während die Holzfasern im astfreien Material in der Probenebene lagen (Abbildung 9). Die Messfläche war  $55 \times 40 \text{ mm}^2$ , das Messraster  $1 \times 1 \text{ mm}^2$ . Im astfreien Material findet man eine annähernd parallele Faserausrichtung. Früh- und Spätholz der Jahrringe äußern sich in unterschiedlich hohen Anisotropiegraden. In der Nähe des Astes treten Änderungen der Orientierung auf. Im Ast selbst ist die gemessene Anisotropie stark reduziert, da die Fasern senkrecht zur Messebene ausgerichtet sind. Auch im Bild der Dielektrischen Dicke wird der Ast detektiert. Dabei fällt besonders die Änderung der Dielektrischen Dicke in der Umgebung des Astes auf, was im optischen Bild links nicht sichtbar ist (Pfeile). Dies zeigt das Potential von Mikrowellenmessungen für die Defekterkennung in Holz.

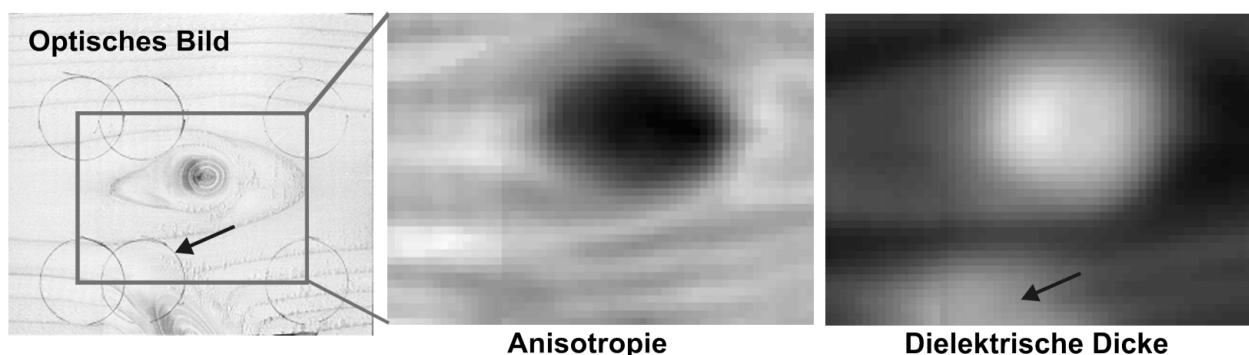


Abbildung 9: Anisotropie und Dielektrische Dicke der Mikrowellen-Orientierungsmessung an einer Holzplatte mit Ast. Links: Optisches Bild.

Wachstumsbedingt hat quasi-homogenes Holz eine zylindrische Jahrringstruktur, die Anisotropie verursacht. Im Baum unterscheidet man daher drei Grundrichtungen in Analogie zu den üblichen Zylinderkoordinaten: Radial, tangential und longitudinal, d.h. parallel zu den Jahrringen. An plattenförmigen Proben mit Plattenebene senkrecht zu diesen drei

Richtungen wurden Anisotropiemessungen mit dem Mikrowellenverfahren durchgeführt. Abbildung 10 zeigt das Ergebnis des Longitudinalschnittes. Auch hier ist die Jahrringstruktur im Anisotropiebild erkennbar. Die Dicke der Jahrringe kann zwar mit dem Mikrowellenverfahren nicht überall aufgelöst werden, Dickenunterschiede aufgrund trockener oder feuchter Jahre wirken sich jedoch auf das Ergebnis aus. Im Mikrowellenbild wird die Lage des Schnittes identifiziert. Beim Longitudinalschnitt liegen die Holzfasern senkrecht zur Schnittebene, die gemessene Anisotropie ergibt sich also aus den Dichteunterschieden zwischen Frühholz und Spätholz und aufgrund der Feinstruktur des Holzes. Wesentlich ist, dass mit der Messmethode über die Strukturerkennung hinaus auch eine Richtungsinformation gewonnen wird.

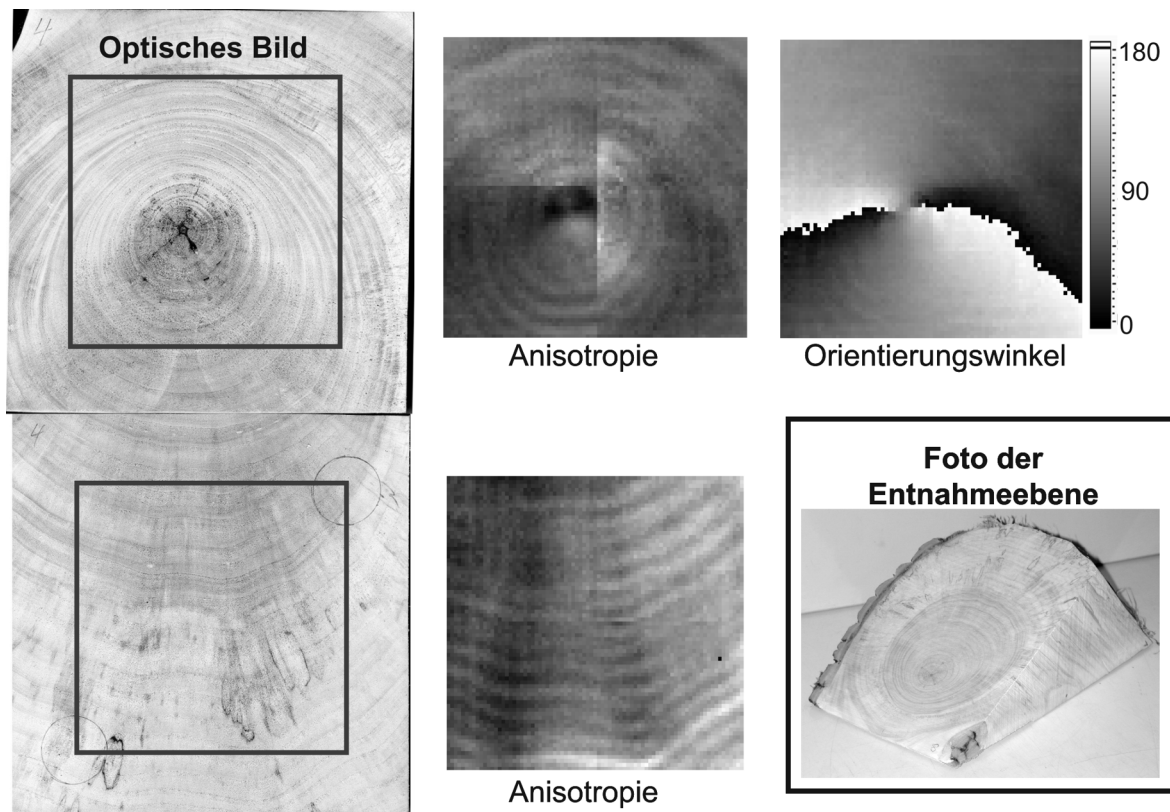


Abbildung 10: Mikrowellen-Orientierungsmessung bei einem Longitudinalschnitt in Pappelholz. Links: optisches Bild, Mitte: Mikrowellenanisotropie, rechts oben: Orientierungswinkel, aufgetragen als radialer Graukeil mit Phasensprung bei  $180^\circ$ .



## 2.3. Optimierungspotential der Mikrowellenmethode

Zur Abschätzung des Optimierungspotentials werden verschiedene Aspekte des Aufbaus betrachtet: Elektrische und Mikrowellenkomponenten, mechanische Komponenten und Mikrowellenfeld.

### 2.3.1. Elektrische und Mikrowellenkomponenten

Die verwendeten elektrischen und Mikrowellenbauteile werden vom Grundprinzip der Messung bestimmt: Polarisierte Mikrowellen werden in den offenen Resonator mit der anisotropen plattenförmigen Probe eingespeist. Unter Drehung der Polarisationsrichtung relativ zur Probe werden winkelabhängige Änderungen erfasst. Die Mikrowellen sind aufgrund der Abstrahlung vom offenen Rechteckhohlleiter polarisiert (siehe dazu Kapitel 3.2). Um die Probe scannen zu können, wird der Rechteckhohlleiter gedreht. Die im Gunn-Oszillator erzeugten Mikrowellen werden vom Zirkulator zum Hohlleiter geleitet, das reflektierte Signal wieder über den Zirkulator zum Detektor. Die Anordnung hat den Vorteil, dass Sender und Empfänger mit gedreht werden, das Mikrowellenfeld also über die Drehung konstant bleibt, und nur niederfrequente Signale mittels eines Schleifringübertragers über die Drehung übertragen werden müssen. Der Gunn-Oszillator benötigt eine Gleichspannung von wenigen V zur Versorgung, der Detektor (Punkt-Kontakt-Diode) liefert aufgrund seiner quadratischen Kennlinie eine Gleichspannung, die proportional zur anliegenden Intensität der Mikrowellen ist.

Prinzipiell gäbe es auch die Möglichkeit, das Mikrowellenfeld über die Drehung zu übertragen. Dies könnte entweder mechanisch mittels eines sonst in der Radartechnik verwendeten Mikrowellen-Drehkopplers (rotary joint) oder elektrisch mit einem Faraday Rotator erfolgen. Dabei muss die Konstanz des Mikrowellenfeldes über die Drehung gesichert sein. Vorteil wäre, dass man die Frequenz (im Rahmen des auf das Mikrowellenband abgestimmten Equipments) verändern könnte.

Aber auch beim Gunn-Oszillator [69] besteht die Möglichkeit der Frequenzänderung. Die Gunn-Diode ist in einen Hohlraumresonator eingebaut, der als Verstärker wirkt. Mikrowellen entstehen durch den Gunn-Effekt in der Halbleiterdiode (z.B. aus GaAs oder InP), die eine negative Strom-Spannungs-Kennlinie aufweist [70]. Im Bereich der negativen Kennlinie werden die Elektronen abgebremst, und es kommt zur Domänenbildung und einer Variation in der Elektronendichte. Ursache der negativen Kennlinie ist, dass ab einer bestimmten angelegten Gleichspannung (und abhängig von der lokalen Dichte der Dotierung des rein n-dotierten Halbleiters) schnelle Elektronen aus einem energetisch niedrigeren

Leitungsband in ein energetisch höheres Band (Satellitenband) mit geringerer Beweglichkeit gehen und somit langsamer werden. Durch geeignete Bauteilgeometrie werden Oszillationen erzeugt und im Mikrowellenbereich abgestrahlt. Die Resonanzfrequenz des Gesamtsystems wird von den Abmessungen des Hohlraumresonators mit bestimmt (mechanical tuning). Durch Einbau einer Varaktordiode (VCO varactor controlled oscillator oder auch voltage controlled oscillator) kann zusätzlich eine Feinabstimmung der Frequenz erfolgen (electrical tuning). Die Varaktordiode bildet eine zusätzliche Kapazität im Hohlraumresonator. Über die angelegte Spannung wird die Resonanzfrequenz (im vorliegenden Fall bei 30 GHz um +/-300 MHz) variiert.

Die Einstellbarkeit der Mikrowellenfrequenz erlaubt eine Abwandlung des Messprinzips: Statt die Länge des Resonators abzustimmen, bis ein Minimum der Stehwelle am Detektor anliegt, kann alternativ die Frequenz geändert werden [71], [72]. Durch Ersatz der mechanischen durch eine elektrische Abstimmung ist die Messzeit verkürzbar. Ein auf diese Weise erzielt Ergebnis ist in Abbildung 11 dargestellt. Links ist die Mikrowellenintensität für zwei verschiedene Messrichtungen (Polarisation der Mikrowellen) über der Frequenz dargestellt. Daraus wird die Frequenz bestimmt, bei der das Minimum auftritt, und über dem Drehwinkel aufgetragen (Abbildung 11 rechts). Analog zum konventionellen Messaufbau werden aus dem doppelperiodischen Verlauf Orientierungsrichtung und Orientierungsgrad ermittelt.

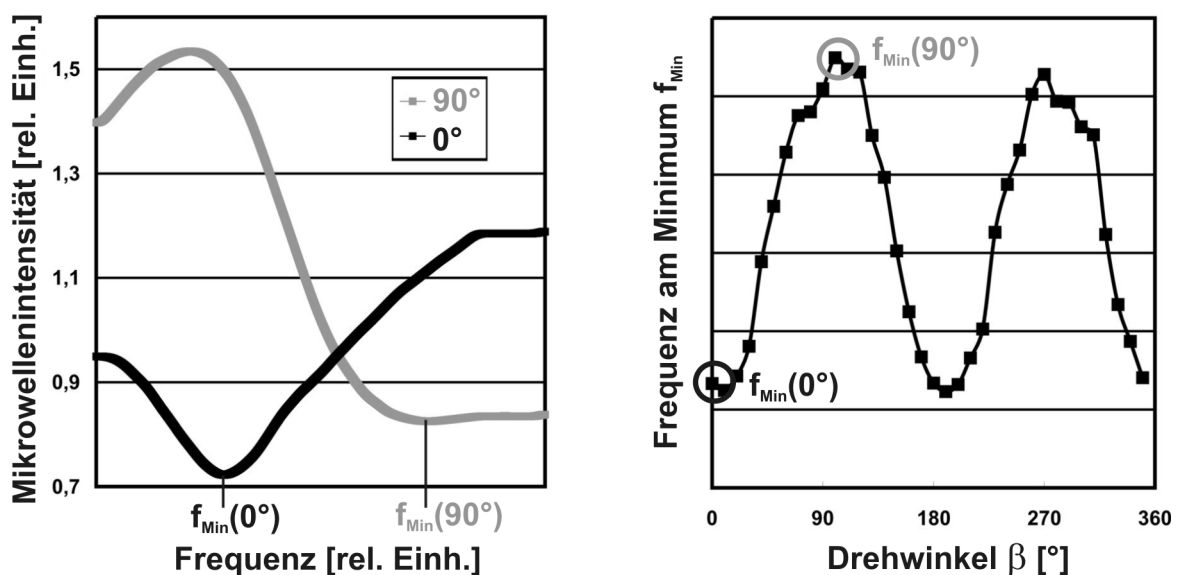


Abbildung 11: Frequenzverstimmung (bei konstanter Resonatorlänge) als Alternativmethode zur Messung der Mikrowellenanisotropie.

Das Beispiel zeigt die Machbarkeit dieses Verfahrens. Allerdings ist die Praxistauglichkeit aufgrund der für typische Anwendungen meistens zu geringen Bandbreite eingeschränkt. Eine Abschätzung zeigt, dass sich mit dem vorhandenen Aufbau im Fall der Frequenzverstimmung ein Brechungsindexunterschied parallel und senkrecht zur Orientierungsrichtung von etwa 0,1 noch auflösen lässt (Abschätzung auf Basis der vermuteten optischen Weglänge in Probe und Resonator). Um die Methode der Frequenzverstimmung auch praktisch zu nutzen, ist die Verwendung eines Mikrowellen-Drehkopplers (rotary joint) in Erwägung zu ziehen. Mit einer externen Mikrowellenquelle wäre so eine höhere Bandbreite erzielbar. Für die in dieser Arbeit gezeigten Anwendungen wurde das herkömmliche Prinzip der Resonatorlängenabstimmung beibehalten.

### **2.3.2. Mechanische Komponenten**

Unter Beibehaltung des Messprinzips wurde ein hinsichtlich seiner mechanischen Komponenten optimierter Aufbau erstellt. Dabei sollte die Stabilität der Vorrichtung erhöht und eine bessere Winkelgenauigkeit und Justierbarkeit der verwendeten Komponenten realisiert werden. Zur Winkeleinstellung wurde deshalb ein automatisch ansteuerbarer Drehtisch eingesetzt. Wesentlich war auch, die Flexibilität in der Handhabung zu erhöhen, z.B. die Möglichkeiten zur Variierung verschiedener Messparameter zu erweitern. Dies machte auch die Anpassung der Steuerungs- und Auswerte-Software erforderlich.

Eine Analyse des Aufbaus zeigte, wie wichtig die exakte Justage der Einzelkomponenten ist. Idealerweise fallen Drehachse, Abstrahlrichtung der Mikrowellen, Normalenvektor und Bewegungsrichtung des metallischen Reflektors zusammen. Bereits kleine relative Verschiebungen und Verkipnungen können große systematische Messfehler hervorrufen. Besonders Verkipnungen sind kritisch. Die Kontrolle mittels eines optischen Aufbaus zur Optimierung der Ergebnisse hat sich hier als hilfreich erwiesen. Die Rechtwinkligkeit wird dabei mit einem Laserstrahl überprüft, der bei optimaler Justage wieder in sich selbst reflektiert wird. Um die obigen Größen schneller und zuverlässiger einstellen zu können, wurden für den neuen Aufbau hochwertige Justierkomponenten beschafft.

### **2.3.3. Mikrowellenfeld im Resonator**

Anisotropiemessungen zeigen, dass die Feldverteilung im Mikrowellenresonator das Ergebnis der Messung beeinflusst. So ändert sich mit der Position der Probe im Resonator nicht nur der Arbeitspunkt (Kapitel 2.1), sondern auch der gemessene Grad der Anisotropie. Auch bei fester Probenposition findet man Variationen im Anisotropiegrad (größere Werte bei kurzem Resonator), wenn der Arbeitspunkt gewechselt wird. Die gemessene

Orientierungsrichtung wird zwar von diesen Faktoren nicht beeinflusst, aber ein niedriger Anisotropiegrad führt auch zu größeren statistischen Fehlern bei der Bestimmung der Orientierungsrichtung.

Dies zeigt, dass es Einflussgrößen gibt, die zu systematischen Fehlern bei der Messung führen können, besonders hinsichtlich des gemessenen Anisotropiegrades. Im Hinblick auf die Zuverlässigkeit des Verfahrens ist deshalb zu klären, welche Einstellungen gewählt werden müssen, um den Orientierungswinkel sicher bestimmen zu können, und unter welchen Voraussetzungen Aussagen über die tatsächlich in der Probe vorliegende Anisotropie gemacht werden können. Die Kenntnis der Einflussgrößen ermöglicht dann, dass die Einstellungen optimiert und die Messergebnisse sicherer interpretiert werden können.

Der Einfluss der verschiedenen Faktoren wird mit Hilfe eines Schichtmodells der Apparatur rechnerisch ermittelt und mit entsprechenden Messungen verglichen. Dazu wird das Schichtmodell in Kapitel 3 zunächst für den isotropen Fall hergeleitet. Die so gewonnenen Erkenntnisse werden dann in Kapitel 4 auf den anisotropen Fall übertragen.

Vermutet wird auch, dass es weitere Einflussgrößen gibt, z.B. die Abstrahlung vom Rechteckhohlleiter, bei der keine reine linear polarisierte Welle auftritt. Diese werden in Kapitel 3.2 diskutiert.

### 3. Beschreibung des Mikrowellenverfahrens mit einem Mehrschichtmodell für den Fall isotroper Schichten

Um die Messung der Anisotropie mit dem Mikrowellenmesssystem weiter zu optimieren, ist die Kenntnis des Einflusses von Faktoren wie Brechungsindex, Anisotropie, Probendicke, Probenposition, usw. auf das Ergebnis erforderlich. Dieser Einfluss lässt sich aus der Feldverteilung im Messaufbau und im anisotropen Werkstoff ermitteln. Dazu wird im folgenden die Näherung des Mehrschichtmodells (zunächst für den isotropen, später für den anisotropen Fall) verwendet.

Wollte man dieses Problem mit noch höherer Genauigkeit erfassen, wäre die präzise Kenntnis der zugrunde liegenden Geometrie und der Einsatz geeigneter Simulationsverfahren zur numerischen Feldberechnung nötig. Besonders problematisch ist dabei, dass die Geometrie während der Messung ständig verändert wird. Für die Simulation müsste die Geometrie für jeden Rechendurchgang neu erstellt werden, was mit enormem Aufwand verbunden wäre.

Wichtiger für die Optimierung der Messmethode ist aber, eine modellhafte Beschreibung zu finden, die die wesentlichen auftretenden Phänomene enthält und deren Verständnis ermöglicht. Dazu bietet sich die Einführung eines Schichtmodells wie in Abbildung an, in dem die Dimension des Problems reduziert wird. Prinzipiell lässt sich der Mikrowellenaufbau mit einem Mehrschichtmodell beschreiben, das seitlich unendlich ausgedehnt ist und auf das eine ebene Welle fällt. Das so vereinfachte Modell besteht ausgehend vom Detektor aus der "Hohlleiter-Schicht" (1) - Luftschicht (2) - Probenschicht (3) - Luftschicht (4) - Metallschicht (5). Der Begriff „Schicht“ bedeutet hier lediglich, dass ein Impedanzsprung auftritt. An den Grenzflächen unterschiedlicher Materialschichten wird dieser von Änderungen im Brechungsindex hervorgerufen. Beim Übergang Hohlleiter-Freifeld ändert sich bei gleicher Frequenz die Wellenlänge [73].

Dieses Modell wird nun verwendet, um die Feldverteilung im Aufbau und das daraus resultierende Detektorsignal zu berechnen. Durch Variation der Schichtdicken können die bei der Messung auftretenden Geometrieänderungen nachgestellt werden, auch unter Variation des Brechungsindex  $n_3$  der Probe. Zu klären ist, wie sich Parameteränderungen auf das Messergebnis auswirken. Dieses Modell wird später auf den Fall der anisotropen Probe erweitert, um die optimalen Bedingungen für die Anisotropiemessung zu ermitteln. Die für die Erstellung des Schichtmodells benötigten Begriffe und Zusammenhänge werden im Anhang eingeführt.

### 3.1. Einflussgrößen beim Messvorgang: Vergleich des Mehrschichtmodells mit Messungen

Es folgt eine genauere Beschreibung des Mehrschichtmodells [74], [75] und der Vergleich von berechneten mit gemessenen Parametereinflüssen.

#### 3.1.1. Feldverteilung im Mehrschichtmodell: Beschreibung

Die Feldverteilung im Mehrschichtmodell (siehe Abbildung 12) wird nun ermittelt [76]. Das elektrische Feld in Schicht  $i$  ist eine stehende Welle, die sich aus der Überlagerung einer hinlaufenden Welle (nach rechts) mit der komplexen Amplitude  $A_i$  und einer rücklaufenden (nach links) der komplexen Amplitude  $B_i$  ergibt.

$$E_i(x) = A_i e^{i(\omega t - k_i x)} + B_i e^{i(\omega t + k_i x)} \quad 3.1$$

Da die Richtung aller Feldvektoren im eindimensionalen Fall gleich ist, kann die Beschreibung auf die Verknüpfung der komplexen Amplituden an den Grenzflächen der Schichten reduziert werden. Die ungestrichenen Größen sind die Amplituden links der Grenzfläche, die gestrichenen Größen rechts der Grenzfläche.

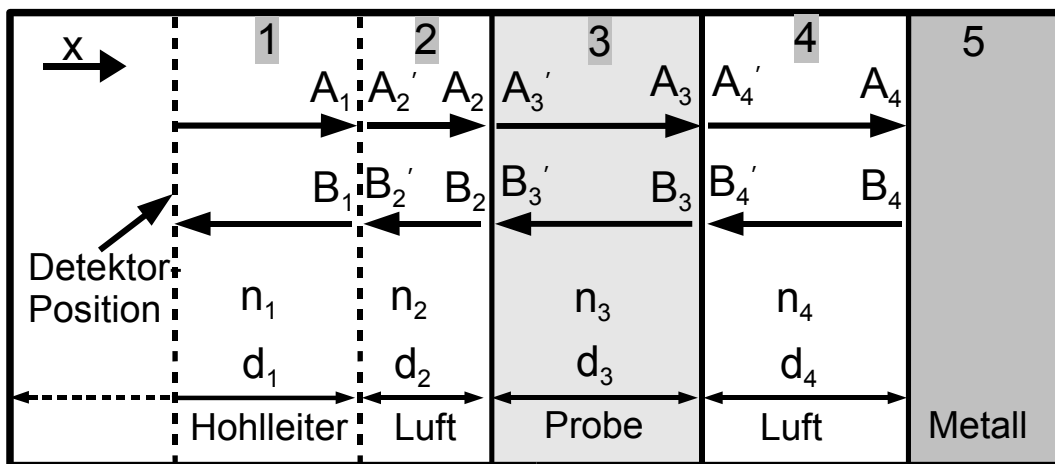


Abbildung 12: Mehrschichtmodell des Messaufbaus mit den Schichtdicken  $d_i$ , den Brechungsindices  $n_i$  und den Beträgen der elektrischen Feldstärke an den Grenzflächen.  $A_i$  sind die Feldstärken der hinlaufenden Welle,  $B_i$  die Feldstärken der rücklaufenden Welle, die ungestrichenen Größen sind diejenigen links der Grenzfläche, die gestrichenen rechts der Grenzfläche,  $i$  ist der Index der Schicht.

Um die Feldverteilung zu bestimmen, müssen die Stetigkeitsbedingungen des elektrischen und des magnetischen Feldes für alle Grenzflächen erfüllt sein.

Die Amplituden links und rechts der Grenzfläche sind verknüpft über (siehe Anhang, Kapitel 7.1.8):

$$\begin{pmatrix} A_i \\ B_i \end{pmatrix} = \frac{1}{2} \begin{pmatrix} 1 + \frac{n_i}{n_{i+1}} & 1 - \frac{n_i}{n_{i+1}} \\ 1 - \frac{n_i}{n_{i+1}} & 1 + \frac{n_i}{n_{i+1}} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} A_{i+1} \\ B_{i+1} \end{pmatrix} = \mathbf{G}_{i \ i+1} \begin{pmatrix} A_{i+1} \\ B_{i+1} \end{pmatrix}. \quad 3.2$$

Darüber hinaus sind auch die Amplituden an der linken und der rechten Grenzfläche einer Schicht über eine feste Phasenbeziehung miteinander verknüpft:

$$\begin{pmatrix} A_i \\ B_i \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} e^{i\phi_i} & 0 \\ 0 & e^{-i\phi_i} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} A_i \\ B_i \end{pmatrix} = \mathbf{S}_{i \ i} \begin{pmatrix} A_i \\ B_i \end{pmatrix} \quad \text{mit} \quad \phi_i = 2\pi \frac{d_i n_i}{\lambda_0} = \frac{d_i}{k_i}. \quad 3.3$$

Dabei sind  $d_i$  die Schichtdicke,  $k_i$  die Wellenzahl,  $n_i$  der Brechungsindex und  $\lambda_0$  die Wellenlänge im Vakuum.

Im folgenden werden  $\mathbf{G}_{i \ i+1}$  als Grenzflächenübertragungsmatrix und  $\mathbf{S}_{i \ i}$  als Schichtübertragungsmatrix bezeichnet.

Sind die Amplituden am rechten Ende der letzten, rechten Schicht bekannt, so kann man daraus sukzessive die Amplituden der hin- und rücklaufenden Welle an allen Grenzflächen berechnen:

$$\begin{pmatrix} A_0 \\ B_0 \end{pmatrix} = \mathbf{S}_{1 \ 1} \cdots \mathbf{S}_{i \ i} \mathbf{G}_{i \ i+1} \mathbf{S}_{i+1 \ i+1} \cdots \mathbf{G}_{n-1 \ n} \mathbf{S}_{n \ n} \begin{pmatrix} A_n \\ B_n \end{pmatrix}. \quad 3.4$$

Die Amplituden sind damit für alle Orte  $x$ , auch innerhalb der Schichten, bestimmt. Daraus ergibt sich die ortsabhängige Intensität:

$$I(x) = |A_0(x) + B_0(x)|^2 = [\text{Re}(A_0(x) + B_0(x))]^2 + [\text{Im}(A_0(x) + B_0(x))]^2. \quad 3.5$$

Für den Fall eines komplexen Brechungsindex mit Imaginärteil ungleich Null wird auch der verlustbehaftete Fall mit diesem Algorithmus beschrieben.

### 3.1.2. Feldverteilung im Mehrschichtmodell: Berechnung

Die Größen  $A(x)$ ,  $B(x)$  und  $I(x)$  lassen sich nun an allen Orten  $x$  im Mehrschichtmodell mit Hilfe des Matrizenalgorithmus berechnen. So ist auch der Einfluss von Para-

metervariationen auf das Detektorsignal untersuchbar und mit Messungen vergleichbar. Betrachtet wird der Einfluss der Probenposition (durch gleichzeitige Variation der Abstände  $d_2$  und  $d_4$ ), des Brechungsindex  $n_{Probe} = n_3$  und der Probendicke für feste Werte  $n_2 = n_4 = n_{Luft} = 1$  (Abbildung).

Für die Berechnung ist noch eine Vereinfachung im Modell vorzunehmen, da sowohl die Länge  $d_1$  (zwischen Detektor und Hohlleiterausgang) als auch der genaue Reflexionsfaktor am Hohlleiterausgang nicht bekannt sind. Beide werden vom inneren Aufbau der Mikrowellenapparatur bestimmt. Die Länge  $d_1$  ließe sich theoretisch mit einem Frequenzsweep bestimmen, wenn man für den leeren Resonator die Mikrowellenfrequenzen ermittelt, bei denen ein Minimum am Detektor liegt. Dazu muss aber der Frequenzhub oder die Resonatorlänge groß genug sein, was im vorliegenden Messaufbau nicht realisierbar ist. Da die Länge  $d_1$  und der Reflexionsfaktor am Hohlleiterausgang aber konstant bleiben, liegt der Fehler lediglich in einem festen Phasenoffset und einer Änderung der Intensität um einen Faktor. Für einen qualitativen Vergleich wird deshalb im Schichtmodell ein „Virtueller Detektor“ angenommen, der die Amplituden  $A_2'$  und  $B_2'$  vor dem Hohlleitereingang ermittelt. Die dort zu erwartenden Feldamplituden und Intensitäten werden dann mit Messungen verglichen, wobei die Abstände  $d_2$ ,  $d_3$  und  $d_4$  und der Brechungsindex entsprechend variiert werden.

Die Berechnung der Feldverteilung im Schichtmodell wird schrittweise für die jeweiligen Schichten und Grenzflächen durchgeführt. Dabei wird ausgenutzt, dass aufgrund der Reflexion an Metall (mit  $r = -1$ )  $A_4 = -B_4$  ist und beide an der Metallfläche reell sind (Kapitel 7). Da die Beträge von  $A_4$  und  $B_4$  nicht bekannt sind, werden sie zunächst auf 1 gesetzt und die Werte aller  $A_i, B_i, A_i'$  und  $B_i'$  sukzessive durch das nacheinander Ausführen der Matrizen in Gleichung 3.4 berechnet. Im nächsten Schritt erfolgt eine Normierung, die auf der Annahme beruht, dass die einfallende Mikrowellenleistung (mit der zugehörigen Amplitude  $A_2$ ) konstant und unabhängig von den gewählten Parametern ist. Folglich müssen alle berechneten Werte (auch die Eingangsamplituden an der Metallfläche) noch durch den zunächst für  $A_2$  ermittelten Wert dividiert werden. Zu einem festen Parametersatz gehört also ein Normierungswert. Ändert man den Parametersatz, so ändert sich die Feldverteilung. Es ergibt sich ein neuer Normierungswert. Den Betrag der einfallenden Amplitude auf 1 zu setzen bedeutet keine Einschränkung, da alle Messungen



relative Intensitätsmessungen sind. Für die im folgenden durchzuführenden Parametervariationen ist aber zu bedenken, dass der Normierungswert (z.B. bei veränderlicher Position der Probe im Resonator oder anderen Parameteränderungen) nicht etwa konstant ist, sondern an jedem Punkt neu angepasst wird. Daraus ergeben sich qualitative Unterschiede zwischen dem normierten und dem unnormierten Kurvenverlauf, worauf im folgenden Kapitel noch eingegangen wird.

Für einen vorgegebenen Parametersatz und nach Ermittlung der Werte aller  $A_i, B_i, A_i'$  und  $B_i'$  und Durchführung der Normierung kann die zu erwartende ortsabhängige Intensitäts- und Feldverteilung leicht für den gesamten Schichtaufbau bestimmt werden, wie Abbildung 13 für den verlustfreien Fall ( $n_{Probe}$  reell) beispielhaft zeigt. Die Feldverteilung, die einer direkten Messung (v.a. in der Probe) nicht zugänglich ist, kann auf diese Weise erfasst und veranschaulicht werden.

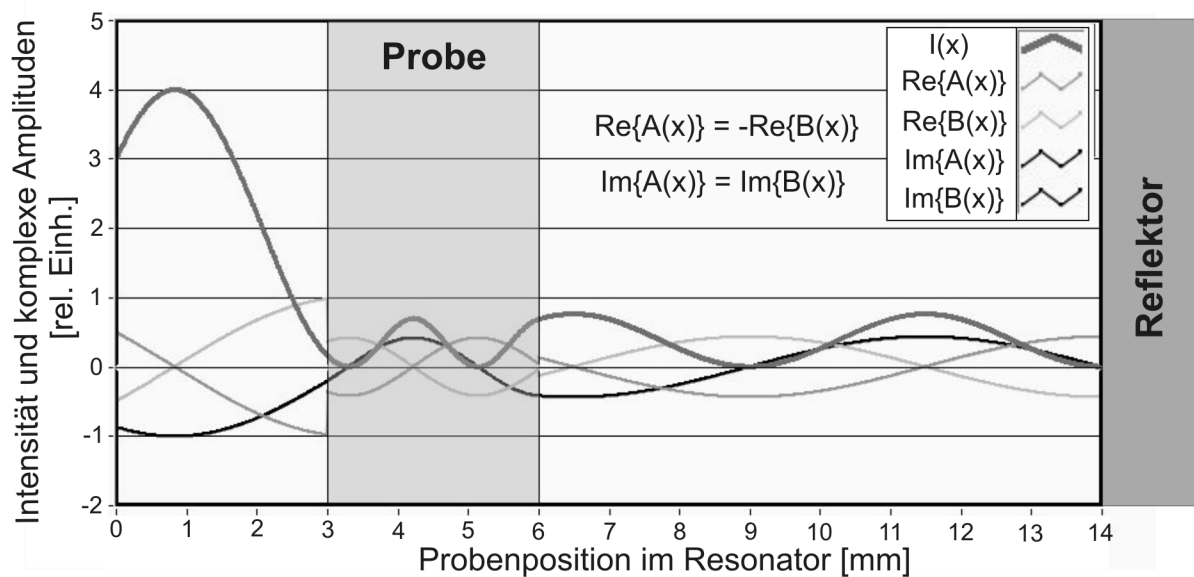


Abbildung 13: Berechnete Mikrowellen-Feldverteilung für eine beispielhaft vorgegebene Geometrie: Real- und Imaginärteil der lokalen komplexen Amplituden der hin- und rücklaufenden Wellen und die daraus resultierende lokale Intensität, aufgetragen über der Position im Resonator (Brechungsindex der Probe:  $n_{Probe} = 2,72$ , verlustfreier Fall).

Man findet in den Schichten große Unterschiede hinsichtlich der Maxima der Intensitätsverteilungen. Die Höhe der jeweils auftretenden Maxima variiert stark mit den gewählten Parametern (Schichtdicken und Brechungsindices).

Einziges Messwert ist die Intensität  $I$  an der Detektorposition  $x=0$ . Ziel der Modellberechnungen ist nun, den Einfluss unterschiedlicher Messparameter auf die dort zu erwartende Intensität zu ermitteln. Diese wird aus  $A_2'$  und  $B_2'$  berechnet.

$$I_{\text{Detektor}}(x=0) = |A_2'(0) + B_2'(0)|^2. \quad 3.6$$

Die in das Modell eingehenden Parameter sind die Abstände  $d_2, d_3, d_4$ , die nach Gleichung 3.3 die Phasenverschiebungen  $\phi_2, \phi_3$  und  $\phi_4$  bewirken, unter Berücksichtigung der Brechungsindices der Schichten,  $n_{\text{Luft}}=1$  und  $n_{\text{Probe}}=n$ . Die komplexen Amplituden  $A_2'$  und  $B_2'$  lassen sich so auch analytisch bestimmen. Nach Ausmultiplizieren der Matrizen erhält man im verlustfreien Fall ( $n$  reell):

$$\text{Re } A_2' = \tilde{N} * [\cos \phi_3 \cos(\phi_2 + \phi_4) - \sin \phi_3 (\frac{1}{n} \sin \phi_4 \cos \phi_2 + n \cos \phi_4 \sin \phi_2)], \quad 3.7$$

$$\text{Im } A_2' = \tilde{N} * [\cos \phi_3 \sin(\phi_2 + \phi_4) + \sin \phi_3 (\frac{1}{n} \cos \phi_4 \cos \phi_2 - n \sin \phi_4 \sin \phi_2)]. \quad 3.8$$

mit dem Normierungsfaktor:

$$\tilde{N} = \frac{1}{|A_2'|} = \frac{1}{\sqrt{(\text{Re } A_2')^2 + (\text{Im } A_2')^2}}. \quad 3.9$$

Entsprechend ist:

$$\text{Re } B_2' = \tilde{N} * [-\cos \phi_3 \cos(\phi_2 + \phi_4) + \sin \phi_3 (\frac{1}{n} \sin \phi_4 \cos \phi_2 + n \cos \phi_4 \sin \phi_2)], \quad 3.10$$

$$\text{Im } B_2' = \tilde{N} * [\cos \phi_3 \sin(\phi_2 + \phi_4) + \sin \phi_3 (\frac{1}{n} \cos \phi_4 \cos \phi_2 - n \sin \phi_4 \sin \phi_2)]. \quad 3.11$$

Somit gilt  $\text{Re } A_2' = -\text{Re } B_2'$  und  $\text{Im } A_2' = \text{Im } B_2'$ . Im verlustbehafteten Fall (Imaginärteil  $n$  ungleich null) gilt dies nicht mehr, und die Ausdrücke werden komplexer. Amplituden und Phasen der hin- und rücklaufenden Wellen ändern sich dann. Dies ist in Abbildung 14 dargestellt. Im Fall glasfaserverstärkter Kunststoffe sind die Verluste zu vernachlässigen. Der dielektrische Verlustfaktor (Kapitel 7.1.2) liegt hier im Bereich von Promille [7] (Literaturangaben, überwiegend für 3-10 GHz).

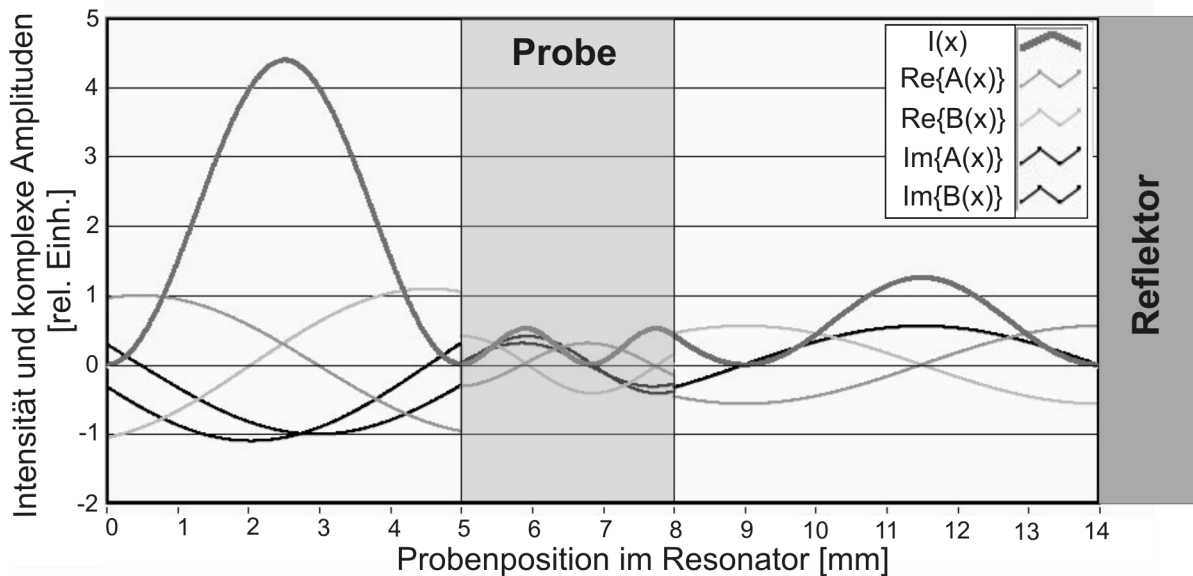


Abbildung 14: Berechnete Feldverteilung für den verlustbehafteten Fall mit  $n=2,72+i$ .

### 3.1.3. Parametervariation im Mehrschichtmodell und Vergleich mit der Messung

Das Mehrschichtmodell eignet sich, um die Intensität am Detektor zu berechnen und durch Parametervariation eine Messung zu simulieren. Das Ergebnis wird im folgenden mit Messungen verglichen. Abbildung 15 zeigt das Prinzip der simulierten Messung im Schichtmodell (links) neben einer Skizze des Messaufbaus (rechts). Die Reflektorposition wird in beiden Fällen über eine Länge von mehreren  $\lambda$  variiert. Beim  $x$ -Scan des Reflektors von Position 0 bis z.B. 36 mm wird die Schichtdicke  $d_4$  und damit  $\phi_4$  schrittweise verkürzt. Aus der so ermittelten Intensitätsverteilung wird die Phase mittels FFT bestimmt.

Die berechnete Intensität am Detektor ergibt sich aus Gleichung 3.5. Abbildung 16 zeigt das berechnete Detektorsignal für zwei willkürlich gewählte Parametersätze im verlustfreien Fall. Dargestellt ist jeweils auch das noch unnormierte Signal (gestrichelt), das einen sinusförmigen Verlauf zeigt. In Folge der (in Kapitel 3.1.2 beschriebenen) Normierung ändert sich die Signalform, da der Normierungsfaktor punktweise für jede Parameterkombination neu angepasst werden muss. Jede neue Reflektorposition entspricht daher einer geänderten Parameterkombination (wegen der Variation von  $d_4$ ). Dies bedeutet also nicht, dass ein lineares System hier nichtlinear wird, vielmehr werden die Systemeigenschaften jeweils verändert.

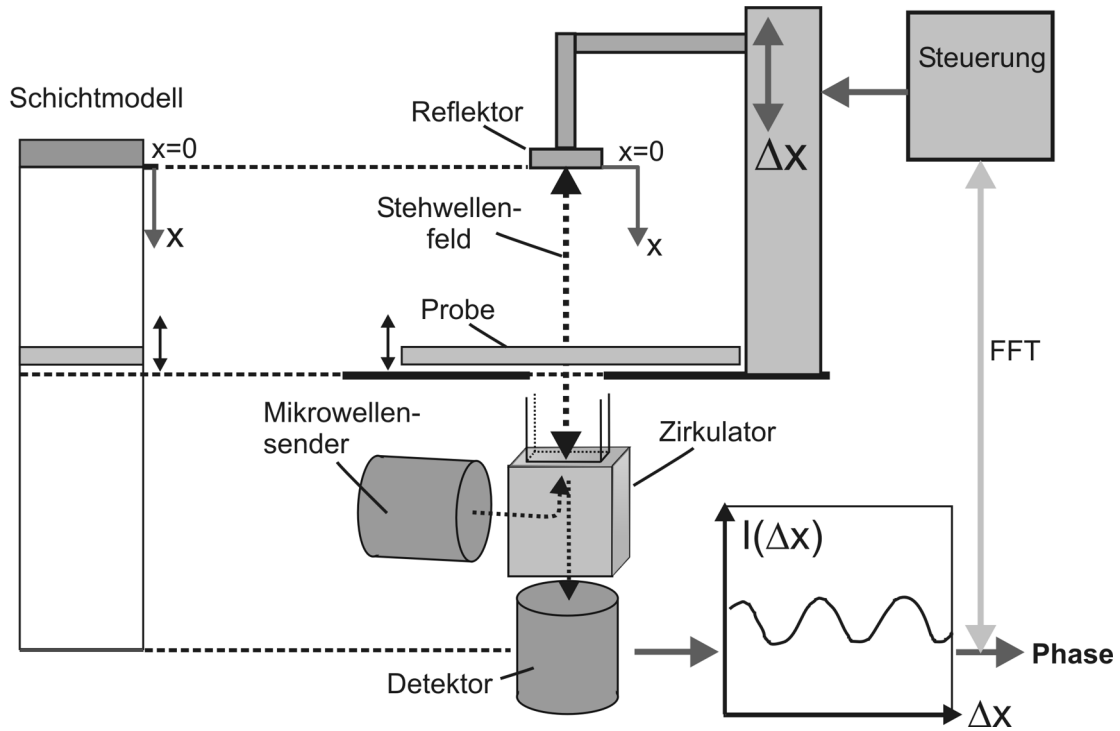


Abbildung 15: Schichtmodell (links) und Messaufbau (rechts) im Vergleich, beim Einzelscan wird die Reflektorposition in x-Richtung variiert („x-Scan“).

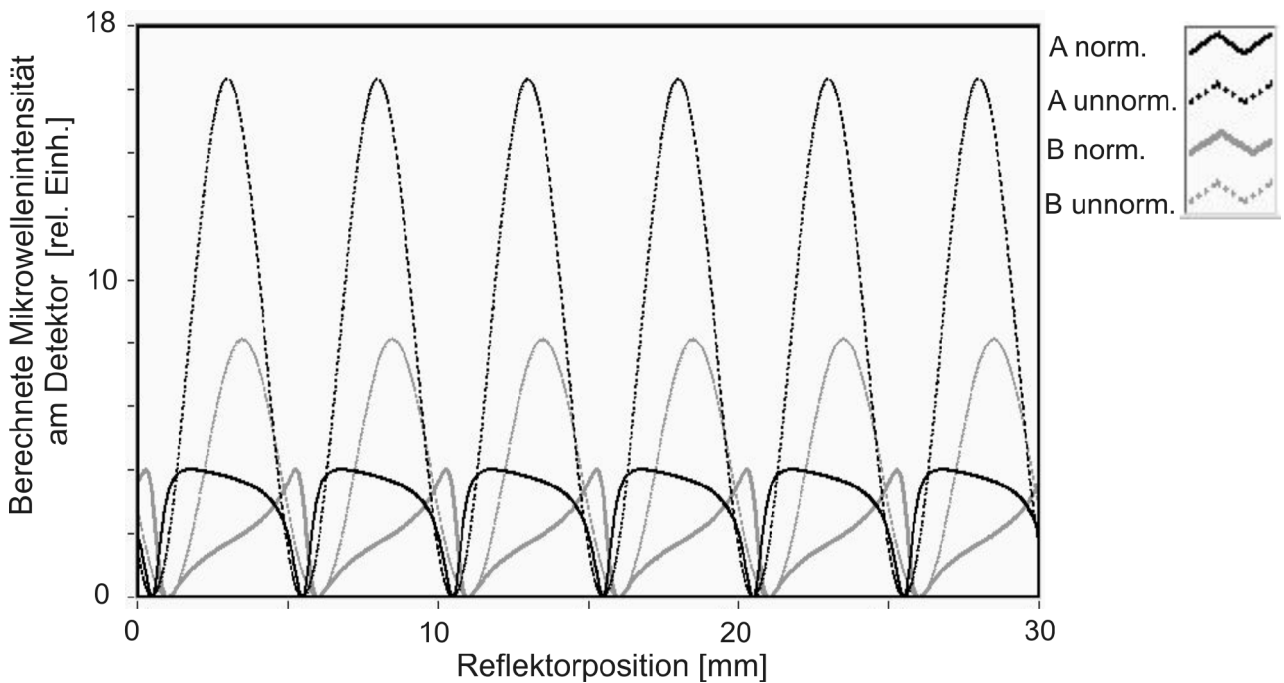


Abbildung 16: Berechnetes Detektorsignal des x-Scans („Einzelscan“) bei Variation der Reflektorposition, unnormiert und normiert, für zwei willkürlich gewählte Parametersätze A und B im Vergleich (jeweils  $n=3,6$ , Fall A:  $d_2=3,5$  mm,  $d_3=3$  mm und Fall B:  $d_2=1,75$  mm,  $d_3=3$  mm).

Dieser theoretisch zu erwartende Signalverlauf soll nun mit entsprechenden Messungen verglichen werden. Dabei wurde zur Messung die Reflektorposition variiert und die Mikrowellenintensität über der  $x$ -Position des Reflektors aufgetragen. Abbildung 17 zeigt typische Beispiele gemessener  $x$ -Scans:

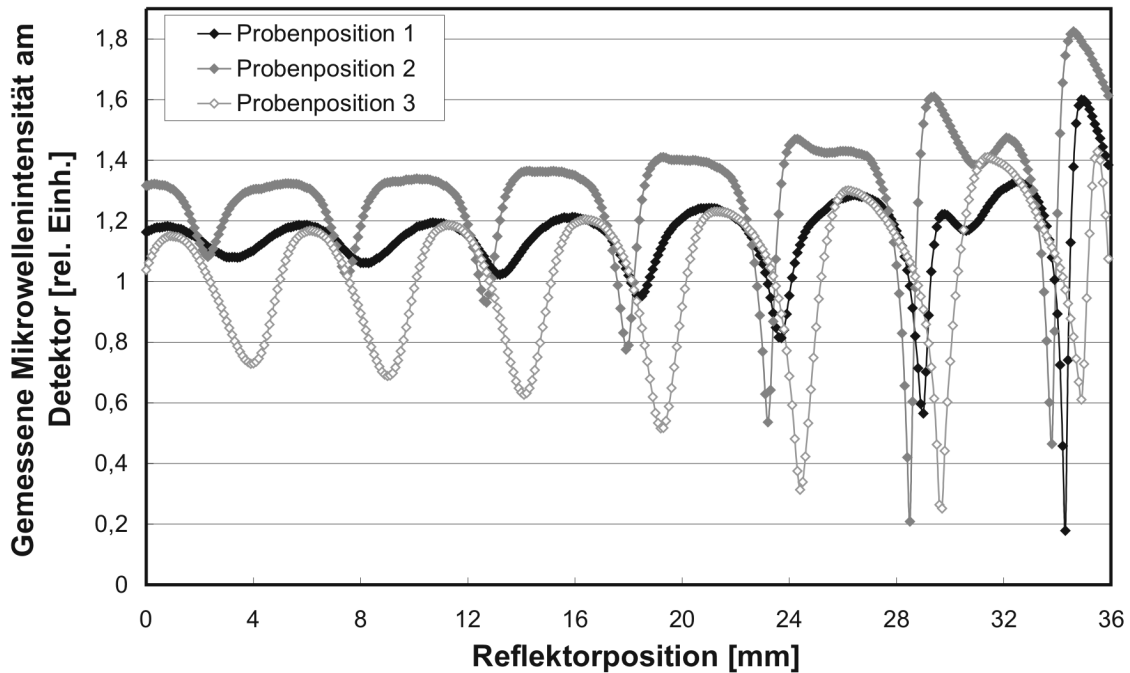


Abbildung 17: Beispiele gemessener Einzelscans: Auftragung des Detektorsignals über der Reflektorposition für drei Messungen mit zufällig ausgewählten Messparametern.

Reflektorposition 0 mm entspricht dem „langen“, Reflektorposition 36 mm dem „kurzen“ Resonator. Messung an kurzglasfaserverstärkter PC-Probe der Dicke 3 mm.

Das Ergebnis von Messung und Rechnung zeigt: In beiden Fällen werden periodische, aber keine sinusförmigen Signalverläufe beobachtet. In der Form der Verläufe finden sich erhebliche Abweichungen voneinander.

Wichtigstes Fazit ist: In beiden Fällen führen Änderungen von Messparametern (wie der Probenposition) zu Phasenverschiebungen im beobachteten Intensitätsverlauf der stehenden Welle. Bei den im folgenden durchgeführten Vergleichen (Einfluss Brechungsindex-Änderung, Einfluss Probenposition usw.) wird das Augenmerk deshalb auf der Phasenlage der Stehwelle liegen. Dazu wird die stehende Welle mittels FFT bei der anregenden Mikrowellenfrequenz (im Ortsraum) ausgewertet.

Auf mögliche Ursachen der noch auftretenden Abweichungen zwischen Messung und Modell wird in Kapitel 3.2 eingegangen.

### 3.1.4. Einfluss des Brechungsindex auf das Detektorsignal und Anwendung zur Fasergehaltsmessung

Eine systematische Variation des Brechungsindex einer Probe kann z.B. in einem spritzgegossenen Kunststoff durch Variation des Fasergehalts erreicht werden. Findet man eine Abhängigkeit der Messgrößen vom Fasergehalt, so kann diese also umgekehrt zur Fasergehaltsmessung eingesetzt werden.

Zur Messung werden spritzgegossene PC-Platten mit variierendem Glasfasergehalt (zwischen 5% und 40%) untersucht. Für jede Platte wird ein  $x$ -Scan (Abbildung 15) durchgeführt, wobei alle sonstigen Einflussparameter (Probenhöhe im Resonator, Messposition auf der Probe, Polarisationsrichtung der Mikrowellen) konstant gehalten werden. Abbildung 18 links zeigt das Detektorsignal grauwertcodiert über der Reflektorposition (von oben nach unten) und dem Fasergehalt (von links nach rechts) aufgetragen. Eine Phasenverschiebung in Abhängigkeit des Fasergehalts ist deutlich zu erkennen. Zur Bestimmung der Phase wurde das Signal über der Reflektorposition von 0 bis 30 mm ausgewertet. Die FFT bei der Grundfrequenz der stehenden Welle liefert die in Abbildung 18 rechts aufgetragenen Werte (die FFT wird dabei mit dem Ort, nicht der Zeit, als Variabler durchgeführt). Es findet sich ein linearer Zusammenhang zwischen Phase und Fasergehalt.

Der Fasergehalt kann die Eigenschaften eines kurzfaserverstärkten spritzgegossenen Kunststoffes stark beeinflussen. Die Fasergehaltsmessung am Endprodukt erfolgt üblicherweise zerstörend mittels Veraschung (bei Glasfasern) [77]. Abschätzungen des Fasergehalts erhält man auch durch die Analyse von Schliffbildern, was eine aufwändige Probenpräparation erfordert, außerdem wird das Ergebnis von der Wahl der Schnittrichtung durch den Werkstoff beeinflusst [78]. Zerstörungsfreie Referenzmethoden wie die Mikrowellenmethode erweitern somit die Möglichkeiten der Werkstoffcharakterisierung erheblich. Die Anwendbarkeit von Mikrowellen zur Fasergehaltsmessung war bereits von Steegmüller [79] gezeigt worden. Der Vorteil der hier vorgestellten Methode besteht vor allem darin, dass kein separater Aufbau mehr für die Messung erforderlich ist, sondern die konventionell zur Orientierungsmessung genutzte Apparatur dazu eingesetzt werden kann. Dies liegt daran, dass auch die Anisotropiemessung prinzipiell auf der Erfassung von Änderungen des Brechungsindex beruht (Kapitel 2.1).

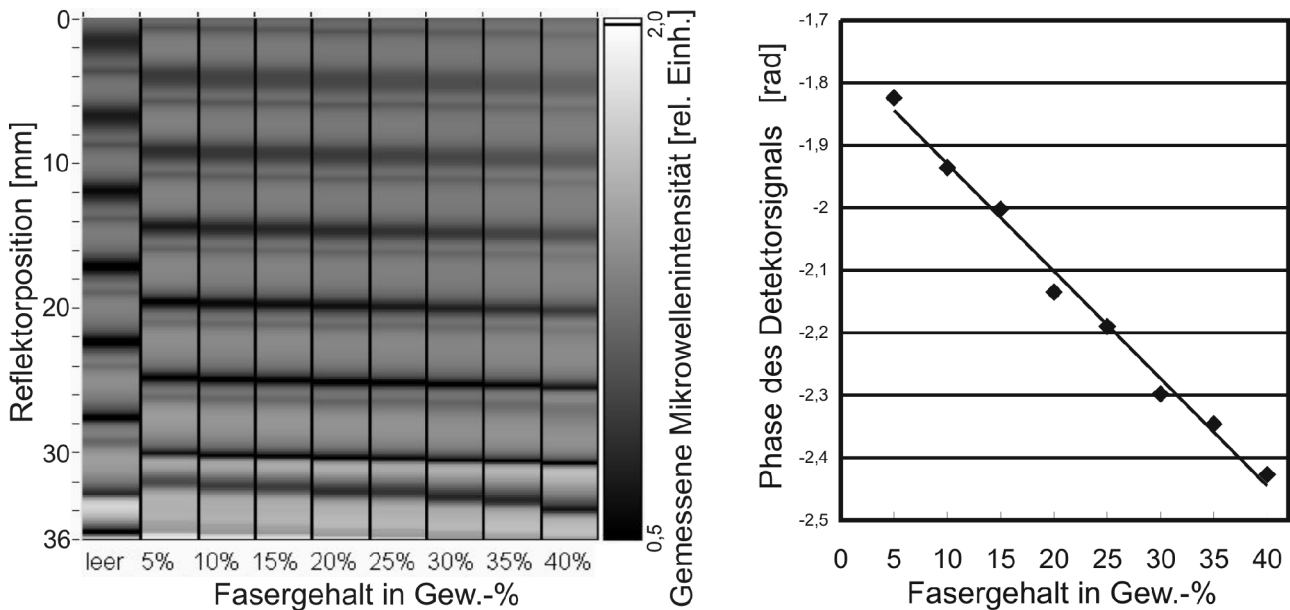


Abbildung 18: Links: Vergleich mehrerer gemessener Einzelscans für Proben mit unterschiedlichem Fasergehalt. Die Mikrowellenintensität bei Variation der Reflektorposition ist hier grauwertskaliert von oben nach unten aufgetragen. Rechts: Aus den Einzelscans links mittels FFT berechnete Phase in Abhängigkeit des Fasergehalts.

Im folgenden werden die experimentellen Ergebnisse mit den Vorhersagen des Schichtmodells verglichen. Abbildung 19 zeigt den nach dem Schichtmodell berechneten (allerdings noch nicht normierten) Signalverlauf in Abhängigkeit von Reflektorposition (von oben nach unten) und Brechungsindex (von links nach rechts). Die relative Phase ändert sich mit dem Realteil des Brechungsindex.

Berücksichtigt man die Normierung, so ergibt sich der in Abbildung 20 links dargestellte Zusammenhang. Der sinusförmige Verlauf bei Variation der Reflektorposition (von oben nach unten) geht verloren (wie in Abbildung 16). Der Verlauf der Phase in Abhängigkeit des Brechungsindex ist in Abbildung 20 rechts dargestellt. Auch hier ändert sich die Phase des Detektorsignals in Abhängigkeit des Realteils des Brechungsindex. Diese Änderung ist zwar nicht linear wie in der Messung beobachtet, abschnittsweise kann aber ohne großen Fehler Linearität angenommen werden.

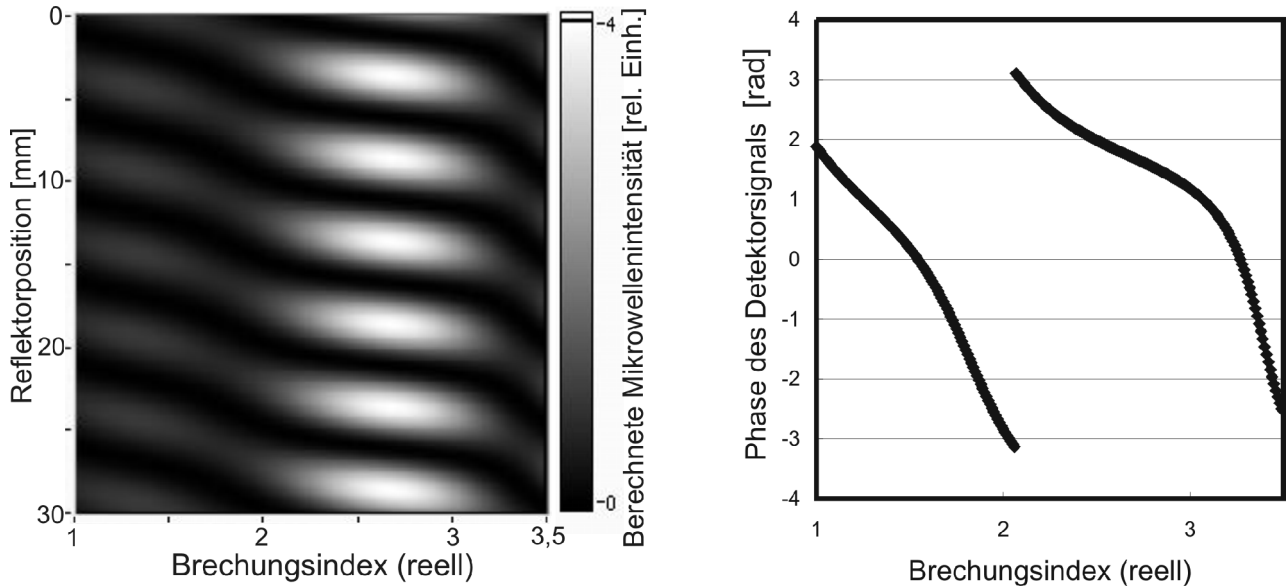


Abbildung 19: Links: Auftragung der berechneten Mikrowellenintensität bei Variation der Reflektorposition (von oben nach unten, entspricht der Variation von ) und des Brechungsindex  $n$  (von links nach rechts; Probendicke 3 mm, unnormierter Fall), Rechts: Auftragung der Phase in Abhängigkeit des Brechungsindex (Berechnung analog zu Abbildung 18).

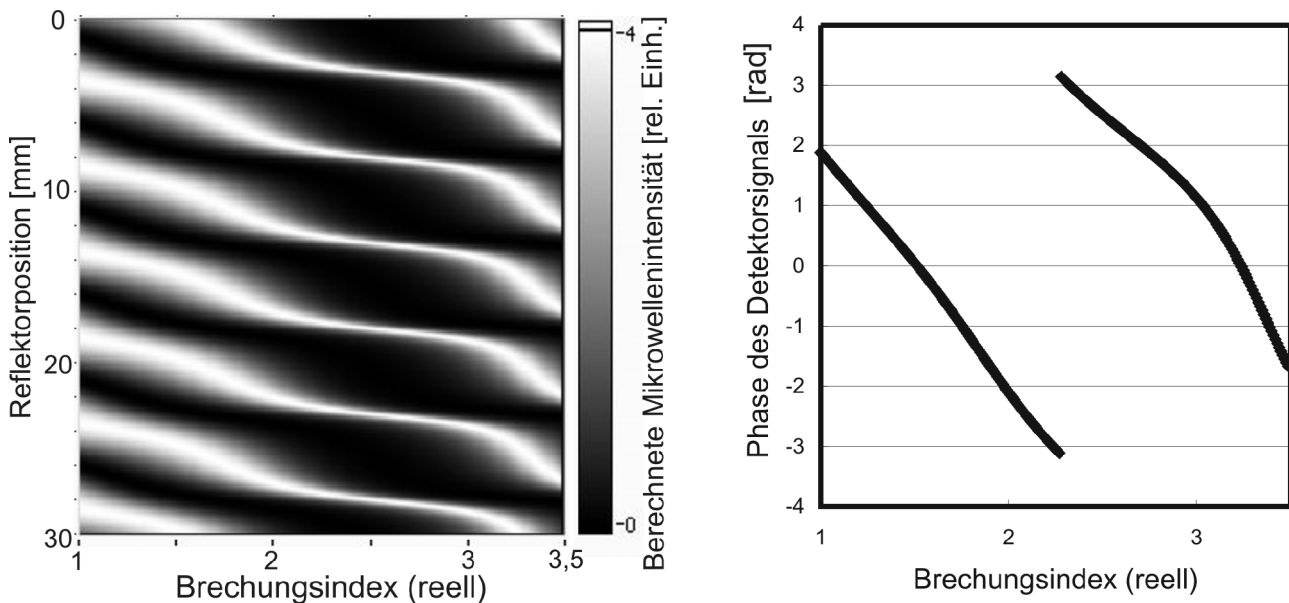


Abbildung 20: Links: Auftragung der berechneten Mikrowellenintensität wie in Abbildung 19, aber für den normierten Fall. Rechts: Aus dem Bild links ermittelte Phase in Abhängigkeit des Brechungsindex.



Der Vergleich von Messung und Rechnung zeigt, dass Brechungsindexänderungen (und damit Fasergehaltsänderungen) zu Phasenverschiebungen im Intensitätsverlauf am Detektor führen. Umgekehrt lässt sich daraus nicht ohne weiteres auf den Absolutwert des Brechungsindex schließen. Ursachen sind der nichtlineare Zusammenhang zwischen Brechungsindex und Phasenverschiebung, ein unbekannter, aber fester Phasenoffset (da die exakte Position des Detektors nicht bekannt ist), sowie die komplexe Faser-Orientierungsverteilung in den Proben, einschließlich einer herstellungsbedingten inneren Schichtstruktur [80], [81].

### **3.1.5. Einfluss von Probenposition und Probendicke auf das Detektorsignal**

Im folgenden ist zu klären, wie sich Änderungen der oben konstant gehaltenen Größen auf den Signalverlauf auswirken. Dazu wurde bei unterschiedlichen Probenpositionen (Messhöhen) im Resonator gemessen. Diese Untersuchungen lassen sich auch mit einem isotropen Werkstoff wie Glas durchführen, was den Vorteil hat, dass der mögliche Einfluss einer komplexen inneren Struktur des Prüfobjektes entfällt. Vergleichende Messungen an einer spritzgegossenen Platte mit 40% Glasfasergehalt zeigen aber qualitativ das gleiche Verhalten (siehe auch Kapitel 4.2.3).

Abbildung 21 links zeigt das Detektorsignal für eine 2 mm dicke Glasplatte bei Variation von Reflektorposition (von oben nach unten) und Probenposition (von links nach rechts). Die Messhöhe wurde in jedem Schritt um 1 mm variiert. Beobachtet werden große Änderungen der Phasenlage bei Variation der Probenposition. Messungen an Glasplatten der Dicke 3 und 4 mm zeigen das gleiche Verhalten. Dies ist besonders deshalb problematisch, weil auch die eigentliche Messung, z.B. bei der Bestimmung des Fasergehalts (siehe oben), in einer Phasenmessung besteht. Abbildung 21 rechts zeigt die Phase für zwei verschiedene Probendicken, aufgetragen über der Probenposition.

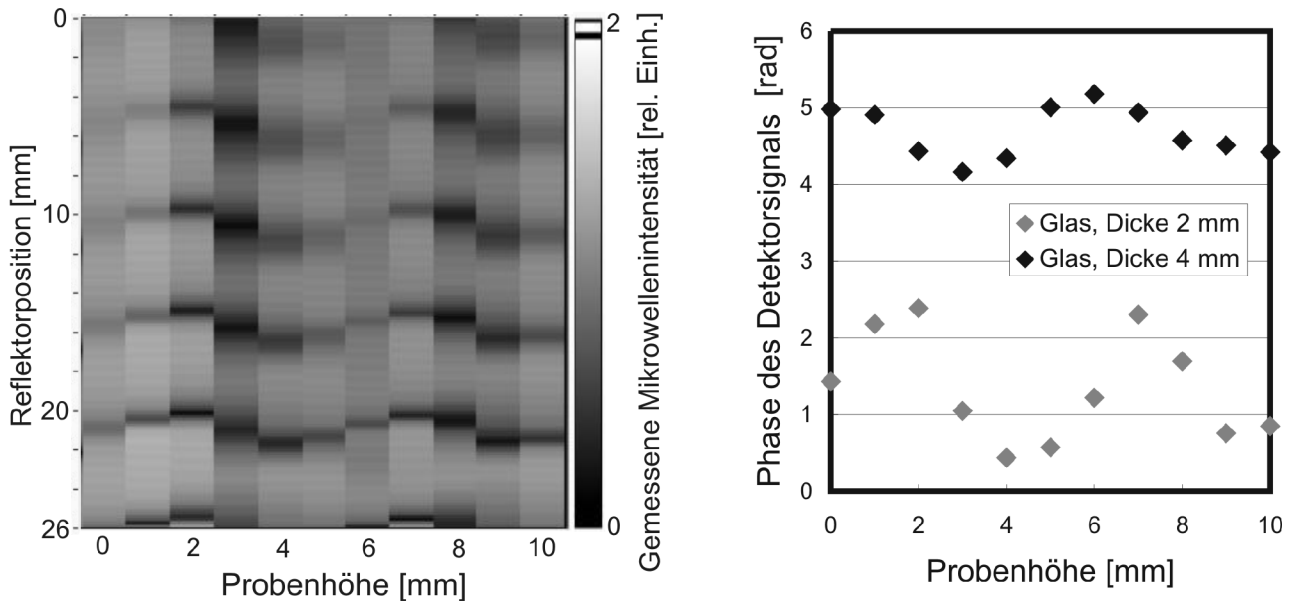


Abbildung 21: Links: Auftragung mehrerer gemessener Einzelscans (wie in Abbildung 19 an einer Glasplatte der Dicke 2 mm bei Variation der Probenposition). Rechts: Aus dem Bild links ermittelte Phase in Abhängigkeit der Probenposition.

Um die Ursache der beobachteten Phasenänderungen zu klären, wird der Fall der Variation der Probenposition nun im Schichtmodell betrachtet. Dazu wird Gleichung 3.7 so umgeschrieben, dass man die Änderung von  $\phi_2$  als Variation der Probenhöhe unter der Voraussetzung betrachten kann, dass die Resonatorlänge konstant ist. Also muss  $\phi_2 + \phi_4 = \phi_k$  konstant sein. Die Änderung der Resonatorlänge bedeutet, dass  $\phi_4$  bzw.  $\phi_k$  variiert wird. Die Probendicke bestimmt zusammen mit dem Brechungsindex die Größe  $\phi_3$ , die hier konstant ist. Es gilt:

$$\operatorname{Re} A_2' = N * \left[ \cos \phi_3 \cos \phi_k - \sin \phi_3 \left[ \left( \frac{1}{2n} + \frac{n}{2} \right) \sin \phi_k + \left( \frac{1}{2n} - \frac{n}{2} \right) \sin (\phi_k - 2\phi_2) \right] \right]. \quad 3.12$$

Die Variation der Probenhöhe  $\phi_2$  ergibt in Kombination mit der Änderung der Resonatorlänge ( $\phi_4, \phi_k$ ) die in Abbildung 22 gezeigten Signalverläufe für den unnormierten Fall.

In Abbildung 23 links ist der Signalverlauf für den normierten Fall dargestellt, rechts Phase und relative Minimumsposition bei Variation der Probenposition.

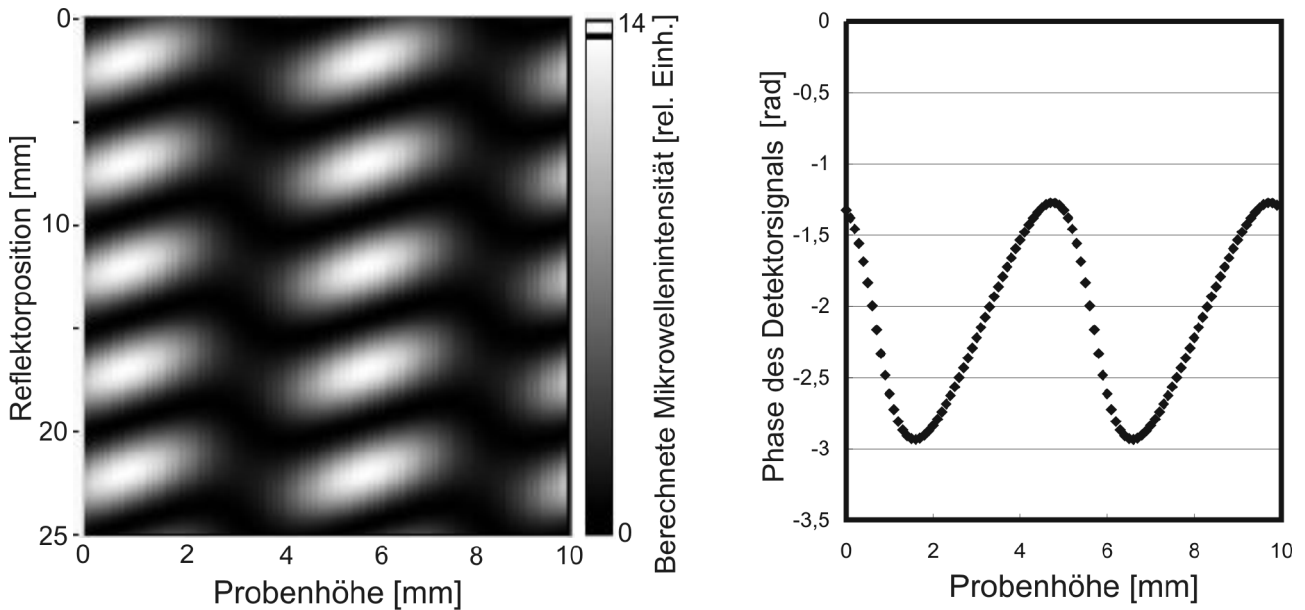


Abbildung 22: Links: Auftragung der berechneten Mikrowellenintensität bei Variation der Reflektorposition (von oben nach unten) und der Probenposition (von links nach rechts; Probendicke 3 mm,  $n=2$ , unnormierter Fall), Rechts: Auftragung der Phase in Abhängigkeit der Probenposition.

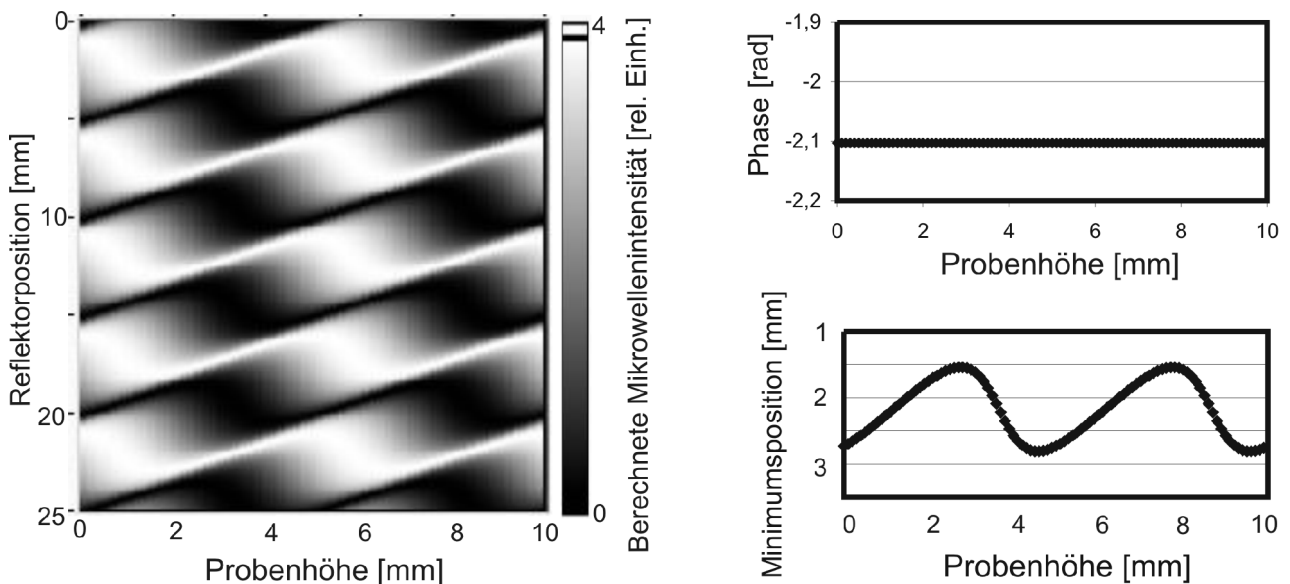


Abbildung 23: Links: Auftragung der berechneten Mikrowellenintensität wie in Abbildung 22, aber für den normierten Fall. Rechts oben: Aus dem Bild links ermittelte Phase des Detektorsignals in Abhängigkeit der Probenhöhe. Rechts unten: Relative Minimumposition in Abhängigkeit der Probenhöhe.

Phasenverschiebungen bei Variation der Probenposition werden also für den unnormierten Fall vom Schichtmodell vorhergesagt, jedoch nicht für den normierten. Im normierten Fall treten aber Minimumverschiebungen bei Variation der Probenposition auf. Dies zeigt, dass der Einfluss der Probenposition bei der Mikrowellenmessung berücksichtigt werden muss. Die Messung der Phase und die Messung der Minimumsposition ist folglich auch nicht als äquivalent anzusehen.

Der Einfluss der Probenposition muss bei der Interpretation z.B. von Fasergehaltsmessungen (siehe oben) immer berücksichtigt werden. Die Bedeutung dieser Erkenntnisse für die Anisotropiemessung wird in Kapitel 4.2.3 diskutiert.

### **3.2. Wellenausbreitung im realen Mikrowellenmesssystem: Abweichungen vom Schichtmodell**

Im folgenden werden einige Phänomene beschrieben, die im realen Messaufbau auftreten und vom Schichtmodell nicht erfasst werden. Das Zusammenwirken dieser Phänomene bestimmt die beobachteten Abweichungen. Das Signal am Detektor wird letztendlich von der gesamten Geometrie und den lokalen Ausbreitungseigenschaften im Messaufbau bestimmt. Kleine Variationen dieser Größen können bereits große Auswirkungen auf das Ergebnis haben. Numerische Vorhersagen wären, wie oben beschrieben, prinzipiell möglich, würden aber die präzise Kenntnis aller Größen und einen hohen zeitlichen und rechnerischen Aufwand erfordern, weshalb davon abgesehen wird.

Hier soll beschrieben werden, warum Abweichungen auftreten und ob Alternativen zum vorhandenen Aufbau bestehen. Die wesentlichen Abweichungen sind: Die Abstrahlung der Mikrowellen aus dem offenen Hohlleiter (statt ebener Welle), der Durchmesser des metallischen Reflektors von 20 mm (statt einer seitlich unendlich ausgedehnten Metallplatte) und die begrenzte Ausdehnung der Probe.

Um den Einfluss der Abstrahlung vom offenen Hohlleiter ins Messsystem abzuschätzen, werden mehrere Zwischenschritte bis zum tatsächlichen Aufbau diskutiert. Zunächst wird die Feldverteilung eines ins Vakuum (bzw. Luft) abstrahlenden Rechteckhohlleiters betrachtet. Das raumwinkelabhängig abgestrahlte Feld ergibt sich aus der Überlagerung der im Hohlleiter angeregten Moden [82]. Dabei wird angenommen, dass von jedem Punkt in der Apertur eine Kugelwelle ausgestrahlt wird. Die sich ergebende Feldverteilung zeigt eine komplexe Struktur, wie auch Messungen bestätigen [59]. Selbst wenn nur die Grund-

mode angeregt würde, tritt keine reine ebene Welle mit linearer Polarisation auf. Außerdem erfolgt seitliche Abstrahlung.

Im nächsten Schritt wird der Hohlleiter mit einem Dielektrikum (Brechungsindex  $n$ ) fest abgeschlossen. Dies führt zu einer Änderung des Reflexionsverhaltens am Hohlleiterausgang. Daraus kann z.B. mittels Phasenmessungen im Hohlleiter der Brechungsindex  $n$  bestimmt werden [69]. Schließt man den Hohlleiter dabei nicht exakt ab, so führt dies zur Geometrieänderung und somit zu Fehlern bei der Bestimmung von  $n$ . Die Vergrößerung des Abstandes zwischen Dielektrikum und Hohlleiter ändert die Ausbreitungseigenschaften zusätzlich. Zoughi weist auf einen starken Einfluss dieses sogenannten „stand-off-distance“ auf das reflektierte Signal hin [83], was auch genutzt werden kann, um die Empfindlichkeit der Messung zu erhöhen. Genauere Beschreibungen der Abstrahlung vom Hohlleiter in ein Medium finden sich in [84], [85] und [86].

Nun wird die Abstrahlung des Hohlleiters in eine Mehrschichtstruktur betrachtet. Dabei treten Phänomene wie seitliches Auskoppeln und die Anregung von Platten- und Oberflächenwellen auf [87]. Schichtdicken und Brechungsindices der Schichten bestimmen das Abstrahlungsverhalten. Schließt man diese Mehrschichtstruktur noch mit einem metallischen Reflektor von 20 mm Durchmesser ab, so wird dieser aufgrund der dort auftretenden Reflexion und wegen seiner Geometrie (z.B. aufgrund von Beugungsphänomenen) das System weiter verändern.

Der Einfluss der Geometrie des metallischen Reflektors erklärt einen Teil der Abweichungen zwischen Rechnung (Abbildung 16) und Messung (Abbildung 17). Bei Vergrößerung des Reflektorabstandes läuft der Messwert am Detektor auf einen konstanten Grenzwert zu. Ursache ist der geringe Durchmesser des Reflektors von 20 mm. Bei großem Abstand des Reflektors wird der Raumwinkel, aus dem noch reflektiert wird, und damit der entsprechende Einfluss auf das Detektorsignal, sehr klein. Bei kleinem Abstand wird ein hoher Anteil des ausgestrahlten Signals zurück reflektiert. Die Stehwelle ist aber über den gesamten Messbereich (bei Variation des Reflektorabstandes um mehrere  $\lambda$ ) ausgebildet. Die Vergrößerung des Reflektordurchmessers führt zu einem hohen Anteil unerwünschter Reflexionen und damit zu einer Verschlechterung des Resultats, was auch Messungen bestätigten. Den Einfluss solcher Reflexionen kann man bereits bei sehr tiefem Reflektorstand (Reflektorposition ca. 30-36 mm, siehe Abbildung 19) des 20 mm Reflektor beobachten, wo ein komplizierterer Signalverlauf gemessen wird als vom Schichtmodell vorher-

gesagt. Die Ermittlung von Feldverteilungen in verschiedenen (offenen) Resonatoren wird in der Literatur ausführlich behandelt [88], [89].

Im Vergleich von Messung und Rechnung fällt ein weiterer typischer Unterschied im Signalverlauf auf. Bei Messungen treten tendenziell eher scharfe Minima auf (die aus diesem Grund als Arbeitspunkt für die Anisotropiemessung gewählt werden), während die Rechnungen je nach Parametersatz sowohl scharfe Minima als auch scharfe Maxima zeigen. Die Normierung erklärt dieses Phänomen teilweise, ermöglicht aber noch keine exakte Beschreibung der Verläufe. Abweichungen können sich z.B. daraus ergeben, dass das Schichtmodell wie oben beschrieben zu stark vereinfacht. Aber auch messtechnische Einflüsse, wie eine geringere Empfindlichkeit des Detektors bei höheren Intensitäten, können zum Glätten spitzer Maxima führen. Nicht berücksichtigt wird im Schichtmodell eine mögliche Reflexion am Detektor. Außerdem wurden alle Berechnungen (mit Ausnahme des Beispiels in Abbildung 14) für eine verlustfreie Probe im Schichtmodell durchgeführt. Wegen des kleinen dielektrischen Verlustfaktors (bei Kunststoffen und Glas in der Größenordnung von Promille) sollte sich dies aber nur geringfügig auf die Messung auswirken.

Für Messungen wesentlich ist auch, dass die Probe eine endliche Ausdehnung hat. Abweichend vom Schichtmodell treten deshalb Randeffekte auf. Ursachen sind neben der direkten Wechselwirkung des abgestrahlten Feldes mit dem Rand auch Überlagerungen mit in der Probe angeregten Plattenwellen.

Aufgrund der oben gezeigten Abhängigkeiten des Detektorsignals von Probenposition und Schichtdicken (Abbildung 21) ergibt sich direkt, dass ein Durchhängen oder die Verkipfung der Probe sowie Dickensprünge erhebliche Fehlerquellen darstellen.

Es gibt offensichtlich vielfältige Einflüsse auf das Mikrowellenfeld im gesamten Aufbau. Dem gegenüber steht aber die ausgezeichnete laterale Auflösung, die mit diesem Aufbau erreicht werden kann und die die beschriebenen Anwendungen erst möglich macht. Diese zeigen, dass der vom Rechteckhohlleiter abgestrahlte linear polarisierte Anteil für Anisotropiemessungen vollkommen ausreichend ist.

Der Vergleich von Schichtmodell und Messung zeigt auch, dass die auftretenden Phänomene qualitativ durchaus vom Schichtmodell erfasst werden. Auf dieser Basis wird die Bewertung der Messergebnisse wesentlich vereinfacht.

## 4. Schichtmodell für den Fall anisotroper Schichten

Anisotropiemessungen wurden mit dem Mikrowellenverfahren meistens an kurzfaserverstärkten spritzgegossenen Werkstoffen durchgeführt. Deshalb soll dieser Werkstoff genauer beschrieben werden. Das Schichtmodell wird auf den anisotropen Fall erweitert.

### 4.1. Dielektrische Werkstoffeigenschaften anisotroper Medien

Zunächst wird gezeigt, wie mikroskopische Einschlüsse zu struktureller Anisotropie führen. Diese beeinflusst die Ausbreitungseigenschaften elektromagnetischer Wellen im Werkstoff. Aus der Faserorientierungsverteilung kann ein über das Volumen gemittelter richtungsabhängiger Brechungsindex hergeleitet werden.

#### 4.1.1. Polarisierbarkeit eines Ellipsoids

Dielektrische Werkstoffe sind polarisierbar. Wird ein elektrisches Feld angelegt, so kommt es zu einer Ladungstrennung in  $+q$  und  $-q$  und somit zu einem elektrischen Dipolmoment  $\vec{p}_{el}$  [90]:

$$\vec{p}_{el} = q \vec{l} . \quad 4.1$$

Dabei ist  $\vec{l}$  der Vektor von  $+q$  zu  $-q$ , der parallel zum angelegten elektrischen Feld liegt. Für  $N_D$  Dipole im Volumen  $V$  folgt daraus die Polarisation  $\vec{P}$  des Dielektrikums

$$\vec{P} = \frac{N_D \vec{p}_{el}}{V} . \quad 4.2$$

Die Polarisation wird auch in den Materialgleichungen beschrieben:

$$\vec{P} = (\epsilon_r - 1) \epsilon_0 \vec{E} = \chi \epsilon_0 \vec{E} = \alpha \vec{E} , \quad 4.3$$

$$\vec{D} = \epsilon_0 \vec{E} + \vec{P} . \quad 4.4$$

Dabei ist der Faktor  $\alpha$  die elektrische Polarisierbarkeit. Die Dielektrische Verschiebung  $\vec{D}$  im Material ergibt sich aus dem von außen angelegten elektrischen Feld  $\vec{E}$  und der Polarisation  $\vec{P}$ .

Dielektrische Einschlüsse im Material wirken somit als Dipol. Es kommt zu einer Ladungstrennung im eingeschlossenen Partikel, verbunden mit einer Abschwächung der Feldstärke im Inneren. Bei ellipsoidförmigen Partikeln (durch die sich z.B. Glasfasern annähern lassen) wird die Polarisierbarkeit  $\alpha$  winkelabhängig. Im homogenen Feld ist auch die Po-

larisation  $\vec{P}$  im Inneren homogen [91].

Im folgenden wird ein Ellipsoid mit den drei Hauptachsen  $a$ ,  $b$  und  $c$  betrachtet. Seine Oberfläche wird beschrieben durch:

$$\frac{x^2}{a^2} + \frac{y^2}{b^2} + \frac{z^2}{c^2} = 1. \quad 4.5$$

Neben dem äußeren Feld  $\vec{E}$  mit  $E_x, E_y$  und  $E_z$  gibt es ein von der Polarisation erzeugtes Feld  $\vec{E}_p$  und ein resultierendes Feld  $\vec{E}_i$  im Inneren des Partikels:

$$\vec{E}_i = \vec{E} + \vec{E}_p. \quad 4.6$$

Das innere elektrische Feld ist für die drei Hauptachsen verschieden. Es ergibt sich (für  $E_y$  und  $E_z$  entsprechend) [92], [93], [94]

$$E_{ix} = \frac{E_x}{1 + (\epsilon_{ri} - 1)N_x}. \quad 4.7$$

Dabei ist

$$\epsilon_i = \epsilon_0 \epsilon_{ri} \quad 4.8$$

die Dielektrizitätskonstante im Inneren des Ellipsoids (Kapitel 7.1.1).

Der Depolarisationsfaktor  $N_x$  ist ein Geometriefaktor, für den gilt [92]:

$$N_x = \frac{abc}{2} \int_0^\infty \frac{ds}{(s+a^2)\sqrt{(s+a^2)(s+b^2)(s+c^2)}}. \quad 4.9$$

$N_y$  und  $N_z$  ergeben sich entsprechend, wenn man  $a$  gegen  $b$  bzw.  $c$  austauscht.

Die drei Faktoren sind verknüpft:

$$N_x + N_y + N_z = 1. \quad 4.10$$

So erhält man z.B. für eine Kugel  $N_x + N_y + N_z = 1/3$ .

Für ein langgestrecktes Rotationsellipsoid ( $a > b = c$ ) mit der Exzentrizität  $e$  und



$$e^2 = 1 - \left(\frac{b}{a}\right)^2. \quad 4.11$$

ergibt sich [95]:

$$N_x = \frac{1-e^2}{e^2} \left(-1 + \frac{1}{2e} \ln \frac{1+e}{1-e}\right), \quad 4.12$$

$$N_y = N_z = \frac{1}{2}(1 - N_x). \quad 4.13$$

Genauere Angaben zum Depolarisationsfaktor von Sphäroiden (=Rotationsellipsoiden) finden sich bei Stratton (1941) [93] und Stille (1944) [96]. Der Depolarisationsfaktor für ein allgemeines Ellipsoid wurde 1945 sowohl von Stoner [97] als auch von Osborn [98] unabhängig voneinander hergeleitet.

Mithilfe des Depolarisationsfaktors lässt sich die Polarisierbarkeit  $\alpha_x$  bestimmen [99]:

$$\alpha_x = \frac{\epsilon_0(\epsilon_{ri} - 1)V}{1 + (\epsilon_{ri} - 1)N_x} \quad \text{mit } V = \frac{4}{3}\pi abc. \quad 4.14$$

$\alpha_y$  und  $\alpha_z$  ergeben sich wieder entsprechend, und man erhält das zur Polarisation beitragende Dipolmoment  $\vec{p}_{el}$ :

$$\vec{p}_{el} = \alpha_x E_{ix} \vec{e}_x + \alpha_y E_{iy} \vec{e}_y + \alpha_z E_{iz} \vec{e}_z, \quad 4.15$$

$$\begin{bmatrix} p_{el,x} \\ p_{el,y} \\ p_{el,z} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \alpha_x & 0 & 0 \\ 0 & \alpha_y & 0 \\ 0 & 0 & \alpha_z \end{bmatrix} \begin{bmatrix} E_{ix} \\ E_{iy} \\ E_{iz} \end{bmatrix}. \quad 4.16$$

Bisher wurde angenommen, dass sich das Ellipsoid im Vakuum befindet. Im folgenden sei das Ellipsoid mit der Dielektrizitätszahl  $\epsilon_i$  in ein Medium der Dielektrizitätszahl  $\epsilon_e$  eingebettet, mit

$$\epsilon_e = \epsilon_0 \epsilon_{re}. \quad 4.17$$

In diesem Fall gilt (entsprechend auch für die Komponenten  $y$  und  $z$ ) [92], [95]:

$$E_{ix} = \frac{\epsilon_e E_x}{\epsilon_e + (\epsilon_i - \epsilon_e)N_x} \quad 4.18$$

und

$$\alpha_x = \frac{\epsilon_e (\epsilon_i - \epsilon_e) V}{\epsilon_e + (\epsilon_i - \epsilon_e) N_x} \quad 4.19$$

#### 4.1.2. Dielektrizitätszahl eines Werkstoffs mit ellipsoidförmigen Einschlüssen

Um von der Polarisierbarkeit eines Ellipsoids auf den Werkstoff schließen zu können, müssen Orientierungsverteilung und Volumenanteil der enthaltenen Ellipsoide bekannt sein.

Elementar sind die beiden Spezialfälle, bei denen entweder alle Ellipsoide gleich ausgerichtet sind oder eine zufällige Verteilung der Orientierungen vorliegt.

Bei gleicher Ausrichtung aller Ellipsoide mit  $\epsilon_i$ , die sich in einem umgebenden Dielektrikum  $\epsilon_e$  befinden (UD=unidirektional), erhält man eine anisotrope Dielektrizitätszahl  $\epsilon_{eff, j}$ , deren Komponenten vom Depolarisationsfaktor  $N_j$  ( $j=x,y,z$ ) abhängen [95]:

$$\epsilon_{eff, j} = \epsilon_e + \frac{f_i \epsilon_e (\epsilon_i - \epsilon_e)}{\epsilon_e + (1 - f_i) (\epsilon_i - \epsilon_e) N_j} \quad 4.20$$

Dabei ist  $f_i$  der Volumenanteil der enthaltenen Ellipsoide.

Für eine sehr lange Faser ( $a \gg b$ ) ist  $N_x = 0$  und  $N_{y,z} = 0,5$ . Im 2D-Fall wäre  $N_x = 0$  und  $N_y = 1$ , und es ergibt sich:

$$\epsilon_{eff, x} = f_i \epsilon_i + (1 - f_i) \epsilon_e \quad \text{für } N_x = 0, \quad 4.21$$

$$\frac{1}{\epsilon_{eff, y}} = f_i \frac{1}{\epsilon_i} + (1 - f_i) \frac{1}{\epsilon_e} \quad \text{für } N_y = 1. \quad 4.22$$

Diese Gleichungen haben die gleiche Form wie die Halpin-Tsai-Gleichungen in der Mechanik. Dort enthält man für den 2D-Fall eines dünnen, mit Endlosfasern verstärkten Laminates entsprechende Mischungsregeln für die physikalischen Größen oder ihre Reziprokwerte. Bei Belastung in Faserrichtung wird Parallelschaltung, senkrecht zur Faserrichtung Reihenschaltung angenommen. Für den mechanischen Fall sind darüber hinaus eine Reihe von Modifikationen der Halpin-Tsai-Gleichungen bekannt, die z.B. berücksichtigen, dass Fasern und Harz in einem Laminat nicht homogen verteilt sind [100].

Für eine zufällige Orientierungsverteilung der Ellipsoide im Dielektrikum (=Random) ergibt sich [95]:

$$\epsilon_{eff} = \epsilon_e + \epsilon_e \frac{\frac{f_i \sum_{j=x,y,z} (\epsilon_i - \epsilon_e)}{3 \epsilon_e + N_i (\epsilon_i - \epsilon_e)}}{1 - \frac{f_i \sum_{j=x,y,z} N_i (\epsilon_i - \epsilon_e)}{3 \epsilon_e + N_i (\epsilon_i - \epsilon_e)}} \quad 4.23$$

Angenommen wird dabei ein effektives Dielektrikum, unter Vernachlässigung von Wechselwirkungen im Material (wie z.B. Mehrfachstreuung).

#### 4.1.3. Mischungsformeln für mehrere Komponenten

Für die exakte Ermittlung der effektiven Dielektrizitätszahl sind meistens weitere Faktoren (von UD oder Random abweichende Orientierungsverteilung, Variation der Partikelgeometrie, sonstige Materialeinschlüsse) im Modell zu berücksichtigen [95], [101]. Auch die Frequenzabhängigkeit und Phänomene wie Mehrfachstreuung erfordern entsprechende (oft aufwändige) Modifikationen.

Kann man für verschiedene Anteile im Werkstoff (wie Random und UD-Orientierung) die jeweiligen effektiven Dielektrizitätszahlen berechnen, so wäre die einfachste Näherung für die effektive Dielektrizitätszahl des Werkstoffs eine Mischungsformel (aus den genannten Gründen allerdings fehlerbehaftet). Dabei wird für jede Teilkomponente der Dielektrizitätszahl ( $\epsilon_{eff,x}$ ,  $\epsilon_{eff,y}$ ,  $\epsilon_{eff,z}$ ) ein arithmetisches Mittel der  $m$  eingehenden Komponenten gebildet, gewichtet mit ihrem jeweiligen Volumenanteil  $v_{xm}$ :

$$\epsilon_{eff\ x\ misch} = \frac{1}{m} \sum_{i=1}^m v_{xm} \epsilon_{eff\ xm} \quad 4.24$$

#### 4.1.4. Beschreibung der Orientierungen in einem Kurzfaserspritzgusswerkstoff

Die Faserorientierungsverteilung in einem Kurzfaserspritzgusswerkstoff ist eine Folge des Füllvorgangs bei der Herstellung. Dabei entsteht eine typische Schichtstruktur. Die dominierenden Schichten sind die Mittelschicht, deren Orientierung quer zur Fließrichtung auf der Dehnströmung am Anguss beruht, und Scherschichten mit Orientierung in Fließ-

richtung, die sich aufgrund des Geschwindigkeitsgradienten an den Wandungen des Werkzeugs ausbilden. Darüber hinaus werden weitere Zwischenschichten und eine regellose Randschicht (aufgrund der Wandhaftung) unterschieden. Abbildung 24 zeigt skizzenhaft die Orientierungen in Scher- und Mittelschicht [81]:

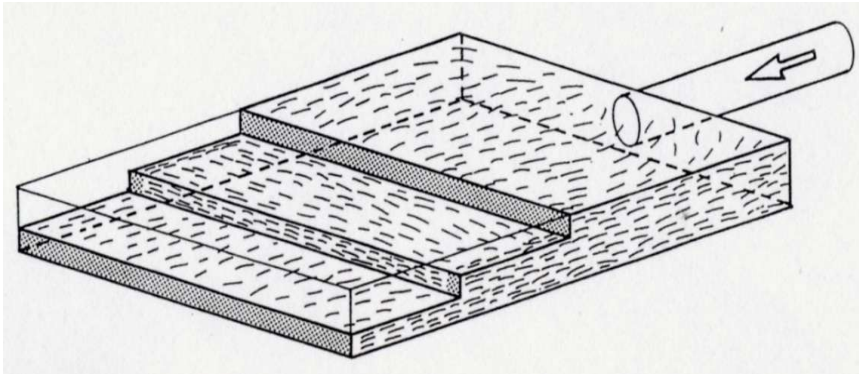


Abbildung 24: Faserorientierung in Scher- und Mittelschicht des Spritzgussteils.

Zur Beschreibung der Orientierungsverteilung eines Faserkollektives hat sich die Verwendung einer Tensorreihe als besonders praktikabel erwiesen [31], [102]. Ihre Kenntnis ist erforderlich zur Beschreibung von Werkstoffeigenschaften. Elastisches Verhalten wird vom Tensor vierter Stufe, elektromagnetisches Verhalten vom Tensor zweiter Stufe bestimmt.

Zunächst wird der Orientierungsvektor  $\vec{p}$  einer Einzelfaser eingeführt:

$$\vec{p} = \begin{bmatrix} p_x \\ p_y \\ p_z \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos \theta_x \sin \theta_z \\ \sin \theta_x \sin \theta_z \\ \cos \theta_z \end{bmatrix}. \quad 4.25$$

Abbildung 25 veranschaulicht den Orientierungsvektor.

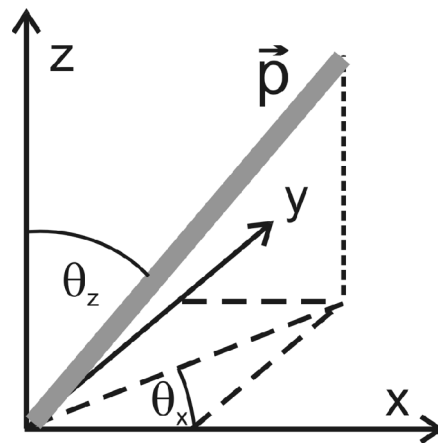


Abbildung 25 : Veranschaulichung des Orientierungsvektors einer Einzelfaser.

Die Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion  $\psi(\vec{p})$  ist für ein Faserkollektiv definiert und gibt die Wahrscheinlichkeit an, dass sich  $\vec{p}$  im Winkelbereich zwischen  $(\theta_x, \theta_z)$  und  $(\theta_x + \partial\theta_x, \theta_z + \partial\theta_z)$  befindet. Der Orientierungstensor zweiter Stufe  $a_{ij}$  [102] ist definiert als

$$a_{ij} = \int p_i p_j \psi(p) \, dp. \quad 4.26$$

Die Bedeutung der Komponenten  $a_{ij}$  wird in Abbildung 26 veranschaulicht [31]. Die  $a_{ij}$  mit  $i$  ungleich  $j$  verschwinden bei geeigneter Wahl des Koordinatensystems, da sich jeder Tensor zweiter Stufe diagonalisieren lässt. Die Diskussion lässt sich also auf die  $a_{ii}$  reduzieren.

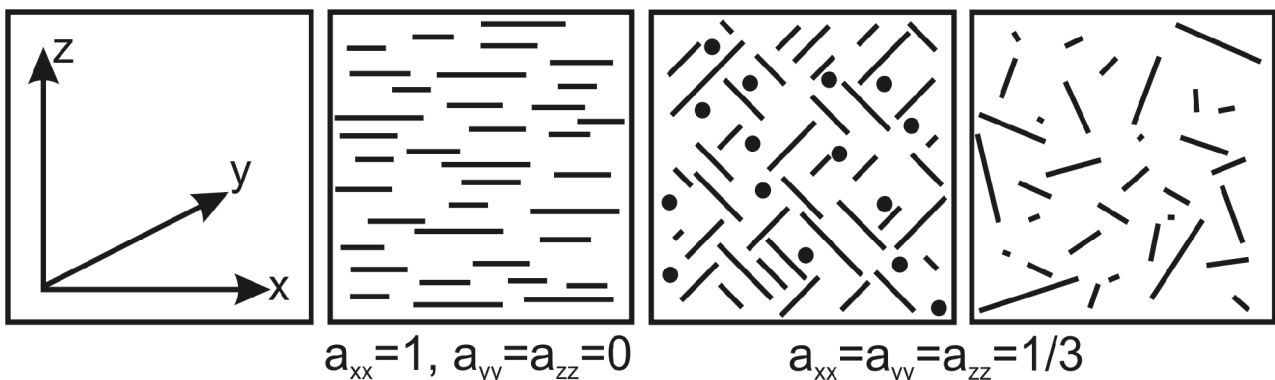


Abbildung 26: Bedeutung einiger Komponenten des Orientierungstensors. Zweites Bild von links: UD-Orientierung, Bilder rechts: Orientierungen in allen drei Raumrichtungen (gleich verteilt).

Der Variation der Orientierungsverteilung über der Schichtdicke entsprechen charakteristische Änderungen der Tensorkomponenten (Abbildung 27) [30], [78].

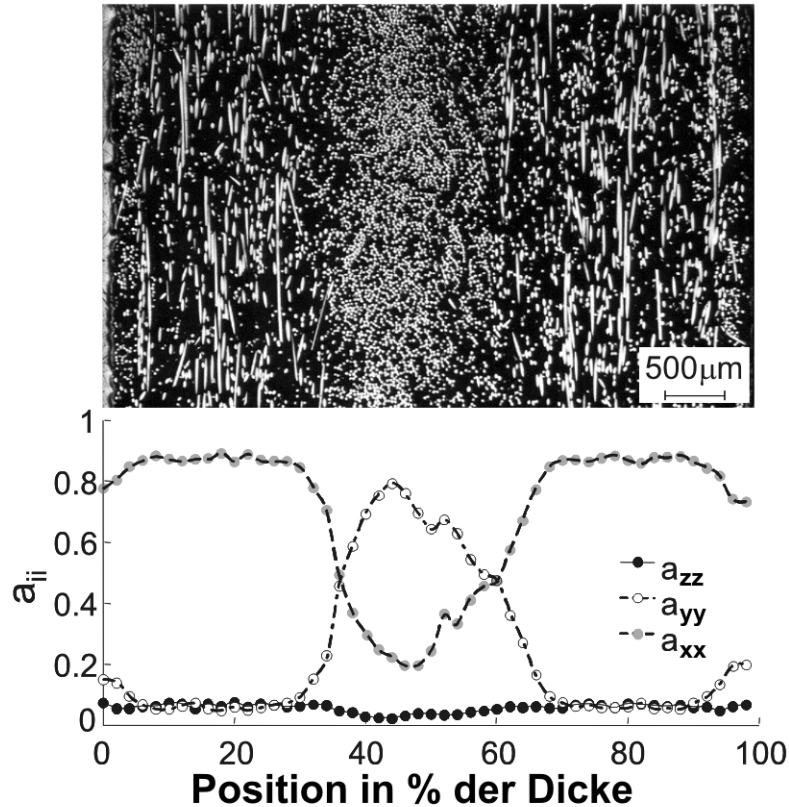


Abbildung 27: Gemessene Diagonalelemente des Orientierungstensors über der Probendicke (von links nach rechts, Messung: N. Davidson).

Bei integralen Messungen (Mikrowellen- oder Ultraschallverfahren) findet man üblicherweise ein Dominieren der Scherschicht-Orientierung, wie auch im Zugversuch bei Variation der Entnahmerichtung der Zugstäbe bestätigt wird.

#### 4.1.5. Abschätzung der effektiven Dielektrizitätszahl für einen Kurzfaserspritzgusswerkstoff

Eine Abschätzung der effektiven Dielektrizitätszahl kann auf der Basis der hergeleiteten Mischungsformeln für die einzelnen Schichten im Werkstoff erfolgen, wenn die Schichtdicken, die jeweiligen Tensorkomponenten und die Materialeigenschaften (Fasergehalt und Dielektrizitätszahl von Faser und Matrix) bekannt sind. Voraussetzung für die Abschätzung ist ein konstanter Fasergehalt über die gesamte Dicke der Probe, da dieser in die Bestimmung von  $\epsilon_{eff}$  eingeht. Variiert der Fasergehalt über die Dicke, so wird auch  $\epsilon_{eff}$  von der Schicht abhängig.

Innerhalb einer Schicht können die Komponenten des Orientierungstensors  $a_{ii}$  für eine Näherung verwendet werden: Dabei wird angenommen, dass die Schicht sich aus einem

UD und einem Random-Volumenanteil zusammensetzt. Da die in Dickenrichtung liegende Komponente von  $a_{ii}$  im Spritzgusswerkstoff zu vernachlässigen ist, erhält man eine 2D-Näherung. Mit den Formeln 4.20, 4.23 und 4.24 erfolgt dann die Abschätzung (zu Fehlern siehe Kapitel 4.1.3).

## 4.2. Ausbreitung von Mikrowellen in anisotropen Werkstoffen

Zur Entwicklung eines Schichtmodells für den anisotropen Fall muss das Ausbreitungsverhalten von Mikrowellen in einem doppelbrechenden Werkstoff berücksichtigt werden.

### 4.2.1. Doppelbrechung und elliptische Polarisierung bei der Wellenausbreitung im anisotropen Medium

Werkstoff-Anisotropien können strukturelle Ursachen wie Kristallstrukturen, ausgerichtete Polymerketten oder z.B. Faser-Verstärkung haben. Aber auch durch das Aufbringen mechanischer Spannung können Anisotropien hervorgerufen werden, was in der Spannungsoptik zur Werkstoffprüfung eingesetzt wird. Das Phänomen ist aber nicht auf den optischen Bereich beschränkt, es wird für bestimmte Werkstoffe (z.B. Bleisilikatgläser) auch im Mikrowellenbereich beobachtet [52], [103].

Die Folge der Werkstoff-Anisotropie ist die Doppelbrechung. Das Ausbreitungsverhalten elektromagnetischer (wie auch elastischer) Wellen ist nun von der Polarisationsrichtung der einfallenden Welle abhängig [74], [104]. Umgekehrt kann man aus dem Auftreten von Doppelbrechung auf Anisotropie im Werkstoff schließen.

Die Wechselwirkung des Materials mit elektromagnetischen Wellen wird von der Polarisierbarkeit  $\alpha$  bestimmt (Kapitel 4.1.1). Für ein anisotropes faserverstärktes Material ist  $\alpha$  ein Tensor:

$$[\alpha] = \begin{bmatrix} \alpha_{xx} & 0 & 0 \\ 0 & \alpha_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & \alpha_{zz} \end{bmatrix}. \quad 4.27$$

Entsprechend ist die Dielektrizitätszahl ein Tensor mit

$$[\epsilon] = \begin{bmatrix} \epsilon_{xx} & 0 & 0 \\ 0 & \epsilon_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & \epsilon_{zz} \end{bmatrix}. \quad 4.28$$

Fällt ein Mikrowellensignal einer bestimmten Polarisationsrichtung auf einen solchen Werkstoff, so würde man richtungsabhängig unterschiedliche Ausbreitungsgeschwindigkeiten (Phasengeschwindigkeiten), also Doppelbrechung beobachten. In faserverstärkten Platten liegen die Faser-Vorzugsrichtungen üblicherweise parallel zur Plattenoberfläche. Beim senkrechten Auftreffen einer linear polarisierten elektromagnetischen Welle kommt es zur Aufspaltung in einen Anteil mit Polarisationsrichtung parallel zur Faservorzugsrichtung und einen senkrecht dazu. Diese Anteile unterscheiden sich in der Wellenlänge  $\lambda$  im Medium, die von  $n$  und damit  $\epsilon$  abhängt, sowie im jeweiligen Reflexions- bzw. Transmissionsfaktor an der Grenzfläche Luft-Platte (was auch auf der Plattenrückseite zu berücksichtigen ist). Bei Drehung der Polarisationsrichtung der einfallenden Mikrowellen tritt bei Orientierung parallel und senkrecht zur Faservorzugsrichtung nur je einer der beiden Anteile auf, bei Zwischenwinkeln hingegen beide.

Für eine beliebige Polarisation in der Ebene findet also eine Aufspaltung der einfallenden Welle in eine langsame Komponente in  $y$ -Richtung und eine schnelle Komponente in  $z$ -Richtung statt [105]. Das Ergebnis lässt sich darstellen als:

$$\vec{E}(x, t) = E_{0y} \vec{e}_y \sin(\omega t - k_y x) + E_{0z} \vec{e}_z \sin(\omega t - k_z x). \quad 4.29$$

Die Amplituden in Gleichung 4.29 hängen von der Orientierung der einfallenden Welle ab:

$$E_{0y} = E_0 \cos \beta \quad \text{und} \quad E_{0z} = E_0 \sin \beta. \quad 4.30$$

Wegen  $k_y \neq k_z$  ist die aus der Probe der Dicke  $D$  austretende Welle elliptisch polarisiert:

$$\vec{E}(D, t) = E_0 \vec{e}_y \cos \beta \sin(\omega t) + E_0 \vec{e}_z \sin \beta \sin(\omega t + \Delta \varphi) \quad 4.31$$

mit

$$\Delta \varphi = D(k_y - k_z). \quad 4.32$$

In einem faserverstärkten Werkstoff mit Faserorientierung in  $z$ -Richtung ist  $z$  die schnellere Richtung, also  $k_y$  kleiner  $k_z$ . Dabei ist  $\epsilon_{zz}$  größer als  $\epsilon_{yy}$  [74]. Für akustische Scherwellen mit dieser Ausbreitungsrichtung im einachsigen Werkstoff lässt sich die Wel-



lenausbreitung ganz analog beschreiben, wobei die schnellere Welle (höhere Steifigkeit) bei Polarisation in Faserrichtung auftritt [104], [105]. Diese Analogie ist jedoch ein Spezialfall, bei dem wie im elektromagnetischen Fall nur Transversalwellen auftreten. Im allgemeinen Fall sind akustische Longitudinal- und Transversalwellen im Festkörper zu erwarten. Anregung, Werkstoff- und Bauteileigenschaften bestimmen die Wellenausbreitung und die auftretenden elastischen Wellentypen, von denen es auch Mischformen aus Longitudinal- und Transversalwellen gibt, wie z.B. Lambwellen (Plattenwellen).

#### **4.2.2. Erweiterung des Schichtmodells auf anisotrope Werkstoffe**

Um die Anisotropiemessung mit der Mikrowellenapparatur optimieren zu können, muss das Schichtmodell auf den anisotropen Fall erweitert werden (Abbildung 28) [39], [76]. Dann kann der Einfluss von Parameteränderungen und der Positionierung der Probe auch hier abgeschätzt werden. Bei den zu untersuchenden Werkstoffen liegt die Vorzugsachse in der Plattenebene der jeweiligen Probe. Die im Modell auftretenden Schichten werden als doppelbrechend (Probe oder Teilschicht der Probe) oder isotrop angesehen. Wie oben beschrieben treten in der doppelbrechenden Schicht zwei Wellen unterschiedlicher Geschwindigkeit (also mit unterschiedlichem Brechungsindex) auf. In den Luftschichten erfolgt keine Änderung der Polarisationsrichtung der auftretenden Wellen. Wie beim isotropen Schichtmodell ergibt sich die Feldverteilung im Aufbau durch Berücksichtigung der Randbedingungen an den Grenzflächen. Dabei können nun aber vier Wellen in jeder Schicht auftreten, parallel zur Vorzugsachse des Materials hin und zurück und senkrecht zur Vorzugsachse hin und zurück. Bei der Ausbreitung in Luft tritt der isotrope Fall auf, wobei jede beliebige Polarisationsrichtung als Vorzugsachse gewählt werden darf.

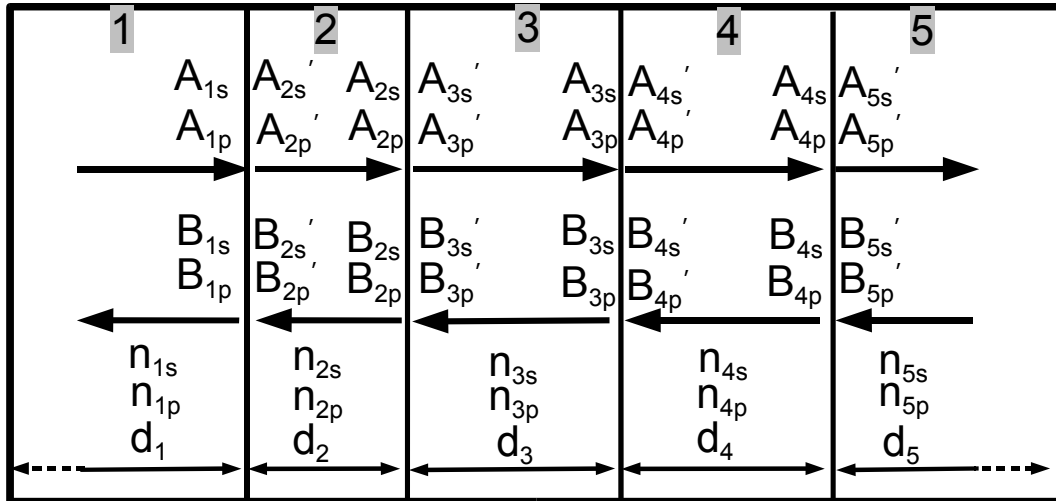


Abbildung 28: Anisotropes Schichtmodell.

Da die Berechnung des Signals aus der Amplitude am Reflektor sukzessive rückwärts erfolgt, liefert das Modell auch für die Luftschicht zwischen Sender/Empfänger und Probe Lösungen für zwei Polarisationsrichtungen. Die für die Messung relevante Richtung ergibt sich am einfachsten durch eine geeignete Wahl des Koordinatensystems. Dabei liegt z.B. die Polarisationsrichtung der ausgestrahlten und der detektierten Welle in der  $z$ -Richtung. Die Komponenten der  $y$ -Richtung werden bei der Berechnung der Intensität am Detektor als Null angenommen. Um die Messung zu simulieren, wird der Winkel  $\alpha$  zwischen der Vorzugsachse der Probe und der  $z$ -Achse zwischen Null und 360 Grad variiert.

Ziel ist die rechnerische Ermittlung des Einflusses der Probenposition auf die Anisotropiemessung, um eine optimale Positionierung zu ermöglichen und die Quantifizierbarkeit der Messung abzuschätzen.

Das elektrische Feld am Ort  $\vec{r}$  ergibt sich aus der Summe der oben genannten vier Fälle:

$$\vec{E}_i(\vec{r}) = \vec{A}_{ip} e^{i(\omega t - k_{ip} \vec{r})} + \vec{B}_{ip} e^{i(\omega t + k_{ip} \vec{r})} + \vec{A}_{is} e^{i(\omega t - k_{is} \vec{r})} + \vec{B}_{is} e^{i(\omega t + k_{is} \vec{r})}, \text{ für } x < 0, \quad 4.33$$

usw..

Dabei gehören die Vektoren  $\vec{A}$  zu den hinlaufenden und  $\vec{B}$  zu den rücklaufenden Wellen. Der Index  $i$  gibt die Nummer der Schicht an,  $p$  steht für parallel,  $s$  für senkrecht zur Vorzugsachse des Werkstoffs.

Entsprechend dem isotropen Fall (siehe Anhang, Kapitel 7.1.8) ergeben sich die Randbedingungen aus den Stetigkeitsbedingungen des elektrischen und des magnetischen Feldes an der Grenzfläche:

$$\vec{A}_{ip} + \vec{B}_{ip} + \vec{A}_{is} + \vec{B}_{is} = \vec{A}_{i+1p} + \vec{B}_{i+1p} + \vec{A}_{i+1s} + \vec{B}_{i+1s}, \quad 4.34$$

$$\begin{aligned} n_{ip} \vec{A}_{ip} - n_{ip} \vec{B}_{ip} + n_{is} \vec{A}_{is} - n_{is} \vec{B}_{is} & \quad 4.35 \\ = n_{i+1p} \vec{A}_{i+1p} - n_{i+1p} \vec{B}_{i+1p} + n_{i+1s} \vec{A}_{i+1s} - n_{i+1s} \vec{B}_{i+1s}. \end{aligned}$$

Im oben gewählten Koordinatensystem mit Ausbreitungsrichtung  $x$  lassen sich beide Gleichungen nach der  $y$ - und der  $z$ -Komponente trennen, wobei die Drehwinkel  $\alpha_i$  und  $\alpha_{i+1}$  zwischen Materialachse und  $y$ -Achse in der jeweiligen Schicht berücksichtigt werden müssen. Die Vorzeichen der magnetischen Feldkomponenten ergeben sich aus der Bildung der Rotation des elektrischen Feldes unter Berücksichtigung der jeweiligen Ausbreitungsrichtung im Koordinatensystem und der Drehung um den jeweiligen Winkel  $\alpha$ . In Matrizen-Form ist dies darstellbar als:

$$\begin{pmatrix} \sin \alpha_i & \sin \alpha_i & \cos \alpha_i & \cos \alpha_i \\ \cos \alpha_i & \cos \alpha_i & -\sin \alpha_i & -\sin \alpha_i \\ n_{ip} \cos \alpha_i & -n_{ip} \cos \alpha_i & -n_{is} \sin \alpha_i & n_{is} \sin \alpha_i \\ -n_{ip} \sin \alpha_i & n_{ip} \sin \alpha_i & -n_{is} \cos \alpha_i & n_{is} \cos \alpha_i \end{pmatrix} \begin{pmatrix} A_{ip} \\ B_{ip} \\ A_{is} \\ B_{is} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \sin \alpha_{i+1} & \sin \alpha_{i+1} & \cos \alpha_{i+1} & \cos \alpha_{i+1} \\ \cos \alpha_{i+1} & \cos \alpha_{i+1} & -\sin \alpha_{i+1} & -\sin \alpha_{i+1} \\ n_{i+1p} \cos \alpha_{i+1} & -n_{i+1p} \cos \alpha_{i+1} & -n_{i+1s} \sin \alpha_{i+1} & n_{i+1s} \sin \alpha_{i+1} \\ -n_{i+1p} \sin \alpha_{i+1} & n_{i+1p} \sin \alpha_{i+1} & -n_{i+1s} \cos \alpha_{i+1} & n_{i+1s} \cos \alpha_{i+1} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} A_{i+1p} \\ B_{i+1p} \\ A_{i+1s} \\ B_{i+1s} \end{pmatrix}. \quad 4.36$$

Nach Ermittlung der inversen Matrix ergibt sich:

$$\begin{pmatrix} A_{ip} \\ B_{ip} \\ A_{is} \\ B_{is} \end{pmatrix} = \mathbf{G}_{i \ i+1} \begin{pmatrix} A_{i+1p} \\ B_{i+1p} \\ A_{i+1s} \\ B_{i+1s} \end{pmatrix}. \quad 4.37$$

Damit ist die Grenzflächenübertragungsmatrix  $\mathbf{G}_{i \ i+1}$  bestimmt. Zur Beschreibung des anisotropen Mehrschichtmodells wird nun noch die Schichtübertragungsmatrix  $\mathbf{S}_{ii}$  benötigt. Sie wird analog zum isotropen Fall (Gleichung 3.3) ermittelt und berücksichtigt die Brechungsindex-abhängigen Phasenverschiebungen:

$$\begin{pmatrix} A_{ip}' \\ B_{ip}' \\ A_{is}' \\ B_{is}' \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} e^{i\phi_{ip}} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & e^{-i\phi_{ip}} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & e^{i\phi_{is}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & e^{-i\phi_{is}} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} A_{ip} \\ B_{ip} \\ A_{is} \\ B_{is} \end{pmatrix} = S_{ii} \begin{pmatrix} A_{ip} \\ B_{ip} \\ A_{is} \\ B_{is} \end{pmatrix} \quad \text{mit} \quad 4.38$$

$$\phi_{ip} = 2\pi \frac{d_i n_{ip}}{\lambda_0} = \frac{d_i}{k_{ip}} \quad \text{und} \quad \phi_{is} = 2\pi \frac{d_i n_{is}}{\lambda_0} = \frac{d_i}{k_{is}}.$$

Damit können die Amplituden im Schichtmodell für den anisotropen Fall berechnet werden. Die Intensität an der Position  $x$  folgt aus

$$I(x) = |A_p(x) + B_p(x) + A_s(x) + B_s(x)|^2. \quad 4.39$$

Zur Normierung wird auch hier die Amplitude der einfallenden Welle auf Eins gesetzt (siehe Kapitel 3.1.2).

#### 4.2.3. Anisotropiemessung mit Parametervariation zur Abschätzung der Einflussfaktoren

Analog zum isotropen Schichtmodell soll der Einfluss von Parametervariationen nun für den anisotropen Fall miteinander verglichen werden. Im isotropen Fall war gezeigt worden, dass neben dem Brechungsindex der Probe auch die Probenposition einen Einfluss auf das Detektorsignal hat. Dies zeigte sich im jeweiligen Signalverlauf, wenn simultan die Reflektorposition verändert wurde. Im anisotropen Fall ist die Auswirkung des richtungsabhängigen Brechungsindex auf das Messsignal zu ermitteln. Auch hier ist ein Einfluss der Probenposition auf das Ergebnis zu erwarten. Deshalb wird der Signalverlauf bei simultaner Variation von Drehwinkel und Reflektorposition für verschiedene Probenpositionen ermittelt und verglichen. Außerdem wird der Einfluss des Fasergehalts untersucht. Abbildung 29 zeigt, welche Parameter in den beiden Fällen variiert werden. Um die Ursache der gemessenen Abhängigkeiten zu verstehen, wird auch hier ein Vergleich zwischen Messung und Simulation (anisotropes Schichtmodell) durchgeführt.

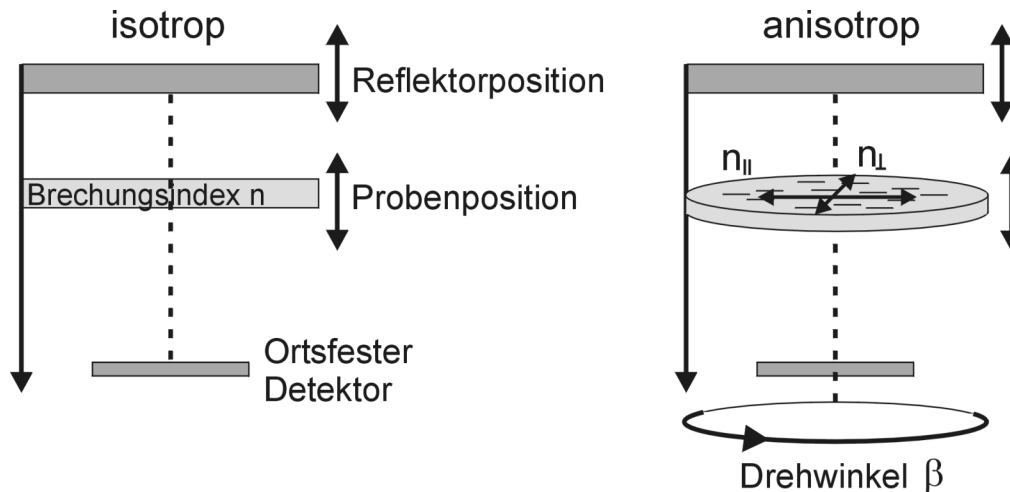


Abbildung 29: Parametervariationen im isotropen und im anisotropen Schichtmodell.

Abbildung 30 zeigt die gemessene Mikrowellenintensität in Abhängigkeit von Reflektorposition (von oben nach unten), Fasergehalt (Säulen, von links nach rechts) und Drehwinkel  $\beta$  der Mikrowellen-Polarisation (innerhalb jeder Säule variiert von 0 bis 360 Grad).

Analog zu Abbildung 19 ist zu erkennen, dass die Änderung des Fasergehalts zu einer Phasenverschiebung führt. Darüber hinaus ist eine winkelabhängige Variation der Phase zu erkennen, die klein bei geringem und groß bei hohem Fasergehalt ist. Wählt man eines der Minima als Arbeitspunkt, so ist die Position dieses Minimums entsprechend Abbildung 5 winkelabhängig moduliert, und man kann aus dem Verlauf Orientierungsrichtung und Anisotropie bestimmen. Vergleicht man das Ergebnis innerhalb einer Säule (also für festen Fasergehalt) für unterschiedliche Arbeitspunkte, so erhält man im unteren Minimum im Bild (Reflektorpositionen zwischen ca. 32 und 34 mm) einen höheren Wert für die Anisotropie als in den anderen Minima. Dies ist vermutlich auf Abweichungen des Messaufbaus vom Schichtmodell (Kapitel 3.2) zurückzuführen. Im unteren Minimum ergibt sich der Vorteil einer besonders großen Modulationstiefe [83]. Der Orientierungswinkel kann hier mit höherer Zuverlässigkeit bestimmt werden als in den anderen Arbeitspunkten.

Außerdem ist zu erkennen, dass die Phasenlage des Signalverlaufs für anisotrope Proben winkelabhängig ist, also auch die Phase zur Messung der Anisotropie genutzt werden kann. Dazu kann der winkelabhängige Phasenverlauf bestimmt werden. Da vom isotropen Fall bekannt war, dass auch die Probenposition einen großen Einfluss auf die Phase hat, soll aber zunächst abgeschätzt werden, wie sich dies auf die Anisotropiemessung auswirkt.

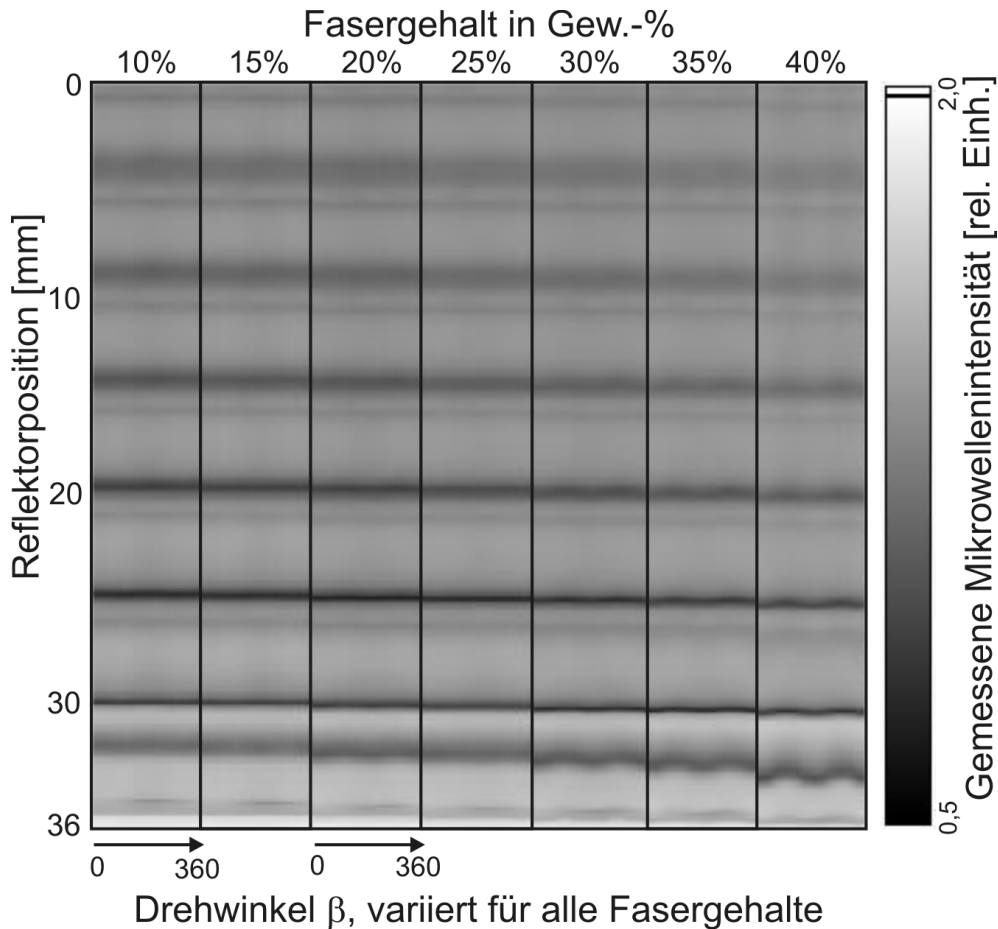


Abbildung 30: Einfluss des Fasergehalts auf die Anisotropiemessung: Die Mikrowellenintensität bei Variation der Reflektorposition ist von oben nach unten aufgetragen, bei Variation des Fasergehalts von links nach rechts. Jede Säule entspricht einem Fasergehalt, innerhalb jeder Säule ist außerdem die Abhängigkeit vom Drehwinkel dargestellt.

Abbildung 31 zeigt Messergebnisse an einer spritzgegossenen PC-Platte mit einem Glasfasergehalt von 40%, bei denen die Reflektorposition variiert wurde (von oben nach unten aufgetragen). Die Messungen wurden bei unterschiedlichen Probenpositionen durchgeführt (Säulen, von links nach rechts), außerdem wurde jeweils die Polarisationsrichtung der Mikrowellen geändert (innerhalb jeder Säule von 0 bis 360 Grad). Die Anisotropie äußert sich wie oben gezeigt in Phasenverschiebungen. Die Größe dieser Phasenverschiebungen hängt aber auch von der Probenposition ab. Derselbe winkelabhängige Unterschied im Brechungsindex kann je nach Probenposition unterschiedlich große Phasenverschiebungen hervorrufen. Somit ist zu klären, inwieweit die Materialeigenschaften unter diesen Voraussetzungen quantifiziert werden können. Die winkelabhängige Modulationstiefe (ermittelt aus dem Phasenverlauf über dem Drehwinkel) nimmt für dieselbe Probe

unterschiedliche Werte an, was z.B. ein Vergleich der Arbeitspunkte A und B in Abbildung 31 zeigt.

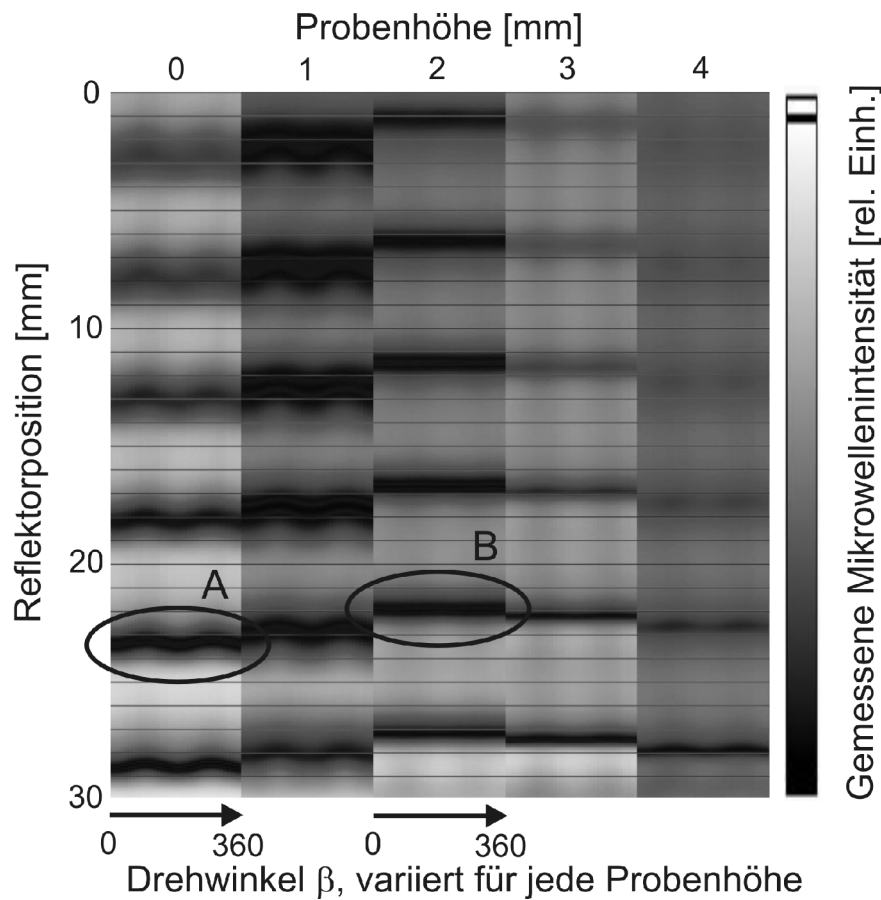


Abbildung 31: Einfluss der Probenposition auf die Anisotropiemessung: Gemessene Mikrowellenintensität bei Variation der Reflektorposition (von oben nach unten aufgetragen), Probenposition (Säulen, von links nach rechts aufgetragen) und Drehwinkel  $\beta$  (innerhalb jeder Säule von links nach rechts aufgetragen).

Abbildung 32 zeigt, dass ein entsprechendes Verhalten (unterschiedliche Modulationstiefe in den Arbeitspunkten) auf der Basis des anisotropen Schichtmodells qualitativ auch zu erwarten ist. Folge für die Messung ist die Variation des Anisotropiegrades.

Damit ist zwar die Frage nach der Quantifizierbarkeit noch nicht beantwortet, aber die wichtigste Ursache für unterschiedlich große Modulationstiefen im Signal gefunden. Dieses Wissen kann nun genutzt werden, die Zuverlässigkeit des Messsystems zu verbessern. Die Messung bei nur einer Probenposition erlaubt keine ausreichende Aussage über den Grad der Anisotropie. Die Probenposition muss ebenfalls variiert werden. Der größte so gefundene Wert ist dann ein Maß für die Anisotropie. Proben gleicher Dicke können so zuverlässig hinsichtlich Ihres Anisotropiegrades verglichen werden.

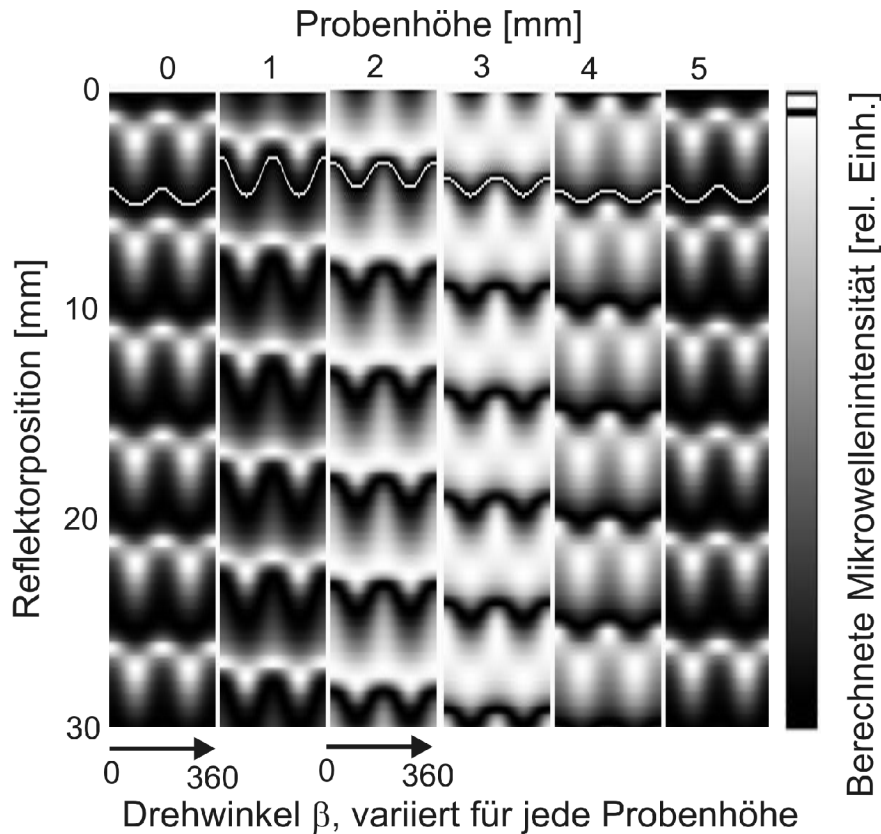


Abbildung 32: Berechneter Einfluss der Probenposition auf den Anisotropiegrad. Die Reflektorposition wird von oben nach unten variiert, Probenposition und Drehwinkel von links nach rechts (in diesem Beispiel: Probendicke 3,4 mm, Brechungsindex  $n_{\text{parallel}}=2$ ,  $n_{\text{senkrecht}}=1,7$ ). Die weißen Linien markieren beispielhaft den exakten Verlauf der Minimumsposition.

Inwieweit der Mikrowellenaufbau eine präzise Bestimmung des Brechungsindex  $n$  erlaubt, erfordert weitere Untersuchungen und den Vergleich mit Referenzmethoden. Standardmethoden zur Messung des Real- und Imaginärteils von  $n$  reichen bis zu einer Frequenz von etwa 10 GHz, darüber hinaus finden sich nur wenige Angaben in der Literatur. Eingesetzt werden könnte prinzipiell (für kleine Stücke oder dünne Schichten, die der Probe entnommen würden) die Störkörpermethode für Hohlraumresonatoren [8].

#### 4.2.4. Optimierung der Scans durch Variation der Probenposition am Beispiel von PUR-RRIM

Wie die Kenntnis über den Einfluss der Probenposition auf die Anisotropiemessung eingesetzt werden kann, zeigt sich, wenn man die Probe für unterschiedliche Probenhöhen scannt. Abbildung 33 links zeigt den Ausschnitt einer Messung an einer plattenförmigen Probe aus PUR-RRIM, wobei an den mittleren Punkten keine Orientierungsmessung mehr möglich war. Verändert man die Probenhöhe in geeigneter Weise, so können auch diese Bereiche zuverlässig erfasst werden (Abbildung 33 rechts).



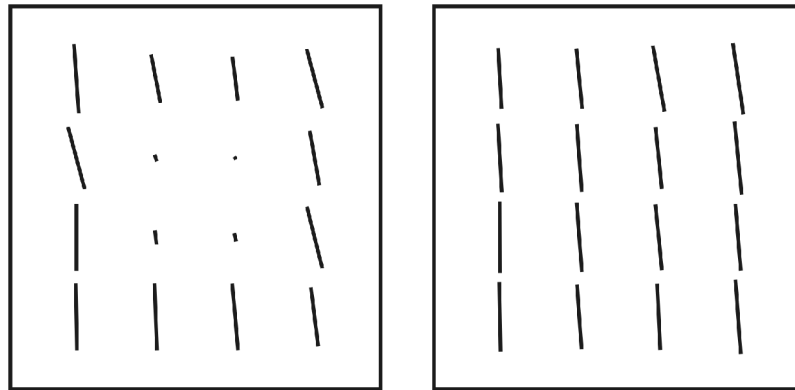


Abbildung 33: Optimierung der Probenposition bei der Orientierungsmessung an einer Platte aus PUR-RRIM: links ursprüngliche Messung, rechts Messung bei optimaler Probenhöhe

Ursache solcher lokaler Abweichungen kann z.B. das Durchhängen der Probe sein. Dieser Einfluss ließe sich mit automatischer Höhenanpassung der Probe, kontrolliert mit einem optischen Abstandssensor, reduzieren. Möglich ist auch, dass im Bereich, in dem die Resonatorlänge geändert wird, gar kein Minimum auftritt. Ursache kann dabei auch eine Änderung der Probendicke oder eine lokale Variation der winkelmittelten Dielektrizitätszahl sein.

#### 4.2.5. Tiefenauflösung: Langfaserverstärktes Laminat (0°/90° Grad) im anisotropen Schichtmodell

Diener [59] zeigte, dass die Mikrowellenmethode für tiefenaufgelöste Orientierungsmessungen eingesetzt werden kann. Dazu wurde ein Langfaserlaminat vermessen, das aus zwei UD-Schichten bestand, die senkrecht zueinander orientiert waren (0°/90°). Zur Messung wurde die Probenposition im Resonator schrittweise geändert. Dabei wurde zunächst die eine, später die andere Orientierung erfasst.

Der gleiche Fall eines 0°/90°-orientierten, aus gleich dicken Schichten bestehenden Laminates wurde auch im anisotropen Schichtmodell betrachtet. Im Modell wurde ein Dominieren einer der beiden Schichten allerdings nicht beobachtet. Hier wird unabhängig von der Probenposition ein scheinbar isotropes Verhalten der Probe vorhergesagt. Das Phänomen der tiefenaufgelösten Messung ist damit nur über die Wechselwirkung der Probe mit dem komplexen Mikrowellenfeld am Hohlleiterausgang erklärbar, was sich besonders bei kurzer Resonatorlänge auf das Ergebnis auswirkt (Abbildung 30; Kapitel 3.2) und dazu führt, dass die Schichten je nach Abstand zwischen Probe und Hohlleiter unterschiedlich gewichtet werden.

#### 4.2.6. Kurzfaserverstärktes Spritzgussteil im anisotropen Schichtmodell

Da kurzfaserverstärkte Spritzgussteile die wichtigste Anwendung darstellen, werden diese im anisotropen Schichtmodell betrachtet. Wie in Kapitel 4.1.2 dargestellt, führt der Einschluss ellipsoidförmiger Objekte in eine Matrix zu makroskopischer Anisotropie. Beim senkrechten Auftreffen einer elektromagnetischen Welle auf eine spritzgegossene Platte spielen die Komponenten der Dielektrizitätszahl in der Ebene quer zur Ausbreitungsrichtung eine Rolle. Diese kann aus einem Random-Anteil und einem UD-Anteil zusammengesetzt beschrieben werden. Makroskopisch erhält man Doppelbrechung und die Aufspaltung der Welle in eine Komponente längs und eine quer zur Hauptorientierungsrichtung mit entsprechend unterschiedlichen Brechungsindices. Eine Spritzgussprobe setzt sich aus mehreren Schichten mit unterschiedlicher Vorzugsorientierung zusammen. Die beiden Randschichten weisen vorzugsweise eine Scherorientierung in Fließrichtung der Schmelze auf, die Vorzugsorientierung in der Mittelschicht ist relativ dazu um 90 Grad gedreht. Die Schichten können mit ihren jeweiligen richtungsabhängigen Brechungsindices im Schichtmodell berücksichtigt werden. Eingangsdaten wären die Dielektrizitätszahlen von Fasern und Matrix und die Geometrie und Orientierungsverteilung der Fasern. Außerdem gehen der Fasergehalt in den Schichten und die Schichtdicken mit ein. Während einige dieser Größen mittels Schliffbildanalyse und Veraschung ermittelt werden könnten, werden Literaturwerte für Dielektrizitätszahlen in den meisten Fällen nur für 10 GHz angegeben. Wegen der Abweichung gegenüber 30 GHz ist ein Fehler zu erwarten, ein weiterer folgt aus der verwendeten Mischungsregel (Kapitel 4.1.3). Ein quantitativer Vergleich mit Messungen an Spritzgussproben wäre so zwar machbar, Fehlerabschätzungen sind aber wegen der in Kapitel 3.2 beschriebenen Einflüsse nur mit hohem Aufwand möglich.

## **5. Werkstoffcharakterisierung mit dem Mikrowellenverfahren unter Kombination mit weiteren Verfahren**

Die Optimierung des Mikrowellenverfahrens verbessert die Reproduzierbarkeit der Messergebnisse. Damit lassen sich umfangreiche, vergleichende Messreihen zuverlässig durchführen. Für Proben gleichen Materials und gleicher Dicke sind lokale Orientierungsrichtung und -grad direkt vergleichbar. Durch Kombination mit anderen zerstörungsfreien, zerstörenden Prüfverfahren oder Simulationsverfahren können die Ergebnisse verifiziert und ggf. weitere Werkstoffeigenschaften erfasst werden, was ein umfassenderes Verständnis von Werkstoff, Herstellungsverfahren und Schädigungsverhalten ermöglicht. Dies wird im folgenden für kurzfaserverstärkte, spritzgegossene Kunststoffe (PUR-RRIM und Thermoplaste) gezeigt.

### **5.1. Optimierung des Herstellungsprozesses von PUR-RRIM**

Kurzfaserverstärkte PUR-RRIM-Formteile haben wegen ihrer hervorragenden Material- und Verarbeitungseigenschaften besonders in der Automobilindustrie große Bedeutung. Vorzugsweise werden dabei Glasfasern oder mineralische Fasern mit Längen von 100  $\mu\text{m}$  und Durchmessern von ca. 10  $\mu\text{m}$  eingesetzt. Die Ausgangskomponenten der verwendeten Polyurethansysteme haben eine niedrige Viskosität. Im Gegensatz zu Thermoplasten sind daher bei der Herstellung nur ein einziger Anspritzpunkt und ein niedriger Werkzeuginnendruck erforderlich [106], [107]. Somit lassen sich großflächige Formteile mit langen Fließwegen und geringen Wanddicken sowie Bauteile mit komplexer Geometrie herstellen. Typische Einsatzgebiete sind Front- und Heckschürzen, Spoiler, Türseitenverkleidungen und Kotflügel.

Beim Herstellungsprozess kommt es aufgrund der Strömungsvorgänge im Werkzeug zu einer Ausrichtung der zugesetzten Kurzfasern. Die Folge ist eine lokale Anisotropie, die die mechanischen und thermomechanischen Eigenschaften und somit z.B. das Schwindungs- und Verzugsverhalten bestimmt. Um Bauteileigenschaften abschätzen zu können, ist die Kenntnis der Faserorientierung notwendig. Die hohen Qualitätsanforderungen und kurzen Entwicklungszeiten erfordern die Vorhersage der Faserorientierung bereits in der Phase der Werkzeug- und Prozessauslegung. Dies wird durch den Einsatz von Simulationsprogrammen ermöglicht [60]. Um diese zur Vorhersage von Faserorientierung und mechanischen Eigenschaften optimieren zu können, werden als Eingangsdaten Messergebnisse benötigt [62]. Dazu sind großflächige Messungen der Faserorientierung unter Variation der zahlreichen Einflussfaktoren erforderlich. Die Qualität des Endproduktes wird von

der Werkzeuggeometrie, dem eingesetzten PUR-System und Prozessgrößen wie Rohstofftemperaturen, Einspritzgeschwindigkeit und der Menge dispergierten Gases in den Rohstoffen bestimmt. Um diese Faktoren zuverlässig abschätzen zu können, ist eine breite Datenbasis an Faserorientierungsmessungen erforderlich. Wie Voruntersuchungen gezeigt haben [59], liefert die automatisierte scannende Mikrowellenmethode dafür geeignete Eingangsdaten und kann auch den Umfang der Messaufgabe erfüllen. Referenzverfahren (Ultraschall, Thermische Ausdehnungsmessung) sichern die Ergebnisse zusätzlich ab.

Im Rahmen des von der DFG geförderten TFB 28 wurden deshalb Platten der Größe  $200 \times 300 \times 3 \text{ mm}^3$  unter Verwendung eines repräsentativen Polyurethan-Systems untersucht, wobei Faserart, Fasergehalt, Rohstofftemperatur, Gasbeladung und Füllzeit in praxisrelevanter Weise variiert wurden [40], [71], [108]. Die Umsetzung der gewonnenen Erkenntnisse in Simulationsverfahren erfolgte am IKV Aachen, Herstellung der Platten und ergänzende zerstörende Untersuchungen seitens der Bayer MaterialScience AG.

Mikrowellen-Orientierungsmessungen wurden mit einem Rasterabstand von  $10 \times 10 \text{ mm}^2$  über einer Fläche von  $170 \times 260 \text{ mm}^2$  an den Platten durchgeführt. Bei Variation der Faserart (Glasfaser und mineralische Fasern) und des Fasergehalts (17 – 22 Gew.% im Kunststoff) wurden im Rahmen der messtechnischen Genauigkeit keine Unterschiede im Orientierungsfeld gefunden. Alle weiteren Untersuchungen erfolgten an mit Mineralfasern verstärkten Platten. Hier zeigte sich, dass Füllzeit, Gasbeladung und Rohstofftemperatur einen Einfluss auf die sich ausbildenden Orientierungen haben [66], [71]. Polyurethane sind exotherm reagierende Systeme, so dass bei Variation der Einfüllzeit bzw. der Rohstofftemperatur unmittelbar Einfluss auf die Vernetzung und das Fließverhalten des Kunststoffes genommen wird. Die Menge dispergierten Gases im System wirkt sich ebenfalls auf das Fließverhalten des Polyurethans im Werkzeug aus und beeinflusst damit die sich einstellende Faserorientierung. Insbesondere wurde bei plattenförmigen Bauteilen abhängig von den gewählten Prozessparametern ein Eindrehen der Faserrichtung in die dem Anguss gegenüber liegende Ecke (in den Bildern die linke untere Ecke) beobachtet. Abbildung 34 zeigt typische Fälle mit unterschiedlichen Verarbeitungsparametern. Das „Eindrehen“ wird bei langer Füllzeit, geringen Mengen dispergierten Gases und hoher Rohstofftemperatur beobachtet und ist besonders ausgeprägt, wenn diese Parameter zusammenkommen [105]:

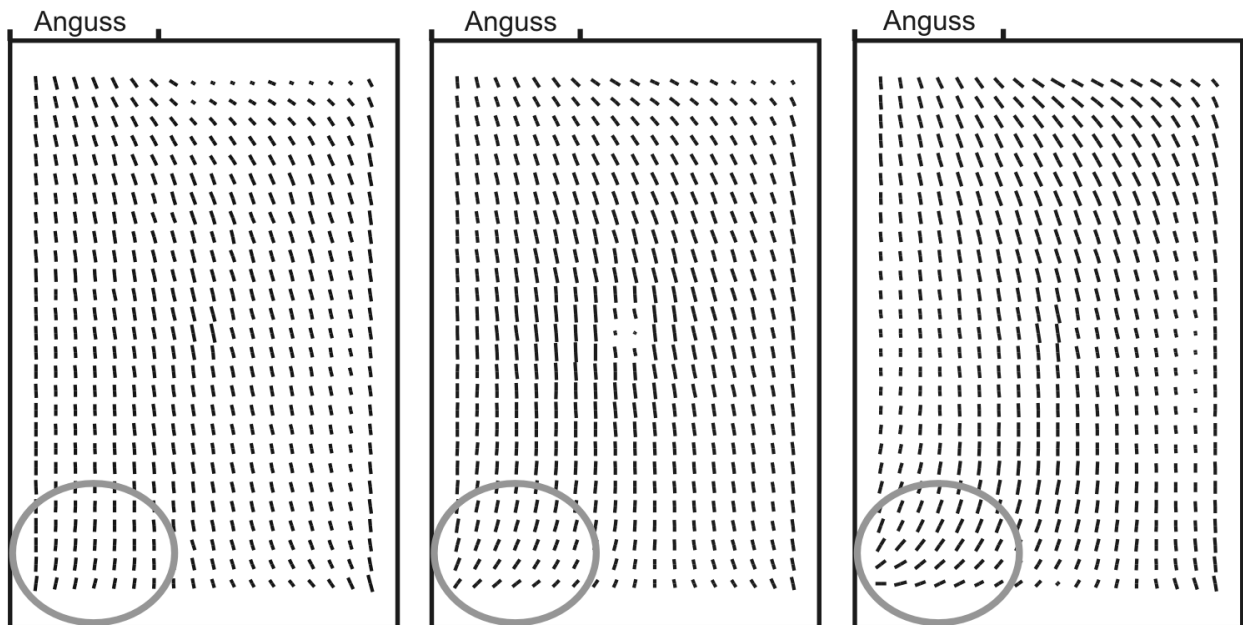


Abbildung 34: Einfluss verschiedener Prozessparameter auf die Faserorientierung:

linkes Bild: niedrige Rohstofftemperatur (Polyol 50 °C / Isocyanat 40 °C);

Mitte: hohe Rohstofftemperatur (70 °C / 60 °C) (lokale Messungen mit optimierter Probenposition zeigen, dass in der Probenmitte keine Inhomogenität vorliegt, Kapitel 4.2.4);

links und in der Mitte: kurze Füllzeit (0,75 s);

rechtes Bild: lange Füllzeit (0,95 s, bei mittleren Rohstofftemperaturen 60 °C / 50 °C).

Zur Absicherung der Mikrowellen-Ergebnisse wurden vergleichende Orientierungsmessungen mit Ultraschallmethoden durchgeführt. Dazu eignen sich Scherwellen oder Lambwellen. Die Faserorientierung wird aus der Laufzeit linear polarisierter Scherwellen (Frequenzbereich von 2-10 MHz in Kontakttechnik) in Abhängigkeit der Polarisationsrichtung ermittelt [105]. Parallel und senkrecht zur Faserorientierung treten unterschiedliche Pulslaufzeiten auf, bei Zwischenwinkeln kommt es zur Aufspaltung des Signals in eine Komponente parallel und eine quer zur Faserorientierung (Doppelbrechung, Kapitel 4.2.1). In Faserrichtung ist die Laufzeit am kürzesten.

Abbildung 35 zeigt die mit Scherwellen-Kontakttechnik bestimmten Orientierungen an zwei Platten, an jeweils 5 Punkten gemessen [40]. Der Vergleich mit den Ergebnissen der Mikrowellenmessung zeigt eine gute Übereinstimmung.

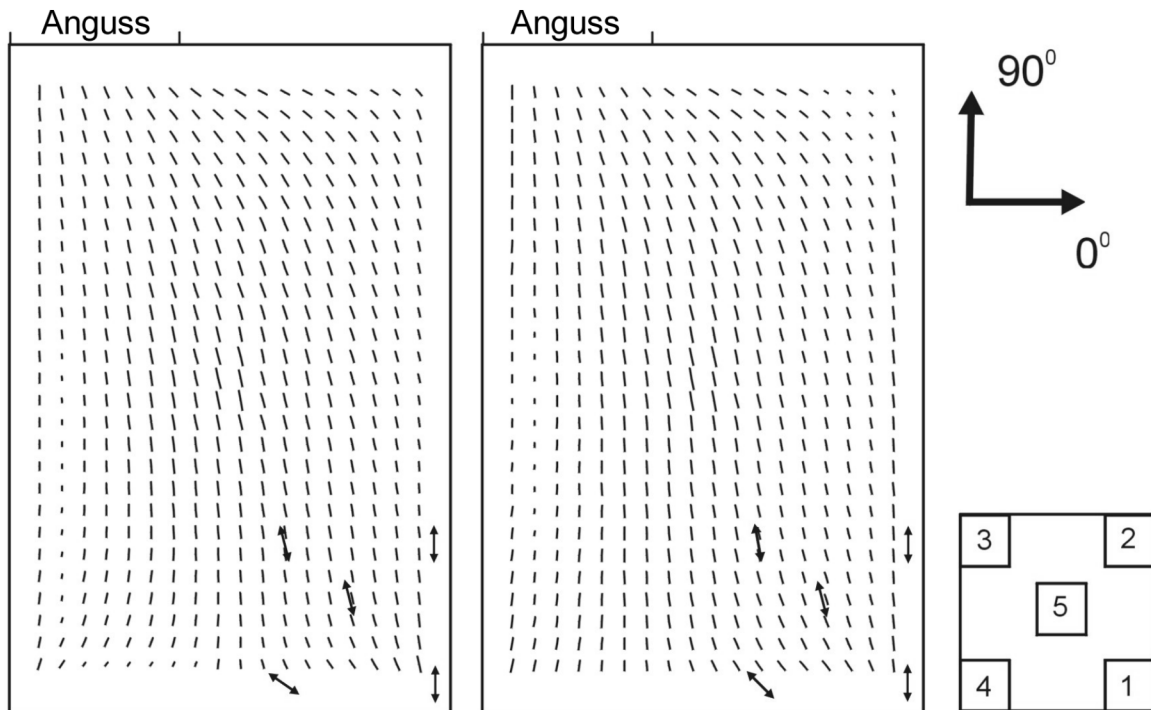


Abbildung 35: Vergleich der mit Mikrowellen (Striche) und Ultraschall-Scherwellen-Kontakttechnik (Doppelpfeile) ermittelten Orientierungen (Herstellungparameter der beiden Platten zufällig ausgewählt)

Eine weitere Möglichkeit zur Orientierungsmessung bietet der Einsatz von schräg eingeschalltem Luftultraschall (Abbildung 36) [44], [45]. Durch Anpassung des Winkels  $\theta$  kann der Resonanzwinkel  $\theta_0$  mit maximaler Transmission ermittelt werden. Aus  $\theta_0$  und der Schallgeschwindigkeit in Luft wird die Lambwellengeschwindigkeit  $c_{Lamb}$  in Abhängigkeit des Drehwinkels  $\beta$  bestimmt. Das Maximum von  $c_{Lamb}$  gibt die Faserorientierung an.

Abbildung 37 zeigt Luftultraschallmessungen mit Schrägeinschallung, die an Punkt 5 (Abbildung 35) durchgeführt wurden. Die Orientierungsrichtung ergibt sich hier aus den Maxima des Polardiagramms. Auch diese Ergebnisse bestätigen die Mikrowellenmessungen.

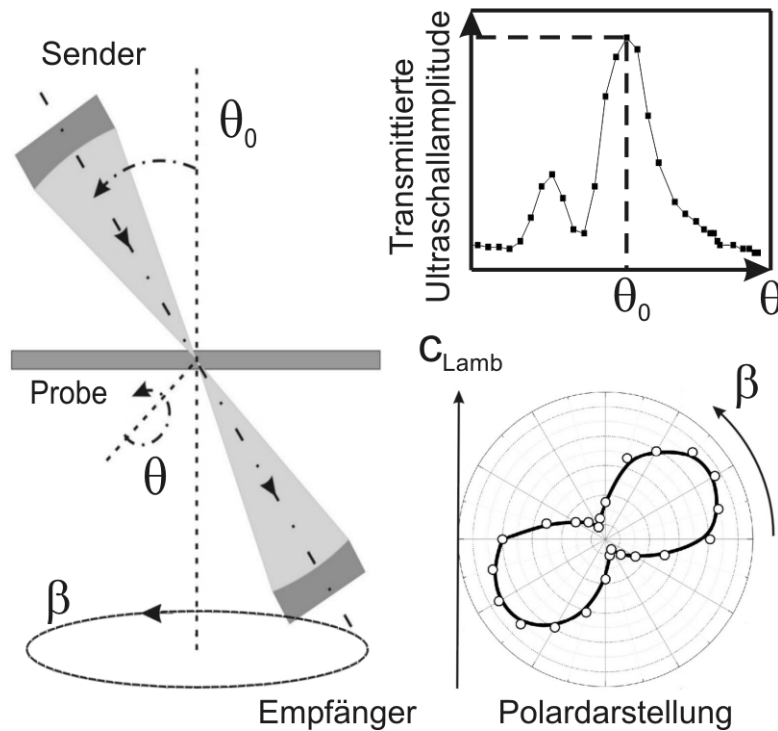


Abbildung 36: Prinzip der Luftultraschall-Schrägeinschallung zur Anisotropiemessung. Links: Skizze des Messaufbaus. Rechts oben: Ultrschallamplitude bei Variation des Winkels  $\theta$ . Rechts unten: aus dem Winkel  $\theta_0$  berechnete Lambwellengeschwindigkeit bei Variation des Drehwinkels  $\beta$ .

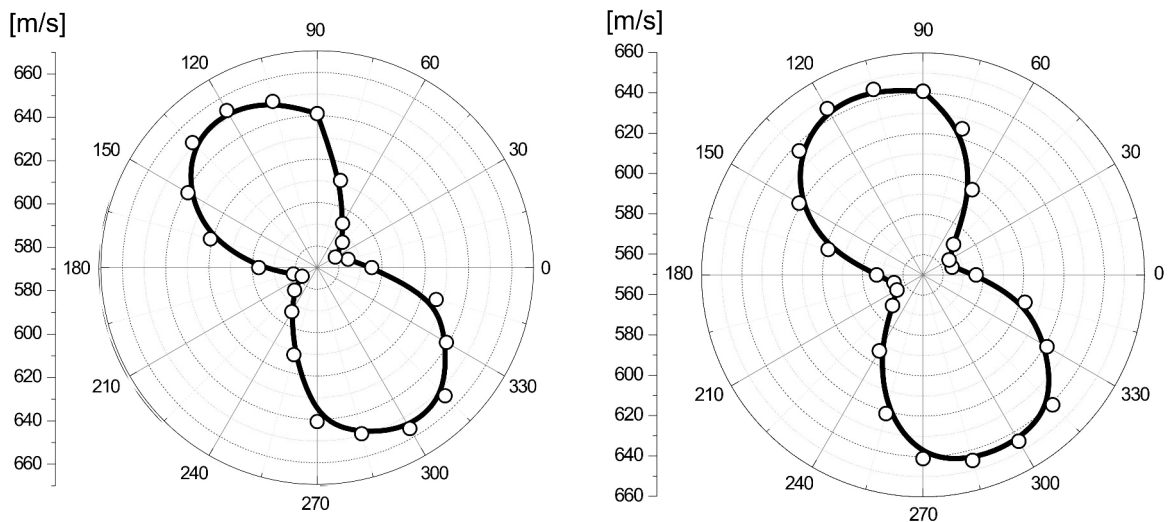


Abbildung 37: Ultrschall-Polardiagramme der Luftultraschall-Schrägeinschallungsmessung. Die Messungen wurden an den beiden Platten aus Abbildung 35 an Messposition 5 vorgenommen. Die Faserorientierung ergibt sich links bei einem Drehwinkel  $\beta = 120^\circ \pm 10^\circ$ , rechts bei  $\beta = 110^\circ \pm 10^\circ$ .

Mit den Ultraschallmethoden stehen also Referenzverfahren zum vergleichsweise schnellen und automatisierten Mikrowellenverfahren zur Verfügung.

Faserverstärkte Kunststoffe zeigen auch ein von der Faserrichtung abhängiges (anisotropes) thermisches Ausdehnungsverhalten. Dieses wird prinzipiell vom thermischen Ausdehnungskoeffizienten in Faserrichtung und senkrecht dazu bestimmt. Richtungsabhängige Unterschiede im thermischen Ausdehnungsverhalten können somit ebenfalls zur Messung der Faserorientierung genutzt werden. Aus dem Formteil werden hierzu kleine achteckige Werkstoffplättchen herausgetrennt. Die Proben werden dann auf ca. 100 °C erwärmt, und in drei unterschiedlichen Richtungen wird der thermische Längenausdehnungskoeffizienten mit Hilfe eines handelsüblichen TMA-Gerätes gemessen. Die anschließend verwendeten Auswertelgorithmen zur Bestimmung der Faser-Orientierungsrichtung gehen auf die Beschreibung des Ausdehnungsverhaltens ebener Formteile zurück [40]. Dieses zerstörende Prüfverfahren auf Basis der Bestimmung des thermischen Ausdehnungsverhaltens wird zur Verifizierung der Mikrowellen-Ergebnisse eingesetzt. Die in Abbildung 38 gezeigten Orientierungen, die aus dem thermischen Ausdehnungsverhalten ermittelt wurden, sind mit dem Ergebnis der Mikrowellenmessungen konsistent [71]. Die Zuverlässigkeit des Mikrowellenverfahrens ist somit durch die Vergleichsmessungen abgesichert.

Zur Simulation der Faserorientierung wurde die 2<sup>1/2</sup>D-Füllsimulationssoftware CAD-MOULD (Version 6) eingesetzt, die am IKV (Aachen) entwickelte wurde. Für dünnwandige Bauteile ermöglicht sie die Berechnung des Füllvorgangs und der Faserorientierung in verschiedenen Schichttiefen. Der Simulation der Faserorientierung liegt das ursprünglich für thermoplastische Kunststoffe entwickelte Modell von Advani–Tucker zugrunde, welches für PUR-RRIM um zusätzliche Parameter erweitert wurde [60], [108]. Zum Vergleich mit den Mikrowellendaten wurde die über die Plattendicke integrale Orientierung berechnet (Abbildung 39). Während erste Simulationsrechnungen das Eindrehen der Faserorientierung in die dem Anguss gegenüber liegende Ecke (linke untere Ecke in Abbildung 39) nicht beschreiben konnten, gelang es durch eine Anpassung von Materialdaten, diesen Effekt auch in der Simulation zu erzielen. Diese rheologischen Materialdaten sind wegen des hochreaktiven Polyurethan-Systems einer direkten Messung bisher nicht zugänglich. Die Mikrowellenmessungen eigneten sich somit auch zur Validierung der Simulationsrechnung. Das in Abbildung 39 gezeigte Ergebnis der Simulation wurde mit den modifizierten Materialdaten erzielt und weist eine gute Übereinstimmung mit der Messung auf.



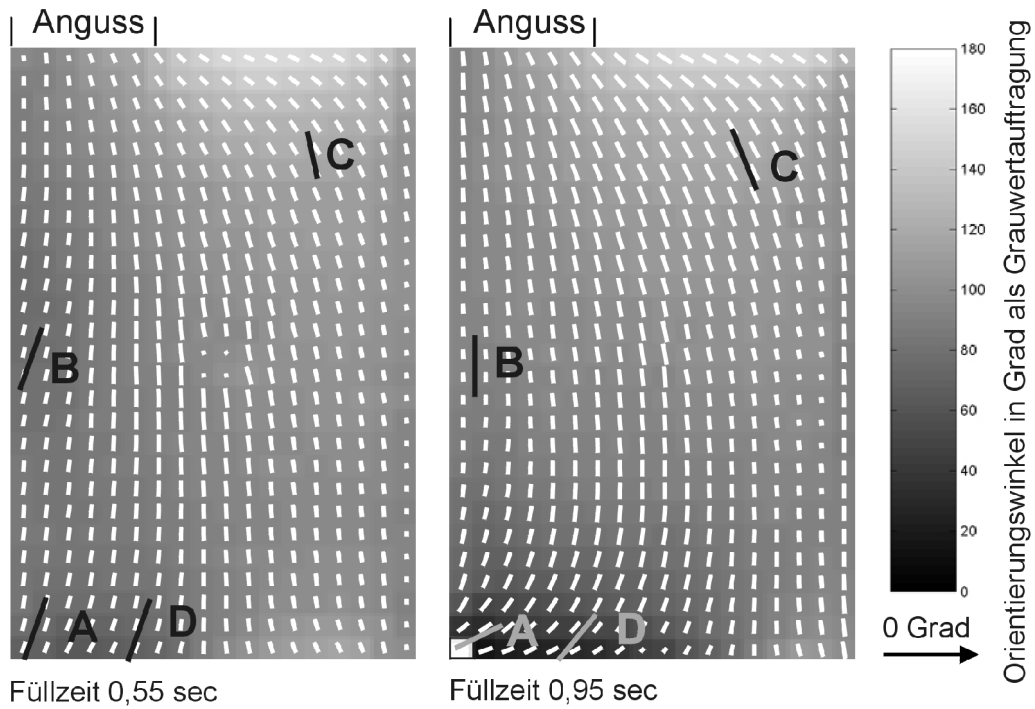


Abbildung 38: Vergleich von Mikrowellen-Orientierungsmessungen mit den Ergebnissen thermischer Ausdehnungsmessungen (Messpunkte A bis D)

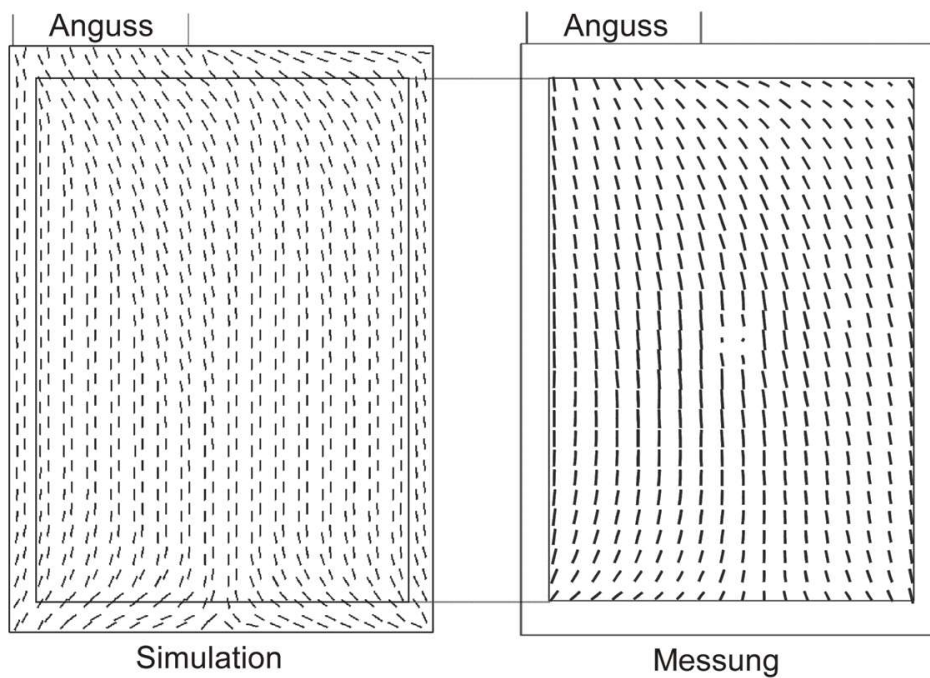


Abbildung 39: Vergleich der mit dem Mikrowellenverfahren gemessenen Faserorientierungen (rechts) mit dem Ergebnis der Simulationsrechnung (links).

Um die gewonnenen Erkenntnisse auf den Prüfstand zu stellen, wurden Untersuchungen an einem praxisnahen Bauteil vorgenommen. Dazu wurden Mikrowellenergebnisse mit Simulationsrechnungen verglichen, die mit den modifizierten Materialdaten durchgeführt worden waren. Der Vergleich zwischen Messung und Simulation an einem Ausschnitt des Bauteils in Abbildung 40 zeigt, dass die Orientierungsverteilungen in beiden Fällen auf einen Fluchtpunkt hinweisen. Bei Variation der Herstellungsparameter ändert sich die Lage dieses Fluchtpunktes, was sowohl die Mikrowellenmessung als auch die Simulationsrechnung zeigen (hier ohne Abbildung [108]). Durch Messungen an Platten wurden Erkenntnisse zur Optimierung der Faserorientierungssimulation gewonnen. Auch Faserorientierungsfelder in komplexeren Bauteilen können nun korrekt berechnet werden und helfen so, Schwachpunkte bei der Formteilentwicklung frühzeitig zu erkennen.

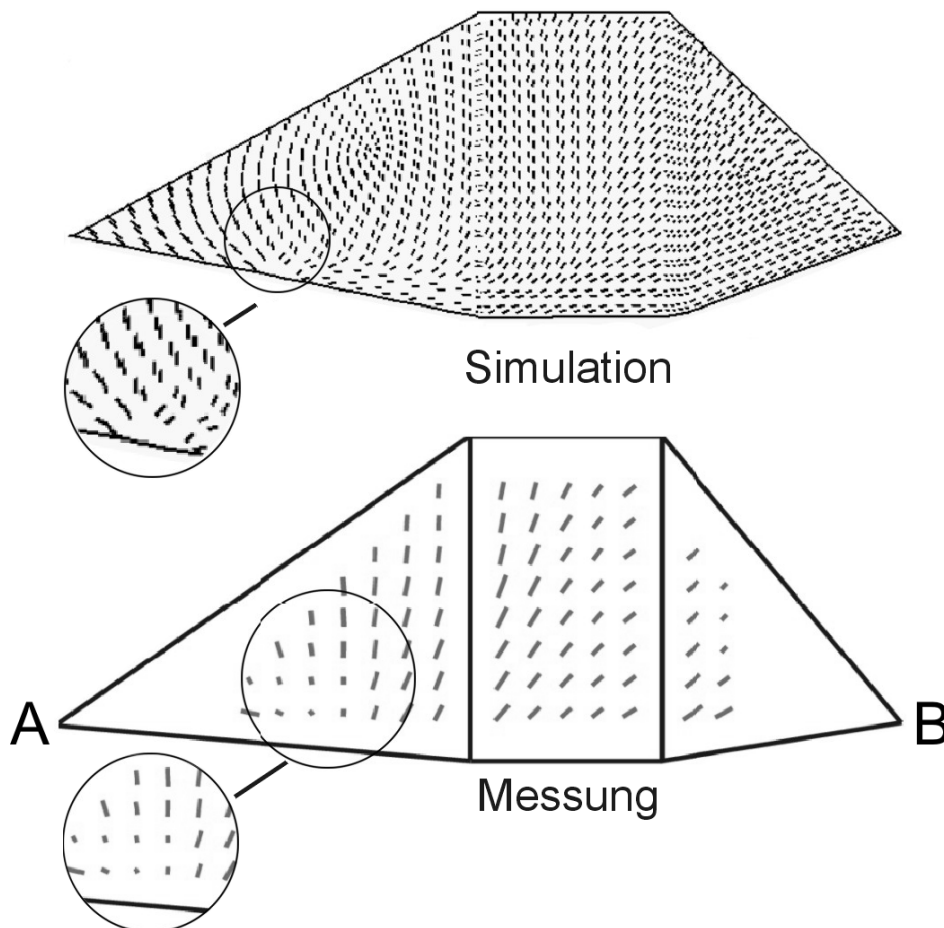


Abbildung 40: Vergleich von Mikrowellenmessung und Simulation am Ausschnitt eines Praxisbauteils (Höhe des Ausschnitts 100 mm, Abstand von A zu B 270 mm, Messraster  $10 \times 10 \text{ mm}^2$ ). Beide zeigen das Zulaufen der Orientierungen auf einen Fluchtpunkt (Kreis).

## 5.2. Werkstoff- und Schädigungscharakterisierung von kurzfaserverstärkten Thermoplasten

### 5.2.1. Faserorientierungsmessung

Die Strömungsverhältnisse beim Herstellungsprozess von faserverstärkten Thermoplasten führen zur Schichtstruktur der Faserorientierungsverteilung. Die so entstehende Anisotropie bestimmt wesentlich die lokale mechanische Steifigkeit und Festigkeit des Bauteils. Dabei kommt es besonders in Bindenähten zur Schwächung quer zur Bindenaht, da die Fasern hier über die ganze Bauteildicke gleich orientiert sind.

Die Messung der Faserorientierung ist somit wichtig für die Bauteilcharakterisierung. Überlicherweise werden Anisotropien im Zugversuch längs und quer zur dominierenden Faserorientierungsrichtung ermittelt. Dies hat den Nachteil, dass das Ergebnis über die Zugstabgeometrie gemittelt ist, lokal auftretende Unterschiede werden so nicht erfasst. Eine wesentlich bessere laterale Auflösung ermöglichen zerstörungsfreie Prüfmethode. Für integrale Messungen mit einem Messfleck von einigen Millimetern Durchmesser sind Mikrowellen und die oben beschriebenen Ultraschallmethoden einsetzbar. Eine noch höhere Auflösung erlaubt die Röntgenrefraktion [36], allerdings bei langen Messzeiten. Zur Oberflächencharakterisierung lassen sich mikroskopische Methoden wie das konfokale Laser-Scanning-Mikroskop (LSM) einsetzen. Wie oben beschrieben dient die 3D-Analyse von Schliffbildern der Ermittlung des Faserorientierungstensors [30]. Schneller ist die 2D-Analyse [109], die im folgenden dargestellt wird. Aufgrund der hier notwendigen Probenpräparation sind diese Messungen allerdings zerstörend und im Vergleich zur Mikrowellenmethode mit hohem Zeitaufwand verbunden.

Erste Mikrowellen-Orientierungsmessungen an Proben mit Bindenaht wurden bereits in Abbildung 7 gezeigt. Dabei ergab sich eine Orientierung entlang der Bindenaht mit hohem Anisotropiegrad. Abbildung 41 zeigt eine plattenförmige PP-Probe (20 Gew.-% Glasfasergehalt) mit komplexerer Geometrie und Bindenaht, die mit Mikrowellen und Ultraschall-Scherwellen-Kontakttechnik vermessen wurde [78]. Dabei zeigt sich die unterschiedliche Empfindlichkeit der beiden Methoden. Während die Mikrowellenmethode den hohen Grad der Anisotropie im Bereich der Bindenaht anzeigt, spricht die Ultraschallmethode auf die Bereiche geringerer Anisotropie, z.B. in der Nähe des Angusses, an. Die Empfindlichkeit der jeweiligen Methode wird von vielen Parametern, wie Materialien, Probendicke, Justierung, usw. bestimmt. Welche Methode am besten geeignet ist, muss von Fall zu Fall entschieden werden. Das Messbeispiel zeigt, wie sich beide Methoden ergänzen.

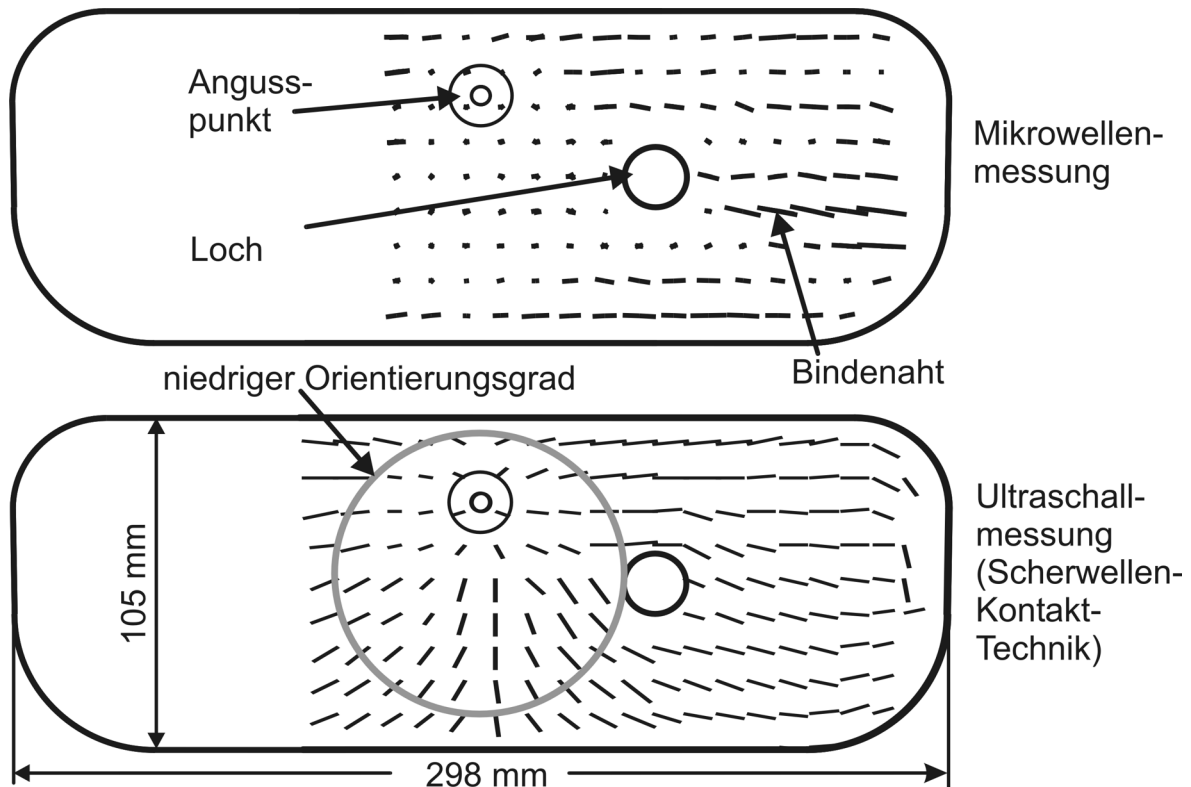


Abbildung 41: Vergleich integraler Faserorientierungsmessungen mit Mikrowellen (oben) und Ultraschall (unten, Scherwellen-Kontakttechnik, Messung: I. Solodov) an einer kurzglasfaserverstärkten spritzgegossenen PP-Platte mit Bindenaht (Probenmaterial: Pio Kunststoffe, Probenfertigung: IKV Aachen).

Mit optischen Methoden kann die Faserorientierungsverteilung tiefenaufgelöst erfasst werden. Alternativ zur 3D-Analyse [30], die die Komponenten des Faserorientierungstensors ermittelt, ist die schnellere 2D-Analyse einsetzbar, die die Projektion der Orientierungen auf die Schnittebene durch Bildanalyse von Schliffbildern ermittelt. Da in kurzfaserverstärkten Thermoplasten die Komponente in Dickenrichtung vergleichsweise klein ist, erhält man bei Schnittrichtung parallel zur Probenoberfläche bereits zuverlässige Ergebnisse. Die LSM-Bilder werden zunächst in binäre Bilder umgewandelt. Durch das Setzen eines geeigneten Schwellwertes sind die Fasern von der Matrix unterscheidbar. Faserorientierungen und -längen können bestimmt werden. Die winkelabhängige Häufigkeitsverteilung wird in einem Histogramm aufgetragen, das Maximum zeigt die dominierende Orientierungsrichtung an. Diese wird als Linie aufgetragen, deren Richtung die Faserorientierung angibt und deren Länge der Anzahl der Fasern in dieser Richtung entspricht. Durch Scannen der Probe wird die Faserorientierung über eine größere Fläche automatisch analysiert. Abbildung 42 zeigt ein solches Feld in der Region einer Bindenaht, die sich hinter einem Loch gebildet hat.

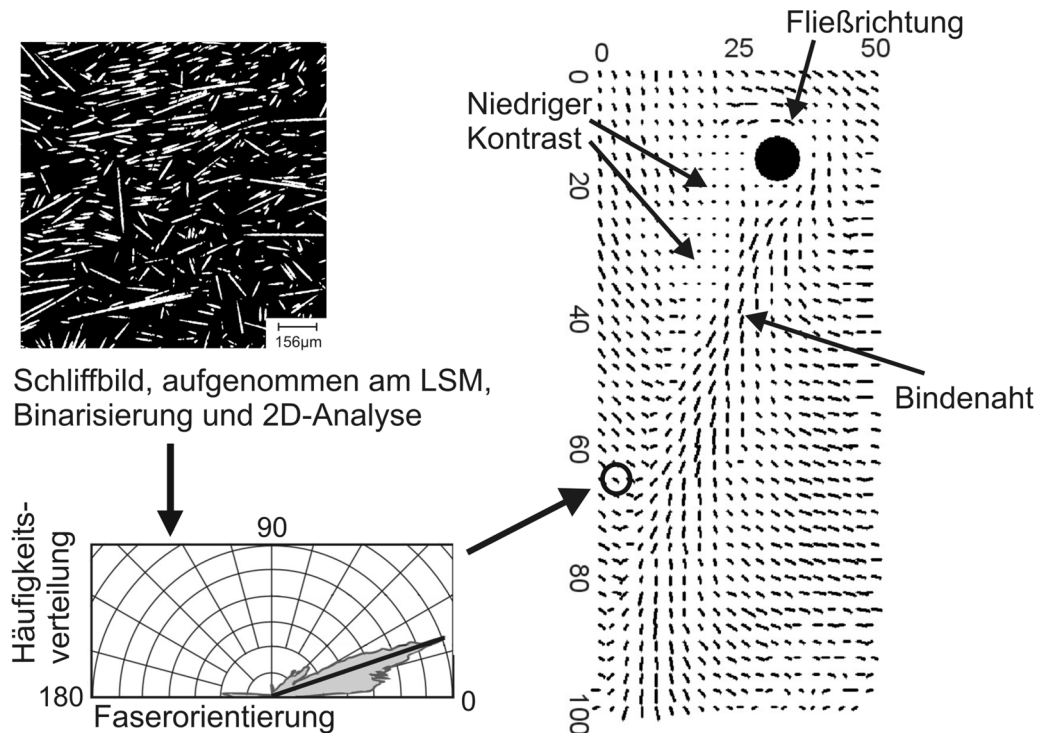


Abbildung 42: 2D-Faserorientierungsmessung durch Auswertung von Schliffbildern, aufgenommen am konfokalen LSM. Ein automatisierter Scan liefert das Orientierungsfeld rechts (Messung: H. Gerhard).

### 5.2.2. Schädigungscharakterisierung

Zur Schädigungscharakterisierung eignen sich mehrere der oben erwähnten Methoden, außerdem je nach Schadenstyp auch Luftultraschall (C-Scan [110] und Nichtlinearitätsparameter [111]), Raster-Elektronen-Mikroskopie, Röntgen-Refraktion und die lokal aufgelöste Messung der Oberflächentemperatur und der Oberflächendehnung [78]. Die Methoden zeigen unterschiedliche Aspekte der Schädigungen: Dämpfung im Material, Reflexion und Streuung am Schaden, Temperaturerhöhung aufgrund von Reibung, hohe Dehnung des Materials unter Last, Änderung der lokalen Steifigkeit (die z.B. zur Doppelbrechung in Polycarbonat führt), durch den Schaden verursachte Anisotropie, usw..

Untersuchungen zur Schädigungscharakterisierung an spritzgegossenem kurzglasfaserverstärktem Polypropylen [110] erfolgten an mit Bandanguss gefertigten Platten der Größe  $204 \times 180 \times 3,8 \text{ mm}^3$ , wobei die Fasern vorzugsweise in Einspritzrichtung orientiert waren (siehe Abbildung 43). Aus den PP-Platten wurden Zugprüfstäbe der Breite 30 mm gefertigt. Die Zugrichtung lag in Faservorzugsrichtung bzw. senkrecht dazu. Die Belastung der Zugprüfstäbe erfolgte in Belastungsschritten mit stufenweise erhöhter Dehnung. Abbil-

Abbildung 43 rechts unten zeigt einen Zugstab nach mehreren Belastungszyklen (in der Abbildung oben rechts), aufgenommen mit optischer Lockin-Thermografie (Belastung quer zur Faserorientierung). Die hellen Bereiche zeigen die am stärksten geschädigten Zonen an.

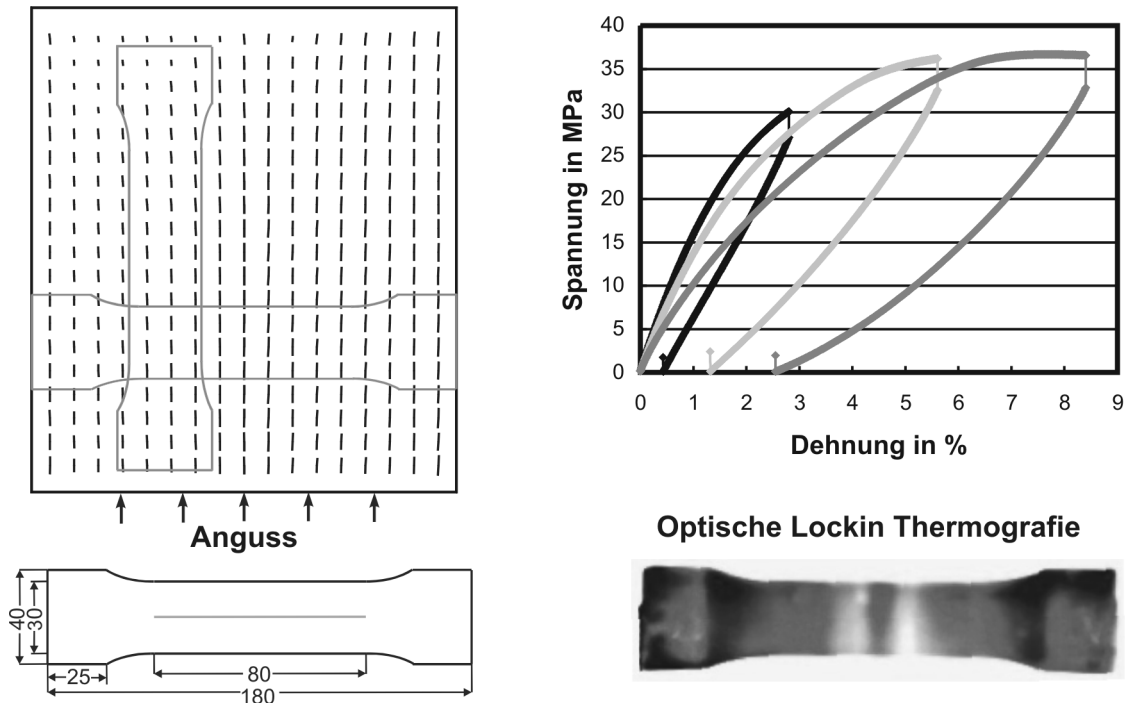


Abbildung 43: Schädigungscharakterisierung an Zugstäben, die einer kurzglasfaserverstärkten PP-Platte entnommen und in mehreren Belastungsschritten geschädigt wurden (Mikrowellen-Orientierungsmessung links: R. Steegmüller. Optische Lockin Thermografie: T. Zweschper).

Für die Mikrowellen-Untersuchungen wurden die Proben jeweils entlastet und ausgedehnt. Entlang der Mittellinie der Zugprobe wurden Scans über eine Länge von 90 mm durchgeführt. Nach Belastung in Faserrichtung wurden auch bei mehreren Belastungsschritten bis hin zum Versagen der Probe keine Änderungen im Mikrowellensignal gefunden [110]. Mit zunehmender Belastung quer zur Faser weisen aber die Mikrowellenergebnisse einen Anstieg der lokalen Anisotropie in der gesamten Probe auf (Abbildung 44). Die gemessene Orientierungsrichtung bleibt dabei unverändert. Ab einer vorherigen Dehnung von 4% ist lokal an den Schädigungsstellen ein besonders starker Anisotropieanstieg zu beobachten. Bereits im unbelasteten Fall findet sich am Ort der späteren Schädigung eine leicht erhöhte Anisotropie im Mikrowellensignal. Verbunden mit der erhöhten Anisotropie ist ein Abfall der Dielektrischen Dicke. Anisotropieanstieg und Abfall der Dielektrischen Dicke treten bei höherem Fasergehalt bereits bei geringeren Dehnungen auf.

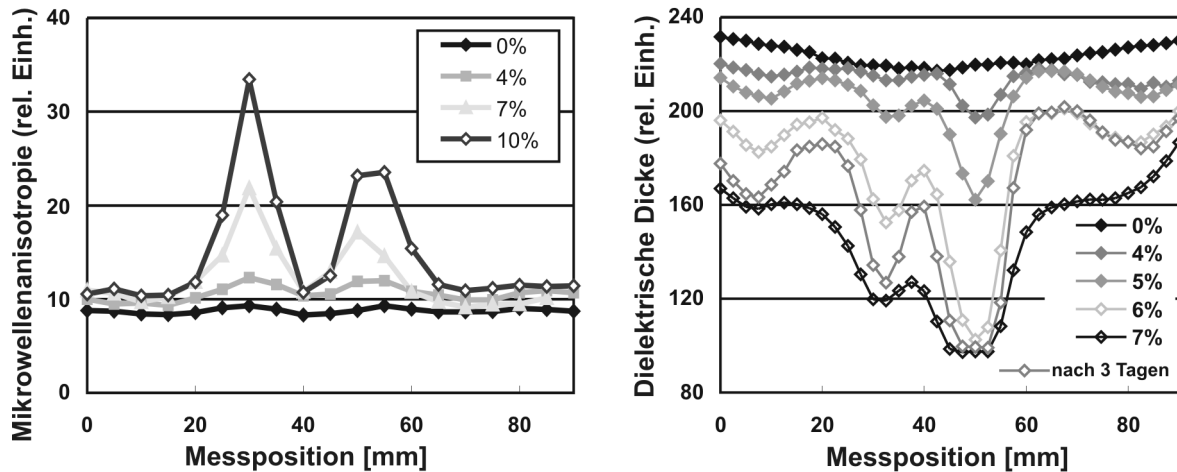


Abbildung 44: Schädigungscharakterisierung von Zugstäben mit Belastungsrichtung quer zur dominierenden Faserorientierung, Mikrowellen-Linienscans entlang der Mittelachse des Zugstabs: links Anisotropie und rechts Dielektrische Dicke für unterschiedliche Zugstab-Dehnungen.

Der Abfall der Dielektrischen Dicke bedeutet eine Verkürzung des Resonators bei der Messung, was (bei konstanter Probenposition) einer Erhöhung des mittleren Brechungsindex entspricht. In Faserrichtung ist der Brechungsindex größer als quer dazu, die auftretende Schädigung führt zu einem effektiv noch größeren Brechungsindex. Dieses Verhalten ist vermutlich auf Faser-Matrix-Ablösungen zurückzuführen. Bei Belastung in Faserrichtung sind Schäden z.B. in Form von Faserpullout und -brüchen (bis hin zum Sprödbruch der Probe) erst bei höherer Last zu erwarten. In diesem Fall zeigen Mikrowellenmessungen keine Signaländerungen (ohne Abbildung). Aufnahmen am Raster-Elektronen-Mikroskop weisen für die unterschiedlichen Lastrichtungen Änderungen im Schadensbild der Bruchflächen auf. Nach Belastung quer zur Faserorientierung zeigen Untersuchungen der Oberfläche mit dem LSM tatsächlich Faser-Matrix-Ablösungen, deren Anzahl mit steigender Belastung zunimmt [110]. Damit kann aus dem integral ermittelten Anstieg der Mikrowellenanisotropie auf Faser-Matrix-Ablösungen im Inneren der Probe geschlossen werden.

Die Mikrowellenmethode spricht also auf orientierte Schäden an, während andere Methoden (Optische Lockin-Thermografie und Ultraschall-C-Scan) nur zeigen, dass ein Schaden auftritt. Orientierte Schäden können mit höherer lateraler Auflösung auch mit der Röntgen-Refraktion erfasst werden [112]. An gespritzten kurzglasfaserverstärkten PP-Zugstäben wurde bei schrittweiser Schädigung ein Anstieg des Refraktionssignals längs und quer zur Faserorientierung gefunden. Dies lässt auf Faser-Matrix-Ablösungen und auf Ma-

trixschäden schließen. Proben mit guter und schlechter Faser-Matrix-Haftung sind klar unterscheidbar.

Die oben beschriebene Luftultraschall-Schrägeinschallung spricht direkt auf die elastischen Eigenschaften des Werkstoffs an. Dies ist besonders interessant für die berührungslose Werkstoffcharakterisierung in-situ während des Zugversuchs. Aus dem Nichtlinearitätsparameter  $\beta_2$  [111] ist ersichtlich, wie sich die lokale Steifigkeit verändert ( $\beta_2 > 0$ : Erniedrigung,  $\beta_2 < 0$ : Erhöhung). Er ergibt sich direkt aus dem verallgemeinerten Hookeschen Gesetz, das auch Terme höherer Ordnung in der Abhängigkeit der Spannung von der Dehnung berücksichtigt. Dies wirkt sich unmittelbar auf die Ausbreitungsgeschwindigkeit elastischer Wellen im Material aus, die sich ebenfalls um den Term  $\beta_2$  gegenüber dem unbelasteten Material verändert [113]. Misst man also im vorliegenden Fall die Ausbreitungsgeschwindigkeit der Lambwellen als Funktion der Dehnung, so ist  $\beta_2$  bestimmbar. Abbildung 45 zeigt dies am Beispiel einer Probe entsprechend Abbildung 43 links mit Belastungsrichtung quer zur Faserorientierung und einem Fasergehalt von 20 Gew.-%.

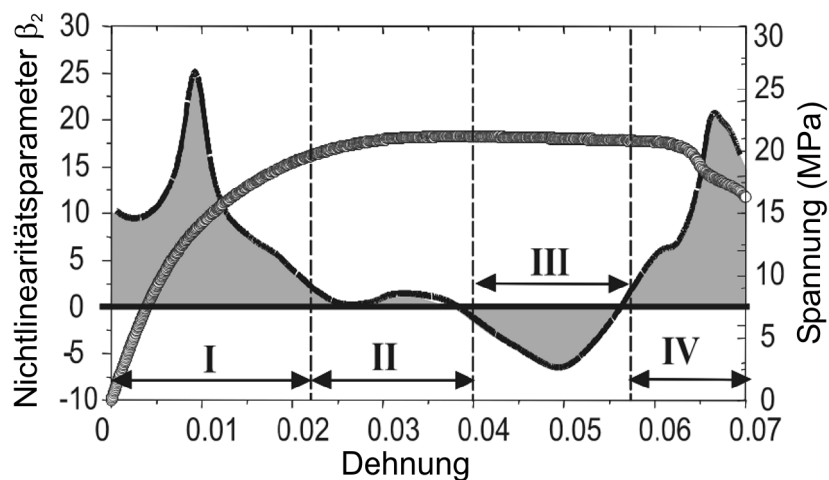


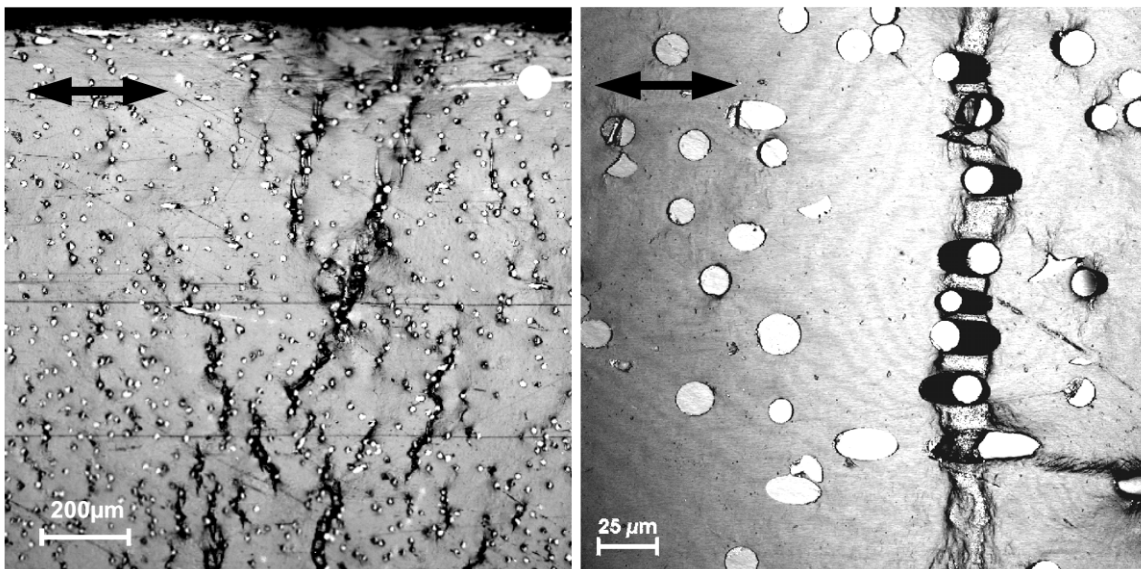
Abbildung 45: Nichtlinearitätsparameter  $\beta_2$ , aufgetragen über der Dehnung, Belastung quer zur dominierenden Faserorientierung (Messung: I. Solodov).

Der Verlauf des Nichtlinearitätsparameters ähnelt dem für das unverstärkte Material [111], weshalb davon ausgegangen wird, dass das Verhalten der Matrix das Schädigungsverhalten bei Belastung quer zur Faser dominiert. Es können folgende charakteristische Bereiche unterschieden werden: Zunächst (Bereich I) kommt es zur Abnahme der Steifigkeit,



verursacht durch das Abgleiten der Molekülketten aneinander. Das Ausrichten der Moleküle führt zum Versteifen des Materials in Bereich III, im Übergangsbereich II kompensieren sich die Phänomene aus I und III. In Bereich IV kommt es erneut zur Abnahme der Steifigkeit, verursacht durch das Auftreten von Rissen, was schließlich zum Bruch der Probe führt.

Zur Schädigungscharakterisierung mit hoher lateraler Auflösung dient das konfokale LSM [78], [109], [114]. Mit Hilfe einer speziellen Miniatur-Zugprüfmaschine läßt sich der Schädigungsverlauf in-situ unter dem LSM verfolgen. Abbildung 46 zeigt Aufnahmen, die im Bereich der Bindenaht (Probe aus Abbildung 41, Belastungsrichtung quer zur Bindenaht) gemacht wurden. Schädigungs-Phänomene wie Faser-Matrix-Ablösungen, Matrixfließen und die Entstehung von Rissen sind so direkt erfassbar.



*Abbildung 46: Schädigungsablauf in der Bindenaht. Links Rissbildung, rechts Faser-Matrix-Ablösungen und Matrix-Fließen, aufgenommen am konfokalen LSM (Messung: H. Gerhard / N. Schlatterer). Die Doppelpfeile zeigen die Lastungsrichtung.*

Für in-situ Untersuchungen der Probenoberfläche während des Zugversuchs haben sich die Messung der Oberflächentemperatur und die lokale Dehnungsmessung mit der Photogrammetrie bewährt [78], [114]. Lokale Unterschiede der auftretenden Schädigung sind besonders dann zu erwarten, wenn eine komplexere Orientierungsverteilung im Bauteil vorliegt. Für Untersuchungen an Platten wie in Abbildung 41 wurden Zugstäbe an verschiedenen Probenpositionen entnommen: Im Bereich der Bindenaht (Position A) und gegenüber (Positionen B und C in Abbildung 47). Die Oberflächentemperatur wurde mit einer Infrarotkamera (Temperaturauflösung NETD= 15 mK) mit einer Bildwiederholungsrate

von 200 Hz gemessen. Zunächst kam es aufgrund des thermoelastischen Effekts zu einer Abkühlung der Probe von etwa 1 K, die in den Bereichen mit höherer Dehnung (z.B. in der Bindenaht) besonders stark war und so bereits Schwachstellen im Bauteil aufzeigte. Im nichtlinearen Bereich des Spannungs-Dehnungs-Diagramms kommt es zum Temperaturanstieg. Abbildung 47 zeigt die Oberflächentemperatur nach Auftreten erster Schädigungen an den Positionen A und B (Positionen C und B zeigten ähnlich Ergebnisse). Es finden sich große lokale Unterschiede im Schädigungsfortschritt. Während Position A in der Bindenaht versagt, ist bei Position B der Ort des späteren Versagens zunächst unauffällig.

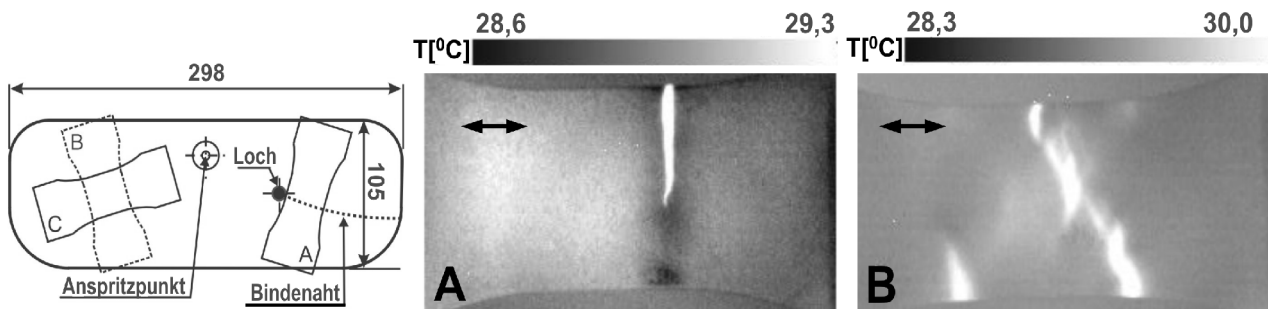


Abbildung 47: Oberflächentemperatur von Zugstäben unter Last (Messung N. Schlatterer). Die Doppelpfeile zeigen die Lastrichtung.

Entsprechende Ergebnisse der Dehnungsmessung mit Photogrammetrie sind in Abbildung 48 dargestellt.

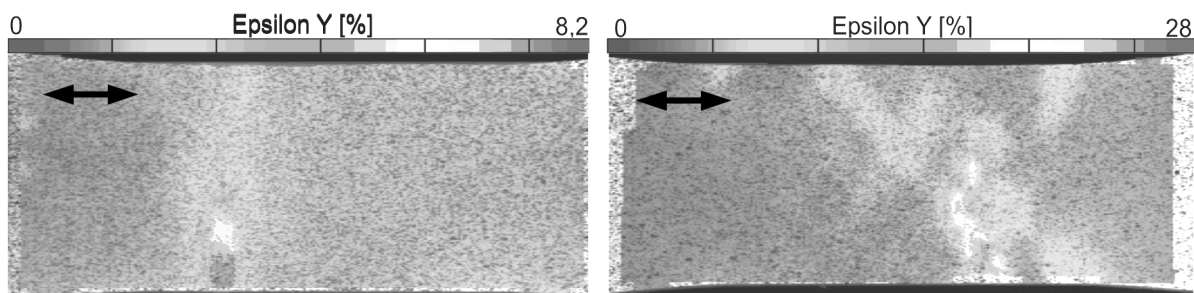


Abbildung 48: Oberflächendehnung an Zugstäben unter Last, gemessen mit Photogrammetrie, links Position A mit Bindenaht, rechts Position C (Durchführung der Messung mit dem Messsystem Aramis). Die Doppelpfeile zeigen die Lastrichtung.

Aus der Verschiebung eines unregelmäßigen schwarz-weißen Musters auf der Probenoberfläche, das mit zwei Kameras erfasst wird, werden die drei räumlichen Komponenten

der lokalen Verschiebung durch Vergleich mit einem am Anfang aufgenommenen Referenzbild ermittelt. Im vorliegenden Fall tritt im wesentlichen die Komponente in Zugrichtung auf, die Darstellung ist deshalb darauf beschränkt. Die laterale Auflösung wird von der Größe der Punkte im Muster bestimmt. Messungen sind mit einer Bildwiederholrate von 1 Hz möglich. An Position A werden die höchsten Dehnungen in der Bindenaht gemessen, wo die Probe auch versagt. An Position C ohne Bindenaht liegt die Dehnung bei etwa 2%, lokal werden höhere Werte gefunden. Der Bruch beginnt in einer Region mit hoher Dehnung, in der auch der größte Temperaturanstieg und Schadensfortschritt gefunden werden. Hohe lokale Dehnung ist verbunden mit starken Verschiebungen im Kunststoff, dadurch kommt es zu Reibung und lokaler Erwärmung. Somit zeigen Photogrammetrie und Thermografie unterschiedliche Aspekte desselben Schadenphänomens. Kritische Regionen sind so frühzeitig unter Last detektierbar. Dies zeigt, wie durch Kombination verschiedener Prüfverfahren unterschiedliche Informationen über den Werkstoff, sein Schädigungsverhalten und die auftretende Schädigungsart gewonnen werden.

## 6. Diskussion und Ausblick

In der Zerstörungsfreien Prüfung von Kunststoffen haben sich Mikrowellenverfahren bewährt, weil sie gut in diese Werkstoffe eindringen und ausreichende Wechselwirkungen mit Materialinhomogenitäten auftreten. Vorteilhaft ist dabei der Einsatz offener Hohlleitersensoren, die kostengünstig betrieben werden können, weil sie keine Netzwerkanalysatoren erfordern. Die Kombination eines solchen Sensors mit einem offenen Resonator ermöglicht die Bestimmung dielektrischer Anisotropie bei variabler Probendicke und erlaubt eine scannende Messung, was Standardverfahren zur Messung der Mikrowellenanisotropie i.a. nicht leisten können.

Die vorgestellten Anwendungsbeispiele zeigen, dass sich die Methode für eine Vielzahl von Werkstoffen einsetzen lässt. An kurzfaserverstärkten Spritzgussteilen liefern die mit einem Scan ermittelten Orientierungsfelder Aufschluss über den Herstellungsprozess oder zeigen Schwachstellen wie Bindenähte auf. Aber auch langfaserverstärkte Werkstoffe oder Holz sind untersuchbar. Eine Ausnahme bilden allerdings kohlefaserverstärkte Kunststoffe, die aufgrund ihrer hohen elektrischen Leitfähigkeit die Mikrowellen reflektieren. Hier sind alternativ Wirbelstrom- oder Ultraschallmessungen einsetzbar.

Da die Mikrowellenmethode wesentlich schneller ist als herkömmliche Verfahren zur Faserorientierungsmessung, lag der Einsatz für umfangreiche Messaufgaben zur Optimierung industrieller Bauteile nahe. Die unzureichende Reproduzierbarkeit der Methode bei der Messung des Orientierungsgrades erforderte allerdings apparative Weiterentwicklungen. Nach einer Analyse des vorhandenen Messaufbaus wurde zunächst die Justierung verbessert. Es wurden aber weitere Einflussgrößen beobachtet, die den gemessenen Orientierungsgrad verfälschten. Ein neuer Messaufbau wurde entwickelt, der den Einsatz optimierter Komponenten erlaubte und bei dem Messparameter wesentlich flexibler und über einen größeren Bereich geändert werden konnten. Dies erlaubte nun, die vielfältigen Ursachen der „schlechten Reproduzierbarkeit“ zu untersuchen.

Ergänzend zu diesen experimentellen Untersuchungen wurde mit Hilfe eines Mehrschichtmodells des Messaufbaus eine realistische Variation von Einflussparametern durchgeführt. Bereits für den Fall einer isotropen Probe (z.B. Glas) wurde eine gute qualitative Übereinstimmung von Messergebnis und Modell beobachtet. Dabei tragen mehrere Ein-

flussgrößen zur Lage der stehenden Welle (die von den durch die Maxwellgleichungen formulierten Randbedingungen bestimmt wird) im Resonator bei. Als besonders kritisch erwies sich der Einfluss der Probenposition. Messung und anisotropes Schichtmodell zeigen beide eine große Variation des bestimmten Orientierungsgrades. Eine möglichst genaue Bestimmung des Orientierungsgrades erfordert Messungen bei mehreren Probenpositionen, wobei der größte ermittelte Wert ein Maß für den tatsächlichen Orientierungsgrad in der Probe ist. Dieses Verfahren ist allerdings sehr aufwändig und in der Praxis nicht immer umsetzbar. Häufig reicht es aber, während einer Messung die Probenhöhe konstant zu halten (z.B. kontrolliert mit einem Abstandssensor). Dies ermöglicht es z.B., den Fasergehalt kurzfaserverstärkter Spritzgussproben zu bestimmen.

Für eine exakte Messung des Brechungsindex  $n$  reicht die Betrachtung im Schichtmodell nicht aus, weil sich einige Größen im Messaufbau (wie die Geometrie im Inneren der Mikrowellenapparatur) nicht genau genug erfassen lassen und der reale Aufbau wegen der Abstrahlung vom Hohlleiter zu sehr vom Schichtmodell abweicht. Zur Klärung der Machbarkeit wären weitere Untersuchungen erforderlich, wobei Referenzverfahren (Störkörpermethode für Hohlraumresonatoren) eingesetzt werden sollten.

In der Praxis ist die Methode für plattenartige Prüfobjekte sehr gut geeignet. Gekrümmte Proben führen geometriebedingt allerdings zu einem Messergebnis, das Anisotropie in der Probe vortäuscht. Für gekrümmte Bauteile ist deshalb die Entwicklung von zerstörungsfreien Methoden mit besserer lateraler Auflösung anzustreben, z.B. durch Einsatz höherer Frequenzen. Damit könnte auch die Anisotropie in der Nähe von Kanten besser erfasst werden.

Eine Erhöhung der Messgeschwindigkeit wäre zu erzielen, wenn die Längenabstimmung des Resonators durch eine Frequenzabstimmung ersetzt würde, wie demonstriert wurde. Der praktische Einsatz scheiterte allerdings an der zu geringen Bandbreite des Mikrowellensensors. Lösung könnte die Verwendung einer externen Mikrowellenquelle in Kombination mit einer geeigneten Drehvorrichtung (rotary joint) sein. Durch vergleichenden Einsatz von Längenabstimmung und Frequenzabstimmung ließe sich auch die Geometrie im Inneren des Mikrowellenaufbaus genauer abschätzen.

Die vorgenommenen Maßnahmen steigerten trotz noch vorhandener Einschränkungen die Reproduzierbarkeit der Messergebnisse und erhöhten somit ihre Aussagekraft. Dies ermöglichte im Rahmen des TFB 28 die systematische Untersuchung des Einflusses von Herstellungsparametern auf die Faserorientierung, die sich in Platten aus PUR-RRIM einstellt. Die Ergebnisse der Mikrowellenmessungen wurden lokal durch Ultraschalluntersuchungen und Messungen des thermischen Ausdehnungsverhaltens (Bayer MaterialScience AG) bestätigt. Die Mikrowellenmessungen schufen damit die Grundlage für einen Vergleich mit am IKV Aachen durchgeführten Simulationen und ermöglichten so deren Optimierung. Die an Platten gewonnenen Erkenntnisse wurden zudem erfolgreich auf komplexere Bauteile übertragen. Dies zeigte die Einsetzbarkeit der Mikrowellenmethode für praxisrelevante Fragestellungen.

Bei der Materialcharakterisierung von kurzfaserverstärkten Thermoplasten erwies sich der Vorteil der Kombination des Mikrowellenverfahrens mit weiteren zerstörungsfreien und zerstörenden Verfahren. Die Vorhersage von Werkstoffeigenschaften erfordert die Kenntnis der integralen und in manchen Fällen der tiefenaufgelösten Faserorientierung. Das Mikrowellenverfahren liefert dabei als schnellstes der vorgestellten Verfahren die dickenintegrierte Faserorientierungsverteilung.

Auch bei der Schädigungscharakterisierung kurzfaserverstärkter Thermoplaste ließ sich das Mikrowellenverfahren einsetzen. Die integrale Mikrowellenmessung konnte nicht nur Schäden detektieren, sie sprach auch selektiv auf eine bestimmte Schadensart, nämlich Faser-Matrix-Ablösungen, an. Die Kombination mehrerer Prüfverfahren ermöglichte es, unterschiedliche Aspekte des Schädigungsverhaltens abzubilden: Während Oberflächentemperaturmessung und Photogrammetrie eine Untersuchung der Oberfläche in-situ während des Zugversuchs mit einer Auflösung im mm Bereich ermöglichten, erfassten mikroskopische Untersuchungen Phänomene auf der Längenskala der Fasern. Dabei war es bei einigen der Verfahren möglich, bereits vor der einsetzenden Schädigung den Ort des späteren Versagens vorherzusagen. Neben der Detektion von bauteilschwächenden Bindenähten zeigte die Mikrowellenmessung z.B. eine geringe Erhöhung der lokalen Anisotropie im noch intakten Probekörper, die im anschließenden Zugversuch schädigungsauslösend wirkte. Dies demonstriert die Einsetzbarkeit der Mikrowellenmethode im Hinblick auf die Werkstoffoptimierung.

Künftige Anwendungen der Mikrowellenmethode liegen in der Charakterisierung von Faserverbundwerkstoffen, die stetig weiterentwickelt werden. So wäre die Methode besonders geeignet zur Orientierungsmessung an langfaserverstärkten Materialien, z.B. im Rahmen einer systematischen Prozesscharakterisierung (in Analogie zur hier gezeigten Optimierung des PUR-RRIM-Prozesses). Untersuchungen an glasfaserverstärkten Gelegen und Geweben zeigen auch, dass die Mikrowellenmethode auf lokale Struktureigenschaften (wie Faserbündel) in solchen Werkstoffen anspricht und somit zur Werkstoffcharakterisierung hinsichtlich der lokalen Anisotropie beiträgt.

Nutzen ließen sich auch die Eigenschaften des kurzen Mikrowellenresonators für die Materialcharakterisierung: Dieser hat sich als ganz besonders empfindlich gegenüber der Änderung von Materialeigenschaften erwiesen (Abbildung 30). Außerdem zeigt die Arbeit von Diener [59] die Möglichkeit der Tiefenauflösung, wobei bestimmte Schichten der Probe stärker gewichtet werden als andere. Durch Scannen ließen sich so z.B. Inhomogenitäten in geschichteten Verbundwerkstoffen ermitteln.

Anwendungsmöglichkeiten der Mikrowellenmethode liegen außerdem in der Orientierungsmessung an Papier [115] oder Folien [59]. Die Machbarkeit wurde in beiden Fällen bereits demonstriert, aber für den praktischen Einsatz ist eine Absenkung der Rauschgrenze erforderlich, um richtungsabhängige Unterschiede in diesen sehr dünnen Materialien hinreichend zu erfassen.

## 7. Anhang

### 7.1. Physikalische Grundlagen der Wellenausbreitung im Mehrschichtmodell

#### 7.1.1. Maxwellgleichungen und Wellengleichung

Das Ausbreitungsverhalten der Mikrowellen beruht auf den Maxwellgleichungen. Sie beschreiben die räumliche und zeitliche Verknüpfung des elektrischen Feldes  $\vec{E}$  mit dem magnetischen Feld  $\vec{H}$  [1], [116], [117], [90].

$$\operatorname{rot} \vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t}, \quad 7.1$$

$$\operatorname{rot} \vec{H} = \vec{J} + \frac{\partial \vec{D}}{\partial t}, \quad 7.2$$

$$\operatorname{div} \vec{D} = \rho, \quad 7.3$$

$$\operatorname{div} \vec{B} = 0. \quad 7.4$$

$\rho$  ist die Ladungsdichte. Außerdem gelten die folgenden Materialgleichungen, die die Feldgrößen mit den Materialeigenschaften verknüpfen:

$$\vec{D} = \epsilon_0 \epsilon_r \vec{E} = \epsilon \vec{E}, \quad 7.5$$

$$\vec{B} = \mu_0 \mu_r \vec{H} = \mu \vec{H}, \quad 7.6$$

$$\vec{J} = \sigma \vec{E}. \quad 7.7$$

Dabei sind  $\vec{D}$  die Dielektrische Verschiebung und  $\vec{B}$  die magnetische Induktion im Medium,  $\vec{J}$  der Verschiebungsstrom. Im Vakuum sind die Felder durch die elektrische Feldkonstante  $\epsilon_0 = 8,8543 \cdot 10^{-12} \text{ As/Vm}$  und die magnetische Feldkonstante  $\mu_0 = 1,2566 \cdot 10^{-6} \text{ Vs/Am}$  verknüpft, im Medium treten zusätzlich die Dielektrizitätszahl (auch Permittivität)  $\epsilon_r$  und die Permeabilität  $\mu_r$  sowie die elektrische Leitfähigkeit  $\sigma$  auf. Im allgemeinen Fall sind die Materialgrößen  $\epsilon$ ,  $\mu$  und  $\sigma$  Tensoren zweiter Stufe. Dies wird später im Fall der anisotropen Probe berücksichtigt, der Übersicht halber werden diese Größen aber zunächst als skalar angenommen.

Die Wellengleichung des elektromagnetischen Feldes lässt sich direkt aus den Maxwellgleichungen herleiten [117], was im folgenden für das elektrische Feld gezeigt wird.

Das Einsetzen der Materialgleichungen 7.1, 7.6 und 7.7 in die Maxwellgleichungen liefert:



$$\operatorname{rot} \vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t}, \quad 7.8$$

$$\operatorname{rot} \vec{B} = \mu \sigma \vec{E} + \mu \epsilon \frac{\partial \vec{E}}{\partial t}, \quad 7.9$$

$$\operatorname{div} \vec{E} = \frac{\rho}{\epsilon}, \quad 7.10$$

$$\operatorname{div} \vec{B} = 0. \quad 7.11$$

Nun wendet man die Rotation auf die erste Maxwellgleichung 7.8 an und vertauscht anschließend auf der rechten Seite der Gleichung die Rotation mit der zeitlichen Ableitung. In Kombination mit der zweiten Maxwellgleichung 7.9 ergibt sich:

$$\operatorname{rot} \operatorname{rot} \vec{E} = -\mu \sigma \frac{\partial \vec{E}}{\partial t} - \mu \epsilon \frac{\partial^2 \vec{E}}{\partial t^2}. \quad 7.12$$

Unter Verwendung der Vektoridentität 7.13 sowie der modifizierten dritten Maxwellgleichung 7.14

$$\operatorname{rot} \operatorname{rot} = \operatorname{grad} \operatorname{div} - \nabla^2, \quad 7.13$$

$$\operatorname{grad} \operatorname{div} \vec{E} = \operatorname{grad} \frac{\rho}{\epsilon} \quad 7.14$$

ergibt sich

$$\operatorname{grad} \frac{\rho}{\epsilon} - \nabla^2 \vec{E} = -\mu \sigma \frac{\partial \vec{E}}{\partial t} - \mu \epsilon \frac{\partial^2 \vec{E}}{\partial t^2}. \quad 7.15$$

Für ein elektrisch neutrales Medium ist  $\rho = 0$ , somit entfällt der erste Term. In Nichtleitern gilt außerdem  $\sigma = 0$ , und man erhält die Wellengleichung im dielektrischen Medium:

$$\nabla^2 \vec{E} - \mu \epsilon \frac{\partial^2 \vec{E}}{\partial t^2} = 0. \quad 7.16$$

Im Vakuum gilt:

$$\nabla^2 \vec{E} - \mu_0 \epsilon_0 \frac{\partial^2 \vec{E}}{\partial t^2} = 0. \quad 7.17$$

Die analoge Herleitung für das magnetische Feld liefert:

$$\nabla^2 \vec{B} - \mu \epsilon \frac{\partial^2 \vec{B}}{\partial t^2} = 0. \quad 7.18$$

### 7.1.2. Wellenausbreitung im dielektrischen Medium

Im folgenden werden die physikalischen Größen aufgeführt, die der Beschreibung der Wellenausbreitung im Medium dienen [117]:

Die Ausbreitung elektromagnetischer Wellen erfolgt mit der Geschwindigkeit  $c$ , mit:

$$\nabla^2 \vec{E} - \frac{1}{c^2} \frac{\partial^2 \vec{E}}{\partial t^2} = 0. \quad 7.19$$

Woraus mit den Gleichungen 7.17 und 7.16 folgt:

$$c = c_0 = \frac{1}{\sqrt{\mu_0 \epsilon_0}} \quad \text{und} \quad 7.20$$

$$c = \frac{1}{\sqrt{\mu \epsilon}} = \frac{1}{\sqrt{\mu_0 \mu_r \epsilon_0 \epsilon_r}} = \frac{c_0}{n}, \quad 7.21$$

mit dem Brechungsindex  $n$ .

Für dielektrische Materialien ist i.a.  $\mu_r = 1$  und damit:

$$n = \sqrt{\mu_r \epsilon_r} = \sqrt{\epsilon_r}. \quad 7.22$$

Eine Lösung der Wellengleichung im stationären Fall sind ebene Wellen der Form:

$$\vec{E}(x, t) = \vec{E}_0 e^{i(\omega t - kx)} \quad 7.23$$

mit der

$$\text{Wellenlänge } \lambda = \frac{c}{f} \quad \text{und Frequenz } f, \quad 7.24$$

$$\text{Winkelgeschwindigkeit } \omega = 2\pi f, \quad 7.25$$

$$\text{Wellenzahl } k = \frac{2\pi}{\lambda}, \quad 7.26$$

$$\text{somit } c = \frac{\omega}{k}. \quad 7.27$$

Kommt es zu Verlusten im Material, so lassen sich diese mit einer komplexen Dielektrizitätszahl erfassen [118], [119]:

$$\epsilon_r = \epsilon_r' - i\epsilon_r'' = \epsilon_r'(1 - \tan \delta) \quad \text{mit dem Verlustfaktor} \quad \tan \delta = \frac{\epsilon_r''}{\epsilon_r'} . \quad 7.28$$

Damit wird auch der Brechungsindex  $n$  komplex:

$$n = n' + in'' . \quad 7.29$$

### 7.1.3. Wellenausbreitung in guten Leitern

Im Mikrowellenaufbau und somit im Schichtmodell ist die Reflexion von Mikrowellen an einer Metallfläche zu berücksichtigen. Um diese zu verstehen, sind Kenntnisse über die Wellenausbreitung in guten Leitern erforderlich. Benötigt wird später der Brechungsindex eines guten Leiters zur Bestimmung des Reflexionskoeffizienten an der Grenzfläche Luft-Metall (Gleichung 7.21).

Bei der Beschreibung der Wellenausbreitung in guten Leitern ist in den Maxwellgleichungen zu berücksichtigen, dass  $\sigma$  nun ungleich Null ist [91]. Die Lösung hat auch hier die Form ebener Wellen, entsprechend Gleichung 7.20.

Für diesen Lösungsansatz geht das Ableiten nach Zeit und Ort über in

$$\partial/\partial t \rightarrow i\omega \quad \text{und} \quad \nabla \rightarrow -ik . \quad 7.30$$

Damit folgt aus Gleichung 7.15, für  $\rho = 0$ :

$$\nabla^2 \vec{E} = i\omega\mu\sigma \vec{E} - \omega^2\mu\epsilon \vec{E} , \quad 7.31$$

$$-k^2 \vec{E} = (-\omega^2\mu\epsilon + i\omega\mu\sigma) \vec{E} . \quad 7.32$$

Für die Wellenzahl  $k$  ergibt sich ein komplexer Wert mit

$$k^2 = \mu\epsilon\omega^2 \left(1 - i\frac{\sigma}{\epsilon\omega}\right) . \quad 7.33$$

Für Isolatoren ist  $\sigma = 0$ , somit folgt entsprechend Gleichung 7.19

$$k^2 = \mu\epsilon\omega^2 \quad \text{mit} \quad c = 1/\sqrt{\mu\epsilon} . \quad 7.34$$

Die Materialgrößen  $\epsilon$  und  $\mu$  und die elektrische Leitfähigkeit  $\sigma$  sind nun frequenzabhängig und ebenfalls komplex. Auch für gute Leiter ist der Brechungsindex komplex:

$$k = \frac{\omega}{c} = \frac{\omega}{c_0} n = \frac{\omega}{c_0} (n' + i n''), \quad 7.35$$

$$n = \sqrt{c_0^2 \epsilon \mu \left(1 - i \frac{\sigma}{\epsilon \omega}\right)} = \sqrt{\epsilon_r \mu_r \left(1 - i \frac{\sigma}{\epsilon_0 \epsilon_r \omega}\right)}. \quad 7.36$$

Die frequenzabhängige Leitfähigkeit wird vom Drude-Modell beschrieben [120]. Dabei wird von freibeweglichen Elektronen ausgegangen, die im elektrischen Wechselfeld (proportional zu  $e^{i\omega t}$ ) beschleunigt und durch Stöße mit Atomrümpfen abgebremst werden. Aus der Bewegungsgleichung eines Elektrons lässt sich die frequenzabhängige Leitfähigkeit  $\sigma$  für die Gesamtheit der Elektronen herleiten [118], [91]:

$$\sigma = \frac{\sigma_0}{1 + i\omega\tau}. \quad 7.37$$

Die Struktur dieser Gleichung entspricht der von Relaxationsvorgängen (Debye-Modell). Dabei sind  $\sigma_0$  die Gleichstromleitfähigkeit und  $\tau$  die Relaxationszeit, die die mittlere Stoßzeit eines Elektrons angibt.

Damit ist der Brechungsindex

$$n = \sqrt{\epsilon_r \mu_r \left(1 - i \frac{\sigma_0}{\epsilon_0 \epsilon_r \omega (1 + i\omega\tau)}\right)}. \quad 7.38$$

Für Metalle ergeben sich im Mikrowellenbereich (der noch weit unterhalb der Plasmafrequenz  $\omega_p$  mit  $\omega_p = 1/\tau$  liegt) folgende Abschätzungen:

$$\omega\tau \ll 1 \quad \text{und} \quad \frac{\sigma_0}{\omega\epsilon_0} \gg 1. \quad 7.39$$

So erhält man z.B. für Kupfer bei  $\omega = 30$  GHz die folgenden Werte, mit [91], [121]

$$\frac{1}{\tau} = 3,7 \cdot 10^{13} \text{ 1/s} \quad \text{und} \quad \sigma_0 = 5,8 \cdot 10^7 \text{ 1/\Omega m} \quad 7.40$$

folgt:

$$\omega\tau = 8,1 \cdot 10^{-4} \text{ und } \frac{\sigma_0}{\omega\epsilon_0} = 2,2 \cdot 10^4 .$$

7.41

Für Aluminium ergeben sich Werte in der gleichen Größenordnung.

Damit kann in Gleichung 7.18 der Imaginärteil im Nenner vernachlässigt werden. Außerdem ist bei dem Term unter der Wurzel der imaginäre Anteil wesentlich größer als der reelle, so dass auch die Eins in der Klammer vernachlässigbar ist. Es bleibt:

$$n = \sqrt{-i \frac{\mu_r \sigma_0}{\epsilon_0 \omega}} = (i-1) \sqrt{\frac{\mu_r \sigma_0}{2\epsilon_0 \omega}}, \text{ wegen } (i-1)^2 = -2i .$$

7.42

Da der Realteil hier ein negatives Vorzeichen hat, wird eine Welle beschrieben, die in Minus-  $x$ -Richtung läuft. Wellen, die in Plus-  $x$ -Richtung laufen, haben den Brechungsindex

$$n = (1-i) \sqrt{\frac{\mu_r \sigma_0}{2\epsilon_0 \omega}} .$$

7.43

Einsetzen von  $n$  in die Wellengleichung liefert

$$\vec{E}(x,t) = \vec{E}_0 e^{i(\omega t - \frac{\omega}{c_0} n x)} = \vec{E}_0 e^{i(\omega t - \frac{\omega}{c_0} (1-i) \sqrt{\frac{\mu_r \sigma_0}{2\epsilon_0 \omega}} x)} = \vec{E}_0 e^{-\frac{1}{c_0} \sqrt{\frac{\mu_r \sigma_0 \omega}{2\epsilon_0}} x} e^{i(\omega t - \frac{1}{c_0} \sqrt{\frac{\mu_r \sigma_0 \omega}{2\epsilon_0}} x)} .$$

7.44

Das elektrische Feld klingt nach der Strecke  $d$  („Eindringtiefe“ oder auch „Skintiefe“) auf den Faktor  $1/e$  ab:

$$d = c_0 \sqrt{\frac{2\epsilon_0}{\mu_r \sigma_0 \omega}} .$$

7.45

Für Kupfer ergibt sich eine Eindringtiefe von  $0,96 \mu\text{m}$  bei  $30 \text{ GHz}$ .

#### 7.1.4. Reflexion und Transmission an Grenzflächen: Fresnelsche Formeln

Da die Wellen im Schichtmodell auf Grenzflächen treffen, ist es erforderlich, die dabei auftretenden Gesetzmäßigkeiten zu kennen. Diese lassen sich aus dem allgemeinen Fall des schrägen Auftreffens herleiten. Dabei fällt die einfallende Welle auf die Grenzfläche der Medien 1 und 2, wobei ein Teil reflektiert und ein weiterer transmittiert wird. Die Ausbreitungsvektoren  $\vec{k}_0$ ,  $\vec{k}_r$  und  $\vec{k}_t$  spannen eine Ebene auf. Es sind zwei Fälle zu unterscheiden: der transversal magnetische Fall TM, bei dem der Vektor des magnetischen Feldes

senkrecht zu dieser Ebene steht, und der entsprechende transversal elektrische Fall TE, wie in Abbildung 49 dargestellt ist [76].

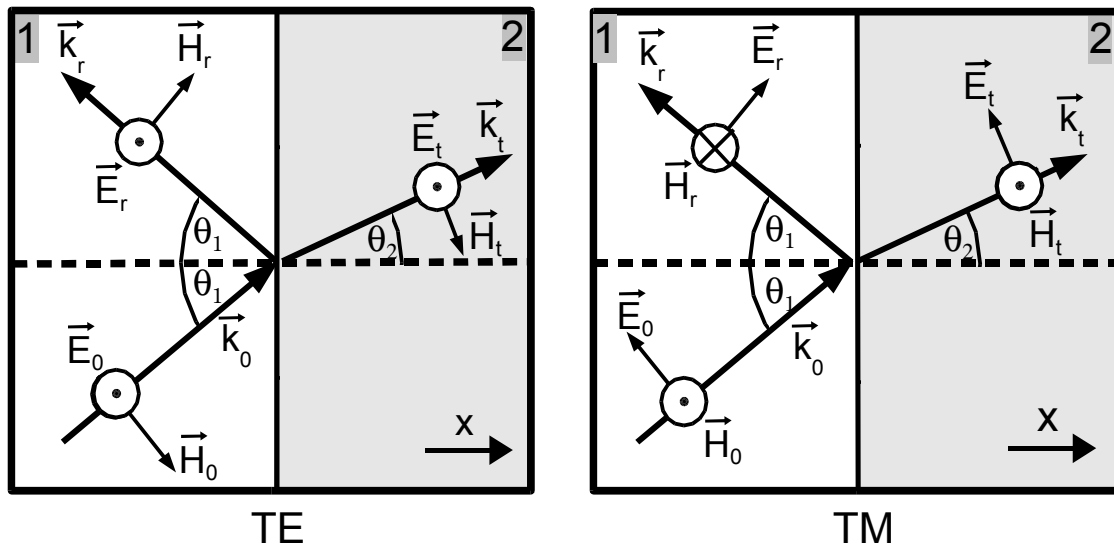


Abbildung 49: Wellenvektoren des elektrischen und magnetischen Feldes an der Grenzfläche zweier Medien im transversal elektrischen und transversal magnetischen Fall (links: TE, rechts: TM).

In der Literatur werden auch die Bezeichnungen p-Welle für den TM-Fall und s-Welle für den TE-Fall verwendet. Die vorgegebene Richtung der reflektierten Welle ist Konvention, sie kann auch entgegengesetzt gewählt werden, dann ändert sich der Vorfaktor des Reflexionskoeffizienten. Auch hier findet sich keine einheitliche Darstellung in der Literatur [122].

Auf der linken Seite der Grenzfläche mit  $x < 0$  ergibt sich die Feldverteilung aus der Überlagerung von einfallender und reflektierter Welle, rechts ( $x > 0$ ) erhält man die transmittierte Welle. Somit folgt für das elektrische Feld:

$$x <= 0: \vec{E}(x, t) = \vec{E}_0 e^{i(\omega t - \vec{k}_{1, \text{hin}} \vec{x})} + \vec{E}_r e^{i(\omega t - \vec{k}_{1, \text{rück}} \vec{x})}, \quad 7.46$$

$$x >= 0: \vec{E}(x, t) = \vec{E}_t e^{i(\omega t - \vec{k}_2 \vec{x})}, \quad 7.47$$

wobei die Laufrichtung über die Richtung von  $\vec{k}_{1, \text{hin}}$  und  $\vec{k}_{1, \text{rück}}$  definiert ist.

Die entsprechende Wellengleichung für das magnetische Feld ist aus dem elektrischen Feld bestimmbar.

Die Tangentialkomponenten des elektrischen Feldes  $\vec{E}$  an der Grenzfläche zweier Dielektrika müssen stetig sein, wenn keine Oberflächenladungen vorhanden sind (also  $\text{div } \vec{E} = 0$  gilt):

$$\vec{E}_{0\text{tang}} + \vec{E}_{r\text{tang}} = \vec{E}_{t\text{tang}}. \quad 7.48$$

Unter der Voraussetzung, dass keine Ströme an der Oberfläche auftreten, sind auch die Tangentialkomponenten des magnetischen Feldes  $\vec{H}$  stetig.

$$\vec{H}_{0\text{tang}} + \vec{H}_{r\text{tang}} = \vec{H}_{t\text{tang}}. \quad 7.49$$

Das  $\vec{H}$ -Feld folgt aus den Maxwellgleichungen gemäß:

$$\text{rot } \vec{E} = -\mu \frac{\partial \vec{H}}{\partial t}. \quad 7.50$$

Wie in Gleichung 7.17 ergibt sich für eine elektromagnetische Welle aus der zeitlichen Ableitung der Faktor  $i\omega$ , die räumliche Ableitung nach den unterschiedlichen Komponenten liefert die Faktoren  $ik_x$ ,  $ik_y$  bzw.  $ik_z$ . Es folgt:

$$\vec{H} = -\frac{i}{\omega\mu} \text{rot } \vec{E} = -\frac{i}{\omega\mu} \begin{pmatrix} \frac{\partial E_z}{\partial y} - \frac{\partial E_y}{\partial z} \\ \frac{\partial E_x}{\partial z} - \frac{\partial E_z}{\partial x} \\ \frac{\partial E_y}{\partial x} - \frac{\partial E_x}{\partial y} \end{pmatrix} = \frac{1}{\omega\mu} \begin{pmatrix} k_y E_z - k_z E_y \\ k_z E_x - k_x E_z \\ k_x E_y - k_y E_x \end{pmatrix}. \quad 7.51$$

Für TM und TE finden sich nun unterschiedliche Ergebnisse: Entsprechend der Geometrie in Abbildung 49 ergibt sich:

$$\text{TE: } \vec{E} = \begin{pmatrix} 0 \\ E_y \\ 0 \end{pmatrix}, \quad \vec{H} = \begin{pmatrix} -\frac{k_z}{\omega\mu} E_y \\ 0 \\ \frac{k_x}{\omega\mu} E_y \end{pmatrix}, \quad 7.52$$

$$\text{TM: } \vec{E} = \begin{pmatrix} E_x \\ 0 \\ E_z \end{pmatrix}, \quad \vec{H} = \begin{pmatrix} 0 \\ \frac{k_z}{\omega \mu} E_x - \frac{k_x}{\omega \mu} E_z \\ 0 \end{pmatrix}. \quad 7.53$$

Stetigkeit der Tangentialkomponenten bedeutet, dass die  $y$  und  $z$ -Komponenten der Felder stetig sein müssen. Damit erhält man für TE folgende Randbedingungen:

Für die Stetigkeit des elektrischen Feldes gilt:

$$E_{y0} + E_{yr} = E_{yt}. \quad 7.54$$

Aus der Stetigkeit des magnetischen Feldes folgt:

$$\frac{k_{x10}}{\omega \mu_{10}} E_{y0} + \frac{k_{x1r}}{\omega \mu_{1r}} E_{yr} = \frac{k_{x2t}}{\omega \mu_{2t}} E_{yt}, \quad 7.55$$

folglich:

$$\frac{k_1 \cos \theta_1}{\omega \mu_1} E_{y0} - \frac{k_1 \cos \theta_1}{\omega \mu_1} E_{yr} = \frac{k_2 \cos \theta_2}{\omega \mu_2} E_{yt} \quad 7.56$$

und damit

$$\sqrt{\frac{\epsilon_1}{\mu_1}} (E_{y0} - E_{yr}) \cos \theta_1 = \sqrt{\frac{\epsilon_2}{\mu_2}} E_{yt} \cos \theta_2. \quad 7.57$$

Reflexionskoeffizient  $r$  und Transmissionskoeffizient  $t$  sind definiert als:

$$r = \frac{E_{yr}}{E_{y0}} \quad \text{und} \quad t = \frac{E_{yt}}{E_{y0}}. \quad 7.58$$

Mit  $\mu = 1$  für nicht-magnetische Materialien und  $n = \sqrt{\epsilon}$  folgt aus den obigen Bedingungen für den TE Fall:

$$r_{TE} = \frac{n_1 \cos \theta_1 - n_2 \cos \theta_2}{n_1 \cos \theta_1 + n_2 \cos \theta_2} \quad \text{und} \quad t_{TE} = \frac{2 n_1 \cos \theta_1}{n_1 \cos \theta_1 + n_2 \cos \theta_2}. \quad 7.59$$

Entsprechend lassen sich die Koeffizienten für den TM Fall ermitteln:



$$r_{TM} = \frac{n_1 \cos \theta_2 - n_2 \cos \theta_1}{n_1 \cos \theta_2 + n_2 \cos \theta_1} \quad \text{und} \quad t_{TM} = \frac{2 n_1 \cos \theta_1}{n_1 \cos \theta_2 + n_2 \cos \theta_1}. \quad 7.60$$

Die Ausdrücke für die Koeffizienten  $r$  und  $t$  werden auch als Fresnelsche Formeln bezeichnet.

Im Spezialfall des senkrechten Auftreffens ist  $\theta_1 = \theta_2 = 0$ , und die Ausdrücke für TE und TM gehen ineinander über, man erhält

$$r = \frac{n_1 - n_2}{n_1 + n_2} \quad \text{und} \quad t = \frac{2 n_1}{n_1 + n_2}. \quad 7.61$$

Die Fresnelschen Formeln gelten auch für komplexe Brechungsindices. Treten imaginäre Anteile auf, so erhält man Phasenverschiebungen bei der Reflexion an der Grenzfläche.

Die Fresnelschen Formeln werden wesentlich komplizierter, wenn die Materialgrößen keine Skalare mehr sind und die Wellen schräg auf die Grenzfläche auftreffen. Im Schichtmodell mit senkrechtem Einfall liegt aber ein Sonderfall vor. Gleichung 7.12 kann bei senkrechtem Einfall prinzipiell auch auf den Fall der anisotropen Probe erweitert werden. Dies ist möglich, wenn die Ausbreitungsrichtung quer zur Vorzugsachse des Werkstoffs liegt und die Doppelbrechung im Werkstoff berücksichtigt wird (siehe Kapitel 4).

### 7.1.5. Intensität des elektromagnetischen Feldes

Das eigentliche Messgerät im Mikrowellenaufbau ist der Detektor, der die Intensität des elektromagnetischen Feldes erfasst. Wie die Intensität mit den Feldgrößen und dem Brechungsindex zusammenhängt, soll im folgenden gezeigt werden.

Die Energieflussdichte des elektromagnetischen Feldes wird vom Poyntingvektor  $\vec{S}$  beschrieben [90]:

$$\vec{S} = \vec{E} \times \vec{H}. \quad 7.62$$

Man betrachte ebene Wellen, die sich in x-Richtung ausbreiten, wobei der verlustfreie Fall angenommen wird. Da  $\vec{S}$ ,  $\vec{E}$  und  $\vec{H}$  senkrecht aufeinander stehen, gilt:

$$\vec{S} = E_y \cdot H_z \cdot \vec{e}_x, \quad \text{also} \quad S_x = E_y \cdot H_z; \quad S_y = 0; \quad S_z = 0. \quad 7.63$$

Der Wellenwiderstand des elektromagnetischen Feldes ist gegeben durch [119]:

$$Z_x = \frac{E_y}{H_z} = \sqrt{\frac{\mu}{\epsilon}} = \sqrt{\frac{\mu_0 \mu_r}{\epsilon_0 \epsilon_r}}. \quad 7.64$$

Daraus folgt:

$$H_z = \sqrt{\frac{\epsilon_0 \epsilon_r}{\mu_0 \mu_r}} E_y. \quad 7.65$$

Einsetzen in Gleichung 7.16 liefert:

$$S_x = \sqrt{\frac{\epsilon_0 \epsilon_r}{\mu_0 \mu_r}} E_y^2. \quad 7.66$$

Unter Verwendung der Beziehungen

$$\mu_r = 1; \quad n = \sqrt{\epsilon_r}; \quad c_0 = \frac{1}{\sqrt{\epsilon_0 \mu_0}}; \quad c = \frac{c_0}{n} \quad 7.67$$

erhält man

$$S_x = c \epsilon E_y^2 = c_0 \epsilon_0^2 n E_y^2. \quad 7.68$$

$S_x$  gibt dabei die Energiemenge an, die pro Zeit und Flächeneinheit mit der Geschwindigkeit  $c$  und der mittleren räumlichen Energiedichte  $\epsilon E_y^2$  in eine Volumeneinheit strömt (und hat damit die Einheit einer Intensität).

Die Bestrahlungsstärke oder Intensität  $I_x$  ergibt sich aus dem zeitlichen Mittelwert von  $S_x$  und ist gegeben durch [117]

$$I_x = c \epsilon \langle E_y^2 \rangle = \frac{c_0 \epsilon}{2n} E_{y0}^2. \quad 7.69$$

Dabei gibt  $E_{y0}$  das Maximum der elektrischen Feldstärke an.

In der Praxis sind meistens nur relative Änderungen von Intensitäten relevant, weshalb häufig auch

$$I_x \equiv \langle E_y^2 \rangle \quad 7.70$$

gesetzt wird. In dieser Arbeit wird deshalb der zu erwartende Verlauf des Messsignals aus

dem Quadrat des elektrischen Feldes ermittelt.

Noch anzumerken ist, dass sich die mittlere räumliche Energiedichte im verlustfreien Fall zu gleichen Teilen auf das elektrische und magnetische Feld aufteilt mit:

$$w_{\text{mittl}} = w_{\text{el}} + w_{\text{mg}} = \frac{1}{2} \epsilon E_y^2 + \frac{1}{2} \frac{1}{\mu} B_z^2 = \epsilon E_y^2 = \frac{1}{\mu} B_z^2. \quad 7.71$$

Prinzipiell könnte also bei den hier durchgeführten Berechnungen auch der Verlauf des magnetischen Feldes zugrunde gelegt werden.

### 7.1.6. Energiebilanz bei Reflexion an einer Grenzfläche

Um den Anteil der reflektierten und der transmittierten Energie bei der Reflexion an der Grenzfläche zu bestimmen, ist die Energiebilanz an der Grenzfläche zu betrachten:

$$S_e = S_r + S_t, \quad 7.72$$

$$\sqrt{\frac{\epsilon_0}{\mu_0}} n_1 E_e^2 = \sqrt{\frac{\epsilon_0}{\mu_0}} n_1 E_r^2 + \sqrt{\frac{\epsilon_0}{\mu_0}} n_2 E_t^2, \quad 7.73$$

$$\text{mit } n_e = n_r = n_1 \text{ und } n_t = n_2. \quad 7.74$$

Daraus folgt:

$$E_e^2 - E_r^2 = \frac{n_2}{n_1} E_t^2. \quad 7.75$$

Außerdem gilt die Stetigkeit der Komponenten des elektrischen Feldes:

$$E_e + E_r = E_t. \quad 7.76$$

Aus diesen beiden Gleichungen folgt:

$$E_e - E_r = \frac{n_2}{n_1} E_t. \quad 7.77$$

Aus dieser Bedingung und der Stetigkeitsgleichung kann nun wahlweise  $E_r$  oder  $E_t$  eliminiert werden, und man erhält in Übereinstimmung mit Gleichung 7.61 den Reflexionskoeffizienten  $r$  und den Transmissionskoeffizienten  $t$ :

$$r = \frac{E_r}{E_e} = \frac{n_1 - n_2}{n_1 + n_2}, \quad 7.78$$

$$t = \frac{E_t}{E_e} = \frac{2n_1}{n_1 + n_2} . \quad 7.79$$

Der Anteil  $R$  der reflektierten und  $T$  der transmittierten Intensität folgt somit aus den Gleichungen 7.78, 7.79 und 7.73:

$$R = r^2 \text{ und } T = \frac{n_2}{n_1} t^2, \text{ so dass } R + T = 1 . \quad 7.80$$

### 7.1.7. Stehende Wellen

Stehende Wellen bilden sich durch die Überlagerung hin- und rücklaufender Wellen bei der Reflexion an Grenzflächen. Im Messaufbau bzw. Schichtmodell treten gleich mehrere solche Grenzflächen auf. Der Begriff der stehenden Welle soll zunächst am Spezialfall der Reflexion an einer einzigen Grenzfläche erläutert werden.

Amplitude und Phasenlage der stehenden Welle sind abhängig von den Brechungsindices der Materialien, die die Grenzfläche bilden. Für den Fall des senkrechten Auftreffens auf die Grenzfläche gilt  $k_{rück} = -k_{hin}$ . Der reflektierte Amplitudenanteil wird vom Brechungsindex bestimmt, und man erhält für die einfallende, die reflektierte und die transmittierte Welle [76]:

$$E_e(x, t) = E_0 e^{i(\omega t - k_1 x)} , \quad 7.81$$

$$E_r(x, t) = r E_0 e^{i(\omega t + k_1 x)} = |r| E_0 e^{i(\omega t + k_1 x + \varphi_r)} \text{ mit } r = |r| e^{i\varphi_r} , \quad 7.82$$

$$E_t(x, t) = t E_0 e^{i(\omega t - k_2 x)} = |t| E_0 e^{i(\omega t - k_2 x + \varphi_t)} \text{ mit } t = |t| e^{i\varphi_t} . \quad 7.83$$

Die stehende Welle ergibt sich aus der Überlagerung der einfallenden mit der reflektierten Welle:

$$E_s(x, t) = E_0 e^{i(\omega t - k_1 x)} + |r| E_0 e^{i(\omega t + k_1 x + \varphi_r)} = E_0 e^{i\omega t} [e^{-ik_1 x} + |r| e^{i\varphi_r} e^{ik_1 x}] . \quad 7.84$$

Die ortsabhängige Intensitätsverteilung der stehenden Welle ergibt sich wie oben gezeigt aus der Energiedichte und dem zeitlichen Mittelwert des elektromagnetischen Feldes. Die lokale Intensität ist somit proportional zum Quadrat des elektrischen Feldes. Im folgenden werden die Intensitäten als Proportionalitäten angegeben, da immer relative Intensitätsänderungen und keine Absolutwerte gemessen werden. Konstante Faktoren sind dabei ent-

sprechend Gleichung 7.4 vernachlässigbar.

Für den komplexen Reflexionskoeffizienten  $r$  und die Phasenverschiebung  $\varphi_r$  erhält man unter Verwendung von Additionstheoremen und der Eulerschen Formel

$$e^{i\varphi_r} = \cos \varphi_r + i \sin \varphi_r \quad 7.85$$

die Ortsabhängigkeit der Intensitätsverteilung [59]

$$I(x) \propto |E_0 e^{i\omega t} [e^{-ik_1 x} + |r| e^{i\varphi_r} e^{ik_1 x}]|^2 = |r|^2 + 2|r| \cos(2k_1 x + \varphi_r) + 1. \quad 7.86$$

Damit findet man für die Intensitätsverteilung einen Offset und einen modulierten Anteil, die beide vom Betrag des Brechungsindex abhängen. Für  $\varphi_r \neq 0$  kommt es außerdem zu einer Phasenverschiebung der stehenden Welle.

Die Phasenverschiebung bestimmt die Lage der Extremstellen. Ortsfeste Minima finden sich für

$$\cos(2k_1 x + \varphi_r) = -1 \quad 7.87$$

an den Positionen

$$x_{Min} = \frac{(1-2m)\pi - \varphi_r}{2k_1}, \quad m=0,1,2,\dots,\infty \quad \text{und} \quad I_{Min} = |r|^2 - 2|r| + 1. \quad 7.88$$

Für die ortsfesten Maxima gilt

$$\cos(2k_1 x + \varphi_r) = 1 \quad 7.89$$

an den Positionen

$$x_{Max} = \frac{-m\pi - \varphi_r}{2k_1}, \quad m=0,1,2,\dots,\infty \quad \text{und} \quad I_{Max} = |r|^2 + 2|r| + 1. \quad 7.90$$

Somit hängen bei der Reflexion an einer Grenzfläche der Amplitudenoffset, die Amplitudenmodulation und die Phasenlage vom Reflexionskoeffizienten ab.

Im Spezialfall reeller  $r$  erhält man die Intensitätsverteilung

$$I(x) \propto |E_s(x,t)|^2 = |E_0 e^{i\omega t} [(r+1)\cos(k_1 x) + i(r-1)\sin(k_1 x)]|^2 \quad 7.91$$

$$= E_0^2 (1 + r^2 + 2r \cos(2k_1 x)).$$

Extremstellen liegen hier an:

$$x_{\text{Extrem}} = \frac{-m\pi}{2k_1}. \quad 7.92$$

Für  $r < 0$  erhält man Maxima der Intensitätsverteilung für ungerade  $m$  und Minima für gerade  $m$ . In der Grenzfläche liegt ein Knoten. Für  $r > 0$  ist es umgekehrt, wobei ein Bauch in der Grenzfläche liegt.

Im Messaufbau tritt der Spezialfall der Reflexion an der Grenzfläche Luft-Metall auf. Hier gilt  $r = -1$ , wie sich aus folgender Gleichung ergibt, wenn man die oben angegebenen Zahlenwerte z.B. für Kupfer berücksichtigt,

$$r = \frac{n_1 - n_2}{n_1 + n_2} = \frac{1 - (1-i)\sqrt{\frac{\mu_r \sigma_0}{2\epsilon_0 \omega}}}{1 + (1-i)\sqrt{\frac{\mu_r \sigma_0}{2\epsilon_0 \omega}}} \approx -1 \quad \text{wegen} \quad \sqrt{\frac{\mu_r \sigma_0}{2\epsilon_0 \omega}} \gg 1. \quad 7.93$$

Dies entspricht  $r = 1$  mit einer Phasenverschiebung von  $\varphi_r = \pi$ . Für  $r = -1$  und unter Verwendung der Eulerschen Beziehung 7.3 lässt sich die stehende Welle auch schreiben als:

$$E_s(x,t) = E_0 e^{i\omega t} [e^{-ik_1 x} - e^{ik_1 x}] \quad 7.94$$

$$= E_0 e^{i\omega t} [(\cos(-k_1 x) + i \sin(-k_1 x)) - (\cos(k_1 x) + i \sin(k_1 x))]$$

$$= 2i E_0 e^{i\omega t} \sin(k_1 x).$$

Damit haben hin- und rücklaufende Welle bei Reflexion an Metall die gleiche Amplitude  $E_0$ . Die Ortsabhängigkeit der Verteilung steckt in den komplexen Amplituden der hin- und der rücklaufenden Welle:

$$\text{Re } E_e(x) = -\text{Re } E_r(x) \quad \text{und} \quad \text{Im } E_e(x) = \text{Im } E_r(x). \quad 7.95$$

Wegen der Multiplikation mit  $e^{i\omega t}$  liegt zum Zeitpunkt  $t=0$  für alle  $x$  ein Nulldurchgang der lokalen Schwingung, der Realteil ist dann null. Wenn  $\omega t = \pi/2$  ist, ergibt sich ein Ma-

ximum der Schwingung, an  $\omega t = \pi$  liegt das nächste Minimum. Dies bedeutet, dass die elektrischen Feldvektoren der hin- und rücklaufenden Welle zu jedem Zeitpunkt  $t$  die gleiche Raumrichtung und den gleichen Betrag haben.

In der Grenzfläche ( $x=0$ ) liegt ein Minimum der stehenden Welle. Die Intensität in den Minima der stehenden Welle wird bei Reflexion an Metall gleich Null.

Im allgemeinen Fall eines Materials mit komplexem Reflexionskoeffizienten kann die Phasenlage  $\varphi_r$  direkt aus der Lage des ersten Minimums der stehenden Welle ermittelt werden. Zur Bestimmung des Betrags lässt sich das Stehwellenverhältnis („standing wave ratio“, SWR) nutzen:

$$\frac{E_{Max}}{E_{Min}} = \frac{\sqrt{I_{Max}}}{\sqrt{I_{Min}}} = \frac{1+|r|}{1-|r|}, \text{ somit } |r| = \frac{E_{Max} - E_{Min}}{E_{Max} + E_{Min}}. \quad 7.96$$

Die Auswertung des SWR wurde von Steegmüller zur Bestimmung des Fasergehalts in kurzfaserverstärkten Thermoplasten eingesetzt [79].

### 7.1.8. Randbedingungen an Grenzflächen unter Berücksichtigung rücklaufender Wellen

Im Mehrschichtmodell sind bei der Reflexion an der Grenzfläche auch die rücklaufenden Wellen  $\vec{E}_{2rück}$  (die von Reflexionen an der nächsten Nachbarschicht herrühren) bei den Stetigkeitsbedingungen zu berücksichtigen (siehe Abbildung 50). Die Randbedingungen müssen nun allgemeiner formuliert werden [117], [76].

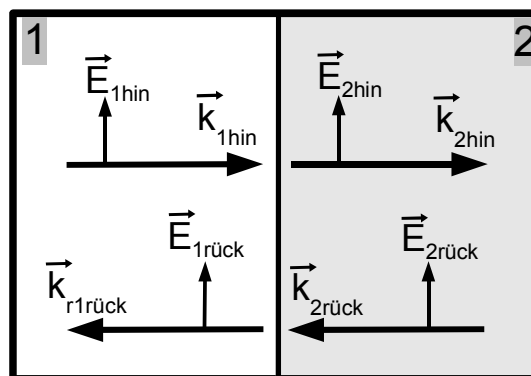


Abbildung 50: Elektrische Feldvektoren an der Grenzfläche zweier Medien bei senkrechtem Einfall, unter Berücksichtigung der rücklaufenden Welle  $\vec{E}_{2rück}$ .

Für das elektrische Feld ergibt sich jetzt

$$\vec{E}(\vec{x}, t) = \vec{E}_{1\text{hin}} e^{i(\omega t - \vec{k}_1 \vec{x})} + \vec{E}_{1\text{rück}} e^{i(\omega t + \vec{k}_1 \vec{x})} \quad \text{für } x < 0, \quad 7.97$$

$$\vec{E}(\vec{x}, t) = \vec{E}_{2\text{hin}} e^{i(\omega t - \vec{k}_2 \vec{x})} + \vec{E}_{2\text{rück}} e^{i(\omega t + \vec{k}_2 \vec{x})} \quad \text{für } x > 0. \quad 7.98$$

Für den Fall des senkrechten Auftreffens auf die Grenzfläche gilt:

$$\vec{E}_{1\text{hin}} = E_{1\text{hin}} \vec{e}_{yz} \quad \text{und entsprechend für } \vec{E}_{2\text{hin}}, \vec{E}_{1\text{rück}}, \vec{E}_{2\text{rück}}. \quad 7.99$$

Dabei ist  $\vec{e}_{yz}$  ein Einheitsvektor in der  $y$ - $z$ -Ebene, der die Richtung des elektrischen Feldes angibt. Die Amplitude  $E_{1\text{hin}}$  ist komplex. Wie in Gleichung 7.2 gilt auch hier

$k_{\text{rück}} = -k_{\text{hin}}$  mit:

$$E(x, t) = E_{1\text{hin}} e^{i(\omega t - k_1 x)} + E_{1\text{rück}} e^{i(\omega t + k_1 x)} \quad \text{für } x < 0, \quad 7.100$$

$$E(x, t) = E_{2\text{hin}} e^{i(\omega t - k_2 x)} + E_{2\text{rück}} e^{i(\omega t + k_2 x)} \quad \text{für } x > 0. \quad 7.101$$

Damit erhält man für senkrechten Einfall der Welle auf die Grenzfläche folgende Randbedingungen, die sich aus den Stetigkeitsbedingungen für das elektrische und das magnetische Feld ergeben:

$$E_{1\text{hin}} + E_{1\text{rück}} = E_{2\text{hin}} + E_{2\text{rück}}, \quad 7.102$$

$$\sqrt{\frac{\epsilon_1}{\mu_1}} (E_{1\text{hin}} - E_{1\text{rück}}) = \sqrt{\frac{\epsilon_2}{\mu_2}} (E_{2\text{hin}} - E_{2\text{rück}}). \quad 7.103$$

Dieses Gleichungssystem lässt sich auch in Form einer Matrixmultiplikation [76] darstellen

$$\begin{pmatrix} 1 & 1 \\ \sqrt{\frac{\epsilon_1}{\mu_1}} & -\sqrt{\frac{\epsilon_1}{\mu_1}} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} E_{1\text{hin}} \\ E_{1\text{rück}} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1 & 1 \\ \sqrt{\frac{\epsilon_2}{\mu_2}} & -\sqrt{\frac{\epsilon_2}{\mu_2}} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} E_{2\text{hin}} \\ E_{2\text{rück}} \end{pmatrix}. \quad 7.104$$

Für Werkstoffe mit  $\mu = 1$  und  $n = \sqrt{\epsilon}$  ergibt sich:

$$\begin{pmatrix} E_{1\text{hin}} \\ E_{1\text{rück}} \end{pmatrix} = \frac{1}{2} \begin{pmatrix} 1 + \frac{n_1}{n_2} & 1 - \frac{n_1}{n_2} \\ 1 - \frac{n_1}{n_2} & 1 + \frac{n_1}{n_2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} E_{2\text{hin}} \\ E_{2\text{rück}} \end{pmatrix}. \quad 7.105$$



Damit können die Amplituden des hin- und rücklaufenden Feldes  $E_{1hin}$  und  $E_{1rück}$  links an der Grenzfläche 1-2 (in Schicht 1) aus den Amplituden  $E_{2hin}$  und  $E_{2rück}$  rechts an der Grenzfläche (in Schicht 2) berechnet werden.

## Literaturverzeichnis

- [1] Maxwell, J.C.: A treatise on electricity and magnetism. Oxford: Clarendon Press, 1873
- [2] Hertz, H.: Untersuchungen über die Ausbreitung der elektrischen Kraft. Gesammelte Werke Leipzig (1914), 2
- [3] Dobrinski, P.; Krakau, G.; Vogel, A.: Physik für Ingenieure. Stuttgart: B. G. Teubner Verlag (1988), 7
- [4] Hülsmeier, C.: Verfahren, um entfernte metallische Gegenstände mittels elektrischer Wellen einem Beobachter zu melden. Patentamt München, Patentschrift Nr. 165546 (1904)
- [5] Hull, A.W.: The measurement of magnetic fields of medium strength by means of a magnetron. *Physical Review* 2 (1923), S. 279-292
- [6] Hahn, W.G.; Metcalf, G.F.: Velocity-modulated tubes. *Proceedings of the IRE* 27 (1939), 106
- [7] Ishii, T.K.: Handbook of microwave technology. Volume 2, Applications. San Diego, London: Academic Press, 1995
- [8] Dressel, M.; Gompf, B.; Mair, S.: Near-field spectroscopy at THz frequencies - a new tool for solid state spectroscopy and biomedical imaging. IRMMW 2004 / THz 2004, Karlsruhe, 95 (2004)
- [9] von Schütz, J.U.; Bauer, D.; Hünig, S.; Sinzger, K.; Wolf, H.C.: Copper (2+) States as Mediators for Metallic Conductivity in DCNQI Radical Anion Salts. *J. Phys. Chem.* 97 (1993), S. 12030
- [10] Altschuler, H.M.: Dielectric Constant. In: Sucher, M.; Fox, J.: Handbook of microwave measurements. New York, London: Polytechnic Press, 1963
- [11] McMaster, R.; McIntire, P.; Mester, M.L.: Nondestructive Testing Handbook. Volume 4: Electromagnetic Testing. American Society of Nondestructive Testing 4 (1986), Second Edition
- [12] Liskow, C.L.: Ultra-high frequency apparatus for inspection of sheet and other materials. US Patent 2,457,895, Dezember 1948
- [13] Hochschild, R.: Application of microwaves in nondestructive testing. *Nondestructive Testing* 21 (1963), 3-4, S. 115-120
- [14] Leonard, J.D.; Stropki, C.T.: Utilization of microwave frequencies for quality control and nondestructive testing of dielectric components. Proceedings of the second symposium on NDT of aircraft and missile components, San Antonio, TX (1961)
- [15] Hochschild, R.: Microwave nondestructive testing in one (not-so-easy) lesson. *Materials Evaluation* 26 (1968), 1
- [16] Bahr, A.J.: Microwave nondestructive testing methods. In: McGonnagle, W.J.: Nondestructive testing monographs and tracts. New York, London, Paris: Gordon and Breach Science Publishers, 1 (1982), 1
- [17] Wittig, G.: Untersuchungen zur Anwendung von Mikrowellen in der zerstörungsfreien Prüfung. BAM - Berichte 49 (1977), 12
- [18] Zoughi, R.: Microwave nondestructive evaluation. State-of-the-art review. Austin:

NTIAC, 1995

- [19] Zoughi, R.: Microwave non-destructive testing and evaluation. Non-Destructive Evaluation Series. 4, Kluwer Academic Publishers, 2000
- [20] Bahr, A.J.; Zoughi, R.; Qaddoumi, N.: Microwave. In: Shull, P.J.: Nondestructive evaluation: Theory, techniques and applications. Marcel Dekker, 2002
- [21] Maierhofer, C.; Wöstmann, J.; Hennen, Ch.: Non-destructive investigation of complex historic masonry structures with impulse radar. International symposium of non-destructive testing in civil engineering, Berlin (2003)
- [22] Hughes, D.; Wang, N.; Case, T.; Donnell, K.; Zoughi, R.; Austin, R.; Novack, M.: Detection of corrosion in aluminum panels under paint and primer. Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation. 20 (2001), S. 460-466
- [23] Tabib-Azar, M.: Microwave microscopy and its applications. Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation 20 (2001), S. 400-413
- [24] Steegmüller, R.: Quantitative near-field imaging with multi-detector waveguide. Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation 16, (1997), S. 673-678
- [25] Sklarczyk, C.: Contactless characterization of coatings with a microwave radar sensor. In: Green, R.E. Jr.; Djordjevic, B.B.; Hentschel, M.P.: Nondestructive Characterization of Materials XI, Berlin: Springer Verlag, (2003)
- [26] Venot, Y.C.: Entwicklung und Integration eines Nahbereichsradarsensorsystems bei 76,5 GHz. Universität Karlsruhe, Fakultät für Elektrotechnik und Informationstechnik, Dissertation 2003
- [27] Ritter, S.: Anwendungen der konfokalen Laser-Scanning-Mikroskopie in der Materialwissenschaft. Universität Stuttgart, Fakultät Verfahrenstechnik, Dissertation 2001
- [28] Retting, W.: Mehrachsige Orientierungszustände und mechanische Eigenschaften hochpolymerer Werkstoffe. Colloid Polymer Science 259 (1981), S. 52-72
- [29] Fischer, G.; Schwarz, P.; Müller, U.; Fritz, U.: Measuring spatial fiber orientation - a method for quality control of fiber reinforced plastics. Advances in Polymer Technology 10 (1990), 2, S. 135-141
- [30] Davidson, N.C.; Clarke, A.R.; Archenhold, G.A.: Large area high resolution image analysis of composite materials. J. Microscopy 185 (1997), S. 233-242
- [31] Schwarz, P.: Einfluß der Faserlänge und der Faserorientierung auf die Elastizität und die Wärmeausdehnung von Kurzfaserverbundwerkstoffen. Universität Stuttgart, Fakultät Verfahrenstechnik, Dissertation 1993
- [32] Effing, M.; Haupt, M.: Qualitätssicherung an Faserverbundbauteilen mit dem Röntgenverfahren. Kunststoffe 77 (1987), 2, S. 159-161
- [33] Michaeli, W.; Brast, K.; Piry, M.: Faserorientierungen zerstörungsfrei messen. Kunststoffe 89 (1999), 9, S. 128-130
- [34] Clarke, A.R., Eberhardt, C.N.: Microscopy techniques for materials science. Woodhead Publishing, 2002
- [35] Hentschel, M.P.; Lange, A.; Voßhenrich, B.; Piötter, V.: Orientierungsverteilung mit der Röntgen-Raster-Diffraktographie bestimmen. Kunststoffe 80 (1990), 12, S. 1367-1370
- [36] Harbich, K.-W.; Lange, A.; Hentschel, M.P.: Röntgen-Rotations-Refraktometrie. Materialprüfung 37 (1995), 1-2, S. 19-21
- [37] de Sénarmont, M.H.: Mémoire sur la conductibilité des substances cristallisées pour

la chaleur. Second Mémoire Annales de Chimie Physique 3 (1848), 179

[38] Krapez, J.C.; McDonnel, L.; Busse, G.; Diener, L.; Ritter, S.; Puzziolo, S.; Grehan, G.; Letoulouzan, J.-N.: Remote non-destructive monitoring of spatial fibre orientation in polymer composites. Final Technical Report, EG-Vorhaben: BRE2-CT92-0139, 1996

[39] Karpen, W.; Wu, D.; Steegmüller, R.; Busse, G.: Depth profiling of orientation in laminates with local lockin thermography. Quantitative infrared thermography, QIRT '94. Paris: Editions Européennes Thermique et Industrie (1995), S. 281-286

[40] IKP Universität Stuttgart, IKV Aachen, Bayer MaterialScience AG: Abschlussbericht des TFB 28 „Charakterisierung lokaler Anisotropien in kurzfaserverstärkten RIM-Formteilen mit Mikrowellen zur Optimierung von Modellierung und Produktion“. 2004

[41] Schuster, J.; Friedrich, K.: Polymere Verbundwerkstoffe zerstörungsfrei geprüft. Materialprüfung 36 (1994), 11-12, S. 468-474

[42] Diener, L.; Wu, D.; Steegmüller, R.; Busse, G.: Nondestructive evaluation of fibre orientation. A.A. Balkema, Rotterdam, Ist Joint Belgian-Hellenic Conference on Non Destructive Testing, 22-23.06.1995, Patras, Greece, (1996), S. 245-249

[43] Solodov, I.Y.; Schuetz, J.; Stoessel, R.; Busse, G.: Acoustic anisotropy and birefringence for QNDE of fibre-reinforced composite materials. Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation 20 (2000), S. 1007-1014

[44] Solodov, I. Y.; Pfeleiderer, K.; Gerhard, H.; Predak, S.; Busse, G.: Slanted transmission mode of air-coupled ultrasound: new opportunities in NDT and material characterisation. Emerging Technologies in Non Destructive Testing. Balkema, Rotterdam (2004), S. 107-112

[45] Stoessel, R.; Predak, S.; Pfaff, H.; Solodov, I.Y.; Busse, G.: Air-coupled ultrasound inspection for material characterization in linear, non-linear, and focused slanted transmission mode. In: Green, R.E. Jr.; Djordjevic, B.B.; Hentschel, M.P.: Nondestructive Characterisation of Materials XI, Berlin: Springer-Verlag (2003), S. 117-127

[46] Mook, G.; Lange, R.; Koeser, O.: Non-destructive characterisation of carbon-fibre-reinforced plastics by means of eddy-currents. Composites Science and Technology 61 (2001), 6, S. 865-873

[47] Klein, O.; Donovan, S.; Dressel, M.; Gründer, G.: Microwave cavity perturbation technique: Part I: Principles. International Journal of Infrared and Millimeter Waves 14 (1993), 12

[48] Schlegel, D.; Stockhausen, M.: Measurements of dielectric anisotropy of films in the microwave region by resonator perturbation method. Apparatus and techniques (1972), S. 1045-1046

[49] Zhao, J.-F.; Stephan, K.D.; Wong, S.C.; Porter, R.S.: Tensor permittivity measurements of thin films at microwave wavelengths. International Journal of infrared and millimeter waves 9 (1988), 12, S. 1093-1105

[50] Osaki, S.: A new method for quick determination of molecular orientation in poly (ethylene terephthalate) films by use of polarized microwaves. Polymer Journal 19 (1987), 7, S. 821-828

[51] Jones, R.G.: The measurement of dielectric anisotropy using a microwave open resonator. Journal of physics D: Applied Physics 9 (1976), S. 819-927

[52] Lonitz, G.: Bestimmung der Anisotropie der dielektrischen Polarisation von Bleisilikatgläsern im Mikrowellengebiet in Abhängigkeit von einer äußeren, mechanischen

Spannung. Karl-Marx-Universität Leipzig, Dissertation 1965

[53] Tiuri, M.; Liimatainen, P.: Microwave method for measurement of fiber orientation in paper. 4th European Microwave Conference Montreux (1974), S. 137-140

[54] Osaki, S.: Quick determination of orientation angle of fibers in paper sheet by use of microwaves. Bul. Jpn. Soc. Print. Sci. Technol. 23 (1985), 1, S. 19-24

[55] Urabe, K.; Yomoda, S.: Non-destructive testing method of fiber orientation and fiber content in FRP using microwave. ICCM-IV. Jap. Soc. for Comp. Mat. Tokyo Progress in Science and Engineering of Composites (1982), S. 1543-1550

[56] Schlegel, J.L.; Wagner, J.W.; Green, R.E. Jr.: Microwave dielectrometry measurements of glass reinforced polyester resins. Materials Evaluation 57 (1999), 10, S. 1091-1094

[57] Busse, G.; Diener, L.: Mikrowellenmeßverfahren zur schnellen ortsaufgelösten und zerstörungsfreien Charakterisierung von dielektrischen Werkstoffen hinsichtlich Anisotropie, Dicke und Inhomogenität. Deutsche Patentanmeldung: P 42 44 638.4 (1992)

[58] Busse, G.; Brühl, B.; Diener, L.; Elsner, P.; Ota, M.: Neuere Methoden der zerstörungsfreien Prüfung für Polymerwerkstoffe. DVM Berlin (1990), S. 261-276

[59] Diener, L.: Zerstörungsfreie Kunststoffprüfung mit Mikrowellen im Nahfeld offen endender Hohlleiter. Universität Stuttgart, Fakultät Verfahrenstechnik, Dissertation 1997

[60] Wisinger, G.: Berechnung des Werkzeugfüllvorgangs in der Reaction Injection Moulding (RIM)-Technik und Abschätzung des Schwindungs- und Verzugsverhaltens von Reinforced Reaction Injection Moulding (RRIM)-Formteilen. Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen, Dissertation 1995

[61] Weibelhaus, K.: Numerische Simulation des Spritzgießprozesses unter Berücksichtigung dreidimensionaler Strömungseffekte und der Materialkompressibilität. Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen, Dissertation 2000

[62] Diener, L.: Microwaves for raster imaging of local anisotropies in polymer materials. Review of progress in quantitative nondestructive evaluation 14 (1995), S. 615-622

[63] Predak, S.; Gerhard, H.; Kühnert, I.; Mennig, G.; Busse, G.: Characterisation of material and damage using microwave measurements of anisotropy. Materials Week München, DGM Frankfurt, CD-ROM (2001)

[64] Ehrenstein, G.W.: Mit Kunststoffen konstruieren. Eine Einführung. München, Wien: Carl Hanser Verlag, 2002

[65] Ruch, J.; Fritz, H.-G.: Aufbereitung und Charakterisierung von langfaser-verstärkten Verbundwerkstoffen auf Basis von Flachs und Polypropylen. 17. Stuttgarter Kunststoffkolloquium, 14.-15.03.2001, (2001) 2/V3

[66] Predak, S.; Ringger, T.; Aicher, S.; Busse, G.: Inspection of dielectric materials with microwaves. Nondestructive Characterisation of Materials XI, Springer-Verlag, Berlin, (2003), S. 281-289

[67] Bucur, V.: Nondestructive characterization and imaging of wood. Berlin, Heidelberg: Springer, 2003

[68] Ringger, T.: Measurements on the acoustic anisotropy of soft and hard wood; Effects on source location. Otto Graf Journal (2003), 14, S. 231-252

[69] Käs, G.; Pauli, P.: Mikrowellentechnik: Grundlagen, Anwendung, Messtechnik. München: Franzis, 1991

- [70] Gupta, K.C.: Microwaves. New Delhi: Wiley Eastern Limited, 1979
- [71] Predak, S.; Bister, H.; Ehbing, H.; Solodov, I.Y.; Vöhringer, M.C.; Haberstroh, E.; Busse, G.: Faserorientierungsmessung an kurzfaserverstärkten PUR-RIM-Bauteilen. *Technisches Messen* 73 (2006), 11
- [72] Predak, S.: Microwave methods. In: Busse, G., Kröplin, B. Wittel, F.: Damage and its evolution in fiber reinforced materials: Simulation and non-destructive testing. Book on demand, 2006
- [73] Henne, W.: Einführung in die Höchsfrequenztechnik. München: Kordass und Münch Verlag, 1966
- [74] Born, M.; Wolf, E.: Principles of optics. London: Pergamon Pr., 1959
- [75] Schabenberger, W.: Aufbau und Inbetriebnahme eines Polarisationsinterferometers für Mikrowellen - Messung der optischen Eigenschaften von Mehrschichtsystemen. Universität Regensburg, Naturwissenschaftliche Fakultät II - Physik, Dissertation 1999
- [76] Yeh, P.: Optical waves in layered media. New York: Wiley, 1988
- [77] Brown, R.: Handbook of polymer testing. New York, Basel: Marcel Dekker, Inc, 1999
- [78] Predak, S.; Gerhard, H.; Solodov, I.Y.; Bullinger, O.; Davidson, N.; Lutz, W.: Short fiber reinforced thermoplastics. In: Busse, G.; Kröplin, B.; Wittel, F.: Damage and its evolution in fiber reinforced materials: Simulation and non-destructive testing. Book on demand, 2006
- [79] Steegmüller, R.; Diener, L.; Busse, G.: Microwave characterization of glass fiber reinforced polymers with a multi-detector waveguide. *Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation*, 18 (1999)
- [80] Johannaber, F.; Michaeli, W.: Handbuch Spritzgießen. München, Wien: Carl Hanser Verlag, 2001
- [81] Bader, M.G.: Short fibre reinforced composites. In: Jones, F.R.: Handbook of polymer-fibre composites. Longman scientific and technical, 1994
- [82] Olver, A.D.: Radiation from apertures. In: Olver, A.D.; Clarricoats, P.J.B.; Kishk, A.A.; Shafai, L.: Microwave horns and feeds. IEE Electromagnetic waves series. 1982
- [83] Zoughi, R.; Lai, J.; Munoz, K.: A brief review of microwave testing of stratified composite structures: a comparison between plane wave and near field approaches. *Materials Evaluation* 60 (2002), S. 171-177
- [84] Bois, K.J.; Benally, A.D.; Zoughi, R.: Multimode solution for the reflection properties of an open-ended rectangular waveguide radiating into a dielectric half-space: the forward and inverse problems. *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement* 48 (1999), 6, S. 1131-1140
- [85] Encinar, J. A.; Rebollar, J. M.: Convergence of numerical solutions of open-ended waveguide by modal analysis and hybrid modal-spectral techniques. *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques* 34 (1986), 7, S. 809-814
- [86] Chang, C.W.; Chen, K.M.; Qian, J.: Nondestructive determination of electromagnetic parameters of dielectric materials at X-band frequencies using a waveguide probe system. *IEEE Transactions on instrumentation and measurement* 46 (1997), 5, S. 1084-1092
- [87] Crowell, W.F.; Rudduck, R.C.; Hatcher, D.M.: The admittance of a rectangular waveguide radiating into a dielectric slab. *IEEE Transactions on Antennas and Propagation* 15 (1967), 5, S. 627-633

- [88] Fox, A.G.; Li, T.: Resonant modes in a maser interferometer. The Bell System Technical Journal 40 (1961), S. 453-488
- [89] Weber, H.; Herziger, G.: Laser - Grundlagen und Anwendungen. Weinheim: Physik Verlag, 1972
- [90] Bergmann, L.; Schaefer, C., Gobrecht, H.: Elektrizität und Magnetismus, 2. Auflage, Lehrbuch der Experimentalphysik. Band 2, 1987
- [91] Becker, R.; Sauter, F.: Theorie der Elektrizität. Band 1, Stuttgart: B.G. Teubner, 1973
- [92] Ishimaru, A.: Electromagnetic wave propagation, radiation, and scattering. Prentice Hall, Englewood Cliffs, N.J., 1991
- [93] Stratton, J. A.: Electromagnetic theory. London: McGraw-Hill, 1941
- [94] van de Hulst, H.C.: Light scattering by small particles. New York: Wiley, 1957
- [95] Sihvola, A.: Electromagnetic mixing formulas and applications. London: Institution of Electrical Engineers, 1999
- [96] Stille, U.: Der Entmagnetisierungsfaktor und Entelektrisierungsfaktor für Rotationsellipsoide. Archiv für Elektrotechnik 38 (1944), 3/4, S. 91-101
- [97] Stoner, E.C.: The demagnetizing factors for ellipsoids. The London, Edinburgh, and Dublin philosophical magazine and journal of science 36 (1945), 7, S. 803-821
- [98] Osborn, J.A.: Demagnetizing factors of the general ellipsoid. Physical Review 67 (1945), 11/12, S. 351-357
- [99] Bohren, C.F.; Huffman, D.R.: Absorption and scattering of light by small particles. New York: Wiley, 1998
- [100] Michaeli, W.; Wegener, M.: Einführung in die Technologie der Faserverbundwerkstoffe. München, Wien: Carl Hanser Verlag, 1989
- [101] Kerker, M.: The scattering of light and other electromagnetic radiation. London: Academic Press New York, 1969
- [102] Advani, S.G.; Tucker, C.L.: The use of tensors to describe and predict fiber orientation in short fiber composites. Journal of rheology 31 (1987), 8, S. 751-784
- [103] Dietzel, A.; Deeg, E.: Erkennung und Messung von Anisotropien in undurchsichtigen, schlecht leitenden Stoffen. Berichte der Deutschen Keramischen Gesellschaft 31 (1954), 12
- [104] Auld, B.A.: Acoustic fields and waves in solids. New York: John Wiley & Sons, 1974
- [105] Predak, S.; Solodov, I.: Untersuchungen an kurzfaserverstärkten Kunststoffen mit Mikrowellen- und Ultraschallverfahren. Sprint Druck Stuttgart, In: Fritz, H.G.; Eisenbach, C.D.: Beiträge zum 19. Stuttgarter Kunststoff-Kolloquium 2005, Vortrag 5/V1
- [106] Macosko, C.W.: RIM: Fundamentals of reaction injection molding. München, Wien, New York: Carl Hanser Verlag, 1989
- [107] Boden, H.; Schulte, K.: Verfahrenstechnik der PUR-Herstellung. In: Oertel, G.: Polyurethane Kunststoff Handbuch 7, München, Wien: Carl Hanser Verlag, 1993
- [108] Haberstroh, E.; Bister, H.; Vöhringer, M.; Busse, G.; Predak, S.; Ehbing, H.; Weibelhaus, K.: Vorhersage der Faserorientierung und der mechanischen Eigenschaften kurzfaserverstärkter PUR-Bauteile. Zeitschrift Kunststofftechnik / Journal of plastics technology 1 (2006), S. 1-21
- [109] Gerhard, H.; Hölig, F.; Finn, R.: Optical methods. In: Busse, G.; Kröplin, B.; Wittel,

F.: Damage and its evolution in fiber reinforced materials: Simulation and non-destructive testing. Book on demand, 2006

[110] Predak, S.; Lütze, S.; Zweschper, T.; Stößel, R.; Busse, G.: Vergleichende zerstörungsfreie Charakterisierung. Materialprüfung 44 (2002), S. 14

[111] Solodov, I.; Pfeleiderer, K.; Gerhard, H.; Predak, S. Busse, G: New opportunities for NDE with air-coupled ultrasound. NDT & E International 39 (2006), 3, S. 176-183

[112] Bullinger, O.: Röntgenrefraktometrie für die zerstörungsfreie Charakterisierung nichtmetallischer Werkstoffe - Möglichkeiten und Grenzen. Universität Stuttgart, Fakultät Maschinenbau, Dissertation 2005

[113] Zheng, Y.; Maev, R.; Solodov, I.Y.: Nonlinear acoustic applications for material characterization: A review. Can. J. Phys. 77 (1999), S. 927-967

[114] Schlatterer, N.: Zerstörungsfreie Charakterisierung kurzglasfaserverstärkter Polymere während des Zugversuchs. Diplomarbeit am Institut für Kunststoffprüfung und Kunststoffkunde der Universität Stuttgart 2006

[115] Predak, S.; Busse, G.: Anisotropiemessung mit Mikrowellen zur Material- und Schädigungscharakterisierung kurzfaserverstärkter Polymerwerkstoffe. DGZfP Berichtsband 75-CD. Jahrestagung 2001 Berlin, P46

[116] Ida, N.: Microwave NDT. Developments in electromagnetic theory and application. Kluwer Academic Press, 1992

[117] Hecht, E.: Optik. Addison-Wesley, 1989

[118] Cheng, D.K.: Field and wave electromagnetics. Reading, Menlo Park, New York: Addison-Wesley, 2. Auflage, 1990

[119] Meyer, E.; Pottel R.: Physikalische Grundlagen der Hochfrequenztechnik. Braunschweig: Vieweg, 1969

[120] Jackson, J.D.: Klassische Elektrodynamik. de Gruyter, 2. Auflage, 1982

[121] Collin, R.E.: Field theory of guided waves. New York: McGraw-Hill, 1960

[122] Lipson, S.G.; Lipson, H.S.; Tannhauser, D.S.: Optik. Berlin, Heidelberg: Springer, 1997



## Lebenslauf

Name: Sabine Predak

Geburtstag 25.01.1969

Geburtsort Hofgeismar

08/75 – 07/79 Mittelpunktschule Liebenau

08/79 – 07/85 Gustav-Heinemann-Schule Hofgeismar;  
Gymnasialzweig der Gesamtschule

08/85 – 06/88 Albert-Schweitzer-Schule Hofgeismar;  
Gymnasiale Oberstufe

06/88 Allgemeine Hochschulreife

10/88 – 10/94 Studium der Physik, Georg-August-Universität Göttingen

10/94 Diplom in Physik

08/96 – 04/99 innovaTec Energiesysteme GmbH, Friedland

seit 04/99 Wissenschaftliche Angestellte an der Universität Stuttgart  
Institut für Kunststofftechnik, Zerstörungsfreie Prüfung