Untersuchung von Transport- und Schädigungsprozessen mittels lokal angeregter aktiver Thermografie

Andrea HARRER*, Daniel NIES*, Robert PULZ*, Guram KERVALISHVILI*,
Birgit REHMER*, Ina STEPHAN*, Christiane MAIERHOFER*
*BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung
Unter den Eichen 87, 12205 Berlin

Kurzfassung. Als schnelles und berührungsfreies Messverfahren kann die aktive Thermografie auch in-situ eingesetzt werden, d.h. während sich Materialeigenschaften aufgrund direkter oder indirekter Einflüsse ändern.
In diesem Beitrag stellen wir die Methode der aktiven Thermografie mittels lokaler Laseranregung und deren Anwendung auf unterschiedliche Materialien wie Holz, Sandstein und Keramiken vor. Mit der im Folgenden beschriebenen Methode wurden der Einfluss von Holzschutzmitteln auf die thermischen Eigenschaften von Holz, Feuchtetransportprozesse in Naturstein sowie die thermischen Eigenschaften von Siliziumcarbid unterschiedlicher Dicke und von Hochtemperaturkeramiken nach zunehmender thermischer Belastung in-situ untersucht.
Experimentelle Ergebnisse werden u. a. im Vergleich mit numerischen Simulationen vorgestellt.

1 Einleitung

Für die Beurteilung der sicheren und umweltverträglichen Verwendung von Materialien und des sicheren Betriebs von technischen Systemen, Anlagen und Prozessen spielt das Verständnis von Schädigungs- und Transportprozessen in diesen Materialien eine große Rolle. Bisherige Verfahren ermöglichen häufig nur eine Momentaufnahme des Zustands und müssen daher wiederholt eingesetzt werden, erfordern eine aufwändige Probenpräparation oder treffen keine quantitativen Aussagen z. B. über den Ort und das Ausmaß von Schädigungen.
In diesem Beitrag wird die Entwicklung eines Verfahrens zur zeit- und ortsaufgelösten in-situ und Echtzeit-Visualisierung von Transport- und Schädigungsprozessen für Anwendungen in Industrie und Umwelt vorgestellt. Als berührungsloses und zerstörungsfreies Prüfverfahren eignet sich dazu besonders die aktive Thermografie [1, 2].
Das hier eingesetzte Verfahrensprinzip beruht u. a. auf der thermisch ortsaufgelösten Anregung der zu untersuchenden Bauteile oder Materialproben mit einem Infrarot(IR)-Laser (Nd:YAG, 1064 nm) [3]. Punktförmige, linienförmige oder andere geometrische Figuren werden über entsprechende Optiken und Scanner auf die Oberfläche projiziert. Während und nach dem Erwärmen wird das Abkühlungsverhalten und damit der laterale Wärmetransport, der zu einer Verbreiterung dieser Figuren führt, orts- und zeitaufgelöst mit einer IR-Kamera erfasst. Damit können sowohl thermische Materialeigenschaften als auch strukturelle Veränderungen im oberflächennahen Bereich nachgewiesen werden. Risse und andere Inhomogenitäten behindern den Wärmetransport und erscheinen auf der Oberfläche

Lizenz: http://creativecommons.org/licenses/by/3.0/de

als Temperaturgradient. Transportprozesse, wie z. B. kapillar aufgenommenes Wasser, führen zu einer Überlagerung der Wärmediffusion und beeinflussen ebenfalls das Temperaturprofil.
Nachfolgend werden in-situ Untersuchungen an Holz, mineralischen Baustoffen und Keramiken vorgestellt.

2 Experimente

2.1 Experimenteller Aufbau

Die vorgestellten Experimente wurden in der in Abbildung 1 dargestellten Thermoschockanlage durchgeführt [4]. Diese besteht aus einer Probenkammer, in der sich unterschiedliche Umgebungsbedingungen (Vakuum, verschiedene Gase) einstellen lassen. Die Probenerwärmung erfolgt mit einem Nd:YAG-Laser (1064 nm) mit einem Strahldurchmesser von 1 mm und einer regelbaren Ausgangsleistung von 10 bis 1000 W. Der Laserspot kann innerhalb einer 24 mm x 24 mm großen Fläche gerastert werden. Die Temperaturverteilung auf den untersuchten Proben wird mit einer InSb Focal Plane Array (FPA) IR-Kamera mit einer Vollbildwiederholrate von 120 Hz und einer Teilbildwiederholrate bis zu 500 Hz erfasst. Je nach Probentemperatur wird der Messbereich über die Integrationszeit der Detektoren und über IR-Filter angepasst.

Abbildung 1 Thermoschockanlage mit Probenkammer, Nd:YAG-Laser und IR-Kamera.

2.2 Untersuchungen an mit Holzschutzmittel behandeltem Holz

Quaderförmige Prüfkörper aus der Kiefernsplintholz mit den Maßen 5 cm x 2.5 cm x 1.5 cm, s. Abbildung 2, wurden mit Holzschutzmittel unterschiedlicher Konzentration behandelt, vgl. [5], Abschnitt 7.2. Der Wirkstoff bestand zu 50 % aus Kupfersulfat, zu 48 % aus Kaliumdichromat und zu 2 % aus Chromtrioxid. Im Folgenden wird der Wirkstoff mit CC abgekürzt.

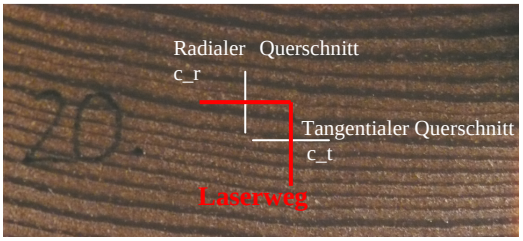

Abbildung 2 Splintholz der Kiefer, behandelt mit Holzschutzmittel.

Der Einfluss der Konzentration des Holzschutzmittels auf das thermische Verhalten der Proben und seine zeitliche Entwicklung nach der Behandlung wurden untersucht. Für jede

der fünf gewählten Konzentration (Wasser (0 %) als Referenz, 0.6 %, 1.5 %, 2.2 % und 4 %) wurden Messreihen durchgeführt. Jeweils sechs Prüfkörper wurden pro Konzentration parallel gemessen, um den statistischen Messfehler zu erfassen. Insgesamt wurden pro Prüfkörper 16 Messungen an unterschiedlichen Stellen des Prüfkörpers während eines Monats nach Behandlung mit dem Holzschutzmittel durchgeführt. Vor jeder Messung wurden die Prüfkörper gewogen, um ihren Feuchtegehalt zu bestimmen. Zwischen zwei Messtagen wurden sie in Folie in einer Klimakammer gelagert, um den Trocknungsprozess weitgehend zu verhindern. Die Prüfkörper wurden mit dem Nd:YAG-Laser angeregt, welcher L-förmig über ihre Oberfläche gescannt wurde, um sowohl tangentiale als auch radiale thermische Anregung bezogen auf die Jahresringe zu erzielen, s. Abbildungen 2 und 4. Die Laserleistung betrug 10 W, die Weglänge des Scans 16 mm und die Dauer des Scans 5 s.

2.3 Beobachtung des kapillaren Feuchtetransportes in Sandstein

Zur in-situ-Untersuchung des kapillaren Feuchtetransports in Postaer Sandstein (Gesamtporosität 15.5 %, Dichte 1.8 g/cm^3) wurde die Probe in einen feuchten Schwamm eingesteckt, der als Wasserreservoir diente. Dieser Aufbau wurde in der Thermoschockanlage positioniert. Während des Saugvorgangs wurde der Laser senkrecht zum Feuchtetransportweg gerastert, s. Abbildung 3. Dabei betrug die Laserleistung 30 W, die Weglänge des Scans 15 mm und die Dauer des Scans 5 s. Die Laserscans wurden zu unterschiedlichen Zeiten nach dem Kontakt der Probe mit dem Schwamm aufgenommen.

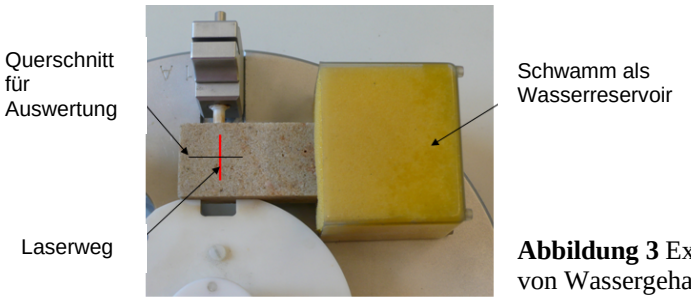

Abbildung 3 Experimenteller Aufbau zur Untersuchung von Wassergehalt und -transport in Sandstein.

2.4 Untersuchung an Keramiken

2.4.1 Dickenmessung

Zur Bestimmung der Dicke von Siliziumcarbid (SiC) wurden 20 mm x 20 mm große Proben mit unterschiedlichen Dicken lokal mit dem Laser angeregt.

2.4.2 Untersuchung vorgeschädigter Keramiken

Zur Untersuchung von Rissen wurde eine scheibenförmige Al_2O_3 Probe mit einem Durchmesser von 20 mm und einer Dicke von 0.3 mm in der Thermoschockanlage bei einer Temperatur von 530 °C vorgeschädigt. Anschließend erfolgte eine lokale Erwärmung mit einem mittig positionierten Laserspot für eine Dauer von 1 s, die Laserleistung betrug dabei 100 W. Die Verteilung der Wärmestrahlung wurde mit der eingebauten IR-Kamera mit einer Aufnahmefrequenz von 50 Hz durchgeführt.

3 Ergebnisse und Diskussion

3.1 Holz mit Holzschutzmittel

Abbildung 4 zeigt ein Thermogramm am Ende der Laseranregung. Der Scan verläuft von rechts unten nach links oben. Die Abstrahlung ist in Digits angegeben, da eine Temperatur-kalibrierung bei feuchten Proben sehr schwer durchführbar ist, weil die Proben während der Kalibrierung zu stark abtrocknen.

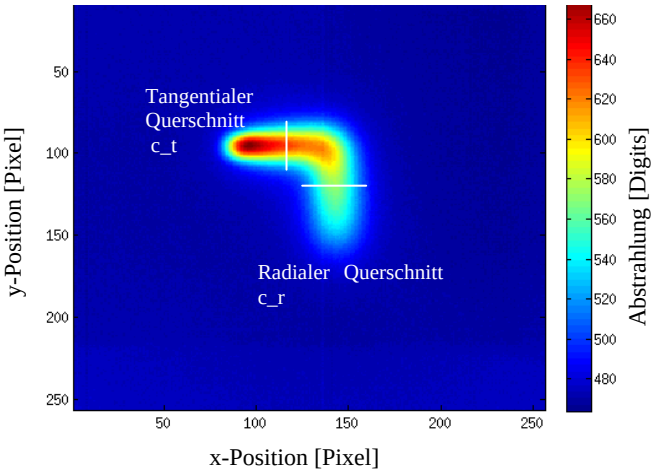

Abbildung 4 L-förmige Anregung der Probe, 1 Pixel ≈ 0.12 mm.

Abbildung 5 zeigt die thermische Abstrahlung in der Mitte der Schenkel des L-förmigen Laserwegs 0.25 s nach der Laseranregung. “Radial” oder “c_r” bedeutet im Folgenden, dass der Querschnitt zur Auswertung senkrecht zu den Jahrringen gemacht wurde, “tangential” oder “c_t” bedeutet, dass der Querschnitt parallel zu den Jahrringen gemacht wurde, s. auch Abbildungen 2 und 4.

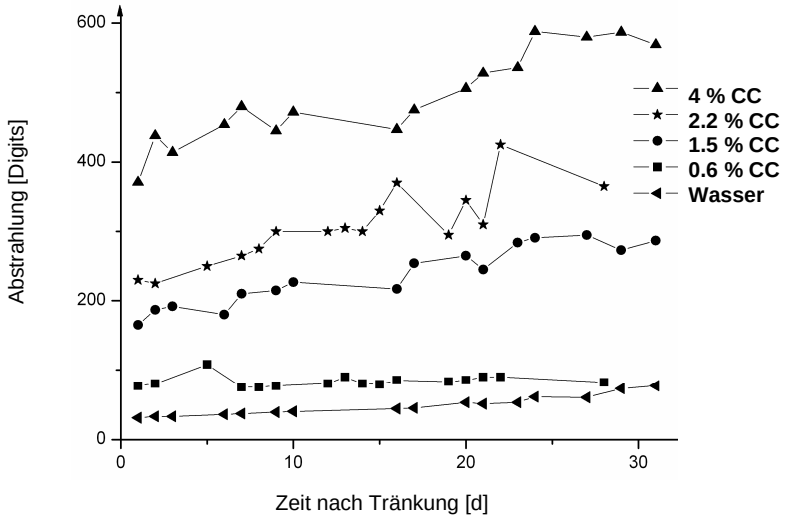

Abbildung 5 Thermische Abstrahlung, Spitzenwert entlang c_r, 0.25 s nach Laseranregung, in Abhängigkeit von der Zeit nach Behandlung mit Holzschutzmittel für unterschiedliche Konzentrationen.

Aus Abbildung 5 können folgende Rückschlüsse gezogen werden:

- Eine höhere Konzentration des Holzschutzmittels führt zu einer höheren Abstrahlung, was auf die größere Absorption der Laserwellenlänge zurückzuführen ist. Die Emissivität bei Raumtemperatur bei der Kamerawellenlänge zeigte sich als unabhängig von der Konzentration des Holzschutzmittels.
- Die Abstrahlung nimmt mit der Zeit nach der Behandlung zu. Dies lässt sich auf den Trocknungsprozess der Proben zurückführen, der trotz Lagerung in Folie stattfindet.

Abbildung 6 zeigt die Abhängigkeit der thermischen Abstrahlung 0.25 s nach Laseranregung vom Feuchtegehalt der Prüfkörper. Hier wurde der Mittelwert der beiden Spitzenwerte entlang c_t und c_r aufgetragen.

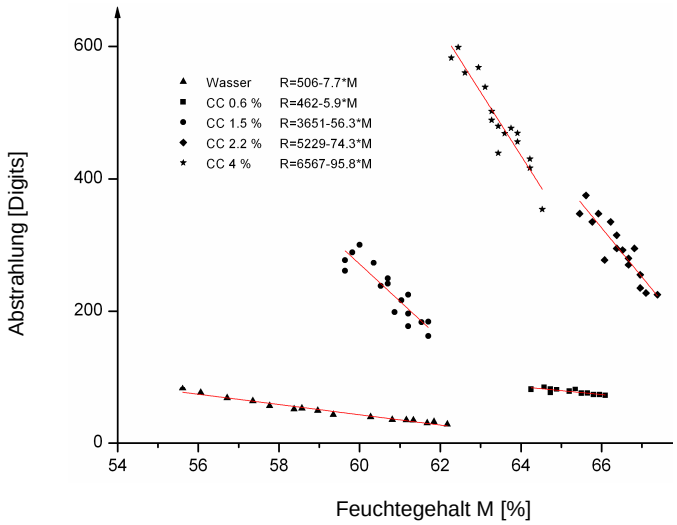

Abbildung 6 Thermische Abstrahlung, 0.25 s nach Laseranregung, in Abhängigkeit vom Feuchtegehalt für verschiedene Konzentrationen des Holzschutzmittels, Symbole entsprechen den Messwerten, die Geraden der linearen Regression.

Die thermische Abstrahlung ist für CC 4 % für alle Feuchtegehalte 1.3 Mal höher als für CC 2.2 %, 1.7 mal höher als für CC 1.5 % und 125 mal höher als für die mit Wasser getränkten Proben. Das heißt, dass der Einfluss des Feuchtegehalts für alle Konzentrationen gleich ist und die Absorption der Laserwellenlänge sich im untersuchten Feuchtegehalts-bereich nicht ändert.
Ein weiterer Gegenstand der Untersuchungen war die Wärmeausbreitung, welche durch die Auswertung der Peakverbreiterung der Querschnitte quantifiziert werden kann.
Eine Möglichkeit, die Temperaturleitfähigkeit zu bestimmen, ist bei Cernuschi et al. [6] beschrieben. Die Temperaturverteilung nach einer instantan angenommenen gaußförmigen Wärmeanregung kann folgendermaßen beschrieben werden:

$$T(r,t) = f(t) \cdot \exp(-\frac{2r^2}{R^2 + 8\alpha t}) \qquad (1)$$

wobei r der Abstand vom Zentrum der Anregung ist, R der Radius der Anregung und α die Temperaturleitfähigkeit. Die Temperaturverteilung zum Zeitpunkt t kann durch eine Gaußfunktion angepasst werden:

$$g(x) = const. \cdot \exp(-\frac{x^2}{2\sigma^2})$$

Daraus folgt:

$$\sigma^2 = \frac{R^2 + 8\alpha t}{4} \ , \qquad (2)$$

d.h. die Temperaturleitfähigkeit entspricht der halben Steigung im σ^2-t-Diagramm.
Diese Auswertung ist in Abbildung 7 für radiale und tangentiale Querschnitte für CC 4% am 6. und 20. Tag nach der Behandlung mit Holzschutzmittel gezeigt.

Durch das Fehlen einer Temperaturkalibrierung kann die Temperaturleitfähigkeit nicht genau bestimmt werden. Aber es ist deutlich zu erkennen, dass die radiale Temperaturleitfähigkeit höher ist als die tangentiale, was auch in der Literatur zu finden ist [7]. Außerdem ändert sie sich nicht mit der Zeit nach Behandlung mit dem Holzschutzmittel. Es zeigte sich zudem, dass die Konzentration des Holzschutzmittels keinen Einfluss auf die Temperaturleitfähigkeit hat.

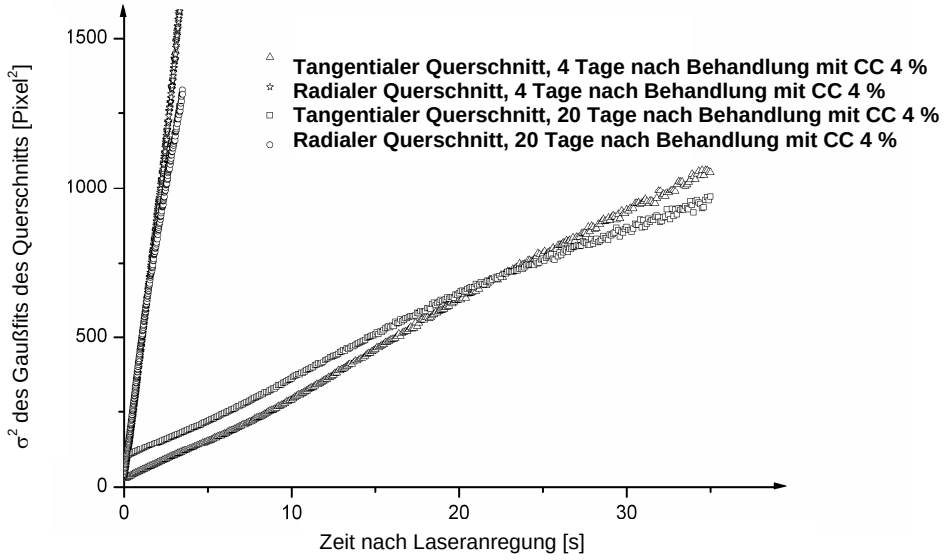

Abbildung 7 σ^2 des Gaußfits aufgetragen über der Zeit nach der Laseranregung.

3.2 Kapillarer Feuchtetransport in Sandstein

Die drei Diagramme in Abbildung 8 zeigen die Abstrahlung in Digits in Abhängigkeit von der Position in Pixel. Die Querschnitte wurden wie in Abbildung 3 gezeigt ausgewertet.
Der Parameter *t* in den Diagrammen bezieht sich auf die Zeit, wie lange der Sandstein schon in Kontakt mit dem Wasserreservoir war (t_1: 40 s, t_2: 80 s, t_3: 140 s). Die Geschwindigkeit des Saugprozesses betrug ca. 0.2 mm/s, so dass die Position des Laser-scans nach ca. 125 s vom Wasser erreicht wurde. 1 s vor, während und 1 s nach der Laseranregung erfolgten die Messungen mit der IR-Kamera.
Abbildung 8 a) zeigt die Intensitätsverteilung vor der Laseranregung. Mit zunehmender Durchfeuchtung nimmt die Strahlungsintensität leicht ab, was u. a. auf eine geringfügige Temperaturerniedrigung durch Verdunstung des Wassers und auf eine höhere Wärmekapazität zurückgeführt werden kann.
Die Strahlungsintensitäten während der Anregung und 1 s danach zeigen Abbildungen 8 b) und 8 c). Auch hier sind die Intensitäten bei höherem Feuchtegehalt geringer. Die Halbwertsbreiten der annähernd gaußförmigen Profile sind in Abbildung 8 c) zu den Zeiten t_2 und t_3 geringfügig breiter als für t_1, was auf eine leicht erhöhte Temperaturleitfähigkeit bedingt durch die höhere Feuchte zurückgeführt werden kann.

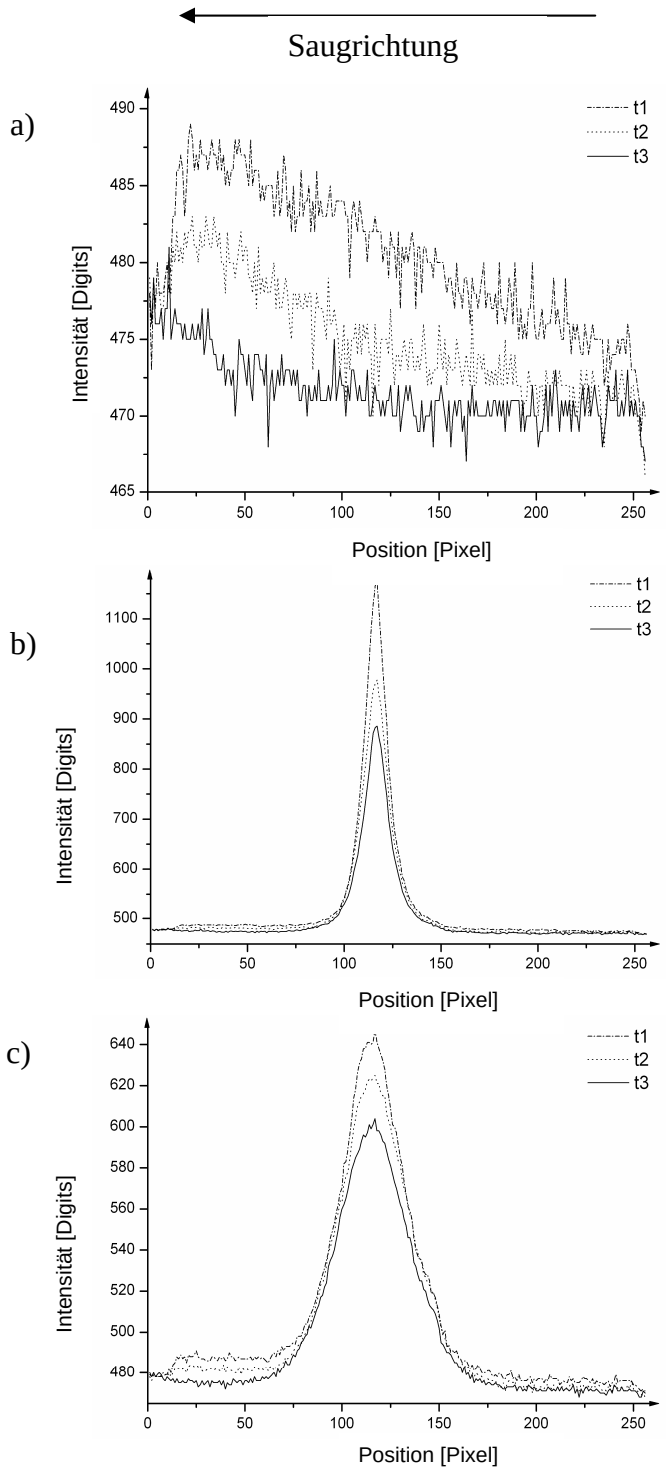

Abbildung 8 Verteilung der Strahlungsintensität (Profil) in der Mitte der Laserlinie zu den Zeiten t_1, t_2 und t_3 mit unterschiedlicher Durchfeuchtung. Profil a) 1 s vor, b) während, c) 1 s nach der Laseranregung.

3.3 Keramik

3.31 Dickenbestimmung an Siliziumcarbid (SiC)

Abbildung 9 zeigt die Oberflächentemperatur der Probe am Punkt des Laserspots in Abhängigkeit von der Zeit. Sowohl Anregung als auch Abkühlung betrugen 1 s. Als Vergleich zu den experimentellen Daten sind die Resultate einer COMSOL Simulation gezeigt.

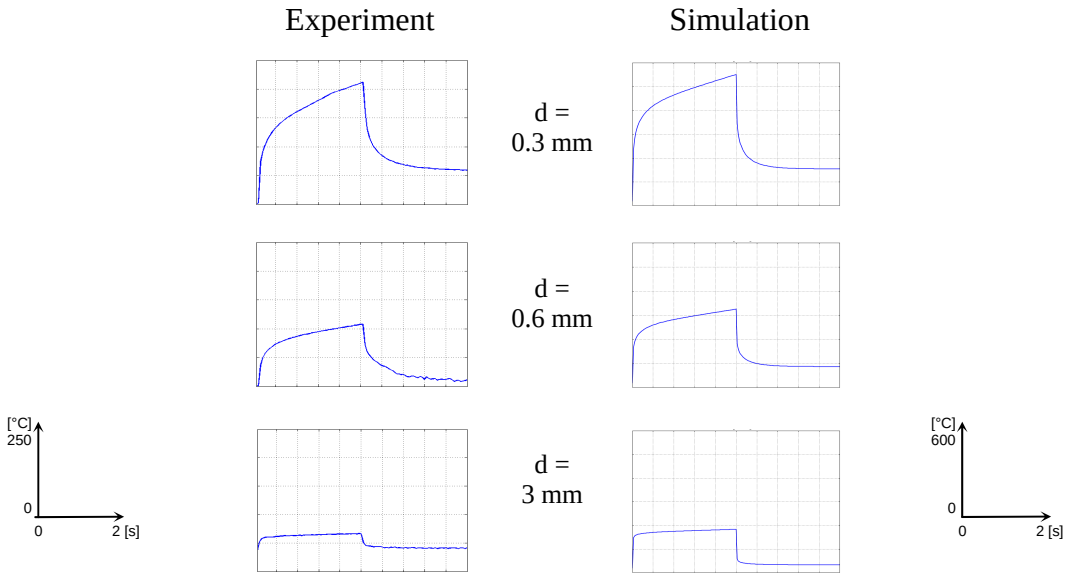

Abbildung 9 Vergleich zwischen Experiment und Simulation: Oberflächentemperatur am Punkt des Laserspots in Abhängigkeit von der Zeit für verschiedene Dicken von SiC.

Die Ergebnisse zeigen, dass die Kurvenformen in Experiment und Simulation übereinstimmen. Ein Unterschied besteht nur im Absolutwert der Temperatur. Dieser ergibt sich durch die Unsicherheit in der Kalibrierung des Experiments und der Vernachlässigung der Abstrahlung in der Simulation. Dennoch sind diese ersten Ergebnisse vielversprechend: auf der einen Seite ist eine Dickenmessung mit dieser Methode möglich, auf der anderen Seite könnten nach Anpassung der Simulation an das Experiment auf diese Weise auch thermische Eigenschaften von unbekannten Materialien ermittelt werden.

3.32 Visualisierung von Rissen in Aluminiumoxid (Al_2O_3)

Abbildung 10 zeigt ein Photo und ein Thermogramm (Darstellung der Verteilung der Strahlungsintensitäten in w. E.) direkt nach der Erwärmung einer durch Thermoschock vorgeschädigten Al_2O_3-Probe. Der Verlauf der Risse ist klar zu erkennen.

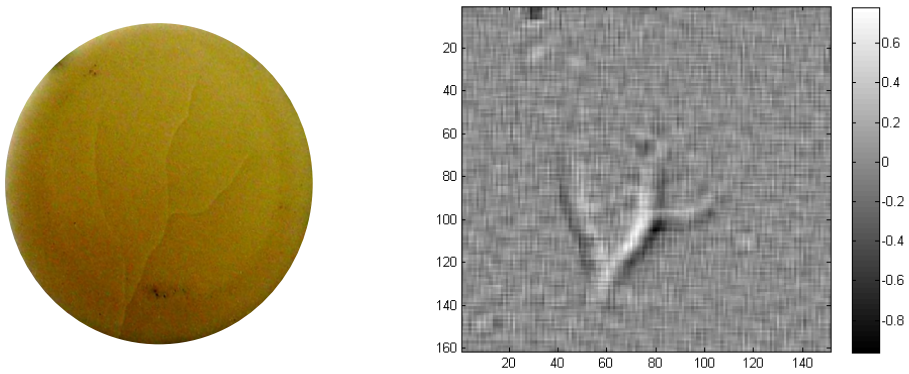

Abbildung 10 Thermogramm einer vorgeschädigten Al_2O_3-Probe nach Laserspotanregung (Grauwertskala in w. E.).

4 Zusammenfassung

Die zerstörungsfreie und berührungslose Methode der aktiven Laserthermografie ist anwendbar auf unterschiedliche Probleme und Materialien. Drei Experimente wurden hier präsentiert:

- Mit Holzschutzmitteln behandeltes Kiefernholz wurde untersucht. Die unterschiedlichen Konzentrationen des Holzschutzmittels konnten durch die unterschiedliche Laserabsorption nachgewiesen werden. Feuchtigkeit hatte für alle Konzentrationen denselben Einfluss. Es wurde festgestellt, dass die Temperaturleitfähigkeit in radialer Richtung höher als in tangentialer Richtung ist (bezogen auf die Jahrringe des Holzes).
- Erste Ergebnisse der Versuche zur Laseranregung von Sandstein während des kapillaren Wassertransportes zeigen die Anwendbarkeit der Methode zur Untersuchung des Feuchtegehalts von Baumaterialien. Die Temperaturleitfähigkeit erhöhte sich mit steigendem Feuchtegehalt.
- An Keramiken erwies sich die aktive Laserthermografie als geeignet zur Dickenbestimmung und zur Visualisierung von Schädigungen. Simulation und Experiment zur Dickenbestimmung von Siliziumcarbid stimmten im Wesentlichen überein, durch Thermoschock induzierte Schädigungen in Aluminiumoxid konnten sehr gut visualisiert werden.

5 Danksagung

Die vorgestellten Untersuchungen wurden durch die Innovationsoffensive BAM im Rahmen des Projektes „Visualisierung von Schädigungs- und Transportprozessen mit aktiver Thermografie“ gefördert.

6 Referenzen

[1] Maldague, X.P.V.: Theory and Practice of Infrared Technology for Nondestructive Testing. New York: John Wiley and Sons Inc., 2001

[2] Maierhofer, Ch.: Non-destructive testing of concrete material properties and concrete structures. Cement and Concrete Composites, Vol. 28/4, 2006

[3] Schlichting, J. et al.: Imaging cracks by Laser Excited Thermography. In: Proceedings of 36th Annual Review of Progress in Quantitative Non-destructive Evaluation, QNDE 2009

[4] Rehmer, B. et al.: Effect of Testing Conditions on Thermal Shock Resistance of Advanced Ceramics. In: Proceedings of Materials Science and Engineering, Nürnberg, 2008

[5] CEN European Committee for Standardization: Field test method for determining the relative protective effectiveness of a wood preservative in ground contact. European Standard EN 252, 1989.

[6] F. Cernuschi et al.: Thermal diffusivity measurements by photothermal and thermographic techniques. International Journal of Thermophysics, Vol. 25, 2004

[7] G. Leon et al.: Thermal characterization of pine wood by photoacoustic and photothermal techniques. Holz als Roh- und Werkstoff, Vol. 58, 2000