



Handlungsempfehlungen zur Faserlängenmessung nach SKZ-Standard



Dokumentenstand: 2025-04

Autor: Manfred Popp (m.popp@skz.de)

Dieses Dokument kann von unserer Webseite <u>www.skz.de</u>, zusammen mit weiterem Begleitmaterial, kostenlos heruntergeladen werden und darf in unveränderter Form frei weitergegeben werden



Inhalt

1.	Einle	eitung	3
2.	Gült	igkeitsbereich	3
3.	Vora	aussetzungen	3
4.	Abla	uf	4
Z	l.1.	Probenentnahme	4
Z	1.2.	Veraschung	4
Z	1.3.	Probenaufbereitung	5
Z	1.4.	Bilderfassung	6
Z	1.5.	Auswertung	7



1. <u>Einleitung</u>

Der Inhalt dieses Leitfadens wurde am SKZ im Rahmen eines Industrieprojektes in Zusammenarbeit mit mehreren namhaften Partnern aus den Bereichen der Rohstoffherstellung, Compoundierung, Maschinentechnik und Formteilherstellung erarbeitet. Er soll Ihnen dabei helfen, zu möglichst exakten und wiederholbaren Ergebnissen zu kommen. Insbesondere soll dadurch auch die bisher nur eingeschränkt mögliche Vergleichbarkeit zwischen den Analysen unterschiedlicher Anbieter verbessert werden. Der Leitfaden enthält dazu eine gemeinsame Basis wissenschaftlich fundierter und abgesicherter Methoden bei der Aufbereitung und Auswertung der Proben.

2. <u>Gültigkeitsbereich</u>

Die folgenden Empfehlungen gelten für Glasfasern mit einem Längenbereich bis ca. 5 mm (90%-Quantile des Längenanteils). Nochmals deutlich längere Fasern verlangen Anpassungen bei der Vorgehensweise zur Dispergierung und generell größere Gefäße, auch beim Scannen. Ebenso fehlen bisher vergleichbare Untersuchungen zu den richtigen Vorgehensweisen bei der Analyse von Carbonfasern. Viele Aussagen sollten sich jedoch übertragen lassen, allerdings ohne Gewähr.

3. Voraussetzungen

Einige Erkenntnisse aus dem Projekt erforderten Maßnahmen an den Algorithmen zur Aufbereitung und Analyse der Faserbilder. Diese wurden in der am SKZ entwickelten Software FiVer ab der Version 2.00 eingeführt. Ältere Programmversionen sowie andere Hilfsprogramme zur Faserlängenbestimmung (z.B. durch Ausmessen von Mikroskopiebildern) können daher nicht alle der folgenden Empfehlungen vollständig umsetzen. In der Folge wären Abweichungen unbekannter Höhe bezüglich der Ergebnisse zu erwarten.

Als Ausstattung sind folgende Geräte und Hilfsmittel empfohlen:

- Muffelofen zur Veraschung mit einer Maximaltemperatur von mindestens 625 °C
- Bechergläser 1000 ml für Kurzfasern. Für große Probenmengen und lange Fasern sind größere Behälter bis 5000 ml unbedingt zu empfehlen
- Salbenkruken (auch Salbendosen oder Apothekerdöschen genannt) mit 60-65 ml Inhalt als Schöpfbehälter
- Ultraschallbad in passender Größe für die Bechergläser (mind. 30% Eintauchtiefe empfohlen)
- Glatte Rührstäbe aus Glas, Edelstahl oder Kunststoff
- Eckige Einweg-Petrischalen 120 x 120 mm² aus Polystyrol. Für Kurzfasern reichen alternativ auch die üblicheren runden Petrischalen aus, wenn der Scanausschnitt angepasst wird



- Flachbettscanner Epson Perfection V800 oder V850 mit der zugehörigen Herstellersoftware Epson Scan
- Scannerauflage zur Positionierung der Petrischalen auf der Scannerscheibe (optional)

4. <u>Ablauf</u>

4.1. Probenentnahme

Die Veraschung eines kompletten Bauteils führt meist zu Fasermengen, die kaum mehr in normalen Behältergrößen in Wasser zu dispergieren sind. Es ist daher sinnvoll, bereits vor der Veraschung passende Ausschnitte aus dem Formteil zu entnehmen. Dabei kommen mechanische Bearbeitungsschritte wie Sägen, Schneiden oder Brechen zum Einsatz, bei denen auch Fasern zerteilt werden. Diese tauchen folglich nicht mehr in ihrer vollen Länge in der Auswertung auf. Damit deren Anteil das Ergebnis nicht verfälscht, sollten die Abmessungen mindestens das 5-Fache der längsten zu erwartenden Fasern betragen. Ausgenommen davon sind alle Abmessungen, die durch den Herstellprozess selbst erzeugt werden und in einer Größenordnung liegen, die keine weitere Bearbeitung verlangt. Hierzu gehört üblicherweise die Wanddicke bei spritzgegossenen oder gepressten Bauteilen.

<u>Hinweis:</u> Wenn im Folgenden von den längsten Fasern als Eigenschaft einer Probe gesprochen wird, dann ist damit die größte Faserlänge gemeint, die noch von einer nennenswerten Anzahl Fasern erreicht wird. Einzelne Fasern können diese durchaus noch übertreffen. Ein gutes Kriterium hierfür ist die 90%-Quantile des Faserlängenanteils (bei dieser Länge sind 90% der gesamten aufsummierten Faserlänge in der Probe erreicht). Falls Sie diese im Vorfeld nicht kennen und die mögliche Faserlänge z.B. aus der Granulatgröße oder anderen Hilfsgrößen abschätzen müssen, kommen Sie oft auf zu hohe Werte. Damit sind Sie im Zweifelsfall aber immer auf der sicheren Seite.

4.2. Veraschung

Wir konnten bei der Veraschung keine zusätzliche Faserschädigung feststellen, wenn die kalten Proben direkt in den heißen Ofen gegeben werden oder noch heiß aus diesem entnommen werden. Wir geben daher, ähnlich wie viele Normen, keinen expliziten Temperaturverlauf vor.

Dies hat jedoch eine Grenze bei mikrowellenunterstützten Muffelöfen, die eine extreme Heizleistung auf einen kleinen Probenraum konzentrieren. Wird hier die volle Leistung ausgeschöpft, kann die exotherme Verbrennung des Polymers so heftig sein, dass Fasern zerstört werden. In diesem Fall sollten Aufheiz- und Abkühlrampen auf maximal 20 K/min begrenzt und die Probe nicht erst bei der Endtemperatur zugegeben werden.

Generell empfehlen wir, mit Rücksicht auf die Unfallgefahr durch die Hitzeentwicklung, brechende Tiegel (Thermoschock) und im Extremfall sogar Verpuffungen, die Bestückung und Leerung des Ofens



bei einer geringeren Temperatur im Bereich von 300-400 °C vorzunehmen, mit einer kurzen Aufheizbzw. Abkühlphase zur eigentlichen Veraschungstemperatur. Ob dies nötig ist, hängt jedoch auch von der individuellen Sicherheitsausstattung des Labors ab.

Als Veraschungstemperatur haben sich 625 ± 25 °C gut bewährt. Bei spritzgusstypischen Wanddicken bis 4 mm reicht hier meist schon eine Haltezeit von 30 min aus, um die Polymermatrix vollständig zu entfernen. Bei dickeren Teilen muss die Wirkungsdauer entsprechend verlängert werden.

4.3. <u>Probenaufbereitung</u>

Die folgende Methode basiert auf der gleichmäßigen Verteilung der Fasern durch die Dispergierung in Wasser. Diese erfolgt nicht von selbst, sondern muss durch manuelles Rühren und Ultraschall unterstützt werden.

Für die reproduzierbare Verdünnung der Ausgangsprobe auf die Faserkonzentration im Scan arbeiten wir mit einem Schöpfgefäß (60 ml Salbenkruke) als Hilfsmittel. Je nach Probeneinwaage und Gefäßgröße kann die Zielkonzentration von ca. 0,03 Gramm Fasern pro Liter Wasser entweder direkt oder über einen Zwischenschritt mit einem weiteren Gefäß erreicht werden.

Die genauen Mengenangaben können Sie sich von einem frei erhältlichen Verdünnungsassistenten für Ihren speziellen Fall berechnen lassen. Zusätzlich zeigen wir Ihnen in einem Anleitungsvideo ("30_FiVer Anleitungsvideo_Probenaufbereitung.mp4"), wie dieser zu verwenden ist und die praktischen Arbeitsschritte zur Verdünnung ausgeführt werden sollten.

Bei Becherglasgrößen bis 5 l lassen sich so Glasfasereinwaagen im Bereich von etwa 0,02 bis 5,00 g in folgenden Schritten scannen:

- Becherglas mit der vorgegebenen Wassermenge in das Ultraschallbad stellen
- Ultraschall anschalten und das Wasser zusätzlich mit einem Rührstab aufrühren
- Faserprobe zugeben und den Veraschungstiegel mit etwas Wasser ausspülen, um alle Fasern inkl. Staubanteile auszutragen
- Durch Weiterrühren dispergieren, bis keine zusammenhängenden Bäusche mehr sichtbar sind
- Bei kleinen Probenmengen ist die Endkonzentration für den Scan evtl. schon in diesem Schritt erreicht. Anderenfalls geht es mit einem Zwischenschritt weiter:
 - Ein zweites Becherglas mit etwas Wasser vorfüllen
 - Die vom Assistenten errechnete Anzahl von Schöpfgefäßinhalten aus dem ersten Becherglas in das zweite umfüllen. Außen oder innen am Schöpfgefäß anhaftende Fasern evtl. mit etwas Wasser abspülen



- Das zweite Becherglas in das Ultraschallbad stellen und auf die finale Wassermenge auffüllen. Damit ist über den Zwischenschritt die Endkonzentration auch für größere Fasereinwaagen erreicht
- Die Dispersion im Ultraschallbad nochmals aufrühren und einen Schöpfgefäßinhalt entnehmen
- Den Schöpfgefäßinhalt vollständig in eine der Petrischalenhälften auf dem Scanner gießen. Die Behältergrößen sind genau aufeinander abgestimmt, um eine vollständige Bedeckung des Bodens der Petrischale zu erreichen. Falls dies nicht der Fall ist, kontrollieren Sie bitte mit einer Wasserwaage, ob der Scanner horizontal steht

Bei Einsatz des Scanneraufsatzes können zwei Petrischalen (genauer: Unterteil und Deckel einer Petrischale) unmittelbar nacheinander befüllt und gescannt werden, wobei zwischen jeder Schale der Inhalt des Becherglases neu unter Ultraschalleinwirkung aufgerührt wird.

Um kleine Variationen bei der Probenaufbereitung auszumitteln, sollten mindestens 4 oder 6 Scans von einem Probekörper gemacht werden. Je nach Becherglasgröße reicht eine angesetzte Dispersion üblicherweise für 2 bis 4 Petrischalen. Entsprechend kann es nötig (und auch sinnvoll) sein, 2 bis 3 Dispersionen auf Basis mehrerer veraschter Probekörper oder Probekörperabschnitte jeweils neu anzusetzen. Die Einzelergebnisse aller Scans können Sie dann zum Schluss bei der Auswertung zu einem Gesamtergebnis für diese Probe zusammenfassen.

4.4. <u>Bilderfassung</u>

Voreinstellungen in der Scansoftware

Für reproduzierbare Faserscans ist es notwendig, dass einige Automatismen der Scannersoftware deaktiviert werden, die sonst unvorhersehbar in die Belichtung der Bilder eingreifen.

Passend zur aktuellen Generation des Epson Perfection V800 und V850 sind zwei unterschiedliche Scannertreiber im Umlauf, je nach Kauf- und Installationsdatum. Beide nennen sich "Epson Scan", wobei die neuere Version (ab ca. 10/2019) den Zusatz "2" im Namen trägt. Jeder V800 oder V850 läuft mit beiden Versionen und die Funktionalität ist praktisch identisch, Benennung und Anordnung von Einstellungen weichen jedoch teilweise deutlich ab. Aus diesem Grund müssen beide Versionen getrennt betrachtet werden.

Die Menge an vorhandenen Einstellmöglichkeiten ist sehr groß und kleine Fehler können schnell zu falschen Ergebnissen führen. In der gesonderten Präsentation "Anleitung für den optimalen Faserscan" wurden daher Screenshots aller betroffenen Programmteile angefertigt und die richtigen Werte an Ort und Stelle eingetragen. Alternativ bieten wir auch zwei Videos ("FiVer Anleitungsvideo__Einstellungen EPSON Scan.mp4" und "FiVer Anleitungsvideo__Einstellungen EPSON Scan 2.mp4") an, die die notwendigen Einstellungsänderungen zeigen.



Wie dort ebenfalls beschrieben, lassen sich diese Einstellungen zusammengefasst unter frei wählbaren Bezeichnungen abspeichern und jederzeit wieder abrufen. Die Software merkt sich zudem den zuletzt verwendeten Einstelldatensatz, sodass diese Arbeiten normalerweise nur ein einziges Mal durchgeführt werden müssen. Die Möglichkeit, die Einstellungen als fertige Datei zur Verfügung zu stellen, besteht leider nicht, da das Scanprogramm keinen Im- und Export der Einstelldaten vorsieht.

Überprüfung der Einstellungen

Die Korrektheit der Einstellungen und die Funktion des Scanners können schnell über einen kurzen Leerscan nach folgender Anleitung überprüft werden:

- Positionieren Sie eine Petrischalenhälfte (Boden oder Deckel, ohne Wasser) in der Scannerauflage. Der andere Schalenausschnitt bleibt frei.
- Starten Sie einen Vorschauscan
- In der Fußzeile werden Ihnen rechts unten die Helligkeitswerte der Pixel unter dem Mauscursor angezeigt. Diese sollten folgende Werte erreichen:
 - Mitte des leeren Ausschnitts: mindestens 250
 - Mitte des Ausschnitts mit der Petrischale: mindestens 235
 - Bereich der Scannerauflage (möglichst weit am Rand, entfernt von den Ausschnitten): dunkelste Stellen unter 10

Falls Sie eine weiße Scannerauflage haben und den unteren Wert daher nicht erreichen, können Sie auch einen Abschnitt einer dunklen Kunststoffprobe (z.B. Stück eines Zugstabs) mit auf das Scannerglas legen und dort messen.

4.5. Auswertung

Für typische Anwendungsfälle werden bereits fertige Listen mit Bearbeitungsschritten vom SKZ mitgeliefert. Diese tragen die Endung *.FiBsr und sind im Programmverzeichnis (Verzeichnis mit der Datei FiVer.exe) zu finden. Falls Sie zusätzliche Auswertungsschritte benötigen (z.B. die Randbeschneidung bei runden Petrischalen oder den Export der Fasern als Tabelle) oder eine andere Klassenaufteilung beim Histogramm vorziehen, können Sie die ergebnisrelevanten Schritte auch selbst an einem Beispielscan durchführen und dann für die weitere Verwendung abspeichern:

Menüband "Vorbereiten"

- Bild laden
- Bild invertieren
- Kontrast korrigieren



- Optional Rand beschneiden (nur notwendig bei runden Petrischalen)
- Optional Auftragsdaten eingeben
- Binarisierung: Obere Schwelle 145, untere Schwelle 35, "Fasern schlank halten" aktiviert
- Blobfilter: Ausdehnung > 6 Pix, Breite > 0,9 Pix und < 8 Pix, Länge / Breite > 2, "Nur schwach sichtbare Blobs filtern" aktiviert, helle Fremdpartikel 50%, Flusen 8 Pix, Blasen 8 Pix
- Alle weiteren Filter und Algorithmen werden bei einer Auswertung nach dieser Handlungsempfehlung **nicht** eingesetzt, um die Vergleichbarkeit zu wahren

Menüband "Analysieren"

Hier können wir nur Vorschläge machen, die für typische Anwendungsfälle ein zumindest gutes Ergebnis liefern. Falls Sie jedoch bei der Kontrolle der eingezeichneten Faserverläufe erkennen, dass zu viele Fasern nicht mit ihrer richtigen Länge erkannt wurden, dann sollten Sie etwas mit den folgenden Einstellungen spielen. Dies kann bei besonders dünnen oder dicken Fasern notwendig werden oder auch bei sehr langen Fasern, die sich aufgrund ihrer Verarbeitungsvorgeschichte nicht wieder gerade ausrichten.

Kurzfasern (max. Faserlänge < 1 mm)

- Typische Faserbreite 5 Pixel (für 2400 DPI)
- Erlaubter Knickwinkel 4°
- Erlaubte Überdeckung 30 %
- Minimale Länge 0 μm
- Maximale Länge 500000 μm
- Winkelfilter Aus

Langfasern (max. Faserlänge >= 1 mm)

• Wie oben, jedoch erlaubter Knickwinkel 12°

Damit später mehrere Analysen zu einer Gesamtauswertung zusammengefasst werden können, muss nach der Fasersuche abschließend der Befehl zum Speichern der Analyse aufgerufen und damit in die Liste der Ablaufschritte übernommen werden. Dieser Schritt ist auch Voraussetzung für den Vergleich der Ergebnisse mehrerer Auswertungen als Grafik oder Tabelle.

Menüband "Auswerten"

Die Einstellungen zu der Klasseneinteilung verändern nichts an den Ergebnissen, sondern beeinflussen lediglich die Darstellung des Histogramms. Zu kleine Klassenbreiten sorgen für Lücken



im Histogramm und einen sehr unruhigen Verlauf. Jenseits dieser Grenze gibt es jedoch einen breiten Bereich, in dem die Einstellungen zu mehr oder weniger detaillierten, aber immer nutzbaren Histogrammen führen. Prinzipiell müssen an dieser Stelle daher keine Vorgaben gemacht werden.

Um trotzdem auch hier zu einer einheitlicheren Präsentation der Ergebnisse zu kommen, schlagen wir jedoch folgende Werte vor, die für einen breiten Faserlängenbereich und eine automatische Auswertung ohne Benutzereingriff optimiert wurden:

Kurzfasern (max. Faserlänge < 1 mm)

- Klassierung Start 0 μm
- Klassierung Ende 99 %
- Klassenbreite 50 μm
- Kriterium Längenanteil
- Einheit μm
- Skalierung linear
- Max. linke Y-Achse Automatik
- Max. rechte Y-Achse Automatik

Langfasern (max. Faserlänge >= 1 mm)

• Wie oben, jedoch Klassenbreite 100 µm

Um eine nachträgliche Kontrolle - auch für den Kunden - möglich zu machen, sollte beim Ausdruck die Option gewählt werden, die Liste der Bearbeitungsschritte mit in den Bericht aufzunehmen. Zudem können Sie hier auch wählen, ob die aktuelle Analyse auf die Einhaltung der SKZ-Vorgaben geprüft werden soll. Im Erfolgsfall wird dann ein digitaler Stempel (siehe Deckblatt) auf das letzte Berichtsblatt gedruckt.

Bei der Probenaufbereitung wurden üblicherweise mindestens 4 Scans von einer Probe angefertigt. Diese müssen zunächst einzeln ausgewertet und die zugehörigen Analysen gespeichert werden. In dem "Datei laden"-Dialog der Schaltfläche "Alte Analyse laden" können Sie dann abschließend alle zu einer Faserprobe gehörenden Analysedateien auswählen und zu einer Gesamtanalyse zusammenfassen. Histogramm und Tabelle berücksichtigen dann die Fasern aller Einzelscans. Dadurch wirken sich Schwankungen beim Aufrühren, Abschöpfen und Eingießen der Einzelproben deutlich geringer auf das Endergebnis aus.



Am einfachsten lässt sich der oben genannte Ablauf jedoch über den neuen 1,2,3-Assistenten umsetzen. Wenn Sie dort die jeweils zusammengehörigen Scans in der Bilderliste auswählen und über die entsprechende Schaltfläche gruppieren, dann wird im Anschluss an die Einzelauswertungen automatisch eine zusammengefasste Auswertung angehängt. Wie dies im Detail geht, können Sie ebenfalls einem frei verfügbaren Anleitungsvideo ("51_FiVer Anleitungsvideo_Bildauswertung mit dem 1,2,3-Assistenten.mp4") entnehmen.

SKZ Das Kunststoff-Zentrum Friedrich-Bergius-Ring 22 97076 Würzburg www.skz.de