

Gezielte Erzeugung mikroskopischer Schädigungsarten von Faserverbundwerkstoffen in Kombination mit Schallemissionsanalyse

Stefan RICHLER*, Siegfried R. HORN*, Markus G. R. SAUSE*

* Universität Augsburg, Institut für Physik, Experimentalphysik II, D-86135 Augsburg

Kurzfassung. Mittels mikromechanischer Versuche wurden gezielt elementare Versagensmechanismen wie Faserbrüche, Faser-Matrix-Debonding und Matrixrisse erzeugt. Zur ungestörten Ausbreitung der ausgesendeten transienten elastischen Wellen wurde ein spezieller Aufbau mit einem entsprechend dimensionierten Aluminiumblock als Propagationsmedium eingesetzt. Der Schallemissionssensor wurde auf der gegenüberliegenden Seite der Schallquelle positioniert und die detektierten Signale im Zeit- und Frequenzraum analysiert. Zur Erzeugung von Faserbrüchen ist eine einzelne Faser zum Aluminiumblock hin in eine Matrix eingebettet, während das andere Ende der Faser fixiert und die Faser unter konstanter Prüfgeschwindigkeit belastet wird. Wird die Einbettlänge hinreichend verkürzt, kommt es statt zu einem Faserriss zu einer Ablösung zwischen Faser und Matrix und einem Auszug der Faser. Zusätzlich wurden reine Harzproben untersucht, um Matrixrisse zu generieren. Die Probenpräparation erfolgte bei allen Konfigurationen durch in-situ Härtung des Matrixpolymers. Mittels einer mikroskopischen in-situ Überwachung wurde der Schädigungsablauf nicht nur akustisch, sondern auch optisch aufgezeichnet. Es wird gezeigt, dass sich die mikroskopischen Schädigungsmechanismen gezielt erzeugen und anhand des zeitlichen Verlaufs der aufgezeichneten Schallemissionssignale unterscheiden lassen.

1. Einführung

Verbundwerkstoffe gehören in den letzten Jahren zu einem der wichtigsten Bereiche der Materialforschung [1]. Insbesondere kohlenstofffaserverstärkte Kunststoffe gewinnen aufgrund ihres enormen Leichtbaupotentials und dabei sehr guten mechanischen Eigenschaften immer mehr an Bedeutung. Für eine optimale Materialausnutzung sind eine genaue Kenntnis des Schädigungsablaufs und vor allem auch die Identifizierung der unter Belastung auftretenden Schadensmechanismen notwendig.

Die verschiedenen Schadensmechanismen stellen dabei mikromechanische Prozesse im Verbundwerkstoff dar. Dazu zählen beispielsweise Faserbrüche, Zwischenfaserbrüche, Faser-Matrix-Debonding, Delamination und Faser-Bridging. Alle diese Schadensmechanismen führen zu ruckartigen Mikroverformungen und dadurch zur

Emission von transienten elastischen Wellen. Diese können bereits beim Erstversagen des Bauteils mit Hilfe von Sensoren aufgezeichnet werden.

Die Schallemissionsanalyse als Werkzeug zur Überwachung von Faserverbundwerkstoffen ist weit verbreitet. Einige Analysemethoden ermöglichen eine Unterscheidung der elementaren Schadensmechanismen Faserbrüche, Faser-Matrix-Debonding und Matrixrisse [2-4]. Die Analyse stützt sich auf Kriterien wie die Lage der Frequenzmaxima [5] oder auch die Gewichtung der Frequenzverteilung [2, 6]. Die Anwendung von Mustererkennungsverfahren [7, 8] wird ebenfalls eingesetzt. Hier werden die Schallemissionssignale auf ihre charakteristischen Gemeinsamkeiten hin überprüft und dementsprechend klassifiziert.

Zur direkten Korrelation der verschiedenen Schadensmechanismen mit ihren Schallemissionssignalen wurde für die gezielte Erzeugung mikroskopischer Schädigungen ein spezieller Messaufbau entwickelt, der im Folgenden vorgestellt werden soll.

2. Experimenteller Aufbau

Kernstück des verwendeten experimentellen Aufbaus ist der in Abbildung 1 schematisch dargestellte Aluminiumblock (Abmessungen $l = 120 \text{ mm}$, $b = 120 \text{ mm}$, $h = 39 \text{ mm}$). Auf der Oberseite des Blocks befindet sich mittig ein 1 mm hoher Aluminiumstift (2 mm Durchmesser), auf dem der mikromechanische Bruchvorgang initiiert wird (s. Abschnitt 2.1). Auf der gegenüberliegenden Seite des Aluminiumblocks wurde der Schallemissionssensor mit Hilfe eines Federsystems an die Oberfläche angepresst. Die Abmessungen des Aluminiumblocks gewährleisten dabei eine reflektionsfreie Beobachtung des entstandenen Schallemissionssignals innerhalb eines Zeitfensters von etwa $18 \mu\text{s}$.

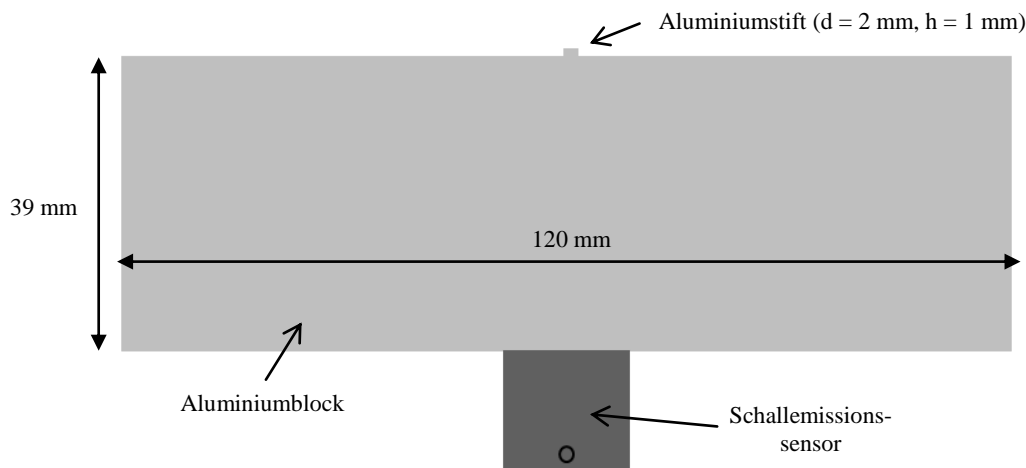


Abb. 1. Schematische Darstellung des Messaufbaus zur Erzeugung verschiedener mikroskopischer Schadensmechanismen (Querschnitt)

2.1 Präparation des gewünschten Schadensmechanismus

In allen hier betrachteten Fällen wird zunächst ein Tropfen des Matrixpolymers auf dem Aluminiumstift aufgebracht. Wie in dem Mikroskopiebild in Abbildung 3-a dargestellt ist, wird zur Erzeugung von Faserbrüchen eine HTA-Kohlenstofffaser an einer einseitig abgeflachten Halterung aus Polyetheretherketon (PEEK) (s. Abb. 2-a) fixiert und zum Aluminiumblock hin mittig in den Matrixtropfen eingeführt.

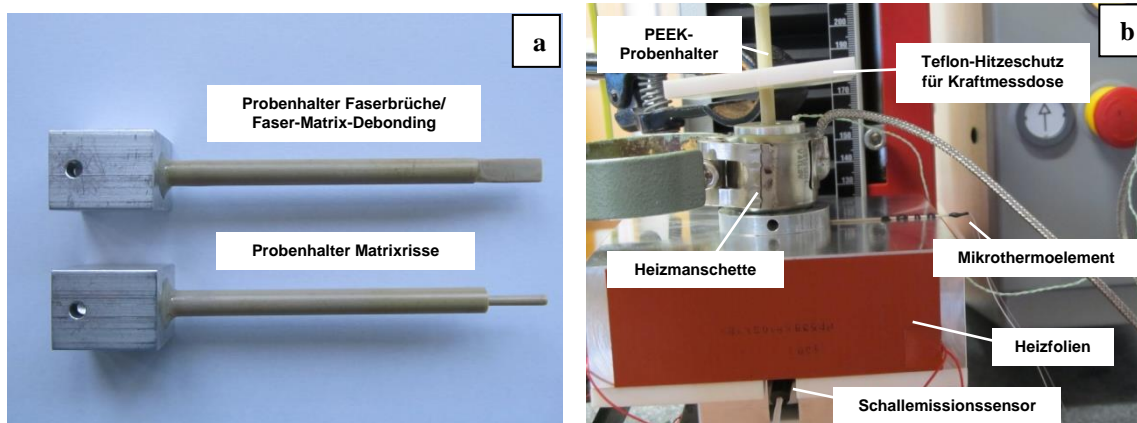


Abb. 2. Abbildung der verwendeten PEEK-Probenhalter (a) sowie des experimentellen Aufbaus (b)

Danach wird das Matrixpolymer zusammen mit der eingeführten Faser in-situ ausgehärtet. Wird eine hinreichend lange Einbettlänge der Faser in die Matrix und damit eine hinreichende Faser-Matrix-Anbindung erzeugt, führt dies bei Zugbelastung zum Faserbruch. Bei geringeren Einbettlängen der Faser können stattdessen Faserauszüge und somit Schallemissionssignale durch Faser-Matrix-Debonding realisiert werden.

Zur Erzeugung von Matrixrissen wird eine Halterung aus PEEK mit demselben Durchmesser wie der Aluminiumstift verwendet (vgl. Abb. 2-a). Halterung und Aluminiumstift sind beide nur durch eine Zwischenschicht bestehend aus dem Matrixpolymer voneinander getrennt. Durch ein Auseinanderfahren der beiden Komponenten kann das flüssige Matrixpolymer bis auf einen definierten Durchmesser verjüngt werden, so dass nach der Aushärtung eine axialsymmetrische, sanduhrförmige Geometrie vorliegt (s. Abb. 3-c).

Von entscheidender Bedeutung für die Präparation der unterschiedlichen Schadensmechanismen ist eine homogene Temperaturverteilung am und über dem Metallstift während des Aushärteprozesses. Der Metallstift wird dazu über vier an den Seitenflächen des Blocks aufgeklebte Heizfolien gezielt auf die gewünschte Aushärtetemperatur gebracht. Die Umgebungstemperatur des Stifts wird zusätzlich mit Hilfe eines auf dem Aluminiumblock aufliegenden Zylinders eingestellt, der über eine Heizmanschette dem gleichen Temperaturprofil wie der Aluminiumblock ausgesetzt ist (s. Abb. 2-b). Zur Temperaturregelung dient ein am Stift angebrachtes Mikrothermoelement.

2.2 Durchführung der Messungen

Für die Erzeugung der Faserrisse und der Erzeugung des Faser-Matrix Debondings wurde eine HTA-Kohlenstofffaser [9] mittig am Ende des PEEK-Probenhalters ausgerichtet und durch einen Tropfen Zwei-Komponenten-Kleber fixiert, so dass die freie Faserlänge zwischen 350 und 450 μm lag. Als Matrixsystem wurde das Polymer RTM6 verwendet [10]. Es wurde auf dem Stift des Aluminiumblocks in Tropfenform aufgebracht und die Faser mit Hilfe eines Mikroskops gezielt positioniert. Faserrisse konnten ab einer Einbettlänge von ca. 100 μm realisiert werden, für das Faser-Matrix Debonding wurde die Faser ca. 60 μm in den Matrixtropfen eingeführt. Bei den Matrixrissen wurde ein zylindrischer PEEK-Probenhalter dem aufgetragenen Matrixtropfen angenähert und benetzt. Wird nun der Abstand zwischen beiden Komponenten vergrößert, so bildet sich eine sanduhrförmige Geometrie mit 650 – 800 μm aus. Als Temperaturprofil wurde eine Rampe mit 2 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ bis zur Aushärtetemperatur von 180 $^{\circ}\text{C}$ gefahren, die Aushärtezeit betrug 150 min. Nach dem Abkühlen wurde eine Zugprüfung mit einer vom jeweiligen Schadensmechanismus abhängigen Prüfgeschwindigkeit bei gleichzeitiger Messung der

entstehenden Schallemission durchgeführt (Faserbrüche: 20 $\mu\text{m}/\text{sec}$, Faser-Matrix-Debonding: 2 $\mu\text{m}/\text{sec}$, Matrixrisse: 50 $\mu\text{m}/\text{sec}$).

Zur Schallemissionsmessung wurde ein piezoelektrischer Sensor (Typ WD-HT) mittels einer Apiezon-L-Paste angekoppelt. Die entstehende Schallemission wurde mit einer Abtastrate von 40 MS/s und einem Bandpassbereich von 20 kHz – 3 MHz aufgezeichnet. Außerdem wurden eine Peak-Definition-Time von 10 μs , eine Hit-Definition-Time von 80 μs und eine Hit-Lockout-Time von 300 μs gewählt. Die erforderliche Vorverstärkung sowie der Schwellwert wurden dem jeweiligen Versuch angepasst. Für Faserbrüche betrug die Vorverstärkung 40 dB, für das Faser-Matrix-Debonding 60 dB und für Matrixrisse 20 dB. Der Schwellwert wurde beim Faser-Matrix-Debonding auf 25 dB, bei Faserbrüchen und Matrixrissen auf 45 dB gesetzt. Während des Versuchs wurden zeitgleich mit einem Keyence Digitalmikroskop (Typ VHX-600DSO) Mikroskopiebilder mit einer 100fachen Vergrößerung aufgezeichnet, um zusätzlich eine optische Kontrolle der Vorgänge zu erhalten.

2.3 Signalanalyse

Für die Signalanalyse ist es oft vorteilhaft, ein transientes Schallemissionssignal in einzelne Frequenzkomponenten zu zerlegen [11]. Eine Analysemethode besteht darin, den Frequenzgehalt und die Signalamplitude in Abhängigkeit vom zeitlichen Verlauf der transienten Schallemissionswelle zu betrachten. Neben der Short-Time-Fourier-Transformation (STFT) ist die Wavelet- oder auch die Choi-Williams-Transformation ein geeignetes Werkzeug, die Energieverteilung einer Welle im Zeit-Frequenz-Bereich zu betrachten [12, 13]. Da die Choi-Williams-Berechnung die beste Frequenz-Zeit-Auflösung bietet [14], wurden die aufgenommenen Schallemissionssignale nach Choi und Williams in den Zeit-Frequenz-Raum überführt. Die Zeit-Frequenz-Analyse wurde mit Hilfe der Software AGU-Vallen-Wavelet durchgeführt [15].

3. Ergebnisse und Diskussion

Die Lichtmikroskopieaufnahmen in Abbildung 3 zeigen, dass die verschiedenen Schadensmechanismen auf mikroskopischer Ebene erfolgreich erzeugt werden konnten. In Abbildung 3-a ist ein Faserbruch etwa in der Mitte der freien Faserlänge dargestellt. Die exakte Position des Faserbruchs ist dabei durch Defekte innerhalb der Fasern bestimmt. In den vorliegenden Versuchsreihen wurden Brüche im gesamten Bereich der freien Faserlänge beobachtet. Außerdem ist das Faser-Matrix-Debonding (Abbildung 3-b) dargestellt. Die Faser ist dabei nach dem Auszug aus dem Matrixtropfen abgebildet. Die Reste am freien Ende der Faser resultieren von der Matrix, so dass durch das Faser-Matrix-Debonding auch eine Matrixschädigung auftreten kann. In Abbildung 3-c sieht man einen Matrixriss, der bei einem Durchmesser von ca. 800 μm mittig in der Sanduhr verlaufen ist.

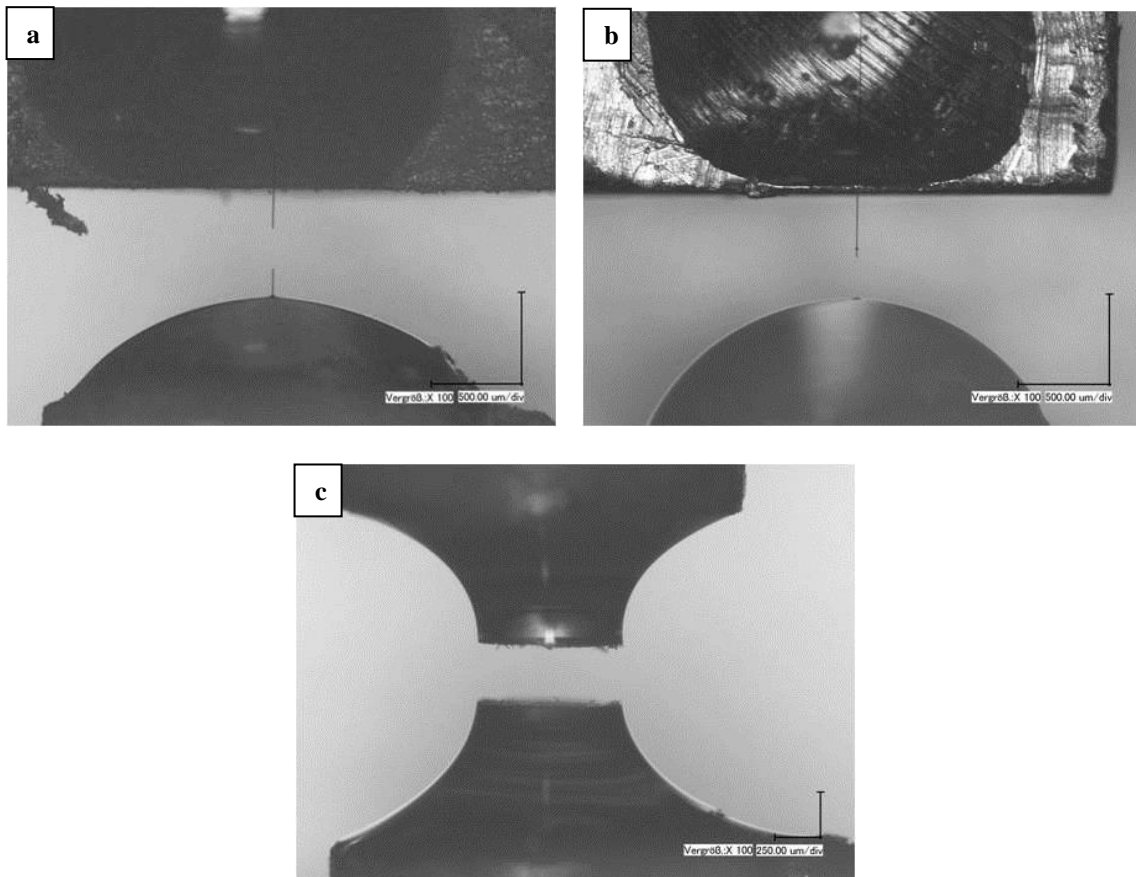


Abb. 3. Mikroskopische Aufnahmen der unterschiedlichen Schadensmechanismen – Faserbruch (a), Faser-Matrix-Debonding (b) und Matrixriss (c)

Betrachtet man die aufgezeichneten Schallemissionssignale in Abbildung 4, so wird deutlich, dass die drei verschiedenen Schadensmechanismen unterschiedliche Signale erzeugen. Während die Amplitude bei den Faserbrüchen sehr schnell abnimmt, besitzt der Wellenzug des Faser-Matrix-Debondings eine schwächere Dämpfung. Die Schallwelle des Matrixrisses zeigt so gut wie keine Dämpfung. Hier ist jedoch auffallend, dass sich die Wellenmaxima monofrequent wiederholen. Besonders charakteristisch für den Schadensmechanismus ist der in Abbildung 4 dargestellte Bereich von $50 - 100 \mu\text{s}$ (schwarzes Rechteck im Spektrum der kompletten Welle). Der spätere Teil der Welle wird von Reflexionen innerhalb des Aluminiumblocks dominiert.

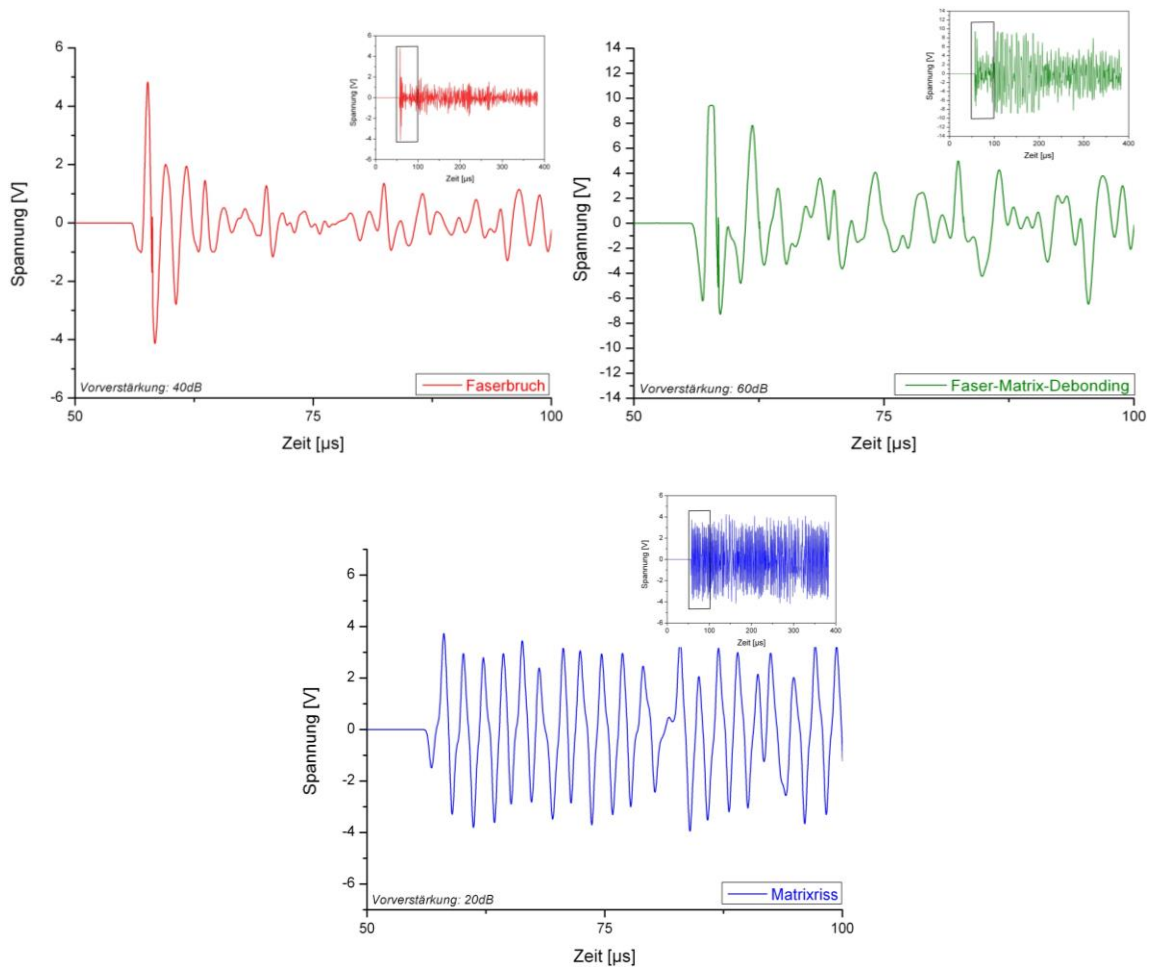


Abb. 4. Repräsentative Schallemissionssignale der unterschiedlichen Schadensmechanismen

Die Choi-Williams-Diagramme in Abbildung 5 zeigen, dass bei den Frequenz-Zeit-Spektren der einzelnen Schädigungsarten deutliche Unterschiede vorhanden sind. Vergleicht man hingegen Signale des gleichen Schadensmechanismus, so sind die gleichen ausgeprägten Charakteristika wiederzufinden, was beispielhaft in Abbildung 5 links und rechts dargestellt ist.

Vergleicht man die Wellenzüge von Faserrissen und Faser-Matrix-Debonding, so ist eine Verschiebung des Maximums im Frequenzband zu erkennen. Die Schallwellen der Faserrisse haben ihre stärkste Intensität im Bereich um 500 kHz, die des Faser-Matrix-Debonding liegt im Bereich um 350 kHz. Unter gleichen Randbedingungen wäre bei den Matrixrissen eine Verschiebung zu noch niedrigeren Frequenzen zu erwarten [2-5]. Die aufgezeichneten Signale weisen jedoch keine Intensität bei niedrigen Frequenzen auf. Stattdessen findet sich ein deutlich ausgeprägtes Maximum bei 500 kHz. Eine erste Abbildung der Experimente durch FEM-Simulationen zeigt, dass die Frequenzgehalte der Schallemissionssignale stark von der exakten Geometrie in der Nähe der Schallquelle abhängen. Hier können bei der gewählten Tropfengeometrie der Faserrisse und dem Faser-Matrix-Debonding alle Frequenzgehalte in den Aluminiumblock propagieren. Bei der sanduhrförmigen Geometrie der Matrixrisse wirkt die annähernd konische Form als Frequenzfilter für lange Wellenlängen, so dass die niedrigen Frequenzgehalte nicht in den Aluminiumblock hinein propagieren können.

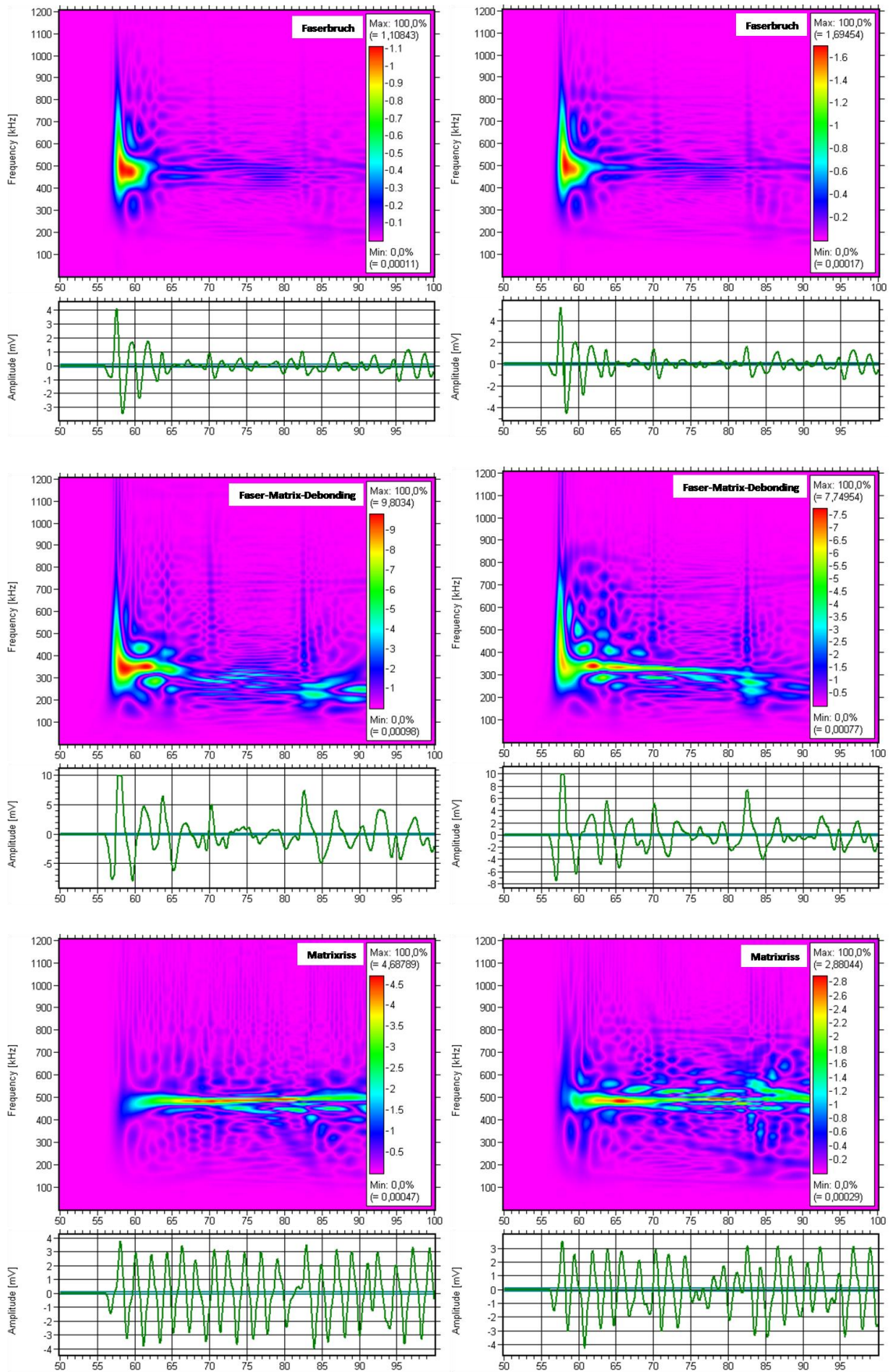


Abb. 5. Choi-Williams-Darstellung der unterschiedlichen Schadensmechanismen

4. Zusammenfassung und Ausblick

Es konnte gezeigt werden, dass mit dem vorgestellten Aufbau verschiedene Schadensmechanismen in Faserverbundwerkstoffen gezielt auf mikromechanischer Ebene präpariert werden können. Die dabei aufgezeichneten Schallemissionssignale erlauben eine gezielte Untersuchung und Unterscheidung der Frequenzgehalte von Faserbrüchen und Faser-Matrix-Debonding. Hier sind sowohl im Zeit- als auch im Frequenzspektrum Unterschiede festzustellen. Bei den Matrixrissen hingegen ist das Ergebnis nicht eindeutig, da die sanduhrförmige Geometrie als Filter im Frequenzband wirkt, so dass niedrige Frequenzgehalte nicht in Erscheinung treten.

In weiterführenden Untersuchungen soll nun gezielt in der Geometrie der Tropfenform ein Matrixriss erzeugt werden. Außerdem soll das Verhalten der Schallemissionssignale in Abhängigkeit vom Härtegrad des Matrixpolymers durch gezielte Veränderung des Aushärteprozesses analysiert werden. Weiterhin können die Oberflächenbehandlung von Fasern und deren Auswirkungen auf die Interphase der vorliegenden Faser-Matrix-Kombination genauer untersucht werden. Darüber hinaus sollen Erkenntnisse über fundamentale Zusammenhänge zwischen mikromechanischem Energieumsatz und Schallemissionsenergie analysiert werden. Hierzu soll gezielt eine Variation der Intensität der Schallquelle erfolgen. Der Einfluss der elastischen Materialeigenschaften soll im Rahmen von systematischen Messreihen durch Variation des Matrixpolymers oder der Kohlenstofffaser erfolgen.

Referenzen

- [1] Material, Composite Technology &: *Faserverbundwerkstoffe für Ihre Anwendung*, Produktkatalog **2009**.
- [2] M. G. R. Sause, S. Horn, M. Klug, J. Scholler; *Anwendung von Mustererkennungsverfahren zur Schadensanalyse in faserverstärkten Kunststoffen*; Deutsche Gesellschaft für Zerstörungsfreie Prüfung DGZfP, 17. Kolloquium Schallemission; **2009**.
- [3] W. Haselbach, B. Lauke; *Acoustic Emission Of Debonding Between Fibre And Matrix To Evaluate Local Adhesion*; Composites Science and Technology 63; 2155-2162; **2003**.
- [4] C. R. Ramirez-Jimenez, N. Papadakis, N. Reynolds, T. Gan, P. Purnell, M. Pharaoh; *Identification Of Failure Modes In Glass/Polypropylene Composites By Means Of The Primary Frequency Content Of The Acoustic Emission Event*; Composites Science and Technology 64; 1819-1827; **2004**.
- [5] P. deGroot, P. Wijnen, R. Janssen; *Real-Time Frequency Determination Of Acoustic Emission For Different Fracture Mechanisms In Carbon/Epoxy Composites*; Composites Science and Technology; Vol. 55; **1995**.
- [6] J. Bohse, J. H. Chen, A. J. Brunner; *Acoustic Emission Analysis and Micro- Mechanical Interpretation of Mode I Fracture Toughness Tests On Composite Materials*; Fracture of Polymers and Composites and Adhesives;ESIS publication 27; 15-26; **2000**.
- [7] M.G.R. Sause, A. Gribov, A.R. Unwin, S. Horn; *Pattern Recognition Approach To Identify Natural Clusters Of Acoustic Emission Signals*; Pattern Recognition Letters 33; 17-23; **2012**
- [8] A. Anastassopoulos, D. Kouroussis, A. Tsimogiannis, *Unsupervised Classification OF Acoustic Emission Sources from Aerial Man Lift Devices*; Envirocoustics; 1-7; **2007**.
- [9] Teijin Toho Tenax, Produktprogramm und Eigenschaften für Tenax HTA/HTS Filamentgarn.
- [10] HexFlow RTM6 180°C Epoxy System For Resin Transfer Moulding Monocomponent System – Herstellerdatenblatt.
- [11] C. Grosse, M. Ohtsu, editors; *Acoustic Emission Testing in Engineering - Basics and Applications*; Springer **2008**.
- [12] H.-I. Choi, W. Williams; *Improved Time-Frequency Representation Of Multicomponent Signals Using Exponential Kernel*; IEEE Transactions on Acoustics, Speech and Signal Processing 37:6; 862-872; **1989**.
- [13] H. Suzuki, T. Kinjo, Y. Hayashi, M. Takemoto, K. Ono; *Wavelet Transform Of Acoustic Emission Signals*; Journal of Acoustic Emission, 14; 69-84; **1996**.
- [14] M. A. Hamstad; *Comparison Of Wavelet Transform And Choi-Williams Distribution To Determine Group Velocities For Different Acoustic Emission Sensors*; Journal of Acoustic Emission, 26; 40-59; **2008**
- [15] Vallen Systeme GmbH (München, Deutschland), Aoyama Gakuin Universität (Tokio, Japan); *AGU-Vallen Wavelet*; **2001**.