

Untersuchung elektromagnetischer Emission von Polymeren in Verbindung zur Schallemissionsanalyse

Sebastian O. GADE* und Markus G. R. SAUSE*

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

Kurzfassung. Um ein besseres Verständnis der Entstehung und Ausbreitung von Rissen in Polymeren sowie der damit einhergehenden Entstehung von Schallemission zu erlangen, wurde akustische (SE) und elektromagnetische Emission (EME) beim Bruchvorgang detektiert. Aus der Anstiegszeit der elektromagnetischen Signale kann direkt auf die Dauer des Risswachstums geschlossen werden. Im Gegensatz zur akustischen Messung umgeht man so störende Einflüsse des Propagationsmediums sowie die ausgeprägte Eigencharakteristik der Schallsensoren. Erstere umfassen geometriebedingte Störungen wie Reflexionen an Kanten, die Dämpfung der Signale im Medium sowie die Entstehung geführter Wellen in der Probe. Es wurden bruchmechanische Versuche unter Mode-I-Belastung an Polymer-Prüfkörpern verschiedener Geometrien durchgeführt, um ein stabiles Risswachstum mit einer hohen Signalaktivität zu erhalten. Tensile double cantilever beam (TDCB)-Geometrien erwiesen sich als vielversprechend. Multiresonante piezoelektrische Sensoren wurden zum Messen der akustischen Signale verwendet. Für die Detektion der elektromagnetischen Signale wurden kapazitive Sensoren verwendet. Ein Aufbau zur Messung der sehr schwachen elektromagnetischen Signale wurde entwickelt. Dies schließt die Abschirmung störender, äußerer elektrischer Felder ein. Erste Experimente mit Polyamid (PA6) und Epoxidharz (RTM6) zeigen neben reiner Schallemission auch gleichzeitige Emission von elektromagnetischen Signalen während der Rissentstehung beziehungsweise während des Risswachstums.

1. Einführung

Um die komplexen Vorgänge bei der Entstehung und Ausbreitung von Rissen in Polymeren unter äußerer Belastung besser zu verstehen werden Methoden benötigt, die Informationen über die mikroskopischen Vorgänge bei der Rissbildung bereitstellen. Die Schallemissionsanalyse umfasst die Aufzeichnung und Auswertung der bei der Rissentstehung und dessen weiterer Ausbreitung emittierten Ultraschallwellen. Aus den detektierten Signalen lassen sich bereits einige Aussagen ableiten, wie die Art der Schallquellen, ihre Position und Orientierung [1]. Problematisch bei der Signalinterpretation sind die Einflüsse des übertragenden Mediums zwischen Schallquelle und Detektor sowie der Einfluss der Transferfunktion des Sensors selbst [2,3]. Die Schallwellen werden im Medium gedämpft, werden an Grenzflächen reflektiert, unterliegen Dispersion und ändern ihre Ausbreitungsform in Abhängigkeit von der Geometrie des Mediums [4].



Die Messung elektromagnetischer Emission bietet dagegen einige Vorteile. Die störenden Einflüsse der Propagation innerhalb des Mediums werden weitgehend umgangen. Die Sensoren können sehr einfache, z.B. nahezu konstante Transferfunktionen aufweisen [5]. Des Weiteren können die Sensoren berührungslos angebracht werden.

Elektromagnetische Emission bei der Entstehung von Brüchen und Rissen wurde bisher hauptsächlich in Gesteinen [6-8] untersucht. Das Verständnis seismoelektromagnetischer Prozesse könnte bei der Vorhersage von Erdbeben eine wichtige Rolle spielen [9]. Aber auch in Metallen [10], Glas und Keramiken [7], oder in Glas- und Carbonfaserverstärkten Kunststoffen [11,12] konnte EME nachgewiesen werden. Die Ursachen der Entstehung elektromagnetischer Strahlung bei Rissbildung sind bisher noch nicht vollständig erschlossen. Frid et al. stellen in [7] verschiedene Theorien zusammen und zeigen, dass die meisten Modelle nicht alle experimentellen Befunde erklären können. Bei Gesteinen geht man davon aus, dass entlang des Risses atomare oder molekulare Bindungen getrennt werden und die entstehenden Ladungen mit den Rissflanken als Oberflächenwellen schwingen, ähnlich der optischen Mode von Phononen [9,13]. Demnach sollte die Anstiegszeit der Amplitude des Signals mit der Dauer des Risswachstums korrelieren. Für Mikrorisse in Dielektrika könnten zusätzlich Trägheits- und Quadrupolpolarisation einen Einfluss auf das Signal haben [14].

Im Allgemeinen sind zeitlich veränderliche Polarisations- bzw. Stromdichten Quellen elektromagnetischer Felder. Für die gemessenen Frequenzen im Bereich bis zu wenigen MHz sind die Wellenlängen wesentlich größer als die Abmessungen des Experiments. Für eine theoretische Behandlung des Sensorsystems kann man sich also in erster Näherung auf eine quasistatische Beschreibung beschränken. Die durch bewegte Ladungen induzierte Spannung auf ein System von geerdeten Leitern kann so relativ einfach bestimmt werden [12, 15]. Die so detektierten Spannungen können eine starke Abhängigkeit von der Orientierung zwischen Sensor und Quelle aufweisen [16]. Die Wahl der Sensorpositionierung entspricht somit der Wahl der Detektionsrichtung.

Im Folgenden wird in Abschnitt 2 kurz auf den Versuchsaufbau eingegangen, Abschnitt 3 beinhaltet die Aufstellung und Diskussion der Messergebnisse. Abschließend wird in Abschnitt 4 ein kurzer Ausblick auf geplante Untersuchungen gegeben.

2. Experimentelles

Bruchmechanische Versuche unter Mode-I Belastung wurden an Testkörpern, mit Abmessungen wie in Abb.1 gezeigt, durchgeführt. Als Material für die Proben wurde zum einen Polyamid 6 (PA 6) und zum anderen ein Epoxidharz (HexFlow ® RTM6) verwendet. Diese Materialien weisen deutlich unterschiedliche Duktilität und somit auch signifikant unterschiedliches Verhalten bei der Rissbildung auf. Während das RTM6-Harz sehr spröde bricht, ist beim Polyamid 6 ein Bruchvorgang mit stark ausgeprägten Beiträgen plastischer Deformation beobachtbar. Eine modifizierte Tensile double cantilever beam (TDCB) -Form erwies sich für beide Materialien als geeignet, um eine stabile und kontinuierliche Rissausbreitung zu gewährleisten (siehe Abb.1). Die Polyamid 6 Proben wurden direkt aus einer 5,3 mm dicken Platte gefräst. Das Epoxidharz wurde in eine Silikonform gegossen und im Ofen einem speziellen Aushärtezyklus unterzogen [17]. Der Aushärtegrad betrug 80%. Im Anschluss wurden Bohrungen und Einkerbungen präpariert. Der Weg der Rissausbreitung wird durch eine beidseitige Einkerbung der Probe vorgegeben. Die Rissinitiierung wird durch eine spitz zulaufende Form der Einkerbung begünstigt. Die Proben wurden mit einer Universalprüfmaschine (Zwick ZT 5.0) unter Zugbeanspruchung mit einer Vorschubgeschwindigkeit 2 mm/min belastet bis der Riss seine maximale Ausdehnung erreichte. Zur Aufzeichnung der Kraft-Weg Verläufe wurde

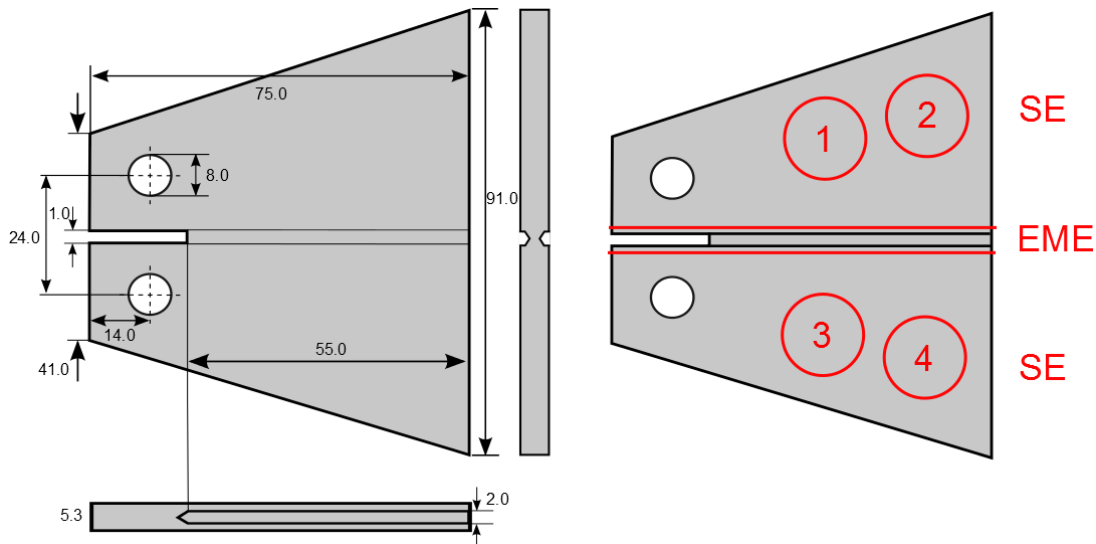


Abb.1. Links: Tensile double cantilever beam (TDCB) Probengeometrie. Rechts: Sensorpositionen.

ein 5 kN Xforce HP Kraftaufnehmer von Zwick verwendet. Für die Aufzeichnung der Schallemission wurden vier multiresonante piezoelektrische Sensoren (Typ WD) auf der Probe mit mittelviskoser Baysilone-Paste (Bayer) angekoppelt und mit Klammern fixiert (siehe Abb.1). Die Signale wurden mit einer Vorverstärkung von 20 dB mit einem PCI-2 System (Mistras, Software: AEWin) bei einem Schwellwert von 35 dB aufgezeichnet. Die Abtastrate betrug 10 MS/s. Zusätzlich wurde ein analoger Bandpassfilter von 20kHz-1,2MHz verwendet, um den Einfluss von Störsignalen zu verringern. Wegen seiner konstanten Transferfunktion im betrachteten Frequenzbereich sowie der Möglichkeit, die Detektionsrichtung relativ einfach zu bestimmen, wurden für die Aufzeichnung der elektromagnetischen Emission kapazitive Sensoren verwendet. Speziell wurden zwei Leiter in der Nähe des Risses um die Probe gelegt und kontaktiert. Die Anordnung entspricht dabei der eines Plattenkondensators, wobei die Leiter den beiden Platten entsprechen (siehe Abb.1). Dabei wird eine Platte direkt geerdet. Die Signale werden mit 40 dB vorverstärkt und ebenfalls mit dem PCI 2 System aufgezeichnet. Im Unterschied zur Aufzeichnung der Schallemission wurde kein analoger Bandpassfilter verwendet.

Die Messung der Schallsignale und der elektromagnetischen Signale erfolgte im synchronisierten Modus, d.h. sobald auf einem Kanal der Schwellwert überschritten wird, wird auf allen Kanälen aufgezeichnet. Da der Schwellwert auf dem EME-Kanal mit 40dB auf einen Wert weit über Rauschniveau eingestellt wurde, wurde effektiv nur auf den Schallkanälen getriggert. Diese Vorgehensweise wurde gewählt, da viele EME-Signale sehr schwach sind und sich in der Größenordnung des Rauschens befinden, wodurch sich das Auffinden eines geeigneten Schwellwertes für diesen Kanal als schwierig erwies. Für die Datenreduktion wurde das Programm NOESIS 5.6 (Mistras) verwendet.

Für die Detektion von elektromagnetischen Wellen musste zunächst ein geeigneter Messaufbau gefunden werden. Durch die Verwendung einer Abschirmung um Probe und Sensor konnte störendes elektromagnetisches Rauschen aus der Umgebung weitestgehend unterdrückt werden. Als Abschirmung wurde ein als Faraday'scher Käfig dienendes leitfähiges Gehäuse verwendet. Durchführungen für Kraftarme und Sensorkabel beeinflussten die abschirmende Wirkung im Frequenzbereich von 0–3 MHz kaum. Der Kasten sowie sämtliche in den Kasten hineinragenden Metallteile wurden sorgfältig geerdet (s. Abb. 2). Dadurch konnte die Amplitude des Rauschsignals um bis zu einer Größenordnung reduziert werden. Abbildung 2 zeigt zeitlich gemittelte Spektren eines kapazitiven Sensors ohne und mit Abschirmung. Fast alle Frequenzen des äußeren elektromagnetischen Feldes können so deutlich abgeschirmt werden. Das resultierende

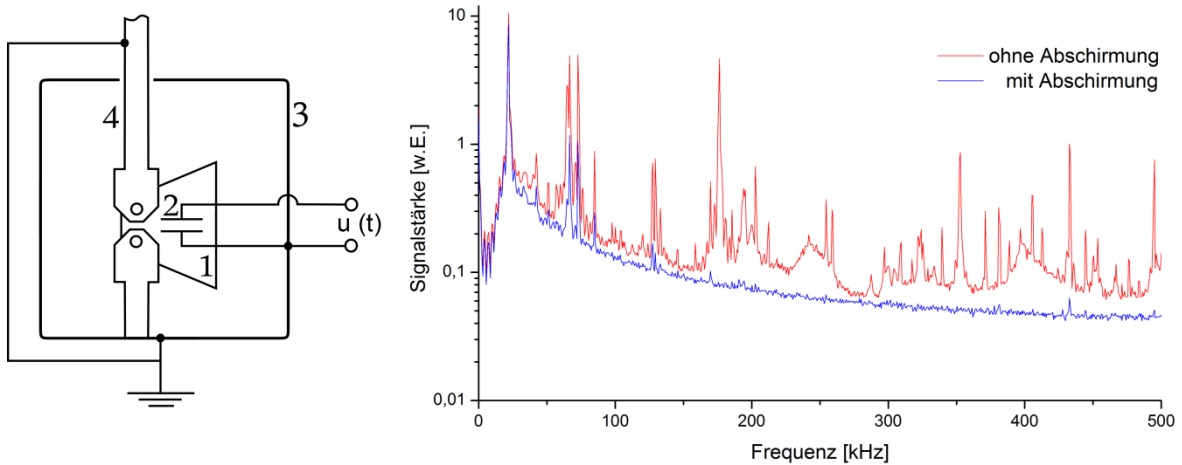


Abb.2. Links: Probe (1) und Sensor (2) im Faraday'schen Käfig (3) sowie geerdete Zugstange (4) der Prüfmaschine. Rechts: Auswirkungen der Abschirmung auf das gemessene Eigenrauschen

Spektrum entspricht dabei im Wesentlichen der spektralen Empfindlichkeit des Messsystems, bestehend aus Sensor, Kabeln, Vorverstärker und Messrechner.

Messungen zur frequenzabhängigen Empfindlichkeit des Sensorsystems wurden durchgeführt. Als Quelle eines elektromagnetischen Feldes wurde eine Antenne weit außerhalb ihrer Resonanzfrequenz betrieben. Die Antenne wurde mittels eines Arbiträrwellenformgenerators (Agilent 33210A) mit einer Wechselspannung gespeist. Als Signalform wurde eine gaußförmig modulierte Sinusspannung gewählt. Die Frequenz des Spannungssignals wurde variiert und die am Sensor auftretende Spannung mittels Oszilloskop aufgenommen. Die Amplitude des über 100 Pulse gemittelten Signals wurde über der Frequenz aufgetragen. Die Messungen ergaben eine Eigencharakteristik ohne ausgeprägte Resonanzfrequenzen (s.Abb.3).

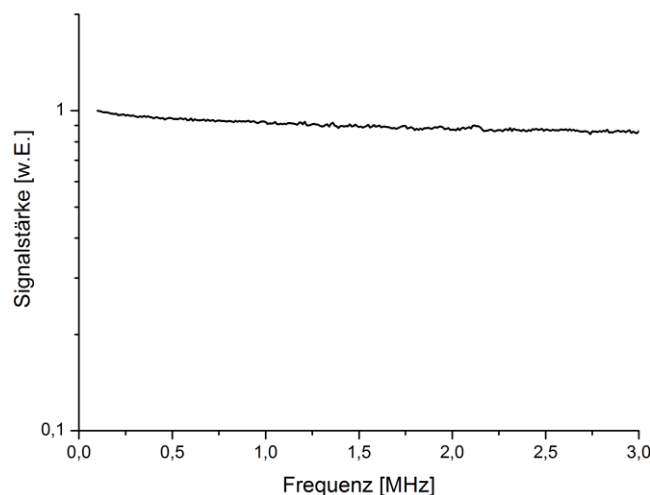


Abb.3. Frequenzabhängige Empfindlichkeit des Sensors

Im Bereich von 10 kHz bis 3 MHz sank die gemessene Signalstärke um etwa 15%. Die Charakteristik der Testquelle wurde hierbei noch nicht berücksichtigt. Ausgeprägte Eigenresonanzen und starke Nichtlinearität des Sensors im betrachteten Frequenzbereich lassen sich aber dennoch ausschließen.

3. Ergebnisse und Diskussion

3.1 Mode-I Belastung der RTM6 Proben

Insgesamt wurden sechs Proben aus RTM6 getestet. In allen Fällen wurde ein linearer Verlauf der Kraft-Weg-Kurven bis zum Bruch beobachtet. Beim Überschreiten der Bruchspannung bildete sich der Riss und breitete sich schlagartig entlang der Einkerbungen durch die gesamte Probe aus. Durch den vollständigen Bruch des Prüfkörpers wird die gesamte während des Versuchs aufgebaute Energie freigesetzt. Der lineare Kraftanstieg wurde bei drei der sechs Proben durch Schallemissionsereignisse begleitet. Ursächlich hierfür scheinen kleine Unebenheiten (wie z.B. Grate) in den präparierten Einkerbungen zu sein, die im entstehenden Spannungsfeld bereits vor Einsetzen des Risses zu Quellen schwacher Schallemission wurden. Die eigentliche Rissentstehung wurde bei allen Proben durch die Emission starker Schallsignale begleitet. Des Weiteren wurde zeitgleich jeweils ein deutliches EME Signal gemessen.

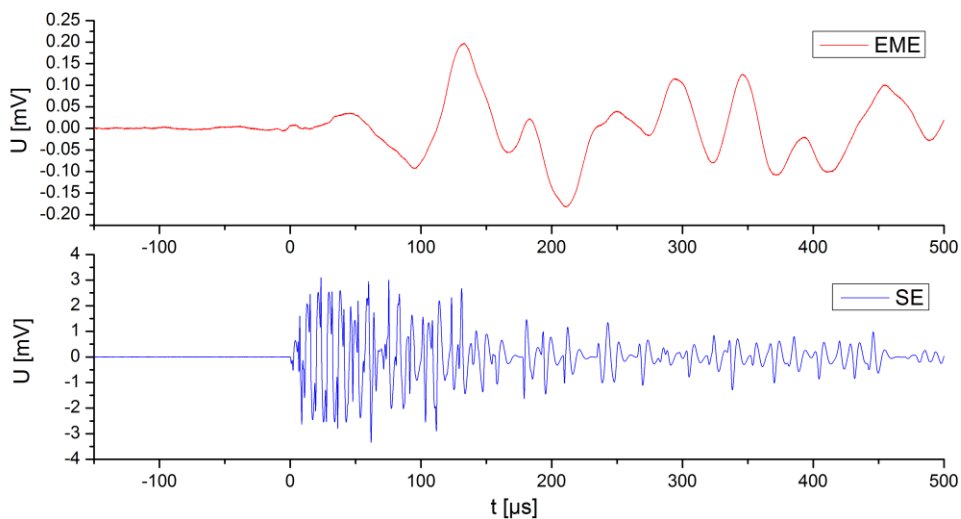


Abb.4. Gemeinsames Auftreten von EME und SE beim Bruch einer RTM 6 Probe

In Abbildung 4 ist ein exemplarisches SE-EME Paar beim Bruch dargestellt. Der Nullpunkt der Zeitachse ist der Zeitpunkt des Überschreitens des Schwellwertes auf dem SE Kanal. Zu erkennen ist das einige Mikrosekunden frühere Einsetzen des EME Signals. Die Zeitdifferenz entspricht der Laufzeit des Schallsignals im Prüfkörper vom Riss bis zum Sensor. Unterschiede in den Frequenzbereichen sind erkennbar. Die Frequenzen der SE Signale sind deutlich höher als die der EME.

In Abbildung 5 sind drei verschiedene EME Signalformen dargestellt. Die Anstiegszeiten der Signale sind kenntlich gemacht. Als Anstiegszeit τ wird hier die Zeitdifferenz zwischen dem Signaleinsatz t_0 und dem Zeitpunkt des Amplitudenmaximums t_{peak} gewählt. Der Mittelwert der ermittelten Anstiegszeiten aller gemessener EME Signale beträgt $246 \mu\text{s}$. Da die Signale anscheinend aus der Überlagerung mehrerer Schwingungen bestehen und somit der Zeitpunkt t_{peak} eine relativ große Streuung aufweist, soll hier vorerst nur die Größenordnung der Anstiegszeiten mit $\tau > 100 \mu\text{s}$ vermerkt werden. Betrachtet man die Abmessung der Probenmitte als Länge des Risses und die transversale Schallgeschwindigkeit in RTM 6 von 947 m/s als obere Grenze der Rissgeschwindigkeit, so lässt sich als untere Grenze für die Anstiegszeiten $\tau > 58 \mu\text{s}$ angeben. Die gemessenen Zeiten erscheinen demnach plausibel.

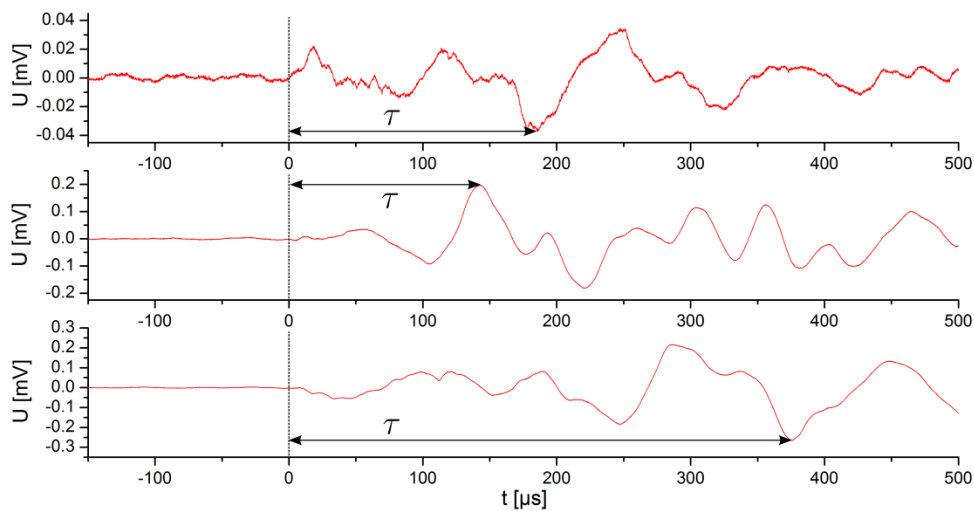


Abb.5. Gemessene EME von drei verschiedenen RTM 6 Proben.

3.2 Mode-I Belastung der PA 6 Proben

Das Verhalten der Polyamid 6 Proben unter Mode-I Belastung unterscheidet sich aufgrund der ausgeprägten Duktilität des Materials wesentlich von dem der PA6 Proben. Nach anfänglich linearem Kraft-Weg-Verlauf setzt starkes plastisches Verhalten ein. Der Anstieg der Kraft-Weg-Kurve nimmt ab. Überschreitet die Spannung den Wert der Bruchspannung bildet sich im plastisch verformten Bereich der Riss aus. Im Vergleich zu den RTM6 Proben wird die Probe nicht schlagartig zerstört. Der Riss breitet sich langsam und stückweise aus. Das gemessene Kraftsignal nimmt wieder ab. Die freigesetzten Energien sind bedeutend kleiner als bei den RTM6 Proben. Über den gesamten Zeitraum des Rissfortschritts tritt Emission schwacher Schallsignale auf. Gelegentlich wurde eine beschleunigte Rissausbreitung beobachtet. Entsprechend stärker waren die zugehörigen Signale. Bei einigen Abschnitten der Rissausbreitung wurde keine Schallemission aufgezeichnet. Möglicherweise lagen die zugehörigen Schallemissionssignale dort unterhalb des gewählten Schwellwertes.

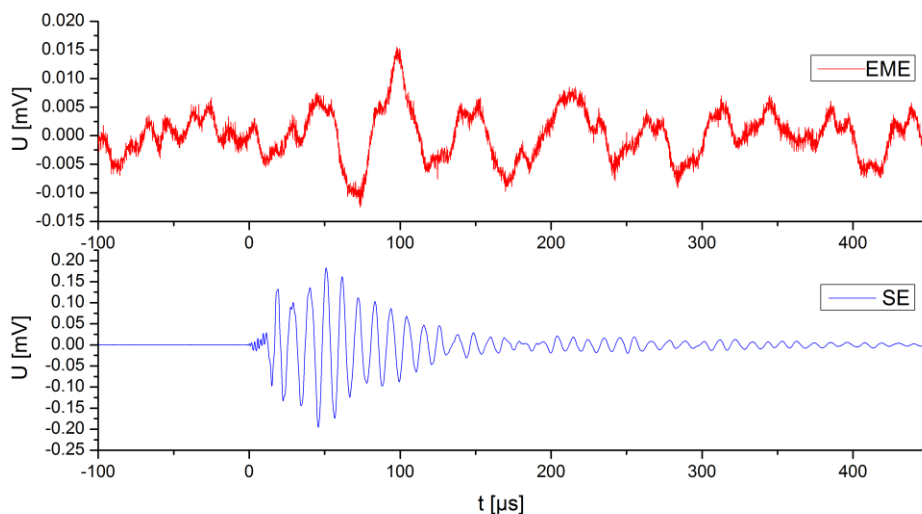


Abb.6. Gemeinsames Auftreten von EME und SE beim Bruch einer PA 6 Probe

Elektromagnetische Emission konnte nur bei zwei der zehn untersuchten Proben detektiert werden. Eventuelle weitere EME Signale waren zu schwach um sich deutlich vom Rauschen abzuheben. Abbildung 6 zeigt eines der beiden detektierten EME-Signale mit dem dazugehörigen Schallemissionssignal. Aufgrund des geringen Signal-Rausch Verhältnisses kann der Zeitpunkt des Einsatzes des EME-Signals nicht exakt bestimmt werden. Dieser sollte wieder einige Mikrosekunden vor der Schwellwertüberschreitung des SE-Signals liegen. Weiterhin ist zu erkennen, dass die Signalstärke der Schallemissionssignale um etwa eine Größenordnung kleiner ist als die der RTM6 Proben. Die Frequenzen der EME Signale sind auch beim PA 6 kleiner als die Frequenzen der dazugehörigen Schallsignale.

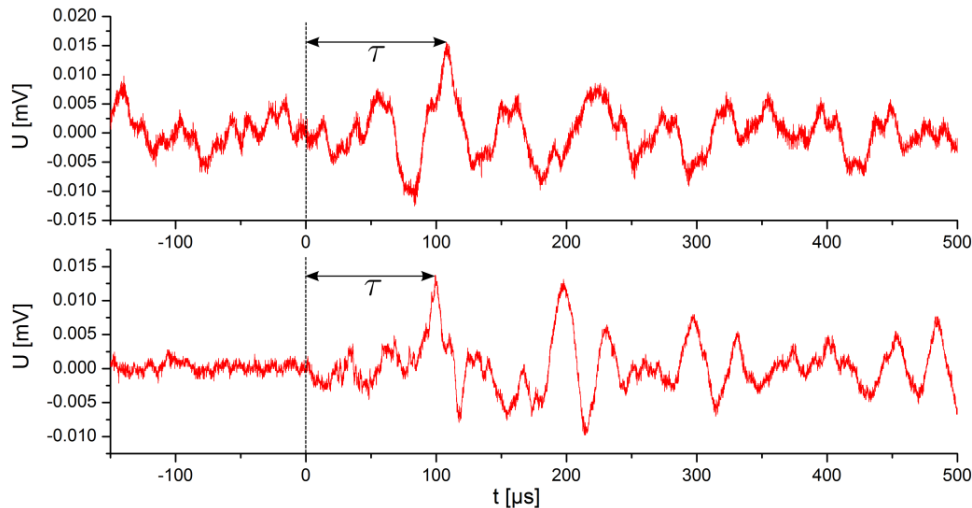


Abb.7. Gemessene EME von drei verschiedenen Polyamid 6 Proben.

In Abbildung 7 sind die beiden EME Signale dargestellt. Diese sind ebenfalls erheblich schwächer als die Signale der RTM6 Proben. Dennoch kann man die Anstiegszeiten ermitteln. Hierzu wird der Zeitpunkt des Signaleinsatzes mit $t_0 = -10 \mu\text{s}$ abgeschätzt. Die Abschätzung beruht auf den t_0 Werten für RTM6 und der Ähnlichkeit der Schallgeschwindigkeiten in beiden Materialien. In Abb. 7 ist die Zeitachse bzgl. Abb. 6 um diesen Wert verschoben. Damit ergeben sich Anstiegszeiten von $108 \mu\text{s}$ und $99 \mu\text{s}$. Da beim PA 6 die Risslängen deutlich kleiner waren als beim RTM 6, ergeben sich hier wesentlich kleinere Rissausbreitungsgeschwindigkeiten.

4. Zusammenfassung und Ausblick

4.1 Zusammenfassung

Es konnte gezeigt werden, dass beim Bruch von RTM6 und Polyamid 6 elektromagnetische Emission zusammen mit Schallemission auftritt. Deutliche Unterschiede im Bruchverhalten führen zu stark unterschiedlichen Signalamplituden der SE sowie der EME. Während das RTM6 spröde bricht und beim Bruch deutliche SE- und EME Signale emittiert, wird Polyamid 6 stark plastisch deformiert, bricht sehr langsam und emittiert dabei viele schwache SE Signale sowie einige schwache EME Signale. Die gemessenen Anstiegszeiten liegen bei beiden Materialien in der Größenordnung von $\tau \geq 100 \mu\text{s}$. Aufgrund unterschiedlicher Risslängen ergeben sich aber stark unterschiedliche Rissausbreitungsgeschwindigkeiten. Die EME Signale setzen sich aus nur wenigen Frequenzen zusammen. Diese sind allerdings kleiner als die Frequenzen der gleichzeitig emittierten Schallsignale.

4.2 Ausblick

Gleichartige Tests bei weiteren Polymeren sind geplant. Durch die Verwendung eines verbesserten Sensorsystems könnten mehr EME-Signale beim Bruch von duktilen Materialien wie Polyamid 6 detektiert werden. Darüber hinaus sollen auch bei verschiedenen Typen von Kohlenstofffasern Versuche durchgeführt werden, um SE und EME beim Bruch zu detektieren. Dies soll dazu genutzt werden entsprechende Versuche bei kohlenstofffaserverstärkten Kunststoffen umzusetzen. In die Auswertung und Interpretation der hier erhaltenen Signale, wie z.B. die Anwendung von Mustererkennungsverfahren [18] oder die FEM-Simulation [19], sollen die gewonnenen Erkenntnisse der Versuche an Polymeren und Fasern einfließen. Zum besseren Verständnis der entstehenden EME werden bereits erste FEM Simulationen zu sämtlichen Experimenten durchgeführt. Der ständige Abgleich zwischen Experiment und Simulation soll dabei das Verständnis der zugrundeliegenden Vorgänge verbessern.

Referenzen

- [1] C. Große, M. Ohtsu *Acoustic Emission Testing. Basics for Research - Applications in Civil Engineering*. Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg (2008).
- [2] M. G. R. Sause, S. Horn *Influence of Specimen Geometry on Acoustic Emission Signals in Fiber Reinforced Composites: FEM-Simulations and Experiments*. 29th European Conference on Acoustic Emission Testing, Vienna 09/2010 (2010)
- [3] M. G. Sause, M. A. Hamstad, S. Horn *Finite element modeling of conical acoustic emission sensors and corresponding experiments*. Sensors and Actuators A: Physical 184, pp. 64–71 (2012).
- [4] B. A. Auld *Acoustic fields and waves in solids*. Krieger, Malabar, Fla (1990).
- [5] A. Küchler, J. Dams, T. Dunz, A. Schwab *Kapazitive Sensoren zur Messung transienter elektrischer Felder und Spannungen*. Archiv f. Elektrotechnik 68, 5, pp. 335–344 (1985).
- [6] I. Yamada, K. Masuda, H. Mizutani *Electromagnetic and acoustic emission associated with rock fracture*. Physics of the Earth and Planetary Interiors 57, 1-2, pp. 157–168 (1989).
- [7] V. Frid, A. Rabinovitch, D. Bahat *Fracture induced electromagnetic radiation*. J. Phys. D: Appl. Phys. 36, 13, pp. 1620–1628 (2003).
- [8] P. Sedlak, J. Sikula, T. Lokajicek, Y. Mori *Acoustic and electromagnetic emission as a tool for crack localization*. Meas. Sci. Technol. 19, 4 (2008).
- [9] G. Lacidogna, A. Carpinteri, A. Manuello, G. Durin, A. Schiavi, G. Niccolini, A. Agosto *Acoustic and Electromagnetic Emissions as Precursor Phenomena in Failure Processes*. Strain 47, pp. 144–152 (2011).
- [10] A. Misra, R. C. Prasad, V. S. Chauhan, B. Srilakshmi *A theoretical model for the electromagnetic radiation emission during plastic deformation and crack propagation in metallic materials*. Int J Fract 145, 2, pp. 99–121 (2007).
- [11] C. Sklarczyk, S. Winkler, B. Thielicke *Die elektrische Emission beim Versagen von Faserverbundwerkstoffen und ihren Komponenten*. Mat.-wiss. u. Werkstofftech. 27, 11, pp. 559–566 (1996).
- [12] P. Koktavý *Experimental study of electromagnetic emission signals generated by crack generation in composite materials*. Meas. Sci. Technol. 20, 1 (2009).
- [13] A. Rabinovitch, V. Frid, D. Bahat *Surface oscillations — A possible source of fracture induced electromagnetic radiation*. Tectonophysics 431, 1-4, pp. 15–21 (2007).
- [14] A. I. Laptukhov *Generation of an electromagnetic field during rupture of a dielectric*. Russian Physics Journal, 1 (1995).
- [15] S. Ramo *Currents Induced by Electron Motion*. Proc. IRE 27, 9, pp. 584–585 (1939).
- [16] P. Koktavý, J. Pavelka, J. Sikula *Characterization of acoustic and electromagnetic emission sources*. Meas. Sci. Technol. 15, 5, pp. 973–977 (2004).
- [17] J. Moosburger-Will, M. Greisel, M. G. R. Sause, R. Horny, S. Horn *Influence of partial cross-linking degree on basic physical properties of RTM6 epoxy resin*. J. Appl. Polym. Sci. (2013).
- [18] M. Sause, A. Gribov, A. Unwin, S. Horn *Pattern recognition approach to identify natural clusters of acoustic emission signals*. Pattern Recognition Letters 33, 1, pp. 17–23 (2012).
- [19] M. G. Sause, M. A. Hamstad, S. Horn *Finite element modeling of lamb wave propagation in anisotropic hybrid materials*. Composites Part B: Engineering 53, pp. 249–257 (2013).