

Schallausbreitung und Lichtemission in mechanolumineszierenden Partikelschichten

Alexander AMAN¹, Alexander PISAREVSKIY¹, Sören HIRSCH²

¹ Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg, Universitätsplatz 2, 39106 Magdeburg

² FH Brandenburg, Magdeburger Str. 50, 14770 Brandenburg an der Havel

Kurzfassung. Die Mechanolumineszenz ist ein weitgehend bekanntes Phänomen. Hierbei werden Lichtimpulse während der Ausbreitung von Schallwellen in unterschiedlichen Stoffen emittiert. Die Erforschung der mechanolumineszierenden Eigenschaften solcher Stoffe hat hohes Entwicklungspotenzial für zukünftige Anwendungen im Structure Health Monitoring, welches ein ergänzendes Verfahren zur Messung der akustischen Emission während der Bauteilschädigung darstellt. In diesem Zusammenhang wurde die Lichtemission infolge der impulsartigen Belastung einer mechanolumineszierenden Schicht aus ZnS:Mn - Partikeln mit Hilfe von piezoelektrischen Sensoren evaluiert. Die impulsartige Belastung dieser metallisch beschichteten Partikelschicht wurde mit einer Metallkugel durchgeführt, die aus unterschiedlichen Höhen auf diese Schicht fiel. Während des Impulses, kontaktierte die Metallkugel direkt die Metallschicht und ermöglichte die Kontaktzeitmessung über einen kleinen Stromfluss. Die Ausbreitung der Druckwelle erfolgte über die metallische Schicht und deformierte die ZnS:Mn-Schicht, so dass eine Lichtemission während der Belastung stattfand. Diese kurzzeitige Belastung wurde zusätzlich über einen Piezosensor erfasst. Danach fand ein Erlöschen der Lichtemission innerhalb von einigen Mikrosekunden statt. Die Messungen wurden mit unterschiedlichen Belastungsstärken, aufgrund der unterschiedlichen Fallhöhen der Metallkugel, durchgeführt. Es wurde nachgewiesen, dass die mechanolumineszierende Partikelschicht eine hohe Dämpfung und einen guten Schädigungswiderstand zur Folge hat. Diese Eigenschaften eröffnen neue Möglichkeiten zur Verbesserung der Lokalisierung und der Art der Schädigung während des Betriebes von mechanischen und elektronischen Baugruppen.

1. Einführung

Sensoren, die in der Lage sind, mechanische Beanspruchungen zu erfassen, haben ein weites Anwendungsfeld in unterschiedlichen industriellen Bereichen gefunden, wie beispielsweise in der Automobilindustrie, der Luft- und Raumfahrttechnik, Medizintechnik und der Kernkrafttechnik [1-3]. In den letzten Jahren haben Fortschritte in der Mikrotechnologie die Produktion von billigen Mikrosensoren, die für die kompakte Integration in Automobilsystemen geeignet sind, ermöglicht. Die Vorteile von Miniatorsensoren sind ihre kurze Ansprechzeit und hohe Empfindlichkeit [4-6]. Die Verwendung solcher Mikrosensoren in Kombination mit schnellen Datenanalyse-Chips, kann die Spannungsverteilung auf der Oberfläche von technischen Bauteilen mit einer hohen zeitlichen und räumlichen Auflösung erfasst und ausgewertet werden. Solche Sensorsysteme können zur Strukturüberwachung (Structural Health Monitoring) verwendet werden. Beispielsweise könnte ein Netzwerk von, mechanolumineszenten (ML) Sensoren mittels Lichtwellenleiter mit einem Datenanalyse-Chip verbunden werden und in der



Struktur von militärischen oder zivilen Luftfahrzeugen integriert werden, um rechtzeitig Strukturschäden infolge von Kollisionen mit unterschiedlichen Objekten zu erfassen [7]. Bisher gibt es erste ähnliche Ansätze zur Strukturüberwachung, bei denen eine Membran mit einem Dehnungsmessstreifen als Schallemissions-/Kraftsensor fungiert [8]. Häufig werden zu diesem Zweck auch membran-basierte Sensoren auf der Basis von Mikroelektromechanischen Systemen (MEMS) wegen ihrer einfachen Signalverarbeitung, hohen Empfindlichkeit und ausgezeichneten Linearität verwendet [9]. Ein solcher Sensor funktioniert hierbei als Membran, die sich in Abhängigkeit von der Kraftbelastung verformt und einen elektrischen Impuls erzeugt. Bei einer Mehrfachbelastung innerhalb eines kurzen Zeitintervalls besteht die Signalantwort, infolge von sich mehrfach wiederholenden Membranschwingen, aus mehreren Spannungsspitzen. Aufgrund solch einer Überlappung von Ereignissen ist es schwierig, die verschiedenen Signalereignissen den einzelnen Belastungsereignissen zuzuordnen. Darüber hinaus werden nicht nur Spannungsspitzen infolge von Membranschwingungen des Sensors an seinem jeweiligen Montageort erfasst, sondern auch aufgrund von Oberflächenschwingungen des zu überwachenden Bauteils. Dadurch wird eine Lokalisierung der Position der auftretenden Belastung zusätzlich erschwert. Die eindeutige Zuordnung von elektrischen Signalen zu einzelnen Belastungsfällen hängt von den geometrischen Parametern (wie Dicke, Durchmesser, etc.) und den mechanischen Eigenschaften des überwachenden Bauteils ab [10]. Somit ist die Anwendung von solchen Sensoren zum Zwecke der Strukturüberwachung, aufgrund von Oberflächenschwingungen und Vibrationen der zu prüfenden Bauteile, stark begrenzt. Das gleiche Problem tritt bei der Verwendung von anderen empfindlichen dynamischen Kraftsensoren auf, wie zum Beispiel von piezoelektrischen, kapazitiven oder Polymer und Lichtleitfaser-Sensoren. Ein weiterer Nachteil von Membransensoren ist ihre geringe Beständigkeit gegen intensive Beanspruchung aufgrund von Eigenschädigungen infolge Strukturversagen. Bei starken mechanischen Verformungen der Membran, darf ein möglicher Ausfall dieser empfindlichen Sensorelemente nicht außer Acht gelassen werden. Unter Berücksichtigung der oben genannten Merkmale, müssen physikalische Sensorkonzepte für einen Kraftsensor mit einer hohen Widerstandsfähigkeit gegen mechanische Belastungen entwickelt werden, die eine direkte Messung der Krafteinwirkung ohne weitere Störeinflüsse ermöglichen. In diesem Zusammenhang erscheinen die Lichtemissionseigenschaften von mechanolumineszierenden (ML) Partikeln als möglich nutzbar für künftige Sensoranwendungen. Das charakteristische Merkmal dieser Teilchen ist die Lichtemission während deren mechanischen Belastung. Oft wird die Lichtemission infolge einer plastischen Verformung dieser Partikeln verursacht [10-12]. Folglich kann erwartet werden, dass die Lichtemission von ML-Partikeln von kurzer Dauer ist, während der auf sie einwirkenden Kraft. Auf diese Weise wird die Wahrscheinlichkeit einer Fehlinterpretation von Signalen infolge der Überlappung von mechanisch induzierten Ereignissen reduziert. Dieser Aspekt ist wichtig für die Anwendung von ML-Partikeln in neuen Sensorkonzepten zur Zustandsüberwachung. Außerdem sollte beachtet werden, dass die Partikelschicht einen hohen Dämpfungsfaktor hat und robust gegenüber mechanisch induzierten Ausfällen ist [13].

2. Werkstoffe und Versuchsaufbau

Aufgrund ihrer starken Emissionseigenschaften, wurden Partikeln aus ZnS:Mn als Versuchsmaterial für die Versuche verwendet. Die Partikelgrößenverteilung wurde mit einem Mastersizer 2000 bestimmt. Bild 1 zeigt die kumulative Teilchengrößenverteilung Q3 auf der Massenbasis. Entsprechend der Verteilung in Bild 1, beträgt die mittlere Partikelgröße d_{50} ca. 7,4 μm . Die ML-Partikeln wurden in einem Verhältnis von 4 zu 1

Gew-% in einem mechanisch elastischen und optisch transparentem Leim vermischt (20%ige Hydroxylcellulose), um zufällige Fehler während der Messungen zu verringern, die durch Unebenheiten auf der Schichtoberfläche und mögliche Umverteilungsprozesse der ML -Teilchen während der mechanischen Belastung hervorgerufen werden können. Diese Mischung wurde auf eine 0,3mm dünne Folie aufgebracht. Nach dem Erstarren wurden kreisförmige Proben aus mit einem Durchmesser von 10 mm ausgeschnitten.

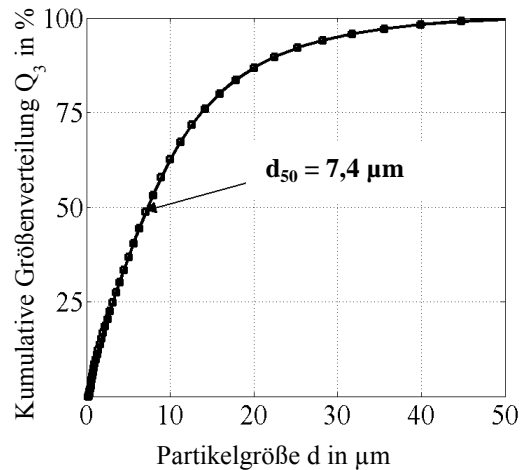


Bild 1. Partikelgrößenverteilung der ZnS:Mn- Partikeln.

Die Versuche wurden mittels einer speziell entwickelten Beanspruchungsvorrichtung durchgeführt (Bild 2). Die mechanische Belastung der ML-Probe wurde mit einer metallischen Kugel (nickelbeschichtete Stahllegierung), die mit ihrer Masse von $m = 0,7 \text{ g}$ aus verschiedenen Höhen ($h = 0,05$ bis $0,15 \text{ m}$) auf die Probe fiel, durchgeführt. Um die Energie infolge der mechanischen Verformung der Probe genau bestimmen und reproduzieren zu können, wurde die metallische Kugel (1) in der entsprechenden Höhe an einer Vakuum-Düse (2) positioniert. Die Verwendung einer Vakuumdüse ermöglichte den Fall der metallischen Kugel mit einer Anfangsgeschwindigkeit von 0 m/s und reduzierte auch die Drehung der Kugel im freien Fall [26]. Die metallische Kugel fiel auf eine metallische Platte, unter der die mechanolumineszente Probe befestigt war, und übte eine mechanische Belastung auf deren Oberseite aus (3). Die mechanische Welle, die durch den Aufprall der metallischen Kugel verursacht wurde, wurde über die metallische Platte auf die ML-Probe übertragen (4) und initiierte somit eine Deformation dieser. Unterhalb der ML-Probe befand sich ein Saphirglas (5), durch das die Lichtemission mit Hilfe eines daran befestigten Lichtwellenleiters (6) mit einer Bandbreite von 350 bis 700 nm zu dem Photomultiplier (7) (Modell H10722-01 von Hamamatsu Photonics) weitergeleitet wurde. Der Photomultiplier arbeitete in einem spezifischen Frequenzbereich von 0 bis 20 kHz . Der Photomultiplier war mit einem digitalen Speicheroszilloskop MSO6104A von Agilent Technologies verbunden (8). Aufgrund dessen, dass die Beanspruchung der ML-Probe durch eine mechanische Belastung verursacht wurde, musste die Intensität der Beanspruchung parallel zur Lichtemission gemessen werden, um eine direkte Aussage über den Zusammenhang zwischen der Intensität der Lichtemission und der mechanischen Belastung treffen zu können. Dazu wurde ein piezoelektrischer Sensor vom Typ EPZ - 27MS44W (9) auf der metallischen Schicht montiert. Dieser Sensor wurde ohne Operationsverstärker, aufgrund seiner hohen Empfindlichkeit, betrieben. Zusätzlich erfolgte eine Kalibrierung dieses Sensors, siehe Abschnitt 2.1. Die Kontaktzeit wurde durch die Messung der Laufzeit des elektrischen Stroms, der durch einen elektrischen Kontakt floss, ausgewertet. Zu diesem Zweck wurde eine Spannungsquelle (2 V) an ihrem positiven

Ausgang mittels eines dünnen Drahtes (10) mit der Metallkugel und an ihrem negativen Ausgang mit der metallischen Platte verbunden. Der elektrische Kontakt zwischen der Kugel und der metallischen Platte verursachte einen rechteckigen Spannungsimpuls, der mit dem Speicheroszilloskop ausgewertet werden konnte.

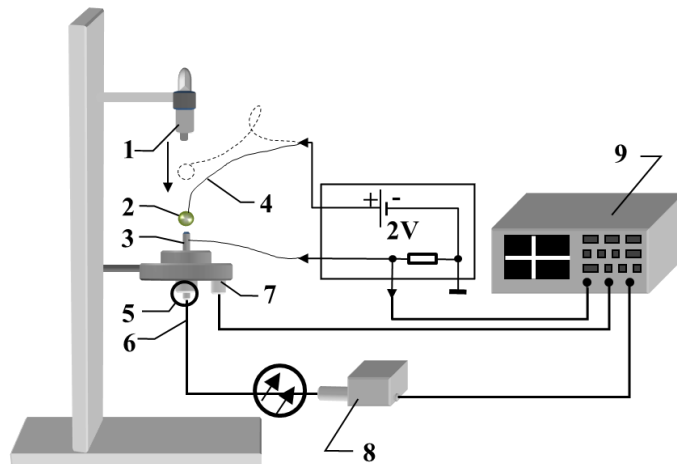


Bild 2. Versuchsaufbau mechanische Impulsbelastung (1) – Vakuumventil, (2) – metallische Kugel, (3) – metallische Platte, (4) – dünner Draht, (5) – ML-Probe, (6) – Lichtleitfaserkabel, (7) – piezoelektrischer Sensor, (8) – Photomultiplier, (9) – Oszilloskop.

2.1. Kalibrierung des Piezosensors

Der Zusammenhang zwischen dem elektrischen Impuls der Metallkugel und dem Signal des piezoelektrischen Sensors wurde bestimmt, um die Empfindlichkeit des piezoelektrischen Sensors zu kalibrieren. Die Versuche wurden nach der Versuchsanordnung in Bild 2 durchgeführt. Das Ausgangssignal wurde mittels des digitalen Oszilloskops aufgezeichnet. Um reproduzierbare Ergebnisse zu erhalten, wurden die Experimente 10 Mal pro Messreihe wiederholt. Die maximale Amplitude der Ausgangsspannung des piezoelektrischen Sensors U_{\max} wurde als Mittelwert aus der jeweiligen Messreihe berechnet, siehe Bild 3 (a). Der durch den Aufprall der Kugel verursachte Impuls I wurde hierbei durch:

$$I = m\sqrt{2gh} \quad (1)$$

beschrieben, wobei m die Kugelmasse, g ist die Gravitationskonstante und h die Fallhöhe ist. Die Massen der Kugeln wurden für die Kalibrierung zwischen 0,002 und 0,08g variiert und die Fallhöhe h zwischen 0,05-0,15 m. Der somit bestimmte Zusammenhang zwischen I und U_{\max} wurde mit Hilfe des Faktors als lineare Funktion (siehe Bild 3 (b)) und mit Hilfe der Software MATLAB, mit einem berechneten Regressionskoeffizienten R^2 , beschrieben. Es wurde somit nachgewiesen, dass die Empfindlichkeit des piezoelektrischen Sensors in dem für die Messungen relevanten Frequenzbereich konstant ist, und nicht von der aufgebracht Kraft abhängig ist.

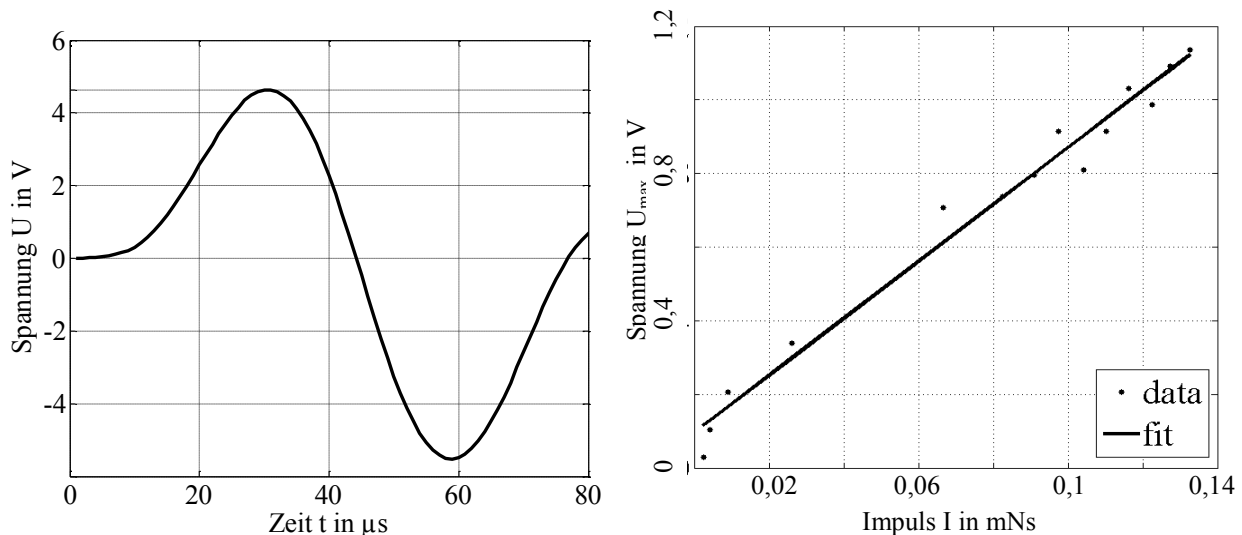


Bild 3a - rechts) Signal des Piezosensors, aufgezeichnet beim Aufprall der metallischen Kugel mit einer Masse $m=0,11\text{g}$ aus einer Höhe von $h=0,1\text{ m}$

Bild 3b - links) Abhängigkeit der maximalen Spannungsamplitude des Piezosensors U_{max} von dem mechanischen Impuls I .

3. Auswertung

Während des Versuchs wurden die zeitaufgelösten Signale ausgewertet. In Bild 4 ist die zeitliche Überlagerung von Signalen nach der Beanspruchung mit einer metallischen Kugel mit der Masse $m = 0,7$ aus der Fallhöhe $h = 0,1\text{ m}$, dargestellt. Diese Daten wurden für weitere Untersuchungen erfasst. Das zeitlich aufgelöste Signal des elektrischen Kontaktes ist als eine rechteckige Spannungsfunktion $U_{\text{ct}}(t)$ (gestrichelte Linie) dargestellt.

$$U_{\text{ct}}(t) = \begin{cases} 0, & t < t_c \\ 2, & t_c < t < t_e \\ 0, & t > t_e \end{cases} \quad (2)$$

Die Spannungsfunktion im Zeitraum $U_{\text{ct}}(t) > 0$ entspricht der elektrischen Spannung während des Kontaktes zwischen der metallischen Platte und der metallischen Kugel. t_c und t_e beschreiben die Zeitpunkte des Beginns und des Endes des Kontaktes. Die Beanspruchung der ML-Partikel findet während dieser Kontaktzeit statt. Das Signal der ML-Probe ist in Bild 4 in Form einer Zeit-Spannungsfunktion $U_{\text{ML}}(t)$ als durchgezogene Linie dargestellt. Hierbei fallen zwei Merkmale bei der Lichtemission auf:

Die spektralen Eigenschaften des emittierten Lichts wurden durch einen, in den Lichtwellenleiter integrierte, UV - Filter moduliert. Dadurch wurde der potenzielle Anteil an der Lichtemission, infolge von Mikrogasentladungen [14] im UV - Spektrum reduziert und konnte vernachlässigt werden. Dadurch konnte der aufgezeichnete Signalverlauf infolge der Lichtemission der Bewegung und Interaktion von Versetzungen in der Kristallstruktur von ZnS:Mn- Partikeln zugewiesen werden.

Die Dauer der Lichtemission entspricht der Kontaktzeit. Das Signal $U_{\text{ps}}(t)$ (gepunktete Linie), das mittels des piezoelektrischen Sensors aufgezeichnet wurde, kann als sinusförmig in einem Zeitbereich $0 < t < t_s$ betrachtet werden. Für den Zeitraum $t > t_s$ sind gedämpfte Schwingungen mit einer Dauer von einigen wenigen (5-10) ML-Impulsen typisch. Diese vergleichsweise langandauernde Periode des piezoelektrischen Signals wird durch Ausbreitungseffekte infolge von mechanischen Wellen innerhalb des Mess- und Versuchsaufbaus erklärt. Denn hierbei spiegelt das, durch den piezoelektrischen Sensor

aufgezeichnete, Signal nicht nur den Aufprall der metallischen Kugel, sondern auch die mechanische Vibration des Testsystems nach dem Aufschlag wider. Ausgehend von diesem Signalverhalten sollte angemerkt werden, dass es schwierig ist das Zeit-Spannungsverhalten des piezoelektrischen Sensors eindeutig dem mechanischen Impuls zuzuordnen.

Für die weitere Signalauswertung war es notwendig die Korrelation zwischen der elektrischen Kontaktzeit und der Mechanolumineszenz zu bestimmen. Der Anstieg des ML-Signals findet mit einer Verzögerung im Vergleich zum Anstieg des Signals der elektrischen Kontaktzeit statt. Diese beobachtete zeitliche Verzögerung kann durch die Frequenzbandbreite d.h. die RC - Zeit des Photomultipliers erklärt werden, denn seine Frequenzbandbreite ist auf $f_{\max} = 20 \text{ kHz}$ begrenzt. Folglich kann die zeitliche Verzögerung des Photomultipliers auf $1/f_{\max} = 50 \mu\text{s}$ abgeschätzt werden. Am Ende der mechanischen Belastung der ML-Teilchen wird die einwirkende Kraft geringer. Folglich ist hier der Anteil der einwirkenden Kraft an der Lichtemission vernachlässigbar. Hauptsächlich wird die Lichtemission durch die mechanische Belastung am Anfang des Belastungsprozesses hervorgerufen. Somit kann die Systemantwort am Ende der Belastung mit einer charakteristischen Zeitkonstante von $50 \mu\text{s}$ als eine exponentielle Funktion beschrieben werden. Bild 5 zeigt die Regression des Signals infolge der Entspannung. Die aufgezeichneten Messwerte werden als durchgezogene Linie dargestellt und die exponentielle Regression als durchgezogene Linie. Die charakteristische Zeitkonstante des Messsystems τ_0 wurde mit $65 \mu\text{s}$ bestimmt. Hierbei sollte angemerkt werden, dass die Ursache für die zeitliche Verzögerung aufgrund der Lumineszenzeigenschaften der Teilchen möglicherweise hervorgerufen wurde, denn ZnS stellt während der mechanischen Belastung eine phosphoreszierende Verbindung, mit einer Lebensdauer in der Größenordnung von einigen zehn Millisekunden dar.

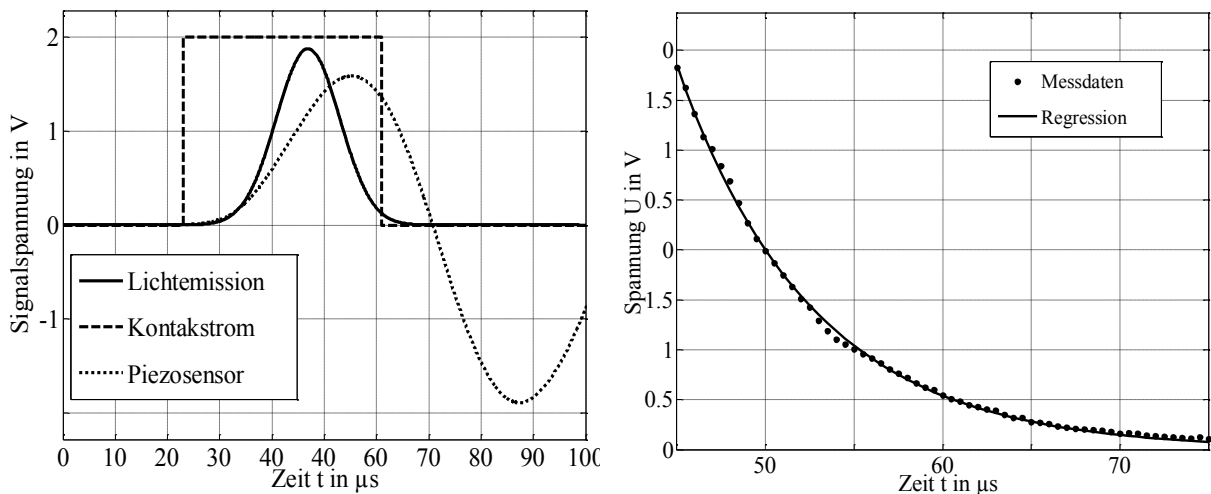


Bild 4 (rechts). Signal der ML-Probe, des Kontaktstroms und des piezoelektrischen Sensors, nach einer impulsartigen Belastung einer metallischen Kugel mit einer Masse $m=0,7\text{g}$ aus einer Höhe von $h=0,1\text{m}$.

Bild 5 (links). Relaxation der ML nach der Beendigung der Impulsbelastung.

Das Signal von der ML-Probe $U_{ML}(t)$ kann als Faltung von zwei Funktionen dargestellt werden. Die erste beschreibt die zeitabhängige Krafteinwirkung während der mechanischen Belastung der ML-Schicht als $f(\tau)$. Die zweite Funktion ist eine Exponentialfunktion mit einer Zeitkonstante gleich τ_0 .

$$U_{ML}(t) = A \int_0^t f(\tau) \cdot \exp\left(-\frac{\tau-t}{t_0}\right) d\tau \quad (3)$$

Es wurde angenommen, dass die einwirkende Kraft infolge der mechanischen Belastung $f(\tau)$ als eine Gauß-Verteilung mit einem Maximum bei $t = \mu$ und einer Breite ζ (Standardabweichung), vergleichbar mit der Kontaktdauer zwischen metallischer Kugel und metallischer Platte, beschrieben werden kann. Die Iteration der Parameter μ und ζ wurde angewandt, um eine Regression des berechneten Verhaltens von $U_{ML}(t)$ an experimentellen Daten durchführen zu können. Hierbei entsprechen die Parameter $\mu = 38 \mu\text{s}$ und $\zeta = 12,7 \mu\text{s}$ der der Regressionskurve mit der minimalsten Abweichung von der gemessenen ML-Kurve. Diese Parameter wurden mit Hilfe der MATLAB-Funktion 'FMINSEARCH' gefunden. Bild 6 (a) zeigt die zeitliche Verteilung der ausgeübten mechanischen Belastung auf die ML-Schicht, während Bild 6 (b) zwei Kurven darstellt, wobei die erste Kurve die gemessene Intensität der ML (gestrichelte Linie) und die zweite Kurve (durchgezogene Linie), die aus der Faltungsfunktion berechnete, auf die ML-Probe ausgeübte, Kraft dargestellt. Daraus kann geschlossen werden, dass die Kraft $f(\tau)$, die die Ursache für die beobachtete Lichtemission ist, mittels einer Gauß'schen Verteilung dargestellt werden kann. Das Maximum dieser Verteilung entspricht der halben Periode der Kontaktzeit. Die Verteilung ζ ist vergleichbar mit der Dauer des mechanischen Kontaktes.

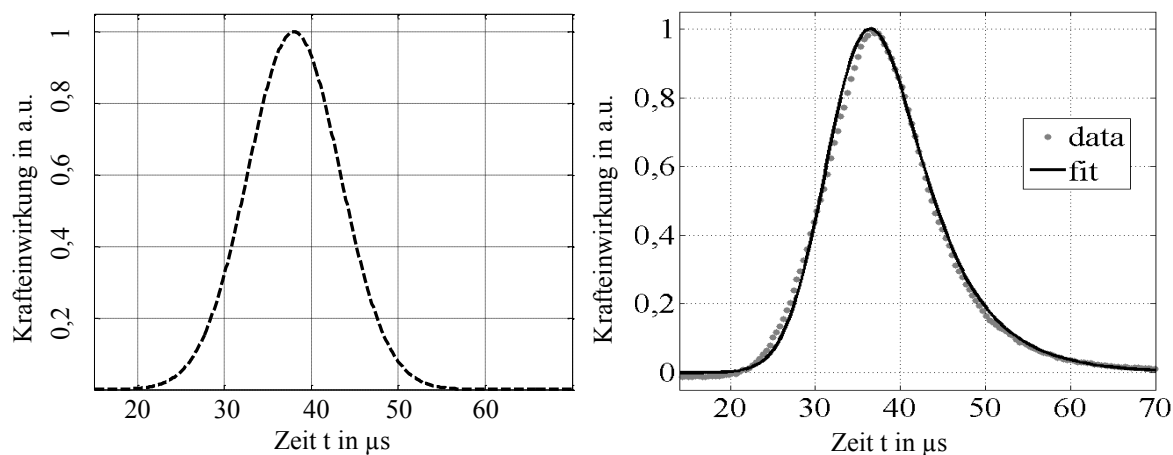


Bild 6a (rechts). Zeitliche Verteilung der auf die ML-Probe einwirkenden impulsartigen Belastung (Kraft).
Bild 6b (links). Lichtemission – durchgezogene Linie infolge der impulsartigen Belastung (Kraft) – gestrichelte Linie.

4. Schlussfolgerung

Die physikalischen Eigenschaften für neue Sensorkonzepte, basierend auf lichtemittierenden Eigenschaften von ZnS:Mn – Partikeln, wurden getestet. Es wurde nachgewiesen, dass die mechanolumineszierenden Proben nur während der mechanischen Belastung eine Lichtemission erzeugen. Die mechanischen Schwingungen des Versuchsaufbaus, die infolge einer impulsartigen Belastung einwirken, haben keinen Einfluss auf die Lichtemission und somit auf das Signal von der ML-Probe. Das elektrische Signal, das infolge dieser Belastung registriert wird, zeigt eine kurze Zeitverzögerung in einer Größenordnung von einigen zehn Millisekunden im Vergleich zu dem, mit Hilfe eines Piezosensors gemessenen, Kraftimpuls auf. Diese Verzögerung wird möglicherweise durch die verzögerte Reaktion des Messsystems oder durch die lange Relaxationszeit der mechanolumineszierenden Schicht verursacht. Weiterhin wurde gezeigt, dass die einwirkende Kraft auf die ML-Probe als Gaußverteilung mit einem Maximum dargestellt werden kann, wobei das Emissionsmaximum während der halben Dauer der Gesamtdauer der

mechanischen Belastung auftritt. Die Parameter dieser Gaußschen Verteilung können aus dem Signal der Lichtemission berechnet werden. Basierend auf diesen Ergebnissen kann geschlossen werden, dass ML- Sensoren sich zur Analyse von mechanischen Spannungen auf der Oberfläche von Bauteilen eignen. Die Spannungsverteilung kann hierbei mit einer hohen zeitlichen und räumlichen Auflösung erfasst werden. Eine der möglichen Anwendungen solcher Sensorsysteme ist Structural Health Monitoring.

Referenzen

- [1] Ainsworth R W, Miller R J, Moss R W and Thorpe S J, 2000, *Unsteady pressure measurement*, Meas. Sci. Technol., 11, 1055–76
- [2] Akhavan F, 1998, *Fiber-optic strain sensing and neural networks for health monitoring of composite plates*, PhD Thesis University of Missouri-Rolla, USA, available online at <http://laurel.iso.missouri.edu/record=b4062937~s5>
- [3] Ayaz U K, Ioppolo T and Ötügen M V, 2013, *Direct measurement of wall shear stress in a reattaching flow with a photonic sensor*, Meas. Sci. Technol., 24, 124001
- [4] Huang J B, Jiang F K, Tai Y C and Ho C M, 1999, *A microelectro-mechanical-system-based thermal shear-stress sensor with self-frequency compensation*, Meas. Sci. Technol., 10, 687–96
- [5] Löfdahl L and Gad-el-Hak M, 1999, *MEMS-based pressure and shear stress sensors for turbulent flows*, Meas. Sci. Technol., 10, 665–86
- [6] Ma Z, Zhao H, Wang K, Zhou X, Hu X, Lu S and Cheng H, 2013, *Novel correction methods on a miniature tensile device based on a modular non-standard layout*, Meas. Sci. Technol., 24, 85901
- [7] Mathur V K and Price J L, 2007, *Color switchable stressfracture sensor for damage control*, US Patent 7307702, available online at <http://google.com/patents/US7307702>
- [8] Li J and Schomburg W K, 2013, *Metal strain gauges on membranes at large deflection*, Meas. Sci. Technol., 24, 105108
- [9] Schimpf S, Hirsch S and Schmidt B, 2006, *MEMS ultrasonic sensor array with thick film PZT transducers*, Proc. 2nd Int. Conf. and Ex. on Ceramic Interconnect and Ceramic Microsystems Technologies (Washington DC, USA)
- [10] Marguerès P, Camps T, Viargues M and Olivier P, 2013, *Preliminary experimental study on the electrical impedance analysis for in-situ monitoring of the curing of carbon/epoxy composite material for aeronautical and aerospace structures*, Meas. Sci. Technol., 24, 95005
- [11] Tomas J, 2007, *Adhesion of ultrafine particles—a micromechanical approach*, Chem. Eng. Sci., 62, 1997–2010
- [12] Tomas J, 2007, *Adhesion of ultrafine particles—energy absorption at contact*, Chem. Eng. Sci., 62, 5925–39
- [13] Mütze T, 2014, *Modellhafte Beschreibung des Beanspruchungsverhaltens geschlossener Gutbetten (in German): Modeling of the stress behavior of confined particle beds*, Chem. Ing. Tech., 86, 814–20
- [14] Russell A, Müller P, Shi H and Tomas J, 2014, *Influences of loading rate and preloading on the mechanical properties of dry elasto-plastic granules under compression*, AIChE J.
- [15] Aman S, Tomas J and Streletskii A, 2011, *Fast modification of microdischarge emission bands by fracture of sugar*, Chin. Phys. Lett., 28, 87802, 60 4037–50