

Bestimmung der G_{Ic} und G_{IIc} Kennwerte von thermoplastischen Faserverbundwerkstoffen mittels Schallemissionsanalyse

*Sause, Markus G. R.; Plöckl, Marina; Horn, Siegfried
Institut für Physik / Universität Augsburg*

*Forberich, Birte; Scharringhausen, Joachim
Composite Structures and Materials / MT Aerospace AG*

markus.sause@physik.uni-augsburg.de

Abstract

Im Bereich der innovativen Fertigungsverfahren für Faserverbundwerkstoffe werden immer häufiger thermoplastische Matrixsysteme verwendet. Während der Herstellungsprozess durch die Eigenschaften der thermoplastischen Polymere profitiert, bieten diese Materialsysteme im Bereich der Kennwertermittlung neue Herausforderungen. Es ist bekannt, dass thermoplastische Faserverbundwerkstoffe häufig hohe Bruchzähigkeiten aufweisen. Die Ermittlung dieser Kennwerte ist jedoch auf Basis etablierter Normen für Epoxidharzsysteme oftmals nicht durchführbar oder sie kann zu deutlich überschätzten Bruchzähigkeiten führen. Für eine realistische Abschätzung der initialen Bruchzähigkeit bietet sich eine Durchführung der bruchmechanischen Versuche mit begleitender Schallemissionsanalyse an. Dadurch kann die Initiierung von ersten Schädigungen sicher detektiert werden. Auf Basis etablierter Ansätze der Mustererkennung kann zusätzlich zwischen dem Auftreten verschiedener Schädigungsarten unterschieden werden. Die Anwendung dieser Methoden wird hier auf die Bestimmung der kritischen Bruchzähigkeit in Rissmode I (G_{Ic}) und Rissmode II (G_{IIc}) von carbonfaserverstärktem Polyphenylensulfid demonstriert. Für die Versuche unter Belastung in Mode I zeigt sich, dass anhand der aufgezeichneten Schallemissionssignale zwischen Bereichen von Rissinitiierung und stabilem Risswachstum unterschieden werden kann. Bei den Versuchen unter Belastung in Mode II kann durch die Detektion des Ersteinsatzes der für Delamination charakteristischen Schallemissionssignale die Streuung der G_{IIc} Kennwerte signifikant verringert werden und eine konservative Untergrenze ermittelt werden.

1 Einleitung

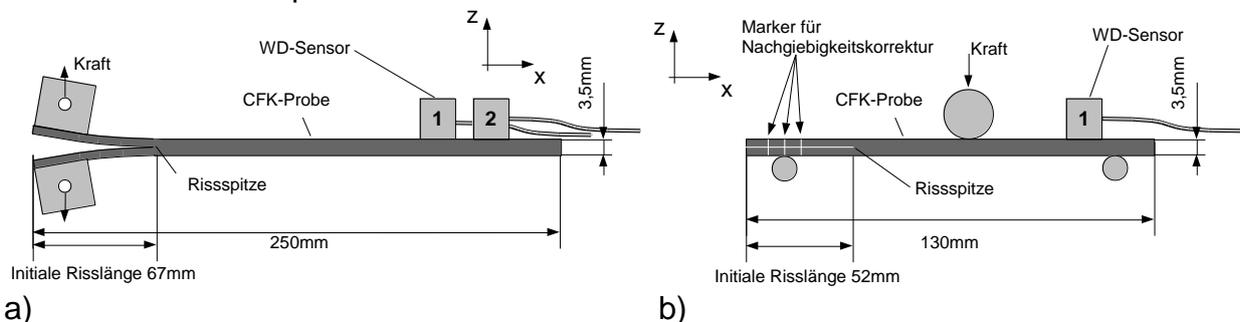
Die Bestimmung der kritischen Energiefreisetzungsrates unter Mode I Belastung (G_{Ic}) erfolgt üblicherweise anhand etablierter Normen, wie ISO 15024 oder ASTM D 5528. Kritischer wird derzeit die Prüfung der Energiefreisetzungsrates unter Mode II Belastung (G_{IIc}) diskutiert, da die Erzeugung der reinen Mode II Belastung, der Einfluss der Rissuferreibung und nichtlineares Materialverhalten Grund zur genaueren Betrachtung der verwendeten Prüfmethoden geben [1]. Erfolgversprechend ist der Ansatz des ASTM WK22949, welcher eine bessere Vergleichbarkeit der gemessenen G_{IIc} Kennwerte erwarten lässt [2]. Generell ist die Übertragbarkeit der Herangehensweisen der etablierten Normen auf thermoplastische Matrixsysteme nicht immer gewährleistet, da viele Normen auf die weit verbreiteten Epoxidharze als Matrixmaterial fokussieren. Im Unterschied zu diesen können bei teilkristallinen thermoplastischen Matrixsystemen je nach Kristallinitätsgrad deutlich unterschiedliche Energiefreisetzungsrates vorliegen [8]. Das Bruchverhalten ist zudem oft weniger spröde als bei Epoxidharzen und kann zu einer falschen Bestimmung des Ersteinsatzes des Risswachstums und einer schwierigen Bestimmung der Rissfront führen.

Schallemission (SE) entsteht durch ruckartige Mikroverformung in Festkörpern, was zur Ausbreitung einer Schallwelle im Frequenzbereich von 20 kHz bis 2 MHz führt. Insbesondere führen mikroskopische Bruchvorgänge in Faserverbundwerkstoffen zu einer Vielzahl von SE-Signalen. Die begleitende Messung der Schallemission bei bruchmechanischen Versuchen ist daher weit verbreitet und kann zu einer erhöhten Aussagekraft der Messungen beitragen [3-7].

2 Experimentelles

Alle Untersuchungen wurden an je fünf Prüfkörpern aus carbonfaserverstärktem Polyphenylsulfid (PPS) mit unidirektionalem Lagenaufbau mit einer eingelegten 13 μm Polyimidfolie als Anriss durchgeführt. Die Messung der Energiefreisetzungsrate unter Mode I Belastung erfolgt an Prüfkörpern mit Abmessungen von 250 mm \times 25 mm \times 3,5 mm (Länge \times Breite \times Höhe) gemäß ASTM D 5528, wie in *Abb. 1a* dargestellt. Die Bestimmung der Rissfortschrittslänge erfolgt durch Auswertung von Bilderserien, die während der Belastung aufgezeichnet werden. Die Proben für die Mode II Belastung wurden aus den Mode I Prüfkörpern so hergestellt, dass ein Anriss mit einer Länge von 52 mm vorliegt. Die Durchführung der Prüfung erfolgt gemäß ASTM WK22949 in einer ENF-Konfiguration wie in *Abb. 1b* dargestellt.

In beiden Konfigurationen wurden die SE-Signale mit WD Sensoren und 2/4/6 Vorverstärkern bei 40 dB Vorverstärkung, 80/300/1000 (Peak-Definition-Time/Hit-Definition-Time/Hit-Lockout-Time), 35 dB Schwellwert und einer Abtastrate von 10 MS/s mit einem PCI-2 System aufgezeichnet. Zur Verringerung von Störgeräuschen wurde ein Bandpassbereich von 20 kHz bis 1 MHz gewählt. Die Befestigung der Sensoren erfolgt durch Klammersysteme, die akustische Ankopplung erfolgt durch eine mittelviskose Silikonpaste.



a) *Abb. 1: Probengeometrie und Testkonfiguration*
a) Mode I Belastung, b) Mode II Belastung

3 Ergebnisse und Diskussion

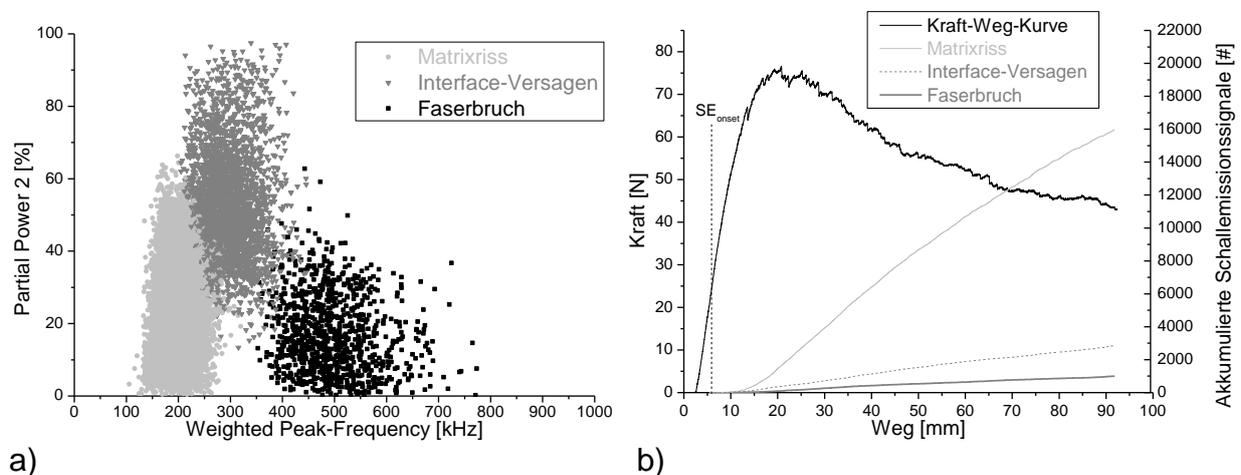
3.1 Mode I Belastung

Die Berechnung der Risswiderstandskurve erfolgt anhand der gemessenen Kraft-Weg Kurven und der optisch bestimmten Rissfortschrittslängen. Ein Beispiel einer Probe ist hierzu in *Abb. 2a* gezeigt. Die Norm ASTM D 5528 erfordert eine Bestimmung der Energiefreisetzungsrate zum Zeitpunkt erster Nichtlinearität (NL) im Kraft-Weg Verlauf, zum Zeitpunkt des ersten sichtbaren Risswachstums (VIS) und bei 5% erhöhter Nachgiebigkeit, bzw. dem Kraftmaximum (5%/MAX). Die Ergebnisse der zugehörigen G_{Ic} Werte sind in *Tab. 1* zusammen gefasst.

Die aufgezeichneten SE-Signale werden zunächst mittels eines Butterworth-Bandpass 8. Ordnung gefiltert. Aus den ersten 200 μs nach der Schwellwertüberschreitung werden anschließend Frequenzparameter errechnet, die für ein

Mustererkennungsverfahren verwendet werden. Details hierzu, sowie Definition der verwendeten Parameter finden sich in [7, 9, 10]. Die Trennung der gefundenen Signalklassen im Diagramm der verwendeten SE-Parameter „Weighted Peak-Frequency“ gegen „Partial Power 2“ ist in *Abb. 2a* dargestellt. Die Zuordnung der Gruppen von SE-Signalen zu Matrixrissen, Interface-Versagen und Faserbrüchen erfolgt auf Basis von Finite-Elemente Modellierung der SE-Signale für die jeweiligen Schadensmechanismen (detaillierte Darstellung hierzu in [7, 10]).

Ein Vergleich einer Kraft-Weg Kurve mit der Anzahl der aufgezeichneten SE-Signale ist in *Abb. 2b* gezeigt. Der Zeitpunkt des Ersteinsatz der SE-Signale stimmt bei allen Proben gut mit dem NL-Zeitpunkt der Kraft-Weg Kurven überein. Dies deutet darauf hin, dass zu diesem Zeitpunkt (weit vor dem Kraftmaximum) bereits signifikante Schädigungen in der Probe stattfinden. Im weiteren Verlauf zeigt sich, dass die Beiträge der Signalklassen von Interface-Versagen und Matrixrissen in Anzahl und Amplitude dominieren, während die Signalklasse für Faserbruch nur einen geringen Beitrag liefert.

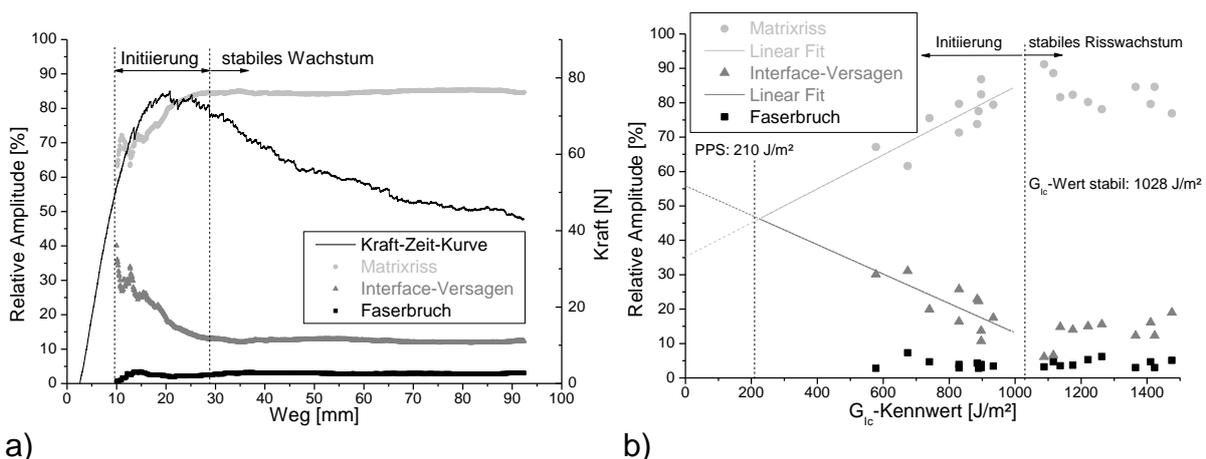


a) *Abb.2: Auswertung der Messergebnisse*

a) Einteilung der SE-Signale in Signalklassen, b) Überlagerung von Kraft-Weg Kurve mit Ergebnissen der SE-Messung

Abb. 3a zeigt eine genauere Betrachtung der Anteile der SE-Signale anhand der relativen Amplitude der unterschiedlichen SE-Signalklassen (Definition s. [7, 10]). Hier zeigen sich zwei Bereiche mit deutlich unterschiedlicher Zusammensetzung der SE-Signalklassen. Im Bereich der Rissinitiierung schwanken die Beiträge der einzelnen SE-Signalklassen um bis zu 30 %. Erst nach dem Kraftmaximum stabilisieren sich die Beiträge der SE-Signalklassen und verändern ihren Beitrag nur noch innerhalb einer Schwankungsbreite von $\pm 5\%$. Dieser Übergang zwischen dem Bereich der Rissinitiierung und der stabilen Rissausbreitung im späteren Verlauf des Versuches ist in der zugehörigen Risswiderstandskurve nur schwierig eindeutig festzulegen.

Eine Zusammenfassung der Ergebnisse aller Proben ist in *Abb. 3b* gezeigt. Hierzu wurden zum Zeitpunkt der Bestimmung von NL- und VIS-Energiefreisetzungsraten die Anteile der einzelnen SE-Signalklassen ausgewertet und deren relative Amplitude aufgetragen. Eine Korrelation zur NL- Energiefreisetzungsrates ist aufgrund der geringen Anzahl von SE-Signalen im Anfangsbereich der Messung nur wenig aussagekräftig und wird daher im Folgenden nicht diskutiert. Zusätzlich wurden für alle Proben im Bereich des stabilen Risswachstums (bestimmt nach *Abb. 2a*) ebenfalls die Signalanteile der SE-Signalklassen ausgewertet und gegen den zugehörigen G_I -Wert aus der Risswiderstandskurve aufgetragen.



a) *Abb.3: Bestimmung von Rissinitiierung und stabilem Risswachstum anhand SE-Messung*
a) Relative Amplitude der SE-Signalklassen, b) Auswertung aller gemessenen Proben

Der Verlauf der Datenpunkte in *Abb. 3b* lässt verschiedene Auswertungen und Schlüsse zu. Analog der Vorgehensweise in [7] liefert eine Rückextrapolation der Beiträge von Interface-Versagen und Matrixrissen einen Schnittpunkt, der gut mit dem erwarteten Kennwert des Matrixmaterials PPS von 210 J/m² [8] übereinstimmt. Dieser Wert stimmt ebenfalls gut mit den beiden konservativen G_{Ic}-Kennwerten NL und SE_{onset} überein. Dies lässt den Schluss zu, dass der nichtlineare Kurvenverlauf und die ersten SE-Signale von einem subkritischen Risswachstum stammen, welches dem makroskopischen Risswachstum vorausgeht [11].

Die Auswertung der G_I-Kennwerte aus dem Bereich des stabilen Risswachstums ergibt hingegen eine gut identifizierbare Untergrenze für das stabile Risswachstum von 1028 ± 50 J/m² für alle Proben. Dieser Wert liegt zudem in einem vergleichbaren Bereich wie der Kennwert des 5%/MAX Kriteriums (hier für alle Proben bestimmt über die 5% Nachgiebigkeit).

Tab. 1: Ergebnisse der Mode-I Prüfung

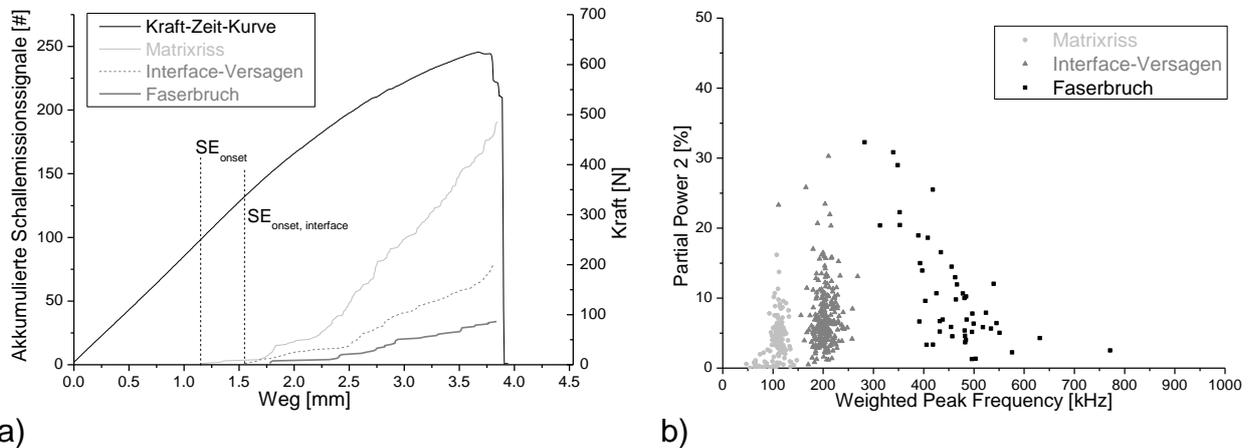
Energiefreisetzungsrate	NL [J/m ²]	VIS [J/m ²]	5%/MAX [J/m ²]	SE _{onset} [J/m ²]	SE _{stabil} [J/m ²]
Mittelwert [J/m ²]	222	700	968	289	1028
Standardabw. [J/m ²]	22	93	88	80	--
Variationskoeffizient [%]	9,9	13,3	9,1	27,7	--

Da neben der Prüfmethode auch das jeweilige Faser-Matrix System, sowie der Kristallinitätsgrad des PPS entscheidenden Einfluss auf die kritische interlaminaire Energiefreisetzungsrate haben, findet sich in der Literatur eine große Bandbreite von 196 J/m² bis 918 J/m² für den G_{Ic}-Kennwert [8, 12]. Diese liegen jedoch insgesamt in einem Wertebereich, der sich mit den Messergebnissen in *Tab. 1* deckt.

3.2 Mode II Belastung

Die Berechnung der kritischen Energiefreisetzungsrate unter Mode II Belastung erfolgt gemäß ASTM WK22949. Hierzu wird zunächst die Nachgiebigkeit des Prüfkörpers und des Prüfaufbaus bei verschiedenen Risslängen bestimmt. Im Anschluss wird die Probe bis zum ersten Lastabfall belastet (s. *Abb. 4a*). Die Berechnung des G_{Ic}-Kennwertes erfolgt auf Basis der Probenbreite, der initialen Risslänge und des Kraftwertes zum

Zeitpunkt des Rissfortschritts. Analog der Herangehensweise bei der Mode I Belastung werden die aufgezeichneten SE-Signale gefiltert und daraus Frequenzparameter errechnet. Die Anwendung des Mustererkennungsverfahrens in [9] liefert eine Einteilung in drei Signalklassen, die in *Abb. 4b* dargestellt ist. Die Einteilung in Matrixrisse, Interface-Versagen und Faserbruch erfolgt dabei analog zu Abschnitt 3.1.



a) *Abb.4: Auswertung der Messergebnisse*
 a) Kraft-Weg Kurve mit akkumulierter Anzahl der SE-Signalklassen, b) Einteilung der SE-Signale in Signalklassen

Eine direkte Auswertung nach ASTM WK22949 unter Verwendung des Kraftmaximums liefert die in *Tab. 2* angegebenen Kennwerte von 3722 J/m². Diese liegen im Vergleich zu Literaturkennwerten im Bereich von 802 J/m² bis 933 J/m² [8, 12] um einen Faktor vier zu hoch. Bei der Herangehensweise der ASTM WK22949 wird jedoch impliziert, dass der Zeitpunkt des Kraftmaximums mit dem ersten Rissfortschritt übereinstimmt. Wie auch bei der Mode I Belastung tritt jedoch im Bereich des nichtlinearen Kraft-Weg-Verlaufs bereits eine signifikante Anzahl von SE-Signalen auf, was auf einen früheren subkritischen Rissfortschritt hindeutet. Daher bietet sich die Bestimmung des G_{IIc}-Wertes über den Ersteinsatz der aufgezeichneten SE-Signale (SE_{onset}) an (s. *Abb. 4a*).

Tab. 2: Ergebnisse der Mode-II Prüfung

Energiefreisetzungsrate	ASTM WK22949	SE _{onset}	SE _{onset, Interface}
Mittelwert [J/m ²]	3722	647	980
Standardabw. [J/m ²]	1227	234	185
Variationskoeffizient [%]	32,9	36,1	18,8

Wird hier zunächst keine Unterscheidung zwischen den einzelnen Schadensmechanismen getroffen führt dies zu einem G_{IIc}-Wert von 647 J/m² bei einem Variationskoeffizienten von 36,1 %. Die Aussagekraft kann jedoch weiter verbessert werden, falls der Ersteinsatz des Risswachstums stattdessen über das erste Auftreten der Signalklasse des Interface-Versagens (SE_{onset, Interface}) bestimmt wird. Der sich daraus ergebende G_{IIc}-Wert liegt bei 980 J/m² und weist einen reduzierten Variationskoeffizienten von 18,8 % auf.

4 Zusammenfassung

Je nach verwendeter Norm und Herangehensweise können bei faserverstärkten Thermoplasten deutlich unterschiedliche bruchmechanische Kennwerte ermittelt werden. Ohne die exakte Angabe des Auswerteverfahrens, sowie des Prüfkörperzustands und Materialsystems können die Werte nur schwierig zueinander

verglichen werden. Bei der Ermittlung von G_{Ic} und G_{IIc} Werten kann die Schallemissionsanalyse unterstützen, um eine verbesserte Aussagekraft der Kennwerte zu erreichen und ein tieferes Verständnis der Vorgänge beim Bruchvorgang zu erhalten. Für den Fall der Mode I Belastung kann durch Quantifizierung der einzelnen Schädigungsarten eine Unterscheidung zwischen Bereichen der Rissinitiierung und stabilem Risswachstum getroffen werden. Für den Fall der Mode II Belastung kann durch die Messung von SE-Signalen eine gesicherte Bestimmung des Risswachstums erfolgen und damit ein stabiler Kennwert ermittelt werden, der gleichzeitig als konservative Untergrenze heran gezogen werden kann.

5 Danksagung

Wir danken Florian Henne vom Lehrstuhl für Carbon Composites der TU München für die Bereitstellung der verwendeten Prüfkörper.

6 Literatur

- [1] Davies, P.: Mode II delamination, *ESIS*, 28 (2001), S. 307-333
- [2] Brunner, A.: A status report on delamination resistance testing of polymer-matrix composites, *Eng. Frac. Mech.*, 75 (2008) 9, S. 2779-2794
- [3] Bohse, J.: Acoustic emission examination of mode I, mode II and mixed-mode I/II interlaminar fracture of unidirectional fiber-reinforced polymers, *J. Acoustic Emission*, 19 (2001), S. 1-10
- [4] Scholey, J.: Quantitative experimental measurements of matrix cracking and delamination using acoustic emission, *Compos. Part A-Appl. S.*, 41 (2010), S. 612-623
- [5] Kostopoulos, V.: Mode I interlaminar fracture of CNF or/and PZT doped CFRPs via acoustic emission monitoring, *Comp. Sci. Technol.*, 67 (2007), S. 822-828
- [6] Arumungam, V.: Acoustic Emission Characterization of Failure Modes in GFRP Laminates Under Mode I Delamination, *J. Nondest. Eval.*, 30 (2011), S. 213-219
- [7] Sause, M.G.R.: Quantification of failure mechanisms in mode-I loading of fiber reinforced plastics utilizing acoustic emission analysis, *Comp. Sci. Technol.*, 72 (2012), S. 167-174
- [8] Spruiell, J.E.: A Review of the Measurement and Development of Crystallinity and its Relation to Properties in Neat Poly(Phenylene Sulfide) and its Fiber Reinforced Composites, *ORNL/TM-2004/304*, (2004)
- [9] Sause, M.G.R.: Pattern recognition approach to identify natural clusters of acoustic emission signals, *Pattern Recogn. Lett.*, 33 (2012), S. 17-23
- [10] Sause, M.: Identification of failure mechanisms in hybrid materials utilizing pattern recognition techniques applied to acoustic emission signals, *Diss., Universität Augsburg*, 2010, ISBN 978-3-86664-889-0
- [11] Carlsson, L.A.: Mode II Interlaminar Fracture of Graphite/Epoxy and Graphite/PEEK, *J. Reinf. Plast. Comp.*, 5 (1986), S. 170-187
- [12] Hahn, H.T.: *Composite Materials: Fatigue and Fracture*: ASTM, 1991, ISBN 978-0-80311-419-7