

Schallemissionsprüfung an Faserverbundwerkstoffen bei kryogenen Temperaturen

Markus SAUSE¹, Stefan SCHMITT¹, Ilnur NAGAEV¹, Horst TRATTNIG²

¹ Universität Augsburg, 86159 Augsburg

² Vallen Systeme GmbH, 82057 Icking

Kontakt E-Mail: markus.sause@mrm.uni-augsburg.de

Kurzfassung. Für den Bereich der Speicherung kryogener Treibstoffe finden neben metallischen Strukturen besonders im Raumfahrtbereich mittlerweile auch Faserverbund Anwendung. Für solche Tanksysteme spielt neben der Druckbeständigkeit auch die Dichtigkeit eine entscheidende Rolle. In diesem Kontext trägt insbesondere die Bildung von Zwischenfaserbrüchen erheblich zum Verlust der Gasdichtigkeit bei. Für die Qualifizierung neuer Materialsysteme bietet es sich daher an, die Bildung von Zwischenfaserbrüchen bei thermomechanischer Beanspruchung mittels Schallemissionsprüfung zu detektieren und damit die Leistungsfähigkeit zu bewerten. Konventionell sind hierzu Ansätze über Wellenleiter etabliert, welche den Sensor thermisch vom Prüfobjekt entkoppeln. Dies ist jedoch nicht in allen Konstellationen möglich, weshalb ein eigener Sensor für den Einsatz bei kryogenen Prüftemperaturen entwickelt wurde. Dieser kann konventionell direkt am Prüfobjekt angekoppelt werden und bietet für den Einsatz bei Faserverbundwerkstoffen eine hohe Bandbreite bis zu 1MHz. Mit diesem Sensorsystem wurden verschiedene Materialsysteme bei 77K geprüft und die Beständigkeit des Sensors geprüft. Darüber hinaus wurde ein flexibles Sensorhalterkonzept erarbeitet, welches eine Applikation der Sensoren auch bei Strukturtests erlaubt.

1. Kennwertermittlung bei kryogenen Temperaturen

Im Bereich der Raumfahrtanwendungen werden sowohl flüssiger Sauerstoff, flüssiger Wasserstoff als auch flüssiges Methan als Arbeits- oder Antriebsgas verwendet. Darüber hinaus werden sowohl flüssiger Stickstoff als auch flüssiges Helium kryogen gespeichert, um als Arbeitsgase verwendet zu werden. Damit werden die jeweiligen Speichersysteme thermisch und mechanisch im Bereich kryogener Temperaturen belastet. Zusätzlich erfordert die Temperaturexposition von Strukturen im Weltraum auch die Kenntnis der mechanischen Kennwerte in niedrigsten Temperaturbereichen, um diese sicher betreiben zu können.

Hierzu wurde bereits vor mehreren Jahrzehnten mit der Entwicklung spezifischer Prüfvorrichtungen für die mechanische Kennwertermittlung unter kryogenen Temperaturen begonnen. Weit verbreitet ist die Nutzung von kryogenen Flüssigkeiten und die Einbringung der gesamten Prüfvorrichtung (Immersion) innerhalb dieser Flüssigkeit. Dies beschränkt die Prüfung jedoch auf die jeweilige Siedetemperatur der kryogenen Flüssigkeit [1], [2]. Andere Konzepte nutzen eine steuerbare Wärmebrücke zur variablen Ankopplung an ein kryogenes Flüssigkeitsbad. Damit lassen sich die Prüftemperaturen etwas variieren, die Basistemperatur



ist jedoch durch die Wahl der kryogenen Flüssigkeit festgelegt. Neuere Konzepte nutzen eine indirekte Kühlung durch die Kühlleistung des Abdampfs einer kryogenen Flüssigkeit, um die Prüfvorrichtung auf definierte Temperaturen zwischen Raumtemperatur und den jeweiligen Siedetemperaturen abzukühlen.

In weiteren Konzepten wird der Prüfkörper selbst mit kryogenen Flüssigkeiten oder einem kryogenen Gasstrom auf Prüftemperatur gebracht und in einer isolierten Kammer mit der Prüfvorrichtung kombiniert. Dies bietet den Vorteil, dass der Aufbau nur für den Prüfzeitraum ausreichend gegen die Umgebungstemperatur isoliert werden muss und die Prüfung ansonsten weitgehend konventionell durchgeführt werden kann. Allerdings ist es in dieser Konfiguration nahezu unmöglich bei einer definierten Temperatur Kennwerte zu ermitteln, da die Prüfkörper sich ohne zusätzliche Kühlung kontinuierlich erwärmen. Ebenso können damit keine tiefkalten Temperaturen erreicht werden, da der Wärmeverlust binnen kürzester Zeit eintritt. Ebenfalls ist den bisherigen Konzepten gemein, dass diese einen hohen Verbrauch der kryogenen Flüssigkeiten mit sich bringen, welche oftmals nur aufwendig oder gar nicht wiedergewonnen werden können.

Moderne Ansätze nutzen daher Kältemaschinen um in einem geschlossenen Kühlkreislauf kryogene Temperaturen zu erreichen. Hierzu wird insbesondere die Variante des Gifford-McMahon-Coolers verwendet, da dieser einen guten Kompromiss zwischen Kühlleistung und Effizienz bietet. Die mechanische Prüfvorrichtung wird dabei über Wärmebrücken an den mehrstufigen Gifford-McMahon-Cooler angebunden [3], [4]. Der Gifford-McMahon-Cryocooler zieht die Komponenten der ersten und zweiten Stufe mit seiner Kühlleistung zu niedrigen Temperaturen (s. Abb. 1). Dabei kommt der genauen Auslegung der inneren und äußeren Kupferschilde eine hohe Bedeutung zu, um äußere Wärmestrahlung abzuschirmen.

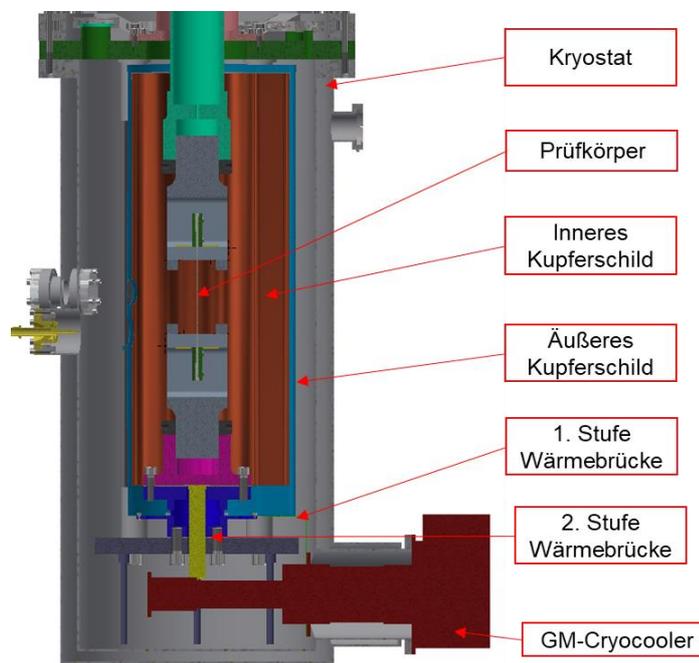


Abb. 1. Details zum thermischen Management des Prüfstands.

Wie in Abb. 2 dargestellt, wird die Lasteinleitung in den Prüfkörper mittels einer Lastumlenkung innerhalb der Prüfmaschine umgesetzt. Wie in Abb. 1 ersichtlich, wird die Bewegung der Fahrtraverse über den Zugstab von oben direkt in den Prüfkörper eingebracht. Auf der gegenüberliegenden Seite des Prüfkörpers wirkt die Bodenplatte als fixiertes Ende. Da dieses jedoch nicht direkt mit den Kryostaten verbunden werden kann, stützt sich diese

mittels eines Lastgestänges am Anbindungselement zu den seitlichen Stützen des Lastrahmens der Prüfmaschine ab. Die gesamte Struktur wurde so konstruiert und erprobt, dass sie einerseits einer Prüflast von 50 kN mit einem Sicherheitsbeiwert von 2 standhalten kann, andererseits aber eine minimale thermische Ankopplung nach außen bietet. Hierzu wurden spezielle GFK-Metall Hybridlösungen entworfen und an ausgewählten Stellen ein zusätzlicher $lq(N_2)$ Kühlkreislauf integriert um die lokalen Wärmelasten abzufangen.

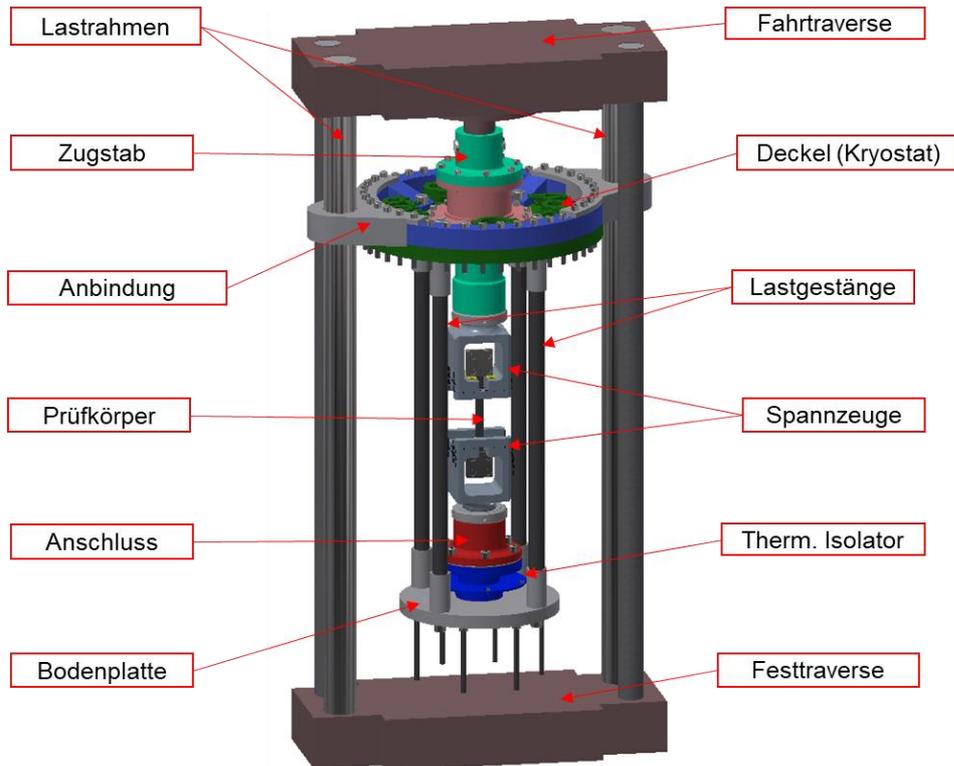


Abb. 2. Details zum Lasteinleitungskonzept des Prüfstands.

Neben der erfolgreichen und schnellen Erzeugung von kryogenen Temperaturen ist für die mechanische Kennwertermittlung bei Faserverbundwerkstoffen auch die Kombination mit sekundären Prüfmethoden eine wesentliche Herausforderung. Für die Bestimmung der Dehnung ist ein großer Nachteil der üblichen Konstruktionen, die Probenverschiebung während des Tests mit hoher Präzision zu messen, da die Aufbauten eine hohe Nachgiebigkeit aufweisen. Klassisch werden bei Raumtemperatur Dehnungsmessstreifen verwendet, die bei kryogenen Temperaturen allerdings schwierig in der Handhabung sind. Die Dehnung der Proben wird im vorliegenden Fall daher mittels Digitaler Bildkorrelation (DIC) durchgeführt, was eine hohe Messgenauigkeit aufweist und temperaturinduzierte Einflüsse der des Gesamtaufbaus vollständig unterbindet. DIC ermöglicht jedoch nur die Erkennung von Verformungen an der Oberfläche des Materials und berücksichtigt keine Spannungsakkumulationen im Inneren. Aus diesem Grund ist ein zusätzliches Risserkennungssystem für die umfassende Materialcharakterisierung wichtig.

Für die Auslegung von Faserverbundstrukturen kommen moderne Auslegungskriterien, wie beispielsweise das Puck'sche Versagenskriterium zum Einsatz welche eine umfassende Kennwertermittlung erfordern [5], [6]. Für die Anwendung von Faserverbundwerkstoffen als Drucktanks ist zudem die Bildung erster Zwischenfaserbrüche ein auslegungsrelevantes Schädigungsszenario, da der Drucktank dadurch seine Permeationsbarriere verliert [7]. Insofern ist die Begleitung von mechanischen Prüfverfahren durch sekundäre Prüfmethoden, wie z.B. der Schallemissionsanalyse zur Detektion von

Zwischenfaserbrüchen mittlerweile Standard [8]. Um diese Messmethode in Analogie zur etablierten Herangehensweise bei Raumtemperatur nutzbar zu machen, wurde ein eigenes Sensorsystem entwickelt.

2. Schallemissionsprüfung bei kryogenen Temperaturen

Aufgrund der vergleichsweise geringen Verbreitung von Prüfanwendungen bei kryogenen Temperaturen gibt es bisher nur wenige Berichte von Sensoren mit einem Einsatzbereich unterhalb von 77K. Stattdessen werden bei diesen Temperaturen bevorzugt Wellenleiter verwendet, so dass der Sensor thermisch vom Prüfobjekt entkoppelt wird.

Der Ansatz, mittels Wellenleitern klassische piezoelektrische Sensoren von den extremen Temperaturen zu entkoppeln, stammt ursprünglich von Forschern, die Wellenleiter für nukleare Anwendungen verwendeten [9]. Lynnworth et al. und Peterson [10], [11] verwendeten dünne Stäbe, plattierte Stäbe und Hohlrohre zwischen dem piezoelektrischen Sensor und überwachten Hochtemperaturstrukturen als Wellenleiter. In der Praxis ist die Auswahl und Fertigung des richtigen Wellenleiters für Messungen, bei denen Temperaturen außerhalb der Sensorspezifikation liegt trotz großer Fortschritte in der Modellierung und Berechnung [12], [13] immer noch eine große Herausforderung. Neben der verlässlichen Ankopplung des Wellenleiters an das Prüfobjekt ist die richtige Wahl des Wellenleitermaterials und des Öffnungswinkels entscheidend für eine gute Prüfung. Insbesondere bei kryogenen Prüfungen widerspricht die direkte Ankopplung eines Wellenleiters auch den Bestrebungen der thermischen Entkopplung.

Es bietet sich daher an, den Sensor direkt auf dem Prüfobjekt anzubringen. Dem stehen jedoch die thermische Beständigkeit der eingesetzten Sensormaterialien und des ggf. integrierten Vorverstärkers entgegen.

3. Sensorverifikation

Erste Versuche mit kommerziellen Sensoren ohne integrierten Vorverstärker bei einer Temperaturexposition von 77K zeigten zunächst ein vergleichbares Schadensbild. Aufgrund der stark unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten des Sensorgehäuses, des Piezoelektrikums und der Dämpfungsmasse führen zum Aufbau erheblicher innerer Spannungen, was zur Rissbildung zwischen den Elementen führt. Durch den Austausch einzelner Komponenten mit thermisch kompatibleren Elementen konnten diese inneren Spannungen erheblich reduziert werden. Gleichzeitig wurde ein thermisch beständiger Klebstoff verwendet, dessen Duktilität bei Temperaturen bis zu 20K ausreichend hoch ist, so dass der Sensor mechanisch stoßfest bleibt. Im Folgenden wurden die Sensoren anhand der Vorgehensweise in Anlehnung an die DGZfP Richtlinie SE02 in einem teilautomatisierten Aufbau geprüft und mittels des Programms SENSORtoolbox 2.11 ausgewertet, was in [14] detailliert beschrieben ist.

Im Vergleich zum Referenzsensor, einem Vallen VS375 ist die neue Variante für den Einsatz bei kryogenen Temperaturen, der Vallen VS375-LT, im Frequenzbereich um 380 kHz sowie 600 kHz um bis zu 5 dB weniger empfindlich (s. Abb. 3). Allerdings bietet der Sensor im Frequenzbereich unterhalb von 300 kHz und im Bereich bis zu 1 MHz eine vergleichbare Sensitivität. Mit der ermittelten Bandbreite ist der Sensor somit auch für die Detektion der üblicherweise hohen Frequenzen bei Faserverbundwerkstoffen gut geeignet.

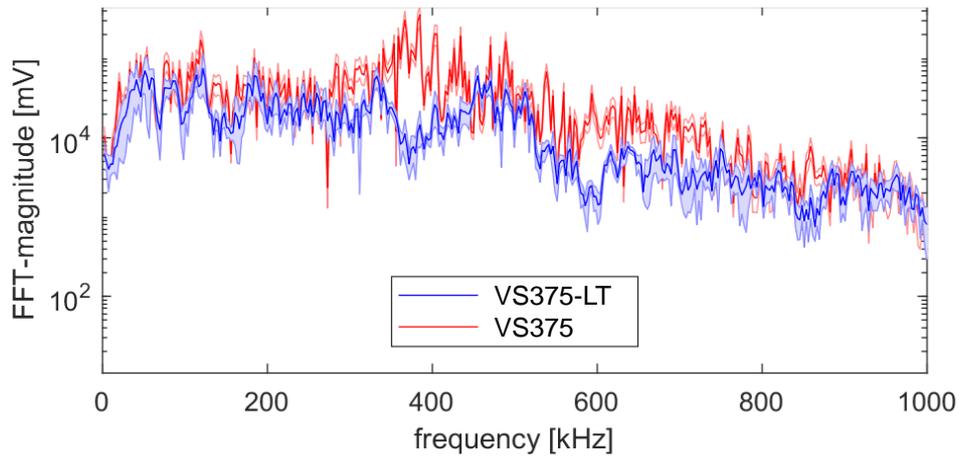


Abb. 3. Vergleich der spektralen Sensitivität des konventionellen VS375 im Vergleich zum VS375-LT. Neben einer guten spektralen Empfindlichkeit ist insbesondere die Beständigkeit unter thermomechanischer Belastung wichtig für den Einsatz des Sensors. In Abb. 4 sind die Messungen eines VS375-LT Sensors im Referenzzustand (RT) gezeigt.

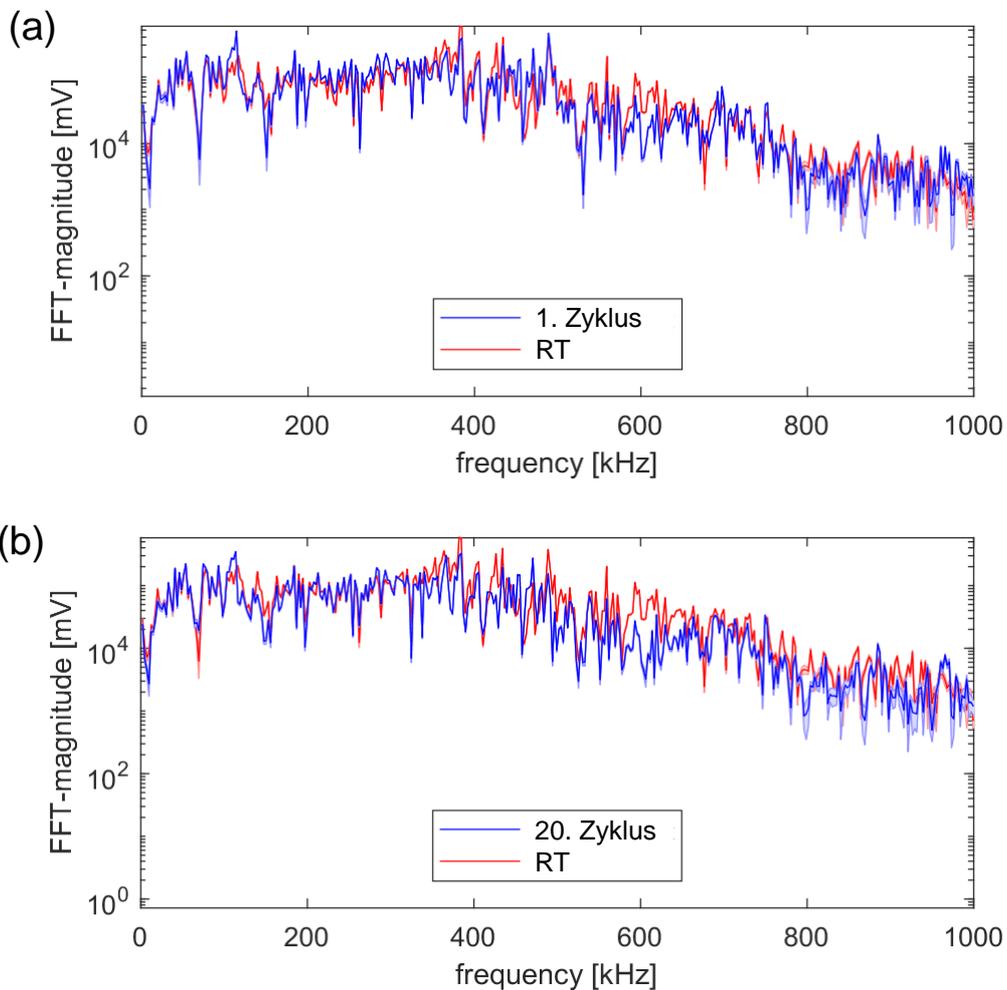


Abb. 4. Vergleich der Spektren desselben VS375-LT Sensors nach einem Zyklus (a) und nach 20 Zyklen (b), jeweils bei Raumtemperatur gemessen.

Zu Testzwecken wurde der Sensor in einem ersten Zyklus in eine Kanne mit flüssigem Stickstoff getaucht und anschließend wieder bei Raumtemperatur gemessen. Wie in Abb. 4-a gezeigt, kommt es dabei zu einer leichten Veränderung des Spektrums im Bereich um

600 kHz. In Abb. 4-b ist derselbe Sensor nach 20 Zyklen im Vergleich zum Ausgangszustand gezeigt. Es zeigt sich, dass der Sensitivitätsabfall bei 600 kHz zwar permanent ist, sich aber nicht wesentlich in seiner Ausprägung verändert. Dies wird daher auf eine irreversible innere Änderung beim ersten Abkühlvorgang zurückgeführt. Vergleichbare Änderungen haben sich ebenfalls bei anderen Sensoren gezeigt.

Alle VS375-LT Sensoren wurden über einen längeren Zeitraum für die Kennwertermittlung von Faserverbundproben bei kryogenen Temperaturen im Aufbau aus Abb. 2 verwendet. Insgesamt zeigte sich bei ca. 50 Zugprüfungen mit explosionsartiger Energiefreisetzung beim Bruch eine vergleichbare Ausfallrate wie bei konventionellen Sensoren und Zugprüfung bei Raumtemperatur.

4. Koppelhilfsmittel für die Komponentenprüfung

Während bei klassischer Prüfung im Temperaturbereich rund um Raumtemperatur verschiedene Kopplungsmittel zur Verfügung stehen, so zeigen diese bei der Prüfung bei kryogenen Temperaturen verschiedene Defizite. Soll der Abkühlvorgang auf die temperaturinduzierte Rissbildung überwacht werden, so müssen temperaturinduzierte Störquellen ausgeschlossen werden. Während dies sensorseitig gewährleistet werden kann, zeigte sich bei allen untersuchten Koppelmitteln (Öle, Wasser, Silikonpasten, Teflonpasten) eine intensive Aktivität von Schallemissionssignalen mit Einsatz bei etwa 0°C. Dies lässt sich auf die Mikrorissbildung als Folge des Ausfrierens von enthaltenem Wasser zurückführen. Grundsätzlich wird erwartet, dass diese Aktivität ab einer gewissen Temperatur zurückgeht. Allerdings versprechen die Koppelmittel gleichzeitig, so dass durch die Relativbewegung zwischen Sensor und Prüfobjekt aufgrund der unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten sich die thermisch induzierten Spannungen durch weitere Rissbildung und teilweise Ablösung wieder abbauen.

Somit wird kein stabiler Messzustand bei Abkühlvorgang erreicht, sobald ein Koppelmittel verwendet wurde. Daher wurden die Sensoren im trockenen Zustand angekoppelt und deren Ankopplungsgüte mittels einer Hsu-Nielsen Quelle überprüft. Der damit verbundene Sensitivitätsverlust konnte durch eine Erhöhung des Vorverstärkungsfaktors von 40 dB auf 60 dB gut kompensiert werden.

Durch den Wegfall eines Koppelmittels mit gleichzeitiger Tragkraft für den Sensor ist zwingend ein mechanisches Koppelhilfsmittel notwendig. Während das bei beidseitig zugänglichen Proben, wie z.B. einfachen Zugversuchen weiterhin über mechanische Klammern gelöst werden kann (s. beispielsweise Abb. 1 in [15]). Dies stellt jedoch für Komponentenversuche oftmals keine brauchbare Lösung dar. Für die thermomechanische Belastung von Faserverbunddrucktanks wurden daher neue Sensorhalter konzipiert, welche flexibel an einem äußeren Lastrahmen montiert werden können und flexibel zum Tank ausgerichtet werden können (s. Abb. 5). Die Ausrichtung des Sensors zum Tank geschieht dabei über ein Kugelgelenk, welches in einem 3D-gedruckten Formstück integriert ist. Eine axiale Beweglichkeit des Sensors erlaubt die Kompensation der auftretenden Längenänderungen zwischen Drucktank und äußerem Rahmen. Mittels einer integrierten Feder wird der Anpressdruck, zwischen Sensor und Drucktank, während des Abkühlvorgangs und auch der Druckbeaufschlagung bei kryogenen Temperaturen aufrechterhalten werden.

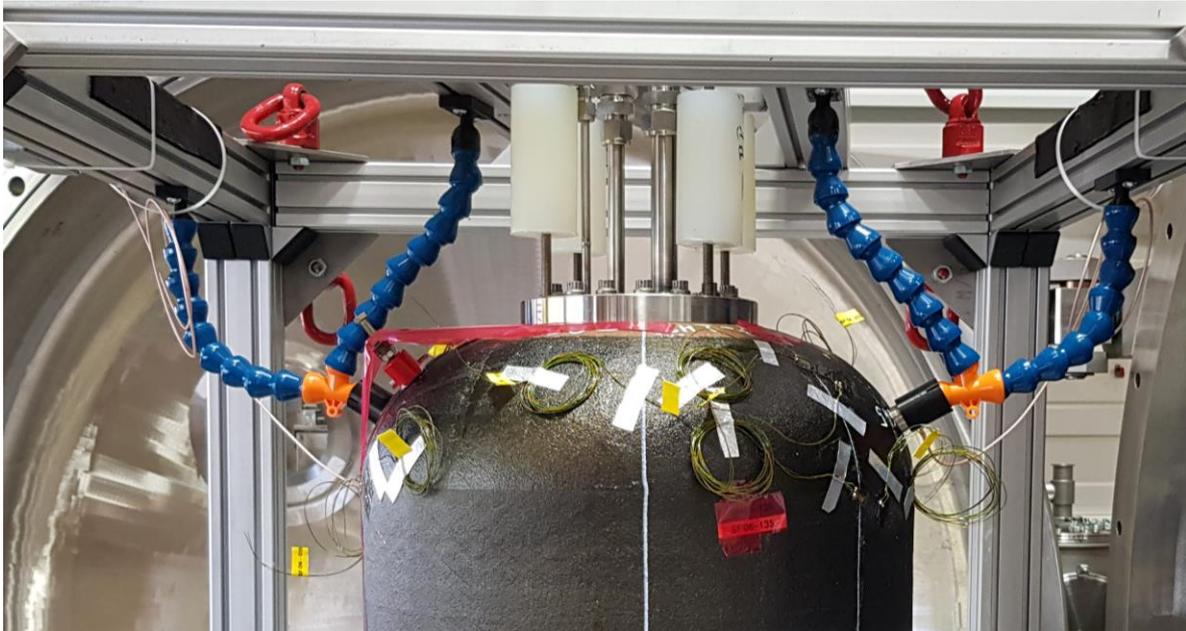


Abb. 5. Flexibler Befestigungsarm für die Sensorinstallation bei Komponententest.

5. Zusammenfassung

Es wurde ein Prüfstand zur Erzeugung kryogener Temperaturen vorgestellt, welcher kompatibel mit dem Einsatz von Schallemissionssensoren in konventioneller Weise, d.h. analog zu Prüfungen bei Raumtemperatur ist. Da sich aufgrund der hohen Wärmeinträge Wellenleiterkonzepte nicht eignen, wurde ein spezieller VS375-LT Sensor entwickelt, welcher auch bei kryogenen Temperaturen eingesetzt werden kann. Vergleichsmessungen nach mehrfacher Belastung zeigten, dass dieser Langzeitstabilität besitzt und somit auch für Prüfaufgaben unter diesen Randbedingungen geeignet ist. Darüber hinaus wurde ein Sensorhalterkonzept vorgestellt, welches eine sichere Ankopplung auch bei Komponententests unter kryogenen Bedingungen zulässt.

Danksagung

Wir danken Ralf Hartmond und Andreas Scherer von der MT Aerospace AG für die Möglichkeit zur Durchführung der Schallemissionsmessungen bei der kryogenen thermomechanischen Belastung von Faserverbundtanks im Rahmen des Projektes ComET gefördert durch die Europäische Weltraumorganisation ESA.

Referenzen

- [1] R. F. Nicholls-Lee, T. D. Bostock, and P. Watt, "Fully submerged composite cryogenic testing," in *18th International conference on composite materials*, 2011.
- [2] G. Geiss, "Einfluss von Tieftemperatur und Wasserstoff auf das Versagensverhalten von Glasfaser-Verbundwerkstoffen unter statischer und zyklischer Belastung," Universität Karlsruhe (TH), 2001.
- [3] R. Radebaugh, "Cryocoolers: the state of the art and recent developments," *J. Phys. Condens. Matter*, vol. 21, no. 16, p. 164219, Apr. 2009.
- [4] R. J. Huang, Q. Liu, L. F. Li, L. H. Gong, H. M. Liu, and D. Xu, "Cryogenic mechanical property testing system directly cooled by G-M cryocooler," 2014, pp. 81–85.
- [5] A. Puck and H. Schürmann, "Failure analysis of FRP laminates by means of physically based phenomenological models," in *Failure Criteria in Fibre-Reinforced-Polymer Composites*, 2004.

- [6] H. M. Deuschle and A. Puck, "Application of the Puck failure theory for fibre-reinforced composites under three-dimensional stress: Comparison with experimental results," *J. Compos. Mater.*, vol. 47, no. 6–7, pp. 827–846, Mar. 2013.
- [7] Timmerman, J. F., Hayes, B. S., Seferis, J. C., "Cryogenic Microcracking of Carbon Fiber/Epoxy Composites: Influences of Fiber–Matrix Adhesion," *J. Compos. Mater.*, no. 37:21, pp. 1939–1950, 2003.
- [8] M. G. R. Sause, *In Situ Monitoring of Fiber-Reinforced Composites*, vol. 242. Cham: Springer International Publishing, 2016.
- [9] B. Woodward and R. W. B. Stephens, "Some aspects of boiling noise detection in sodium reactors by means of a mechanical waveguide," *Ultrasonics*, vol. 9, no. 1, pp. 21–25, Jan. 1971.
- [10] L. C. Lynnworth and J. A. Umina, "Extensional bundle waveguide techniques for measuring flow of hot fluids," *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, vol. 52, no. 4, pp. 538–544, Apr. 2005.
- [11] M. L. Peterson, "A Signal Processing Technique for Measurement of Multimode Waveguide Signals: An Application to Monitoring of Reaction Bonding in Silicon Nitride," *Res. Nondestruct. Eval.*, vol. 5, no. 4, pp. 239–256, Jan. 1994.
- [12] A.-M. Zelenyak, M. A. Hamstad, and M. G. R. Sause, "Finite Element Modeling of Acoustic Emission Signal Propagation with Various Shaped Waveguides," in *31st Conference of the European Working Group on Acoustic Emission*, 2014, pp. 1–8.
- [13] A.-M. Zelenyak, M. Hamstad, and M. Sause, "Modeling of Acoustic Emission Signal Propagation in Waveguides," *Sensors*, vol. 15, no. 5, pp. 11805–11822, May 2015.
- [14] M. G. R. Sause, S. Schmitt, and P. Potstada, "Kontinuierliche und Wiederkehrende Prüfung von Schallemissionssensoren," in *21. Kolloquium Schallemission*, 2017.
- [15] M. Sause *et al.*, "Vergleich von Messsystemen zur Schallemissionsprüfung von Faserverbundwerkstoffen," in *22. Kolloquium Schallemission und 3. Anwenderseminar Zustandsüberwachung mit geführten Wellen*, 2019.