

# In-situ Kombination von Schallemissionsanalyse und Röntgen- Mikrotomografie mit Zugversuchen an Miniatur-Prüfkörpern aus Fichtenholz

Franziska RITSCHEL\*, Michaela ZAUNER \*, Sergio J. SANABRIA \*,  
Andreas J. BRUNNER\*\*, Peter NIEMZ\*

\* Holzphysik, Institut für Baustoffe, ETH-Zürich, Schafmattstrasse 6, CH-8093 Zürich  
(fritschel@ethz.ch, mzauner@ethz.ch, ssanabria@ethz.ch, niemzp@ethz.ch)

\*\* Eidgenössische Materialprüfungs- und Forschungsanstalt (EMPA), Abteilung  
Mechanical Systems Engineering, Überlandstrasse 129, CH-8600 Dübendorf  
(andreas.brunner@empa.ch)

**Kurzfassung.** Erstmals wurden Miniaturproben aus Fichtenholz (*Picea abies* (L.) Karst.) unter stufenweiser Zugbelastung in-situ mittels Schallemissions- (AE, Acoustic Emission) Messung und gleichzeitiger Synchrotron-basierter Röntgen-Mikrotomographie (SR $\mu$ CT, Synchrotron Radiation Micro Computed Tomography) bis zum Versagen untersucht. Die Kombination dieser beiden Methoden ermöglicht eine detaillierte, mikroskopische Beschreibung des Schädigungsprozesses in der Holzstruktur. Der dafür entwickelte Versuchsaufbau erlaubt die direkte Ankopplung zweier Schallemissions-Miniatursensoren an den Prüfkörper. Die Datenaufzeichnung liefert Informationen zur Ansammlung mikroskopischer Defekte bis zum makroskopischen Versagen des Prüfkörpers mit einer zeitlichen Auflösung im Bereich von  $\mu$ s. Die Röntgen-Mikrotomographie (TOMCAT Strahlenlinie am Paul Scherrer Institut, Villigen, Schweiz) andererseits ermöglicht eine räumliche Abbildung der belasteten Strukturen mit hoher Auflösung. Um eine Auflösung von  $1.85 \mu\text{m}^3$  pro Voxel zu erreichen und um das Versagen im Beobachtungsfenster zu zentrieren, wurde eine vordefinierte Sollbruchstelle in Form einer Verjüngung (Querschnitt ca.  $4 \text{ mm}^2$ ) in die Miniaturproben eingearbeitet. Die Zugbelastung erfolgte senkrecht wie auch parallel zur Faserrichtung. Ausgewählte Beispiele der Analyse der Schallemissions-Messungen in Zusammenhang mit Informationen aus den Tomogrammen verdeutlichen die Anwendbarkeit und den Nutzen der vorgestellten Methodik

## Einführung

Holz zählt zu den ältesten Baustoffen, dennoch ist dessen Werkstoffverhalten unter verschiedensten Beanspruchungen noch nicht vollständig geklärt. Ähnlich den Faserverbundwerkstoffen ist Holz ein anisotropes Material, dessen hierarchische Struktur [1] jedoch wesentlich vielfältiger ist und vom makroskopischen ( $10^1$  m) bis unterhalb dem mikroskopischen ( $10^{-9}$  m) Bereich ein deutlich komplexeres Materialverhalten provoziert.



Eine entsprechend umfassende Versagensanalyse bietet die Messung der Schallemission (AE, Acoustic Emission), da sie Informationen über Schädigungen auf mehreren Skalen liefert. Studien belegen eine ausgeprägte Schallemission für auf Zug beanspruchtes Holz [2, 3, 4], wobei festgestellt wurde, dass Holz bereits bei 20 % der Bruchlast AE generiert. Die Herausforderung in der Methode der AE-Analyse besteht in der Interpretation des ursprünglichen Schädigungs-Mechanismus, welcher einen Teil der elastischen Energie im Werkstoff in Form von Schallemissions-Wellen freigibt [5]. Die Kombination von AE-Überwachung mit gleichzeitiger Synchrotron-basierter Röntgen-Mikrotomographie (SR $\mu$ CT, Synchrotron Radiation Micro Computed Tomography) ermöglicht zusätzlich eine 3D-Visualisierung von Veränderungen der mikroskopischen Holzstruktur [6].

Die hier vorgestellte, erstmals an Holz angewendete Versuchsmethodik bietet einen Ansatz, um mit Hilfe der visualisierten Strukturänderungen aus den AE-Ergebnissen detaillierte Informationen über die Schädigungsabläufe im Holz, insbesondere von der mikroskopischen Zellstruktur (> 90 % Tracheiden und Holzstrahlen) [7] über die mesoskopische Skala (Jahrringe aus Frühholz und Spätholz) bis hin zur makroskopischen Skala zu gewinnen.

## 1 Material und Methode

### 1.1 Material

Die Untersuchungen wurden an fehlerfreiem Fichtenholz (*Picea abies* (L.) Karst.) durchgeführt. Die zwei untersuchten Prüfkörper Typen unterscheiden sich nach dem Faserlast-Winkel: Prüfkörper Typ 1 wurde senkrecht, Typ 2 parallel zum Faserverlauf belastet. Eine vordefinierte Sollbruchstelle in Form einer Verjüngung wurde in die Proben eingeschliffen (Abb. 1). Um eine gute Kopplung der Sensoren zu gewährleisten, wurden die Oberflächen der Prüfkörper mit einer Mikrotom-Klinge plan abgetragen. Anschließend wurde mittels Skalpell-Spitze zusätzlich eine Kerbe zur Rissinitiierung auf der Oberfläche eingebracht, auf welcher auch die Piezo-Sensoren für die AE Messungen aufgebracht wurden. Die Enden der Vollholz-Prüfkörper (Fügeflächen für Fixierung) wurden mit Epoxidharz in Hohlzylinder aus Aluminium eingeklebt. Ein Anschlussgewinde an den Zylindern gewährleistet die formschlüssige Fixierung der Proben in der Prüfvorrichtung (Abb. 3).

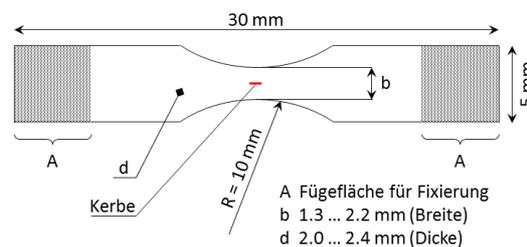


Abbildung 1. Geometrie des Miniatur-Prüfkörpers aus Fichtenholz

### 1.2 Ausrüstung und Experimentieranordnung

Die Zugversuche wurden mit einer Mikro-Belastungseinrichtung [8] durchgeführt, die speziell für Untersuchungen an der TOMCAT-Strahllinie an der Synchrotron-Quelle am Paul Scherrer Institut entwickelt wurde (Abb. 2). Der Prüfkörper wurde oberhalb in die Belastungseinrichtung eingeschraubt. Die Lastaufbringung erfolgt Traversen-gesteuert, wobei sich die Traverse für Belastungen auf Zug nach unten bewegt (Abb. 3). Die Probenfixierung erfolgt über einen Hohlzylinder (Abb.3). Um die Montage der Sensoren zu

ermöglichen, ist der Hohlzylinder aus einem dreiteiligen Stecksystem aufgebaut. Der mittlere Zylinder besteht aus Polymethylmethacrylat (PMMA), welches sich durch eine genügende Druckfestigkeit von  $110 \text{ N/mm}^2$  und geringe Absorption der Strahlung auszeichnet.

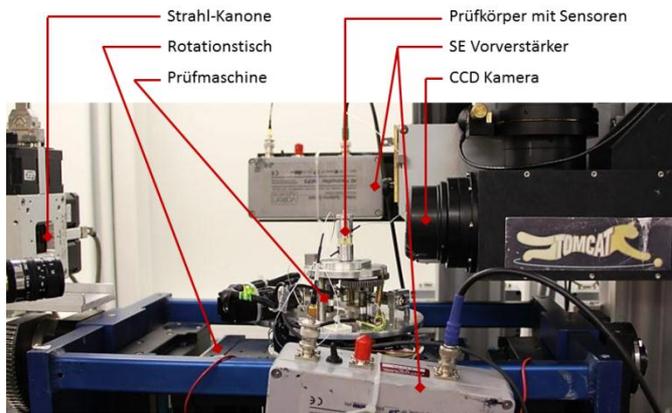


Abbildung 2. Experimentieranordnung

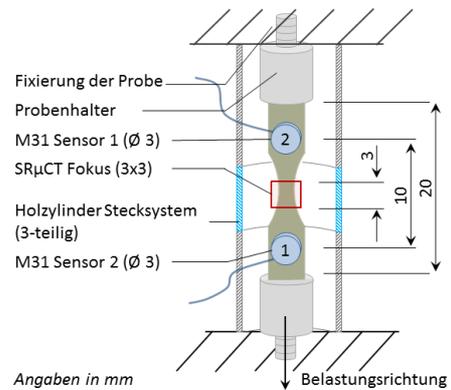


Abbildung 3. AE Überwachung des Prüfkörpers

Die Überwachung der Zugversuche erfolgte mit einer digitalen AE-Anlage (Typ AMSY 6, Vallen Systeme GmbH). Der Durchmesser der beiden verwendeten Piezo-Sensoren Typ M31 (Frequenzbereich: 300 kHz bis 800 kHz, Resonanzfrequenz: 750 kHz) beträgt 3 mm. Die Sensoren wurden mit Silikon-freiem Schliiffett an die Probenoberfläche gekoppelt. Passgenaue Halterungen gewährleisteten die ebene Auflage und Klemmung des Piezoelements auf der Prüfkörperoberfläche. Die Aufzeichnungsrate für Parameter und Wellenform der Schallsignale betrug 10 MHz (409.6  $\mu\text{s}$  Signaldauer inklusive 200 Samples Pretrigger). Der Schwellwert wurde auf  $33.2 \text{ dB}_{\text{AE}}$  gesetzt, die Rearm Time betrug 1 ms.

Für die SRμCT der Fichtenholz-Prüfkörper wurde die Energie der Strahlung auf 20keV eingestellt. Die Messungen erfolgten im Phasenkontrast-Modus. Es wird eine CCD Kamera mit 2048x2048 Pixel eingesetzt. Das verwendete Objektiv UPLAPO4x ermöglichte ein Sichtfeld von max.  $3 \times 3 \text{ mm}^2$  Größe. Für eine Tomographie Aufnahme wurde der Prüfkörper um  $180^\circ$  gedreht (insgesamt 1501 Projektionen, 32 Dunkelfeld- und 150 Hellfeld-Projektionen, Dauer ca. 20 min). Das durchschnittliche Klima im Strahlungsraum betrug  $25^\circ\text{C}$  und 22 % relative Luftfeuchte.

### 1.3 Prinzipieller Versuchsablauf

Nach aufgebrachtener Vorlast wird eine Initial-Tomographie vom Ausgangszustand des Prüfkörpers aufgenommen. Um neben dem intakten Original-Zustand und dem zerstörten Zustand des Prüfkörpers zusätzliche Informationen über die Strukturänderungen in Zwischenstadien der Belastung zu erhalten, werden die Zugversuche stufenweise gefahren (Abb. 4). Die Ansteuerung einzelner Laststufen orientiert sich an auftretender AE, dabei erfolgt der Traversenstopp manuell.

Vor und nach jeder Belastungsstufe wird die Qualität der Sensoren-Kopplung mittels Auto-Kalibration (Sensoren agieren als Puls-Sender und Empfänger) überprüft. Im Zugversuch senkrecht zur Faser liegt die Abweichung bei  $< 3 \text{ dB}_{\text{AE}}$  (Tabelle 2). Für den Zugversuch parallel zur Faser nehmen die Amplitudenwerte mit zunehmender Belastung zu (Tabelle 3). Die vergleichsweise hohe Resonanzfrequenz von 750kHz der Resonanz-Sensoren führt zu einer Signalschwächung von mindestens  $25 \text{ dB}_{\text{AE}}$  über eine Sensoren-Distanz von  $< 10 \text{ mm}$ .

Bei Traversenstopp zeigt das Material Relaxationsverhalten, die Last fällt ab. Damit einhergehende Bewegungen in der Struktur können die Qualität der Tomographien deutlich verschlechtern. Eine Wartezeit von 1-2 min, überwacht mit Hilfe der AE-Messung, minimiert das Risiko, die Tomographie zu früh zu starten und Artefakte der Relaxationsvorgänge aufzunehmen. Die Struktur verschiedener Belastungs-Zustände wurde mit einer Auflösung von  $1.85 \mu\text{m}^3$  pro Voxel rekonstruiert. Die Synchronisation der Belastungsstufen, Tomogramme und AE-Ergebnisse erfolgt nachträglich.

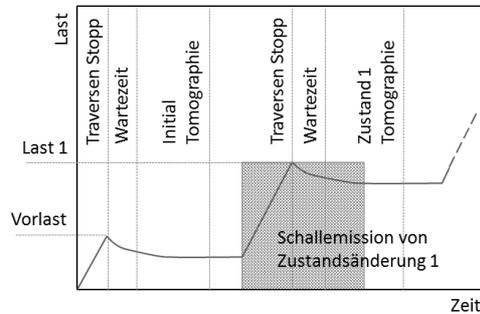


Abbildung 4. Prinzipieller Versuchsablauf

## 2 Präsentation und Diskussion der Resultate

### 2.1 Übersicht zu den Versuchen

Im Folgenden werden erste Ergebnisse aus der Versuchsreihe an der TOMCAT Strahlenlinie (PSI Villingen) vorgestellt. Anhand zweier Exemplare (je ein Proben-Typ) werden erkannte Herausforderungen und Chancen der Kombination diskutiert.

Tabelle 1. Übersicht zu den Versuchen an Prüfkörper Typ 1 und Typ 2

	Faser-Last- Winkel	Proben- Querschnitt	Prüfge- schwindigkeit	Versuchs- Dauer	Maximal- Last	Zug- festigkeit
		$\text{mm}^2$	$\text{mm}/\text{min}$	min	N	$\text{N}/\text{mm}^2$
Typ 1	$90^\circ$	5.02	0.002	115	21	4
Typ 2	$0^\circ$	3.84	0.02	140	346	90

Die Zugfestigkeiten der untersuchten Prüfkörper entsprechen, mit ca.  $4\text{N}/\text{mm}^2$  senkrecht (Typ 1) und ca.  $90\text{N}/\text{mm}^2$  parallel zum Faserverlauf (Typ 2) belastet, den Erwartungen für Fichtenholz, gemessen an kleinen, fehlerfreien Proben [9]. Die 10x höhere Prüfgeschwindigkeit bei Typ 2 ist erforderlich um Kriechverhalten des Prüfkörpers zu vermeiden. Beide Exemplare wurden in mehreren Stufen belastet.

### 2.2 Typ 1 Belastung senkrecht zum Faserverlauf

Exemplar Typ 1 wurde insgesamt in drei Stufen senkrecht zum Faserverlauf belastet. Während der ersten beiden Stufen wurde nahezu keine AE gemessen (Tabelle 2), erst kurz vor dem 3. Traversenstopp wurde eine AE-Aktivität von 115 Signalen pro Sensor detektiert. Während der Wartezeit nach Traversenstopp 3 gibt die Struktur nach und das endgültige Versagen des Prüfkörpers tritt ein (Abb. 5a). Der Bruch generierte 107 Signale je Sensor, dabei wurde insgesamt eine AE-Energie von  $10^{-7}\text{V}^2\text{s}$  aufgenommen. Ausschließlich beim Bruch werden Signale  $>85\text{dB}_{\text{AE}}$  detektiert (Abb. 5a).

Tabelle 2. Resultate aus Zugversuch und AE Überwachung an Prüfkörper Typ 1 (90° Faser-Last-Winkel)

	Spannung	Traversenweg	Zahl der Signale <sup>1</sup>	Summe Signal-Energie <sup>1</sup>	Qualität der Sensoren-Ankopplung
	N/mm <sup>2</sup>	µm	-	10 <sup>-14</sup> V <sup>2</sup> s	dB <sub>AE, aus</sub> / dB <sub>AE, ein</sub>
Vorlast	0.40	-	0		57/84
Stufe 1	2.03	3.167	1	77	59/84
Stufe 2	3.18	1.850	1	2955	59/84
Stufe 3	4.04	1.537	115.5	89512	59/84
Bruch	3.98	1.537	107	10530022	-

<sup>1</sup> Pro Sensor

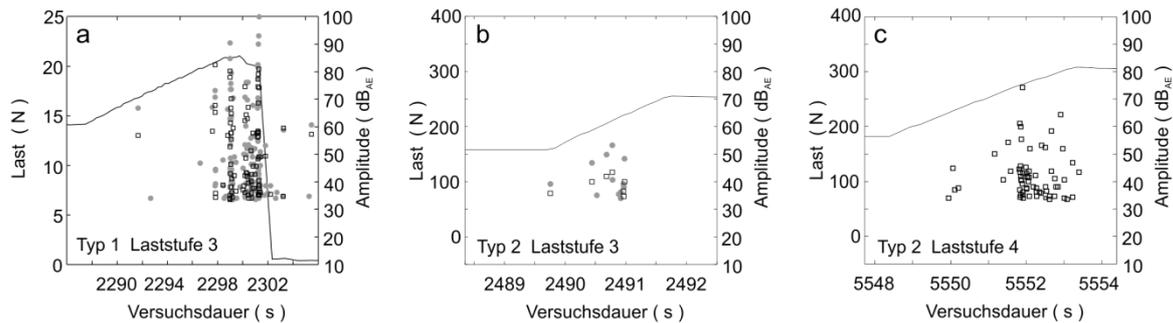


Abbildung 5. AE-Amplituden zu Laststufe 3 aus Zugversuch an Typ 1 mit 90° Faser-Last-Winkel (a), AE-Amplituden zu Laststufe 3 (b) und Laststufe 4 (c) aus Zugversuch an Typ 2 mit 0° Faser-Last-Winkel

Analog zu den Ergebnissen aus der AE Messung zeigen auch die Tomographien der beiden ersten Laststufen keine Schädigungen in der Struktur. Demgegenüber zeigt ein Ausschnitt aus der Rekonstruktion des gebrochenen Prüfkörpers (Abb. 6) ein komplexes Bruchbild mit verschiedenen Versagensmechanismen.

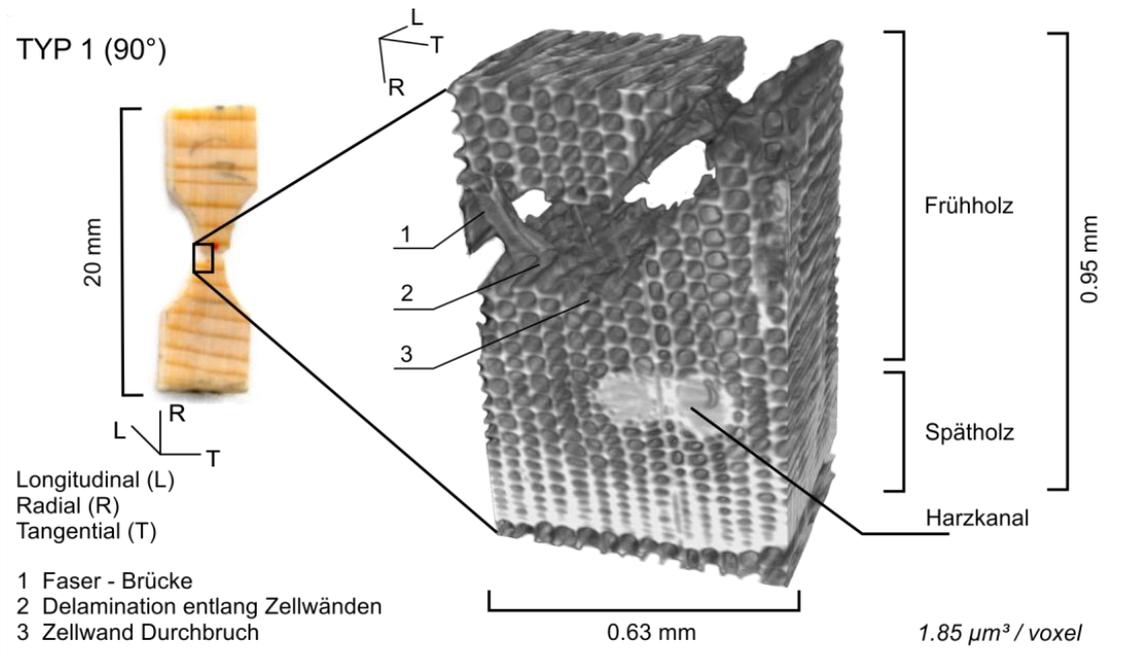


Abbildung 6. Rekonstruktion des Bruchbildes von Typ1 (90° Faser-Last-Winkel)

Der Bruch hat sich in der Frühholz-Zone ausgebildet. Dies war zu erwarten, da die Frühholz-Tracheiden aus dünneren Zellwänden und größeren Zelllumina als die Spätholz-Tracheiden bestehen. Eine hohe Anzahl an Zellwandbrüchen ist erkennbar. Zudem wurden die Zellen auseinandergerissen. Die Bruchfläche wie auch die noch vorhandene Faserbrücke belegen Delaminations-Vorgänge [10, 11, 12].

### 2.3 Typ 2 Belastung parallel zum Faserverlauf

Der fünf-stufige Zugversuch an dem gewählten Exemplar Typ 2 (parallel zum Faserverlauf belastet) zeigt bereits bei über 50 % der Maximallast (Laststufe 3) AE Aktivität mit 52 Signalen pro Sensor. Zwischen den Belastungsstufen 3 (Abb. 5b) und 4 (Abb. 5c) verursachten technische Störungen eine längere Wartezeit. In Laststufe 4 war die Ankopplung von Sensor 1 nicht mehr gegeben, eine Korrektur der Kopplung war nicht möglich. Der aktive Sensor 2 hat 65 Signale mit einer kumulativen AE-Energie von  $10^{-10} \text{ V}^2\text{s}$  detektiert. Der Verlauf der Lastkurve deutet auf ein Vorversagen hin, das endgültige Versagen des Prüfkörpers erfolgte während der 5. Belastungsstufe. Zu diesem Zeitpunkt war die Ankopplung beider Sensoren ungenügend, sodass keine AE-Ergebnisse vorliegen.

Tabelle 3. Resultate aus Zugversuch und AE Überwachung an Prüfkörper Typ 2 ( $0^\circ$  Faser-Last-Winkel)

	Spannung	Traversenweg	Zahl der Signale <sup>1</sup>	Summe Signal-Energie <sup>1</sup>	Qualität der Sensoren-Ankopplung
	N/mm <sup>2</sup>	µm	-	$10^{-14} \text{ V}^2\text{s}$	dB <sub>AE, aus</sub> / dB <sub>AE, ein</sub>
Vorlast	2.60	-	0		44/84
Stufe 1	24.05	6.0	3	18	49/84
Stufe 2	48.21	4.6	5	167	51/84
Stufe 3	66.25	3.8	52.5	120	52/84
Stufe 4 <sup>2</sup>	79.65	4.6	65	11071	-
Bruch <sup>3</sup>	89.98	8.2	Störung	Störung	-

<sup>1</sup> Pro Sensor

<sup>2</sup> Sensor 1 bringt Störsignale

<sup>3</sup> Ankopplung beider Sensoren ist fehlerhaft

Obwohl bereits in der 3. Laststufe AE aufgezeichnet wurde, ist bei einer ersten manuellen Sichtung der zugehörigen Rekonstruktion keine Schädigung der Materialstruktur erkannt worden. Auch nahe der eingebrachten Kerbe trat kein Rissfortschritt (Abb. 7) auf. Eine Strukturveränderung ist dennoch nicht auszuschließen, bspw. entstandene Mikrorisse in den Zellwänden sind bei der Auflösung von  $1.85 \mu\text{m}^3$  pro Voxel nicht messbar. Die 4. Belastungsstufe führt zum Risswachstum an der Einkerbung (Abb. 8 a1, Riss rechts). Der Rissfortschritt von der gegenüberliegenden nicht-gekerbten Seite (Abb. 8a1, Riss links) ist deutlich ausgeprägter und endet schließlich im Spätholz (Abb. 8a2). Die Projektionen der Longitudinal-Radial- (LR) wie auch der Longitudinal-Tangential- (LT) Ebene zeigen den Weg des geringsten Widerstandes innerhalb der Holzstruktur. Der Riss versucht den Holzstrahlen auszuweichen, das wird besonders deutlich an der Treppenform um die Holzstrahlen (Abb. 8b2).

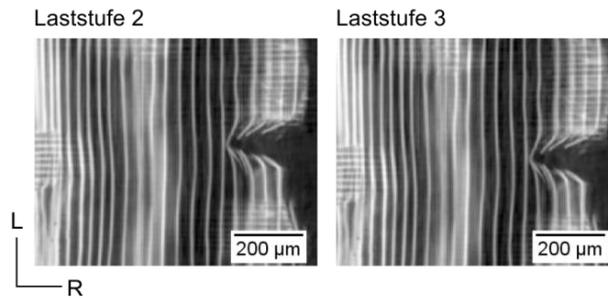


Abbildung 7. Kein Rissfortschritt an der Kerbe zwischen Laststufe 2 und 3 an Typ 2 (0° Faser-Last-Winkel)

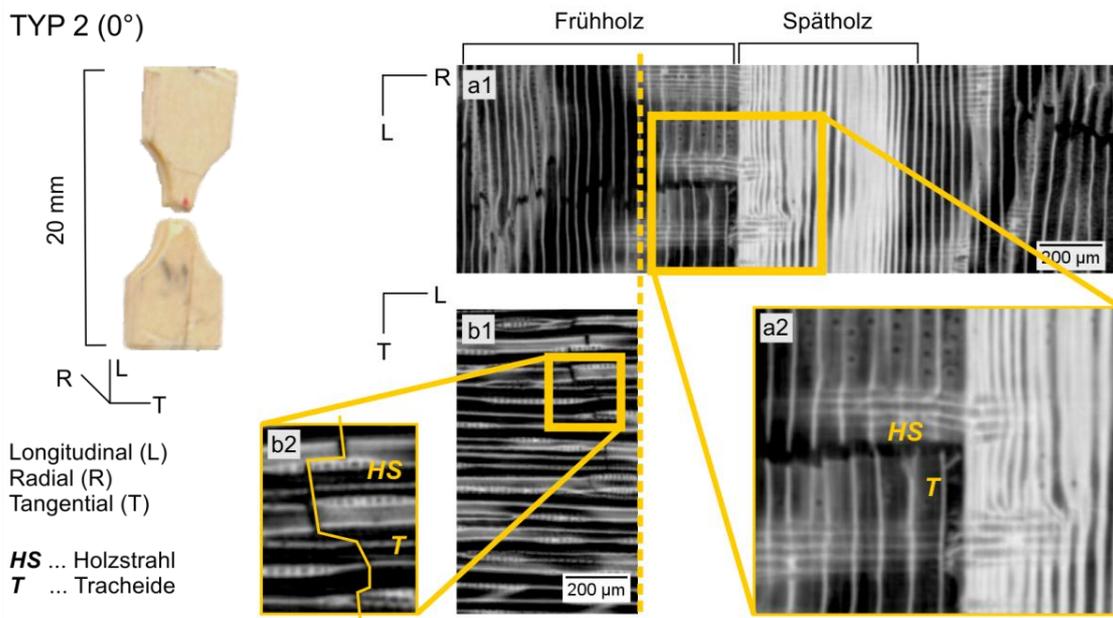


Abbildung 8. Rissausbreitung in Laststufe 4 an Typ 2 (0° Faser-Last-Winkel)

Bei Typ 2 liegen die Tomographien für die Laststufen 1 bis 4 vor. Aufnahmen von der zerstörten Probe waren nicht möglich, da die Probenfixierung dem endgültigen Versagen des Prüfkörpers, insbesondere dem Bruch im Spätholz, nicht standgehalten hat.

### 3 Zusammenfassung und Ausblick

In einer ersten Messreihe wurden Zugversuche an Miniaturprüfkörpern aus Fichtenholz in-situ mit Schallemissions-Messung und gleichzeitiger Synchrotron-basierter Röntgen-Mikrotomographie überwacht. Für die gezeigten Exemplare wurden in hoher zeitlicher ( $\mu\text{s}$ ) und räumlicher ( $1.85 \mu\text{m}^3/\text{Voxel}$ ) Auflösung Informationen über das Versagenverhalten von Holz gewonnen.

Die SR $\mu$ CT ist keine online Überwachung, hingegen liefert die AE-Überwachung während der SR $\mu$ CT-Messung zusätzlich Informationen über den Zustand des Prüflings in Echtzeit. Dies ermöglicht ein schnelles und sicheres Eingreifen in den Versuch, u.a. zum Beispiel bei auftretenden technischen Störungen an der Strahlenlinie. Dies kann bei den limitierten Messzeiten ein großer Vorteil sein.

Die Mikrostruktur von Holz ist im Wesentlichen aus Frühholz- (1-4  $\mu\text{m}$  Zellwanddicke) und Spätholztracheiden (10  $\mu\text{m}$  Zellwanddicke) aufgebaut. Die Frühholz-Zellen bilden dabei die hauptsächliche Schwachstelle. Aufgrund des deutlich spröderen Verhaltens der Spätholz-Tracheiden gestaltet sich der Zugversuch parallel zum

Faserverlauf an Proben mit Anteil an Spätholz-Zellen innerhalb des Prüfquerschnittes als problematisch. Für zukünftige Versuche nach dieser Anordnung, wird eine weitere Minimierung des Prüfquerschnittes angestrebt um die Zellwände der Frühholz-Tracheiden in einer höheren Auflösung rekonstruieren zu können. Eine eindeutiger Visualisierung der Frühholz-Zellwände erfordert Auflösungen von  $< 1 \mu\text{m}^3$  pro Voxel.

Für die Hohlzylinder-Konstruktion zur Probenhalterung und Lastübertragung ist PMMA geeignet, da es auf Grund seiner niedrigen Absorption der Strahlung wenig Artefakte in den Tomographien generiert. Ein alternatives Material mit höheren Druckfestigkeiten ( $135 \text{ N/mm}^2$ ) kann Polyamid-imid (PAI) darstellen.

## Danksagung

Ein besonderer Dank gilt dem Team um Prof. Dr. Marco Stampanoni von der TOMCAT Strahlenlinie am SLS in Villigen und insbesondere Dr. Bernd Pinzer für seine Unterstützung vor Ort. Wir bedanken uns bei Peter Jenni und Thomas Schnider für die Herstellung der Einzelteile für die Prüfausstattung. Vielen Dank an unsere Kollegen Katalin Kránitz, Dr. Sebastian Clauss, Oliver Kläusler, Tomasz Ozyhar, Christian Lanvermann und Samuel Amman für die Unterstützung während der Messungen. Das Projekt wird finanziert vom Schweizerischen Nationalfonds (SNF) Projekt Nr. 127'134.

## Referenzen

- [1] L. J. Gibson. 2012. The hierarchical structure and mechanics of plant materials. *Journal of the Royal Society Interface* 9 (76): 2749-2766
- [2] G. R. Debaise, A.W.Porter, R.E.Pentoney. 1966. Morphology and mechanics of wood fracture. *Mater Res Standard* 6: 493-9.
- [3] M. P. Ansell.1982. Acoustic emission from softwood in tension. *Wood Sci Technol* 16: 35-58.
- [4] P. Niemz, A. Lühmann. 1992. Anwendung der Schallemissionsanalyse zur Beurteilung des Bruchverhaltens von Holz und Holzwerkstoffen. *Holz Roh Werkst* (1992) 50: 191-194.
- [5] C. Grosse, M. Ohtsu, Editoren. 2008. *Acoustic Emission Testing in Engineering – Basics and Applications*. Springer.
- [6] P. Trtik, J. Dual, D. Keunecke, D. Mannes, P. Niemz, P. Stähli, A. Kaestner, A. Groso, M. Stampanoni. 2007. 3D imaging of microstructure of spruce wood. *Journal of Structural Biology* 159, 46-55.
- [7] R. Wagenführ. 1999. *Anatomie des Holzes*. DRW-Verlag.
- [8] M. Zauner, D. Keunecke, R. Mokso, M. Stampanoni, P. Niemz. 2012. Synchrotron-based tomographic microscopy (SR $\mu$ CT) of wood: development of a testing device and observation of plastic deformation of uniaxial compressed Norway spruce samples. *Holzforschung* 66 (8): 973-979.
- [9] P. Niemz, D.Caduff. 2008. Untersuchungen zur Bestimmung der Poissonschen Konstanten an Fichtenholz. *Holz als Roh- und Werkstoff* 66: 1-4.
- [10] S. Vasic, I. Smith, E. Landis. 2002. Fracture zone characterization - Micro-mechanical study. *Wood and fiber science* 34(1): 42 -56.
- [11] D. Keunecke, S. Stanzl-Tschegg, P. Niemz. 2007. Fracture characterisation of yew (*Taxus baccata* L.) and spruce (*Picea abies* [L.] Karst.) in the radial-tangential and tangential-radial crack propagation system by a micro wedge splitting test. *Holzforschung* 61:528-388.
- [12] V. Bucur. Editor. 2011. *Delamination in Wood, Wood Products and Wood-Based Composites*. Springer.