

# Klassifizierung der Bruchzähigkeit unterschiedlicher Papierqualitäten mittels Schallemission

Hartmut VALLEN, Jochen VALLEN, Vallen-Systeme, Icking  
Per A. GRADIN, Mid Sweden University, Sundsvall, Schweden  
Per NYGÅRD, Paper and Fibre Research Institute, Trondheim, Norwegen

**Kurzfassung.** Die Ergänzung des in der Papierindustrie routinemäßig durchgeführten Zugversuchs mit der Messung der Schallemission (acoustic emission, AE) könnte zusätzliche Informationen zum Schädigungseinsatz bzw. -verlauf in Papierstrukturen unter mechanischer Belastung liefern, wie sie derzeit im Forschungsbereich ermittelt werden. Dies erfordert ein einfach zu bedienendes, industrietaugliches Messgerät, das auch von angelerntem Hilfspersonal bedient werden kann. Ein solches Messgerät ging aus einem kürzlich abgeschlossenen Forschungsprojekt hervor. Es besteht aus einem AE-Signalkonditionierer und einem 4-Kanal-Datenerfassungsmodul. Es wurde für eine Studie eingesetzt, welche feststellen sollte, ob ein mittels AE Prüfung ermittelter Parameter (die elastische Dehnungsenergiedichte) mit dem Kennwert Bruchzähigkeit in neun unterschiedlichen Papiersorten korreliert.

Es werden im 200 $\mu$ s-Intervall drei analoge Signale aufgezeichnet, die Zugkraft, die Probenverlängerung und das APK-Signal des AE-Signalkonditionierers. Aus dem APK Signal lässt sich die optimale Schwelle zur Identifizierung der AE-Ereignisse ableiten und eine materialspezifische Kraft-Ereignissummenkurve ermitteln. Aus dieser Kurve kann die kritische Zugkraft  $F_c$  bestimmt werden, bei der die Schädigung einsetzt.

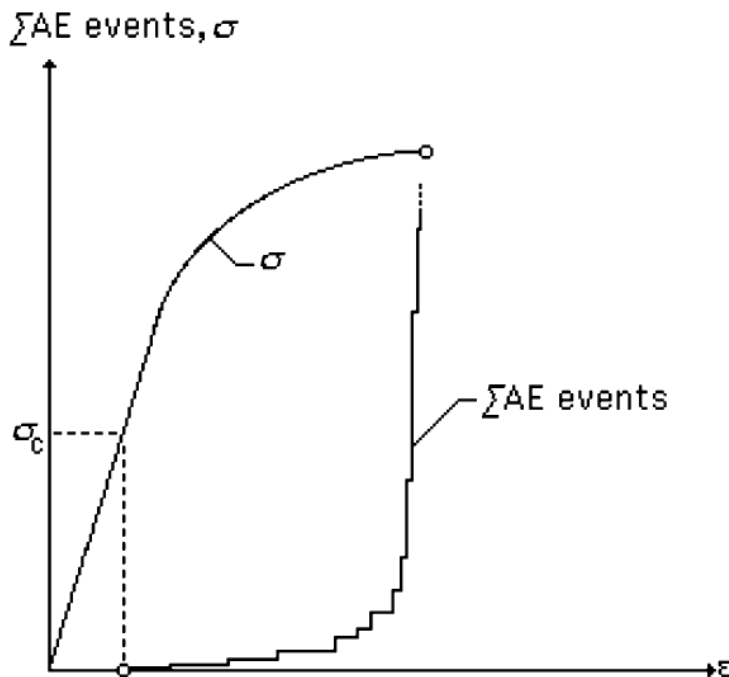
## 1. Einführung

In der Papierindustrie werden routinemäßig standardisierte Zugversuche (auch Zerreißproben genannt) durchgeführt, um die Zugfestigkeit, die Bruchdehnung und Zugbrucharbeit einer Serie von 5 - 10 gleichen Proben zu ermitteln. Eine weitere wichtige Größe zur Charakterisierung von Papier ist die Bruchzähigkeit, auch spezifischer Weiterreißwiderstand genannt. Diese Größe ist ein Maß für die Energie pro Einheit Masse, die aufgewendet werden muss, um einen vorhandenen Schnitt zu vergrößern. Die Ermittlung dieser Größe ist aufwändiger als der Zugversuch und erfordert zusätzliche Proben und Arbeitsschritte. Die zusätzliche Gewinnung der Bruchzähigkeit, oder eines zur Bruchzähigkeit ausreichend genau korrelierenden Parameters, aus dem ohnehin durchgeführten Zugversuch wäre für die Papierindustrie von großem Interesse.

Die Anwendung der Schallemissionsprüfung an Papier wurde z.B. in [2 – 7] beschrieben. In der hier vorgestellten Studie [1] wurden Testmessungen an Standardproben mit einer Dehnrate von 1%/Minute durchgeführt und im 200 $\mu$ s-Intervall folgende Werte aufgezeichnet: Kraft, Verlängerung, AE-Maximalamplitude (APK). In der Nachanalyse wurde aus den Maximalamplituden die optimale Nachweisschwelle der Schallemission ermittelt

und diese auf die Daten angewendet, um die Zahl der detektierten Schallemissionsereignisse zu bestimmen und deren Summe mit der Spannungs-Dehnungskurve zu korrelieren.

Prinzipiell kann aus jedem Zugversuch ein Kurvenverlauf gemäß Bild 1 gewonnen werden, wobei  $\sigma$  für die Spannung (Kraft/Querschnitt) und  $\epsilon$  für die Dehnung (Verlängerung/Einspannlänge) steht. Die Kurve „ $\Sigma$ AE events“ zeigt einen typischen Verlauf der kumulierten Schallemissionsereignisse.



In [3] wurde nachgewiesen, dass dort, wo das Versagen der Faser-Faser-Klebung der dominante Zerstörungsmechanismus ist, die Schädigung dann beginnt, wenn die sogenannte „elastische Dehnungsenergie-dichte“ einen kritischen Wert  $W_c$  erreicht.

Der Begriff Energiedichte hat die physikalische Bedeutung einer Energie pro Volumen- oder pro Masseneinheit, dementsprechend ist die Einheit der Energiedichte  $[J/m^3]$  oder  $[J/kg]$ .

**Bild 1:** Beispiel zur Ermittlung von Sigma-C

Bedeutung der Kürzel für die folgenden Formeln:

E:	Elastizitätsmodul in $N/m^2$	
$\sigma_c$ :	Spannung beim Einsatz der Schädigung in $N/m^2$ .	
k:	Steigung der Kraft-Verlängerungskurve in $N/m$	messen
L:	Einspannlänge der Probe in m	0,1m
B:	Breite der Probe in m	0,015m
t:	Dicke der Probe in m	durcg G ersetzt
$F_c$ :	Kraft bei Schädigungsbeginn in N	messen
G:	Flächengewicht in $kg/m$	(probenspezifisch)

Für uniaxiale Belastung lässt sich  $W_c$  wie folgt bestimmen:

$$W_c = \sigma_c^2 / (2E) \text{ und } E = kL/Bt$$

Dies kann umgeformt werden in

$$W_c = F_c^2 / (2BtkL) \text{ in } [J/m^3] \quad \text{Formel 1}$$

In der Papierindustrie wird üblicherweise die etwas schwer bestimmbare Dicke durch das Flächengewicht  $G$  in  $g/qm$ , auch Grammage genannt, ersetzt. Damit erhält man:

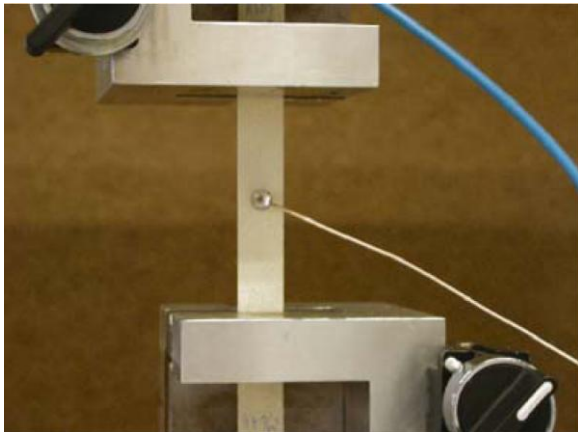
$$W_c = F_c^2 / (2BGkL) \text{ in } [J/kg] \quad \text{Formel 2}$$

Wenn man das erste Auftreten von substantieller Schallemission als Indikation für den Beginn der Schädigung annimmt, kann aus dem gemessenen Kraft-Verlängerungs-Diagramm die Elastizitätsmodul, auch die kritische Spannung  $\sigma_c$  abgeleitet und gemäß Formel 2  $W_c$  bestimmt werden.

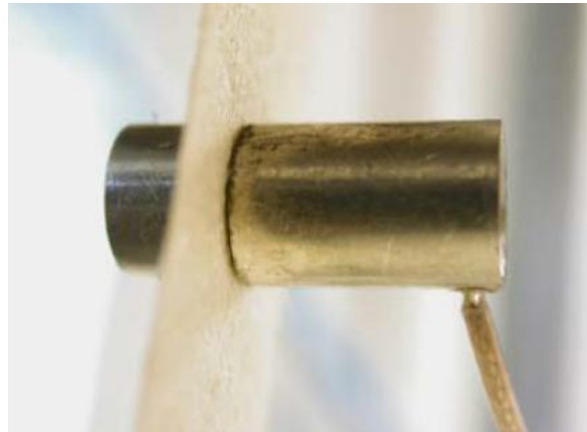
## 2. Die Schallemissionsmessung

In der eingangs referenzierten Studie wurden neun unterschiedliche, kommerziell verfügbare Papiersorten getestet. Die Belastung wurde in Maschinenrichtung ausgeübt, das ist die Richtung in der das entstehende Papier durch die Papiermaschine läuft. Pro Papiersorte wurden 10 Proben gemessen. Die Einspannlänge aller Proben war 100mm, die Breite 15mm.

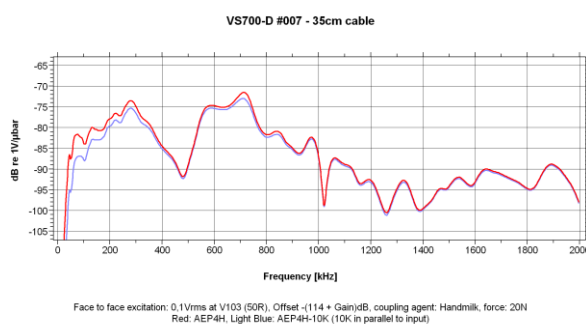
Bild 2 zeigt den experimentellen Aufbau, Bild 3 den eingesetzten AE-Sensor VS700-D der Firma Vallen-Systeme GmbH. Dieser piezoelektrische Sensor ist ausreichend klein und leicht (D6,3xH10,0mm, 1,5g) und kann mittels eines kleinen Permanentmagneten sehr einfach an dem Papierstreifen befestigt werden. Es wurde kein Koppelmittel eingesetzt.



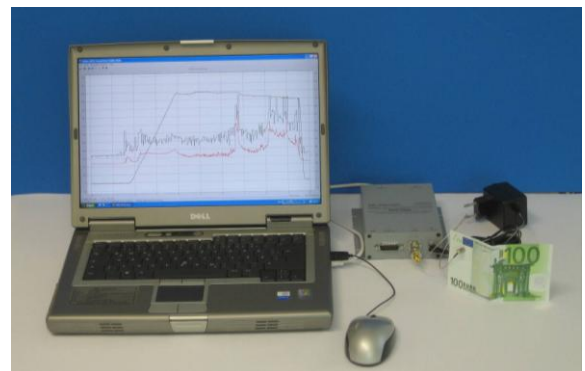
**Bild 2** Experimenteller Aufbau



**Bild 3** AE-Sensor mit Magnetbefestigung



**Bild 4** Frequenzgang des Sensors VS700-D.



**Bild 5** ASCO-DAQ2 rechts neben Notebook PC

Bild 4 zeigt den Frequenzgang des Sensors. Er weist Resonanzen bei 300kHz und 750kHz auf. Die Datenerfassung erfolgte mit einem ASCO-DAQ2 [9] der Vallen-Systeme GmbH. Dies ist eine Kombination von einem AE Signalkonditionierer ASCO-P (Variante ASCO-PH5) und einem 4-Kanal-Datenerfassungsmodul für den USB Bus, DAQ2. Beide Module sind in einem kleinen, robusten Gehäuse untergebracht, zu sehen in Bild 5 rechts neben dem Notebook-PC. Ein AE Sensor VS700-D ist dort an einem 100-Euroschein montiert. Bild 6 zeigt die Funktionsblöcke des ASCO-DAQ2.

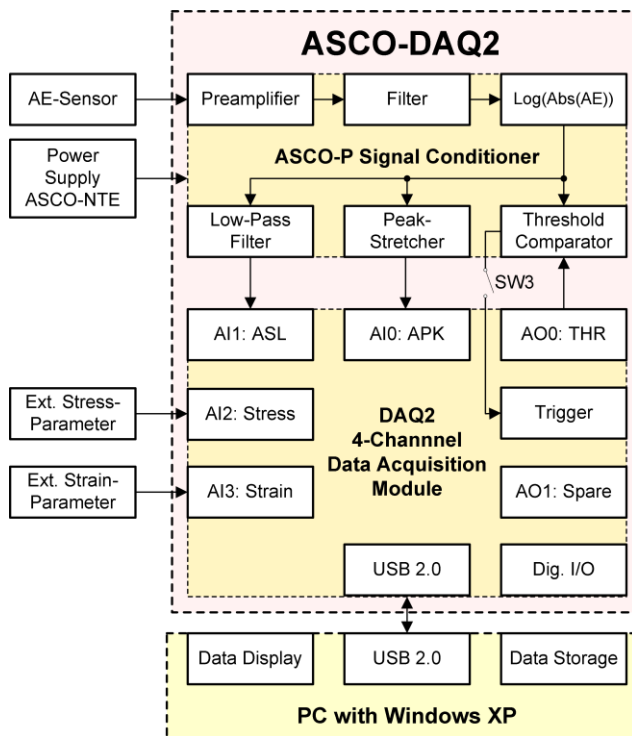


Bild 6 ASCO-DAQ2 Funktionsblöcke

Bild 6 zeigt die Funktionsblöcke des ASCO-DAQ2. Der Signalkonditionierer ASCO-P verstärkt das AE-Signal des Sensors und führt es über ein 90-1300kHz Bandpassfilter. Danach wird der Absolutwert des Signals logarithmiert. Der Peak-Stretcher verlängert eine kurzzeitige Maximalamplitude auf etwa 400µs Dauer, d.h. ein Abtastintervall von 200µs reicht aus, auch kürzeste Spitzenamplituden sicher zu erfassen.

Das Ausgangssignal des Peak-Stretchers, das APK-Signal, geht an den Eingang AI0 des Datenerfassungsmoduls DAQ2. Der zweite Ausgang ASL und der Threshold Eingang des ASCO-P wurden in dieser Studie nicht benutzt. Externe Kraft- und Wegsensoren werden an 2 weitere Eingänge (AI2 und AI3) des DAQ2 angeschlossen. Alle DAQ2-Eingänge wurden im 200µs Intervall gemessen und abgespeichert.

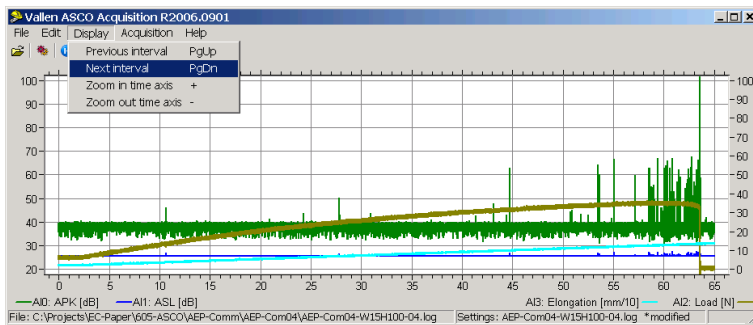


Bild 7: Signal APK (grün), Kraft (braun) und Verlängerung (blau) über der Zeit.

Bild 7 zeigt Beispieldaten eines Zugversuchs. Die Horizontalachse ist in Sekunden skaliert, die linke Vertikalachse skaliert APK in  $\text{dB}_{\text{AE}}$  (bezogen auf  $1\mu\text{V}$ ), die rechte Vertikalachse skaliert die Zugkraft in N und die Verlängerung in 0,1mm Schritten.

APK zeigt ein Grundrauschen bis etwa  $40\text{ dB}_{\text{AE}}$ , da ein weiterer Frequenzbereich (90-1300kHz) eingestellt war. Spitzen über  $40\text{ dB}_{\text{AE}}$  stellen die interessierenden Ereignisse dar. Bei etwa 60 s erreicht die Kraft das Maximum, die Schallemission wird sehr intensiv, bei 63,5 s bricht die Kraft abrupt ab, die Probe reißt, die Schallemission erreicht sehr hohe Amplituden.

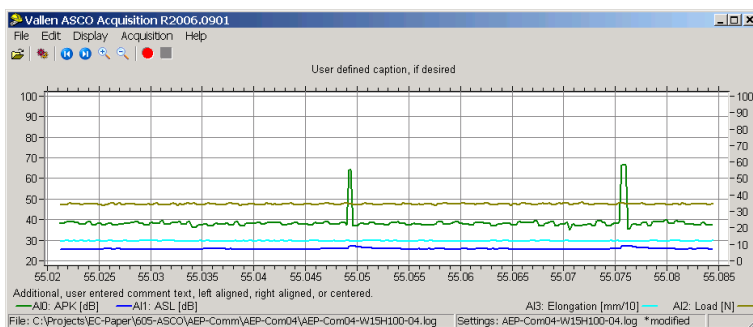


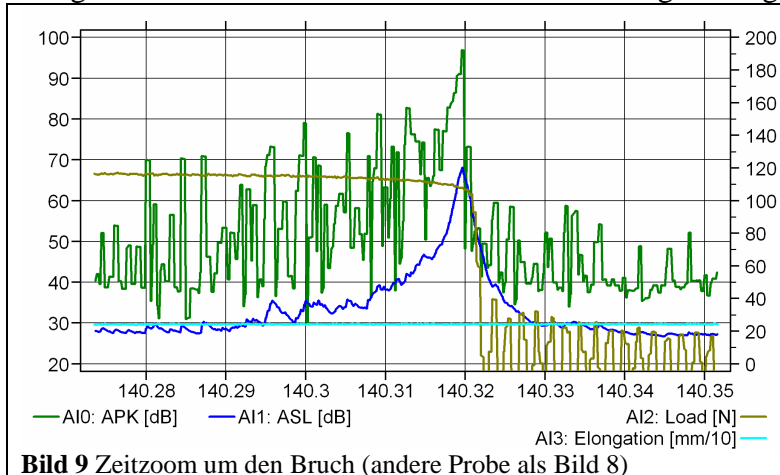
Bild 8 Zeitzoom von Bild 7 um das Ereignis bei 55s

reicht sehr hohe Amplituden.

Bild 8 spreizt das Diagramm in Bild 7 um den einzelnen Peak bei 55s. Die Skalenaufblösung entspricht nun 1ms. Jetzt sind zwei Ereignisse im Zeitabstand von ca 25 ms zu identifizieren, das erste mit etwa  $63\text{ dB}_{\text{AE}}$  Amplitude, das zweite mit ca.  $67\text{ dB}_{\text{AE}}$ . Es ist leicht zu sehen, dass diese einfache Technik die hohe Dynamik und hohe Burstraten beherrscht.

Bild 9 zeigt ein Extrembeispiel für die Situation unmittelbar vor und während des Bruchs. Dort sind Bursts in so schneller Folge aufgetreten, dass sie sich überlappen und sich nicht mehr voneinander unterscheiden und zählen lassen.

Das Konzept dieser schwellenunabhängigen Messung gestattet die Ermittlung der optimalen Nachweisschwelle anhand der gemessenen Daten, nach der Messung. Dies erleichtert die Bedienung ungemein, da Schallemissionsgeräte üblicherweise vom Bediener die Vorgabe der Nachweisschwelle VOR der Messung verlangen.

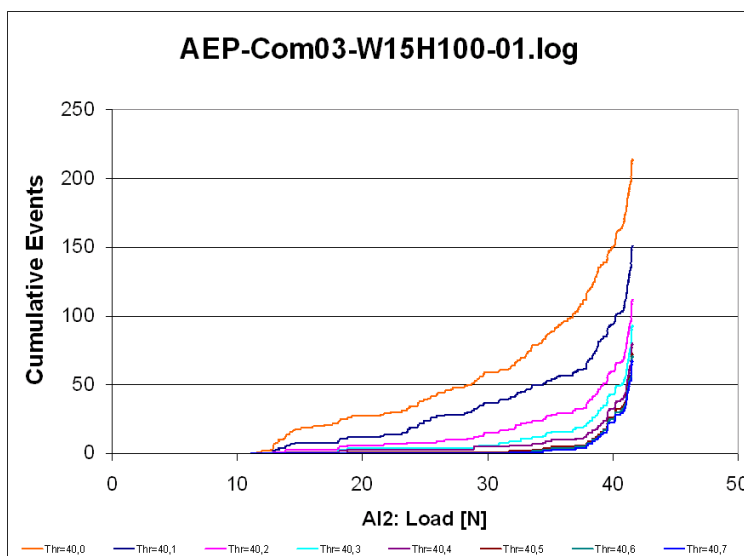


**Bild 9** Zeitzoom um den Bruch (andere Probe als Bild 8)

Die Nachweisschwelle ist per Definition [12] „jenes Spannungsniveau, das überschritten werden muss, bevor ein Schallemissionssignal detektiert und weiterverarbeitet wird.“ Ist die Nachweisschwelle zu niedrig eingestellt, kann elektrisches Rauschen oder ein Störgeräusch als Ereignis interpretiert werden, was die Messung stark verfälschen kann. Stellt man

die Schwelle zu hoch ein, werden Ereignisse mit kleiner Amplitude nicht detektiert.

Bild 10 verdeutlicht den Fall „Schwelle zu niedrig eingestellt“: Das Diagramm zeigt 8 Ereignissummen des gleichen Zugversuchs, wobei 8 Schwellwerte (Legende „Thr“ für „Threshold“) zwischen 40,0 und 40,7 dB<sub>AE</sub> angewendet wurden.



**Bild 10** Ereignissummen über der Zeit für 8 Schwellwerte

Es ist offensichtlich, dass zu Beginn des Zugversuchs keine „echten“ Ereignisse (Schädigungen) auftreten können, d.h. der frühe Anstieg der Kurve Thr = 40,0 dB<sub>AE</sub> stammt vorwiegend vom elektrischen Rauschen. Die beiden höchsten Schwellwerte liefern plausible, d.h. nahezu deckungsgleiche Ereignissummen. Für sämtliche Auswertungen dieser Studie wurde eine Nachweisschwelle von 41 dB<sub>AE</sub> angewandt.

Bild 11 zeigt für eine Papiersorte die Ereignissummenkurven aller 10 Proben. Generell ist festzustellen, dass die Streuung der Kraft bei der das erste Ereignis eintritt, besonders hoch ist. Recht willkürlich wurde deshalb festgelegt, dass für jede Probe der Schädigungsbeginn dann gegeben sein soll, wenn die Ereignissumme 10% aller Ereignisse bis zum Kraftabfall (in Bild 9 bei 140,3s) beträgt. In diesem Kriterium liegt auch noch ein Ansatzpunkt für Optimierungen, denn wie bei Bild 9 beschreiben, ist die Zählung der Ereignisse wegen Überlappungen mit Ungenauigkeiten behaftet.

## 2.2 Bestimmung der Risszähigkeit

Von jeder Papiersorte wurden weitere 10 Proben gleicher Geometrie bereitgestellt.

Die Bestimmung der Risszähigkeit wurde mittels einer in [8] beschriebenen J-Integral Methode vorgenommen, Die Kraftausübung erfolgte in Maschinenrichtung, der vorab eingebrachte Riss verlief senkrecht dazu. Die Papierdicke wurde auch hier mit dem Flächengewicht ersetzt. Somit ergibt sich für das Ergebnis  $J_{IC}^W$  die Einheit [Jm/kg].

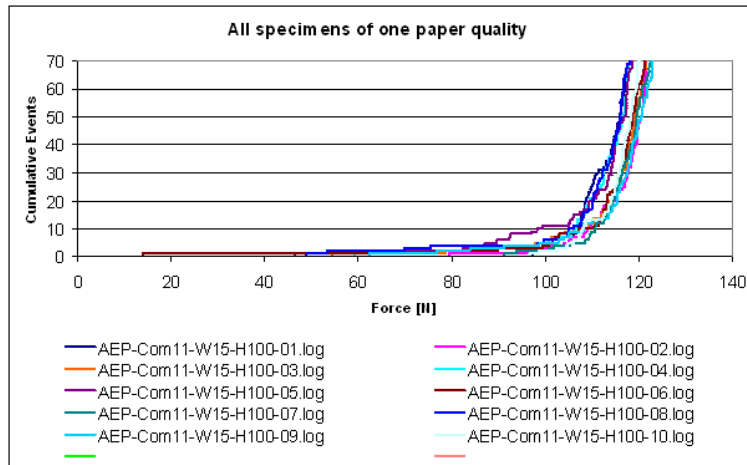


Bild 11 Ereignissummen von 10 Proben einer Papiersorte

## 3. Ergebnisse der Zugversuche

Die Ergebnisse der Studie sind in [1] umfassend erläutert und diskutiert und sollen hier nur zusammenfassend wiedergegeben werden, da dieser Beitrag vorwiegend der Mess- und Analyseverfahren gewidmet ist.

Die kritische elastische Dehnungsenergiedichte,  $W_c$ , bestimmt die Initiierung einer Schädigung, während die Bruchzähigkeit das Wachstum eines bestehenden Risses bestimmt. Insofern war zunächst nicht sicher, ob beide Kennwerte zueinander korrelieren.

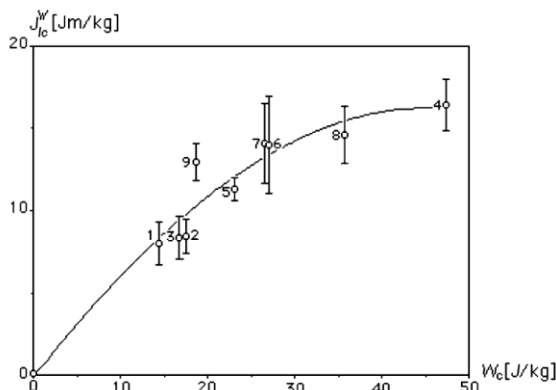


Bild 12 Ergebnisse mit Polynom. Näherung

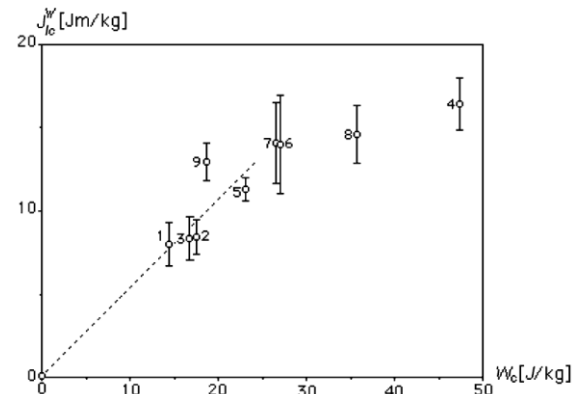


Bild 13 Ergebnisse mit linearer Näherung

Bild 12 zeigt die Werte von  $W_c$  und  $J_{IC}^W$  sowie die Streuung von  $J_{IC}^W$ , wobei die Nummern die Papiersorte identifiziert (siehe Tabelle 1 unten).

Zusätzlich ist eine recht willkürlich gewählte Annäherung einer Polynomfunktion 3. Ordnung eingezeichnet, wobei ein zusätzlicher Punkt beim Koordinatenursprung einbezogen wurde, da davon auszugehen ist, dass  $J_{IC}^W$  Null sein muss wenn  $W_c$  zu Null wird.

Bild 13 zeigt die gleichen Werte mit einer linearen Annäherung.

Die hier involvierten Papiersorten stammen aus völlig unterschiedlichen Produktionsmethoden (mechanische / chemische Aufbereitung, unterschiedliche Zugaben von Stärke, etc.) so dass davon ausgegangen werden muss, dass die Faser-Klebestärken stark voneinander abweichen und nicht immer die Situation so war, dass die Faser-Faser-Klebung der do-



minante Schädigungsmechanismus war, was Voraussetzung für die korrekte Anwendung der Formel 1 ist.

Gemäß [8] sind  $J_{IC}^W$  Werte bis 10 Jm/kg repräsentativ für bedruckbare Papiersorten und diese erfüllen die Annahme, dass der dominante Schädigungsmechanismus das Versagen der Faserverklebung ist. Dies betrifft vorwiegend die Papiersorten 1 – 3.

Eine gewisse Korrelation zwischen Risszähigkeit und der mit der beschriebenen Methode ermittelte Parameter  $W_c$  ist offensichtlich, wenn auch nicht linear.

**Tabelle 1** Physikalische Eigenschaften der untersuchten Materialien und  $W_c$

Mat.	Surface weight	Thick-ness	Tensile strength/ unit width	Tensile stiffness	Strain at break	Fracture toughness J-integral	Elastic Strain Energy/ unit mass ( $W_c$ )
	[g/m <sup>3</sup> ]	[µm]	[kN/m]	[kN/m]	[%]	[Jm/kg]	[J/kg]
1	46.0 ±0.3	72.2 ±0.8	2.72 ±0.14	399 ±7	1.02 ±0.08	8.0 ±1.3 (16.3%)	14.3 ±0.5 (3.3%)
2	51.2 ±0.2	82.6 ±0.7	3.46 ±0.17	458 ±26	1.13 ±0.08	8.5 ±1.0 (11.8%)	17.5 ±0.8 (4.6%)
3	53.0 ±0.3	84.3 ±1.4	3.05 ±0.12	402 ±15	1.20 ±0.05	8.4 ±1.3 (15.5%)	16.7 ±0.8 (4.8%)
4	143.0 ±1.0	186.0 ±4.0	16.80 ±0.62	1608 ±34	1.92 ±0.14	16.4 ±1.6 (9.8%)	47.3 ±0.8 (1.6%)
5	476.1 ±1.0	563.0 ±15.0	27.70 ±1.66	3129 ±52	1.88 ±0.18	11.2 ±0.8 (7.1%)	23.1 ±1.2 (5.1%)
6	50.7 ±0.5	75.5 ±2.5	4.33 ±0.26	499 ±21	2.34 ±0.17	14.0 ±3.0 (21.4%)	26.8 ±1.8 (6.7%)
7	76.5 ±0.6	106.0 ±3.5	6.37 ±0.35	749 ±30	2.41 ±0.15	14.1 ±2.4 (17.0%)	26.7 ±1.1 (4.2.%)
8	83.1 ±0.6	116.0 ±1.2	8.85 ±0.21	941 ±17	2.25 ±0.11	14.5 ±1.8 (12.4%)	35.7 ±0.8 (2.3%)
9	179.0 ±0.8	224.0 ±2.8	10.60 ±0.23	1233 ±32	2.53 ±0.09	12.9 ±1.2 (9.3%)	18.6 ±0.2 (1.3%)

Pro Feld erste Zeile: Mittelwert, 2. Zeile: Standardabweichung

#### 4. Ausblick

Die hier beschriebene Bestimmung der Größe  $W_c$  ist als ein erster Versuch zu sehen, das Potential der Schallemissionsmethode für die Papierindustrie anzudeuten. Es besteht darin, dass diese Methode Informationen über Vorgänge im Material unter Belastung liefern kann, die die geläufigen Messmethoden nicht bieten können.

#### 5. Anerkennung

Wir schätzen die finanzielle Unterstützung des 5. Rahmenprogramms der Europäischen Gemeinschaft unter der Vertragsnr. QLK5-CT-2002-00722.

## 6. Referenzen

- [1] Gradin PA, Graham D, Nygård P, Vallen H, (2007), The use of acoustic emission monitoring to rank paper materials with respect to their fracture toughness. *Exp. Mech*, accepted: 25 April 2007
- [2] Gradin PA, Nyström S, Flink P, Forsberg S, Stollmaier F (1997), Acoustic emission monitoring of light weight coated paper. *J Pulp Pap Sci* 23:3, March
- [3] Isaksson P, Gradin PA, Kulachenko A (2006) The onset and progression of damage in isotropic paper sheets. *Int J Solids Struct* 43:713–726.
- [4] Yamauchi T, Okumura S, Noguchi M (1990) *J Pulp Pap Sci* 16:2, Jan.
- [5] Yamauchi T, Okumura S, Murakami K (1989) *J Pulp Pap Sci* 15:1, Jan.
- [6] Yamauchi T, Okumura S, Noguchi M (1990) *J Pulp Pap Sci* 16:2, Jan.
- [7] Salminen LI, Tolvanen AI, Alava MJ (2003) Acoustic emission from paper fracture. *Phys Rev Lett* 89:185503.
- [8] Wellmar P, Fellers C, Delhage L (1997) Fracture toughness of paper - development of a test method. *Nordic Pulp Pap Research J* 12(3):189–195.
- [9] Vallen-Systeme GmbH, Product Description ASCO-P, ASCODAQ2 at <http://www.vallen.de>.
- [10] ISO 536, Paper and board-determination of grammage, 1988.
- [11] ISO 534, Paper and board-determination of thickness and apparent bulk density or apparent sheet density, 1988.
- [12] EN 1330-9:2000 Zerstörungsfreie Prüfung – Terminologie – Teil 9: Begriffe der Schallemissionsprüfung