

## **In-situ Synchrotron Mikro-Tomographie und akustische Emission von Holzproben unter Zugbelastung**

MICHAELA ZAUNER<sup>1\*</sup>, FRANZISKA RITSCHEL<sup>1</sup>, MARCO STAMPANONI<sup>2</sup>,  
PETER NIEMZ<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Wood Physics Group, Institute for Building Materials, ETH Zurich, Stefano-Franscini-Platz 3, 8093 Zurich, Switzerland

<sup>2</sup>Institute for Biomedical Engineering, ETH Zurich, Gloriastrasse 35, 8092 Zurich, Switzerland

**Zusammenfassung:** *In-situ Synchrotron Mikro-Tomographie und akustische Emission von Holzproben unter Zugbelastung.* Plastische Verformung und andere Versagensmechanismen, die sich während stetig steigender Belastung entwickeln, führen zu einer Emission akustischer Signale. Das gilt im Besonderen für Belastung von Holz in longitudinaler Richtung. Obwohl es eine grössere Anzahl an Experimenten mit einer Aufzeichnung der akustischen Emissionen gibt, ist eine Zuordnung der Signale zu den verursachenden Mechanismen noch nicht möglich. Für eine Zuordnung wird weiteres Wissen über die Veränderungen während der Emission der akustischen Signale benötigt. Um diese Veränderungen in der dreidimensionalen Struktur zu beobachten, werden zerstörungsfreie in-situ Methoden benötigt. Davon ist Synchrotron Mikro-Tomographie (SR $\mu$ CT) besonders geeignet, da es dreidimensionalen Bildern eines grösseren Bereichs mit relativ kurzen Aufnahmezeiten erzeugt. Um Tomographien von Holz unter Zugbelastung zu erstellen, wurde eine Prüfmaschine, verwendet, die für eine in-situ Verwendung an der TOMCAT-Strahllinie (PSI, SLS Villigen) entwickelt wurde – für einige Proben in Verbindung mit akustischer Emission. Mit diesem Aufbau wurden Veränderungen und Risse für normale und verklebte Fichtenproben beobachtet und akustische Emissionen konnten aufgezeichnet werden. Die gewonnenen Resultate ermöglichen die Rekonstruktion der Versagensbereiche (Risse) und deren Entstehung vom ursprünglichen Zustand. Die akustischen Signale spiegeln dabei die Struktur wieder.

*Keywords:* Synchrotron mikro-tomographie, Akustische Emission, Fichte, in-situ Belastung, Zug, Verklebung

### **EINFÜHRUNG**

Als anisotropes und natürlich gewachsenes Material, weist Holz eine inhomogene Struktur und damit eine starke Abhängigkeit der Eigenschaften von der Struktur auf. Doch Daten zur Entwicklung plastischer Verformungen in Abhängigkeit von der dreidimensionalen Struktur sind noch nicht vollständig vorhanden. Dadurch ist eine genaue Bestimmung der Entstehung und Entwicklung von Versagensmechanismen für Holz schwierig. Dies gilt ebenfalls für Verklebungen, bei denen weitere Faktoren wie Vorschädigungen und Eindringverhalten eine Rolle spielen, aber nach der Verklebung ohne Zerstörung der Probe nicht rekonstruierbar sind. Einige mikroskopische Methoden, insbesondere ESEM (e.g. [1] [2]), erlauben eine Beobachtung mit hoher Auflösung, während Belastung jedoch nur mit beschränkter Tiefenauflösung. Im Gegensatz dazu, kann mittels Synchrotron-Mikro-Tomographie (SR $\mu$ CT) die komplette Struktur zerstörungsfrei aufgezeichnet werden. Dies wurde in-situ für Biegung [3, 4] und Druck bereits realisiert [5]. Auch für die Bestimmung der Eindringtiefe von Klebstoffen wurde diese Methode bereits erfolgreich angewendet ([6]). Die Aufnahmezeit von mehreren Minuten, verhindert aber eine zeitnahe Aufzeichnung des Versagens.

Um Verformungen und Veränderungen im Material zeitnah zu erkennen, ist die akustische Emission (AE) dank ihrer hohen zeitlichen Auflösung eine bewährte Methode. Dabei ist aber die Zuordnung der Signale zu den einzelnen Versagensmechanismen für Holz derzeit noch nicht bekannt.

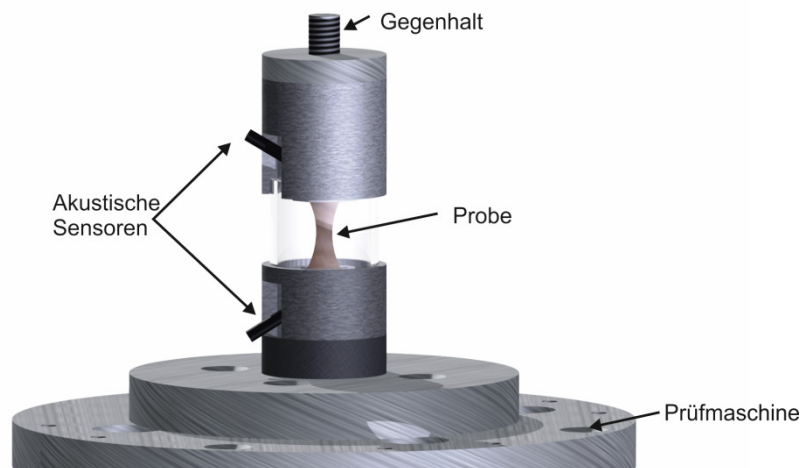
Um das Verhalten von Holz unter Zugbelastung mittels SR $\mu$ CT in-situ zu beobachten, wurde eine eigens dafür entwickelte Prüfmaschine verwendet und die Möglichkeit der Kopplung mit AE in einem weiteren Schritt getestet.

## MATERIAL UND METHODEN

Für eine longitudinale Belastung wurden aus Fichtenholz (*Picea abies* [L.] Karst.) flache Zugproben mit einer Dicke von 2 mm gefertigt. Diese wurden mit einer zentralen Ausnehmung mit einem Radius von 10 mm konstruiert, um eine kontinuierliche Spannungserhöhung einzubringen und damit die Bruchwahrscheinlichkeit zu erhöhen. Die Proben weisen eine Länge von 30 mm und einer kleinste Fläche von ca. 1.5x2 mm auf. Abbildung 1 zeigt die obere Hälfte der Einrichtung für Zugbelastung, der an der TOMCAT Strahllinie (SLS, PSI, Villigen, Schweiz) verwendet wurde. Das mittlere Rohr besteht aus einem röntgendurchsichtigen Material (PAI oder PMMA), während Öffnungen im oberen und unteren Rohr die Möglichkeit zur Nutzung akustischer Emissionssensoren gewährleisten.

Die Zugbelastung in longitudinaler Richtung erfolgte in mehreren Schritten: Nach einer Vorbelastung zur Fixierung der Probe wurde eine Tomographie des Ursprungszustandes erstellt. Nach Fahren einer Distanz zur weiteren Belastung und Abwarten der Relaxationseffekte nach dem Halt, wurde jeweils eine weitere Tomographie aufgenommen. Die digitale Auflösung der Tomographie war für die verklebte Probe  $1.62 \times 1.62 \mu\text{m}^2/\text{Pixel}$  und  $1.83 \times 1.83 \mu\text{m}^2/\text{Pixel}$  für die reine Holzprobe.

Bei der Holzprobe ohne Verklebung wurden gleichzeitig die akustischen Emissionen mit zwei piezoelektrischen Sensoren aufgezeichnet, um sie mit der Verformung zu vergleichen.



**Abbildung 1.** Einrichtung zur in-situ Zugbelastung von Holzproben, mit Öffnungen für akustische Emissionssensoren

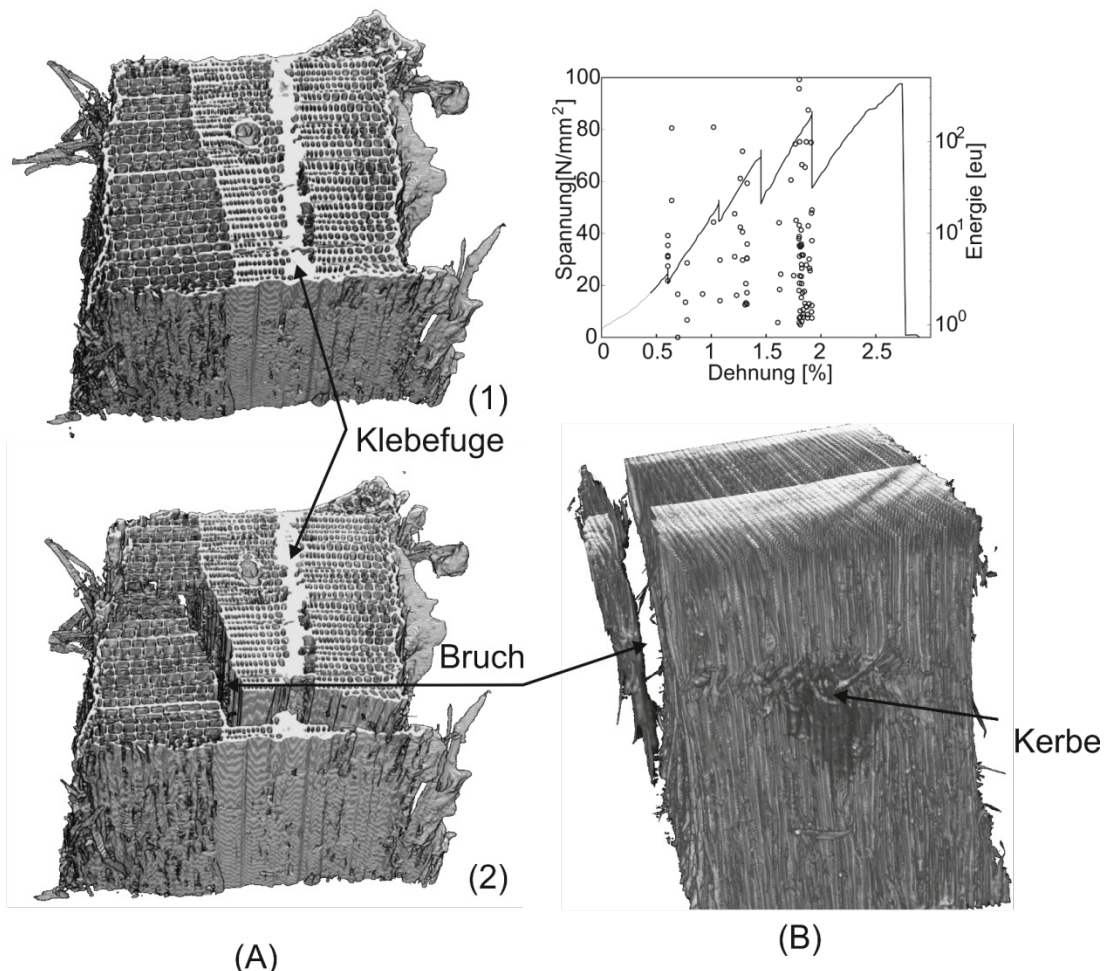
## ERGEBNISSE

Zwei Proben mit ähnlicher Ausrichtung werden hier exemplarisch dargestellt: Eine mit 1K-Pur verklebte (siehe Abbildung 2.A) und eine reine Holzprobe (Abbildung 2.B), bei der zusätzlich die AE aufgezeichnet wurden. Jedoch fehlen die letzten AE-Signale in Abbildung 2.A.1, da die Sensoren verrutschten. Beide Proben wurden in longitudinaler Richtung belastet. Durch die Beschränkung des Sichtfensters ist ein Teil der Probe und des Bruches bei beiden Proben ausserhalb des Beobachtungsraums.

Bei beiden Proben ist der Versagensbereich klar erkennbar und rekonstruierbar, womit die Struktur mit dem vorigen Zustand und dem Anfangszustand verglichen werden kann. Sowohl die Ausfransung an der Oberfläche, als auch die Füllung des Harzkanals sind in Abbildung 2.A.1 auch bei der stark belasteten Probe gut zu erkennen.

Bei der verklebten Probe ist die Klebfuge deutlich sichtbar; insbesondere im unteren Bereich von Abbildung 2.A.1 sind Trocknungsrisse zu erkennen. Der Bruch verläuft parallel zur

Belastungsrichtung und entlang der Jahrringgrenze, sowie normal dazu durch den Spätholzbereich. Auffällig dabei ist, dass der Bruch durch die Klebfuge durch einen der Trocknungsrisse verläuft, also eine Schwachstelle in diesem Bereich. Das eigentlich separierende Versagen senkrecht zur Belastungsrichtung findet im Frühholzbereich statt. Zudem wies die Probe eine grosse Anzahl an Faserbrücken zwischen den in longitudinaler Richtung separierten Bereichen auf. In dem dargestellten Bereich ist ausserdem zu erkennen, dass der Bruch zwei gegenüberliegende Seiten betrifft und miteinander verbindet. Dasselbe Phänomen ist bei Abbildung 2.B.2 zu beobachten: Die reine Holzprobe wurde ebenfalls parallel zur Belastungsrichtung abgespalten. Auf der gegenüberliegenden Seite ist ein Bruch senkrecht zur Faserrichtung erkennbar. Bei der eingebrachten Kerbe hingegen war keine weitere Beschädigung beobachtbar. Die akustischen Signale (Abbildung 2.B.1) dieser Probe zeigen dabei ein stetes Ansteigen der Signalstärke und –menge. Das deutet auf früh einsetzende kleinere Bruchvorgänge hin, die jedoch durch das beschränkte Sichtfenster wahrscheinlich zu einem grösseren Teil ausserhalb des beobachteten Bereiches lagen oder durch die Auflösung nicht sichtbar sind. Die Verteilung der Signale ist für radiale Proben signifikant anders und setzt deutlich später als bei longitudinalen Signalen ein, was die Strukturunterschiede illustriert.



**Abbildung 2.** Ausschnitt einer Rekonstruktion eines Binärbildes der verklebten (A) und einer Rekonstruktion eines Grauwertbildes einer reinen Holzprobe (B). (A1) ist dabei die letzte Tomographie vor dem Bruch (1) und (A2) die Tomographie nach dem Bruch. Bei (B) ist die Energieemission in (1) dargestellt und die Bruchtomographie in (2).

## SYNTHESE UND AUSBLICK

In-situ SR $\mu$ CT kann erfolgreich für die Beobachtung der Veränderungen unter Zugbelastung verwendet werden. Jedoch ist die Beobachtung kleinerer Bruchgeschehen durch die beschränkte Auflösung, sowie Störeffekte durch Bewegungsartefakte und das umliegende Rohr, stark beschränkt. Separierungen von Zellwänden sind aber erkennbar. Dazu zeigt das Bruchgeschehen der beiden gezeigten Proben zeigen ähnliche Versagensmuster bei ähnlichem Aufbau. Eine weitere Kombination dieser Methode mit akustischen Emissionssensoren eine zeitnahe Aufzeichnung der Versagensmechanismen.

An der Zuordnung der Akustischen Signale zu den Versagensmechanismen wird derzeit mittels verschiedener Methoden gearbeitet, sowie auch an einer Quantifizierung der Verformungen unter Zugbelastung.

1. Eder, M., S. Stanzl-Tschegg, and I. Burgert, *The fracture behaviour of single wood fibres is governed by geometrical constraints: in situ ESEM studies on three fibre types*. Wood Science and Technology, 2008. **42**(8): p. 679-689.
2. Sippola, M. and K. Fruhmann, *In situ longitudinal tensile tests of pine wood in an environmental scanning electron microscope*. Holzforschung, 2002. **56**(6): p. 669-675.
3. Forsberg, F., et al., *3D micro-scale deformations of wood in bending: Synchrotron radiation mu CT data analyzed with digital volume correlation*. Journal of Structural Biology, 2008. **164**(3): p. 255-262.
4. Forsberg, F., et al., *Full Three-Dimensional Strain Measurements on Wood Exposed to Three-Point Bending: Analysis by Use of Digital Volume Correlation Applied to Synchrotron Radiation Micro-Computed Tomography Image Data*. Strain, 2010. **46**(1): p. 47-60.
5. Zauner, M., et al., *Synchrotron-based tomographic microscopy (SbTM) of wood: development of a testing device and observation of plastic deformation of uniaxially compressed Norway spruce samples*. Holzforschung, 2012. **66**(8): p. 973-979.
6. Hass, P., et al., *Adhesive penetration in beech wood: experiments*. Wood Science and Technology, 2012. **46**(1-3): p. 243-256.

Streszczenie: Emisja akustyczna i mikrotomografia drewna świerka norweskiego pod obciążeniem rozciągającym. Mechanizmy zniszczenia w materiale podczas zwiększającego się obciążenia generują emisję akustyczną. W drewnie jest to najbardziej widoczne przy rozciąganiu zgodnie z przebiegiem włókien. Pomimo wielu badań, nie wykryto jeszcze sygnałów bezpośrednio związanych z mechanizmami inicjującymi zniszczenie. W celu powiązania tych zjawisk, należy monitorować zmiany zjawisk towarzyszących badaniom nieniszczącym. Mikrotomografia komputerowa doskonale nadaje się do tego celu, w związku z szybkimi czasami nagrywania oraz trójwymiarowym obrazowaniem całych próbek. W pracy połączono nagrania mikrotomograficzne z jednoczesną rejestracją emisji akustycznej w trakcie obciążania próbek drewna, wyniki pozwalają na rekonstrukcję mechanizmów zniszczenia i ich zmiany w odniesieniu do pierwotnej struktury materiału, analiza emisji akustycznej dodatkowo uzupełnia dane z tomografu.

Korrespondierender Autor:

Zauner Michaela,  
Stefano-Francini-Platz 3,  
8093, Zürich, Schweiz  
E-mail: mzauner@ethz.ch:  
Telefon: +41 44 632 52 31