

**DIN EN 15335**

ICS 81.060.30

**Hochleistungskeramik –  
Keramische Verbundwerkstoffe –  
Bestimmung der elastischen Eigenschaften bei Verwendung des  
Resonanz-Verfahrens bis 2 000 °C;  
Deutsche Fassung EN 15335:2007**

Advanced technical ceramics –

Ceramic composites –

Determination of elastic properties by resonant beam method up to 2 000 °C;

German version EN 15335:2007

Céramiques techniques avancées –

Céramiques composites –

Détermination des propriétés élastiques par une méthode de résonance sur poutres,  
jusqu'à 2 000 °C;

Version allemande EN 15335:2007

Gesamtumfang 32 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

## Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 15335:2007) wurde vom SC 1 „Hochleistungskeramik-Verbundwerkstoffe“ des Technischen Komitees CEN/TC 184 „Hochleistungskeramik“ (Sekretariat: BSI, Vereinigtes Königreich) erarbeitet.

Zu EN 15335 gibt es kein Arbeitsgremium im DIN, da seitens der deutschen Fachöffentlichkeit kein Interesse an diesem Normungsthema bekundet wurde.

Für die im Inhalt zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 3611     siehe DIN 863-1  
ISO 6906     siehe DIN 862

## Nationaler Anhang NA (informativ)

### Literaturhinweise

DIN 863-1, *Prüfen geometrischer Größen — Meßschrauben — Teil 1: Bügelmeßschrauben, Normalausführung; Begriffe, Anforderungen, Prüfung*

DIN 862, *Meßschieber — Anforderungen, Prüfung*

**Deutsche Fassung**

**Hochleistungskeramik —  
Keramische Verbundwerkstoffe —  
Bestimmung der elastischen Eigenschaften bei Verwendung des  
Resonanz-Verfahrens bis 2 000 °C**

Advanced technical ceramics —  
Ceramic composites —  
Determination of elastic properties by resonant beam  
method up to 2 000 °C

Céramiques techniques avancées —  
Céramiques composites —  
Détermination des propriétés élastiques par une méthode  
de résonance sur poutres, jusqu'à 2 000 °C

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 26. April 2007 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum des CEN oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG  
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION  
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

## Inhalt

|                                                        | Seite |
|--------------------------------------------------------|-------|
| Vorwort .....                                          | 3     |
| 1 Anwendungsbereich .....                              | 4     |
| 2 Normative Verweisungen .....                         | 4     |
| 3 Begriffe .....                                       | 4     |
| 4 Kurzbeschreibung des Verfahrens .....                | 5     |
| 5 Bedeutung und Anwendung .....                        | 5     |
| 6 Prüfgerät .....                                      | 6     |
| 6.1 Vakuumbehälter .....                               | 6     |
| 6.2 Messwandler .....                                  | 7     |
| 6.3 Schlaufen aus gebündelten Kohlenstoff-Fasern ..... | 7     |
| 6.4 Pumpeneinheit .....                                | 8     |
| 6.5 Steuer- und Auswertungseinheiten .....             | 8     |
| 6.6 Waage .....                                        | 8     |
| 6.7 Mikrometer .....                                   | 8     |
| 6.8 Dickenmesser .....                                 | 8     |
| 7 Probekörper .....                                    | 9     |
| 7.1 Allgemeines .....                                  | 9     |
| 7.2 Form und Maße .....                                | 9     |
| 7.3 Planparallelität .....                             | 10    |
| 7.4 Anzahl der Probekörper .....                       | 10    |
| 8 Prüfverfahren .....                                  | 10    |
| 8.1 Vorbereitung der Probekörper .....                 | 10    |
| 8.2 Einstellen des Prüfgeräts .....                    | 10    |
| 8.3 Messungen bei Raumtemperatur .....                 | 11    |
| 8.4 Messungen bei hohen Temperaturen .....             | 11    |
| 9 Berechnung der Ergebnisse .....                      | 12    |
| 9.1 Grundkonzept .....                                 | 12    |
| 9.2 Berechnung der Eigenfrequenzen .....               | 12    |
| 9.3 Identifikation, Zuordnung und Anpassung .....      | 18    |
| 9.4 Die beiden Auswertungsstufen .....                 | 20    |
| 10 Genauigkeit des Verfahrens und Fehler .....         | 21    |
| 11 Prüfbericht .....                                   | 22    |
| Anhang A (informativ) Beispiel .....                   | 23    |
| A.1 Allgemeines .....                                  | 23    |
| A.2 Messungen .....                                    | 24    |
| A.3 Erste Auswertungsstufe .....                       | 26    |
| A.4 Zweite Auswertungsstufe .....                      | 27    |
| A.5 Ergebnisse .....                                   | 28    |
| Literaturhinweise .....                                | 29    |

## Vorwort

Dieses Dokument (EN 15335:2007) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 184 „Hochleistungskeramik“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom BSI gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis November 2007, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis November 2007 zurückgezogen werden.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Technische Spezifikation anzukündigen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

## 1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt das Resonanz-Verfahren für die Bestimmung der dynamischen Elastizitätsmoduln von faserverstärkten Verbundwerkstoffen mit keramischer Matrix von 20 °C bis 2 000 °C im Vakuum oder in inerter Atmosphäre fest. Die Elastizitätsmoduln und die Schermoduln können für verschiedene Orientierungen in Bezug auf die Hauptsymmetrieachsen des Verbundwerkstoffes ermittelt werden.

Dieses Dokument gilt für faserverstärkte Verbundwerkstoffe mit keramischer Matrix: Kurzfasern, unidirektional (1D), bidirektional (2D) und mehrdirektional ( $x$ D, bei  $2 < x \leq 3$ ) und mit mindestens orthotroper Symmetrie.

**ANMERKUNG 1** Dynamisch bedeutet, dass die Elastizitätsmoduln nicht quasistatisch, d. h. unter adiabatischen Bedingungen wie z. B. mit dem Ultraschall-Verfahren nach ENV 14186, ermittelt werden. Die nach diesem Verfahren ermittelten Elastizitätsmoduln dürfen nicht mit den unter isothermen Bedingungen durch statische oder quasistatische Beanspruchung, beispielsweise nach EN 658-1, EN 658-2, EN 1892, EN 1893, EN 12290 und EN 12291, ermittelten Moduln verglichen werden.

**ANMERKUNG 2** Die oben angeführten faserverstärkten Verbundwerkstoffe mit keramischer Matrix werden im vorliegenden Dokument als „Verbundwerkstoffe“ bezeichnet.

## 2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

EN 60584-1, *Thermopaare — Teil 1: Grundwerte der Thermospannungen* (IEC 60584-1:1995)

EN 60584-2, *Thermopaare — Teil 2: Grenzabweichungen der Thermospannungen* (IEC 60584-2:1982 + A1:1989)

EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien* (ISO/IEC 17025:2005)

ISO 3599, *Vernier callipers reading to 0,1 and 0,05 mm*

ISO 3611, *Micrometer callipers for external measurements*

## 3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

### 3.1

#### **Elastizitätsmodul**

Young-Modul

$E$

in einem Werkstoff erforderliche Spannung, um eine einheitliche Formänderung in Form einachsiger Ausdehnung oder Kompression zu erzeugen

### 3.2

#### **Schermodul**

$G$

in einem Werkstoff erforderliche Scherspannung, um eine einheitliche Winkelverzerrung zu erzeugen

### 3.3

#### Poissonszahl

$\nu$

Verhältnis der Querbeanspruchung zur entsprechenden axialen Beanspruchung

ANMERKUNG  $E_{11}$ ,  $E_{22}$  und  $E_{33}$  entsprechen den Elastizitätsmoduln in den Richtungen 1, 2 und 3;  $G_{12}$ ,  $G_{13}$  und  $G_{23}$  entsprechen den Schermoduln in den entsprechenden Ebenen; und  $\nu_{12}$ ,  $\nu_{13}$  und  $\nu_{23}$  entsprechen den betreffenden Poissonszahlen.

## 4 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Der Probekörper in Form eines langen, dünnen prismatischen Stabes (Verhältnis von Länge zu Breite oder von Länge zu Höhe größer als 10) wird entlang einer bestimmten Orientierung von Interesse aus dem Verbundwerkstoff entnommen und zu Biegeschwingungen angeregt. Die mechanische Anregung bei stufenlos einstellbaren Frequenzen wird von einem Messwandler erzeugt, der periodisch auftretende elektrische Signale in periodisch auftretende, auf den Probekörper wirkende, mechanische Kräfte umwandelt. Ein zweiter Messwandler misst die dadurch hervorgerufenen mechanischen Schwingungen des Probekörpers und wandelt diese in elektrische Signale um. Das daraus resultierende Spektrum (Amplitude als Funktion der Frequenz) bis zu den Frequenzen, die den sechsten Schwingungsmodus des Probekörpers einschließen, wird in einem Spektrum-Analysator aufgezeichnet und gespeichert. Aus den Resonanzfrequenzen, d. h. den Spektrumsspitzen (Grundschiwingung und Oberschwingungen bis zum sechsten Schwingungsmodus), den Maßen und der Dichte des Probekörpers können die Elastizitätsmoduln durch das numerische Lösen der Timoschenko-Gleichung berechnet werden. Für einen Probekörper können der Elastizitätsmodul und zwei Schermoduln rechtwinklig zueinander ermittelt werden.

ANMERKUNG Bei Berücksichtigung der Anisotropie, einer spezifischen Eigenschaft von Verbundwerkstoffen, kann das elastische Verhalten nur durch den Elastizitätstensor mit einer bestimmten Anzahl von unabhängigen Koeffizienten vollständig beschrieben werden, wobei diese Anzahl von der kristallographischen Symmetrie des Verbundwerkstoffes abhängig ist (ein Verfahren zur Bestimmung des Elastizitätstensors für Verbundwerkstoffe ist in ENV 14186 enthalten). Aus diesen Koeffizienten können die Elastizitätsmoduln (Elastizitätsmoduln, Schermoduln und Poissonszahlen) berechnet werden.

## 5 Bedeutung und Anwendung

Das Resonanz-Verfahren wird häufig für die Bestimmung der dynamischen Elastizitätsmoduln in der Normung angewendet [z. B. EN 843-2, CEN/TS 820-5, ISO 17561, ASTM C 848-88, ASTM C 623-92 (2005)]. Die Gemeinsamkeit all dieser Anwendungen besteht darin, dass die Scherwirkung, die mit steigendem Schwingungsmodus zunimmt, ausgeschlossen ist. Für die Berechnung der Ergebnisse wird eine nur für den Grundschiwingungsmodus geltende Formel auf der Grundlage der Euler-Bernoulli-Beziehung angewendet und mit den Korrekturfaktoren für höhere Schwingungsmodi kombiniert (im Allgemeinen wird nur der erste Schwingungsmodus, d. h. die erste Oberschwingung, zusätzlich zum Grundschiwingungsmodus betrachtet). Die Schermoduln werden getrennt von den Torsionsschwingungen bestimmt.

Das in diesem Dokument festgelegte Verfahren kehrt das Problem um. Die höheren Schwingungsmodi werden berücksichtigt (bis zum sechsten Schwingungsmodus) und dadurch wird Scherverformung für die Bestimmung der Schermoduln mittels Biegeschwingungen hervorgerufen. In diesem Dokument wird eine aus der Timoschenko-Gleichung abgeleitete Gleichung für die Bestimmung der Moduln verwendet, die die Scherung berücksichtigt.

Mit dem in diesem Dokument festgelegten Resonanz-Verfahren werden die Elastizitätsmoduln prinzipiell für einen Probekörper bestimmt. Es werden ein Elastizitätsmodul und zwei Schermoduln rechtwinklig zueinander ermittelt. Der Elastizitätsmodul ist der Längsmodul in Längsrichtung des prismatischen Probekörpers, während die Schermoduln den Moduln entlang der Breite und der Dicke des Probekörpers entsprechen (aus diesen Moduln können die Poissonszahlen berechnet werden). Daher ist es wichtig zu beachten, in welcher Richtung der prismatische Probekörper hinsichtlich der kristallographischen Symmetrie aus dem Verbundwerkstoff entnommen wird.

Aus einem 2,5D- oder einem 3D-Verbundwerkstoff (mit orthotroper Symmetrie) können Probekörper beispielsweise rechtwinklig zueinander in den Verstärkungsrichtungen 1, 2 oder 3 entnommen werden, sodass die Elastizitätsmoduln  $E_{11}$ ,  $E_{22}$  und  $E_{33}$  sowie die Schermoduln  $G_{12}$ ,  $G_{13}$  und  $G_{23}$  bestimmt werden können.

Das in diesem Dokument festgelegte Verfahren erzeugt für einen aus einer Platte eines 2D-Verbundwerkstoffes (mit quadratischer oder tetragonaler Symmetrie) in Richtung der Faserverstärkung, Richtung 1, entnommenen Probekörper den Längsmodul  $E_{11}$ , den Schichtverbund-Schermodul  $G_{13}$  und den Innerschicht-Schermodul  $G_{12}$ . Für eine derartige Platte könnte darüber hinaus der Modul  $E_{22}$  für einen Probekörper bestimmt werden, der in Richtung 2 entnommen wurde, jedoch weder  $E_{33}$  in Richtung der Dicke der Platte, noch der Schermodul  $G_{23}$ .

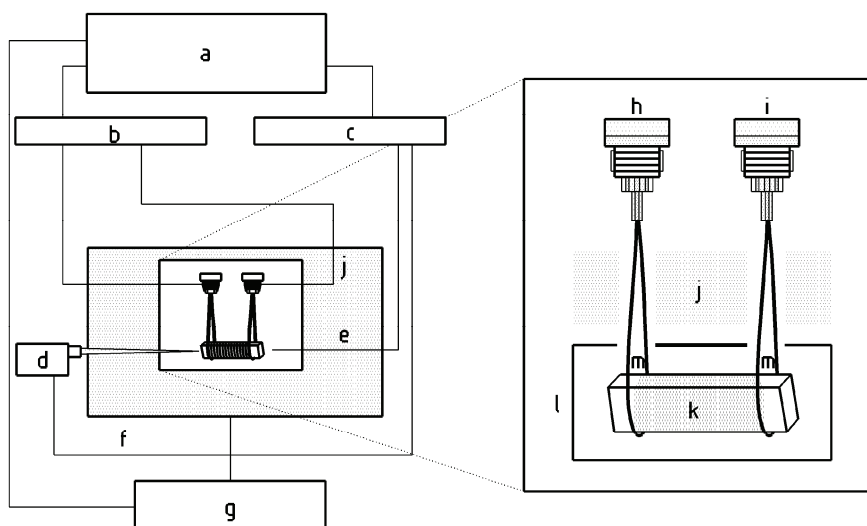
Im Gegensatz zu mechanischen Prüfverfahren beruht das hier festgelegte Resonanz-Verfahren zur Bestimmung der elastischen Eigenschaften nicht auf der Auswertung des Spannungs-Dehnungs-Verhaltens über einen vorgegebenen, unter quasistatischen Beanspruchungsbedingungen ermittelten Verformungsbereich, sondern auf einer zerstörungsfreien dynamischen Messung von Schwingungen bei sehr geringen Amplituden. Daher sind die nach den beiden erwähnten Arten von Verfahren ermittelten Werte für Elastizitätsmodul, Schermodul und Poissonzahl nicht miteinander vergleichbar, insbesondere bei Verbundwerkstoffen mit keramischer Matrix, die ein nicht lineares Spannungs-Dehnungs-Verhalten aufweisen können.

## 6 Prüfgerät

### 6.1 Vakuumbehälter

Der prismatische Probekörper wird in einer Vakuumkammer mittels Schlaufen aus gebündelten Kohlenstoff-Fasern (jeweils einige hundert Fasern) aufgehängt und über eine dieser Schlaufen zu Biegeschwingungen angeregt. Der Probekörper hängt in ein Heizelement hinein (dieses sollte wahlweise teilweise entfernbar sein, wenn der Probekörper bei Raumtemperatur justiert wird). Das charakteristische Spektrum der Biegeschwingungen wird über die andere Schlaufe für die interessierenden Temperaturen aufgezeichnet.

Siehe ein Beispiel eines Vakuumbehälters in Bild 1.



### Legende

- |   |                                                          |   |                                                             |
|---|----------------------------------------------------------|---|-------------------------------------------------------------|
| a | Steuer- und Auswertungseinheit                           | i | Messwandler in einem wassergekühlten Gehäuse: der Empfänger |
| b | Netzwerkanalysator                                       | j | Isolationsfilz                                              |
| c | Temperatursteuerung                                      | k | prismatischer Probekörper                                   |
| d | Pyrometer                                                | l | Heizelement                                                 |
| e | Thermopaar                                               | m | Schlaufen aus Kohlenstoff-Fasern                            |
| f | Vakuumbehälter                                           |   |                                                             |
| g | Pumpeneinheit                                            |   |                                                             |
| h | Messwandler in einem wassergekühlten Gehäuse: der Sender |   |                                                             |

**ANMERKUNG** Der prismatische Probekörper wird zu Biegeschwingungen angeregt, und das Frequenzspektrum wird durch Schlaufen aus gebündelten Kohlenstoff-Fasern übertragen, die an Messwandlern in wassergekühlten Gehäusen (rechts) angebracht sind [1], [2].

**Bild 1 — Schematische Darstellung des Resonanzprüfgeräts**

## 6.2 Messwandler

Die Messwandler müssen sinusförmige Schwingungen eines bestimmten Frequenzbereichs (hergestellt durch einen Frequenzerzeuger) an einem Ende des Probekörpers aufbringen und das Resonanzspektrum des Probekörpers am anderen Ende aufnehmen. Die Messwandler müssen eine flache Ansprechkurve (d. h. keine Eigenresonanzen) aufweisen. Sowohl die sinusförmigen Schwingungen als auch die flache Ansprechkurve sind für die Durchführung des Verfahrens erforderlich.

Es sollte Piezokeramik (mit piezoelektrischen Effekten) mit einem Betriebsbereich von 1 kHz bis 200 kHz und einem Signal-Rausch-Verhältnis von 20 dB eingesetzt werden.

## 6.3 Schlaufen aus gebündelten Kohlenstoff-Fasern

Schlaufen aus gebündelten Kohlenstoff-Fasern mit einigen hundert Fasern je Bündel für das Senden, Empfangen, Aufbringen und Aufnehmen des Schwingungsspektrums. Die Enden jedes Bündels werden mit einem Polymerklebstoff in einer kurzen Röhre befestigt (die Röhre sollte aus Aluminium bestehen, einen Außendurchmesser von 3 mm und einen Innendurchmesser von 1,5 mm aufweisen und in einem metrischen Gewinde M 2,5 auslaufen). Die Röhren mit den eingeklebten Bündeln werden mit einer zylindrischen Grundplatte verschraubt, die direkt mit den Messwandlern verklebt ist (Piezokeramik). Die Messwandler sind in ein wassergekühltes Gehäuse eingefasst, während die zylindrische Grundplatte mit den eingeschraubten Röhren und den eingeklebten Bündeln in den Vakuumbehälter ragt. Die Kohlenstoff-Faserbündel müssen so lang sein, dass der prismatische Probekörper im heißen Bereich des Heizelements zentriert wird.

## 6.4 Pumpeneinheit

Zur Verhinderung von Störungen und wegen des Vorhandenseins von graphit- oder kohlenstofffaser-verstärkten Kohlenstoff-Heizelementen, Isolationsfilzen aus Kohlenstoff-Fasern und gebündelten Kohlenstoff-Faser-Schlaufen für die Aufhängung der Probekörper ist ein Vakuum von  $3 \times 10^{-2}$  Pa oder eine inerte Atmosphäre (Argon) erforderlich. Eine geeignete Pumpeneinheit und eine Einheit zum Neubefüllen mit inertem Gas sollten installiert werden.

## 6.5 Steuer- und Auswertungseinheiten

### 6.5.1 Frequenzgenerator

Ein Frequenzgenerator für das Aufbringen der sinusförmigen Schwingungen, kombiniert mit einer linear verstärkten Aufzeichnungseinheit für das Aufnehmen und Speichern des Resonanzfrequenzspektrums (z. B. ein Netzwerkanalysator) sollte verwendet werden.

### 6.5.2 Temperatursteuereinheit

Zur Temperaturmessung sind entweder Thermopaare nach EN 60584-1 oder EN 60584-2 zu verwenden. Werden Thermopaare, die nicht EN 60584-1 oder EN 60584-2 entsprechen, oder Pyrometer verwendet, müssen diese entsprechend kalibriert werden, die Kalibrierungsdaten sind im Prüfbericht anzugeben.

ANMERKUNG 1 Es sollten Thermopaare vom Typ B verwendet werden.

ANMERKUNG 2 Da Vakuum in Verbindung mit Graphit-Heizelementen und Isolationsfilzen aus Kohlenstoff-Fasern die Leistung der Thermopaare beeinträchtigen kann, sollte die Kalibrierung der Thermopaare nach jedem Temperaturzyklus oberhalb 1 200 °C überprüft werden.

### 6.5.3 PC

Ein PC für die Datenerfassung, Steuerung und Auswertung der Ergebnisse. Es bestehen keine besonderen Anforderungen an den PC.

## 6.6 Waage

Eine Laborwaage, die in der Lage ist, die Masse des Probekörpers auf 1 mg zu bestimmen.

## 6.7 Mikrometer

Ein Mikrometer nach ISO 3611 zum Bestimmen der Maße des Probekörpers mit einer Fehlergrenze von 0,01 mm.

## 6.8 Dickenmesser

Messschieber nach ISO 3599 zum Bestimmen der Länge des Probekörpers mit einer Fehlergrenze von 0,05 mm.