

Untersuchungen zum zyklischen Ermüdungsverhalten von Si_3N_4 und Al_2O_3 ausgehend von natürlichen Fehlern

Zur Erlangung des akademischen Grades eines

Doktors der Ingenieurwissenschaften

von der Fakultät für Maschinenbau
des Karlsruher Instituts für Technologie
genehmigte

Dissertation

von

Dipl.-Ing. Thomas Schwind

aus Trier

Tag der mündlichen Prüfung:	29. Oktober. 2010
Hauptreferent:	Prof. Dr. rer. nat. M. J. Hoffmann
Korreferent:	Prof. Dr.-Ing. T. Beck
Korreferent:	Prof. Dr.-Ing. E. Kerscher

Vorwort

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter in der Zeit vom März 2006 bis August 2010 am Institut für Werkstoffkunde I des Karlsruher Instituts für Technologie.

Mein Dank gilt an erster Stelle Herrn Prof. Dr. rer. nat. M. J. Hoffman für die Übernahme des Hauptreferats und die engagierte und zügige Durchsicht des Manuskripts. Den Herren Prof. Dr.-Ing. T. Beck und Prof. Dr.-Ing. E. Kerscher danke ich herzlich für die Übernahme der Korreferate sowie die Betreuung der Arbeiten in den Jahren 2006 bis 2007 bzw. 2007 bis 2009.

Des weiteren danke ich Herrn Dr.-Ing. K.-H. Lang für die engagierte persönliche Betreuung und die vielen, teilweise hitzigen, aber immer wertvollen Diskussionen. Sein mir entgegengebrachtes Vertrauen bildete mitunter die Grundlage zum Gelingen dieser Arbeit.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Dr. T. Fett. Mit Interesse und Geduld hat er mir die zum Gelingen der Arbeit notwendigen bruchmechanischen Kenntnisse in zahlreichen Gesprächen und Diskussionen vermittelt. Er hat mich in der entscheidenden Phase meiner Arbeit jederzeit bereitwillig mit seinem unerreichten Fachwissen und der nicht zu ersetzenden Erfahrung unterstützt.

Meinen Kollegen Dr.-Ing. M. Härtelt und Dr.-Ing. S. Fünfschilling danke ich für die vielen wertvollen, anregenden und lustigen Diskussionen sowie für die zur Verfügung gestellten Daten.

Außerdem gilt mein Dank allen Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern des Instituts für Werkstoffkunde I für die angenehme Arbeitsatmosphäre am Institut. Besonders hervorheben möchte ich hierbei die Herren Marc Brecht und Arndt Hermeneit, die mich in allen technischen Fragestellungen des täglichen Laborbetriebs unersetzbar unterstützt haben.

Weiterhin danke ich allen Studierenden, die als wissenschaftliche Hilfskräfte sowie durch Studien- und Diplomarbeiten entscheidenden Anteil am Gelingen der Arbeit hatten. Zu erwähnen sind M. Bisser, T. Brack, I. Cervantes, A. Erz, A. Falconi, S. Guth, C. Hauschild, J. Hauschild, P. Heinzler, J. Henschel, E. Jung, M. Kucarov, P. Lepiarz, H. Lindel, M. Massaad, J. Merkle, P. Mösch, M. Schuster, K. Schweigler, T. Strauß, A.-K. Wimmer, C. Wörner, Tianyi Yu, Xi Yu, D. Zirn.

Meiner Freundin Daniela, die jederzeit für mich da war, danke ich für ihre Geduld und Liebe.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Kenntnisstand	3
2.1	Bruchmechanik	3
2.1.1	Energetische Betrachtung	3
2.1.2	Linear-elastische Bruchmechanik (LEBM).....	5
2.1.3	Einfluss von Geometrie und Belastungsmodus	6
2.2	Versagensverhalten keramischer Werkstoffe	9
2.2.1	Statistische Beschreibung	9
2.2.2	R-Kurven-Verhalten keramischer Werkstoffe	11
2.2.3	Unterkritisches Risswachstum.....	15
2.2.4	Stabiles Risswachstum.....	19
2.2.5	Instabiles Risswachstum	21
2.2.6	Versagen bei hohen Temperaturen	21
2.3	Zyklische Ermüdung keramischer Werkstoffe.....	22
2.4	Schleifbearbeitung keramischer Werkstoffe.....	26
2.5	Aluminiumoxid (Al_2O_3).....	27
2.5.1	Gefügeentwicklung in Al_2O_3 -Werkstoffen	27
2.5.2	Gefügeabhängige mechanische Eigenschaften von Al_2O_3	28
2.6	Siliziumnitrid (Si_3N_4)	28
2.6.1	Gefügeentwicklung in Si_3N_4 -Werkstoffen.....	29
2.6.2	Gefügeabhängige mechanische Eigenschaften von Si_3N_4	30
3	Versuchsmaterial und Probenformen.....	35
3.1	Al_2O_3 F99,7	35
3.2	Si_3N_4 SL 200 BG	37
3.3	Vier-Punkt-Biegeproben.....	40
3.4	Torsionsproben	40
3.4.1	Al_2O_3 -Torsionsproben	41
3.4.2	Si_3N_4 -Torsionsproben	41
4	Versuchseinrichtungen und Versuchsdurchführung	42
4.1	Vier-Punkt-Biegeversuche	42
4.2	Torsionsversuche.....	43
4.3	Analytische Methoden.....	44
4.3.1	Auswertung von Festigkeitsmessungen	44
4.3.2	Auswertung zyklischer Versuche.....	44
4.4	Charakterisierende Methoden.....	46

4.4.1	Lichtmikroskopie	46
4.4.2	Rasterelektronenmikroskopie	46
5	Einachsige zyklische mechanische Beanspruchung.....	47
5.1	Zyklische Vier-Punkt-Biegeversuche an Si_3N_4	47
5.1.1	Lebensdauerverhalten	47
5.1.2	Fraktographische Untersuchungen.....	49
5.2	Diskussion der Ergebnisse der einachsigen Beanspruchung	50
5.2.1	Auswertung der Rissausbreitungsparameter.....	51
5.2.2	Beschreibung des zyklischen Degradationsverhaltens	53
6	Zweiachsige zyklische mechanische Beanspruchung	61
6.1	Monotone Torsionsversuche an Al_2O_3 und Si_3N_4	61
6.1.1	Torsionsfestigkeitsmessungen	61
6.1.2	Fraktographische Untersuchungen.....	62
6.2	Zyklische Torsionsversuche an Al_2O_3	66
6.2.1	Lebensdauerverhalten	66
6.2.2	Fraktographische Untersuchungen.....	68
6.2.3	Statistische Auswertung der Ergebnisse zyklischer Torsionsversuche an Al_2O_3	70
6.3	Zyklische Torsionsversuche an Si_3N_4	73
6.3.1	Lebensdauerverhalten	74
6.3.2	Fraktographische Untersuchungen.....	75
6.4	Diskussion der Ergebnisse der zweiachsigen Beanspruchung.....	77
6.4.1	Vergleich mit einachsiger Beanspruchung	77
6.4.2	Versagensmodell der zyklischen Torsionsbeanspruchung.....	81
6.4.3	Fraktographischer Nachweis	89
7	Beanspruchungen unter veränderten Umgebungsbedingungen	91
7.1	Zyklische Vier-Punkt-Biegebeanspruchung von Si_3N_4 bei 800 °C	91
7.2	Diskussion der Ergebnisse bei 800 °C.....	92
7.3	Zyklische Vier-Punkt-Biegung von Si_3N_4 unter Einfluss von Wasser	95
7.4	Diskussion der Ergebnisse unter Einfluss von Wasser	96
8	Abschließende Diskussion	103
8.1	Modellvorstellung zur zyklischen Ermüdung in Al_2O_3 -Werkstoffen	103
8.2	Modellvorstellung zur zyklischen Ermüdung in Si_3N_4 -Werkstoffen.....	104
8.3	Praktische Bedeutung der Ermüdungsmechanismen	105
9	Zusammenfassung und Ausblick	107
	Literaturverzeichnis	109

1 Einleitung

Die Gruppe der Hochleistungskeramiken fasst diejenigen keramischen Strukturwerkstoffe zusammen, deren Festigkeits- und Rissausbreitungsverhalten maßgeblich durch mikrostrukturabhängige Verstärkungsmechanismen bestimmt werden. Wichtige Vertreter sind Aluminiumoxid (Al_2O_3) und Siliziumnitrid (Si_3N_4). Die Häufigkeit der Anwendungen keramischer Strukturwerkstoffe ist nach wie vor nicht vergleichbar mit der von metallischen Werkstoffen. Die Gründe dafür liegen vor allem in den nachteiligen Eigenschaften der Keramiken, wie dem spröden Versagensverhalten und der damit verbundenen großen Streuung der Festigkeiten sowie dem zeitabhängigen Versagen durch unterkritisches Risswachstum ^[1]. Diese nachteiligen Eigenschaften beeinflussen das zyklische Ermüdungsverhalten maßgeblich und erschweren die zuverlässige Auslegung keramischer Komponenten. Vor allem das Versagensverhalten unter komplexen zyklischen Beanspruchungszuständen ist bisher nur unzureichend untersucht. Die zur zuverlässigen Lebensdauervorhersage notwendigen Informationen zum materialspezifischen Versagensverhalten stehen nur begrenzt zur Verfügung. Ebenso sind Versagensmechanismen nur teilweise bekannt. Das Ziel der Untersuchungen der vorliegenden Arbeit ist es, das Versagensverhalten von Al_2O_3 und Si_3N_4 unter ausgewählten zyklischen Beanspruchungen und Umgebungsbedingungen zu charakterisieren und zu beschreiben. Die dargestellten Untersuchungen wurden im Rahmen des Teilprojektes C7 „Mechanische Eigenschaften ingenieurkeramischer Werkstoffe“ des Sonderforschungsbereiches 483 „Hochbeanspruchte Gleit- und Friktionssysteme auf Basis ingenieurkeramischer Werkstoffe“ durchgeführt. Das Teilprojekt wurde von Januar 2006 bis Juli 2009 gefördert und bildete einen Teil der Projektgruppe „Keramische Walzensysteme aus Si_3N_4 -basierten Werkstoffen“. Die Projektgruppe beschäftigt sich mit der Entwicklung von Si_3N_4 -Varianten und deren Charakterisierung als Vorstufe der Anwendung von Si_3N_4 als Walzenwerkstoff zur Fertigung von hochfesten Drähten ^[2]. Neben tribologischen Beanspruchungen spielen im Walzprozess zyklische Beanspruchungen durch den zeitlich wiederkehrenden Kontakt zwischen Walzgut und Walze eine wichtige Rolle. Durch die vorliegende Geometrie der formenden Kaliber muss von mehrachsigen Spannungszuständen ausgegangen werden. Zusätzlich sind hohe Temperaturen sowie Kühlschmiermittel auf Wasserbasis als Randbedingungen gegeben ^[3]. Zur Untersuchung des zyklischen Ermüdungsverhaltens bei den gegebenen Randbedingungen wurde neben der Si_3N_4 -Keramik eine Aluminiumoxidvariante der Qualität 99,7 untersucht. Diese zeigt einen stark ausgeprägten zyklischen Ermüdungseffekt und unterscheidet sich aufgrund mikrostruktureller Unterschiede deutlich im R-Kurvenverhalten von dem der Si_3N_4 -Keramik. Ziel der Arbeiten war es, den Einfluss der gegebenen Randbedingungen aus dem Walzprozess auf die Ermüdungseigenschaften unter zyklischen Lasten zu ermitteln. Dazu wurden zyklische Vier-Punkt-Biegeversuche unter Raumtemperatur- sowie

Hochtemperaturbedingungen und unter Einfluss von Wasser durchgeführt. Stellvertretend für mehrachsige Beanspruchungszustände wurden zyklische Torsionsversuche durchgeführt. In Anlehnung an die übliche Schleifbearbeitung keramischer Umformwerkzeuge wurden alle Untersuchungen an glatten, geschliffenen Proben durchgeführt, um das Versagensverhalten ausgehend von natürlichen Fehlern beurteilen zu können. Aufgrund des rein rissausbreitungskontrollierten Versagensverhaltens keramischer Werkstoffe kamen entsprechende Methoden zur statistischen Auswertung der Versuchsergebnisse zum Einsatz. Die gemessenen Effekte sollten unter Einbeziehung der gegebenen Randbedingungen zur Ableitung differenzierter Ermüdungsmechanismen dienen. Dabei sollten insbesondere die mikrostrukturell bedingten Eigenschaftsunterschiede der untersuchten Werkstoffe bewertet werden.

2 Kenntnisstand

2.1 Bruchmechanik

Die Bruchmechanik beschreibt das Versagen von Körpern ausgehend von Rissen ^[4]. Der entscheidende Aspekt ist hierbei die Beschreibung des Beanspruchungszustandes unter Berücksichtigung der vorliegenden Risslänge. So können bruchmechanische Zusammenhänge unter energetischen Gesichtspunkten sowie unter Anwendung des K-Konzeptes betrachtet werden. Die Betrachtung bruchmechanischer Zusammenhänge wurde bereits von Wieghardt ^[5,6] im Jahr 1907 als Grundlage des Versagens elastischer Körper vorgestellt. Ausgehend vom Paradoxon der von der angelegten Spannung unabhängigen Spannungssingularität an der Spitze eines Risses formulierte Wieghardt ein Versagenskriterium, das die Überschreitung einer kritischen Spannung in einem kleinen Volumen eines Körpers als Versagensursache beschreibt. Diese Beschreibung von Bruchvorgängen kam dem später entwickelten K-Konzept bereits sehr nahe. Die Arbeit erlangte allerdings bis zu ihrer Wiederentdeckung 1995 durch Rossmann ^[7] keinerlei Bedeutung.

2.1.1 Energetische Betrachtung

Die Grundlage der modernen Bruchmechanik legte Griffith ^[8] im Jahr 1920, indem er das „Theorem der minimalen Energie“ auf Bruchvorgänge in Festkörpern übertrug. Dabei ging er davon aus, dass zum Bruch eines Körpers der Aufwand eines minimalen Energiebetrages notwendig ist, der im Falle eines idealen elastischen Materials der Energie der gebildeten freien Oberfläche entspricht. Der Gleichgewichtszustand eines durch spezifische Oberflächenlasten belasteten elastischen Körpers ist durch die Minimierung der inneren Energie des Gesamtsystems gekennzeichnet. Die Minimierung wird durch den Bruch des Körpers erreicht, der als Reduktion der elastischen Energie wirkt. Gleichzeitig muss die Erhöhung der inneren Energie des Gesamtsystems durch die Bildung freier Oberflächen berücksichtigt werden. Die Erhöhung der Oberflächenenergie entspricht dem Betrag an Arbeit, die zur Bildung beziehungsweise Ausbreitung eines Risses erforderlich ist. Als Riss wurde eine elliptische Kavität nach dem Vorbild von Inglis ^[9] gewählt, die zu einer lokalen Spannungsüberhöhung führt.

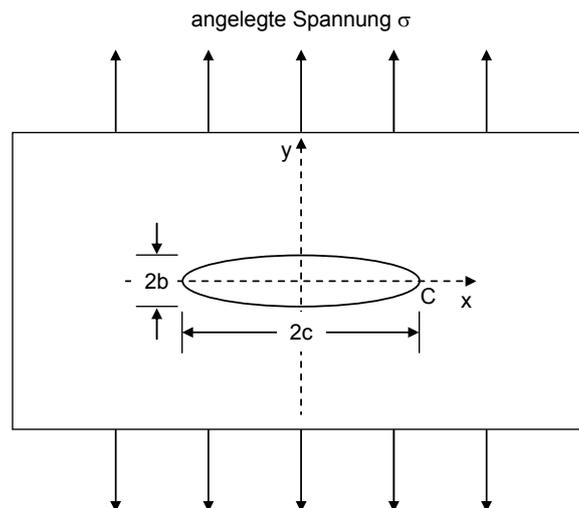


Abbildung 2.1: Unendlich ausgedehnte Platte mit elliptischer Kavität

Ausgehend von einem elliptischen Riss in einer flachen, homogenen und isotropen Platte der Dicke d (Abbildung 2.1) ergibt sich unter der Voraussetzung des ebenen Spannungszustandes (ESZ) für die Verzerrungsenergie

$$W = \frac{\pi c^2 \sigma^2}{8\mu} (3 - \rho) \cosh 2\alpha_0 \quad (2.1)$$

mit der halben Risslänge c , der Spannung σ , dem Steifigkeitsmodul μ und der elliptischen Koordinate α_0 . Außerdem geht der Zusammenhang

$$\rho = \frac{3 - \nu}{1 + \nu} \quad (2.2)$$

ein, in dem ν dem Poisson-Verhältnis entspricht. Für einen schmalen Riss der Länge $2c$ entfällt der letzte Term aus Gleichung (2.1). Somit gilt

$$W = \frac{\pi c^2 \sigma^2}{8\mu} (3 - \rho) \quad (2.3)$$

Die gesamte potentielle Energie des Systems ergibt sich zu

$$W - U = \frac{\pi c^2 \sigma^2}{8\mu} (3 - \rho) - 4cT \quad (2.4)$$

U steht für die potentielle Energie der freien Oberfläche, in die der Betrag der Oberflächenspannung T eingeht. Daraus ergibt sich die Bedingung für eine Ausbreitung des Risses der Länge $2c$:

$$\frac{\partial(W - U)}{\partial c} = 0 \quad (2.5)$$

Differenzieren von Gleichung (2.4), Einsetzen von Gleichung (2.2) sowie Ersetzen von μ durch E aufgrund der Vorgabe des Ebenen Spannungszustandes (ESZ) führt nach Umstellung zu dem entscheidenden Zusammenhang zwischen der Spannung σ und der Risslänge $2c$:

$$\sigma = \sqrt{\frac{2ET}{\pi\nu c}} \quad (2.6)$$

In einer zweiten Veröffentlichung ^[10] wird die korrigierte, endgültige Form des Zusammenhangs angegeben, die bis heute die Grundlage aller bruchmechanischen Berechnungen bildet.

$$\sigma = \sqrt{\frac{2ET}{\pi c}} \quad (2.7)$$

Der Zusammenhang ist in dieser Form nur für ideal sprödes Versagensverhalten gültig. Erst die Quantifizierung plastischer Verformung im Risspitzen- und Bruchflächenbereich durch Orowan ^[11, 12] und die Umsetzung dieser plastischen Verformung in der Bruchenergie γ_p ermöglichte die Verallgemeinerung des Griffith-Kriteriums zu

$$\sigma = \sqrt{\frac{2E\gamma_p}{\pi c}} \quad (2.8)$$

2.1.2 Linear-elastische Bruchmechanik (LEBM)

Die Linear-elastische Bruchmechanik (LEBM) dient der Beschreibung des Beanspruchungszustandes an der Risspitze eines beanspruchten Risses mit Hilfe des so genannten K-Konzeptes. Die derartige Darstellung geht auf die Einführung der Bruchzähigkeit K_C als Wurzel des Produktes der kritischen Rissausbreitungskraft G_C und des Elastizitätsmoduls E durch Ingenieure der Firma Boeing zurück ^[13].

$$K_C = \sqrt{G_C \cdot E} \quad (2.9)$$

Die Rissausbreitungskraft G_C , auch als Energiefreisetzungsrate bezeichnet, entspricht dem doppelten Betrag der Bruchenergie.

$$G_C = 2\gamma_p \quad (2.10)$$

Eine modifizierte Griffith-Theorie wurde von Orowan ^[11] und Irwin ^[14] (Gleichung 2.8) unabhängig voneinander vorgeschlagen. Die grundlegende Idee stellt dabei die Berechnung der Brucharbeit pro Einheit der Rissausbreitung in Korrelation mit der Abnahme der elastischen Dehnungsenergie des umgebenden Materials dar. Der Abbau der Dehnungsenergie ent-

spricht dem Zustand, der sich durch Isolation des Systems gegen einen Energieeintrag einstellt. Irwin entwickelte daraus den Spannungsintensitätsfaktor^[15, 16]:

$$K = \sqrt{GE} = \sqrt{E2\gamma_p} \quad (2.11)$$

Unter Nutzung von Westergaards Methode^[17] konnte gezeigt werden, dass das Spannungsfeld im Bereich der Rissspitze vollständig mit der Größe K beschreibbar ist. Die Kombination der Gleichungen (2.8) und (2.11) liefert die Beschreibung des Spannungsintensitätsfaktors in Abhängigkeit der anliegenden Spannung σ und der Risslänge a eines halb elliptischen Anrisses an einer Oberfläche (Gleichung 2.12).

$$K = \sigma\sqrt{\pi a} \quad (2.12)$$

Die die Rissausbreitungsgeschwindigkeit kontrollierende Größe wird als ortsunveränderliche Verzerrungsenergiefreisetzungsrates eingeführt („fixed-grip strain energy release rate“)^[14], deren Betrag unter Zugrundelegung der Umwandlung von Verzerrungsenergie in thermische Energie als Kraft pro Dickeneinheit betrachtet werden kann. Diese Kraft entspricht dem Betrag der Abnahme der ortsunveränderlichen Verzerrungsenergiefreisetzungsrates mit fortschreitender Rissausbreitung. Daraus ergibt sich als Bedingung für die Anwendbarkeit von Gleichung (2.12) ein im Vergleich zur Risslänge kleiner Bereich plastischer Verformung in Rissspitzennähe, was Irwin als „einigermaßen spröden Riss“ bezeichnet^[14]. Ein weiterer grundlegender Aspekt von Irwins Arbeit ist die Beschreibung der Rissöffnung δ in parabolischer Form:

$$\delta = \frac{2}{E} \left(\frac{EG}{\pi} \right)^{1/2} \sqrt{2(a-x)} = \sqrt{\frac{8}{\pi}} \frac{K}{E} \sqrt{a-x} \quad (2.13)$$

Dabei beschreibt x die Laufkoordinate in Richtung der Rissausbreitung. Die parabolische Beschreibung der Rissspitze schließt neben plastischen Verformungen die Betrachtung der rissspitzennahen Region aus, in der die Bindungslösung stattfindet. Die so genannte Prozesszone ist somit nominell nicht Teil der Risslänge a ^[4]. Eine einfache Näherung zur Bewertung der Rissöffnung gibt Irwin^[18] mit Gleichung 2.14.

$$\delta \cong \frac{G}{\sigma_y} \quad (2.14)$$

σ_y steht für eine Grenzspannung, ab der Dehnungsänderungen vor der Rissspitze messbar werden.

2.1.3 Einfluss von Geometrie und Belastungsmodus

Sämtliche Beschreibungen der Kapitel 2.1.1 und 2.1.2 sind nur für den Fall eines Risses senkrecht zur Fläche in einer unendlich ausgedehnten Platte gültig. Die Änderung des Spannungszustandes an der Rissspitze in Abhängigkeit von geometrischen Bedingungen wird mit Hilfe eines Geometriefaktors angegeben. Dieser ist von der jeweils vorliegenden

Rissform sowie geometrischen Randbedingungen, wie z. B. der Probenform, abhängig^[1]. Gleichung (2.12) ergibt sich unter Berücksichtigung des Geometriefaktors zu

$$K = \sigma \sqrt{a} Y \quad (2.15)$$

Y wird Geometriefaktor genannt und beinhaltet neben der Größe π die Abhängigkeit nach Gleichung 2.16.

$$Y = f\left(\frac{a}{W}\right) \quad (2.16)$$

Die Größe W beschreibt die Weite des belasteten Körpers in Rissausbreitungsrichtung. Zur Beschreibung der lokalen Verteilung der Spannungsintensität entlang eines belasteten Risses wird die Methode der Gewichtsfunktion nach Bückner^[19] angewandt. Dabei werden der lokale Belastungszustand sowie die lokalen geometrischen Bedingungen integral entlang des Risses berücksichtigt^[20]. Ausgehend von Gleichung (2.12) ergibt sich

$$K = \int_0^a h\left(\frac{x}{a}, \frac{a}{W}\right) \cdot \sigma(x) dx \quad (2.17)$$

mit der bruchmechanischen Gewichtsfunktion

$$h(x, a) = \frac{E'}{K} \cdot \frac{\partial \delta(x, a)}{\partial a}, \quad (2.18)$$

mit der halben Rissöffnung δ . Die Methode wird vor allem zur Beschreibung von Effekten, die eine Entlastung der Risspitze beziehungsweise starke Spannungsgradienten hervorrufen, eingesetzt^[20]. Zusätzlich zu den geometrischen Gegebenheiten spielt die Richtung der auf einen Riss wirkenden Belastung eine wichtige Rolle und wird mit Hilfe des Belastungsmodus beschrieben. In der LEBM werden drei Modi unterschieden (Abbildung 2.2), die der Bezeichnung des Spannungsintensitätsfaktors als Index zugeordnet werden.

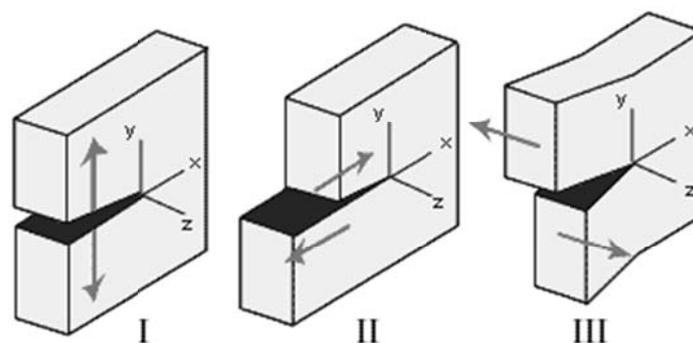


Abbildung 2.2: Belastungsmodi^[4]

Modus I steht für eine Belastung senkrecht zu den Rissflanken. Modus II und Modus III stehen für eine Belastung in der Rissflankenebene. Unterschieden wird dabei, ob die Belastungsrichtung in (Modus II) oder senkrecht (Modus III) zur Rissausbreitungsrichtung liegt.^[4] Unter der Voraussetzung von ideal sprödem Rissausbreitungsverhalten wird ein unter Modus

II beziehungsweise Modus III oder Mixed-Modus belasteter Riss nach Cotterell ^[21] immer den Zustand der Modus I Belastung anstreben und somit gemäß Griffith den Energiebetrag in Gleichung 2.4 minimieren. Das heißt wiederum, dass der Betrag der freiwerdenden Energie maximiert werden muss, was durch Abknicken des Risses in schubfreie Richtung erreicht wird. Liegen hohe Rissausbreitungsgeschwindigkeiten vor, so geht die Symmetrie der Spannungsverteilung durch äußere Lasten verloren und es kommt zu einer Verschiebung des Normalspannungsmaximums zu 45°. Dadurch entstehen zwei Symmetrieebenen, aufgrund deren sich der weitere Rissverlauf verzweigt. Diese Asymmetrie führt lokal ebenfalls zu einem Schubspannungseinfluss, der durch Abknicken in eine schubfreie Rissebene eliminiert werden kann. In beiden Fällen ist die vereinfachte Beschreibung des Spannungszustandes mit Hilfe der LEBM nicht möglich und es muss auf höherwertige Terme der Reihenentwicklung der Spannungsverteilung nahe der Risspitze zurückgegriffen werden. Die Darstellung erfolgt für gewöhnlich in Polarkoordinaten, wie in Cotterell ^[22] beschrieben. Gleichung 2.19 beschreibt die radiale Spannungskomponente des Spannungsfeldes in der Nähe einer Risspitze.

$$\begin{aligned} \sigma_r = & \frac{C_1}{4} \left(\frac{l}{r} \right)^{\frac{1}{2}} \left[5 \cos\left(\frac{\Theta}{2}\right) - \cos\left(\frac{3\Theta}{2}\right) \right] + C_2 \cos^2 \Theta \\ & + \frac{C_3}{4} \left(\frac{r}{l} \right)^{\frac{1}{2}} \left[3 \cos\left(\frac{\Theta}{2}\right) + 5 \cos\left(\frac{5\Theta}{2}\right) \right] + \dots \end{aligned} \quad (2.19)$$

r und Θ sind Polarkoordinaten, l beschreibt die Länge eines Risses. Die Koeffizienten C_1 bis C_3 charakterisieren die drei wichtigen Summanden. Der erste Term beschreibt den Spannungsintensitätsfaktor. Der zweite Term, der so genannte T-Spannungsterm, steht für eine in Rissausbreitungsrichtung anliegende Zug- bzw. Druckspannung, die den Verlauf eines Risspfades vor allem bei vorliegendem asymmetrischem Spannungsfeld beeinflusst. Solange Druckspannungen wirken, das heißt $T < 0$ gilt, kehrt ein Riss in seine ursprüngliche Rissausbreitungsebene zurück. Er kehrt nicht zurück, sobald T als Zugspannung wirkt. Der Betrag der T-Spannung ist nach Fett ^[23] abhängig vom Verhältnis $\frac{a}{W}$ (vergl. Gleichung 2.16).

Im symmetrischen Spannungsfeld kontrolliert schließlich der dritte Term den Risspfad bei entsprechend großen Radien r . Diese von Cotterell ^[22] beschriebenen Zusammenhänge gelten ausschließlich für ideal isotropes Materialverhalten. Im Falle realer Materialien können Gefügediskontinuitäten die Zusammenhänge zwischen Belastungsmodus und der maximalen Energiefreisetzung sowie die Kriterien für die Stabilität des Risspfades bei hohen Rissausbreitungsgeschwindigkeiten verschieben ^[24]. Für leichte Abweichungen des Risspfades kann jedoch eine Substitution einzelner Teile des Risspfades mit der Beschreibung des geraden Risses vorgenommen werden. Die Berechnung für infinitesimale Risse zeigt, dass die

Bedingung der schubfreien Rissbelastung bei einem Knickwinkel von ca. 78° erreicht wird^[24]. Das heißt, ein unter reiner Schubbeanspruchung aktivierter Riss wird sich in einem Winkel von $> 70^\circ$ zur ursprünglichen Rissebene geneigt ausbreiten, vorausgesetzt es liegt ein positives Biaxialitätsverhältnis $\beta = T\sqrt{\pi a}/K$ vor^[25].

2.2 Versagensverhalten keramischer Werkstoffe

Keramische Werkstoffe zeigen ein sprödes Versagensverhalten ohne messbare plastische Verformung aufgrund hoher atomarer Bindungskräfte sowie geringerer Versetzungsbeweglichkeit^[1,26]. Sie versagen ausgehend von natürlichen Fehlern, die während der Herstellung sowie während des Hartbearbeitungsprozesses entstehen^[27]. Diese natürlichen Fehler können unter mechanischer Belastung durch lokale Spannungsüberhöhungen aktiviert werden und Rissbildung initiieren. Bei weiterer mechanischer Beanspruchung folgt der Rissinitiation eine Rissausbreitung, die beim Erreichen einer kritischen Risslänge zum Versagen führen kann. Somit kann das Versagensverhalten keramischer Werkstoffe mit Hilfe der LEBM beschrieben werden. Die Größe und Verteilung natürlicher Fehler bestimmen die Höhe der Bruchfestigkeit σ_B und der Risszähigkeit K_{IC} eines keramischen Werkstoffes^[28]. Im Folgenden wird zunächst die statistische Methode vorgestellt, mit der die Verteilung und Größe vorhandener Fehler erfasst und beschrieben werden. Anschließend werden die unter mechanischer Beanspruchung wirksamen und versagensrelevanten Rissausbreitungsmechanismen aufgezeigt.

2.2.1 Statistische Beschreibung

Zur statistischen Beschreibung mechanischer Kennwerte spröde versagender Werkstoffe werden Methoden verwendet, die es erlauben das Verhältnis zwischen Ausfallwahrscheinlichkeit und Spannungsverteilung in Form charakteristischer Werte sowie dem Maß der Streuung der Messwerte anzugeben. Eine für spröde keramische Werkstoffe aussagefähige Methode der statistischen Auswertung von Festigkeitsmessungen ist die Weibull-Statistik^[29,27]. Sie geht davon aus, dass die Festigkeit einer Kette durch ihr schwächstes Glied bestimmt wird^[30]. Übertragen auf die Festigkeit der Keramik führt der größte und damit bruchauslösende Fehler zum Versagen und bestimmt damit die Festigkeit. Es sei W_1 die Überlebenswahrscheinlichkeit einer Kette 1 mit der Länge l_1 und W_2 entsprechend die Überlebenswahrscheinlichkeit einer Kette 2 mit der Länge l_2 , so ist die Überlebenswahrscheinlichkeit $W_1 + W_2$ einer Kette der Länge $l_1 + l_2$ gleich dem Produkt $W_1 \cdot W_2$ mit $W = 1 - F$ und der Bruchwahrscheinlichkeit F ^[30]. Übertragen auf ein Volumen V , welches x mal größer als das Einheitsvolumen V_0 ist, ergibt sich

$$W(V) = W(V_0)^* = \exp(x \cdot \ln W(V_0)) \quad (2.20)$$

Weibull^[29] entwickelte diese Gleichung durch weitere Ableitung zu

$$W = \exp\left(-V \cdot \left(\frac{\sigma_B - \sigma_u}{\sigma_0}\right)^m\right) \quad (2.21)$$

mit der gemessenen Festigkeit σ_B und den Materialkonstanten σ_u , σ_0 und m . Hierbei bezeichnet σ_u die Spannung, bei einer Bruchwahrscheinlichkeit von $F = 0$, die für keramische Werkstoffe auf $\sigma_u = 0$ gesetzt wird. Die charakteristische Festigkeit σ_0 hat eine rein statistische Bedeutung. Durch die Auftragung von $\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-F}\right)\right)$ gegen $\ln(\sigma_c)$ im Weibull-Diagramm ergibt sich die charakteristische Festigkeit bei $\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-F}\right)\right) = 0$, was zu $F = 0,632$ führt. Daher wird σ_0 oft als diejenige Spannung bezeichnet, bei deren Anliegen das Material eine Versagenswahrscheinlichkeit von 63,2 % aufweist. Der so genannte Weibull-Modul m ist ein Maß für die Streubreite der Messwerte und bestimmt die Steigung der Geraden im Weibull-Diagramm. m kann demnach graphisch als scheinbare lineare Regression aus dem Weibull-Diagramm bestimmt werden. In den meisten Fällen wird jedoch auf iterative Verfahren wie die Maximum-Likelihood-Methode zurückgegriffen^[1]. Je größer m ist, desto geringer ist die Streubreite der Messwerte. Für keramische Werkstoffe liegt der Modul bei $5 < m < 20$ ^[1]. In Abbildung 2.3 ist ein Weibull-Diagramm schematisch dargestellt. Die runden Symbole stellen Messwerte dar, die durchgezogene Linie die aus den Messwerten errechnete Weibull-Gerade.

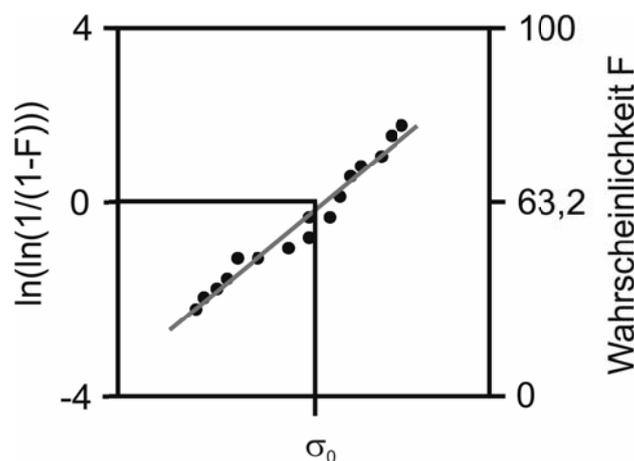


Abbildung 2.3: Weibull-Diagramm

Liegen Stichprobenumfänge von weniger als 50 Messwerten vor, wird die statistische Unsicherheit in einem auf den Stichprobenumfang angepassten Wert des Weibull-Moduls angegeben. Er trägt die Bezeichnung m_{unb} , wobei der Index für „unbiased“, das heißt unverfälscht, steht. Die Weibull-Statistik wird ebenso zur Beschreibung der Ausfallwahrscheinlich-

keit in Abhängigkeit von Lebensdauern eingesetzt ^[1]. Die hierbei ermittelten Weibull-Parameter sind die charakteristische Bruchzeit t_0 bzw. Bruchlastspielzahl N_0 sowie der zyklische Weibull-Modul m^* . Der zyklische Weibull-Modul m^* zeigt immer kleinere Werte als der Weibull-Modul m der Festigkeitsverteilung. Die Streuung von Festigkeitsmessungen und die des zeitabhängigen Versagens sind über den Rissausbreitungsexponenten n miteinander verknüpft.

$$m^* = \frac{m}{n-2} \quad (2.22)$$

Dabei wird von der Gültigkeit der Annahme ausgegangen, dass Festigkeit und Lebensdauer von der gleichen Fehlerverteilung bestimmt werden ^[1]. Die statistische Beschreibung der Ergebnisse zyklischer Ermüdungsversuche erfordert die Berücksichtigung versuchstechnisch vorgegebener Grenzlastspielzahlen. Ebenso müssen Sofortbrüche in die statistische Auswertung mit einbezogen werden.

$$N_0 = \frac{1}{n_1 + n_v} \sum_{i=1}^{n_v} N_{B,i}^{m^*} + n_u N_{B,u}^{m^*} + \frac{1}{2} n_1 N_{B,1}^{m^*} \quad (2.23)$$

Gleichung 2.23 ermöglicht die Ermittlung der charakteristischen Lebensdauer unter Berücksichtigung dieser Vorgaben für eine Anzahl n_1 an spontanem Versagen mit $N_B < N_{B,1}$, für eine Anzahl n_u an Durchläufern mit $N_B > N_{B,u}$ sowie für eine Anzahl $n_v = n - n_1 - n_u$ an gültigen Versuchsergebnissen mit $N_{B,1} < N_B < N_{B,u}$. ^[1]

2.2.2 R-Kurven-Verhalten keramischer Werkstoffe

Das R-Kurvenverhalten, abgeleitet aus dem englischen Sprachgebrauch der „crack growth resistance curve“, beschreibt die Abhängigkeit des Rissausbreitungswiderstandes von der Änderung der Risslänge ^[31-33]. Das erste R-Kurven-Konzept wurde 1954 von Irwin für metallische Werkstoffe entwickelt ^[16]. Die erste Beschreibung eines R-Kurveneffektes für keramische Werkstoffe erfolgte durch Hübner ^[34]. Abbildung 2.4 zeigt die schematische Darstellung einer R-Kurve mit den wichtigsten charakterisierenden Größen. Aufgetragen sind der Rissausbreitungswiderstand K_R in Form einer Spannungsintensität über der Risslängenänderung Δa . Die dargestellte R-Kurve beschreibt den Verlauf des Rissausbreitungswiderstandes bei steigender Last ausgehend von der Anfangsrisslänge a_i . Unterhalb der intrinsischen Risszähigkeit K_0 tritt unter rein mechanischer Beanspruchung ohne Umgebungseinfluss keine Risslängenänderung auf. Dies ist durch den vertikalen Anstieg der R-Kurve bis zu diesem Wert gekennzeichnet. Der weitere Anstieg der R-Kurve resultiert im Erreichen eines Plateauwertes, der zugleich den maximalen Wert der messbaren extrinsischen Risszähigkeit K_C bestimmt.

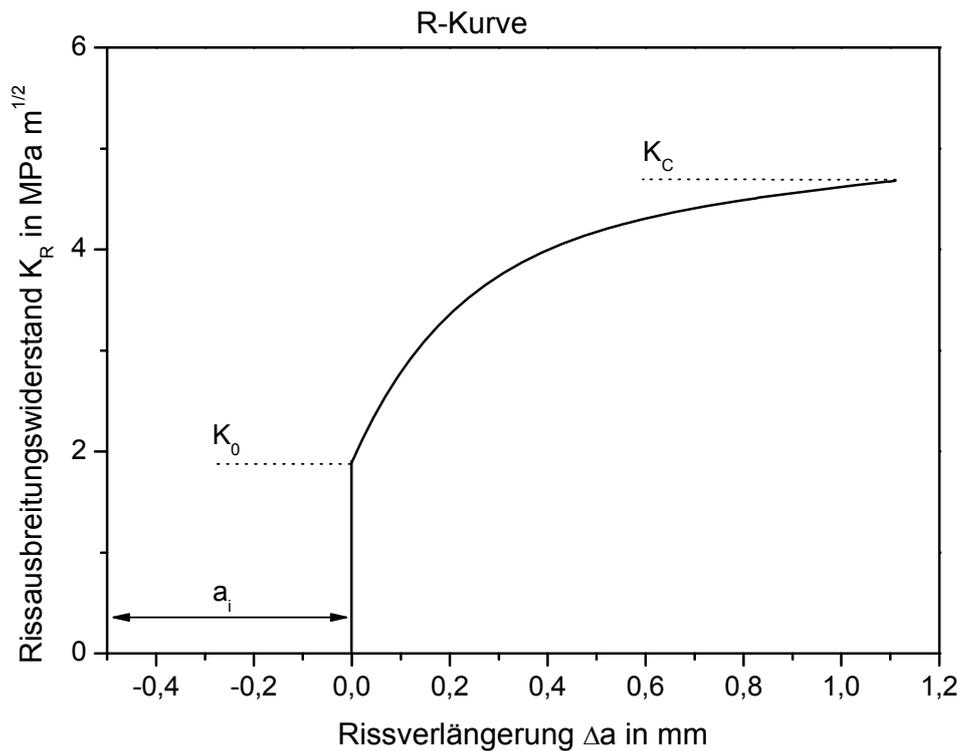


Abbildung 2.4: Schematische Darstellung einer R-Kurve mit charakteristischen Kennwerten

Die Abhängigkeit des Rissausbreitungswiderstandes von der Risslängenänderung wird durch Verstärkungsmechanismen hervorgerufen, die die Risspitze gegen die angelegte Spannung abschirmen. Es gilt der Zusammenhang nach Munz^[31] (Gleichung 2.24)

$$K_{tip} = K_{appl} + K_{br} \quad (2.24)$$

K_{appl} beschreibt den anliegenden Spannungsintensitätsfaktor. Der Spannungsintensitätsfaktor an der Risspitze K_{tip} wird um den Betrag $K_{br} < 0$ reduziert. Dabei werden intrinsische und extrinsische Verstärkungsmechanismen unterschieden. Ein klassisches Beispiel eines intrinsischen Verstärkungsmechanismus stellt die tetragonal-monoklin Umwandlung in teilstabilisiertem Zirkoniumdioxid dar^[35]. Durch diese spannungsinduzierte Phasenumwandlung kommt es zu einem Volumensprung von 5-8 %^[26], der in der Umgebung der Risspitze eine unter Druckspannungen stehende Prozesszone erzeugt. Die Prozesszone sowie von umgewandelten Bereichen ausgehende Mikrorisse^[35] führen zu einer Erhöhung der Risszähigkeit. Die im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Werkstoffe Al_2O_3 und Si_3N_4 zeigen R-Kurvenverhalten aufgrund extrinsischer Verstärkungsmechanismen. Sie wirken im Nachlauf der Risspitze, indem sie Teile der Rissflanken überbrücken^[32,36,37]. Voraussetzung zur Rissüberbrückung ist ein, zumindest teilweiser, interkristalliner Rissverlauf. Je höher der Anteil an transkristallinem Rissverlauf ist, desto kleiner fällt der Plateauwert der R-Kurve aus^[38]. Es werden drei Typen extrinsischer Verstärkungsmechanismen unterschieden, die im Folgen-

den als Brücken bezeichnet werden. Elastische Brücken (intakte Ligamente) stellen Bereiche zusammenhängenden Gefüges zwischen einzelnen Risteilen dar. Die Beanspruchung an der Risspitze wird um den Betrag der in den Brücken elastisch gespeicherten Energie reduziert. Diese Art der Rissüberbrückung ist in allen keramischen Werkstoffen mit ausgeprägtem R-Kurvenverhalten zu finden.

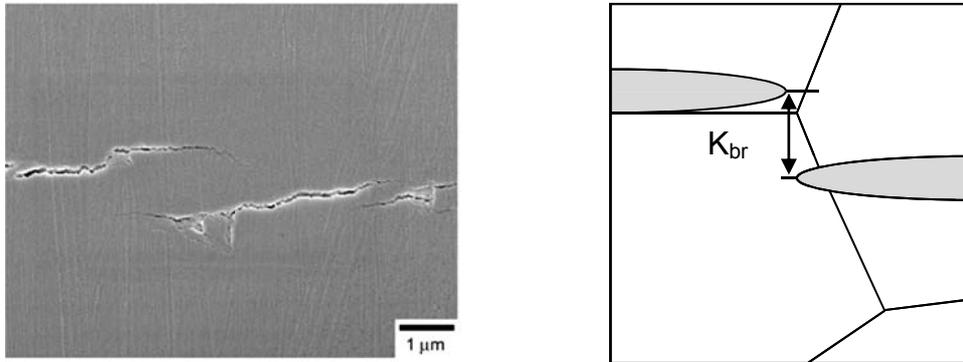


Abbildung 2.5: Elastische Brücke nach Kruzic ^[33] (links) und schematisch (rechts)

Reibbrücken wirken aufgrund von thermischen Fehlpassungen zwischen einzelnen, durch Risse getrennten Kristalliten, die während der Abkühlphase des Herstellungsprozesses aufgrund anisotroper thermischer Ausdehnungskoeffizienten der Kristallstrukturen entstehen. Nach erfolgter interkristalliner Rissausbreitung wird die weitere Öffnung des Risses durch Reibkräfte zwischen einzelnen Kristalliten erschwert und somit die Risspitze von der eigentlich anliegenden Spannung abgeschirmt. Diese Art der Rissüberbrückung dominiert in keramischen Werkstoffen mit globular ausgebildeter Kornstruktur. Die Stärke der Abschirmung wird hier signifikant durch den mittleren Korndurchmesser d bestimmt. Außerdem tritt dieses Phänomen mit geringerer Abschirmwirkung in stängelig ausgebildeten Mikrostrukturen im Bereich abgelöster Grenzflächen zwischen Körnern und Sekundärphase auf.

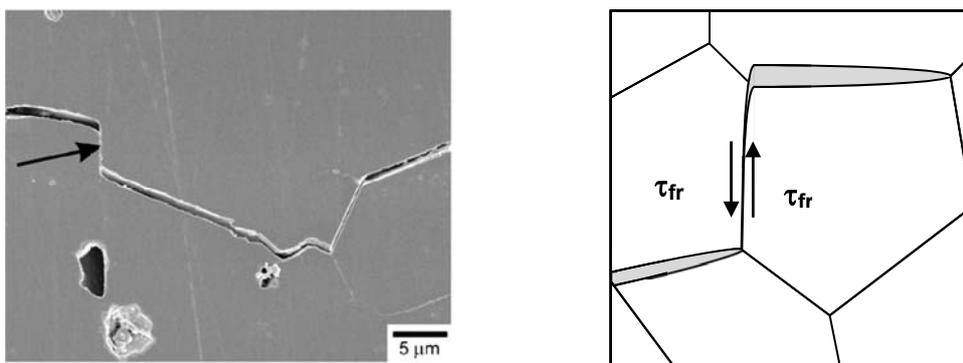


Abbildung 2.6: Reibbrücke nach Kruzic ^[33] (links) und schematisch (rechts)

Pullout-Brücken verbinden beide Mechanismen der Rissüberbrückung und treten vor allem in Mikrostrukturen mit hohem Streckungsgrad der Kristallitmorphologie sowie in whiskerverstärkten Werkstoffen auf. Die lang gestreckten Körner beziehungsweise Whisker führen zunächst zu einer elastischen Überbrückung von Rissflanken. In Abhängigkeit der Rissöffnung

und des Lagewinkels zwischen Korn und Rissausbreitungsrichtung folgt das Versagen einzelner Körner beziehungsweise Whisker. Daran anschließend kann ein Pullout-Mechanismus einsetzen, der wiederum als Reibbrücke zwischen den Rissflanken wirkt. Die entstehenden Reibkräfte bestimmen die Stärke der Abschirmung der Rissspitze bei weiterer Rissverlängerung. Die Stärke der elastischen Rissspitzenabschirmung wird vor allem durch die Risszähigkeit der überbrückenden Körner beziehungsweise Whisker bestimmt. Der Anteil der Reibbrücken an der Rissspitzenabschirmung sinkt mit der Festigkeit der Grenzflächen sowie dem Streckungsgrad der Körner beziehungsweise Whisker.

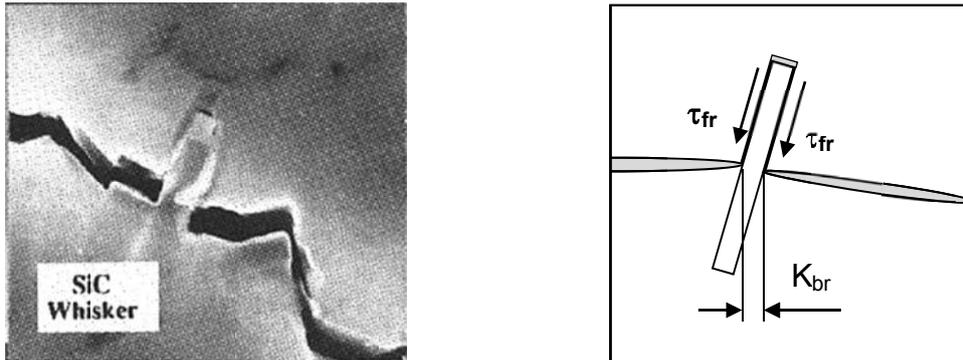


Abbildung 2.7: Pullout-Brücke nach Becher ^[39]

Der Verlauf der R-Kurve wird maßgeblich durch zwei Charakteristika bestimmt, ihre Steilheit und die Höhe des erreichten Plateauwertes. Mathematisch kann der Verlauf nach Fünfschilling ^[40] mit Hilfe von Gleichung 2.25 beschrieben werden, wobei die Parameter λ_1 bis λ_3 die Steilheit der einzelnen Abschnitte beschreiben und C_1 bis C_3 die jeweiligen Amplituden. C_1 beschreibt in der einfachsten Form, für die $C_2, C_3 = 0$ gilt, ein Maximum, das dem Plateauwert entspricht. Der Parameter C_0 beschreibt als y-Achsenabschnitt die intrinsische Risszähigkeit K_0 .

$$K_R = C_0 + C_1 \cdot \left(1 - e^{-\frac{\Delta a}{\lambda_1}}\right) + C_2 \cdot \left(1 - e^{-\frac{\Delta a}{\lambda_2}}\right) + C_3 \cdot \left(1 - e^{-\frac{\Delta a}{\lambda_3}}\right) \quad (2.25)$$

Die Beschreibung in Gleichung 2.25 kann zwei bis vier Summanden umfassen, die verschiedenen steile Bereiche im R-Kurvenverlauf beschreiben.

Beide Charakteristika, Steilheit und Plateauwert hängen messtechnisch stark von der anfänglichen Rissform und der verwendeten Probengeometrie ab. Außerdem führen verschiedene Anfangsrisslängen zu entsprechend unterschiedlich hohen Beträgen der Risszähigkeit K_c . In Abbildung 2.8 ist zusätzlich zum R-Kurvenverlauf in einem zweiten Koordinatensystem der Verlauf des Spannungsintensitätsfaktors K_{appl} aufgetragen. Die Differenz der Koordinatenursprünge beschreibt die angenommene Anfangsrisslänge a_i . Aufgrund der Abhän-

gigkeit aus Gleichung 2.12 beschreibt der Verlauf $K_{appl}(a)$ eine Wurzelfunktion. Die beiden verschiedenen gewählten Anfangsrislängen verdeutlichen, dass eine Erhöhung der anfänglichen Risslänge bei gleichen geometrischen Bedingungen eine scheinbar erhöhte Risszähigkeit K_c bewirkt.

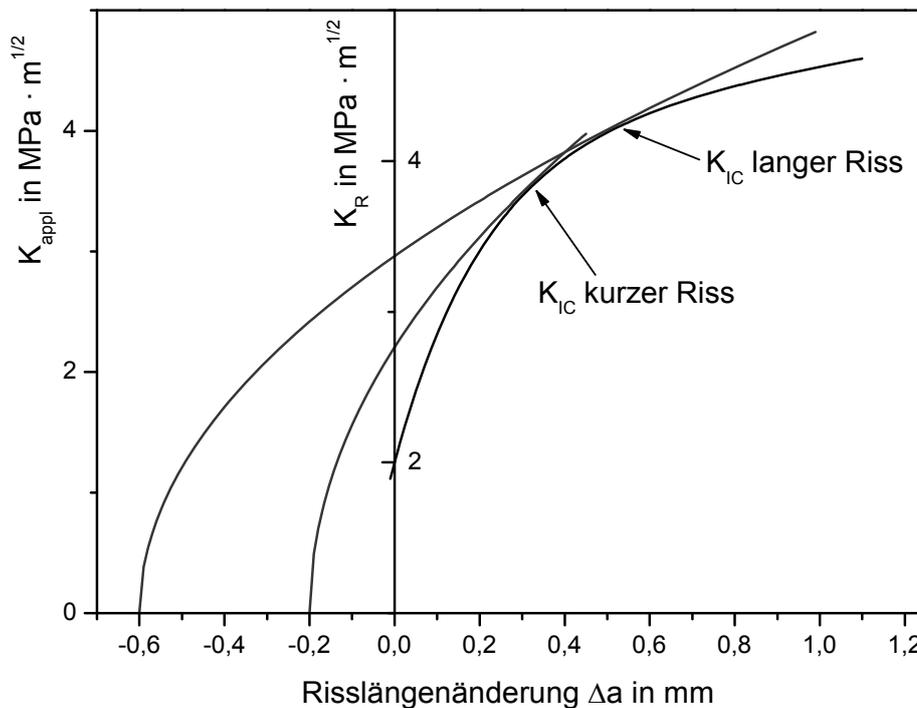


Abbildung 2.8: Abhängigkeit des Betrages der Risszähigkeit von der Anfangsrislänge

So liegen die Plateauwerte ausgehend von natürlichen Rissen unterhalb derer von künstlich erzeugten Makrorissen und es besteht eine deutlichere Abhängigkeit des Rissausbreitungswiderstandes von der Risslängenänderung, was sich in einer flacher ansteigenden R-Kurve ausdrückt.^[1] Das führt nach Hoshide^[41] zu überschätzten Bruchzähigkeiten resultierend aus Versuchen mit künstlich eingebrachten Kerben.

2.2.3 Unterkritisches Risswachstum

Der Begriff unterkritisches Risswachstum beschreibt das Rissausbreitungsverhalten bei kleinen, statisch anliegenden Lasten, die zu Spannungsintensitäten unterhalb der kritischen Spannungsintensitäten K_c und dennoch zu einer Rissausbreitung führen^[42]. Die thermisch aktivierte Rissausbreitung wird dabei durch Umgebungseinflüsse unterstützt, so dass bereits unterhalb von K_{I0} Rissausbreitung vorliegt. Unter Umgebungsbedingungen stellt sich nach Fett^[43] eine Schwächung der keramischen Struktur aufgrund der Beteiligung des Wasseranteils der Luft ein. Diese Art der Rissausbreitung wurde zunächst an Gläsern^[42], später auch

an Al₂O₃-Einkristallen beobachtet ^[44]. Die Bindungsstärke der Glasstruktur ist in den meisten Fällen schwächer als die von kristallinen Strukturen, so dass unterkritisches Risswachstum in vielen Hochleistungskeramiken als Schädigungsmechanismus der amorphen Sekundärphase angesehen werden kann. Die zeitabhängige Schwächung der amorphen Sekundärphase führt zum Phänomen der statischen Ermüdung keramischer Werkstoffe, die durch kleinste Lasten nach hinreichend langer Dauer versagen. In der Literatur werden zwei mögliche Mechanismen favorisiert, die das unterkritische Risswachstum kontrollieren. Zum einen der häufiger beschriebene Mechanismus der Hydrolyse von Gefügeanteilen unter Beteiligung des Wasseranteils der Luft und zum anderen ein auf der hohen Permittivität von Wassermolekülen basierender Ansatz. Beide beschreiben die beobachteten Phänomene vollständig und schließen sich gegenseitig nicht aus, weshalb beide Ansätze im Folgenden Berücksichtigung finden. Abbildung 2.9 zeigt eine typische Rissausbreitungskurve im Falle unterkritischen Risswachstums. Das Risswachstum kann in vier Bereiche unterteilt werden, die verschiedene Stadien der unterkritischen Rissausbreitung beschreiben.

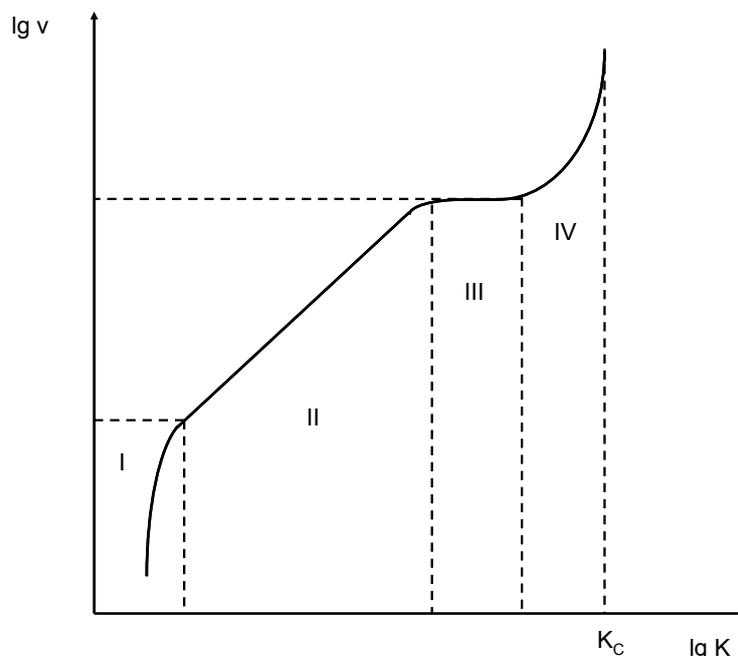


Abbildung 2.9: Rissausbreitungskurve für unterkritisches Risswachstum

Im Bereich I kommt es zur Ausbildung neuer Risse, deren Rissausbreitungsgeschwindigkeit mit zunehmendem Spannungsintensitätsfaktor schnell ansteigt. Nach einem stetigen Übergang kann der Zusammenhang von Rissausbreitungsgeschwindigkeit und Spannungsintensitätsfaktor im Bereich II mit Hilfe des Paris-Gesetzes ^[45] beschrieben werden. Der exponentielle Zusammenhang aus Gleichung 2.26 stellt sich in einer doppeltlogarithmischen Auftragung als Gerade dar.

$$v = \frac{da}{dt} = A \cdot K^n \quad (2.26)$$

A beschreibt den Rissausbreitungskoeffizienten, n den Rissausbreitungsexponenten. Der Bereich III ist lediglich für einige Glaswerkstoffe sehr ausgeprägt. Hier hängt die Rissausbreitungsgeschwindigkeit nicht weiter von der anliegenden Spannungsintensität sondern von der Diffusionsgeschwindigkeit des korrosiven Mediums ab. Für keramische Werkstoffe ist dieser Bereich in den meisten Fällen nicht messbar. Der Bereich IV beschreibt den Übergang zur instabilen Rissausbreitung, während der Riss auf Rayleigh-Geschwindigkeit beschleunigt^[46]. Bei Anlegen einer statischen Last kann der Verlauf der anliegenden Spannung über der Bruchzeit nach Munz und Fett^[1] mit folgender Gesetzmäßigkeit ausgedrückt werden:

$$t_B = B \cdot \sigma^{n-2} \cdot \sigma_c^{-n} \cdot \left[1 - \left(\frac{\sigma}{\sigma_c} \right)^{n-2} \right], \quad (2.27)$$

mit

$$B = \frac{2}{AY^2(n-2)} \cdot K_{Ic}^{2-n} \quad (2.28)$$

Der Term in Klammern in Gleichung 2.27 entfällt für den linearen Bereich der Rissausbreitungskurve. Für zyklische Lastfälle muss der zyklische Anteil gewichtet werden^[1]. Gleichung 2.29 beschreibt den zeitlichen Verlauf der Belastung und muss numerisch bestimmt werden.

$$h \left(n, \frac{\sigma_a}{\sigma_m} \right) = \frac{1}{T} \int_0^T \left[\frac{\sigma_m}{\sigma_a} + f(t) \right]^n dt \quad (2.29)$$

Die Mechanismen, die zum unterkritischen Risswachstum führen, sind mit der LEBM nicht beschreibbar. Sie laufen in der Prozesszone vor der Risspitze ab. Barenblatt^[46] und Dugdale^[47] lieferten geeignete Ansätze zur Beschreibung der bindungslösenden Vorgänge. Auf Basis dieser Vorstellung begründet Fett^[43] den Einfluss von Wasser beziehungsweise der Luftfeuchte auf die Rissausbreitung in keramischen Werkstoffen. Die zum Bindungstrennvorgang notwendige äußere Belastung hängt direkt vom Potential der Bindungsenergie ab. Der Verlauf der Bindungskraft F_B in Abhängigkeit der Teilchenverschiebung kann mit der Differenziation eines Morse-Ansatzes nach Gleichung 2.30 beschrieben werden:

$$F_B = 4F_0 \left[e^{(-s\delta)} - e^{(-s\delta)} \right], \quad (2.30)$$

mit der Maximalkraft F_0 und s als Maß der Größenordnung der Bindungskräfte. Die Verschiebung δ kann der Öffnung eines Risses gleichgesetzt werden. Abbildung 2.10 stellt das Kraft-Verschiebungsverhalten einer Bindung an der Risspitze im Falle einer unterkritischen Last dar.

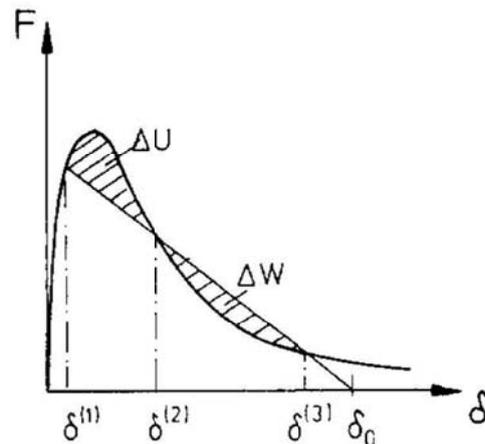


Abbildung 2.10: Kraft-Verschiebungsverhalten einer Bindung an der Rissspitze ^[43]

Wird die Rissöffnung durch die anliegende Last soweit vergrößert, dass der linear abfallende Lastverlauf den der Bindungskraft an mindestens zwei Stellen schneidet, so wird eine bleibende Trennung einer vorhandenen Bindung möglich. Die bleibende Trennung wird durch thermische Schwingungen verursacht, deren Energie mindestens dem Betrag von ΔU entsprechen muss. Sie kann allerdings durch eine Schwingung des Betrages ΔW verhindert werden. Diese Tatsache begründet die Zeitabhängigkeit des unterkritischen Risswachstums. Unter Einwirkung von Wassermolekülen kann die Bindungskraft zweier Teilchen beträchtlich abgesenkt werden, was zu einer größeren Verschiebung dieser Teilchen und damit gleichzeitig zu früherem Versagen der Bindung führt. Dabei wirkt die Permittivität der Wassermoleküle auf das elektrische Feld zwischen den Teilchen. Die anziehende Kraft des elektrischen Feldes kann qualitativ mit Gleichung 2.31 beschrieben werden ^[48]:

$$F_{an} = \frac{q_1 \cdot q_2}{\delta^2} \cdot \frac{1}{\varepsilon_0 \varepsilon_r} \quad (2.31)$$

q_1 und q_2 beschreiben die Ladungen der Teilchen. ε_0 ist die elektrische Feldkonstante und beschreibt gleichzeitig die Permittivität des Vakuums, ε_r die Permittivität eines vorhandenen Moleküls. Im Falle von Wasser beträgt $\varepsilon_r = 80,1$ und trägt somit stark zur Reduktion der anziehenden Kraft innerhalb einer Bindung bei. Nach Lawn ^[49] wird dieser Vorgang mit dem Aufbau neuer Bindungen durch H^+ - beziehungsweise OH^- -Ionen aufgespalteter Wassermoleküle abgeschlossen. Diese Vorgänge sind in Abbildung 2.11 am Beispiel eines Silikatglases dargestellt. Wassermoleküle diffundieren zur Spitze eines Risses und können nach erfolgter Aufspaltung der Silikatbindung SiOH-Gruppen bilden, die den bindungstrennenden Vorgang endgültig irreversibel machen. Dieses Model beschreibt demnach eine noch stärker gewichtete Wirkung der Wassermoleküle. Gleichzeitig wird davon ausgegangen, dass jedes

Wassermolekül genau eine Bindung unterbrechen kann und somit eine starke Abhängigkeit von der Menge der zur Verfügung stehenden Wassermoleküle besteht.

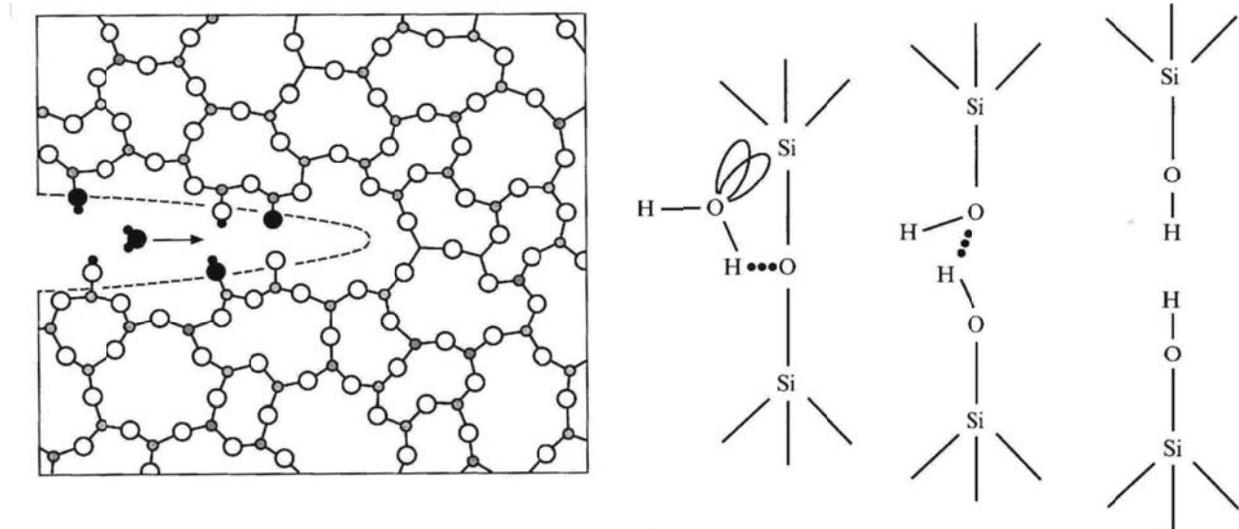


Abbildung 2.11: Unterkritisches Risswachstum am Beispiel eines Silikatglases nach Lawn^[49]

2.2.4 Stabiles Risswachstum

Liegen Spannungsintensitätsfaktoren oberhalb der intrinsischen Risszähigkeit K_0 an und besteht gleichzeitig eine Abhängigkeit des Rissausbreitungswiderstandes K_R von der vorliegenden Risslänge, führt dies zu einer stabilen Rissausbreitung^[31,34]. Voraussetzung ist, dass der Rissausbreitungswiderstand K_R in Abhängigkeit der Risslängenänderung stärker ansteigt als der durch die anliegende Belastung hervorgerufene Spannungsintensitätsfaktor K_{appl} . Abbildung 2.12 zeigt die Verläufe des Spannungsintensitätsfaktors K_{appl} auf Basis der anliegenden Spannungen $\sigma_{appl,1}$, $\sigma_{appl,2}$ und $\sigma_{appl,3}$.

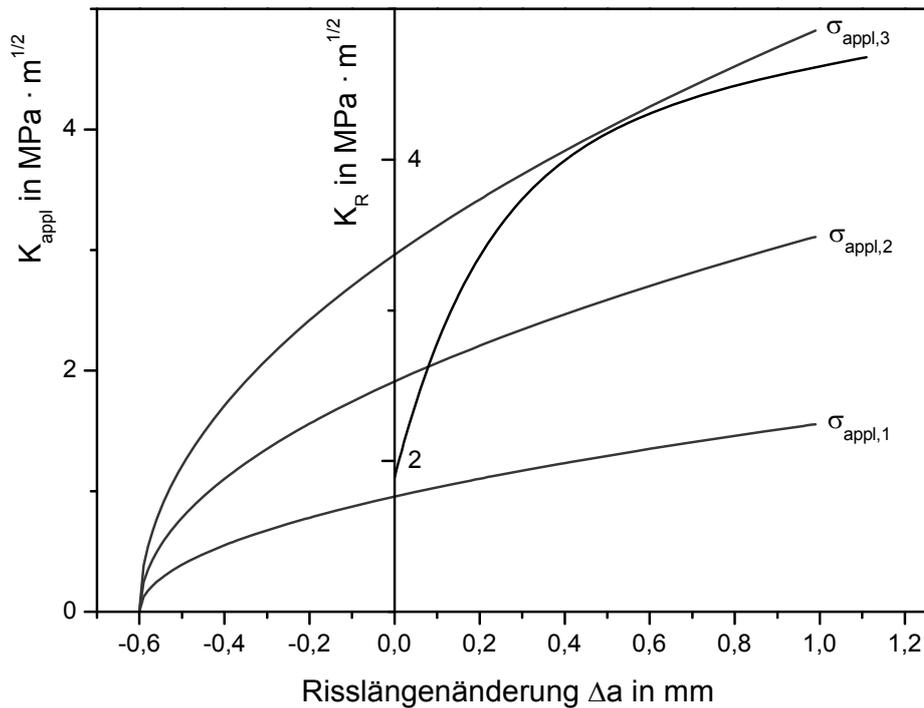


Abbildung 2.12: R-Kurve und Verläufe der anliegenden Spannungsintensität

Jeder Verlauf ist einer konstanten, anliegenden Spannung σ_{appl} zugeordnet. Dabei gilt

$$\sigma_{appl,1} < \sigma_{appl,2} < \sigma_{appl,3} \quad (2.32)$$

Der $\sigma_{appl,1}$ zugeordnete Verlauf zeigt den Fall des unterkritischen Risswachstums, bei dem $K_{appl,1}$ unter Vorgabe der Anfangsriszlänge a_i die intrinsische Risszähigkeit K_0 nicht übersteigt. Es kommt nicht zur Rissausbreitung aufgrund rein mechanischer Beanspruchung ohne Umgebungseinfluss. Der Verlauf in Abhängigkeit von $\sigma_{appl,2}$ steht für den Fall stabiler Rissausbreitung. Der Riss wird verlängert, solange der Rissausbreitungswiderstand K_R kleiner ist als der Spannungsintensitätsfaktor der anliegenden Beanspruchung $K_{appl,2}$. Sobald $K_{appl,2}$ den Rissausbreitungswiderstand erreicht, wird die Ausbreitung des Risses gestoppt. In Festigkeitsuntersuchungen wird eine Belastung bei hinreichend hoher Belastungsgeschwindigkeit stetig erhöht. Der Spannungsintensitätsfaktor der anliegenden Belastung folgt dem Verlauf der R-Kurve bis die Tangentenbedingung nach Munz^[31] (Gleichung 2.33) erfüllt ist:

$$K_{appl} = K_R, \quad \frac{dK_{appl}}{da} = \frac{dK_R}{da} \quad (2.33)$$

Die Erfüllung von Gleichung 2.33 führt zur instabilen Rissausbreitung, was unter Voraussetzung stetig steigender Belastung dem Versagen gleichkommt und in Abbildung 2.12 durch den $\sigma_{appl,3}$ zugeordneten Verlauf visualisiert ist.

2.2.5 Instabiles Risswachstum

Bei sofortigem Überschreiten von F_0 aus Gleichung 2.30 setzt instabiles Risswachstum ein. In diesem Fall ist das Wiederherstellen von Bindungen nicht möglich. In den meisten Fällen ist instabiles Risswachstum mit dem Versagen eines Bauteils gleichzusetzen. Voraussetzung ist die Erfüllung von Gleichung 2.10, die das „instabile“ Gleichgewicht von Energiefreisetzungsrates G und Bruchenergie 2γ beschreibt. Bei weiterer Rissverlängerung steigt G schneller an als 2γ , was zu einer starken Beschleunigung der Rissausbreitung führt. Bis zum Erreichen der Rayleigh-Geschwindigkeit^[46] wird immer mehr Energie pro Zeit freigesetzt. Die Rayleigh-Geschwindigkeit beschreibt die materialabhängige Grenze der Rissausbreitungsgeschwindigkeit. Bei sehr hohen Belastungsraten kann es aufgrund der begrenzten Rissausbreitungsgeschwindigkeit zu starken Überlastaufnahmen kommen^[50]. In den meisten Fällen kann ein instabil laufender Riss nicht wieder gestoppt werden. Eine Möglichkeit besteht beim Vorliegen von starken Spannungsgradienten in großen Bauteilen, wenn im Verlauf der Risstiefenausbreitung der Rissausbreitungswiderstand durch lokale Änderung des Spannungsintensitätsfaktors unterschritten wird. Man spricht hier vom „pop-in-Effekt“. Dieser Effekt wird beispielsweise unter Thermoschockbeanspruchung beobachtet^[1].

2.2.6 Versagen bei hohen Temperaturen

Das Versagensverhalten von Hochleistungskeramiken bei hohen Temperaturen kann in zwei grundsätzliche Bereiche eingeteilt werden: Versagen im unteren erhöhten Temperaturbereich durch Rissausbreitung aufgrund rein mechanischer Belastung und Versagen im oberen erhöhten Temperaturbereich mit Unterstützung einsetzender Kriechmechanismen^[51]. Der in dieser Arbeit untersuchte Temperaturbereich liegt unterhalb dessen einsetzender Kriechvorgänge. Aus diesem Grund wird auf das Versagen unter Einfluss von Kriechmechanismen im Folgenden nicht weiter eingegangen. Erhöhte Temperaturen führen im Werkstoff zu zwei wesentlichen Effekten, die sich erheblich auf das Versagensverhalten auswirken. Zum einen schwingen die Atome beziehungsweise Ionen innerhalb des Kristallgitters bei erhöhten Temperaturen stärker um ihre Gleichgewichtslage, was sich neben der Änderung ihrer Steifigkeitseigenschaften auch auf die theoretische Festigkeit auswirkt (vergl. Abbildung 2.10). Zum anderen werden die während des Abkühlvorgangs aufgebauten Mikroeigenstressungen mit steigender Temperatur immer weiter abgebaut, wodurch es gleichzeitig zu einer Reduktion der wirksamen Reibkräfte an Reibbrückenelementen kommt. Je nach Temperaturbereich werden sowohl die intrinsische Risszähigkeit K_0 als auch die extrinsische Risszähigkeit K_C

reduziert ^[52]. Unter zyklischer Beanspruchung führen diese Änderungen des Rissausbreitungswiderstands zu kleineren ertragbaren Maximalspannungen sowie zu einem geringer ausgeprägten Ermüdungseffekt. Die degradierbaren plastischen Brückenelemente werden bis auf ein Minimum abgebaut, so dass es zu vollständigem Verlust der zyklischen Ermüdungseigenschaften kommen kann ^[52].

Als weiterer Mechanismus bei hohen Temperaturen wird die Rissausheilung von Si_3N_4 -Keramiken beschrieben. Dabei kommt es zur Füllung vorhandener Risse mit Enstatit und Kristobalit. Der Effekt konnte bei reinem Si_3N_4 bereits bei 800 °C bzw. 900°C über den Anstieg der Festigkeit nachgewiesen werden ^[53,54]. Gleichzeitig wurde eine erhöhte Oxidationsrate gemessen. Weitere Untersuchungen an $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$ -Keramiken zeigen, dass Rissausheilungen auch bei überlagerter zyklischer Beanspruchung abläuft und zur Festigkeitssteigerung beiträgt ^[55]. Sogar lange Vickersrisse können über Rissausheilungsprozesse geschlossen werden ^[56,57].

2.3 Zyklische Ermüdung keramischer Werkstoffe

Das zyklische Ermüdungsverhalten keramischer Werkstoffe beinhaltet zwei Typen von Ermüdungsmechanismen. Der Ermüdungseffekt aufgrund von wiederholter, reiner unterkritischer Rissausbreitung kommt dem zeitabhängigen Versagen unter statischer Last gleich und wird im Folgenden nicht weiter betrachtet. Der „wahre“ zyklische Ermüdungseffekt basiert auf dem Mechanismus der zyklischen Rissausbreitung und führt zu einer verkürzten Lebensdauer verglichen mit statischen Beanspruchungen. Dieser Effekt wurde bereits in den 1970er Jahren entdeckt und mit mikroplastischen Verformungszuständen im rissspitzennahen Bereich interpretiert ^[58,59]. Erst nach der Entdeckung des R-Kurvenverhaltens durch Hübner et al. ^[34] wurden zum ersten Mal Degradationsvorgänge an Brückenelementen im Nachlauf der Risspitze als Ermüdungsmechanismus in Erwägung gezogen ^[60]. Es wurde festgestellt, dass ein zyklischer Ermüdungseffekt nur in polykristallinen Materialien bei interkristallinem Rissverlauf zu beobachten ist. Mikroplastische Vorgänge wurden auf Belastungen im Druckschwellbereich eingeschränkt und verstärkt ein Abbau friktiver Kontakte zwischen einzelnen Kornflanken als Mechanismus favorisiert ^[61]. Eine Übersicht der Arbeiten bis 1987 bietet Gratwohl ^[62]. Er führt das Ermüdungsverhalten verschiedener keramischer Werkstoffe auf Rissausbreitungsvorgänge zurück. Der eigentliche lebensdauerverkürzende Effekt wurde mit Hilfe verschiedener Versuchsfrequenzen ermittelt. Dabei konnte ebenfalls festgestellt werden, dass die Ermüdungsphänomene bei Lastumkehr besonders ausgeprägt vorliegen. Schließlich führt eine Interpretation auf Basis der Arbeiten von Knehans und Steinbrech ^[32] zum Mechanismus der zyklischen Degradation extrinsisch verstärkter Keramiken. Der Ermüdungseffekt auf Basis der Degradation von extrinsischen Verstärkungselementen wurde in den früher 1990er Jahren verstärkt betrachtet. Horibe ^[63] untersuchte das zyklische Ermüdungsverhalten von nicht-umwandelnden Keramiken, darunter Si_3N_4 mit verschiedenen Mik-

rostrukturen. Ein zyklischer Ermüdungseffekt konnte in den Materialien festgestellt werden, die typischerweise interkristallines Rissausbreitungsverhalten zeigen. Das interkristalline Rissausbreitungsverhalten ist mit einer vorhandenen amorphen Sekundärphase gleichzusetzen, die durch Sinteradditive oder aber auch Verunreinigungen entstehen kann. Der Mechanismus der zyklischen Ermüdung wird als Gleichgewicht zwischen Rissausbreitungswiderstand durch Mikrorissbildung und Rissablenkung und der anschließenden erneuten Aktivierung der Rissausbreitung durch eine Keilwirkung im entlastenden Zyklus beschrieben. Die Arbeit von Ritchie^[64] aus dem gleichen Jahr zeigt zusammengefasste Ergebnisse zyklischer Beanspruchung verschiedener keramischer Werkstoffe. Darunter auch zyklische Rissausbreitungsexperimente, teils vom Autor selbst durchgeführt, teils aus der Literatur entnommen. Die zyklische Ermüdung führt zu kürzeren Lebensdauern als rein statische Ermüdung und es wird ein verstärkter Effekt unter $R=-1$ festgestellt. Die Lebensdauer aus zyklischen Versuchen kann nicht mit einem statischen Modell vorhergesagt werden, ebenso liegen höhere Rissausbreitungsraten unter zyklischer Beanspruchung vor. Auch hier wird unter zyklischer Beanspruchung ein häufiger interkristalliner Bruch beobachtet, während unter monotoner Last die Anteile an transkristallinem Bruch größer erscheinen. Zusammenfassend werden die Mechanismen der zyklischen Rissausbreitung keramischer Werkstoffe erörtert. Dabei werden intrinsische und extrinsische Mechanismen unterschieden. Intrinsische Mechanismen erzeugen eine geschädigte Zone im Vorlauf der Rissspitze wie beispielsweise die Umwandlungsverstärkung in ZrO_2 , die unter zyklischer Beanspruchung zu einem reduzierten Abschirmungseffekt führt. Extrinsische Mechanismen führen zum Abbau von Brückenelementen und sorgen somit zur Erhöhung des an der Rissspitze anliegenden Spannungsfaktors.

Ebenfalls im Jahr 1991 beschreibt Guiu^[65] das Ermüdungsverhalten von Al_2O_3 unter statischer und zyklischer Beanspruchung. Die Bruchzeiten ergaben bei zyklischer Beanspruchung kleinere Werte als bei statischer. Die zyklischen Rissausbreitungsraten sind ebenfalls höher als die aus rein statischen Versuchen. Es konnte ein gesetzmäßiger Zusammenhang zwischen $\frac{da}{dN}$ und K_{max} entsprechend Gleichung 2.26 für zyklische Beanspruchungen ermittelt werden. Die Ergebnisse sind als linearisierte Wöhlerkurven in doppelt-logarithmischer Auftragung angegeben, wobei die Steigung als Inverse des Rissausbreitungsexponenten betrachtet wird. Statische Versuche zeigen hierbei durchweg höhere n -Werte als zyklische. Außerdem wird der Hinweis auf die Abhängigkeit der Mechanismen von der vorliegenden Rissgröße und somit dem R-Kurvenverhalten gegeben. Die zyklische Ermüdung wird damit direkt mit der Degradation von Brückenelementen in Verbindung gebracht. Die Wachstumsrate eines Risses ist somit abhängig von der Anzahl an Brückenelementen hinter der Rissspitze und dem Degradationsverhalten dieser. Demnach sind Werkstoffe mit ausgeprägtem

R-Kurvenverhalten stärker von zyklischer Ermüdung betroffen als andere. Diese These wird hier auf grobkörnige Werkstoffe wie Al_2O_3 beschränkt. Die Rissausbreitung unter Druck wird mit der Zerstörung von Brückenelementen beschrieben, nicht mit dem von Gratwohl^[62] und Horibe^[63] beschriebenen Keileffekt. Der Einfluss von intrinsischen Mechanismen wird angezweifelt, da diese ausschließlich durch K_{appl} beeinflusst werden, was den Ergebnissen teilweise widerspricht. Vor allem geometrische Einflüsse, ermittelt durch verschiedene Versuchsführungen, spielen eine Rolle, so dass auf eine starke Abhängigkeit von dem Rissspitzenstressintensitätsfaktor K_{tip} und damit extrinsischen Mechanismen geschlossen werden kann. Dieser Ansatz wurde später von Fett^[66] aufgegriffen und mit dem Modell der Brückenspannungen verknüpft. Hierin wird die Beschreibung des Rissausbreitungsverhaltens mit $\frac{da}{dN}$ über K_{max} unter Einbeziehung eines Brückenterms weiterentwickelt. Den Einfluss der Degradation von Brückenelementen konnte Lathabai^[67] in in Situ-Experimenten am Rasterelektronenmikroskop belegen. Die Erhöhung der Rissausbreitungsgeschwindigkeit durch Degradation von Brückenelementen wurde von Mutoh^[68] an Si_3N_4 und Al_2O_3 bestätigt, die interkristalline Bruchflächen und R-Kurvenverhalten durch Brückenbildung zeigen. Für beide Werkstoffe lagen die zyklischen Rissausbreitungsraten höher als die aus statischen Versuchen und die Rissausbreitungsexponenten fielen niedriger aus. SiC mit transkristallinem Rissverlauf zeigte im Gegensatz dazu keinen Ermüdungseffekt. Die Rissausbreitungskurven aus statischen und zyklischen Versuchen lagen deckungsgleich.

Weitere Arbeiten beschäftigen sich mit dem Einfluss von Umgebungsbedingungen. Choi^[69] beschreibt ein deutlich verlängertes zyklisches Lebensdauerverhalten im Vakuum im Vergleich zu Belastungen an Luft. Das weist auf einen ausgeprägten Effekt auf Basis von Spannungsrissskorrosion hin. Aber auch ohne unterstützendes unterkritisches Risswachstum tritt der zyklische Effekt im Vakuum an Al_2O_3 und Si_3N_4 auf. Daraus ergibt sich die Interpretation, dass der zyklische Ermüdungseffekt eine Überlagerung von zyklischer Degradation und unterkritischem Risswachstum ist. Der Hauptunterschied im Verhalten verschiedener Werkstoffe bei zyklischen Beanspruchungszuständen liegt nach Choi^[69] in der Reaktion auf Umgebungseinflüsse, der wahre Ermüdungseffekt ist in allen Fällen sehr ähnlich. Horibe^[70] hat dazu ebenfalls die zyklische Ermüdung an Si_3N_4 und Al_2O_3 im Vakuum vergleichend mit Versuchen an Luft untersucht. Ein zyklischer Ermüdungseffekt konnte in beiden Umgebungen beschrieben werden. Die auftretenden Rissausbreitungsgeschwindigkeiten lagen im Vakuum unter denen an Luft, was auf fehlendes unterkritisches Risswachstum zurückzuführen ist. An Luft kann Rissausbreitung bereits bei kleinen Spannungsintensitäten unterhalb von K_0 beobachtet werden. Alles deutet auf einen wahren zyklischen Ermüdungseffekt hin, der an Luft stark von unterkritischem Risswachstum beeinflusst wird. Die statische Rissausbreitung ist im Vakuum zu vernachlässigen, während an Luft bei gleicher Last hohe Rissausbreitungsra-

ten zu verzeichnen sind. Zyklisch können Risse in beiden Umgebungsmedien wachsen, wobei die Rissausbreitungsrate an Luft aber höher ist. Chen^[71] hat zusätzlich den Einfluss der Temperatur auf die Degradation von Brückenelementen untersucht. Mit steigender Temperatur wird der Brücken-Effekt gemindert. Bei sehr hohen Temperaturen kommt es zudem zum Erweichen der Glasphase und es kommt zu einem stärkeren Anstieg der Zähigkeit. Die zyklische Degradation wird bei erhöhten Temperaturen reduziert. Eine Übersicht der wichtigsten Arbeiten und Erkenntnisse des 20. Jahrhunderts liefert Ritchie^[72]. Seine Übersicht der Mechanik und Mechanismen von Ermüdungsschädigung sowie Ermüdungsrissausbreitung behandelt sowohl keramische als auch metallische Werkstoffe, deren Versagensverhalten unter zyklischer Beanspruchung vergleichend dargestellt wird. Vor allem die mechanismenbasierte Unterscheidung von intrinsisch und extrinsisch kontrollierten Rissen^[77] in Abhängigkeit des Werkstoffes ist ausführlich beschrieben. Das Rissausbreitungsverhalten von keramischen Werkstoffen und dessen Beschreibung mit verschiedenen Ansätzen basierend auf den oben genannten Mechanismen bildet einen wesentlichen Teil der Arbeit. Neben den bereits genannten Zusammenhängen zwischen $\frac{da}{dN}$ und K_{\max} wird auf die sich kaum unterscheidenden Bruchflächen unter monotoner und zyklischer Last hingewiesen. Der Mechanismus der zyklischen Degradation kann auf Basis der R-Kurven-Theorie beschrieben und experimentell belegt werden. Dabei steht wieder das Modell des Pull-out-Effektes im Vordergrund. Weiterhin wird der Einfluss von Umgebungsbedingungen aufgegriffen, indem das Hochtemperaturverhalten im Wesentlichen mit einer Reduktion des Abschirmungsanteils durch Brückenelemente erklärt wird. Abschließend wird das Versagensverhalten spröder und duktiler Materialien gegenübergestellt und die ΔK -Abhängigkeit metallischer Werkstoffe mit der K_{\max} -Abhängigkeit keramischer Werkstoffe verglichen.

Die bisher beschriebenen Mechanismen werden bis heute als grundlegende Ermüdungsmechanismen keramischer Werkstoffe beschrieben. Eine Ausnahme bildet die Rissausbreitung unter Druckbeanspruchung, die mit Hilfe des Keileffektes begründet wird. Dabei wird davon ausgegangen, dass Rissflankenfehlpassungen beziehungsweise Abriebpartikel zwischen Rissflanken bei Druckbelastung wie ein Keil wirken und es somit unter anliegender Druckbeanspruchung ebenfalls zur Rissausbreitung kommt. Diese These hielt sich als Erklärung des verstärkten Ermüdungsverhaltens bei Lastumkehr ($R < 0$)^[62,63,73,74] teilweise bis ins neue Jahrtausend (Awaji^[75]), wurde allerdings von Fett^[76] widerlegt.

Die zyklische Rissausbreitung extrinsisch verstärkter keramischer Werkstoffe kann zusammenfassend als Abbau extrinsischer Verstärkungselemente aufgrund wiederholter Beanspruchung der Reibkontakte innerhalb von Brückenelementen beschrieben werden^[77,78]. Durch den Brückenabbau kommt es zur wiederholten stabilen Rissausbreitung, die als Sättigungszustand zwischen Rissausbreitung und Rissausbreitungswiderstand angesehen wer-

den kann ^[79]. Die zyklische Rissausbreitung führt zur Reduktion des Rissausbreitungsexponenten n im Vergleich zu rein unterkritischem Risswachstum ^[78] und wird als wahrer zyklischer Ermüdungseffekt keramischer Werkstoffe beschrieben ^[80]. Unter Umgebungsbedingungen wird die zyklische Rissausbreitung immer durch unterkritisches Risswachstum unterstützt und teilweise sogar dominiert ^[81]. Dabei wird der Rissfortschritt zum einen durch die Anwesenheit von Wassermolekülen, zum anderen durch den kontinuierlichen Abbau erzeugter Verstärkungselemente bestimmt. In so genannten Post-fracture-tensile (PFT) Untersuchungen wurde der Abbau von Brückenelementen direkt in der Nachlaufzone der Rissspitze gemessen ^[82]. Die Versuche belegen den friktiven Verschleiß im Bereich der Brückenzone experimentell. Auch das zyklische Rissausbreitungswiderstandsverhalten kann mit Hilfe einer R-Kurve dargestellt werden ^[33, 83]. Der Verlauf von K_R mit steigender Risslängenänderung wird in diesem Fall für eine bestimmte Lastspielzahl angegeben. Zur Modellierung des Ermüdungsverhaltens behilft sich Chen ^[84] mit der Beschreibung der Vorgänge auf Basis des Pullout-Effektes, wie er aus faserverstärkten Verbundwerkstoffen bekannt ist. Dieser wird auf die Reibdegradation von Pullout-Brückenelementen von polykristallinen Keramiken übertragen. Die zyklische Ermüdung folgt einem Rissausbreitungsgesetz nach Paris mit einer ausgeprägten K_{\max} -Abhängigkeit und einer wenig ausgeprägten ΔK -Abhängigkeit. Die Mechanismen Pullout und Reibverschleiß werden für die Zähigkeitssteigerung und zyklische Ermüdung verantwortlich gemacht, was in einem Gleichgewicht zwischen Abschirmungs- und Degradationsakkumulation ausgedrückt wird. Dabei wird ein direkter Zusammenhang zwischen Verschleiß- und Rissausbreitungsrate vorgegeben. Die eigentliche Brückenzone wird über das Dugdale-Modell ^[47] beschrieben.

2.4 Schleifbearbeitung keramischer Werkstoffe

In den meisten Fällen erhalten keramische Bauteile ihre endgültige Form, die zur Erfüllung der geforderten Funktion gefordert ist, durch einen Schleifprozess. Die Schleifbearbeitung von keramischen Materialien führt immer zur Generierung von Defekten in Abhängigkeit der Stärke des Abtrages und der Zustellkraft ^[85]. Die hierbei entstehenden Risse werden in Longitudinal- und Lateralrisse unterschieden ^[86,87] (Abbildung 2.13). Lateralrisse liegen mit ihren geometrischen Abmessungen im Bereich derer von natürlichen Rissen, die aus dem Sinterprozess resultieren.

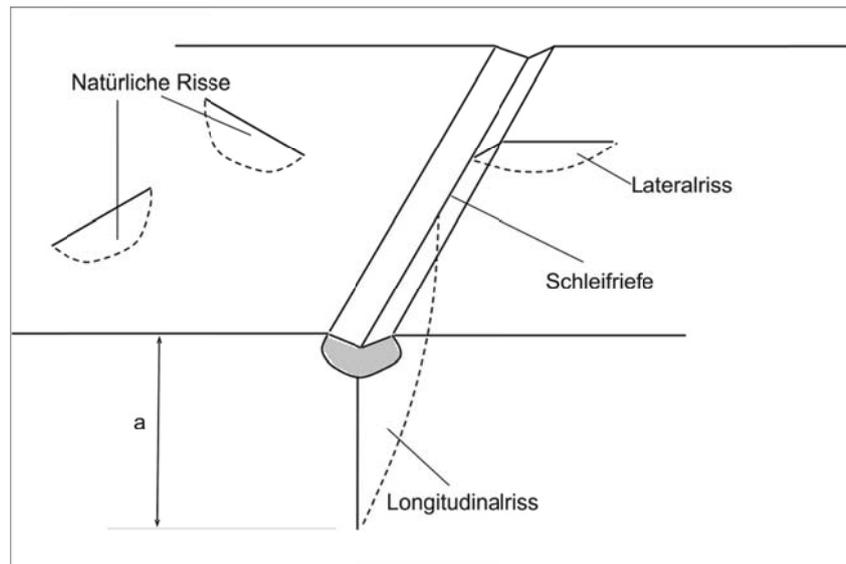


Abbildung 2.13: Schematische Darstellung der Entstehung von Rissen im Schleifprozess ^[87]

Longitudinalrisse sind Anordnungen von einzelnen kurzen Rissen in Bearbeitungsrichtung und können somit die vielfache Länge von natürlichen Rissen erreichen ^[87,88,89]. Abbildung 2.14 zeigt schematisch einen Longitudinalriss des Verhältnisses $c/a \approx 7$.



Abbildung 2.14: Schematische Darstellung eines Longitudinalrisses mit dem Verhältnis $c/a \approx 7$ bestehend aus fünf Einzelrissen

2.5 Aluminiumoxid (Al₂O₃)

Al₂O₃ kommt in zwei technisch wichtigen kristallographischen Modifikationen vor: der stabilen α -Phase und der metastabilen γ -Phase ^[26]. Die α -Phase kristallisiert in einer rhomboedrischen Struktur, bei der die Sauerstoffionen in einer hexagonal dichtesten Packung angeordnet und 2/3 aller Oktaederrücken mit Aluminiumionen besetzt sind. Diese so genannte Korundstruktur weist überwiegend Ionenbindungen mit einem 20-prozentigen Anteil an kovalenten Bindungen auf. Die γ -Phase besteht aus einer kubischen Struktur und entsteht meist beim Entwässern von Al(OH)₃ bei 450 °C. Sie wandelt sich bei höheren Temperaturen in die stabile α -Phase um. Aluminiumoxidpulver wird großtechnisch nach dem Bayer-Prozess aus Bauxit hergestellt. ^[26]

2.5.1 Gefügeentwicklung in Al₂O₃-Werkstoffen

Al₂O₃-Werkstoffe werden im Sinterverfahren hergestellt. Je nach Zusammensetzung kann eine Fest- oder Flüssigphasensinterung eintreten. Bis zu einem Reinheitsgrad von 99,98 Gew.-% Al₂O₃ kann von, wenn auch aufgrund von Verunreinigungen ungewolltem,

Flüssigphasensintern ausgegangen werden ^[26]. In der Flüssigphase werden sowohl Sinteradditive als auch Al_2O_3 gelöst. Als Sinteradditive werden bei Werkstoffen mit einem Al_2O_3 -Gehalt $< 99,5$ Gew.-% Ton oder Kaolin sowie Silicate, bei Werkstoffen mit einem Al_2O_3 -Gehalt $> 99,5$ Gew.-% MgO oder andere Magnesiumverbindungen zugesetzt. Die MgO-Dotierung führt im Fall des Flüssigphasensinterns zur Hemmung von diskontinuierlichem Kornwachstum ^[90,91]. Außerdem wird der MgO-Dotierung die Bildung von ebenen Korngrenzen zugeschrieben ^[92]. Die beim Sintern entstehenden Flüssigphasen bilden zwischen den einzelnen globularen Kristalliten dünne Filme sowie größere Ansammlungen an Tripelpunkten ^[93], die weitgehend glasartig erstarren ^[26]. Die Dicke des Glasphasenfilms beträgt $1,2 - 2$ nm ^[94], die Seitenlängen der Ansammlungen an Tripelpunkten erreichen $100 - 500$ nm ^[93]. Im Fall des Festphasensinterns von hochreinem Al_2O_3 ($> 99,999$ Gew.-%) wirkt sich eine zunehmende MgO-Konzentration in einer steigenden Korngröße aus ^[95].

2.5.2 Gefügeabhängige mechanische Eigenschaften von Al_2O_3

Als Strukturwerkstoff wird häufig grobkörniges Aluminiumoxid mit mittleren Korndurchmessern von $7 - 10$ μm eingesetzt. Im Bereich dieser Korngröße sind Rissausbreitungswiderstandsmechanismen am stärksten ausgebildet ^[96]. Aufgrund der globularen Ausbildung der Al_2O_3 -Körner wirken ausschließlich elastische Brücken und Reibbrücken. Voraussetzung dafür ist interkristallines Rissausbreitungsverhalten, das bei Al_2O_3 -Werkstoffen mit einer Reinheit von weniger als $99,98$ Gew.-% aufgrund der Ausbildung einer amorphen Sekundärphase zu beobachten ist ^[26]. Die Anisotropie der thermischen Ausdehnungskoeffizienten spielt hierbei eine übergeordnete Rolle. Aufgrund dieser elastischen Anisotropie kann es durch Spannungszustände zur Ausbildung von Mikrorissen, vor allem entlang der Korngrenzen, kommen ^[97,98]. Die Verteilung der Mikrorisse beschreibt den Pfad der Rissausbreitung durch angelegte Lasten ^[98]. Analog können durch die elastische Anisotropie Druckspannungen vorliegen. Sie wirken sich entsprechend positiv auf die Stärke von Reibbrücken aus und wirken einer instabilen Rissausbreitung entgegen ^[36,99]. Ein hoher Anteil an Reibbrücken erlaubt die Erhöhung des Rissausbreitungswiderstandes im Verlauf einer Rissausbreitung über Strecken von Millimetern ^[100]. Dieser große Bereich kommt einem hohen Potential an stabiler Rissausbreitung gleich und kann zyklisch vollständig degradiert werden. Diese Tatsache führt zu dem stark ausgeprägten Ermüdungseffekt vieler Al_2O_3 -Werkstoffe.

2.6 Siliziumnitrid (Si_3N_4)

Siliziumnitrid ist überwiegend kovalent gebunden und besitzt wie andere Nitride keinen Schmelzpunkt, sondern zersetzt sich unter Normaldruck bei 1877 °C ^[26]. Die beiden wichtigen Modifikationen des Siliziumnitrid sind α - und β - Si_3N_4 . Die Modifikationen sind aus leicht verzerrten Si_3N_4 -Tetraedern aufgebaut und unterscheiden sich durch die unterschiedliche Verknüpfung der Tetraeder.

α -Si₃N₄ mit der Stapelfolge ABCD kristallisiert in der trigonalen Raumgruppe P31c (Abbildung 2.15). Durch die Schichtfolge entstehen große Gitterhohlräume. Im Bereich der Sintertemperaturen (ab ca. 1400°C) wandelt sich die α -Modifikation in Anwesenheit von Verunreinigungen, insbesondere von Sauerstoff, in die β -Modifikation um, da sie die thermodynamisch stabilere Modifikation bei höheren Temperaturen ist. [26]

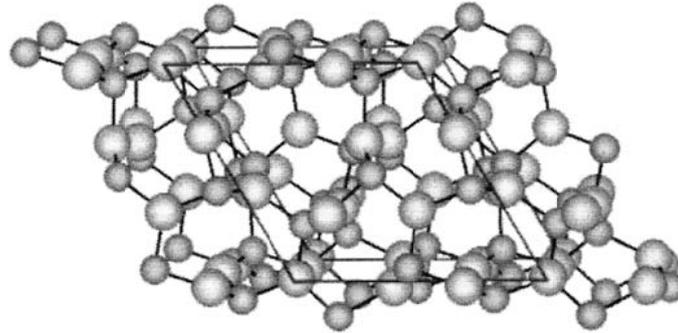


Abbildung 2.15: Struktur von α -Si₃N₄ [26]

Die β -Modifikation kristallisiert in der hexagonalen Raumgruppe P6₃ und besitzt die Stapelfolge ABAB (Abbildung 2.16). Im Gegensatz zu α -Si₃N₄ bilden sich im β -Si₃N₄ aufgrund der Stapelfolge Kanäle mit einem Durchmesser von 0,15 beziehungsweise 0,09 nm. [26]

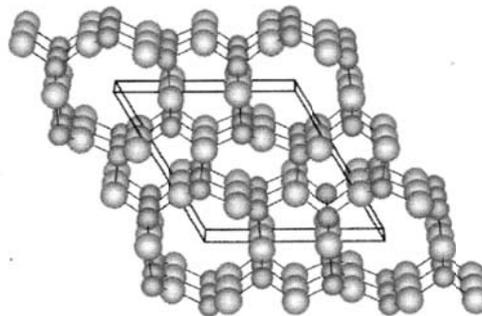


Abbildung 2.16: Struktur von β -Si₃N₄ [26]

2.6.1 Gefügeentwicklung in Si₃N₄-Werkstoffen

Siliziumnitrid kann reaktionsgebunden durch die Nitrierung von reinem Silizium gesintert oder durch Heißpressen hergestellt werden. Die in dieser Arbeit betrachtete Siliziumnitridkeramik wurde im Sinterprozess hergestellt. Dabei beeinflusst das Ausgangspulver die späteren Eigenschaften des Bauteils wesentlich. Sehr feines Pulver wird mit Sinteradditiven vermischt und anschließend gesintert. Es wird zwischen drucklosem Sintern (SSN, 0,1 MPa), Gasdrucksintern (GPSN, bis 10 MPa) und heißisostatischem Pressen (HIPSN, bis zu 200 MPa) unterschieden. Der Sinterprozess erfordert bei Siliziumnitridkeramiken aufgrund der starken kovalenten Bindungen und des daraus sehr geringen Diffusionskoeffizienten die Bildung einer flüssigen Phase, die aus den Additiven gebildet wird. Deeley [101] zeigte als erster die Herstellung von gesinteter Si₃N₄-Keramik unter Bildung einer Flüssigphase aus Additiven.

Die häufigsten Additive sind Y_2O_3 [102], seltene Erden [103], Al_2O_3 [102] und MgO [26,104]. Während der eigentlichen Verdichtung findet bei der Verwendung von α - Si_3N_4 -reichem Pulver durch Lösung und Wiederausscheidung eine Phasenumwandlung statt. Sie stellt das erste Stadium der Gefügebildung von Si_3N_4 dar [26]. Das zweite Stadium beinhaltet das Kornwachstum der β -Kristallite. Deren hexagonale Kristallsymmetrie führt zu einem bevorzugten Wachstum in Richtung der c-Achse [105]. Hieraus entsteht die charakteristische Nadelform des Gefüges. Die Gefügeentwicklung wird entscheidend durch den α/β -Anteil [106] und die Größenverteilung der β -Teilchen [107] im Ausgangspulver bestimmt. Bei Verwendung von reinem β -Pulver entstehen feinkörnige, globulare Gefüge, während der Einsatz α -reicher Pulver zu nadelförmigen Gefügen führt [26]. Der größte Teil der Sinteradditive liegt im fertigen Bauteil als amorphe oder teilkristalline Sekundärphase vor [108]. Zwischen benachbarten Siliziumnitridkörnern existieren ebene, nicht kristallisierbare 1-2 nm [26] dicke Korngrenzfilme, an Tripelpunkten kristallisierbare Ansammlungen der Sekundärphase [103,109]. Die Filmdicke ist innerhalb eines Werkstoffes konstant und hängt allein vom Additivgehalt ab [110].

2.6.2 Gefügeabhängige mechanische Eigenschaften von Si_3N_4

Moderne Hochleistungskeramiken aus Si_3N_4 zeigen in den meisten Fällen eine Gefügestruktur aus gestreckten β -Körnern, die aufgrund ihrer Morphologie hohe Festigkeiten erzeugen. Die Rissausbreitungs- und Risswiderstandsmechanismen werden signifikant von der Kornmorphologie und der Grenzflächenfestigkeit zwischen amorpher Sekundärphase und Körnern gesteuert. Langgestreckte Körner können den Bereich der Rissflanken unmittelbar hinter der Risspitze überbrücken [111] und somit elastische Brücken ausbilden. Schwächere Korngrenzenfestigkeiten sorgen für eine vermehrte Aktivierung von friktiven Verstärkungsmechanismen und führen schließlich zu einer Erhöhung der Bruchzähigkeit [112]. Die Schwächung der Korngrenzflächenfestigkeit kann entsprechend Kapitel 2.6.1 durch Änderung des Additivgehaltes und der –zusammensetzung erfolgen. Becher [113] untersuchte die Festigkeiten von Korngrenzflächen mit Hilfe von Indenter-Versuchen. Dabei wurde untersucht, ab welchem kritischen Winkel ein Korn von einem auftreffenden Riss geschnitten wird oder aber eine Grenzflächenablösung entlang des Korns eintritt. Zusätzlich wurde im Falle der Ablösung die Ablöselänge gemessen. Beide Größen sind mit der Ablöseenergie verknüpft. Weitere Untersuchungen zur Abhängigkeit der mechanischen Eigenschaften von Korngröße, Kornmorphologie und des Streckungsgrades wurden von Becher et al. [114,115] durchgeführt. Des Weiteren bewirkt die Beschaffenheit der amorphen Sekundärphase eine starke Auswirkung auf das unterkritische Risswachstum. Bhatnagar [116] konnte zeigen, dass eine feuchte Umgebung zu deutlich höheren Rissausbreitungsraten als eine trockene Umgebung in oxinitridischen Gläsern führt.

Nach dem von Fünfschilling ^[117] modifizierten Satet-Modell ^[118] kann das Rissausbreitungsverhalten in β -Si₃N₄-Gefügen mit hinreichend hohem Streckungsgrad in drei Mechanismen unterschiedlicher Stärke unterteilt werden. Im ersten Fall wirken vor allem diejenigen Körner rissüberbrückend, die senkrecht beziehungsweise bis zu einem materialabhängigen Grenzwinkel zur Rissausbreitungsrichtung und den Rissflanken ausgerichtet sind (Typ-I-Körner). Die Überbrückung erfolgt ringförmig entlang des Umfanges der Körner (Abbildung 2.17 links). Die Überbrückung erfolgt über eine gewisse Risslänge anhand mehrerer Körner, die alle zur Abschirmung der Rissspitze beitragen (Abbildung 2.17 rechts). Körner, die weiter von der Rissspitze entfernt liegen, müssen eine größere Rissöffnung überbrücken und somit höheren wirksamen Belastungen standhalten. Erreicht die Rissöffnung einen kritischen Wert, bei dem die Risszähigkeit des Kornes erreicht wird, versagt das Korn und der Riss kann sich stabil verlängern. Die extrinsische Zähigkeit des Werkstoffes kann somit maximal bis zum Zähigkeitswert eines Einzelkornes gesteigert werden. Diese Art der Überbrückung kommt einer elastischen Brücke gleich.

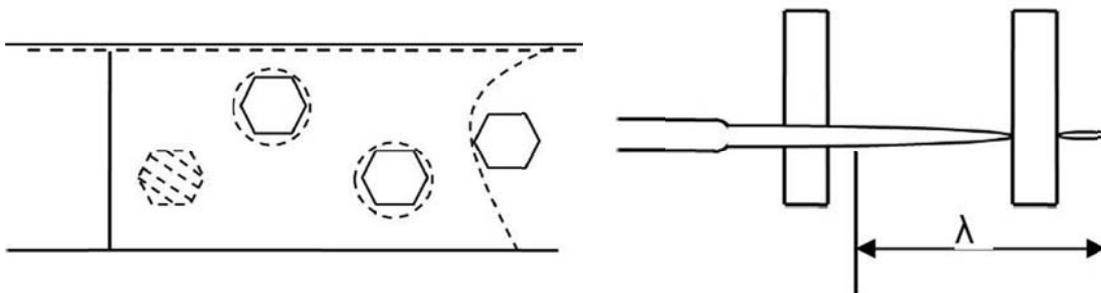


Abbildung 2.17: Darstellung des wirksamen Mechanismus von Typ-I-Körnern als Draufsicht (links) und Seitenansicht (rechts) nach Fünfschilling ^[117]

Als zweiter Mechanismus, dargestellt in Abbildung 2.18, wirken vor allem Ablöseeffekte der Grenzflächen an Körnern, die in einem Winkel größer als der angesprochene Grenzwinkel beziehungsweise parallel zur Rissausbreitungsrichtung ausgerichtet sind (Typ-II-Körner). Die Ablösung der Grenzfläche führt zunächst zum Abbau von Verformungsenergie und damit ebenfalls zur Entlastung der Rissspitze. Des Weiteren kann sich zwischen den nun frei vorliegenden Flächen aufgrund thermischer Fehlpasungen ein Friktionskontakt aufbauen, der als Reibbrücke ebenfalls zur Abschirmung der Rissspitze beiträgt. Der Friktionskontakt kann im Gegensatz zu den überbrückenden Körnern zyklisch abgebaut werden.

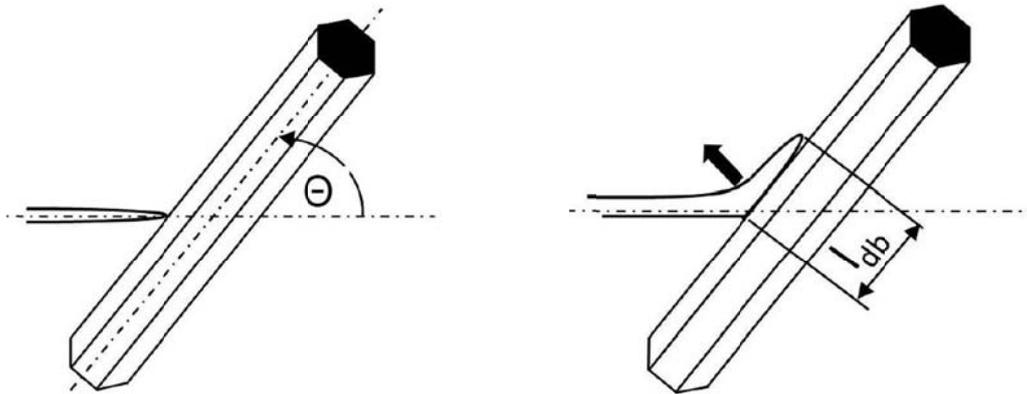


Abbildung 2.18: Grenzflächenablösung in Abhängigkeit des Lagewinkels eines Kornes nach Fünfschilling [17]

Im dritten Fall kommen Pullout-Effekte an einzelnen gebrochenen Körnern zum Tragen, indem diese nach Ablösen der sie umgebenden Grenzfläche aus dieser herausgezogen werden. In ihrer Stärke sind Pullout-Brücken nicht mit den ersten beiden vergleichbar und spielen dementsprechend eine untergeordnete Rolle. Zudem ist ihre Wirksamkeit auf den Bereich großer Risslängenänderungen beschränkt. Die drei unterschiedenen Mechanismen wirken entlang der R-Kurve mit unterschiedlicher Gewichtung. Die typische R-Kurve kann nach dieser Abhängigkeit, wie in Abbildung 2.12 dargestellt, in drei Bereiche eingeteilt werden. Im Bereich I dominieren die von Typ-I-Körnern verursachten elastischen Brücken und führen zu einem sehr raschen Anstieg des Rissausbreitungswiderstandes mit zunehmender Risslängenänderung. Schon nach kurzer Risslängenänderung ist die starke Wirkung dieses Mechanismus erschöpft, da die zunehmende Risslängenänderung zwangsläufig eine größere Rissöffnung mit sich bringt. In Abhängigkeit der Rissöffnung versagen erste Typ-I-Körner. Die weitere Steigerung des Rissausbreitungswiderstandes im Bereich II der R-Kurve wird durch eine zunehmende Anzahl an Grenzflächenablösungen erreicht, für die Typ-II-Körner verantwortlich sind. Am Übergang des Bereiches II zum Bereich III werden erste Pullout-Brücken wirksam, nachdem die zu diesem Zeitpunkt maximal mögliche Rissöffnung hinreichend große Relativbewegungen zwischen den Rissflanken zulässt. Gleichzeitig ist die Anzahl an überbrückten Grenzflächenablösungen erreicht, so dass dieser Mechanismus seine Dominanz verliert.

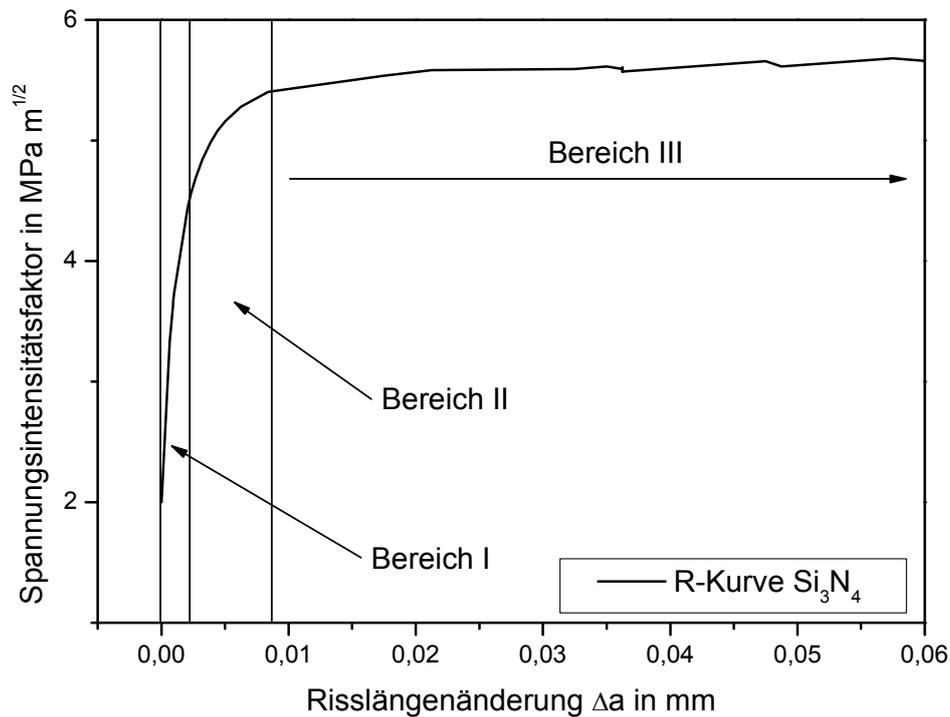


Abbildung 2.19: Einteilung der R-Kurve von Si₃N₄^[117] in drei Bereiche in Abhängigkeit des dominierenden Verstärkungsmechanismus

Je nach Mikrostrukturausbildung unterscheidet sich der Wirkanteil der einzelnen Brückentypen und es ergeben sich für jede Gefügeausbildung verschiedene R-Kurvenverläufe. Ausschlaggebend sind dabei vor allem der mittlere Durchmesser der Si₃N₄-Körner und deren Streckungsgrad. Ein hoher Anteil an elastischen Brücken erzeugt eine hohe Festigkeit und der gleichzeitig geringere Anteil an Reibbrücken führt zu einem vergleichsweise schwach ausgeprägten Ermüdungseffekt in β-Si₃N₄-Gefügen, da nur wenige Reibbrücken zur Degradation zur Verfügung stehen. Ein hoher Anteil an Reibbrücken führt zu einer sanft ansteigenden R-Kurve und damit zu einem ausgeprägten Ermüdungseffekt. Die dadurch bedingte geringere Menge an elastischen Brücken führt aber gleichzeitig zu einer geringeren maximal erreichbaren Festigkeit.

3 Versuchsmaterial und Probenformen

3.1 Al₂O₃ F99,7

Als Aluminiumoxid-Werkstoff wurde Frialit F99,7 der Firma Friatec AG untersucht. Es handelt sich hierbei um ein grobkörniges Aluminiumoxid mit einer Reinheit von mindestens 99,7 Ma.-% Al₂O₃. Weitere chemische Bestandteile sind MgO, SiO₂ und Na₂O, die als Sinterhilfsmittel dienen. Das Material wird im Sinterprozess bei einer Temperatur von 1800 °C nach vorangegangenen kaltisostatischem Pressen (CIP) hergestellt. Das untersuchte Probenmaterial besaß einen mittleren Korndurchmesser von $d_0 = 7 \mu\text{m}$. Eine Gefügeaufnahme ist in Abbildung 3.1 dargestellt.

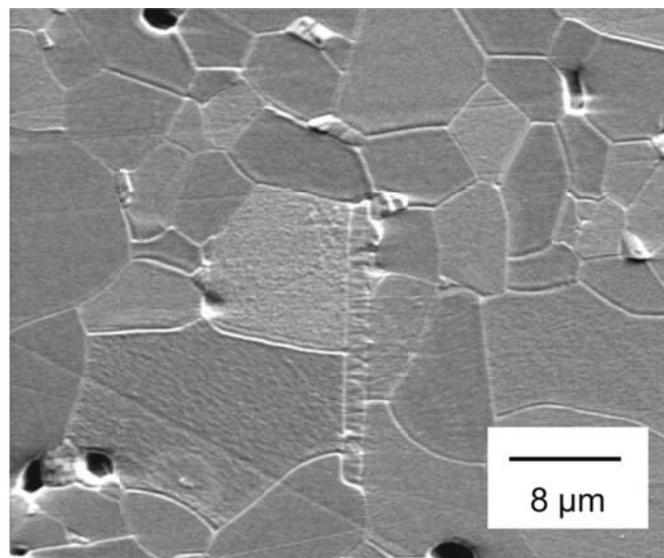


Abbildung 3.1: Gefügeaufnahme F99,7

F99,7 wurde bereits in den Arbeiten von Nejma^[119,120,121] im Rahmen des SFB 483 im Hinblick auf einachsige Beanspruchungszustände unter isothermen, zyklischen sowie thermomechanischen Beanspruchungen untersucht. Die Arbeiten von Erbacher^[122,123] beschreiben das Schädigungsverhalten unter friktiver Beanspruchung vor allem im Hinblick auf die Änderung beziehungsweise Entstehung von oberflächennahen Eigenspannungszuständen. Festigkeitsuntersuchungen im Rahmen der oben genannten Arbeiten ergaben charakteristische Festigkeitswerte nach Weibull von $\sigma_c = 350\text{-}390 \text{ MPa}$. Die in dieser Arbeit verwendete Festigkeitsverteilung entstammt zweier Versuchsreihen von Nejma^[121] sowie einer Versuchsreihe von Fett und Nejma^[124], die an Proben der gleichen Charge am gleichen Prüfstand durchgeführt wurden. Die gesamte ausgewertete Stichprobe umfasst 60 Festigkeitswerte und stellt somit in statistischer Hinsicht eine sehr gute Vergleichsdatenbasis dar. Die charakteristische Festigkeit ergibt sich danach zu $\sigma_c = 382 \text{ MPa}$, der korrigierte Weibull-Modul zu

$m_{unb} = 12$. Diese Angaben stehen in Einklang mit den Herstellerangaben, die eine Mindestfestigkeit von $\sigma_0 = 350$ MPa und einen Weibull-Modul von $m > 10$ vorgeben ^[125]. Ebenfalls von Fett und Nejma ^[124] wurden Rissausbreitungsparameter ermittelt. Dabei konnte ein Rissausbreitungsexponent für unterkritisches Risswachstum von $n = 43$ bestimmt werden. Aufgrund seiner groben globularen Kornstruktur zeigt F99,7 mit steigender Risslängenänderung eine langsam ansteigende R-Kurve. Die in Abbildung 3.2 gezeigten Daten zum R-Kurvenverlauf wurden im Rahmen der Arbeiten des SFB 483 von S. Fünfschilling gemessen und mit den von Fett et al. ^[126] beschriebenen Methoden im Anfangsbereich angepasst. Daraus ergibt sich ein kurzer Steilanstieg in einem Bereich von 15 bis 20 μm (Bereich I), der in einen langsameren Anstieg über weitere 500 μm (Bereich II) übergeht. Im Gegensatz zu aus der Literatur bekannten R-Kurvenverläufen für Al_2O_3 -Keramiken ^[33,96] wurde hier das Hauptaugenmerk auf den Anfangsbereich der R-Kurve gelegt, da das Versagen ausgehend von natürlich Fehlern durch den Rissausbreitungswiderstand im Bereich I charakterisiert ist. Die ermittelten Daten wurden mit Hilfe der mathematischen Beschreibung aus Gleichung 2.25 angepasst und ergeben die in Abbildung 3.2 angegebenen Parameter. Dabei wurde $C_0 = 2 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ als Startwert vorgegeben. Der dritte Koeffizient ergibt sich zu $C_3 = 0$, analog dazu entfällt der Exponent λ_3 .

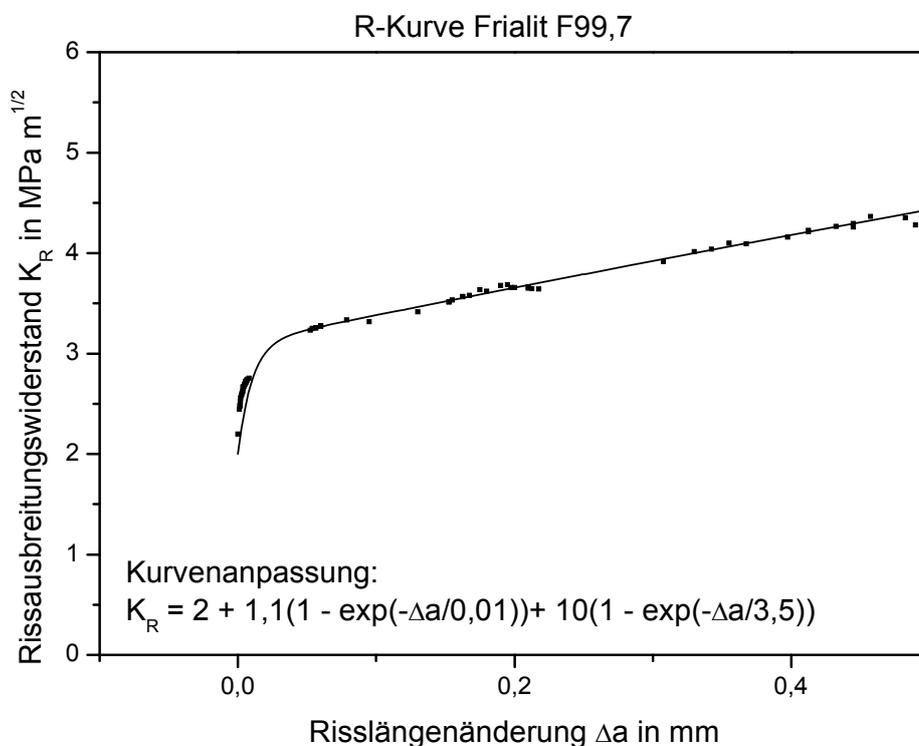


Abbildung 3.2: R-Kurve des Al_2O_3 -Werkstoffes Frialit F99,7 (S. Fünfschilling)

Von Nejma ^[121] wurde das zyklische Ermüdungsverhalten im Zug-Druck- und Vier-Punkt-Biegeversuch untersucht. Die Wöhlerkurven dazu sind in Abbildung 3.3 dargestellt.

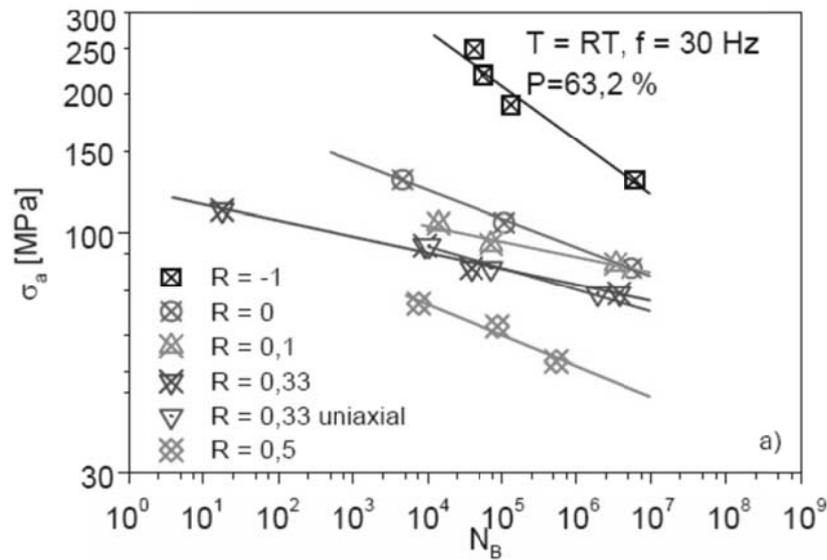


Abbildung 3.3: Wöhlerkurven nach Nejma ^[121] für verschiedene Spannungsverhältnisse bei Raumtemperatur

Die einzelnen Symbole stellen charakteristische Bruchlastspielzahlen nach Weibull (Kapitel 2.2.1) auf Basis von jeweils acht bis zehn Versuchen dar. Die dargestellten Ergebnisse wurden dieser Arbeit als Vergleichsdatenbasis zu Grunde gelegt.

3.2 Si₃N₄ SL 200 BG

Als Siliziumnitrid-Werkstoff wurde die kommerziell verfügbare Zusammensetzung SL 200 BG der Firma Ceramtec verwendet. Das Ausgangspulver setzt sich aus einem Si₃N₄-Anteil von 94 Ma.-% und dem Sinteradditivsystem Al₂O₃ und Y₂O₃ zusammen, das zu je 3 Ma.-% enthalten ist. Nach Abschluss des Sinterprozesses ergibt sich so ein Anteil an Sekundärphase von ca. 12 Ma.-%. Die Pulveraufbereitung sowie die Grünkörperherstellung mittels Axial- und kaltisostatischem Pressens (CIP) wurden am Institut für Keramik im Maschinenbau (IKM) des Karlsruher Instituts für Technologie durchgeführt. Der anschließende Sinterprozess wurde von Ceramtec übernommen. Damit konnte eine gleich bleibende und chargenunabhängige Qualität des gesamten Probenmaterials gewährleistet werden. Die Morphologie des Gefüges stellt sich hauptsächlich als lang gestreckte β-Körner mit einem mittleren Korndurchmesser von 0,7 μm bei einem mittleren Streckungsgrad von 3 dar.

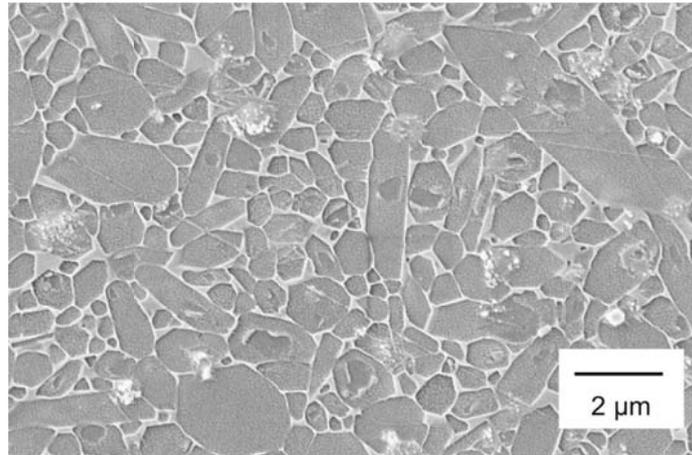


Abbildung 3.4: Gefügaufnahme SL 200 BG

In Festigkeitsmessungen wurde der Werkstoff zunächst einer Grundcharakterisierung in Form von Festigkeitsmessungen unterzogen (Abbildung 3.5) und mit den vorhandenen Daten einer Grundcharakterisierung im Rahmen eines Projektes des Technical Committee 6 „Ceramics“ (TC6) der European Structural Integrity Society (ESIS)^[127] verglichen.

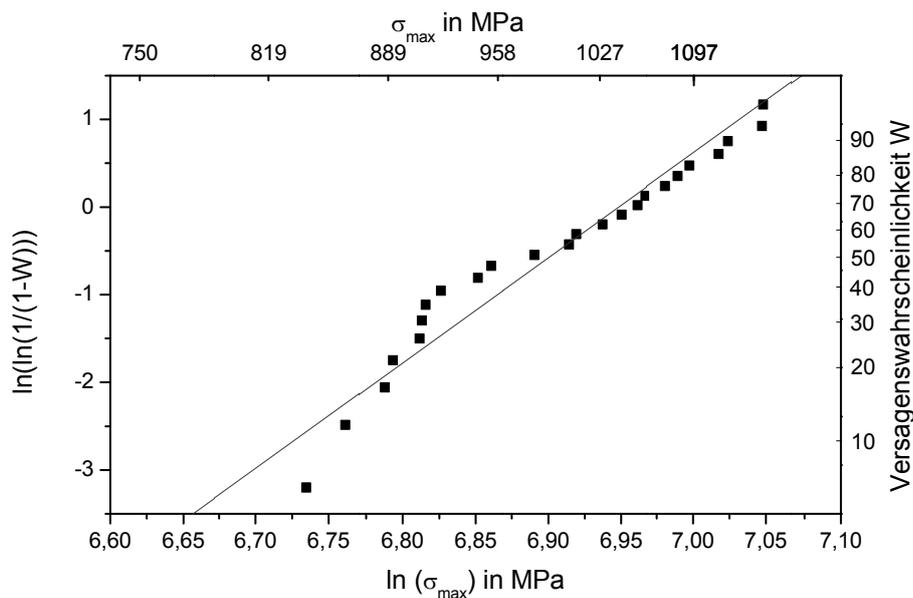


Abbildung 3.5: Festigkeitsverteilung von SL 200 BG dargestellt im Weibull-Diagramm

Die charakteristische Festigkeit betrug $\sigma_c = 1044$ MPa bei einem korrigierten Weibull-Modul von $m_{unb} = 11,5$. Die ermittelte Festigkeit liegt damit bei vergleichbarem Modul deutlich höher als die in Lube^[127] mit 867 MPa angegebene. Die Konfidenzintervalle der Festigkeitsverteilung beider Messreihen überlappen nicht. Aufgrund des hohen Festigkeitsniveaus versagten die Proben in allen Fällen in vier bis zehn Bruchstücken. Die hohe Anzahl an Bruchstücken

ist nach Kolsky^[128] auf die Ausbreitung von Spannungswellen und deren Reflexion zurückzuführen.

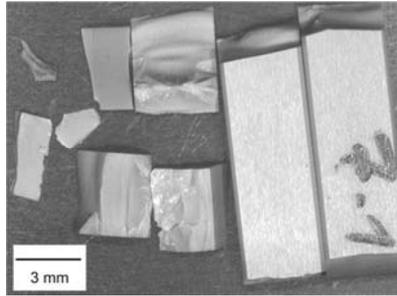


Abbildung 3.6: Bruchstücke einer Si₃N₄-Probe nach Bestimmung ihrer Festigkeit

Die aus der Gefügestruktur resultierende R-Kurve besitzt einen sehr steilen Anstieg, einen kurzen Übergangsbereich und einen flachen Verlauf bis hin zu hohen Risslängenänderungen.

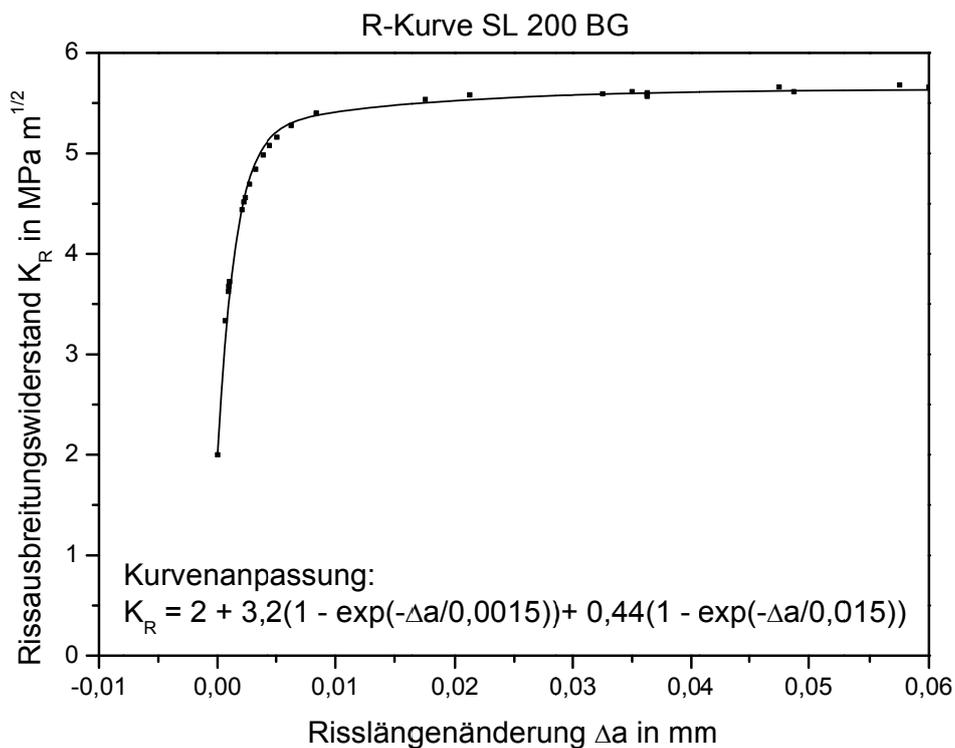


Abbildung 3.7: R-Kurve des Si₃N₄-Werkstoffes SL 200 BG (S. Fünfschilling^[40])

Abbildung 3.7 zeigt den Verlauf der R-Kurve von SL 200 BG nach Fünfschilling^[40]. Die Anpassung wurde ebenfalls mit Hilfe der mathematischen Beschreibung nach Gleichung 2.25 durchgeführt. Als Startwert wurde wiederum $C_0 = 2 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ gewählt. Der Koeffizient des vierten Summanden ergibt sich zu $C_3 = 0$ und λ_3 entfällt.

3.3 Vier-Punkt-Biegeproben

Die 4-Punkt-Biegeproben wurden normgerecht^[129] mit den Abmessungen 45x4x3 mm³ hergestellt. Der Sintervorgang der in dieser Arbeit verwendeten Siliziumnitridkeramik erfolgte in Form von rechteckigen Platten, aus welchen die spätere Probengeometrie herausgetrennt und von der Firma Wörner-Technische Keramik im Schleifverfahren endbearbeitet wurden. Die Schleifbearbeitung wurde an allen Proben mit der Qualität D25 durchgeführt, die die geforderte Mindestfeinheit der Qualität D46 nach DIN EN 843-1^[129] unterschreitet. In diesem Zustand wiesen die Proben ihre endgültigen Abmaße, allseitig geschliffene Flächen sowie zwei definierte Fasen auf der späteren Zugseite auf. Vor den Versuchen wurden zusätzlich die weiteren Fasen auf der Druckseite angeschliffen, um eine plane Auflage der lasteinleitenden Rollen zu gewährleisten. Die Abmaße der gesinterten Siliziumnitridplatten und der angelieferten Biegestäbchen sind in Abbildung 3.8 veranschaulicht. Die während des Trenn- und Schleifprozesses zur Herstellung der endgültigen Abmaße der Probengeometrie unvermeidbare Riefenbildung auf den Oberflächen und Kanten führen bei unzulässiger Riefentiefe und Kerbschärfe zu erhöhten Spannungswerten im Kerbgrund der Riefen. Bei den untersuchten Proben wurden die Schleifriefen deshalb auf ihre Toleranz hin untersucht. Da deren Tiefe jeweils < 1 µm betrug und deutliche Verrundungen vorlagen, konnte von einer wesentlichen Beeinträchtigung der ermittelten Messwerte aufgrund eines Kerbeinflusses der Schleifriefen abgesehen werden. Die Schleiforientierung an den Kanten und auf den Oberflächen verlief bei allen untersuchten Proben linear, parallel zur Längsrichtung und ermöglichte somit reproduzierbare Messergebnisse.

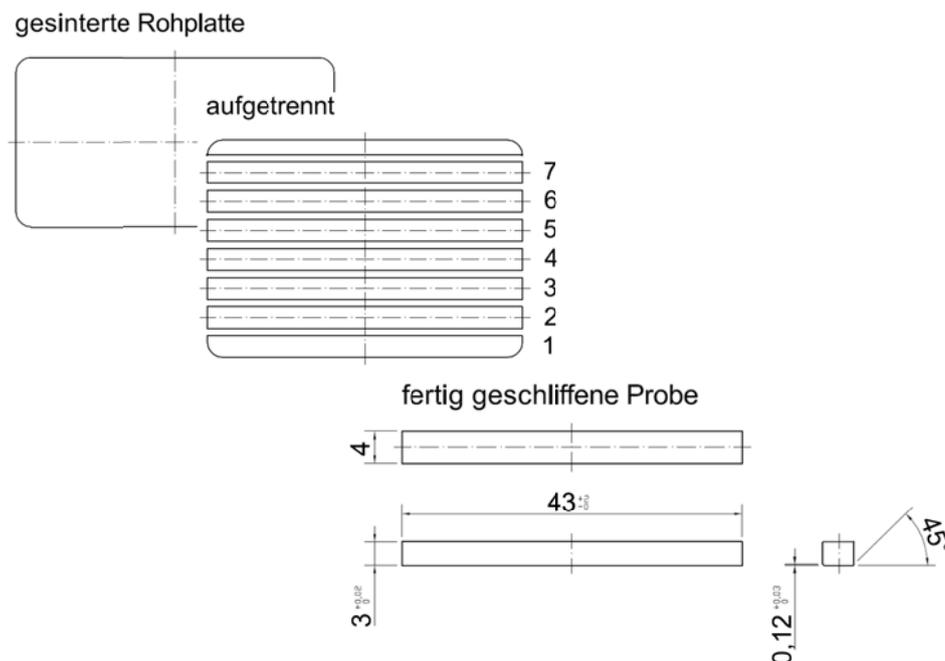


Abbildung 3.8: Präparation und Probenmaße nach DIN EN 843-1^[129]

3.4 Torsionsproben

Die Geometrie der Torsionsproben wurde für beide Werkstoffe gleich gewählt. Ebenso wurde eine mit den Ergebnissen aus ^[120] vergleichbare Geometrie gewählt. Die Abmessungen sind in Abbildung 3.9 dargestellt.

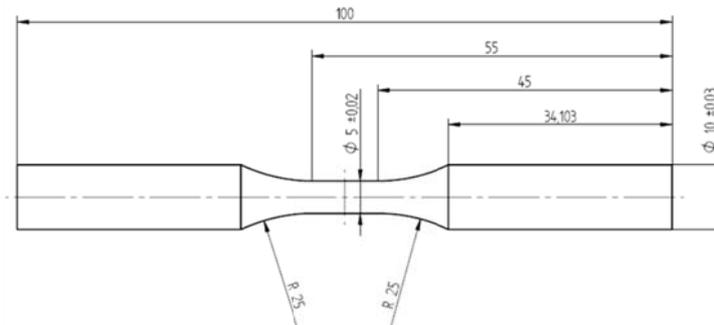


Abbildung 3.9: Geometrische Abmessungen Torsionsprobe

3.4.1 Al_2O_3 -Torsionsproben

Die Al_2O_3 -Proben wurden am Institut für Werkstoffkunde I aus Aluminiumoxid Rundstäben der Zusammensetzung F99,7 gefertigt. Die Rundstäbe wurden nach dem Längsschleifverfahren mit Hilfe eines Stiftschleifsystems gefertigt (Abbildung 3.10 links). Während der Schleifstift mit einer Drehzahl von 40 000 1/min rotiert, dreht sich der Probenrohling mit 50 1/min. Daraus ergibt sich eine Ausrichtung der Schleifriefen längs der Probenachse.



Abbildung 3.10: Längsschleifverfahren (links), Probenrohling und fertige Probe (rechts)

3.4.2 Si_3N_4 -Torsionsproben

Die Si_3N_4 -Proben wurden extern von der Firma Wörner-Technische Keramik bearbeitet. Technisch war lediglich die Probenbearbeitung im Querschleifprozess realisierbar. Die Proben wurden dabei in einem Arbeitsgang mit einer in Probenform profilierten Schleifscheibe der Qualität D25 geschliffen. Die Qualität der Probenoberfläche ist mit der der Al_2O_3 -Proben vergleichbar. Die Schleifrichtung liegt jedoch senkrecht zur Probenachse.

4 Versuchseinrichtungen und Versuchsdurchführung

4.1 Vier-Punkt-Biegeversuche

Zur Bestimmung der mechanischen Festigkeitskennwerte von Keramiken hat sich der genormte Vier-Punkt-Biegetest ^[129] etabliert. Hierbei wird eine balkenförmige Biegeprobe ($3 \times 4 \times 45 \text{ mm}^3$) entweder monoton oder zyklisch belastet. Die Werkstoffprüfung wird sowohl bei Raumtemperatur als auch isotherm bei hohen Temperaturen bis zu 900°C durchgeführt. Die Untersuchungen wurden mit einer elektrodynamischen Prüfmaschine mit Linearmotor-Antriebstechnik vom Typ Instron Electropuls 3000 durchgeführt. Die Prüfmaschine kann eine maximale Prüfkraft von 3 kN aufbringen. Zum Aufheizen der Proben wurde ein Strahlungsofen mit einer maximalen Leistung von bis zu 4 kW (vgl. Abbildung 4.1 Mitte) verwendet. Die Messung der Temperatur erfolgte berührungslos mittels eines Pyrometers. Um einen definierten Emissivitätskoeffizienten sicherzustellen, wurden die Proben mit einem Thermographielack mit konstantem Emissionsgrad lackiert. Die Pyrometerkalibrierung wurde mit Hilfe eines Thermoelementes und einer angebohrten Kalibrierprobe durchgeführt. Bei allen Versuchsreihen wurde die Belastung mittels einer Vier-Punkt-Biege-Vorrichtung (vgl. Abbildung 4.1 links) aufgebracht. Die funktionelle Ausführung dieser Vorrichtung entspricht DIN-EN 843-1 ^[129]. Die Versuchsvorrichtung wurde so ausgeführt, dass sie bei monotoner sowie zyklischer Versuchsführung unter Raum- und Hochtemperaturbedingungen eingesetzt werden kann. Die Ausführung der Konstruktion erlaubt weitgehend den Ausschluss von unerwünschten Einflüssen auf das Versuchsergebnis, wie z.B. der Reibung zwischen Last- beziehungsweise Stützrollen und dem Probekörper oder den bei mangelnder Planparallelität entstehenden Torsionsmomenten zwischen der Zug- und Druckseite der Biegeproben. An der Si_3N_4 -Variante SL 200 BG wurden zunächst Inertfestigkeitsmessungen durchgeführt. Die Prüfgeschwindigkeit betrug 1000 MPa/s , um den Einfluss von unterkritischem Risswachstum ausschließen zu können. Anschließend wurden Ermüdungsversuche mit einem Spannungsverhältnis von $R = 0,1$ und $R = 0,5$ kraft geregelt bei einer Belastungsfrequenz von 60 Hz durchgeführt. Zur Ermittlung einer Wöhlerkurve wurden jeweils vier bis fünf Lasthorizonte gewählt. Pro Lasthorizont wurden 10 Proben getestet und die ermittelten Lastspielzahlen mithilfe der Weibull-Theorie (vgl. Kapitel 2.2.1) ausgewertet. Zur Ermittlung des Einflusses hoher Temperaturen auf die Inertfestigkeit als auch auf die Ermüdungsfestigkeit wurden analog Versuche bei einer Temperatur von 800°C durchgeführt. Die zyklischen Versuche wurden dabei auf ausgewählte Lasthorizonte reduziert.

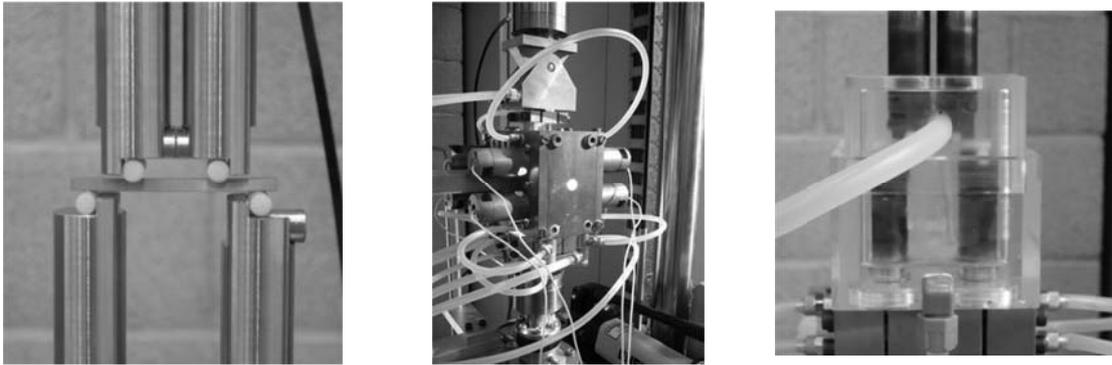


Abbildung 4.1: links: Vier-Punkt-Biegevorrichtung, Mitte: Strahlungssofen, rechts: Reservoir zur Aufnahme von destilliertem Wasser

Ebenfalls ausgewählte Lasthorizonte wurden bei einem Spannungsverhältnis von $R = 0,5$ bei Raumtemperatur und dem Einfluss von destilliertem Wasser untersucht. Dabei wurde die Probe während der gesamten Versuchsdauer mit Wasser umspült. Die Vorrichtung dazu ist in Abbildung 4.1 rechts dargestellt.

4.2 Torsionsversuche

Zur Überprüfung der Gültigkeit der Hauptspannungshypothese ^[4] wurden Versuche unter monotoner Last zur Torsionsfestigkeitsbestimmung an beiden Versuchswerkstoffen durchgeführt. Anschließend wurden für Al_2O_3 drei Wöhlerkurven mit den Spannungsverhältnissen $R = -1$, $R = 0,1$ und $R = 0,5$ und für Si_3N_4 eine Wöhlerkurve mit $R = 0,1$ ermittelt. Sämtliche Torsionsversuche wurden an Torsionsermüdungsprüfständen nach Beck ^[130] durchgeführt (Abbildung 4.2). Dabei kommt eine handelsüblicher Elektro-Servomotor als Belastungseinheit zum Einsatz. Des Weiteren besteht der Prüfstand aus einer Drehmoment-Messdose sowie einem torsionssteifen Faltenbalg zur Vermeidung von unzulässigen axialen Zuglasten. Die Versuche wurden unter Momentenkontrolle bei einer Versuchsfrequenz von 50 Hz durchgeführt. Im Falle der Festigkeitsmessungen wurde mit einer Lastrate von 330 MPa/s belastet, um den Einfluss von unterkritischem Risswachstum auszuschließen.

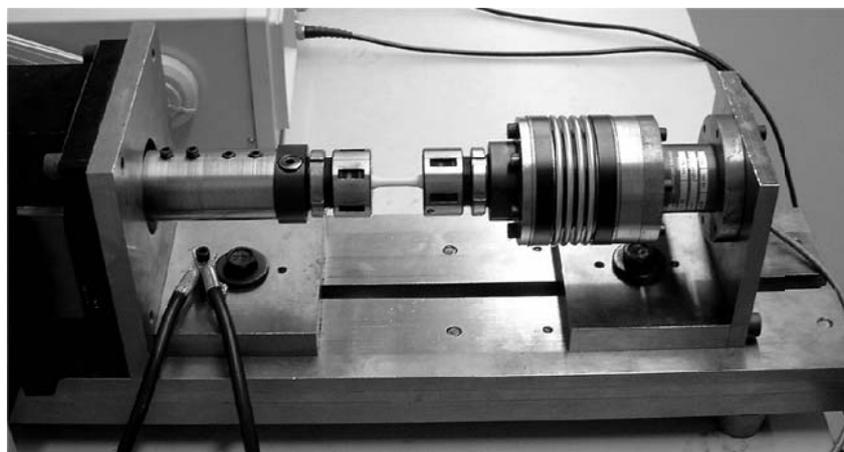


Abbildung 4.2: Aufbau Torsionsmaschine

4.3 Analytische Methoden

4.3.1 Auswertung von Festigkeitsmessungen

Festigkeitsmessungen wurden mit Hilfe der Weibull-Statistik ausgewertet. Dabei kam die Maximum-Likelihood-Methode zum Einsatz (Kapitel 2.2.1). Zur Vergleichbarkeit von Daten aus Vier-Punkt-Biege- und Torsionsversuchen muss das jeweilige effektiv belastete Volumen berücksichtigt werden. Dazu wurde ein normiertes effektives Volumen H nach den Ansätzen von Evans^[131] und Batdorf^[132] ermittelt, das als Gewichtungsfaktor mit den jeweiligen Festigkeitswerten multipliziert wird.

$$H = \left(\frac{V_{eff}}{V_0} \right)^{1/m} \Rightarrow \sigma_{4PB} \cdot H_{4PB} = \sigma_T \cdot H_T, \quad (4.34)$$

mit dem normierten effektiven Volumen H , dem effektiv belasteten Volumen V_{eff} und der Normierungsgröße V_0 .

4.3.2 Auswertung zyklischer Versuche

4.3.2.1 Erweiterte Lebensdauerermethode

Aufgrund statistischer Schwankungen, bedingt durch eine begrenzte Probenzahl, wurde zur Auswertung der in dieser Arbeit durchgeführten zyklischen Versuche die erweiterte Lebensdauerermethode eingesetzt. Die Methode bietet den Vorteil, dass der Zusammenhang zwischen Rissausbreitungsgeschwindigkeit und anliegender Spannungsintensität ohne Vorgabe einer Gesetzmäßigkeit dargestellt werden kann. So kann Fehlinterpretationen des Rissausbreitungsverhaltens anhand der Betrachtung des Verlaufes der Rissausbreitungskurve vorgebeugt werden. Die Methode wurde ursprünglich für unterkritisches Risswachstum entwickelt^[133] und später für zyklisches Risswachstum erweitert^[134]. Jeder gemessenen Bruchlastspielzahl N_B wird eine Bruchspannung σ_B aus der zugehörigen Festigkeitsverteilung nach der in Gleichung 4.1 gegebenen Ordnungsstatistik über die Bruchwahrscheinlichkeit F (siehe Kapitel 2.2.1) zugeordnet.

$$F_i = \frac{i}{k_{mon} + 1} = \frac{i}{k_{zykl} + 1} \quad (4.1)$$

k_{mon} steht dabei für die Anzahl der Festigkeitswerte und k_{zykl} entsprechend für die Anzahl an ermittelten Bruchlastspielzahlen. Die Risswachstumsgeschwindigkeit $\left(\frac{da}{dN} \right)$ ergibt sich aus Gleichung 4.2:

$$\left(\frac{da}{dN}\right)_i = -\frac{2K_{Ic}^2}{N_{B,i}\sigma_{B,i}^2 Y_I} \cdot \frac{d \log\left(\frac{\Delta\sigma_i}{\sigma_{B,i}}\right)}{d \log\left(N_{B,i}(\Delta\sigma_i)^2\right)}, \quad (4.2)$$

Mit der Bruchzähigkeit K_{Ic} , der Festigkeit σ_B , der Spannungsschwingbreite $\Delta\sigma$ und der Bruchlastspielzahl N_B . Der Index i steht für die Zuordnung der Einzelwerte gemäß Gleichung 4.1.

Der jeweils zugehörige Wert ΔK_i berechnet sich gemäß:

$$\Delta K_i = \frac{\Delta\sigma_i}{\sigma_{B,i}} K_{Ic} \quad (4.3)$$

Die Berechnung der Risswachstumskurven erfolgte automatisiert in einem Visual-Basic-Script, das im Rahmen einer Arbeit von Härtelt^[135] entwickelt wurde und zur Auswertung der Daten zur Verfügung stand. Die berechneten Kurven geben das Rissausbreitungsverhalten auf Basis der Annahme wieder, dass Versagen unter monotoner sowie zyklischer Last bei gleicher Versagenswahrscheinlichkeit von einem gleichartigen Fehler ausgeht und somit ein vergleichbares Rissausbreitungsverhalten zu erwarten ist. Somit können Ergebnisse zyklischer Versuche, die nicht mit dem Gesetz nach Paris beschreibbar sind, auf einfache Weise identifiziert werden. Die im Rahmen dieser Arbeit ermittelten Rissausbreitungskurven werden lediglich in Form der ermittelten Parameter angegeben und nicht graphisch dargestellt.

4.3.2.2 Pooling-Verfahren

Ebenfalls von Härtelt^[135] stammt der Vorschlag der Anwendung eines Pooling-Verfahrens. Ziel des Pooling-Verfahrens ist es, Bruchlastspielzahlen verschiedener Lasthorizonte auf einen Lasthorizont umzurechnen und somit den Stichprobenumfang der ermittelten Bruchlastspielzahlen zu erhöhen. Basis dafür ist die gegebene Verteilung der Versagenswahrscheinlichkeiten mit den ermittelten Weibull-Parametern N_0^j und m_j^* verschiedener Lasthorizonte j . Sollen die Bruchlastspielzahlen N_i^1 eines Lasthorizontes σ_1 auf einen Lasthorizont σ_2 umgerechnet werden, so wird jedem Messwert N_i^1 ein Quantilwert Q_i nach Gleichung 4.4 zugewiesen.

$$Q_i = 1 - \exp\left[-\left(\frac{N_i^1}{N_0^1}\right)^{m_i^*}\right] \quad (4.4)$$

Dieser Quantilwert muss im gepoolten Lasthorizont σ_2 erhalten bleiben. Somit ergibt sich Gleichung 4.5.

$$Q_i = 1 - \exp\left[-\left(\frac{N_i^1}{N_0^1}\right)^{m_i^*}\right] = 1 - \exp\left[-\left(\frac{N_i^2}{N_0^2}\right)^{m_i^*}\right] \Rightarrow N_i^2 = N_i^1 \left(\frac{N_0^2}{N_0^1}\right) \quad (4.5)$$

Die mit diesem Verfahren ermittelten Stichproben von Bruchlastspielzahlen wurden anschließend zur Ermittlung von Rissausbreitungskurven mit der in Kapitel 4.3.2.1 beschriebenen erweiterten Lebensdaueremethode verwendet.

4.4 Charakterisierende Methoden

4.4.1 Lichtmikroskopie

Die Untersuchungen am Lichtmakroskop wurden vor allem an Bruchflächen durchgeführt. Mit Hilfe dieser Methodik können makroskopische Rissverläufe gut sichtbar gemacht werden und somit die Orte der Versagensursache anhand der Rissverläufe nachvollzogen werden. Dabei wurde eine variable Beleuchtungstechnik eingesetzt, die es erlaubt, Reliefferscheinungen im Rissverlauf mit guter Tiefenschärfenwirkung hervorzuheben. Außerdem wurden die Oberflächen plangeschliffener Proben am Lichtmakroskop in einem ersten Schritt auf Auffälligkeiten untersucht. Die Untersuchung am Lichtmikroskop bietet im Vergleich zum Rasterelektronenmikroskop den Vorteil, dass die zu untersuchenden Oberflächen nicht leitfähig sein müssen.

Die Untersuchungen erfolgten an einem Makroskop der Firma Wild vom Typ M 420. Es ermöglicht Oberflächenaufnahmen bei 3 bis 32-facher Vergrößerung.

4.4.2 Rasterelektronenmikroskopie

Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen wurden zur Beurteilung von Oberflächen und Bruchflächen eingesetzt. Die Untersuchung der genannten Flächen erfordert immer das Aufbringen einer elektrisch leitfähigen Schicht aus Gold. Bruchflächenuntersuchungen dienen vorrangig der Detektion von Rissinitiierungs- sowie Degradationsmerkmalen.

Am Laboratorium für Elektronenmikroskopie der Universität Karlsruhe stand ein Rasterelektronenmikroskop vom Typ DSM960 der Firma Zeiss zur Verfügung. Außerdem kam das Rasterelektronenmikroskop des Instituts für Werkstoffkunde I vom Typ Zeiss LEO EVO 50 zum Einsatz.

5 Einachsige zyklische mechanische Beanspruchung

Einachsige mechanische Beanspruchungen wurden in Form von Vier-Punkt-Biegebeanspruchungen realisiert (Kapitel 4.1). Untersuchungen zum Ermüdungsverhalten von Al_2O_3 der Qualität F99,7 wurden in den Arbeiten von Nejma^[119,120,121] (siehe auch Kapitel 3.1) dokumentiert und in der vorliegenden Arbeit als Datenbasis zugrunde gelegt. Aus den Arbeiten im Rahmen des Projektes ESIS TC6 sind wenige Informationen zum zyklischen Ermüdungsverhalten der Si_3N_4 -Variante SL 200 BG bekannt^[127] (siehe auch Kapitel 3.2). Aufgrund statistisch unsicherer Ergebnisse einfacher Regressionen wurde zur Auswertung der Versuchsergebnisse auf die in Kapitel 4.3.2 vorgestellten Verfahren zurückgegriffen, was im Folgenden erläutert wird.

5.1 Zyklische Vier-Punkt-Biegeversuche an Si_3N_4

5.1.1 Lebensdauerverhalten

Abbildung 5.1 zeigt die Wöhlerkurve des untersuchten Si_3N_4 -Werkstoffes SL 200 BG für das Spannungsverhältnis von $R = 0,1$. Aufgetragen sind die maximalen Randspannungen über der Bruchlastspielzahl. Kleine geschlossene Symbole stehen für die ermittelten Bruchlastspielzahlen, große offene Symbole stellen die Auswertung der ermittelten Lastspielzahlen eines Lasthorizontes nach Weibull^[29] in Form der charakteristischen Bruchlastspielzahl dar (siehe auch Kapitel 2.2.1). Hierbei wurden Sofortbrüche und Durchläufer gemäß Gleichung 2.23 berücksichtigt. Durchläufern sind im Diagramm mit einem Pfeil gekennzeichnet, ihre Anzahl ist darüber angegeben. Die Wöhlerkurve zeigt erwartungsgemäß einen kleinen Spannungsbereich eines messbaren zyklischen Ermüdungseffektes (Kapitel 2.6.2 und 3.2) von lediglich 80 MPa bei gleichzeitig inhomogenen Streubreiten von bis zu drei Größenordnungen und mehr. Das führt zu einer Verteilung des zyklischen Weibull-Moduls von $0,27 < m^* < 0,73$. Der schwach ausgeprägte Ermüdungseffekt drückt sich durch einen relativ kleinen Bereich angelegter Maximalspannungen aus, in dem ein Ermüdungsverhalten bis zur vorgegebenen Grenzlasterlastspielzahl messbar ist. Die ermittelten Ergebnisse auf Basis von zehn belasteten Proben unterliegen einer statistischen Unsicherheit. Die in Abbildung 5.1 dargestellte Gerade beschreibt eine scheinbare lineare Regression in doppelt-logarithmischer Auftragung (Gleichung 5.6).

$$\sigma_{\max} = C \cdot N_0^k \quad (5.6)$$

Ausgehend von der Annahme, dass im Falle monotoner und zyklischer Beanspruchungen das Versagen eines Werkstoffes von der gleichen Art der Fehler verursacht wird (Kapitel 2.2.1), kann aus der Steigung k der Geraden auf den Rissausbreitungsexponenten n geschlossen werden. Nach Munz und Fett^[1] gilt der Zusammenhang

$$\sigma_{\max} = C \cdot N_0^{-\frac{1}{n}} \quad (5.7)$$

Die Auswertung des Rissausbreitungsexponenten in Abbildung 5.1 ergibt einen Wert von $n > 52$. Dieser Wert liegt nach Lube ^[127] im Bereich der Werte von rein unterkritischem Risswachstum und spricht zunächst gegen die Existenz eines wahren zyklischen Ermüdungseffektes.

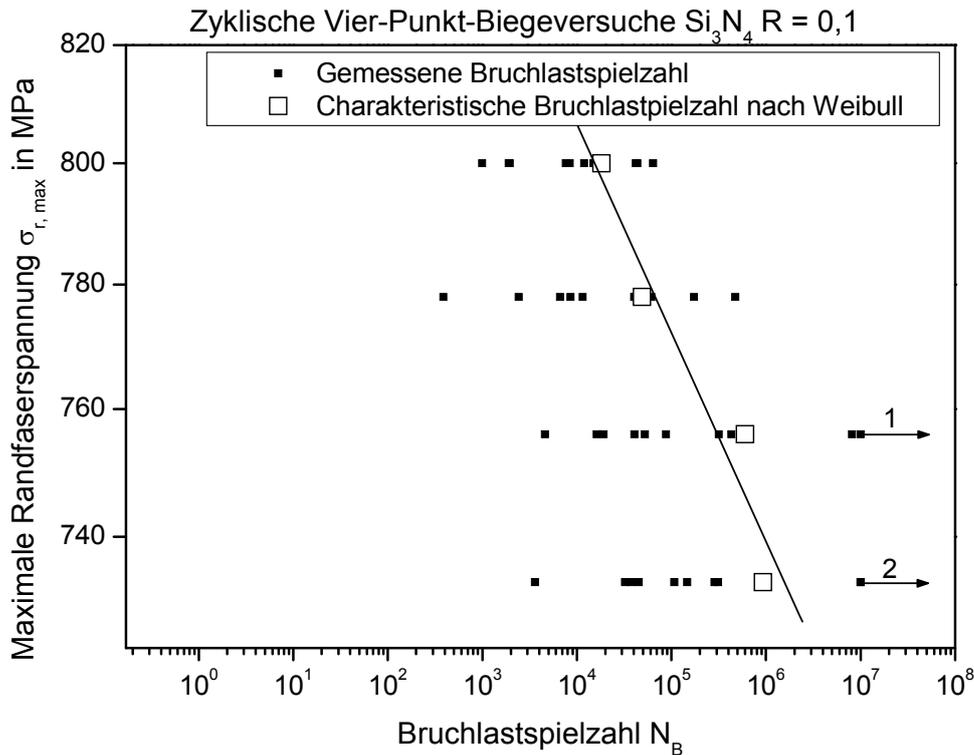


Abbildung 5.1: Wöhlerkurve für Si_3N_4 bei $R = 0,1$ unter Vier-Punkt-Biegebeanspruchung

Ein vergleichbares Ergebnis liefert die Auswertung der Daten bei einem Spannungsverhältnis von $R = 0,5$. Der ermittelte Rissausbreitungsexponent liegt mit $n > 65$ erwartungsgemäß höher als der des Spannungsverhältnisses von $R = 0,1$, was auf einen höheren Anteil an statischer Last aufgrund der größeren Minimalspannungen zurückzuführen ist. Auch in diesem Fall ist demnach zunächst kein wahrer zyklischer Ermüdungseffekt messbar. Die Streubreite der gemessenen Bruchlastspielzahlen ist mit mehr als vier Größenordnungen höher als im Falle des Spannungsverhältnisses von $R = 0,1$. Der zyklische Weibull-Modul beschreibt diese Streubreiten als relativ konstant mit $0,29 < m^* < 0,39$.

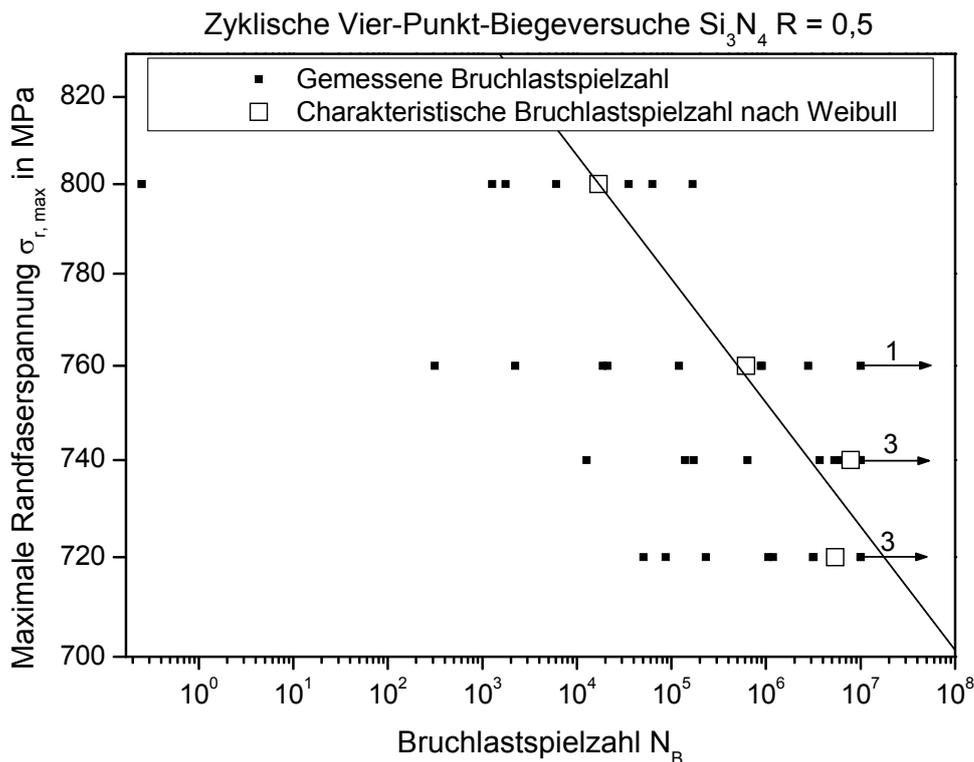


Abbildung 5.2: Wöhlerkurve für Si₃N₄ bei R = 0,5 unter Vier-Punkt-Biegebeanspruchung

5.1.2 Fraktographische Untersuchungen

Im Gegensatz zu den Proben aus Festigkeitsmessungen, die oft in fünf und mehr Teile zerbrachen (Kapitel 3.2), lagen nach zyklischer Beanspruchung zwei bis drei Bruchstücke vor. Die vorliegenden Bruchstücke und -flächen entsprechen nach Quinn^[136] dem Versagen durch kleine bis mittlere gespeicherte Beträge elastischer Energie. Abbildung 5.3 zeigt eine typische Bruchfläche einer Si₃N₄-Biegeprobe in der Vorder- und Seitenansicht in lichtmikroskopischer Aufnahme. Das Versagen ist in diesem Fall mittig von der Zugseitenoberfläche ausgegangen. Um die Bruchfläche in der Vorderansicht sichtbar zu machen, wurden mehrere lichtmikroskopische Aufnahmen mit unterschiedlicher Fokussierung übereinander gelegt. In der Seitenansicht ist ein deutlich von der Normalen abweichender Rissverlauf sichtbar, der in der so genannten „compression curl“ endet. Die Abweichung wird von den hohen Rissausbreitungsgeschwindigkeiten verursacht (siehe Kapitel 2.1.3). Es kommt zu einer Verzweigung des Risses in die beiden neu gebildeten Symmetrieebenen. Reflexionen von Spannungswellen wie in Festigkeitsmessungen spielen hier keine Rolle.

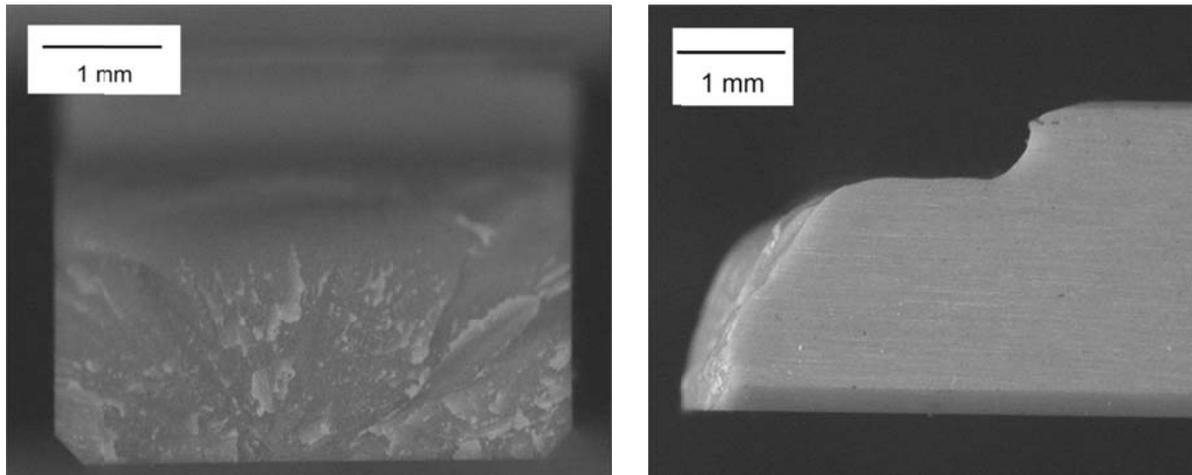


Abbildung 5.3: Lichtmikroskopische Aufnahme der Bruchfläche einer Si_3N_4 -Probe nach zyklischer Beanspruchung

Bereiche der Rissinitiierung wurden sowohl lichtmikroskopisch als auch rasterelektronenmikroskopisch bei höherer Vergrößerung untersucht (Abbildung 5.4). Ein Übergang von zyklischer Rissausbreitung zu instabiler Rissausbreitung konnte in keinem der Fälle fraktographisch ermittelt werden.

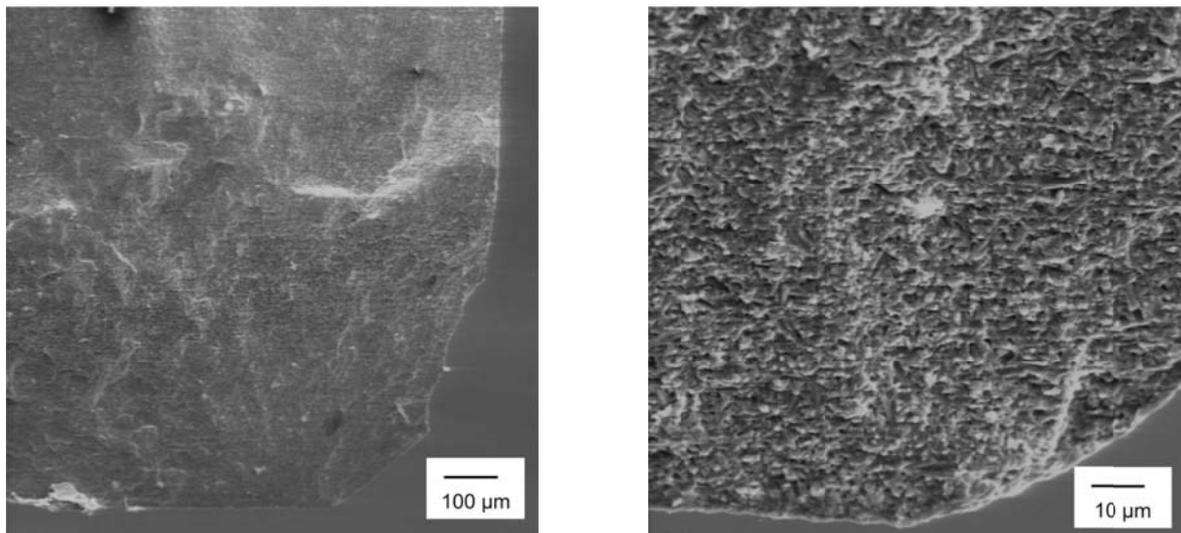


Abbildung 5.4: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Rissinitiierung bei verschiedenen Vergrößerungen

5.2 Diskussion der Ergebnisse der einachsigen Beanspruchung

Die Ergebnisse aus Kapitel 5.1 erscheinen vergleichbar mit Ergebnissen aus Lube^[127]. Der zyklische Ermüdungseffekt ist nicht stark ausgeprägt und scheint ausschließlich durch unterkritisches Risswachstums hervorgerufen zu werden (siehe auch Kapitel 2.3). Dagegen sprechen vergleichbare und teilweise kürzere Bruchzeiten unter zyklischer Beanspruchung für einen wahren zyklischen Ermüdungseffekt. Die in Gleichung 2.27 beschriebene Zeitabhängigkeit des Versagens muss für zyklische Lastfälle nach Gleichung 2.29 gewichtet werden.

Diese Gewichtung führt bei einem auf rein unterkritischem Risswachstum basierenden Effekt zu längeren Bruchzeiten unter zyklischer Belastung. Die gemessenen Bruchzeiten liefern somit einen eindeutigen Hinweis auf wahre zyklische Ermüdung, weshalb die in Kapitel 4.3.2.1 vorgestellte Methode zusätzlich zur Auswertung der Ergebnisse angewendet wurde. Diese Ergebnisse werden im Folgenden dargestellt.

5.2.1 Auswertung der Rissausbreitungsparameter

Die Auswertung einzelner Lasthorizonte der Wöhlerkurve für das Spannungsverhältnis von $R = 0,1$ nach Kapitel 4.3.2.1 ergibt Werte der Rissausbreitungsexponenten von $19 < n < 24$. Diese Werte liegen deutlich unterhalb der aus der einfachen linearen Regression aus Kapitel 5.1 bestimmten Exponenten und entsprechen einem Rissausbreitungsverhalten unter Anwesenheit eines wahren zyklischen Ermüdungseffektes. Härtelt ^[135] konnte zeigen, dass die stark unterschiedlichen Ergebnisse der Auswertungen der Bruchlastspielzahlen auf zwei Ursachen zurückzuführen sind: Zum einen bietet der Stichprobenumfang von 10 Bruchlastspielzahlwerten keine hinreichende statistische Basis zur Auswertung nach Weibull, wodurch starke Schwankungen sowohl innerhalb als auch vor allem zwischen einzelnen Lasthorizonten wirksam werden. Zum anderen beeinflussen Durchläuferproben, die die Grenzlastspielzahl von 10^7 Lastspielen erreicht haben, die Weibull-Auswertung in solchem Maß, dass die charakteristischen Bruchlastspielzahlen stark zu hohen Lebensdauern hin verschoben werden. Diese Verschiebung ist für die Darstellung einzelner Lasthorizonte und deren Bruchlastspielzahlverteilung sinnvoll, beinhaltet aber zwei verschiedene Versagensmechanismen. Die Durchläuferproben beinhalten kleine Fehler, die bei der vorliegenden Last nicht rein mechanisch aktiviert werden, sondern ausschließlich aufgrund eines starken Einflusses von unterkritischem Risswachstum versagen können, während im Versagen der übrigen Proben die zyklische Ermüdung eine übergeordnete Rolle spielt. Demnach beschreiben die beiden höheren Lasthorizonte in Abbildung 5.1, in denen keine der 10 getesteten Proben die Grenzlastspielzahl erreichte, das zyklische Rissausbreitungsverhalten aufgrund zyklischer Degradation von extrinsischen Verstärkungsmechanismen gemäß Kapitel 2.3. Die unteren beiden Lasthorizonte liegen bereits im Übergangsbereich von $K_{appl} > K_0$ zu $K_{appl} < K_0$ und verfälschen deshalb die Bestimmung des Rissausbreitungsexponenten. Abbildung 5.5 zeigt die Wöhlerkurve für Si_3N_4 bei $R = 0,1$ mit den nach Kapitel 4.3.2.1 ausgewerteten Rissausbreitungsexponenten.

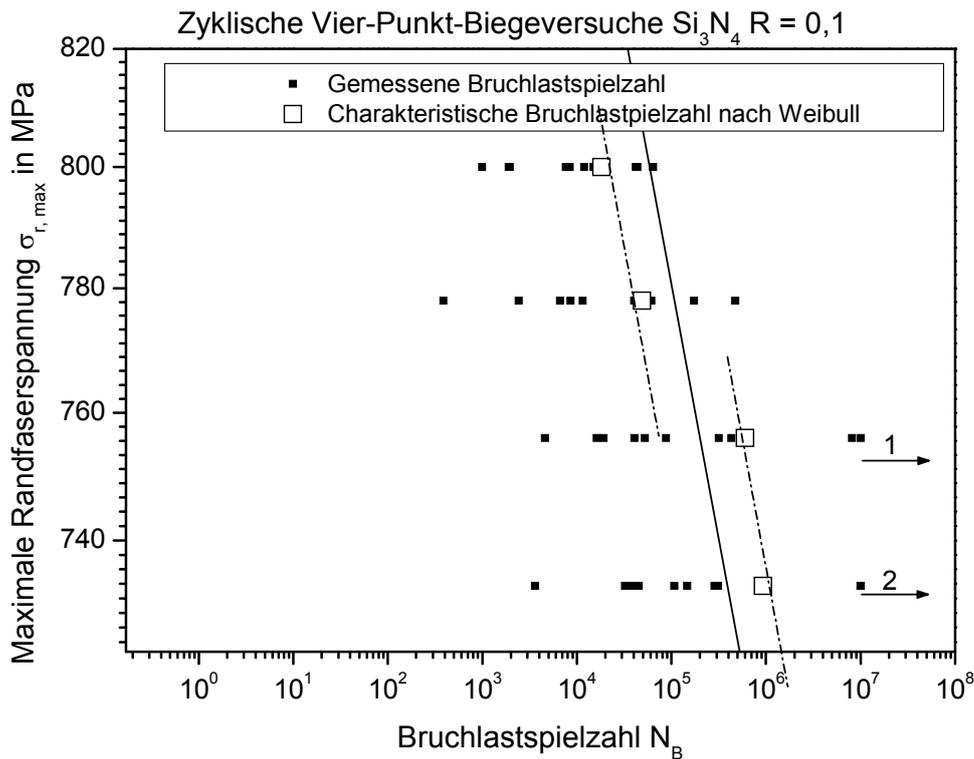


Abbildung 5.5: Wöhlerkurve für Si_3N_4 bei $R = 0,1$ unter Vier-Punkt-Biegebeanspruchung mit vorgegebenen Verläufen der Steigung auf Basis des Gesetzes nach Paris

Dabei wurden die beiden oberen und die beiden unteren Lasthorizonte jeweils paarweise entsprechend Kapitel 4.3.2.2 gepoolt und aus den beiden gepoolten Stichproben nach den Gleichungen 4.1 - 4.3 die Rissausbreitungskurve bestimmt. Die Auswertung der Rissausbreitungskurve ergibt einen Rissausbreitungsexponenten von $n = 22$. Die mittlere Gerade in Abbildung 5.5 entspricht dem Wöhlerkurvenverlauf nach Gleichung 5.7 mit vorgegebener

Steigung $-\frac{1}{n}$, die beiden strichgepunkteten Geraden links und rechts davon stellen Paralle-

len dieses Verlaufes dar. Es wird deutlich, dass die Durchläufer in den beiden unteren Lasthorizonten zu einer Verschiebung der ermittelten charakteristischen Bruchlastspielzahlen führen, das Risswachstumsgesetz aber nach wie vor für die Mehrzahl der getesteten Proben gilt. Unter Berücksichtigung dieser Erkenntnisse wurden alle folgenden Auswertungen nach diesem Prinzip durchgeführt, mit dem Ziel, das Rissausbreitungsverhalten eindeutig und unter verschiedenen Lastfällen vergleichbar charakterisieren zu können. Nach diesem Verfahren ergeben sich im Falle des Spannungsverhältnisses von $R = 0,5$ Rissausbreitungsexponenten von $26 < n < 43$. In Abbildung 5.6 sind die Verläufe auf Basis der paarweise gepoolten Bruchlastspielzahlverteilung eingetragen. Der Rissausbreitungsexponent beträgt $n = 30$ und wieder wird die Verschiebung der linearen Verläufe aufgrund von Durchläufern deutlich.

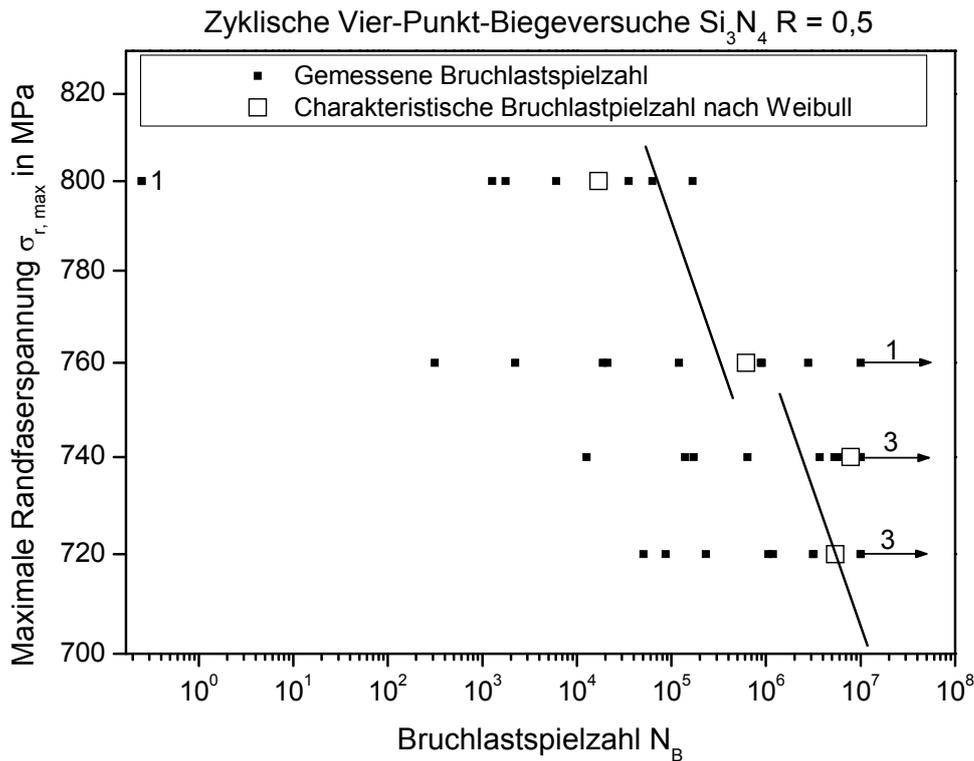


Abbildung 5.6: Wöhlerkurve für Si_3N_4 bei $R = 0,5$ unter Vier-Punkt-Biegebeanspruchung mit vorgegebenen Verläufen der Steigung auf Basis des Gesetzes nach Paris

Die ermittelten Rissausbreitungsexponenten unterscheiden sich in Abhängigkeit des angelegten Spannungsverhältnisses. Für $R = 0,1$ ist der zyklische Ermüdungseffekt stärker ausgeprägt, was sich in einem niedrigeren Wert des Rissausbreitungsexponenten ausdrückt und durch einen höheren zyklischen Anteil der Beanspruchung verursacht wird. Für $R = 0,5$ spielt bei gleichzeitig höherem Rissausbreitungsexponenten und höherer absoluter Rissausbreitungsgeschwindigkeit der hohe statische Anteil der Beanspruchung eine übergeordnete Rolle.

5.2.2 Beschreibung des zyklischen Degradationsverhaltens

Ausgehend von der Beschreibung der zyklischen Rissausbreitung nach Kapitel 2.3 kann die Degradation der Verstärkungsmechanismen unter Voraussetzung der Gültigkeit der Tangentenbedingung (Gleichung 2.33) in einer zyklischen R-Kurve dargestellt werden ^[83]. Diese beschreibt den Rissausbreitungswiderstand K_R in Abhängigkeit der Risslängenänderung Δa für eine bestimmte Anzahl an Belastungszyklen. Klassisch wird die zyklische R-Kurve in zyklischen Lastsenkungsversuchen an gekerbten Proben ermittelt ^[83]. Im Folgenden wird eine Methode beschrieben, mit der der Verlauf der zyklischen R-Kurve aus den in Kapitel 5.1 gezeigten Ergebnissen abgeschätzt werden kann. Dazu werden die Verläufe der maximalen Spannungsintensität aus verschiedenen Lasthorizonten bestimmt, die zu vergleichbaren

Bruchlastspielzahlen führten. Die hierzu notwendigen Anfangsrisslängen können mit Hilfe der Inertfestigkeitsverteilung sowie dem R-Kurvenverlauf aus Kapitel 3.2 entnommen werden. Dabei wird durch die Anwendung der Tangentenbedingung (Gleichung 2.33) jedem Festigkeitswert eine Anfangsrisslänge zugeordnet. Abbildung 5.7 zeigt die Verteilung der Ausfallwahrscheinlichkeit aus Inertfestigkeitsmessungen in Abhängigkeit der Anfangsrisslänge a_i . Die Ausfallwahrscheinlichkeit bezogen auf die gesamte Stichprobe beschreibt gleichzeitig die Überlebenswahrscheinlichkeit $1-F$ einer einzelnen Probe mit gegebener Risslänge.

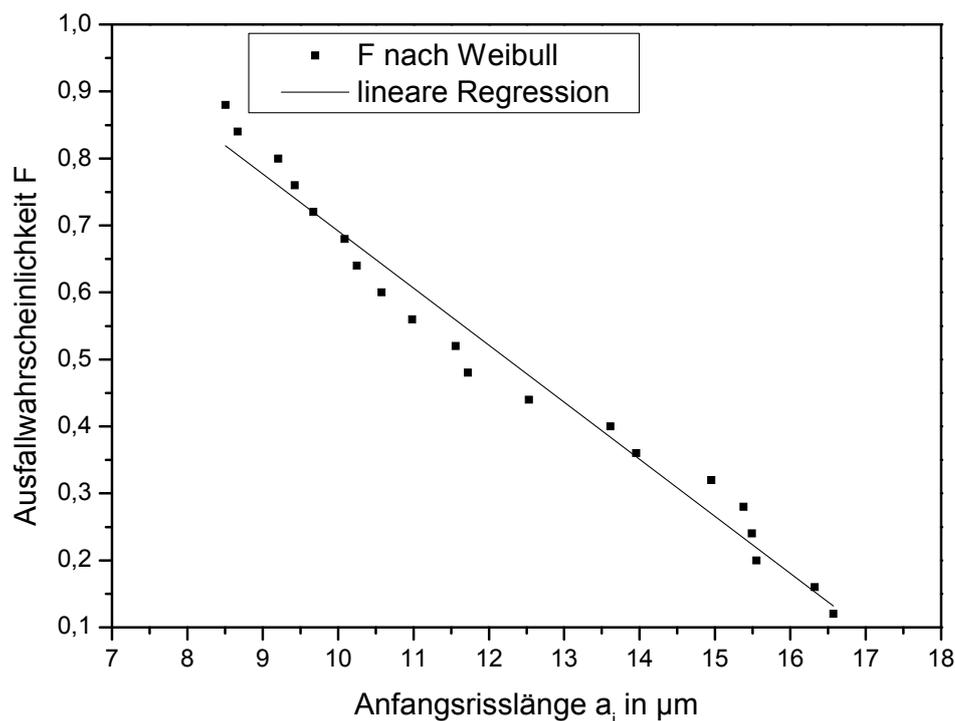


Abbildung 5.7: Ausfallwahrscheinlichkeitsverteilung aus Inertfestigkeitsmessungen in Abhängigkeit der berechneten Anfangsrisslänge a_i .

Ausgehend von der Annahme der gleichen Verteilung der Fehlergrößen in Proben für monotone und zyklische Versuche kann über die jeweilige Ausfallwahrscheinlichkeit jedem Bruchlastspielzahlwert eine Anfangsrissgröße zugeordnet werden. Ausgehend von diesen Anfangsrisslängen werden Spannungsintensitätsfaktorverläufe auf Basis der Risslängenänderung Δa für die geprüften Maximalspannungen σ_{\max} berechnet. Werden die Spannungsintensitätsfaktorverläufe für verschiedene Maximalspannungen, aber ähnliche Bruchlastspielzahlen aufgetragen, so ergibt sich aus den Spannungsintensitätsfaktorverläufen eine, die zyklische R-Kurve für die gegebene Lastspielzahl, einhüllende Funktion. Abbildung 5.8 zeigt die Konstruktion der zyklischen R-Kurve aus drei Spannungsintensitätsfaktorverläufen einzelner Versuche, die bei einem Spannungsverhältnis von $R = 0,1$ eine Bruchlastspielzahl von

$N_B \approx 40\,000$ ergaben im direkten Vergleich mit der R-Kurve aus monotonen Versuchen. Ein vierter Lasthorizont konnte aufgrund nicht passender Bruchlastspielzahlverteilungen nicht berücksichtigt werden. Bereits der qualitative Vergleich der Verläufe lässt auf einen stark reduzierten Rissausbreitungswiderstand unter zyklischer Beanspruchung schließen.

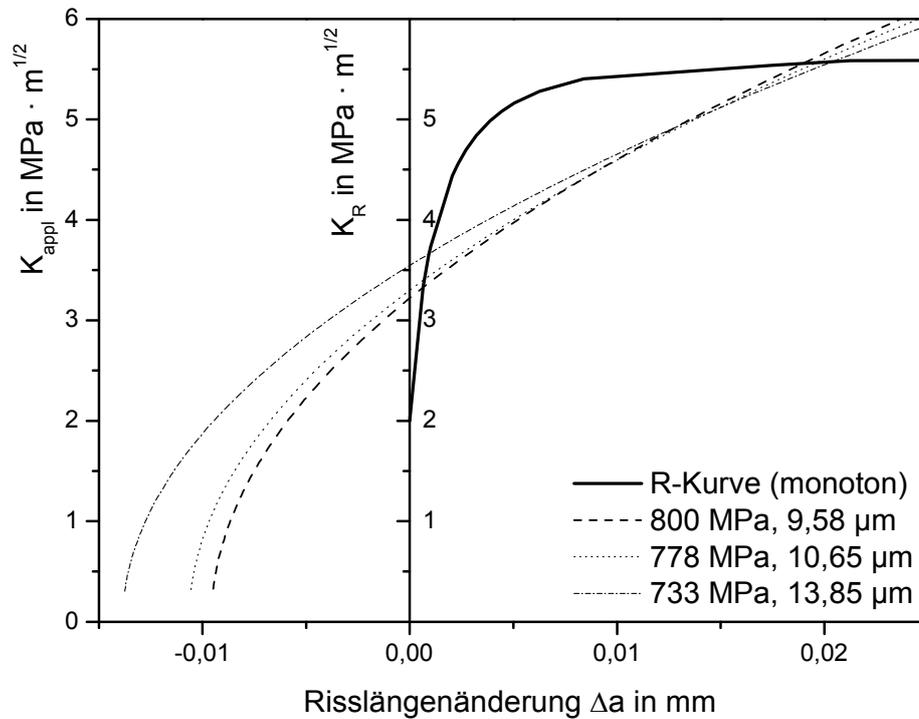


Abbildung 5.8: Spannungsintensitätsfaktorverläufe für Si_3N_4 bei $R = 0,1$ und $N_B \approx 40\,000$

Die Verläufe der Spannungsintensitäten schneiden sich in einem Bereich der Risslängenänderung von $9\ \mu\text{m} < \Delta a < 14\ \mu\text{m}$. Dieser Bereich ist in Abbildung 5.9 vergrößert dargestellt.

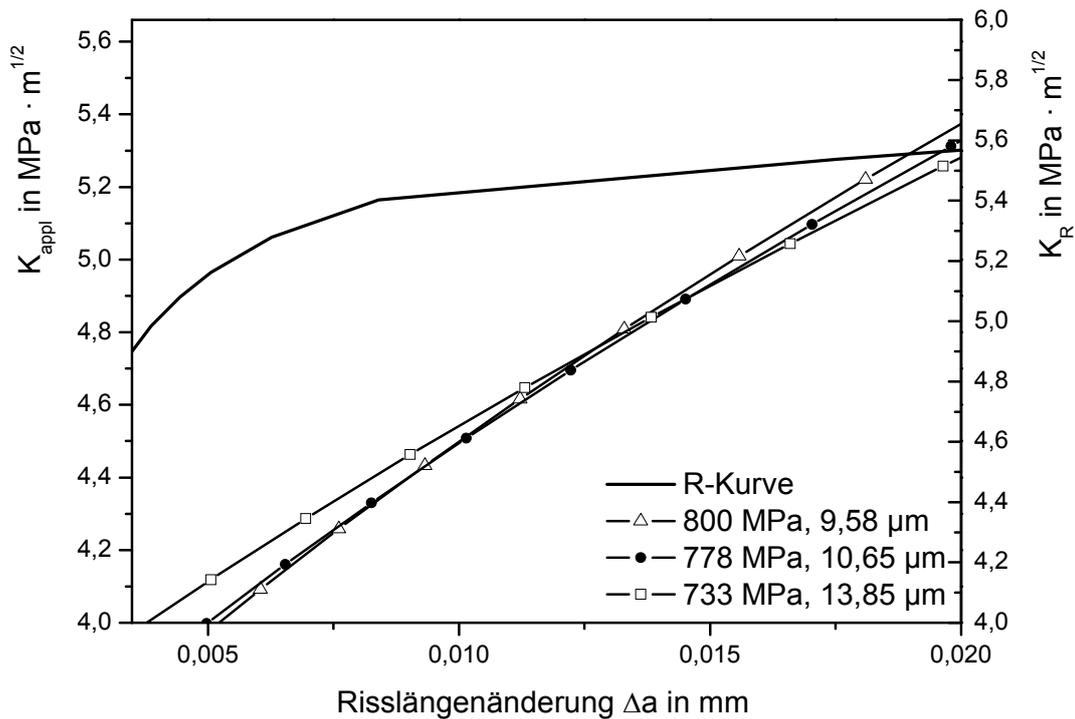


Abbildung 5.9: Vergrößerung des Bereiches der Schnittpunkte der drei Spannungsintensitätsverläufe aus Abbildung 5.8

Die zyklische R-Kurve kann mit diesem Verfahren nur im Bereich zwischen den Schnittpunkten der drei Verläufe exakt abgebildet werden. Der Anfangs- und Endbereich werden, basierend auf den nachfolgend begründeten Annahmen, angeglichen: Aufgrund der längeren Dauer von zyklischen Versuchen im Vergleich mit monotonen Versuchen zur Ermittlung des R-Kurvenverlaufes wird aufgrund des Einflusses von unterkritischem Risswachstum ein reduzierter Startwert K_{I0} angenommen. Basierend auf der Arbeit von Kruzic ^[38] wird dieser Wert für Si_3N_4 auf $1,3 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ festgelegt. Ausgehend von überwiegend elastischen Brücken im Bereich des Steilanstieges (Kapitel 2.6.2) wird dieser Bereich als unverändert mit gleichem Parameter λ_1 bis zum Erreichen des ersten Schnittpunktes mit einem der Spannungsintensitätsfaktorverläufe angenommen. Der weitere Verlauf folgt den ermittelten Spannungsintensitätsverläufen. Im Bereich von Risslängenänderungen $\Delta a > 20 \mu\text{m}$ kann der Verlauf der zyklischen R-Kurve nur schwer vorhergesagt werden. Fest steht, dass der Plateauwert für monotone Beanspruchungen nicht überschritten wird und somit einem oberen Grenzwert des Verlaufes der zyklischen R-Kurve entspricht. Aufgrund der Irrelevanz für das Versagen ausgehend von natürlichen Fehlern wurden hierzu keine weiteren Untersuchungen angestrebt. Eine Näherungsfunktion unter Einbeziehung der vorhandenen Daten und genannten

Annahmen zur Beschreibung des zyklischen R-Kurvenverlaufes ist in Abbildung 5.10 dargestellt.

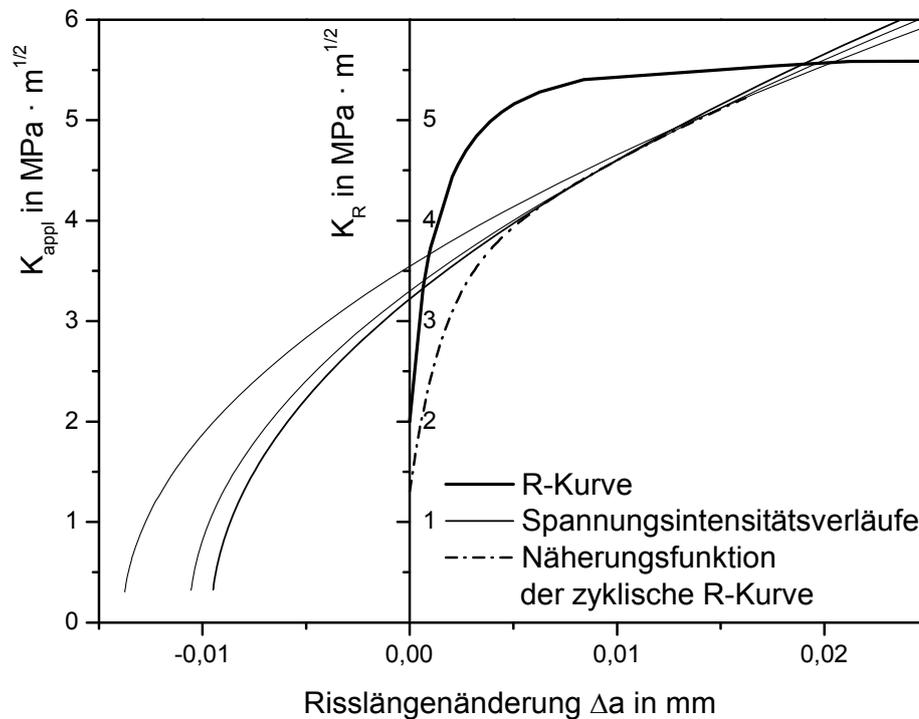


Abbildung 5.10: Näherungsfunktion der zyklischen R-Kurve für $R = 0,1$ und $N_B \approx 40\,000$

Die Funktion basiert auf der mathematischen Beschreibung der R-Kurve nach Gleichung 2.25. In Tabelle 5.1 sind die angepassten Parameter zur Beschreibung des R-Kurvenverlaufes im Vergleich mit denen der monotonen R-Kurve wiedergegeben. Die Parameteranpassung des zyklischen R-Kurvenverlaufes wurde ausgehend von den Parametern der monotonen R-Kurve durchgeführt. Lediglich der Parameter λ_1 wurde dabei aufgrund der Annahme der Dominanz elastischer Brücken im ersten Anstieg (s.o.) nicht variiert.

Tabelle 5.1: Übersicht der Parameter nach Gleichung 2.25 zur Beschreibung von monotoner R-Kurve und zyklischer R-Kurve nach 40 000 Zyklen

Parameter	monoton	zyklisch, 40 000 Zyklen
C_0	2	1,3 ^[38]
C_1	3,2	2
C_2	0,44	4,6
C_3	0	nicht bestimmt
λ_1	0,0015	0,0015 (vorgegeben)
λ_2	0,015	0,03
λ_3	entfällt	entfällt

Mit Hilfe der so konstruierten zyklischen R-Kurve kann die Reduktion des für zyklisches Versagen, ausgehend von natürlichen Fehlern, relevanten Tangentenwertes durch zyklische Degradation beschrieben werden. Abbildung 5.11 zeigt eine Reduktion von $\Delta K_{R,T} = 0,8 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ für Si_3N_4 bei $R = 0,1$ und einer Bruchlastspielzahl von $N_B \approx 40\,000$ für eine Anfangsrisslänge von $9,58 \mu\text{m}$.

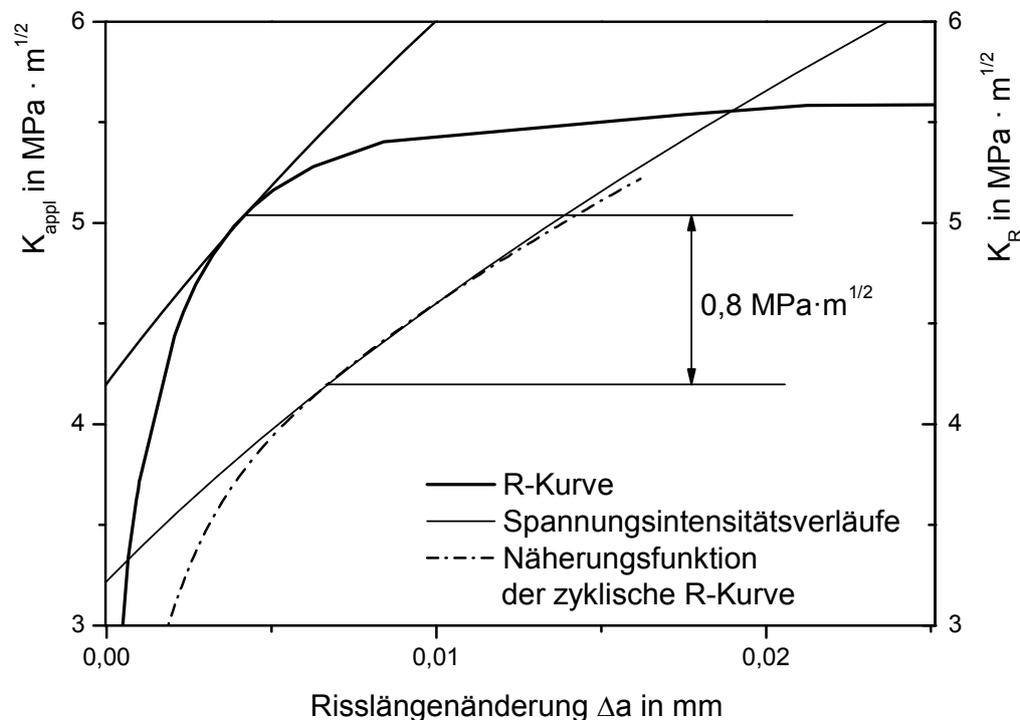


Abbildung 5.11: Reduktion des Rissausbreitungswiderstandes durch zyklische Degradation nach 40 000 Zyklen bei einer Anfangsrisslänge von $9,58 \mu\text{m}$

Für das Spannungsverhältnis von $R = 0,5$ konnten lediglich jeweils zwei Spannungsverläufe aus verschiedenen Spannungshorizonten einander über ihre Bruchlastspielzahl zugeordnet werden. Basierend auf der Näherungsfunktion und den gemachten Annahmen für $R = 0,1$, wurde in Abbildung 5.12 dennoch ein Verlauf der zyklischen R-Kurve für $R = 0,5$ und eine Größenordnung der Bruchlastspielzahl von $1,2 \cdot 10^5 < N_B < 2,3 \cdot 10^5$ konstruiert, die bei um mehr als eine Größenordnung erhöhten Bruchlastspielzahlen die gleiche Höhe der Reduktion von $\Delta K_{R,T} = 0,8 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ beschreibt. Der Anfangswert C_0 sowie der Parameter λ_1 wurden wiederum festgelegt.

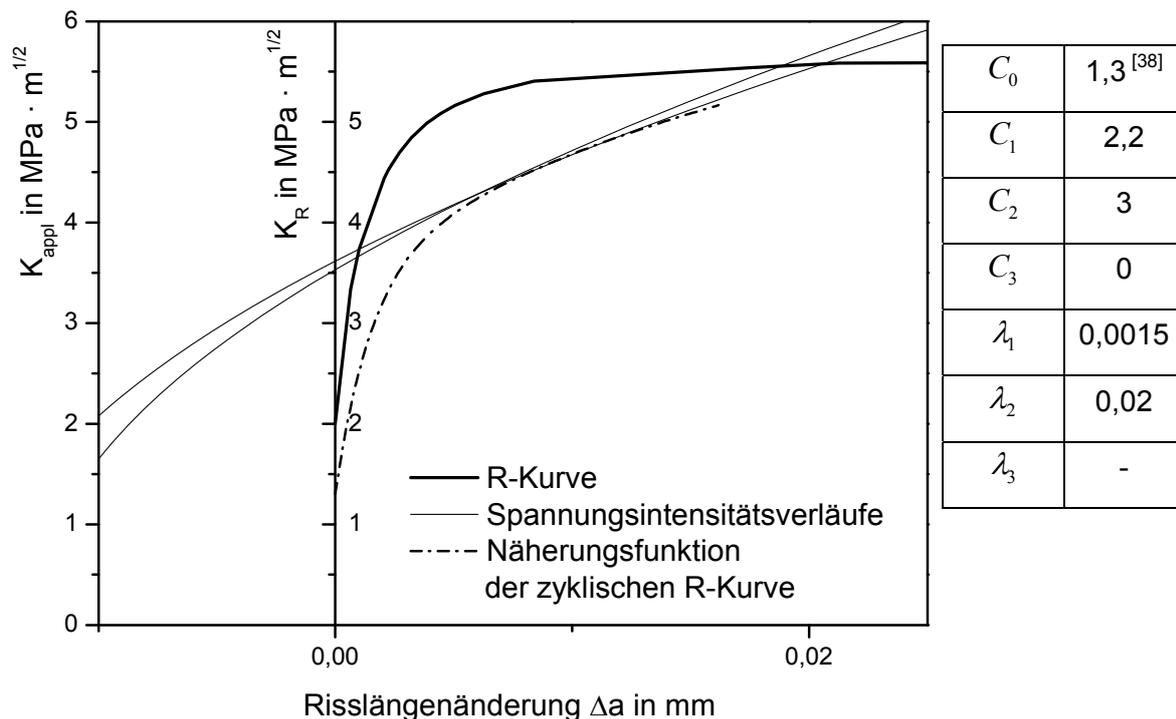


Abbildung 5.12: Näherungsfunktion der zyklischen R-Kurve für $R = 0,5$ und

$$1,2 \cdot 10^5 < N_B < 2,3 \cdot 10^5$$

Der Verlauf dieser zyklischen R-Kurve für $R = 0,5$ kann aufgrund der stark streuenden Bruchlastspielzahlen lediglich bis zu einer Risslängenänderung von $\Delta a \approx 15 \mu\text{m}$ exakt beschrieben werden. Der Bereich des Steilanstiegs ist im Vergleich zu $R = 0,1$ um $0,2 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ erhöht. Dementsprechend fallen die Amplitude im zweiten Bereich mit $C_2 = 3 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ und analog dazu der zweite Parameter mit $\lambda_2 = 0,02$ kleiner aus. Das Ergebnis bestätigt die erwartungsgemäß weniger stark ausgeprägte Degradation bei höherem Spannungsverhältnis. Das zeigt auch der direkte Vergleich der gemessenen monotonen R-Kurve mit den beiden berechneten zyklischen R-Kurvenverläufen in Abbildung 5.13. Beide Näherungsfunktionen verlaufen in einem ähnlichen Bereich, obwohl die Proben bei $R = 0,5$ mit nahezu eine Grö-

Benennung mehr Belastungszyklen belastet wurden. Gleichzeitig zeigt der zweite konstruierte Verlauf für $R = 0,5$ die Grenzen der Methode deutlich auf. Ihre Genauigkeit hängt stark von der Bruchlastspielzahlverteilung innerhalb der untersuchten Spannungshorizonte ab. Hier wird wiederholt deutlich, dass die auf zehn Proben pro Spannungshorizont limitierte Anzahl zur statistisch abgesicherten Ermittlung von Ermüdungsmechanismen nicht ausreicht. Der große Vorteil dieser Methode ist, dass aus dem einfachen Zusammenhang von anliegender Spannung und Bruchlastspielzahl ein Verlauf der zyklischen R-Kurve für natürliche Anfangsrisslängen abgeschätzt werden kann. Die Reduktion des Rissausbreitungswiderstandes durch zyklische Degradation von extrinsischen Verstärkungselementen kann im relevanten Bereich exakt wiedergegeben werden. Die Voraussetzung dafür ist immer die Kenntnis des Verlaufes der monotonen R-Kurve.

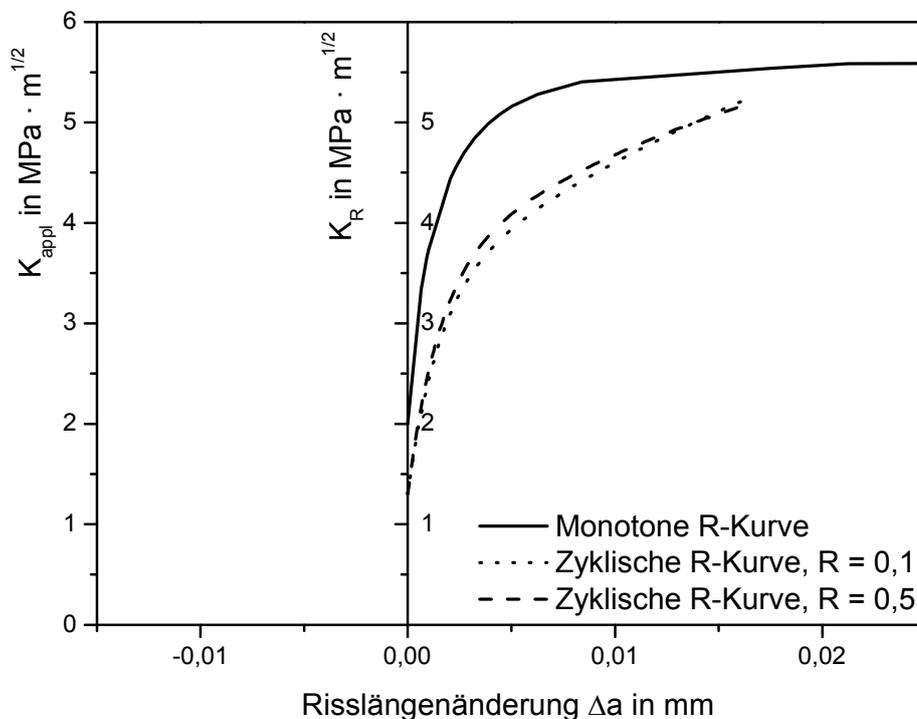


Abbildung 5.13: Vergleich von monotoner R-Kurve und den Näherungsfunktionen der zyklischen R-Kurven für $R = 0,1$ und $R = 0,5$

6 Zweiachsige zyklische mechanische Beanspruchung

Zweiachsige mechanische Beanspruchungen wurden in Form von Torsionsbeanspruchungen realisiert (Kapitel 4.2).

6.1 Monotone Torsionsversuche an Al_2O_3 und Si_3N_4

6.1.1 Torsionsfestigkeitsmessungen

Als Vorversuche wurden Torsionsfestigkeitsmessungen an Al_2O_3 und Si_3N_4 durchgeführt, da für diese Belastungsart keine Datenbasis zur Verfügung stand. Die Datenbasis wird gemeinsam mit den Ergebnissen der zyklischen Versuche zur Ermittlung der Rissausbreitungsparameter benötigt (Kapitel 4.3.2).

Abbildung 6.1 zeigt die Verteilung der Torsionsfestigkeit von Al_2O_3 in Form eines Weibull-Diagrammes anhand 10 belasteter Proben. Die charakteristische Festigkeit τ_0 beträgt 320 MPa, der korrigierte Weibull-Modul $m_{unb} = 10,5$.

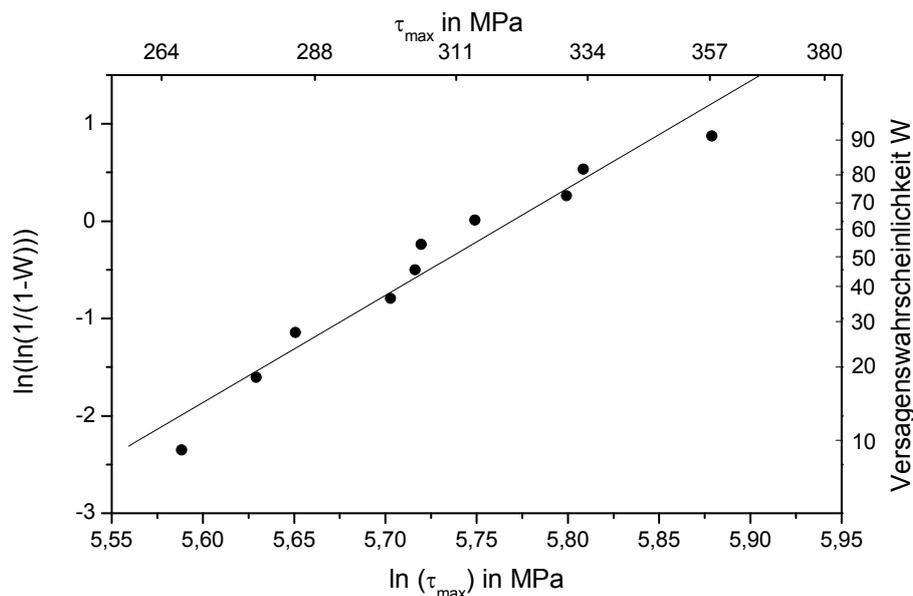


Abbildung 6.1: Weibull-Diagramm der Torsionsfestigkeitsverteilung von Al_2O_3

Die Verteilung der Torsionsfestigkeit von 16 Si_3N_4 -Proben ist in Abbildung 6.2 dargestellt. Erwartungsgemäß liegt die charakteristische Festigkeit mit $\tau_0 = 719$ MPa höher als die von Al_2O_3 , der korrigierte Weibull-Modul liegt bei $m_{unb} = 14$.

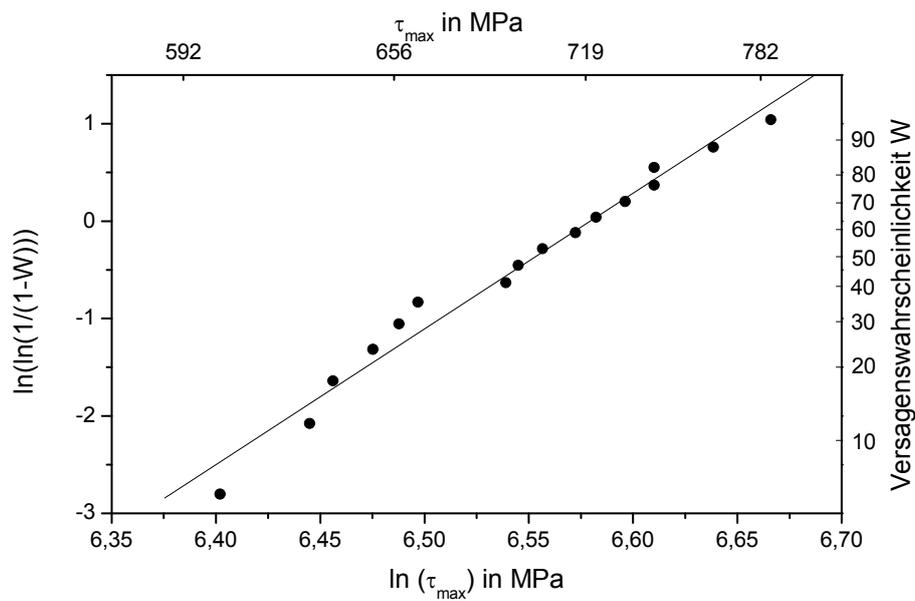


Abbildung 6.2: Weibull-Diagramm der Torsionsfestigkeitsverteilung von Si_3N_4

6.1.2 Fraktographische Untersuchungen

Fraktographische Untersuchungen der Al_2O_3 -Bruchflächen zeigen eine typische, helixförmig gewundene Bruchfläche aufgrund spröden Versagens unter Torsionsbeanspruchung (Abbildung 6.3). Die Bruchfläche besteht immer aus einem gewundenen Teil, in dem das Versagen senkrecht zur Richtung der größten Hauptnormalspannung verläuft und einem Teil mit gerade ausgerichteter Bruchkante, der ein Abknicken der Restbruchfläche beschreibt. Dieses Abknicken kann analog zum Auftreten der „compression curl“ im Biegeversuch (Kapitel 5.1.2) betrachtet werden.

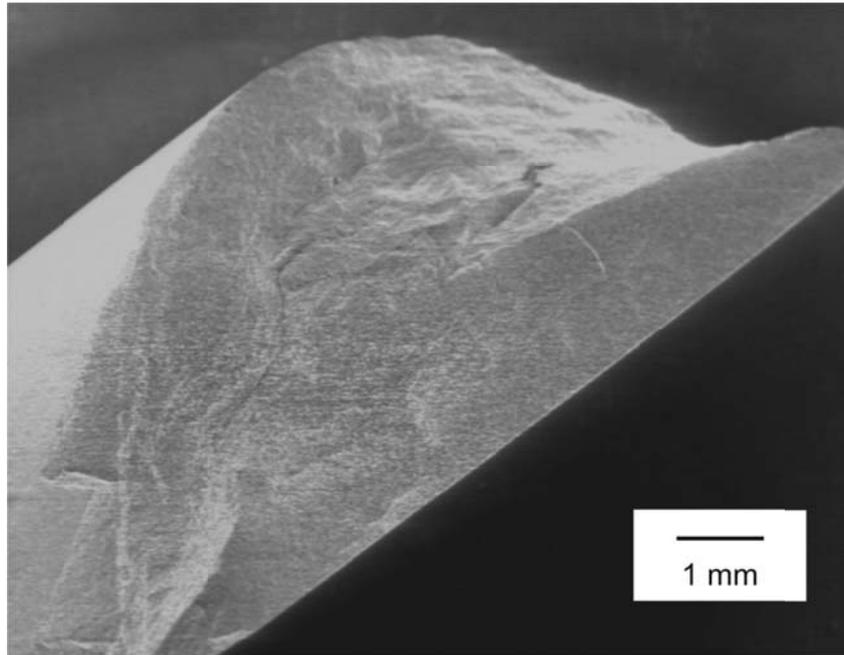


Abbildung 6.3: Helixförmig gewundene Bruchfläche einer Al₂O₃-Rundprobe nach monotoner Torsionsbelastung

Anhand von Verlaufslinien kann auf den Ursprung des Versagens im Bereich der gewundenen Bruchkante geschlossen werden (Abbildung 6.4). Ausgehend von diesem Bereich kann der instabile Rissverlauf in maximal drei typische Bereiche eingeteilt werden, die im englischen Sprachgebrauch als „mirror, mist“ und „hackle“ bezeichnet werden ^[136]. Diese drei Bereiche beschreiben die Änderung der Rissausbreitungsgeschwindigkeit während der instabilen Rissausbreitung, wobei durch stärker werdende Abweichungen des Rissverlaufes aus der ursprünglichen Ausbreitungsebene der Betrag an Bruchenergie erhöht wird (Kapitel 2.1.2). In Abbildung 6.4 kann lediglich der Übergang vom „mirror-/mist“-Bereich in den „hackle“-Bereich anhand verschieden starker Reflexionen der unterschiedlichen Rissausbreitungsebenen (helle Flächen) eindeutig identifiziert werden. Der Rissausgang mit anschließendem Übergang von „mirror“ zu „mist“ ist durch den Pfeil am unteren Rand der Bruchfläche gekennzeichnet. Dieser Übergang lässt sich in der Mehrzahl der Fälle nur erahnen und verschimmt in den meisten Bruchflächen sehr stark.

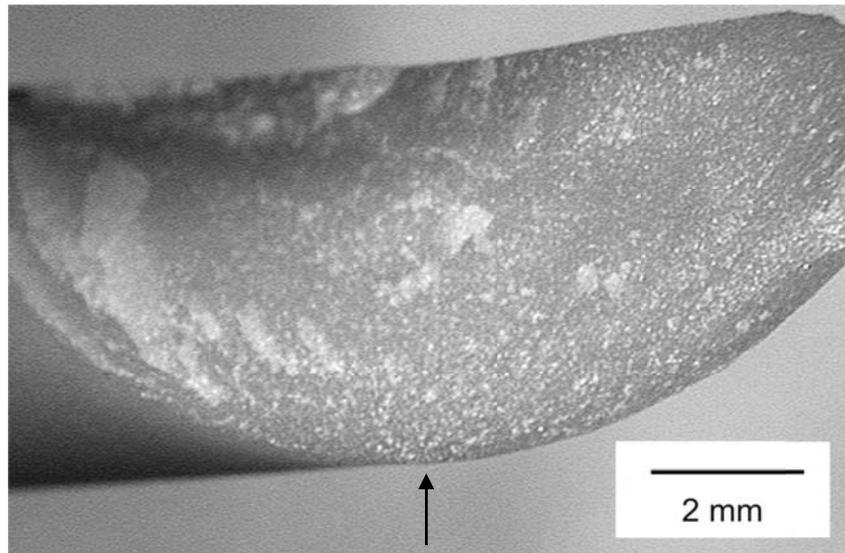


Abbildung 6.4: Bruchfläche einer Al_2O_3 -Rundprobe nach monotoner Torsionsbelastung mit Bruchausgang an der gewundenen Seite. Verlaufslinien im linken Teil der Bruchfläche sichtbar.

Die Al_2O_3 -Proben brechen meist in zwei, seltener in drei oder mehr Bruchstücke. Si_3N_4 -Proben dagegen versagen wie in Abbildung 6.5 links dargestellt in allen Fällen unter Zersplitterung in 10 und mehr Bruchstücke. Nach Zusammensetzen (Abbildung 6.5 rechts) der Bruchstücke erhält man jedoch den typischen erwarteten primären Bruchflächenverlauf, der aufgrund von Spannungswellen und daraus resultierenden Sekundärrissinitierungen während des Bruchs zerstört wird.

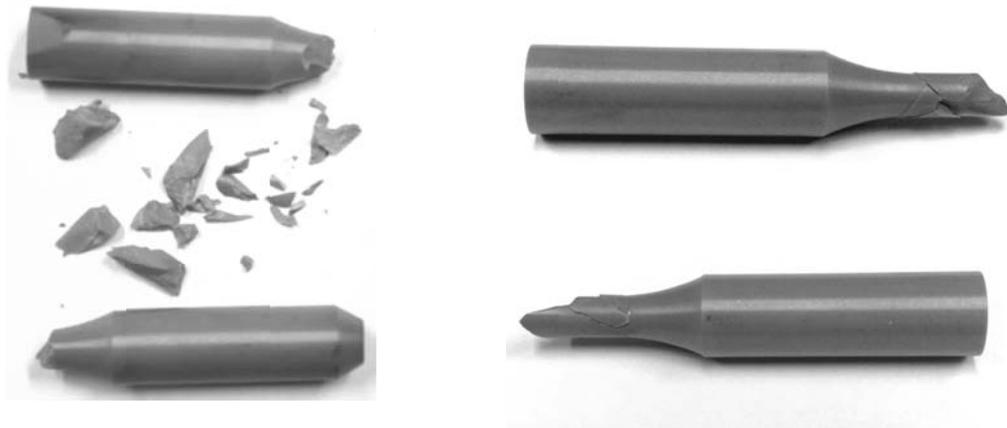


Abbildung 6.5: Bruchstücke einer zyklisch ermüdeten Torsionsprobe aus Si_3N_4 nach Versuchsende (links) und zur Fraktographie rekonstruiert (rechts)

Die meisten Bruchstücke konnten so rekonstruiert werden, dass der Bereich der Rissinitiation und somit auch der Ausgangspunkt der instabilen Rissausbreitung identifiziert werden konnte. Dabei waren die Erkenntnisse der fraktographischen Untersuchungen an Al_2O_3 sehr hilfreich. So konnte festgestellt werden, dass Si_3N_4 in vergleichbarer Weise versagt. Die Suche der Stelle der Rissinitiation gestaltet sich im Falle der dunkleren Si_3N_4 -Keramik durch

eine kontrastreichere Bruchfläche einfacher. Der instabile Rissverlauf kann ebenfalls in die genannten drei Bereiche unterteilt werden. Abbildung 6.6 zeigt den Bereich des Rissausgangs einer Si₃N₄-Bruchfläche.

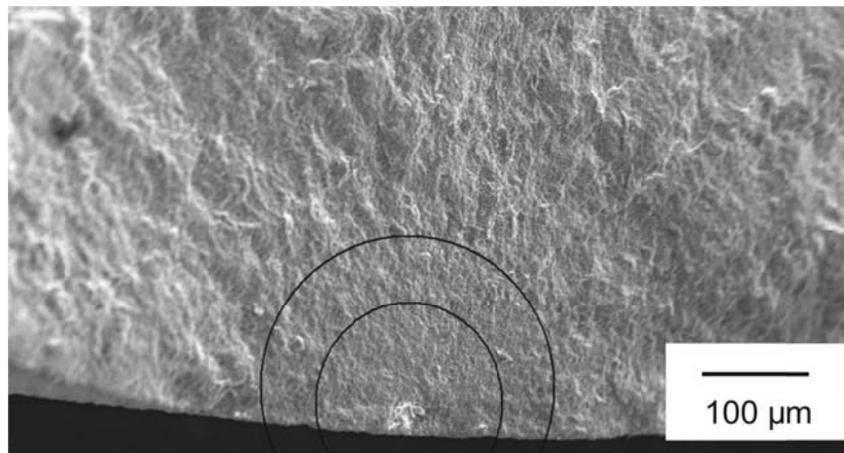


Abbildung 6.6: Bereich des Rissausgangs einer Si₃N₄-Bruchfläche nach Versagen unter Torsionsbeanspruchung. Die Ellipsenbögen markieren die Übergänge von „mirror“ zu „mist“ beziehungsweise „mist“ zu „hackle“.

Auch für Si₃N₄ sind in vielen Fällen „mirror“ und „mist“ nicht zu unterscheiden, da ausgehend von sehr kleinen kritischen Risslängen bereits nach kurzer Risslängenänderung große Rissausbreitungsgeschwindigkeiten vorliegen ^[136]. Die beiden Ellipsenbögen in Abbildung 6.6 deuten die Übergänge der Bereiche an. Der Versagensursprung unter monotoner Torsionsbeanspruchung konnte entweder als Oberflächenfehler oder als Gefügeinhomogenität in unmittelbarer Nähe der Oberfläche bestimmt werden. Abbildung 6.7 zeigt einen Versagensursprung der Si₃N₄-Probe in Form einer Gefügeinhomogenität. Aufgrund des kleinen Abstandes zur Oberfläche im Vergleich zum Fehlerdurchmesser, kann dieser in seiner Art den Oberflächenfehlern zugeordnet werden. Im unteren Bereich von Abbildung 6.7 sind deutlich die Schleifriefen der Hartbearbeitung zu erkennen, die nicht zum Versagen geführt haben.

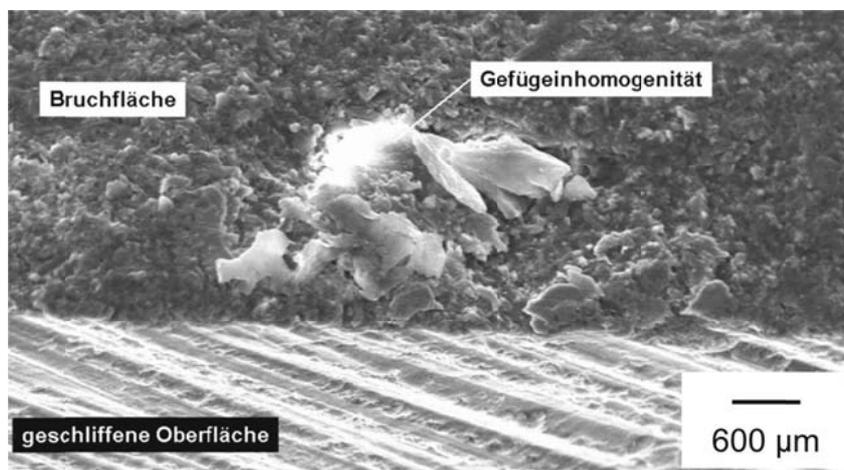


Abbildung 6.7: Gefügeinhomogenität als Versagensursache einer Si₃N₄-Probe.

6.2 Zyklische Torsionsversuche an Al_2O_3

6.2.1 Lebensdauerverhalten

Abbildung 6.8 zeigt die Wöhlerkurve zyklischer Torsionsversuche an Al_2O_3 für ein Spannungsverhältnis von $R = -1$. Der Gesamtverlauf der Wöhlerkurve kann nicht linear genähert werden, sondern stellt sich diskontinuierlich in drei Bereichen dar. Ein ausgeprägter zyklischer Ermüdungseffekt wird im Lastbereich von $\tau_{max} = 150$ MPa bis 110 MPa durch einen linearen Zusammenhang zwischen anliegender Maximalspannung und der gemessenen Bruchlastspielzahl beschrieben. Dieser Bereich ist in Abbildung 6.8 durch die gestrichelte Linie gekennzeichnet. Im Bereich des höchsten Lasthorizontes von 250 MPa und der beiden unteren Lasthorizonte weicht der Verlauf vom linearen ab. Die Streubreite innerhalb der einzelnen Lasthorizonte des linearen Bereiches liegt innerhalb einer Größenordnung. Auf dem höchsten sowie auf den unteren beiden Lasthorizonten liegen jeweils höhere Streuungen vor. Die Regression der mittleren Spannungsbereiche ergibt einen Rissausbreitungsexponenten von $n = 6$.

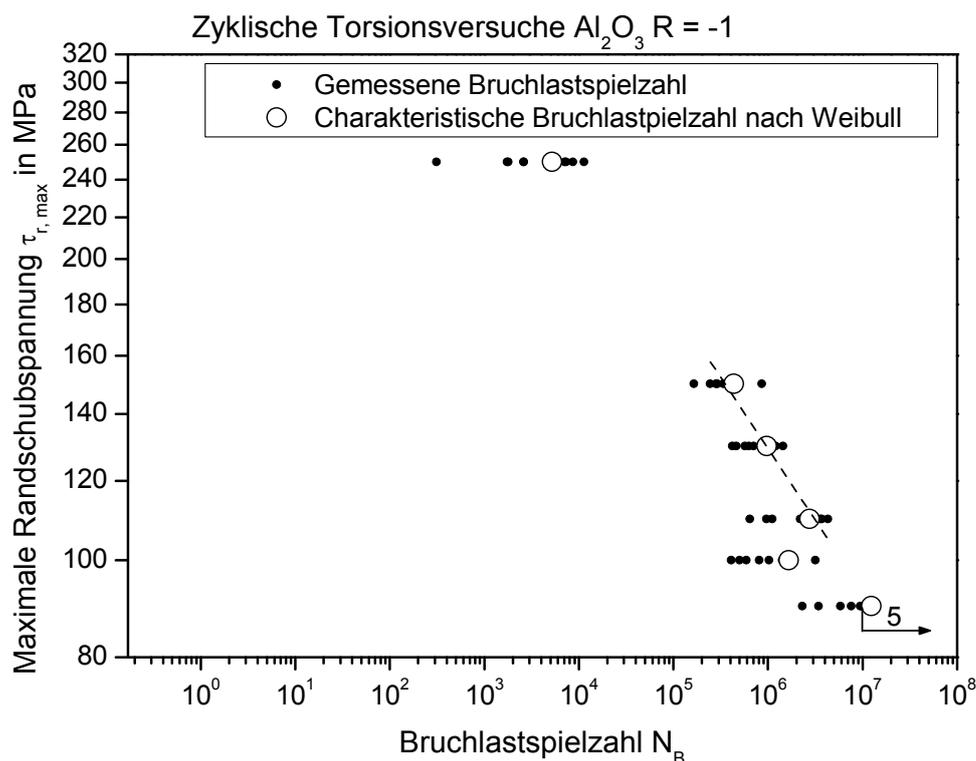


Abbildung 6.8: Wöhlerkurve für Al_2O_3 bei $R = -1$ unter Torsionsbeanspruchung

Die Wöhlerkurve für das Spannungsverhältnis von $R = 0,1$ (Abbildung 6.9) zeigt ebenfalls drei Bereiche, die zu einem diskontinuierlichen Verlauf der Wöhlerkurve führen. Eine lineare Regression ist bei diesem Spannungsverhältnis unmöglich, ein wahrer zyklischer Ermüdungseffekt ist lediglich im Bereich der oberen beiden Lasthorizonte zu vermuten. Die fol-

genden drei Lasthorizonte beschreiben den Zusammenhang zwischen anliegender Spannung und Bruchlastspielzahl mit einer positiven Steigung. Die Streubreiten der einzelnen Lasthorizonte liegen im Bereich von ein bis zwei Größenordnungen, was eine leichte Erhöhung im Vergleich zum Spannungsverhältnis von $R = -1$ bedeutet.

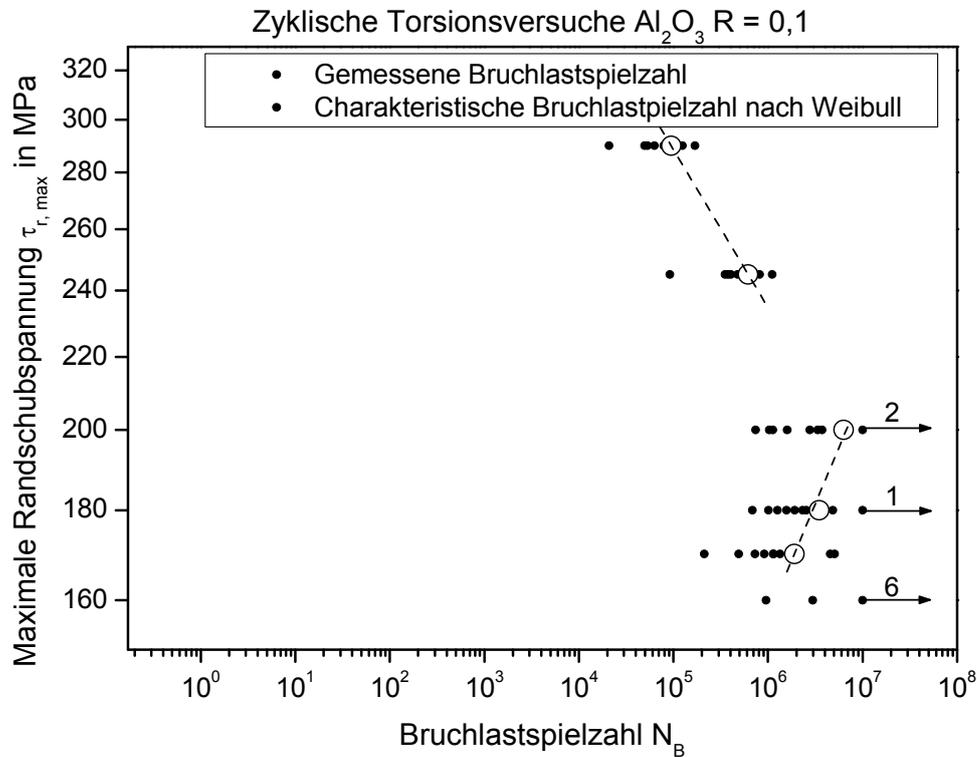


Abbildung 6.9: Wöhlerkurve für Al₂O₃ bei R = 0,1 unter Torsionsbeanspruchung

Die Diskontinuität im Verlauf der Wöhlerkurve bestätigt sich im Ergebnis der Versuche bei einem Spannungsverhältnis von $R = 0,5$ (Abbildung 6.10), so dass auch in diesem Fall eine lineare Regression nicht sinnvoll erscheint. Im höchsten getesteten Lasthorizont wurde in drei Fällen sofortiges Versagen im ersten Lastspiel festgestellt, im niedrigsten Lasthorizont kam es in sechs Fällen zum Erreichen der Grenzlastspielzahl. Die übrigen drei Lasthorizonte beschreiben einen Zusammenhang von Bruchlastspielzahl und anliegender Randschubspannung, jedoch mit einem diskontinuierlichen Verlauf. Die Streuung der ermittelten Bruchlastspielzahlen innerhalb der einzelnen Lasthorizonte ist mit mehr als drei Größenordnungen deutlich größer als bei den anderen beiden Spannungsverhältnissen. Der Spannungsbereich, in dem ein Ermüdungseffekt aufgrund der Abhängigkeit der Bruchlastspielzahl von der anliegenden Spannung beobachtet wird, ist entsprechend eingeschränkt.

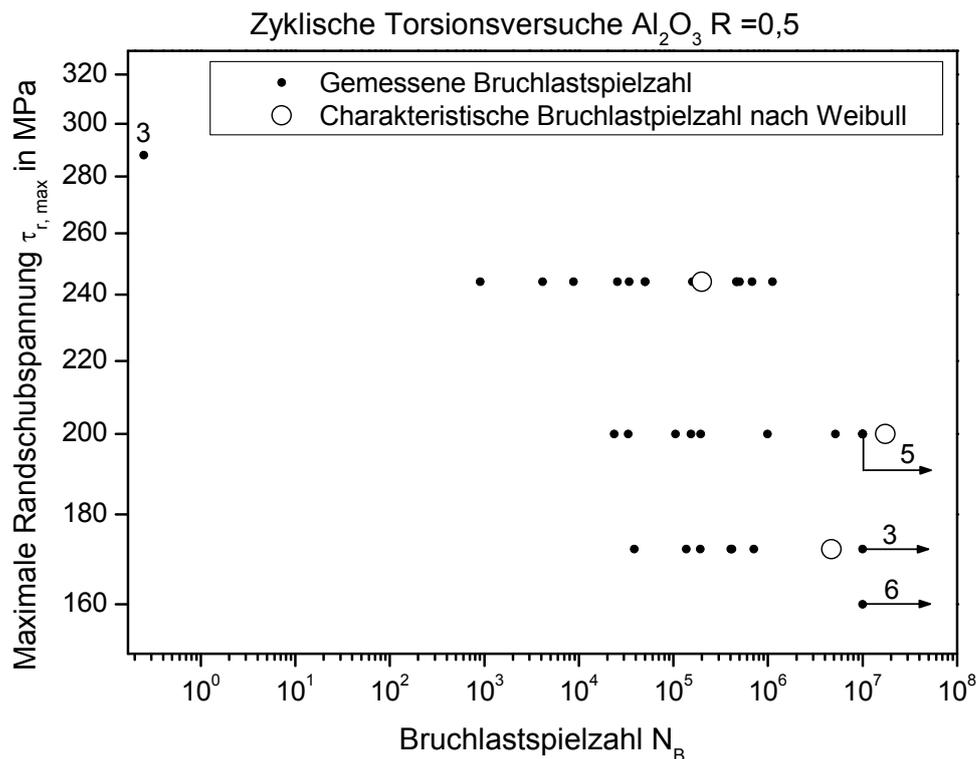


Abbildung 6.10: Wöhlerkurve für Al_2O_3 bei $R = 0,5$ unter Torsionsbeanspruchung

6.2.2 Fraktographische Untersuchungen

Die Bruchflächen der in zyklischen Torsionsversuchen untersuchten Proben sind grundsätzlich vergleichbar mit denjenigen unter monotoner Last getesteten Proben. Die helixförmige Bruchflächenform wurde in allen Fällen ermittelt. An Proben der mittleren und unteren Lasthorizonte der Versuche bei $R = -1$ und $R = 0,1$ konnte jeweils am helixförmigen Teil der Bruchkante eine Abweichung dieser in Richtung der Probenachse festgestellt werden (Abbildung 6.11). Die Länge dieser Abweichung wurde an allen Bruchstücken vermessen und aus den gemessenen Längen der Bruchkantenabweichung zweier Bruchstücke einer Probe der Mittelwert gebildet. Es ergaben sich Längen im Bereich zwischen $200 \mu\text{m}$ und $600 \mu\text{m}$. Diese Abmessungen und die Ausrichtung der Abweichungen weisen stark auf schleifbearbeitungsbedingte Longitudinalrisse hin (Kapitel 2.4).

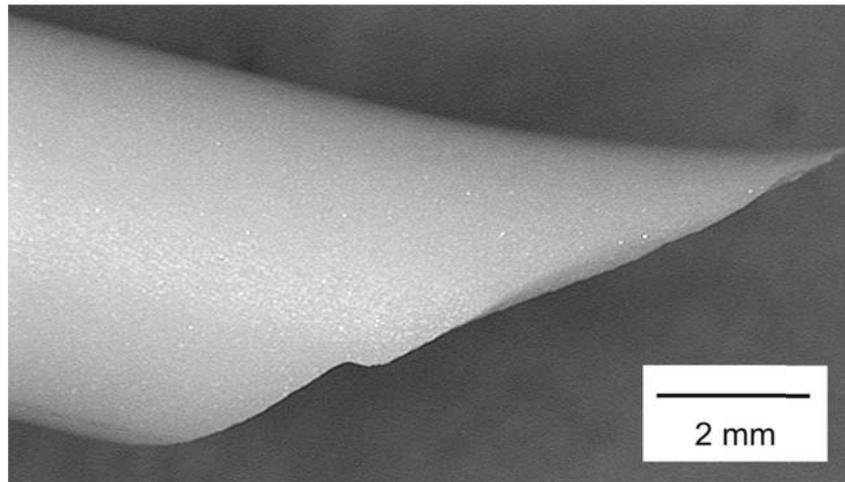


Abbildung 6.11: Lichtmikroskopische Darstellung der Bruchkantenabweichung am Bruchstück einer Al₂O₃-Torsionsprobe nach zyklischem Versagen

Die Bruchkantenabweichung liegt in allen Fällen in unmittelbarer Nähe der Rissinitiierungsstelle. Das konnte mit Hilfe von lichtmikroskopischen Aufnahmen mit variabler Beleuchtung sowie lokalen rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen gezeigt werden (Abbildung 6.12 Kreise).

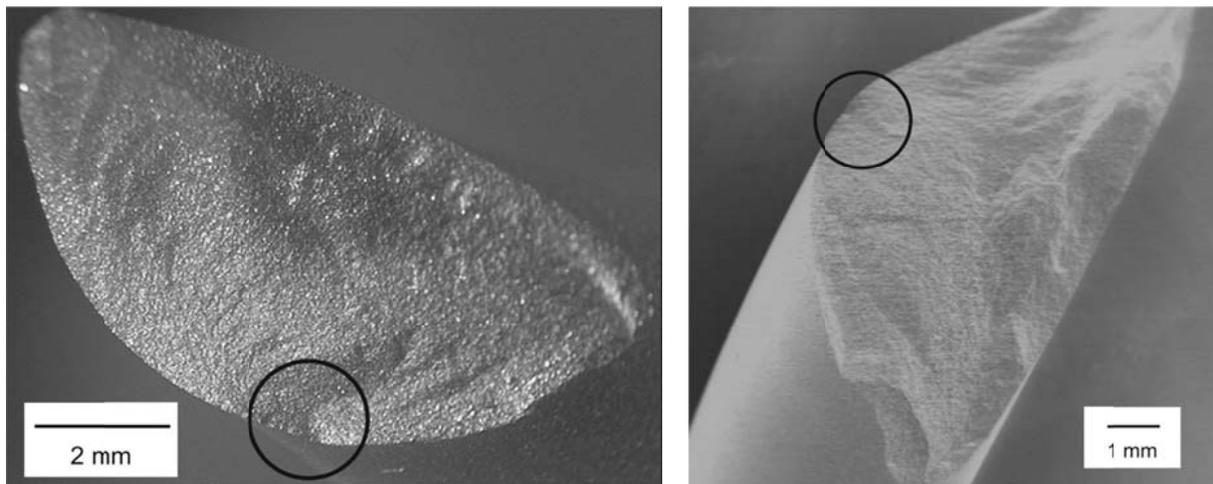


Abbildung 6.12: Rissinitiierung einer Al₂O₃-Torsionsprobe in unmittelbarer Nähe der Bruchkantenabweichung im Lichtmikroskop (links) und im Rasterelektronenmikroskop (rechts)

Höhere Vergrößerungen zeigen, dass die Abweichungen der Bruchkante ausgehend von der Probenoberfläche senkrecht als Fläche in das Probeninnere hineinragen (Abbildung 6.13). Diese erreichen Tiefen von einigen hundert Mikrometern.

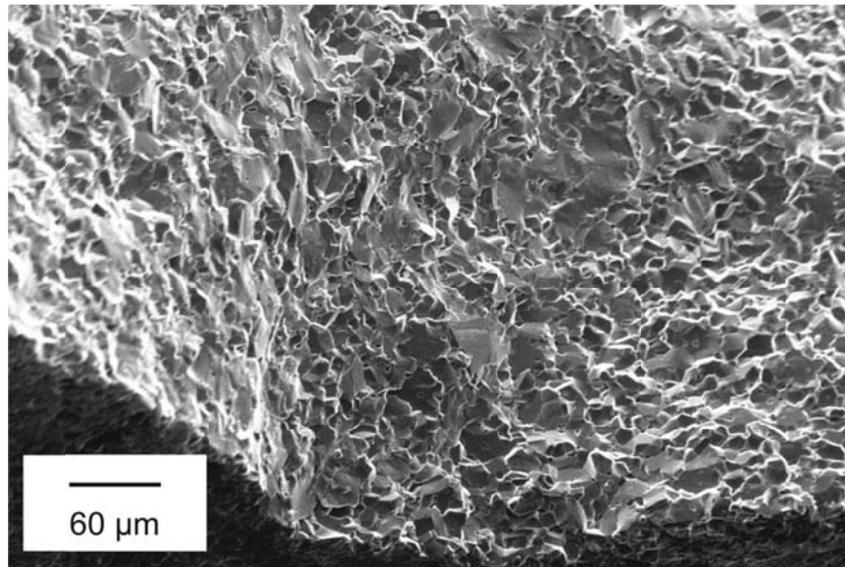


Abbildung 6.13: Ansicht einer Bruchkantenabweichung und der in die Tiefe ragenden Fläche.

Außerdem zeigt sich in diesen Untersuchungen, dass neben Bereichen interkristalliner Rissverläufe vermehrt transkristallin gebrochene Bereiche ebener Ausrichtung vorliegen (Abbildung 6.14).

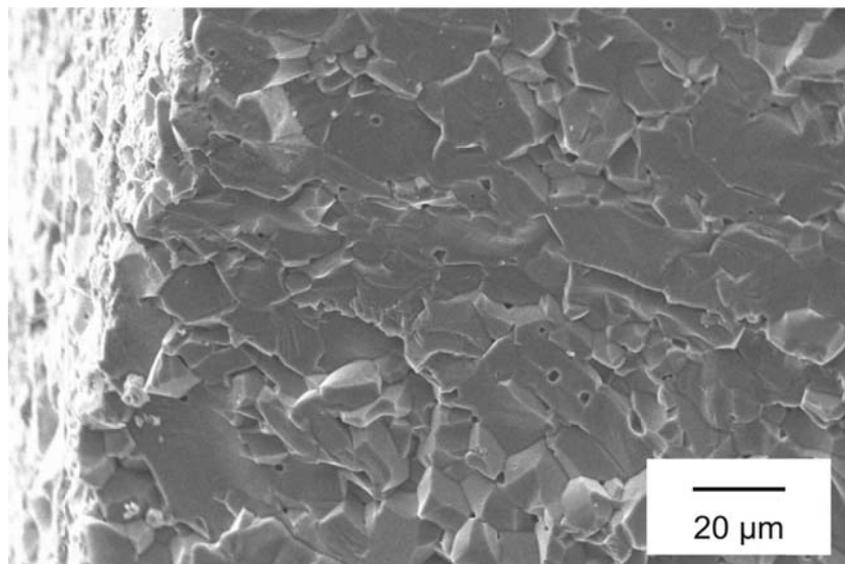


Abbildung 6.14: Transkristalliner Bruch in der Umgebung der Rissinitiierung nach zyklischer Torsionsbeanspruchung.

6.2.3 Statistische Auswertung der Ergebnisse zyklischer Torsionsversuche an Al_2O_3

Alle Wöhlerkurven aus zyklischen Torsionsversuchen an Al_2O_3 zeigen einen diskontinuierlichen Verlauf. Im Falle des Spannungsverhältnisses von $R = 0,1$ für Al_2O_3 ist sogar eine positive Steigung im mittleren Bereich ablesbar. Ein solches Verhalten ist nach bisherigen Kenntnissen zum Rissausbreitungsverhalten auszuschließen, so dass ein Effekt aufgrund statistisch nicht hinreichend abgesicherter Bruchlastspielzahlverteilungen wahrscheinlich ist. Aus diesem Grund wurde das Pooling-Verfahren aus Kapitel 4.3.2.2 angewendet, um den

Einfluss von zu geringen Stichprobenumfängen minimieren zu können. Die so ermittelten Bruchlastspielzahlverteilungen wurden anschließend zur Berechnung von Rissausbreitungskurven nach dem Verfahren aus Kapitel 4.3.2 herangezogen. Es wurden immer diejenigen Lasthorizonte mit Hilfe des Poolings zusammengefasst, deren Probenbruchstücke in fraktographischen Untersuchungen vergleichbare Ergebnisse zeigten und die aufgrund ihrer Bruchlastspielzahlverteilung ein ähnliches Rissausbreitungsverhalten erwarten ließen. Abbildung 6.15 zeigt die Ergebnisse für die Wöhlerkurve bei $R = -1$ nach Anwendung des Pooling-Verfahrens. Außerdem sind für die jeweiligen charakteristischen Bruchlastspielzahlen Linienverläufe eingetragen, die den Rissausbreitungsexponenten zuzuordnen sind und damit direkt mit dem Rissausbreitungsverhalten in den einzelnen Bereichen korrelieren. Der diskontinuierliche Verlauf der Wöhlerkurve wird außerdem durch die sich unterscheidenden Streubreiten der einzelnen Lasthorizonte unterstrichen. Im oberen Bereich mit $n = 13$ und im unteren Bereich mit $n = 9$ liegen die Streubreiten der Bruchlastspielzahlen deutlich oberhalb von einer Größenordnung, ohne dabei Durchläuferproben zu berücksichtigen. Dagegen wurden im mittleren Bereich mit $n = 6,5$ Bruchlastspielzahlen innerhalb einer Größenordnung ermittelt.

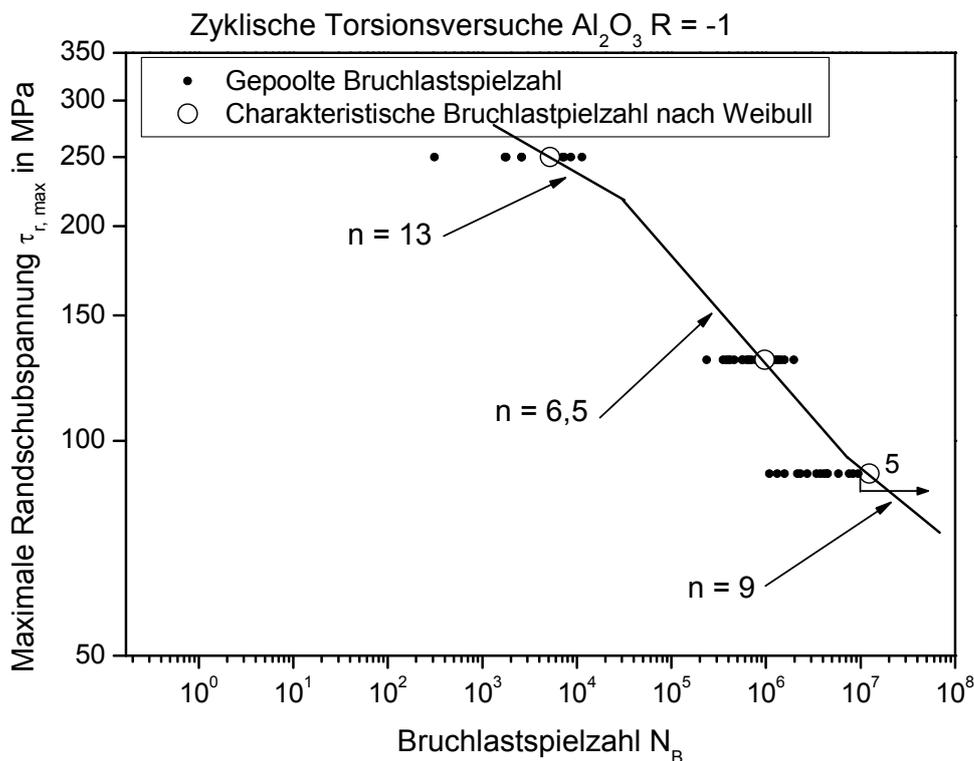


Abbildung 6.15: Darstellung der gepoolten Lasthorizonte der Wöhlerkurve für Al₂O₃ bei $R = -1$ unter Torsionsbeanspruchung und der korrelierten Steigungen

Abbildung 6.16 zeigt die entsprechende Darstellung für Versuche bei $R = 0,1$. Hierbei wurden die drei Lasthorizonte von 180, 200 und 245 MPa gepoolt, da in diesen Bruchkantenab-

weichungen festgestellt werden konnten und die Auswertung der Rissausbreitungskurven ein vergleichbares Rissausbreitungsverhalten ergeben haben. Die unteren beiden Lasthorizonte weichen in der Auswertung von den mittleren ab. Ein Poolingverfahren war in diesem Fall nicht möglich, da auf Basis von drei Messwerten für den niedrigsten Lasthorizont keine charakteristische Bruchlastspielzahl berechnet werden konnte. Der höchste Lasthorizont liegt mit 290 MPa bereits im Streubereich der Festigkeitsmessungen aus Kapitel 6.1. Die hier gemessene geringe Streuung in diesem Bereich ist sehr ungewöhnlich, für eine hohe getestete Probenanzahl würden in diesem Bereich Rissausbreitungsexponenten von $n = 20$ erwartet, da die Belastung bereits im Bereich der Streubreite der Inertfestigkeit liegt. Im mittleren Bereich konnte mit Hilfe der gepoolten Stichprobe ein Rissausbreitungsexponent von $n = 9$ ermittelt werden, d.h. in diesem Bereich fällt der Ermüdungseffekt nur wenig stärker aus, als in den übrigen Lasthorizonten. In den unteren beiden Lasthorizonten liegt der ermittelte Rissausbreitungsexponent für den Lasthorizont von 170 MPa bei $n = 10$, wird aber aufgrund der hohen Anzahl an Durchläufern im niedrigsten Lasthorizont höher eingeschätzt. Erwartungsgemäß müssten die Werte der Rissausbreitungsexponenten über denen bei $R = -1$ liegen, was zumindest im mittleren Lastbereich zutrifft.

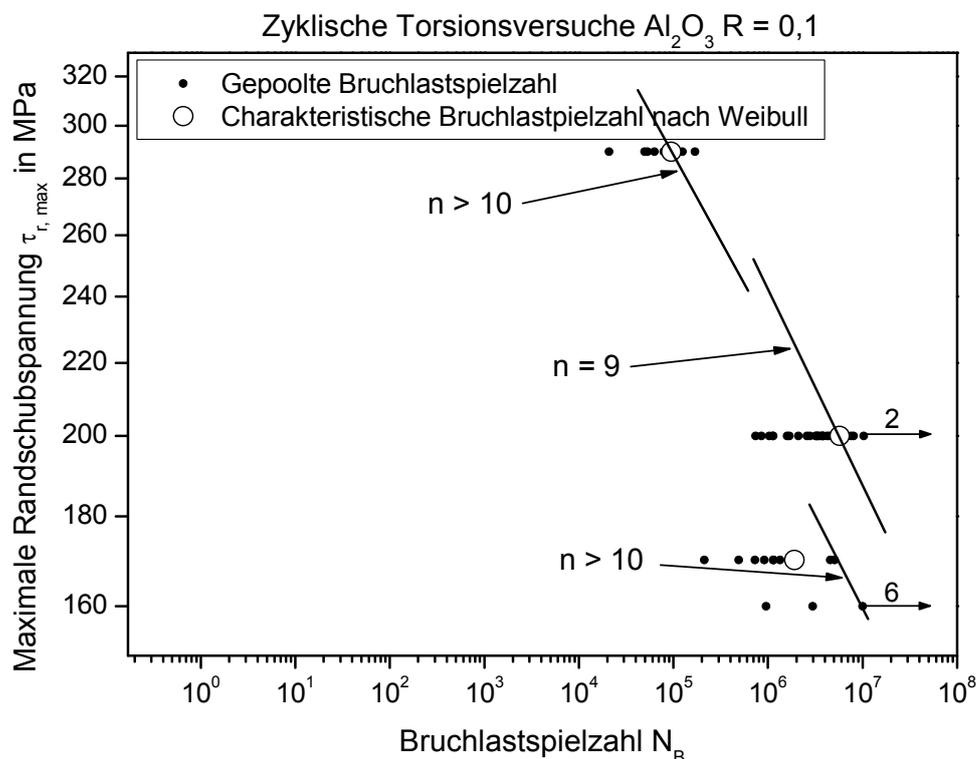


Abbildung 6.16: Darstellung der gepoolten Lasthorizonte der Wöhlerkurve für Al_2O_3 bei $R = 0,1$ unter Torsionsbeanspruchung und der korrelierten Steigungen

Die Pooling-Methode stößt in diesem Fall an ihre Grenzen, da sie in ihrer Aussagekraft stark von der Verteilung innerhalb der vorliegenden Stichproben abhängt. Aufgrund der anormalen

Verteilung der Durchläuferproben im Zusammenhang mit der anliegenden Spannung werden die Ergebnisse in diesem Lastfall schwer interpretierbar. Nur zusammen mit der Auswertung der fraktographischen Ergebnisse und den Ergebnissen der Versuche bei $R = -1$ lässt sich diese vorsichtige Aussage zum eigentlichen Verlauf der Wöhlerkurve treffen.

Im Falle des Spannungsverhältnisses von $R = 0,5$ ergibt sich mit Hilfe der Pooling-Methode ein von dem in Kapitel 6.2.1 vorgestellten verschiedenes Verhalten. Paarweises Pooling der drei relevanten Lasthorizonte untereinander sowie aller drei Lasthorizonte auf eine mittlere Spannung ergeben Rissausbreitungsexponenten von $22 < n < 25$. Es ist kein Unterschied im Rissausbreitungsverhalten in Abhängigkeit des Lastniveaus zu erkennen. Diese Tatsache wird durch fraktographische Untersuchungen belegt, die in keinem Fall Abweichungen der Bruchkante erkennen ließen. Aufgrund des hohen Einflusses von Durchläuferproben sind die gepoolten charakteristischen Bruchlastspielzahlen stark gegeneinander verschoben. Aus diesem Grund wird an dieser Stelle auf eine Darstellung der gepoolten Ergebnisse für $R = 0,5$ verzichtet.

6.3 Zyklische Torsionsversuche an Si₃N₄

Abbildung 6.17 zeigt die Wöhlerkurve für Si₃N₄ bei einem Spannungsverhältnis von $R = 0,1$. Ein diskontinuierlicher Verlauf sowie ein Zusammenhang zwischen ermittelter Bruchlastspielzahl und angelegter Spannung sind eindeutig zu erkennen. Im mittleren Bereich weist der stärker abfallende Kurvenverlauf auf einen ausgeprägteren zyklischen Ermüdungseffekt hin. Auffällig sind vor allem die geringen Streubreiten der einzelnen Lasthorizonte in diesem Bereich.

6.3.1 Lebensdauerverhalten

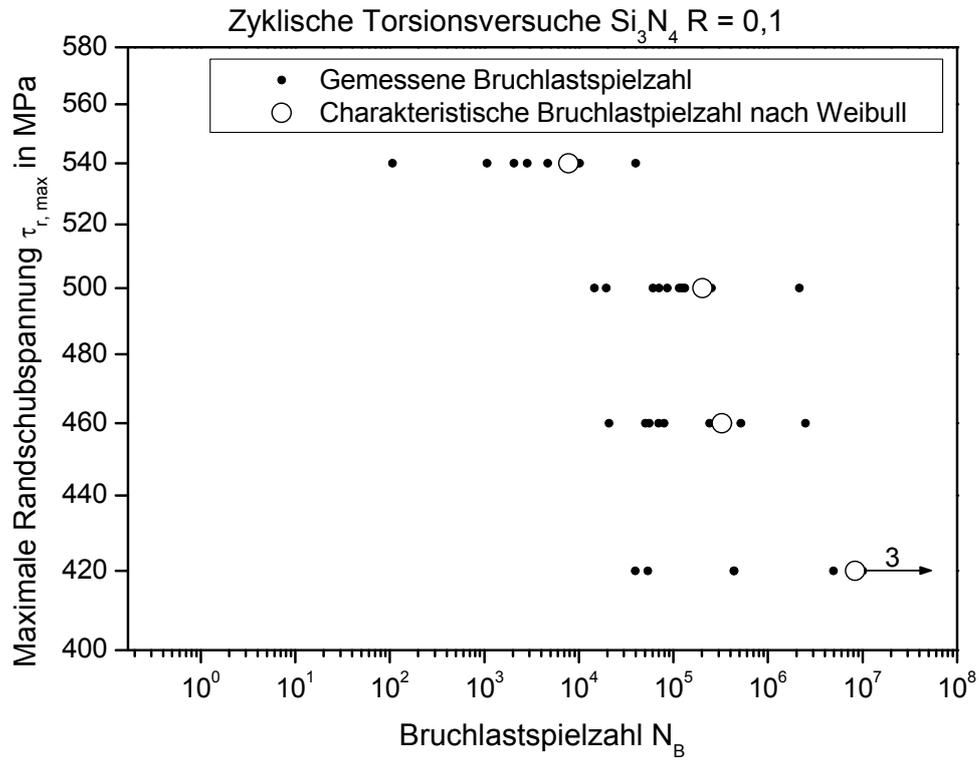


Abbildung 6.17: Wöhlerkurve für Si_3N_4 bei $R = 0,1$ unter Torsionsbeanspruchung

Die Darstellung der gepoolten Ergebnisse in Abbildung 6.18 im Bereich der mittleren Lasthorizonte verdeutlicht die Beobachtungen. Vor allem zum niedrigsten Lasthorizont hin steigt der Betrag des Rissausbreitungsexponenten stark an. Insgesamt liegen die Werte erwartungsgemäß deutlich über denen der Auswertungen der Versuche an Al_2O_3 .

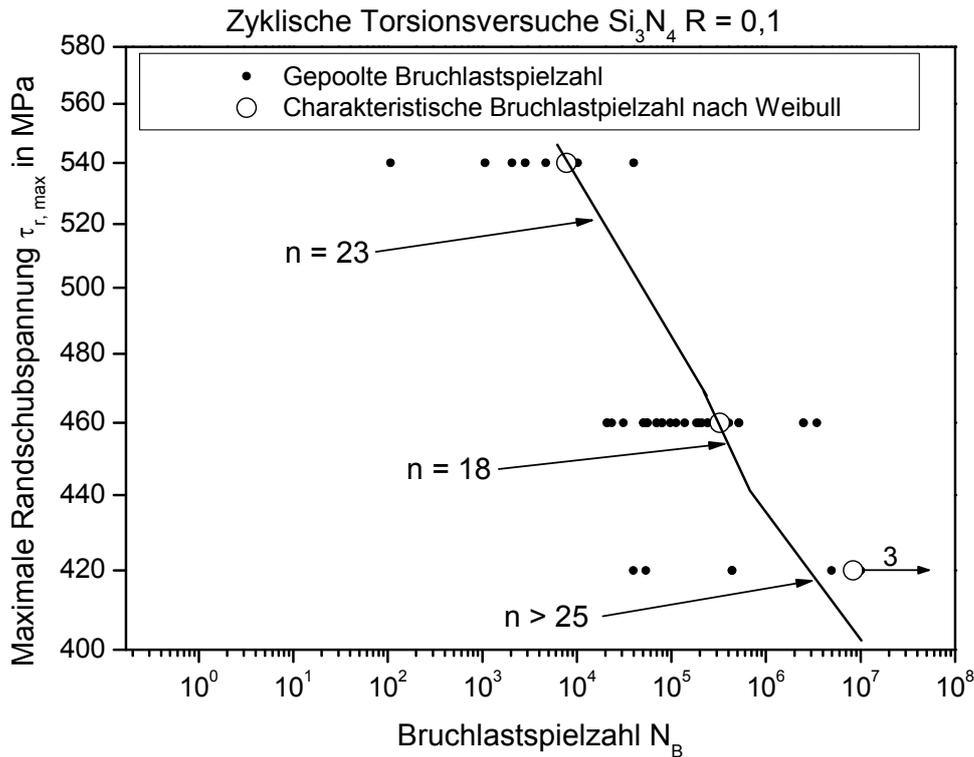


Abbildung 6.18: Darstellung der gepoolten Lasthorizonte der Wöhlerkurve für Si₃N₄ bei R = 0,1 unter Torsionsbeanspruchung und der korrelierten Steigungen

6.3.2 Fraktographische Untersuchungen

Wie bereits die Proben aus monotonen Torsionsversuchen versagten alle Torsionsproben nach zyklischer Beanspruchung in 10 oder mehr einzelnen Bruchstücken (Abbildung 6.5 (links)). Viele dieser Bruchstücke entstehen aufgrund von während des Bruchs frei werdender elastisch gespeicherter Energie, die aufgrund der Reflexion elastischer Wellen Sekundärrissbildung hervorruft. Diese Sekundärrisse stellen lediglich eine Folge des Versagens dar und tragen nicht dazu bei. Zur weiteren fraktographischen Untersuchung mussten die Bruchstücke zunächst durch Verkleben der einzelnen Bruchstücke rekonstruiert werden (Abbildung 6.5 (rechts)). Die rekonstruierten Bruchstücke zyklisch ermüdeter Proben zeigen ein Bruchbild des Primärrisses, das dem von Al₂O₃-Proben ähnlich ist. Im Bereich der mittleren und unteren Lasthorizonte zeigen die Bruchstücke entlang ihrer helixförmigen Bruchkante in Bearbeitungsrichtung ausgerichtete Abweichungen. Dieser Bereich beschreibt gleichzeitig den Bereich der Rissinitiierung, von dem sowohl der instabile Primärriss als auch ein oder mehrere Sekundärrisse ausgehen können. Abbildung 6.19 zeigt ein Teilstück einer solchen Bruchfläche. Neben dem Rissausgang, der am unteren Bildrand mittig als relativ glatte Fläche zu erkennen ist, zeigen die seitliche Kante links und die Kante im oberen rechten Bereich in spitzem Winkel abknickende Bruchflächen von Sekundärrissen. Diese Sekundärriss-

verläufe entstehen während des katastrophalen Versagens der Probe unter rein instabilem Rissfortschritt.

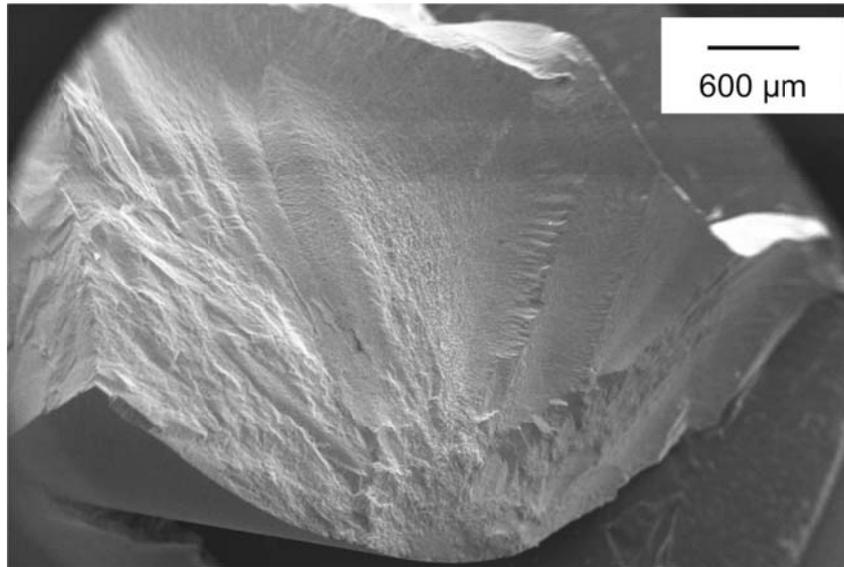


Abbildung 6.19: Teilstück der Bruchfläche einer zyklisch ermüdeten Si₃N₄-Torsionsprobe mit Rissausgang (unten Mitte) und großer Restbruchfläche.

Der Rissausgang liegt direkt an der geschliffenen Oberfläche der Torsionsprobe und ist in Abbildung 6.20 vergrößert dargestellt. Die Versagensursache kann in dieser Vergrößerung nicht eindeutig bestimmt werden. Eine charakteristische Abweichung der Bruchkante in Richtung der deutlich sichtbaren Schleifriefen ist allerdings nicht zu übersehen.

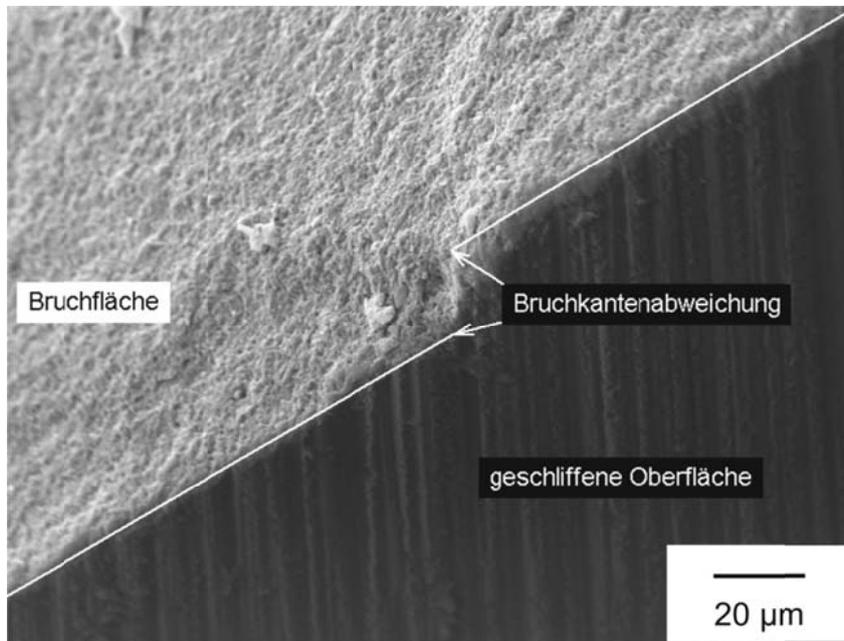


Abbildung 6.20: Vergrößerter Rissausgang an der geschliffenen Probenoberfläche

Bei weiter vergrößerter Betrachtung aus anderer Perspektive (Abbildung 6.21) stellt sich die Bruchkantenabweichung mit einer Länge von 24,85 μm als Längsachse eines bearbeitungsbedingten Longitudinalrisses dar, der eine Tiefe in vergleichbarer Abmessung erreicht.

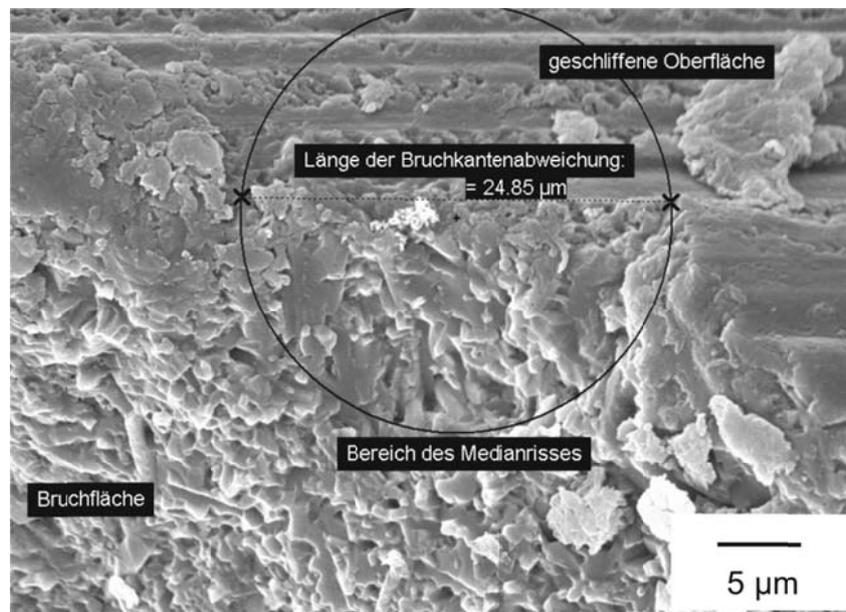


Abbildung 6.21: Vergrößerte Darstellung der Bruchkantenabweichung aus Abbildung 6.20

6.4 Diskussion der Ergebnisse der zweiachsigen Beanspruchung

6.4.1 Vergleich mit einachsiger Beanspruchung

Die Ergebnisse der Vorversuche unter monotoner Torsionsbelastung zeigen für Al_2O_3 keinen festigkeitsreduzierenden Einfluss der zweiachsigen Beanspruchung. Unter Berücksichtigung des größeren effektiv belasteten Volumens der Torsionsprobe (Kapitel 4.3.1) ergibt sich sogar eine mit $\tau_c = \sigma_c = 389 \text{ MPa}$ höhere Festigkeit als in Vier-Punkt-Biegeversuchen nach Nejma^[121], Erbacher^[123] und Wolf^[125]. Deren Angaben ergeben volumenkorrigierte Festigkeiten von $\sigma_c = 340\text{-}388 \text{ MPa}$. Monotone Festigkeitsuntersuchungen an Si_3N_4 zeigen ebenfalls keinen festigkeitsreduzierenden Einfluss. Die volumenkorrigierte Festigkeit ergibt sich zu $\tau_c = \sigma_c = 871 \text{ MPa}$. Diese liegt unterhalb der volumenkorrigierten Festigkeit von $\sigma_c = 993 \text{ MPa}$ aus Kapitel 3.2, aber auch oberhalb der korrigierten Festigkeit von $\sigma_c = 842 \text{ MPa}$ nach Lube^[127]. Die Differenzen der Festigkeitswerte ergeben sich vermutlich durch verschiedene Schleifprozesse, in denen Biegestäbchen und Torsionsproben bearbeitet werden. Die fraktographischen Untersuchungen aus Kapitel 6.1.2 bestätigen dies, indem sie belegen, dass sämtliche Brüche ausgehend von der Probenoberfläche senkrecht zur Hauptnormalspannungsrichtung in das jeweilige Probeninnere verliefen. Somit kann zusammenfassend festgehalten werden, dass der Einfluss eines zweiachsigen Spannungszustan-

des unter rein monoton ansteigender Belastung keinen reduzierenden Einfluss auf die Festigkeiten von Al_2O_3 und Si_3N_4 hat.

Der Vergleich von zyklischen Torsionsversuchen an Al_2O_3 ^[137] mit Ergebnissen aus zyklischen Versuchen des gleichen Materials unter einachsiger Beanspruchung nach Nejma ^[121] zeigt jedoch, dass sich das Ermüdungsverhalten in Abhängigkeit der Belastungsart und des Spannungsverhältnisses unterscheidet. Der Vergleich von zyklischen Torsionsversuchen mit Zug-Druck-Versuchen bei $R = -1$ in Abbildung 6.22 zeigt einen verstärkten Ermüdungseffekt für Torsionsbeanspruchung, sichtbar durch den steiler abfallenden Verlauf der Wöhlerkurve der Torsionsversuche, der mit einer reduzierten Lebensdauer bei vergleichbaren Maximallas-ten einhergeht. Die eingetragenen Steigungen basieren auf nach Kapitel 4.3.2 berechneten Rissausbreitungsexponenten. Dazu wurden die Bruchlastspielzahlen zunächst gepoolt, um statistische Unsicherheiten weitestgehend auszuschließen. Im Fall der Lebensdauerdaten der Vier-Punkt-Biegeversuche nach Nejma ^[121] liegen dennoch erhebliche Unsicherheiten aufgrund teilweise mit weniger als sieben Proben nicht hinreichend abgesicherter Lasthori-zonte vor. Diese Tatsache erklärt den sehr flachen Verlauf der berechneten Steigung für Zug-Druck-Versuche. Dennoch zeigen diese Trends eindeutig den verstärkten Ermüdungsef-fekt unter zyklischer Torsionsbelastung.

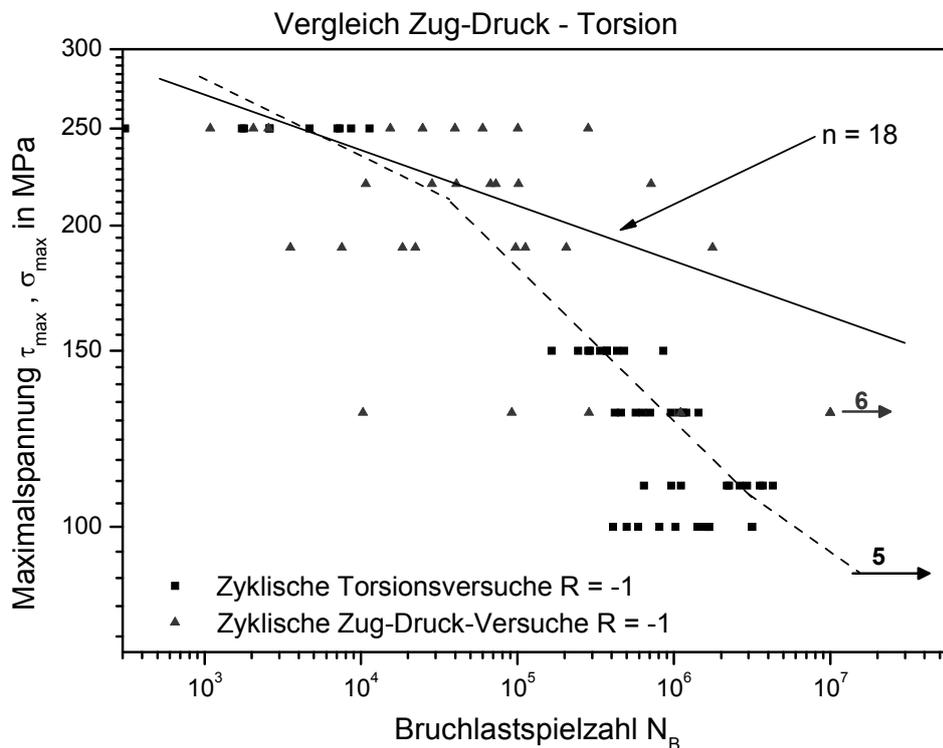


Abbildung 6.22: Vergleich von zyklischen Torsions- und Zug-Druck-Versuchen nach Nejma ^[121] an Al_2O_3 bei $R = -1$

Bei einem Spannungsverhältnis von $R = 0,1$ zeigt der Vergleich von zyklischen Torsionsversuchen mit zyklischen Vier-Punkt-Biegeversuchen nach Nejma ^[121] keine eindeutige Redukti-

on der Lebensdauern, aber einen verstärkten Ermüdungseffekt für Torsionsversuche. Im unteren Bereich der Lastspannungen in Abbildung 6.23 schneiden sich beide Wöhlerkurven und die Bruchlastspielzahlen unter einachsiger Belastung überschreiten die der Torsionsversuche. Eine Reduktion der Lebensdauer durch die zweiachsige zyklische Beanspruchung ist somit lediglich im Bereich niedriger anliegender Spannungen festzustellen. Die Stärke des zyklischen Ermüdungseffektes ist aber für den gesamten gemessenen Bereich im Falle der Torsionsbeanspruchung stärker ausgeprägt als für Vier-Punkt-Biegebeanspruchung. Dies drückt sich durch den steileren Verlauf der Steigung der Wöhlerkurve aus. Auch in diesem Fall basieren die eingetragenen Steigungen auf den nach Kapitel 4.3.2 berechneten Rissausbreitungsexponenten. Die Rissausbreitungsexponenten der Vier-Punkt-Biegebeanspruchung liegen bei $n = 18$ für $R = -1$ und $n = 24$ für $R = 0,1$ und somit oberhalb der Werte der Torsionsversuche.

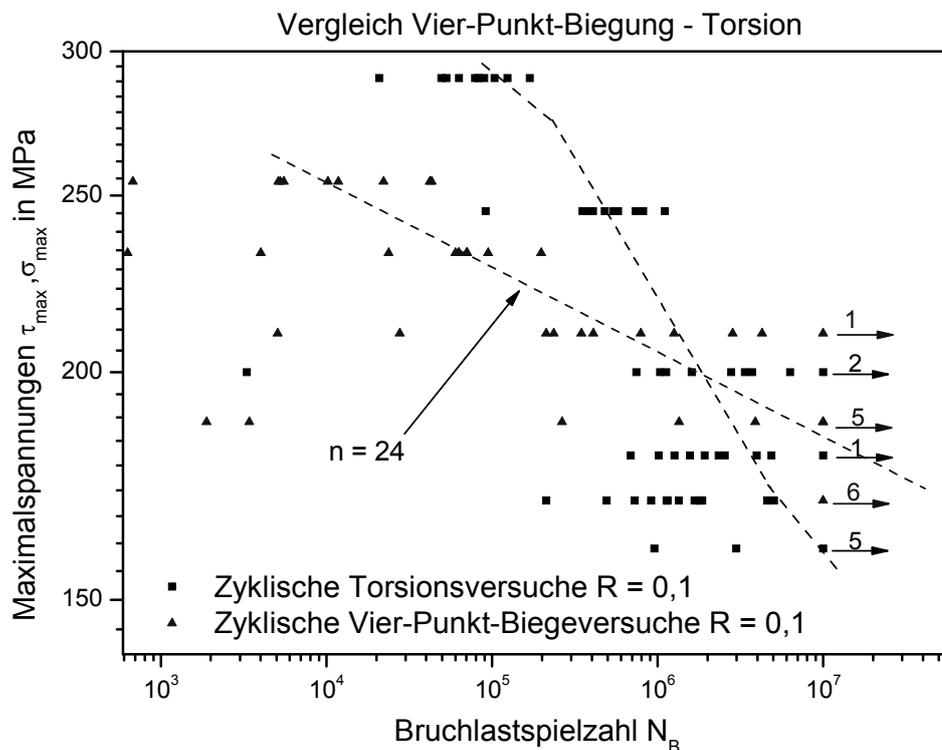


Abbildung 6.23: Vergleich von zyklischen Torsions- und Vier-Punkt-Biegeversuchen nach Nejma ^[121] an Al_2O_3 bei $R = 0,1$

Für $R = 0,5$ konnte hingegen kein Unterschied im Ermüdungsverhalten festgestellt werden. Die Bruchlastspielzahlen der beiden Belastungsarten unterscheiden sich nicht stark. Hier kann von einer statistischen Unsicherheit ausgegangen werden. Die Rissausbreitungsexponenten liegen mit $22 < n < 25$ im gleichen Bereich. Aufgrund der in Kapitel 6.2.3 erläuterten unübersichtlichen Darstellung, wird an dieser Stelle auf einen graphischen Vergleich verzichtet. Ein Einfluss der mehrachsigen Beanspruchung kann demnach bei $R = 0,5$ nicht festge-

stellt werden. Der Einfluss des Spannungsverhältnisses auf das Ermüdungsverhalten konnte in fraktographischen Untersuchungen bestätigt werden. Die ausgeprägtesten Bruchkantenabweichungen konnten bei $R = -1$ festgestellt werden. Bei $R = 0,1$ waren die Häufigkeiten des Auftretens leicht kleiner, während bei $R = 0,5$ keine solchen Bruchkantenabweichungen gefunden werden konnten. Damit besteht ein direkter Zusammenhang zwischen dem Auftreten von Abweichungen entlang der Bruchkante und dem einer verstärkten zyklischen Ermüdung. Dieser Aspekt konnte auch für Versuche an Si_3N_4 bestätigt werden. Zyklische Torsionsversuche an Si_3N_4 wurden lediglich bei $R = 0,1$ durchgeführt. Ein direkter Vergleich mit Vier-Punkt-Biegeversuchen in Abbildung 6.24 zeigt einen erheblichen Einfluss der Torsionsbeanspruchung.

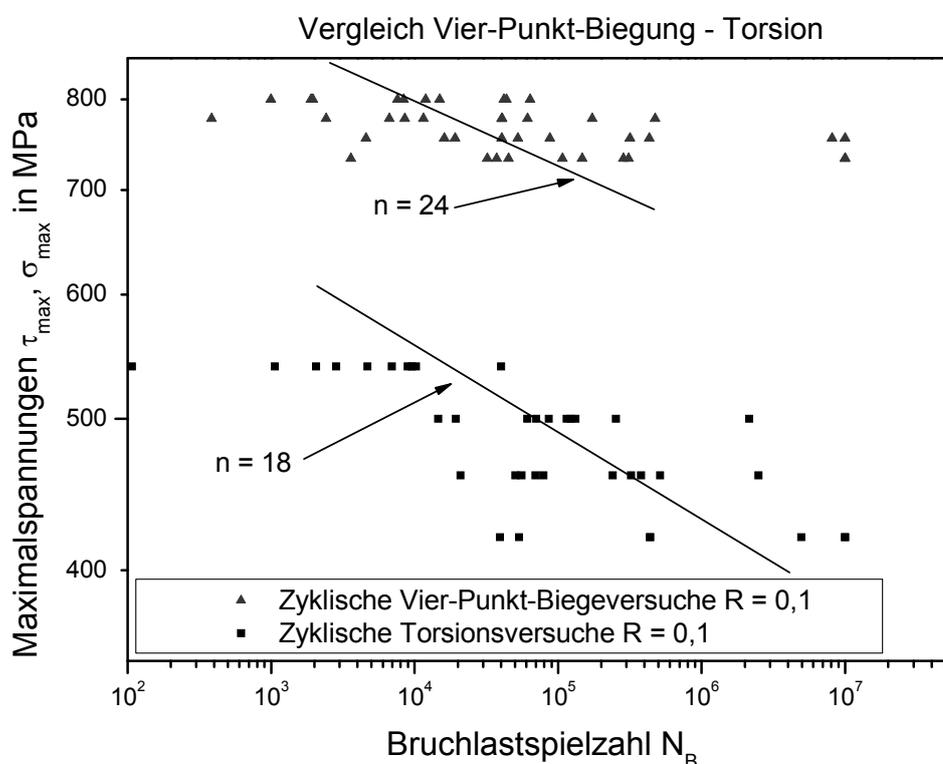


Abbildung 6.24: Vergleich der Ergebnisse zyklischer Vier-Punkt-Biegeversuche mit Ergebnissen aus zyklischen Torsionsversuchen an Si_3N_4

Die absoluten Bruchlastspielzahlen sind stark reduziert und es ergibt sich ein steiler Abfall der Wöhlerkurve, der als verstärkter Ermüdungseffekt interpretiert werden kann. Ein Vergleich der Rissausbreitungsexponenten mit $n_{4PB} = 24$ und $n_{Torsion} = 18$ belegt dies. Bruchkantenabweichungen konnten fraktographisch nachgewiesen werden, wengleich diese aufgrund ihrer geringen Abmaße von weniger als $30 \mu\text{m}$ ohne die vorherige Kenntnis der Ergebnisse für Al_2O_3 nicht ermittelbar gewesen wären. Somit konnte ein wahrer zyklischer Ermüdungseffekt für zyklische Torsionsbeanspruchung sowohl für Al_2O_3 bei Spannungsver-

hältnissen von $R = -1$ und $R = 0,1$ als auch für Si_3N_4 bei $R = 0,1$ ermittelt werden. Die unter Nutzung des Pooling-Verfahrens berechneten Rissausbreitungsexponenten liegen allesamt unterhalb der Werte aus einachsigen zyklischen Versuchen und der für rein unterkritisches Risswachstum dieser beiden Werkstoffe bekannten Exponenten (Kapitel 3.1 und 3.2).

6.4.2 Versagensmodell der zyklischen Torsionsbeanspruchung

Die Ursache des ermittelten verstärkten zyklischen Ermüdungseffektes für $R = -1$ und $R = 0,1$ wird im Folgenden diskutiert. Ausgangspunkt des Erklärungsansatzes bilden die Ergebnisse der fraktographischen Untersuchungen, die im Bereich mittlerer und kleiner Rand Schubspannungen $\tau_{r,max}$ Abweichungen des helixförmigen Bruchkantenverlaufes ergaben. Die Abweichungen sind makroskopisch linear in Richtung der Probenlängsachse der Al_2O_3 -Proben beziehungsweise senkrecht zur Probenlängsachse der Si_3N_4 -Proben ausgerichtet. Mikroskopisch betrachtet folgen sie lokal dem Verlauf der Mikrostruktur und bildeten somit ursprünglich überwiegend interkristalline Risse. Die Abmessungen der Abweichungen betragen $200 \mu\text{m} < l_{abw}^{\text{Al}_2\text{O}_3} < 600 \mu\text{m}$ für Al_2O_3 und $l_{abw}^{\text{Si}_3\text{N}_4} < 30 \mu\text{m}$ für Si_3N_4 , je nach Höhe der anliegenden Spannung. In allen Fällen überstieg diese Abmessung den Betrag der kritisch ertragbaren Risslänge bei entsprechender Spannung. Gleichzeitig entspricht die Ausrichtung der Abweichungen den jeweiligen Schleifbearbeitungsrichtungen der Al_2O_3 - und Si_3N_4 -Proben. Damit liegt die Vermutung nahe, dass es sich bei den beobachteten Abweichungen um bearbeitungsbedingte Risse handelt (Kapitel 2.4). Die in den Untersuchungen verwendeten glatten Proben wurden im Längs- beziehungsweise Querschleifverfahren geschliffen, so dass die Ausbildung von Longitudinalrissen längs beziehungsweise quer zur Probenachse zu erwarten war. Diese Vermutung konnte mit Hilfe der fraktographischen Untersuchungen aus den Kapiteln 6.2.2 und 6.3.2 bestätigt werden. Auswertungen der Bruchflächen ergaben weiterhin, dass die Bereiche um die Abweichungen gleichzeitig den Beginn instabiler Rissausbreitung darstellen. Aufbauend auf Kenntnissen zur Ausbildung bearbeitungsbedingter Fehler und den Ergebnissen der Kapitel 6.2 bis 6.4 wurde das im Folgenden beschriebene bruchmechanische Modell zum Versagensverhalten unter zyklischer Torsionsbeanspruchung entwickelt ^[138].

Eine Torsionsbeanspruchung führt zu einem zweiachsigen Spannungszustand, der durch den Zusammenhang der Hauptnormalspannungen, die unter 45° zur Probenachse wirken, nach Gleichung 6.8 gekennzeichnet ist.

$$\sigma_3 = -\sigma_1, \sigma_2 = 0 \quad (6.8)$$

Die winkelabhängige Normalspannungskomponente in der Rissebene ergibt sich entsprechend Gleichung 6.9 zu

$$\sigma_n = \sigma_1 \sin^2\left(\varphi - \frac{\pi}{4}\right) + \sigma_3 \cos^2\left(\varphi - \frac{\pi}{4}\right), \quad (6.9)$$

die Schubspannung in der Rissebene mit Winkel φ gegen die Probennormale entsprechend Gleichung 6.10 zu

$$\tau = (\sigma_3 - \sigma_1) \sin\left(\varphi - \frac{\pi}{4}\right) \cos\left(\varphi - \frac{\pi}{4}\right) \quad (6.10)$$

Diese Spannungsverteilung ergibt maximale Schubspannungsbeträge τ in Richtung der zu erwartenden Longitudinalrisse ($\varphi = 0^\circ \vee 90^\circ$), in der die Normalspannungskomponente $\sigma_n = 0$ beträgt. Die Zusammenhänge zwischen den Spannungskomponenten und der Riss- und Probengeometrie sind in Abbildung 6.25 dargestellt.

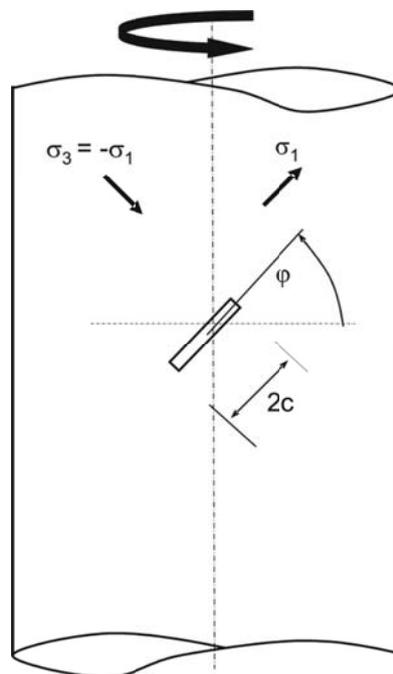


Abbildung 6.25: Schematische Darstellung der unter Torsionsbeanspruchung wirkenden Spannungskomponenten und Zusammenhänge von Riss- und Probengeometrie

Die aus den Gleichungen 6.9 und 6.10 resultierenden Spannungsintensitätsfaktoren entlang der Rissfront eines halbelliptischen Oberflächenanrisses des Aspektverhältnisses a/c ergeben sich nach Gleichung 6.11.

$$K_I = F_I \sigma_n \sqrt{\pi a}, \quad K_{II} = F_{II} \tau \sqrt{\pi a}, \quad K_{III} = F_{III} \tau \sqrt{\pi a}, \quad (6.11)$$

mit den geometrischen Funktionen F_I , F_{II} und F_{III} , die vom Aspektverhältnis a/c abhängen. Zur Beschreibung der mehrmodalen Rissbeanspruchung wurde ein äquivalenter Spannungsintensitätsfaktor gemäß des Kriteriums der koplanaren Energiefreisetzungsrates nach Paris^[139] gewählt. Unter der Voraussetzung des ebenen Spannungszustandes ergibt sich

$$\sqrt{K_I^2 + K_{II}^2 + \frac{1}{1-\nu} K_{III}^2} = K_{eq}, \quad (6.12)$$

Versagen tritt ein, sobald K_{eq} den Betrag der Modus-I Risszähigkeit K_{Ic} erreicht. Aus den Gleichungen 6.11 und 6.12 ergibt sich die äquivalente geometrische Funktion F_{eq} nach Gleichung 6.13.

$$F_{eq} = \frac{\tau}{\sqrt{a\pi}} \quad (6.13)$$

Im Folgenden wird anstelle eines Risses eine gerade Kerbe des Verhältnisses $a/c \rightarrow \infty$ angenommen. Für sie ergibt sich die äquivalente geometrische Funktion zu $F_{eq} = \frac{1}{\sqrt{1-\nu}}$. Diese Annahme ist gerechtfertigt, da der äquivalente Spannungsintensitätsfaktor einer geraden Kerbe um weniger als 10 % von dem im tiefsten Punkt eines Risses des Verhältnisses $c/a > 4$ abweicht (Hakulinen ^[140], Matsuo ^[141]). Die im Schleifprozess erzeugten Longitudinalrisse stehen nach Eingriff des Schleifkorns unter Einfluss eines starken Eigenspannungsfeldes, dass die Rissflanken zur Oberfläche hin schließt. Dieser Bereich ist in Abbildung 2.13 durch die graue Schnittfläche angedeutet. Außerdem sind durch die Rauheit der Rissflanken Mechanismen ähnlich der extrinsischen Verstärkung wirksam, die die Risse teilweise überbrücken. Der so entstandene Riss besitzt demnach nur einen reduzierten Teil berührungloser Rissflanken. Eine anliegende Schubspannung τ_{appl} wird dabei um den Betrag τ_{fr} reduziert (Gleichung 6.14).

$$\tau_{total} = \tau_{appl} + \tau_{fr}, \quad \tau_{fr} < 0 \quad (6.14)$$

Der durch Überbrückung erzeugte Kraftschluss zwischen Teilen der Rissflanken kann durch hinreichend hohe anliegende Schubspannungen der Modi II und III überwunden werden und es kommt bei Überwindung der Haftreibung zu einer Relativbewegung. Diese Reibbeanspruchung führt zu einem Ermüdungseffekt aufgrund wiederholter Gleitvorgänge zwischen den Rissflanken, die in einer Reduktion des Reibkoeffizienten und somit dem Abbau der Überbrückung resultieren. Im Folgenden wird ausschließlich die Modus-III-Beanspruchung stellvertretend für die rein schubkontrollierten Lastfälle betrachtet.

Zur Berechnung der vorliegenden Spannungsintensitätsfaktoren muss die Verteilung der Schubspannungskomponenten bekannt sein. Unter dieser Voraussetzung kann $K_{III,appl}$ mit Hilfe der Methode der Gewichtsfunktion (siehe Kapitel 2.1.3) entsprechend Gleichung 6.15 dargestellt werden.

$$K_{III, appl} = \int_0^a \tau_{appl} h_{III}(a, x) dx, \quad (6.15)$$

mit der bruchmechanischen Gewichtsfunktion h_{III} und der Tiefenkoordinate x , deren Ursprung an der Probenoberfläche liegt. Analog dazu werden der Friktionsterm $K_{III, fr}$ und die Gesamtgröße $K_{III, total}$ berechnet (Gleichungen 6.16 und 6.17).

$$K_{III, fr} = \int_0^a \tau_{fr} h_{III}(a, x) dx, \quad (6.16)$$

$$K_{III, total} = \int_0^a \tau_{total} h_{III}(a, x) dx \quad (6.17)$$

Es gilt der folgende Zusammenhang, mit $K_{III, fr} < 0$, aufgrund der reduzierenden Wirkung von τ_{fr} .

$$K_{III, total} = K_{III, appl} + K_{III, fr} \quad (6.18)$$

Für reine Schubbeanspruchung in der Rissausbreitungsebene gilt nach Gleichung 6.11 der Zusammenhang.

$$\int_0^a \tau_{appl} h(a, x) dx = F_{III} \tau \sqrt{\pi a} \quad (6.19)$$

Daraus kann eine äquivalente friktive Schubspannung $\tau_{fr, eff}$ abgeleitet werden

$$\tau_{fr, eq}^{(III)} = \frac{K_{III, fr}}{F_{III} \sqrt{\pi a}}, \quad (6.20)$$

Abbildung 6.26 (links) zeigt den Verlauf der äquivalenten friktiven Schubspannung $\tau_{fr, eff}$ über der Risslänge. Ausgehend von der Risspitze nimmt sie in ihrem Betrag leicht zu, um dann ähnlich zu einem Brückenspannungsprofil ^[40] mit steigender Risslänge und damit gleichzeitig steigender Rissöffnung stetig abzunehmen. Abbildung 6.26 (rechts) zeigt den dazugehörigen Verlauf des Betrages von $\tau_{fr, eq}$ über der Lastspielzahl. Dieser nimmt qualitativ durch reversierende Reibbeanspruchungen an Kontaktstellen zwischen den Rissflanken mit höherer Anzahl an Lastzyklen ab.

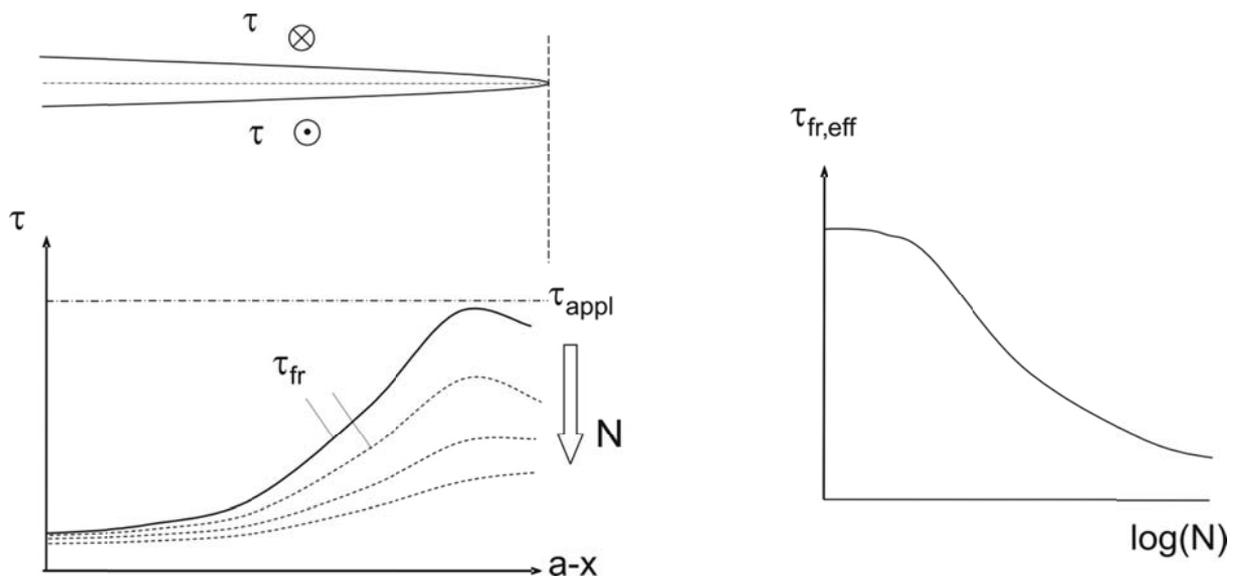


Abbildung 6.26: Verteilung der friktiven Schubspannung τ_{fr} über der Risslänge und äquivalenten friktiven Schubspannung $\tau_{fr,eq}$ über der Lastspielzahl

Die Zusammenhänge der Gleichungen 6.8 bis 6.20 dienen zur differenzierten Beschreibung der Ergebnisse von Torsionsfestigkeitsmessungen sowie zyklischen Torsionsversuchen. Festigkeitsmessungen stehen dabei für den Spezialfall der Bruchlastspielzahl von $N_B = 1$. In diesem Fall kann keine Degradation kraftschlüssiger Rissflankenverbindungen beobachtet werden und sowohl Mode II als auch Mode III Spannungsintensitätsfaktoren können vernachlässigt werden. Versagenskritisch ist der Mode I Spannungsintensitätsfaktor. Dieser aktiviert Risse unter 45° zur Probenachse. Diese Tatsache stimmt mit den fraktographischen Untersuchungen der Proben nach erfolgter Festigkeitsmessung überein. An keiner der auf Festigkeit untersuchten Proben konnte eine Abweichung entlang der Bruchkante in Bearbeitungsrichtung festgestellt werden. Dieses Verhalten ist ebenfalls im hohen Lastbereich zyklischer Torsionsversuche zu beobachten, in dem die Proben nach geringen Zyklenzahlen versagen. Ebenso kann dieses Verhalten bei Beanspruchungen mit dem hohen Spannungsverhältnis von $R = 0,5$ beobachtet werden. Hier ist der geringere zyklische und gleichzeitig hohe Mittelspannungsanteil dafür verantwortlich, dass sich die Degradation von Rissflankenbrücken nicht einstellt.

Im mittleren Lastbereich der zyklischen Torsionsbeanspruchung bei $R = 0,1$ und $R = -1$ werden hohe Lebensdauern erreicht und ein größerer Lastbereich zeigt einen ausgeprägten Ermüdungseffekt aufgrund einer signifikant ausgeprägten Degradation von Rissflankenkontakten. Diese Beanspruchungssituation ist in Abbildung 6.27 (links) dargestellt. Ausgehend von reiner Schubbeanspruchung ($K_I = 0$) liegt ein äquivalenter Spannungsintensitätsfaktor

$K_{eq, appl}$ an.

$$K_{eq, appl} = \sqrt{K_{II, appl}^2 + \frac{1}{1-\nu} K_{III, appl}^2} > K_{Ic} \quad (6.21)$$

Obwohl sein Betrag den der Risszähigkeit K_{Ic} übersteigt, führt die Beanspruchung aufgrund der Wirkung des Friktionsterms aus Gleichung 6.18 nicht sofort zum Versagen. Durch die sich anschließende Degradation aufgrund wiederholten Abgleitens von Rissflankenkontakten steigt $K_{eq, total}$ stetig an, bis es zur Versagensbedingung nach Gleichung 6.22 kommt.

$$K_{eq, total} = \sqrt{K_{II, total}^2 + \frac{1}{1-\nu} K_{III, total}^2} = K_{Ic} \quad (6.22)$$

Bis zu diesem Zeitpunkt muss keinerlei Rissausbreitung erfolgen, lediglich die Glättung der Rissflanken führt zu einer Erhöhung der effektiven Risslänge und somit zur Erhöhung des anliegenden Spannungsintensitätsfaktors an der Risspitze K_{tip} . Bei Erreichen der Versagensbedingung breitet sich der Riss spontan instabil unter 45° zur Probenachse aus und es kommt zum Versagen der Probe.

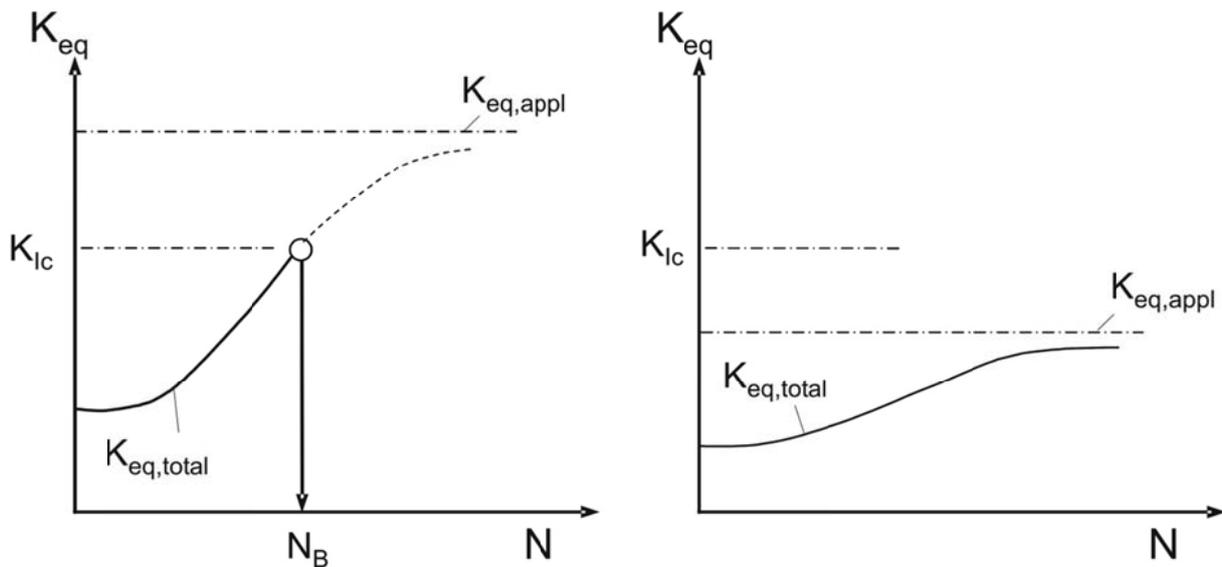


Abbildung 6.27: Beanspruchungssituationen für $K_{eq, appl} > K_{Ic}$ (links) und $K_{eq, appl} < K_{Ic}$ (rechts)

Überschreitet $K_{eq, total}$ nicht die Risszähigkeit K_{Ic} , so kommt es zur Beanspruchungssituation in Abbildung 6.27 (rechts). Dieser Fall tritt beispielsweise auf niedrigen Spannungshorizonten bei Erreichen der vorgegebenen Grenzlastspielzahl ein. Der aus einem vorhandenen Schleif- riss und der angelegten Spannung resultierende Wert des äquivalenten Spannungsintensi- tätsfaktors $K_{eq, appl}$ liegt unterhalb von K_{Ic} und es kommt während der gesamten Beanspru- chungsdauer nicht zum Versagen, sofern unterkritisches Risswachstum ausgeschlossen werden kann. Der Einfluss von unterkritischem Risswachstum führt zur zeitabhängigen Ver-

längerung des Risses und es kann, wenn auch verzögert, dennoch zum Versagen kommen. Somit kann das Ermüdungsverhalten unter zyklischer Torsionsbeanspruchung der Darstellung der Wöhlerkurve folgend in drei Bereiche unterteilt werden (Abbildung 6.28). Bereich I beschreibt die Ermüdung aufgrund zyklischer Degradation extrinsischer Verstärkungsmechanismen von natürlichen Rissen. Hierbei gilt zu Beginn der Beanspruchung zwar $K_{eq, total} < K_{Ic}$, doch die angelegten Spannungen genügen der Modus-I-Aktivierung natürlicher Risse. Durch die zyklische Degradation von extrinsischen Verstärkungsmechanismen der natürlichen Risse kommt es zu einer Reduktion des Rissausbreitungswiderstandes K_{IR} und damit zur wiederholten stabilen Rissausbreitung bis zur Erfüllung der Versagensbedingung aus Gleichung 6.22. Das Ermüdungsverhalten kann in diesem Bereich mit dem wahren zyklischen Ermüdungseffekt keramischer Werkstoffe aus Kapitel 2.3 beschrieben werden. Im Bereich II kommt es zur Degradation von Rissflankenrauheiten vorhandener Schleifrisse. Damit unterscheidet sich der Mechanismus dieses Bereiches von dem aus Bereich I, da hier keine stabile Rissausbreitung unter Mode I stattfindet, sondern eine Aktivierung vorhandener Longitudinalrisse unter Mode II/III bis hin zu einer kritischen Länge, die zu instabiler Ausbreitung des aktivierten Risses führt. Im Bereich III ist ein vergleichbarer Mechanismus wirksam. Der Übergang der Bereiche wird durch Gleichung 6.21 bestimmt. Im Bereich III gilt $K_{eq, appl} < K_{Ic}$, es können jedoch vorhandene Rissflankenkontakte von Longitudinalrissen degradiert werden, während gleichzeitig unterkritisches Risswachstum zur Verlängerung dieser Risse beiträgt. Auf diese Weise können vorhandene Longitudinalrisse auch durch kleine äquivalente anliegende Spannungsintensitätsfaktoren zeitabhängig aktiviert und auf kritische Abmessungen verlängert werden.

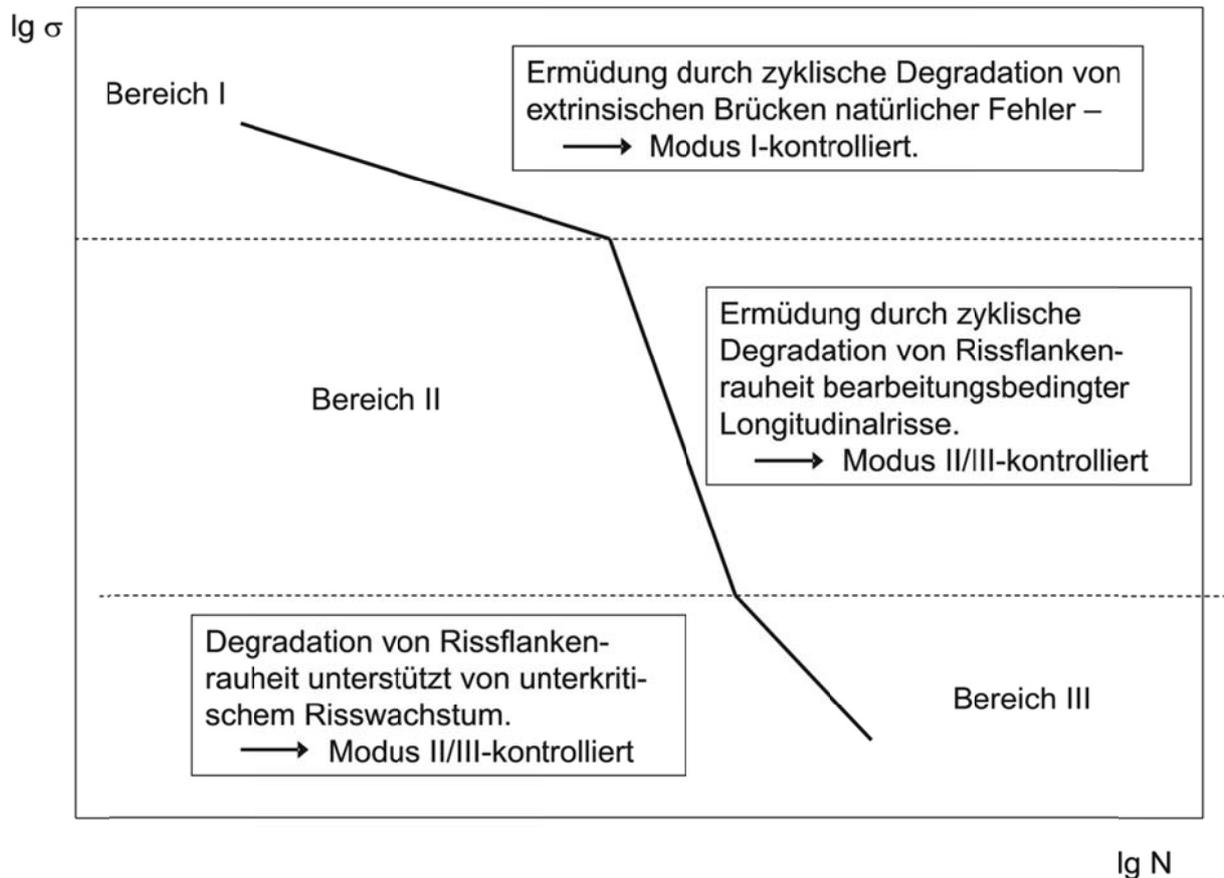


Abbildung 6.28: Einteilung der Wöhlerkurve aus zyklischen Torsionsversuchen abhängig vom Ermüdungsmechanismus

Die gezeigten Zusammenhänge des bruchmechanischen Modells werden im Folgenden an einem Beispiel für zyklische Torsionsversuche bei $R = -1$ und anliegenden Maximalspannungen von 110 MPa beziehungsweise 100 MPa erläutert. Diese beiden Spannungshorizonte stellen in Abbildung 6.8 beziehungsweise Abbildung 6.15 den Übergang der Steigungen von $n = 6,5$ zu $n = 9$ und somit einen Mechanismenwechsel der Ermüdung dar.

Aus der charakteristischen Torsionsfestigkeit (Kapitel 6.1) von $\tau_0 = 320$ MPa kann mit Hilfe der R-Kurve aus Kapitel 3.1 eine charakteristische Anfangsrislänge von $a_0 = 33$ μm bestimmt werden, die eine Risszähigkeit von $K_{Ic} = 2,9$ $\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ ergibt. Unter Voraussetzung der Gültigkeit von Gleichung 2.12 ergibt sich für den Geometriefaktor $Y = 1,58$. Unter Annahme eines halbelliptischen natürlichen Oberflächenanrisses mit $a = 33$ μm ergibt sich bei einer anliegenden maximalen Schubspannung von 110 MPa der anliegende Spannungsfaktor zu $K_{eq, appl} = 1,36$ $\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$. Bei Anwendung des vorgestellten bruchmechanischen Modells gilt Gleichung 6.21 als Voraussetzung zur Ermüdungsfähigkeit unter reiner Schubbeanspruchung. Diese Voraussetzung ist nicht gegeben, ein Riss natürlicher Größenordnung ist demnach nicht ermüdungsfähig. Jedoch ergibt die Annahme eines Fehlers der Größenordnung vermessener Bruchkantenabweichungen beziehungsweise Longitudinalrisse

aus Kapitel 6.2.2, die für den Spannungshorizont von 110 MPa im Mittel Längen von $c = 230 \mu\text{m}$ besitzen, einen äquivalenten anliegenden Spannungsintensitätsfaktor von $K_{eq, appl} = 3,52 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$. Die Risszähigkeit kann für die gegebene Spannung anhand der R-Kurve zu $K_{Ic} = 3,26 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ bestimmt werden, somit entspricht $K_{eq, appl}$ einem Wert, der die Voraussetzung zur Ermüdungsfähigkeit erfüllt. Für eine anliegende maximale Schubspannung von 100 MPa ergibt sich die äquivalente anliegende Spannungsintensität zu $K_{eq, appl} = 3,2 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ und liegt damit leicht unterhalb der Risszähigkeit für diesen Spannungshorizont von $K_{Ic} = 3,27 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$. Zwischen den dargestellten Spannungshorizonten von 110 MPa und 100 MPa stellt sich aufgrund eines Mechanismenwechsels der zyklischen Ermüdung eine Änderung der Steigung der Wöhlerkurve ein. Aufgrund der geringeren Belastung kann im Spannungshorizont 100 MPa nur durch unterstützendes unterkritisches Risswachstum Ermüdungsversagen eintreten, wie es der Vergleich von $K_{eq, appl}$ und K_{Ic} belegt. Gleichzeitig belegen die relativ kurzen Versuchsdauern sowie die ermittelten Rissausbreitungsexponenten, dass der Mechanismus des reinen unterkritischen Risswachstums nicht die alleinige Ursache des Versagens darstellen kann. Anhand dieses Beispiels der Anwendung des vorgestellten Modells kann der Ermüdungsmechanismus belegt werden, zur quantitativen Erfassung liegt sowohl für Al_2O_3 als auch für Si_3N_4 keine hinreichend abgesicherte Datenbasis vor.

6.4.3 Fraktographischer Nachweis

In weiterführenden fraktographischen Untersuchungen an Al_2O_3 konnten Degradationsercheinungen im Bereich der vermessenen Bruchkantenabweichungen gefunden werden. Abbildung 6.29 zeigt eine Bruchfläche im Bereich der Bruchkantenabweichung. Die von der Abweichung in das Probeninnere führende Fläche, in der Abbildung durch eine kreisförmige Linie angedeutet, ist in einem Bereich von mehr als $100 \mu\text{m}$ in einer Ebene ausgerichtet. Die Oberfläche erscheint relativ glatt, so dass eine vorangegangene Friktionsbeanspruchung wahrscheinlich ist. Stärkere Vergrößerungen deuten Friktionsspuren resultierend aus einer Modus III-Beanspruchung auf einzelnen Körnern an. Abbildung 6.30 zeigt eine rasterelektronenmikroskopische Aufnahme dieser Friktionsspuren bei 50 000-facher Vergrößerung. Die Aufnahme ist aus der gleichen Perspektive aufgenommen, die Probenlängsachse liegt somit in gleicher Richtung wie in Abbildung 6.29.

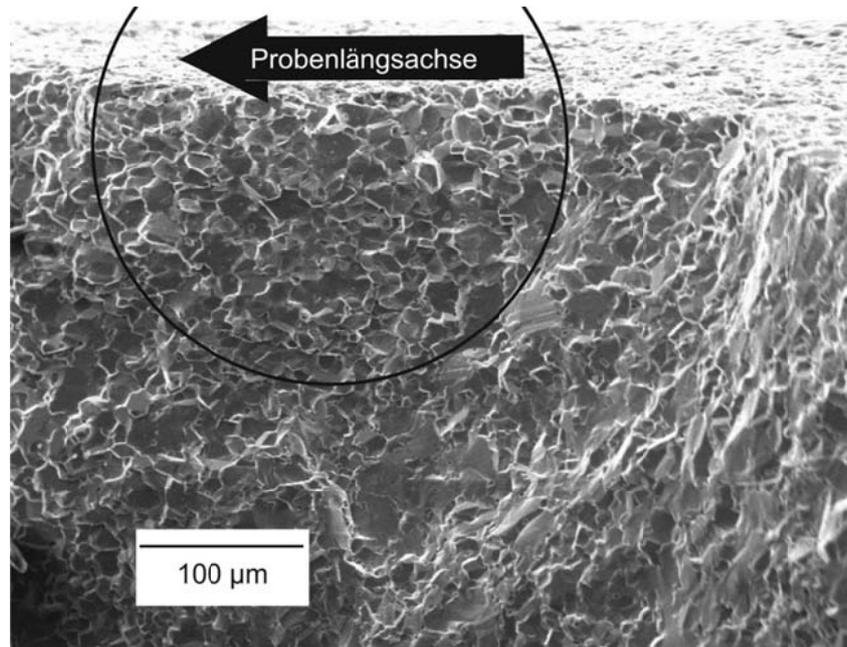


Abbildung 6.29: Bereich der Bruchkantenabweichung in Richtung der Probenlängsachse mit stark degradierter Bruchfläche bis in Tiefen von mehr als 200 µm

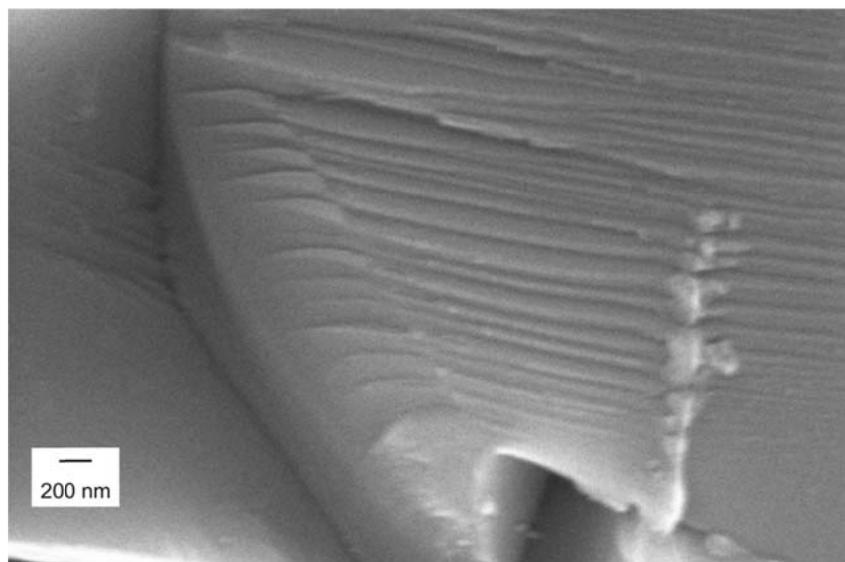


Abbildung 6.30: Degradationsspuren auf einem einzelnen Korn

Die fraktographischen Untersuchungen unterstreichen das vorgeschlagene Modell zur Ermüdung keramischer Werkstoffe unter zyklischer Torsionsbeanspruchung. Dennoch kann der Interpretation der Fraktographie an dieser Stelle ein philosophischer Aspekt nicht abgesprochen werden.

7 Beanspruchungen unter veränderten Umgebungsbedingungen

7.1 Zyklische Vier-Punkt-Biegebeanspruchung von Si_3N_4 bei 800 °C

Abbildung 2.1 zeigt die Festigkeitsverteilung von Si_3N_4 aus Vier-Punkt-Biegeversuchen bei 800 °C. Die Streubreite ist mit $m_{unb} = 12$ vergleichbar mit der aus Raumtemperaturversuchen, die charakteristische Festigkeit ist um 30 % auf $\sigma_c^{800^\circ\text{C}} = 726 \text{ MPa}$ reduziert (vgl. Kapitel 3.2).

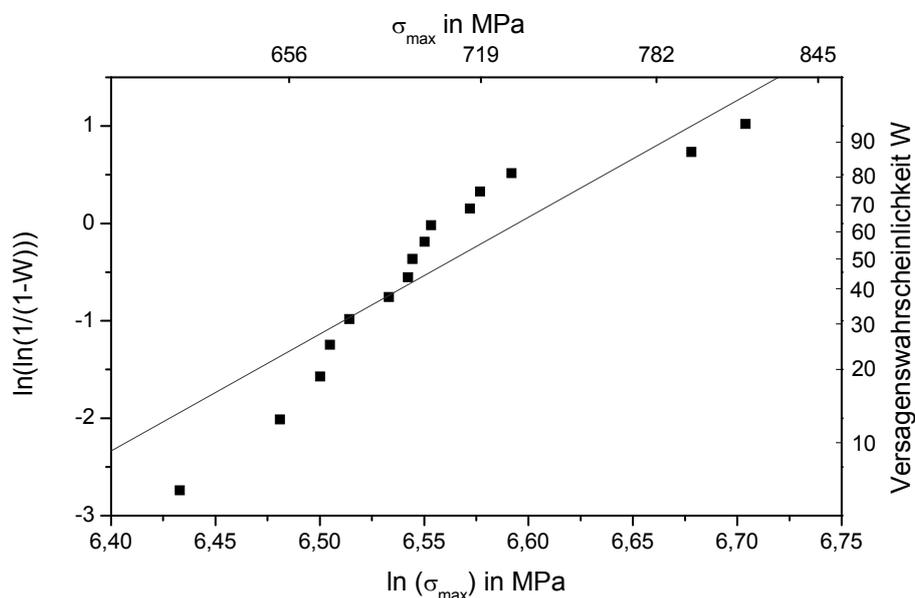


Abbildung 7.1: Weibull-Diagramm der Festigkeitsverteilung von Si_3N_4 bei 800 °C

In zyklischen Vier-Punkt-Biegeversuchen mit dem Spannungsverhältnis $R = 0,1$ konnte kein zyklischer Ermüdungseffekt festgestellt werden. Entweder versagten die Proben im ersten Viertel des ersten Lastspieles oder sie erreichten die vorgegebene Grenzlastspielzahl von 10^7 Lastspielen. In Abbildung 7.2 sind die Ergebnisse der zyklischen Versuche in der Wöhlerdarstellung aufgetragen. Die durchgeführten zyklischen Versuche bei 800 °C liegen alle im Streubereich der entsprechenden Festigkeitsverteilung aus Abbildung 7.1.

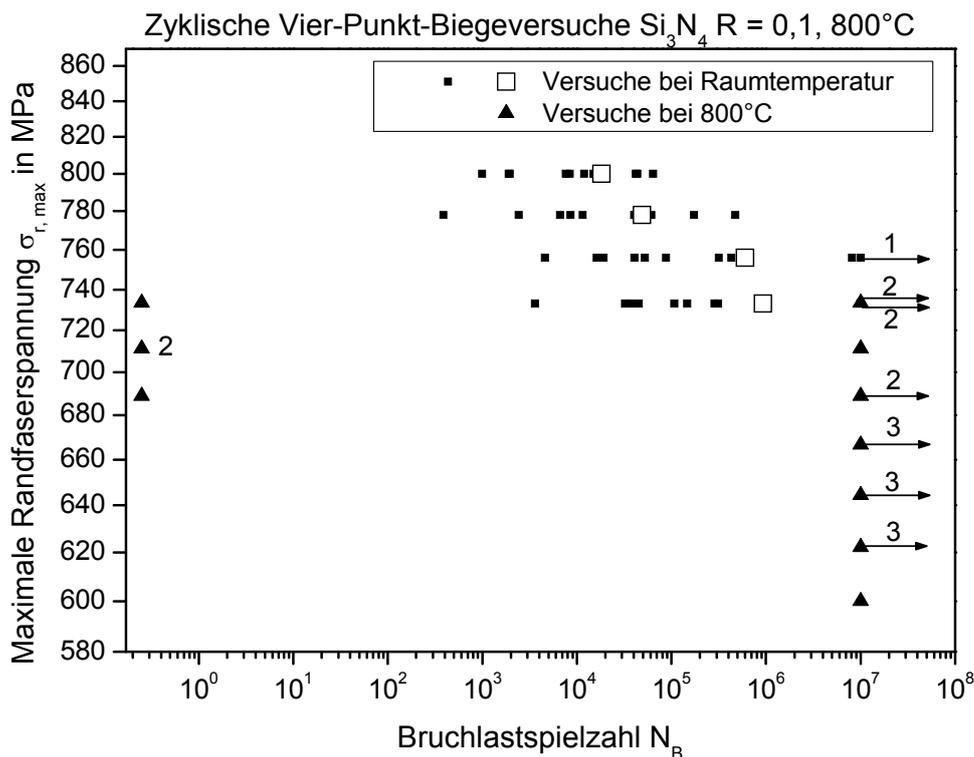


Abbildung 7.2: Wöhlerkurve für Si_3N_4 bei $R = 0,1$. Vergleich bei Raumtemperatur und 800°C

Die Bruchflächen der getesteten Proben unterscheiden sich nicht von denen aus Festigkeitsmessungen beziehungsweise zyklischen Versuchen bei Raumtemperatur. Der Rissverlauf entspricht dem zu erwartenden für sprödes Versagen unter Biegung von mittelfesten Keramiken und ist weitestgehend mit den in Kapitel 5.1.2 gezeigten vergleichbar.

7.2 Diskussion der Ergebnisse bei 800°C

Eine im Vergleich zur Raumtemperatur reduzierte Festigkeit von Si_3N_4 bei 800°C ist erwartungsgemäß und lässt sich auf zwei Effekte zurückführen: Zum einen wird die Rissausbreitung durch die geringere theoretische Festigkeit begünstigt. Dabei wird die Maximalkraft F_0 aus Gleichung 2.30 reduziert und somit die Wahrscheinlichkeit eines thermisch aktivierten Rissfortschritts erhöht. Zum anderen werden extrinsische Verstärkungsmechanismen in Form von abgelösten Grenzflächen, deren Wirkung bei Raumtemperatur durch Mikroeigenstresszustände aufgrund thermischer Fehlpassungen charakterisiert ist, in ihrer Auswirkung beschränkt. Diese beiden Aspekte wirken sich unmittelbar auf das R-Kurvenverhalten aus. Die reduzierte theoretische Festigkeit führt zu einer kleineren intrinsischen Risszähigkeit K_0 , während der teilweise Abbau von Mikroeigenstressungen gleichzeitig zu einer Absenkung des Plateauwertes K_C führt. Experimentell wurden diese Zusammenhänge von Sakaguchi^[52] bestimmt. Dazu wurden R-Kurven einer mit Y_2O_3 und Al_2O_3 dotierten und gasdruck-

gesinterten Si_3N_4 -Variante bei Raumtemperatur, 1000 °C, 1100 und 1200 °C untersucht, wobei die Ergebnisse bei 1200 °C bereits einen starken Einfluss von Kriechmechanismen aufzeigen und deshalb nicht weiter betrachtet werden. Die steilen Anfangsbereiche wurden in diesen Untersuchungen außer Acht gelassen, dargestellt sind lediglich die Verläufe ab Risslängenänderungen von $\Delta a > 10 \mu\text{m}$. Die hier angegebenen Startwerte sinken im Fall der hohen Temperaturen von $6 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ auf $4 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. Ebenso werden die hohen Plateauwerte von mehr als $10 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ aus den Messungen bei Raumtemperatur nicht erreicht.

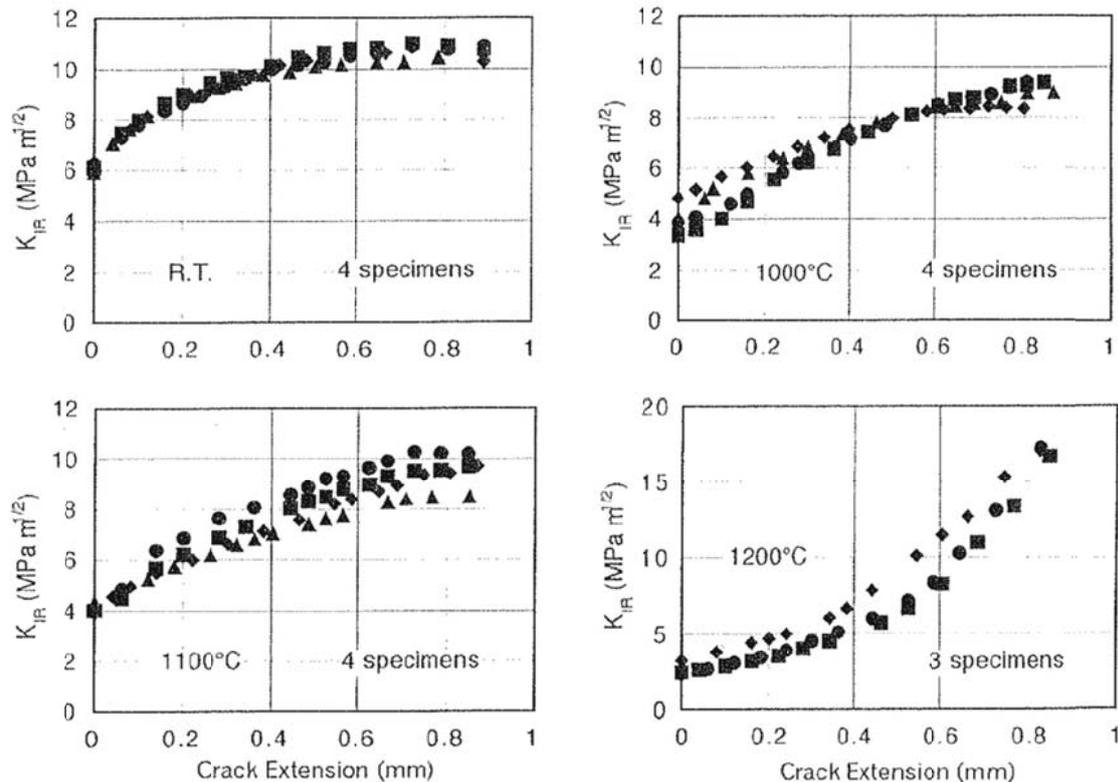


Abbildung 7.3: R-Kurven-Verläufe bei verschiedenen Temperaturen nach Sakaguchi ^[52]

Der R-Kurven-Verlauf bei Raumtemperatur aus Abbildung 7.3 zeigt einen deutlich stärker ausgeprägten Anstieg im zweiten Teil der R-Kurve als der der in dieser Arbeit untersuchte Variante SL 200 BG. Das weist auf einen höheren Anteil an extrinsischen Verstärkungselementen in Form von abgelösten Grenzflächen beziehungsweise bei großen Risslängenänderungen auftretenden Pullout-Brücken hin. Die daraus resultierende Änderung des R-Kurvenverlaufes und des Plateauwertes hin zu hohen Temperaturen wird deshalb stärker ausgeprägt interpretiert als es für SL 200 BG zu erwarten ist. Außer einem in Bereich II stärker ansteigenden R-Kurvenverlauf wird in allen Fällen der Risswiderstand am Übergang von Bereich I zu Bereich II reduziert. Das ist vor allem durch die Reduktion der theoretischen Festigkeit und somit gleichzeitig der intrinsische Risszähigkeit zurückzuführen. Für SL 200 BG werden diese beiden Effekte durch die Festigkeitsmessungen bei 800 °C bestätigt, die

bei gleichem Weibull-Modul m geringere Festigkeitswerte ergeben. Eine stark einseitige Änderung von theoretischer Festigkeit oder extrinsischen Verstärkungsmechanismen würde im Gegensatz dazu eine Änderung des Weibull-Moduls zur Folge haben. Unter Annahme einer gleichen Verteilung der bearbeitungsbedingten Fehler der Biegeproben wie in Raumtemperaturversuchen können Spannungsintensitätsfaktorverläufe generiert werden, die nach der in Kapitel 5.2.2 vorgestellten Methode zur Berechnung eines R-Kurvenverlaufes für 800 °C dienen.

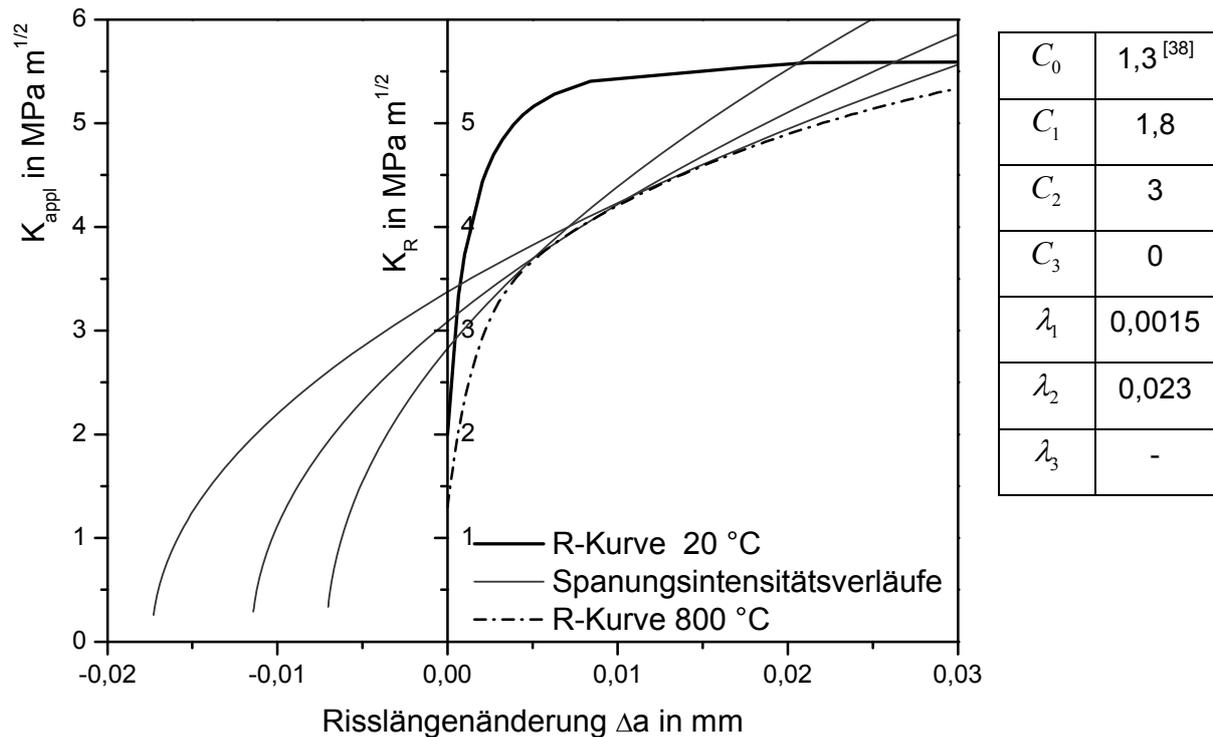


Abbildung 7.4: Vergleich der R-Kurvenverläufe bei 20 °C und 800 °C

Die Parameter der Näherungsfunktion wurden analog zu denen aus Kapitel 5.2.2 ermittelt. Ein Vergleich der Parameter zeigt, dass der Verlauf der R-Kurve bei 800 °C dem der degradierten R-Kurve aus zyklischen Versuchen bei $R = 0,1$ und Lastspielzahlen von $N_B \approx 40\,000$ entspricht. Diese Tatsache erklärt die Auswirkungen auf die Ergebnisse der zyklischen Versuche bei einer Versuchstemperatur von 800 °C. Es ist kein zyklischer Ermüdungseffekt messbar, da die degradierbaren Brückenelemente bereits durch die erhöhte Versuchstemperatur weitestgehend unwirksam werden. Das bestätigt eine ähnliche Untersuchung von Fünfschilling et al.^[142], die ebenfalls den thermischen Abbau des Rissausbreitungswiderstandes mit Hilfe von künstlich eingebrachten Kurzrisen abgeschätzt hat. Eine Degradation vorhandener extrinsischer Verstärkungsmechanismen kann somit nicht stattfinden, da die verbleibenden Verstärkungsmechanismen als reine elastische Brücken wirken, die nicht degradierbar sind. Das Versagen wird ausschließlich durch die Höhe der angelegten Spannung und

den größten zu aktivierenden Fehler verursacht. Dabei kann nach wie vor zeitabhängiges unterkritisches Risswachstum erfolgen, wie es von Lube^[127] beschrieben wird. Diese Art des Versagens konnte in den Untersuchungen aus Kapitel 7 lediglich aufgrund der zu kurzen absoluten Belastungszeit nicht festgestellt werden. Der Rissausbreitungsexponent des unterkritischen Risswachstums bei einer Versuchstemperatur von 800 °C liegt mit $n_{800^{\circ}\text{C}} = 41$ gleich mit dem unter Raumtemperatur, die absolute Risswachstumsgeschwindigkeit liegt leicht oberhalb der aus Raumtemperaturversuchen^[127].

Grundsätzlich ist auch der Einfluss von Rissausheilungsmechanismen nach Kapitel 2.2.6 unter zyklischer Beanspruchung denkbar. Die Versuchstemperatur von 800 °C beschreibt allerdings die untere Grenze aktivierbarer Rissausheilung in Si₃N₄-Werkstoffen, so dass von einem schwachen Einfluss auf das Ermüdungsverhalten ausgegangen werden kann.

7.3 Zyklische Vier-Punkt-Biegung von Si₃N₄ unter Einfluss von Wasser

Abbildung 7.5 zeigt die Wöhlerkurve für Vier-Punkt-Biegeversuche an Si₃N₄ bei einem Spannungsverhältnis von $R = 0,5$ an Luft sowie zwei vergleichende Lasthorizonte in destilliertem Wasser. Die Lebensdauern unter Wassereinfluss sind um bis zu drei Größenordnungen reduziert. Die auf Basis der beiden Lasthorizonte ermittelte Steigung der Wöhlerkurve unter Wassereinfluss entspricht einem Rissausbreitungsexponenten von $n_{\text{Wasser}} = 32$ und somit einem der Umgebungsluft vergleichbaren (Kapitel 5.2).

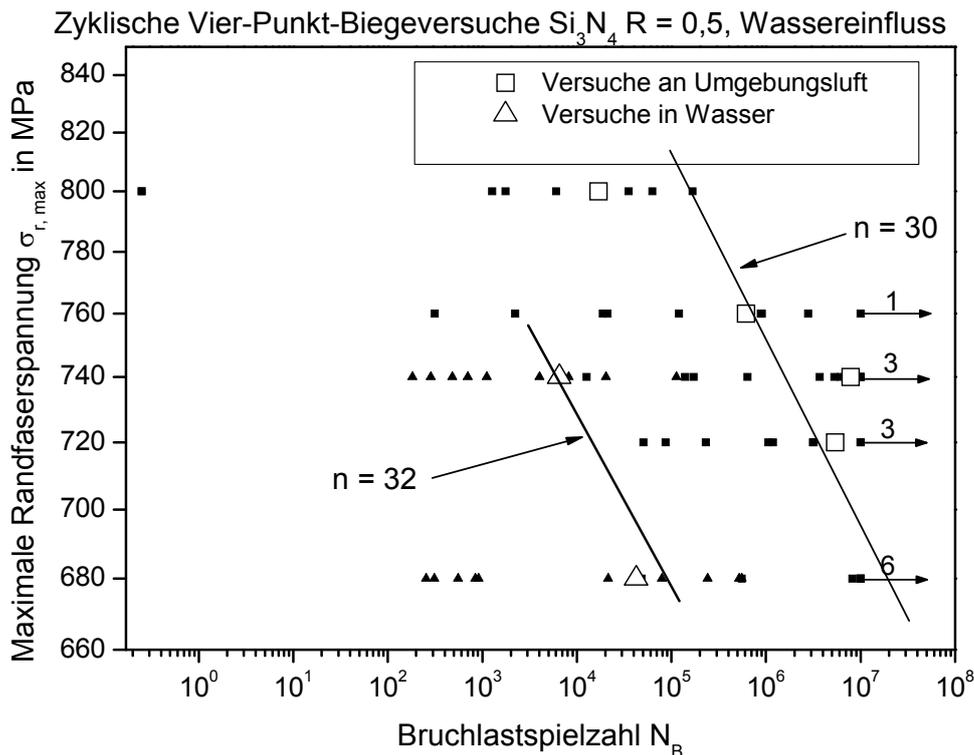


Abbildung 7.5: Wöhlerkurve für Si_3N_4 bei $R = 0,5$. Vergleich bei Umgebungsluft und in destilliertem Wasser

Die fraktographischen Untersuchungen lieferten keine neuen Erkenntnisse im Vergleich zu den untersuchten Bruchflächen aus Versuchen an Umgebungsluft.

7.4 Diskussion der Ergebnisse unter Einfluss von Wasser

Versuche unter ständiger Umspülung von destilliertem Wasser haben gezeigt, dass der zyklische Ermüdungseffekt in seiner Stärke unverändert bleibt, jedoch die charakteristischen Bruchlastspielzahlen zweier Vergleichshorizonte um bis zu drei Größenordnungen reduziert wurden (Abbildung 7.5). Das zeigt, dass das Potential des unterkritischen Risswachstums an Luft nicht vollständig ausgeschöpft ist. Die Berechnung der Risswachstumsparameter zeigt, dass die absolute Risswachstumsgeschwindigkeit unter Wassereinfluss ebenfalls um bis zu drei Größenordnungen gesteigert wird. Durch die ständige Umspülung wird der gesamte Bereich der Risspitze kontinuierlich mit Wasser versorgt. So können auch dann Wassermoleküle schnell nachdiffundieren, wenn einzelne Moleküle nach dem Auflösen einer Oxidbindung als Ionen gebunden sind (siehe dazu Kapitel 2.2.3). Möglicherweise entsteht durch die ständige Umspülung ein erhöhter isostatischer Druck, der den Wassertransport an die Risspitze zusätzlich fördert. Analog zum Verfahren aus Kapitel 5.2.2 wurde der in Abbildung 7.6 dargestellte R-Kurven-Verlauf für Ergebnisse bei $R = 0,5$ und unter Einfluss von Wasser bei einer Bruchlastspielzahl von $1,1 \cdot 10^5 < N_B < 2,4 \cdot 10^5$ berechnet.

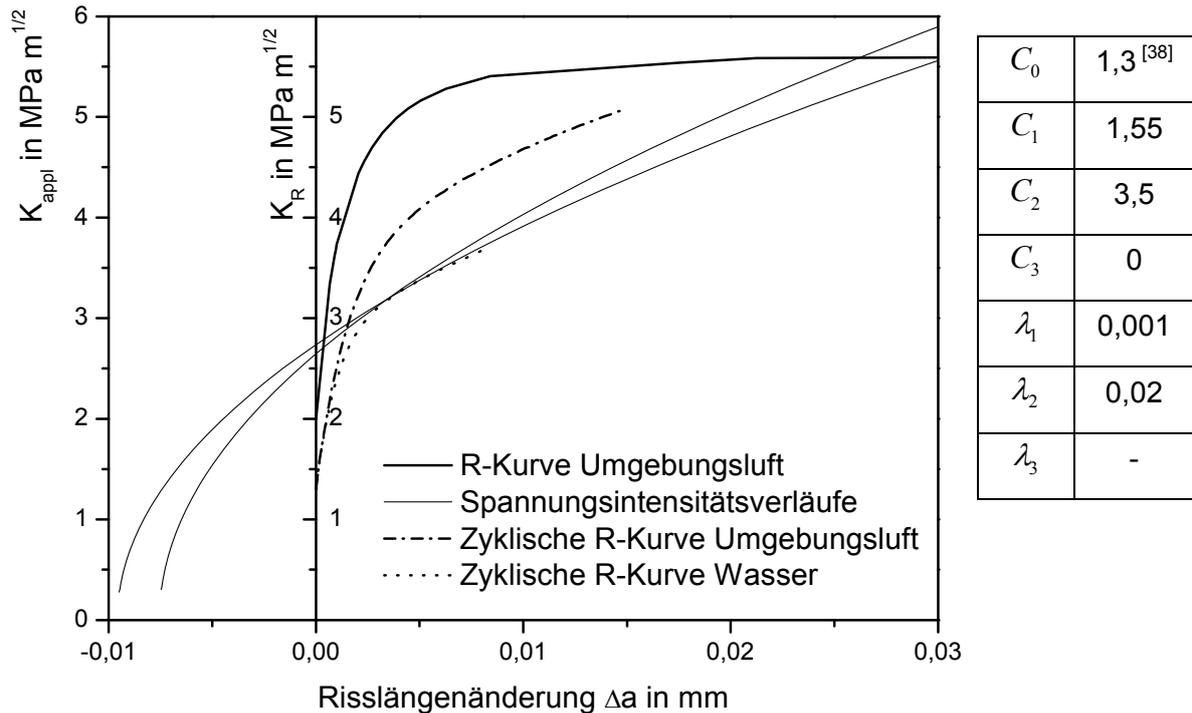


Abbildung 7.6: R-Kurven-Verlauf für Wasser

Die R-Kurve verläuft im Vergleich zu Versuchen an Umgebungsluft ab $\Delta a \approx 0,005$ mm ca. $1 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ niedriger. Dies wird durch die Differenz der Parameter der mathematischen Beschreibung der Kurve verdeutlicht. Auffällig ist im Besonderen die Änderung von λ_1 . Unter Vorgabe eines konstanten λ_1 konnte keine Anpassung des Verlaufes erreicht werden. Auch die Amplitude C_1 ist im Vergleich zu Versuchen an Umgebungsluft stark reduziert, was vermutlich die Änderung der Weite λ_1 verursacht. Der Verlauf im Bereich einer Risslängenänderung von $\Delta a > 7 \mu\text{m}$ kann durch die Näherung nicht erfasst werden, da die Versuchsdaten in diesem Lastspielzahlbereich zu stark streuen.

Der stark reduzierte Rissausbreitungswiderstand unter zyklischer Beanspruchung ist auf die hohe Rate unterkritischen Risswachstums zurückzuführen; das belegen die Ausgangsrisslängen unter Wassereinfluss, die mit $a_i = 7,6 \mu\text{m}$ und $a_i = 9,6 \mu\text{m}$ deutlich unterhalb derer von vergleichbaren Bruchlastspielzahlen aus Versuchen an Umgebungsluft mit $a_i = 17 \mu\text{m}$ und $a_i = 14 \mu\text{m}$ liegen. Somit ist nahe liegend, dass auch unter monotoner Last und Einfluss von Wasser ein reduzierter Rissausbreitungswiderstand zu erwarten ist. Verdeutlicht wird dies durch die schematische Darstellung in Abbildung 7.7. Dargestellt sind qualitative Verläufe von Rissausbreitungskurven für zyklisches Risswachstum in ΔK_{appl} -Auftragung.

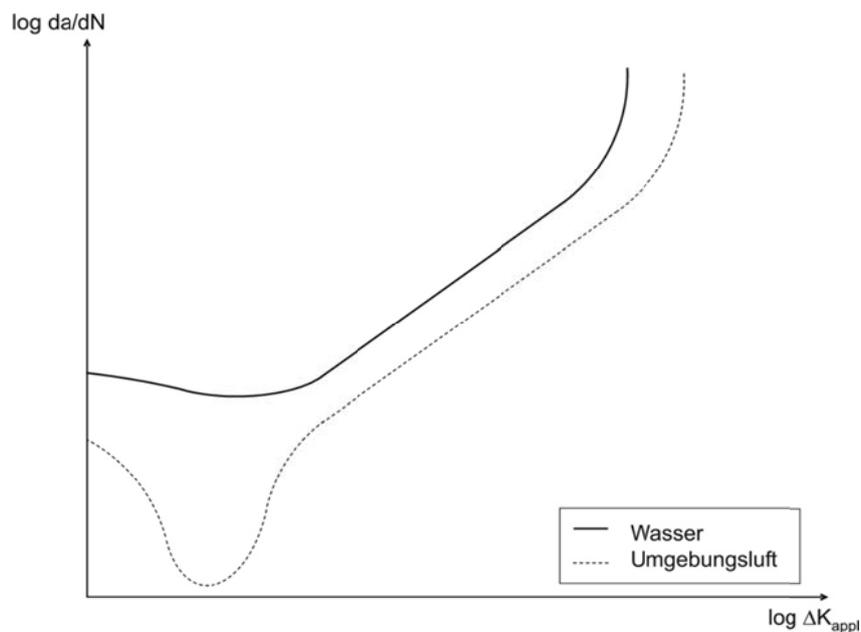


Abbildung 7.7: Qualitativer Vergleich der Verläufe von Rissausbreitungskurven von Si_3N_4 unter Einfluss von Umgebungsluft und Wasser.

Der gestrichelte Verlauf steht für die Rissausbreitungskurve an Umgebungsluft, der durchgezogene Verlauf für Rissausbreitung in Wasser. Die beiden Kurvenverläufe unterscheiden sich deutlich im Anfangsbereich und im Bereich der instabilen Rissausbreitung. Im linearen Bereich zeigen beide die gleiche Steigung, wie die ermittelten Rissausbreitungsexponenten für die zyklischen Versuche bei $R = 0,5$ bestätigen. Die absolute Rissausbreitungsrate $\frac{da}{dN}$ liegt durch den Einfluss des Wassers deutlich über der für Umgebungsluft. Die stärksten Unterschiede im Kurvenverlauf werden im Bereich sehr kleiner anliegender Spannungsintensitätsschwingbreiten beobachtet. Durch den starken Einfluss des unterkritischen Risswachstums wird die Rissausbreitungsrate bereits kurz nach Rissausbreitungsinitiierung relativ hoch sein. Im Vergleich zum Rissausbreitungsverhalten an Umgebungsluft können diese hohen Raten der Rissausbreitung schon bei vergleichsweise kleinen Rissöffnungsprofilen erreicht werden. Nach Irwin^[18] läuft Rissausbreitung unter Wassereinfluss bereits ab einer Rissöffnung von 4 \AA ab, was der Schätzung der Größe eines Wassermoleküls entspricht. Diese Tatsache führt wiederum zu einer geringeren Abschirmwirkung elastischer Brückenelemente im Nachlauf der Riss Spitze. Dieser Effekt ist in Abbildung 7.7 mittels der nur schwach abfallenden Rissausbreitungsrate für den Wassereinfluss dargestellt. An Umgebungsluft werden nach der Initiierung einer messbaren Rissausbreitung deutlich größere Rissöffnungsprofile beobachtet, die zu einer starken elastischen Abschirmung der Riss Spitze führen. Erst nach Erzeugung einer voll ausgebildeten Brückenzone werden steigende Rissausbreitungsraten beobachtet. Der dabei wirksame Mechanismus ist in Kapitel 2.2.3 beschrieben. Des Weiteren beschreibt Kruzic^[81] eine erhöhte Zahl an Grenzflächenablösungen unter Einfluss von

unterkritischem Risswachstum, das somit implizit die verstärkte Ausbildung von Reibbrücken fördert. Demnach werden bei zyklischer Beanspruchung parallel zur Degradation vorhandener Reibbrücken neue gebildet. Die Degradation sowie die Neubildung führen insgesamt nicht zu einer Erhöhung der Rissspitzenbelastung und haben eine kleinere Rissöffnung bei gleicher anliegender Last zur Folge. Das heißt, dass überbrückende intakte Körner eine geringere Abschirmung bewirken, bei gleichzeitig verhältnismäßig großer Risslänge. Die Degradationsvorgänge laufen allesamt am Übergang des Steilanstieges der R-Kurve im Bereich II ab. Starke Friktionskontakte, vergleichbar zu Pullout-Brücken unter monotoner Last und großer Rissverlängerung, sind hier nicht wirksam. Lediglich Friktionskontakte an abgelösten Grenzflächen (Typ-II-Körner) können in diesem Bereich der R-Kurve zyklisch abgebaut werden. Gleichzeitig wird der Anteil an dieser Brückenart mit der Länge der Versuchsdauer erhöht, da der kritische Winkel zur Grenzflächenablösung nach Fünfschilling^[117] und Satet^[118] zunimmt. Dieser größere Winkel führt schließlich zu einer sanfter ansteigenden R-Kurve, so dass im Falle der zyklischen Ermüdung unter Einfluss von destilliertem Wasser von einem im Vergleich zur Umgebungsluft unterschiedlichen Ausgangszustand ausgegangen werden muss. Dieser von vornherein geringere Rissausbreitungswiderstand kann wiederum schneller durch Degradationsvorgänge abgebaut werden, was die stark reduzierten charakteristischen Bruchlastspielzahlen erklärt. Letztlich sorgt die erhöhte Zahl an abgelösten Grenzflächen für einen höheren Anteil an für Wasser zugänglicher Rissspitze, was wiederum zu einem erhöhten Anteil an unterkritischem Risswachstum führt. Insgesamt sind demnach drei Mechanismen wirksam, die gleichzeitig zur Reduktion der Rissspitzenabschirmung und somit des Rissausbreitungswiderstandes beitragen und die Beschleunigung der Rissausbreitungsgeschwindigkeit durch erhöhte Wassermolekülzufuhr begünstigen. Die in Kapitel 2.2.3 beschriebenen Mechanismen des unterkritischen Risswachstums bestätigen die starke Abhängigkeit der Rissausbreitungsgeschwindigkeit von der Wassermolekülzufuhr.

Abschließend kann aus den genannten Mechanismen der Verlauf der R-Kurve für die monotone Beanspruchung unter Einfluss von Wasser vorhergesagt werden. Abbildung 7.8 zeigt den gemessenen Verlauf der R-Kurve an Umgebungsluft im Vergleich mit den berechneten Verläufen in Wasser. Der berechnete Verlauf der monotonen R-Kurve in Wasser basiert auf der ermittelten Degradation an Umgebungsluft.

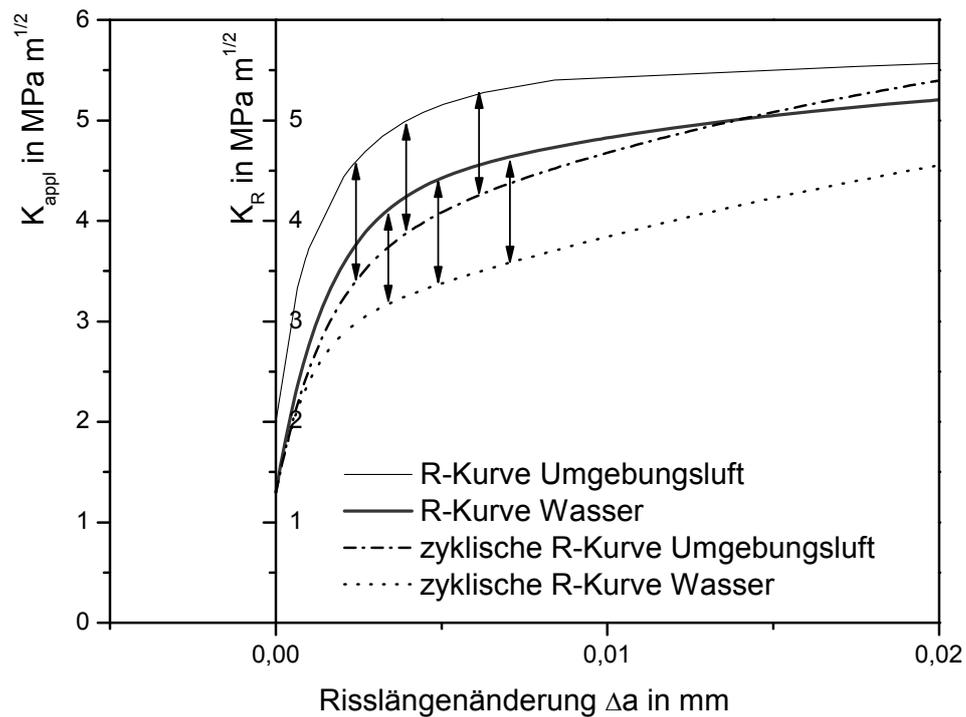


Abbildung 7.8: Vermuteter Verlauf der R-Kurve unter monotoner Last in Wasser

Die ermittelten Parameter aller vier Kurven sind in Tabelle 7.1 dargestellt.

Tabelle 7.1: Übersicht der Parameter zur mathematischen Beschreibung monotoner und zyklischer R-Kurvenverläufe an Umgebungsluft und Wasser.

Parameter	monoton Umgebungsluft	monoton Wasser	zyklisch, R = 0,5 Umgebungsluft	zyklisch, R = 0,5 Wasser
C_0	2 MPa·m ^{1/2}	1,3 MPa·m ^{1/2} (*)	1,3 MPa·m ^{1/2} (*)	1,3 MPa·m ^{1/2} (*)
C_1	3,2 MPa·m ^{1/2}	2,8 MPa·m ^{1/2}	2,2 MPa·m ^{1/2}	1,55 MPa·m ^{1/2}
C_2	0,44 MPa·m ^{1/2}	1,5 MPa·m ^{1/2}	3 MPa·m ^{1/2}	3,5 MPa·m ^{1/2}
C_3	0	n. b.	n. b.	n. b.
λ_1	0,0015 mm	0,0015 mm (**)	0,0015 mm (**)	0,001 mm
λ_2	0,015 mm	0,015 mm	0,02 mm	0,03 mm
λ_3	entfällt	entfällt	entfällt	entfällt

(*): angenommen auf Basis von [38], (**): vorgegeben; n. b.: nicht bestimmt

Vor allem der Vergleich des Parameters C_1 zeigt, dass sowohl der Einfluss des Wassers als auch der von zyklischer Beanspruchung eine Reduktion des Rissausbreitungswiderstandes

in den Bereichen I und II der R-Kurve hervorrufen. Die unter zyklischer Beanspruchung wirksamen Mechanismen (siehe Kapitel 5.2.2) werden mit denen des unterkritischen Risswachstums überlagert und führen schließlich zu einer starken Änderung des Verlaufes des Rissausbreitungswiderstandes, welche die gemessene Reduktion der Bruchlastspielzahlen um bis zu drei Größenordnungen begründet.

8 Abschließende Diskussion

Die in Kapitel 5 bis 7 dargestellten Ergebnisse zeigen Abhängigkeiten des zyklischen Ermüdungsverhaltens von Al_2O_3 und Si_3N_4 von der Belastungsart und den Umgebungsbedingungen. Gemeinsam mit der allgemeinen Modellvorstellung des zyklischen Ermüdungseffektes keramischer Werkstoffe aus Kapitel 2.3 ermöglichen diese Erkenntnisse eine differenziertere Beschreibung des Ermüdungsverhaltens für den jeweiligen Werkstoff. Die Beschreibung des Rissausbreitungswiderstandes mit Hilfe der R-Kurvendarstellung (Kapitel 2.2.2) dient als Basis zur Charakterisierung des Rissausbreitungsverhaltens. Die R-Kurvenverläufe der beiden untersuchten Werkstoffe unterscheiden sich signifikant, die Modellvorstellungen des Ermüdungsverhaltens beider Werkstoffe ausgehend von natürlichen Fehlern sind diesen R-Kurvenverläufen direkt zugeordnet und werden im Folgenden diskutiert. Abschließend wird die Bedeutung der Erkenntnisse für die Anwendungen und Auslegung von Bauteilen aus keramischen Strukturwerkstoffen erörtert.

8.1 Modellvorstellung zur zyklischen Ermüdung in Al_2O_3 -Werkstoffen

Der in dieser Arbeit untersuchte Al_2O_3 -Werkstoff (Kapitel 3.1) kann als Vertreter des grobkörnigen Al_2O_3 verstanden werden. Sein R-Kurvenverhalten ist durch einen sanft ansteigenden Verlauf des Rissausbreitungswiderstandes mit steigender Risslängenänderung in Größenordnungen von $\Delta a \geq 1$ mm charakterisiert. Dieser Anstieg von K_R wird durch eine Zone ausgebildeter Reibbrücken im Nachlauf der Rissspitze der gleichen Größenordnung verursacht, die aufgrund ihres friktiven Charakters zyklisch degradiert werden können. Die Modellvorstellung der zyklischen Degradation extrinsischer Brückenelemente beschreibt somit einen wechselseitigen Zusammenhang zwischen R-Kurvenverhalten und der Stärke des Ermüdungseffektes. Diese Effekte werden in den Kapitel 2.3 und 2.5.2 beschrieben. Der zyklische Ermüdungseffekt des Versuchswerkstoffes Frialit F99,7 wurde bereits in den Arbeiten von Nejma^[119-121] unter einachsiger Beanspruchung untersucht und in der vorliegenden Arbeit mit Hilfe der Methoden aus Kapitel 4.3.2 bestätigt. Die ermittelten Rissausbreitungsexponenten von $n \leq 25$ bestätigen die allgemeine Vermutung, dass eine hohe Anzahl an Reibbrücken eine starke zyklische Degradation ermöglicht. Die Ergebnisse aus zyklischen Torsionsversuchen zeigen, dass lange, überbrückte Risse unter Einfluss von Schubspannungen schneller degradiert werden können als bei einachsiger Belastung. Der eigentliche Mechanismus der Degradation ist im Falle der Torsionsbeanspruchung dem der einachsigen Beanspruchung vergleichbar, jedoch wird, im Gegensatz zur wiederholten stabilen Rissausbreitung, ein bereits induzierter Riss bis zu einer kritischen Länge berührungsfreier Rissflanken degradiert. Zusammenfassend kann der zyklische Ermüdungseffekt von Al_2O_3 somit als zyklische Degradation von Reibkontakten zwischen benachbarten Kornflächen beschrieben

werden. Die Stärke des friktiven Abtrags hängt dabei vor allem von der Länge der Relativbewegung der Körner und von der Höhe der lokalen Schubspannung ab. Der Einfluss des unterkritischen Risswachstums ist nicht zu vernachlässigen, wie Kruzic^[81] zeigt. Allerdings wird ein größerer Einfluss auf die Rissinitiierung und nicht auf den weiteren Rissfortschritt vermutet. Ein kleinerer Anteil an nicht degradierbaren elastischen Brücken sorgt für einen unteren Grenzwert des Rissausbreitungswiderstandes, der durch rein zyklische Beanspruchung nicht abgebaut werden kann. Dennoch unterliegt dieser Teil ebenfalls dem Mechanismus des unterkritischen Risswachstums und es kann somit zeitabhängig auch bei unterkritischer Belastung zum Versagen eines Bauteiles kommen.

8.2 Modellvorstellung zur zyklischen Ermüdung in Si_3N_4 -Werkstoffen

Der Si_3N_4 -Werkstoff SL 200 BG (Kapitel 3.1) zeigt einen steil ansteigenden R-Kurvenverlauf, der vor allem elastischen Brücken zugeschrieben wird. Diese elastischen Brücken, verursacht durch Typ-I-Körner (Kapitel 2.6.2), werden als nicht degradierbar eingestuft. Im Übergangsbereich der R-Kurve zum flacheren Teil wirkt sich die Grenzflächenablösung entlang von Typ-II-Körnern in einer weniger ausgeprägten Steigerung des Rissausbreitungswiderstandes aus. Die in diesem Bereich ausgebildeten Ablösebereiche wirken als Reibbrücken. Aufgrund des Ungleichgewichtes zwischen vielen elastischen Brücken und wenigen Reibbrücken scheint ein zyklischer Ermüdungseffekt vernachlässigbar. Die Existenz eines wahren zyklischen Ermüdungseffektes für SL 200 BG kann nur durch das Zusammenwirken von zyklischer Degradation von Verstärkungselementen und dem Rissfortschritt durch unterkritisches Risswachstum begründet werden. Unter Einfluss von Luftfeuchte steigt der Anteil an degradierbaren Reibbrücken aufgrund eines höheren Anteils an abgelösten Grenzflächen, wie es an Versuchen in Wasser (Kapitel 7.4) diskutiert wurde. Im Bereich der Ablösungen kommt es zu Friktionskontakten, die aufgrund von Anisotropieeffekten der elastischen Eigenschaften von Körnern und Glasphase bestehen. Die Stärke der Friktionskontakte ist demnach temperaturabhängig und konnte in Hochtemperaturversuchen (Kapitel 7.2) minimiert werden. Bei mechanischer Degradation der Friktionskontakte kommt es zur verstärkten Belastung der Riss Spitze und somit zur zyklischen Rissausbreitung. Aufgrund der nach wie vor verhältnismäßig größeren Anzahl an elastischen Brücken ist der zyklische Ermüdungseffekt von SL 200 BG in seiner Stärke nicht mit dem von Al_2O_3 vergleichbar. Eine Verstärkung des Effektes kann aber analog zu Al_2O_3 durch die Aktivierung von Schleifrissen unter Torsionsbeanspruchung erreicht werden. Der starke Einfluss von unterkritischem Risswachstum wirkt sich im Falle von SL 200 BG nicht nur auf die Rissinitiierungsphase aus, sondern bleibt über die gesamte Dauer der zyklischen Rissausbreitung wirksam. Vermutlich hängt die Höhe der unterstützenden Wirkung vor allem mit der Art und dem Anteil an amorpher Sekundärphase zusammen. Die Beschreibung des Mechanismus für SL 200 BG zeigt den starken Einfluss der Kornmorphologie und der Phasenzusammensetzung auf das zyklische Ermü-

ungsverhalten von Si_3N_4 -Werkstoffen. Aufgrund der Vielzahl der Variationen an Si_3N_4 -Zusammensetzungen kann diese Modellvorstellung nicht für die Gruppe der Si_3N_4 -Werkstoffe verallgemeinert werden, sondern gilt ausschließlich für Werkstoffe, die dem untersuchten Werkstoff SL 200 BG in ihrer Phasenzusammensetzung und Kornmorphologie ähnlich sind.

8.3 Praktische Bedeutung der Ermüdungsmechanismen

Die Beschreibung des zyklischen Rissausbreitungs- und Ermüdungsverhaltens stellt die Grundlage für die Auslegung keramischer Bauteile unter zyklisch wiederkehrender Belastung dar. Hierzu werden probabilistische Lebensdauervorhersagen ^[135] genutzt, die das Versagensverhalten sowie seine statistische Beschreibung beinhalten. Das Rissausbreitungsverhalten wird in Form von Rissausbreitungsparametern implementiert, die einer bestimmten Belastungsart zugeordnet sind. Diese Parameter können auf Basis der in der vorliegenden Arbeit ermittelten Ergebnisse berechnet werden. Daneben fließen weitere charakteristische Werkstoffkennwerte ein. Davon ausgehend werden Vorhersagen für komplexe Belastungssituationen gemacht und darauf basierend Ausfallwahrscheinlichkeiten berechnet. Die Ergebnisse der vorliegenden Arbeit bestätigen die Berechnungen von Härtelt et al. ^[143], die zeigen, dass zur zuverlässigen Lebensdauervorhersage neben Werkstoffkennwerten und Rissausbreitungsparametern auch die Berücksichtigung der wechselnden Mechanismen und deren Gewichtung unabdingbar sind. Äquivalenzspannungskriterien unter mehrachsiger Beanspruchung werden ebenso benötigt, wie die Berücksichtigung der chemischen Zusammensetzung, die sich auf die Morphologie und Phasenordnung des jeweiligen Werkstoffes auswirken. Das bruchmechanische Modell zur Beschreibung des Versagens unter Torsionsbeanspruchung aus Kapitel 6.4.2 beschreibt mit der Gewichtung der Anteile der vorliegenden Beanspruchungs- und Versagensmechanismen einen solchen Ansatz, der zur Verbesserung der Zuverlässigkeit von Lebensdauervorhersagen beitragen kann. Im Rahmen der Projektgruppe „Walzensysteme“ des SFB 483 werden fließen die Ergebnisse in die Lebensdauervorhersage eines Drahtwalzsystems ein. Die Berechnung der Ausfallwahrscheinlichkeit berücksichtigt wirksame Brückenspannungsverteilungen in Abhängigkeit des eingesetzten Werkstoffes. Der zyklische Abbau der Brückenspannungen kann aus der Kenntnis der Ermüdungsmechanismen und den berechneten zyklischen R-Kurvenverläufen ermittelt werden. Ebenso müssen die Einflüsse der Umgebungsbedingungen berücksichtigt werden. Stellvertretend für diese Einflüsse zeigen die Ergebnisse aus Hochtemperaturversuchen und Versuchen unter Einfluss von Wasser starke Änderungen der beschriebenen Ermüdungsmechanismen. So wird die Lebensdauer bei hohen Temperaturen eher unterschätzt, sofern der fehlende Ermüdungsmechanismus nicht berücksichtigt wird. Allerdings kann es auch zur Überschätzung der Lebensdauer eines Bauteiles kommen, sollte die Luftfeuchte am Einsatzort nicht konsequent mit in die Berechnungen einfließen. Während die Unterschätzung

lediglich wirtschaftliche Folgen hat, kann die Überschätzung zusätzlich zum Totalausfall führen.

9 Zusammenfassung und Ausblick

Das Ziel der Arbeit, die Untersuchung und Beschreibung des Versagensverhaltens keramischer Werkstoffe unter zyklischen Beanspruchungen, konnte mit Hilfe der durchgeführten Arbeiten in großen Teilen erreicht werden. Die gezeigten Ergebnisse und Interpretationen in Kapitel 5 bis 7 beschreiben differenzierte Effekte und Mechanismen des zyklischen Ermüdungsverhaltens von Si_3N_4 - und Al_2O_3 -Werkstoffen unter speziellen, aus dem Drahtwalzprozess abgeleiteten, Beanspruchungssituationen. Zyklische Ermüdungsversuche an Si_3N_4 konnten zunächst das Vorliegen eines wahren zyklischen Ermüdungseffektes auf Basis der zyklischen Degradation extrinsischer Verstärkungsmechanismen belegen. Dazu wurden statistische Auswerteverfahren erfolgreich angewendet, die es erlauben, trennschärfere Ergebnisdarstellungen zu erzeugen und somit den Erkenntnisgewinn von kleinen Stichprobenumfängen zu maximieren. Der zyklische Ermüdungseffekt konnte auf eine mechanische Degradation von abgelösten Grenzflächen im Bereich lang gestreckter Körner zurückgeführt werden. Damit hebt sich die Beschreibung dieses Effektes deutlich von der allgemein beschriebenen Degradation von Friktionskontakten zweier Korngrenzflächen ab. Zur Darstellung des zyklischen Ermüdungsverhaltens wurde die Möglichkeit zur Berechnung einer zyklischen R-Kurve entwickelt. Die Methode erlaubt die graphische Darstellung der Degradation der R-Kurve unter zyklischer Beanspruchung. Die Kenntnis der monotonen R-Kurve sowie einer Inertfestigkeitsverteilung muss als Voraussetzung gegeben sein. Neben der graphischen Darstellung der Degradation zeigen die Ergebnisse einen eindeutigen Einfluss des Spannungsverhältnisses auf das Ermüdungsverhalten.

Ein Einfluss von zyklischen zweiachsigen Beanspruchungszuständen konnte, im Gegensatz zur monotonen zweiachsigen Beanspruchung, mit der Aktivierung von Schleifrisen unter zyklischer Torsionsbeanspruchung ermittelt werden. Zur Beschreibung dieser Art des Ermüdungsverhaltens unter Einfluss von wirksamen Schubspannungen wurde ein bruchmechanisches Modell entwickelt, das das Versagensverhalten in Abhängigkeit der anliegenden Spannungsintensitätsfaktoren beschreibt.

Die Randbedingungen in Form von hohen Temperaturen sowie der Einsatz von Kühlschmiermittel auf Wasserbasis wurden getrennt voneinander untersucht. In zyklischen Vier-Punkt-Biegeversuchen bei 800 °C konnte kein zyklischer Ermüdungseffekt ermittelt werden. Die Methode zur Berechnung von zyklischen R-Kurven, übertragen auf Ergebnisse von Inertfestigkeitsmessungen bei 800 °C , wurde zur Interpretation erfolgreich eingesetzt. So konnte gezeigt werden, dass die Hochtemperaturbeanspruchung bereits zu einer deutlichen Reduktion des Rissausbreitungswiderstandes führt. Damit kann der nicht messbare zyklische Ermüdungseffekt bei 800 °C begründet werden.

Unter dem Einfluss von destilliertem Wasser, in Anlehnung an den Einsatz von Kühlschmiermittel, wurden stark reduzierte Bruchlastspielzahlen gemessen. Zur Interpretation und Darstellung des vorliegenden Mechanismus konnte wiederum die Methode zur Berechnung der zyklischen R-Kurve eingesetzt werden. Ein starker Einfluss von unterkritischem Risswachstum, der unterstützend zur vorliegenden Degradation einwirkt, wird als entscheidender Mechanismus favorisiert. Die so gewonnen Erkenntnisse zu dem unter aus dem Drahtwalzprozess gegebenen Randbedingungen ermittelten Ermüdungsverhalten fließen direkt in die Lebensdauervorhersage keramischer Umformwerkzeuge ein.

Zur Ableitung von materialspezifischen Ermüdungsmechanismen wurden die Ergebnisse aller durchgeführten Untersuchungen berücksichtigt. Die untersuchten Werkstoffe unterscheiden sich vor allem in ihrer Phasenzusammensetzung und der Kornmorphologie. Der daraus resultierende unterschiedliche Verlauf des jeweiligen Rissausbreitungswiderstandes mit steigender Risslängenänderung, also das R-Kurvenverhalten, kann direkt auf werkstoff-spezifische Modellvorstellungen zum zyklischen Ermüdungsverhalten zurückgeführt werden. Der Ermüdungsmechanismus von Al_2O_3 konnte, entsprechend der üblichen Vorstellungen der Fachliteratur, als Degradation von Friktionskontakten zwischen Korngrenzflächen beschrieben und bestätigt werden. Für Si_3N_4 konnte eine differenziertere Beschreibung des Degradationsverhaltens, beschränkt auf Bereiche von Grenzflächenablösungen, erzielt werden. Der Einfluss von thermoelastischen Anisotropieeffekten sowie der starke Einfluss des unterkritischen Risswachstums flossen mit in die Beschreibung ein. Dennoch beschreiben die Modellvorstellungen die Ermüdungsmechanismen lediglich phänomenologisch, mit Ausnahme des bruchmechanischen Modells zur Torsionsermüdung. Die quantitative material-spezifische Beschreibung von Degradationsvorgängen in Abhängigkeit von Umgebungseinflüssen stellt eine große Herausforderung dar, die in zukünftigen Arbeiten untersucht werden kann. Des Weiteren sind Untersuchungen zur Übertragbarkeit der gewonnenen Erkenntnisse auf andere Werkstoffzusammensetzungen denkbar. Vor allem aber machen die gezeigten Ergebnisse deutlich, dass die Untersuchung zyklischer Rissausbreitungsmechanismen ohne künstlich eingebrachte Risse in Form von Kerben möglich ist. Hierin besteht ein hohes Potential, die experimentellen Methoden zur Untersuchung des Ermüdungsverhaltens keramischer Werkstoffe ausgehend von natürlichen Fehlern zu verbessern und zu erweitern.

Literaturverzeichnis

- [1] D. Munz, T. Fett: *Ceramics. Mechanical Properties, Failure Behaviour, Materials Selection*. Springer Verlag Berlin (2001)
- [2] A. Kailer, T. Hollstein: Ceramic Rolls for Wires, Tubes and Sheets. In: *Proceedings of WTC 2005, World Tribology Congress III*.
- [3] I. Khader, A. Kailer: *Damage mechanisms in silicon nitride wire-rolling tools; Lab-scale experiments and correlation with finite element modelling*.
J. Mat. Proc. Techn. 210 (2010) 1314-1325
- [4] D. Gross, Th. Seelig: *Bruchmechanik mit einer Einführung in die Mikromechanik*. Springer Verlag Berlin (2001)
- [5] K. Wieghardt: *Über das Spalten und Zerreißen elastischer Körper*.
Z. Math. Phys. 55 [1-2] (1907) 60-103
- [6] K. Wieghardt: *On Splitting and Cracking of Elastic Bodies (transl. by H.P. Rossmanith)*. Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct. 18 [12] (1995) 1371-1405
- [7] H. P. Rossmanith: *An Introduction to K. Wieghardt's Historical Paper "On Splitting and Cracking of Elastic Bodies"*.
Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct. 18 [12] 1367-1369 (1995)
- [8] A. A. Griffith: *The Phenomena of Rupture and Flow in Solids*.
Philos. T. R. Soc. Lond. 221 (1921) 163-198
- [9] C. E. Inglis: *Stresses in a Plate due to the Presence of Cracks and Sharp Corners*.
T. Inst. Naval Arch. 55 (1923) 219–230
- [10] A. A. Griffith: *The Theory of Rupture*. In: C. B. Biezeno, J. M. Burgers. *Proc First Int Congr Appl Mech*. Technische Boekhandel en Drukkerij; Delft (1924) 55–63
- [11] E. Orowan: *Notch brittleness and strength of solids*. Trans. Inst. Eng. Shipbuilders Scotland 89 (1945), S.165–215
- [12] E. Orowan: *Fracture and Strength of Solids*. Reports on Progress in Physics 12 (1948) 185-232
- [13] B. Cotterell: *The past, present, and future of fracture mechanics*.
Eng. Fract. Mech. 69 (2002) 533–553
- [14] G. R. Irwin: *Analysis of stresses and strain near the end of a crack traversing a plate*.
J. Appl. Mech. 24 [3] (1957) 361-364

- [15] G. R. Irwin: *Discussion of "Analysis of stresses and strain near the end of a crack traversing a plate"*. J. Appl. Mech. 25 [2] (1958) 299-301
- [16] J. D. Landes: *The Contributions of George Irwin to Elastic-Plastic Fracture Mechanics Development*. In: G. R. Halford, J. P. Gallagher: *Fatigue and fracture mechanics: 31st Volume, ASTM STP 1389*. American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, PA (2000) 54-63
- [17] H.M. Westergaard: *Bearing Pressures and Cracks*. J. Appl. Mech. 6 (1939) S. 49–53.
- [18] G. R. Irwin: *Fracture Strength of Relatively Brittle Structures and Materials*. J. Frankl. Inst. 290 [6] (1970) 513-521
- [19] H. Bueckner: *A Novel Principle for the Computation of Stress Intensity Factors*. Z. Angew. Math. Mech. 50 (1970) 529-546
- [20] T. Fett, D. Munz: *Influence of crack-surface interactions on stress intensity factor in ceramics*. J. Mat. Sc. Letters 9 (1990) 1403-1406
- [21] B. Cotterell: *On Brittle Fracture Paths*. Int. J. Fracture 1 [2] (1965) 96-103
- [22] B. Cotterell: *Notes on the Paths and Stability of Cracks*. Int. J. Fracture 2 [3] (1966) 527-533
- [23] T. Fett, G. Rizzi, D. Munz, M. J. Hoffmann, R. Oberacker, S. Wagner: *Bridging Interactions in Ceramics and Consequences on Crack Path Stability*. J. Ceram. Soc. Jpn. 114 [11] (2006) 1038-1043
- [24] B. Cotterell, J. R. Rice: *Slightly curved or kinked cracks*. Int. J. Fracture 16 [2] (1980) 155-169
- [25] D. J. Smith, M. R. Ayatollahi, M. J. Pavier: *The Role of T-Stress in Brittle Fracture for Linear Elastic Materials under Mixed-Mode Loading*. Fat. Fract. Eng. Mater. Struct. 24 (2001) 137–150
- [26] H. Salmang, H. Scholze: *Keramik*. Springer-Verlag; 7. Auflage, Berlin (2007)
- [27] R. Danzer, T. Lube, P. Supancic, R. Damani: *Fracture of Ceramics*. Adv. Eng. Mater. 10 [4] 275–298 (2008)
- [28] H. Abe, M. Naito: *Flaw Size Distribution in High-Quality Alumina*. J. Am. Ceram. Soc., 86 [6] 1019–21 (2003)
- [29] W. Weibull: *A Statistical Theory of the Strength of Materials*. Ingeniörsvetenskapakademien Handlingar. Bd. 151, Generalstabens Litografiska Anstalts Förlag (1939)
- [30] W. Kollenberg: *Technische Keramik*. Vulkan-Verlag (2004)

- [31] D. Munz: *What can we learn from R-Curve Measurements?*
J. Am. Ceram. Soc., 90 [1] 1–15 (2007)
- [32] R. Knehans, R. Steinbrech: *Memory Effect of Crack Resistance during Slow Crack Growth in Notched Al₂O₃ Bend Specimens.* J. Mater. Sci. Letters 1 (1982) 327-329
- [33] J. J. Kruzic, R. M. Cannon, R. O. Ritchie: *Crack-Size Effects on Cyclic and Monotonic Crack Growth in Polycrystalline Alumina: Quantification of the Role of Grain Bridging.* J. Am. Ceram. Soc., 87 [1] (2004) 93–103
- [34] H. Hübner, W. Jillek: *Sub-critical crack extension and crack resistance in polycrystalline alumina.* J. Mat. Sc. 12 (1977) 117-125
- [35] N. Claussen: *Umwandlungsverstärkte keramische Werkstoffe.*
Z. Werkstofftechnik 13 (1982) 138-147
- [36] J. Rödel: *Crack Closure Forces in Ceramics: Characterization and Formation.*
J. Europ. Ceram. Soc. 9 (1992) 323–334
- [37] P. L. Swanson, C. J. Fairbanks, B. R. Lawn, Y.-W. Mai, B. J. Hockey: *Crack-Interface Grain Bridging as a Fracture Resistance Mechanism in Ceramics: I, Experimental Study on Alumina.* J. Am. Ceram. Soc., 70 [4] (1987) 279–289
- [38] J. J. Kruzic, R. L. Satet, M. J. Hoffmann, R. M. Cannon, R. O. Ritchie: *The Utility of R-Curves for Understanding Fracture Toughness-Strength Relations in Bridging Ceramics.* J. Am. Ceram. Soc., 91 [6] (2008) 1986–1994
- [39] P. F. Becher, C.-H. Hsueh, Ka. B. Alexander, E. Y. Sun: *Influence of Reinforcement Content and Diameter on the R-Curve Response in SiC-Whisker-Reinforced Alumina.* J. Am. Ceram. Soc., 79 [2] 298–304 (1996)
- [40] S. Fünfschilling, T. Fett, M. J. Hoffmann, R. Oberacker, H. Jelitto, G. A. Schneider, M. Härtelt, H. Riesch-Oppermann: *Bridging stresses from R-curves of silicon nitrides.* J. Mater. Sci. 44 (2009)3900-3904
- [41] T. Hoshide, H. Hiramatsu: *A microstructural approach to flaw size dependence of strength in engineering ceramics.* Fatigue Fract. Eng. M. 22 (1999) 1029-1039
- [42] S. M. Wiederhorn: *Moisture Assisted Crack Growth in Ceramics.*
Int. J. Fract. Mech. 4 [2] (1968) 171–177
- [43] T. Fett: *A fracture-mechanical theory of subcritical crack growth in ceramics.*
Int. J. Fract. 54 (1992) 117-130

- [44] B. Asoo, J. M. McNaney, Y. Mitamura, R. O. Ritchie: *Cyclic fatigue-crack propagation in sapphire in air and simulated physiological environments*.
J. Biomed. Mater. Res., 52 (3) (2000) 488–491
- [45] P. C. Paris, M. P. Gomez, W. E. Anderson: *A Rational Analytic Theory of Fatigue*.
The Trend in Engineering 13 (1961) 9-14
- [46] G. I. Barenblatt: *The Mathematical Theory of Equilibrium Cracks in Brittle Fracture*.
Advances in Applied Physics Volume 7, Eds. H. L. Dryden , T. von Karman, Academic Press, New York, London (1962) 55-127
- [47] D. S. Dugdale: *Yielding of Steel Sheets Containing Slits*.
J. Mech. Phys. Solids 8 (1960) 100-104
- [48] P. A. Tipler: *Physik*. Hrsg. der dt. Ausg.: D. Gerlich, G. Jerke. Heidelberg, Berlin, Oxford, Spektrum Akad. Verl. (2000)
- [49] B. Lawn: *Fracture of brittle solids - second edition*. Cambridge University Press 1975, 1993, Cambridge, New York (1993)
- [50] S. M. Ivanov, V. V. Kartuzov, B. A. Galanov, V. I. Trefilov: *Special Features of Dynamic Fracture of Brittle Materials in the Mode of Ultimate Fracture Velocities*.
Strength Mater. 32 [2] (2000)
- [51] W. R. Cannon, T. G. Langdon: *Review: Creep of ceramics*. J. Mater. Sci. 18 (1983) 1-50
- [52] S. Sakaguchi: *R-Curve Measurement of Silicon Nitride Based Ceramics at Elevated Temperatures with Single Edge Notched Beam Specimens*. In: *Fracture Resistance Testing of Monolithic and Composite Brittle Materials*. In: ASTM STP 1409, American Society of Testing and Materials, West Conshohocken, PA (2002) 129–136
- [53] S. R. Choi, V. Tikare: *Crack Healing Behavior of Hot Pressed Silicon Nitride due to Oxidation*. Scr. Metall. Mater. 26 (1992) 1263–1268
- [54] Y. H. Zhang, L. Edwards, W. J. Plumbridge: *Crack Healing in a Silicon Nitride Ceramic*. J. Am. Ceram. Soc., 81 [7] (1998) 1861–1868
- [55] K. Ando, K. Takahashi, S. Nakayama, S. Saito: *Crack-Healing Behavior of Si₃N₄/SiC Ceramics under Cyclic Stress and Resultant Fatigue Strength at the Healing Temperature*. J. Am. Ceram. Soc. 85 [9] (2002) 2268–72
- [56] K. Ando, T. Ikeda, S. Sato, F. Yao, Y. Kobayasi: *A Preliminary Study on Crack Healing Behaviour of Si₃N₄ SiC Composite Ceramics*.
Fatigue. Fract. Eng. M. 21 (1998) 119-122

- [57] K. Ando, M. C. Chu, F. Yao, S. Sato: *Fatigue strength of crack-healed Si₃N₄/SiC composite ceramics*. Fatigue. Fract. Eng. M. 22 (1999) 897–903
- [58] D. A. Krohn, D. P. H. Hasselmann: *Static and Cyclic Fatigue Behavior of a Polycrystalline Alumina*. J. Am. Ceram. Soc. 55 [4] (1972) 208-211
- [59] A. G. Evans, M. Linzer: *High frequency cyclic crack propagation in ceramic materials*. Int. J. Fract. 12 [2] (1976) 217-222
- [60] A. G. Evans: *Fatigue in ceramics*. Int. J. Fract. 16 [6] (1980) 485-498
- [61] L. Ewart, S. Suresh: *Crack propagation in ceramics under cyclic Loads*. J. Mater. Sci. 22 (1987) 1173-1192
- [62] G. Grathwohl: *Ermüdung von Keramik unter Schwingbeanspruchung*. Mat.-wiss. u. Werkstofftech. 19 (1988) 113-124
- [63] S. Horibe, R. Hirahara: *Cyclic Fatigue of Ceramic Materials: Influence of Crack Path and Fatigue Mechanisms*. Acta Metall. Mater. 39 [6] (1991) 1309–1317
- [64] R. O. Ritchie, R. H. Dauskardt: *Cyclic Fatigue of Ceramics- A Fracture Mechanics Approach to Subcritical Crack Growth and Life Prediction*. J. Ceram. Soc. Jpn. 99 [10] (1991) 1047-1062
- [65] F. Guiu, M. J. Reece, D. A. J. Vaughan: *Cyclic fatigue of ceramics*. J. Mater. Sci. 26 (1991) 3275-3286
- [66] T. Fett, D. Munz: *A relation for cyclic crack growth in ceramics*. J. Mater. Sci. Lett. 17 (1998) 307-309
- [67] S. Lathabai, J. Rödel, B. R. Lawn: *Cyclic Fatigue from Frictional Degradation at Bridging Grains in Alumina*. J. Am. Ceram. Soc. 74 [6] (1991) 1340-1348
- [68] Y. Mutoh, M. Takahashi, M. Takeuchi: *Fatigue Crack Growth in Several Ceramic Materials*. Fatigue Fract. Eng. M. 16 [8] (1993) 875-890
- [69] G. Choi, S. Horibe: *The Environmental Effect on Cyclic Fatigue Behaviour in Ceramic Materials*. J. Mater. Sci. 30 (1995) 1565–1569
- [70] S. Horibe, R. Hiraha: *Fatigue Crack Propagation of sintered Silicon Nitride in Vacuum and Air*. Fatigue Fract. Eng. M. 14 [8] (1991) 863-870
- [71] I.-W. Chen, S.-Y. Liu, D. Jacobs: *Effects of temperature, rate, and cyclic loading on the strength and toughness of monolithic ceramics*. Acta metall. mater. 43 [4] (1995) 1439-1446

- [72] R.O. Ritchie, C.J. Gilbert, J.M. McNaney: *Mechanics and Mechanisms of Fatigue Damage and Crack Growth in Advanced Materials*.
Int. J. Solids Struct. 37 (2000) 311–329
- [73] M. J. Reece, F. Guiu, M. F. R. Sammur: *Cyclic Fatigue Crack Propagation in Alumina under Direct Tension-Compression loading*.
J. Am. Ceram. Soc. 72 [2] (1989) 348-352
- [74] M. Okazaki, A.J. McEvily, T. Tanaka: *On the Mechanism of Fatigue Crack Growth in Silicon Nitride*. Metall. Trans. A 22A (1991) 1425-1434
- [75] H. Awaji, S. Yamamoto, S. Honda, T. Nishikawa: *Static and cyclic stress–lifetime curves of ceramics*. J. Mater. Sci. Lett. 19 (2000) 713-715
- [76] T. Fett: *A cantilever effect for cracks with mismatching crack faces?*
J. Mat. Sc. Letters 15 (1996) 1062-1063
- [77] R. H. Dauskardt: *A Frictional-Wear Mechanism for Fatigue-Crack Growth in Grain Bridging Ceramics*. Acta Metall. Mater. 41 [9] (1993) 2765–2781
- [78] H. El Attaoui, M. Saâdaoui, J. Chevalier, G. Fantozzi: *Quantitative Analysis of Crack Shielding Degradation during Cyclic Fatigue of Alumina*.
J. Am. Ceram. Soc., 88 [1] (2005) 172–178
- [79] D. S. Jacobs, I. -W. Chen: *Cyclic Fatigue in Ceramics- A Balance between Crack Shielding Accumulation and Degradation*. J. Am. Ceram. Soc. 78 [3] (1995) 513-520
- [80] X. Hu, Y. -W. Mai: *Crack-Bridging Analysis for Alumina Ceramics under Monotonic and Cyclic Loading*. J. Am. Ceram. Soc. 75 [4] (1992) 848-853
- [81] J. J. Kruzic, R. M. Cannon, R. O. Ritchie: *Effects of Moisture on Grain-Boundary Strength, Fracture, and Fatigue Properties of Alumina*.
J. Am. Ceram. Soc., 88 [8] (2005) 2236–2245
- [82] R.D. Geraghty, J.C. Hay, K.W. White: *Fatigue Degradation of the Crack Wake Zone in Monolithic Alumina*. Acta. Mater. 47 [4] (1999) 1345–1353
- [83] J.J. Kruzic, R.M. Cannon, J.W. Ager III, R.O. Ritchie: *Fatigue threshold R-curves for predicting reliability of ceramics under cyclic loading*.
Acta Mater. 53 (2005) 2595–2605
- [84] I-W. Chen, M. Engineer: *Model for Fatigue Crack Growth in Grain-Bridging Ceramics*.
J. Am. Ceram. Soc. 82 [12] (1999) 3549-3560
- [85] D. B. Marshall, A. G. Evans, B. T. Khuri Yakub, J. W. Tien, G. S. Kino: *The Nature of Machining Damage in Brittle Materials*. Proc. R. Soc. Lond. A 385 (1983) 461–475

- [86] J. J. Mecholsky, jr., S. W. Freiman: and R. W. Rice: *Effect of Grinding on Flaw Geometry and Fracture of Glass*. J. Am. Ceram. Soc. 60 [3-4] (1977) 114–117
- [87] R. Hessert: *Bearbeitungseigenstresspannungen, Randschichtschädigungen und Festigkeiten geschliffener Al₂O₃- und ZrO₂-Keramiken*. Dissertation Universität Karlsruhe, Schriftenreihe IKM 021 (1998)
- [88] W. Kanematsu, L. K. Ives: *Propagation Behavior of Machining Cracks in Delayed Fracture*. J. Am. Ceram. Soc., 87 [3] (2004) 500–503
- [89] W. Kanematsu, M. Sando, L. K. Ives, R. Marinenko, G. D. Quinn: *Dye Impregnation Method for Revealing Machining Crack Geometry*. J. Am. Ceram. Soc. 84 [4] (2001) 795-800
- [90] R. L. Coble: *Sintering Crystalline Solids. I. Intermediate and Final State Diffusion Models*. J. Appl. Phys. 32 [5] (1961) 787-792
- [91] W. C. Johnson, R. L. Coble: *A Test of Second-Phase and Impurity-Segregation Models for MgO-Enhanced Densification of Sintered Alumina*. J. Am. Ceram. Soc. 61 [3-4] (1978) 110-114
- [92] J. Rödel, M. Gläser: *Anisotropy of Grain Growth in Alumina*. J. Am. Ceram. Soc. 73 [11] (1990) 3292-3301
- [93] C. A. Powell-Dogan, A. H. Heuer, H. M. O'Bryan: *Devitrification of the Grain Boundary Glassy Phase in a High-Alumina Ceramic Substrate*. J. Am. Ceram. Soc. 77 [10] (1994) 2593-2598
- [94] R. Brydson, S.-C. Chen, F. Riley, S. J. Milne, X. Pan, M. Rühle: *Microstructure and Chemistry of Intergranular Glassy Films in Liquid-Phase-Sintered Alumina*. J. Am. Ceram. Soc. 81 [2] (1998) 369-379
- [95] S. I. Bae, S. Baik: *Critical Concentration of MgO for the Prevention of Abnormal Grain Growth in Alumina*. J. Am. Ceram. Soc. 77 [10] (1994) 2499-2504
- [96] P. Chantikul, S. J. Bennison, B. R. Lawn: *Role of Grain Size in the Strength and R-Curve Properties of Alumina*. J. Am. Ceram. Soc. 73 [8] (1990) 2419-2427
- [97] V. Tveergaard, J. W. Hutchinson: *Microcracking in Ceramics Induced by Thermal Expansion of Elastic Anisotropy*. J. Am. Ceram. Soc. 71 [3] (1988) 157–166
- [98] Y. Fang, K. Ravi-Chandar, K. W. White: *Influence of Surface Residual Stress State on Crack Path Evolution in Polycrystalline Alumina*. J. Am. Ceram. Soc. 85 [7] (2002) 1783–1787

- [99] J. C. Hay, K. W. White: *Grain-Bridging Mechanisms in Monolithic Alumina and Spinel*. J. Am. Ceram. Soc. 76 [7] (1993) 1849–1854
- [100] J.J. Kruzic, R.M. Cannon, J.W. Ager III, R.O. Ritchie: *Fatigue threshold R-curves for predicting reliability of ceramics under cyclic loading*. Acta Mater. 53 (2005) 2595–2605
- [101] G. G. Deeley, J. M. Herbert, N. C. Moore: *Dense Silicon Nitride*. Pow. Met. 8 (1961) 145-151
- [102] F. L. Riley: *Silicon Nitride and Related Materials*. J. Am. Ceram Soc. 83 [2] (2000) 245–65
- [103] M. K. Cinibulk, G. Thomas, S. M. Johnson: *Fabrication and Secondary-Phase Crystallization of Rare-Earth Disilicate-Silicon Nitride Ceramics*. J. Am. Ceram. Soc. 75 [8] (1992) 2037-2043
- [104] G. R. Terwilliger, F. F. Lange: *Pressureless Sintering of Si_3N_4* . J. Mat. Sc. 10 (1975) 1169-1174
- [105] M. Krämer, M. J. Hoffmann, G. Petzow: *Grain Growth Kinetics of Si_3N_4 during α/β Transformation*. Acta metall. mater. 41 [10] (1993) 2939-2947
- [106] W. Dressler, H.-J. Kleebe, M. J. Hoffmann, M. Rühle, G. Petzow: *Model Experiments Concerning Abnormal Grain Growth in Silicon Nitride*. J. Europ. Ceram. Soc. 16 (1996) 3-14
- [107] M. J. Hoffmann, G. Petzow: *Tailored microstructures of silicon nitride ceramics*. Pure & Appl. Chem. 66 [9] (1994) 1807-1814
- [108] D. R. Clarke, G. Thomas: *Grain Boundary Phases in a Hot-Pressed MgO Fluxed Silicon Nitride*. J. Am. Ceram. Soc. 60 [11-12] (1977) 491-495
- [109] Q. Jin, D. S. Wilkinson, G. C. Weatherly, W. E. Luecke, S. M. Wiederhorn: *Thickness Alteration of Grain-Boundary Amorphous Films during Creep of a Multiphase Silicon Nitride Ceramic*. J. Am. Ceram. Soc. 84 [6] (2001) 1296-1300
- [110] H.-J. Kleebe, M. J. Hoffmann, M. Rühle: *Influence of Secondary Phase Chemistry on Grain Boundary Film Thickness in Silicon Nitride*. Z. Metallkd 83 [8] (1992) 610-617
- [111] P. F. Becher: *Microstructural Design of Toughened Ceramics*. J. Am. Ceram. Soc., 74 [2] (1991) 255–269
- [112] R. L. Satet, M. J. Hoffmann: *Influence of the Rare-Earth Element on the Mechanical Properties of RE–Mg-Bearing Silicon Nitride*. J. Am. Ceram. Soc. 88 [9] (2005) 2485-2490

- [113] P. F. Becher, E. Y. Sun, C-H Hsueh, K. B. Alexander, S.-L. Hwang, S. B. Waters, C. G. Westmoreland: *Debonding of interfaces between Beta-Silicon Nitride Whiskers and Si-Al-Y Oxinitride Glasses*. Acta. Mater. 44 [10] (1996) 3881-3893
- [114] P. F. Becher, E. Y. Sun, K. P. Plucknett, K. B. Alexander, C.-H. Hsueh, H.-T. Lin, S. B. Waters, C. G. Westmoreland: *Microstructural Design of Silicon Nitride with Improved Fracture Toughness: I, Effects of Grain Shape and Size*. J. Am. Ceram. Soc. 81 [11] (1998) 2821–2830
- [115] E. Y. Sun, P. F. Becher, K. P. Plucknett, C.-H. Hsueh, K. B. Alexander, S. B. Waters: *Microstructural Design of Silicon Nitride with Improved Fracture Toughness: II, Effects of Yttria and Alumina Additives*. J. Am. Ceram. Soc. 81 [11] (1998) 2831–40
- [116] A. Bhatnagar, M. J. Hoffman, R. H. Dauskardt: *Fracture and Subcritical Crack-Growth Behavior of Y-Si-Al-O-N Glasses and Si₃N₄ Ceramics*. J. Am. Ceram. Soc. 83 [3] (2000) 585–596
- [117] S. Fünfschilling: *Mikrostrukturelle Einflüsse auf das R-Kurvenverhalten bei Siliciumnitridkeramiken*. Dissertation Karlsruher Institut für Technologie, KIT Scientific Publishing (2010)
- [118] R. Satet: *Einfluss der Grenzflächeneigenschaften auf die Gefügeausbildung und das mechanische Verhalten von Siliciumnitrid-Keramiken*. Dissertation Universität Karlsruhe, Druckerei Grässer, Karlsruhe, 2003
- [119] R. Nejma, K.-H. Lang, D. Löhe: *Influence of the Temperature on the Strength and the Subcritical Crack Growth Rate of Alumina*. Mater. Sci. Eng. A 387–389 (2004) 832–836
- [120] R. Nejma, K.-H. Lang, D. Löhe: *Isothermal and Thermal-Mechanical Fatigue of Alumina*. Mat.-wiss. u. Werkstofftech. 36 [3-4] (2005) 136–139
- [121] R. Nejma: *Verformungs- und Versagensverhalten von Aluminiumoxidkeramik unter isothermer und thermisch-mechanischer Ermüdungsbeanspruchung*. Dissertation Universität Karlsruhe, Shaker Verlag, Aachen, 2007
- [122] T. Erbacher, M. H. Ott, T. Beck, O. Vöhringer: *Determination of Residual Stress Gradients in Al₂O₃ Ceramics after Thermal and Mechanical Loading*. Mater. Sci. Forum 490–491 (2005) 485-490
- [123] T. Erbacher: *Eigenspannungen, Festigkeiten und Schädigungsverhalten von Aluminiumoxid unter thermischer und friktiver Randschichtbeanspruchung*. Dissertation Universität Karlsruhe, Shaker Verlag, Aachen, 2006

- [124] T. Fett, D. Badenheim, R. Oberacker, K. Heiermann, R. Nejma: *Subcritical crack growth of Al₂O₃, determined by different methods.*
J. Mater. Sci. Lett 22 (2003) 363-365
- [125] K. Wolf: *Oxidkeramik als Konstruktionswerkstoff.* Elektronische Ressource:
http://www.friatec.de/content/Germany/friatec_neu/Technische_Keramik/Downloads/Fachartikel/85/Oxidkeramik_als_Konstruktionswerkstoff.pdf (2008)
- [126] T. Fett, S. Fünfschilling, M. J. Hoffmann, R. Oberacker, H. Jelitto, G. A. Schneider: *R-Curve Determination for the Initial Stage of Crack Extension in Si₃N₄.*
J. Am. Ceram. Soc. 91 [11] (2008) 3638-3642
- [127] T. Lube, J. Dusza: *A Silicon Nitride Reference Material—A testing Program of ESIS TC6.* J. Europ. Ceram. Soc. 27 (2007) 1203–1209
- [128] H. Kolsky: *Stress Waves in Solids.* J. Sound Vib. I (1963) 88-110
- [129] DIN EN 843-1: *Hochleistungskeramik- Monolithische Keramik- Mechanische Eigenschaften bei Raumtemperatur. Teil 1: Bestimmung der Biegefestigkeit* (2005)
- [130] T. Beck, B. Denne, K.-H. Lang, D. Löhe: *Torsionsermüdungsprüfmaschine mit AC-Servomotor.* MP Materialprüfung 43 [7-8] 283-287 (2001)
- [131] A. G. Evans: *A General Approach for the Statistical Analysis of Multiaxial Fracture.*
J. Am. Ceram. Soc., 61 [7-8] (1978) 302–308
- [132] S. B. Batdorf, H. L. Heinisch, jr.: *Weakest Link Theory Reformulated for Arbitrary Fracture Criterion.* J. Am. Ceram. Soc., 61 [7-8] (1978) 355-358
- [133] T. Fett, D. Munz: *Determination of v-KI Curves by a Modified Evaluation of Lifetime Measurements in Static Bending Tests.*
J. Am. Ceram. Soc. 68 [8] (1985) C-213-C215
- [134] T. Fett, G. Martin, D. Munz, G. Thun: *Determination of da/dN-ΔKI curves for small cracks in alumina in alternating bending tests.* J. Mater. Sci. 26 (1991) 3320-3328
- [135] M. Härtelt: *Probabilistische Lebensdauervorhersage für keramische Bauteile unter komplexer zyklischer Beanspruchung.* Dissertation Karlsruher Institut für Technologie, KIT Scientific Publishing, im Druck (2010)
- [136] G. D. Quinn: *Fractography of Ceramics and Glasses.* National Institute of Standards and Technology, Special Publication 960-16. U. S. Government Printing Office, Washington (2007)
- [137] T. Schwind, E. Kerscher, K.-H. Lang: *Fatigue of alumina under cyclic torsion loading.*
Adv. Eng. Mater. 11 [7] (2009) 586-589

- [138] T. Schwind, S. Fünfschilling, E. Kerscher, K.-H. Lang, R. Oberacker, M.J. Hoffmann, T. Fett: *Failure of alumina in torsion tests*. Adv. Eng. Mat. im Druck (2010)
- [139] P.C. Paris, G.C. Sih: *Stress Analysis of Cracks*. ASTM STP 381 (1965)
- [140] M.J. Hakulinen: *Residual strength of ground hot isostatically pressed silicon nitride*. J. Mater. Sci. 20 (1985) 1049-1060.
- [141] Y. Matsuo, T. Ogasawara, S. Kimura, E. Yasuda: *Statistical analysis of the effect of surface grinding on the strength of alumina using Weibull's multi-modal function* J. Mater. Sci. 22 (1987) 1482-1488
- [142] S. Fünfschilling, T. Fett, M. J. Hoffmann, R. Oberacker, H. Özcoban, G. A. Schneider, P. Brenner, D. Gerthsen, R. Danzer: *Estimation of the High-Temperature R Curve for Ceramics from Strength Measurements Including Specimens with Focused Ion Beam Notches*. J. Am. Ceram. Soc., im Druck (2010)
- [143] M. Härtelt, H. Riesch-Oppermann, T. Schwind, O. Kraft: *Lifetime Prediction for Ceramic Components under Cyclic Tensile and Torsional Loading*. In: *Proc. 10th Int. Conf. Europ. Ceram. Soc. 2007* (ISBN 3-87264-022-4), Göller Verlag GmbH, Baden-Baden (2008)