

# Reibermüdung ingenieurkeramischer Werkstoffe unter Variation der Beanspruchungsparameter

Zur Erlangung des akademischen Grades eines

**Doktors der Ingenieurwissenschaften**

von der Fakultät für Maschinenbau des

Karlsruher Instituts für Technologie

genehmigte

**Dissertation**

von

Dipl.-Ing. Claudius Wörner

aus Baden-Baden

Tag der mündlichen Prüfung: 01. Oktober 2013

Hauptreferent: Prof. Dr.rer.nat. Alexander Wanner

Korreferent: Prof. Dr.rer.nat. Michael J. Hoffmann



# Vorwort & Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter in der Zeit von Juni 2009 bis Juli 2013 am Institut für Angewandte Materialien - Werkstoffkunde des Karlsruher Instituts für Technologie.

Mein Dank gilt an erster Stelle Prof. Alexander Wanner für die Übernahme des Hauptreferates, sowie Prof. Michael J. Hoffmann für die Übernahme des Korreferates. Ein besonderer weiterer Dank geht an dieser Stelle an Dr. Karl-Heinz Lang, für die Betreuung der täglichen und wissenschaftlichen Arbeit und der Durchsicht des Manuskriptes, sowie Dr. Theo Fett für die kritische Durchsicht der Ergebnisse.

Ein weiterer Dank geht an alle meine ehemaligen Kollegen und hier speziell an diejenigen, welche mich die komplette Zeit über begleitet haben und mir den Arbeitstag auch in schweren Zeiten angenehm gestalteten, Ansgar Harnischmacher, Dr. Stefan Dietrich, Dr. Tobias Strauß, Dr. Matthias Merzkirch, Marc Brecht, Arndt Hermeneit, Stefan Guth, Andreas Reeb, Benedikt Haspel und Volker Walter. Weiterhin danke ich den wissenschaftlichen Hilfskräften, Bachelor- und Studienarbeitern Andres Falconi, J. Christoph Hauschild, Pascal Heinzler, Marc Bisser, Daniel Zirn, Johannes Henschel, Timo Latzel, Christoph Amann, Sabin Muntean, Frederic Stengele und Hakan Erdogan, die alle wesentlich zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Ein spezieller Dank sei an dieser Stelle an die Mitstreiter Dr. Johannes Schneider, Dr. Thomas Schwind, Dr. Johannes Wippler, Dr. Stefan Fünfschilling, Dr. Christophe Pfister und Dr. Martin Härtelt aus dem SFB 483 gerichtet, die mich Tat- und Sachkräftig unterstützt haben.

Besondere Erwähnung finden an dieser Stelle auch Dr. Thomas Schalk und PD Dr. Kay A. Weidenmann welche im Wesentlichen dazu beigetragen haben, dass ich meine Zuneigung zur wissenschaftlichen Arbeit voll entfalten konnte.



# Inhaltsverzeichnis

<b>1. Einleitung und Motivation</b>	<b>1</b>
<b>2. Kenntnisstand</b>	<b>3</b>
2.1. Bruchmechanik . . . . .	3
2.1.1. Energetisches Bruchkonzept . . . . .	3
2.1.2. Liner-elastische Bruchmechanik nach dem K-Konzept . . . . .	5
2.2. Risswachstum und Versagen . . . . .	8
2.2.1. R-Kurvenverhalten und Risswachstum . . . . .	8
2.2.2. Unterkritisches Risswachstum . . . . .	11
2.2.3. Zyklische Belastung und Degradation . . . . .	13
2.2.4. Hochtemperaturbelastung . . . . .	15
2.3. Kontaktmechanik, Tribologie und Reibermüdung . . . . .	16
2.3.1. Kontaktmechanik . . . . .	16
2.3.2. Tribologie . . . . .	21
2.3.3. Reibermüdung . . . . .	25
<b>3. Probenmaterial und -geometrie</b>	<b>29</b>
3.1. Grundlagen keramischer Werkstoffe . . . . .	29
3.2. Aluminiumoxid, F99,7 . . . . .	29
3.3. Siliziumnitrid, SL200BG . . . . .	32
3.4. Rissausbreitungswiderstandskurven der untersuchten Materialien	35
3.5. Proben- und Reibkörper Geometrie . . . . .	36
<b>4. Versuchseinrichtung, -durchführung und -auswertung</b>	<b>39</b>
4.1. Prüfmaschinen . . . . .	39
4.2. Vier-Punkt Biegung & Reibermüdung . . . . .	39
4.3. Versuchsdurchführung . . . . .	41
4.4. Statistische Beschreibung und Bewertungsmethodik . . . . .	42
4.4.1. Statistische Auswertung nach Weibull . . . . .	42
4.4.2. Abschätzung der degradierten R-Kurve . . . . .	43
4.4.3. erweiterte Lebensdauer methode . . . . .	45
4.4.4. Poolingverfahren . . . . .	47

4.4.5.	Licht- und Elektronenmikroskop . . . . .	47
4.5.	Versuchsvarianten . . . . .	48
4.5.1.	Festigkeitsmessungen und zyklische Ermüdung . . . . .	48
4.5.2.	Variation des Reibweges . . . . .	49
4.5.3.	Variation der Flächenpressung . . . . .	49
4.5.4.	Variation der Reibgeschwindigkeit . . . . .	50
4.5.5.	Variation des Lastverhältnisses auf $R = 0,33$ . . . . .	50
4.5.6.	Hochtemperaturreibermüdung . . . . .	51
<b>5.</b>	<b>Versuchsergebnisse und Erläuterungen</b>	<b>53</b>
5.1.	Ergebnisse mit Probenmaterial aus $Al_2O_3$ F99.7 . . . . .	53
5.1.1.	Zyklische Ermüdung . . . . .	53
5.1.2.	Variation des Reibweges . . . . .	55
5.1.3.	Variation der Flächenpressung . . . . .	60
5.1.4.	Variation der Reibgeschwindigkeit . . . . .	64
5.1.5.	Hochtemperaturreibermüdung . . . . .	66
5.2.	Ergebnisse mit Probenmaterial aus $Si_3N_4$ SL200BG . . . . .	69
5.2.1.	Variation des Reibweges . . . . .	69
5.2.2.	Variation der Flächenpressung . . . . .	75
5.2.3.	Variation der Reibgeschwindigkeit, Variation des Lastverhältnisses . . . . .	81
5.2.4.	Hochtemperaturreibermüdung . . . . .	83
5.3.	Erweiterte Auswertung von Ergebnissen aus vorangegangenen Arbeiten . . . . .	85
5.3.1.	Reibermüdungsuntersuchungen an Aluminiumoxid von Schalk [69] . . . . .	85
5.3.2.	Hochtemperaturermüdung an Aluminiumoxid von Nejma [79] . . . . .	87
5.3.3.	Reibermüdungsuntersuchungen an Siliziumnitrid von Schalk [69] . . . . .	88
<b>6.</b>	<b>Diskussion der Ergebnisse</b>	<b>91</b>
6.1.	Bewertung der Ergebnisse mit Probenmaterial aus $Al_2O_3$ F99.7 . . . . .	91
6.1.1.	Lebensdauer bei Raumtemperatur . . . . .	91

6.1.2. Vergleich mit Hochtemperaturermüdung . . . . .	95
6.2. Bewertung der Ergebnisse mit Probenmaterial aus Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> SL200BG	96
6.2.1. Ermittlung der degradierten R-Kurven, Bestimmung der Anfangsrisslängen . . . . .	96
6.2.2. Risswachstum . . . . .	98
6.2.3. Lebensdauer unter Reibermüdungsbeanspruchung . . . .	103
<b>7. Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>113</b>
7.1. Zusammenfassung und Bedeutung für die Anwendung . . . . .	113
7.2. Ausblick . . . . .	116
<b>A. Anhang</b>	<b>117</b>
A.1. Parameter R-Kurven Siliziumnitrid . . . . .	117



# 1. Einleitung und Motivation

Im Rahmen der Leistungssteigerung von technischen Systemen steigt die Notwendigkeit des Einsatzes von Hochleistungswerkstoffen mit speziell angepassten Eigenschaften. Ingenieurkeramiken wie Aluminiumoxid und Siliziumnitrid gehören zu diesen sehr leistungsfähigen Werkstoffen. Mit ihrer erhöhten Leistungsfähigkeit in speziellen Bereich gehen bei keramischen Werkstoffen allerdings auch einige negative Eigenschaften einher, wie z.B. die Tatsache, dass Lastspitzen nicht durch plastische Verformung abgebaut werden können und somit auch sehr kurze schlagartige Beanspruchungen zum Ausfall führen können. Da die vorhandene Datenbasis bezüglich der Eigenschaften keramischer Werkstoffe bislang nicht ausreichend ist, werden diese Unwägbarkeiten primär durch erhöhte Sicherheiten ausgeglichen. Um die Effektivität und Einsatzmöglichkeiten weiter zu verbessern ist ein besseres Verständnis des Versagensverhaltens keramischer Werkstoffe notwendig.

Im Rahmen des Sonderforschungsbereichs 483 mit dem Thema „Hochbeanspruchte Gleit- und Friktionssysteme auf Basis ingenieurkeramischer Werkstoffe“ in dem diese Arbeit entstanden ist, beschäftigte sich eine Projektgruppe mit Walzensystemen zum Umformen hochfester Stahldrähte. Als Walzenwerkstoff können neben Hartmetallen auch keramische Werkstoffe, wie z.B. Siliziumnitrid eingesetzt werden. Während des Walzprozesses tritt im Walzenkaliber ein komplexes Belastungskollektiv auf. Durch die Rotation der Walze kommt es zu einer zyklischen Beanspruchung des ganzen Walzenkörpers, welche von einer Reibbeanspruchung durch unterschiedliche Geschwindigkeiten des Drahtes und der Walze beim Eintreten bzw. Austreten aus der Prozesszone und eine erhöhte Temperatur durch den heißen Draht überlagert ist. In mehreren Forschungsprojekten der Projektgruppe wurde das Ermüdungsverhalten des Walzenmaterials, sowie dessen Reibermüdungsverhalten erforscht.

Diese Arbeit setzt die Arbeiten zum Versagensverhaltens von keramischen Werkstoffen unter Reibermüdungsbeanspruchung fort. Dazu werden zwei unterschiedliche Keramiken zur Untersuchung herangezogen. Aluminiumoxid, da es aufgrund relativ großer Körner und globularer Kornstruktur zu vergleichsweise „moderatem“ Versagensverhalten führt, als Demonstratormaterial um Versuchs-

technik und -führung zu etablieren. Aluminiumoxid wird als Material untersucht, da es zu einer der am besten untersuchten Keramiken gehört und somit eine sehr breite Datenbasis für Vergleiche bereitstellt. Des Weiteren wird Siliziumnitrid welches als Walzenmaterial eingesetzt wird untersucht. Die beiden Materialien unterscheiden sich wegen ihrer grundlegend unterschiedlichen Kornmorphologie sowohl in ihrem Ermüdungsverhalten, als auch in ihrer Reaktion auf Reibermüdungsbeanspruchung.

Ziel der Arbeit war es, das Reibermüdungsverhalten der keramischen Werkstoffe besser zu verstehen und eine Bewertung der Lebensdauer unter bestimmten ertragbaren Belastungszuständen vorzunehmen.

## 2. Kenntnisstand

### 2.1. Bruchmechanik

Das Versagen eines keramischen Bauteils geht in den meisten Fällen mit Bruch einher. Unter Bruch versteht man die vollständige Trennung eines ganzen Körpers in mehrere (mindestens zwei) Teile. Das Bauteil kann nach dem Bruch seine Funktion nicht mehr erfüllen. Abhängig von Werkstoff, Behandlungsart, Einsatzort o.ä. kann eine Vielzahl von Brucherscheinungen auftreten. Den Ausgang eines Bruches stellt immer ein Riss dar <sup>[1]</sup>. Zur Beschreibung der Vorgänge wird die sog. Bruchmechanik herangezogen.

Die Bruchmechanik wird im Wesentlichen in die lineare und in die nichtlineare Bruchmechanik unterteilt. Erstere basiert auf der linearen Elastizitätstheorie und soll im Folgenden ausführlicher beschrieben werden, da sie insbesondere den für Keramiken charakteristischen Sprödbbruch gut erfasst. Die Bruchvorgänge in der nichtlinearen Bruchmechanik sind durch inelastisches, z.B. elastisch-plastisches Materialverhalten gekennzeichnet. Ist die Bedingung erfüllt, dass nichtlineare Effekte auf kleine Gebiete begrenzt sind, die im Vergleich zur Rissgröße oder den Körperabmessungen vernachlässigbar sind, ist die linear-elastische Bruchmechanik (LEBM) anwendbar <sup>[2]</sup>. Die größten Fortschritte in der Geschichte der Bruchmechanik wurden durch Griffith 1920 <sup>[3]</sup> mit der Entwicklung des energetischen Bruchkonzepts und durch Irwin 1951 <sup>[4]</sup> mit dem sogenannten K-Konzept, welches Spannungsintensitätsfaktoren einführte, erzielt.

#### 2.1.1. Energetisches Bruchkonzept

Eine Möglichkeit zur Beschreibung der Rissausbreitung erfolgt mit Hilfe der Energiebetrachtung. Hierbei wird die Energiebilanz eines rissbehafteten Körpers während der Rissausbreitung untersucht. Gemäß dem ersten Hauptsatz der Thermodynamik wirken auf einen elastischen Verformungskörper folgende Energieänderungen pro Zeit:

$$\dot{W}_a + \dot{Q} = \dot{W}_i + \dot{K} + \dot{D} \quad (2.1)$$

Hierbei stehen auf der linken Seite der Gleichung die Energiezufuhren zum Körper von außen in Form von mechanischer Belastung  $\dot{W}_a$  und Wärmefluss  $\dot{Q}$  und auf der rechten Seite die innere Energie  $\dot{W}_i$ , welche bei mechanischer Belastung der Formänderungsenergie entspricht, die kinetische Energie  $\dot{K}$  und die bei Rissausbreitung verbrauchte Energie  $\dot{D}$ . [2]

Die auf den Körper entlang des Randes wirkenden äußeren Kräfte, sind konservativ und besitzen somit ein Potential  $\Pi_a$ . Dies können z.B. Totlasten oder Federkräfte sein [1].

$$\dot{\Pi}_a = -\dot{W}_a \quad (2.2)$$

Aufgrund rein elastischer Formänderungen hat die innere Energie ebenfalls den Charakter eines inneren Potentials  $\Pi_i$  [2]:

$$\dot{\Pi}_i = \dot{W}_i \quad (2.3)$$

Für das Gesamtpotential gilt dann:

$$\Pi = \Pi_i + \Pi_a \quad (2.4)$$

Des Weiteren handelt es sich bei dem Körper um ein adiabat abgeschlossenes System ohne innere Wärmequellen und es wird ausschließlich der statische Fall betrachtet. Die Bilanz der Energieänderung pro Zeit liefert mit diesen getroffenen Vereinfachungen aus Gleichung 2.1:

$$\dot{W}_a = \dot{W}_i + \dot{D} \quad (2.5)$$

Die Leistungsbilanz ergibt sich daraus zu:

$$-\dot{\Pi}_a = \dot{\Pi}_i + \dot{D} \quad (2.6)$$

Die nach Griffth [3] bei Rissausbreitung in der Prozesszone dissipativ verbrauchte Energie, die sogenannte Bruchflächenenergie  $D$ , ist für die Bruchflächenvergrößerung aufzubringen und enthält die Bruchflächenenergiedichte  $\gamma$  und die Rissfläche  $A$ . Der Faktor 2 berücksichtigt das Auftreten zweier Rissflanken.

$$D = 2\gamma A \quad (2.7)$$

Betrachtet man die Ausbreitung eines Risses als quasistatischen Prozess, wobei sich innerhalb des Zeitraums  $\Delta t$  die Bruchfläche um  $\Delta A$  vergrößert, erhält man folgende Energiebilanz:

$$\Delta W_a = \Delta W_i + \Delta D \quad (2.8)$$

Bezogen auf die Änderung der Bruchfläche  $\Delta A$  lautet die Gleichung:

$$\frac{\Delta W_a}{\Delta A} = \frac{\Delta W_i}{\Delta A} + \frac{\Delta D}{\Delta A} \quad (2.9)$$

Einsetzen der Gleichungen 2.6 und 2.7 in Gleichung 2.9 ergibt:

$$-\frac{\Delta \Pi}{\Delta A} \stackrel{!}{=} \frac{\Delta D}{\Delta A} = 2\gamma \quad (2.10)$$

Der linke Term der Gleichung 2.10 beschreibt das verfügbare Angebot an potentieller Energie aus äußerer Belastung und gespeicherter innerer Energie, welches bei einem Rissfortschritt um  $\Delta A$  zur Verfügung gestellt wird <sup>[2]</sup>. Die Größe

$$G^* = -\frac{\Delta \Pi}{\Delta A} \Rightarrow G = -\lim_{\Delta A \rightarrow 0} \frac{\Delta \Pi}{\Delta A} = -\frac{d\Pi}{dA} \quad (2.11)$$

wird als Energiefreisetzungsrate bezeichnet. Somit lässt sich das energetische Bruchkriterium nach Griffith formulieren. Es besagt, dass ein Riss genau dann wächst, wenn die für den Rissfortschritt benötigte Bruchflächenenergie der Energiefreisetzung infolge der Rissbildung entspricht.

$$G = -\frac{d\Pi}{dA} = G_C = 2\gamma \quad (2.12)$$

### 2.1.2. Liner-elastische Bruchmechanik nach dem K-Konzept

Neben der energetischen Betrachtung hat sich auch die Betrachtung mit dem K-Konzept unter Anwendung der linear-elastischen Bruchmechanik durchgesetzt. Zur Beschreibung eines Risses werden in der linear-elastischen Bruchmechanik Idealisierungen getroffen. Ein Riss wird als Schnitt oder Schlitz in einem Körper betrachtet. Im zweidimensionalen Fall ergeben sich somit zwei Rissufer und im dreidimensionalen Fall zwei Rissoberflächen oder Rissflanken. Rissufer, bzw. Rissflanken laufen an der Rissspitze, bzw. der Rissfront zusammen. Die Rissspitze wird als ideal scharf angenommen und hat in der Realität einen Abstand

von einem Atomradius <sup>[5]</sup>.

Der rissbehaftete Körper verhält sich im gesamten Gebiet rein elastisch. Sollten inelastische Vorgänge auftreten, so müssen sich diese auf sehr kleine Bereiche im Körper beschränken, sodass der Körper aus makroskopischer Sicht immer noch elastisch betrachtet werden kann. Dieser Ansatz beschreibt somit einen reinen Spröbruch. Es kann an der Risspitze keine Energie durch plastische Verformung aufgenommen werden <sup>[1]</sup>.

Hinsichtlich der Verschiebungsmöglichkeiten an den Rissflächen können drei grundsätzlich mögliche Rissöffnungsarten, welche in drei unterschiedlich Brucharten münden, unterschieden werden. Diese sind in Abbildung 2.1 dargestellt. Beim Beanspruchungsmodus I wird der Riss senkrecht zur Risspitze bean-

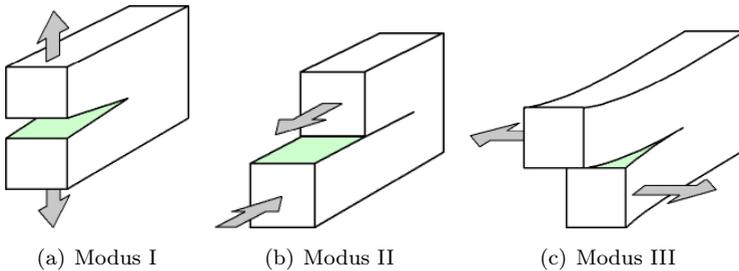


Abbildung 2.1: Rissbeanspruchungsarten <sup>[6]</sup>

sprucht. Modus II beschreibt eine normal zu Rissfront verlaufende Beanspruchung und Modus III eine tangential zur Rissfront verlaufende Beanspruchung. Bei der realen Beanspruchung treten die Beanspruchungsmodn meistens gemischt auf. Nach Munz <sup>[7]</sup> ist Modus I die versagensauslösende Beanspruchung bei spröden Werkstoffen. Deshalb wird im Weiteren nur diese Beanspruchungsart betrachtet.

Die Risspitze ist sich entsprechend Abbildung 2.2 vorzustellen. Nach Kuna <sup>[2]</sup> lassen sich die Spannungen in der Nähe der Risspitze für einen ebenen Spannungszustand entsprechend den Gleichungen 2.13 berechnen, mit  $r$  und  $\varphi$  als den Koordinaten im Koordinatensystem entsprechend Abbildung 2.2. Diese Gleichungen setzen jedoch voraus, dass der Abstand der Rissflanken sehr klein und somit auch der Radius an der Risspitze sehr klein ist. Wenn der Riss eine

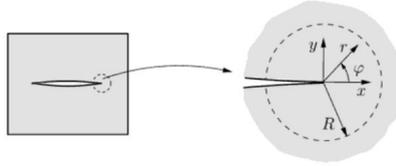


Abbildung 2.2: Risspitzenfeld [6]

größere Öffnung hat, so ist der Gleichung nach Gross [1] und Hauger [5] noch ein „Ellipsen-Term“ hinzuzufügen. Darauf wird, aufgrund des entsprechenden Verhältnisses von Riss zu Probenabmessung der in dieser Arbeit verwendeten Probengeometrien, nicht näher eingegangen.

$$\left. \begin{array}{l} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \tau_{xy} \end{array} \right\} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \begin{cases} \cos \frac{\varphi}{2} (1 - \sin \frac{\varphi}{2} \sin \frac{3\varphi}{2}) \\ \cos \frac{\varphi}{2} (1 + \sin \frac{\varphi}{2} \sin \frac{3\varphi}{2}) \\ \cos \frac{\varphi}{2} \sin \frac{\varphi}{2} \cos \frac{3\varphi}{2} \end{cases} \quad (2.13)$$

Für den ebenen Verzerrungszustand berechnet sich  $\sigma_{zz}$  entsprechend Gleichung 2.14 mit  $\nu$  als der Querkontraktionszahl:

$$\sigma_{zz} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} 2\nu \cos \frac{\varphi}{2} \quad (2.14)$$

Hierbei beschreibt  $K_I$  den Spannungsintensitätsfaktor [8] für die Belastungsart I.

$$K_I = \sigma \sqrt{\pi a} \quad (2.15)$$

Gleichung 2.15 kann nur angenommen werden, wenn es sich bei dem Bauteil um eine halbbunendlich ausgedehnte Platte der Dicke  $B$  handelt. Für Proben endlicher Abmessungen kann nach Cotterell [8] Gleichung 2.16 verwendet werden.

$$K_I = \sigma \sqrt{\pi a Y} \quad (2.16)$$

$\sigma$  beschreibt die Nennspannung im ungestörten Probenbereich,  $a$  die Risslänge und  $Y = f(\frac{a}{W})$  den Geometriefaktor. Die in Keramiken nach der Herstellung vorhandenen Fehler sind eigentlich zu klein um sie schon als Risse gemäß der linear-elastischen Bruchmechanik zu beschreiben. Nach Munz [7] kann dieses Konzept trotzdem angewendet werden, da die LEBM von größeren Fehlern ausgeht und somit dieser Ansatz zu einer sehr konservativen Abschätzung führt. Die Geometriefaktoren  $Y$  sind für gängige Probenabmessungen und Rissgeometrien bekannt. Bei nicht aufgeführten Geometrien können diese analytisch oder numerisch berechnet werden.

In den meisten Fällen sind das K-Konzept und der energetische Ansatz von Griffith äquivalent, sodass gilt:

$$G = \frac{K_I^2}{E^*} + \frac{K_{II}^2}{E^*} + \frac{K_{III}^2}{2G_S} \quad (2.17)$$

Wobei  $G_S$  den Schubmodul bezeichnet und für  $E^*$  gilt:

$$E^* = \begin{cases} E & \text{für ESZ} \\ \frac{E}{1-\nu^2} & \text{für EVZ} \end{cases} \quad (2.18)$$

Somit ist mit den Gleichungen 2.17 und 2.18 die Verbindung zwischen der energetischen Betrachtung und dem K-Konzept hergestellt.

## 2.2. Risswachstum und Versagen

### 2.2.1. R-Kurvenverhalten und Risswachstum

Keramische Werkstoffe zeigen bei der Rissausbreitung keinen konstanten Verlauf des Spannungsintensitätsfaktors  $K$  über der Risslängenänderung (vergleiche für den Lastfall I Gleichung 2.16) und zeigen somit auch keinen konstanten kritischen Spannungsintensitätsfaktor  $K_C$  [9]. Mit der Änderung der Risslänge um  $\Delta a$  ändert sich der kritische Spannungsintensitätsfaktor  $K_R$ , für Beanspruchungen im Modus I, ausgehend von einem intrinsischen Spannungsintensitätsfaktors

$K_{I0}$ , nach Fünfschilling <sup>[10]</sup> nach einem Potenzgesetz vom Typ:

$$K_{IR} = C_0 + C_1 \left(1 - e^{-\frac{\Delta a}{\lambda_1}}\right) + C_2 \left(1 - e^{-\frac{\Delta a}{\lambda_2}}\right) + C_3 \left(1 - e^{-\frac{\Delta a}{\lambda_3}}\right) \quad (2.19)$$

Hierbei beschreibt  $C_0$  den y-Achsenabschnitt, welcher gleichzeitig der intrinsischen Risszähigkeit  $K_{I0}$  entspricht,  $\lambda_x$  die Steilheiten der von den Summanden beschriebenen Abschnitte und  $C_x$  deren Amplituden. Im einfachsten Fall für  $C_3 = 0$  und  $1 > C_2 > 0$  beschreibt der Verlauf einen Übergang, der in einen Plateauwert mündet.

Abbildung 2.3 zeigt ein solches Schema für den Verlauf einer sich ändernden

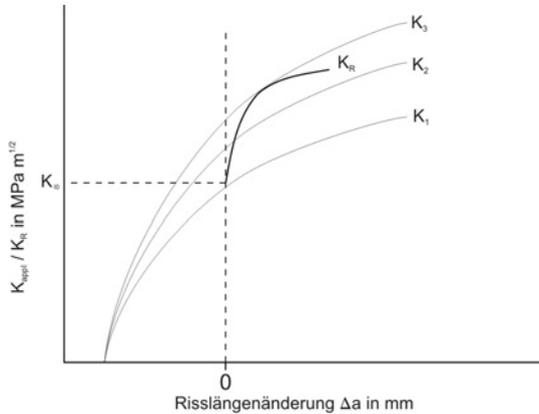


Abbildung 2.3: Schema einer R-Kurve mit verschiedenen  $K_{appl}$  Kurven

Rissausbreitungswiderstandskurve ( $K_R$ ), welche für  $C_3 = 0$  und  $1 > C_2 > 0$ , zusammen mit verschiedenen Verläufen von anliegenden Spannungsintensitätsfaktoren  $K_1$  bis  $K_3$ . Die als  $K_{appl}$  bezeichneten verschiedenen anliegenden beginnen bei der gleichen Anfangsrisslänge. Ausgehend von der intrinsischen Risszähigkeit  $K_{I0}$  steigt die Kurve mit zunehmender Risslänge an um z.B. in einem Plateau zu münden. Entsprechend der Abbildung 2.3 wäre das erreichbare Plateau zugleich der maximal mögliche messbare Wert für  $K_C$ . Die Ausprägungen des R-Kurvenverlaufs können unterschiedlich sein. Der Übergangsbereich kann von sehr steil bis sehr flach ausgeprägt sein und die R-Kurve muss nicht zwingend in einem Plateauwert münden.

Das messbare äußere R-Kurvenverhalten geht auf energiedissipierende Prozesse im Verlauf des Risses zurück. Diese können unterteilt werden in Mechanismen vor der Risssspitze (intrinsische Mechanismen) und hinter der Risssspitze (extrinsische Mechanismen). Ein Beispiel für intrinsische Mechanismen ist die teragonal-monokline Umwandlung in Zirkonoxid <sup>[11]</sup>. Durch diese beanspruchungsinduzierte Umwandlung entstehen vor der Risssspitze Druckspannung, welche eine weitere Ausbreitung des Risses behindern. Dadurch wird der anliegende Spannungsintensitätsfaktor, welcher für weitere Rissverlängerung nötig ist erhöht.

Extrinsische Verstärkungsmechanismen, welche im Nachlauf der Risssspitze wirksam sind, können elastische Überbrückungen oder Reibkontakte, bzw. eine Kombination aus beidem sein <sup>[12]</sup>. Abbildung 2.4 zeigt drei Beispiele für Verstärkungsmechanismen. Abbildungsteil a) zeigt eine rein elastische Brücke. Der Riss trennt das Material nicht über die gesamte Fläche, sondern es bleiben Segmente zusammenhängend. In diesen Segmenten kann Energie elastisch gespeichert werden. Die gespeicherte Energie entlastet die Risssspitze. Abbildungsteil b) zeigt eine Reibbrücke. Bei dieser Art der Überbrückung ist der Riss interkristallin gewachsen. Dabei löst sich ein, in diesem Fall globulares, Korn aus der gegenüberliegenden Rissflanke heraus. Bei einer Bewegung des Korns kommt es an den Berührungspunkten zu Reibung, wodurch Energie in Wärme umgesetzt wird und die Risssspitze abgeschirmt wird. Abbildungsteil c) zeigt eine sogenannte Pulloutbrücke. Bei dieser Art der Abschirmung wächst der Riss zunächst um ein Korn herum. Das verbleibende Korn ist sowohl in der oberen, als auch in der unteren Rissfläche gebunden und kann somit elastische Energie speichern. Je nach Orientierung des Korns kann dieses im weiteren Verlauf der Belastung zerstört, oder aus einer Rissflanke herausgelöst werden <sup>[13]</sup>. Wird das Korn herausgelöst, büßt es seine abschirmende Wirkung nicht vollständig ein, da es unter Umständen noch als Reibbrücke, wie in Abbildungsteil b) beschrieben, wirken kann <sup>[14, 15]</sup>.

Abbildung 2.3 zeigt neben einem Schema einer R-Kurve auch verschiedenen  $K_{appl}$ -Kurven, für verschiedene Belastungshöhen wie sie bei Normalbelastung anliegen, bei gleicher Anfangsrisslänge, bei welchen unterschiedliche Rissausbreitung erfolgt. Jeder Belastungshöhe kann unter Kenntnis der Anfangsrisslänge eine, gemäß Gleichung 2.15 berechnete, K-Kurve zugewiesen werden <sup>[7]</sup>. Kurve 1

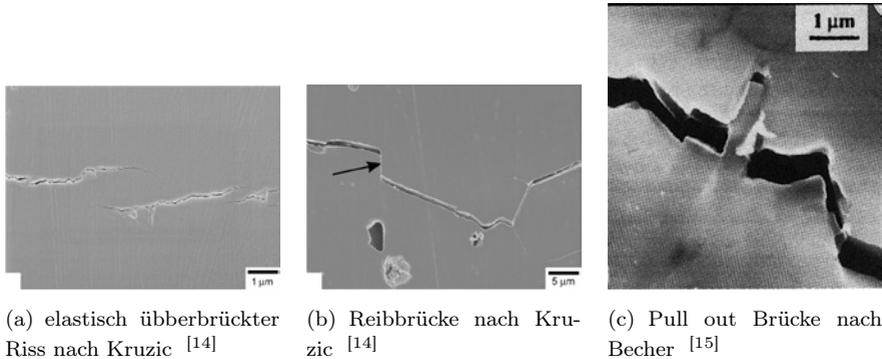


Abbildung 2.4: Rissüberbrückungsmechanismen

zeigt eine ausreichend niedrige Belastung, bei welcher es nicht zu Risswachstum kommt. Die Kurve läuft, beginnend von der Rissspitze des Anfangsrisses, unterhalb von  $K_{I0}$  und konstant unterhalb der R-Kurve. Kurve 2 zeigt die K-Kurve einer höheren Belastung, welche zu stabilem Risswachstum führt. Die Kurve verläuft zunächst oberhalb von  $K_{I0}$  und schneidet die R-Kurve, um unterhalb weiter zu verlaufen. Der Anfangsriss verlängert sich um den Anteil, zwischen Rissspitze und dem Punkt an welchem die K-Kurve die R-Kurve schneidet. Kurve 3 beschreibt die Belastungshöhe, ab welcher es zu instabiler Rissausbreitung kommt. Die K-Kurve verläuft oberhalb von  $K_{I0}$  und schneidet die R-Kurve nicht mehr. Die R-Kurve wird tangiert, wodurch das Kriterium zur instabilen Rissausbreitung erfüllt ist.

### 2.2.2. Unterkritisches Risswachstum

Gläser und Keramiken sind als chemisch inerte Medien bekannt und werden in Laboren und der chemischen Industrie oft eingesetzt, wenn inerte Umgebungsbedingung, oder inerte Behältnisse gefordert sind. Im Gegenzug dazu ist mittlerweile sehr gut bekannt, dass Keramiken und Gläser eine Art Spannungsrisskorrosionseffekt bei Belastung unter feuchten Umgebungen zeigen. In der Literatur ist dieser Effekt als statische Ermüdung oder „verzögertes“ Versagen

bekannt.

Wiederhorn berichtet in [16] und [17] darüber, dass dieser Effekt 1899 von Grenet [18] das erste mal an Glasplatten beobachtet wurde. Der auftretende Effekt des unterkritischen Risswachstums ist mittlerweile gut bekannt und auch Gegenstand einer Vielzahl von Untersuchungen [16, 17].

Beim unterkritischen Risswachstum wird ein Anfangsriss unter konstanter Belastung in Abhängigkeit vom Umgebungsmedium wachsen. Der Riss wird solange stabil wachsen, bis er die für die anliegende Spannung kritische Länge  $a_c$  erreicht, welche sich in Abhängigkeit des kritischen Spannungsintensitätsfaktors

$$K_{IC} = \sigma \sqrt{a_c \pi} \quad (2.20)$$

berechnet. Die Risswachstumsgeschwindigkeit in Gleichung 2.21 ist somit in einem Bereich der Gültigkeit der linear-elastischen Bruchmechanik vom Spannungsintensitätsfaktor bestimmt.

$$v = \frac{da}{dt} = AK_I^n \quad (2.21)$$

Der Verlauf der Rissausbreitung ist in Abbildung 2.5 gezeigt und unterteilt sich in verschiedene Bereiche. Im Bereich 0 ist der anliegende Spannungsintensitätsfaktor  $\leq K_{th}$ . Damit kommt es zu keinem Wachstum des Risses. Mit steigender Belastung wird entsprechend Gleichung 2.20 auch der Spannungsintensitätsfaktor steigen, wodurch Bereich I erreicht wird, in dem die Ausbreitung des Risses entsprechend Gleichung 2.21 verläuft. Bei kristallinen keramischen Werkstoffen wächst der Riss unter der statischen Belastung solange an, bis der für die anliegende Spannung kritische Spannungsintensitätsfaktor  $K_{IC}$  erreicht ist und es zum spontanen Versagen kommt. Dieser Verlauf entspricht im Anfang der gestrichelten Linie. Bei Gläsern (volle Linie) kann es zu einem ausgeprägten Plateau (Bereich II) kommen in dem ein Gleichgewicht aus der Diffusionsgeschwindigkeit des Wassers und der Rissausbreitung besteht und sich die Rissausbreitungsgeschwindigkeit nicht ändert. Nach der Überwindung des Plateaus kommt es zu einem kurzen weiteren stabilen Anstieg, bis der kritische Spannungsintensitätsfaktor  $K_{IC}$  erreicht ist [19, 20].

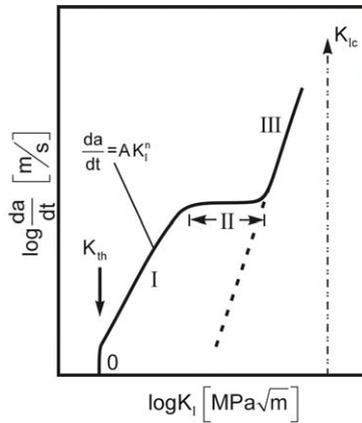


Abbildung 2.5: Schema zum unterkritischen Risswachstum bei Keramiken und Gläsern [7]

### 2.2.3. Zyklische Belastung und Degradation

Während bei statischer Ermüdung eine Probe konstant belastet wird und der Riss konstant geöffnet ist, kommt es dadurch zu einem Fortschreiten des Risses entsprechend Kapitel 2.2.2. Bei zyklischer Belastung kann neben der ebenfalls vorhandenen Möglichkeit des unterkritischen Risswachstum, noch ein zusätzlicher Ermüdungseffekt auftreten. Durch Öffnen und Schließen eines Risses könne sich die Rissflanken unterschiedlich stark berühren und die für das R-Kurvenverhalten verantwortlichen Verstärkungselemente werden zyklisch beansprucht. Durch diese zyklische Belastung können die Verstärkungselemente in ihrer Wirksamkeit, bis hin zur vollständigen Wirkungslosigkeit, beeinträchtigt werden. Aufgrund dieser Beeinträchtigung kann es wiederholt zum stabilen Risswachstum und zu einer Änderung des Verlaufes der R-Kurve kommen [21, 22]. Der gesamte Ermüdungseffekt kann für Lastverhältnisse nahe  $R = 1$  stark von unterkritischem Risswachstum geprägt sein und nimmt für  $0 < R < 1$  mit kleiner werdendem  $R$  Verhältnis weiter zu. Wechselnde Belastungen (z.B.  $R = -1$ ) können eine noch einmal stärkere Degradation der Verstärkungselemente bewirken [23].

Die Schwelle des Übergangs zwischen rein statischer Ermüdung und zyklischer Ermüdung kann über den Rissausbreitungsexponenten bestimmt werden. Dazu wird die Belastungshöhe  $\sigma$  über der Belastungsdauer  $N_0$  doppelt logarithmisch aufgetragen. Typischerweise kann das Lebensdauerverhalten mit einem Potenzansatz wie in Gleichung 2.22

$$\sigma = CN_0^m \quad (2.22)$$

beschrieben werden. Der Exponent  $m$  ergibt sich aus der der Steigung der Lebensdauerlinie. Nach Munz und Fett [7] kann daraus der Rissausbreitungsexponent  $n_L$  wie folgt berechnet werden:

$$m = -1/n_L \quad (2.23)$$

Der Rissausbreitungsexponent  $n$  ist bei einem Auftreten von zyklischen Ermüdungseffekten kleiner, als bei rein statischer Ermüdung. Die Übergänge von statischer zu zyklischer Ermüdung wurden für Aluminiumoxid von Fett [24] zu  $n < 43$  und für Siliziumnitrid von Lube [25] zu  $n < 52$  bestimmt.

Abbildung 2.6 zeigt die Änderung des Verlaufes einer R-Kurve aufgrund von

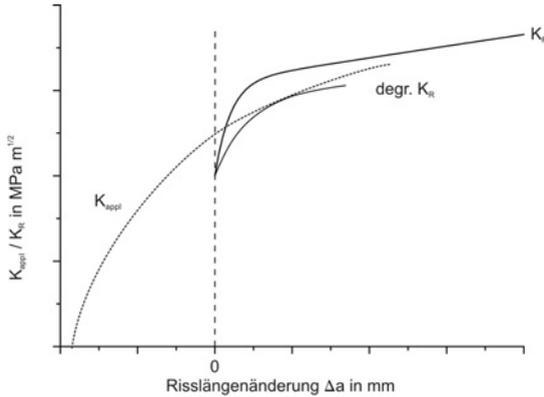


Abbildung 2.6: Schema einer degradierten R-Kurve mit  $K_{appl}$  Kurve

zyklischer Degradation und des sich dadurch verlängernden Riss. Dazu sind zwei R-Kurven zusammen mit einer  $K_{appl}$ -Kurve, welche aus einer konstanten

maximalen Belastung resultiert, aufgetragen. Die  $K_{appl}$ -Kurve verläuft unterhalb der monotonen R-Kurve und es kommt nur zur stabilen Rissausbreitung. Im Verlauf der zyklischen Beanspruchung werden die Verstärkungselemente abgebaut und der Verlauf der R-Kurve ändert sich bis zum Verlauf der zweiten eingezeichneten R-Kurve. An diesem Punkt hat sich der Riss bereits verlängert und die Tangentenbedingung ist erfüllt, was zum sofortigen Versagen führt.

### 2.2.4. Hochtemperaturbelastung

Bei der Belastung keramischer Werkstoffe mit hohen Temperaturen sind zwei wesentliche Temperaturbereiche zu unterscheiden. Zum einen der Temperaturbereich bei dem es zum Kriechen des Materials kommt und zum anderen der Temperaturbereich, bei welchem es noch nicht zu Krieeffekten kommt [26]. Da die in dieser Arbeit untersuchten Temperaturbereiche alle unterhalb der für Kriechbeanspruchung interessanten Temperatur  $T > 1200$  °C liegen, wird auf den Prozess des Kriechens nicht weiter eingegangen.

Bei erhöhten Temperaturen kann es mit Zunahme der Temperatur zu einer Verringerung der Festigkeit kommen. Da bei Keramiken das Versagen jedoch immer von den Fehlstellen ausgeht, welche durch das Abkühlen und die anschließende Schleifbehandlung in der Oberfläche vorhanden sind, kann es zur Ausheilung dieser Defekte bei erhöhter Temperatur kommen. Die Möglichkeit Defekte auszuheilen geht soweit, dass künstliche eingebrachte, sehr große Defekte, wie z.B. Vickersrisse, soweit ausheilen können, dass es im Festigkeitstest nicht zum Bruch ausgehend von diesem künstlich eingebrachten Fehler kommt. Ein Maximum an Festigkeit kann bei  $\text{Si}_3\text{N}_4$  Keramiken nach Glühbehandlungen bei ca.  $T = 1200$  °C festgestellt werden [27,28].

In dieser Arbeit wurde ein Teil der Versuche im unteren Temperaturbereich durchgeführt, im dem zusätzlich noch ein weiterer Effekt auftritt, welcher die Wirksamkeit der Verstärkungselemente herabgesetzt oder unwirksam macht und somit den Verlauf der R-Kurve ändert [29]. Typischerweise wird der Übergangsbereich flacher und die R-Kurve mündet nicht direkt in einen Plateauwert. Dieser Umstand hat auch einen wesentlichen Einfluss auf das Verhalten des Materials unter schwingender Beanspruchung. Sakaguchi [30] äußert bereits den

Verdacht, dass durch die erhöhte Temperatur ein eventuell vorhandener Ermüdungseffekt verloren geht. Schwind <sup>[31]</sup> konnte an Vier-Punkt Biegeproben ausführlich zeigen, dass es für Siliziumnitrid bei einer Temperatur von  $T = 800 \text{ }^\circ\text{C}$  keinen zyklischen Ermüdungseffekt mehr gibt. Die Verstärkungselemente verlieren durch das Erweichen der Glasphase ihre Wirksamkeit soweit, dass es bei gleicher Belastungshöhe bei zyklischer Beanspruchung entweder sofort zum Bruch kommt, oder die eingestellte Grenzlastspielzahl von  $N = 10^7$  Zyklen erreicht wird.

### 2.3. Kontaktmechanik, Tribologie und Reibermüdung

In der Kontaktmechanik werden die reinen elastischen Verformungen durch einen Kontakt zweier Körper beschrieben, während die Tribologie die Mechanismen betrachtet, welche wirksam werden, wenn sich zwei berührende Körper zueinander verschieben und sich in Folge dessen die Oberfläche von mindestens einem der Körper verändert. Die Kombination aus diesen beiden Mechanismen ergeben die Kontaktmechanismen. Das Zusammenwirken der Kontaktmechanismen und einer zyklischen Grundbeanspruchung ergibt eine Reibermüdungsbeanspruchung. Die Reibermüdung beschreibt somit das Zusammenwirken der tribologischen und Verformungsmechanismen mit einer zyklischen Werkstoffbeanspruchung und die daraus hervorgehende Veränderung des Lebensdauerverhaltens.

#### 2.3.1. Kontaktmechanik

Die Grundlagen zur modernen Kontaktmechanik legte Heinrich Hertz im Jahr 1881 <sup>[32]</sup>, als er das Problem des Kontaktes zweier sich berührender elastischer Körper mit gekrümmten Oberflächen löste. Daraus entwickelten sich verschiedenen Lösungsansätze für Berührungen mit unterschiedlichen Geometrien (Kugel/Ebene, Zylinder/Eben, Zylinder/Fläche). Eine erste Voraussetzung für die Berechnung der Hertz'schen Flächenpressung beim Kugel/Ebene Kontakt ist, dass die Kontaktflächen gegenüber den Abmessungen der Körper eben, folglich ohne Rauheiten und klein sein müssen. Des Weiteren müssen die Körper aus

linear-elastischen, homogenen und isotropen Werkstoffen bestehen. Schließlich dürfen keine Schubspannungen in der Kontaktfläche, also auch keine Reibung, auftreten. Das Kontaktproblem zwischen Kugel und ebenem Halbraum wird in Abbildung 2.7 a) dargestellt. Abbildung 2.7 b) zeigt das entstehende Spannungsfeld in der Ebene, welches bei Einwirken einer Kraft  $F$  entsteht. Es handelt sich

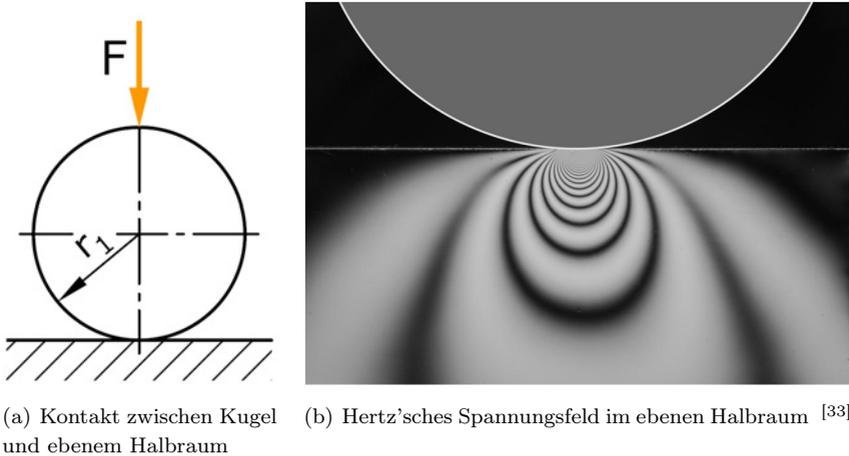


Abbildung 2.7: Hertz'scher Kugel-Ebene Kontakt

hierbei um ein Normalkontaktproblem, also um zwei Körper, die durch Anpresskräfte senkrecht zu ihrer Oberfläche miteinander in Berührung kommen. Unter diesen Voraussetzungen entsteht eine kreisförmige Kontaktfläche mit dem Radius  $a$ . Für den Fall, dass beide Körper aus dem identischen Werkstoff bestehen, also gleiche Elastizitätsmodul und gleiche Querkontraktionszahlen besitzen, folgt nach <sup>[33]</sup> für den Radius der Kontaktfläche:

$$a = \sqrt[3]{\frac{3F(1 - \nu^2) \cdot d}{4E}} \quad (2.24)$$

Wobei  $F$  für die Anpresskraft und  $d$  für den Durchmesser der Kugel stehen. Die maximal wirksame Flächenpressung im Kontakt berechnet sich dann gemäß:

$$p_{max} = \sqrt[3]{\frac{6F \cdot E^2}{\pi^3(1 - \nu^2)^2 \cdot d^2}} \quad (2.25)$$

Aus Gleichung 2.24 ist zu erkennen, dass die Größe der Kontaktfläche von der Größe der Normalkraft abhängt. Außerdem entspricht bei realen Oberflächen die geometrische Kontaktfläche nicht der realen. Letztere ist auf Grund der Rauigkeiten deutlich kleiner [33].

Bei einem Kontakt Stift auf Ebene stellt sich ebenfalls ein Spannungsfeld unter

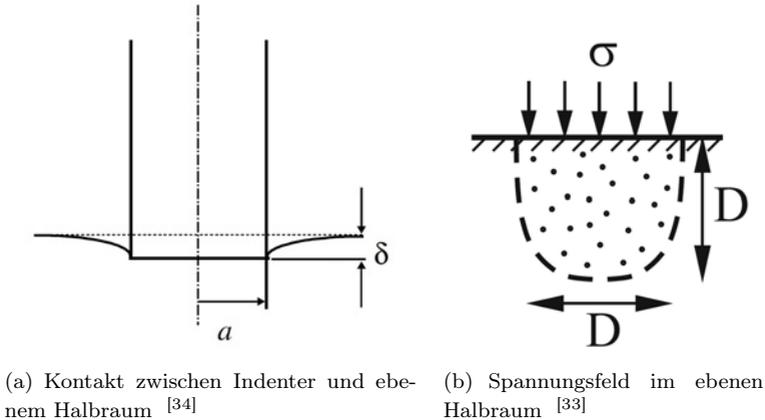


Abbildung 2.8: Indenter-Ebene Kontakt

dem eindringenden Indenter ein, welches dem Hertz'schen Spannungsfeld ähnlich ist. Abbildung 2.8 a) zeigt den eindringenden Indenter, sowie das entstehende Spannungsfeld im Abbildungsteil b). Die flache Stanzgeometrie unterscheidet sich im wesentlichen vom Kugel Ebenen Kontakt dadurch, dass die theoretische Kontaktfläche von der Anpresskraft unabhängig ist und konstant bleibt. Allerdings führt die scharfe Kante eines zylindrischen Stempels zu einer Singularität im Spannungsfeld am Rande der Kontaktfläche, welche eine plastische Verformung der Probe oder des Eindringkörpers bewirkt. Solange es sich aber um eine niedrige Eindringlast handelt, hat diese keinen signifikanten Einfluss auf die elastische Spannungsverteilung im Probenmaterial [34].

Um die Kontaktkraft zwischen Probe und Indenter anzugeben, wird eine qualitative Abschätzung getroffen. Es wird angenommen, dass nur das in Abbildung 2.8 b) dargestellte Volumen deformiert wird und dass die Deformation dort konstant ist. Im hier betrachteten Fall handelt es sich um ein Volumen

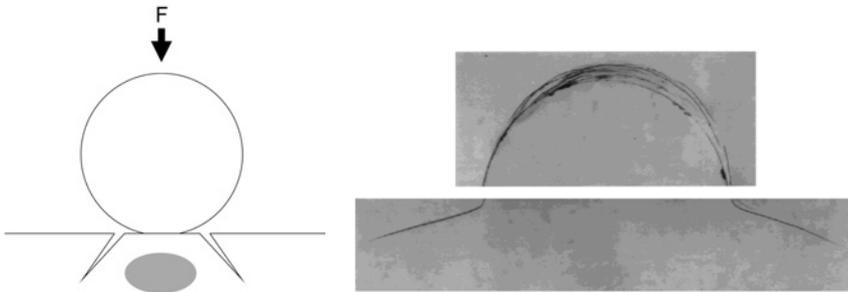
mit den Abmessungen  $2a$  in allen drei Raumrichtungen. Mit der Eindringtiefe  $\delta$  ergibt sich die Deformation  $\varepsilon = \frac{\delta}{2a}$  bzw. die Spannung  $\sigma = \frac{E\delta}{2a}$ . Somit erhalten wir für die Kontaktkraft  $F$  eine Gleichung mit dem Elastizitätsmodul  $E$ , der Poissonzahl  $\nu$  und dem Radius des Indenters  $a$ . Der Koeffizient zwischen der Kontaktkraft  $F$  und der Eindringtiefe  $\delta$  wird als Steifigkeit des Kontaktes  $c$  bezeichnet [33].

$$F = 2 \frac{E}{1 - \nu^2} a \delta = c \delta \quad (2.26)$$

Das Spannungsfeld des Kontaktes zwischen einem starren zylindrischen Indenter und einem elastischen Körper wurden von Sneddon und Harding analytisch bestimmt [35,36]. Die Verteilung des normalisierten Anpressdrucks ergibt sich mit dem mittleren Anpressdruck  $p_m$  als:

$$\frac{\sigma_z}{p_m} = -\frac{1}{2} \left( 1 - \frac{r^2}{a^2} \right)^{-1/2} \quad (2.27)$$

Keramische Werkstoffe, wie z.B. Siliziumnitrid, können unter Kontaktbelastung



(a) Entstehung konischer Risse durch Eindringkörper

(b) Draufsicht und Schnitt eines konische Risses in  $\text{Si}_3\text{N}_4$  [37]

Abbildung 2.9: konische Risse

aufgrund verschiedener Mechanismen versagen. Durch das Einpressen eines Eindringkörpers kommt es, hervorgerufen durch die Verformung unterhalb des Eindringkörpers, zu Zugspannungen außerhalb der Kontaktfläche. Abbildung 2.9 a)

zeigt die Möglichkeit, dass in diesen Bereichen sogenannte konische Risse entstehen können. Diese Risse können z.B. unter reversierender Kontaktbelastung wachsen und eine kritische Risslänge  $a_c$  erreichen, was zum Bruch führen kann. Abbildungsteil b) zeigt den konischen Riss einmal in einer Draufsicht und einmal in einem Schnitt in  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , erzeugt durch eine WC Kugel [37,38].

Eine weitere Möglichkeit der Schädigung keramischen Materials wird von Lengauer und Danzer [39,40] an Siliziumnitrid Drahtwalzen im Walzenkaliber beschrieben. Bei reversierender Beanspruchung durch eine Art von Reibkörper, welche ein Spannungsfeld im Grundmaterial induziert, können auch bereits bei sehr geringen Anpresskräften vorhandene Risse wachsen. Durch die lokal sehr hohen Hauptnormal- und Schubspannungen im Nachlauf eines sich bewegenden Eindringkörpers, kann der kritische Spannungsintensitätsfaktor  $K_{IC}$  lokal durch ein größeres anliegendes  $K_{appl}$  überschritten werden. Dadurch, dass das Spannungsfeld nur in sehr geringen Tiefen wirksam ist, wird der sich ausbreitende Riss wieder abgefangen, sobald der kritische Spannungsintensitätsfaktor wieder unterschritten und die zur Verfügung stehende Energie aufgezehrt ist. Abbildung 2.10 zeigt das „Springen“ („pop-in“) eines Risses durch eine kurze

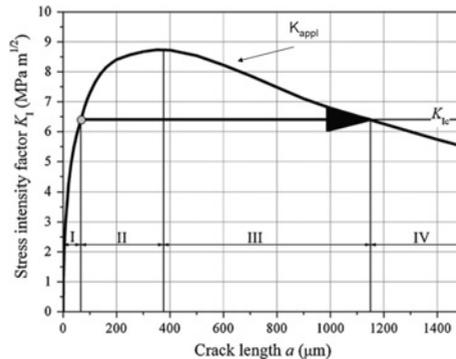


Abbildung 2.10: Springen eines Risses [39,40]

Überschreitung des kritischen Wertes für die Spannungsintensität. Somit ist es möglich Schädigung im Material durch reversierende Beanspruchung zu erhalten, bevor es zu einer ausgeprägt sichtbaren tribologischen Veränderung der

Oberfläche kommt. Eine analytische Abschätzung von Huber et. al. <sup>[41]</sup> zeigt, dass auch bereits bei sehr geringen Anpresskräften und großen Kugelradien bei der Bewegung der Kugel sehr starke Zugspannungsfelder induziert werden.

### 2.3.2. Tribologie

Die zurückgezogene Norm DIN 50323 <sup>[42]</sup> (zurückgezogen, da nicht mehr turnusmäßig aktualisiert, zusammengefasst im Arbeitsblatt 7 der Gesellschaft für Tribologie <sup>[43]</sup>) definiert die Tribologie wie folgt: „Tribologie ist die Wissenschaft und Technik von aufeinander einwirkenden Oberflächen in Relativbewegung. Sie umfasst das Gesamtgebiet von Reibung und Verschleiß einschließlich Schmierung und schließt auch entsprechende Grenzflächenwechselwirkungen sowohl zwischen Festkörpern als auch zwischen Festkörpern und Flüssigkeiten oder Gasen ein.“

In Forschung und Lehre beschreibt sie die Wechselwirkung der Elemente eines tribologischen Systems. Ein solches tribologisches System ist z.B. nach Czichos <sup>[44]</sup> und zum Gahr <sup>[45]</sup> aus vier Elementen definiert. Dem Grundkörper, dem Gegenkörper, einem Zwischenstoff und dem Umgebungsmedium. Abbildung 2.11 zeigt ein solches tribologisches System.

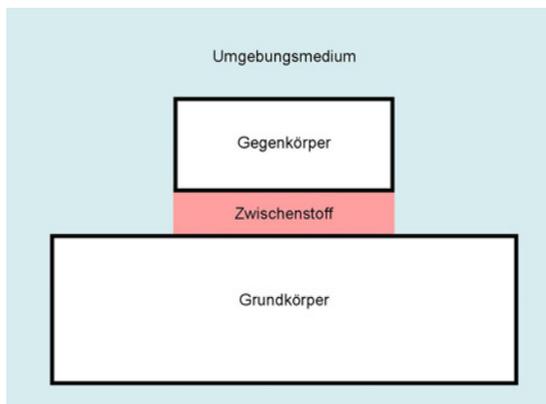


Abbildung 2.11: Ein tribologisches System

**Reibung:** Von Czichos <sup>[46]</sup> wird Reibung nach der zurückgezogenen Norm DIN 50281 <sup>[47]</sup> (ebenfalls wegen fehlender Aktualisierung zurückgezogen und in <sup>[43]</sup> zusammengefasst) wie folgt definiert: „Reibung ist ein mechanischer Widerstand, der eine Relativbewegung einander berührender Körper hemmt oder verhindert.“ Grundsätzlich können verschiedene Reibungsformen unterschieden werden <sup>[44]</sup>.

Bei der Festkörperreibung stehen zwei Körper in unmittelbarem Kontakt. Bei der Grenzreibung bildet sich zwischen den beiden Körpern ein molekularer Film aus Schmierstoff. Des Weiteren gibt es noch die Flüssigkeits- und Gasreibung, sowie die Mischreibung. Bei allen Formen der Reibung kann es zu unterschiedlichen Reibungsarten kommen. Im Falle des Kugel - bzw. Indenter - Ebene Kontaktes treten sowohl Haftreibung als auch Gleitreibung auf. Unter der Haftreibung versteht man die Haftkraft, die zwei ruhende Körper daran hindert sich zu bewegen. Unter der Haftkraft kann einmal, die einer von außen aufgebrachten Kraft entgegenwirkende Kraft bezeichnet werden, als auch die maximal nötige Kraft um die Körper gegeneinander zu bewegen. Unter Gleiten versteht man eine translatorische Relativbewegung zweier Körper, deren Geschwindigkeitsvektoren in Betrag und Richtung verschieden sind. Die Gleitreibung ist die Reibung, mit der größten tribologischen Beanspruchung im Kontaktbereich, sowohl was thermische Vorgänge anbelangt, als auch bei möglichem Verschleiß. Roll- und Bohrreibung treten bei den hier betrachteten Kontakten und Beanspruchungen nicht auf.

Während der Reibung kommt es zu verschiedenen Reibungsmechanismen. Diese Reibungsmechanismen sind sowohl bewegungshemmende, als auch energieverbrauchende Prozesse, deren direkte Folge eine Veränderung der Oberfläche sind. Es werden vereinfacht die folgenden Mechanismen unterschieden <sup>[45,48]</sup>:

- Adhäsion

Die zugrundeliegende physikalische Ursache ist die Bildung und Zerstörung von Adhäsionsbindungen in den wahren Kontaktflächen. Der Anteil der Adhäsion an der Reibkraft ist umso größer, je höher die wahre Kontaktfläche wird.

- Deformation

Beim Kontakt in Folge der Tangentialbewegung können sich die berüh-

renden Körper verformen. Abhängig von Höhe und Steigung der Rauheitshügel können nach Czichos <sup>[44]</sup> in verschiedenen knapp dargestellten Modellen die Reibungszahlen berechnet werden.

- Furchung

Haben die beiden Kontaktkörper unterschiedliche Härten, so können die Rauheitshügel des härteren in den weicheren Körper eindringen. Die sich ergebende Reibungskomponente ist das Resultat des Widerstandes des weicheren Körpers gegen das Eindringen des härteren.

- Energiedissipation

Unter Energiedissipation versteht man den Satz „Die Reibungsenergie geht als Wärme verloren“ <sup>[43]</sup>. Die ablaufenden Prozesse sind sehr komplex, wie z.B. die entstehende Wärme durch die durch Reibung entstehenden Schwingungen im Material.

**Verschleiß:** Die ersten wissenschaftlichen Untersuchungen zum Verschleiß und zu Verschleißerscheinungen an Keramiken bzw. Kombinationspaarungen wurden laut Kato <sup>[49]</sup> von Hamburg et. al. <sup>[50]</sup> und Miner et. al. <sup>[51]</sup> an Wälzlagern mit keramischen Wälzkörpern in Flugzeuggasturbinen zu Beginn der 1980er Jahre durchgeführt und basieren auf Untersuchungen von Hamburg und Prusaitis <sup>[52]</sup>. Kato beschreibt in seinem Werk <sup>[49]</sup>, welches im Wesentlichen frühere Veröffentlichungen aus den 1980er Jahren zusammenfasst, dass sich bei Keramiken in Selbstpaarungen zumeist Reibwerte von  $\mu = 0,44 \dots 0,90$  ausbilden, bezieht sich aber primär auf in Tribometern durchgeführte Versuche. Während des Reibens bilden sich typische Oberflächenfehler aus. Dabei können, durch die vorhandenen Schleifrisse radial Risse sowie sogenannte Flocken (flake cracks) entstehen. Die Flocken haben zunächst noch eine Verbindung zum darunterliegenden Material, können jedoch bei ausreichend hoher Belastung in Form von hoher Kraft oder reversierender Belastung aus der Oberfläche herausgelöst werden.

Abbildung 2.12 zeigt schematisch, wie sich der Verschleiß auf der Oberfläche ausbildet. Abbildungsteil a) zeigt die verschiedenen möglichen Risse im Schnitt. Es können sowohl senkrechte Oberflächenrisse, konische Risse, als auch Flocken entstehen. Abbildungsteil b) zeigt wie Flocken aus der Oberfläche heraus-

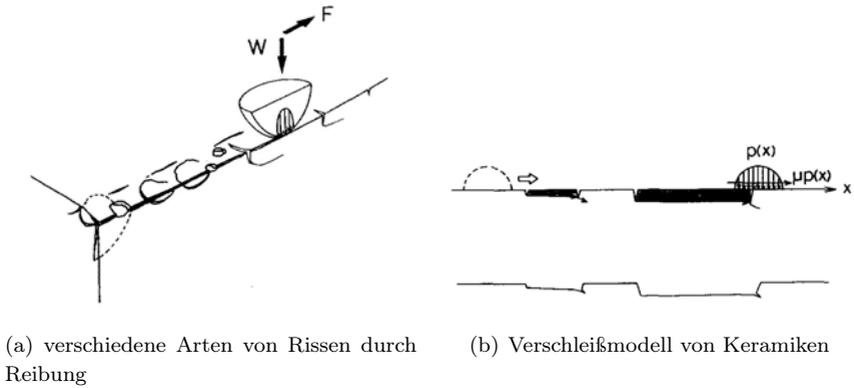
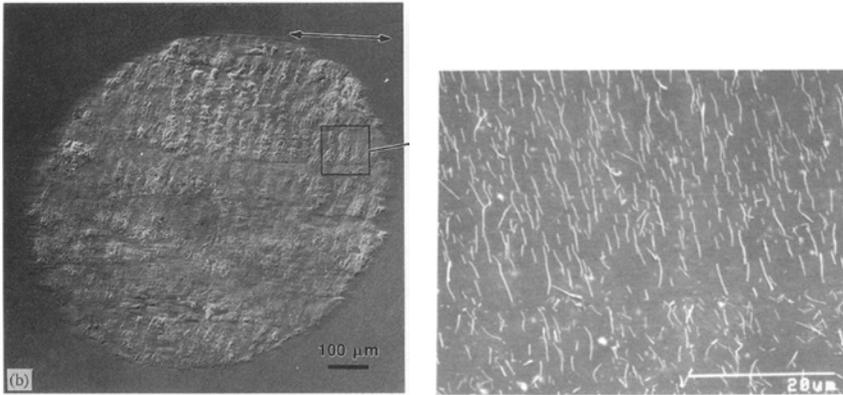


Abbildung 2.12: Reibung und Verschleiß von keramischen Oberflächen [49]

gelöst werden können, wenn ein geschädigter Bereich hinreichen oft überfahren wird. Diese Schädigung wird in zahlreichen Veröffentlichungen beschrieben. Exemplarisch seien hier Vižintin et. al. [53], Horn [54] und Sato [55] genannt. Die Risse, welche bei reversierender Reibbeanspruchung erzeugt werden, entstehen durch einen Effekt ähnlich dem in Kapitel 2.3.1 beschriebenen „Risspringen“. Das durch den Reibkörper induzierte Spannungsfeld bewirkt, dass lokal der kritische Spannungsintensitätsfaktor  $K_{IC}$  überschritten wird und ein Riss dadurch bis zu dieser Tiefe sprunghaft in das Probenmaterial hinein verlängern kann [56,57].

Abbildung 2.13 a) zeigt eine von einer Kugel geschädigte Oberfläche einer Siliziumnitridprobe aus einer Untersuchung von Vižintin et. al. [53]. Im gesamten Bereich, in dem der Reibkörper sich bewegt, wird die Oberfläche geschädigt. Es bilden sich Flocken aus, welche mit der Zeit aus der Oberfläche herausgelöst werden können. Die Kombination aus tribologischer Beanspruchung der Oberfläche, welche zu Verschleiß führt und den daraus entstehenden Verschleißpartikeln kann unter Anwesenheit einer normalen Atmosphäre bereits zur Entstehung tribochemischen Verschleißprodukte führen. In Abbildung 2.13 b) sind solche Reaktionsprodukte zu sehen. Dong [58] und Dante [59] beschreiben die Möglichkeit der Hydrolysisierung von Siliziumnitrid durch Reibbeanspruchung.



(a) geschädigte Oberfläche einer  $\text{Si}_3\text{N}_4$  Oberfläche [53]

(b) aufgerolltes Oxidationsprodukt auf einer  $\text{Si}_3\text{N}_4$  Oberfläche [58]

Abbildung 2.13: Tribologische, verschleiß und tribochemische Effekte auf Siliziumnitrid Keramik mit einem Kugelförmigen Reibkörper

An der Oberfläche wird eine dünne Schicht Siliziumnitrid hydrolysiert. Dieses Verschleißprodukt kann dann durch die reversierende Bewegung des Reibkörpers aufreißen und aufgerollt werden. Das entstandene Reaktionsprodukt muss daher über eine deutlich geringere Festigkeit als das Ausgangsmaterial verfügen. Es ist also nicht zwingend notwendig, dass sehr hohe Luftfeuchten, feuchte oder korrosive Medien vorhanden sind, um tribochemische Reaktionen zu begünstigen reichen bereits durchschnittliche Luftfeuchten wie in einer Laborumgebung aus.

### 2.3.3. Reiberermüdung

Reiberermüdung beschreibt eine Kombination aus zyklischer Oberflächenbeanspruchung und zyklischer Beanspruchung des gesamten Grundkörpers. Reiberermüdung tritt überall dort auf wo folgende Bedingungen erfüllt sind [60]:

- Kontakt zwischen zwei Körpern, wobei, bei Laborversuchen äquivalent zur

Tribologie in Kapitel 2.3.2, der Funktionskörper als Grundkörper und das Gegenstück als Reibkörper bezeichnet wird

- relative Bewegung zwischen Grund- und Gegenkörper
- zyklische Beanspruchung des Grundkörpers wodurch es zu zyklischer Ermüdung kommen kann

Bei der Reibermüdung ist wichtig zu unterscheiden, dass die eingebrachte Schädigung von sogenanntem Schwingungs- bzw. Reibverschleiß unterschieden wird. Hurricks <sup>[61]</sup>, Poon <sup>[62]</sup> und Bill <sup>[63]</sup> geben leicht unterschiedliche, allerdings sinngemäß gleiche Definitionen: Beide Schädigungsarten können unter ähnlichen Randbedingungen auftreten. Beim Schwingungsverschleiß wird Material aus der Oberfläche heraus abgetragen und es können z.B. Mikro- oder Makrokerben entstehen, welche durch geänderte Spannungszustände bei der Beanspruchung des Grundkörpers mit z.B. einer Normalspannung zum Versagen führen können. Dem Gegenüber steht die Reibermüdungsbeanspruchung, bei der die optische Schädigung und die Schädigung durch bloßen Abtrag von Material aus der Oberfläche geringer ist, die Festigkeit bzw. die Lebensdauer des Grundkörpers, trotzdem stärker herabgesetzt wird, als durch die reine abtragende Beanspruchung erwartet.

Umfassende Untersuchungen zur Reibbeanspruchung und zur Reibermüdung an metallischen Werkstoffen wurden z.B. von Waterhouse <sup>[64–67]</sup> durchgeführt. Waterhouse <sup>[67]</sup> konnte feststellen, dass Titanlegierungen bei Reibermüdungsbeanspruchung deutlich geringere Lebensdauern zeigen, als unter rein zyklischer Beanspruchung, was mit einem ausgeprägten zusätzlichen Schädigungseffekt durch die überlagerte Reibbeanspruchung begründet wird. Bei keramischen Werkstoffen konnte Horn <sup>[54]</sup> an Aluminiumoxid durch Restfestigkeitsmessungen zeigen, dass die Festigkeit in Abhängigkeit von der Reibbeanspruchung gegenüber der Inertfestigkeit herabgesetzt wird, obwohl nur minimale Schädigung an der Oberfläche festzustellen ist. Sato <sup>[68]</sup> beobachtete das Gleiche an Gläsern.

Reibermüdungsuntersuchungen können mit verschiedenen Vorrichtungen an verschiedenen Probenmaterialien durchgeführt werden. Schalk <sup>[69]</sup> gibt einen Überblick über die gängigsten Verfahren, welche angewendet werden. Hierbei ist festzustellen, dass die Untersuchungen meistens an Probengeometrien bzw. Prüf-

ständen durchgeführt werden, welche bereits sehr nahe am Anwendungsfall liegen. Als gängigste Standardprobengeometrien sei die Prüfung an Zugproben mit sich bewegenden bzw. starren Reibkörpern, sowie die Reibbeanspruchung an Biegeproben zu nennen, jeweils als statische Reibbeanspruchung mit anschließender Festigkeitsmessung, oder als Reibermüdungsbeanspruchung mit zusätzlicher Überlagerung einer zyklischen Beanspruchung des Grundkörpers.

Zur Untersuchung der Reibermüdungsbeanspruchung an keramischen Werkstoffen eignen sich Zugproben aufgrund der aufwändigen Herstellung und problematischen Versuchsführung nicht. Es liegt nahe ein Testsystem das auch zur Festigkeitsmessung, z.B. nach DIN 843-1 <sup>[70]</sup>, verwendet wird zu modifizieren, sodass Reibermüdungsbeanspruchung aufgebracht werden kann. Okane <sup>[71]</sup> schlägt dazu vor, einen Vierpunktbiegeprüfstand so zu modifizieren, dass gegen die Zugseite ein Reibkörper gepresst wird und dieser bewegt werden kann. Einen ähnlichen Aufbau benutzt auch Huq <sup>[72]</sup> um Festigkeitsabbau an metallischen Proben durch Reibbeanspruchung zu messen. Ein entsprechender Versuchsstand wurde von Schalk <sup>[69]</sup> aufgebaut und vom Autor modifiziert <sup>[73]</sup>.



## 3. Probenmaterial und -geometrie

### 3.1. Grundlagen keramischer Werkstoffe

Keramiken sind nichtmetallische anorganische Werkstoffe, die zu mindestens 30 % kristallin sind. Sie verfügen über einen hohen Anteil an ionischen und/oder kovalenten Bindungen, was zu hohen Härten und Festigkeiten führt. Keramische Werkstücke werden primär über das Sintern von aus Pulvern in Form gepressten Grünkörpern hergestellt. Neben der hohen Härte und Festigkeit zeichnen sich Keramiken auch durch gute Temperatur- und Verschleißbeständigkeit, sowie eine geringe Dichte aus.

Diesen positiven Eigenschaften stehen eine Reihe negative Eigenschaften gegenüber, welche den Einsatz stark einschränken. Aufgrund der starken Bindungen gibt es nur äußerst geringe Möglichkeiten zur plastischen Verformung, und wenn dann nur in der glasartigen Phase, was zu ausgeprägter Sprödhheit und niedrigen kritischen Spannungsintensitätsfaktoren  $K_C$  führt. Durch die hohe Dichte und Streuung an Defekten, welche beim Abkühlen und der anschließenden schleifenden Behandlung an der Oberfläche entstehen, kommt es zu einer großen Streuung der mechanischen Kennwerte. Des weiteren besteht eine ausgeprägte Gefahr einer Art von Spannungsrissskorrosion in feuchten Umgebungen (siehe dazu auch Kapitel 2.2.2) [74, 75].

Keramiken werden deshalb meist nicht als Konstruktions- oder Strukturmaterial, sondern als Funktionsmaterial eingesetzt, wo es gezielt an bestimmten Stellen aufgrund seiner positiven Eigenschaften eingesetzt werden kann und sich die negativen Eigenschaften nicht auswirken, oder vom umgebenden Strukturmaterial kompensiert werden.

### 3.2. Aluminiumoxid, F99,7

Aluminiumoxid ist der keramische Werkstoff, der in der Technik bis jetzt die meiste Anwendung gefunden hat. Aluminiumoxid kommt in der Natur als Korund vor ( $\alpha$  -  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) und weist überwiegend (zu ca. 60 %) ionische Bindungen vor. Abbildung 3.1 a) zeigt die, unterhalb des Zersetzungspunktes von

$T = 2050\text{ °C}$  einzige stabile, rhomboedrische und hexagonal dichtest gepackte, alpha-Gitterstruktur. Bei Werkstoffen mit einem Aluminiumoxidgehalt von mehr als 99,5 Gew.-% wird Magnesiumoxid oder andere Magnesiumverbindungen als Sinterhilfsmittel verwendet. Es kann unter Wasserstoff oder Sauerstoffatmosphäre bis zur theoretischen Dichte gesintert werden. Bei einem Gehalt von weniger als 99,98 %  $\text{Al}_2\text{O}_3$  tritt an der Korngrenze immer eine glasartige Phase auf. Die Magnesiumverbindungen lagern sich dabei an dieser Glasphase an den Korngrenzen an [75, 76].

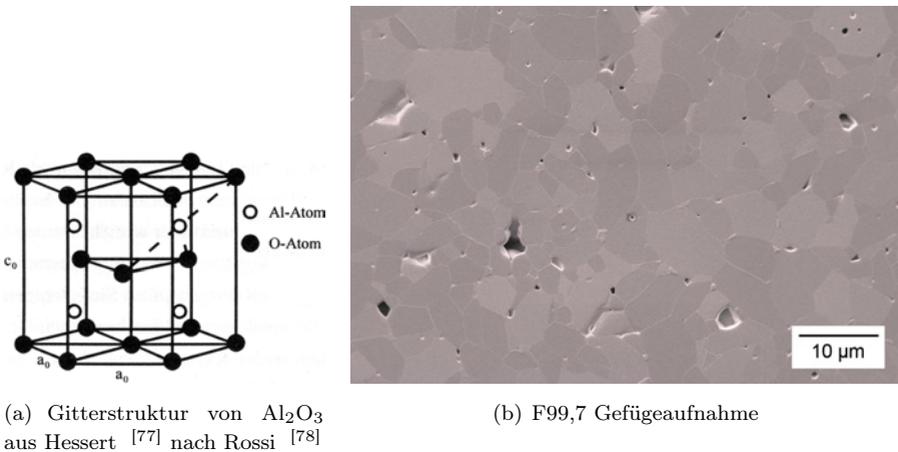


Abbildung 3.1: Gitterstruktur und Gefüge von  $\text{Al}_2\text{O}_3$

Das Probenmaterial aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$  wird von der Friatec AG, Mannheim bezogen und hat die Bezeichnung F99,7. F99,7 ist eine globulare Oxidkeramik mit einem mittleren Korndurchmesser von  $7\text{ }\mu\text{m}$  und einem Anteil glasartiger Phase von etwa 0,3 % [13]. F99,7 wurde in Form von Vier-Punkt Biegeproben bereits von Nejma [79], Erbacher [80] und Schalk [69] verwendet, sowie in Form von Torsionsproben von Schwind [31]. Das vorliegende Material hat eine Dichte von  $\rho = 3,9 - 3,95\text{ g/cm}^3$  und ist, wie in Abbildung 3.1 b) zu sehen nicht vollständig verdichtet. Die elektronenmikroskopische Aufnahme zeigt deutlich Poren an den Korngrenzen. Als Sinterhilfsmittel kommt  $\text{ZrO}_2$  sowie das seltene Erdoxid  $\text{Y}_2\text{O}_3$

Tabelle 3.1: Mechanische Eigenschaften F99,7

Dichte <sup>[81]</sup>	[g/cm <sup>3</sup> ]	3,9 - 3,95
Druckfestigkeit <sup>[81]</sup>	[N/mm <sup>2</sup> ]	3500
Biegebruchfestigkeit (4-Punkt, entspr. <sup>[70]</sup> )	[N/mm <sup>2</sup> ]	384
Elastizitätsmodul <sup>[81]</sup>	[10 <sup>5</sup> N/mm <sup>2</sup> ]	3,8
Weibullmodul (m)		18
Poissonzahl <sup>[81]</sup> ( $\nu$ )		0,22
max. Einsatztemperatur <sup>[81]</sup>	[°C]	1950

zum Einsatz. Tabelle 3.1 sind einige mechanische Eigenschaften von F99,7 zu entnehmen. Diese sind mit Ausnahme der Vier-Punkt Biegefestigkeit und des Weibullmoduls den Herstellerangaben entnommen.

Abbildung 3.2 zeigt die Verteilung der Festigkeit von F99,7 in der Auftragung

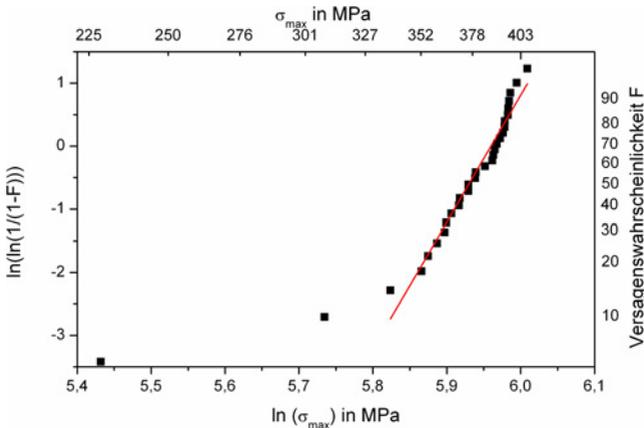


Abbildung 3.2: F99,7 Verteilung der Festigkeit im Weibull-Diagramm

nach Weibull. F99,7 wurde zwar schon in ausreichend großen Mengen untersucht und charakterisiert, trotzdem wurde das in dieser Arbeit verwendete Material noch einmal hinsichtlich der Festigkeit und des Weibullmoduls untersucht. Der

Stichprobenumfang beträgt  $n = 30$  Proben und ist somit ausreichend groß gewählt. Die Festigkeit entspricht mit  $\sigma = 385$  MPa etwa der Inertfestigkeit die auch bereits von Erbacher [80] und Nejma [79] ermittelt wurde. Der Weibullmodul ist mit  $m = 18,8$ , trotz zweier Ausreißer hin zu niedrigen Festigkeiten, deutlich größer. Die Streuung des Materials ist somit deutlich geringer und allgemein für keramisches Probenmaterial sehr gering. Da die Hartbearbeitung exakt der Hartbearbeitung des Probenmaterials der vorangegangenen Arbeiten entspricht ist davon auszugehen, dass die Herstellungsparameter angepasst wurden. Informationen dazu stehen nicht zur Verfügung.

### 3.3. Siliziumnitrid, SL200BG

Siliziumnitrid besteht aus leicht verzerrten Siliziumnitrid-Tetraedern. Die Bindungen sind überwiegend (zu ca. 70%) kovalent. Durch die unterschiedlichen Verknüpfungen der Tetraeder können die Phasen alpha -  $\text{Si}_3\text{N}_4$  und beta -  $\text{Si}_3\text{N}_4$  entstehen, welche beide in der Natur als seltene Einschlüsse chondritischer Meteoriten auftreten. Die alpha-Phase ist möglicherweise metastabil und wandelt bei höheren Temperaturen unter der Anwesenheit von Fremdatomen in beta -  $\text{Si}_3\text{N}_4$  um. Diese Umwandlung geschieht sehr langsam und ist irreversibel. Genaues zur Umwandlungstemperatur ist nicht bekannt [75]. Abbildung 3.3 zeigt die beiden Strukturen von Siliziumnitrid.

Zur Herstellung von Siliziumnitridwerkstücken gibt es zwei unterschiedliche

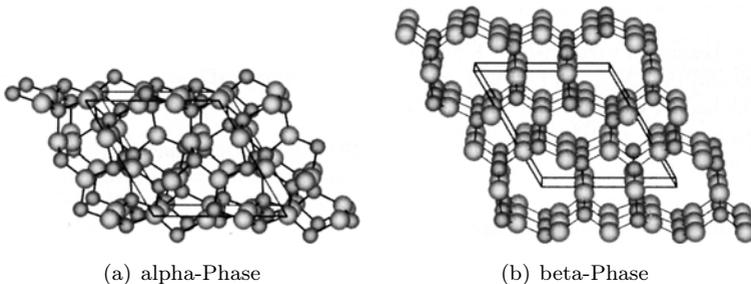


Abbildung 3.3: Gitterstrukturen von  $\text{Si}_3\text{N}_4$  [75]

Methoden. Zum einen kann Siliziumpulver in Form gepresst und dann nitriert werden. Diese Methode bietet den Vorteil einer geringen Schrumpfung von weniger als einem Prozent, hat aber den Nachteil, dass eine Restporosität von 10-30 % bleibt. Die andere Herstellungsvariante ist das Pressen von Siliziumnitridpulver zu Grünkörpern und anschließendem Sintern. Dadurch kann eine sehr gute Verdichtung erreicht werden. Beimengung von Additiven begünstigt das Flüssigphasensintern [75].

Beim Probenmaterial aus  $\text{Si}_3\text{N}_4$  handelt es sich um SL200BG von CeramTec. Das im Rahmen dieser Arbeit verwendete Material wird aus Siliziumnitridpulver hergestellt, welches am IAM-KM axial gepresst und dann kalt-isostatisch gepresst wurde. Die Grünkörper werden im Anschluss bei CeramTec gesintert und danach fein geschliffen.

SL200BG hat eine stängelige Kornstruktur mit einem mittleren Korndurchmes-

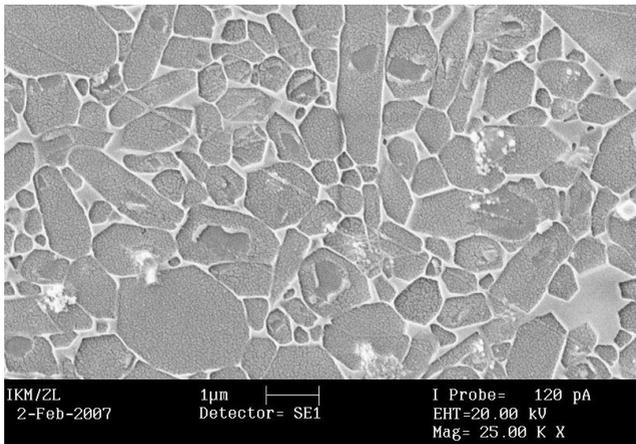


Abbildung 3.4: SL200BG Gefügaufnahme [31]

ser von  $0,7 \mu\text{m}$  und einem Streckungsgrad von drei. Der Anteil der glasartigen Phase beträgt ca. 14 % [13]. In Abbildung 3.4 ist eine elektronenmikroskopische Aufnahme des Gefüges zu sehen. Die glasartige Phase hebt sich in hellerem grau vor den  $\text{Si}_3\text{N}_4$  Körnern ab. Das Material ist sehr gut verdichtet und porenfrei. Es bilden sich keine Agglomerationen von glasartiger Phase, welche die Festig-

keit stark negativ beeinflussen könnten.

Tabelle 3.2 sind die mechanischen Kennwerte des Materials zu entnehmen. Die-

Tabelle 3.2: Mechanische Eigenschaften SL200BG

Dichte <sup>[75]</sup>	[g/cm <sup>3</sup> ]	3,19
Druckfestigkeit <sup>[25,82]</sup>	[N/mm <sup>2</sup> ]	2500
Biegebruchfestigkeit (4-Punkt, entspr. <sup>[70]</sup> )	[N/mm <sup>2</sup> ]	1044±15
Elastizitätsmodul <sup>[75]</sup>	[10 <sup>5</sup> N/mm <sup>2</sup> ]	3,1
Weibullmodul (m)		14±2
Poissonzahl ( $\nu$ ) <sup>[83]</sup>		0,283
max. Einsatztemperatur <sup>[25,82]</sup>	[°C]	1300

se sind mit Ausnahme der Vier-Punkt Biegefestigkeit und des Weibullmoduls den Herstellerangaben, bzw. der Literatur entnommen. Die Festigkeit liegt mit  $\sigma_0 = 1044$  MPa für kommerzielle Siliziumnitridvarianten, ohne den Einsatz stark festigkeitssteigernder seltener Erden <sup>[13,84]</sup>, sehr hoch. In der Literatur werden Festigkeiten von ca.  $\sigma_0 = 890$  MPa für Siliziumnitridvarianten angegeben. Getestete Materialien anderer Hersteller zeigen ebenfalls deutlich geringere Festigkeiten trotz gleicher Oberflächenbearbeitung.

### 3.4. Rissausbreitungswiderstandskurven der untersuchten Materialien

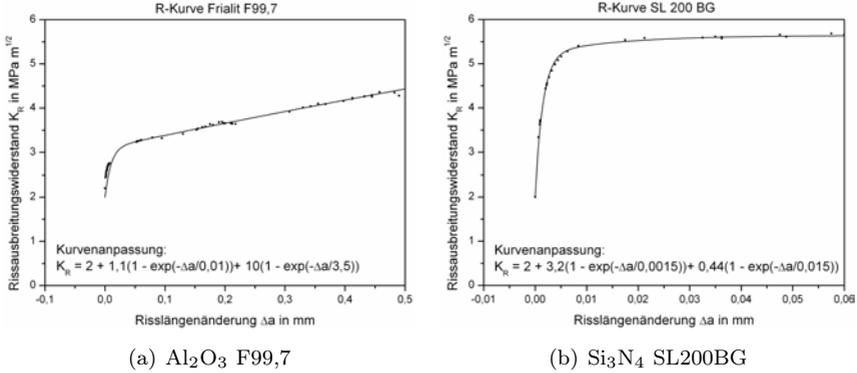


Abbildung 3.5: Eindimensionale Rissausbreitungswiderstandskurven, Messungen <sup>[13]</sup>, Anpassung <sup>[31]</sup>

Abbildung 3.5 zeigt gemessene  $K_{IR}$ -Kurven von Fünfschilling <sup>[13]</sup>. Die R-Kurven werden an sogenannten SEVNB Proben <sup>[85–87]</sup> gemessen. Dazu wird eine Probe mit einer Rasierklinge und Diamantschleifpaste scharf angekerbt. Während der anschließenden Be- und Entlastung kommt es zu einem Fortschreiten des Risses. Der Rissfortschritt wird aufgezeichnet und daraus die R-Kurve ermittelt. Bei den so ermittelten Kurven handelt es sich um Kurven für eine eindimensionale Rissausbreitung.

Eine Anpassung für F99,7 von Schwind <sup>[31]</sup> entsprechend Gleichung 2.19 ergibt folgende Beschreibung:

$$K_R = 2 + 1,1 \left( 1 - e^{-\frac{\Delta a}{0,01}} \right) + 10 \left( 1 - e^{-\frac{\Delta a}{3,5}} \right) \quad (3.1)$$

F99,7 zeigt, mit  $C_1 = 1,1$  einen mäßig starken Anstieg des Risswiderstandes von einem Grundwert  $C_0 = K_{I0} = 2,0$ , bis zum Beginn des Übergangsbereichs bei  $K \approx 2,7$ . Der Übergang ist relativ stark ausgeprägt und geht mit einer großen Rissverlängerung einher. Er mündet in einen Bereich konstanten Anstiegs des

Rissausbreitungswiderstandes, welcher durch  $C_2 = 10$  beschrieben ist. Dieser wächst linear über die Rissverlängerung bis zum Ende der Messung an. Ein Plateauwert kann nicht ermittelt werden.

SL200BG zeigt ein sehr stark ausgeprägtes R-Kurven Verhalten. Der Verlauf wird mit der Gleichung:

$$K_R = 2 + 3,2 \left( 1 - e^{-\frac{\Delta a}{0,0015}} \right) + 0,44 \left( 1 - e^{-\frac{\Delta a}{0,015}} \right) \quad (3.2)$$

beschrieben und beginnt bei  $K_{I0} = 2,0$  und steigt sehr steil an. Der Übergangsbereich, mit  $C_1 = 3,2$  ist steil und mündet in einen Plateuwert, beschrieben mit einer kleinen Amplitude von  $C_2 = 0,44$  bei  $K_{IR} = 5,5$  was auch bei  $K_{IC}$  Bestimmungen an SEVNB Proben, bzw. an Proben mit Vickersrissen nach Evans [88] und Anstis [89], mit einmaliger Belastung bis zum Bruch ermittelten Werten entspricht [90].

### 3.5. Proben- und Reibkörper Geometrie

Das untersuchte Probenmaterial liegt als Vier-Punkt Biegestäbchen der Ausführungsform B entsprechend DIN 843-1 [70] vor. Die Stäbchen haben einen Probenquerschnitt von  $4 \times 3 \text{ mm}^2$  und sind mindestens 45 mm lang, sodass eine vollständige Auflage auf den äußeren Auflagern gewährleistet ist. Die Probenflächen sind mit Ausnahme der Stirnflächen Planparallel geschliffen. Die Probenkanten sind unter einem Winkel von  $45^\circ$  angefasst, sodass Kanteneffekte vollständig vermieden werden können, die Proben gratfrei sind und vollständig auf den Auflagern aufliegen. Die zugbeanspruchte Seite der Proben ist feingeschliffen. Die Rauheitswerte für die geschliffenen Zugseiten können Tabelle 3.3 entnommen werden. Trotz gleicher Schleifverfahren können aufgrund der stark unterschiedlichen Korngrößen und -morphologien für die unterschiedlichen Materialien keine gleichen Oberflächenbeschaffenheiten erreicht werden. In Abbildung 3.6 sind die verwendeten Biegestäbchen, sowie die verwendeten Reibkörper zu sehen. Als Reibkörper kommen Kugeln verschiedener Durchmesser, sowie Stifte zum Einsatz. Die Kugeln für Versuche mit  $\text{Al}_2\text{O}_3$  als Reibkörper haben einen Durchmesser von  $\varnothing = 5 \text{ mm}$ . Bei Versuchen mit  $\text{Si}_3\text{N}_4$  Reibkörpern

Tabelle 3.3: Rauheiten des geschliffenen Probenmaterials

Material	$R_a$ [ $\mu\text{m}$ ]	$R_t$ [ $\mu\text{m}$ ]	$R_z$ [ $\mu\text{m}$ ]
F99,7	0,392 +/- 0,0322	4,92 +/- 0,906	3,67 +/- 0,498
SL200BG	0,159 +/- 0,0187	1,53 +/- 0,271	1,18 +/- 0,148

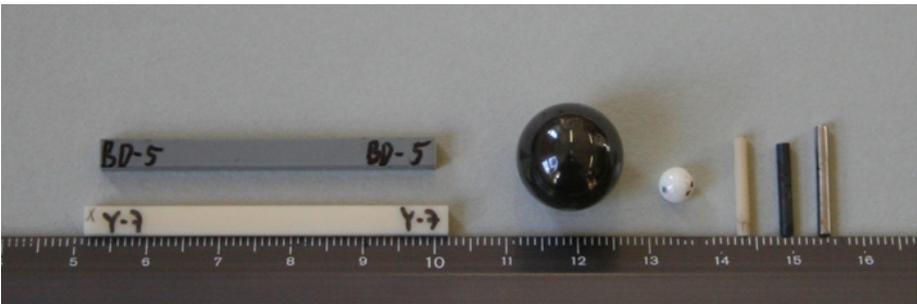


Abbildung 3.6: Probenmaterial und Reibkörper

kommen Kugeln mit einem Durchmesser von  $\varnothing = 15$  mm zum Einsatz. Es werden größere Kugeldurchmesser zur Einstellung niedriger Hertz'scher Pressungen bevorzugt, da nur bei einer Mindestanpresskraft, das Einstellen mit ausreichend hoher Genauigkeit erfolgen kann. Es kommen ebenfalls Reibkörper aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , 100Cr6, Inconel und MAR-M-247 in Form von Stiften mit einem Durchmesser von  $\varnothing = 2$  mm zum Einsatz. Alle Stifte werden vor den Versuchen auf das entsprechende Probenmaterial eingeschliffen, sodass sich die Kontaktfläche während des Versuchs nicht ändert.



## 4. Versuchseinrichtung, -durchführung und -auswertung

### 4.1. Prüfmaschinen

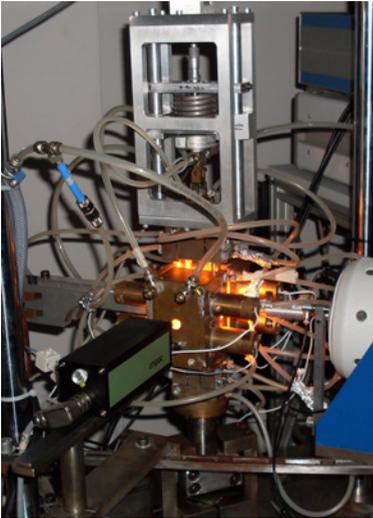


Abbildung 4.1: Hochtemperaturprüfstand

= 4 kW können erhöhte Probentemperaturen von bis zu  $T = 1200\text{ °C}$  erreicht werden. Die Probentemperatur wird kontaktlos mit einem Teilstrahlungspyrometer erfasst.

Als Prüfmaschinen werden Prototypen der Instron E 10000 Serie eingesetzt. Für Versuche bei Raumtemperatur wird eine Prüfmaschine mit Linearantrieb mit einer maximal möglich Kraft von  $F_{max} = 12\text{ kN}$  eingesetzt. Für die Versuche bei erhöhten Temperaturen wird eine Prüfmaschine mit Linearantrieb mit eine maximal möglichen Kraft von  $F_{max} = 6\text{ kN}$  eingesetzt. Die Kraftmessung erfolgt bei beiden Prüfmaschinen über eine Kraftmessdose mit einem Messbereich von  $\pm 10\text{ kN}$ . Es ist jeweils möglich Versuche unter Kraft-, sowie unter Wegkontrolle durchzuführen.

Abbildung 4.1 zeigt den Hochtemperaturprüfstand im Betrieb. Über einen Strahlungssofen mit einer maximalen Heizleistung von  $P_{max}$

### 4.2. Vier-Punkt Biegung & Reibermüdung

Nach DIN 843-1 <sup>[70]</sup> ist die Vier-Punkt Biegung wie folgt definiert: „Biegebeanspruchung eines balkenförmigen Probekörpers, bei der der Probekörper auf Auflagerrollen nahe den Enden des Probekörpers aufliegt und der durch zwei, symmetrisch zu den Auflagerrollen angreifende Kräfte, gleichmäßig beansprucht

wird.“

Entsprechend der Norm wurde eine Vier-Punkt Biegeeinrichtung für Probenkörper der Ausführungsform B (siehe auch Kapitel 3.5) aufgebaut, siehe Abbildung 4.2. Als Auflagerrollen werden Rollen aus Aluminiumoxid verwendet. Die Krafteinwirkung erfolgt über die inneren Auflager.

Der Vorteil der Vier-Punkt Biegung gegenüber der Drei-Punkt Biegung ist, dass ein größerer Bereich der maximalen Spannung zur Verfügung steht. Somit ist gewährleistet, dass bei der Reibbeanspruchung der Reibkörper immer auf der Randfaser mit der maximalen Spannung läuft. Es ist zu berücksichtigen, dass die Bruchkraft bei gleicher Probengeometrie bei der Vier-Punkt Biegung gegenüber der Drei-Punkt Biegung geringer ist, da die Wahrscheinlichkeit, dass sich im maximal belasteten Bereich ein versagensauslösender Fehler befindet, größer ist [70].

Die maximale Randfaserspannung in der Probe berechnet sich mit Gleichung 4.1 [6].

$$\sigma_{R,max} = \frac{3F_{max}(l_a - l_i)}{2bh^2} \quad (4.1)$$

Abbildung 4.2 zeigt schematisch und im Detail den Aufbau der Vier-Punkt

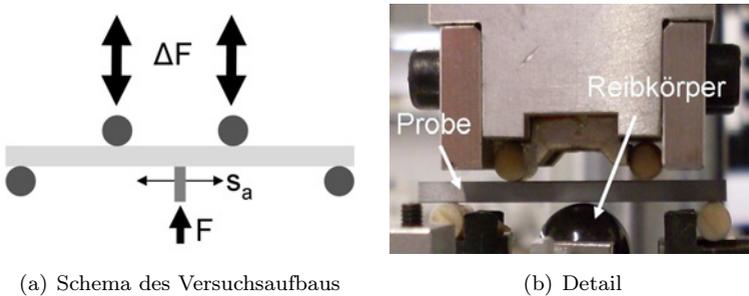


Abbildung 4.2: Vier-Punkt Biegeeinrichtung mit Reibermüdungsbeanspruchung

Biegung und den Reibkörper zur Aufbringung der Reibermüdungsbeanspruchung. Zur Aufbringung der Reibbeanspruchung wird ein Reibkörper mittig

gegen die zugbeanspruchte Seite der Vier-Punkt Biege Probe gepresst. Die Anpresskraft kann über ein Hebel- und Federsystem eingestellt werden und bleibt über die gesamte Versuchsdauer hinweg konstant. Der Reibkörper kann entlang der Probenlängsachse bewegt werden. Als Reibkörper können Kugeln verschiedener Durchmesser, sowie Stifte eingesetzt werden. Die Längsbewegung erfolgt durch einen elektrodynamischen Schwingerreger vom Typ Tira und ist lagege-regelt. Die Reibkraft wird über eine Piezokraftmessdose mit einem Messbereich von  $F = \pm 100 \text{ N}$  aufgezeichnet. Die Frequenz und die Wegamplitude der Reibbeanspruchung kann unabhängig vom Vier-Punkt Biegesystem gewählt werden.

### 4.3. Versuchsdurchführung

Es werden in der Versuchsdurchführung zwei Versuchsarten unterschieden: Die statische Versuchsführung und die zyklische Versuchsführung.

Bei der statischen Versuchsführung wird die Probe in den Prüfraum eingelegt und mit einer Vorlast von  $F = 150 \text{ N}$  belastet und ist somit gegen verrutschen gesichert. Der Reibkörper wird gegen die Probe gedrückt und eine definierte Anzahl von Reibzyklen bewegt. Die Belastungsfrequenz der Reibbeanspruchung beträgt, außer bei den Versuchen, bei welchen es explizit anders angegeben ist,  $f = 40 \text{ Hz}$ . Nach Ablauf der Reibzyklen wird der Reibkörper von der Zugseite entfernt und die Probe wird mit einer Belastungsgeschwindigkeit von  $\dot{\sigma} = 1.000 \text{ MPa/s}$  getestet. Als Ergebnis erhält man eine charakteristische Bruchlast, welche unter Umständen durch die Schädigung aufgrund der Reibbeanspruchung deutlich gegenüber der Inertfestigkeit herabgesetzt ist.

Bei der zyklischen Versuchsführung werden die Proben ebenfalls in den Prüfraum eingelegt und zunächst mit einer Klemmkraft von  $F = 150 \text{ N}$  belastet. Dann wird der Reibkörper auf der zugbeanspruchten Seite der Probe angesetzt und die vorgesehene Anpresskraft aufgebracht. Die Proben werden nun gleichzeitig durch eine zyklische Vier-Punkt Biegung, sowie eine zyklische Reibbeanspruchung belastet. Das Versuchsende ist durch den Probenbruch oder das Erreichen der Grenzlastspielzahl von  $N = 10^7$  Belastungszyklen bestimmt. Das Lastverhältnis der Vier-Punkt-Biegung beträgt  $R = 0,5$  und die Versuchsfrequenz von Vier-Punkt-Biegung und Reibbeanspruchung beträgt, außer bei den Versuchen,

bei welchen es explizit angegeben ist,  $f = 40$  Hz.

## 4.4. Statistische Beschreibung und Bewertungsmethodik

### 4.4.1. Statistische Auswertung nach Weibull

Zur statistischen Beschreibung des Versagensverhaltens keramischer Werkstoffe eignet sich, aufgrund der großen Streuungen in einer Messreihe, aufgrund der Streuung der versagensrelevanten Fehler, die statistische Auswertung nach Weibull <sup>[91,92]</sup>. Die Funktion basiert auf einer „weakest-link-hypothesis“, oder Versagen durch das schwächste Glied <sup>[93]</sup>. Dies bedeutet, dass z.B. in einer Kette das Versagen der gesamten Kette immer vom schwächsten Kettenglied bestimmt wird.

In ihrer einfachsten Form erfolgt die Beschreibung entsprechend Gleichung 4.2

$$F(\sigma) = 1 - \exp \left[ - \left( \frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (4.2)$$

mit  $F$  als der Ausfallwahrscheinlichkeit,  $\sigma_0$  als der Versagenswahrscheinlichkeit von 63,2 %, die auch charakteristische Festigkeit bezeichnet wird und  $m$  als der Steigung, auch Weibullmodul genannt. Durch doppelte Logarithmierung der Gleichung 4.2 erhält man Gleichung 4.3

$$\ln \left( \ln \left( \frac{1}{1-F} \right) \right) = m \ln(\sigma_c) - m \ln(\sigma_0) \quad (4.3)$$

Trägt man  $\ln \left( \ln \left( \frac{1}{1-F} \right) \right)$  über  $\ln(\sigma_c)$  auf, so erhält man ein Auftragung wie sie in Abbildung 4.3 für zehn individuelle Messwerte dargestellt ist. Mittels einem geeigneten Schätzverfahren, z.B. der Maximum-Likelihood-Methode <sup>[94]</sup>, kann durch die Punkte eine Ausgleichsgerade gelegt werden. Die Steigung dieser Gerade entspricht dem Weibullmodul  $m$  und ist somit ein Maß für die Streuung der Messwerte. Bei  $\ln \left( \ln \left( \frac{1}{1-F} \right) \right) = 0$ , bzw. bei  $F \approx 0,632$  ist die charakteristische Ausfallwahrscheinlichkeit nach Weibull <sup>[95,96]</sup> definiert, die auch die charakteristische Festigkeit festlegt.

Um aus bekannten Messwerten die Ausfallwahrscheinlichkeit  $F$  zu bestimmen,

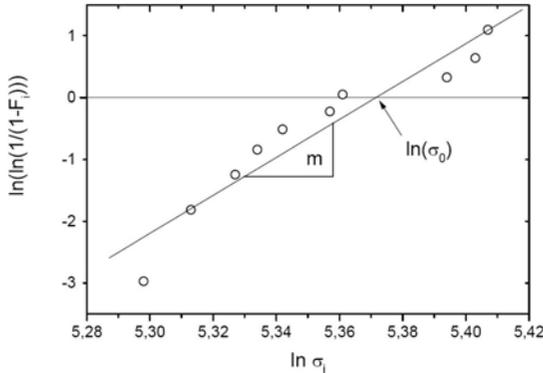


Abbildung 4.3: Schema der Auftragung  $\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-F}\right)\right)$  über  $\ln(\sigma_c)$

werden die Stichprobenwerte einer Messung der Größe nach sortiert und jedem Stichprobenwert wird entsprechend der Gleichung 4.4, wie in DIN-843-5 [94] vorgeschlagen, ein Erwartungswert zugewiesen:

$$F = \frac{i - 0,5}{n} \quad (4.4)$$

$i$  ist dabei der Stichprobenwert und  $n$  der Stichprobenumfang. Weibull empfiehlt zwar in [97] eine andere Form der Zuweisung der Ausfallwahrscheinlichkeit für spröde Materialien, jedoch haben Jayatilaka [98,99] und Bergmann [100] gezeigt, dass die in Gleichung 4.4 angegeben Möglichkeit für Stichprobenumfänge kleiner 50 Proben genauere Ergebnisse erzielt.

#### 4.4.2. Abschätzung der degradierten R-Kurve

Wie bereits in Kapitel 2.2.3 beschrieben, können durch verschiedene äußere Beanspruchungen die Verstärkungselemente in keramischem Material, welche den veränderlichen Verlauf der Rissausbreitungswiderstandkurve bestimmen, abgebaut bzw. vollständig unwirksam gemacht werden, wodurch sich der Verlauf der R-Kurve ändern kann.

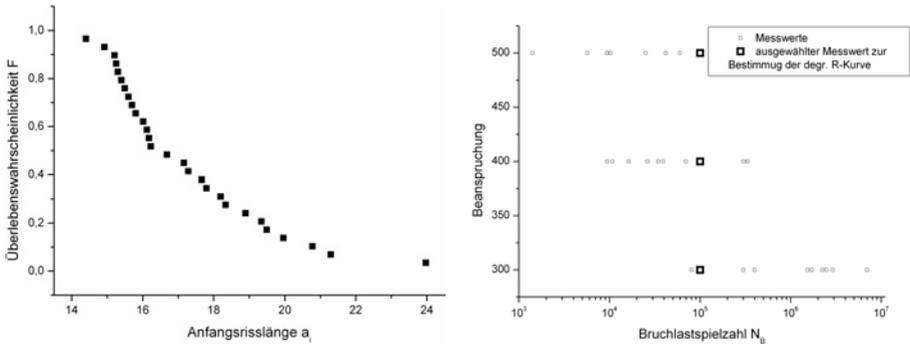
Kruzic beschreibt in [101] eine Möglichkeit um degradierte R-Kurven an gekerb-

ten CT Proben mittels Lastabsenkung zu ermitteln. Eine weitere Möglichkeit um über einhüllende K-Kurven einen Bereich der degradierten R-Kurve bestimmen zu können wurde von Fett entwickelt und beschreibt Schwind in <sup>[31]</sup>. Allerdings kann mit diesem Verfahren nur der Übergangsbereich der degradierten R-Kurve abgeschätzt werden. Der Anfang muss festgelegt werden und über den Verlauf der R-Kurve bei größeren Rissverlängerungen, z.B. das Münden in ein Plateau, kann mit dieser Methode keine Aussage gemacht werden.

Zur Bestimmung der einhüllenden K-Kurven werden bei rein zyklisch degradierten R-Kurven Festigkeitsmessungen und bei reibermüdeten R-Kurven Restfestigkeitsmessungen nach der entsprechenden Anzahl an Zyklen herangezogen. Mittels eines Tangentenverfahrens nach Munz <sup>[102]</sup> können aus den Festigkeitsmessungen Anfangsriszlängen bestimmt werden. Für reibermüdete Proben werden die Anfangsriszlängen ebenfalls nach dem Tangentenverfahren an der monotonen R-Kurve bestimmt. Es wird davon ausgegangen, dass es durch die reine Reibbeanspruchung zwar zu einer Schädigung der Verstärkungselemente im oberflächennahen Bereich kommt, diese aber ausreichend gering ist, um keine Auswirkung auf die Riszlänge zu haben. Durch die Berechnung der Anfangsriszlängen kann jedem Festigkeitsmesswert eine Anfangsriszlänge zugeordnet werden. Die Festigkeitsmessungen werden der Größe nach sortiert und bekommen entsprechend Gleichung 4.4 eine Ausfallwahrscheinlichkeit  $F$  zugeordnet, wobei  $i$  dem Probenwert und  $n$  dem Stichprobenumfang entspricht.

Daraus ergibt sich eine Verteilung der Versagenswahrscheinlichkeit  $F$  über der Anfangsriszlänge  $a_i$  entsprechend Abbildung 4.4 a). Es wird davon ausgegangen, dass die Größe der Anfangsdefekt, bzw. die Größe der durch die Reibbeanspruchung entstandenen Defekte über einen ausgewählten Stichprobenumfang immer konstant gleichverteilt ist. Somit sind die Defekte auch bei zyklisch belasteten Proben innerhalb einer Belastungshöhe gleich verteilt. Unter dieser Annahme kann jedem Lebensdauerwert bei einer Belastungshöhe eine bestimmte Anfangsriszlänge zugeordnet werden.

Kommt es jetzt bei mindestens zwei unterschiedlichen Belastungshöhen bei einer gleichen Lebensdauer zum Versagen, so kann diesen Lebensdauerpunkten jeweils in ihrem Streuband eine Anfangsriszlänge zugeordnet werden (siehe Abbildung 4.4 b)). Mit Kenntnis der maximalen Belastungshöhe und der Anfangsriszlänge lässt sich nun entsprechend Gleichung 2.16 (Kapitel 2.1.2) für jeden



(a) Ausfall- bzw. Überlebenswahrscheinlichkeit über der Anfangsriszlänge (schematisch) (b) Schema der Lebensdauern mit ausgewählten Punkten (schematisch)

Abbildung 4.4: Ausfallwahrscheinlichkeit (a) und Lebensdauern (b) zur Ermittlung einer degradierten R-Kurve

Datenpunkt ein Verlauf des Spannungsintensitätsfaktors  $K$  berechnen.

Abbildung 4.5 zeigt schematisch die Auftragung der  $K$ -Kurven Verläufe. Die  $K$ -Kurven verlaufen alle unterhalb der monotonen  $R$ -Kurve und bilden eine einhüllende der degradierten  $R$ -Kurve. Unter der Annahme, dass sich der Startwert der  $R$ -Kurve  $K_0$  nicht oder nur minimal zu kleineren  $K$  Werten verschiebt, kann der Beginn, sowie der Übergangsbereich der degradierten  $R$ -Kurve beschrieben werden. Die Beschreibung erfolgt mit einer Gleichung vom Typ, wie sie auch zur Beschreibung der monotonen  $R$ -Kurve verwendet wird (Kapitel 2.2.1, Gleichung 2.19), wobei  $C_3 = 0$  gesetzt wird und  $C_2 \gg 0,1$  gesetzt wird, da nur der Übergangsbereich bestimmt werden kann.

#### 4.4.3. erweiterte Lebensdauerermethode

Aufgrund der geringen getesteten Probenzahlen unterliegen die Ergebnisse starken Schwankungen. Zur Auswertung der zyklischen und einem bestimmten Teil der Reibermüdungsversuche wird die Methode der erweiterten Lebensdauer herangezogen. Die Methode wurde ursprünglich von Fett für unterkritisches Risswachstum entwickelt und später für zyklisches Risswachstum erweitert [103, 104].

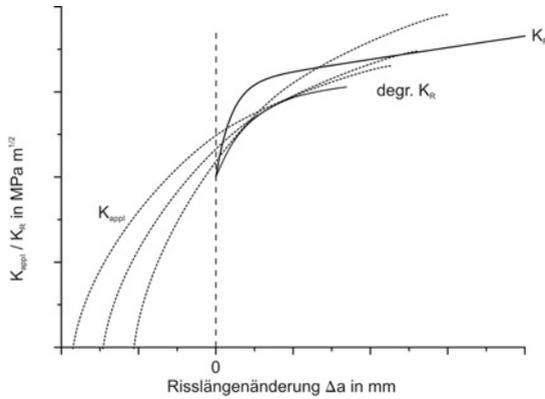


Abbildung 4.5: Schema der K-Kurven Verläufe mit eingepasster degradierter R-Kurve

Zur Ermittlung wird jedem gemessenen Wert der Bruchlastspielzahl  $N_B$  eine Bruchspannung  $\sigma_B$  aus der zugehörigen Festigkeitsverteilung, bzw. den Restfestigkeiten zugewiesen. Bei reibermüdeten Versuchen ist eine Voraussetzung, dass sich die Restfestigkeit über die Änderung der Reibzyklen nicht ändert. Die erweiterte Lebensdaueremethode kann somit nur bei Versuchsreihen angewandt werden, bei welchen die wesentliche Schädigung innerhalb der ersten  $N = 10^4$  Zyklen eingebracht wurde.

$$F = \frac{i}{k_m + 1} = \frac{i}{k_{cyc} + 1} \quad (4.5)$$

Hierbei steht  $k_m$  für die Anzahl der Festigkeitswerte und  $k_{cyc}$  für die Anzahl der Bruchlastspielzahlen. Daraus ergibt sich die Risswachstumsgeschwindigkeit wie folgt:

$$\frac{da}{dN} = - \frac{2K_{IC}^2}{N_{B,i} \sigma_{B,i}^2 Y_I} \cdot \frac{d \log \frac{\Delta \sigma_i}{\sigma_{B,i}}}{d \log (N_{B,i} (\Delta \sigma_i)^2)} \quad (4.6)$$

Hierbei steht  $\Delta \sigma$  für die Spannungsschwingbreite und der Index  $i$  für die Einzelwerte.

Der zugehörige Wert  $\Delta K_i$  ergibt sich zu:

$$\Delta K_i = \frac{\Delta \sigma_i}{\sigma_{B,i}} K_{IC} \quad (4.7)$$

Die Berechnungen erfolgen automatisiert mit einem Script welches von Härtelt <sup>[105]</sup> entwickelt wurde und zur Auswertung zur Verfügung steht.

#### 4.4.4. Poolingverfahren

Ebenfalls von Härtelt <sup>[105]</sup> stammt eine Auswerteroutine, bei der Lebensdauern verschiedener Belastungshöhen auf eine Belastungshöhe abgebildet werden um den Stichprobenumfang zu erhöhen und somit die statistische Absicherung zu verbessern. Dazu werden durch die charakteristischen Lebensdauern einer jeden Belastungshöhe eine Lebensdauerlinie entsprechend der Gleichung 2.22 gelegt und die Lebensdauerwerte der einen Belastungshöhe parallel zur Lebensdauerlinie mit der Steigung  $m$  verschoben.

Eine weitere Möglichkeit Stichprobenumfang zu erhöhen besteht bei Restfestigkeitsmessungen, wenn sich die Festigkeiten bei den verschiedenen Beanspruchungshöhen nur gering unterscheiden. Die Messwerte aus zwei Belastungshöhen können zusammengefasst werden, wenn sie zu mindestens 80 % innerhalb des Streubandes der dritten Belastungshöhe liegen.

#### 4.4.5. Licht- und Elektronenmikroskop

Zur Charakterisierung der Oberflächen der geschädigten Proben, sowie der Bruchflächen wurden verschiedene licht- und elektronenmikroskopische Geräte verwendet.

Als Lichtmikroskop wurde ein Digitalmikroskop der Firma Keyence vom Typ VHX-600 mit einem Z-50 Objektiv verwendet. Die Mikroskop/Objektivkombination zeichnet sich im Wesentlichen durch eine einfach Bedienung und einen sehr großen Arbeitsabstand von 80 mm aus. Die Untersuchungen mit dem Lichtmikroskop wurden im Wesentlichen durchgeführt um eine Vorauswahl für Proben zu treffen, welche im Elektronenmikroskop untersucht werden sollen.

Als Elektronenmikroskop kommt ein Zeiss Leo Evo 50 zum Einsatz. Das Elektronenmikroskop bietet die Möglichkeit Proben mit einer großen Tiefenschärfe über ein breites Band von Vergrößerungen, von 100 facher Vergrößerung bis ca. 50.000 facher Vergrößerung, zu untersuchen. Das verwendete Elektronenmikroskop verfügt neben einem Sekundärelektronendetektor auch über einen Vier-Quadranten Rückstreudetektor, mit dem Massenkongtraste auf einer Probe dargestellt werden können <sup>[106]</sup>. Die keramischen Proben werden mithilfe einer aufgedampften Schicht leitfähig gemacht. Für reine Detektion von sekundär Elektronen wird dazu eine dünne Goldschicht aufgedampft. Sollen auch Bilder von Rückstreuelektronen aufgenommen werden, so wird eine Schicht mit niedriger Ordnungszahl benötigt. Hierzu steht am Labor für Elektronenmikroskopie des KIT eine Kohlenstoffbedampfungsanlage zur Verfügung.

### 4.5. Versuchsvarianten

Im Rahmen dieser Arbeit wurden Ermüdungs- und Reiberermüdungsversuche mit verschiedenen Belastungsvarianten durchgeführt. Das Ziel der unterschiedlichen Beanspruchungen ist es den Einfluss der verschiedenen überlagerten Belastungskomponenten zu verstehen.

#### 4.5.1. Festigkeitsmessungen und zyklische Ermüdung

Die in dieser Arbeit getesteten Materialien entsprechen zwar in Zusammensetzung und Beschreibung den Materialien aus vorangegangenen Arbeiten von Nejma <sup>[79]</sup>, Schalk <sup>[69]</sup> und Schwind <sup>[31]</sup>, entstammen aber aus anderen Herstellungsladungen. Daher war es nötig das Versuchsmaterial aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$  noch einmal zu charakterisieren. Die Charakterisierung erfolgte in Form von Festigkeitsmessungen an 30 Proben, sowie in Form der Erstellung einer Lebensdauerkurve unter zyklischer Beanspruchung. Dazu wurden bei drei unterschiedlich hohen Beanspruchungen jeweils zehn Proben zyklisch, entsprechend Kapitel 4.3, getestet.

### 4.5.2. Variation des Reibweges

In den vorangegangenen Arbeiten, von z.B. Schalk <sup>[69]</sup> wurde der Reibweg immer konstant bei einer Reibwegsamplitude von  $s_a = 100 \mu\text{m}$  gehalten. In diesem Arbeitspaket soll untersucht werden, wie sich geänderte Reibwege auf die Festigkeit und auch die Lebensdauer des Probenmaterials auswirken. Der Reibweg wird dazu einmal auf  $s_a = 10 \mu\text{m}$  verkürzt und auf  $s_a = 300 \mu\text{m}$  ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) bzw.  $s_a = 200 \mu\text{m}$  ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) verlängert. Alle Versuche werden in Selbstpaarung mit Kugeln als Reibkörper durchgeführt. Die Kugeln haben bei den Versuchsreihen mit  $\text{Al}_2\text{O}_3$  einen Durchmesser  $\varnothing = 5 \text{ mm}$  und bei den Versuchsreihen mit  $\text{Si}_3\text{N}_4$  einen Durchmesser  $\varnothing = 15 \text{ mm}$ .

Es werden sowohl Restfestigkeitsmessungen, als auch Lebensdauern unter zyklischer Reiber müdungsbeanspruchung ermittelt. Die Restfestigkeitsmessungen werden an jeweils fünf Proben nach einer Reibbeanspruchung von  $N_{fr} = 10^4$ ,  $10^5$  und  $10^6$  Reibzyklen durchgeführt. Die Versuche zur Ermittlung der Lebensdauern werden an jeweils zehn Proben zu drei verschiedenen Belastungshöhen durchgeführt. Bei den Versuchen mit  $\text{Si}_3\text{N}_4$  und einer Reibwegsamplitude von  $s_a = 200 \mu\text{m}$  wurde die Versuchsfrequenz aus Gründen der Regelkreisstabilität auf  $f = 20 \text{ Hz}$  herabgesetzt.

Die Ergebnisse sollen Auskunft darüber geben, ob mit einem Einfluss der Größe der geschädigten Oberfläche zu rechnen ist.

### 4.5.3. Variation der Flächenpressung

Da sich, bei der Verwendung einer Kugel als Reibkörper, die Kontaktfläche zwischen Kugel und Vier-Punkt Biegeprobe durch Verschleiß und Abplattung der Kugel ändern kann, wurden als weitere Reibkörper Stifte mit einem Durchmesser von  $\varnothing = 2 \text{ mm}$  aus verschiedenen Materialien eingesetzt. Der Einsatz eines Stiftes als Reibkörper bietet zudem die Möglichkeit, Versuche mit deutlich niedrigeren Flächenpressungen und größeren beanspruchten Flächen auf der Probe durchzuführen. Es werden Versuche mit den beiden Materialien  $\text{Al}_2\text{O}_3$  und  $\text{Si}_3\text{N}_4$  jeweils in Selbstpaarung und in Kontakt mit einem Reibkörper aus gehärtetem 100Cr6 und Inconel 716 durchgeführt, sowie Versuche in der Paa-

rung mit Probenmaterial aus  $\text{Si}_3\text{N}_4$  und einem Reibkörper aus MAR-M247. Die Reibwegsamplitude beträgt bei allen Versuchen  $s_a = 100 \mu\text{m}$

Es werden sowohl Restfestigkeiten in Selbstpaarung als auch in Kombination mit 100Cr6 und Inconel 716 nach Reibbeanspruchungen von  $N_{fr} = 10^4$ ,  $10^5$  und  $10^6$  Reibzyklen an jeweils fünf Proben getestet, als auch Lebensdauern bei drei Belastungshöhen zu je zehn Proben.

### 4.5.4. Variation der Reibgeschwindigkeit

Bei der Variation der Reibgeschwindigkeit werden Versuche mit konstanter Vier-Punkt Biege Belastung und stark geänderten Reibgeschwindigkeit durchgeführt. Es soll gezeigt werden inwiefern sich die Reibgeschwindigkeit auf das Schädigungs- und Versagensverhalten des Materials auswirkt. Die Reibgeschwindigkeit wurde durch einer Veränderung der Frequenz der Reibbeanspruchung  $f_{fr}$  variiert. Es werden sowohl eine erhöhte Reibgeschwindigkeite durch  $f_{fr} = 80 \text{ Hz}$  getestet, wodurch ein größerer Materialabtrag stattfinden kann, als auch niedrigere Reibgeschwindigkeite durch  $f_{fr} = 5 \text{ Hz}$ , wodurch ein längeres Haften des Reibkörpers erreicht werden soll. Der eventuelle Einfluss eines Stick-Slip-Effektes soll hierbei betrachtet werden.

Am Probenmaterial aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$  werden Versuche in Selbstpaarung mit einer Kugel als Reibkörper und einer Reibwegsamplitude von  $s_a = 100 \mu\text{m}$  durchgeführt. Am Probenmaterial aus  $\text{Si}_3\text{N}_4$  werden sowohl Restfestigkeitsmessungen nach Reibbeanspruchungen von  $N_{fr} = 10^4$  und  $10^5$  Reibzyklen zu je fünf Proben durchgeführt, als auch Lebensdauern mit überlagerter Reibbeanspruchung bei verringerter Reibgeschwindigkeit durch  $f_{fr} = 5 \text{ Hz}$  durchgeführt.

### 4.5.5. Variation des Lastverhältnisses auf $R = 0,33$

Alle Untersuchungen zur zyklischen Reiberermüdung an Keramik wurden bei Lastverhältnissen von  $R = 0,5$  durchgeführt [69]. In vorangegangenen Arbeiten von Nejma [79] und Schwind [31] bei denen das Ermüdungsverhalten von Keramiken ohne zusätzlichen mechanischen Einfluss untersucht wurde, wurden auch

Lastverhältnisse von  $R = 0,1$  und  $R = 0,33$  gewählt, um das Ermüdungsverhalten des Materials besser beschreiben zu können. Um das Reiber-müdungsverhalten ebenfalls hinsichtlich der Rissausbreitung besser untersuchen zu können, werden ebenfalls Versuche bei geänderten Lastverhältnissen durchgeführt. Es wird ein Lastverhältnis von  $R = 0,33$  gewählt, da bei einem Lastverhältnis von  $R = 0,1$  während der Entlastung die Klemmkraft zu gering ist, sodass es durch die Bewegung des Reibkörpers zu einer Bewegung des Probe kommen kann. Es werden Versuch mit Probenmaterial aus  $\text{Si}_3\text{N}_4$  in Selbstpaarung mit einer Kugel mit  $\varnothing = 15 \text{ mm}$  und einer Reibwegsamplitude von  $s_a = 100 \mu\text{m}$  durchgeführt.

#### 4.5.6. Hochtemperaturreibermüdung

Alle bisher beschriebenen Versuche wurden bei Raumtemperatur durchgeführt. Das Walzgut hat jedoch eine erhöhte Temperatur, welche auch den Walzenkörper (lokal) erwärmt. Daher sollen Versuche bei höheren Temperaturen von  $T = 700 \text{ }^\circ\text{C}$  bzw.  $T = 900 \text{ }^\circ\text{C}$  durchgeführt werden. Der Temperaturbereich orientiert sich an bereits durchgeführten Hochtemperatur Vier-Punkt Biege Versuchen von Nejma <sup>[79]</sup> und Schwind <sup>[31]</sup>. Die Proben werden mit einem Pyrolack, "Pyromark 2500", welcher bis  $T = 1.100 \text{ }^\circ\text{C}$  stabil ist lackiert, in die Vorrichtung eingebaut, auf die Versuchstemperatur erwärmt und dann mit der Reibbeanspruchung belastet. Nach durchgeführter Beanspruchung werden die Proben für weitere Untersuchungen aus der Prüfanlage entnommen. Zum Testen der Festigkeiten werden die Proben in die Prüfanlage eingebaut, auf Versuchstemperatur erwärmt und getestet.



## 5. Versuchsergebnisse und Erläuterungen

### 5.1. Ergebnisse mit Probenmaterial aus $\text{Al}_2\text{O}_3$ F99.7

#### 5.1.1. Zyklische Ermüdung

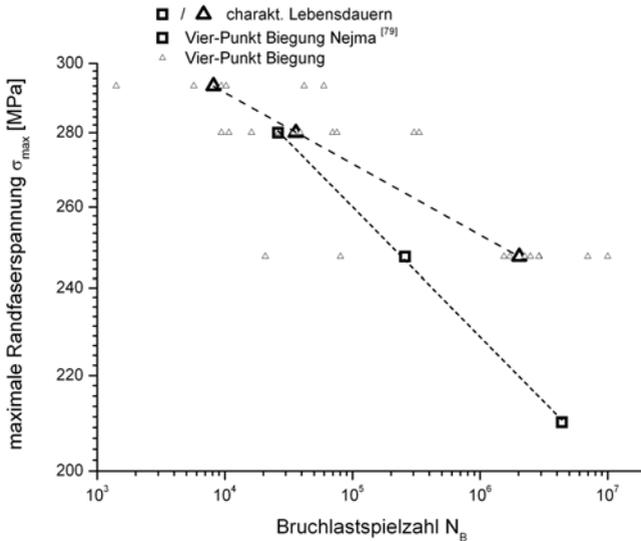


Abbildung 5.1: Lebensdauerverhalten bei zyklischer Ermüdung

Abbildung 5.1 zeigt Ergebnisse zur zyklischen Ermüdung von  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Es ist zusätzlich zur Lebensdauerlinie der zyklischen Ermüdung des in der Arbeit verwendeten Probenmaterials auch eine Lebensdauerlinie, am gleichen Material von Nejma [79] ermittelt eingezeichnet.

Die Lebensdauerlinie unterscheidet sich leicht von der Lebensdauerlinie von Nejma. Die maximal möglichen Belastung liegen höher und der Rissausbreitungs-exponent ermittelt aus der Lebensdauerlinie ist mit einem Wert von  $n_L = 32,5$  gegenüber dem Rissausbreitungs-exponenten aus den Versuchen von Nejma mit  $n_L = 17,8$  etwas größer. Die Streuung der einzelnen Messwerte um bis zu drei

Größenordnungen ist relativ breit, sodass ein rein zyklischer Degradationseinfluss nicht sicher vorhergesagt werden kann. Die Einzelmesswerte von Nejma streuen allerdings ebenfalls um bis zu drei Größenordnungen.

Die Bestimmung der Rissausbreitungsexponenten nach der Methode der erweiterten Lebensdauer weist mit einem Wert für  $n = 99$  bei der höchsten Belastung eindeutig auf einen Einfluss unterkritischen Risswachstums hin. Allerdings sind bei dieser Belastungshöhe nur sieben Proben getestet worden, sodass ein statistischer Einfluss nicht ausgeschlossen werden kann. Dem gegenüber stehen Wert für  $n = 20$  und  $n = 32$  bei der mittleren und der niedrigsten Belastungshöhe, die einen zyklischen Ermüdungseffekt bestätigen. Das Poolen aller Messwerte auf einen Lasthorizont ergibt einen zyklische Rissausbreitungsexponenten von  $n_{gepoolt} = 23,8$  und zeigt somit, dass auch bei der höchsten Belastung von zyklischer Ermüdung auszugehen ist. Das entspricht auch den Einschätzungen von Nejma, welcher dieses über die Weibullmoduln der Einzelmesswerte abschätzt. Das getestete Material ist von gleicher chemischer Zusammensetzung und gleicher Oberflächenbearbeitung wie das von Nejma getestete Material, jedoch aus einer anderen Produktionscharge. Ein Einfluss geänderter Herstellungsparameter auf das Probenmaterial kann somit nicht ausgeschlossen werden.

Abbildung 5.2 zeigt neben der monotonen R-Kurve von Fünfschilling <sup>[13]</sup> eine zyklisch degradierte R-Kurve. Die degradierte R-Kurve für rein zyklische Belastung wurde für Bruchlastspielzahlen von  $5,9 \cdot 10^4 < N_B < 8,1 \cdot 10^5$  ermittelt. Entsprechend des ermittelten Rissausbreitungsexponenten liegt zyklische Ermüdung vor, sodass die Verstärkungselemente im Material zyklisch in ihrer Wirksamkeit geschwächt werden. Der Verlauf der degradierten R-Kurve ist trotz der geringen Belastungszyklen bereits deutlich unterhalb dem Verlauf der monotonen R-Kurve. Die degradierte R-Kurve beschreibt, beginnend von einem Startwert  $K_{I0} = 1,4$ , welcher sich aus der Anpassung ergibt, nur den abgesenkten und minimal gegenüber der monotonen R-Kurve abgeflachten Übergangsbereich.

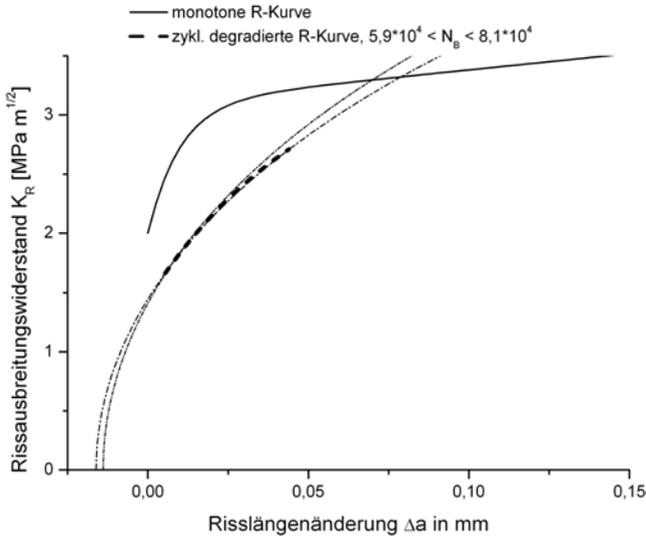


Abbildung 5.2: degradierte R-Kurve bei rein zyklischer Beanspruchung im Vergleich mit der monotonen R-Kurve

### 5.1.2. Variation des Reibweges

Abbildung 5.3 zeigt Ergebnisse aus statischen Versuchen zur Restfestigkeitsmessung nach einer Reibbeanspruchung mit einer definierten Anzahl von Reibzyklen unter Variation der Reibwegsamplitude im Vergleich zur Versuchen zur Bestimmung der Inertfestigkeit. Als Reibwege wurden  $s_a = 10 \mu\text{m}$  und  $s_a = 300 \mu\text{m}$  realisiert um diese mit vorliegenden Ergebnissen für eine Reibelastung mit  $s_a = 100 \mu\text{m}$  zu vergleichen <sup>[69]</sup>.

Die Ergebnisse zeigen, dass bei einer Reibwegsamplitude von  $s_a = 10 \mu\text{m}$  die Festigkeit praktisch nicht abgesenkt wird. Das Probenmaterial wird zwar optische geschädigt, es versagt jedoch keine Probe im Reibkontakt, folglich ist die Schädigung nicht ausreichend hoch um die Festigkeit herab zu setzen. Die charakteristischen Festigkeiten nach Weibull liegen zwar leicht unterhalb der entsprechenden Werte für reinen Vier-Punkt Biegung, jedoch werden diese nur aus fünf Einzelwerten ermittelt, welche alle vollständig im Streubereich der In-

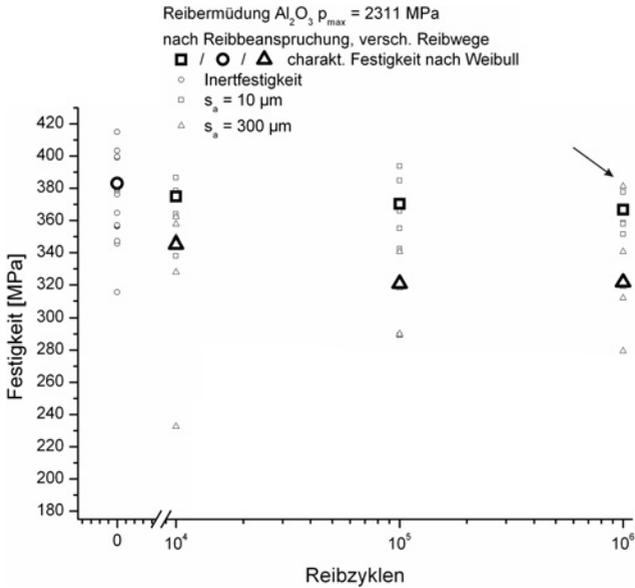


Abbildung 5.3: Variation des Reibweges, Restfestigkeit

ertfestigkeit liegen. Auch die Zunahme der Reibbeanspruchungszyklen auf bis zu  $N_{fr} = 10^6$  Reibzyklen führt zu keiner signifikanten Schädigung und senkt die Festigkeit nicht ab.

Die Ergebnisse für eine Reibwegsamplitude von  $s_a = 300 \mu\text{m}$  zeigen eine stärkere Schädigung der Oberfläche. Ein Großteil der Proben bricht im Reibkontakt und bereits nach  $N_{fr} = 10^4$  aufgetragenen Reibzyklen ist die Festigkeit gegenüber der Inertfestigkeit deutlich abgesenkt. Die Ergebnisse streuen allerdings sehr stark und überlappen sich in gewissen Bereichen noch mit den Festigkeitsmesswerten der reinen Vier-Punkt Biegung. Im weiteren Verlauf hin zu  $N_{fr} = 10^5$  Reibbeanspruchungszyklen sinkt die Festigkeit noch einmal weiter ab. Der Streubereich überlappt zwar noch einen Teil des Streubereichs der Festigkeitsmessungen bei der Vier-Punkt Biegung, jedoch liegen einzelne Messwerte deutlich außerhalb des Bereichs der reinen Vier-Punkt Biegung. Mit weiterer Zunahme der Reibbeanspruchungszyklen hin zu  $N_{fr} = 10^6$  Reibzyklen scheint

die Festigkeit nicht mehr weiter abzunehmen. Die Probe mit der höchsten Festigkeit von  $\sigma = 381$  MPa (siehe Pfeil in der Abbildung 5.3) ist jedoch nicht im Reibkontakt gebrochen. Lässt man diesen Datenpunkt aus der Betrachtung heraus, ergibt sich eine weiter abgesenkte Festigkeit durch die längere Reibbeanspruchung.

Abbildung 5.4 zeigt Lebensdauerlinien aus den Versuchen zur Variation der

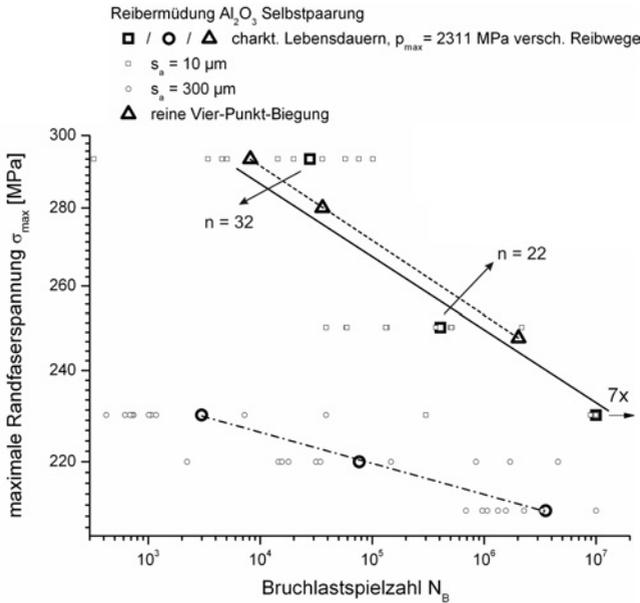


Abbildung 5.4: Variation des Reibweges, Lebensdauerverhalten

Reibwegsamplitude im Vergleich mit der zyklischen Ermüdung reiner Vier-Punkt Biegung. Die Messwerte für Versuche mit einer Reibwegsamplitude von  $s_a = 10 \mu\text{m}$  vermitteln den Eindruck, als läge die Lebensdauer oberhalb derer der reinen Vier-Punkt Biegung. Da bei allen getesteten Proben das Versagen von einer Stelle innerhalb des Reibkontaktes ausgeht ist anzunehmen, dass diese Verschiebung ebenfalls einem statistischen Artefakt geschuldet ist, da nur zehn Proben je Belastungshöhe getestet wurden. Die Lebensdauerlinie wurde entsprechend angepasst, sodass sie unterhalb der Lebensdauerlinie der

reinen Vier-Punkt Biegung verläuft. Somit kann angenommen werden, dass die Reibermüdung mit den kurzen Reibwegen eine leichte Schädigung ins Material einbringt, die einzelnen Messwerte jedoch immer in den Bereich der reinen Vier-Punkt Biegung hinein streuen. Die Lebensdauerlinie verläuft damit leicht unterhalb und parallel zu derjenigen für reine Vier-Punkt Biegung. Aufgrund des nahezu parallelen Verlaufs der Lebensdauerlinie zur Lebensdauerlinie der rein zyklischen Beanspruchung ist bereits von einem zyklischen Ermüdungseffekt auszugehen, da für die rein zyklische Beanspruchung, mit  $n_L = 32,5$  aus der Steigung der Lebensdauerlinie, entsprechend nachgewiesen. Die Ermittlung der Rissausbreitungsexponenten für die höchste und die mittlere Belastungshöhe führen zu Werten von  $n = 32,6$  und  $n = 22$ , sowie gepoolt auf einen Wert von  $n_{gepoolt} = 30,5$  und zeigen somit, wie bereits erwartet, das Vorhandensein des zyklischen Ermüdungseffektes. Die leichte Schädigung durch die überlagerte Reibbeanspruchung ändert das Lebensdauerverhalten folglich nur marginal und der wesentliche Ermüdungseffekt geht von der zyklischen Vier-Punkt Biegebeanspruchung aus.

Die Lebensdauer für Proben, welche mit einer Reibwegsamplitude von  $s_a = 300 \mu\text{m}$  belastet wurden, liegt deutlich unter der für reine Vier-Punkt Biegung und auch deutlich unter der für Reibermüdung mit einer Reibwegsamplitude von  $s_a = 10 \mu\text{m}$ . Die Kurve verläuft auch deutlich flacher, als die anderen Lebensdauerlinien. Die eingebrachte Schädigung ist bei dem höheren Reibweg offensichtlich deutlich größer, als bei kürzeren Reibwegen. Das Material reagiert auf die eingebrachte Reibschädigung, jedoch ist die Streuung der Messergebnisse relativ stark. Bei einer Belastungshöhe von  $\sigma_{max} = 220 \text{ MPa}$  streuen die Einzelmesswerte über einen Bereich von vier Größenordnungen.

Abbildung 5.5 zeigt verschiedene Aufnahmen der geschädigten Oberfläche von Aluminiumoxidproben nach Reibbeanspruchungen von  $N_{fr} = 10^5$  Reibzyklen. Im Abbildungsteil a) ist die geschädigte Oberfläche nach einer Reibbeanspruchung mit einer Reibwegsamplitude von  $s_a = 10 \mu\text{m}$  zu sehen. Der Reibkörper hat Spuren auf der Probenoberfläche hinterlassen, jedoch wurde die Oberfläche eher poliert, als abgetragen. Um den beanspruchten Bereich herum ist das Grundmaterial zu sehen. Aufgrund des großen mittleren Korndurchmessers von  $d = 7 \mu\text{m}$  (vergleiche Kapitel 3.2) sieht die ungeschädigte Oberfläche „zerklüftet“ aus, was auf das Herauslösen einzelner Körner durch das Hartbearbeiten

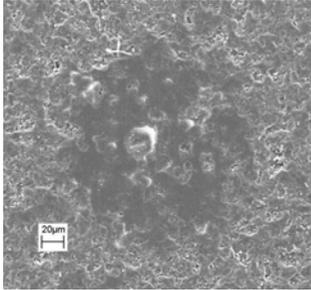
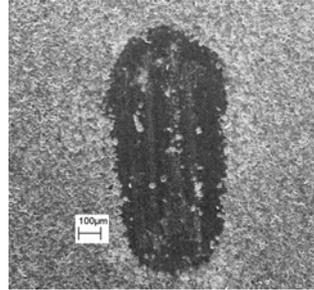
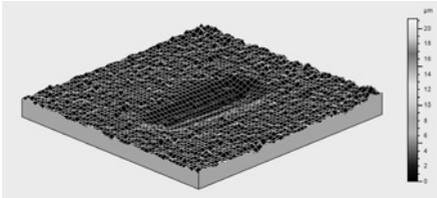
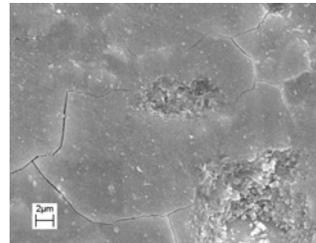
(a)  $s_a = 10 \mu\text{m}$ , Oberfläche(b)  $s_a = 300 \mu\text{m}$ , Oberfläche(c)  $s_a = 300 \mu\text{m}$  3D Ansicht(d)  $s_a = 300 \mu\text{m}$  Detail des Rissnetzwerkes

Abbildung 5.5: geschädigte Oberflächen nach Reibbeanspruchung mit unterschiedlichen Reibwegen, nach  $N_{fr} = 10^5$  Reibzyklen

zurückzuführen ist. Durch die Reibbeanspruchung werden die Oberflächenrauheiten ab poliert und es können einzelne Körner aus der Oberfläche herausgelöst werden. Im Inneren des geriebenen Bereiches ist die Entstehung einer Flockenrisse zu sehen. Ein ausgeprägtes Rissnetzwerk ist in der beanspruchten Zeit nicht entstanden. Auch nach  $N_{fr} = 10^6$  Reibzyklen konnte kein Rissnetzwerk, sondern nur vereinzelte Flocken festgestellt werden.

Die Abbildungsteile b)-d) zeigen die Oberfläche nach einer Reibbeanspruchung mit  $s_a = 300 \mu\text{m}$ . Gegenüber der Beanspruchung mit kürzerer Reibwegsamplitude wird bei  $s_a = 300 \mu\text{m}$  in großem Maß Material aus der Oberfläche abgetragen. Es kommt zu einem Wechselprozess aus Polieren und Körner aus der Oberfläche

herauslösen. Im Abbildungsteil c) ist zu sehen, dass der im Abbildungsteil b) gezeigte Bereich in die Tiefe gegraben ist. In der geriebenen Stelle ist dunkel der polierte Bereich, sowie als einzelne helle Flecken die Vertiefungen, welche nach Herauslösen von Körnern bleiben, zu sehen. Im Detail des Abbildungsteiles d) ist die Ausbildung von Rissnetzwerke zu sehen, über welche mit der Zeit Körner oder ganze Kornverbunde herausgelöst werden. Es wird im Laufe des Versuchs eine Makrokerbe in die Probe hinein gegraben, welche die Inertfestigkeit leicht und die Lebensdauer bei zyklischer Beanspruchung deutlich herabsetzt.

### 5.1.3. Variation der Flächenpressung

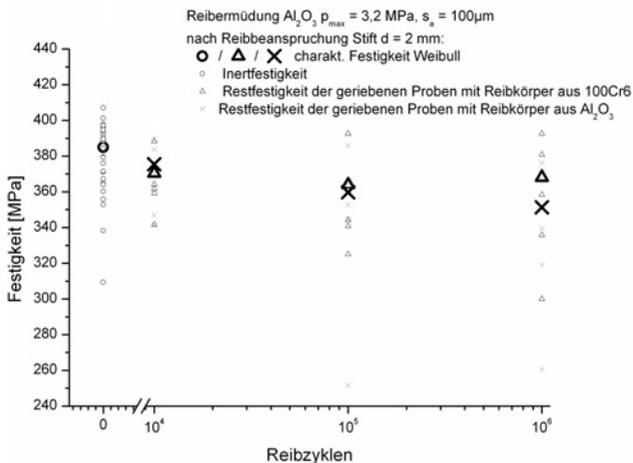


Abbildung 5.6: Variation der Flächenpressung, Restfestigkeiten

Abbildung 5.6 zeigt Ergebnisse aus Versuchen mit Stiften aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$  und 100Cr6 als Reibkörper. Durch die niedrige Flächenpressung wird das Material optisch an der Oberfläche verändert. Es entstehen polierte Bereiche, welche ohne optische Hilfsmittel erfasst werden können, die aber offensichtlich keine Schädigung darstellen, da keine der Proben bei der anschließenden Festigkeitsprüfung im

Bereich Reibkontaktes brach. Damit ist auch zu erklären, warum keine Festigkeitsabnahme durch die Reibbeanspruchung festzustellen ist. Die Ergebnisse liegen zum größten Teil im Streubereich der Inertfestigkeitsmessungen der nicht reibbeanspruchten Proben. Auch die beiden Ausreißer nach  $N_{fr} = 10^5$  bzw.  $10^6$  Reibzyklen mit sehr niedrigen Festigkeiten sind nicht im Reibkontakt gebrochen. Da die Proben aus der gleichen Produktions- und Bearbeitungscharge, wie die Proben zur Inertfestigkeitsmessung, willkürlich entnommen wurden, ist ein Einfluss durch geänderte Herstellungsparameter auszuschließen.

Abbildung 5.7 zeigt Lebensdauerlinien aus den Versuchen mit geänderter Flä-

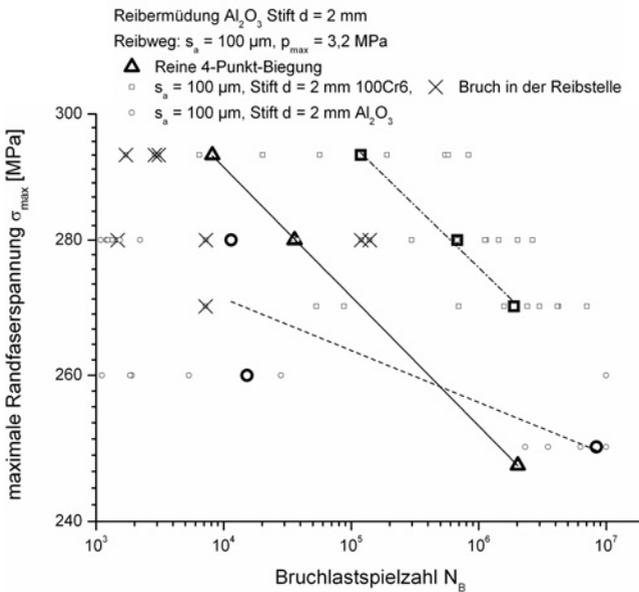


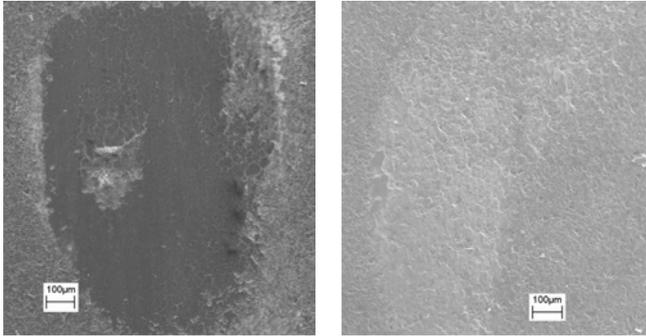
Abbildung 5.7: Variation der Flächenpressung, Lebensdauerverhalten

chenpressung. Bei den Versuchen mit einem Stift aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$  als Reibkörper konnte eine leicht niedrigere Lebensdauer als bei der reinen Vier-Punkt Biegung festgestellt werden. Alle Proben bei dieser Versuchsführung brachen im Reibkontakt, somit bringt die Reibung trotz der niedrigen Flächenpressung eine ausreichend hohe Schädigung in das Material ein um die Lebensdauer ab-

zusinken. Die einzelnen Messwerte streuen sehr stark - um bis zu vier Größenordnungen. Die Auswertung des niedrigsten Belastungsniveaus ergibt eine charakteristische Lebensdauer, welche etwas größer ist, als die bei reiner Vier-Punkt Biegung. Dabei ist aber zu beachten, dass nur eine relativ kleine Anzahl von Versuchen durchgeführt werden konnten und die einzelnen Versuche bei Erreichen der Grenzlastspielzahl von  $N = 10^7$  Zyklen abgebrochen werden. Die aus den Messwerten bei unterschiedlichen Lastniveaus abgeleitete Lebensdauerlinie für die Reibermüdungsversuche mit ein  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Stift als Reibkörper ergibt eine Kurve, welche in niedrigen Lebensdauerbereichen unterhalb der Lebensdauerlinie für die reine Vier-Punkt Biegung verläuft. Hin zu größeren Lebensdauern verläuft die Lebensdauerlinie oberhalb derer der reinen Vier-Punkt Biegung. Es ist davon auszugehen, dass es sich dabei um ein statistisches Artefakt handelt und bei einer größeren Anzahl von Versuchen sich auch bei der niedrigsten Belastung eine Lebensdauer unterhalb derer der Vier-Punkt Biegung einstellt. Bei der Paarung mit einem Reibkörper aus 100Cr6 konnten keine eindeutigen Ergebnisse erzielt werden. Die charakteristischen Lebensdauern liegen bei höheren Werten im Vergleich zu denen bei reiner Vier-Punkt Biegung und das trotz deutlich sichtbarer Korrosionsprodukten und polierten Bereichen auf der Probenoberfläche. Wertet man die Versuche getrennt für die Proben, welche im Reibkontakt versagt haben und Proben welche nicht im Reibkontakt versagt haben aus, so lässt sich feststellen, dass bei einem Versagen im Reibkontakt, die Lebensdauer deutlich geringer ist als bei reiner Vier-Punkt Biegung. Das Einbringen von Schädigung in der reibbeanspruchten Zone ist offensichtlich von den dort vorliegenden Verhältnissen abhängig. Wahrscheinlich muss eine hinreichend hohe Vorschädigung vorliegen, die dann durch die Reibermüdungsbeanspruchung aktiviert und verstärkt wird, so dass dann das Versagen von dieser Stelle aus schneller erfolgt und die Lebensdauer reduziert wird. Beim niedrigsten Belastungsniveau von  $\sigma_{max} = 230 \text{ MPa}$  bricht nur eine der untersuchten Proben im Reibkontakt. Diese zeigt aber auch die geringste Bruchlastspielzahl. Daraus kann geschlossen werden, dass die Wahrscheinlichkeit, dass durch die zusätzliche Reibbeanspruchung eine Fehlstelle aktiviert und/oder die Schädigungsentwicklung beschleunigt wird, abnimmt. Diese Kombination, welche nur eine sehr geringe Schädigung durch die Reibbeanspruchung in das Material einbringt beschreibt den Bereich, in welchem der Übergang zwischen Reibermüdung und

zyklischer Ermüdung vorliegt. Die Reibbeanspruchung kann zum Versagen führen, muss jedoch nicht zwingend.

Abbildung 5.8 zeigt Aufnahmen der Oberflächen von mit verschiedenen Reib-



(a) Reibkörper aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , Oberfläche  
(b) Reibkörper aus 100Cr6, Oberfläche

Abbildung 5.8: geschädigte Oberflächen nach Reibbeanspruchung mit unterschiedlichen Reibkörpern, mit  $s_a = 100 \mu\text{m}$ , nach  $N_{fr} = 10^6$  Reibzyklen

körpern beanspruchten Proben nach einer Beanspruchungsdauer von  $N_{fr} = 10^6$  Reibzyklen. Im Abbildungsteil a) ist die Oberfläche nach der Beanspruchung mit einem Reibkörper aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$  zu sehen. Trotz der niedrigen Flächenpressung kommt es zu einer Polierschädigung der Oberfläche über den gesamten geriebenen Bereich. Die Rauheitshügel werden größtenteils abgetragen, es bleibt nur einer kleiner Teil in der Mitte, welcher noch nicht eingeglättet wurde über. Im polierten Bereich hat sich bereits ein umfangreiches Rissnetzwerk ausgebildet, es wurde jedoch noch kein Material in Form von größeren Kornagglomeraten aus der Oberfläche herausgelöst, dass wirksamer Abtrag quantifiziert werden kann. Trotz der deutlich sichtbaren Schädigung mit der Ausbildung von Rissen, reichte diese nicht aus um bei Festigkeitsmessungen Versagen an diesen Stellen zu begünstigen. Bei zusätzlicher zyklischer Beanspruchung hat die zusätzliche Schädigung durch den Reibkörper zu einer leicht geänderten Lebensdauerlinie geführt. Abbildungsteil b) zeigt die Oberfläche nach der Reibbeanspruchung

mit einem Reibkörper aus 100Cr6. Die Oberfläche weist nahezu keine Schädigung auf. Die Rauheitshügel der Probe werden leicht „angeschliffen“ jedoch nicht vollständig eingeglättet. Es findet ein leichter Übertrag des metallischen Materials auf den Reibkontakt statt, welcher als rot-braune Oxidschicht zurück bleibt. Die Dicke der Oxidschicht ist nicht quantifizierbar und im elektronenmikroskopischen Bild auch nicht mehr zu erkennen. Die geringe Schädigung der Oberfläche reicht nicht aus um durch rein reibende Beanspruchung Versagen zu begünstigen. Bei überlagerter zyklischer Belastung kann die Oberflächenschädigung jedoch zu einer Verminderung der Lebensdauer führen.

#### 5.1.4. Variation der Reibgeschwindigkeit

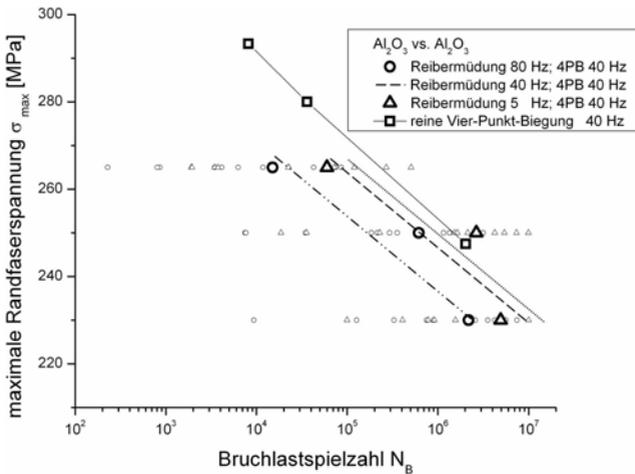


Abbildung 5.9: Variation der Reibgeschwindigkeit, Lebensdauerverhalten

Abbildung 5.9 zeigt die Ergebnisse den Versuchsreihen mit unterschiedlichen Reibgeschwindigkeiten. Hierzu wurde bei konstanter Frequenz der Vier-Punkt Biegebeanspruchung ( $f = 40$  Hz) die Frequenz der Reibbeanspruchung auf  $f = 80$  Hz erhöht bzw. auf  $f = 5$  Hz abgesenkt. Die zum Vergleich herangezogenen Ergebnisse von Schalk <sup>[69]</sup>, bei denen die Reibbeanspruchung mit  $f = 40$  Hz

aufgeprägt wurde, wurden allerdings mit Proben aus einer anderen Herstellungsladung durchgeführt. Diese Ladung zeigt generell niedrigere Lebensdauern, sowie eine geringere Festigkeiten und höhere Streuungen. Daher wurde ein Lasthorizont der Ergebnisse von Schalk erneut gemessen und unter Annahme, dass sich die Steigung der Lebensdauerlinie nicht verändert, die von Schalk ermittelte Lebensdauerlinie in diesen Punkt verschoben. Damit ergibt sich für die Versuche mit erhöhter Reibgeschwindigkeit ( $f = 80$  Hz) eine leicht niedrigere Lebensdauer als bei der Reibermüdungsbeanspruchung mit gleicher Frequenz wie die der Vier-Punkt Biegebeanspruchung. Die Lebensdauern liegen unterhalb der Lebensdauern der reinen Vier-Punkt Biegung und stellen sich auch hier als Parallelverschiebung der Lebensdauerlinien dar.

Bei den Versuchen, bei denen die Reibbeanspruchung mit  $f = 5$  Hz aufgeprägt wurde, ist ebenfalls eine Lebensdauerabsenkung gegenüber der reinen Vier-Punkt Biegung zu sehen. Gegenüber den Lebensdauern mit höheren Reibgeschwindigkeiten ist die Lebensdauer jedoch merklich größer. Offensichtlich nimmt mit abnehmender Frequenz der Reibbeanspruchung die Beschleunigung der Schädigungsentwicklung durch die Reibbeanspruchung ab, so dass höhere Lebensdauern auftreten.

5.1.5. Hochtemperaturreibermüdung

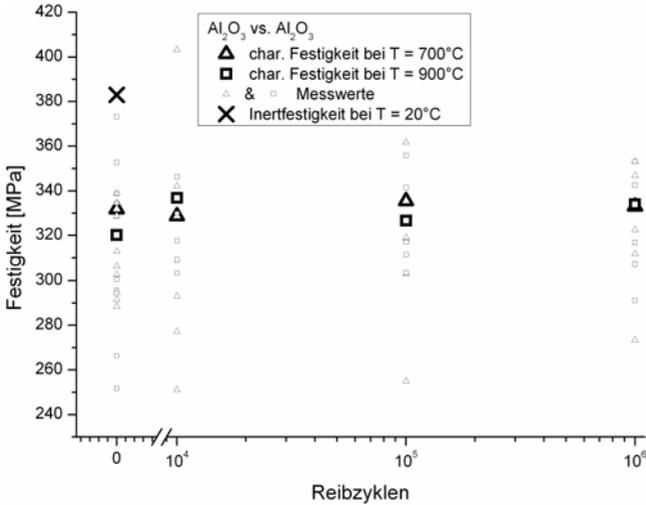


Abbildung 5.10: Hochtemperaturreibermüdung, Restfestigkeiten

Abbildung 5.10 zeigt die Ergebnisse der Restfestigkeitsmessungen an Proben aus Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, die zuvor mit einer unterschiedlichen Anzahl von Reibzyklen belastet wurden, bei erhöhten Temperaturen von T = 700 °C und T = 900 °C im Vergleich zur Inertfestigkeit und den Festigkeiten bei erhöhter Temperatur ohne vorhergehender Reibbeanspruchung. Bereits die Festigkeit des ungeschädigten Materials ist sowohl bei T = 700 °C, als auch bei T = 900 °C deutlich geringer als bei Raumtemperatur. Die Einzelmesswerte der Festigkeitsmessungen nach einer Reibbeanspruchung streuen relativ stark. Die Streubereiche überlappen sich mit dem nicht eingezeichneten Streubereich der Inertfestigkeit. Die vor der Festigkeitsmessung reibbeanspruchten Proben brechen bei keiner der beiden untersuchten Temperaturen im Reibkontakt. Damit lässt sich auch erklären, warum die Festigkeit trotz Zunahme der Reibzyklen nicht abnimmt. Die stellenweise leicht höheren charakteristischen Festigkeiten sind auf die sehr geringe Anzahl von Versuchen zurückzuführen. Bei den Versuchsreihen mit unter-



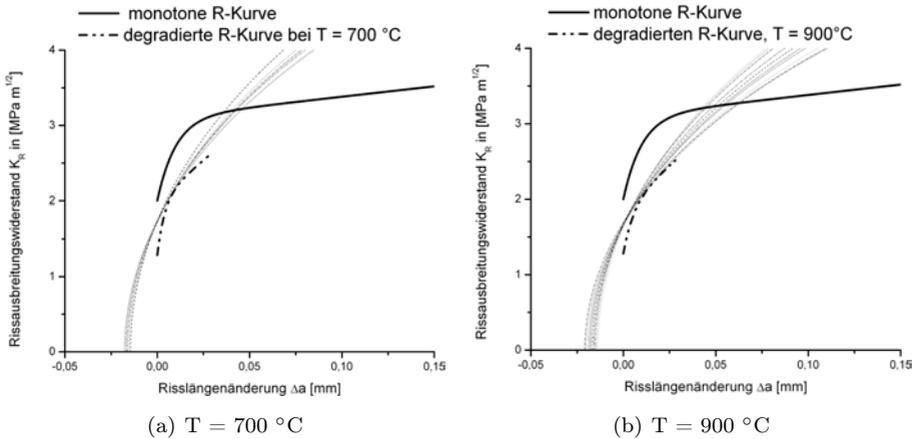


Abbildung 5.12: degradierte hochtemperatur R-Kurven

die einhüllenden K-Kurven zusammen mit der monotonen R-Kurve bei Raumtemperatur. Der wesentliche Anteil der Verstärkungselemente ist bereits bei  $T = 700\text{ }^\circ\text{C}$  in seiner Wirksamkeit eingeschränkt. Eine weitere Erhöhung der Temperatur auf  $T = 900\text{ }^\circ\text{C}$  senkt den Verlauf der R-Kurve zwar noch einmal ab, jedoch in deutlich geringerem Maße, als die Absenkung der Kurve durch die Erhöhung der Versuchstemperatur von Raumtemperatur auf  $T = 700\text{ }^\circ\text{C}$  bewirkt hat. Aufgrund der starken Beeinträchtigung der Verstärkungselemente durch die erhöhte Temperatur und die Möglichkeit, dass unter Umständen durch die Reibbeanspruchung eingebrachte Fehler aufgrund der hohen Temperaturen wieder beseitigt werden können, ist ein Einfluss der Reibbeanspruchung auf die Festigkeit nicht gegeben. Aufgrund der geänderten R-Kurve ist ein zyklischer Ermüdungseffekt auch unter Reibermüdungsbeanspruchung nicht zu erwarten. Nejma [79] ermittelte ebenfalls bei hohen Temperaturen und zyklischer Beanspruchung keinen ausgeprägten Ermüdungseffekt, da die Bruchlastspielzahlen der von ihm getesteten Proben um sechs Größenordnungen streuen und somit zu sehr geringen Weibullmoduln führen.

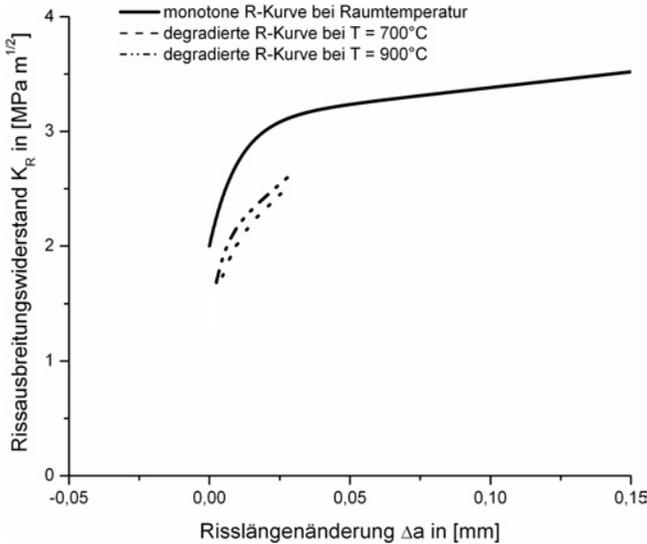


Abbildung 5.13: degradierte Hochtemperatur R-Kurven

## 5.2. Ergebnisse mit Probenmaterial aus $\text{Si}_3\text{N}_4$ SL200BG

### 5.2.1. Variation des Reibweges

Abbildung 5.14 zeigt Restfestigkeitskennwerte reibbeanspruchter Proben aus Siliziumnitrid. Werte bei null Reibzyklen zeigen die Inertfestigkeit. Die charakteristische Festigkeit wurde aus 15 Proben zu  $\sigma = 1044 \text{ MPa}$  <sup>[31, 107]</sup> bestimmt. Als Dreiecke sind die Versuche mit einer Reibwegsamplitude von  $s_a = 10 \text{ }\mu\text{m}$  und einer Kugel mit  $\varnothing = 15 \text{ mm}$  als Reibkörper eingetragen. Die Restfestigkeit nach  $N_{fr} = 10^4$  Reibzyklen ist bereits niedriger als die Inertfestigkeit des Grundmaterials. Die Ergebnisse streuen jedoch sehr stark und somit überlappen sich die Streubänder der einzelnen Versuchsreihen. Nach  $N_{fr} = 10^5$  Reibzyklen sinkt die Restfestigkeit weiter leicht ab und die Streuung ist deutlich geringer, sodass sich die auftretenden Streubänder nicht mehr mit denen der Inertfestigkeit überschneiden. Nach  $N_{fr} = 10^6$  Reibzyklen ist die Restfestigkeit deutlich niedriger als die Inertfestigkeit des ungeschädigten Materials, gleichzeitig ver-

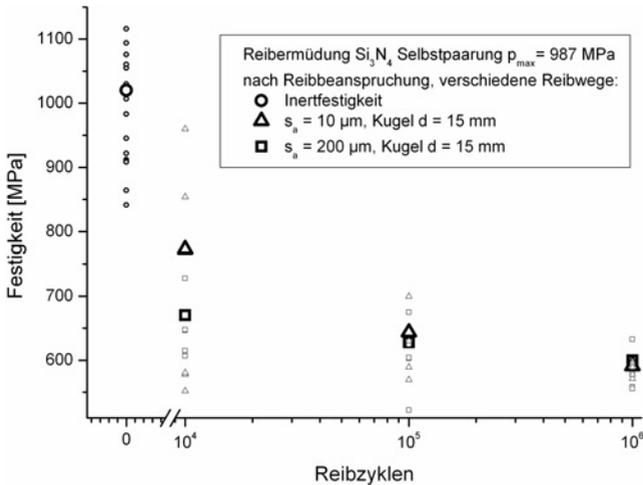


Abbildung 5.14: Variation des Reibweges, Restfestigkeit

ringert sich der Streubereich der Messwerte deutlich.

Die Versuche mit einer Reibwegsamplitude von  $s_a = 200 \mu\text{m}$  und einer Kugel mit  $\varnothing = 15 \text{ mm}$  als Reibkörper sind als Quadrate dargestellt. Bei diesen Versuchen ist die Restfestigkeit bereits nach  $N_{fr} = 10^4$  Reibzyklen deutlich geringer als die Inertfestigkeit des Grundmaterials. Die Streubereiche der einzelnen Messreihen überlappen sich nicht. Mit zunehmender Anzahl der Reibzyklen sinkt die Festigkeit nur noch leicht ab. Der Hauptfestigkeitsabfall erfolgt in den ersten  $N_{fr} = 10^4$  Reibzyklen. Nach  $N_{fr} = 10^6$  Reibzyklen ist der Streubereich der Messwerte für keramisches Probenmaterial sehr klein.

In Abbildung 5.15 sind Lebensdauerlinien aus Versuchen mit unterschiedlichen Reibwegen im Vergleich zur Lebensdauerlinie bei reiner zyklischer Beanspruchung von Schalk [69, 107] aufgetragen. Der Werkstoff zeigt bei reiner Ermüdungsbeanspruchung einen schwach ausgeprägten Ermüdungseffekt, welcher von Schwind [31] auch nachgewiesen wurde.

Bereits bei zyklischen Versuchen mit einer Reibwegsamplitude von  $s_a = 10 \mu\text{m}$  ist eine deutliche Abnahme der Lebensdauer gegenüber den nur zyklisch beanspruchten Proben zu sehen. Im Bereich der kurzen Lebensdauern sind die

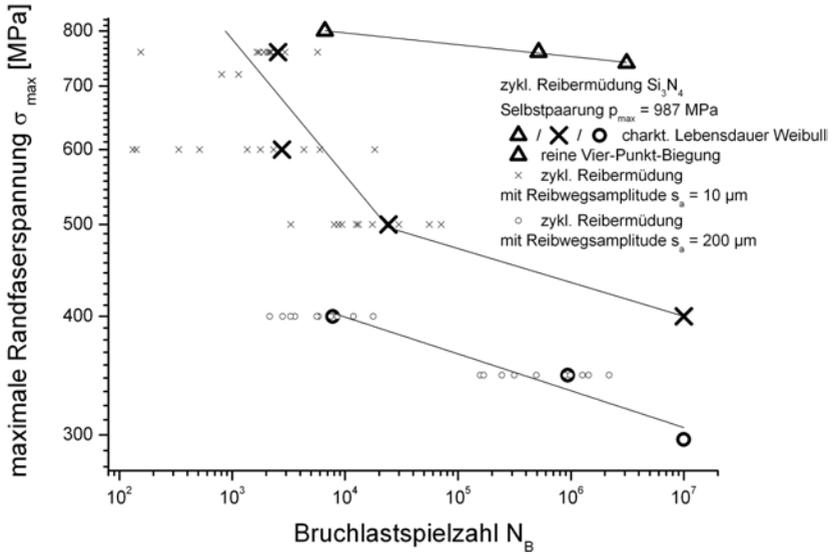
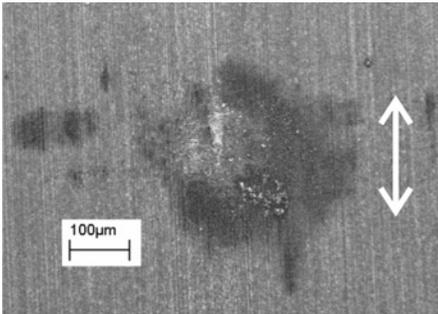


Abbildung 5.15: Variation des Reibweges, Lebensdauerverhalten

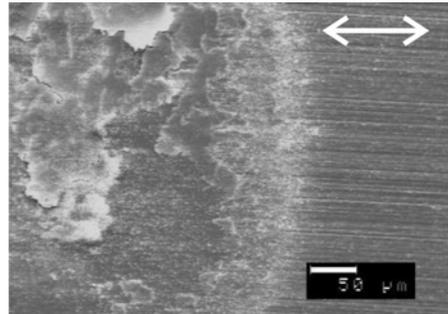
ertragbaren Lasten relativ hoch und sehr nah der ertragbaren Lasten der reinen Vier-Punkt Biegung. Eine Absenkung der Last führt zunächst zu einer nur leichten Erhöhung der Lebensdauer, sichtbar durch Überlappung der Streubereiche, wie die beiden Lebensdauerpunkte bei  $\sigma_{max} = 780 \text{ MPa}$  und  $\sigma_{max} = 600 \text{ MPa}$  zeigen. Erst bei deutlich abgesenkter Last nehmen die Lebensdauern zu. In den Bereichen stärker erhöhter Lebensdauern beträgt die ertragbare Last nur noch ca. 60 % der maximalen Last reiner Vier-Punkt Biegung. Bei einer weiteren Absenkung der Last erreichen alle Proben die Grenzlastspielzahl von  $N = 10^7$  Zyklen. Die Lebensdauerlinie beschreibt somit im LCF Bereich eine starke Absenkung der maximal ertragbaren Last in einem schmalen Lebensdauerbereich und geht dann in einen Bereich über, der eine Parallelverschiebung der Lebensdauerlinie der reinen Vier-Punkt Biegung darstellt. Bei den Versuchen mit einer Reibwegesamplitude von  $s_a = 200 \mu\text{m}$  ist eine weitere Reduzierung der Lebensdauer festzustellen. Die Lebensdauerreduzierung gegenüber den Versuchen mit einer Reibwegesamplitude von  $s_a = 10 \mu\text{m}$  beträgt etwa 25 %. Gegenüber der

Lebensdauer der rein zyklisch beanspruchten Proben ist eine Lebensdauerreduzierung von etwa 50 % festzustellen. Im niedrigsten Lasthorizont erreichen alle getesteten Proben die Grenzlastspielzahl von  $N = 10^7$  Lastwechseln. Die eingezeichnete Ausgleichsgerade beschreibt eine Parallelverschiebung der Lebensdauerlinie der reinen Vier-Punkt Biegung.

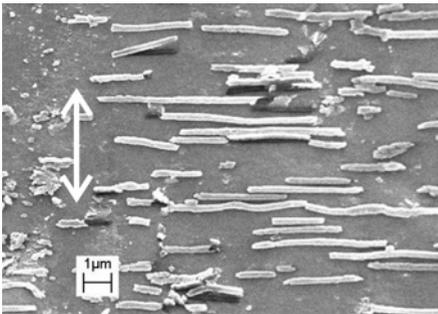
Abbildung 5.16 zeigt drei Abbildungen von durch Reibkörper mit verschie-



(a)  $s_a = 10 \mu\text{m}$ ,  $N_{fr} = 10^5$  Reibzyklen



(b)  $s_a = 200 \mu\text{m}$ ,  $N_{fr} = 10^5$  Reibzyklen



(c)  $s_a = 10 \mu\text{m}$ ,  $N_{fr} = 10^5$  Reibzyklen gerollte Glasphase

Abbildung 5.16: geschädigte Oberfläche nach Reibbeanspruchung mit verschiedenen Reibwegsamplituden

denen Reibwegsamplituden geschädigten Oberflächen. Die weißen Pfeile geben die Bewegungsrichtung des Reibkörpers an. Bei einer Reibwegsamplitude von

$s_a = 10 \mu\text{m}$  ist das optische Schadensbild vorhanden, jedoch sehr schwach ausgeprägt. Ein Volumenabtrag von Material aus der Probe heraus kann nicht festgestellt und quantifiziert werden. Die Schädigung auf der Probe stellt sich als eine Art „Schatten“ mit leicht geschädigtem Bereich in der Mitte dar. In großen Teilen der Reibstelle sind die Schleifriefen der Hartbearbeitung noch zu sehen. Es wird weniger Material abgetragen als die Oberflächenrauheiten Tiefe vorweisen. Die Schädigung durch Kerbbildung oder Materialaustrag aus der Oberfläche kann folglich nicht gegeben sein, trotzdem sinkt sowohl die Restfestigkeit, als auch die Lebensdauerlinie nach  $N_{fr} = 10^5$  Zyklen deutlich gegenüber den Kennwerten ungeschädigten Materials. Die Schädigung muss somit zu großen Teilen in der Tiefe des Materials stattfinden. Abbildungsteil c) zeigt eine Detailansicht im geriebenen Bereich. Es können „stängelige Objekte“ in der Reibfläche festgestellt werden. Dabei wird es sich mit hoher Wahrscheinlichkeit um eine hydrolysierte glasartige Phase handeln, die sich durch die reversierende Bewegung des Reibkörpers und die damit eingebrachte Energie in Verbindung mit Wasser aus der Luft gebildet hat. Dieses Reaktionsprodukt ist aufgrund der geringen Schädigung in der Oberfläche zurück geblieben und gut sichtbar.

Abbildungsteil b) zeigt einen Ausschnitt aus dem geschädigten Bereich bei einer Reibwegsamplitude von  $s_a = 200 \mu\text{m}$  nach  $N_{fr} = 10^5$  Reibzyklen. Die Aufnahme zeigten den Wendepunkt des Reibkörpers. Es wird durch den größeren Reibweg Material aus der Oberfläche herausgelöst und schichtweise abgetragen. In der Lauffläche des Reibkörpers lösen sich „Chips“ von Material ab, welche nach mehrmaligem Überschreiten des Reibkörpers abplatzen und aus der Oberfläche herausgelöst werden. Im Wendepunkt bildet sich ein Bereich in dem die „Chipbildung“ nur schwach zu beobachten ist, allerdings ist auch hier eine Schädigung gegenüber dem unbeanspruchten Bereich festzustellen. Im Reibbereich sind keine Spuren der Hartbearbeitung mehr zu sehen, die Grundrauheitshügel werden vollständig abgetragen. Trotz der deutlich stärkeren optischen Schädigung liegen die Festigkeitswerte nach  $N_{fr} = 10^6$  Reibzyklen nicht unter denen der Festigkeitswerte bei Beanspruchung mit einer Reibwegsamplitude von  $s_a = 10 \mu\text{m}$  und die Lebensdauer, im Verhältnis zur Lebensdauer unter rein zyklischer Beanspruchung, nur leicht unterhalb der Lebensdauer mit der geringeren Reibwegsamplitude. Auch hier scheint die wesentliche Schädigung im Inneren des Probenmaterials stattzufinden.

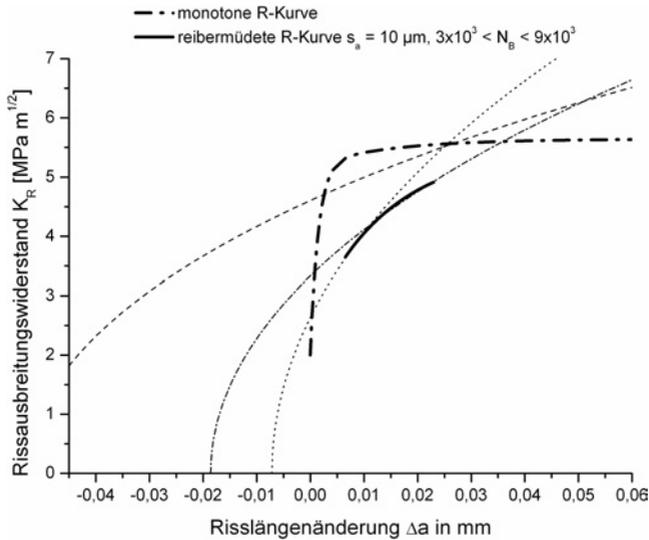


Abbildung 5.17: degradierte R-Kurve Reibbeanspruchung mit  $s_a = 10 \mu\text{m}$ ,  $N_B = 10^4$  Zyklen

Abbildung 5.17 zeigt eine durch Reibermüdung degradierte R-Kurve, ermittelt mit einer Reibwegamplitude von  $s_a = 10 \mu\text{m}$ , im Vergleich zur monotonen R-Kurve von Siliziumnitrid. Entsprechend den Ergebnissen der zyklischen Reibermüdungsbeanspruchung (Abbildung 5.15) ist ein stärkerer Ermüdungseffekt als bei rein zyklischer Beanspruchung zu erwarten. Schwind hat in <sup>[31]</sup> bereits gezeigt, dass Siliziumnitrid über einen ausgeprägten zyklischen Ermüdungseffekt verfügt, siehe dazu auch Kapitel 2.2.3. Der Startwert zur Beschreibung der degradierten R-Kurve wird zu  $K_{I0} = 2,0$  angenommen und der sich damit ergebende Übergangsbereich ist deutlich weniger stark ausgeprägt als die monotone R-Kurve, sowie zu deutlich größeren Rissverlängerungen verschoben. Trotz der geringen Anzahl an aufgeprägten Zyklen von  $N_B \lesssim 10^4$  Zyklen ist bereits eine deutliche Änderung des R-Kurvenverlaufes eingetreten.

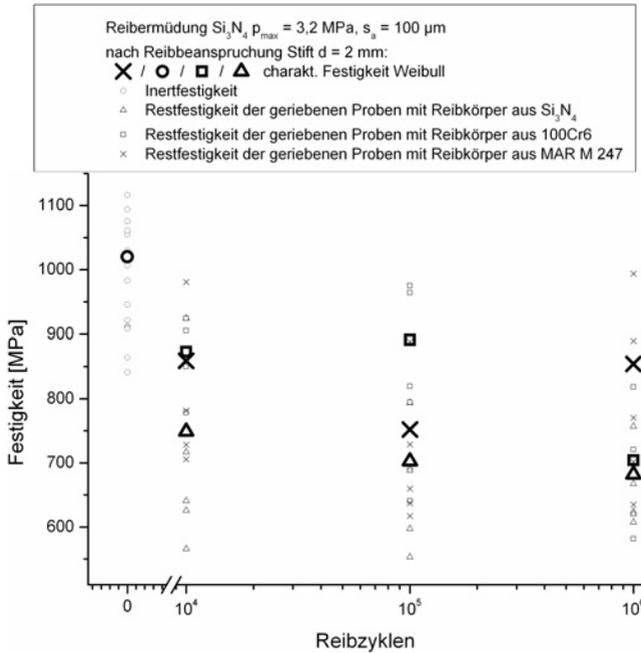


Abbildung 5.18: Variation der Flächenpressung, Restfestigkeit

### 5.2.2. Variation der Flächenpressung

In Abbildung 5.18 sind Restfestigkeitsmessungen nach Versuchen mit einem Stift mit Durchmesser  $\varnothing = 2 \text{ mm}$  als Reibkörper nach unterschiedlichen Reibzyklen dargestellt. Ebenfalls eingetragen sind Inertfestigkeitsmessungen an nicht reibbeanspruchten Proben. Trotz der gegenüber den Versuchen mit Kugeln als Reibkörper deutlich niedrigeren Flächenpressung, tritt in der Selbstpaarung  $\text{Si}_3\text{N}_4$  gegen  $\text{Si}_3\text{N}_4$  eine relativ starke Schädigung auf. Bereits nach  $N_{fr} = 10^4$  Reibzyklen ist die Festigkeit gegenüber der Inertfestigkeit deutlich abgesenkt und nur einzelne Messwerte reichen in den Streubereich der Inertfestigkeitsmessungen hinein. Mit weiterer Zunahme der Reibzyklen sinkt die Festigkeit noch leicht weiter ab. Ab  $N_{fr} = 10^5$  aufgebrachtten Reibzyklen liegt der Streubereich

der Messwerte außerhalb des Streubereiches der Inertfestigkeitsmessungen. Bei  $N_{fr} = 10^6$  Reibzyklen ist die Festigkeit noch einmal leicht niedriger und die Streuung wird etwas kleiner. Die Festigkeiten liegen hier etwas über den Festigkeiten der Reiberermüdung mit Kugeln als Reibkörpern (Abbildung 5.14).

Bei Reibbeanspruchung mit einem Stift aus der Nickelbasislegierung MAR M 247 kann eine leichte Schädigung und Absenkung der Festigkeit gegenüber den Inertfestigkeitsmessungen ermittelt werden. Der größte Teil der getesteten Proben bricht im Reibkontakt, allerdings streuen die Einzelmesswerte sehr stark und deutlich in den Bereich der Inertfestigkeitsmessungen hinein. Aufgrund der starken Streuung variieren die charakteristischen Festigkeiten. Über alle getesteten Proben kann jedoch festgestellt werden, dass der wesentliche Festigkeitsabbau innerhalb der ersten  $N_{fr} = 10^4$  Reibzyklen erfolgt und danach mit weiterer Zunahme der Reibzyklen kein weiterer Abbau der Festigkeit erfolgt.

Bei der Verwendung eines gehärteten Stahlstiftes aus 100Cr6 hingegen konnte kein eindeutiger Festigkeitsabbau festgestellt werden. Trotz einer sichtbaren Oberflächenveränderung der reibbeanspruchten Proben in Form von Korrosionsprodukten und polierten Bereichen, brechen die Proben bei den Festigkeitstests nicht alle im geriebenen Bereich. Die starken Schwankungen der charakteristischen Festigkeit nach Weibull sind durch relativ kleine Anzahl von Einzelversuchen zu erklären. In einer Versuchsreihe konnten jeweils nur fünf Proben getestet wurden.

Bei der zyklischen Versuchsführung bei einer durch die Verwendung eines Stiftes mit Durchmesser  $\varnothing = 2$  mm reduzierten Flächenpressung nimmt die Lebensdauer im Vergleich zu der reinen Vier-Punkt Biegebeanspruchung ab. Bei einem Reibkörper aus  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ist die Lebensdauer durch die Reiberermüdungsbeanspruchung sehr stark abgesenkt und die Lebensdauerlinie verläuft etwas steiler. Offensichtlich werden die Proben trotz der sehr viel niedrigeren Flächenpressung relativ stark geschädigt, sodass, wie auch bei den Festigkeitsmessungen, alle getesteten Proben im Reibkontakt versagen.

Tests der zyklischen Reiberermüdung mit einem Reibkörper aus MAR M 247 führen zu einer deutlich abgesenkten Lebensdauer gegenüber der reinen Vier-Punkt Biegung mit ähnlicher Steigung der Lebensdauerlinie. Die Lebensdauerlinie verläuft oberhalb derer der in Selbstpaarung getesteten Proben. Bei der niedrigsten Belastungshöhe streuen die einzelnen Messwerte über vier Größen-

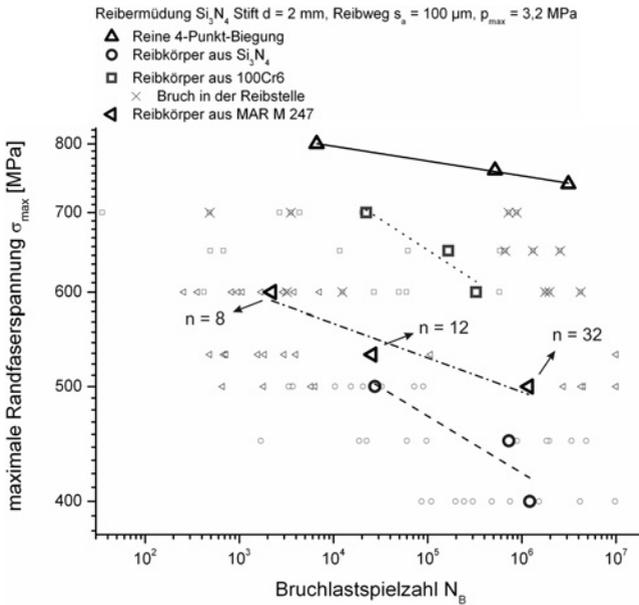


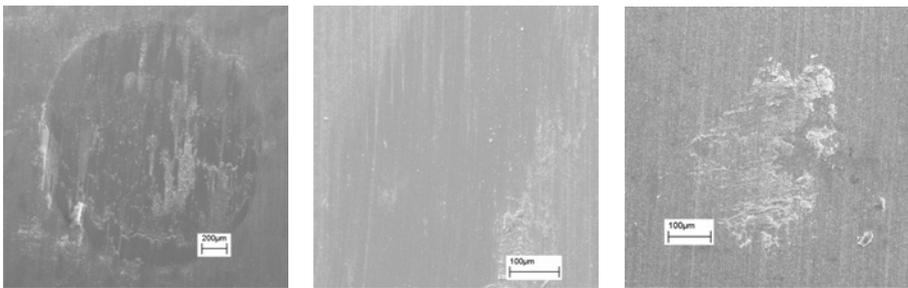
Abbildung 5.19: Variation der Flächenpressung, Lebensdauern

ordnungen, was zwar zu einer längeren charakteristischen Lebensdauer im Vergleich zur Selbstpaarung führt, jedoch den Streubereich der bei Selbstpaarung und dieser Belastungshöhe ermittelten Messwerte vollständig überdeckt. Trotz der vermeintlich großen Streuungen bei der niedrigsten Belastungshöhe lässt sich aus den ermittelten Rissausbreitungsexponenten für die einzelnen Belastungshöhen bereits ableiten, dass ein zyklischer Ermüdungseffekt vorliegt. Die Exponenten werden für die einzelnen Belastungshöhen zu  $n = 8$ ,  $n = 12$  und  $n = 32$  bestimmt. Ein Zusammenfassen auf eine Belastungshöhe ergibt einen Rissausbreitungsexponenten von  $n_{\text{gepoolt}} = 16$ . Die Tatsache, dass ein zyklischer Ermüdungseffekt vorliegt, wird ebenfalls vom aus der Steigung der Lebensdauer ermittelten Rissausbreitungsexponenten zu  $n_L = 34,7$  unterstützt.

Die Versuche mit einem Reibkörper aus gehärtetem 100Cr6 zeigen ebenfalls niedrigere Lebensdauern als die der reinen Vier-Punkt Biegung. Die Lebensdauerabsenkung ist jedoch nicht so stark ausgeprägt wie bei der Selbstpaarung.

Einige der Proben brechen nicht im Reibkontakt, diese liegen vermehrt bei kurzen Lebensdauern, sodass die eingebrachte Schädigung durch den metallischen Reibkörper nicht ausreichend hoch ist, obwohl auf allen Proben Spuren in Form von korrosivem Abrieb, bzw. eine polierte Probenoberfläche zu sehen ist. Die Lebensdauerlinie verläuft ebenfalls komplett unterhalb der Lebensdauerlinie der reinen Vier-Punkt Biegung und verläuft ebenfalls etwas steiler.

Abbildung 5.20 zeigt die geschädigten Oberflächen der mit verschiedenen stift-



(a) Reibkörper aus  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ,  
 $N_{fr} = 10^4$  Reibzyklen

(b) Reibkörper aus 100Cr6,  
 $N_{fr} = 10^4$  Reibzyklen

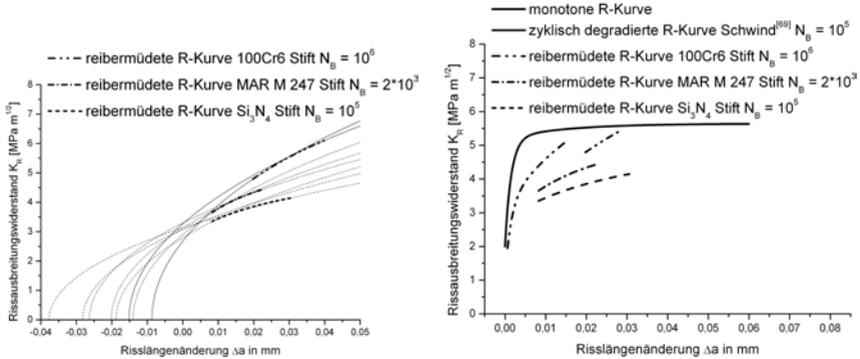
(c) Reibkörper aus MAR M  
247,  $N_{fr} = 10^4$  Reibzyklen

Abbildung 5.20: geschädigte Oberfläche nach Reibbeanspruchung mit verschiedenen Reibkörpern

förmigen Reibkörpern beanspruchten Proben nach einer Reibbeanspruchungsdauer von  $N_{fr} = 10^4$  Reibzyklen. Im Abbildungsteil a) ist die geschädigte Oberfläche nach der, dem Festigkeitsabbau und der verminderten Lebensdauer nach, stärksten Reibbeanspruchung zu sehen. Der Reibkörper aus  $\text{Si}_3\text{N}_4$  trägt Material aus der Oberfläche ab. Die Schleifriefen der Hartbearbeitung sind nicht mehr zu sehen, somit wird die Oberfläche deutlich geschädigt. Im geriebenen Bereich bilden sich Rissnetzwerke, über welche Materialflocken herausgelöst werden können. Die Oberfläche ist zwar deutlich geschädigt, allerdings ist eine Quantifizierung der Abtragstiefe nicht möglich, da dafür zu wenig Material abgetragen wird. Im Abbildungsteil b) sieht man die geschädigte Oberfläche nach der Reibbeanspruchung mit einem Reibkörper aus 100Cr6. Bei direkter Betrachtung der Probe konnte festgestellt werden, dass sich rotes Oxidationsprodukt auf der

Oberfläche abgelegt hat. Nach reinigen mit Alkohol im Ultraschallbad war außer einem leichten roten Schatten sämtliche Oxidationsprodukte entfernt. Auf der elektronenmikroskopischen Aufnahmen erkennt man, dass die Oberfläche bei weitem nicht so stark geschädigt wird, wie bei der Beanspruchung mit einem Reibkörper aus  $\text{Si}_3\text{N}_4$  oder MAR M 247. Es wird kaum Material aus der Oberfläche abgetragen und nur im mittleren geriebenen Bereich sind die Hartbearbeitungsspuren abgetragen bzw. auspoliert. An den Rändern ist die optische Schädigung zu gering und nicht einmal so tief wie die Schleifriefen. Eine Schädigung in die Tiefe des Materials kann aufgrund der schwach gesenkten Festigkeit gegenüber den Inertfestigkeitsmessungen und vielen Proben, welche nicht im Reibkontakt gebrochen sind, ausgeschlossen werden. Abbildungsteil c) zeigt den geriebenen Bereich nach der Beanspruchung mit einem Reibkörper aus MAR M 247, der Festigkeit und Lebensdauer nach, einer Schädigungsstärke zwischen Beanspruchung mit Reibkörper aus  $\text{Si}_3\text{N}_4$  und 100Cr6. Entsprechend den Festigkeiten und Lebensdauern zeigt sich auch das optische Schädigungsbild zwischen den beiden anderen Beanspruchungsarten. Im geriebenen Bereich ist eine deutliche Schädigung erkennbar, jedoch ist die Schädigung bei weitem nicht so ausgeprägt wie bei der Beanspruchung mit einem Reibkörper aus  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , allerdings deutlich ausgeprägter als bei der Beanspruchung mit gehärtetem 100Cr6. Es findet ebenso wie bei 100Cr6 nicht nur ein Abtrag von Material aus der Oberfläche, sondern auch ein Auftrag von Reibkörpermaterial auf die Probenoberfläche statt. In Teilen des geriebenen Bereichs werden die Schleifriefen der Hartbearbeitung abgetragen. Aufgrund der leicht gesenkten Festigkeit und der deutlich geringeren Lebensdauer gegenüber der getesteten Proben ohne Reibbeanspruchung muss durch den MAR M 247 Reibkörper eine ausreichend große Schädigung eingebracht werden. Es ist folglich davon auszugehen, dass ein nicht geringer Teil der Schädigung durch Rissverlängerung in die Probentiefe hinein erfolgt.

In Abbildung 5.21 sind einhüllende K-Kurven und sich daraus ergebende R-Kurven zu sehen. Im Abbildungsteil a) sind die zu den jeweiligen Reibkörpern ermittelten K- und R-Kurven dargestellt, im Abbildungsteil b) sind ausschließlich die R-Kurven, zusammen mit der monotonen R-Kurve von Fünfschilling <sup>[13]</sup> und einer zyklisch degradierten R-Kurve von Schwind <sup>[31]</sup> nach  $N_B = 10^5$  Zyklen dargestellt. Die zyklisch reibermüdete R-Kurve der Selbstpaarung mit  $\text{Si}_3\text{N}_4$



(a) K-Kurven und sich daraus ergebende, einhüllende R-Kurven

(b) verschiedene R-Kurven

Abbildung 5.21: degradierte R-Kurven nach Reibermüdungsbeanspruchung

wurde ebenfalls nach  $N_B = 10^5$  Zyklen ermittelt und zeigt, wie bereits durch die abgesenkte Lebensdauer zu erwarten, einen deutlich flacheren Verlauf, als die rein zyklisch ermüdete R-Kurve. Bei den verwendeten metallischen Reibkörpern unterscheiden sich die Verläufe der R-Kurven zum einen durch die unterschiedliche Schädigung, zum anderen dadurch, dass sie für unterschiedliche Bruchlastspielzahlen ermittelt wurden. Die zyklische degradierte R-Kurve bei der Verwendung des Reibkörpers aus MAR M 247 wurde nach  $N_B = 2.000$  Zyklen ermittelt. Zur Bestimmung der Anfangsrisslänge wurde angenommen, dass bereits nach  $N_{fr} = 2.000$  Reibzyklen eine ähnliche Fehlerpopulation und Größe im Material vorhanden ist, wie nach  $N_{fr} = 10^4$  Reibzyklen und die Anfangsrisslängen somit gleich anzunehmen sind. Die ermittelte degradierte R-Kurve liegt in diesem Falle bereits unterhalb der rein zyklisch degradierten R-Kurve, trotz nur 1/50 der Lebensdauer. Die degradierte R-Kurve verläuft aber deutlich über jener, die in der Selbstpaarung ermittelt wurde. In der Verbindung mit einem metallischen Reibkörper aus 100Cr6 konnten die höchsten Belastungen realisiert werden, woraus auch der geringste Abbau von Verstärkungselementen durch die Reibbeanspruchung angenommen werden kann. Dies zeigt sich in der ermittelten degradierten R-Kurve, welche nach  $N_B = 10^6$  Zyklen ermittelt

wurde und sich vom Verlauf knapp unterhalb der rein zyklisch degradierten R-Kurve ansiedelt. Trotz der um eine Größenordnung höheren Belastungsdauer ist aufgrund der Lebensdauerlinie davon auszugehen, dass der weitere Abbau der Verstärkungselemente nicht ausschließlich durch die zyklische Beanspruchung erfolgt, sondern von der Reibbeanspruchung unterstützt wird.

### 5.2.3. Variation der Reibgeschwindigkeit, Variation des Lastverhältnisses

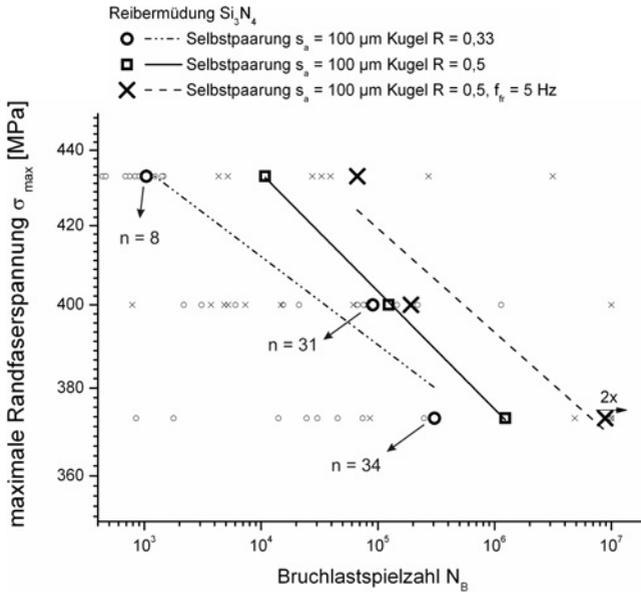


Abbildung 5.22: Variation der Reibgeschwindigkeit, Variation des Lastverhältnisses, Lebensdauerverhalten

Abbildung 5.22 zeigt die Ergebnisse aus der Variation der Reibgeschwindigkeit, sowie aus der Variation des Lastverhältnisses, jeweils im Vergleich zu entsprechenden Ergebnissen von Schalk <sup>[69]</sup>. Bei den Versuchen zur Variation der Reibgeschwindigkeit sind, im Gegensatz zu allen anderen Versuchen, Frequenz der Vier-Punkt Biegung und Frequenz der Reiberermüdung unterschiedlich. Die Vier-

Punkt Biegung wurde weiterhin mit ausreichend hoher Frequenz von  $f = 40$  Hz, um unterkritisches Risswachstum auszuschließen, durchgeführt und die Reibbeanspruchungsfrequenz auf  $f = 5$  Hz abgesenkt. Die erreichten Lebensdauern liegen höher als die Lebensdauern von Proben von Schalk <sup>[69]</sup>, welche mit gleichen Frequenzen vier-punkt biege- und reibbeansprucht wurden, aber immer noch deutlich unterhalb der Lebensdauern der zyklischen Vier-Punkt Biegung. Die Lebensdauerlinie kann in guter Näherung als Parallelverschiebung der Lebensdauerlinie von Schalk dargestellt werden. Bei ausreichend hoher Reibbeanspruchung hängt das Lebensdauerverhalten somit im Wesentlichen von der zyklischen Beanspruchung ab und wird von der Änderung der Geschwindigkeit der Reibbeanspruchung nur zu etwas kleineren, bzw. etwas größeren Lebensdauern verschoben.

Abbildung 5.22 zeigt ebenfalls die Lebensdauerlinien für Reibermüdungsversuche mit geändertem Lastverhältnis. Die Lebensdauerlinie mit dem kleineren Lastverhältnis von  $R = 0,33$ , somit der größeren Amplitude, verläuft unterhalb der Lebensdauerlinie bei größerem Lastverhältnis. Der Unterschied der Steigungen der Lebensdauerlinien und somit des Rissausbreitungsexponenten ist vernachlässigbar gering, sodass die Lebensdauern bei gleicher maximaler Belastungshöhe, bei größerer Schwingbreite, zu geringeren Lebensdauern verschoben sind. Trotz des sehr starken Einflusses der Reibbeanspruchung auf die Lebensdauer und der maximalen Belastungshöhe (vergleiche dazu auch Kapitel 5.2.1) bleibt eine deutliche Abhängigkeit vom Lastverhältnis bestehen. Wie auch bereits bei der Variation der Reibgeschwindigkeit ändert sich nur die Lebensdauer, in diesem Fall zu kleineren Lebensdauern, die Steigung der Lebensdauerlinie und somit der Rissausbreitungsexponent bleiben ähnlich.

Aufgrund der größeren Belastungsamplitude kommt es zu einem stärkeren Schließen des Risses, wodurch sich die Rissflanken in einem größeren Bereich berühren. Als Folge können die Rissflanken stärker geschädigt werden, wodurch es zu einer verringerten Lebensdauer kommt. Die Ermittlung der Rissausbreitungsexponenten weist ebenfalls deutlich auf das Vorhandensein eines zyklischen Ermüdungseffektes hin. Es werden für die einzelnen Belastungshöhen Exponenten zu  $n = 8$ ,  $n = 31$  und  $n = 34$  ermittelt. Der gepoolte Rissausbreitungsexponent, sowie der aus der Lebensdauerlinie ermittelte, belaufen sich auf  $n_{gepoolt} = 31$  und  $n_L = 42$ , welche ebenfalls beide auf zyklische Ermüdung hinweisen, wenn

auch bei  $n_L$  stark an der Grenze zum Übergang zur Möglichkeit eines statischen Ermüdungseffektes.

#### 5.2.4. Hochtemperaturreibermüdung

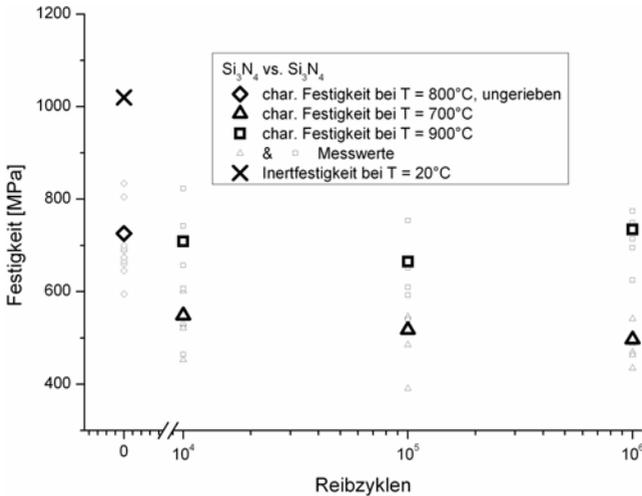


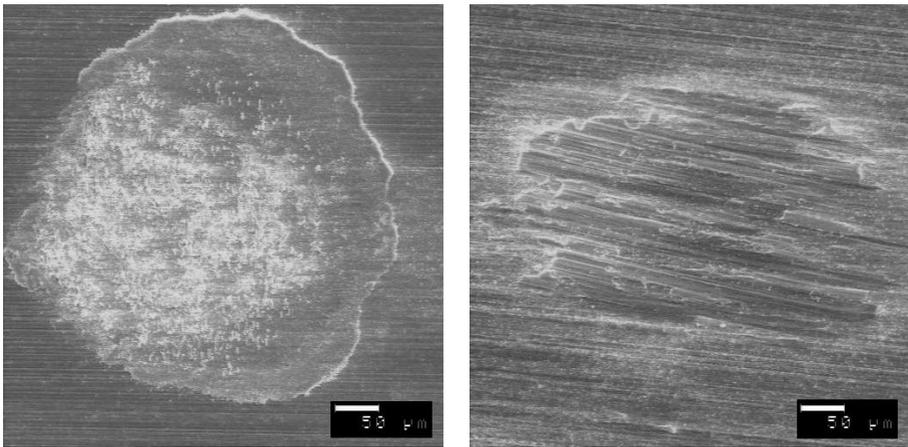
Abbildung 5.23: Hochtemperaturreibermüdung, Restfestigkeit

Abbildung 5.23 zeigt die Ergebnisse der Versuche zur statischen Reibermüdung mit Proben aus Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> bei erhöhten Temperaturen von T = 700 °C und 900 °C. Die Ergebnisse der ebenfalls eingetragenen Festigkeitsmessungen an nicht reibbeanspruchten Proben bei Raumtemperatur und bei T = 800 °C wurden von Schwind <sup>[31]</sup> durchgeführt. Bereits bei den Festigkeitsmessungen ohne Reibbeanspruchung ist zu sehen, dass die Festigkeit des Materials mit steigender Temperatur deutlich abnimmt. Die Ergebnisse bei T = 700 °C nach einer Reibbeanspruchung zeigen eine deutlich geringere Festigkeit als nicht reibbeanspruchte Proben bei hoher Temperatur. Alle Proben brechen im Reibkontakt. Die Schädigung, die durch das Reiben eingebracht wird, ist also bei T = 700 °C signifikant und versagensauslösend.

Bei T = 900 °C hingegen ist keine Festigkeitsabnahme gegenüber den nicht

reibbeanspruchten Proben festzustellen. Die Proben zeigen im Kontaktbereich auch eine deutlich geringere optische Veränderung der Probenoberfläche. Das Versagen geht auch nicht von der Reibkontaktfläche aus. Daraus folgt, dass bei  $T = 900\text{ °C}$  nur geringe bis keine Reibermüdungseffekte auftreten.

Abbildung 5.24 zeigt exemplarisch die geschädigten Oberflächen der reibbean-



(a)  $T = 700\text{ °C}$ ,  $N_{fr} = 10^4$  Reibzyklen

(b)  $T = 900\text{ °C}$ ,  $N_{fr} = 10^4$  Reibzyklen

Abbildung 5.24: geschädigte Oberfläche nach Hochtemperaturreibbeanspruchung

spruchten Proben. Im Abbildungsteil a), nach einer Temperaturbeanspruchung von  $T = 700\text{ °C}$  und einer Reibbeanspruchung von  $N_{fr} = 10^4$  Reibzyklen kann eine deutliche Schädigung der Oberfläche festgestellt werden. Es wird Material aus der Oberfläche herausgelöst und möglicherweise größtenteils duktile Glasphase, bleibt als körniger Rest in der Reibfläche. Durch die Schädigung der Oberfläche kann es auch zu einer Schädigung des darunterliegenden Materials kommen, wodurch die Restfestigkeit gegenüber der Hochtemperaturfestigkeit von Schwind <sup>[31]</sup> herabgesetzt wird. Im Abbildungsteil b) ist die geriebene Oberfläche nach einer Temperaturbeanspruchung von  $T = 900\text{ °C}$  und einer Reibbeanspruchung von  $N_{fr} = 10^4$  Reibzyklen zu sehen. Die Schädigung fällt optisch geringer aus als bei gleicher Reibzyklenbeanspruchung bei  $T = 700\text{ °C}$ .

Laufspuren des Reibkörpers sind deutlich sichtbar, allerdings auch Spuren der Hartbearbeitung im geriebenen Bereich. Der Reibkörper verursacht nicht genug Schädigung um die Schleifriefen abzutragen. Somit kommt es auch zu keiner Schädigung in der Tiefe des Materials, was sich ebenfalls in den mechanischen Kennwerten widerspiegelt.

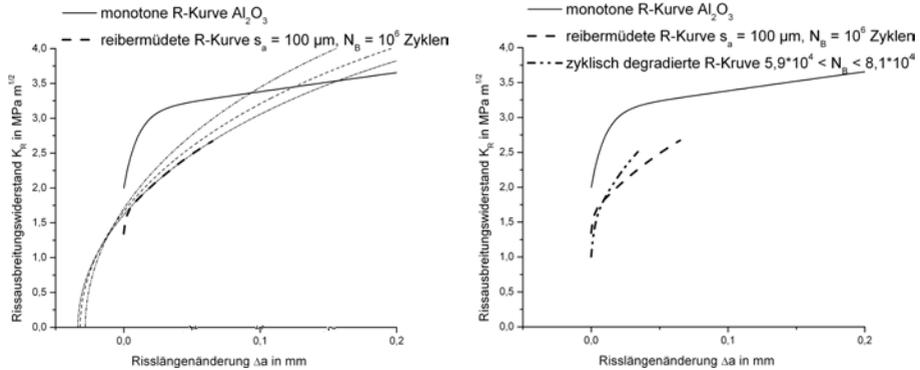
Bei  $T = 700\text{ °C}$  ist die angelegte Temperatur niedrig genug um eine Schädigung durch den Reibkörper zuzulassen. Bei höherer Temperatur von  $T = 900\text{ °C}$  kann es zu zwei Effekten kommen. Zum Einen kann durch die Erweichung der Glasphase das elastische Verformungsvermögen, sowohl des Probenmaterials als auch des Reibkörpers zunehmen, wodurch es zu keiner ausgeprägten Schädigung mehr kommt. Zum Anderen können Risschließeffekte, wie in Kapitel 2.2.4 beschrieben, wirksam werden. Diese Effekte können zum einen bereits beim Aufbringen der Reibbeanspruchung wirksam sein, oder beim Wiedererwärmen der Probe zur Festigkeitsmessung ihre Wirksamkeit zeigen. Beides kann erklären, warum sich die Festigkeit bei  $T = 900\text{ °C}$  trotz Reibbeanspruchung nicht von der Hochtemperaturfestigkeit bei  $T = 800\text{ °C}$  unterscheidet.

### **5.3. Erweiterte Auswertung von Ergebnissen aus vorangegangenen Arbeiten**

Ergänzend zu den eigenen Versuchsergebnissen, werden bereits in vorangegangenen Arbeiten von Schalk <sup>[69]</sup> und Nejma <sup>[79]</sup> durchgeführte Versuche erweitert ausgewertet. Dazu werden die Rissausbreitungsexponenten, sowie, wenn möglich, degradierte R-Kurven bestimmt. Die so gewonnenen Ergebnisse werden in den folgenden Abschnitten dargestellt und sollen das Verständnis zum Versagensverhalten keramischer Werkstoffe unter Reibermüdungsbeanspruchung verbessern.

#### **5.3.1. Reibermüdungsuntersuchungen an Aluminiumoxid von Schalk <sup>[69]</sup>**

Abbildung 5.25 a) zeigt eine durch Reibermüdung degradierte R-Kurve die aus Versuchen mit Probenmaterial aus Aluminiumoxid ermittelt wurden. Die Versuche wurden in Selbstpaarung mit einer Kugel mit einem Durchmesser von



(a) degradierte R-Kurve nach Reibermü-

(b) zyklisch degradierte und durch Reiber-

Abbildung 5.25: Degradierete R-Kurve ermittelt auf Basis von Daten von Schalk [69] im Vergleich mit rein zyklisch degradiertes R-Kurve

$\varnothing = 5$  mm,  $p_{max} = 2053$  MPa und einer Reibwegsamplitude von  $s_a = 100$  µm bei einem Spannungsverhältnis von  $R = 0,5$  durchgeführt. Zur Bestimmung der Anfangsrislängen wurden entsprechende, ebenfalls von Schalk durchgeführte, Restfestigkeitsmessungen herangezogen. Die R-Kurve wurde auf Basis dieser Daten bei einer Lastspielzahl  $N_B = 10^6$  Zyklen ermittelt.

Es ist zu sehen, dass es im Vergleich zur monotonen R-Kurve zu einer deutlichen Absenkung des Übergangsbereichs kommt. Der Startwert ergibt sich zu  $K_{I0} = 1,3$  MPa $\sqrt{m}$ . Bei Reibermüdingsbeanspruchung kommt es wahrscheinlich zu einer Degradation von Verstärkungselementen, wodurch sich der Verlauf der R-Kurve, insbesondere im Übergangsbereich ändert. In Abbildungsteil 5.25 b) ist die aus Reibermüdingsversuchen bestimmte R-Kurve im Vergleich zu einer R-Kurve, welche aus reinen Ermüdingsversuchen bestimmt wurde, dargestellt. Nur bei größeren Rissverlängerungen verläuft die R-Kurve aus Reibermüdingsversuchen unterhalb derjenigen nach rein zyklischer Beanspruchung.

### 5.3.2. Hochtemperaturemüdung an Aluminiumoxid von Nejma [79]

Nejma [79] hat  $\text{Al}_2\text{O}_3$  bereits ausführlich untersucht. Von ihm wurden Festigkeitsuntersuchungen sowie Ermüdungsexperimente bei erhöhten Temperaturen von  $T = 700\text{ °C}$  und  $T = 900\text{ °C}$  durchgeführt. Abbildung 5.26 zeigt die von ihm ermittelten Lebensdauern für ein Belastungsverhältnis von  $R = 0,5$  in angepasster Darstellung. Es ist deutlich zu erkennen, dass die Messwerte um mehrere Größenordnungen streuen.

Zusätzlich wurden die Ergebnisse, soweit möglich, nach der erweiterten Lebens-

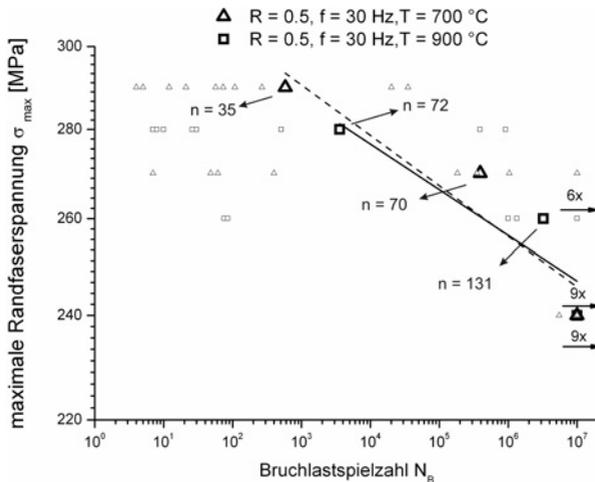


Abbildung 5.26: Lebensdauer unter zyklischer Hochtemperaturemüdung von Nejma [79] in geänderter Darstellung mit Rissausbreitungsexponenten

dauermethode von Fett [103,104] ausgewertet sowie der Rissausbreitungsexponent  $n_L$  aus der Lebensdauerlinie entsprechend Kapitel 2.2.3 ermittelt. Daneben wurden die Lasthorizonte nach der Methode von Härtelt [105] (Kapitel 4.4.4) auf einen Lasthorizont gepoolt und der Rissausbreitungsexponent  $n_{gepoolt}$  bestimmt. Diese sind in Abbildung 5.26 eingetragen. Liegt bei einer Versuchstemperatur von  $T = 700\text{ °C}$  der Rissausbreitungsexponent bei der höchsten Belas-

tung mit einem Wert von  $n = 35$  noch unterhalb des Grenzwertes von  $n = 43$ , sodass von einem zyklischen Ermüdungseffekt ausgegangen werden kann, so liegt bei der mittleren Belastung der Wert bei  $n = 70$  und somit deutlich oberhalb eines möglichen Ermüdungseffektes. Ein Poolen der beiden Lasthorizonte ergibt einen Rissausbreitungsexponenten von  $n_{gepoolt} = 52,5$  und dieser liegt somit auch oberhalb der Grenze zur zyklischen Ermüdung. Die Bestimmung von  $n_L$  aus der Lebensdauerlinie führt zum gleichen Ergebnis wie bei der Anwendung der Pooling Methode. Bei  $T = 900 \text{ }^\circ\text{C}$  stellt sich die Auswertung noch eindeutiger dar. Mit Rissausbreitungsexponenten von  $n = 72$  und  $n = 131$ , sowie  $n_{gepoolt} = 86$  und einem Wert aus der Lebensdauerlinie von  $n_L = 60,5$  kann ein zyklischer Ermüdungseffekt vollständig ausgeschlossen werden.

### 5.3.3. Reibermüdungsuntersuchungen an Siliziumnitrid von Schalk [69]

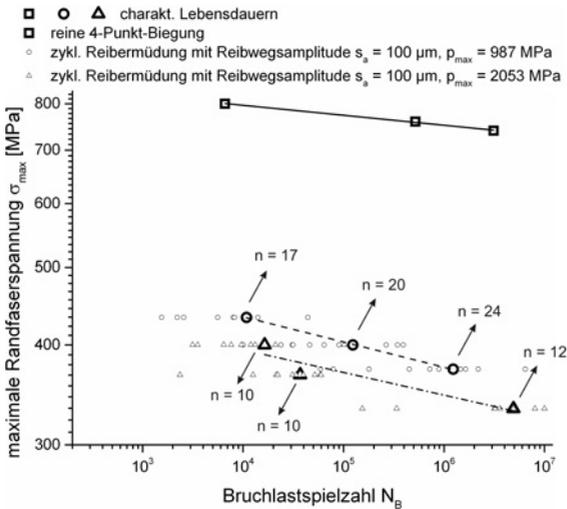


Abbildung 5.27: Reibermüdungsversuche von Schalk [69] in angepasster Darstellung mit Rissausbreitungsexponenten

Abbildung 5.27 zeigt drei Lebensdauerlinien ermittelt von Schalk [69] in angepasster Darstellung: eine Lebensdauerlinie aus Versuchen mit rein zyklischer

Beanspruchung und zwei Lebensdauerlinien aus Reibermüdungsuntersuchungen mit unterschiedlichen Flächenpressungen. Die Reibermüdungsversuche wurden in Selbstpaarung, mit einer Kugel mit  $\varnothing = 15$  mm, sowie einer Kugel mit  $\varnothing = 5$  mm und einer Reibwegsamplitude von  $s_a = 100$   $\mu\text{m}$  durchgeführt. Daraus ergeben sich, aufgrund gleicher Anpresskräfte die ausgewiesenen Flächenpressungen. Gegenüber der rein zyklischen Beanspruchung sind die maximalen Belastungshöhe und die daraus resultierende Lebensdauerlinien deutlich abgesenkt. Die ermittelten Rissausbreitungsexponenten weisen eindeutig darauf hin, dass es auch unter dieser Reibermüdungsbeanspruchung zu einer deutlichen zyklischen Ermüdung des Materials kommt. Auch hier wurden, soweit möglich, für die einzelnen Belastungshöhen die Rissausbreitungsexponenten nach der erweiterten Lebensdauer methode von Fett <sup>[103,104]</sup>, sowie der Anwendung der pooling Methode von Härtelt <sup>[105]</sup> (Kapitel 4.4.4) durchgeführt. Für die rein zyklische Beanspruchung hat Schwind <sup>[31]</sup> Werte von  $26 < n < 43$  ermittelt. Bei der Beanspruchung mit einer Kugel mit  $\varnothing = 15$  mm ergeben sich die ermittelten einzelnen Rissausbreitungsexponenten für die Belastungsniveaus zu  $n = 17$ ,  $n = 20$  und  $n = 24$ , als auch der Rissausbreitungsexponent aus den gepoolten Belastungshöhen mit  $n_{gepoolt} = 22$  und der aus der Lebensdauerlinie ermittelte mit  $n_L = 31$ . Bei der stärkeren Reibbeanspruchung sind die Rissausbreitungsexponenten noch einmal niedriger. Es ergeben sich für die einzelnen Belastungsniveaus Werte von  $n = 10$ ,  $n = 10$  und  $n = 12$ , sowie aus dem gepoolten Lastniveau  $n_{gepoolt} = 18$ . Aus der Lebensdauerlinie hingegen ermittelt sich ein leicht höherer Exponenten mit  $n_L = 35$  gegenüber der geringeren Reibbeanspruchung. Die Lebensdauerlinie der Beanspruchung mit einer erhöhten Flächenpressung liegt nahezu identisch auf der Lebensdauerlinie bei niedrigerer Flächenpressung aber erhöhtem Reibweg von  $s_a = 200$   $\mu\text{m}$  in Kapitel 5.2.1.

In Abbildung 5.28 sind die zwei aus den Reibermüdungsversuchen ermittelten Abschnitte degradierte R-Kurven zusammen mit der monotonen R-Kurve von Fünfschilling <sup>[13]</sup> und der zyklisch degradierten R-Kurve von Schwind <sup>[31]</sup> für das gleiche Material dargestellt. Alle degradierten R-Kurven sind für eine Bruchlastspielzahl von  $N_B \approx 10^5$  Zyklen ermittelt. Es zeigt sich, dass der Verlauf bei Reibermüdungsbeanspruchung deutlich unterhalb dem der reinen zyklischen Beanspruchung liegt. Aus den Reibermüdungsversuchen konnten nur Abschnitte der R-Kurven bei relativ großen Rissverlängerungen bestimmt werden.

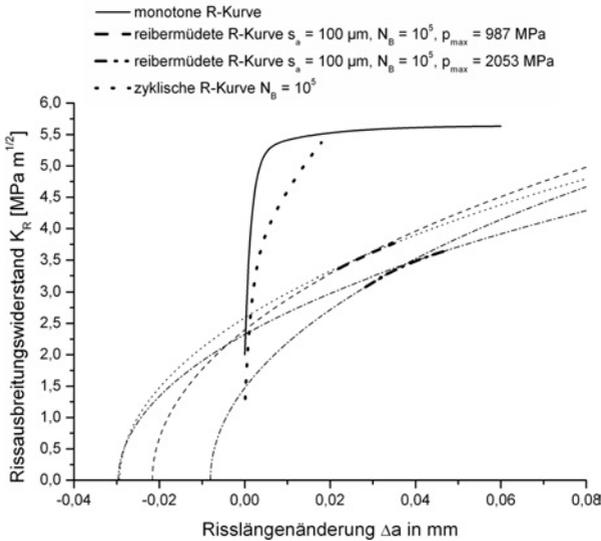


Abbildung 5.28: Degradierete R-Kurven auf Basis von Ergebnissen von Schalk <sup>[69]</sup> im Vergleich mit rein zyklisch degradierter R-Kurve

Bei erhöhter Flächenpressung und somit auch stärker induzierten zusätzlicher Spannungsfeldern im Probenmaterial senkt sich der Verlauf der R-Kurve noch einmal ab. Die Verstärkungselemente werden, in Abhängigkeit der Höhe der zusätzlichen Beanspruchung, deutlich stärker abgebaut und Risse um ein weiteres verlängert als bei rein zyklischer Belastung.

## 6. Diskussion der Ergebnisse

### 6.1. Bewertung der Ergebnisse mit Probenmaterial aus $\text{Al}_2\text{O}_3$ F99.7

#### 6.1.1. Lebensdauer bei Raumtemperatur

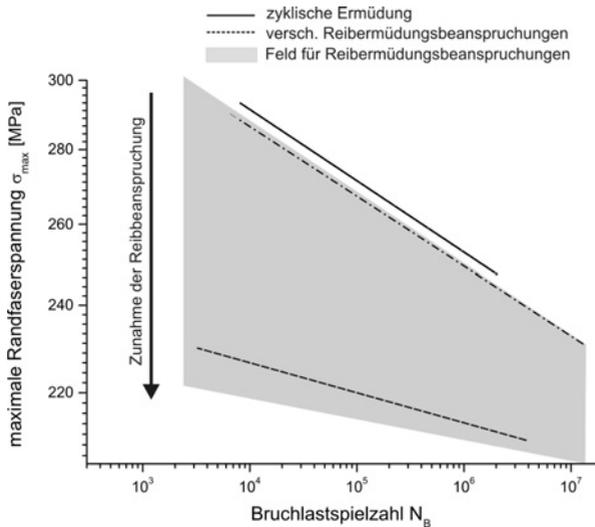


Abbildung 6.1: Vorstellung der Lebensdauer unter Reibermüdungsbeanspruchung bei Raumtemperatur

Abbildung 6.1 zeigt schematisch die Vorstellung der Entwicklung der Lebensdauer von Aluminiumoxid unter Reibermüdungsbeanspruchung bei Raumtemperatur. In der Abbildung sind als volle Linie die Lebensdauerlinie für rein zyklische Beanspruchung, sowie als unterbrochene Linien einzelne Lebensdauerlinien für Reibermüdungsbeanspruchung eingezeichnet, bei welchen es vollständig zu Versagen unter Reibermüdungsbeanspruchung gekommen ist. Lebensdauern von Proben, welche nur teilweise unter Reibermüdung versagt haben, werden hier nicht betrachtet. In grau ist der Bereich eingezeichnet, in welchem Versagen

durch Reiber müdungsbeanspruchung zu erwarten ist. Der Bereich wird hin zu hohen Lasten durch die zyklische Vier-Punkt Biegung begrenzt. Knapp unterhalb der zyklischen Vier-Punkt Biegung verläuft bereits die erste Lebensdauerlinie für eine niedrige überlagerte Reibbeanspruchung. Bei diesen Beanspruchungen versagen die Proben bei allen Reiber müdungsversuchen ausgehend von der Reibstelle, jedoch nicht bei den Restfestigkeitsmessungen. Somit ist davon auszugehen, dass es sich bei dieser Lebensdauerlinie um diejenige mit der geringst möglichen Reibbeanspruchung handelt, bei welcher Versagen ausschließlich durch Reiber müdungsbeanspruchung ausgelöst wird. Lebensdauerlinien von Versuchen, bei welchen es nicht immer zu Versagen in der Reibstelle kommt, z.B. bei deutlich gesenkter Flächenpressung, liegen im Übergangsbereich zu der Lebensdauerlinie bei rein zyklischen Beanspruchung. Mit steigender Belastung durch die Reibbeanspruchung sinkt die maximal mögliche Belastungshöhe und der Rissausbreitungs exponent nimmt zu. Der durch Reiber müdung beeinflusste Lebensdauerbereich wird in dieser Arbeit durch die höchste realisierte Reiber müdungsbelastung nach unten begrenzt. Die schädigenden Effekte lassen sich im Wesentlichen in zwei Gruppen aufteilen:

- Die durch die Reibbeanspruchung induzierte Scherbeanspruchung im Probenmaterial begünstigt die Verlängerung vorhandener Risse und kann die Verstärkungselemente schädigen.
- Durch den Abtrag von Material aus der Oberfläche ändert sich zunächst der oberflächennahe Spannungszustand und später setzt unter Umständen Kerbwirkung ein.

Eine Trennung der Effekte ist auf Basis der vorhandenen Daten nicht möglich. Es ist aber davon auszugehen, dass mit steigender Flächenpressung der mit Materialabtrag verbundene Schädigungsanteil zunimmt. Das kann aus den Versuchen mit sehr geringen Flächenpressungen, bei welchen die wesentliche „Schädigung“ auf ein Polieren der Oberfläche beschränkt ist und es zu keinem Reiber müdungsversagen kommt, sondern die zyklische Grundbeanspruchung den wesentlichen schädigenden Anteil darstellt und den von Schalk <sup>[69]</sup> durchgeführten Versuchen mit deutlich höheren Flächenpressungen, bei welcher die Lebensdauern unterhalb der in Abbildung 6.1 eingezeichneten Begrenzung verläuft, gezeigt

werden.

In Abbildung 5.25 findet sich die einzige zuverlässig bestimmbare durch Reiber-müdung degradierte R-Kurve. Unter Berücksichtigung der Tatsache, dass die rein zyklisch ermüdete R-Kurve für Lastspielzahlen von  $5,9 \cdot 10^4 < N_B < 8,1 \cdot 10^4$  Zyklen ermittelt wurde, ist allerdings davon auszugehen, dass der wesentliche Ermüdungseffekt von der zyklischen Beanspruchung ausgelöst wird. Der leicht tiefere Verlauf der R-Kurve ist durch die deutlich höhere Belastungsdauer zu erklären, sodass zusätzliche Ermüdungseffekte durch die Reibbeanspruchung nicht sicher anzunehmen sind, bzw. mit hoher Wahrscheinlichkeit die Ermüdungseffekt aus der zyklischen Vier-Punkt Biegebeanspruchung überwiegen. Es kann nur der Übergangsbereich bei relativ kleinen Rissverlängerungen bestimmt werden. Der Verlauf bei größeren Rissverlängerungen kann nur angenommen werden. Im Fall von Aluminiumoxid ist davon auszugehen, dass sich die degradierten R-Kurven für größere Rissverlängerungen dem ansteigenden Verlauf der monotonen R-Kurve annähern werden. Diese Annahme bestärkt ebenfalls die Tatsache, dass es bei Aluminiumoxid, bei sehr großen Rissverlängerungen, bzw. bei Störungen des Spannungszustandes durch starken Materialabtrag nicht zu einem Versagen, begünstigt durch eine Änderung der R-Kurve kommt.

Eine Auslegung von Material aus Aluminiumoxid unter Reiber-müdungsbean-



Abbildung 6.2: Beurteilung der Reibbeanspruchung

spruchung bei Raumtemperatur kann entsprechend Abbildung 6.2 erfolgen. Im ersten Schritt wird die Höhe der Reibelastung ermittelt. Die Schadenshöhe kann über zwei „Verfahren“ abgeschätzt werden:

- Bestimmung der optischen Schädigung:  
Bei starker Schädigung ist diese bereits ohne Zuhilfenahme optischer Instrumente deutlich zu erkennen. Bei geringer Schädigung ist auch unter Einsatz von vergrößernden Hilfsmitteln nur eine geringe Schädigung detektierbar. Wenn die Schädigung nur ein Polieren der Rauheitshügel darstellt, ist von geringer Schädigung auszugehen.
  
- Bestimmung der Restfestigkeit nach Reibbeanspruchung:  
Bei geringer Reibbeanspruchung brechen nicht alle Proben im Kontaktbereich und die Restfestigkeiten liegen nahezu vollständig im Streuband der Inertfestigkeitsmessungen.

Bei einer nur geringer Schädigung durch Reibbeanspruchung kann eine Auslegung aufgrund der rein zyklischen Materialbeanspruchung und der entsprechenden zyklisch degradierten R-Kurve erfolgen.

Bei erhöhter Reibbeanspruchung und einhergehender Veränderung der Oberfläche und damit des Spannungszustandes muss eine Auslegung entsprechend einer Vergleichsspannung, welche individuell zu ermitteln ist, erfolgen. Eine Übersicht des Einflusses der Belastungsparameter ist in Tabelle 6.1 dargestellt. Der wesentliche Einfluss ist die Kombination aus Reibkörpermaterial und dessen Festigkeit mit der aus der Reibbeanspruchung resultierenden Schädigung der Kontaktfläche. Versuche mit deutlich geänderten Flächenpressungen zeigen, dass die Flächenpressung selbst nur einen geringen Einfluss auf die Schädigungshöhe und die Lebensdauer bei Reibermüdungsbeanspruchung hat.

Tabelle 6.1: Einfluss des Reibkörpers

Einflussfaktor	Einflussstärke
Festigkeit des Reibkörpers	++++
Reibweg	++++
Flächenpressung (Geometrie)	+

### 6.1.2. Vergleich mit Hochtemperaturermüdung

Nejma äußert bereits den Verdacht, dass bei hohen Temperaturen kein reiner zyklischer Ermüdungseffekt, sondern zusätzlich ein Abgleiten der Körner unter der hohen Grundbelastung aufgrund der erweichten glasartigen Phase auftritt. Hinzu kommt, dass durch die erhöhte Temperatur Aluminiumoxid typische Verstärkungselemente in ihrer Wirksamkeit geschwächt werden können. Nejma begründet den Verlust des zyklischen Ermüdungseffektes mit sehr kleinen zyklischen Weibullmoduln. Die Auswertung erfolgte allerdings nicht explizit nach der erweiterten Lebensdaueremethode von Fett <sup>[103,104]</sup>. Die erweiterte durchgeführte Auswertung nach dieser Methode hat gezeigt, dass die zyklischen Rissausbreitungsexponenten über dem Schwellenwert liegen und somit kein zyklischer Ermüdungseffekt vorliegen kann.

Das Fehlen eines echten zyklischen Ermüdungseffekt bei rein zyklischer Beanspruchung wird auch dazu führen, dass unter Reibermüdungsbeanspruchung kein zyklischer Ermüdungseffekt auftritt. Bereits bei Raumtemperatur ist der Übergang der Lebensdauerlinie der reinen zyklischen Beanspruchung zur zyklischen Reibermüdungsbeanspruchung fließend. Bestärkt wird diese Annahme dadurch, dass es bei statischer Hochtemperaturbeanspruchung zu keinem Versagen in der Reibstelle kam. Es konnte zwar optische Veränderung festgestellt werden, diese hat nicht das Potential zur Festigkeitssenkung. Hierzu müssten tiefe Kerben gegraben werden, was bei den realisierten Beanspruchungen nicht der Fall war. Bei erhöhten Temperaturen erfolgt die Schädigung durch Abbau der Wirksamkeit von Verstärkungselementen. Dies zeigt sich im Besonderen durch die starke Änderung der R-Kurven bei erhöhten Temperaturen. Sowohl die Startwerte, als auch der Verlauf liegen deutlich unterhalb der monotonen R-Kurve bei Raumtemperatur. Ein zusätzlicher Einfluss zyklischer oder tribologischer Beanspruchung ist aller Voraussicht nach auszuschließen. Die bereits deutlich gegenüber der monotonen R-Kurve abgesenkten R-Kurven (Abbildung 5.12) bei erhöhten Temperaturen zeigen ebenfalls, dass kein oder nur wenig Spielraum für einen zusätzlichen reibermüdungsbedingten zyklischen Ermüdungseffekt bleibt. Eine Auslegung unter hohen Temperaturen, mit oder ohne Reibbeanspruchung kann folglich rein statisch entsprechend der Festigkeitsmessungen und den daraus resultierenden R-Kurven bei der entsprechenden Temperatur erfolgen. Fes-

tigkeitsmessungen zur Validierung des Materialzustandes müssen durchgeführt werden, da in dieser Arbeit im Vergleich zu den Ergebnissen der Hochtemperaturfestigkeit von Nejma [79,108] ein weniger starker Abfall der Festigkeit bei Erhöhung der Temperatur von  $T = 700 \text{ }^\circ\text{C}$  auf  $T = 900 \text{ }^\circ\text{C}$  festgestellt werden konnte und allgemein das Festigkeitsniveau bei Raumtemperatur und hohen Temperaturen ca. 10 % höher liegt. Ein stetiger Einfluss der Herstellparameter auf die Festigkeit ist somit vorhanden.

Auf Basis dieser Auswertung kann der Verdacht von Nejma, dass es bei Aluminiumoxid bei erhöhter Temperatur keinen zyklischen Ermüdungseffekt gibt, bestätigt werden. Dies belegen auch Untersuchungen von Lin [109], bei welchen bei  $T = 1200 \text{ }^\circ\text{C}$  ebenfalls kein zyklischer Ermüdungseffekt nachgewiesen wurde.

### 6.2. Bewertung der Ergebnisse mit Probenmaterial aus $\text{Si}_3\text{N}_4$ SL200BG

#### 6.2.1. Ermittlung der degradierten R-Kurven, Bestimmung der Anfangsrisslängen

Zur Bestimmung der Anfangsrisslängen wird eine monotone 2D R-Kurve, basierend auf den Daten von Fünfschilling [13], erstellt von Fett [110,111], verwendet und die Anfangsrisslängen mittels des in Kapitel 4.4.2 beschriebenen Tangentenverfahrens bestimmt. Auch nach vorangegangener Reibbeanspruchung wird die Anfangsrisslänge mit dieser Methode bestimmt. Die durch die Reibbeanspruchung abgesenkte Festigkeit führt somit direkt zu deutlich längeren Rissen, während vorausgesetzt wird, dass es durch die, durch Reibbeanspruchung induzierten Spannungen, zu keinem Abbau von wirksamen Verstärkungselementen hinter der Rissspitze kommt. Eventueller Abtrag von Material und dadurch entstehende Inhomogenitäten der Spannung im oberflächennahen Bereich werden nicht berücksichtigt, da diese zu gering sind um quantifiziert zu werden. Des weiteren wird der Gefügestand, wie der Anteil glasartiger Phase, die Kornstruktur und Korngröße, Delaminationsvorgänge im Gefüge u.ä., sowie der Eigenspannungszustand in der oberflächennahen Schicht ebenfalls nicht berück-

sichtig. Diese Vorgehensweise ist zulässig, da Wippler <sup>[112]</sup> in seiner Arbeit zeigen konnte, dass bruchmechanische Methoden auch unter Berücksichtigung der Mikrostruktur korrekte Ergebnisse liefern.

Die so ermittelten Anfangsrisslängen können über einen Abgleich mit mate-

Tabelle 6.2: Stabile Risslängen an Siliziumnitrid aus Restfestigkeitsmessungen

Probe	berechnete Risstiefe [ $\mu\text{m}$ ]	gemessene Risstiefe [ $\mu\text{m}$ ]
102-4	43,7	38,6
C-10	43,6	44,2
D-1	47,9	31,8
D-2	45,9	52,5
116-4	38,5	34

riolographischen Aufnahmen überprüft werden. Dazu werden die Bruchflächen im Rasterelektronenmikroskop untersucht. Es gilt den Ausgang des Risses zu bestimmen und dann den Anfangsriss zusammen mit dem stabil gewachsenen Teil des Risses zu vermessen. Hierzu wird die Methode von Quinn <sup>[113]</sup> verwendet, bei welcher unter einem Betrachtungswinkel von  $45^\circ$  auf die Bruchkante die charakteristische ausbrechende Ellipse gesucht wird.

Abbildung 6.3 zeigt im Abbildungsteil a) ein Schemabild für einen sogenannten Reißverschlussriss („zipper crack“). Typischerweise bildet sich ein auffälliger sog. „Federbusch“ aus, über welchen die Region des Ausgangsrisses eingegrenzt werden kann. Vor dem Federbusch entsteht ein gespränkelter Bereich („mist“) welcher bei Gläsern sehr ausgeprägt, bei kristallinen Keramiken aber meistens nicht zu erkennen ist. Nach einem Übergang über den sogenannten Bruchspiegel sind dann an der Kante schlussendlich die Risse zu identifizieren. Im Abbildungsteil b) ist eine Draufsicht unter einem Winkel von  $45^\circ$  auf die Bruchkante zu sehen. Federbusch und Bruchkante sind eindeutig zu erkennen. Die eingezeichneten Pfeile verlaufen über den Federbusch. In dem Bereich, in welchem die Pfeile die Bruchkante treffen ist nach dem Ausgangsriss zu suchen. Somit kann der Bereich in welchem die Risse aufzufinden sind eingegrenzt werden. Aufgrund der starken Schädigung der Bruchkanten durch den Reibkörper bre-

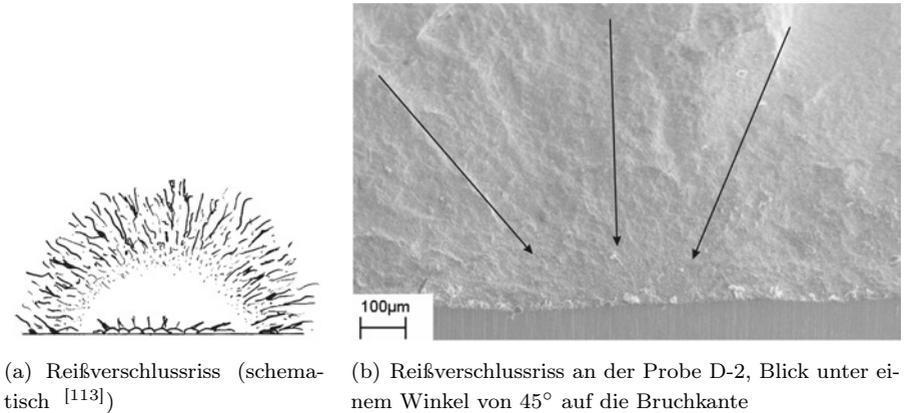
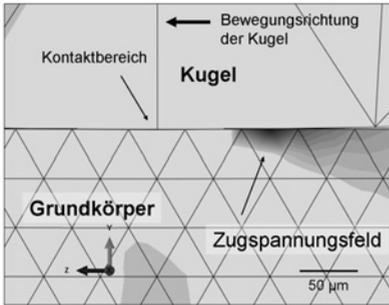


Abbildung 6.3: Reißverschlussriss („zipper crack“)

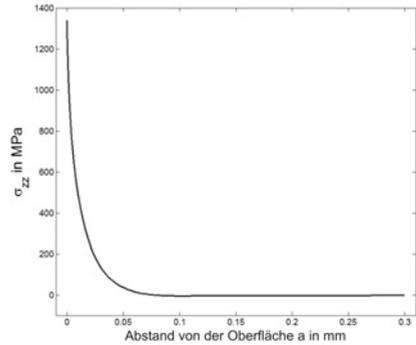
chen die Proben meistens nicht nur in zwei Teile, sondern es brechen kleine Stücke von ca. 1,5 mm<sup>2</sup> und wenigen 10 µm Dicke an der Bruchfläche ab. Dies ist eine Folge des Versuchsaufbaus, bei welchem die Bruchflächen nach Bruch von den oberen Auflagern über den Reibkörper gedrückt werden. Dadurch wird eine Identifizierung des Rissausgangs erschwert. Tabelle 6.2 zeigt einen Vergleich von verschiedenen Proben, bei welchen die stabilen Risslängen in Abhängigkeit von der Bruchspannung berechnet wurden und materialographisch auf der Bruchfläche bestimmt wurden. Es zeigt sich, dass die Abweichungen annehmbar sind und eine Berechnung der Anfangsrisslängen mit der Tangentenmethode keine grob verfälschten Ergebnisse liefert.

### 6.2.2. Risswachstum

Abbildung 6.4 zeigt den Spannungsverlauf in  $\sigma_{zz}$  Richtung, hervorgerufen von einer sich auf der Oberfläche bewegendem Kugel. Abbildungsteil a) zeigt eine Falschfarbendarstellung, Abbildungsteil b) den Verlauf der Spannung  $\sigma_{zz}$  in negativer y-Richtung, ausgehend vom Punkt der größten Randfaserspannung an der Oberfläche. Für das Grund- und Kugelmateriale wurden Materialdaten



(a) Falschfarbendarstellung



(b) Spannungsverlauf im ungestörten Material

Abbildung 6.4: Zugspannungsfeld in  $\sigma_{zz}$  Richtung, hervorgerufen von einer sich bewegenden Kugel

von  $\text{Si}_3\text{N}_4$  entsprechend Kapitel 3.3 verwendet. Die verwendeten Proben und Kugelgeometrien entsprechen ebenfalls den in den Versuchen verwendeten Geometrien. Als Anpresskraft in  $y$ -Richtung wird eine Kraft von  $F = -10$  N, als Bewegungskraft in  $z$ -Richtung eine Kraft von  $F = 8$  N verwendet. Die Anpresskraft entspricht der in den Versuchen eingestellten Kraft, die Bewegungskraft wurde ebenfalls in Versuchen ermittelt und liegt auch in den von Kato <sup>[49]</sup> angegebenen Grenzen für mögliche Reibwerte von  $\text{Si}_3\text{N}_4$  Selbstpaarungen. Die numerischen Berechnungen wurden entsprechend den Vorgaben der aus den experimentellen Daten gewonnen Parametern erstellt. Die Erstellung, Anpassung und Validierung erfolgte in Zusammenarbeit mit dem Institut für Technische Mechanik - Kontinuumsmechanik des KIT <sup>[114]</sup>.

Bei der Bewegung der Kugel über die Probenoberfläche stellt sich nach kurzem Weg von wenigen  $\mu\text{m}$  ein konstantes Zugspannungsfeld hinter der Kugel ein. Wie in Abbildung 6.4 b) zu sehen, sinkt die in die Tiefe ( $y$ -Richtung) wirksame Spannung von sehr hohen Werten von ca.  $\sigma_{max} = 1350$  MPa mit wachsendem Oberflächenabstand sehr stark ab und liegt nach ca.  $50 \mu\text{m}$  bereits annähernd bei  $\sigma = 0$  MPa. Der sich aus diesem Spannungsverlauf ergebende Verlauf eines

anliegenden Spannungsintensitätsfaktors  $K_{appl}$  verläuft ebenfalls stark abnehmend in die Probe hinein. Es wird somit davon ausgegangen, dass vorhandene Risse durch die anliegende Spannung wachsen, unter Umständen sogar spontan springen können. Die Rissspitze und die dahinter liegenden wirksamen Verstärkungselemente verlagern sich aber bereits nach einer relativ kleinen Rissverlängerung „tief genug“ in das Material hinein und wird nicht mehr von den durch Reibungskräfte induzierte Spannungen wirksam beeinflusst. Mit abnehmender Reibbelastung nimmt die Tiefenwirkung des durch die Reibkräfte induzierten Spannungsfeldes ab, sodass bereits bei einer niedrigen Reibbeanspruchung bereits nach  $N_{fr} = 10^4$  Zyklen zu keiner weiteren Absenkung der Restfestigkeit mehr kommt.

Abbildung 6.5 zeigt das beim Überfahren mit einer Kugel, an einem Riss ent-

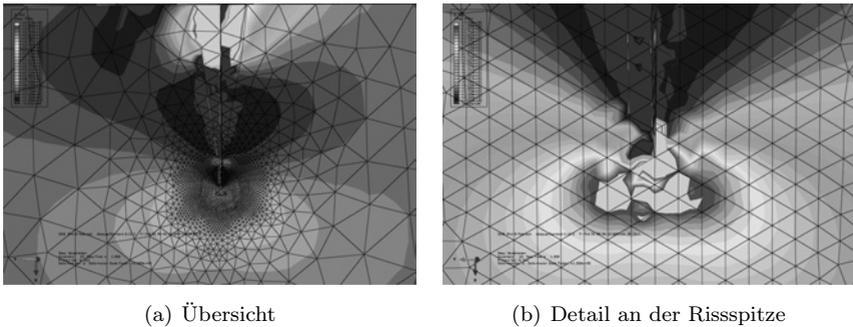
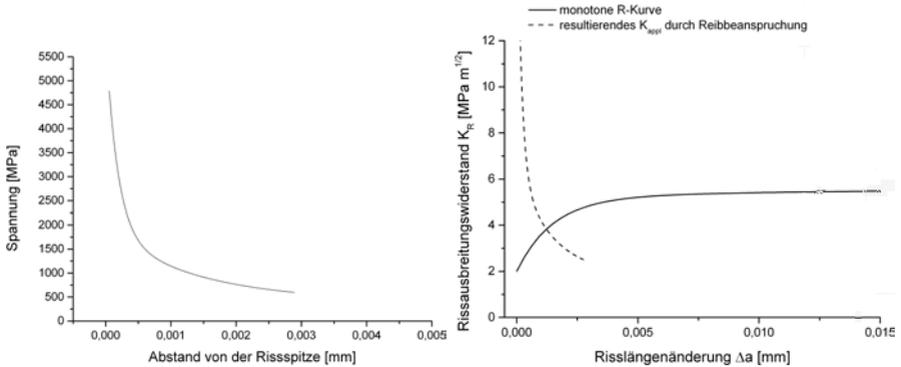


Abbildung 6.5: Spannungen um einen Riss in einem Siliziumnitridkörper mit Reibbeanspruchung durch einer Kugel

stehende Spannungsfeld, für den Zeitpunkt, in welchem das nachlaufende Zugspannungsfeld am Riss wirksam ist. Im Abbildungsteil a) ist eine Übersicht im Abbildungsteil b) als Detail das Spannungsfeld um die Rissspitze zu sehen. Der Riss wird als halbkreisförmiger Oberflächenanriss mit einer Tiefe von  $a_{Anriss} = 7 \mu\text{m}$  angenommen. Dies entspricht der charakteristischen Anfangsrislänge von Siliziumnitrid nach der Hartbearbeitung der Oberfläche. Über die Rissflanken findet keine Lastübertragung statt. Da unmittelbar an der Rissspitze theoretisch eine unendlich hohe Spannung anliegt, wird erst ab einem

Bereich von  $0,05 \mu\text{m}$  vor der Risspitze ausgewertet. Die Abbildungen zeigen, dass das Spannungsfeld als Folge einer zu groben Vernetzung nicht homogen ist und die Abbildung der Spannungen nicht gleichmäßig erfolgt. Es wird aber trotzdem davon ausgegangen, dass die berechneten Spannungen auch für eine quantitative Auswertung verwendet werden können.

In Abbildung 6.6 a) ist der Verlauf der maximalen Zugspannungen vor der



(a) Spannungsverlauf an der Risspitze

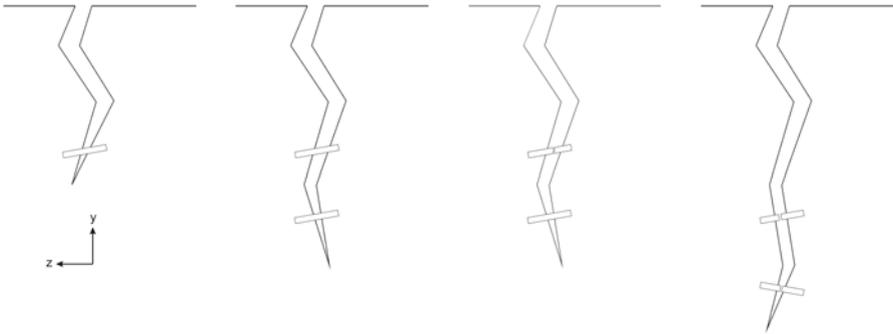
(b) Verlauf von  $K_{appl}$  hervorgerufen durch Reibung an einem Riss über  $K_R$

Abbildung 6.6: Von einer reibenden Kugel an einem Riss erzeugte Beanspruchung

Risspitze, extrahiert aus dem Spannungsfeld, sowie im Abbildungsteil b) der daraus berechnete Verlauf von  $K_{appl}$  als Funktion der Rissverlängerung, sowie die monotone R-Kurve, aufgetragen. Der Spannungsverlauf wurde aufgrund der groben Vernetzung geglättet. Die wirksamen Spannungen sind nahe vor der Risspitze sehr hoch und sinken sehr schnell, innerhalb von ca.  $3 \mu\text{m}$  ab. Der ermittelte K-Verlauf zeigt ebenfalls einen sehr schnellen Abfall, ausgehend von einem hohen Startwert. Die monotone R-Kurve schneidet den  $K_{appl}$  Verlauf etwa bei einem Wert für die Rissverlängerung von  $\Delta a = 1,2 \mu\text{m}$ . Ein vorhandener Riss kann somit durch die Reibbeanspruchung um diesen Betrag wachsen. Bei stärkerer Reibbeanspruchung, bzw. zusätzlich überlagerter Biegebelastung ist auch eine größere Rissverlängerung möglich. Damit sind die Voraussetzungen

für Risswachstum durch die reine Reibbeanspruchung geschaffen.

Abbildung 6.7 zeigt schematisch die Vorstellung des Ablaufs des Risswachstums



(a) gebrückter Riss, unbeanspruch  
 (b) verlängerter und gebrückter Riss nach Reibbeanspruchung  
 (c) teilweise gebrückter Riss nach mehrfacher Reibbeanspruchung  
 (d) Riss nach mehrfacher Reibbeanspruchung und zyklischer Beanspruchung, unwirksame Brücken

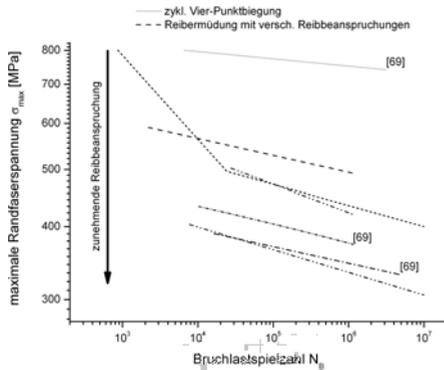
Abbildung 6.7: Ablauf des Risswachstums und der Degradation der Verstärkungselemente (schematisch)

tums bei verschiedenen Beanspruchungen, am Beispiel eines von stängeligen Verstärkungselementen gebrückten Risses. Das Überbrückungselement steht exemplarisch für alle möglichen, im Nachlauf der Risspitze wirksamen Verstärkungselemente. Abbildungsteil a) zeigt einen Anfangsriss, der z.B. durch die Hartbearbeitung entstanden ist. Die Risspitze wird von intakten Brücken abgesichert. Das oberflächennaheste Verstärkungselement ist ebenfalls noch intakt, hat aber möglicherweise keine abschirmende Funktion und ist deshalb nicht eingezeichnet. Als Folge des mehrmaligen Überfahrens des Risses mit einem Reibkörper, welcher ein Spannungsfeld wie in Abbildung 6.4 dargestellt in die Probe induziert, wird der Riss etwas wachsen (Abbildungsteil b) ). Abbildungsteil c) zeigt den Riss nach vielen Reibzyklen. Der Riss kann aufgrund der begrenzten Wirksamkeit des Spannungsfeldes nicht weiter wachsen, die Ver-

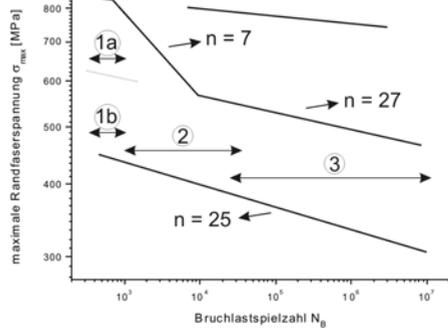
stärkungselemente können teilweise abgebaut werden. Der Abbau dieser Verstärkungselemente hat jedoch keinen oder nur sehr geringen Einfluss auf das R-Kurvenverhalten, da die Brücken zu weit von der Risspitze entfernt sind und somit keine abschirmende Wirkung entfalten könnten. Abbildungsteil d) zeigt das Wachstum des Risses und den Abbau der Verstärkungselemente, wenn der Reibbeanspruchung eine zusätzliche zyklische Normalspannung aus der Biegebelastung in z-Richtung überlagert ist. Die Wirksamkeit einer Normalbeanspruchung kann über die gesamte Risslänge, aufgrund der kleinen Abmessung des Risses im Verhältnis zur Probenabmessung, als annähernd konstant angenommen werden. Sie erzeugt eine weitere stabile Ausbreitung des Risses. Durch sie erfahren alle Verstärkungselemente eine zyklische Beanspruchung und können in ihrer Wirksamkeit eingeschränkt werden. Dadurch ergibt sich im Gegensatz zur Reibbeanspruchung ein Abbau der Brücken auch im rissspitzennahen Bereich. Durch die zusätzlichen induzierten Spannungen aus der Bewegung des Reibkörpers ändert sich der Verlauf einer zyklischen reiberermüdungs degradierten R-Kurve deutlich gegenüber dem Verlauf einer ausschließlich zyklische ermüdeten R-Kurve.

### 6.2.3. Lebensdauer unter Reiberermüdungsbeanspruchung

Abbildung 6.8 zeigt im Abbildungsteil a) eine große Auswahl von Lebensdauerlinien für Ermüdungs- und Reiberermüdungsversuche mit einem Lastverhältnis von  $R = 0,5$ . Eingezeichnet sind sowohl Lebensdauerlinien von Schalk <sup>[69]</sup>, als auch die in dieser Arbeit ermittelten Lebensdauerlinien. Die Darstellung beschränkt sich hierbei auf Lebensdauerlinien von Versuchen bei welchen alle Proben im Reibkontakt versagt haben. Abbildung 5.19 im Kapitel 5.2.2 ist zusätzlich eine Lebensdauerlinie für Reiberermüdungsbeanspruchung zu entnehmen, bei welchen das Versagen nicht immer von der geschädigten reibbeanspruchten Stelle ausgeht. Der Verlauf liegt zwischen der rein zyklischen Lebensdauerlinie und dem Bereich der reiberermüdeten Lebensdauerlinien. Dadurch kann der obere Begrenzungsbereich, oberhalb dessen kein reines Reiberermüdungsversagen vorliegt relativ genau bestimmt werden. Möglicherweise verschiebt sich der Bereich noch etwas zu höheren Lasten, wird aber hier durch die in dieser Arbeit ermittelten



(a) Auswahl experimenteller Lebensdauerlinien



(b) schematische Darstellung der Lebensdauerergebnisse mit unterschiedlichen Schadensmechanismen

Abbildung 6.8: Lebensdauern von Siliziumnitrid unter Ermüdungs- und Reibermüdungsbeanspruchung

Lebensdauerlinien begrenzt. Zur Wahrung der Übersichtlichkeit wird auf eine wiederholte Darstellung verzichtet. Mit abnehmender maximal möglicher Vier-Punkt Biegebelastung kann die eingebrachte Schädigung durch den Reibkörper zunehmen. Im Rahmen dieser und vorangegangener Arbeiten ist die Zunahme der Schädigung im Reibkontakt, durch Änderung der Reibkörperabmessungen und -geometrien, sowie der Anpresskraft und des Reibweges realisiert. Teilweise ergeben sich durch zwei verschiedenen Methoden der Reibbelastungserhöhung gleiche Lebensdauerlinien. Es spielt folglich nur eine geringe Rolle, womit die Belastungserhöhung erreicht wird. Tabelle 6.3 zeigt den Einfluss der verschied-

Tabelle 6.3: Einfluss des Reibkörpers

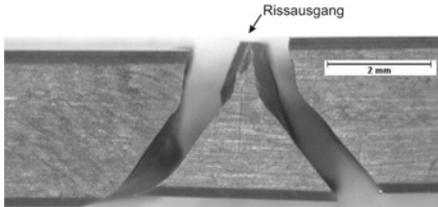
Einflussfaktor	Einflussstärke
Festigkeit des Reibkörpers	++++
Reibweg	++
Flächenpressung (Geometrie)	+

denen Belastungsparameter. Der wesentliche Einfluss kommt auch hier, wie bei Aluminiumoxid, durch die Festigkeit des Reibkörpers und der geringste Einfluss von der Reibkörpergeometrie. Auch hier konnte durch die Aufprägung von deutlich niedrigeren Flächenpressungen gezeigt werden, dass deren Einfluss auf das Schädigungsverhalten gering ist. Der Einfluss des Reibweges ist im Vergleich zu Aluminiumoxid weniger ausgeprägt. Bereits sehr kurze Reibwege führen zu einer starken Schädigung, während eine Zunahme des Reibweges, die Schädigung zwar erhöht, aber nicht im gleichen Maß, wie geringe Reibwege im Vergleich zu reibbeanspruchungsfreien Proben.

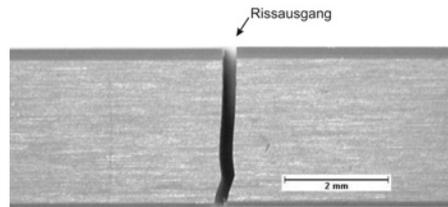
Aus der Wechselwirkung der Reibbeanspruchung mit der zyklischen Vier-Punkt Biegebeanspruchung ergeben sich je nach Höhe der jeweiligen Beanspruchungskomponenten unterschiedliche Schädigungsabläufe bis zum Versagen der Proben. In Abbildungsteil 6.8 b) sind schematisch die zu unterscheidenden Bereiche eingezeichnet. Den oberen Teil grenzen die geringen Beanspruchungen durch überlagerte Reibung ein. Die Begrenzung des Bereiches nach unten ergibt sich aus den realisierten Beanspruchungen und wird an einer bestimmten Stelle durch einen Übergang zur statischen Ermüdung, dominiert durch unterkritisches Risswachstum, oder durch den Übergang zu großen gegrabenen Kerben und somit stark verändertem Spannungszustand begrenzt sein. Zum Vergleich ist ebenfalls deutlich oberhalb die Lebensdauerlinie für rein zyklische Beanspruchung zur Orientierung eingezeichnet. Die Unterteilung erfolgt in vier Teile. Wobei die Teile eins (1a und 1b als gesamtes) bis drei für unterschiedlich lange Lebensdauern stehen. Im Bereich eins für kurze Lebensdauern von  $N_B \approx 10^3$  Zyklen findet eine Unterteilung in zwei Abschnitte statt. Bei kurzen Lebensdauern verlaufen die Berandungslinien nicht parallel, sondern weiten ein Gebiet hoher maximaler Belastungen bei kleinen Reibbeanspruchungen auf. Dieses Gebiet wird im Teil „1a“ beschrieben. Der aus der Lebensdauerlinie für diesen Abschnitt ermittelte Rissausbreitungsexponent beträgt  $n = 7$  und beschreibt somit einen starken zyklischen Ermüdungseffekt. Ist die Reibbeanspruchung ausreichend niedrig, kann die Belastung sehr hoch gewählt werden. Es werden maximale Belastungen knapp unterhalb der maximal möglichen Belastungen rein zyklischer Beanspruchung erreicht. Das Versagensverhalten in diesem Bereich wird im Wesentlichen durch die zyklische Beanspruchung dominiert. Die Belastung ist ausreichend hoch um die vorhandenen Risse sehr schnell

wachsen zu lassen und die Verstärkungselemente abzubauen, sodass die durch die Reibbeanspruchung induzierten Spannungen keinen wesentlichen Beitrag zur Ermüdung leisten. Es kommt in diesem Belastungsbereich auch zur Ausbildung eines charakteristischen Bruchmusters.

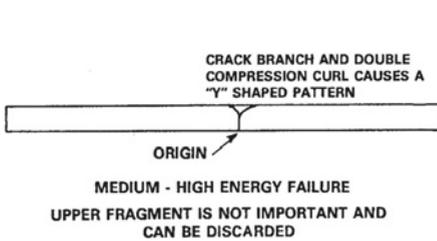
Dieses Bruchmuster ist in Abbildung 6.9 a) zu sehen. Im Abbildungsteil c) ist



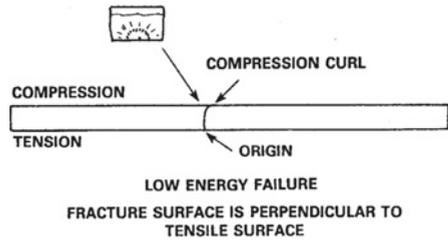
(a) hohe Randfaserspannung



(b) mittlere Randfaserspannung



(c) hohe Randfaserspannung Schema [113]



(d) mittlere Randfaserspannung Schema [113]

Abbildung 6.9: Bruchmuster bei unterschiedlichen Belastungshöhen

ein Schemabild des Bruchmusters von Quinn [113] zu sehen. Es handelt sich um Versagen durch hohe eingebrachte Spannungen, zu erkennen durch das Herausbrechen eines keilförmigen Segmentes mit der Keilspitze an der durch Zug beanspruchten Seite. In den Bereich „1b“ - „3“ wird der Versagensbereich von zwei annähernd parallel verlaufenden Lebensdauerlinien eingegrenzt. Nach oben von der an den Bereich „1a“ anschließenden Lebensdauerlinie und nach unten von der Lebensdauerlinie, welche bei der höchsten Reibbeanspruchung ermittelt wurde. Die Bereiche beschreiben Segmente unterschiedlich langer Lebensdauern, wobei höhere Lebensdauern entweder durch Absenkung der Vier-Punkt Biege-

belastungshöhe, oder durch Absenken der Reibbeanspruchung erreicht werden können. In den Belastungsbereichen „1b“ - „3“ bilden sich immer Bruchmuster entsprechend der Abbildung 6.9 b) und d) aus: Ein glattes Durchtrennen ohne Ausbildung von Fragmenten, ausgelöst durch mittlere und niedrige Spannungen im Material. Das weist deutlich darauf hin, dass sowohl bei höherer Reibbeanspruchung bzw. bei niedrigen Reibbeanspruchungen und ausreichend niedrigen Biegebeanspruchungen, ein wesentlicher Beitrag zum Versagen durch die eingebrachte Oberflächenschädigung aufgebracht wird.

Abbildung 6.10 zeigt die zugehörigen Entwicklungen der R-Kurven für reine Er-

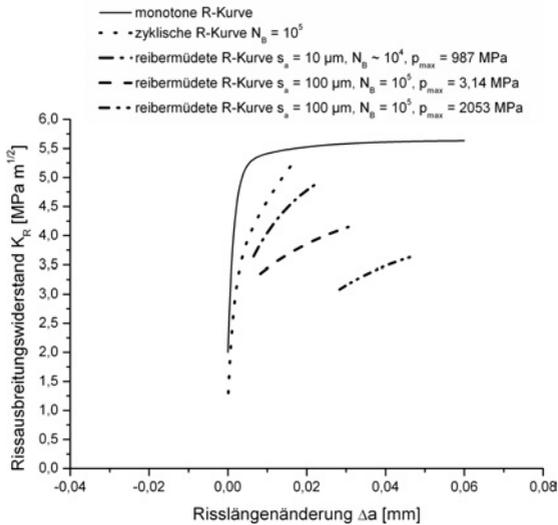


Abbildung 6.10: Entwicklung der R-Kurven bei Ermüdungs- und Reibermüdungsbeanspruchung

müdungsbeanspruchung und unterschiedliche Reibermüdungsbeanspruchungen im Vergleich. Je stärker der Einfluss der Reibbeanspruchung auf den Abbau der Verstärkungselemente umso flacher der Verlauf der Kurven. Außer der degradierten R-Kurve für die „schwache“ Reibbeanspruchung, welche bei  $N_B \approx 10^4$  Zyklen ermittelt wurden, wurden alle Kurven, auch die der rein zyklischen Beanspruchung von Schwind [31], bei einer Bruchlastspielzahl von  $N_B = 10^5$  Zyklen

ermittelt. Schwind hat bereits gezeigt, dass bei der bloßen zyklischen Beanspruchung durch den Abbau der Verstärkungselemente eine deutliche Änderung des R-Kurvenverlaufes gegenüber der monotonen R-Kurve eintritt. Bei zusätzlicher Überlagerung mit einer weiteren Oberflächenbeanspruchung in Form von Reibung kommt es zu einem weiteren Abbau der Verstärkungselemente und somit auch zu einer weiteren Änderung des Verlaufes der R-Kurve. Auch bei „schwacher“ zusätzlicher Reibbeanspruchung ändert sich der Verlauf bereits deutlich, gegenüber der rein zyklischen Beanspruchung, obwohl die Lebensdauer eine Größenordnung geringer ist. Bei weiterer Zunahme der Reibbeanspruchung bei gleicher Lebensdauer senkt sich die zyklisch degradierte R-Kurve kontinuierlich immer weiter ab. Bei starker Reibbeanspruchung geht auch der ausgeprägt Übergangsbereich, welcher für Siliziumnitrid markant ist, verloren, was eine Bestimmung der Parameter erschwert. Die zusätzliche Scherbeanspruchung im Material, ermöglicht zusammen mit der Vier-Punkt Biegebelastung ein deutlich ausgeprägteres Risswachstum und eine stärkere Degradation der Verstärkungselemente, als das durch die reine zyklische Biegebeanspruchung gegeben ist. Für den Bereich nahe der rein zyklisch degradierten R-Kurve lässt sich aus den

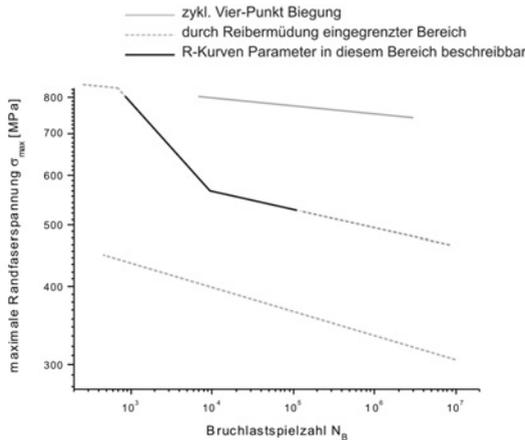


Abbildung 6.11: Bereich zur Beschreibung der Parameter der degradierten R-Kurve für Reibermüdungsbeanspruchung

vorliegenden Ergebnissen für niedrige und mittlere Reibbeanspruchungen und Lebensdauern  $10^3 < N_B < 10^5$  entsprechend Abbildung 6.11 eine Abhängigkeit der Parameter der R-Kurve darstellen (siehe dazu auch Kapitel 2.2.1). Für die R-Kurven werden die Parameter  $C_0 = 2,0$ , sowie  $\lambda_1 = 0,0015$  und  $C_3 = 0$  festgelegt und es ergibt sich  $0,01 < \lambda_2 < 0,05$ .  $C_0$  wird festgelegt, da davon ausgegangen wird, dass sich der Startwert nicht infolge von unterkritischem Risswachstum ändert, da zyklische Rissausbreitung aufgrund des hohen Belastungskollektivs überwiegt.  $\lambda_1$  wird als konstant angenommen, da der Anstieg der R-Kurve überwiegend auf elastische Brücken zurückzuführen ist <sup>[13,31]</sup>. Da nicht bekannt ist, wie sich eine Änderung zu großen Risslängen auf die Parameter auswirken, wird auf eine Beschreibung von Abhängigkeiten für R-Kurven mit großen Rissverlängerungen verzichtet.  $C_3$  muss zur Beschreibung des Übergangsbereiches nicht bestimmt werden.

Tabelle 6.4 zeigt die Parameter der R-Kurven auf deren Basis die Beschreibung erfolgt. Für die Beschreibung des Parameters  $C_1$  bei  $10^3 < N_B < 10^5$  eignet sich Gleichung 6.1:

$$C_1 = 0,64636 \cdot N_B^{0,0166} \quad (6.1)$$

Für die Beschreibung des Parameters  $C_2$  bei  $10^3 < N_B < 10^5$  eignet sich Gleichung 6.2:

$$C_2 = 3,60081 \cdot N_B^{-0,04526} \quad (6.2)$$

Eine Auslegung von Material aus Siliziumnitrid kann entsprechend Abbildung 6.12 erfolgen. Dazu wird zuerst die Höhe der Reibbeanspruchung über Restfestigkeitsmessungen ermittelt. Bei niedriger Reibbeanspruchung brechen min. 90 % der Proben im Reibkontakt und es gibt bei niedrigen Reibzyklen von  $N_{fr} \leq 10^4$  Reibzyklen eine Überlappung mit dem Streubereich der Inertfestigkeitsmessung. Bei erhöhter Reibbeanspruchung liegt die Restfestigkeit unterhalb der Inertfestigkeit. Eine Überlappung der Streubereiche der Einzelmesswerte findet nicht mehr statt. Eine Bestimmung der Schädigungshöhe mit optischen Hilfsmitteln, wie bei Aluminiumoxid ist aufgrund der primären Schädigung des Materials in die Probentiefe nicht möglich.

Zur weiteren Auslegung bei niedriger Reibbeanspruchung wird der Lebensdauerbereich festgelegt:

Tabelle 6.4: Parameter R-Kurven Siliziumnitrid

Parameter	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> vs Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> p <sub>max</sub> = 987 MPa s <sub>a</sub> = 10 µm Abbildung 5.17	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> vs MAR M 247 p <sub>max</sub> = 3,2 MPa s <sub>a</sub> = 100 µm Abbildung 5.21	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> vs Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> p <sub>max</sub> = 3,2 MPa s <sub>a</sub> = 100 µm Abbildung 5.21
C <sub>0</sub>	2,0	2,0	2,0
C <sub>1</sub>	0,6198	0,8214	0,8353
λ <sub>1</sub>	0,0015	0,0015	0,0015
C <sub>2</sub>	2,9257	2,2505	1,8864
λ <sub>2</sub>	0,015	0,0179	0,0258

- Für  $N_B < 10^3$  kann eine Auslegung nach rein zyklischer Beanspruchung erfolgen
- Für  $10^3 < N_B < 10^5$  kann eine Auslegung entsprechend den degradierten R-Kurven, welche über die Parameter aus den Gleichungen 6.1 und 6.2 bestimmt werden können erfolgen
- Für  $N_B > 10^6$  kann eine Auslegung nur mit Unterstützung von Reiber-müdungsexperimenten oder mit „erhöhter“ Sicherheit erfolgen

Bei hoher Reibbeanspruchung kann eine Auslegung ebenfalls durch unterstützende Reiber-müdungsexperimente, oder mit „erhöhter“ Sicherheit erfolgen.

Bei hohen Temperaturen konnte von Schwind [31] bereits gezeigt werden, dass bei zyklischer Beanspruchung kein Ermüdungseffekt vorhanden ist. In Kapi-

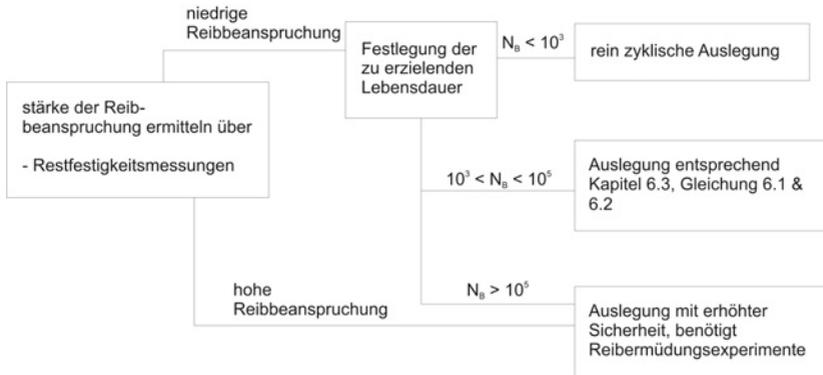


Abbildung 6.12: Beurteilung der Reibbeanspruchung

tel 5.2.4 konnte gezeigt werden dass auch eine Reibbeanspruchung bei ausreichend hoher Temperatur keinen Einfluss mehr auf die Festigkeit hat, da keine der Proben im Reibkontakt bricht. Mit hoher Wahrscheinlichkeit kommen Riss-schließeffekte durch die erhöhte Temperatur zum tragen. Somit kann bei Temperaturen von  $T > 800 \text{ °C}$  eine statische Auslegung entsprechend der Festigkeitsmessungen erfolgen. Für niedrigere Temperaturen muss der Reibbeanspruchungseinfluss mit Berücksichtigt werden. Ab welcher Temperatur mit einem zyklischen Ermüdungseffekt zu rechnen ist konnte im Rahmen dieser Arbeit nicht geklärt werden.



## 7. Zusammenfassung und Ausblick

### 7.1. Zusammenfassung und Bedeutung für die Anwendung

Reibermüdung schädigt keramische Werkstoffe soweit, dass die maximale Belastungshöhe, sowohl bei einmaliger Belastung bis zum Bruch, als auch bei zyklischer Beanspruchung, deutlich gegenüber ungeschädigtem Material herabgesetzt ist. Die Ausprägung der Schädigung und die Schädigungsmechanismen sind stark vom verwendeten Material abhängig.

Abbildung 7.1 zeigt die Lebensdauerbereiche von Aluminiumoxid und Siliziumnitrid

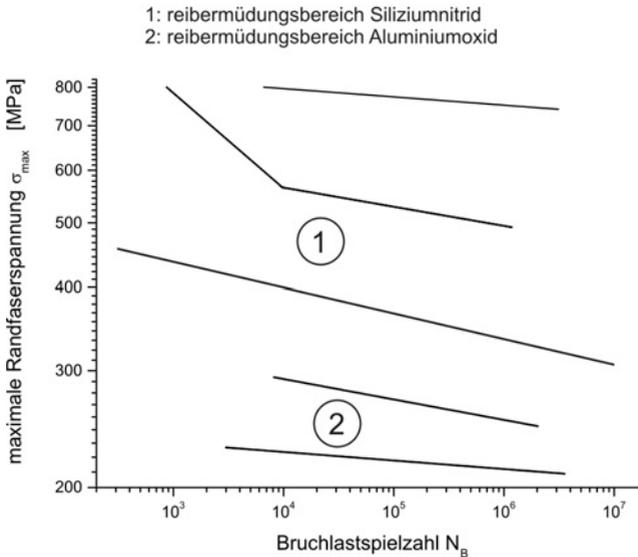


Abbildung 7.1: Vergleich der Lebensdauern unter Reibermüdungsbeanspruchung von Aluminiumoxid und Siliziumnitrid

umnitrid zusammen in einem Diagramm eingezeichnet. Bereich „1“ zeigt den Lebensdauerbereich von Siliziumnitrid, Bereich „2“ denjenigen von Aluminiumoxid. Die Entwicklung der Lebensdauern unter Ermüdungs- und Reibermüdungsbeanspruchung unterscheiden sich deutlich. Bei Aluminiumoxid kommt es

bei leichter überlagerter Reibbeanspruchung nur zu einer minimalen Änderung der Lebensdauer, welche mit Zunahme der Reibbeanspruchung ebenfalls kontinuierlich zunimmt und den Rissausbreitungsexponenten anwachsen lässt. Es ist davon auszugehen, dass es mit weiterer Zunahme der Reibbeanspruchung einen Übergang in einen Bereich gibt, in welchem nicht mehr Effekte um die Risspitze herum, bzw. die Verlängerung des Risses selbst, das Lebensdauerverhalten beeinflussen, sondern sich der Spannungszustand an der Oberfläche aufgrund einer stark gegrabenen Kerbe verändert und einen zusätzlichen Einfluss auf die Belastung ausübt. Dem Ganzen gegenüber steht die Tatsache, dass die Festigkeit und die Lebensdauer von Aluminiumoxid gegenüber der getesteten Materialvariante aus Siliziumnitrid selbst bei rein zyklischer Beanspruchung, bei den in dieser Arbeit betrachteten Umgebungsbedingungen, deutlich unterlegen ist. Unter Umständen kann Aluminiumoxid seine Stärken in oxidierenden Umgebungen ausspielen. Da diese jedoch meistens mit erhöhten Temperaturen einhergehen (z.B. in Gasturbinen) und die Festigkeit durch erhöhte Temperatur noch einmal deutlich abgesenkt ist, ist es unwahrscheinlich, dass Aluminiumoxid in oxidierenden Atmosphären bei erhöhten Temperaturen als Konstruktionsmaterial eingesetzt werden kann. Weiter kommt erschwerend hinzu, dass Aluminiumoxid bei erhöhten Temperaturen keinen zyklischen Ermüdungseffekt mehr zeigt. Der Verlust geht durch das unwirksam werden der Verstärkungselemente einher und konnte auch durch eine Auswertung von zyklischen Hochtemperaturversuchen gezeigt werden.

Bei Siliziumnitrid hängen die Lebensdauerbeeinflussenden Effekte deutlich stärker mit der Reibbeanspruchung zusammen als bei Aluminiumoxid. Bereits bei sehr geringer Reibbeanspruchung kommt es, wenn mittlere bis hohe Lebensdauern angestrebt werden, zu einer deutlichen Absenkung der maximal möglichen Belastungshöhe gegenüber der rein zyklischen Beanspruchung. Wird die Belastung durch die Reibbeanspruchung, egal auf welche Weise genau, erhöht, sinken die maximal möglichen Belastungen weiter ab. Es bleibt zu klären, ab wann die Oberflächenschädigung den Spannungszustand im Material ändert, bzw. ob, bei ausreichend hoher Reibbeanspruchung und somit abgesenkter Biegelast, zusätzlich unterkritisches Risswachstum wirksam werden kann. Auch bei der höchsten Reibbeanspruchung bleibt die maximal mögliche Belastungshöhe deutlich oberhalb derer, welche für Aluminiumoxid bei rein zyklischer Beanspruchung

möglich ist. Somit ist Siliziumnitrid für Anwendungen unter Reibermüdungsbeanspruchung bei Raumtemperatur zu bevorzugen. Bei erhöhten Temperaturen zeigt Siliziumnitrid ebenfalls höhere Festigkeiten, als Aluminiumoxid. Zusätzlich können ab einer gewissen Temperatur auch Riss-schließeffekte die Festigkeit günstig beeinflussen. Problematisch bleibt die Tatsache, dass es bei erhöhten Temperaturen keinen zyklischen Ermüdungseffekt mehr gibt und somit ausreichend hohe Sicherheiten eingeplant werden müssen. Soll das Material in oxidierender Atmosphäre eingesetzt werden, eignet sich Siliziumnitrid ebenfalls nicht als Werkstoff, da zwar die Festigkeit ausreichend hoch wäre, allerdings eine chemische Zersetzung stattfinden würde.

Abbildung 7.2 zeigt die Entwicklung der R-Kurven unter Reibermüdungsbe-

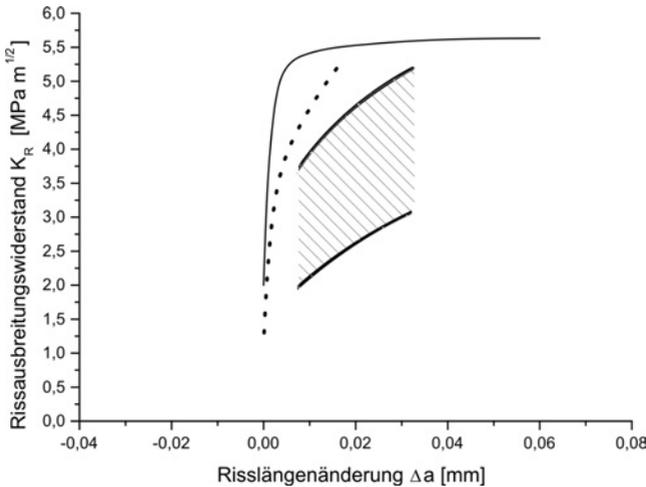


Abbildung 7.2: Entwicklung der Abschnitte R-Kurvenverläufe von Siliziumnitrid unter Reibermüdungsbeanspruchung

anspruchung im Vergleich zur monotonen und zur rein zyklisch degradierten R-Kurve für Siliziumnitrid. Es eröffnet sich ein Feld (schraffiert) in welchem die durch Reibermüdungsbeanspruchung degradierten R-Kurven je nach Belastungsstärke liegen werden. Soll unter Berücksichtigung auftretender Reibermüdungsbeanspruchung dimensioniert werden, so muss dieses Feld als R-Kurvenfeld

angenommen werden.

Um einen wirksamen Degradationseffekt durch Reibermüdungsbeanspruchung zu erhalten muss die monotone R-Kurve des Materials mit steilem Anstieg und schnellem Übergang in einen Plateauwert, wie z.B. bei Siliziumnitrid, ausgeprägt sein. Ist die Ausprägung moderater, mit ausgeprägtem Übergangsbereich bei größeren Rissverlängerungen und nachfolgendem Anstieg ohne Plateauwert, wie z.B. bei der untersuchten Aluminiumoxidvariante, so sind die vorherrschenden Mechanismen primär Abtrag von Material aus der Oberfläche und sich dadurch änderndem Spannungszustand. Wie bereits Abbildung 5.25 b) im Kapitel 5.3.1 zeigt, ist eine geänderte R-Kurve bei solchem Materialverhalten nur bedingt beschreibbar.

### 7.2. Ausblick

Im Rahmen dieser Arbeit und den im Sonderforschungsbereich 483 durchgeführten Arbeiten zur Untersuchung von Ingenieurkeramiken, konnte das Ermüdungs- und Reibermüdungsverhalten der Aluminiumoxidvariante F99.7 und der Siliziumnitridvariant SL200BG untersucht werden. Es konnte eine umfangreiche Beschreibung des Festigkeits- und Lebensdauerhaltens unter verschiedenen Umgebungsbedingungen untersucht und beschrieben werden.

Um das Rissausbreitungsverhalten und daraus das Lebensdauerhalten von keramischen Werkstoffen noch besser verstehen zu können, ist es notwendig weitere Untersuchungen im Bereich der Kontaktermüdung durchzuführen. Parallel sollte auch die numerische Beschreibung des Reibkontaktes, als auch des statischen Kontaktes verbessert werden, um eine bruchmechanische Beschreibung zu verbessern.

Einem Einsatz von Siliziumnitrid als Funktionsmaterial steht allerdings jetzt schon nichts mehr im Wege.

## A. Anhang

### A.1. Parameter R-Kurven Siliziumnitrid

Diesem Anhang sind in der Tabelle 1.1 die Parameter der für Siliziumnitrid ermittelten R-Kurven zu entnehmen.

Tabelle 1.1: Parameter R-Kurven Siliziumnitrid

Parameter	$\text{Si}_3\text{N}_4$ vs $\text{Si}_3\text{N}_4$ $p_{max} = 987$ MPa $s_a = 10$ $\mu\text{m}$ Abbildung 5.17	$\text{Si}_3\text{N}_4$ vs MAR M 247 $p_{max} = 3,2$ MPa $s_a = 100$ $\mu\text{m}$ Abbildung 5.21	$\text{Si}_3\text{N}_4$ vs $\text{Si}_3\text{N}_4$ $p_{max} = 3,2$ MPa $s_a = 100$ $\mu\text{m}$ Abbildung 5.21	$\text{Si}_3\text{N}_4$ vs 100Cr6 $p_{max} = 3,2$ MPa $s_a = 100$ $\mu\text{m}$ Abbildung 5.21	$\text{Si}_3\text{N}_4$ vs $\text{Si}_3\text{N}_4$ $p_{max} = 987$ MPa $s_a = 100$ $\mu\text{m}$ Abbildung 5.28	$\text{Si}_3\text{N}_4$ vs $\text{Si}_3\text{N}_4$ $p_{max} = 2053$ MPa $s_a = 100$ $\mu\text{m}$ Abbildung 5.28
$C_0$	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
$C_1$	0,6198	0,8214	0,8353	0,6746	0,3987	-1,2285
$\lambda_1$	0,0015	0,0015	0,0015	0,0015	0,0015	0,0015
$C_2$	2,9257	2,2505	1,8864	5,4381	2,8045	3,36954
$\lambda_2$	0,015	0,0179	0,0258	0,0402	0,0524	0,0246



---

## Literatur

- [1] Dietmar Gross und Thomas Seelig: *Bruchmechanik*. Springer, Berlin; Heidelberg [u.a.], 4. Auflage, 2007.
- [2] Meinhard Kuna: *Numerische Beanspruchungsanalyse von Rissen : finite Elemente in der Bruchmechanik*. Studium. Vieweg + Teubner, Wiesbaden, 1. Auflage, 2008. [http://deposit.ddb.de/cgi-bin/dokserv?id=2773992&prov=M&dok\\_var=1&dok\\_ext=htm](http://deposit.ddb.de/cgi-bin/dokserv?id=2773992&prov=M&dok_var=1&dok_ext=htm); <http://www.gbv.de/dms/ilmenu/toc/50792455X.PDF>.
- [3] A.A. Griffith: *The Phenomena of Rupture and Flow in Solids*. Philosophical Transactions of the Royal Society of London, 221:163–198, 1921.
- [4] G.R. Irwin: *Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate*. Journal of Applied Mechanics, 24:361–364, 1957.
- [5] Eckard Macherauch: *Praktikum in Werkstoffkunde*. Vieweg, Braunschweig; Wiesbaden, 10. Auflage, 1992.
- [6] Werner Hauger, Dietmar Gross und Walter Schnell: *Technische Mechanik 2. Elastostatik*. Springer, Berlin; Heidelberg, 7. Auflage, 2002.
- [7] Dietrich Munz und Theo Fett: *Ceramics*. Springer, Berlin; Heidelberg [u.a.], 2. Auflage, 2001.
- [8] Brian Cotterell: *The past, present and future of fracture mechanics*. Engineering Fracture Mechanics, 69:533–553, 2002.
- [9] H. Hübner und W. Jillek: *Sub-critical crack extension and crack resistance in polycrystalline alumina*. Journal of Materials Science, 12:117–125, 1977.
- [10] S. Fünfschilling, T. Fett, M. J. Hoffmann, R. Oberacker, H. Jelitto, G.A. Schneider, M. Härtelt und H. Riesch-Oppermann: *Bridging stresses from R-curves of silicon nitrides*. Journal of Materials Science, 44:3900 – 3904, 2009.
- [11] Nils Claussen: *Umwandlungsverstärkte keramische Werkstoffe*. Zeitschrift für Werkstofftechnik, 13:138 – 147, 1982.

- [12] Jürgen Rödel: *Crack closure Forces in Ceramics: Characterization and Formation*. Journal of the American Ceramic Society, 9:323–334, 1992.
- [13] Stefan Fünfschilling: *Mikrostrukturelle Einflüsse auf das R-Kurvenverhalten bei Siliciumnitridkeramiken*. Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), 2010. <http://d-nb.info/1000625184/04>.
- [14] J.J. Kruzic, R. Cannon und R. Ritchie: *Crack-Size Effects on Cyclic and Monotonic Crack Growth in Polycrystalline Alumina: Quantification of the Role of Grain Bridging*. Journal of the American Ceramic Society, 87(1):93–103, 2004.
- [15] Paul F. Becher, Chun Hway Hsueh, Kathleen B. Alexander und Ellen Y. Sun: *Influence of Reinforcement Content and Diameter on the R-Curve Response in SiC-Whisker-Reinforced Alumina*. Journal of the American Ceramic Society, 79(2):298–304, 1996.
- [16] S.M. Wiederhorn und L.H. Bolz: *Stress corrosion and static fatigue of Glass*. Journal of the American Ceramic Society, 53(10):543–548, 1970.
- [17] S.M. Wiederhorn: *Influence of Water Vapor on Crack Propagation in Soda-Lime Glass*. Journal of the American Ceramic Society, 50(8):407–414, 1967.
- [18] Louis Grenet: *Mechanical strength of Glass*. Bulletin de la Société d'Encouragement pour l'Industrie Nationale, 5(4):838–848, 1899.
- [19] S.M. Wiederhorn, H. Johnson, A.M. Diness und A.H. Heuer: *Fracture of Glass in Vacuum*. Journal of the American Ceramic Society, 57(8):336–341, 1974.
- [20] A.G. Evans: *A method for evaluating the time-dependent failure characteristics of brittle materials - and its application to polycrystalline alumina*. Journal of Materials Science, 7:1137–1146, 1972.
- [21] R.H. Dauskart: *A frictional-wear mechanism for fatigue-crack growth in grain bridging ceramics*. Acta Metallurgica et Materialia, 41(9):2765–2781, 1993.

- 
- [22] Hassan El Attaoui, Malika Saâdaoui, Jérôme Chevalier und Gilbert Fantozzi: *Quantitative Analysis of crack shielding degradation during cyclic fatigue of alumina*. Journal of the American Ceramic Society, 88(1):172–178, 2005.
- [23] Robert O. Ritchie und Reinhold H. Dauskart: *Cyclic Fatigue of Ceramics: A Fracture Mechanics Approach to Subcritical Crack Growth and Life Prediction*. Journal of the Ceramic Society of Japan, 99(10):1047–1062, 1991.
- [24] T. Fett, D. Badenheim, R. Oberacker, K. Heiermann und R. Nejma: *Subcritical crack growth of  $Al_2O_3$ , determined by different methods*. Journal of Materials Science Letters, 22:363–365, 2003.
- [25] Tanja Lube und Jan Dusza: *A silicon nitride reference material - A testing program of ESIS TC6*. Journal of the European Ceramic Society, 27:1203–1209, 2007.
- [26] W. Roger Cannon und Terence G. Langdon: *Creep of Ceramics*. Journal of Materials Science, 18:1–50, 1983.
- [27] S.R. Choi und V. Tikare: *Crack healing behaviour of hot pressed silicon nitride due to oxidation*. Scripta Metallurgica et Materialia, 26:1263–1268, 1992.
- [28] K. Ando, M.C. Chu, F. Yao und S. Sato: *Fatigue strength of crack-healed  $Si_3N_4/SiC$  composite ceramics*. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 22:897–903, 1999.
- [29] Stefan Fünfschilling, Theo Fett, Michael J. Hoffmann, Rainer Oberacker, Hüseyin Özcoban, Gerold A. Schneider, Patrice Brenner, Dagmar Gerthsen und Robert Danzer: *Estimation of the High-Temperature R-Curve for Ceramics from strength measurements including specimens with Focused Ion Beam Notches*. Journal of the American Ceramic Society, 93(9):2411–2414, 2010.
- [30] Shuji Sakaguchi: *R-Curve Measurement of Silicon Nitride Based Ceramics at elevated Temperatures with Single Edge Notched Beams*. Fracture Resi-

- stance Testing of Monolithic and Composite brittle Materials, ASTM STP 1409, American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, PA, Seiten 129–136, 2002.
- [31] Thomas Schwind: *Untersuchungen zum zyklischen Ermüdungsverhalten von  $Si_3N_4$  und  $Al_2O_3$  ausgehend von natürlichen Fehlern*. Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), 2010. <http://digbib.ubka.uni-karlsruhe.de/volltexte/1000020655>.
- [32] Heinrich Hertz: *Über die Berührung fester elastischer Körper*. Journal für die reine und angewandte Mathematik, 92:156–171, 1881.
- [33] Valentin L. Popov: *Kontakmechanik und Reibung*. Springer, Berlin ; Heidelberg [u.a.], 2. Auflage, 2010.
- [34] Anthony C. Fischer-Cripps: *Introduction to Contact Mechanics*. Springer, Berlin ; Heidelberg [u.a.], 2007.
- [35] J.W. Harding und I.N. Sneddon: *The elastic stresses produced by the indentation of the plane surface of a semi-infinite elastic solid by a rigid punch*. Proceedings of the Cambridge Philosophical Society, 41:260–271, 1945.
- [36] I.N. Sneddon: *Boussinesq's problem for a flat-ended cylinder*. Proceedings of the Cambridge Philosophical Society, 42:29–39, 1946.
- [37] Brian R. Lawn: *Indentation of Ceramics with Spheres: A century after Hertz*. Journal of the American Ceramic Society, 81(8):1977–1994, 1998.
- [38] Seung Kun Lee und Brian R. Lawn: *Contact Fatigue in Silicon Nitride*. Journal of the American Ceramic Society, 82(5):1281–1288, 1999.
- [39] Marcus Lengauer und Robert Danzer: *Silicon nitride tools for the hot rolling of high-alloyed steel and superalloy wires - Crack growth and lifetime prediction*. Journal of the European Ceramic Society, 28:2289–2298, 2008.
- [40] Marcus Lengauer und Robert Danzer: *Silicon nitride material for hot working of high strength metal wires*. Engineering Failure Analysis, 17:596–606, 2010.

- [41] N. Huber, V. Licht, V. Hegadekatte und O. Kraft (Herausgeber): *A FAST DESIGN-TOOL FOR CERAMICS UNDER STATIC AND CYCLIC CONTACT LOADING*, Proceeding of the 11th International Conference on Fracture, 2011.
- [42] Deutsches Institut für Normung e.V.: *DIN 50323 Teil 1: Tribologie; Begriffe - zurückgezogen*. Beuth Verlag, Berlin, 1988.
- [43] Ludger Deters, Alfons Fischer, Erich Santner und Ulrich Stolz: *Arbeitsblatt 7 - Tribologie*. Gesellschaft für Tribologie, 2002.
- [44] Horst Czichos und Karl-Heinz Habig: *Tribologie-Handbuch*. Vieweg, Wiesbaden, 2. Auflage, 2003.
- [45] Karl-Heinz Zum Gahr: *Naturwissenschaften 72*, Kapitel Tribologie: Reibung - Verschleiß - Schmierung. Springer, Berlin ; Heidelberg [u.a.], 1985.
- [46] Horst Czichos: *Reibung und Verschleiss von Werkstoffen, Bauteilen und Konstruktionen*. Expert Verl., Grafenau/Wuertt., 1. Auflage, 1982.
- [47] Deutsches Institut für Normung e.V.: *DIN 50281 - zurückgezogen*. Beuth Verlag, Berlin.
- [48] Donald H. Buckley und Kazuhisa Miyoshi: *Friction and wear of ceramics*. Wear, 100:333–353, 1984.
- [49] K Kato: *Tribology of ceramics*. Wear, 136:117–133, 1990.
- [50] G. Hamburg, P. Cowley und R. Valori: *Operation of an all-ceramic mainshaft roller bearing in a J-402 gas-turbine engine*. Lubrication Engineering, 37(7):407–415, 1981.
- [51] J.R. Miner, W.A. Grace und R. Valori: *A demonstration of high-speed gas turbine bearings using silicon nitride riolling elements*. Lubrication Engineering, 37(8):462–478, 1981.
- [52] G.W. Hamburg und W.F. Prusaitis: *Ceramic mainshaft roller bearing performance in a gas turbine engine*. Report Documentation, Naval Air Propulsion Center Trenton, New Jersey 08628, 1979.

- [53] J. Vižintin, M. Kalin, S. Novak, G. Dražič, L.K. Ives und M.B. Peterson: *Effect of slip amplitude on the fretting wear of silicon nitride against silicon nitride*. Wear, 192:11–20, 1996.
- [54] D.R. Horn, R.B. Waterhouse und B.R. Pearson: *Fretting wear of sintered alumina*. Wear, 113:225–232, 1986.
- [55] J. Sato, M. Shima und Sugawara: *A fundamental study of fretting damage to glass using an improved apparatus*. Wear, 106:53–61, 1985.
- [56] S.S. Kim, K. Kato und K. Hokkirigawa: *Analysis of rolling wear mechanism of ceramic based in fracture mechanics - Part 2*. Proceeding of the 32nd JSLE Conference, Seiten 289–292, 1988.
- [57] S.S. Kim, K. Kato und K. Hokkirigawa: *Analysis of rolling wear mechanism of ceramic based in fracture mechanics - Part 3*. Proceeding of the 32nd JSLE Conference, Seiten 293–296, 1988.
- [58] X. Dong und S. Jahanmir: *Wear transition diagram for silicon nitride*. Wear, 165:169–180, 1993.
- [59] Roberto C. Dante und C.K. Kajdas: *A review and a fundamental theory of silicon nitride tribochemistry*. Wear, 288:27–38, 2012. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2012.03.001>.
- [60] F.C. Neuner: *Untersuchung von mikrostrukturellen Einflussgrößen auf das Reibermüdungsverhalten und auf die Schädigungsmechanismen von Eisenbasislegierungen*. Dissertation, Universität Erlangen, 2005.
- [61] P.L. Hurricks: *The mechanism of Fretting - A Review*. Wear, 15:389–409, 1970.
- [62] C. Poon und D.W. Hoepfner: *Apparatus for Studying fretting fatigue in vacuum*. Review of Scientific Instruments, 50(2):171–176, 1979.
- [63] R.C. Bill: *Fretting Wear and Fretting Fatigue - How are they related*. Journal of Lubrication Technology, 105:230–238, 1983.
- [64] R.B. Waterhouse: *Fretting Fatigue*. Materials Science and Engineering, 25:201–206, 1976.

- 
- [65] R.B. Waterhouse: *The role of adhesion and delamination in the fretting wear of metallic materials*. Wear, 45:355–364, 1977.
- [66] R.B. Waterhouse: *Fretting Wear*. Wear, 100:107–118, 1984.
- [67] R.B. Waterhouse und M.K. Dutta: *The fretting fatigue of titanium and some titanium alloys in a corrosive environment*. Wear, 25:171–175, 1973.
- [68] J. Sato, J. Igarashi, M. Shima und R.B. Waterhouse: *Fretting of Glass*. Wear, 65:55–65, 1980.
- [69] Thomas Schalk: *Reibermüdungsverhalten ingenieurkeramischer Werkstoffe*. Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), 2010. <http://digbib.ubka.uni-karlsruhe.de/volltexte/1000021088>.
- [70] Deutsches Institut für Normung e.V.: *DIN EN 843-1 Hochleistungskeramik - Mechanische Eigenschaften monolithischer Keramik bei Raumtemperatur - Teil 1: Bestimmung der Biegefestigkeit*. Berlin, 2008.
- [71] M. Okane, Y. Mutoh, Y. Kishi und S. Suzuki: *Static and Cyclic Fretting Fatigue Behaviour of Silicon Nitride*. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 19(12):1493–1504, 1996.
- [72] M.Z. Huq, C. Butaye und J. P. Celis: *An innovative system for fretting wear testing under oscillating normal force*. Journal of Materials Research, 15(7):1591–1599, 2000.
- [73] Claudius Wörner und Karl Heinz Lang: *Fretting Fatigue Failure of Engineering Ceramics*. Proceedings of the 36th International Conference on Advanced Ceramics and Composites, The American Ceramic Society, 2012.
- [74] Werner Schatt: *Pulvermetallurgie*. Springer, Berlin; Heidelberg; New York, 2. Auflage, 2007.
- [75] Hermann Salmang und Horst Scholze: *Keramik*. Springer, Berlin; Heidelberg [u.a.], 7. Auflage, 2006.
- [76] V. Carle, B. Trippel, U. Täffner, U. Schäfer, F. Predel, R. Telle und G. Petzwo: *Keramographie von Hochleistungskeramiken - Werkstoffbeschreibung*

- bung, Präparation, Äztechniken und Gefügebeschreibung, Teil VIII: Aluminiumoxid ( $Al_2O_3$ ). Praktische Metallographie, 32:54–76, 1995.
- [77] Roland Hessert: *Bearbeitungseigenspannungen, Randschichtschädigungen und Festigkeiten geschliffener  $Al_2O_3$ - und  $ZrO_2$ -Keramiken*. Dissertation, Universität Karlsruhe, 1998.
- [78] Louis R. Rossi und Willis G. Lawrence: *Elastic Properties of Oxide Solid Solutions: The System  $Al_2O_3$ - $Cr_2O_3$* . Journal of the American Ceramic Society, 53:604–608, 1970.
- [79] Rachid Nejma: *Verformungs- und Versagensverhalten von Aluminiumoxidkeramik unter isothermer und thermisch-mechanischer Ermüdungsbeanspruchung*. Dissertation, Universität Karlsruhe, 2007.
- [80] Thomas Erbacher: *Eigenspannungen, Festigkeiten und Schädigungsverhalten von Aluminiumoxid unter thermischer und friktiver Randschichtbeanspruchung*. Dissertation, Universität Karlsruhe, 2006.
- [81] Alexander Heitmann: *Oxidkeramik - ein Werkstoff für extreme Anforderungen*. Friatec Aktiengesellschaft, Mannheim, Informationsbroschüre. <http://www.friatec.de/content/friatec/de/Keramik/FRIALIT-DEGUSSIT-Oxidkeramik/Downloads/downloads/A.Heitmann-Oxidkeramik-de.pdf>.
- [82] Robert Danzer und Tanja Lube: *A testing program for a silicon nitride reference material*. The American Ceramic Society, 133:259–268, 2002.
- [83] Johannes Wippler, Stefan Fünfschilling, Felix Fritzen, Thomas Böhlke und Michael J. Hoffmann: *Homogenization of the thermoelastic properties of silicon nitride*. Acta Materialia, 59:6029–6038, 2011.
- [84] J. J. Kruzic, R. L. Satet, M. J. Hoffmann, R. M. Cannon und R. O. Ritchie: *The Utility of R-Curves for Understanding Fracture Toughness-Strength Relations in Bridging Ceramics*. Journal of the American Ceramic Society, 91(6):1986–1994, 2008.
- [85] Deutsches Institut für Normung e.V.: *Hochleistungskeramik - Prüfverfahren zur Bestimmung der Bruchzähigkeit von monolithischer Keramik -*

- 
- Teil 5: Verfahren für Biegeproben mit VKerb (SEVNB-Verfahren)*. Berlin, 2004.
- [86] Hideo Awaji und Yoshihisa Sakaida: *V-Notch Technique for Single-Edge Notched Beam and Chevron Notch Methods*. Journal of the European Ceramic Society, 73(11):3522–3523, 1990.
- [87] H. Fischer, A. Waindich und R. Telle: *Influence of preparation of ceramic SEVNB specimens on fracture toughness testing results*. Dental Materials, 24:618–622, 2008.
- [88] A.G. Evans und E.A. Charles: *Fracture toughness determination by Indentation*. Journal of the American Ceramic Society, 59(7-8):371–372, 1976.
- [89] G.R. Anstis, P. Chantikul, B.R. Lawn und D.B. Marshall: *A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: I, Direct Crack Measurements*. Journal of the American Ceramic Society, 64(9):533–538, 1981. <http://dx.doi.org/10.1111/j.1151-2916.1981.tb10320.x>.
- [90] Rodney W. Trice und John W. Halloran: *Mode I Fracture Toughness of a Small-Grained Silicon Nitride: Orientation, Temperature and Crack length effects*. Journal of the American Ceramic Society, 82(10):2633–2640, 1999.
- [91] Waloddi Weibull: *A statistical theory of the strength of materials*. Ingeniörsvetenskapsakademiens Handlingssgar, 151:1–45, 1939.
- [92] Waloddi Weibull: *A statistical Distribution Function of Wide Applicability*. Journal of Applied Mechanics, Seiten 293–299, 1951.
- [93] S. Nohut und G.A. Schneider: *Failure probability of ceramic coil springs*. Journal of the European Ceramic Society, 29:1013–1019, 2009.
- [94] Deutsches Institut für Normung e.V.: *DIN EN 843-5 Hochleistungskeramik - Mechanische Eigenschaften monolithischer Keramik bei Raumtemperatur - Teil 5: Statistische Auswertung*. Berlin, 2008.
-

- [95] Javier Pascual, Tanja Lube und Robert Danzer: *Fracture statistics of ceramic laminates strengthened by compressive residual stresses*. Journal of the European Ceramic Society, 28:1551–1556, 2007.
- [96] R. Danzer, P. Supancic, J. Pascual und T. Lube: *Fracture statistics of ceramics-Weibull statistics and deviations from Weibull statistics*. Engineering Fracture Mechanics, 74:2919–2932, 2007.
- [97] Waloddi Weibull: *A new method for the statistical Treatment of fatigue Data*. SAAB Technical Notes, 30:1–21, 1954.
- [98] A. De S. Jayatilaka und K. Trusturm: *Statistical approach to brittle fracture*. Journal of Materials Science, 12:1426–1430, 1977.
- [99] A. De S. Jayatilaka und K. Trusturm: *On estimating the Weibull modulus for a brittle material*. Journal of Materials Science, 14:1080–1084, 1979.
- [100] Bill Bergmann: *On the estimation of the Weibull modulus*. Journal of Materials Science Letters, 3:689–692, 1984.
- [101] J.J. Kruzic, R.M. Cannon, J.W. Ager III und R.O. Ritchie: *Fatigue threshold R-Curves for predicting reliability of ceramics under cyclic loading*. Acta Materialia, 53:2595–2605, 2005.
- [102] Dietrich Munz: *What Can We Learn from R-Curve Measurements?* Journal of the American Ceramic Society, 90(1):1–15, 2007.
- [103] Theo Fett und Dietrich Munz: *Determination of  $v$ - $K_I$  Curves by a modified Evaluation of Lifetime Measurements in Static Bending Tests*. Journal of the American Ceramic Society, 68(8):C–231–C–215, 1985.
- [104] T. Fett, G. Marting, D. Munz und G. Thun: *Determination of  $da/dN$ - $\Delta K_I$  curves for small cracks in alumina in altering bending tests*. Journal of Materials Science, 26:3320–3328, 1991.
- [105] Martin Härtelt: *Probabilistische Lebensdauervorhersage für keramische Bauteile unter komplexer zyklischer Beanspruchung*. Dissertation, 2009. <http://digbib.ubka.uni-karlsruhe.de/volltexte/1000020799>.

- 
- [106] Peter J. Goodhew und F. John Humphreys: *Electron microscopy and analysis*. Taylor & Francis, London, 2. Auflage, 1988. <http://www.ulb.tu-darmstadt.de/tocs/10522646.pdf>.
- [107] Thomas Schwind, Thomas Schalk, Eberhard Kerscher, Tilmann Beck, Karl-Heinz Lang und Detlef Löhle: *Thermal, mechanical and fretting fatigue of silicon nitride*. International Journal of Materials Research (formerly Z. Metallkd.), 99(10):1090–1097, 2008.
- [108] R. Nejma, K. H. Lang und D. Löhle: *Influence of the temperature on the strength and the subcritical crack growth rate of alumina*. Materials Science and Engineering: A, 387 – 389(0):832 – 836, 2004. <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S092150930400629X>.
- [109] Chih Kuang Jack Lin und Darrell F. Socie: *Static and Cyclic Fatigue of Alumina at High Temperatures*. Journal of the American Ceramic Society, 74(7):1511–1518, 1991. <http://dx.doi.org/10.1111/j.1151-2916.1991.tb07133.x>.
- [110] Theo Fett, Stefan Fünfschilling, Michael J. Hoffmann und Rainer Oberacker: *Different R-Curves for Two- and Three-Dimensional Cracks*. International Journal of Fracture, 153(2):153–159, 2008. <http://dx.doi.org/10.1007/s10704-008-9289-0>.
- [111] Theo Fett: *New contributions to R-curves and bridging stresses - Applications of weight functions*. Schriftenreihe des Instituts für Angewandte Materialien ; 3. KIT Scientific Publishing, Karlsruhe, 2012. [http://deposit.d-nb.de/cgi-bin/dokserv?id=4045733&prov=M&dok\\_var=1&dok\\_ext=htm](http://deposit.d-nb.de/cgi-bin/dokserv?id=4045733&prov=M&dok_var=1&dok_ext=htm); <http://d-nb.info/1022700804/04>.
- [112] Johannes Wippler: *Micromechanical Finite Element Simulations of Crack Propagation in Silicon Nitride*. Dissertation, Karlsruhe, 2012. <http://digbib.ubka.uni-karlsruhe.de/volltexte/1000026004>.
- [113] George D. Quinn: *Fractography of Ceramics and Glasses*. NIST Recommended Practice Guide, digital, 2007. [http://www.nist.gov/public\\_affairs/factsheet/practiceguides.cfm](http://www.nist.gov/public_affairs/factsheet/practiceguides.cfm).

- [114] Johannes Wippler: *Persönliche Unterstützung in der Erstellung eines Modells in Abaqus*. 2012.

# Abbildungsverzeichnis

2.1. Rissbeanspruchungsarten <sup>[6]</sup> . . . . .	6
2.2. Rissspitzenfeld <sup>[6]</sup> . . . . .	7
2.3. Schema einer R-Kurve mit verschiedenen $K_{appl}$ Kurven . . . . .	9
2.4. Rissüberbrückungsmechanismen . . . . .	11
2.5. Schema zum unterkritischen Risswachstum bei Keramiken und Gläsern <sup>[7]</sup> . . . . .	13
2.6. Schema einer degradierten R-Kurve mit $K_{appl}$ Kurve . . . . .	14
2.7. Hertz'scher Kugel-Ebene Kontakt . . . . .	17
2.8. Indenter-Ebene Kontakt . . . . .	18
2.9. konische Risse . . . . .	19
2.10. Springen eines Risses <sup>[39,40]</sup> . . . . .	20
2.11. Ein tribologisches System . . . . .	21
2.12. Reibung und Verschleiß von keramischen Oberflächen <sup>[49]</sup> . . . . .	24
2.13. Tribologische, verschleiß und tribochemische Effekte auf Silizi- umnitrid Keramik mit einem Kugelförmigen Reibkörper . . . . .	25
3.1. Gitterstruktur und Gefüge von $Al_2O_3$ . . . . .	30
3.2. F99,7 Verteilung der Festigkeit im Weibull-Diagramm . . . . .	31
3.3. Gitterstrukturen von $Si_3N_4$ <sup>[75]</sup> . . . . .	32
3.4. SL200BG Gefügaufnahme <sup>[31]</sup> . . . . .	33
3.5. Eindimensionale Rissausbreitungswiderstandskurven, Messungen <sup>[13]</sup> , Anpassung <sup>[31]</sup> . . . . .	35
3.6. Probenmaterial und Reibkörper . . . . .	37
4.1. Hochtemperaturprüfstand . . . . .	39
4.2. Vier-Punkt Biegeeinrichtung mit Reiberermüdungsbeanspruchung . . . . .	40
4.3. Schema der Auftragung $\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-F}\right)\right)$ über $\ln(\sigma_c)$ . . . . .	43
4.4. Ausfallwahrscheinlichkeit (a) und Lebensdauern (b) zur Ermitt- lung einer degradierten R-Kurve . . . . .	45
4.5. Schema der K-Kurven Verläufe mit eingepasster degradierte R- Kurve . . . . .	46
5.1. Lebensdauerverhalten bei zyklischer Ermüdung . . . . .	53
5.2. degradierte R-Kurve bei rein zyklischer Beanspruchung im Ver- gleich mit der monotonen R-Kurve . . . . .	55

5.3.	Variation des Reibweges, Restfestigkeit . . . . .	56
5.4.	Variation des Reibweges, Lebensdauerverhalten . . . . .	57
5.5.	geschädigte Oberflächen nach Reibbeanspruchung mit unterschiedlichen Reibwegen, nach $N_{fr} = 10^5$ Reibzyklen . . . . .	59
5.6.	Variation der Flächenpressung, Restfestigkeiten . . . . .	60
5.7.	Variation der Flächenpressung, Lebensdauerverhalten . . . . .	61
5.8.	geschädigte Oberflächen nach Reibbeanspruchung mit unterschiedlichen Reibkörpern, mit $s_a = 100 \mu\text{m}$ , nach $N_{fr} = 10^6$ Reibzyklen	63
5.9.	Variation der Reibgeschwindigkeit, Lebensdauerverhalten . . . . .	64
5.10.	Hochtemperaturreibermüdung, Restfestigkeiten . . . . .	66
5.11.	geschädigte Oberfläche nach Hochtemperaturreibbeanspruchung .	67
5.12.	degradierte hochtemperatur R-Kurven . . . . .	68
5.13.	degradierte Hochtemperatur R-Kurven . . . . .	69
5.14.	Variation des Reibweges, Restfestigkeit . . . . .	70
5.15.	Variation des Reibweges, Lebensdauerverhalten . . . . .	71
5.16.	geschädigte Oberfläche nach Reibbeanspruchung mit verschiedenen Reibwegsamplituden . . . . .	72
5.17.	degradierte R-Kurve Reibbeanspruchung mit $s_a = 10 \mu\text{m}$ , $N_B = 10^4$ Zyklen . . . . .	74
5.18.	Variation der Flächenpressung, Restfestigkeit . . . . .	75
5.19.	Variation der Flächenpressung, Lebensdauern . . . . .	77
5.20.	geschädigte Oberfläche nach Reibbeanspruchung mit verschiedenen Reibkörpern . . . . .	78
5.21.	degradierte R-Kurven nach Reibermüdungsbeanspruchung . . . . .	80
5.22.	Variation der Reibgeschwindigkeit, Variation des Lastverhältnisses, Lebensdauerverhalten . . . . .	81
5.23.	Hochtemperaturreibermüdung, Restfestigkeit . . . . .	83
5.24.	geschädigte Oberfläche nach Hochtemperaturreibbeanspruchung .	84
5.25.	Degradierete R-Kurve ermittelt auf Basis von Daten von Schalk <sup>[69]</sup> im Vergleich mit rein zyklisch degradiertes R-Kurve . . . . .	86
5.26.	Lebensdauer unter zyklischer Hochtemperaturbelastung von Nejma <sup>[79]</sup> in geänderter Darstellung mit Rissausbreitungsexponenten	87
5.27.	Reibermüdungsversuche von Schalk <sup>[69]</sup> in angepasster Darstellung mit Rissausbreitungsexponenten . . . . .	88

---

5.28. Degradierte R-Kurven auf Basis von Ergebnissen von Schalk <sup>[69]</sup> im Vergleich mit rein zyklisch degradierter R-Kurve . . . . .	90
6.1. Vorstellung der Lebensdauer unter Reibermüdungsbeanspruchung bei Raumtemperatur . . . . .	91
6.2. Beurteilung der Reibbeanspruchung . . . . .	93
6.3. Reißverschlussriss („zipper crack“) . . . . .	98
6.4. Zugspannungsfeld in $\sigma_{zz}$ Richtung, hervorgerufen von einer sich bewegenden Kugel . . . . .	99
6.5. Spannungen um einen Riss in einem Siliziumnitridkörper mit Reibbeanspruchung durch einer Kugel . . . . .	100
6.6. Von einer reibenden Kugel an einem Riss erzeugte Beanspruchung	101
6.7. Ablauf des Risswachstums und der Degradation der Verstärkungs- elemente (schematisch) . . . . .	102
6.8. Lebensdauern von Siliziumnitrid unter Ermüdungs- und Reiber- müdungsbeanspruchung . . . . .	104
6.9. Bruchmuster bei unterschiedlichen Belastungshöhen . . . . .	106
6.10. Entwicklung der R-Kurven bei Ermüdungs- und Reibermüdungs- beanspruchung . . . . .	107
6.11. Bereich zur Beschreibung der Parameter der degradierten R- Kurve für Reibermüdungsbeanspruchung . . . . .	108
6.12. Beurteilung der Reibbeanspruchung . . . . .	111
7.1. Vergleich der Lebensdauern unter Reibermüdungsbeanspruchung von Aluminiumoxid und Siliziumnitrid . . . . .	113
7.2. Entwicklung der Abschnitte R-Kurvenverläufe von Siliziumnitrid unter Reibermüdungsbeanspruchung . . . . .	115