KfK 4096
Juni 1986

Hochtemperaturkriechverformung und langsame Rißausbreitung in keramischen Stoffen mit Glasphase am Beispiel des HPSN

D. Bethge
Institut für Material- und Festkörperforschung

Kernforschungszentrum Karlsruhe

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE
Institut für Material- und Festkörperforschung

KfK 4096

Hochtemperaturkriechverformung und langsame Rißausbreitung in keramischen Stoffen mit Glasphase am Beispiel des HPSN*

Daniel Bethge

* von der Fakultät für Maschinenbau der Universität Karlsruhe (TH) genehmigte Dissertation

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

Als Manuskript vervielfältigt
Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH
Postfach 3640, 7500 Karlsruhe 1

ISSN 0303-4003

Inhaltsverzeichnis

	Seite
Liste der wichtigsten Symbole	1
1. Einleitung	5
1.1. Zielsetzung	6
1.2. Beschreibung der untersuchten Werkstoffe	8
1.3. Die angewandten Versuchstechniken	10
2. Das Kriechen	12
2.1. Überblick	12
2.2. Die Mechanik des Biegekriechens	14
2.2.1. Das Maxwell-Modell	14
2.2.2. Zusammenhang zwischen Maxwell- und Kriechparameter	20
2.2.3. Biegeproben mit trapezförmigem Querschnitt	21
2.2.4. Der Spannungsrelaxationsversuch	24
2.3. Experimentelle Ergebnisse zum Kriechen	26
2.3.1. Das primäre Kriechen	26
2.3.2. Das sekundäre Kriechen	30
2.3.3. Kriechen unter zyklierender Belastung	33
2.3.4. Kriechen unter konstanter Belastungsgeschwindigkeit	35
2.3.5. Der Biegerelaxationsversuch	36
2.3.6. Nachgiebigkeitstests im statischen Kriechversuch	42
2.3.7. Untersuchungen am Transmissionselektronenmikroskop	48
2.4. Diskussion: Die Kriechmechanismen von HPSN	50
2.4.1. Ein Gefügemodell zur Beschreibung des Kriechens	50
2.4.2. Der Einfluß der Porosität auf die Kriechverformung	56
2.4.2.1. Die Porenbildung	57
2.4.2.2. Das Porenwachstum	62
2.4.3. Schlußfolgerungen	64

Seite

3. Unterkritische Rißausbreitung 67

3.1. Überblick 67

3.1.1. Festigkeit bei hohen Temperaturen 68

3.1.2. Langsame Bruchexperimente 75

3.2. Das Spannungsfeld an einer Rißspitze 78

3.2.1. Lineares und nichtlineares Werkstoffverhalten 78

3.2.2. Zeitabhängiges Werkstoffverhalten 80

3.2.3. Effektive Spannungen 82

3.2.3.1. Der stehende Riß 82

3.2.3.2. Der wachsende Riß 84

3.2.3.3. Sonderfall: $\dot{a} \to 0$, $t \to \infty$ 85

3.3. Kriterien der Rißausbreitung 86

3.4. Theoretischer Ansatz zur Rißausbreitung in HPSN 89

3.5. Experimentelle Ergebnisse zur Rißsausbreitung 94

3.5.1. HPSN(Mg) 94

3.5.1.1. Lebensdauern an Luft 94

3.5.1.2. Lebensdauern im Vakuum 102

3.5.2. HPSN(Y) 104

3.5.2.1. Versuche unter statischer Belastung 104

3.5.2.2. Versuche unter zyklierender Belastung 107

3.5.2.2.1. Spannungsverteilung in der Biegeprobe 107

3.5.2.2.2. Vorhersage mit Hilfe statisch gewonnener Parameter 109

3.5.3. HIPSiC 114

3.5.3.1. Bestimmung des Rißausbreitungsparameters N 114

3.5.3.2. Vergleich mit einem theoretischen Modell 116

3.6. Schlußfolgerungen 118

4. Zusammenfassung und Schluß 119

Literaturverzeichnis 122

Anhang 130

Zusammenfassung

In vorliegender Arbeit wird die Kriechkinetik und die langsame, unterkritische Rißausbreitung an zwei mit MgO bzw. Y_2O_3-Zusatz heißgepreßten Si_3N_4-Werkstoffen bei hohen Temperaturen im Biegeverfahren untersucht. Zum Vergleich wird ein korngrenzenphasenloses, heißisostatisch gepreßtes SiC-Material den gleichen Versuchen unterzogen.

Die Kriechkinetik von HPSN wird anhand eines Zweiphasenmodells diskutiert. Es wird gezeigt, daß Porenwachstum als Akkommodation zum Korngrenzengleiten auftritt und die Spannungsabhängigkeit der Porenentstehung je nach Versuchsart (statisch, dynamisch oder dehnungskontrolliert) zu verschiedenen Spannungsexponenten im Norton-Ansatz führt. Das Modell zur Kriechkinetik baut auf der gemessenen Änderung des elastischen Verhaltens während des Kriechversuchs auf; Probenversteifung tritt auf infolge Kornverhakung, Probenschwächung durch Kriechporosität.

Ein rißbehafteter Körper, zum Beispiel aus Keramik, erfährt eine Rißverlängerung, wenn diese thermodynamisch möglich ist und die Trennfestigkeit an der Rißspitze überschritten wird. Letzteres, das sogenannte Kraftkriterium, verliert für Werkstoffe, die stark fließen oder kriechen, an Bedeutung; Rißverlängerung tritt ein, wenn der Körper dadurch in einen energetisch stabileren Zustand gelangen kann. Der angenommene Mechanismus für die unterkritische Rißausbreitung in glasphasenhaltiger Keramik bei hohen Temperaturen ist das Bilden und Wachsen von Mikrorissen bzw. Mikroporen durch Kriechen im Spannungsfeld sowohl vor der Rißspitze als auch in der Gesamtprobe. Sollte die Spannungsabhängigkeit des Porenöffnens und -schließens die gleiche sein, dann dürfte ein Zusammenhang zwischen der Rißwachstumsgeschwindigkeit und dem Spannungsabklingverhalten im Relaxationsversuch bestehen.

High Temperature Creep and Slow Crack Growth Properties of HPSN as an Example of Ceramics Containing a Glassy Phase

Abstract

A study was made of the kinetics of creep and slow crack growth at high temperatures in ceramic materials containing a glassy boundary phase (for experiments: bend tests). The materials studied were hot pressed silicon nitride (HPSN) containing either MgO or Y_2O_3 as additives and, for comparison purposes, hot isostatically pressed silicon carbide with no grain boundary phase.

It will be shown that the kinetic of creep in HPSN can be explained in terms of a mechanical two phase model. Grain boundary voids grow in response to grain boundary sliding and the nucleation of such voids is stress independent. The stress exponent in the Norton Law is thus dependent on the kind of experiment considered (static, dynamic or strain controlled). The model describing the kinetic of creep is based on the elastic behaviour during the creep test; hardening due to increasing grain linkage, softening due to creep porosity.

A crack, for example in a ceramic material, will grow providing both that the growth is thermodynamically possible and that the stresses at the crack tip exceed the cohesive strength. The stress criterion, however, loses its significance in materials undergoing creep or viscous flow; crack growth will occur wherever the free energy of the sample is thereby lowered. In two phase ceramics at high temperatures the assumed mechanism for the slow crack growth is the nucleation and growth of voids or microcracks in the stress field in front of a crack and throughout the sample. If the stress dependency of the nucleation of voids is the same as that for their annihilation, then the crack growth velocity and the stress relaxation behaviour under constant strain can be described by the same parameters.

Liste der wichtigsten Symbole[+)]

A	Parameter aus Norton-Ansatz (Index t: Zug, c: Druck)
A_1	Parameter zur Beschreibung des primären Kriechens
B	Konstante
C	Nachgiebigkeit oder Compliance
D	Inkrement $d\dot{\varepsilon}/dy$
E	Elastizitätsmodul
E'	Elastizitätskonstante $(E/(1-\nu^2))$
F	Funktion
G	Energiefreisetzungsrate
J	Rice-Integral
K_I	Spannungsintensitätsfaktor (Modus I)
K_{I0}	Schwellwert für unterkritisches Rißwachstum
K_{IC}	Kritischer Spannungsintensitätsfaktor
M	Biegemoment
$\overline{M}$	Mittleres Biegemoment
M_o	Biegemoment zum Zeitpunkt $t = 0$
N	Rißausbreitungsexponent
N_G	Verteilungsdichte der Gefügeinhomogenitäten
$\tilde{N}$	Poren- oder Mikrorißdichte
O	Oberfläche
P	Kraft
$\tilde{P}$	Proportionalitätsfaktor
Q	Aktivierungsenergie
R	Spannungsverhältnis $\sigma_{min}/\sigma_{max}$

+) Diese Liste enthält nur solche Symbole, die häufiger als einmal vorkommen, deren Bedeutungen daher nicht immer unmittelbat aus dem Text hervorgehen.

T	Absolute Temperatur
U	Elastisch gespeicherte Energie
U_o	Dissozisationsenegie
V	Volumen, Hohlvolumen
$\dot{V}$	Hohlvolumenzunahme
V_ρ	Neugebildete Porosität in der Schädigungszone
V_ε	Kriechporosität
V_o	Anfangsporosität
W	Arbeit der äußeren Kräfte
W^*	Energieterm zur Rißverlängerung
Y	Geometrische Koorekturfunktion
a	Rißlänge
$\dot{a}$	Rißausbreitungsgeschwindigkeit
a_c	Kritische Rißlänge
b	Probenbreite
c	Zeitexponent (aus primärer Kriechkinetik)
d	Dicke
f	Verschiebung der Kraftangriffspunkte
f_m	Mittendurchbiegung
h	Probenhöhe (Index c: auf Druck, t: auf Zug beanspruchter Probenteil)
i	Ganze Zahl
i_K	Zahl der Kornkontaktstellen pro Volumeneinheit
k	1) Boltzmannkonstante 2) Exponent
l	1) Länge 2) Abstand zwischen den äußeren Widerlagern
l_p	Abstand zwischen den inneren Widerlagern
m	Exponent zur Beschreibung der Porendichte

m^*	Exponent aus Weibull-Verteilung
m_r	Exponent zur Beschreibung des Relaxationsverhaltens
n	Spannungsexponent aus dem Norton-Ansatz
n_1	Spannungsexponent des primären Kriechens
p	Druck
q	Exponent
r	1) Polarkoordinate 2) Radius
s	1) Geometrische Größe 2) Korngröße
t	Zeit
t^*	Fiktive Zeit
t_B	Lebensdauer
t_B^*	Fiktive Lebensdauer
t_H	Haltezeit
u	Integrationsvariable
$\overline{v}$, $\overline{w}$	Mittlere Gleitgeschwindigkeit
x, y, z	Koordinaten
y	Höhenkoordinate im Biegebalken
α	Parameter zur Beschreibung des asymmetrischen Kriechverhaltens
$\alpha_1 .. \alpha_4$	Werkstoff- bzw. Geometriekonstanten
β	Konstante, Proportionalitätsfaktor (mit verschiedenen Indizes)
γ	Spezifische Oberflächenenergie (Index f: Fluid, k: Korn)
γ_{eff}	Effektive spezifische Oberflächenenergie bei Rißzuwachs
$\dot{\gamma}$	Schergeschwindigkeit
Δ	Differenz
ϕ	Winkel (Polarkoordinate)
ε	Verformung (Index t: Dehnung, c: Stauchung)

ε^*	Randfaserverformung (unter der Annahme, daß die neutrale Faser sich in Probenmitte befindet)
$\dot{\varepsilon}$	Kriechgeschwindigkeit
$\dot{\varepsilon}_e$	Effektive Kriechgeschwindigkeit
$\dot{\varepsilon}_s$	Stationäre Kriechgeschwindigkeit
η	1) Höhenkoordinate im Biegebalken (von neutraler Faser aus gerechnet) 2) Viskosität
λ	Faktor
ν	1) Querkontraktionszahl 2) Frequenz
ξ	Hilfsfunktion
ρ	Größe der Schädigungszone
σ	Spannung
$\dot{\sigma}$	Belastungsgeschwindigkeit
σ^*	Linear-elastische Randspannung
$\overline{\sigma}$	Mittelspannung
σ_o	Spannung zum Zeitpunkt t = 0
σ_∞	Relaxierte Randzugspannung
σ_B^*	Linear-elastisch berechnete Bruchspannung ($= 6M_B/bh^2$, M_B = Biegemoment im Augenblick des Bruchs)
σ_c	Inertfestigkeit
σ_e	Effektive Spannung
$\sigma_{e,max}$	Maximale effektive Spannung
σ_F	Fließspannung
σ_g	Grenzspannung
σ_w	"Wirksame" Spannung
$\Delta\sigma$	Spannungsamplitude

1. Einleitung

Keramische Werkstoffe gehören zu den ältesten Materialien, die der Mensch zu handhaben weiß. Gebrauchs- und Schmuckgegenstände aus seiner Frühgeschichte sind Zeugnis dafür. Die neuzeitliche technische Entwicklung und die damit verbundene Forderung nach immer anspruchsvolleren Werkstoffen führte zu einer Wiedergeburt der Keramik als Schneid- und Elektrokeramik sowie im medizinischen und in anderen Bereichen. Für die Zukunft erhofft man sich den technischen Einsatz von Keramiken in Verbrennungsmaschinen und in Reaktoren wegen ihrer den Metallen überlegenen Oxidations- und Verformungsbeständigkeit bei sehr hohen Temperaturen.

Während in Japan zunächst Keramikkomponenten für den Hubkolbenmotor entwickelt wurden - vor einigen Jahren ist sogar ein Vollkeramikmopedmotor vorgestellt worden - laufen in den USA und in Deutschland seit über zehn Jahren öffentliche Forschungsprogramme zur Entwicklung der Fahrzeuggasturbine /1/. Brennkammer und Turbinenschaufeln sollen mit Keramik ausgekleidet oder ganz aus diesen Werkstoffen hergestellt werden. Dabei gehören Siliciumnitrid (Si_3N_4) und Siliciumcarbid (SiC) zu den am meisten Erfolg versprechenden Materialien.

Keramische Werkstoffe haben allerdings auch einen großen Nachteil: Unter Einwirkung von Kräften zerspringen sie leicht. Trotz mancher Teilerfolge (Umwandlungsverstärkung /2/) liegt die Sprödigkeit immer noch um Faktor 10 bis 100 (gemessen in $1/K_{IC}$) höher als die der Metalle. Dies stellt besondere Anforderungen an die Konstruktion. Diese muß berücksichtigen, daß hohe Druckspannungen ertragen werden, aber nur mäßige Zugspannungen und keine schlagartigen Belastungen.

Über keramische Werkstoffe findet sich eine umfangreiche Fachliteratur. Eine besonders gründliche Einführung geben Kingery et al. /3/.

1.1. Zielsetzung

In dieser Arbeit werden heißgepreßtes Siliciumnitrid (HPSN) mit MgO bzw. Y_2O_3 als Additive und (zu Vergleichszwecken) heißisostatisch gepreßtes Siliciumcarbid (HIPSiC) ohne Zusätze untersucht. Bei hohen Temperaturen verlieren diese Werkstoffe ihre rein elastischen Eigenschaften. Insbesondere bei HPSN treten viskose und visko-elastische Verformungsanteile auf, sobald der Werkstoff unter Spannung steht. Diese sogenannte Kriechverformung und das gleichzeitig ablaufende, langsame Ausbreiten von Rissen erschweren den technischen Einsatz. Die sich dadurch ergebenden Einsatzgrenzen sind nur ungenügend bekannt.

Ein Ziel der Arbeit ist, die zeitabhängige, nicht elastische Verformung im Experiment möglichst vollständig zu erfassen und zu charakterisieren. Dazu sind neben den konventionellen Kriechversuchen Nachgiebigkeitstests erforderlich, die es gestatten, das elastische Verhalten der Probe während des Kriechversuchs zu verfolgen. Dynamische Tests und Spannungsrelaxationsexperimente ergänzen die Untersuchungen. Da es sich um Biegeversuche handelt, muß den Besonderheiten des sich plastisch verformenden Biegebalkens Rechnung getragen werden. Ein auf HPSN zugeschnittenes Gefügemodell, welches die Kriechkinetik beschreibt, soll die im Werkstoff ablaufenden Mechanismen darstellen. Sodann wird die gleichzeitig stattfindende langsame Rißausbreitung untersucht.

Ausgehend von einem natürlichen Fehler oder einer künstlichen Kerbe kann ein Riß langsam wachsen, bis er eine kritische Größe erreicht, die ein augenblickliches Versagen des Bauteils zur Folge hat. Ziel ist nicht, abzustecken, inwieweit die linear-elastische Bruchmechanik (LEBM) oder andere Konzepte durch Korrekturen den Hochtemperaturbedingungen der Keramik angepaßt werden können. Vielmehr soll der Frage nachgegangen werden, ob und wie Kriechparameter die Rißausbreitungskinetik steuern. Hull und Rimmer /4/ haben ein erstes Modell entworfen und untersuchten den Einfluß von Poren auf die langsame Rißausbreitung. Das Wachsen dieser Poren geht auf Mechanismen zurück, die auch zum Kriechen des Werkstoffs führen. Seither sind viele weitere Modelle entwickelt worden /21,48-55,96/ u.a., die sich je nach Randbedingungen eher für Metalle oder Keramiken eignen sollen. Schwierigkeiten beim Vergleich solcher

Modelle mit dem Experiment ergeben sich durch die vielen, das Modell charakterisierenden, mikroskopischen Parameter wie Diffusionsweglängen, Korngrenzendicken, Formfaktoren etc. In dieser Arbeit soll ebenfalls ein Modell entwickelt werden, welches speziell das langsame Rißwachstum durch Kriechschädigung beschreibt. Auch hier ist zu erwarten, daß nicht alle auftretenden Parameter bekannt oder bestimmbar sind und sie daher geschätzt werden müssen.

Einige Forscher sehen einen generellen Unterschied zwischen dem Rißwachstum, das nach kurzer Zeit zum Bruch des Bauteils führt, und dem sogenannten Kriechbruch, der erst nach längerer Zeit und ausgeprägter Kriechverformung auftritt /5/. Jedoch gehen beide Versagensarten auf das Wachsen eines Risses zurück. Es stellt sich die Frage, ob bei inerter Umgebung nicht der gleiche Rißausbreitungsmechanismus zugrunde liegt, und daher beide Versagensarten durch einen einzigen Formalismus beschrieben werden können.

Ein wichtiges Hilfsmittel ist die moderne Elektronenmikroskopie, mit der regelrecht ins Gefüge hineingesehen werden kann. Sie soll die Untersuchungen begleiten.

1.2. Beschreibung der untersuchten Werkstoffe

Bei den untersuchten zwei Varianten von heißgepreßtem Siliciumnitrid (HPSN) mit MgO bzw. Y_2O_3 als Sinterhilfsmittel handelt es sich um NH 206 und NH 209, Annawerk/Rödental. Die chemischen Analysen sind in Tab. 1 zu finden. Die Mikrostruktur von NH 206, im folgenden als HPSN (Mg) bezeichnet, wird in /6/ ausführlich beschrieben, diejenigen von NH 209 (HPSN(Y)) unter der Bezeichung Material E' in /7/. Mit HPSN(Y^1) gekennzeichnet ist NH 209 einer früheren Charge mit geringfügig anderer chemischen Zusammensetzung.

Bei der Herstellung von HPSN wird im allgemeinen von α-Si_3N_4-Pulver ausgegangen, das mit Sinterhilfsmittel (MgO, Y_2O_3, CeO u.a.) vermischt wird, um die Verdichtung zu erleichtern /8,9/. Nach dem Heißpressen verbleiben die Sinteradditive größtenteils als Silikatglas zwischen den langgestreckten, nur wenige µm großen Si_3N_4-Körnern, die jetzt in der β-Modifikation vorliegen. Der Erweichungsbereich der amorphen Korngrenzenphase liegt wesentlich niedriger (1100-1400°C, je nach Zusammensetzung) als die Zersetzungstemperatur von Si_3N_4 (1900°C, bei Atmosphärendruck).

Beide Modifikationen (α und β) des Siliciumnitrids bestehen aus Si_3N_4-Tetraedern, die so zusammengefügt sind, daß jedes Stickstoffatom drei Siliciumatome als nächste Nachbarn hat und hexagonale Strukturen entstehen. Aufgrund der unterschiedlichen atomaren Packungsfolge ist ein Phasenwechsel von α nach β nur über eine flüssige oder gasförmige Phase möglich /8/.

Eine Sonderstellung nehmen diejenigen Sinterhilfsmittel ein, die sich während des Sinterns im Si_3N_4-Gitter zu lösen vermögen. Dazu gehören Al_2O_3, das mit Si_3N_4 sogenannte Sialone bildet: $Si_{6-x}Al_xO_xN_{8-x}$ ($x \leq 4{,}2$) mit einer verzerrten β-Si_3N_4-Gitterstruktur /8/. Auf diese Weise lassen sich Keramiken herstellen, die frei von Korngrenzenphasen sind.

Nach der Netzwerkhypothese der Silikatgläser /10/ (die Korngrenzenphase ist ein Silikatglas) kann ein dreiwertiges Kation (Al^{3+}) das Silicium (Si^{4+}, Koordinationszahl 4) ersetzen, sofern Alkali- oder Erdalkaliionen

(Na^+, Ca^{2+}) zum Ladungsausgleich vorhanden sind. Ansonsten, und auch wenn die Koordinationszahl 4 nicht realisierbar ist, führen R_2O_3-Additive (z.B. R = Yttrium mit der Koordinationszahl 8 /3/) zu Trennstellen im Netzwerk des Glases, erniedrigen die Viskosität und die Transformationstemperatur. Die Korngrenzenphase des lediglich 5,8 Gew.% Y_2O_3 enthaltenden HPSN(Y^1) erweicht daher bei ca. 150°C höherer Temperatur als HPSN(Y) mit 9,9 Gew.% Y_2O_3. Die mit steigender Temperatur abnehmende Viskosität im intergranularen Bereich hat entscheidenden Einfluß auf die Kriechverformung und die langsame Rißausbreitung.

Zu Vergleichszwecken dient korngrenzenphasenloses heißisotatisch gepreßtes Siliciumcarbid (HIPSiC) vom Elektroschmelzwerk Kempten. Dieses HIPSiC-Material ist ohne die üblichen Sinterhilfsmittel hergestellt und enthält nur geringfügige Mengen an Aluminium, Bor und Eisen (Tab.1). Mit Hilfe eines Auger-Spektrometers kann gezeigt werden, daß die Korngrenzen mit Al und B belegt sind /11/. Die mittlere Korngröße von HIPSiC beträgt 2,5 µm.

	HPSN(Mg)	HPSN(Y)	HPSN(Y^1)	HIPSiC
Mg	2,0	0,01	0,02	n.b.
Y	n.b.	7,8	4,6	n.b.
Al	0,4	0,2	0,1	0,02
Fe	1,4	1,3	1,8	0,07
O	2,0	3,4	3,3	n.b.
B	n.b.	n.b.	n.b.	0,04
Ca	0,10	0,03	0,02	n.b.
Li	0,005	0,030	0,02	n.b.

Tabelle 1: Chemische Zusammensetzung der untersuchten Materialien in Gew.% (n.b. = nicht bestimmt)

1.3. Die angewandten Versuchstechniken

Konventionelle Kriechversuche an Luft und in einem Vakuum von ca. $3 \cdot 10^{-6}$ mbar werden üblicherweise an statischen Prüfmaschinen durchgeführt, die mit Öfen ausgerüstet sind. Für kraft- oder weggeregelte Tests an Luft steht eine Prüfmaschine der Firma Instron (Modell 1362) mit einem aufklappbaren Ofen zur Verfügung. Stempel und Biegeauflager sind aus Al_2O_3 bzw. SiC, die Heizelemente aus $MoSi_2$ (Umgebungsmedium Luft) bzw. W (in der Vakuumanlage). Auf diese Weise lassen sich Versuchstemperaturen von bis zu 1500°C (± 2°C) erreichen.

Für alle Versuche werden Proben der Abmessungen 3,5 x 4,5 x 45 mm (h x b x l) verwendet. Die Proben wurden aus den heißgepreßten Scheiben herausgesägt, geschliffen, teilweise poliert, und ihre Kanten verrundet. Die Abstände der äußeren und inneren Widerlagern der 4-Punkt-Biegeeinrichtung betragen 40 bzw. 20 mm (Abb. 1). Unter einer Vorlast von ca. 20 N - das entspricht einer elastischen Randfaserspannung von $\sigma^* = 11\ MN/m^2$ - wird mit 2°C/min aufgeheizt und nach einer Haltezeit von ca. 2 h ab Erreichen der Endtemperatur mit dem Versuch begonnen. Die Probenmittendurchbiegung f_m wird mit Hilfe eines Meßpins mechanisch abgegriffen. Über ein Digitalisiertableau wird der f_m-t-Laborschrieb in einen Tischrechner eingelesen; die Kriechverformung in Form von $f_m(t)$ ist so einer mathematischen Behandlung zugänglich. Unter der Annahme, daß sich die Probe wie im elastischen Fall durchbiegt, wird die Randfaserdehnung ε^* ermittelt /12/ (für die hier verwendeten Widerlager mit einem Abstandsverhältnis von 1 : 2 : 1):

$$\varepsilon^* = 0{,}272 \cdot f_m \cdot \frac{4h}{l_p^2} \qquad (1.1)$$

Die theoretische Biegelinie bei nichtlinearem Werkstoffverhalten $\varepsilon \sim \sigma^n$ mit $n > 1$ weicht von der elastischen ab. Das Verhältnis von der Verschiebung der Kraftangriffspunkte zur Probenmittendurchbiegung $f/f_m = 0.727$, das im linear-elastischen Fall gilt, wird unterschritten; für $n = 2$ (bei symmetrischem Werkstoffverhalten) beispielsweise um 1,6% /13/. Die Querkraft zwischen äußeren und innerem Widerlager bleibt hier unberücksich-

tigt. Die aus der Querkraft resultierende Schubspannung ist zwar bei der verwendeten Proben- und Auflagergeometrie um Faktor 20 kleiner als die linear-elastische Randspannung, wird aber, wenn sie Einfluß nimmt, den f/f_m-Wert vergrößern.

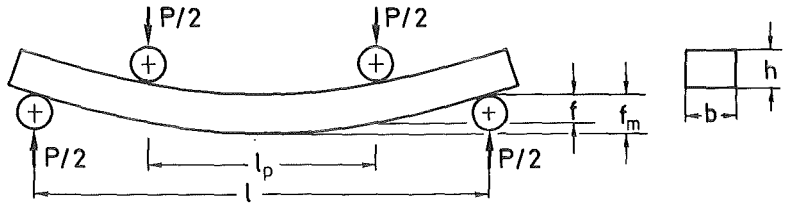


Abb. 1: 4-Punkt-Biegeprobe unter einer Last P

Die Last P wird im konventionellen Kriechversuch innerhalb ca. 1 s aufgebracht. Sie bleibt danach bis zum Probenbruch oder bis zum Abbruch des Versuchs konstant. Teilentlastungsversuche ermöglichen es, das elastische Verhalten einer Kriechprobe zu verfolgen. In bestimmten Zeitabständen wird die Last um 20% abgesenkt und nach wenigen Sekunden wieder auf den Ausgangswert erhöht. Die Durchbiegungsänderung der Probe in Abhängigkeit von der Last ist ein Maß für die Probensteifigkeit. Diese ändert sich im Laufe des Kriechversuchs. Neben den Teilentlastungen sind an der "Instron-Prüfmaschine" gleichmäßig ansteigende sowie zyklierende Belastungen realisierbar. So ist das zeitabhängige plastische Verformungsverhalten unter diesen Bedingungen einer Analyse zugänglich. Beim Relaxationsexperiment wird nach Abgleich der Regelabweichung von Kraft- auf Wegsteuerung umgeschaltet und die Probenmittendurchbiegung f_m konstant gehalten. Gemessen wird das zeitliche Abklingen des Biegemoments. Festigkeitsmessungen werden mit Belastungsraten von 2 N/s, kontrollierte Bruchexperimente mit definierter Vorschubgeschwindigkeit durchgeführt. Ein in situ Beobachten oder Messen von Rißlängen ist aus technischen Gründen nicht möglich. Die Rißausbreitungskinetik wird indirekt untersucht; z.B. über Lebensdauermessungen von statisch und zyklierend belasteten Proben oder durch Bestimmen der Bruchlast als Funktion der Belastungsrate.

2. Das Kriechen

2.1. Überblick

Als Kriechen bezeichnet man die zeitabhängige plastische Verformung von Werkstoffen unter konstanter äußerer Belastung. Das Kriechverhalten unterschiedlicher Werkstoffe ist qualitativ oft recht ähnlich, obwohl im Gefüge aufgrund der andersartigen Beschaffenheit mikroskopisch andere Vorgänge ablaufen. In Abb. 2 werden die Kriechdehnungen unterschiedlicher Werkstoffklassen miteinander verglichen. Allerdings sind Temperaturen und Spannungen, bei denen die Kriechmechanismen aktiviert wurden, sehr unterschiedlich. Versetzungswandern und Diffusion sind beispielsweise bei Metallen Ursache für die Plastizität. Bei Kunststoffen bilden sich Schubspannungsfließzonen, häufiger Normalspannungsfließzonen oder "Crazes" aus /17/. Keramische Werkstoffe wie HPSN sind erst bei sehr hohen Temperaturen plastisch verformbar; das Erweichen einer glasigen Korngrenzenphase ermöglicht das Korngrenzengleiten. Eine Zusammenstellung von Kriechdaten verschiedener Keramiken aus mehreren Labors gibt /18/.

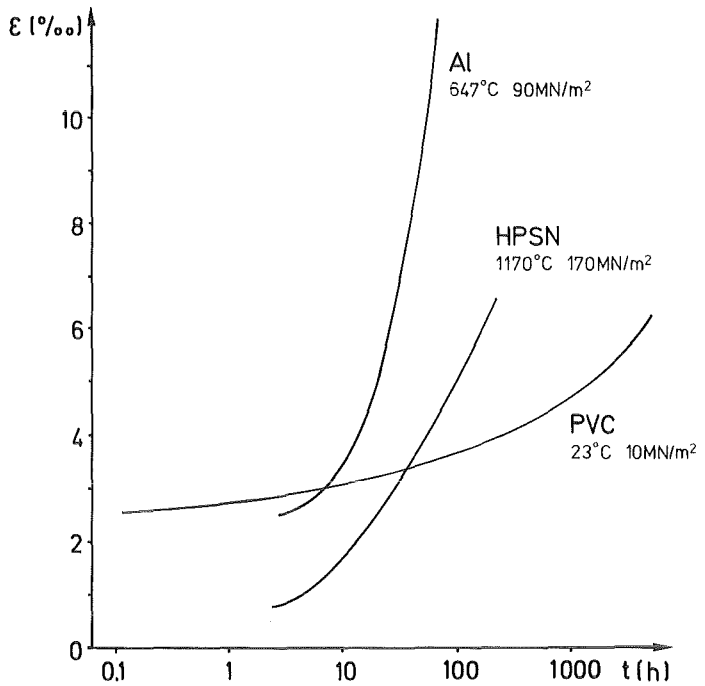


Abb. 2: Vergleich von Kriechdehnungen eines Metalls /14/, eines Kunststoffs /15/, und einer Keramik /16/ aus der Literatur.

Eine Kriechkurve stellt die Kriechverformung in Abhängigkeit von der Zeit dar. Sie wird charakterisiert durch drei Bereiche: Den primären Bereich, Kriechen mit abnehmender Kriechgeschwindigkeit, den sekundären oder stationären Bereich mit einer etwa konstanten Kriechgeschwindigkeit und den Tertiärbereich mit zunehmender Verformungsgeschwindigkeit, gefolgt vom Kriechbruch. Während die beschleunigte Dehnung gegen Ende der Lebensdauer auf Kriechrisse zurückzuführen ist, bestimmen materialinhärente Parameter die beiden ersten Bereiche.

Seit einem Jahrhundert bemüht sich die Wissenschaft, diese Parameter mathematisch zu erfassen, um einerseits den Kriechmechanismen auf die Spur zu kommen und andererseits Vorhersagen zur Kriechverformung treffen zu können. Die am meisten Erfolg versprechende Idee einer mechanischen Zustandsgleichung, einer Beziehung zwischen $\dot{\varepsilon}$, ε, σ, T und einem Strukturparameter S, geht auf Ludwik (1909) zurück. Weitere Ansätze sind die Zeit- und die Dehnungsverfestigungstheorie, die davon ausgehen, daß die Zeit bzw. die Dehnung als unabhängige Variablen die weitere Kriechverformung bestimmen. Welche der beiden Theorien anwendbar ist, läßt sich z.B. nach einem Spannungswechsel erkennen /19/. Der "work-hardening"-Theorie liegt die Hypothese zugrunde, daß die bereits aufgenommene Verformungsarbeit die Kriechgeschwindigkeit bestimmt. Im Biegeversuch ist das Erkennen solcher Zusammenhänge erschwert, denn die Dehnungen nehmen nach der Bernoullischen Hypothese linear mit der Höhenkoordinate in der Probe zu und bestimmen die Spannungsverteilung.

2.2. Die Mechanik des Biegekriechens

Bevor die experimentellen Kriechergebnisse vorgestellt und diskutiert werden können, ist eine Betrachtung der Spannungs- und Dehnungsverhältnisse in einer Biegeprobe unerläßlich. Diese weichen unter Kriechbedingungen vom linear-elastischen Fall ab. Die Spannungsverteilung in einem Biegebalken, der sich stationär gemäß dem Norton-Gesetz

$$\dot{\varepsilon}_s = A\sigma^n \qquad (2.1)$$

verformt, hat Timoshenko /20/ errechnet. In den Arbeiten von Fett /21/ und Cohrt /22/ werden numerische Rechnungen vorgestellt, die die zeitliche Änderung der Spannungsverteilung vom Kriechversuchsbeginn an beschreiben.

Bereits vor zwei Jahrzehnten wurde gefunden /19/, daß es bei rechteckigem Biegeprobenquerschnitt und symmetrischem Werkstoffverhalten (d.h. betragsmäßig gleiche Kriechraten unter Zug und Druck) eine Biegefaser gibt, deren Spannung sich während der Spannungsumverteilung nur geringfügig ändert: $\sigma(y \sim 0{,}32\ h) = 0{,}66\ \sigma^*$ (y ist der Abstand zur Probenmitte, σ^* die linear-elastisch berechnete Randfaserspannung). Ein Zug- oder Druckversuch, bei dem die Probe unter dieser sogenannten Skelettpunktspannung steht, liefert eine Kriechgeschwindigkeit, mit der sich die Verformung des Biegebalkens voraussagen läßt. Die Kriechkinetik des Biegeversuchs und eines Zug- oder Druckversuchs, belastet mit $0.66\ \sigma^*$, unterscheiden sich demnach nicht.

Grundsätzlich ist darauf hinzuweisen, daß zwischen dem primären Materialkriechen unter homogener Spannung und dem transienten Zustand der Spannungsumverteilung im Biegebalken unterschieden werden muß. Es existiert bereits eine Vielzahl von Ansätzen, die reines Materialkriechen beschreiben /19/. Je nach Parameter in diesen Ansätzen kann die Biegekriechkurve von der Kriechkurve unter reiner Zug- oder Druckbeanspruchung abweichen.

2.2.1 Das Maxwell-Modell

Betrachtet sei ein Modellbiegebalken, der aus vielen übereinanderliegenden Fasern zusammengesetzt ist. Es wird angenommen, daß sich die ein-

zelnen Fasern wie Maxwell-Elemente mit nicht-linearem Dämpfer verhalten, wobei die Dämpfungskonstanten unter Zug und Druck unterschiedlich ausfallen können (Abb. 3).

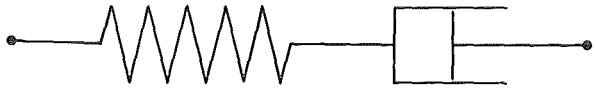


Abb. 3: Feder-Dämpfer-Modell nach Maxwell

Danach gilt für eine beliebige Faser:

$$\dot{\varepsilon}(t) = \frac{\dot{\sigma}}{E} + A\lambda|\sigma|^n \quad \text{mit} \quad \lambda = \begin{cases} 1, & \sigma > 0 \\ \frac{-1}{\alpha^n}, & \sigma < 0 \end{cases} \tag{2.2}$$

Um unter Druck die gleiche Verschiebungsgeschwindigkeit des Dämpfers zu erhalten wie unter Zug, ist eine α-fache Spannung erforderlich:

$$\alpha = \left|\frac{\sigma_c}{\sigma_t}\right|, \qquad \text{für} \quad |\dot{\varepsilon}_c| = |\dot{\varepsilon}_t| \tag{2.3}$$

(Index c steht für Druck, t für Zug).

Gleichung (2.2) beschreibt das stationäre Kriechen. Das primäre Kriechen kann in einigen Fällen durch ein Zeitverfestigungsgesetz

$$\dot{\varepsilon} = A\,\lambda\,\sigma^n\,t^c \tag{2.4}$$

beschrieben werden. Die Behandlung eines solchen Dämpferverhaltens erfolgt durch Ersetzen der Zeit t (in Gleichung (2.2)) durch eine fiktive Zeit t* /19/:

$$t^* = \frac{t^{1+c}}{1+c} \tag{2.5}$$

Da $dt^* = t^c dt$, ist die Beschreibung eines Dämpferverhaltens gemäß Gl. (2.4) einer identischen mathematischen Behandlung wie der hier folgenden zugänglich. t^*, das im Ergebnis an Stelle t stehen würde, muß gemäß Gl. (2.5) in die reale Zeit umgerechnet werden. Hiervon wird bei der Diskussion des Spannungsrelaxationsverhaltens bei festgehaltener Gesamtdehnung Gebrauch gemacht.

Der Biegebalken wird mit einem konstanten Moment M getestet. Im Augenblick der Belastung liegt eine linear-elastische Spannungsverteilung vor (Abb. 4):

$$\sigma(y) = \frac{2\sigma^*}{h}\, y \tag{2.6}$$

mit der Randfaserspannung $\sigma^* = 6\ M/bh^2$; b und h stehen für Probenbreite bzw. -höhe. Aufgrund des nicht-linearen Zusammenhangs zwischen Kriechgeschwindigkeit und Spannung und des asymmetrischen Zug/Druck-Verformungsverhaltens relaxiert beispielsweise die Randzugspannung auf σ_∞.

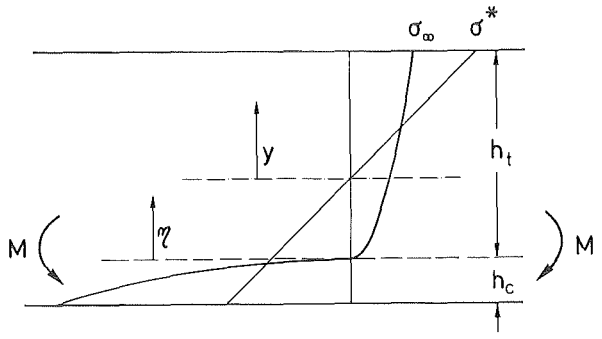


Abb. 4: Spannungsverteilung in der Biegekriechprobe (n = 2, α = 10, berechnet nach Gl. (2.6) und (2.11))

Nach der Hypothese von Bernoulli, wonach ebene Querschnitte eben bleiben, ist die Verformung und damit die Verformungsgeschwindigkeit $\dot{\varepsilon}$ proportional zur Höhenkoordinate im Biegebalken, $\dot{\varepsilon} \sim y$:

$$\dot{\varepsilon}(t,y) = \frac{\dot{\sigma}}{E} + A\ \lambda|\sigma|^n = Dy + \dot{\varepsilon}(y=0) \tag{2.7}$$

$\dot{\varepsilon}(y = 0)$ erhält man durch Integrieren von (2.7) über die Probenhöhe h, wobei berücksichtigt werden muß, daß die Probe aufgrund ihrer Einspannung normalkraftfrei bleibt ($\int_{-h/2}^{h/2} \dot{\sigma}\, dy = 0$):

$$\dot{\varepsilon}(y = 0) = \frac{A}{h} \int_{-h/2}^{h/2} \lambda |\sigma|^n \, dy \qquad (2.8a)$$

$\dot{\varepsilon}(y = 0)$ verschwindet für symmetrisches Werkstoffverhalten, die neutrale Faser ist wie im elastischen Fall die Probenmitte.

D erhält man durch Multiplizieren mit y und Integrieren von (2.7) über die Probenhöhe h:

$$D = \frac{12}{h^3} A \int_{-h/2}^{h/2} y \lambda |\sigma|^n \, dy \qquad (2.8b)$$

Zur elastisch berechneten, fiktiven, nur bei symmetrischem und linearem Werkstoffverhalten vorliegenden Randfaserverformungsgeschwindigkeit besteht die Relation: $D = d\dot{\varepsilon}/dy = 2\dot{\varepsilon}^*/h$. Wird die Mittendurchbiegung zeitlich konstant gehalten, ist $D = 0$.

Die Spannungen in der Randfaser sind für Rißausbreitungsuntersuchungen von besonderer Bedeutung, weil sie die Spannungsintensität von Oberflächenrissen (Kap. 3.2) bestimmen. Für die Randzugspannung wird in (2.7) $y = h/2$ gesetzt und diese Gleichung - unter Berücksichtigung von (2.8a) und (2.8b) - umgestellt ergibt:

$$\frac{d(\frac{\sigma}{\sigma^*})}{d(AE\, \sigma^{*\, n-1}\, t)} + (\frac{\sigma}{\sigma^*})^n = \frac{6}{h^2} \int_{-h/2}^{h/2} y \lambda |\frac{\sigma}{\sigma^*}|^n \, dy + \frac{1}{h} \int_{-h/2}^{h/2} \lambda \, |\frac{\sigma}{\sigma^*}|^n \, dy \qquad (2.9)$$

Diese Gleichung gilt es zu lösen, um die auf die linear-elastische Randspannung σ^* normierte Randzugspannung in Abhängigkeit von der Zeit zu erhalten. Dazu muß die vollständige Spannungsverteilung in der Biegeprobe zu jedem Zeitpunkt bekannt sein. Diese Berechnungen sind aufwendig.

Eine einfache, jedoch von der Genauigkeit her ausreichende Näherungslösung für das Relaxieren der Randzugspannung σ/σ^* wird gefunden, wenn die rechte (bzw. linke) Seite von Gl. (2.9) konstant angenommen wird. Für $t \to \infty$ (das ist der Fall des stationären Zustands des Biegebalkens) ist $\dot{\sigma} = 0$ und $\sigma = \sigma_\infty$:

$$\frac{d(\sigma/\sigma^*)}{d(AE\ \sigma^{*\,n-1}\ t)} + \left(\frac{\sigma}{\sigma^*}\right)^n = \left(\frac{\sigma_\infty}{\sigma^*}\right)^n \tag{2.10}$$

In Wirklichkeit wird die rechte Seite von Gl. (2.9) von der aktuellen Spannungsverteilung in der Biegeprobe bestimmt. Zum Zeitpunkt $t = 0$ wird $\sigma(y)$ durch Gl. (2.6) wiedergegeben. Für $t \to \infty$ (stationärer Zustand, $\dot{\sigma} = 0$) mit Gl. (2.7), Kräftegleichgewicht $\int_{-h/2}^{h/2} \sigma(y)\, dy = 0$ und Momentgleichung $M = b \int_{-h/2}^{h/2} \sigma(y) y\ dy$ lassen sich

$$\frac{h_t}{h_c} = \alpha^{\frac{n}{n+1}}, \qquad h_t + h_c = h \tag{2.11a}$$

sowie die Zugspannungen

$$\frac{\sigma_t\ (\eta)}{\sigma^*} = \frac{1}{\alpha} \left(\frac{\eta}{h}\right)^{\frac{1}{n}} \left(1 + \alpha^{\frac{n}{n+1}}\right)^{\frac{n+1}{n}} \frac{2n+1}{6n} \tag{2.11b}$$

und die Druckspannungen

$$\sigma_c(\eta) = - \alpha \cdot \sigma_t(\eta) \tag{2.11c}$$

berechnen. η ist der Abstand zur neutralen Faser ($\eta = y + \frac{c}{m}$). In Abb. 5 ist die rechte Seite von Gl. (2.9) für diesen Fall, der $(\sigma_\infty/\sigma^*)^n$ entspricht und den Fall einer Spannungsverteilung gemäß Gl. (2.6) dargestellt. Nur für $n = \alpha = 1$ führen beide Fälle zum gleichen Ergebnis, denn die linear-elastische Spannungsverteilung bleibt während des Kriech-

versuchs erhalten. Für die Randspannung gilt dann $\sigma(t)/\sigma^* = 1$. Die folgenden Lösungen von Gl. (2.10) sind für diesen Fall trivial, aber exakt:

$$n = 1: \frac{\sigma}{\sigma^*} = \left(1 - \frac{\sigma_\infty}{\sigma^*}\right) e^{-AEt} + \frac{\sigma_\infty}{\sigma^*} \tag{2.12a}$$

$$n \neq 1: \frac{\sigma}{\sigma^*} = \left\{(n-1)\, \sigma^{*n-1}\, AEt + \left(1 - \frac{\sigma_\infty}{\sigma^*}\right)^{1-n}\right\}^{\frac{1}{1-n}} + \frac{\sigma_\infty}{\sigma^*} \tag{2.12b}$$

Die relaxierte Randzugspannung ($\eta = h_t$) ist aus Gl. (2.11a und b):

$$\frac{\sigma_\infty}{\sigma^*} = \frac{2n+1}{6n}\left(1 + \alpha^{\frac{-n}{n+1}}\right) \tag{2.13}$$

Da die rechte Seite von Gl. (2.9) zum Zeitpunkt $t = 0$ größer ist als für $t \to \infty$ (Abb. 5), klingt die Randzugspannung langsamer ab als (2.12) angibt. Beispielsweise strebt für $n = 1$ und $\alpha = 100$ σ/σ^* zum Zeitpunkt $t = 0$ zunächst gegen 0.75, erreicht aber für $t \to \infty$ den Wert 0.55. Die Näherung besteht darin, daß 0.55 bereits zum Zeitpunkt $t = 0$ als angestrebter Endwert angesehen wird. Berücksichtigt man, daß der Werkstoff sich nicht wie ein Maxwell-Modell verhält, sondern primäre Kriechdehnung zeigt, was durch eine Zeittransformation gemäß Gl. (2.5) behandelt werden kann, dann wird die Abweichung kleiner als sie hier erscheint. Die fiktive Zeit t^*, durch die t in Gl. (2.12) ersetzt wird, läuft umso langsamer als die reale Zeit ab, je kleiner der c-Wert ist ($-0.5 \geq c \geq -1$, Kap. 2.3.1). D.h., primäres Kriechen beschleunigt die Spannungsrelaxation. Daher ist Gl. (2.12), die eine Abschätzung für stationäres Kriechen darstellt, eine brauchbare Näherung[+].

[+] Eine weiterführende Rechnung von T. Fett bestätigt dieses Ergebnis, siehe Anhang III

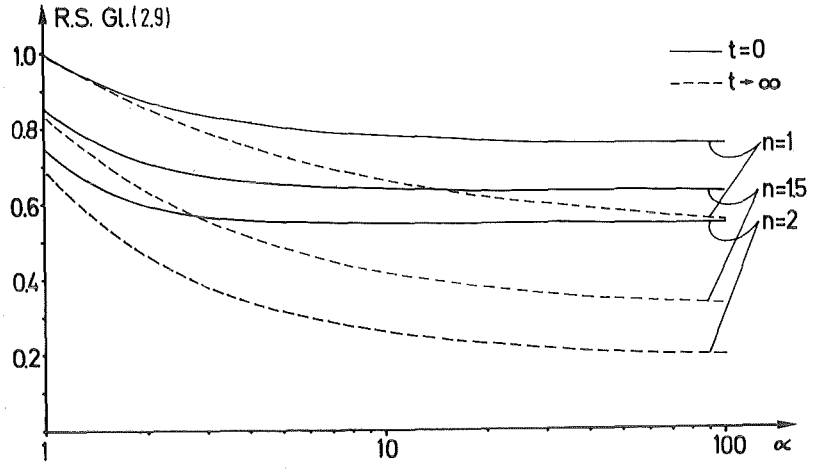


Abb. 5: Rechte Seite Gl. (2.9) vs. α

Der Spannungsexponent n läßt sich aus Kriechversuchen mit unterschiedlichem Biegemoment M ermitteln. Es wird davon ausgegangen, daß σ_∞/σ^* unabhängig vom Lastniveau ist, d.h. die Parameter aus dem Norton-Ansatz für große und kleine Spannungen gelten.

2.2.2 Zusammenhang zwischen Maxwell- und Kriechparameter

Stationäre Kriechgeschwindigkeiten, gemessen am Biegebalken, werden üblicherweise mit Hilfe des Norton-Gesetzes beschrieben, wobei von fiktiven Spannungen und Dehnungen ausgegangen wird, die nur im linear-elastischen Fall vorliegen:

$$\dot{\varepsilon}^*_s = A^* \cdot \sigma^{*n} \tag{2.14}$$

Welcher Zusammenhang besteht zwischen A^* und den Kriechparametern, die man im einachsigen Versuch messen würde, A_t und A_c? (Index c steht für Druck, t für Zug). Für den stationären Kriechzustand mit stationärer Spannungsverteilung gemäß Gl. (2.11) folgt aus Gl. (2.8b) nach ausgeführter Integration (wobei $A_t = A$, $A_c = A/\alpha^n$):

$$D = \left(\frac{2n+1}{6n}\,\sigma^*\right)^n \frac{1}{h}\left(A_c^{\frac{1}{n+1}} + A_t^{\frac{1}{n+1}}\right)^{n+1} \tag{2.15}$$

Da

$$D = \frac{2\dot{\varepsilon}^*}{h} = \frac{2}{h} \; A^* \; \cdot \; \sigma^{*n} \tag{2.16}$$

ergibt sich der Zusammenhang:

$$2A^* = \left(\frac{2n+1}{6n}\right)^n \left(A_c^{\frac{1}{n+1}} + A_t^{\frac{1}{n+1}}\right)^{n+1} \tag{2.17}$$

Hieraus wird der Einfluß des Zug- bzw. Druckkriechens auf die Biegeverformung deutlich. Für $\alpha >> 1$ beispielsweise, d.h. $A_t >> A_c$, würde das Kriechverhalten unter Zug die Biegeprobenverformung bestimmen. Lediglich für $n = 1$ und $\alpha = 1$ gilt $A^* = A_t = A_c$.

2.2.3 Biegeproben mit trapezförmigem Querschnitt

Das asymmetrische Verformungsverhalten läßt sich, wenn keine Zug- und Druckprüfmöglichkeiten vorhanden sind, mit Hilfe von zwei Biegeproben mit trapezförmigem Querschnitt nachprüfen /23,24/. Diese werden mit positivem bzw. gleichgroßem negativem Biegemoment belastet ($M_2 = -M_1$). Aus dem unterschiedlichen, stationären Verformungsverhalten läßt sich α errechnen. Im linear-elastischen Fall ist die Durchbiegung einer Trapezprobe unabhängig vom Vorzeichen des Biegemoments /12/.

Sind stationäre Verhältnisse erreicht, so gilt für eine beliebige Faser (Gl. (2.7)):

$$\dot{\varepsilon}(y) = A \; \lambda \; |\sigma|^n = D \; y + \dot{\varepsilon}(y = 0) = D \cdot \eta \tag{2.18}$$

wobei η (im Gegensatz zu y) von der neutralen Faser aus gezählt wird. Bei einem trapezförmigen Querschnitt ändert sich die Probenbreite b linear mit der Höhenkoordinate. Das Kräftegleichgewicht (Index c steht für Druck, t für Zug)

$$\int_{-h_c}^{h_t} \sigma\, b(\eta)\, d\eta = 0$$

liefert:

$$\alpha = \left(\frac{h_t}{h_c}\right)^{\frac{n+1}{n}} \frac{b_2 - \frac{n}{2n+1} h_t \beta}{b_1 + \frac{n}{2n+1} h_c \beta}, \quad \beta = \frac{b_2 - b_1}{h} \tag{2.19}$$

Die Geometriegrößen sind aus Abb. 6 ersichtlich.

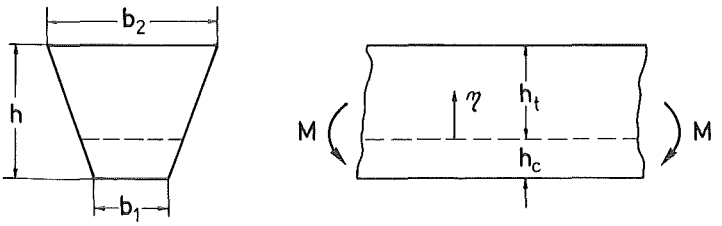


Abb. 6: Biegeprobe mit Trapzequerschnitt

Die Momentgleichung

$$M = \int_{-h_c}^{h_t} \sigma\, b(\eta) \cdot \eta \; d\eta$$

führt auf:

$$M = \left(\frac{D}{A_c}\right)^{\frac{1}{n}} \frac{n}{2n+1} h_c^{\frac{2n+1}{n}} \left(b_1 + \beta h_c \frac{n}{3n+1}\right) + \left(\frac{D}{A_t}\right)^{\frac{1}{n}} \frac{n}{2n+1} h_t^{\frac{2n+1}{n}} \left(b_2 - \beta h_t \frac{n}{3n+1}\right) \tag{2.20}$$

$(A_t = A,\ A_c = A/\alpha^n)$

Dreht das Biegemoment anders herum als in der in Abb. 6 dargestellten Weise, so müssen b_1 und b_2 vertauscht werden. Das Vorzeichen von β ändert sich entsprechend.

Da gelten soll $|M_2| = |M_1|$, folgt hieraus nach Einsetzen von Gl. (2.20) und Auflösen nach D:

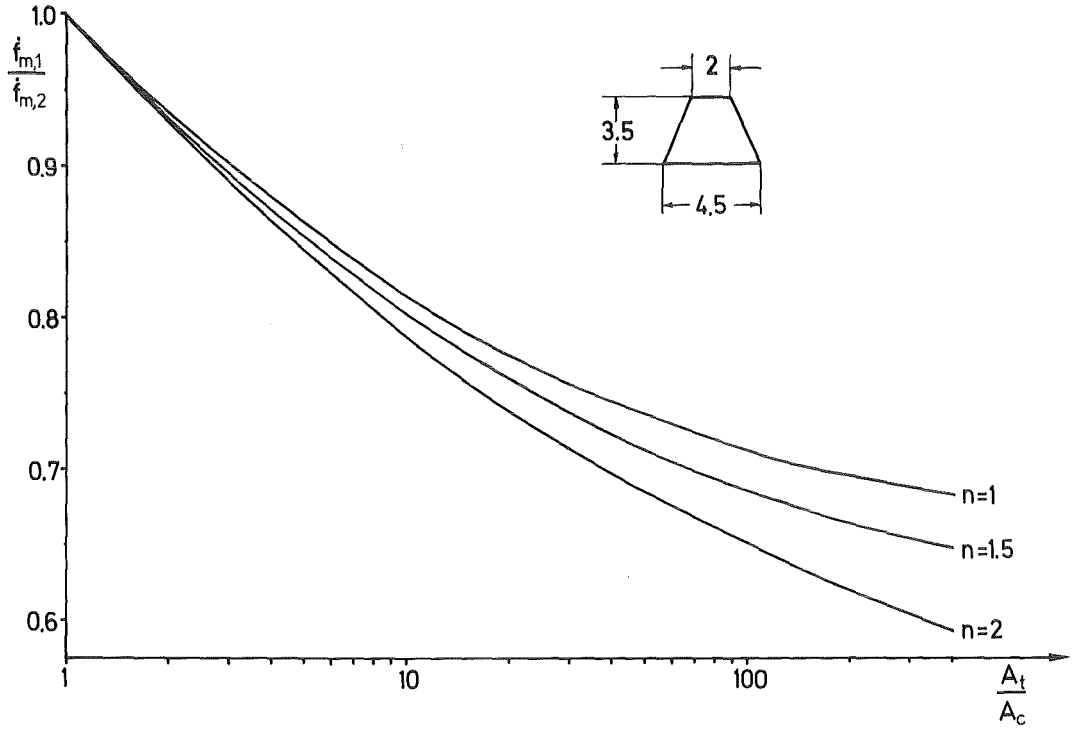


Abb. 7: Diagramm zur Bestimmung des asymmetrischen Kriechverhaltens

$$\left(\frac{D_1}{D_2}\right)^{\frac{1}{n}} = \frac{\alpha h_{c2}^{\frac{2n+1}{n}} \left(b_2 - \beta h_{c2} \frac{n}{3n+1}\right) + h_{t2}^{\frac{2n+1}{n}} \left(b_1 + \beta h_{t2} \frac{n}{3n+1}\right)}{\alpha h_{c1}^{\frac{2n+1}{n}} \left(b_1 + \beta h_{c1} \frac{n}{3n+1}\right) + h_{t1}^{\frac{2n+1}{n}} \left(b_2 - \beta h_{t1} \frac{n}{3n+1}\right)} \qquad (2.21)$$

Für verschiedene h_{t1} bzw. h_{t2} ergeben sich aus (2.19) die zugehörigen α-Werte. Aus (2.21) lassen sich mit den (α, h_{t1}, h_{t2}) Zahlentripeln D_1/D_2 berechnen. In Abb. 7 ist $D_1/D_2 = \dot{f}_{m1}/\dot{f}_{m2}$ über das Verhältnis $A_t/A_c = \alpha^n$ aufgetragen. A_t/A_c ist das Verhältnis der Kriechkonstanten aus dem Norton-Gesetz für Zug bzw. Druck. Diese Größe läßt sich direkt ablesen, wenn $\dot{f}_{m1}/\dot{f}_{m2}$ aus dem Kriechversuch gewonnen ist.

2.2.4 Der Spannungsrelaxationsversuch

Zur möglichst vollständigen Charakterisierung des zeitabhängigen plastischen Verformungsverhaltens eines Werkstoffs gehört auch der Spannungsrelaxationsversuch /25/.

Im idealen Relaxationstest, z.B. Zug- oder Druckversuch, wird die Dehnung ε konstant gehalten und das Abklingen der Spannung gemessen. Für ein Maxwell-Element gilt:

$$\dot{\varepsilon}(t) = \frac{\dot{\sigma}}{E} + A\,\lambda|\sigma|^n = 0 \qquad \begin{cases} \lambda = 1, \sigma > 0 \\ \lambda = -\dfrac{1}{\alpha^n}, \quad \sigma < 0 \end{cases} \tag{2.22}$$

Dieser Ansatz beschreibt nur stationäres Kriechen. Primäres Kriechen gemäß dem Zeitverfestigungsgesetz, Gl. (2.4) wird, wie eingangs erwähnt, durch Einführen einer fiktiven Zeit t^* behandelt. In der Lösung des gestellten Problems Gl. (2.22) würde t^* anstelle von t stehen. Diese fiktive Zeit ist dann gemäß Gl. (2.5) in die reale Zeit umzurechnen.

Um das Relaxationsverhalten eines Biegebalkens zu beschreiben, muß beachtet werden, daß lediglich die Mittendurchbiegung konstant gehalten wird. Für $\alpha > 1$ und festgehaltene Dehnung relaxieren Zugspannungen schneller als Druckspannungen. Die Zeitkonstante des Maxwell-Elements ist für Zug kleiner als für Druck. Da die Biegeprobe aufgrund ihrer Einspannung normalkraftfrei bleiben muß, verschiebt sich die neutrale Faser in den Druckbereich der Biegeprobe und zwar unabhängig davon, ob von elastischer oder stationärer Spannungsverteilung ausgegangen wird. Für $\alpha = (A_t/A_c)^{1/n} >> 1$ wird die Druckzone bereits während des stationären Kriechens sehr klein, so daß dieser und der Fall symmetrischen Werkstoffverhaltens ($\alpha = 1$) rechnerisch leicht zu behandeln sind.

Wenn die neutrale Faser sich nicht verschiebt, gilt (2.22) gleichermaßen für den Biegebalken. Die Spannungen in den einzelnen Fasern relaxieren gemäß:

$$n = 1: \quad \frac{\sigma}{\sigma_o} = e^{-AEt} \tag{2.23a}$$

$$n \neq 1: \quad \frac{\sigma}{\sigma_o} = \{(n-1)\ AE\ |\sigma_o|^{n-1}\ t + 1\}^{\frac{1}{n-1}} \tag{2.23b}$$

(σ_o = jeweiliger Ausgangswert).

Für n = 1 ist $\sigma(t,\eta)$ noch als Produkt $F_1(\eta)\cdot F_2(t)$ darstellbar (η = Abstand zur neutralen Faser). Für $A_t = A_c = A$ und $A = A_t >> A_c$ ist:

$$\frac{M}{M_o} = e^{-AEt} \tag{2.24a}$$

(M_o = Biegemoment zu Beginn des Relaxationsversuchs)

Für $n \neq 1$ erhält man aus Momentgleichung, (2.23b) und $\sigma_o(\eta)$, der stationären Spannungsverteilung den Zusammenhang:

$$\frac{M}{M_o} = \frac{2n+1}{n} \int_0^1 u^{\frac{n+1}{n}} \left(\frac{t}{t_{on}} F\, u^{\frac{n-1}{n}} + 1\right)^{\frac{-1}{n-1}} du \tag{2.24b}$$

wobei $F = 1$, $u = \eta/2h$ für $A_t = A_c = A$; $F = 2^{1-n}$, $u = \eta/h$ für $A = A_t >> A_c$ und

$$\frac{t}{t_{on}} = (n-1)\ AE\left(\sigma^* \frac{2n+1}{3n}\right)^{n-1} t$$

Analog wird verfahren, wenn anstatt des Norton Ansatzes in Gl. (2.22) beispielsweise ein Dehnungsverfestigungsansatz (Kap. 2.3.5) zugrundegelegt wird. Ist $\sigma = F_3(t,\sigma_o)$ bestimmt, wird über die Probenhöhe integriert, um das Moment zu erhalten.

2.3 Experimentelle Ergebnisse zum Kriechen

In Abb. 8 sind Kriechkurven unter (konstanter) Biegebelastung von HPSN (Mg), HPSN (Y) und HIPSiC dargestellt. ε^* und σ^* sind Randdehnung und Randspannung, die wie im linear-elastischen Fall berechnet sind. Probengeometrie und Auflagerabstände werden nicht variiert und sind in Kap. 1.3 angegeben. Nach ca. 220 h bei 1200°C erreicht HPSN(Mg) seine typische Kriechbruchdehnung von 17 $\%_o$ und das Ende seiner Lebensdauer, während HPSN(Y) bei 1400°C bei dieser Dehnung noch eine abnehmende Kriechgeschwindigkeit aufweist. HIPSiC zeigt bei 1400°C nur eine geringfügige transiente Kriechverformung, auf die keinerlei stationäres Kriechen folgt.

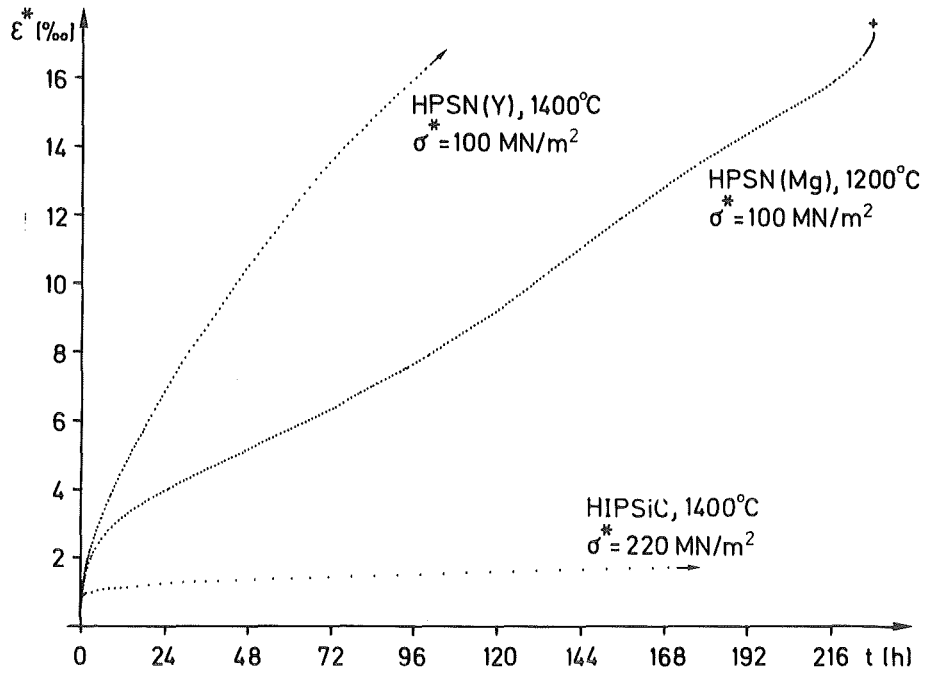


Abb. 8: Kriechverformung von HPSN(Y), HPSN(Mg) und HIPSiC im Biegeversuch (ε^* und σ^* sind linear-elastisch berechnet)

2.3.1 Das Primäre Kriechen

Bevor minimale oder stationäre Kriechgeschwindigkeiten erreicht werden, ist eine primäre Kriechkinetik zu beobachten. Wie aus Abb. 9 - 12 hervorgeht, ist bei konstanter äußerer Belastung die primäre Kriechkinetik global beschreibbar gemäß dem Ansatz

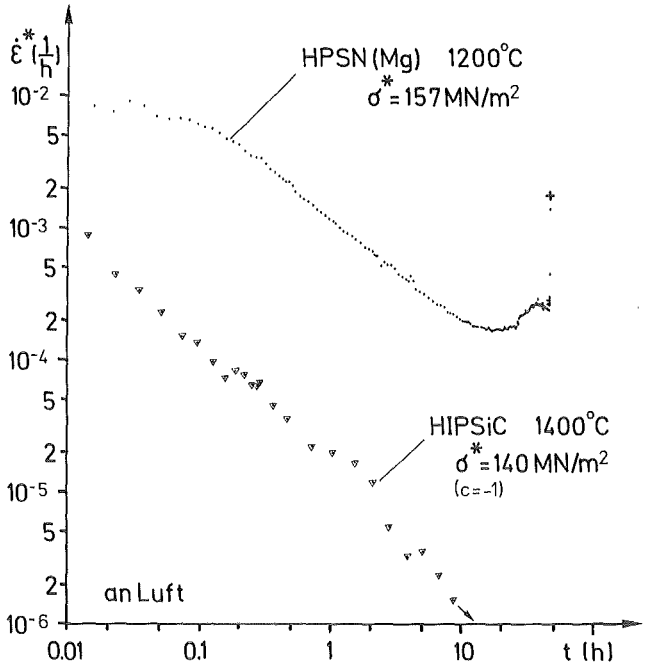


Abb. 9: Kriechgeschwindigkeit von HPSN(Mg) bei 1200°C und HIPSiC bei 1400°C

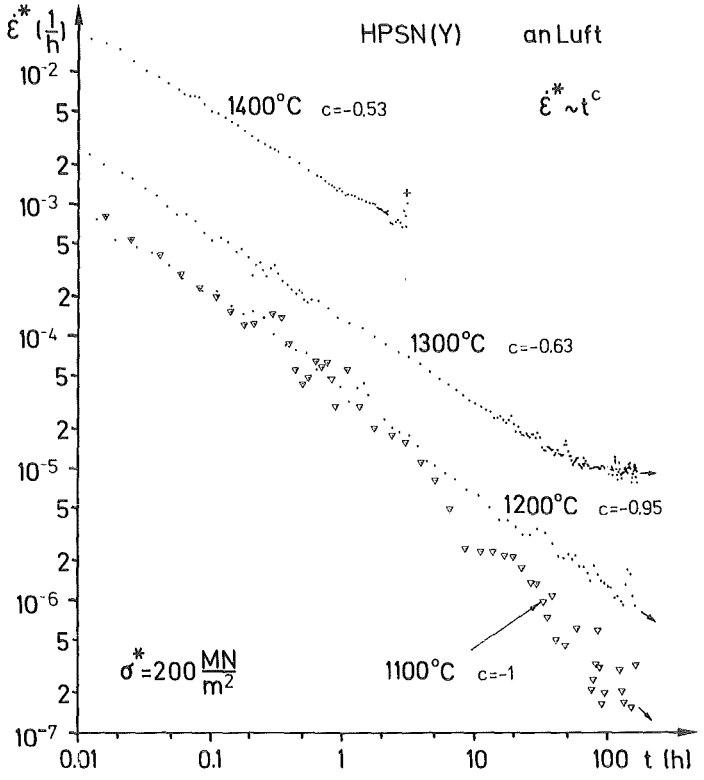


Abb. 10: Einfluß der Temperatur auf die Kriechgeschwindigkeit von HPSN(Y)

$$\dot{\varepsilon}^* = A_1^* \sigma^{*n_1} \, t^c, \tag{2.25}$$

der gleichbedeutend ist mit dem Ansatz:

$$\dot{\varepsilon}^* = (A_1^* \sigma^{*n_1})^{\frac{1}{c+1}} \, [(c+1)\varepsilon^*]^{\frac{c}{c+1}} \tag{2.25a}$$

Hierbei handelt es sich nicht um ein reines Materialgesetz, denn die Spannungsumverteilung in der Biegeprobe kann Gl. (2.25) beeinflussen. $\dot{\varepsilon}^*$ ist die aus der Durchbiegungsgeschwindigkeit berechnete Randfaserverformungsrate, wobei angenommen wird, daß die neutrale Faser sich in der Probenmitte befindet. Das wäre der Fall für $A_t = A_c$. Im anderen Grenzfall $A_t >> A_c$ ist die tatsächliche Randdehnungsgeschwindigkeit $\dot{\varepsilon}\ (y = h/2) = 2 \cdot \varepsilon^*$.

Der Zeitexponent c liegt für mittlere Temperaturen bei - 1 und steigt mit zunehmender Temperatur bis auf - 0,5 an (Abb. 10, 11). Diese Temperaturabhängigkeit von c ist auch an anderen zweiphasigen keramischen Werkstoffen beobachtet worden /26/. HIPSiC zeigt noch bei 1400°C rein logarithmisches Kriechen (c = - 1, Abb. 9). Der Exponent c wird von Gefügeparametern beeinflußt, wie z.B. dem Anteil viskoser Korngrenzenphase /27/. Je höher dieser ist, um so kleiner dürfte c betragsmäßig sein.

Aus Gl. (2.25) und (2.25a) wird deutlich, daß unterschiedliche Spannungsabhängigkeiten zu erwarten sind, je nachdem, ob Kriechgeschwindigkeiten zu gleichen Zeiten oder bei gleichen Dehnungen verglichen werden. Im folgenden beschränken sich die Untersuchungen auf das Abhängigkeitsverhältnis $\varepsilon^*(\sigma^*, t)$.

Aus Abb. 12 geht hervor, daß sich bei veränderter Last $\dot{\varepsilon}^*$ im lg $\dot{\varepsilon}^*$ vs lg t-Diagramm parallel zur Ordinate verschiebt, und zwar im gleichen Maß wie im nachfolgenden stationären Kriechen. Das legt die Vermutung nahe, daß die Spannungsabhängigkeit des primären Kriechens derjenigen im stationären Fall entspricht.

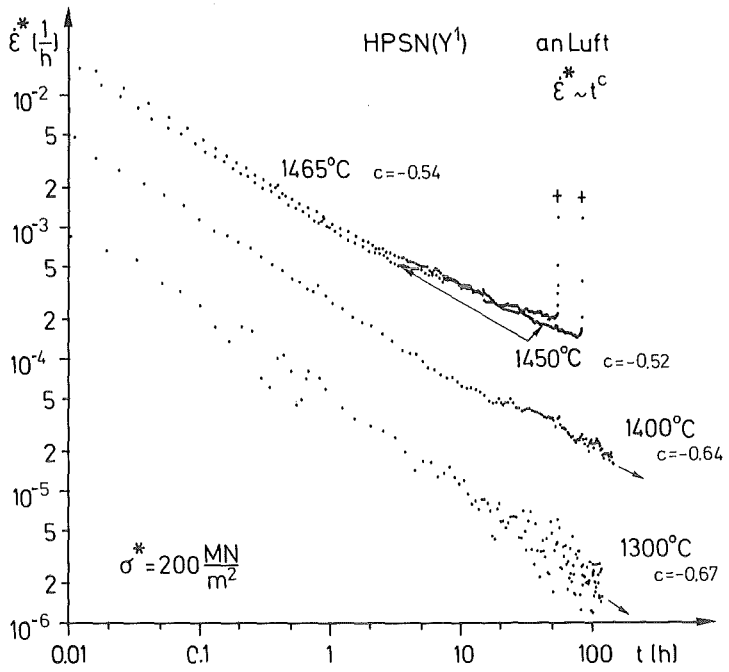


Abb. 11: Einfluß der Temperatur auf die Kriechgeschwindigkeit von HPSN(Y1)

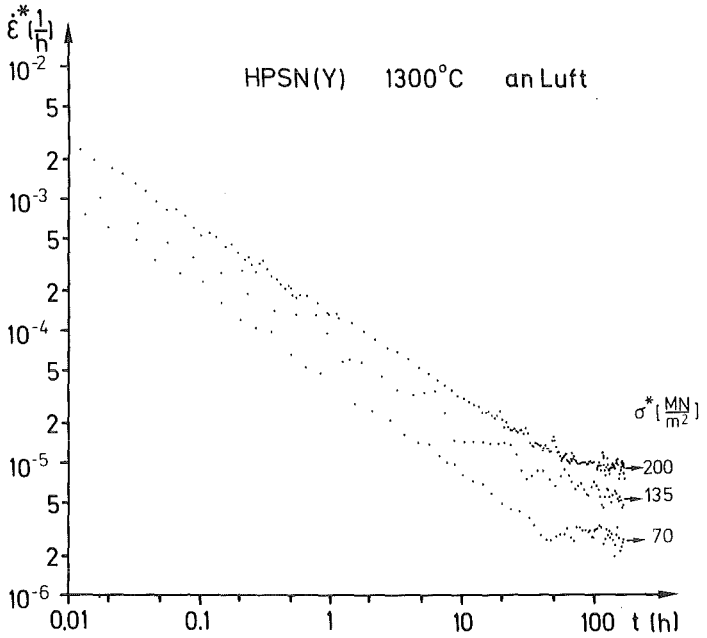


Abb. 12: Einfluß der Spannung auf die Kriechgeschwindigkeit von HPSN(Y) bei 1300°C

2.3.2 Das sekundäre Kriechen

Einfach zu behandeln, weil zeitlich konstant, ist die sekundäre oder stationäre Kriechverformung. Stationäre oder minimale Kriechgeschwindigkeiten lassen sich für HPSN(Mg) bei 1200°C (Abb. 9) sowie für HPSN(Y) ab 1300°C nachweisen (Abb. 10).

Die Spannungs- und Temperaturabhängigkeit der Kriechgeschwindigkeit wird üblicherweise mit Hilfe der Verknüpfung von Norton-Ansatz und Arrhenius-Gleichung formuliert:

$$\dot{\varepsilon}^*_s \sim \sigma^{*n} \exp\left(-\frac{Q}{kT}\right) \qquad (2.26)$$

Aus den experimentellen Daten, die im Anhang ausführlich dargestellt sind, können die einzelnen Kriechparameter errechnet werden. Die Aktivierungsenergie Q beträgt 560-700 kJ/mol für HPSN(Mg) /28/ und 215 kJ/mol für HPSN(Y). Die Aktivierungsenergie von HPSN(Mg) stimmt mit derjenigen des SiO_2-Glases überein (510-711 kJ/mol), in der die Beweglichkeit des Siliciums bzw. einer Si-haltigen Baueinheit viskositätsbestimmend ist /29/. Mehrkomponentige silikatische Gläser weisen dagegen Aktivierungsenergien von 176-243 kJ/mol auf. In diesem Bereich liegt auch Q von HPSN(Y). Viskositätsbestimmend ist nicht die Wandergeschwindigkeit von Silikatanionenkomplexen, sondern die Beweglichkeit des nichtbrückenbildenden Sauerstoffs /29/.[+)]

Die Spannungsexponenten n für beide Werkstoffe sind in Tab. 2 zu finden. n wird ermittelt aus der Verformungsgeschwindigkeit unterschiedlich stark belasteter Proben. In der gleichen Tabelle enthalten sind die Quotienten A_t/A_c, das Verhältnis der Konstanten aus dem Norton-Gesetz für Zug (Index t) und Druck (Index c). A_t/A_c errechnet sich aus dem Verformungsverhalten zweier Proben mit Trapezquerschnitt, die mit gleich großem Moment unterschiedlichen Vorzeichens belastet werden (Abb. 13 und 14). Ähnliche A_t/A_c-Werte wie in Tab. 2 angegeben werden auf anderem Weg an ähnlichen Materialien gemessen /30,31/.

[+)] Die Temperaturabhängigkeit der Viskosität von Gläsern folgt nicht exakt der Arrhenius-Gleichung, sondern dem empirischen Vogel-Fulcher-Tamman-Gesetz /29/: $\eta = C_1 \cdot \exp\left(C_2/(T-T_o)\right)$; C_1, C_2, T_o = Konstanten.

	T[°C]	n	A_t[$m^{2n}/MN^n h$]	A_t/A_c	E[MN/m^2]
HPSN(Y)	1200	$0,9^{+)}$		$3^{+)}$	$2,7 \cdot 10^5$
HPSN(Y)	1300	1,2	$4,2 \cdot 10^{-8}$	6	$2,7 \cdot 10^5$
HPSN(Y)	1400	1,5	$3,2 \cdot 10^{-7}$	50	$2,7 \cdot 10^5$
HPSN(Mg)	1200	1,9	$6,5 \cdot 10^{-8}$	100	$2,1 \cdot 10^5$

Tabelle 2: Kriechdaten und E-Modul von HPSN, siehe Anhang (+) aus primärer Kriechverformung)

Von Bedeutung für die Interpretation des Kriechens (Kap. 2.4) ist, daß sowohl die angegebenen n-Werte als auch das Verhältnis A_t/A_c nicht nur für stationäres Kriechen gelten, sondern ebenso im primären Bereich Gültigkeit haben. n und A_t/A_c errechnen sich aus dem Verhältnis der Durchbiegungsgeschwindigkeit $\dot{f}_{m1}/\dot{f}_{m2}$ unterschiedlich belasteter Proben. Dieses Verhältnis, bzw. die Differenz ihrer Logarithmen $\lg \dot{\varepsilon}_1^* - \lg \dot{\varepsilon}_2^*$, ist aber zeitlich konstant, wie aus den Abb. 12 und 14 hervorgeht.

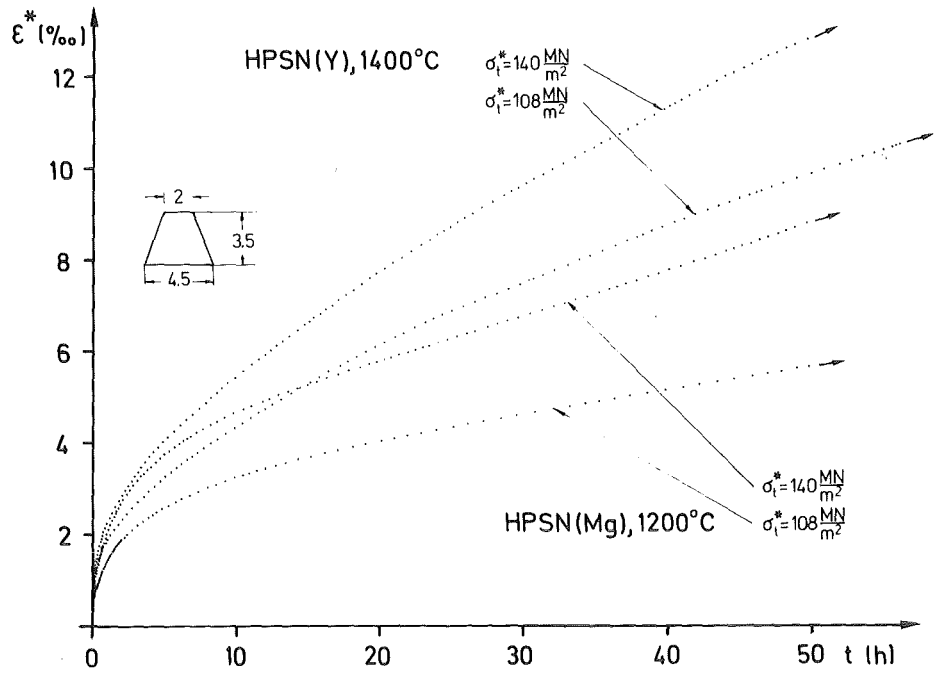


Abb. 13: Kriechverformung von Trapezproben, HPSN(Y) und HPSN(Mg), M = 785 Nmm

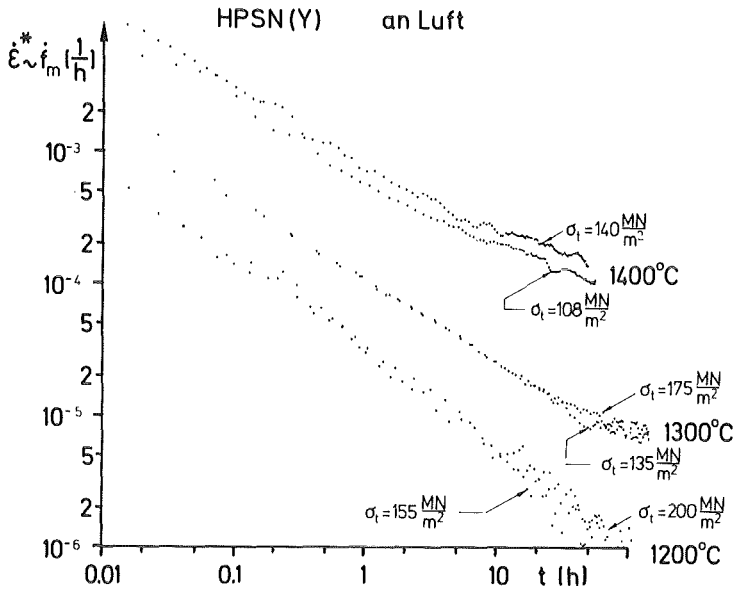


Abb. 14: Kriechgeschwindigkeit von HPSN(Y), Trapezproben

Um eine betragsmäßig gleiche Verformungsgeschwindigkeit wie unter Zug zu erreichen, ist unter Druck eine α-fache Spannung erforderlich:

$$\alpha = \left(\frac{A_t}{A_c}\right)^{\frac{1}{n}} \tag{2.27}$$

Mit Hilfe von n und α läßt sich σ_∞/σ^* berechnen (Gl. 2.13). σ_∞ ist die relaxierte Randzugspannung (für $t \to \infty$ bzw. stationäres Kriechen), σ^* die linear-elastische Randspannung. Das Verhältnis σ_∞/σ^* ist experimentell auch verifizierbar. Zwei Biegebalken (mit Rechteckquerschnitt) unterschiedlicher Höhe h werden so getestet, daß $\dot{f}_{m1} = \dot{f}_{m2} \sim d\dot{\varepsilon}/d\eta$. Gemessen wird das dazu erforderliche stationäre Biegemoment. Wegen $\dot{\varepsilon} \sim \eta$ ist der Verlauf von $\sigma(\eta)$ in beiden Proben deckungsgleich (Abb. 15). Da einige Außenfasern fehlen, unterscheidet sich das übertragene Moment der kleinen Probe um ΔM von demjenigen der großen. Aus Kräftegleichgewicht und Momentgleichung sowie

$$\frac{\Delta h_t}{\Delta h_c} = \frac{h_t}{h_c} = \alpha^{\frac{n}{n+1}}$$

errechnet sich:

$$\frac{\sigma_\infty}{\sigma^*} = \frac{\Delta M h^2 \ (1+\alpha^{-\frac{n}{n+1}})}{6M \ \Delta h (h - \frac{\Delta h}{2})} \qquad (2.28)$$

Für HPSN(Mg), 1200°C) n = 1,9; α = 10) und $\dot{f}_m$ = 21 µm/h nach 26 h ist ΔM = 405 Nmm, M = 1270 Nmm, wobei Δh = 0,45 mm, h = 3,45 mm. Gl. (2.28) ergibt:

$$\frac{\sigma_\infty}{\sigma^*} = 0{,}532$$

und stimmt gut mit dem theoretischen Wert von 0,524 (Gl. 2.13) überein.

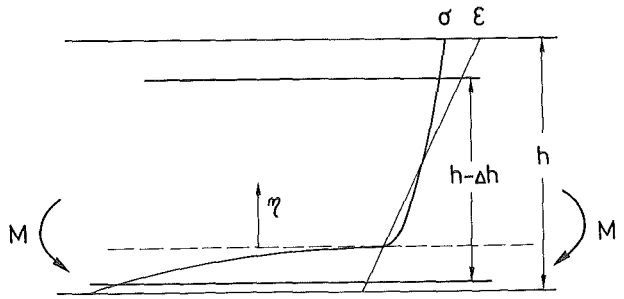


Abb. 15: Zwei Biegeproben unterschiedlicher Höhe h

2.3.3 Kriechen unter zyklierender Belastung

Eine Reihe von HPSN(Y)-Proben werden einer zyklierenden Belastung in Form eines Sägezahns niedriger Frequenz unterworfen (Abb. 16). Die Probeneinspannung läßt keine Biegewechselbelastung zu. Das mittlere Biegemoment $\overline{M}$ muß größer sein als die halbe Amplitude $\Delta M/2$.

Wie bereits gezeigt, läßt sich die Spannungsabhängigkeit der Kriechgeschwindigkeit gemäß $\dot{\varepsilon}^*(t) \sim \sigma^{*n}$ darstellen. Unter zyklierender Belastung errechnet sich die Kriechgeschwindigkeit aus einer "wirksamen" Kriechspannung σ_w^*. Diese - und damit die Kriechgeschwindigkeit - steigt bei nichtlinearem Werkstoffverhalten (n > 1) trotz gleichbleibender Mittelspannung mit zunehmender Amplitude an (linear-elastisch gerechnet):

$$\dot{\varepsilon}^* \sim \sigma_W^{*n} = \nu \int_0^{1/\nu} \sigma^*(t)^n \, dt = 2\nu \int_0^{1/2\nu} [\sigma^*_{min} +$$

$$+ (\sigma^*_{max} - \sigma^*_{min}) \, 2\nu t]^n \, dt =$$

$$= \sigma^{*n}_{max} \left[\frac{1-R^{n+1}}{(n+1)\,(1-R)}\right] \qquad (2.29)$$

mit $R = \sigma^*_{min}/\sigma^*_{max}$ und ν = Frequenz.

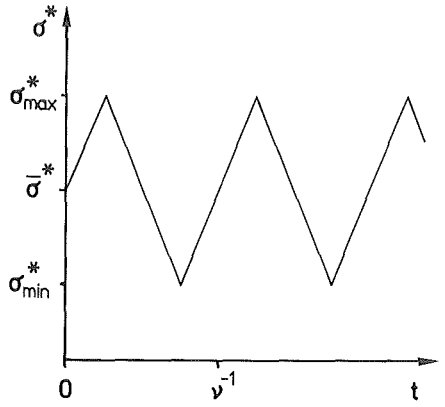


Abb. 16: Zyklierende Belastung in Forme eines Sägezahns

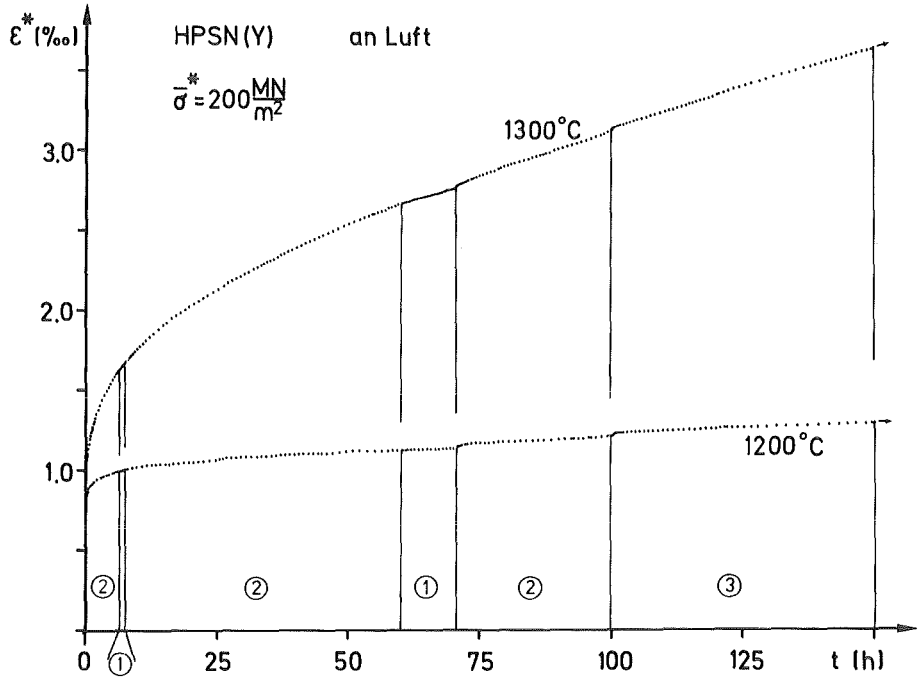


Abb. 17: Kriechverformung von HPSN(Y). ① statisch, ② 2,5 Hz, $\Delta\sigma^*$ = 120 MN/m², ③ 1,2 Hz, $\Delta\sigma^*$ = 240 MN/m²

Aus Abb. 17 und 18 geht hervor, daß weder Frequenz noch Spannungsamplitude ($\Delta\sigma^* = \sigma^*_{max} - \sigma^*_{min}$) Einfluß auf das Kriechverhalten (hier von HPSN(Y)) haben. Die Proben verformen sich so, als ob sie statisch mit der Mittelspannung $\overline{\sigma}^*$ beaufschlagt wären. Dies deutet auf eine lineare Abhängigkeit zwischen $\dot{\varepsilon}^*(t)$ und σ^* hin.

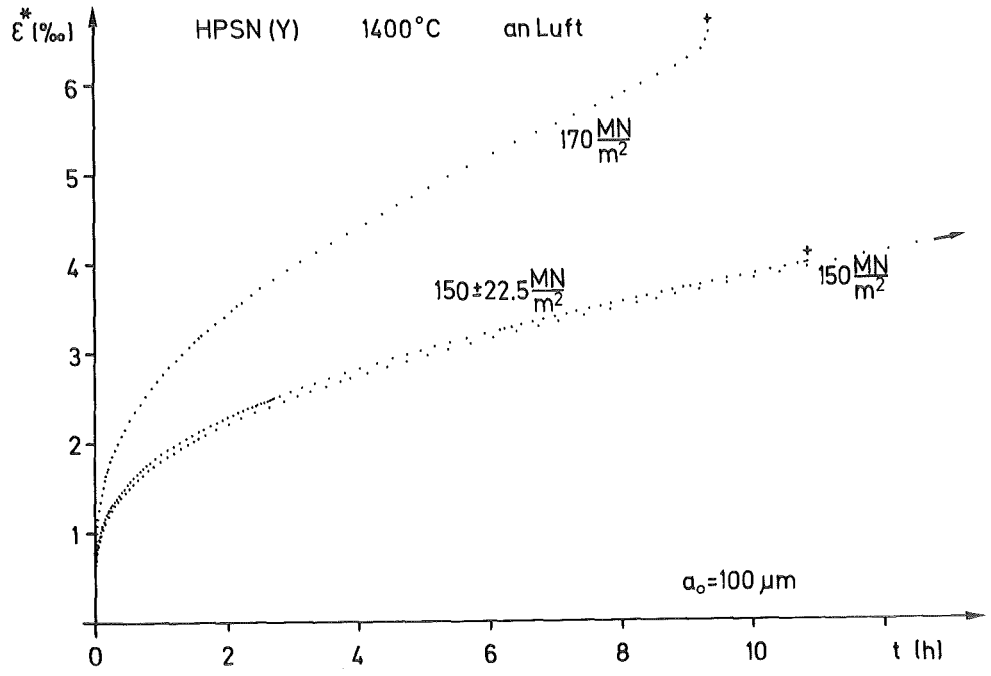


Abb. 18: Kriechverformung von gekerbten HPSN(Y)-Proben bei 1400°C

2.3.4 Kriechen unter konstanter Belastungsgeschwindigkeit

Im dynamischen Test wird die Probenbelastung kontinuierlich erhöht, hier: $\dot{\sigma}^* = \text{konst.} > 0$. In /32/ werden dynamische Tests zur Bestimmung der Spannungsabhängigkeit des primären Kriechens eingesetzt, allerdings mit konstanter und relativ hoher Vorschubgeschwindigkeit ($\dot{\varepsilon}^* \approx 1{,}4 \cdot 10^{-2} h^{-1}$ - die Belastungsrate nimmt dann ab).

Mit $\dot{\sigma}^*(t) = \sigma^* t$ folgt aus Gl. (2.25):

$$\dot{\varepsilon}^* = A_1^* \dot{\sigma}^{*n1} \; t^{c+n_1} \qquad (2.30)$$

Die an HPSN(Y^1) bei 1400°C und Belastungsraten von $\dot{\sigma}^* \leq 0{,}1$ MN/m^{2}s gemessenen Verformungsraten sind in Abb. 19 in Abhängigkeit von der Zeit doppellogarithmisch dargestellt. Der im statischen Versuch bei gleicher Temperatur ermittelte c-Wert für HPSN(Y^1) ist - 0,64 (Abb. 11). Die für $n_1 = 1$ erwartete Steigung von lg $\dot{\varepsilon}^*$ in Abhängigkeit von lg t, c + 1 = 0,36, stimmt gut mit dem Experiment überein. Dies ist in Abb. 19 dargestellt. Das transiente Kriechen ist folglich bei HPSN(Y^1), 1400°C, für geringe Belastungsraten linear von der Spannung abhängig.

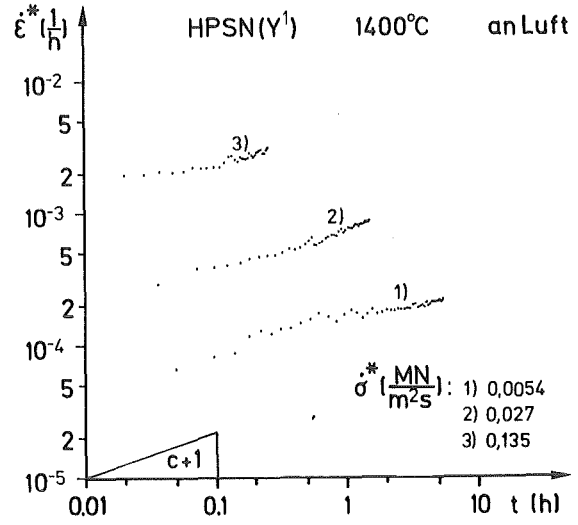


Abb. 19: Kriechgeschwindigkeit von HPSN(Y^1) bei monoton steigender Belastung

Die Interpretation solcher Versuche mit HPSN(Mg) scheitert daran, daß die einzelnen Kriechstadien sich nicht eindeutig beschreiben lassen, was für den statischen Versuch aus Abb. 9 ersichtlich ist. Chemische Reaktionen könnten die Ursache sein.

2.3.5 Der Biegerelaxationsversuch

Zur Realisierung des Biegerelaxationsversuchs wird direkt nach erfolgter Belastung oder nach Erreichen einer gewissen Kriechverformung die elektronische Prüfmaschine von Kraft- auf Wegsteuerung umgeschaltet. Gemessen wird das Biegemoment, das erforderlich ist, um die Probenmittendurchbiegung konstant zu halten.

Abb. 20 und 21 zeigen einige Grundmerkmale des Biegerelaxationsverhaltens von HPSN. Mit fallender Temperatur verliert HPSN sein Relaxationsvermögen. Das Abklingverhalten ist unabhängig von der zu Versuchsbeginn aufgebrachten Belastung, d.h. die Spannungsabhängigkeit der Relaxation ist die gleiche bei hohen und niedrigen Spannungen. Erfolgt der Relaxationsversuch aus einem Kriechversuch heraus, so verschiebt sich der Abfall von M/M_o um ein oder zwei logarithmische Zeiteinheiten.

Der bei 1400°C nur zu einem Übergangskriechen fähige HIPSiC-Werkstoff hält im Relaxationsversuch nach 100 h noch 70% der Ausgangslast. Aus Abb. 22 ist ersichtlich, daß ein weiterer Spannungsabbau danach kaum mehr meßbar ist. Die Dehnung ε_o^* (200 MN/m^2) = 0,8 %$_o$ wird im Kriechversuch mit σ^* = 140 MN/m^2 auch nach langen Zeiten nicht erreicht: ε^* (100 h, 140 MN/m^2) = 0,6 %$_o$.

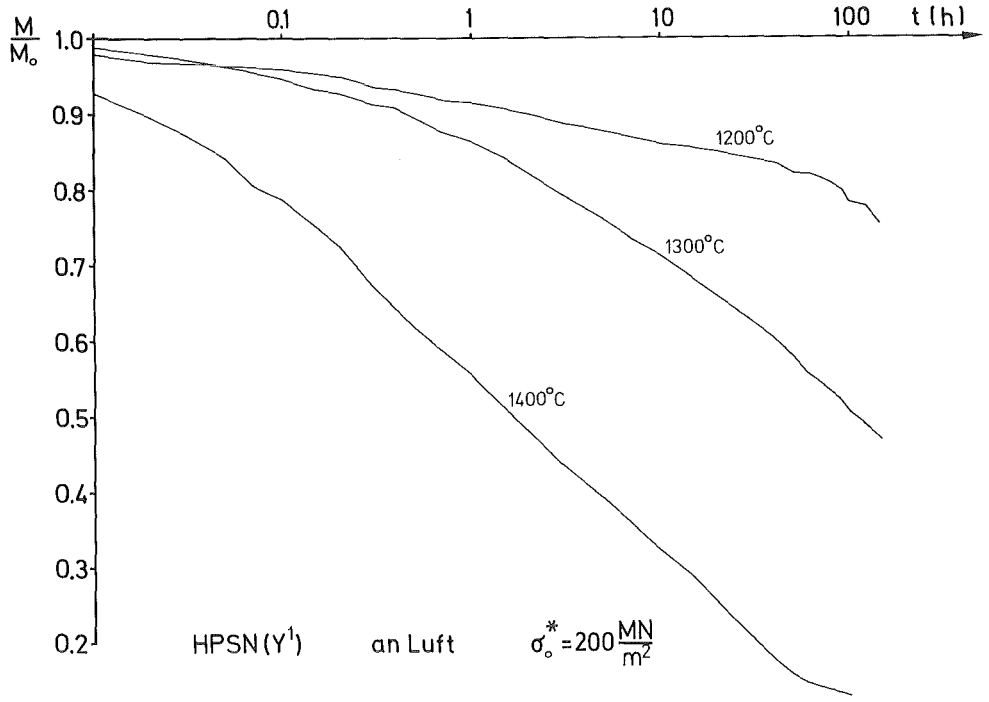


Abb. 20: Biegerelaxation von HPSN(Y^1) bei verschiedenen Temperaturen

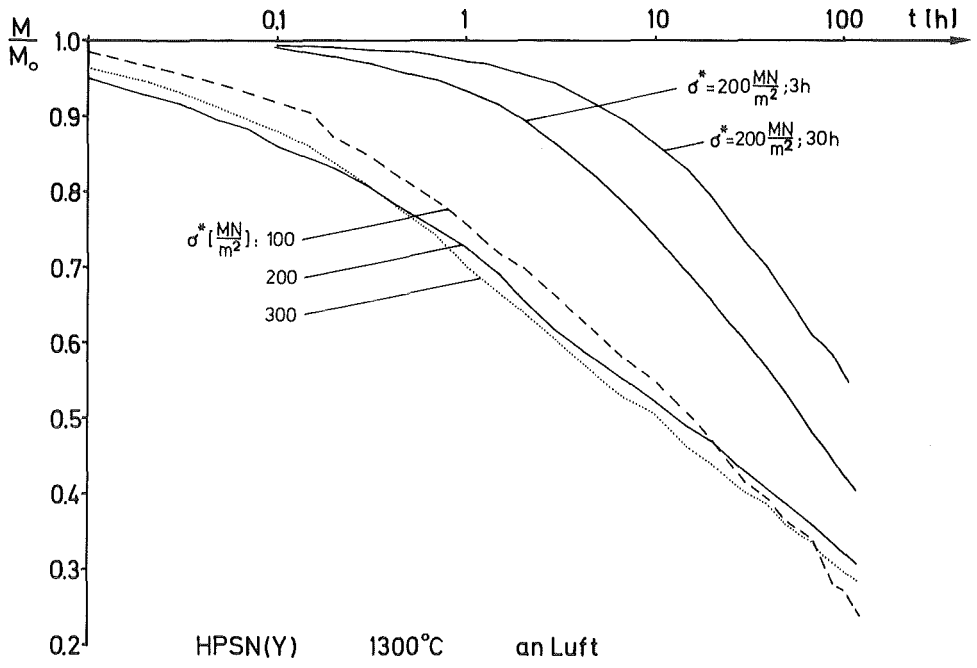


Abb. 21: Biegerelaxation von HPSN(Y) nach verschiedenen Haltezeiten und Lasten

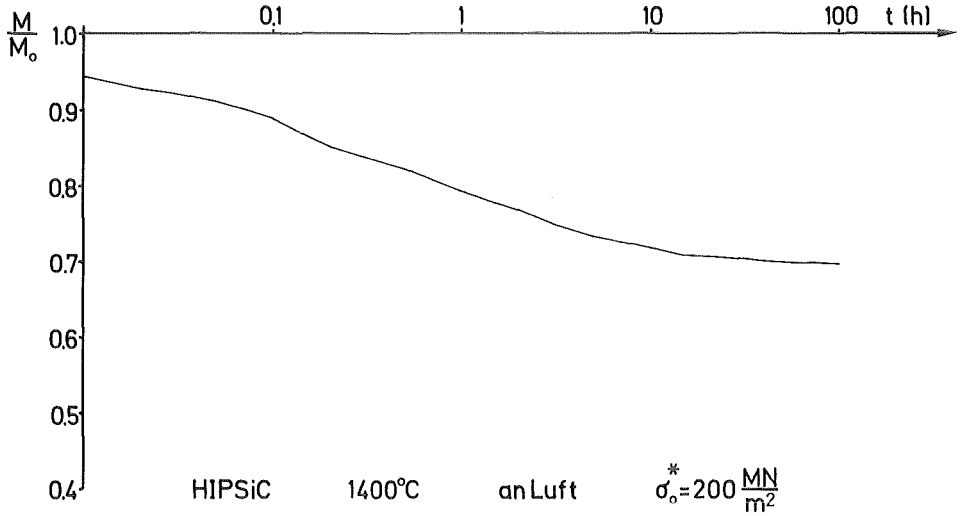


Abb. 22: Biegerelaxation von HIPSiC

Das Relaxationsverhalten von HPSN(Mg), 1200°C, und von HPSN(Y), 1400°C, soll im folgenden mathematisch beschrieben werden. Wie aus Abb. 23 und 24 zu ersehen, kann durch einen rein stationären Ansatz gemäß Gl. (2.22) keine Übereinstimmung mit dem Experiment erzielt werden. Das Biegemoment klingt wesentlich langsamer ab als nach dem Nortonschen Kriechansatz mit entsprechendem n-Wert zu erwarten wäre.

Da die Zeitkonstante t_{on} aus Gl. (2.24b) nur sehr ungenau bestimmbar ist, läßt sich nicht berechnen, nach welcher Zeit das Biegemoment beispielsweise auf 50% abgeklungen sein würde. Die Überprüfung der Rechnung durch das Experiment beschränkt sich deshalb auf einen Vergleich der Kurvenformen in den M/M_o vs lg t-Diagrammen der Abb. 23 und 24.

Das Experiment läßt sich besser beschreiben, wenn anstatt des Nortonschen Kriechgesetzes ein primärer Kriechansatz, $\dot{\varepsilon} = A\,\lambda\,|\,\sigma\,|^n\,t^c$ (Gl. (2.4)) zugrunde gelegt wird. Wendet man diesen Ansatz gemäß der Zeitverfestigungstheorie an, so ist die Übereinstimmung mit dem Experiment aber noch nicht befriedigend, n und c sind hierbei dem Kriechgesetz Gl. (2.25) entnommen. Das Abklingen des Biegemoments erfolgt umso langsamer, je kleiner der c-Wert gewählt ist. Für HPSN(Mg), 1200°C, ist deshalb für $c < -0{,}6$, also beispielsweise für $c = -0{,}77$, mit dem sich der Kriechversuch im Zeitbereich zwischen 1 und 10 h beschreiben läßt (Abb. 9), eine geringere Übereinstimmung zwischen Rechnung und Experiment zu erwarten als in Abb. 23 dargestellt.

Wird Gl. (2.4) gemäß der Dehnungsverfestigungstheorie behandelt, d.h.

$$\dot{\varepsilon} = B\,\sigma^{\frac{n}{c+1}}\,\varepsilon^{\frac{c}{c+1}} \tag{2.31}$$

mit

$$\varepsilon = \frac{\sigma_o - \sigma}{E}$$

so erhält man für HPSN(Y) eine gute Übereinstimmung mit dem Experiment. n und c sind wiederum dem Kriechgesetzt Gl. (2.25) entnommen. Der Rechengang entspricht der in Kap. 2.2.4 dargestellten Vorgehensweise. Je nach

Höhe der Werte n und c, beispielsweise für HPSN(Mg), muß auf numerische Methoden zurückgegriffen werden. Der Ansatz Gl. (2.31) beinhaltet aber eine Abhängigkeit des Spannungsabklingverhaltens von σ_o (und damit von M_o), was nicht zu beobachten ist (Abb. 21).

Ein modifizierter Norton Ansatz hat diesen Nachteil nicht:

$$\dot{\varepsilon} = A \left(\frac{\sigma}{\sigma_o}\right)^{m_r} \sigma^n \tag{2.32}$$

mit n = 1. Da das Abklingverhalten M/M_o unabhängig von M_o ist, muß n = 1 sein. m_r ist ein Exponent zur Charakterisierung der Spannungsrelaxation. Die Lösung von

$$\dot{\varepsilon}(t) = \frac{\dot{\sigma}}{E} + A \left(\frac{\sigma}{\sigma_o}\right)^{m_r} \sigma = 0 \tag{2.33}$$

ist:

$$\frac{\sigma}{\sigma_o} = (1 + A\, E\, m_r t)^{-\frac{1}{m_r}} \tag{2.34}$$

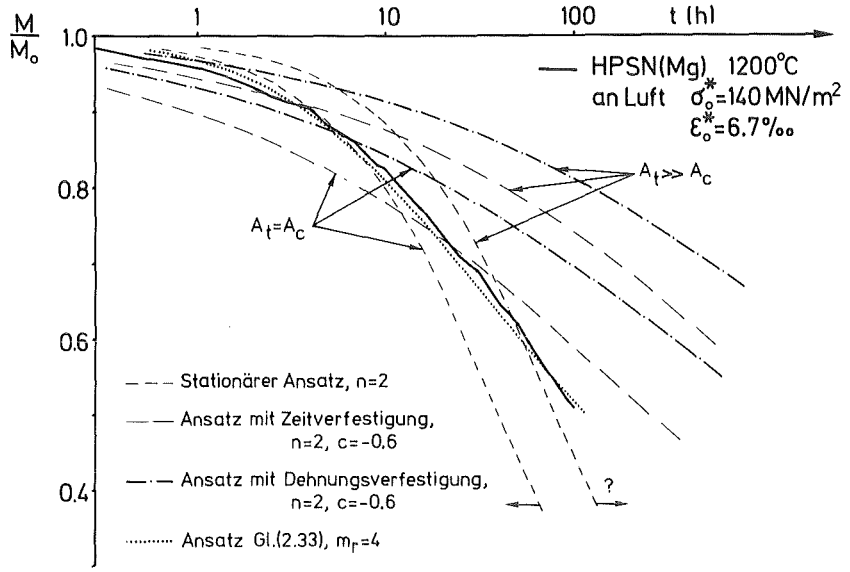


Abb. 23: Biegerelaxation von HPSN(Mg) und Vergleich mit Rechnung (gestrichelte Linien)

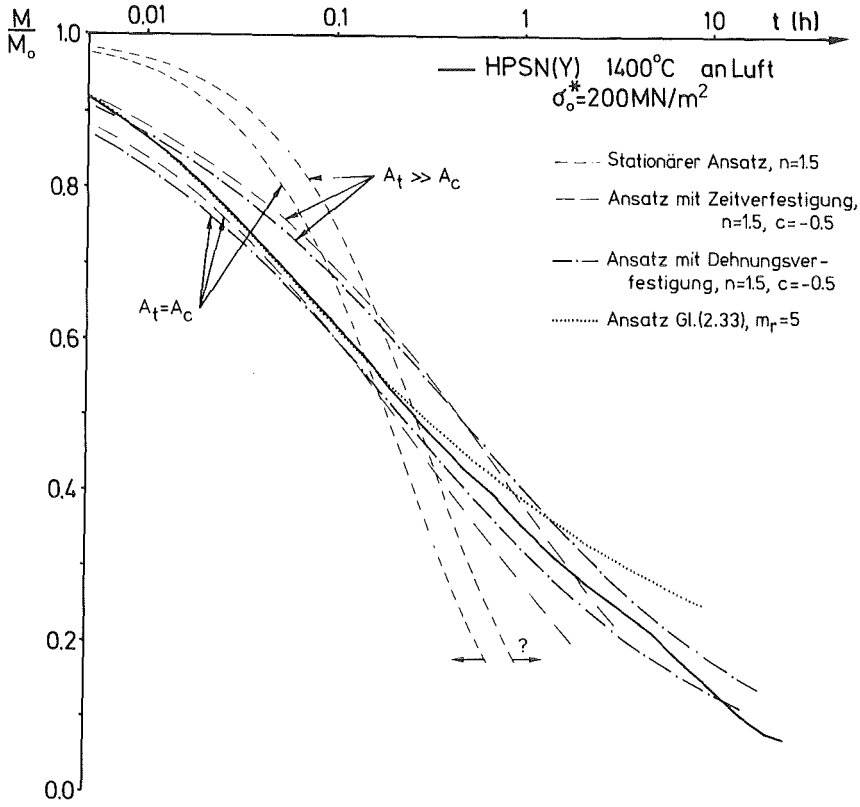


Abb. 24: Biegerelaxation von HPSN(Y) und Vergleich mit Rechnung (gestrichelte Linien)

Hieraus folgt für die beiden Fälle $A = A_t = A_c$ und $A = A_t >> A_c$ ein zeitliches Abklingen des Biegemoments gemäß:

$$\frac{M}{M_o} = (1 + A\,E\,m_r t)^{-\frac{1}{m_r}} \qquad (2.35)$$

Wie aus Abb. 23 und 24 hervorgeht, führen folgende m_r-Werte zu guten Übereinstimmungen mit dem Experiment: $m_r \approx 4$ für HPSN(Mg), 1200°C und $m_r \approx 5$ für HPSN(Y), 1400°C. Diskutiert wird der Relaxationsversuch in Kap. 2.4.2.1.

Die im Gefüge verantwortlichen Mechanismen, die zum Spannungsabbau führen, scheinen dieselben zu sein, unabhängig davon, ob der Relaxationsversuch direkt nach der Belastung oder erst nach einer gewissen Standzeit im Kriechversuch (3 bzw. 30 h in Abb. 21) erfolgt. Sie lassen sich mit etwa dem gleichen Parameter m_r beschreiben. Nur werden mit zunehmender Kriechverformung die Zeiten größer, bis ein merklicher Spannungsabbau eingetreten ist.

2.3.6 Nachgiebigkeitstest im statischen Kriechversuch

Veränderungen im Gefüge eines Werkstoffs während des Kriechversuchs können durch teilweises Ent- und Wiederbelasten untersucht werden. Zu bestimmten Zeitpunkten wird die Belastung einer Probe um ca. 20% verringert und nach einer Haltezeit von wenigen Sekunden wieder auf den Ausgangswert erhöht. Die Ent- und Wiederbelastungsgeschwindigkeit beträgt $\dot{P}$ = 40 N/s ($\dot{\sigma}^*$ = 22 MN/m^{2}s). Auf einem x-y-Schreiber wird die Kraft P über der Mittendurchbiegung f_m aufgezeichnet (Abb. 25). Ent- und Wiederbelastungslinie verlaufen parallel. Die Steigung $\Delta P/\Delta f_m$ ist ein Maß für die Probensteifigkeit, die sich während des Kriechversuchs ändert. Die Probensteifigkeit ist proportional dem Kehrwert der Nachgiebigkeit oder Compliance C = $\Delta f/\Delta P$, da Verschiebung der Kraftangriffspunkte f und Mittendurchbiegung f_m zueinander proportional sind.

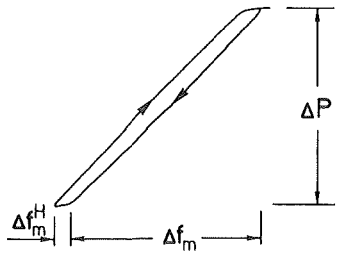


Abb. 25: Ent- und Wiederbelastungszyklus (x-y-Schreiber)

Während HPSN(Y[1]) bei allen Temperaturen und HPSN(Y) bei 1400°C einen Anstieg der Probensteifigkeit mit der Verformung zeigt (Abb. 26a bis 26e) und auch die Steifigkeit des korngrenzenlosen HIPSiC im Kriechversuch zunimmt (Abb. 27), erleidet HPSN(Mg) bei 1200°C zunächst einen starken

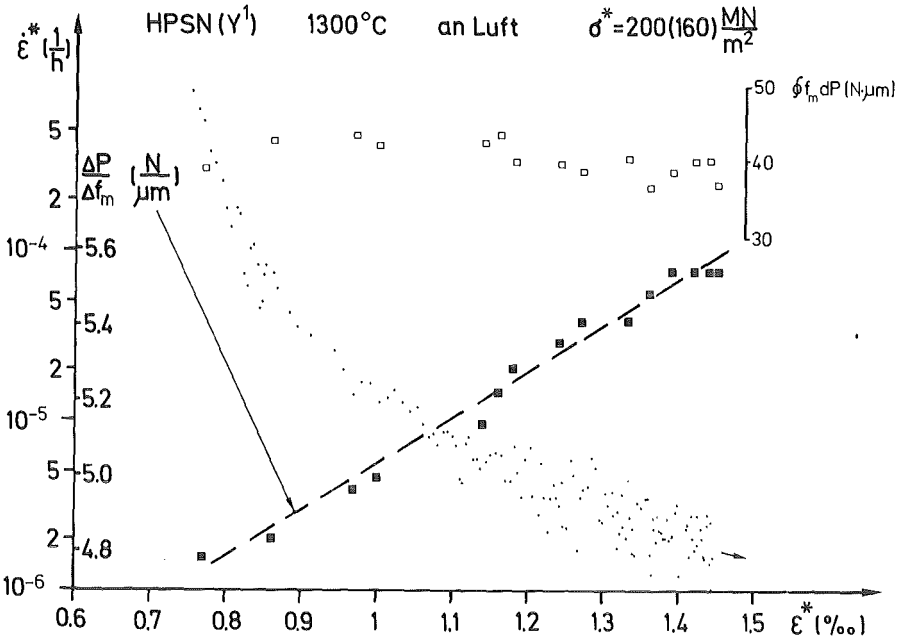


Abb. 26a

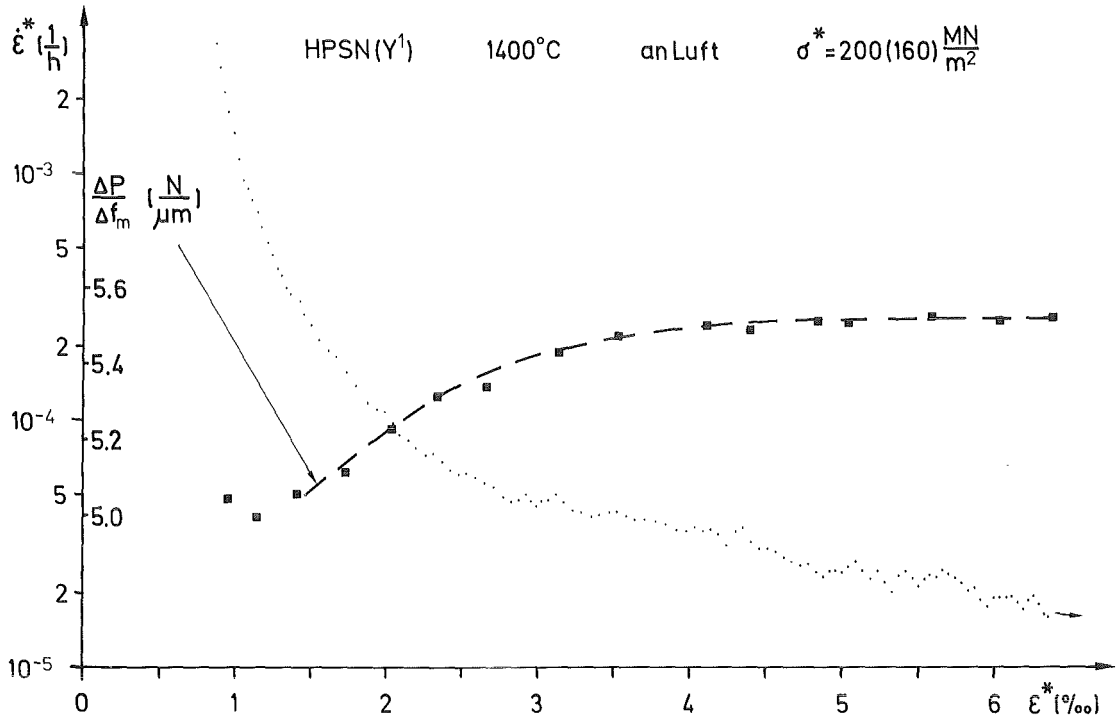


Abb. 26b

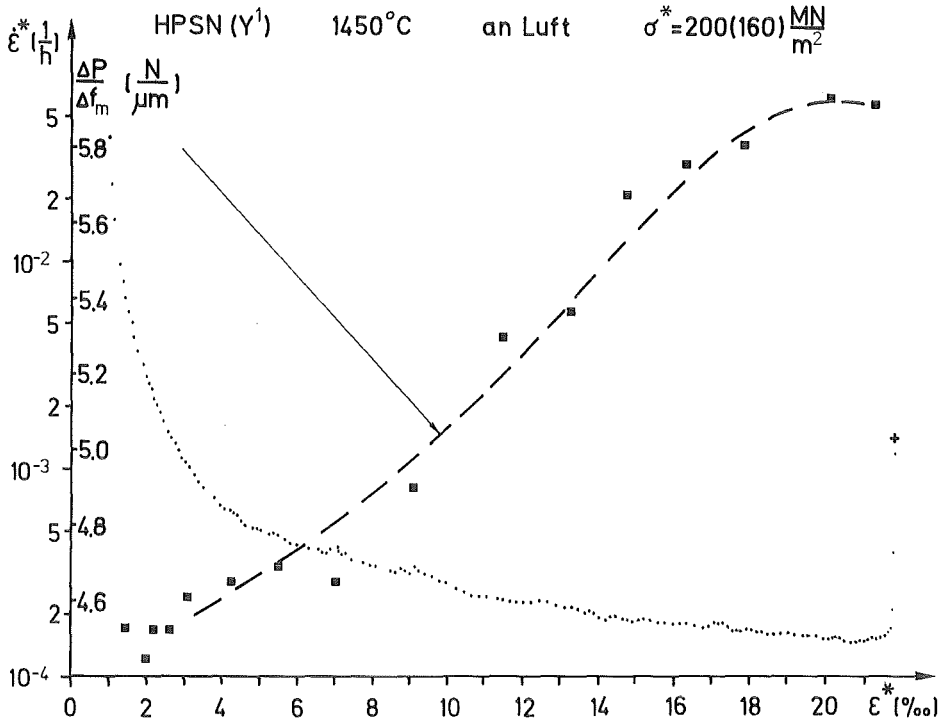


Abb. 26c

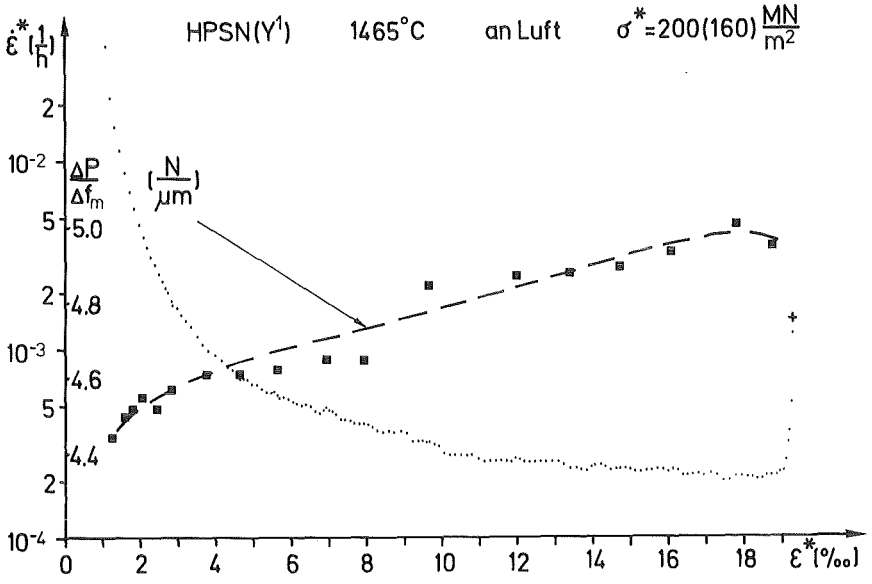


Abb. 26d

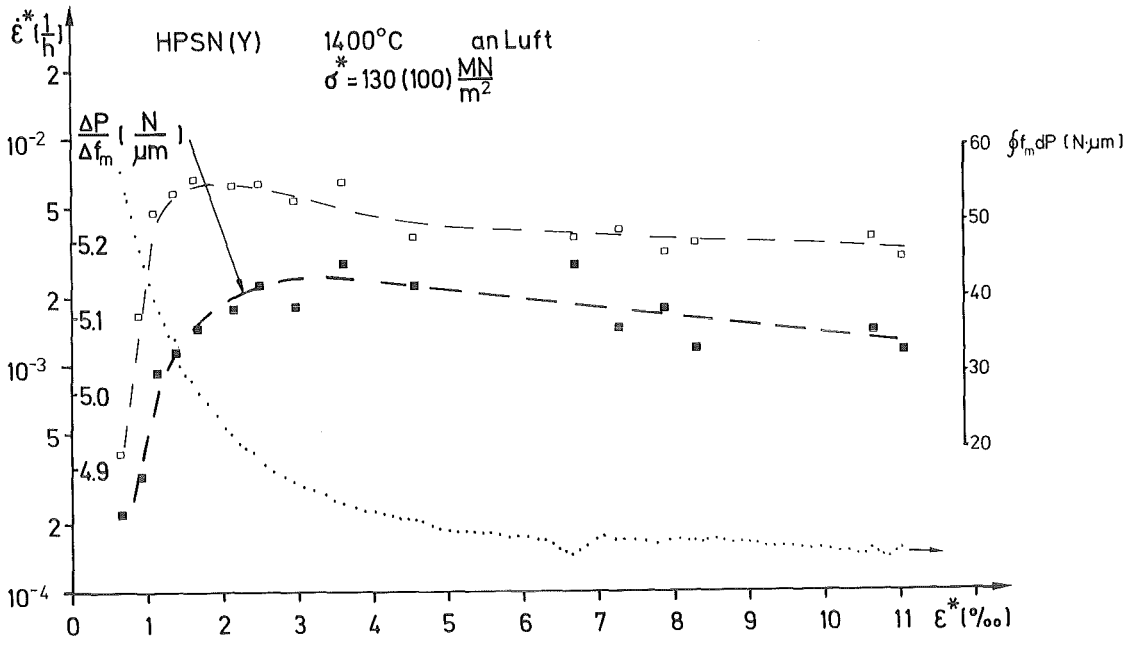


Abb. 26e

Abb. 26a-e: HPSN(Y^1) und HPSN(Y), Probensteifigkeit und Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Kriechdehnung bei unterschiedlichen Temperaturen (Klammerwerte für σ^* geben das untere Spannungsniveau an, auf das entlastet wird)

Abfall von $\Delta P/\Delta f_m$ (Abb. 28). Ab ca. $4\%_o$ ist auch hier ein Verfestigungseffekt zu beobachten.

Die Fläche unter der Hystereseschleife $\oint f_m dP$ verläuft für HPSN(Mg) spiegelbildlich zu $\Delta P/\Delta f_m$ (Abb. 28). Das liegt daran, daß bei unveränderter Entlastungsgeschwindigkeit $\dot{P}$ und Haltezeit t_H die Rückverformungstendenz in den Nenner von $\Delta P/\Delta f_m$ eingeht und außerdem während der Haltezeit bei 80% Ausgangslast direkt zu $\oint f_m dP \approx \Delta f_m^H \cdot \Delta P$ beiträgt (Abb. 25, Δf_m^H ist die Rückverformung während t_H); d.h. je kleiner $\Delta P/\Delta f_m$ ist, desto größer wird $\oint f_m dP$. Andererseits kann die Rückverformung zu Versuchsbeginn durch starkes primäres Kriechen überlagert werden (Abb. 26e). Eine Deutung von $\oint f_m dP$ erweist sich deshalb als schwierig und wird nicht weiter verfolgt.

In Abb. 29 ist für HPSN(Y^1) die Kriechgeschwindigkeit über die Änderung der Probensteifigkeit doppellogarithmisch aufgetragen. Hierbei handelt es sich um eine andere Darstellung der Meßergebnisse, die in Abb. 26a-c

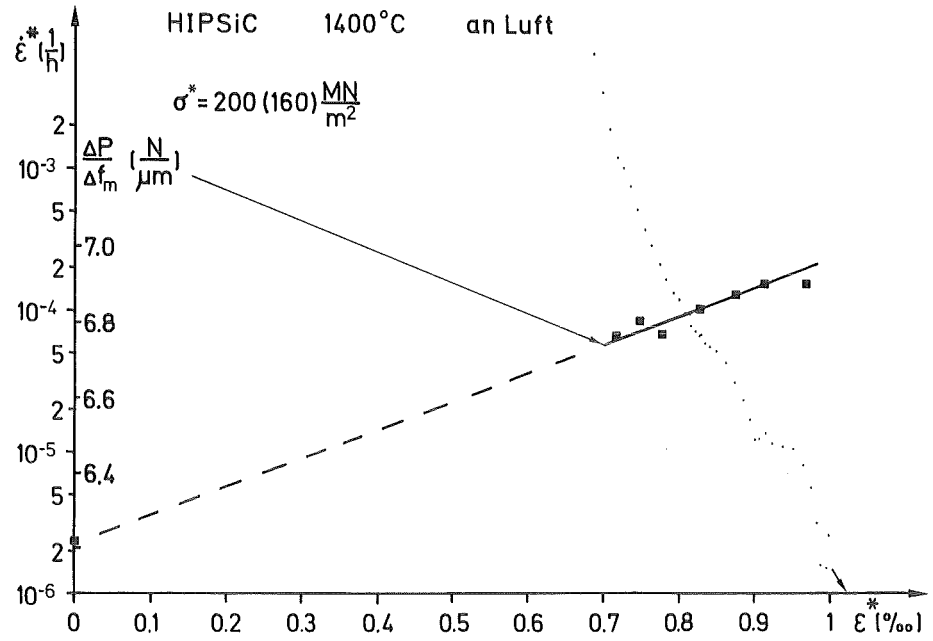


Abb. 27: HIPSiC, Probensteifigkeit und Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Kriechdehnung

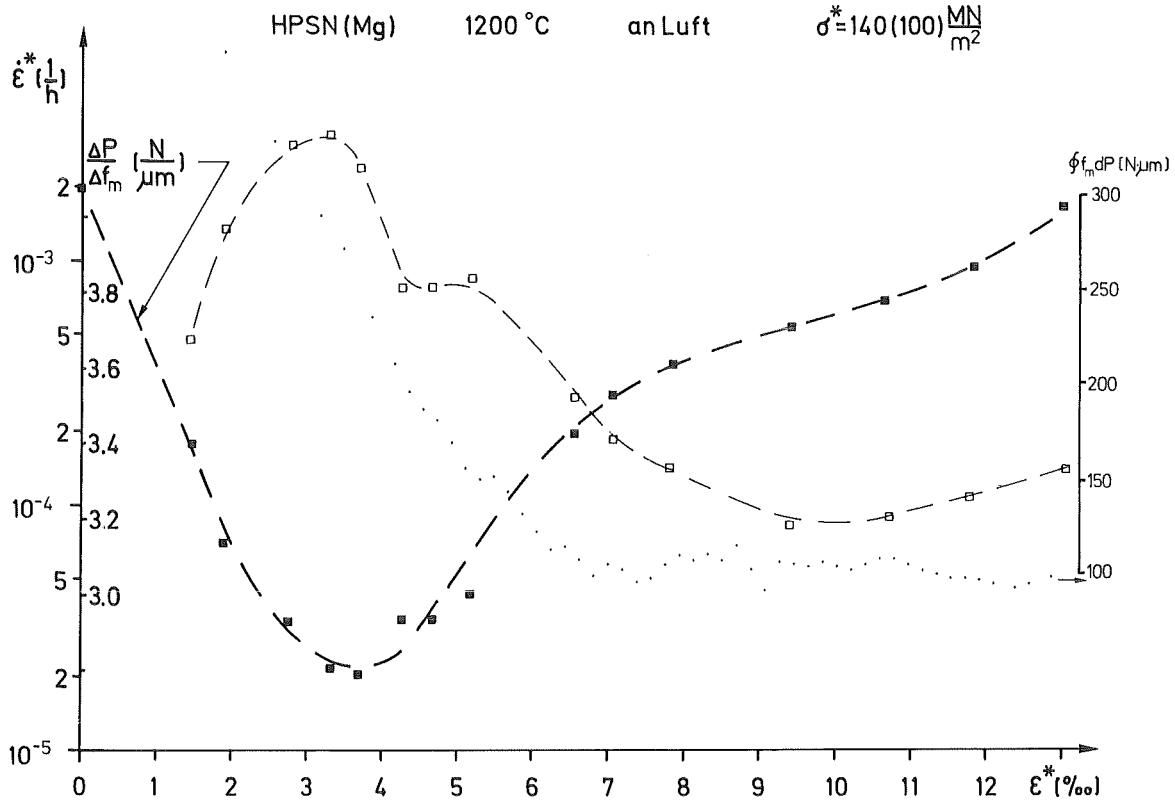


Abb. 28: HPSN(Mg), Probensteifigkeit und Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Kriechdehnung

vorgestellt sind. Wie aus Abb. 29 ersichtlich ist, läßt sich folgender Zusammenhang angeben:

$$\dot{\varepsilon}^* = \beta_o^* \left[\Delta\left(\frac{\Delta P}{\Delta f_m}\right)\right]^{-k}, \quad ^{+)} \tag{2.36}$$

wobei der Exponent k mit abnehmender Temperatur zunimmt und

$$\Delta\left(\frac{\Delta P}{\Delta f_m}\right) = \frac{\Delta P}{\Delta f_m} - \frac{\Delta P}{\Delta f_m}\Big|_{t=0} \tag{2.37}$$

ist. Die offensichtliche Korrelation zwischen Kriechgeschwindigkeit und Probensteifigkeit ist für die Interpretation des Kriechens von Bedeutung (Kap. 2.4.1).

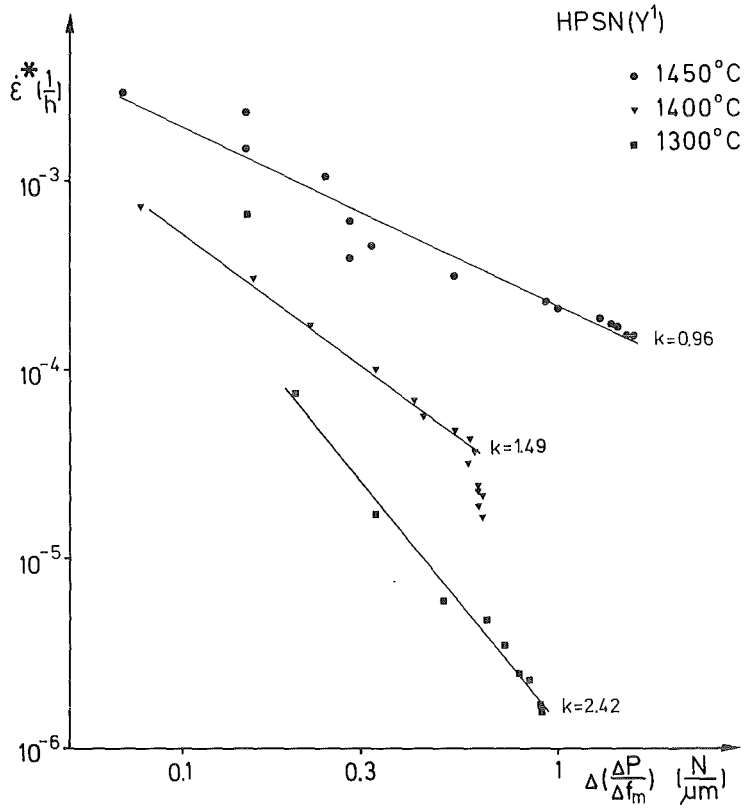


Abb. 29: Zusammenhang zwischen Kriechgeschwindigkeit und Zunahme der Probensteifigkeit ($\sigma^* = 200\ MN/m^2$)

$^{+)}\beta_o^*$ = Proportionalitätsfaktor

2.3.7 Untersuchungen am Transmissionselektronenmikroskop (TEM)

Um für Elektronen durchstrahlbare TEM-Proben zu erhalten, müssen aus den Keramikproben Dünnschliffe hergestellt werden. Auf die mechanische Bearbeitung folgt eine Ionenätzung, die es gestattet, wenige µm dicke bzw. monokristalline Schichten herzustellen.

Abb. 30a und 30c zeigen die Mikrostruktur von HPSN(Mg) und HPSN(Y). Die Schliffe sind aus der im Versuch auf Zug beanspruchten Seite der Biegeproben herausgearbeitet. Versuchstemperatur war 1200°C für HPSN(Mg) und 1400°C für HPSN(Y). Während das nur wenig Korngrenzenphase enthaltende HPSN(Mg) (ca. 3 Gew.% MgO) viele Poren und Mikrorisse zeigt (Abb. 30b), findet man in HPSN(Y) (ca. 10 Gew.% Y_2O_3) bei gleicher Verformung ($\varepsilon^* \approx 10\ \%_o$) wesentlich weniger Hohlvolumen. Schwarz erscheint in Abb. 30c die intergranulare Korngrenzenphase, ein Yttrium-Silikatglas. Auskristallisierte Korngrenzenphase kann nicht gefunden werden. Ebenfalls in Abb. 30c zu beobachten sind Ansammlungen von Poren. Diese von Korngrenzenphase weitgehend entleerten Bereiche können bei hohen Temperaturen entstehen, wenn die Poren Tendenz zum Zusammenschluß haben und die interkristalline Phase dies begünstigt, weil sie als dreidimensionales Netz- oder Kanalsystem vorliegt.

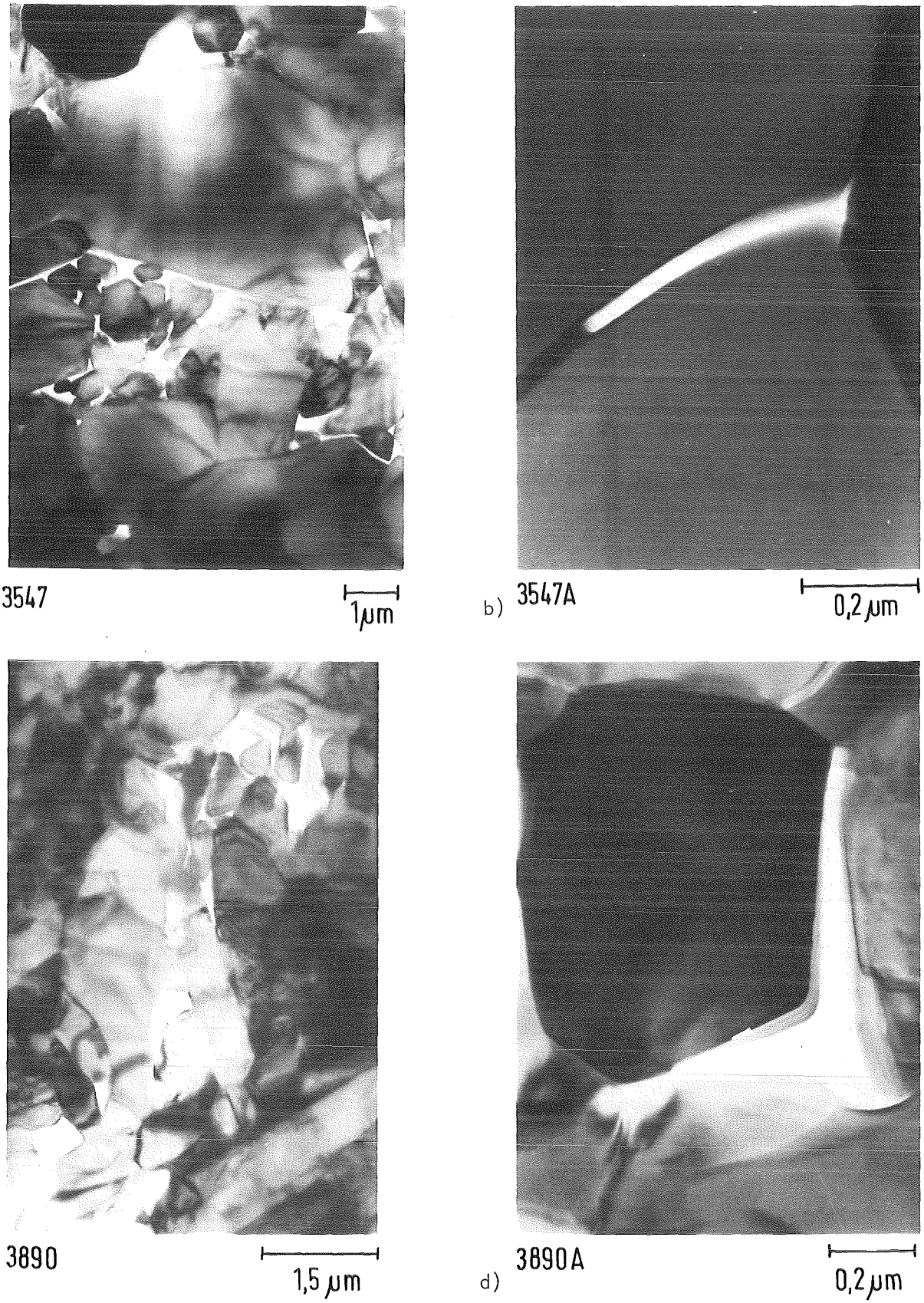


Abb. 30: Kriechporosität $\varepsilon^* \approx 10\ \%_o$, a) und b) HPSN(Mg)
c) und d) HPSN(Y)

TEM-Aufnahmen

2.4 Diskussion: Die Kriechmechanismen von HPSN

Die Diskussion der Kriechmechanismen basiert auf Ergebnissen, die im Biegeversuch ermittelt sind. Es stellt sich die Frage, inwieweit die Kriechkinetik im Biegeversuch sich beispielsweise von der im Zugversuch unterscheidet. Betrachtet man nur die Randzugfaser, losgelöst von der übrigen Probe, kann dies zu Fehlschlüssen führen. Da die Spannung in der Randzugfaser relaxiert, wird eine stärkere Abnahme der Biegekriechgeschwindigkeit im Vergleich zur Zugkriechgeschwindigkeit suggeriert /33/. Daß sogar der umgekehrte Fall eintreten kann, läßt sich experimentell am Beispiel des HPSN(Mg) belegen. Für den durch einen Kriechexponenten n = 1,9 charakterisierten Werkstoff beträgt der Exponent c aus dem $\dot{\varepsilon}^* \sim t^c$-Ansatz zunächst - 0,1, um erst nach 1 h den Wert - 0,77 anzunehmen (Abb. 9). An HPSN(Y) mit $n \approx 1$ ist ein solches Verhalten nicht zu beobachten. Daß im Zug- oder Druckversuch keine grundsätzlich andersartige Kriechkinetik zu erwarten ist, wird durch die Druckkriechversuche von Lange et al. /34/ und die Zugkriechversuche von Arons et al. /35/ bestätigt. Letzere messen an NC 132[+)] c-Werte, die mit fallender Temperatur von - 0,5 auf - 0,74 abnehmen, und eine Spannungsabhängigkeit von n = 1,7. Diese liegt damit im Bereich des von Lange und Mitarbeitern untersuchten MgO dotierten HPSN mit n = 0,9 ... 2.

2.4.1 Ein Gefügemodell zur Beschreibung des Kriechens

Die in Kap. 2.3 vorgestellten Ergebnisse über das Kriechen von HPSN sollen im folgenden unter Berücksichtigung der besonderen Gefügestruktur dieses Werkstoffes diskutiert werden.

Die makroskopisch beobachtbare Kriechverformung kann als Ergebnis einer großen Zahl von aktivierten mikroskopischen Verformungsträgern aufgefaßt werden. Ein solcher Verformungsträger wäre beispielsweise in Metallen eine nicht blockierte Versetzung. Nach Orowan /36/ errechnet sich die Kriechgeschwindigkeit aus Versetzungsdichte N, Burgersvektor b und mittlerer Gleit- oder Wandergeschwindigkeit $\bar{v}$:

[+)] HPSN mit MgO-Zusatz von Norton Company

$$\dot{\varepsilon} = N \cdot b \cdot \bar{v} \tag{2.38}$$

Der Gitteraufbau der Si_3N_4-Körner der hier betrachteten keramischen Stoffe ist kovalenter Natur. Obwohl vereinzelt Versetzungen am TEM erkennbar sind, scheiden diese als Verformungsträger aus, weil sie unbeweglich sind. Die Korngrenzen dagegen sind unter Hochtemperaturbedingungen gleitfähig, da sie mit einem viskosen Glasfilm benetzt sind. Sie werden somit als Verformungsträger betrachtet.

Korngrenzengleitprozesse in metallischen Werkstoffen werden mit Hilfe des Modells von Gifkins /37/ bzw. Ashby et al. /38/ beschrieben: Nabarro-Herring- und Coble-Kriechen innerhalb eines eng begrenzten Bereichs einer Kornverhakung sollen die hohen, experimentell ermittelten Verformungsgeschwindigkeiten erklären. Wegen der alles benetzenden Korngrenzenphase und der eher globularen, oft langgestreckten, aber nicht dendritischen Kornform (Abb. 30), ist dieses Modell nicht auf zweiphasige HPSN-Materialien übertragbar.

Eine Korngrenze im HPSN-Gefüge kann als Gleitebene im Sinne des Orowan-Modells aufgefaßt werden, wobei viskoses Gleiten benachbarter Körner an Stelle des Versetzungswanderns tritt. Die Kriechgeschwindigkeit ergibt sich dann aus der Relativbewegung zweier benachbarter Körner $\bar{w}$ und der Korngröße s:

$$\dot{\varepsilon} = \beta_k \frac{\bar{w}}{s} \tag{2.39}$$

β_k ist ein Proportionalitätsfaktor, der von der Kornform abhängt. $\bar{w}$ errechnet sich aus der Schergeschwindigkeit $\dot{\gamma}$ der viskosen, intergranularen Phase und der Korngrenzenphasendicke d:

$$\bar{w} = \dot{\gamma} d \tag{2.40}$$

Hieraus folgt für die Kriechgeschwindigkeit ($d \ll s$):

$$\dot{\varepsilon} = \beta_k \dot{\gamma} \frac{d}{s} \tag{2.41}$$

Eine Veränderung lediglich der Korngröße s hat bei konstantem Volumenanteil an Korngrenzenphase keinen Einfluß auf die Kriechgeschwindigkeit, denn d ändert sich dann verhältnisgleich zu s.

Ganz allgemein läßt sich eine plastische Längenänderung Δl angeben als Produkt der in Reihe geschalteten, aktivierten Verformungsträger und deren Verformungsbeitrag δ. Kennzeichnet x die Anzahl der pro Längeneinheit gekoppelten und aktivierten Verformungsträger, dann ist die Längenänderung eines Körpers der Länge l:

$$\Delta l = x \cdot l \cdot \delta \tag{2.42}$$

Hieraus ergibt sich die Verformungsgeschwindigkeit:

$$\dot{\varepsilon} = \frac{d}{dt}\left(\frac{\Delta l}{l}\right) = \frac{d}{dt}\,(x \cdot \delta) \tag{2.43}$$

(x dürfte mit ansteigendem Körperquerschnitt zunehmen).

Je nachdem,welcher Zusammenhang zwischen x und den insgesamt zur Verfügung stehenden, potentiellen Verformungseinheiten besteht, kann ein Zeit- oder ein Dehnungsverfestigungsverhalten resultieren. Ist die Neubildungsrate von Verformungsträgern gleich der pro Zeitintervall aktivierten $\dot{x}$, werden stationäre Zustände und damit konstante Kriechgeschwindigkeiten möglich. Die plastischen Eigenschaften eines Materials dürften umso weniger streuen, je zahlreicher die in dem Probenvolumen befindlichen Verformungsträger sind.

Damit wäre die Grundlage für die weitere Diskussion bereitgestellt, die sich zunächst auf den statischen Kriechversuch beschränken soll. Die in Kap. 2.3.6 dargestellten Nachgiebigkeitsmessungen ermöglichen einen gewissen Einblick in den Gefügezustand. Während für HPSN(Mg) bei 1200°C erst ab 4 $\%_o$ ein Anstieg der Probensteifigkeit erfolgt, nimmt die Steifigkeit der Proben aus HPSN mit Y-Zusatz von Versuchbeginn an zu.

Hohlvolumenbildung und Rißausbreitung vermindern die Probensteifigkeit $\Delta P/\Delta f_m$, die Probe wird weicher /39,40/. Das Auskristallisieren der viskosen, intergranularen Phase und/oder eine Zunahme der Kornkontakt-

stellen bzw. Kornverhakungen vergrößern den Quotienten $\Delta P/\Delta f_m$.

Der starke Abfall von $\Delta P/\Delta f_m$ zu Versuchsbeginn, gemessen an HPSN(Mg), ist so groß, daß er nicht auf das Wachsen eines einzelnen Risses zurückgeführt werden kann. Wegen der Kürze des Ent- und Wiederbelastungszyklus' (ca. 5s) dürften chemische Abläufe, die die Viskosität der intergranularen Phase ändern (Mg diffundiert in die Oxidschicht), geringen Einfluß haben. Hohlvolumenzunahme wie die Kriechporosität und das Enstehen mehrerer kleiner Risse im gedehnten Teil des Biegebalkens können den Abfall von $\Delta P/\Delta f_m$ erklären. Die unterkritische Rißausbreitungsgeschwindigkeit, die ausgehend von einem natürlichen oder künstlichen Fehler in HPSN(Mg) zum typischen Kriechbruch führt, läßt sich nur unter Berücksichtigung der Kriechschädigung berechnen (Kap. 3.5.1). Ab ca. $4\%_o$ ist auch bei HPSN(Mg) ein (überlagerter) Verfestigungseffekt zu beobachten.

Beim Fehlen entfestigender Mechanismen, also für HPSN(Y) HPSN(Y^1), und HIPSiC, ist die Steifigkeitszunahme mit einer Abnahme der Kriechgeschwindigkeit verbunden. Dieser Zusammenhang ist für HPSN(Y^1) in Abb. 29 dargestellt und wird durch Gl. (2.36) beschrieben:

$$\dot{\varepsilon}^* = \beta_o^* \left[\Delta\left(\frac{\Delta P}{\Delta f_m}\right)\right]^{-k}$$

Der Exponent k ist temperaturabhängig; $\Delta(\Delta P/\Delta f_m)$ ist die Zunahme der Probensteifigkeit von Kriechversuchsbeginn an (Gl. (2.37)).

Wie ist ein Zusammenhang $\dot{\varepsilon} \sim [\Delta(\Delta P/\Delta f_m)]^{-k}$ zu erklären? Das HPSN-Gefüge unter Hochtemperaturbedingungen besteht aus nur elastisch verformbaren Körnern und einer intergranularen viskosen Phase (Abb. 30). Kriechverformung wird durch die Relativverschiebungen der Körner realisiert. Dadurch nimmt zwangsläufig die Zahl der Kornkontaktstellen bzw. die Kornverhakung zu. Die Zunahme der Probensteifigkeit ist ein Maß hierfür. Es sei angenommen, die Probensteifigkeit nehme proportional zur steigenden Anzahl von Kornkontaktstellen pro Volumeneinheit Δi_K zu:

+) β (mit unterschiedlichen Indizes) = Proportionalitätsfaktoren

$$\Delta\left(\frac{\Delta P}{\Delta f_m}\right) = \beta_1 \, \Delta i_K \tag{2.44}$$

Der Kraftfluß im Gefüge verläuft mehr und mehr über diese Kornkontakte. Die Korngrenzenphase, die eine Schubspannung τ nur übertragen kann, wenn sie in Bewegung ist, wird allmählich entlastet. Die mittlere Schubspannung τ in der Korngrenzenphase nimmt ab. Sie ist verantwortlich für die mittlere Abgleitgeschwindigkeit der Körner:

$$\dot{\gamma} = \frac{\tau}{\eta} \tag{2.45}$$

η ist die Viskosität der Glasphase. Als zweite Annahme wird zugrundegelegt, daß die mittlere Schubspannung sich umgekehrt proportional zur Änderung der Kornkontaktzahl Δi_K verhält:

$$\tau = \beta_2 \left(\frac{1}{\Delta i_K}\right)^k \tag{2.46}$$

Bei hohen Temperaturen ist $k = 1$. Mit sinkender Temperatur wird die Glasphase zäher, kann nur schlecht fließen und wirkt dadurch stützend wie zusätzliche Kornkontaktstellen: $k > 1$.

Die Kriechgeschwindigkeit, proportional der mittleren Kornabgleitgeschwindigkeit, ist damit:

$$\dot{\varepsilon} = \beta' \dot{\gamma} = \beta' \frac{\tau}{\eta} = \frac{\beta' \beta_2}{\eta} \left(\Delta i_k\right)^{-k} = \frac{\beta' \cdot \beta_2 \cdot \beta_1^k}{\eta} \left[\Delta\left(\frac{\Delta P}{\Delta f_m}\right)\right]^{-k} \tag{2.47}$$

Diese Formulierung für $\dot{\varepsilon}$ stimmt mit dem empirischen Ansatz (2.36) überein.

Für den einfachen Fall, daß die Probensteifigkeit linear mit der Kriechverformung ε zuninmmt (vergl. z.B. HPSN(Y), 1300°C: Abb. 26a)

$$\Delta\left(\frac{\Delta P}{\Delta f_m}\right) = \beta_3 \varepsilon, \tag{2.48}$$

erhält man mit Hilfe von (2.47)

$$\left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\beta_o}\right)^{-\frac{1}{k}} = \beta_3 \varepsilon \; ; \qquad \beta_o = \frac{\beta' \beta_2 \beta_1^k}{\eta} \tag{2.49}$$

und nach Umstellung und Integration, für die Kriechverformung:

$$\varepsilon = [(k+1)\beta_o \beta_3^{-k}]^{\frac{1}{k+1}} \cdot t^{\frac{1}{k+1}} \tag{2.50}$$

Für die Kriechgeschwindigkeit folgt:

$$\dot{\varepsilon} \sim t^{\frac{1}{k+1} - 1} = t^c \tag{2.51}$$

Damit ist der Zusammenhang zur primären Kriechkinetik hergestellt (siehe Kap. 2.3.1, Gl. (2.25)). Zwischen k und dem Zeitexponenten c besteht die Beziehung:

$$k + 1 = \frac{1}{c+1} \tag{2.52}$$

Bei niedrigen Viskositäten bzw. hohen Temperaturen ist k = 1 und damit c = - 0,5. Mit steigender Viskosität bzw. fallender Temperatur steigt k an. Für k >> 1 ist c = - 1. In Tab. 3 sind für HPSN(Y^1) die k-Werte, berechnet aus dem Exponenten c (Abb. 11) gemäß Gl. (2.52), den direkt ermittelten (aus der Steigung der Ausgleichsgeraden, Abb. 29) gegenübergestellt.

T [°C]	c, Abb. 11	k, Gl. (2.52)	k, Abb. 29
1450	- 0,52	1,08	0,96
1400	- 0,64	1,63	1,49
1300	- 0,67	2,03	2,42

Tabelle 3: c und k-Werte für HPSN(Y^1)

Die Abnahme der Kriechgeschwindigkeit während des primären Kriechens läßt sich anhand eines mechanischen Modells erklären. Andere Deutungsversuche legen Diffusionsmodelle von Coble und Kingery zugrunde /41,42/: Kornkontaktvergrößerung durch Lösungs- und Wiederausscheidungsvorgänge an den Si_3N_4-Partikeln seien die Ursache einer Kinetik, die auch beim

Sintern zu beobachten ist (Korn- oder Partikelannäherung proportional $t^{1/2}$ bzw. $t^{1/3}$, je nachdem, ob der Lösungsvorgang oder die Diffusion in der Korngrenzenphase der geschwindigkeitsbestimmende Teilschritt ist /41/). Offen bleibt die Frage, ob bei den hier betrachteten Temperaturen β-Si_3N_4 bereits ausreichend in Lösung geht, und warum keine exponentielle Spannungsabhängigkeit des Kriechens zu beobachten ist. Sie würde aus der unterschiedlichen Leerstellenkonzentration an auf Druck beanspruchten Kornkontaktstellen und spannungslosen Kornoberflächen bzw. -grenzen folgen.

Stationäre Verformungsgeschwindigkeiten werden durch Diffusionsvorgänge möglich, die Kornverhakungen bzw. Kornkontaktstellen abbauen oder - je nach Relativbewegung der Körner - zu einer Vergrößerung der Berührungsflächen führen.

2.4.2 Der Einfluß der Porosität auf die Kriechverformung

Die Bedeutung der Porenbildung und des Hohlraumwachstums auf die Hochtemperaturverformung wird in der Literatur viel diskutiert. Hasselman et al./43/ führen beispielsweise den Begriff des elastischen Kriechens ein. Danach wird die Kriechverformung maßgeblich durch das Entstehen und Wachsen von Mikrorissen und -poren bestimmt. Zu Versuchsbeginn überwiegt die Neuentstehung von Poren; sobald alle ungünstigen Gefügestellen geöffnet sind, bestimmt das Hohlraumwachstum die Kriechverformung. Der Kriechkinetik wird von den Autoren die Form einer S-Kurve vorausgesagt.

Nach dem Heißpressen verbleiben die Sinterhilfsmittel größtenteils als Silikatglas zwischen den harten Si_3N_4-Körnern. Diese verformen sich auch bei hohen Temperaturen nur elastisch, während die intergranulare Phase längst erweicht ist. Korngrenzengleiten ist möglich, sobald neben einer treibenden Spannung eine Akkommodation, zum Beispiel in Form von Hohlraumbildung, gegeben ist (Rachinger-Gleiten); oder zu einem Diffusionskriechen (Lösungs- und Wiederausscheidungsvorgänge) werden Korngrenzengleitungen notwendig, um den Kornverbund zu erhalten (Lifshitz-Gleiten). Akkomodation eines komplexen Mechanismus durch einen Teilvorgang heißt, daß dieser Teilvorgang nicht die Kinetik des Gesamtvorgangs bestimmt,

aber dennoch zu seinem Ablauf unerläßlich ist.

Wie in Kap. 2.4.1 dargelegt, bewirkt die Zunahme der Kornkontaktstellen während des primären Kriechens die Abnahme der Kriechgeschwindigkeit. Der Betrag der Kriechgeschwindigkeit hängt von anderen Faktoren wie Anteil und Viskosität der intergranularen Phase ab (Gl. (2.41)) und nicht zuletzt davon, ob eine Akkommodation in Form von Hohlraumbildung möglich ist.

Poren und Mikrorisse in der auf Zug beanspruchten Probenseite sind elektronenmikroskopisch nachweisbar (Kap. 2.3.7). In auf Druck beanspruchten Werkstoffbereichen kann Kriechporosität nur ungleich schwieriger entstehen. Liegt Rachinger-Gleiten vor, so wird man unsymmetrisches Werkstoffverhalten erwarten. Tatsächlich kriecht HPSN unter Zugspannungen wesentlich stärker als unter Druckspannungen (Kap. 2.3.2).

2.4.2.1 Die Porenbildung

Hier sollen unterschiedliche Spannungsabhängigkeiten n, gemessen an HPSN(Mg) bei 1200°C an Luft, gedeutet werden, deren Ursache in der Porenbildung und -schließung liegen dürfte. Verformungs- und Versagensverhalten dieses Werkstoffs bei der betrachteten Temperatur wird maßgeblich durch Schädigungsmechanismen beeinflußt, d.h. das entstehende Hohlvolumen hat Anteil an der Gesamtdehnung bzw. Verformung. Im (statischen) Kriechversuch ist n = 2 (Kap. 2.3.2), der dynamische Test ($\dot{\sigma}^* > 0$) liefert n = 7 /21/, und das Abklingen des Biegemoments im Relaxationstest läßt sich am besten mit $m_r = 4$ beschreiben (Kap. 2.3.5). Dies überrascht, denn man hätte gleiche Spannungsabhängigkeiten erwartet, insbesondere weil die n-Werte des primären Kriechens denjenigen des stationären Kriechens gleichen.

Poren oder Mikrorisse entstehen in der viskosen Phase an ungünstigen Kornkonstellationen beim Überschreiten einer vom Grad der Gefügeinhomogenität abhängigen Grenzspannung σ_g. Die Verteilungsdichte der Gefügeinhomogenitäten N_G sei durch ein Potenzgesetz beschrieben, in der die Spannung σ_g als Maß für den Grad der Inhomogenität herangezogen wird:

$$N_G \sim \sigma_g^{m-1} \quad , \quad m - 1 > 0 \tag{2.53}$$

Der Grad der Inhomogenität ist umgekehrt proportional zu σ_g. Es gibt viele kleine und wenig große Gefügeinhomogenitäten. σ_g ist eine makroskopische Spannung, die von außen auf das betrachtete Werkstoffvolumen wirkt. Im Mikrobereich steht die Korngrenzenphase im wesentlichen unter einer hydrostatischen Spannung, dem Druck p_a. Betrachtet sei eine kugelförmige Pore oder Blase in der Korngrenzenphase, die i Kornoberflächen berührt (Abb. 31). Die spezifische Grenzflächenenergie ist γ_k zwischen Gas (in der Pore) und Kornoberfläche, γ_F zwischen Gas und Fluid. Stabil ist eine Pore, sobald die aufzubringende Oberflächenenergie kleiner ist als die zur Vergrößerung der Pore zu verrichtende Volumenarbeit:

$$\gamma dO \leq (p_i - p_a)\, dV \tag{2.54}$$

Hierin ist p_i der Innendruck der Pore. Die Druckdifferenz, $p_i - p_a$, wird (in einem eigenspannungsfreien Gefüge) durch die makroskopische Spannung σ_g hervorgerufen und von der umliegenden Kornkonstellation beeinflußt:

$$p_i - p_a \sim \sigma_g \tag{2.55}$$

Die geometrischen Randbedingungen sind aus Abb. 31 ersichtlich: r ist der Porenradius, s die Höhe der durch die Kornoberfläche abgeschnittenen Kugelkappe. Mit

$$V = \frac{4}{3}\pi r^3 - i\pi s^2\left(r - \frac{s}{3}\right)$$

und

$$\gamma O = \gamma_f 4\pi r^2 - i\pi[2rs\gamma_f - \gamma_k(2rs - s^2)]$$

(siehe z.B. /12/) folgt aus (2.54) für konstantes s/r-Verhältnis:

$$p_i - p_a \geq \frac{2\gamma_f}{r}\,\frac{4 - 2i\frac{s}{r} + i\xi\left(2\frac{s}{r} - \frac{s^2}{r^2}\right)}{4 - i\frac{s^2}{r^2}\left(3 - \frac{s}{r}\right)} \quad ; \; \xi = \frac{\gamma k}{\gamma_f} \tag{2.56}$$

Im Gleichgewichtsfall ergibt sich s/r aus dem Kapillargesetz /3/:

$$s/r = 1 - (\gamma_k - \gamma_o)/\gamma_k,$$

worin γ_o für die Grenzflächenenergie zwischen Korn und Fluid steht.

Für ξ größer als 1 ist der Energieaufwand pro Hohlraumgewinn am kleinsten, wenn die Pore sich ganz im Fluid bilden kann. Solche Blasen wären nicht ortsgebunden. Hohe Grenzflächenenergien bei nur geringen intergranularen Filmdicken dürften zu den in Kap. 2.3.7 beobachteten "Porenhaufen", von Korngrenzenphasen weitgehend entleerten Bereichen, führen.

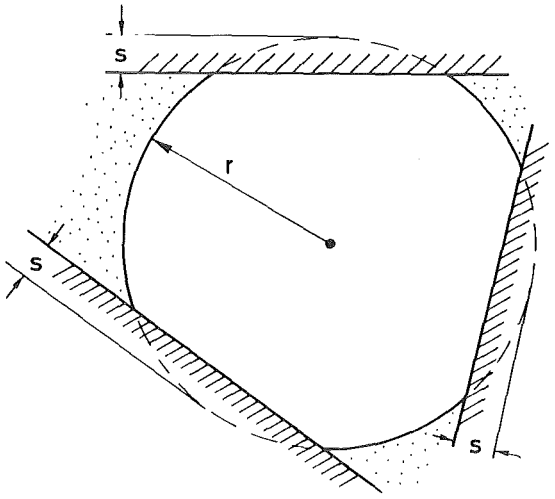


Abb. 31: Kugelförmige Pore in Korngrenzenphasen (hier i = 3)

Es stellt sich die Frage, ob die Gefügeinhomogenitäten, die unter Hochtemperaturbedingungen zu einer Pore führen, nicht auch durch die Weibull-Verteilung /44/ beschrieben werden können. Weibull gibt die Wahrscheinlichkeit P_f an, einen kritischen Fehler im Volumen V anzutreffen, der unter einer Spannung σ zum Bruch führt:

$$P_f = 1 - \exp\left(-\frac{1}{V_1}\int_V \left(\frac{\sigma}{\sigma_1}\right)^{m^*} dV\right) \qquad (2.57)$$

(σ_1 und V_1 sind Normierungsgrößen für Spannung und Volumen, m^* ist der Weibullexponent)

Die Gl. (2.57) zugrundegelegte Summenhäufigkeit der Fehler ist $1-(\sigma/\sigma_1)^{m^*}$ ($1/V_1$ = Fehleranzahl pro Volumeneinheit). Die zugehörige Verteilungsdichte erhält man nach Ersetzen von σ durch $K_{IC}/\sqrt{a}\,Y$ und Differenzieren nach a. Entspricht die Verteilungsdichte dieser Fehler derjenigen der Gefügeinhomogenitäten, dann ist $m^* = m$. Zahlenangaben hierzu sind im Anhang enthalten. Da zumeist Oberflächenfehler zum Bruch der hier untersuchten Biegeproben führen, ist $m^* \neq m$.
Die Poren- oder Mikrorißdichte $\tilde{N}$ ergibt sich aus der Verteilungsdichte der Gefügeinhomogenitäten und der von außen angelegten Spannung σ:

$$\tilde{N} = \beta_p \int_0^{\sigma} \sigma_g^{m-1} \cdot d\sigma_g = \frac{\beta_p}{m} \sigma^m \qquad +) \qquad (2.58)$$

Im (statischen) Kriechversuch ist die Porenbildungsrate zu Versuchsbeginn beim Aufbringen der Last wesentlich größer als im späteren Versuchsablauf, wenn lediglich an den Stellen neue Poren entstehen, an denen beispielsweise große Körner die Kriechverformung behindern.

Stabile Poren wachsen in Akkommodation zum Kriechen:

$$\dot{V}_{Pore} \sim \dot{\varepsilon}$$

Neu entstehende Poren bzw. das Wachstum von Porensubkeimen beschleunigen die Kriechverformung. Hieraus folgt die Hypothese eines zusätzlichen Terms $d\tilde{N}/dt$, der additiv wie folgt in das Kriechgesetzt eingeht:

$$\dot{\varepsilon} = (1 + \beta_N \frac{d\tilde{N}}{dt})\, A(t)\sigma^n \qquad (2.59)$$

Im dynamischen Versuch wird die Last kontinuierlich erhöht, so daß (aus Gl. (2.58)):

+) β (mit unterschiedlichen Indizes) = Proportionalitätsfaktoren

$$\frac{d\tilde{N}}{dt} = \beta_p \, \sigma^{m-1} \cdot \dot{\sigma} \tag{2.60}$$

Ist die Belastungsgeschwindigkeit genügend groß, d.h. $1 << \beta_N \, d\tilde{N}/dt$ folgt aus Gl. (2.59)

$$\dot{\varepsilon} = A(t)\beta_N\beta_p\sigma^{m+n-1} \cdot \dot{\sigma}, \tag{2.61}$$

und mit $\sigma(t) = \dot{\sigma}t$:

$$\dot{\varepsilon} \sim \dot{\sigma}^{m+n} \tag{2.62}$$

Wie bereits erwähnt, ergeben statische Versuche für HPSN(Mg) bei 1200°C einen Kriechspannungsexponenten von n = 2. Da zum Hohlraumwachstum laufend neue Löcher hinzukommen, wird für den dynamischen Test eine höhere Spannungsabhängigkeit n+m mit m = 5 gemessen.

Der Spannungsabbau im Relaxationsversuch (Kap. 2.3.5) erfolgt wie die Kriechverformung über viskose Korngleitprozesse. Wegen des linearen Zusammenhangs zwischen mittlerer Schubspannung τ und Schergeschwindigkeit der Korngrenzenphase $\dot{\gamma}$, aus der sich die Abgleitgeschwindigkeit benachbarter Körner ergibt, ist n = 1 im Ansatz Gl. (2.32). Nimmt die elastische Verzerrung und damit die Spannung im Gefüge ab, werden zunächst kleinere Poren instabil und schließen sich. Dies ist allerdings nur bei günstiger Konstellation der umliegenden Körner möglich oder wenn Korngrenzenphase nachfließen kann. Es ist zu erwarten, daß zunächst nur ein kleiner Teil aller Poren einer Größenklasse sich schließen kann. Diejenigen, die sich schließen, hemmen den Relaxationsprozeß, denn der Hohlvolumenabbau muß durch elastische und plastische Verformung kompensiert werden. Es ist anzunehmen, daß die Porenverteilungsdichte der Verteilungsdichte der Gefügeinhomogenitäten im unbelasteten Werkstoff entspricht. Geringe Gefügeinhomogenitäten sind durch hohe σ_g charakterisiert, die nach Gl. (2.55) und (2.56) zu kleinen Porenradien r führen. Bei abnehmender Spannung werden diese kleineren Poren als erste instabil. Je "enger" die Verteilungsfunktion Gl. (2.53) ist, d.h. je größer der (m-1)-Wert ist, desto langsamer erfolgt der Spannungsabbau im Relaxationsversuch. Pro Spannungsdekrement schließt sich eine größere Anzahl von Poren.

σ/σ_o ist ein Maß dafür, inwieweit der Verzerrungszustand sich vom Ausgangszustand entfernt hat. Je geringer die Spannung σ, desto größer ist die Tendenz, daß auch die Poren sich schließen, die aufgrund ihrer Größe bereits instabil sind, deren Schließen aber noch durch die umliegende Kornkonstellation verhindert wird. Da ein Hohlvolumenabbau den Relaxationsprozeß hemmt, erfolgt der Spannungsabbau umso langsamer, je kleiner σ/σ_o ist. So ist Gl. (2.33) interpretierbar. Sie beschreibt den Spannungsabklingvorgang bei festgehaltener Gesamtdehnung ($m_r = m - 1$):

$$\frac{\dot{\sigma}}{E} = - A \left(\frac{\sigma}{\sigma_o}\right)^{m-1}\sigma \qquad (2.63)$$

mit m = 5 für HPSN(Mg), 1200°C ($m_r = 4$, Abb. 23).

Da Diffusionsgeschwindigkeiten linear von der Spannung abhängen, erfolgt der Spannungsabbau durch Diffusion gemäß einer e-Funktion, d.h. bei logarithmischer Auftragung im wesentlichen innerhalb einer logarithmischen Zeiteinheit. Die Zeitkonstante dieses Vorgangs dürfte groß sein; Spannungsrelxation durch diffusionsbedingtes Kriechen könnte zu einer stärkeren Abnahme von M/M_o gegen Ende des Relaxationsversuchs führen als nach Gl. (2.35) zu erwarten wäre. Das tritt insbesondere an HPSN(Y) bei T = 1400°C auf (Abb. 24).

Die Probensteifigkeit dürfte aufgrund der abnehmenden Porosität geringfügig zunehmen: Für HPSN(Y^1), 1300°C, nach vorausgegangenem 30 h-Kriechversuch beispielsweise von 5,55 N/µm auf 5,73 N/µm, nach 50 h konstanter Durchbiegung. Während des Kriechversuchs ändert sich die Porengrößenverteilung kaum. Das Relaxationsverhalten läßt sich nach unterschiedlichen Kriechzeiten mit etwa dem gleichen Parameter m_r beschreiben. Nur werden die Zeiten bei zunehmender Kornverkeilung größer, bis ein merklicher Spannungsabbau eingetreten ist (Abb. 21).

2.4.2.2 Das Porenwachstum

Das Porenwachstum ist als Akkommodationsprozeß und nicht kriechgeschwindigkeitsbestimmend anzusehen, wie auch Lange /45/ mit einem einfachen Modell vorgeschlagen hat. Er vergleicht den relativ schwergängigen Fall zweier Platten, die durch einen Schmierfilm getrennt und teilweise unter Blasenbildung und -wachstum normal voneinander wegbewegt werden, mit dem

Fall der Gleitreibung zwischen den Platten. Oberhalb einer kritischen Spannung σ_g wachsen die Blasen in Akkommodation zur Verschiebung des angrenzenden Materials. Rückschlüsse auf kriechgeschwindigkeitsbestimmende Faktoren mit Hilfe des Würfelmodells von Lange sind nicht zulässig; die Steifigkeit seines Modellgefüges würde mit zunehmender Verformung immer weiter abnehmen, was weder an HPSN(Mg) noch an HPSN(Y) beobachtet wird (Kap. 2.3.6).

Wird eine Probe nach einem Kriechversuch unter Last abgekühlt, umgedreht und erneut belastet (eventuelle Eigenspannungen (Abb. 32) dürften sich während der Wiederaufheizphasen abbauen), so sind jetzt auch in der Druckzone zahlreiche Poren vorhanden. Weil diese sich schließen können, begünstigen sie dort das Kriechen. Da die Lochschließung unter Druck einen Verformungsbeitrag proportional zur Kriechgeschwindigkeit liefert, wird $\dot{\varepsilon}^*$ geringfügig höher ausfallen als im ersten Versuchsabschnitt; die Kriechkinetik $\dot{\varepsilon}^* \sim t^c$ bleibt die gleiche, wie aus Abb. 33 ersichtlich wird. Nach langen Zeiten erreicht die Kriechgeschwindigkeit den stationären Wert aus dem ersten Versuchsabschnitt. Die Probe durchläuft wieder den Ausgangszustand und ist nach Beendigung des Gesamtversuchs zur anderen Seite hin gekrümmt.

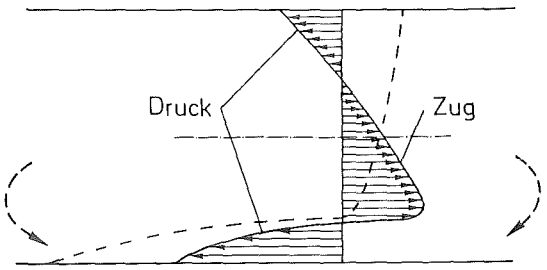


Abb. 32: Eigenspannungen nach Kriechversuch (gestrichelt: Spannungsverteilung während des Kriechversuchs)

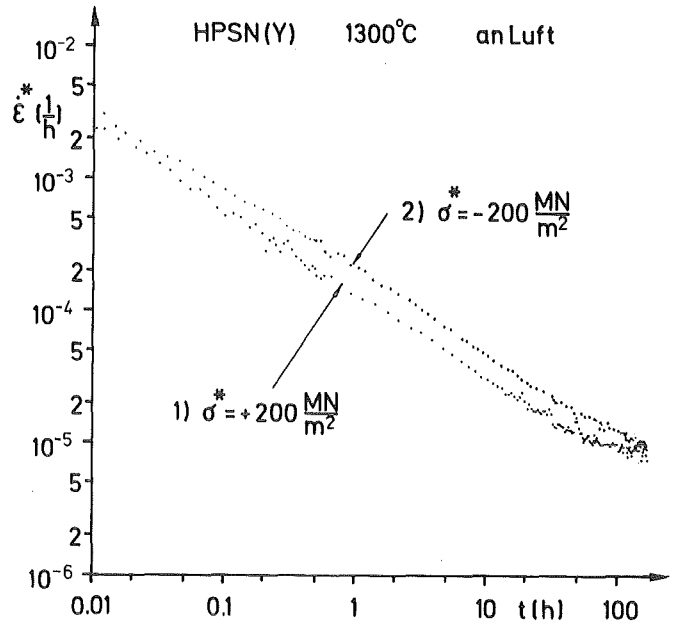


Abb. 33: Kriechkinetik einer HPSN-Probe 1) unter $\sigma^* = 200\ MN/m^2$ und 2) unter derselben Spannung, nachdem die Biegeprobe umgedreht wurde

2.4.3 Schlußfolgerungen

Die Abnahme der Kriechgeschwindigkeit zu Versuchsbeginn um mehrere Größenordnungen kann durch die Zunahme von Kornkontaktstellen bzw. Kornverhakungen erklärt werden, die den Kraftfluß übernehmen und gleitfähige Korngrenzen entlasten. Der Abbau dieser Blockierungen durch Diffusionsmechanismen erfolgt demgegenüber sehr langsam, und erst auf diesem (niedrigen) Niveau sind stationäre Kriechgeschwindigkeiten möglich, d.h. sobald ein Gleichgewicht zwischen neuen und abgebauten Kornkontaktstellen existiert. Dies läßt sich aus der Änderung des elastischen Verhaltens der Biegeprobe während des Kriechversuchs ableiten. Entfällt eine Entfestigung durch Hohlvolumenzunahme (Poren, Mikrorisse), ist die Probenversteifung mit der zunehmenden Anzahl der Kornkontaktstellen interpretierbar.

Da es sich bei primärer und sekundärer Kriechverformung um parallel ablaufende Prozesse handelt, ist folgender Ansatz naheliegend:

$$\dot{\varepsilon} = A_1 \sigma^{n_1} t^c + A\sigma^n \quad ^{+)} \tag{2.64}$$

Für HPSN(Y), 1300°C beispielsweise ist $n_1 \approx n \approx 1$ (Abb. 10), so daß:

$$\dot{\varepsilon} = A\sigma \left(1 + \frac{1}{A} t^c\right) \tag{2.65}$$

Aus der Kriechverformung von Proben mit trapezförmigem Querschnitt (Kap. 2.2.3 und Abb. 14) wird ersichtlich, daß das unterschiedliche Kriechverhalten, je nachdem, ob Zug- oder Druckspannungen anliegen, während des primären Kriechens genauso erfüllt ist wie im stationären Bereich (Der Zahlenwert $\dot{f}_{m1}/\dot{f}_{m2}$ bzw. $\lg \dot{\varepsilon}^*_1 - \lg \dot{\varepsilon}^*_2$ der stationären Kriechgeschwindigkeit zweier Trapezproben unter identischen Bedingungen, aber mit unterschiedlichem Vorzeichen der Belastung, gilt auch für den primären Kriechbereich). Geht man davon aus, daß stationäre Kriechgeschwindigkeiten nicht durch eine Überlagerung des primären und des tertiären Kriechbereichs zustande kommen, daß also ein Wechsel im Kriechmechanismus vorliegt (Newtonsches Fließen im Korngrenzenbereich zunehmend behindert durch Kornkontakte - Abbau derselben durch Diffusion), dann dürfte die Ursache des asymmetrischen Werkstoffverhaltens als vom Kriechmechanismus unabhängig zu suchen sein.

Poren und Mikrorisse leisten einen Verformungsbeitrag, ohne ihn zu steuern. Sie entstehen an ungünstigen Kornkonstellationen beim Überschreiten einer kritischen Spannung (Kap. 2.4.2.1) und wachsen in Akkommodation zur Kriechdehnung (Kap. 2.4.2.2). Unter Druck ist wesentlich weniger Kriechporosität zu erwarten als unter Zug. Überlagerte hydrostatische Druckspannungen können die Kriech- oder Fließfähigkeit behindern, da die Akkommodation durch Hohlraumwachstum erschwert ist. Die Kriechverformung von mehrachsig beanspruchten Bauteilen, die in der Praxis den Regelfall darstellen, wird mit Hilfe einer sogenannten effektiven Spannung σ_e berechnet. Nach einem formalen Ansatz von v. Mises errechnet sich σ_e aus der zweiten Invariante $I_2' (= S_{ij}^2/2)$ des Spannungsdeviators S_{ij} /46/. Nur die gestaltändernden Spannungsanteile werden berücksichtigt. In Erweiterung hierzu enthält der Ansatz von Schleicher (siehe /46/,

+) Die Anwendung dieses Ansatzes würde die experimentelle Auswertung (Kap. 2.3) nur unwesentlich beeinflussen.

S. 312) zusätzlich die erste Invariante I_1 des Spannungstensors und ist auf Werkstoffe anwendbar, die eine Volumendehnung erfahren. Unter einachsiger Spannung σ ist beispielsweise:

$$\sigma_e = \sqrt{3I_2' + \beta I_1^2} = \sigma\sqrt{1 + \beta} \tag{2.66}$$

β ist ein Zahlenfaktor, der die Volumendehnung beschreibt. Ist keine Volumendehnung möglich (z.B. unter Druckspannung), ist

$$\beta = 0, \quad \sigma < 0$$

Für nominell gleich hohe Spannungen folgt der Zusammenhang:

$$\frac{A_t}{A_c} = (1 + \beta)^{\frac{n}{2}} \tag{2.67}$$

(Das Kriechgesetz nach Einführung der effektiven Spannung hat die Form: $\dot{\varepsilon}_e = A_c \cdot \sigma_e^{\,n}$)

Das asymmetrische Werkstoffverhalten ist demnach umso ausgeprägter, je stärker das Gefüge zur Volumendehnung durch Porenbildung neigt.

3. Unterkritische Rißausbreitung

3.1. Überblick

Beim Überschreiten der sogenannten Inertfestigkeit bricht ein Bauteil an einem kritischen Fehler der Gößе a_c sehr schnell durch; der Riß breitet sich dabei mit bis zu etwa halber Schallgeschwindigkeit aus /47/.

Unterhalb dieser kritischen Belastungsgrenze können Risse langsam bzw. unterkritisch wachsen, bis sie eine kritische Größe erreichen. Aufbrechen von Atombindungen, Diffusionsmechanismen oder plastische Verformungsraten werden als geschwindigkeitsbestimmend für die langsame Rißausbreitung angesehen /48-55/ u.a. Die Berechnung des Spannungsfeldes vor der Rißspitze ist sehr komplex. Das durch das Spannungsfeld erzeugte Potentialgefälle kann z.B. als treibende Kraft der Diffusion angesehen werden. Vitek /51/ erklärt das Wachsen von Poren durch Leerstellenanlagerungen. Rißverlängerung erfolgt seiner Meinung nach, wenn eine kritische Porengröße erreicht ist oder die Poren zusammenwachsen. Chuang /52/ betrachtet einen Diffusionsstrom entlang der Rißufer zur Rißspitze und von dort entlang der Korngrenzen ins Werkstoffinnere. Danach beeinflussen die zusätzlichen Atome das Spannungsverformungsfeld an der Rißspitze und bewirken den Rißfortschritt. Wilkinson et al. /53/ haben einen Formalismus entwickelt, der die Rißausbreitung sowohl durch Diffusion als auch durch viskose Kriechverformung beschreiben soll. Je nach vorliegendem Fall sind unterschiedliche Zahlenwerte zu benutzen.

Die erwähnten Modelle, die das Diffundieren von Atomen oder Leerstellen im Rißspitzenbereich als steuernd für die unterkritische Rißausbreitung zugrunde legen, dürften für kovalent gebundene Werkstoffe ausscheiden, deren Verformungspotential durch das Erweichen einer Glasphase im Korngrenzenbereich stark erweitert ist. Wie in Kap. 2 gezeigt, sind die Kornkontakte bzw. die Vorgänge an Kornkontaktstellen geschwindigkeitsbestimmend für die Verformung (zum geschwindigkeitsbestimmenden Teilschritt des Porenwachstums vergl. /56/). Speziell auf zweiphasige Keramiken zugeschnittene Modelle, die die Viskosität der Korngrenzenphase als geschwindigkeitsbestimmenden Faktor für Poren- und Rißwachstum ansehen, lassen Voraussagen auf Rißgeschwindigkeiten zu, die linear /54/ oder nur zu einer geringen Potenz /55/ von der Spannungsintensität abhängig sind. Das wurde bisher experimentell nicht bestätigt.

Kriz /57/ hat Rißausbreitungsmessungen an Doppeltorsionsproben aus HPSN-Materialien durchgeführt, die den hier untersuchten Materialien entsprechen. Während bei niedrigen und mittleren Temperaturen die Rißgeschwindigkeit extrem stark mit der Spannungsintensität ansteigt, nimmt sie bei hohen Temperaturen und geringen Spannungsintensitäten nur mit der 4. Potenz der Spannungsintensität zu.

Bevor ausführlicher auf die Rißausbreitungsmechanismen und -kriterien eingegangen wird, sollen folgende Fragen beantwortet werden:

Welche Kurzzeitfestigkeiten zeichnen Bauteile aus Keramik aus, und wie lassen sich die Spannungen an einer Rißspitze beschreiben?

3.1.1. Festigkeit bei hohen Temperaturen

Die Festigkeit glasphasenhaltiger keramischer Werkstoffe nimmt beim Erreichen des Erweichungsbereichs der Korngrenzenphase ab /58-60/. Auch die Festigkeit des untersuchten HIPSiC ohne Korngrenzenphase sinkt oberhalb von 1000°C auf ca. 65% des Raumtemperaturwertes. In Abb. 34 sind die Bruchspannungswerte gekerbter HIPSiC-Proben in Abhängigkeit von der Temperatur aufgetragen. Abnehmende Bindungskräfte zwischen den kleinsten Bauelementen des Gefüges und/oder unterkritische Rißausbreitung bereits während der Belastungsphase des Biegebruchversuchs können die Ursachen der Festigkeitsabnahme sein.

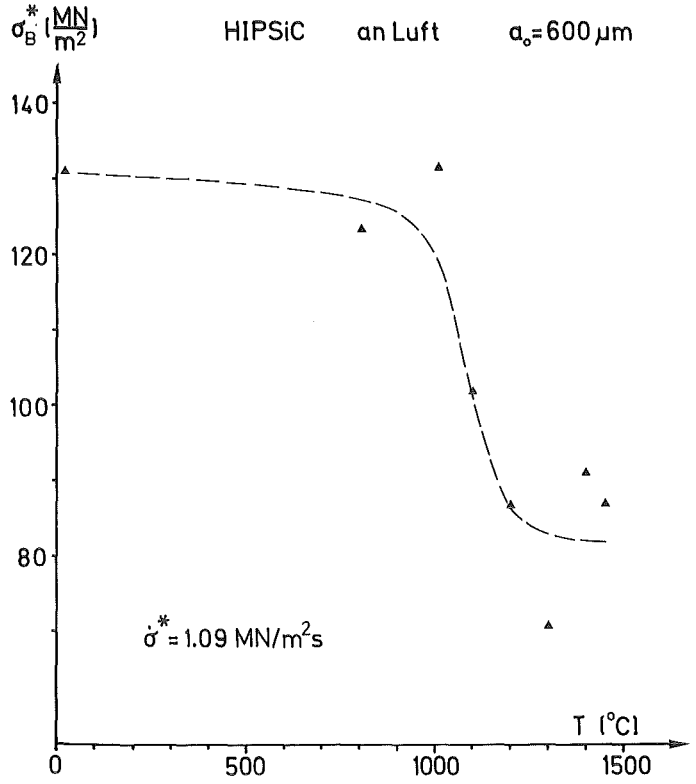


Abb. 34: HIPSiC, Bruchspannung in Abhängigkeit von der Temperatur (gerader Kerb a_o = 600 µm)

Die Bruchspannungen gekerbter HPSN(Y)-Proben sind in Abb. 35 dargestellt. Sie durchlaufen bei 1000°C ein Maximum, dessen Spitzenwert bei 170% des Raumtemperaturwertes liegt. Im Vakuum fehlt dieser Festigkeitsanstieg; bei 1000°C liegt dann die Biegebruchfestigkeit geringfügig unterhalb des Raumtemperaturwertes (Abb. 35). Eine Betrachtung der Bruchflächen ergibt, daß eine vom Sägekerb ausgehende wellige Zone umso größer wird, je höher die Bruchspannungen sind (Abb. 36, 37).

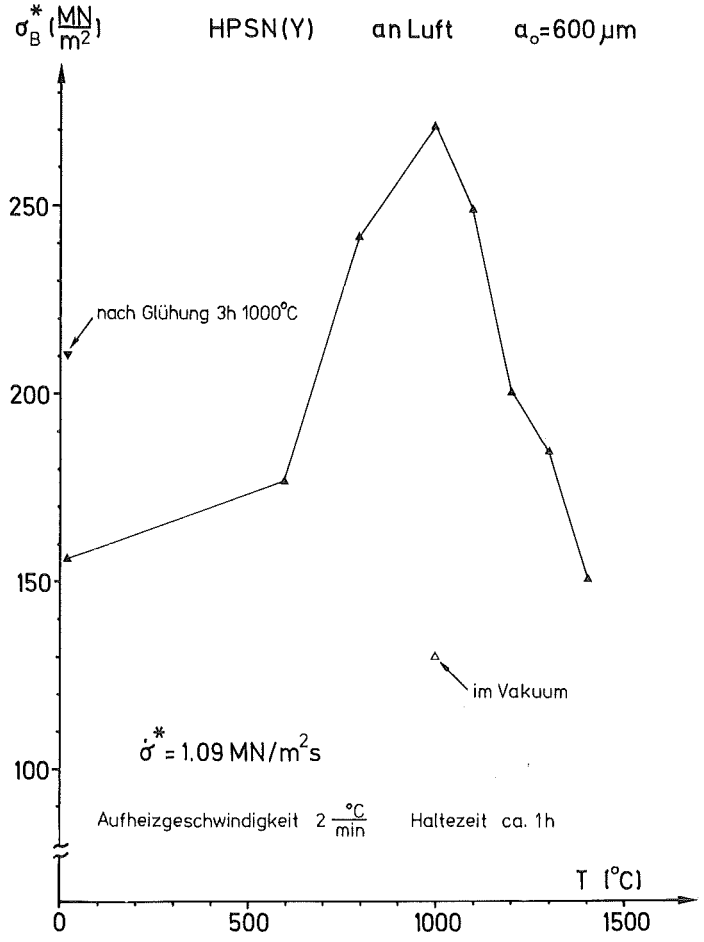


Abb. 35: HPSN(Y), Bruchspannung in Abhängigkeit von der Temperatur (gerader Kerb a_o = 600 µm)

In der Literatur sind ähnliche Festigkeitsmaxima zum Beispiel an Lithium-Silikat-Glas-Keramiken /61/, aber auch an HPSN /62/ beschrieben worden. Das Festigkeitsmaximum verschiebt sich mit zunehmender Vorschubgeschwindigkeit zu höheren Temperaturen (bzw. niedrigerer, intergranularer Glasviskosität), was mit der Ausbildung einer Schädigungszone und einer kritischen Schädigungsgröße /55/ oder mit einem Wechsel des unterkritischen Rißausbreitungsmechanismus /62/ erklärt wird. Schädigungszonen bilden sich unabhängig von der Atmosphäre, in der getestet wird; danach müßte die Festigkeitssteigerung auch im Vakuum zu beobachten sein, was jedoch hier nicht der Fall ist. Da bei den untersuchten HPSN(Y)-Proben keine typischen unterkritischen Rißausbreitungszonen zu beobachten sind, scheidet die zweite Deutung ebenfalls aus.

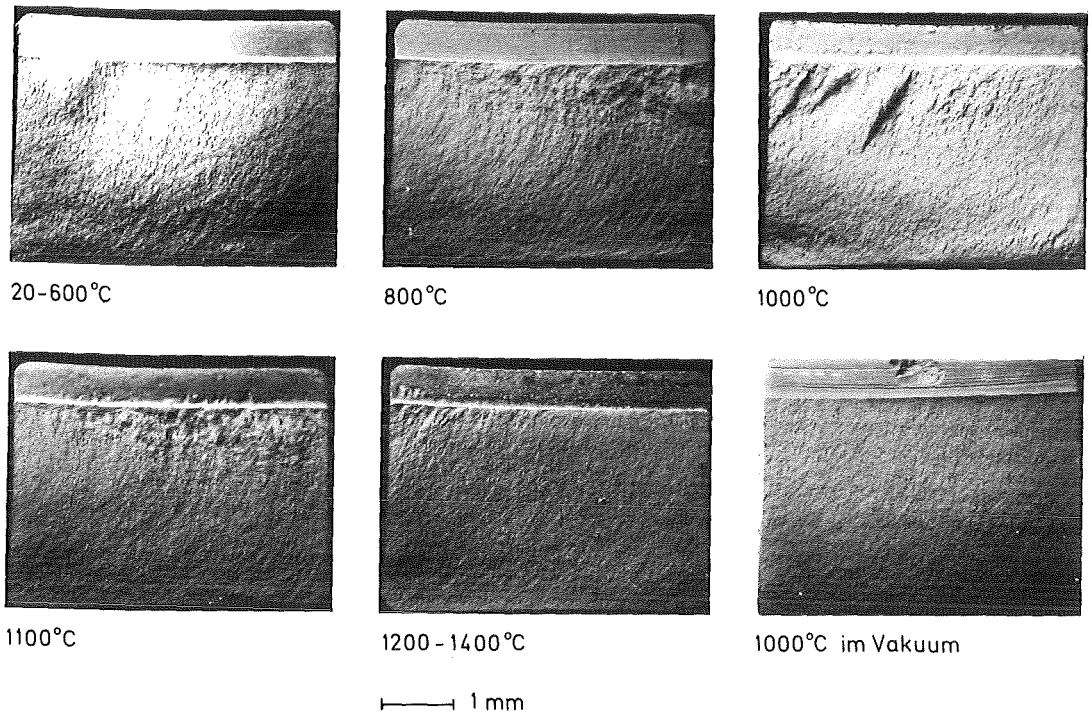
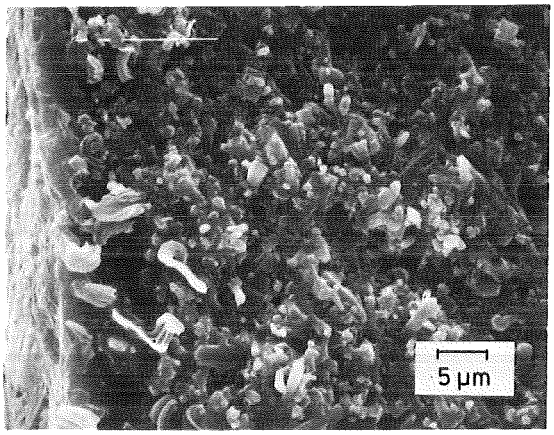


Abb. 36: HPSN(Y), Bruchflächen nach Ermittlung der Biegebruchspannung (Sägekerb a_o = 600 µm)

Munz et al. /63/ haben kontrollierte Bruchexperimente durchgeführt an Biegeproben aus HPSN mit MgO-Zusatz, die mit einem Spitzkerb oder einem geraden Kerb vorgeschädigt wurden (Ähnliche Experimente werden in Kap. 3.1.2. beschrieben). Die von den Autoren gemessenen Bruchzähigkeitswerte sind im Temperaturbereich um 1200°C maximal. Das Erweichen der Korngrenzenphase bzw. die daraus resultierenden viskosen Korngrenzengleitprozesse führen zu Rißverzweigungen und Sekundärrißbildungen. Dadurch sei der Widerstand erhöht, den das Material der Rißausbreitung entgegensetzt /63/.

Petrovic et al. /64, 65/ haben an mit der Knoop-Härteeindrucktechnik vorgeschädigten Proben aus HIPSiC bzw. HPSN (mit MgO-Zusatz) einen K_{IC}-Anstieg, gleichbedeutend mit einem Anstieg der Bruchspannung, im Temperaturbereich um 1000-1200°C an Luft gemessen, der im Vakuum nicht zu beobachten war. Das Ausheilen der künstlichen Fehler durch Oxidation, d.h. das Herabsetzen der kritischen Fehlergröße, sei die Ursache, erklären die Autoren. Aus Abb. 38 geht hervor, daß die Massezunahme von HPSN(Y) durch Oxidation bei 1000°C ein lokales Minimum durchläuft. Außerdem dürften Ausheileffekte die Kerbwirkung des ca. 0,15 mm breiten Sägekerbs nur unwesentlich verringern.

a)



b)

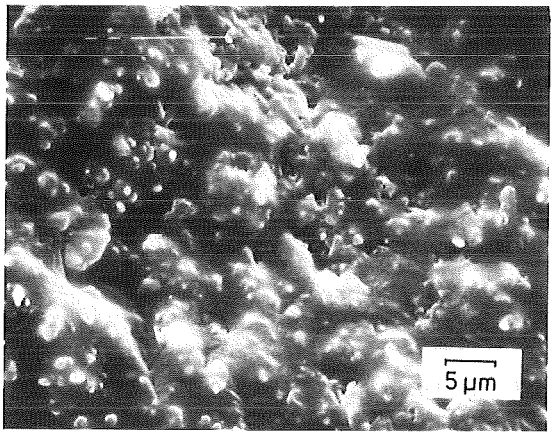


Abb. 37: HPSN(Y), Bruchfläche bei 1000°C an Luft
a) Probenrandbereich
b) Probenmitte (REM-Aufnahmen)

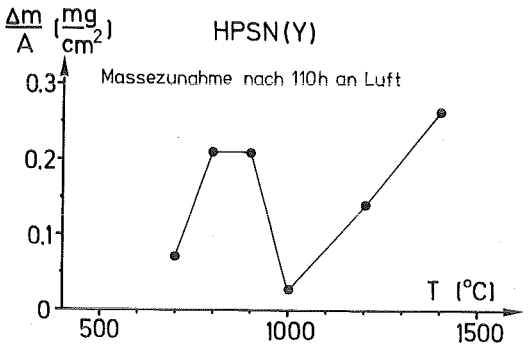


Abb. 38: HPSN(Y), Massezunahme nach 110 h Glühung an Luft

Je nach dem Gehalt von Y_2O_3 und weiteren Begleitelementen unterliegen Si_3N_4-Werkstoffe einer katastrophalen Oxidation bei Temperaturen um 800-1000°C /66, 67/. Das Fehlen einer schützenden Oxidhaut und die starke innere Oxidation, die zu Phasen mit größerem Volumenbedarf führt, bewirken, daß die Probe regelrecht gesprengt wird. Das Vorliegen von instabilen, quaternären Si-N-Y-O-Phasen wird in der Literatur als Ursache für die Materialzerrüttung und die starke Massezunahme durch Oxidation im mittleren Temperaturbereich angesehen. Die Oxidation von $Y_2Si_3O_3N_4$ zu $Y_2Si_2O_7 + SiO_2$ beispielsweise führt zu einer Volumenvergrößerung von 30% /68/. Innerhalb des Si_3N_4-Si_2ON_2-$Y_2Si_2O_7$-Dreiecks (Abb. 39) treten keine instabilen quaternären Phasen auf und sollen gute mechanische und Oxidations-Eigenschaften erreichbar sein /66, 69/.

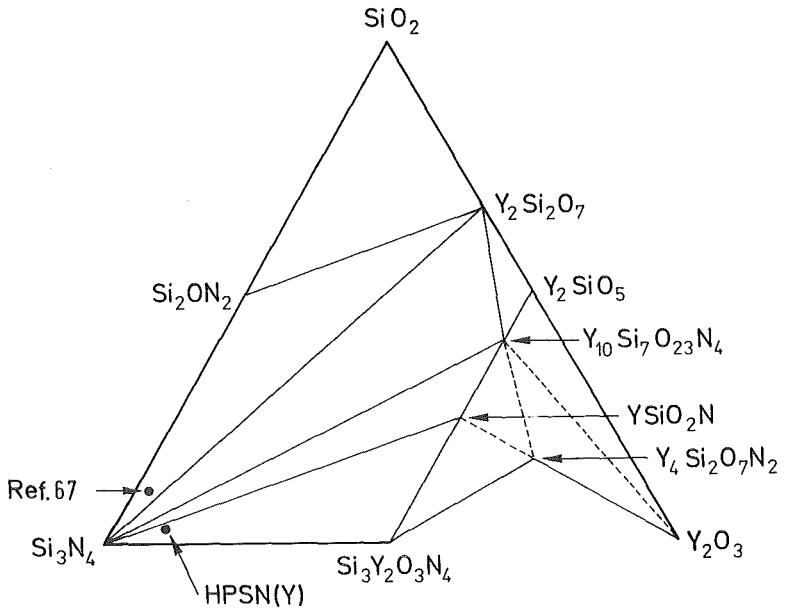


Abb. 39: Phasensystem Si_3N_4-SiO_2-Y_2O_3 bei 1500 - 1750°C /66/

Aus der chemischen Analyse (Tab. 1) wird ersichtlich, daß im intergranularen Bereich von HPSN(Y) neben Y Al und Fe enthalten sein dürfte. Al kann ins Si_3N_4-Gitter eingebaut werden, Y mit der Koordinationszahl (KZ) 8 dagegen nicht, kristallisiert aber möglicherweise als $Si_3Y_2O_3N_4$ oder $YSiO_2N$ aus /70/. Fe ist als Eisensilizid an den Korngrenzen beobachtet worden /25/, ist aber auch löslich in Y-Si-Oxidnitridgläsern. Fe (ebenso Y und Al) diffundiert nicht, wie Ca oder Mg, in die Oxidschicht (Abb. 40). Der Oxidationswechsel des Fe von +2 nach +3 ist proportional der vierten Wurzel des Sauerstoffpartialdrucks /29/. Mit zunehmender Temperatur werden geringere Wertigkeiten stabiler. Die Koordinationszahlen 4 und 6 sind im Falle des Fe für beide Wertig-

keitsstufen möglich. Kationen mit KZ über 4 führen zu Trennstellen und damit zu einer Lockerung des Netzwerkes des Silikatglases. Fe^{3+} und Al^{3+} wechseln ihre Koordinationszahlen von 4 auf 6, sobald keine Alkaliionen zum Ladungsausgleich mehr vorhanden sind /10, 71/. Da Ca^{+} (neben Mg^{2+}) in die Oxidschicht diffundiert, verliert das Glas an Festigkeit. Umgekehrt diffundiert Sauerstoff ins Probeninnere. Wird in Oxinitridgläsern N durch O ersetzt, erfolgt ebenfalls eine Abnahme der Festigkeit /72/.

Eine Röntgenanalyse im Diffraktometer (XRD - CuKα-Strahlung) der bei 1000°C an Luft gebrochenen Probe zeigt Reflexe starker Intensität unter Beugungsbedingungen, die Netzebenenabständen von d = 0,407, 0,405 und 0,426 nm entsprechen (Reihenfolge mit abnehmender Intensität), sowie schwächere Maxima bei d = 0,464, 0,333 und 0,426 nm. Diese sind vor der Temperaturbehandlung nicht zu beobachten und können keiner gängigen Verbindung /73/ zugeordnet werden. Daß es sich dabei offensichtlich um ein Auskristallieren der Oxidschicht handelt, wird nach XRD-Analyse der zu Pulver zerkleinerten "1000°C-Probe" deutlich. Jetzt fehlen die zuvor beobachteten zusätzlichen Röntgenreflexe.

Betrachtet werden soll die Bruchfläche von HPSN(Y), gebrochen an Luft bei einer Temperatur von 1000°C (Abb. 37a,b). Während im gesamten Probenrandbereich die Kornstruktur erkennbar ist, wird die Probenmitte mit einer glasigen Schicht überzogen. Die gleiche Beobachtung wird an den Bruchflächen für T > 1000°C gemacht. Obwohl die Korngrenzenphase im Probenrandbereich aus den oben geschilderten Gründen eine Erniedrigung der Viskosität erfahren hat, tritt sie nicht an die Bruchoberfläche. Da die Oxidation mit einer gewissen Volumenzunahme verbunden ist, entstehen Druckeigenspannungen in den Probenrandbereichen. Solange diese wegen mangelnder Plastizität nicht abgebaut werden können, führen sie zu höheren Bruchspannungswerten. Die Druckeigenspannungen müssen in dem auf Zug beanspruchten Randbereich der Biegeprobe kompensiert werden. Sie verhindern auch das Ausfließen der Korngrenzenphase nach erfolgtem Probenbruch. Und sie prägen das Bruchbild: Überlagerte hydrostatische Druckspannungen mindern die Bruchgefahr durch Normalspannung; da sie aber keinen Einfluß auf Scherspannungen haben, gewinnen diese an Bedeutung und führen zur in Abb. 36 erkennbaren, welligen Bruchfläche.

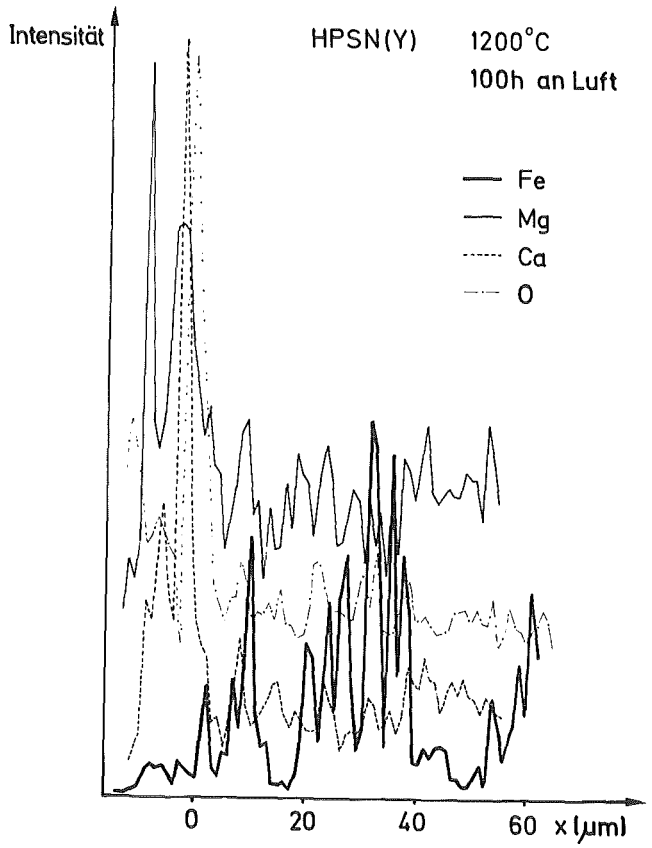


Abb. 40: Mikroanalyse (Kα-Linien)

3.1.2. Langsame Bruchexperimente

Beim Überschreiten der Festigkeitsgrenze erfolgt der sogenannte katastrophale Probenbruch. Die elastische Energie, während der Belastungsphase in Probe und Maschine gespeichert, wird teilweise bei der Bildung neuer Oberflächen verbraucht und über die Zwischenstadien plastischer Verformungs- und kinetischer Energie in Wärme umgewandelt. Anstatt mit konstanter Belastungsrate $\dot{P}$ wie zur Ermittlung der Biegebruchfestigkeit kann der gleiche Test mit konstanter Vorschubgeschwindigkeit $\dot{f}$ durchgeführt werden. Die Kraft wird mit einer Kraftmeßdose gemessen und kann bei starkem Rißzuwachs abnehmen. Je nach Proben- und Rißkonfiguration endet eine beginnende katastrophale Rißausbreitung, bevor die Probe völlig durchtrennt ist. Ein kritischer Zustand liegt an der Rißspitze zwar kurzzeitig vor, wenn eine kritische Spannungsintensität erreicht oder überschritten ist (siehe Kap. 3.2, 3.3), doch reicht die freiwerdende elastische Energie nicht aus, den Riß ganz durch die Probe zu treiben. Von außen muß zusätzlich Arbeit geleistet werden, um den Riß weiter zu vergrößern.

Experimentiert wird mit Proben der Querschnittsfläche 3,5 x 7 mm, die hochkant im 3-Punkt-Biegeverfahren getestet werden. Der Abstand der äußeren Widerlager beträgt unverändert 40 mm. Vorgeschädigt sind die Proben durch einen Spitzkerb oder durch einen geraden Kerb. Der Einfluß der Temperatur auf den Last- oder Kraftverlauf in Abhängigkeit von der Durchbiegung ist in Abb. 41 dargestellt. Gestrichelt gezeichnet ist das plötzliche Abfallen der Kraft, hervorgerufen durch eine spontane Rißverlängerung. Die dabei schnell entstandenen Bruchoberflächen sind makroskopisch glatt im Gegensatz zu den eher zerklüfteten Oberflächen der langsam entstandenen Rißufer. Die Zunahme der maximalen Kraft mit steigender Temperatur (Abb. 41a) läßt auf einen ansteigenden Widerstand schließen, den das Material der Rißausbreitung entgegensetzt. Die bei höherer Temperatur größere Durchbiegung f dürfte auf Kriechverformung zurückzuführen sein. Bei hoher Temperatur und abnehmender Durchbiegungsgeschwindigkeit $\dot{f}$ ist festzustellen, daß HPSN "kontrolliert" bricht (Abb. 41b). Wegen der Rißeigenschaft des unterkritischen oder langsamen Wachstums wird auch bei ungünstiger Rißkonfiguration der kritische Zustand, der eine spontane Rißverlängerung zur Folge hätte, nicht mehr erreicht.

Die an HPSN(Y) bei 1400°C mit einer Vorschubgeschwindigkeit von 40 µm/h geleistete Arbeit, bezogen auf die Projektionsflächen der beiden Rißufer, beträgt 720 J/m^2 (Abb. 41b). Diese spezifische Bruchenergie ist um nahezu 3 Zehnerpotenzen größer als die Oberflächenenergie von ca. 1 J/m^2 /74/. Der weitaus größte Teil der verbrauchten Energie ist Verformungsarbeit.

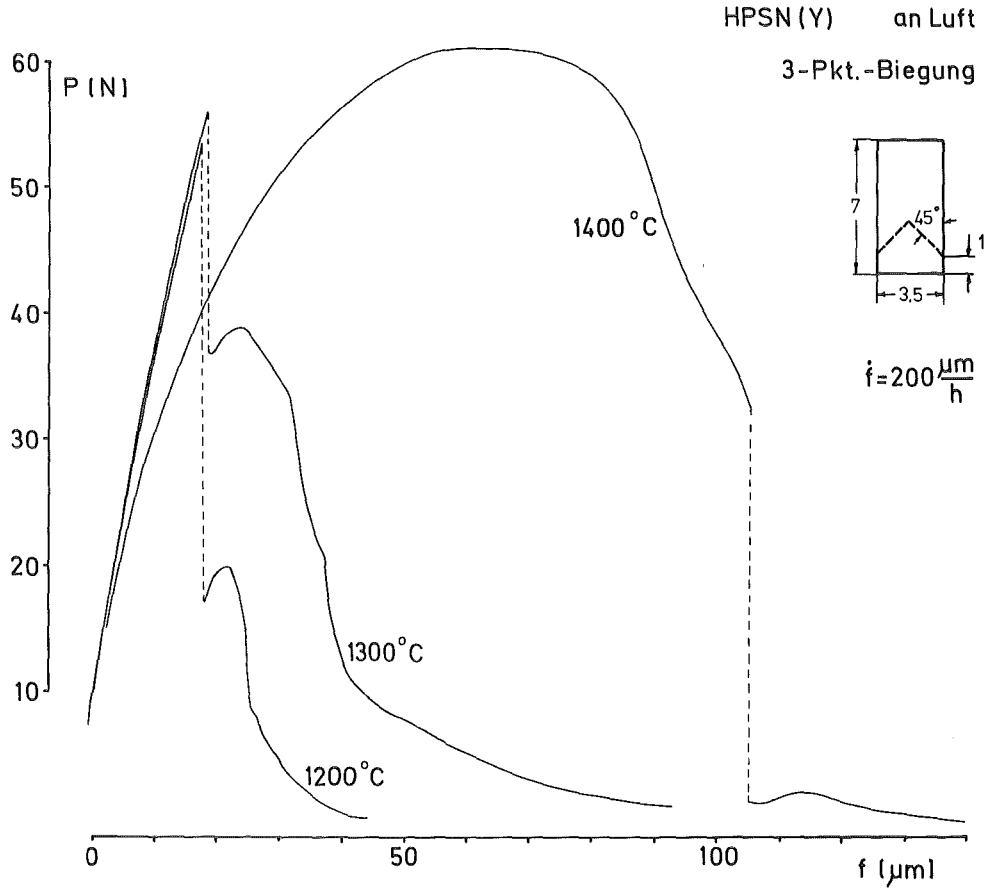


Abb. 41a: Kontrollierte Bruchversuche bei unterschiedlichen Temperaturen (Spitzkerb)

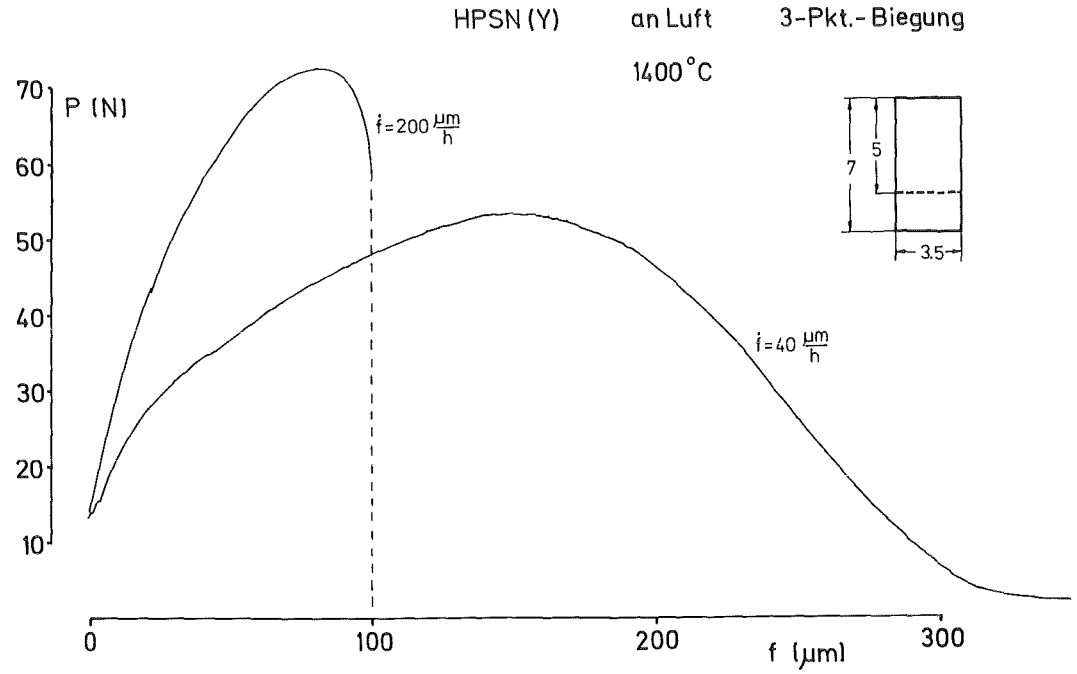


Abb. 41b: Kontrollierte Bruchversuche bei unterschiedlichen Vorschubgeschwindigkeiten (gerader Kerb)

3.2. Das Spannungsfeld an einer Rißspitze

Beim Belasten eines rißbehafteten Bauteils kann sich die Ebene, in der die Rißspitze liegt und auf der der Riß senkrecht steht, nicht in der gleichen Weise verformen wie die Oberfläche eines gleichen Bauteils mit um die Rißtiefe geringerer Abmessung. Das wird durch das Material an den Rißflanken verhindert. Die Folge ist eine Spannungskonzentration an der Rißspitze. Die lokal hohen Spannungen machen einen Riß gefährlich und beeinflussen sein Ausbreitungsverhalten /75/ u.a.

3.2.1 Lineares und nichtlineares Werkstoffverhalten

Je nach Orientierung von rißtreibender Spannung und Rißebene zueinander unterscheidet man zwischen verschiedenen Rißöffnungsarten. Mit Modus I gekennzeichnet ist der Fall, daß sich die Rißoberflächen symmetrisch zur Rißebene voneinander entfernen. Dies gilt für die Biegeprobe, in der die Rißebene senkrecht zur Probenlängsachse liegt.

Der Spannungszustand gehört neben Werkstofftyp, Temperatur und Beanspruchungsgeschwindigkeit zu den Parametern, die die Bruchart (spröde oder duktil) bestimmen. Ein dreidimensionaler Spannungszustand, gekennzeichnet durch drei positive Hauptnormalspannungen, begünstigt den Sprödbruch; die Trennfestigkeit wird eher überschritten als die Schubfließgrenze. Die Erfahrung hat gezeigt, daß an der Rißspitze in dicken Proben ein ebener Deformationszustand vorliegt (EDZ). Im zweidimensionalen oder ebenen Spannungszustand (ESZ, dünne Proben) liegen die maximalen Schubspannungen in der Größenordnung der Hauptnormalspannungen; duktile oder zähe Brüche werden wahrscheinlicher.

Um die Spannungen und Verschiebungen an einer Rißspitze zu berechnen, müssen Lösungen der sogenannten Airyschen Spannungsfunktion gesucht werden. Kompatibilitäts- und Gleichgewichtsbedingungen führen auf eine Bipotentialgleichung $\Delta\Delta F = 0$ [+)], der die Airysche Spannungsfunktion neben den vorgegebenen Randbedingungen (Rißkonfiguration, lastfreie Rißoberflächen) genügen muß.
Mit Hilfe komplexer Spannungsfunktionen hat Kolosov 1909 das Problem der zugbelasteten, elastischen Scheibe mit elliptischem Loch gelöst. Der mathematisch scharfe Schlitz ist 1920 von Griffith untersucht worden. Weil kein end-

---

+) Δ = Laplace-Operator

licher Krümmungsradius existiert, entsteht eine Spannungssingularität an der Rißspitze; die Spannungen werden unendlich groß.

Eine wichtige Kenngröße der linear-elastischen Bruchmechanik, der sogenannte Spannungsintensitätsfaktor K, geht auf Irwin zurück /76/. K ist ein Maß für die Stärke des Spannungsanstiegs an der Rißspitze. Die Spannungskomponenten bei lastfreien Rißoberflächen im Nahfeld vor der Rißspitze unter Modus I - Belastung sind:

$$\sigma_{ij} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi\, r}}\; f_{ij}\,(\phi) \qquad (3.1)$$

(r und ϕ sind Polarkoordinaten, Koordinatenursprung ist die Rißspitze, siehe Abb. 42).

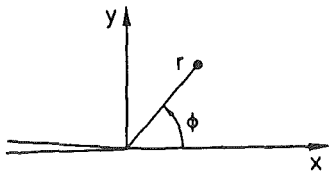


Abb. 42: Koordinaten an der Rißspitze

Für eine Biegeprobe mit Oberflächenriß berechnet sich K_I aus der an der Oberfläche wirkenden Spannung σ, der Wurzel aus der Rißtiefe a und einer geometrischen Korrekturfunktion Y:

$$K_I = \sigma \sqrt{a}\; Y \qquad (3.2)$$

mit $Y = \sum_{i=0}^{4} A_i \left(\frac{a}{h}\right)^i$ mit A_i aus /77/; für die Biegeprobe mit geradem, durchgehendem Riß ist $Y \approx 2$ für $\frac{a}{h} \leq 0{,}4$.

Tatsächlich können die Spannungen für $r \to 0$ (Gl.(3.1)) nicht über alle Grenzen anwachsen. Im Rißmodell von Dugdale tritt in einer Zone vor der Rißspitze plastische Verformung auf, wenn die Fließgrenze des Werkstoffes erreicht ist. Barenblatt geht von Kohäsivkräften an den Rißenden aus und umgeht so die Spannungssingularität.

Ähnliche Bedeutung wie die K-Faktoren hat das von Rice /78/ eingeführte J-Integral, das bei elastisch-plastischem Werkstoffverhalten Anwendung findet:

$$J = \int_T (\overline{U}\, dy - \vec{\sigma} \frac{\partial \vec{u}}{\partial x} ds) \qquad (3.3)$$

$\overline{U}$ ist die elastische Energiedichte, $\vec{\sigma}$ und $\vec{u}$ sind die Spannungs- bzw. Verschiebungsvektoren, ds das Linienelement. J ist unabhängig vom gewählten Integrationsweg T um die Rißspitze. J ist die Differenz dU der elastisch speicherbaren Energie zweier identischer Proben, deren Rißlängen sich aber um da unterscheiden:

$$J = \frac{-dU}{bda} \qquad (3.3a)$$

Liegen linear-elastische Verhältnisse vor, sind K und J ineinander umrechenbar (EDZ):

$$J_I = \frac{K_I^2}{E'} \; ; \; E' = \frac{E}{1 - \nu^2} \qquad (3.4)$$

(ESZ: $E' = E$)

Das Spannungsfeld vor einer Rißspitze im Falle nicht-linearer Elastizität $\varepsilon \sim \sigma^n$ wird als HRR-Feld bezeichnet (nach Hutchinson, Rice und Rosengreen) und hat die Form /79, 80/:

$$\sigma_{ij} = (\frac{J}{r})^{\frac{1}{n+1}} \tilde{f}_{ij}(\phi) \qquad (3.5)$$

3.2.2. Zeitabhängiges Werkstoffverhalten

Bisher hatte der Zeitfaktor keinen Einfluß auf das Materialverhalten. Tritt Fließen oder Kriechen auf, eine zeitabhängige plastische Verformung, die üblicherweise mit Hilfe des Nortonschen Ansatzes beschrieben wird, dann hat das

Materialgesetz (Rheologisches Modell: Maxwell-Element) die Form:

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\dot{\sigma}}{E} + A\sigma^n \qquad (3.6)$$

Eine asymptotische Lösung zur Berechnung der Spannungen vor einer Rißspitze für den Fall, daß $\dot{\sigma}$ gegen Null strebt, ergibt sich sofort mit Hilfe der Hoffschen Analogie /81/. Demnach sind die Verformungskomponenten ε_{ij} und $\dot{\varepsilon}_{ij}$ gleichwertig, wenn sich das zeitabhängige Problem mathematisch nicht vom statischen unterscheidet. Im zeitabhängigen Fall müssen stationäre Verhältnisse vorliegen. Das heißt, im rißspitzennahen Bereich eines stehenden Risses in einem stationär kriechenden Werkstoff herrscht das HRR-Spannungsfeld. Hierauf beruht das von Landes und Begley /82/ und Nikbin, Webster und Turner /83/ eingeführte C*-Konzept, auch J genanntes Verfahren (vergl. (3.5) und (3.3a)):

$$\sigma_{ij} = \left(\frac{C^*}{r}\right)^{\frac{1}{n+1}} \tilde{f}_{ij}(\phi) \qquad , C^* = \frac{-d\dot{U}}{bda} \qquad (3.7)$$

($\dot{U}$ ist in Abwandlung zu U in Gl.(3.3a) die pro Zeiteinheit umgesetzte Verformungsarbeit)

Ihre experimentellen Ergebnisse und die anderer Autoren /84, 85/ u.a. zeigen, daß Rißausbreitungsgeschwindigkeiten an Metallen unter Kriechbedingungen besser mit C* als mit K korrelieren.

Direkt nach dem Aufbringen der Last liegt allerdings die linear-elastische Spannungsverteilung vor. Aufgrund der hohen Spannungen vor der Rißspitze und der starken Spannungsabhängigkeit des Kriechens (im allgemeinen n > 1) entsteht an der Rißspitze sehr schnell eine Kriechzone, in der das HRR-Feld Gültigkeit hat. Nach dieser von Riedel /86/ entwickelten Vorstellung wächst die Kriechzone, bis sie die gesamte Probe erfaßt hat. Je nach Wachstumsgeschwindigkeit hat das Spannungsfeld noch linear-elastischen oder bereits HRR-Charakter. Als Anhaltspunkt gilt eine charakteristische Zeit /87/:

$$t_1 = \frac{K_I^2}{E' (n+1) C^*} \qquad (3.8)$$

Für $t << t_1$ spricht man von Kleinbereichsfließen und K_I bestimmt das Bruchverhalten des Werkstoffs. Für $t >> t_1$ hat plastisches Fließen das gesamte Bauteil erfaßt und die Spannungen werden durch C^* beschreibbar.

Hui und Riedel /88/ haben die Spannungen vor einem mit konstanter Geschwindigkeit å wachsenden Riß berechnet. Mit Hilfe der Airyschen Spannungsfunktion, der daraus resultierenden, nicht-linearen partiellen Differentialgleichung höheren Grades und der Transformation $\partial/\partial t = å\ \partial/\partial x$ (Koordinate x in Richtung von å) ermitteln sie für den Fall $n > 3$:

$$\sigma_{ij} \sim \left(\frac{\dot{a}}{r}\right)^{\frac{1}{n-1}} \hat{f}_{ij}(\phi) \qquad (3.9)$$

Für $n < 3$ bleibt die $1/\sqrt{r}$-Abhängigkeit des linear-elastischen Feldes erhalten, weil der elastische Term in ihrer Differentialgleichung überwiegt.

Die hier untersuchten keramischen Werkstoffe zeigen unter Hochtemperaturkriechbedingungen eine Spannungsabhängigkeit der Verformungsgeschwindigkeit von $n = 1 \ldots 2$ (Kap. 2.3.2). Vor einem langsam wachsenden Riß würde das Spannungsfeld linear-elastischen Charakter behalten.

3.2.3. Effektive Spannungen

3.2.3.1. Der stehende Riß

Eine vereinfachte Darstellung soll die Spannungszustände im Nahfeld vor der Rißspitze skizzieren in einem Werkstoff, der durch ein Maxwell-Element beschreiben wird. Die abgeleiteten Beziehungen sollen den späteren Rechnungen zugrunde gelegt werden. Betrachtet sei ein beliebiges, kleines Volumenelement. Nach erfolgter Belastung ändere das Element seine Form und seine Größe nicht, die plastische Verformung gehe auf Kosten der elastischen. Die Kompatibilitätsbedingungen sind so zwangsläufig erfüllt. Es erfolgt keine Volumendehnung.

Nach der Invariantentheorie, die auf v. Mises zurückgeht, läßt sich eine effektive Spannung gemäß

$$\sigma_e = \sqrt{\frac{3}{2} s_{ij}^2} \qquad (3.10)$$

berechnen. S_{ij} ist der Spannungsdeviator; dieser Tensor enthält nur die gestaltsändernden Spannungsanteile /46, 89/. Für den elastischen Fall im Nahfeld vor der Rißspitze ist (EDZ):

$$\sigma_{e,o} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi\, r}} \cos\frac{\phi}{2} + \sqrt{(2\nu-1)^2+3\sin^2\frac{\phi}{2}} \qquad (3.11)$$

(für ESZ ist in (3.11) $\nu = 0$ zu setzen)

Analog zu σ_e läßt sich eine effektive Kriechgeschwindigkeit einführen /89/:

$$\dot{\varepsilon}_e = A\sigma_e^{\,n} \qquad (3.12)$$

Unter den angegebenen Voraussetzungen ist folgendes Gleichungssystem zu lösen (Index: o für elastisch, pl für plastisch):

$$\dot{\varepsilon}_{ij} = \dot{\varepsilon}_{ij,o} + \dot{\varepsilon}_{ij,pl} \stackrel{!}{=} 0 \qquad (3.13)$$

bzw.

$$\frac{1}{2G}\left(\dot{\sigma}_{ij} - \frac{\nu}{1+\nu}\cdot\dot{\sigma}_{kk}\,\delta_{ij}\right) + \frac{3}{2}A\sigma_e^{\,n-1}\,S_{ij} = 0 \qquad (3.14)$$

(δ_{ij} ist Einheitstensor, mit i,j und k indiziert sind die einzelnen Spannungs- bzw. Verformungskomponenten). Dabei ist der Werkstoff als plastisch inkompressibel angenommen. Die Lösung von (3.14) sind /89/:

$$n = 1:\ \sigma_e(t) = \sigma_{e,o}\exp\left(-\frac{3}{2(1+\nu)}AEt\right) \qquad (3.15a)$$

$$n \neq 1:\ \sigma_e(t) = \left(\sigma_{e,o}^{\,1-n} + \frac{3}{2}\frac{n-1}{1+\nu}AEt\right)^{\frac{1}{1-n}} \qquad (3.15b)$$

3.2.3.2 Der wachsende Riß

Für den Spannungsabklingvorgang im statischen Fall im eingefrorenen Volumenelement vor einem Riß läßt sich schreiben (n = 1):

$$\sigma_e(t) = \sigma_{e,o} \cdot F(t) \tag{3.16}$$

Wird das Spannungsfeld mit konstanter Geschwindigkeit å durch den Werkstoff geschoben, so zerlegt man den Bereich x > 0 am besten in infinitesimale Intervalle der Länge dx, in denen σ_e konstant ist und gemäß Gl. (3.16) relaxiert. Mit Hilfe der Transformation dt = -dx/å erhält man für σ_e im Abstand x_1 vor der Rißspitze in Rißebene:

$$\sigma_e(x_1) = \int_{\infty}^{x_1} \frac{d\sigma_{e,o}}{x} \cdot F\left(\frac{x}{\dot{a}} - \frac{x_1}{\dot{a}}\right) dx \tag{3.17}$$

Diese Formulierung entspricht der Betrachtung, daß die Dehnungen einer linear-elastischen, statischen Dehnungsverteilung gleichgesetzt werden. Gl. (3.17) führt auf (mit F(t) aus Gl. (3.15a)):

$$\sigma_e(x_1) = \int_{\infty}^{x_1} \frac{-1}{2} \frac{K_I \ (1-2\nu)}{\sqrt{2\pi \ x_1^3}} \exp\left(-\frac{3AE}{2(1-\nu)} \left(\frac{x}{\dot{a}} - \frac{x_1}{\dot{a}}\right)\right) dx \tag{3.18}$$

Eine brauchbare Abschätzung ist:

$$\sigma_e(x_1) = \frac{K_I \ (1-2\nu)}{\sqrt{2\pi \ x_1}} \exp\left(-\frac{3AE}{2(1+\nu)} \frac{x_1}{a}\right) \tag{3.19}$$

Gl. (3.19) stellt eine Näherung für die effektiven Spannungen in Rißebene vor der Rißspitze dar. Sie soll im folgenden auch verwendet werden, wenn der Kriechspannungsexponent von n = 1 abweicht, (z.B. HPSN(Mg), 1200°C : n = 2). In Abb. 43 ist für einen konkreten Fall die Spannungsverteilung gemäß (3.19) der genaueren Berechnung (3.18) gegenübergestellt.

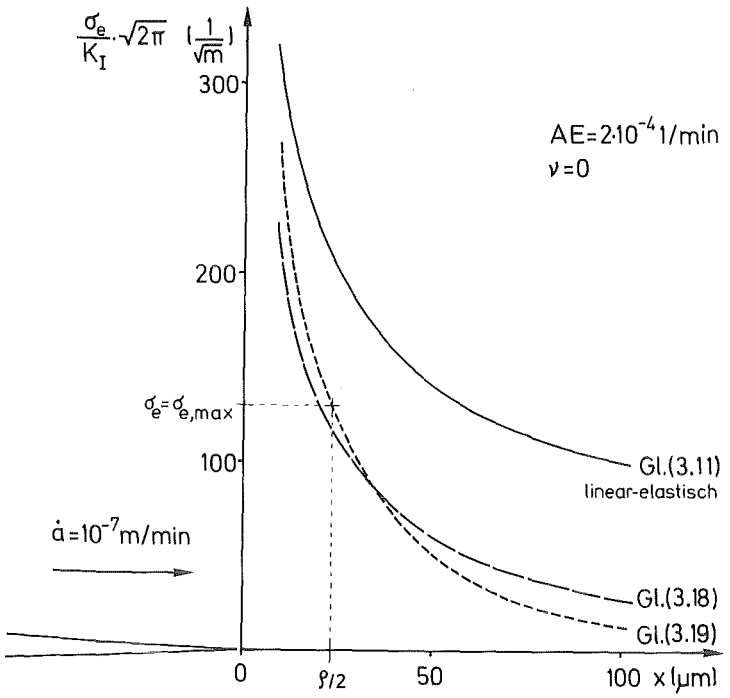


Abb. 43: Effektive Spannungen vor einem langsam wachsenden Riß, $\phi = 0^o$ (Zahlenwerte für HPSN(Mg), 1200°C - $\sigma_{e,max}$, ρ, siehe Kap. 3.4)

3.2.3.3 Sonderfall: $\dot{a} \to 0$, $t \to \infty$

σ_e strebt gegen Null für große Zeiten und stehenden Riß, da die Kriechverformung der Gesamtprobe als sehr klein vernachlässigt worden ist. (Gl. (3.15), (3.18)) $\sigma_e = 0$ bedeutet, daß ein hydrostatisches Spannungsfeld vorliegt, in dem aber kein Fließen oder Kriechen stattfinden kann. Die für die Rißöffnung maßgebliche Spannungskomponente σ_y relaxiert für EDZ nur geringfügig /90/.

Die effektive Spannung σ_e wird im folgenden dazu verwendet werden, die Fließ- oder Kriechschädigung durch das Spannungsfeld eines Risses zu beschreiben.

3.3. Kriterien der Rißausbreitung

Griffith /91/ betrachtet die Energieumsetzung bei einer Rißverlängerung um da im ideal linear-elastischen spröden Körper:

$$dW - dU = 2\,\gamma b da \tag{3.20}$$

$$W = \int P df,\quad U = \frac{1}{2} C P^2,\quad C = \frac{f}{P}$$

W ist die Arbeit der äußeren Kräfte, U die im Körper elastisch gespeicherte Energie und 2 γbda die bereitzustellende Oberflächenenergie.

Der Griffith-Ansatz sagt aus, ob eine Rißverlängerung thermodynamisch möglich ist und wird deshalb Energiekriterium der Rißausbreitung genannt. Zusätzlich müssen die Kräfte an der Rißspitze die Zerreißfestigkeit des Materials überschreiten, was als Kraftkriterium bezeichnet wird. Diese Betrachtungsweise wird in /92/ und /93/ ausführlich dargelegt. Sind die äußeren Kräfte genügend hoch, können die atomaren Bindungen den Werkstoff nicht mehr zusammenhalten und der Riß breitet sich instabil aus. Ist das Kraftkriterium (lokales Kriterium) nicht erfüllt, findet keine Rißausbreitung statt, auch wenn der Körper dadurch in einen energetisch stabileren Zustand gelänge. Man beobachtet allerdings langsames oder unterkritisches Rißwachstum, wenn die Potentialbarrieren zwischen den einzelnen Bindungen durch Wärmefluktuation überwunden werden und/oder ein chemischer Angriff die Bindungsverhältnisse an der Rißspitze schwächt.

Für Werkstoffe, die stark fließen oder kriechen, verliert das Kraftkriterium an Bedeutung, weil der Trennvorgang infolge des viskosen Fließvermögens nicht aufgehalten werden kann. Um das langsame Rißwachstum zu beschreiben, genügt dann eine energetische Betrachtung (globales Kriterium).

Betrachtet sei eine Probe unter Kriechbedingungen mit einem einzigen Riß. Die Rißausbreitung sei ein diskreter Vorgang. Wächst der Riß nicht, so wird die Arbeit der äußeren Kräfte W ausschließlich als Kriecharbeit ver-

braucht. Diese wird zum größten Teil in Wärme umgesetzt, teilweise jedoch gespeichert: z.B. als Oberflächenenergie von Mikrorissen und Poren oder als Verzerrungsenergie bei zunehmender Kornverkeilung.

Die zunächst von Orowan und Irwin postulierte Energiedissipation durch plastische Vorgänge an der Rißspitze wird berücksichtigt, indem γ in Gl. (3.20) durch γ_{eff}, eine effektive spezifische Oberflächenenergie, ersetzt wird. Ein erweiterter Griffith-Ansatz enthält den Anteil bereitstehender, gespeicherter Kriecharbeit W^*:

$$dW - dU = 2\,\gamma_{eff}\,b\,da - dW^*, \quad \gamma_{eff} > \gamma \tag{3.21}$$

W^* steht einer Rißverlängerung zur Verfügung und braucht nicht mehr aufgebracht zu werden; deshalb hat dW^* in obiger Gleichung ein negatives Vorzeichen. W^* kann z.B. als Oberflächenenergie der Hohlräume vorliegen, durch die der Riß hindurchläuft. Die Rißausbreitung wird dann durch das Entstehen und Wachsen dieser Hohlräume bestimmt.

Obiger Ansatz (3.21) führt auf:

$$G + \frac{dW^*}{b\,da} = 2\,\gamma_{eff} \tag{3.22}$$

wobei G für die Energiefreisetzungsrate steht, die für linear-elastisches Werkstoffverhalten mit der Spannungsintensität verknüpft ist:

$$G = \frac{K_I^2}{E'} \tag{3.23}$$

Ein kritischer K_I-Wert ist erreicht, wenn die Energiefreisetzungsrate G so groß ist, daß der Rißwiderstand des ungeschädigten Gefüges überwunden wird, d.h. $dW^* = 0$.

$$2\,\gamma_{eff}\,\Big|_{a = a_c} = \frac{K_{IC}^2}{E'} \tag{3.24}$$

Der kritische Spannungsintensitätsfaktor K_{IC}, der das Einsetzen instabiler Rißausbreitung charakterisiert, ist im allgemeinen nur vom Werkstoff (und von der Temperatur) abhängig. Bei der experimentellen Bestimmung von K_{IC} kann die Probengeometrie Einfluß nehmen /77/. Die kritische Rißlänge bei einsetzender instabiler Rißausbreitung ergibt sich aus (3.2): $a_c = (K_{IC}/(\sigma_B Y))^2$.

Thermodynamisch ist also eine Rißausbreitung erlaubt, wenn:

$$\frac{K_I^2}{E'} + \frac{dW^*}{bda} \geqq \frac{K_{IC}^2}{E'} \qquad (3.25)$$

dW^*/bda steht für die Energie, die eine unterkritische Rißausbreitung energetisch möglich macht. Z.B. kann ein Teil der neu zu bildenden Rißoberfläche durch Kriechmechanismen in Form von Mikrorissen oder Poren bereitgestellt werden.

Ein (3.21) ähnlicher Ansatz mit einem zusätzlichen Diffusionsterm ist in der Arbeit von Dutton /94/ zu finden. Er betrachtet die freie Energie F eines rißbehafteten Körpers: $dF = -dW + dU + 2\,\gamma_{eff}\,bda$ (mit den hier verwendeten Symbolen). γ_{eff} enthält jegliche zum Rißfortschritt notwendige Energie abzüglich eines Diffusionsterms. Rißverlängerung durch Diffusion erfolgt für $dF/da \leq 0$.

3.4. Theoretischer Ansatz zur Rißausbreitung in HPSN

Es wird der Fall untersucht, daß W^* in Form innerer Oberfläche O erzeugt werden muß, damit eine Rißverlängerung stattfindet:

$$dW^* = 2\gamma \cdot dO \tag{3.26}$$

Bei hohen Temperaturen hat HPSN ein zweiphasiges Gefüge. Die harten, nur elastisch beanspruchten Körner sind von einer viskosen intergranularen Phase umgeben. Vorwiegend an Tripelpunkten können neue, stabile Poren entstehen. Sie entlasten den rißspitzennahen Bereich. Die maximale effektive Spannung steigt daher nicht über einen gewissen Grenzwert $\sigma_{e,max}$ an. In Abb. 43 ist für die Rißebene $\sigma_e(x)$ dargestellt, die Zone, in der $\sigma_{e,max}$ erreicht ist, wird ρ genannt. Die Größe ρ der durch Mikrorisse und Poren stark geschädigten Zone vor einem Riß ist ein Maß für die Stärke des Spannungsfeldes. An ihrer Grenze ist σ_e gleich $\sigma_{e,max}$. Analog zur Abschätzung der Größe der plastischen Zone in Metallen wird die Stützwirkung der kriechgeschädigten Zone berücksichtigt, so daß $\rho = 2x_1$, wobei $\sigma_e(x_1) = \sigma_{e,max}$ (vergl. hierzu /75/ S. 99). Klingt σ_e mit t gemäß einer e-Funktion ab ($n \gtrsim 1$), erhält man in erster Näherung eine transzendente Bestimmungsgleichung für ρ. Aus Gl. (3.19) folgt für $x_1 = \rho/2$:

$$\ln(\rho) + \frac{3AE}{2(1+\nu)\dot{a}}\,\rho = \ln \frac{K_I^2(1-2\nu)^2}{\pi\,\sigma_{e,max}^2} \tag{3.27}$$

Poren oder Mikrorisse wachsen in Akkommodation zur Kriechverformung. Die in der Zone ρ neu entstehende Porosität V_ρ berechnet sich aus der Poren- oder Mikrorißdichte $\tilde{N}$, der Verformungsgeschwindigkeit $\dot{\varepsilon}_e$ und der Verweilzeit t_1 eines Werkstoffelements in Rißnähe:

$$V_\rho = \tilde{P}_1 \int_0^{t_1} \tilde{N}\ \dot{\varepsilon}_e\, dt; \quad t_1 = \frac{\rho}{\dot{a}},\ \dot{\varepsilon}_e = A\sigma_{e,max}^n \tag{3.28}$$

$\dot{a}$ ist hierin keine unabhängige Variable, sondern ist gerade so groß, daß das Energiekriterium (siehe Kap. 3.3) erfüllt ist. Die Mikroriß- oder Porendichte sei:

$$\hat{N} = \hat{P}_2 \, \rho^q \tag{3.29}$$

q ist ein Exponent, den es noch zu bestimmen gilt. Die Dehnungen an der Rißspitze nehmen mit ansteigender Stärke des Spannungsfeldes bzw. ρ zu. Mit Gl. (3.29) wird eine Abhängigkeit zwischen der Mikrorißdichte $\hat{N}$ und diesen Dehnungen postuliert.

Bereits im Gefüge vorhandene Löcher vergrößern sich unter Kriechbedingungen proportional zur Kriechdehnung:

$$V_\varepsilon = V_o \left(1 + \int_0^t \dot{\varepsilon} \, dt \left(1 + \int_0^{t_1} \dot{\varepsilon}_e \, dt\right)\right) \tag{3.30}$$

V_o steht für die Anfangsporosität nach erfolgter Belastung. t ist die Zeit, gerechnet von Versuchsbeginn an, und $\dot{\varepsilon}$ die Kriechgeschwindigkeit.

Liegen die Hohlräume als Mikrorisse etwa konstanter Dicke d vor (vergl. hierzu Abb. 30b), so ist deren senkrechte Projektionsfläche O_c proportional zum Volumen:

$$O_c \cdot d = V_\rho + V_\varepsilon$$

Der Projektionsfläche O_c entsprechen zwei Oberflächen: $O_c = 2\,O$. Die pro Rißzuwachs bda in Form von Hohlräumen bereitgestellte Oberfläche ist

$$2\,\frac{dO}{bda} = \frac{1}{d}\,(v_\rho + v_\varepsilon) \tag{3.31}$$

wobei v_ρ und v_ε im Gegensatz zu V_ρ und V_ε auf die Flächeneinheit bezogen sind. Damit Rißausbreitung erfolgen kann, muß die Thermodynamik erfüllt sein. D.h. dW^*/bda muß in Gl. (3.25) mindestens so groß sein, daß das Gleichheitszeichen gültig ist:

+) $\hat{P}$ (mit unterschiedlichen Indizes) = Proportionalitätsfaktoren

$$2\gamma \frac{dO}{bda} = \frac{dW^*}{bda} = \frac{K_{IC}^2}{E'} - \frac{K_I^2}{E'} \qquad (3.32)$$

Nach Ersetzen von v_ρ und v_ε in (3.31) durch (3.28) und (3.30) und Einsetzen von (3.31) in (3.32) läßt sich die Rißausbreitungsgeschwindigkeit ermitteln (V_ρ, V_ε und V_o sind dann als auf die Flächeneinheit bezogen zu betrachten):

$$\frac{\gamma}{d} \{\tilde{P} \frac{\rho^{q+1}}{\dot{a}} A\sigma_{e,max}^n + V_o [1 + \varepsilon(1+A\sigma_{e,max}^n \frac{\rho}{\dot{a}})]\} = \frac{K_{IC}^2}{E'} - \frac{K_I^2}{E'}$$

Diese Formulierung des energetischen Gleichgewichts ist nach $\dot{a}$ aufzulösen. K_{IC}^2/E' ist bis hierher eine hypothetische Größe des porenfreien Werkstoffs; meßbar ist $K_{IC}^2/E' - V_o\gamma d$ und wird im folgenden als K_{IC}^2/E' bezeichnet ($K_{IC}^2/E' - V_o\gamma d \rightarrow K_{IC}^2/E'$).

$$\dot{a} = \frac{\alpha_a \rho^{q+1} + \alpha_b \varepsilon \rho}{\frac{K_{IC}^2}{E'} - \frac{K_I^2}{E'} - \alpha_c \varepsilon} \qquad (3.33)$$

α_a, α_b und α_c sind Werkstoffkonstanten:

$$\alpha_a = \tilde{P} A\sigma_{e,max}^n \gamma/d, \quad \tilde{P} = \tilde{P}_1 \cdot \tilde{P}_2$$

$$\alpha_b = A\sigma_{e,max}^n \gamma V_o/d,$$

$$\alpha_c = \gamma V_o/d$$

In einer Biegeprobe ist die Kriechdehnung ε einer beliebigen Faser, die die Rißspitze gerade erreicht, proportional zum Abstand dieser Faser zur neutralen Faser: $\varepsilon = (2\varepsilon^*/h)(h_t - a)$. Bei längeren Versuchen überwiegt die sekundäre Kriechverformung gegenüber der primären, so daß $\dot{\varepsilon} \approx \dot{\varepsilon}_s$ gesetzt werden kann:

$$\varepsilon \approx (2 A^* \sigma^{*n}/h) \cdot (h_t - a) \cdot t$$

Speziell für die Biegeprobe folgt:

$$\dot{a} = \frac{\alpha_1 \rho^{q+1} + \alpha_2 \sigma^{*n} t (h_t - a) \rho}{\frac{K_{IC}^2}{E'} - \frac{K_I^2}{E'} - \alpha_3 \sigma^{*n} \cdot t (h_t - a)} \qquad (3.33a)$$

In α_1, α_2 und α_3 sind Werkstoff- und Geometriegrößen enthalten:

$$\alpha_1 = \hat{\gamma} A \sigma_{e,max}^n \gamma / d$$

$$\alpha_2 = A A^* \sigma_{e,max}^n \quad 2\gamma V_o / (hd)$$

$$\alpha_3 = A^* 2\gamma V_o / (hd)$$

Gl. (3.33) bzw. (3.33a) beschreibt den stationären Zustand der Rißausbreitung, gesteuert durch das Entstehen und Wachsen von Kriechporosität in Rißspitzennähe und in der Gesamtprobe. Zur Bereitstellung der für einen Rißfortschritt da erforderlichen Hohlräume wird die Zeit dt benötigt. Hieraus ergibt sich die Rißausbreitungsgeschwindigkeit ȧ. Diese ist umso größer, je weiter die Gefügeschädigung durch Poren und Mikrorisse bereits vorangeschritten ist, oder je höher die äußere Belastung (K_I) ist. Es muß dann weniger innere Oberflächenenergie pro Rißfortschritt da zusätzlich geschaffen werden, um die Energiebilanz zu erfüllen. Instabile Rißausbreitung setzt in stark kriechgeschädigten Gefügen bereits für $K_I < K_{IC}$ ein: Der Nenner von Gl. (3.33) strebt gegen Null. Dann bestimmen andere Mechanismen die Rißausbreitungsdynamik, und die Gültigkeitsgrenze dieser Gleichung ist erreicht.

Bei fehlender Kriechschädigung in der Gesamtprobe sind α_b, α_c bzw. α_2, $\alpha_3 = 0$. Die Rißausbreitung wird dann allein durch die in Rißspitzennähe entstehenden Poren und Mikrorisse gesteuert. Bei großen Rißgeschwindigkeiten (ȧ >> AE) ist $\rho \sim K_I^2$ (Gl. (3.27)), und Gl. (3.33) entspricht weitgehend dem empirischen v-K-Gesetz: $\dot{a} \sim K_I^N$. Das gilt auch wenn die Kriechschädigung in der Gesamtprobe noch nicht weit fortgeschritten ist, also zu Kriechversuchsbeginn bzw. bei kurzen Standzeiten.

Die bereits in Kap. 2.4.2 vorgestellte Abhängigkeit

$$\dot{\tilde{N}} \sim \sigma_e^{\,m} \tag{2.58}$$

erlaubt, da im rißspitzennahen Bereich σ_e bzw. die hieraus resultierende Dehnung $\sim K_I$ ist, (aus $\dot{\tilde{N}} \sim \rho^q \sim K_I^{\,2q} \sim \sigma_e^{\,2q}$) die Abschätzung:

$$q \approx \frac{m}{2} \tag{3.34}$$

m-1 charakterisiert die Dichteverteilung von Inhomogenitäten im Ausgangsgefüge (Kap. 2.4.2.1) und läßt sich nach der in Kap. 2.4.2.1 aufgestellten Hypothese aus dem Biegerelaxationsexperiment bestimmen. Danach ist $m_r \approx m-1$.

Andere Beschreibungsversuche (Wilkinson et al. /53/, Blumenthal /95/) der langsamen Rißausbreitung in Keramik bei hohen Temperaturen sehen die Rißverlängerung als Folge des Wachstums von Poren durch Diffusion oder in Akkommodation zur Kriechverformung unter Berücksichtigung der besonderen Gegebenheiten an einer Rißspitze. In diesen Arbeiten ergibt sich die Rißgeschwindigkeit durch das Zusammenwachsen der Poren bzw. durch das Erreichen einer kritischen Porengröße ; eine einfache geometrische Bedingung als Kriterium für eine Rißverlängerung.

3.5 Experimentelle Ergebnisse zur Rißausbreitung

Im folgenden sollen die theoretischen Überlegungen experimentell überprüft werden. Gl. (3.33) und (3.27), aus denen sich die Rißausbreitungsgeschwindigkeit errechnen läßt, enthalten viele geometrische Faktoren und Werkstoffparameter, die teilweise nur ungenau oder gar nicht bestimmbar sind. In diesen Fällen ist man auf Schätzungen angewiesen, die sich an den experimentell erstellten Messungen orientieren. Eine Modellvorstellung ist dann durch Variieren der Tests überprüfbar; z.B. müßten mit Hilfe einmal festgelegter Zahlenwerte auch andersartige Experimente beschrieben werden können.

Da eine Rißverlängerung an Proben im Versuchsstand mit den zur Verfügung stehenden Geräten nicht möglich ist, wird die langsame oder unterkritische Rißausbreitung indirekt untersucht. Beispielsweise läßt sich die Lebensdauer von Kriechproben messen. Kennt man die Anfangsrißlänge, können Rückschlüsse auf die Ausbreitungsgeschwindigkeit des zum Bruch führenden Risses gezogen werden. Definierte Anfangsrißlängen können künstlich durch Einbringen eines ca. 0,15 mm breiten Sägeschnitts oder durch Eindruck eines Knoop-Härtediamanten erzeugt werden. Bei der Vorschädigung durch den Diamanten mit rautenförmiger Grundfläche bestimmt die Höhe der Druckkraft die Größe des unter dem Eindruck entstehenden, halbkreisförmigen Risses. Im Gegensatz zum Sägekerb ist die Spitze eines solchen Anrisses scharf und ähnelt einem natürlichen Fehler. Die größten, zum Bruch führenden natürlichen Fehler liegen in der Größenordnung von 50 µm /96/.

3.5.1. HPSN(Mg)

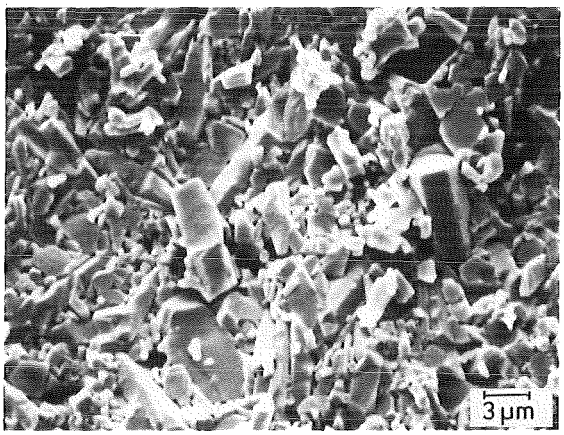
3.5.1.1. Lebensdauern an Luft

Die kritische Rißtiefe a_c wird an der Bruchfläche mit Hilfe eines Planimeters ermittelt. Wie aus Abb. 44 hervorgeht, unterscheiden sich die Flächen der langsamen (makroskopisch rauh und intergranular) und der schnellen (makroskopisch glatt, mit größerem transkristallinen Anteil) Rißausbreitung deutlich voneinander. Beim Einsetzen der Instabilität verläuft die Rißfront nicht unbedingt gerade, so daß zur Berechnung von a_c von der Fläche der langsamen Rißausbreitungszone A_L ausgegangen wird:

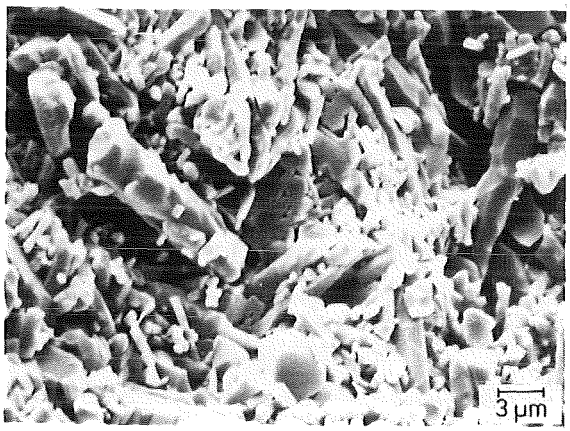
$$a_c = \frac{A_L}{b} \qquad (3.35)$$

a_c-Werte bis zu 0,5 h werden beobachtet.

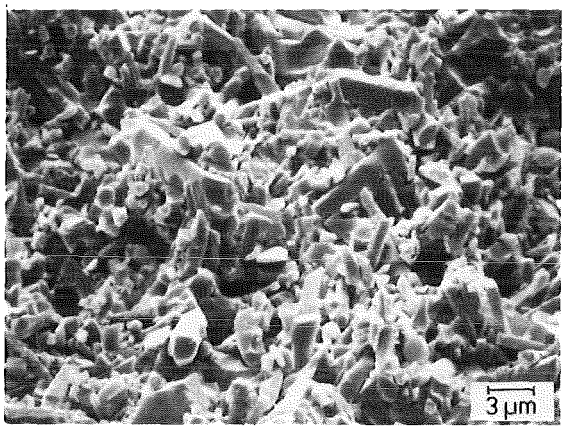
Übersicht



Anriß durch Knoophärteeindruck



Bereich der langsamen Rißausbreitung



Bereich der schnellen Rißausbreitung

Abb. 44: Bruchfläche von HPSN(Mg), entstanden im Vakuum bei 1200°C (REM-Aufnahmen)

In Abb. 45 ist für statische Kriechversuche $K_{IC}^* = \sigma_B^* \sqrt{a_c}\, Y$ über die Lebensdauer oder Bruchzeit t_B aufgetragen. Die linear-elastisch berechneten K_{IC}^*-Werte nehmen zunächst zu, weil die tatsächliche Randzugspannung relaxiert. Aufgrund der Gefügeänderungen während des Kriechens, die den Werkstoff schwächen (Kap. 2.4.2) nimmt K_{IC}^* nach langen Zeiten ab.

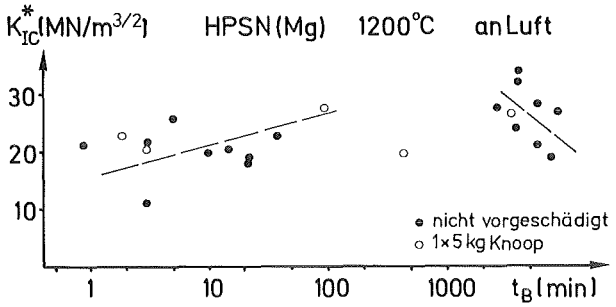


Abb. 45: HPSN(Mg), K_{IC}^* vs t_B, ermittelt aus statischen Versuchen

Abb. 46 zeigt die Schädigungszone ρ. Die durch den Sägekerb hervorgerufene Spannungskonzentration führt zu einer starken Hohlraumbildung in Form von Poren und Mikrorissen. Von ähnlichen Zonen ist in der Literatur bereits mehrfach berichtet worden /97a-c/ u.a. Viskose Glassäulen in sogenannten Klebzonen hinter der Rißspitze können das Endstadium vor der vollständigen Werkstofftrennung darstellen /98/.

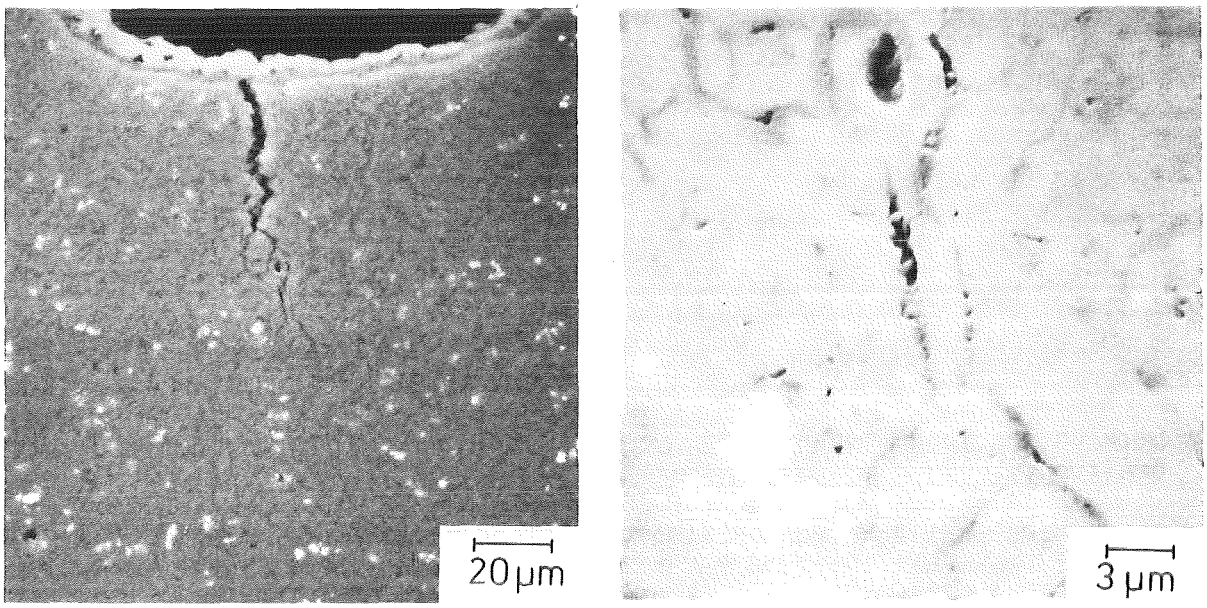


Abb. 46: HPSN(Mg), Schädigungszone vor einem Sägekerb (REM-Aufnahme)

Im Kriechversuch bei 1200°C gemessene und im Polygonzugverfahren /99, 100/ an der IBM-Rechenanlage des KfK nach Gl. (3.33) und (3.27) berechnete Standzeiten sind in Abb. 47 gegenübergestellt. Um der logarithmischen Darstellung gerecht zu werden, wird die Schrittweite im Rechenverfahren jeweils um 1,05 erhöht. Das erste Zeitintervall ist so klein gewählt, daß das Endergebnis nicht beeinflußt wird. ρ ist gemäß $\rho_{i+1} = K_I^2/(\pi\sigma_{e,max}^2) \cdot \exp(-3AE'\rho_i/2\dot{a})$ aus dem vorangegangenen Rechenschritt ermittelt. "Probenbruch" erfolgt,

sobald $K_I \geq K_{IC}$ ist. Die Korrekturfunktion Y zur Berechnung von K_I ist /77/ entnommen. Die für die Rechnung benutzten Zahlenwerte sind aus Tab. 4 zu ersehen; im einzelnen: Die Dicke der Mikrorisse läßt sich aus Abb. 30b zu $d \approx 0{,}02$ µm abschätzen; für die Oberflächenenergie findet man in der Literatur /74/ Werte von ca. 1 J/m^2, daraus ergibt sich $\sigma_{e,max} \approx 4\gamma/d$ (Gl.(2.56)). Aus Abb. 23 ist $q \approx m/2 \approx (m_r + 1)/2 = 2{,}5$ zu entnehmen; Kriechdaten und E-Modul sind aus Tab. 2 zu ersehen ($A=A_t$, $n \approx 2$). Für keramische Werkstoffe ist die Querkontraktionszahl klein und wird hier $\nu \approx 0$ gesetzt. $V_o \approx 10^{-3}\ m^3/m^2$ und $\tilde{P} \approx 7{,}5 \cdot 10^6 m^{-1{,}5}$ sind Schätzwerte zur Anpassung an die kurzlebigen Versuche+). a_o ist der Literatur entnommen (natürliche Fehlergröße ca. 50 µm /96/) bzw. beim Knoop-Härteeindruck an der Bruchfläche ausgemessen (100 µm, hier fünf Knoop-Härteeindrücke senkrecht zur Probenlängsachse so in Reihe gesetzt, daß sich die Spitzen der rautenförmigen Eindrücke berühren).

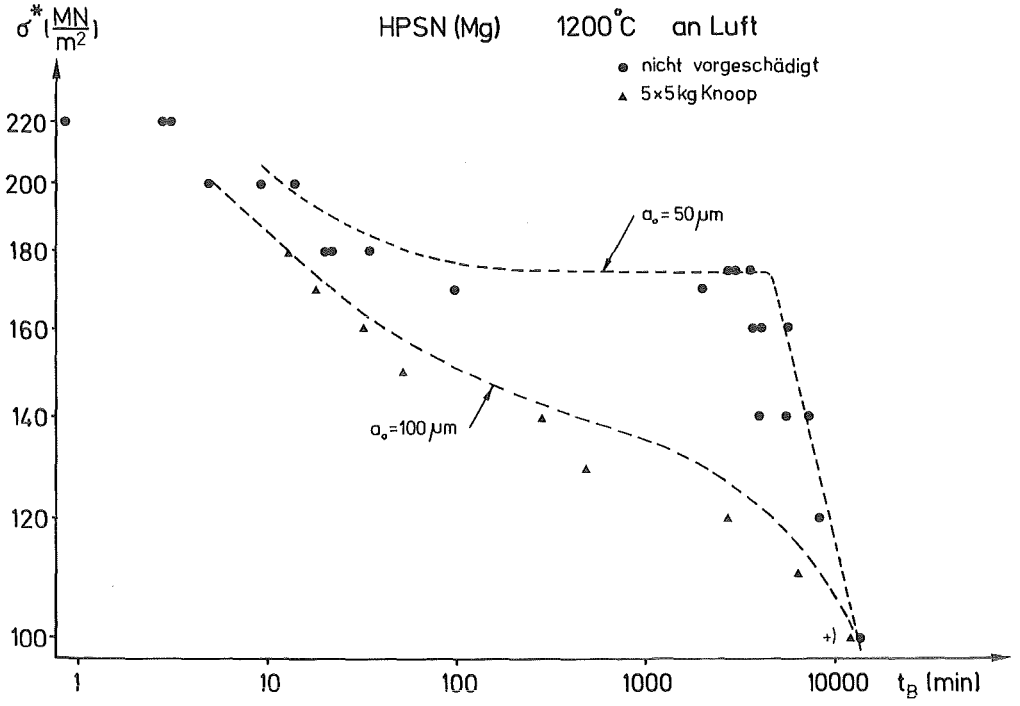


Abb. 47: Lebensdauerdiagramm für HPSN(Mg) und Vergleich mit Rechnung (gestrichelte Linie), +) nicht am Knoop gebrochen

+) Da $\gamma < \gamma_{eff}$ ist $V_o >$ tatsächliche Anfangsporosität zu erwarten.

K_{IC}	15	$MN/m^{3/2}$
$\sigma_{e,max}$	200	MN/m^2
q	2,5	
$\alpha_1 E'$	$3 \cdot 10^{9}$	$MN^2/m^{5,5}_{min}$
$\alpha_2 E'$	$4 \cdot 10^{-8}$	$1/min^2$
$\alpha_3 E'$	$1 \cdot 10^{-3}$	1/min
AE'	$2 \cdot 10^{-4}$	m^2/MN min

Tabelle 4: Zahlenwerte zur Lebensdauervorhersage von HPSN(Mg), 1200°C

Das "Plateau" im Lebensdauerdiagramm (Abb. 47) für die nicht vorgeschädigten Proben (a_o = 50 µm) kommt zustande, weil das Relaxieren der Randzugspannung die Spannungsintensität vor einer Rißspitze abbaut. Bei kleinen Rißlängen ergeben sich kleine Rißgeschwindigkeiten und σ_e im Rißspitzenbereich wird durch Kriechprozesse zusätzlich erniedrigt, ρ wird kleiner. Isorißgeschwindigkeitslinien sind in Abb. 48 dargestellt. Der zum Bruch führende Riß bleibt quasi stehen, bis die Kriechschädigung (in Form innerer Oberfläche) zu einem Wiederanstieg der Rißgeschwindigkeit führt. Es kommt zum sogenannten Kriechbruch. Die Bruchdehnung ist nicht von der Höhe der Belastung abhängig und beträgt $\varepsilon^*_B \approx 17\%_o$.

Die Relaxation der Randzugspannung ist Ursache für die leichte S-Kurve der mit größerer Anfangsrißlänge (a_o = 100 µm) versehenen Proben (Abb. 47). Der Riß kommt nicht zum Stehen. Allerdings ist für kleine Spannungen der Unterschied in der Lebenserwartung von vorgeschädigten und nicht vorgeschädigten Proben gering. Wegen der statistischen Streuung der Gefügeeigenschaften wird es möglich, daß einer der vielen natürlichen Fehler den künstlichen Riß überholt bzw. früher kritisch wird. Die Probe bricht nicht unbedingt am Knoop-Härteeindruck.

In Abb. 49 sind nach Gl. (2.12b) berechnete Isorandzugspannungslinien gezeichnet. Die Lebensdauer einer Biegeprobe kann stark verlängert werden, wenn zu Versuchsbeginn die Spannung in der Zugaußenfaser gering gehalten und zunächst mit kleinem Biegemoment belastet wird. Dann ist die Kriech-

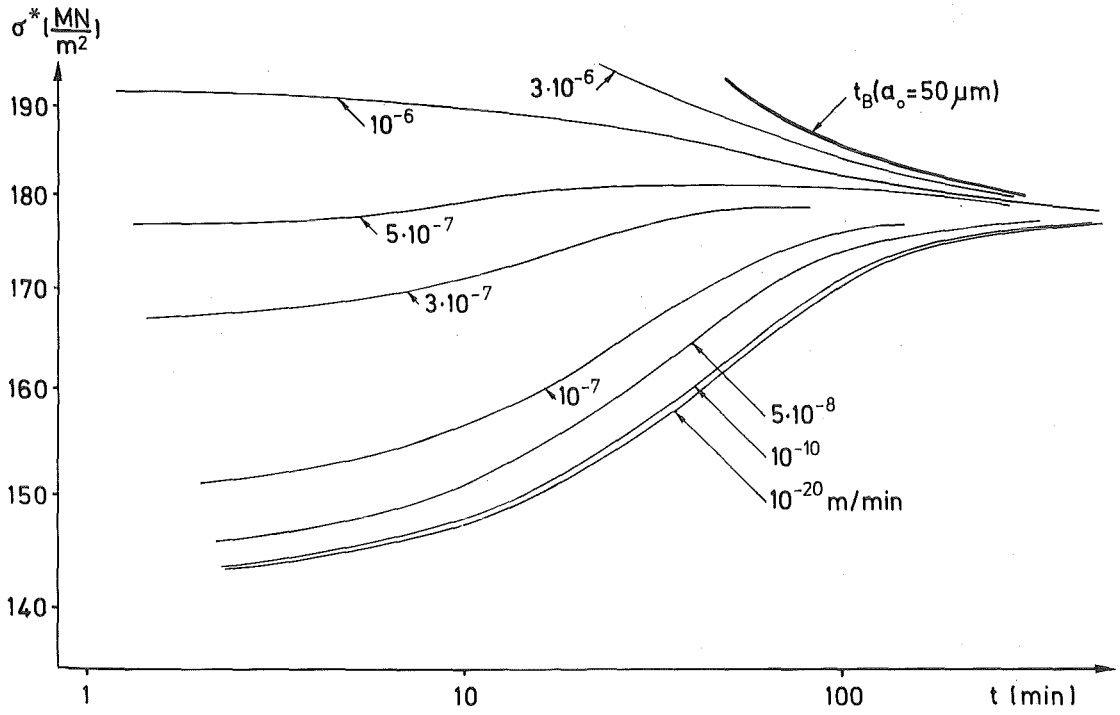


Abb. 48: Isorißgeschwindigkeitslinien, gerechnet für HPSN(Mg), 1200°C, an Luft und Anfangsrißlänge a_o = 50 µm

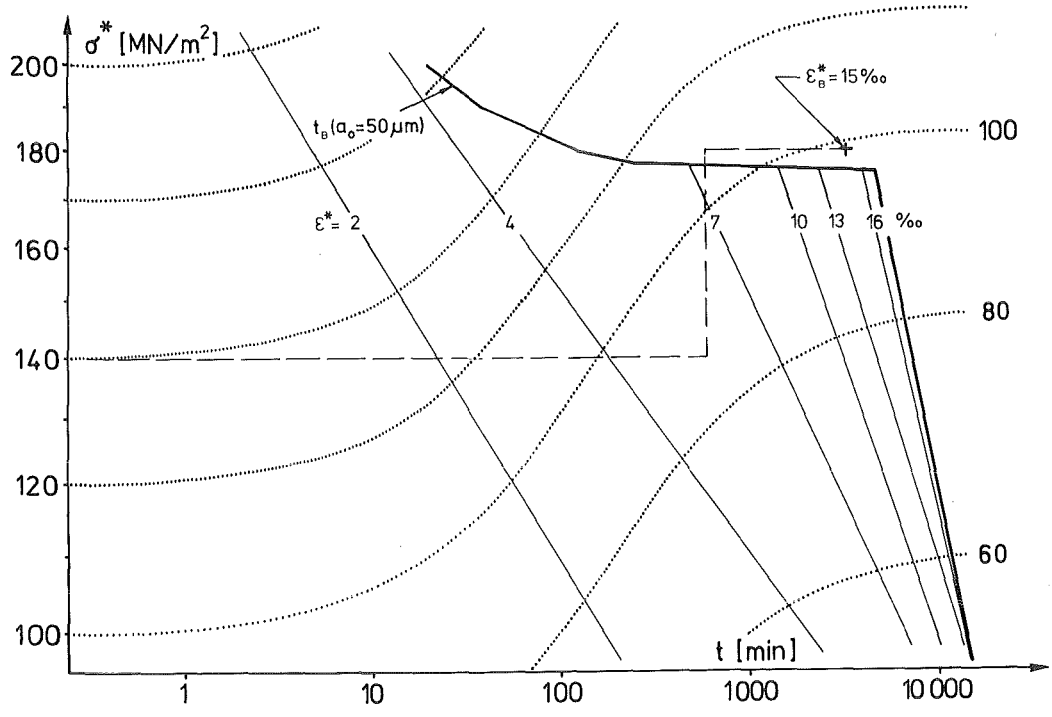


Abb. 49: Isorandzugspannungslinien, gerechnet für HPSN(Mg), 1200°C und experimentell ermittelte Isoverformungslinien

bruchdehnung auch oberhalb von $\sigma^* = 175\ MN/m^2$ erreichbar, wie ein Spannungswechselversuch beweist, bei dem die Belastung nach 10 h von $\sigma^* = 140$ auf $180\ MN/m^2$ erhöht wird; die Probe zerbricht nach einer Verformung von $\varepsilon^* = 15\%_o$.

Die gerechnete Rißausbreitungsgeschwindigkeit einer vorgeschädigten Probe während eines Kriechversuchs mit $\sigma^* = 120\ MN/m^2$ ist in Abb. 50 dargestellt. Die Spannungsrelaxation läßt die Rißausbreitungsgeschwindigkeit um mehrere Zehnerpotenzen absinken. Ursache für den Wiederanstieg von $\dot{a}$ ist die Kriechschädigung. Um diese Rechnung nachzuprüfen, werden zwei entsprechend vorgeschädigte Proben nach 20 min bzw. 12 h Kriechversuch unter Last abgekühlt ($\dot{T}(1200^oC) \approx -50^oC/min$) und bei Raumtemperatur gebrochen. Die unterkritisch bei 1200°C entstandene Rißausbreitungszone erscheint hell, weil sie oxidiert ist (Abb. 51) und ist in beiden Fällen ungefähr gleich groß, denn zwischen diesen beiden Zeitpunkten ist die Rißausbreitungsgeschwindigkeit sehr klein.

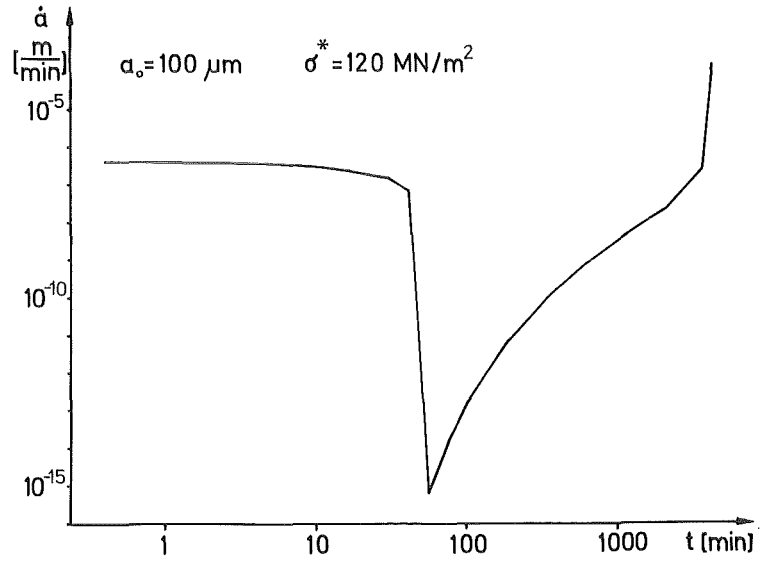
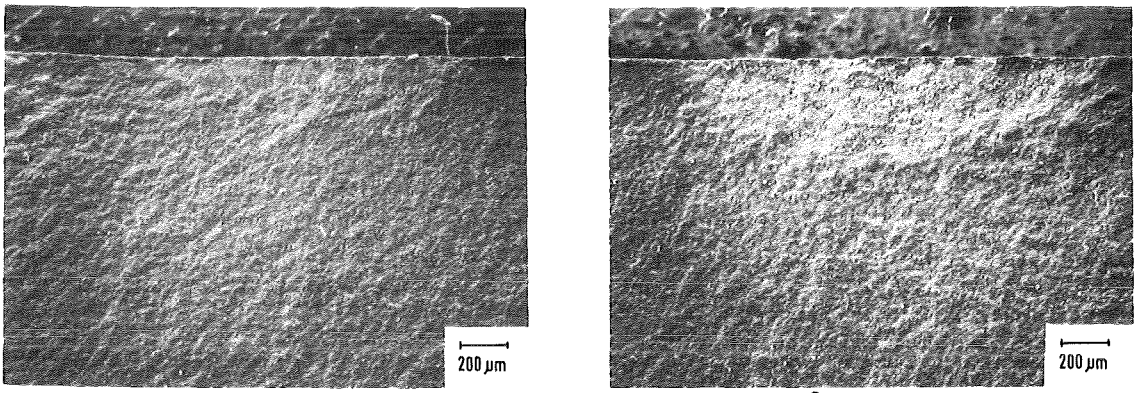


Abb. 50: Rißgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Zeit, gerechnet für HPSN(Mg), 1200°C, an Luft

Das Anwachsen der Rißgeschwindigkeit des zum Bruch führenden Risses erst in einem späten Versuchsstadium läßt sich auch mit Hilfe des Nachgiebigkeitsversuchs (Kap. 2.3.6) nachweisen. $\Delta P/\Delta f_m \sim 1/C$ in Abhängigkeit von der Kriechdehnung für HPSN(Mg) ist in Abb. 28 dargestellt und dient als Referenz. Bei höherer Biegebelastung $\sigma^* = 180\ MN/m^2$ ergibt sich der in Abb. 52 gezeigte Verlauf. Die letzte Messung erfolgt kurz vor dem Probenbruch.



σ^*=120 MN/m^2, 1200°C, 20 min σ^*=120 MN/m^2, 1200°C, 12 h

Abb. 51: HPSN(Mg)-Bruchfläche, 5 Knoop-Härteeindrücke (49 N), nach Kriechversuch an Luft kalt gebrochen (REM-Aufnahmen)

Die Nachgiebigkeit einer rißbehafteten, linear-elastischen Biegeprobe ist von der Rißlänge abhängig /101/:

$$C = C_o \left(1 + \delta Z\left(\frac{a}{h}\right)\right) \qquad (3.36)$$

mit $Z\left(\frac{a}{h}\right) = \int_0^{a/h} \left(\frac{a}{h}\right) Y^2 \, d\left(\frac{a}{a}\right)$, Zahlenwerte siehe /101/ und $\delta = 18\ h\ (1-\nu^2)/(1+2lp)$.

C_o ist die Nachgiebigkeit der rißfreien Probe, hier der Wert, der sich aus einer Extrapolation mit Hilfe des Referenzversuchs (Abb. 28) ergibt (gestrichelt in Abb. 52).

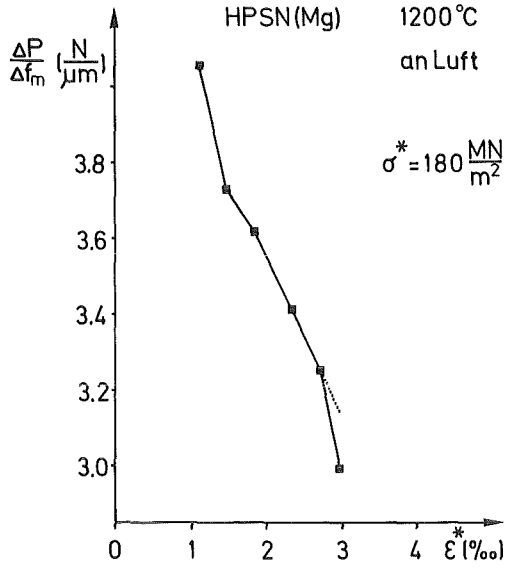


Abb. 52: HPSN(Mg), Probensteifigkeit in Abhängigkeit von der Kriechdehnung, ε^*_B = 3,05 ‰

Mit den Zahlenwerten, ersichtlich aus Abb. 52, und $\delta = 0{,}778$, ergibt sich für Z(a/h) ein Wert von 0,9645. Das entspricht beispielsweise einer relativen Rißausbreitung a/h von 0 auf 0,19. Die unterkritische Rißausbreitungszone, 0,3 Minuten später entstanden, beträgt $a_c/h = 0{,}33$.

Allgemein ist zu beobachten, daß der tertiäre Kriechbereich umso ausgeprägter ist, je größer die unterkritische Rißausbreitungszone bzw. die kritische Rißtiefe a_c ist.

3.5.1.2. Lebensdauern im Vakuum

Neben den Kriechversuchen an Luft ist HPSN(Mg) auch im Vakuum getestet worden. Bei einem Restluftdruck von wenigen 10^{-6} mbar verflüchtigt sich die Korngrenzenphase. Abb. 53 zeigt das Ergebnis einer "Vakuumätzung".

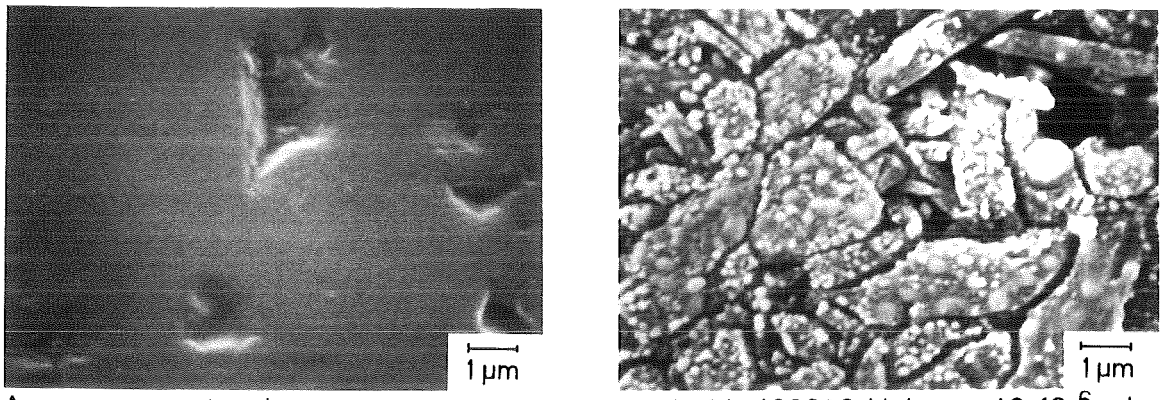


Abb. 53: REM-Aufnahmen von der polierten Oberfläche einer HPSN(Mg)-Probe

Damit ein Atom oder Molekül sich verflüchtigen kann, muß es die Bindungsenergie zu seinen Nachbarn überwinden und, da die Dampfphase gegenüber der flüssigen bzw. festen Phase mit einer Zunahme des Molvolumens verbunden ist, eine Arbeit gegenüber dem äußeren Druck verrichten. Diese Arbeit verringert sich im Vakuum. Nach Clausius-Clapeyron besteht ein Zusammenhang zwischen Verdampfungswärme Λ, Differenz der Molvolumina ΔV, absoluter Temperatur T und Dampfdruckkurve dp/dT /102/:

$$\Lambda = T \cdot \Delta V \cdot \frac{dp}{dT} \qquad (3.37)$$

Zugspannungen bewirken eine Schiefstellung der Potentialkurve in der in Abb. 54 dargestellten Weise. So wird die Energieschwelle, die ein Atom oder Molekül überschreiten muß, zusätzlich erniedrigt.

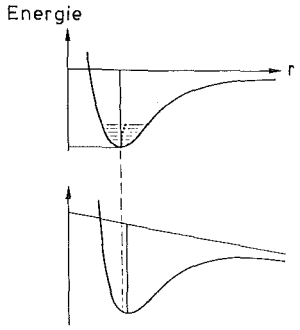


Abb. 54: Schiefstellung der Potentialkurve einer Bindung durch eine Spannung /102/

Die zur unterkritischen Rißausbreitung beitragende, sich verflüchtigende Komponente (wahrscheinlich N_2, SiO aus einer Zersetzungsreaktion /103/) verdampft an der Rißspitze, die unter einer von der äußeren Belastungshöhe unabhängigen Spannung $\sigma_{e,max}$ (für $\dot{a}>0$) steht. Durch das Verflüchtigen dieser Komponente entstehen neue Oberflächen, die die erforderliche, von außen aufzubringende Energie für die Rißausbreitung herabsetzen. Neben der Hohlvolumenbildung ist daher mit einem pro Zeiteinheit konstanten Beitrag in der Energiegleichung zu unterkritischer Rißausbreitung zu rechnen. Dieser Beitrag ist proportional zum Zeitintervall dt, während dessen der Riß um da wächst:

$$\alpha_4 \frac{dt}{da} + 2\gamma \frac{dO}{bda} = \frac{dW^*}{bda} = \frac{K_{IC}^2}{E'} - \frac{K_I^2}{E'} \qquad (3.38)$$

Analog zu der in Kap. 3.4. gezeigten Vorgehensweise ergibt sich die Rißgeschwindigkeit:

$$\dot{a} = \frac{\alpha_1 \rho^{q+1} + \alpha_2 \sigma^{*n} t(h_t - a)\rho + \alpha_4}{\frac{K_{IC}^2}{E'} - \frac{K_I^2}{E'} - \alpha_3 \sigma^{*n} \cdot t(h_t - a)} \qquad (3.39)$$

In Abb. 55 sind die gerechneten Werte den experimentellen Ergebnissen gegenübergestellt. Bis auf α_4 sind alle Konstanten aus den Berechnungen für die Versuche an Luft übernommen. Eine bessere Anpassung zwischen Rechnung und Experiment ist möglich durch Vergrößern der Anfangsrißlänge a_o (von 50 auf 70 µm für die nicht vorgeschädigten Proben bzw. von 100 auf 140 µm für die durch Knoop-Härteeindruck vorgeschädigten Proben). Das deutet auf eine ge-

wisse Ausheilung natürlicher oder künstlicher Fehler an oxidierender Atmosphäre hin.

In /94/ wird die Materialabdampfung an der unter Spannung stehenden Rißspitze und die Wiederabscheidung an spannungslosen Oberflächen diskutiert. Aufgrund linear-elastischer Annahmen, die in die Potentialdifferenzen eingehen, ist der Beitrag zur Rißgeschwindigkeit aber last- und rißtiefenabhängig (im Gegensatz zu α_4 = konstant).

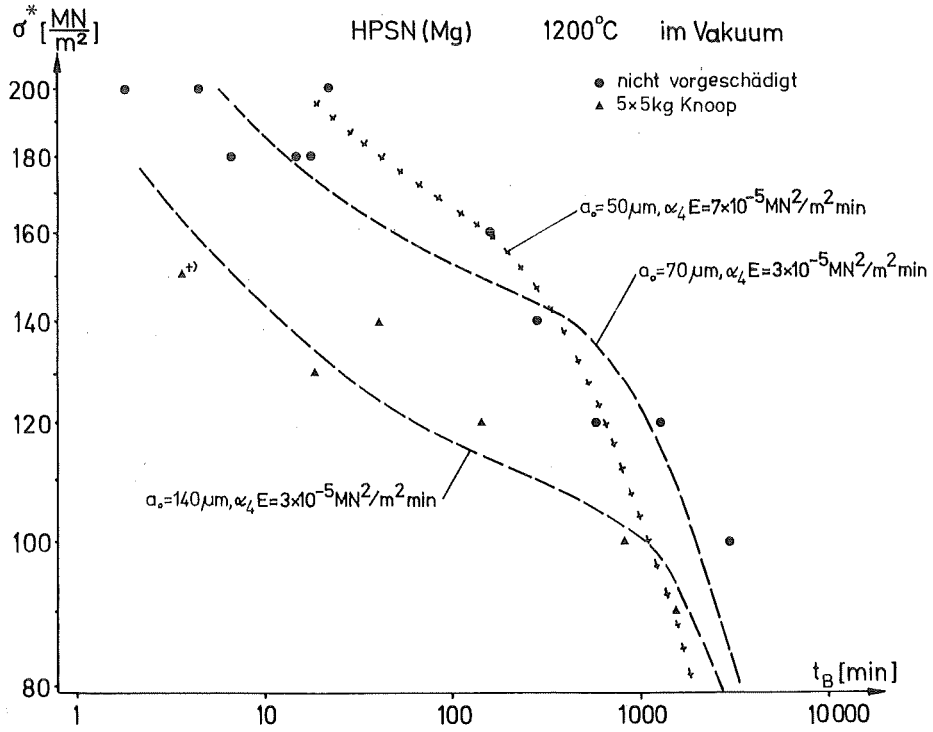


Abb. 55: Lebensdauerdiagramm für HPSN(Mg) und Vergleich mit Rechnung (gestrichelte Linien)

3.5.2. HPSN(Y)

3.5.2.1. Versuche unter statischer Belastung

Die Rißausbreitung an dem mit ca. 10 Gew.% Y_2O_3 heißgepreßten Si_3N_4-Material wird bei 1400°C und 1200°C an Luft untersucht.

Markanter Unterschied zu dem nur ca. 3 Gew.% MgO enthaltenden HPSN(Mg) ist neben der höheren Erweichungstemperatur die fehlende bzw. bei den hier betrachteten Spannungen und Dehnungen oder Standzeiten nicht ins Gewicht fal-

lende Kriechschädigung. Dies offenbart sich z.B. im andersartigen Versteifungsverhalten während des Kriechversuchs. Es ist auch kein typischer Kriechbruch beobachtet worden (nach Monkman-Grant: $\varepsilon_s \cdot t_B \approx \varepsilon_B$ = konstant). Zur Beschreibung der langsamen oder unterkritischen Rißausbreitung nach Kap. 3.4 ist deshalb in Gl.(3.33a) $\alpha_2 = \alpha_3 = 0$ zu setzen (d.h. $V_\rho >> V_\varepsilon$). Wird darüber hinaus die Spannungsrelaxation vor der Rißspitze vernachlässigt (für kleine Standzeiten gilt $\dot{a} >> AE \cdot K_I^2/\pi \cdot \sigma^2_{e,max}$ bzw. $\rho = K_I^2/\pi\sigma^2_{e,max}$, Gl. (3.27)), so vereinfacht sich Gl. (3.33a) zu:

$$\dot{a} \sim K_I^{m+2} \cdot \frac{\gamma E'}{K_{IC}^2 - K_I^2} \tag{3.40}$$

mit $K_I = \sigma(\frac{h}{2},t) \cdot \sqrt{a}\, Y$ und m-1, die Verteilungsdichte der Inhomogenitäten im Ausgangsgefüge charakterisierend.

Im Laufe des Kriechversuchs fällt die Randzugspannung gemäß G. (2.13) bei 1400°C auf 60% ihres ursprünglichen Wertes und bei 1200°C auf ca. 70% ab.

In Abb. 56 sind die gemessenen Lebensdauern an gekerbten, statisch belasteten Proben gezeigt. Bei 1400°C und einer Kerbtiefe von 100 µm steigt die Lebenserwartung, wenn die Biegelast gering gewählt ist. Dagegen ist bei 1200°C und einer Kerbtiefe von 600 µm keine Standzeit gemessen worden. Die Proben brechen entweder noch beim Belasten oder erreichen die 100 h-Grenze, nach welcher die Last kontinuierlich bis zum Bruch erhöht wird. Die linear-elastisch berechneten Bruchspannungen sind in Abb. 56 eingetragen. Sie liegen jetzt über der Ausgangsfestigkeit und zwar umso deutlicher, je höher die Belastung während der vorausgegangenen 100 h war.

Je höher der Exponent N im empirischen v-K-Gesetz ($\dot{a} \sim K_I^N$, hier N = m + 2), desto kleiner ist der Spannungsbereich ausgeprägter unterkritischer Rißausbreitung. Für $N \to \infty$ findet langsames oder unterkritisches Rißwachstum überhaupt nicht statt. Bei mittleren Temperaturen ist N relativ groß. Damit ergibt sich eine extrem starke Abhängigkeit der Standzeit von der Spannung. Hinzu kommt, daß die Randzugspannungen relaxieren. Das führt, weil die Spannungsintensität abnimmt, zum Ende eines eventuellen Rißfortschritts. Je höher die Belastung σ^* gewählt ist, desto größer ist der durch Relaxation abgebaute Spannungsanteil $\sigma^*(1-\sigma_\infty/\sigma^*)$ und somit steigt auch die scheinbare Biegebruchfestigkeit.

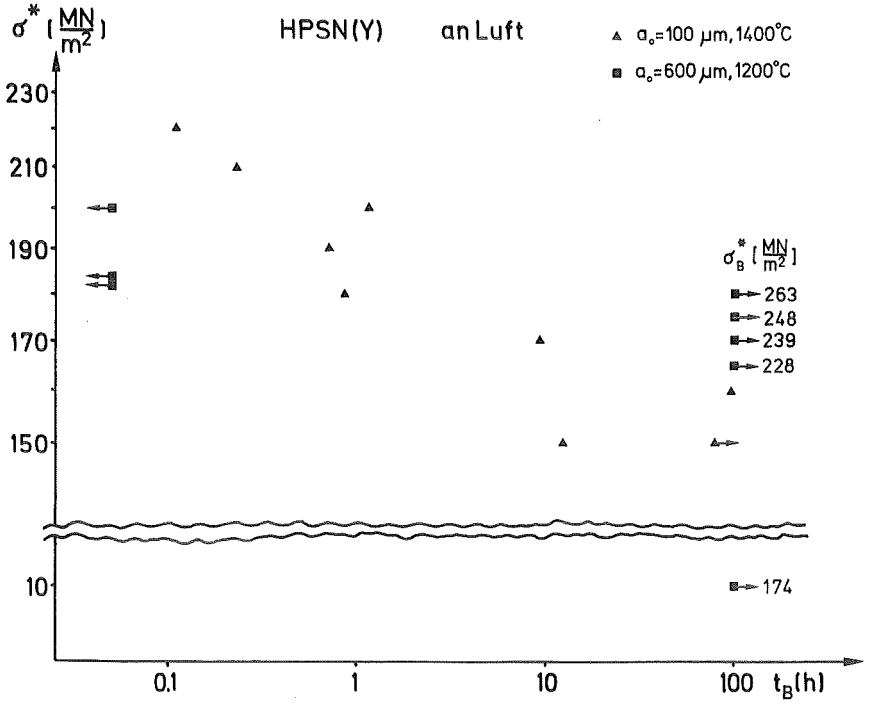


Abb. 56: Lebensdauerdiagramm für HPSN(Y)

Bei 1400°C hat die Spannungsrelaxation in der Randzugfaser lebensdauerverlängernde Wirkung ($n \approx 1$):

$$\frac{\sigma}{\sigma^*} = F(t) = (1 - \frac{\sigma_\infty}{\sigma^*})\ e^{-AEt} + \frac{\sigma_\infty}{\sigma^*} \qquad (2.12a)$$

Legt man zugrunde (in Anlehnung an (3.40))

$$\frac{da}{dt} = B \cdot K_I^N \ , \qquad (3.41)$$

integriert von a_o bis a_c, von 0 bis t_B

$$\frac{2}{2-N}\ \{a_c^{1-\frac{N}{2}} - a_o^{1-\frac{N}{2}}\} = B\ \sigma^{*N}\ Y^N \cdot \int_0^{t_B} F(t)^N\ dt \qquad (3.42)$$

und führt eine fiktive Lebensdauer t_B^* ein

$$t_B^* = \int_0^{t_B} F(t)^N\ dt \ , \qquad (3.43)$$

dann ist wegen $a_c^{1-\frac{N}{2}} \ll a_o^{1-\frac{N}{2}}$, bei gleichen Anfangsrißlängen a_o:

$$t_B^* \sim \sigma^{*-N} \qquad (3.44)$$

Die fiktive Lebensdauer t_B^* wäre bei fehlender Spannungsrelaxation (z.B. im Zugversuch) zu erwarten. Aus Kriechversuchen läßt sich AE = 0,12 1/h bestimmen (Tab. 2). Für HPSN(Y), 1400°C liefert der Biegerelaxationstest $m = m_r + 1 = 6$ (Abb. 24) und damit $N = m + 2 = 8$ (nach der in Kap. 2.4.2.1 und 3.4 aufgestellten Hypothese). Diese Zahlenwerte können, wie im folgenden dargelegt, zur Lebensdauervorhersage zyklischer Tests dienen.

3.5.2.2. Versuche unter zyklierender Belastung

In der Literatur sind bisher nur wenige Arbeiten über das Hochtemperaturermüdungsverhalten von HPSN erschienen /104-107/. Die Metallforschung hat Modellvorstellungen entwickelt und Beziehungen, die die Rißausbreitungsgeschwindigkeiten mit der Spannungsintensität verknüpfen. Das älteste und oft für Metalle am besten anwendbare Gesetz ist nach Paris und Erdogan benannt /108/:

$$\frac{da}{dN} \sim \Delta K^4 \tag{3.45}$$

Der Rißzuwachs pro Lastzyklus da/dN ist proportional der vierten Potenz aus der Differenz des maximalen und minimalen Spannungsintensitätsfaktors K. Die Energiedissipation und die damit verbundene Materialzerrüttung erfolgt in einem plastischen Bereich vor der Rißspitze, dessen Längenabmessung zu $(K/\sigma_F)^2$, und dessen Volumen zu $(K/\sigma_F)^{4}$ +) proportional ist.

3.5.2.2.1. Spannungsverteilung in der Biegeprobe

Die Experimente werden an HPSN(Y) bei 1400°C durchgeführt. Mit Frequenzen bis zu 4 Hz werden die Proben einer zyklierenden Belastung in Form eines Sägezahns unterworfen (Abb. 16). Für Rißausbreitungsuntersuchungen ist die Kenntnis der Randzugspannungen entscheidend. Da HPSN(Y) bei 1400°C durch $\alpha >> 1$ und $n \gtrsim 1$ in etwa charakterisiert ist (Tab. 2), wird für diesen Fall die Spannungsverteilung im bereits eingeschwungenen Biegebalken erläutert:

+) σ_F = Fließgrenze

Unter Druck erfolgt nach dieser Annahme kein Kriechen ($A_c \to 0$). In einer statisch belasteten Biegeprobe ist der Druckbereich sehr klein, die Druckspannungen sehr groß. In Abb. 57b sind die Spannungen für diesen Fall und verschiedene $M_{statisch}$ gestrichelt dargestellt.

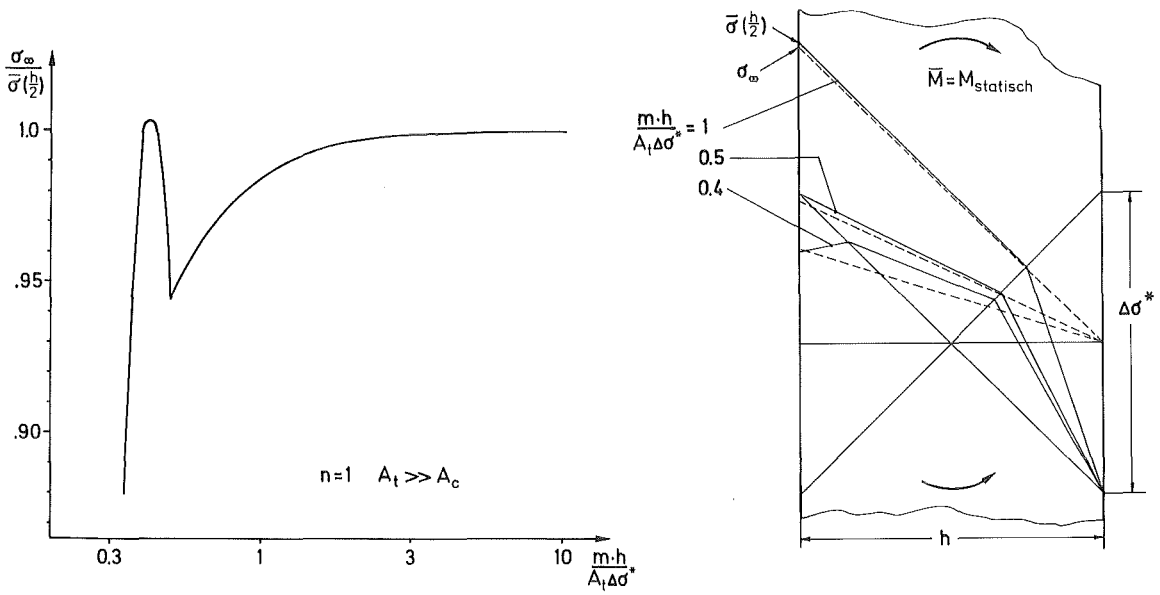


Abb. 57: Spannungen in der eingeschwungenen Biegeprobe für n = 1, $A_c \to 0$

Unter zyklierender Belastung bei nicht zu kleinen Frequenzen wird eine Spannungsamplitude $\Delta\sigma(y) = (2\,\Delta\sigma^*/h)y$ der noch zu bestimmenden mittleren Spannungsverteilung $\bar{\sigma}(y)$ linear-elastisch überlagert.

Für eine Biegefaser gilt (unter den oben genannten Voraussetzungen):

$$A\,\lambda|\sigma| = Dy + \dot{\varepsilon}\ (y=0) \qquad \lambda = \begin{cases} 1 \text{ für } \sigma \geq 0 \\ 0 \text{ für } \sigma < 0 \end{cases} \tag{3.46}$$

Bei oszillierender Belastung in Form eines Sägezahns ist:

$$\lambda|\sigma| = \frac{\lambda}{2}\left|\bar{\sigma} + \frac{\Delta\sigma}{2}\right| + \frac{\lambda}{2}\left|\bar{\sigma} - \frac{\Delta\sigma}{2}\right| \tag{3.47}$$

Im Zugbereich, solange die Spannungen nur positive Werte annehmen, folgt aus (3.46) und (3.47):

$$\frac{d\overline{\sigma}}{dy} = \frac{D}{A} \tag{3.48}$$

Werden die Spannungswerte im Bereich der neutralen Faser teilweise negativ, ist:

$$\frac{d\overline{\sigma}}{dy} = 2\left\{\frac{D}{A} + \frac{\Delta\sigma^*}{2h}\right\} \tag{3.49}$$

Im Druckbereich wird $d\overline{\sigma}/dy = \infty$. Im Zugaußenbereich bei Spannungsamplituden $\Delta\sigma^*/2 > \overline{\sigma}(h/2)$ ist:

$$\frac{d\overline{\sigma}}{dy} = 2\left\{\frac{D}{a} - \frac{\Delta\sigma^*}{2h}\right\} \tag{3.50}$$

$\overline{\sigma}(h/2)$ läßt sich für gegebene D/A, h und $\Delta\sigma^*$ mit Hilfe von Gl. (3.48) - (3.50) ermitteln. Dabei muß berücksichtigt werden, daß aufgrund der eingangs getroffenen Annahme $A_c \to 0$ die Kriechdehnungsgeschwindigkeit an der Druckseite der Biegeprobe Null wird, d.h. daß die Spannungen hier nicht positiv werden dürfen: $\overline{\sigma}(-h/2) = -\Delta\sigma^*/2$. Aus dem Verlauf von $\overline{\sigma}(y)$ (durchgezogene Linien in Abb. 57b) kann das mittlere Biegemoment $\overline{M}$ berechnet werden. Die statische Spannungsverteilung, die ein gleich großes statisches Biegemoment ergeben würde ($M_{statisch} = \overline{M}$), ist in Abb. 57b gestrichelt eingezeichnet. Das Verhältnis der Randspannungen des statischen und des dynamischen Belastungsfalles $\sigma_\infty/\overline{\sigma}(h/2)$ in Abhängigkeit von $Dh/A\Delta\sigma^*$ ist in Abb. 57a aufgetragen. Für $D\cdot h/A\ \Delta\sigma^* < 0{,}5$ werden die Spannungen in der Randzugfaser jeweils negativ, das ist die Ursache für den Wiederanstieg von $\sigma_\infty/\overline{\sigma}(h/2)$ in Abb. 57a für kleine Werte $D\cdot h/(A_t\ \Delta\sigma^*)$. Das Ergebnis $\overline{\sigma}(h/2) \approx \sigma_\infty$ zeigt, daß die mittlere Randzugspannung unter zyklierender Belastung mit der Randzugspannung unter statischer Belastung vergleichbar ist (wobei $M_{statisch} = \overline{M}$).

3.5.2.2.2. Vorhersage mit Hilfe statisch gewonnener Parameter

Polykristalline Metalle unter schwingender Beanspruchung (z.B. 1 Hz) können bei bestimmten Temperaturen einen Dämpfungspeak aufweisen, der am gleichen, jedoch einkristallinen Material nicht auftritt. Dieser Effekt wird dem Korngrenzengleiten zugeschrieben. In neueren Arbeiten über zweiphasige keramische Werkstoffe wird diese physikalische Erscheinung benutzt in so-

genannten "internal friction experiments", um die Viskosität der intergranularen Phase zu bestimmen /109/. Das Kurzzeitverhalten des Werkstoffs wird dabei mit Hilfe eines Voigt-Kelvin-Modells beschrieben (Abb. 58).

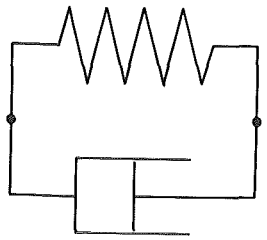


Abb. 58: Feder-Dämpfer-Modell nach Voigt-Kelvin

Wird ein solches System mit einer schwingenden Belastung beansprucht, so nimmt die Dämpfung und damit die Arbeitsaufnahme oberhalb einer bestimmten Grenzfrequenz zu /110/. Würde eine solche Energiedissipation den Rißfortschritt begünstigen, dann müßte es eine Grenzfrequenz geben, oberhalb derer ein frequenzabhängiger Beitrag (Arbeitsaufnahme pro Lastzyklus) zu einem beschleunigten Rißwachstum führt.

Die Lebensdauer zyklierter HPSN(Y)-Proben ist im Bereich bis 4 Hz+) bei 1400°C nicht frequenzabhängig (Abb. 59). Anders als bei Metallen ist das Ermüdungsverhalten von HPSN nicht auf eine Arbeitsaufnahme pro Lastzyklus zurückzuführen. Auf einem Oszilloskop ist keine Phasenverschiebung zwischen P und f_m beobachtbar. Dagegen hat eine längere Glühdauer nach Erreichen der Testtemperatur bis zur Lastaufbringung eine lebensdauerverlängernde Wirkung; auskristallisierte Korngrenzenphase, die die Ursache hierfür sein könnte, ist am TEM allerdings nicht beobachtet worden.

Um die Lebensdauer zyklierter Proben aus statischen Versuchen auf der Grundlage des Ansatzes

$$\frac{da}{dt} = B\, K_I^N \qquad (3.41)$$

vorhersagen zu können, wird eine "wirksame" Randzugspannung σ_w^* zur Berechnung von K_I eingeführt. Für Belastungen in Form eines Sägezahns gilt (siehe auch Kap. 2.3.3):

+) Höhere Frequenzen lassen sich mit der zur Verfügung stehenden Prüfmaschine nicht realisieren.

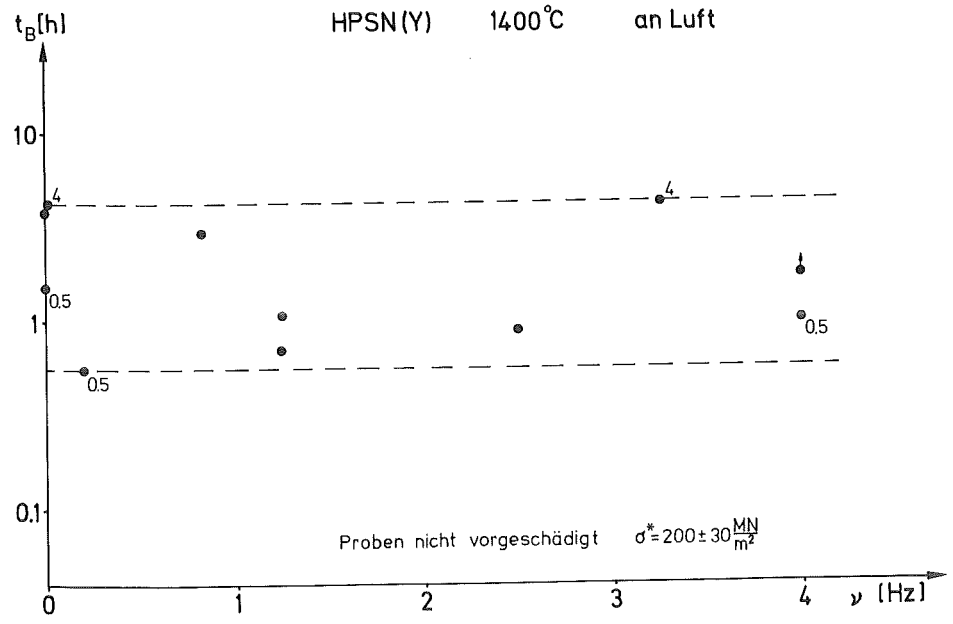


Abb. 59: Lebensdauer in Abhängigkeit von der Frequenz für HPSN(Y), Zahlenwerte sind Haltezeiten in h bei Testtemperatur von Lastaufbringung

$$\sigma_w^* = [\nu \int_0^{1/\nu} \sigma^*(t)^N \, dt]^{\frac{1}{N}} = \sigma_{max}^* [\frac{1-R^{N+1}}{(N+1)\,(1-R)}]^{\frac{1}{N}} \qquad (3.51)$$

mit $R = \sigma_{min}^*/\sigma_{max}^*$ und ν = Frequenz

Die in Abb. 60 gestrichelt eingezeichneten Vorhersagen sind mit Hilfe dieser Beziehung aus den statischen Versuchen getroffen. Bei gleicher Anfangsrißlänge und gleicher "wirksamer" Spannung ergeben sich auch gleiche Lebensdauern. Es wird vorausgesetzt, daß die "wirksame" Spannung in der Randzugfaser genauso wie unter statischer Belastung relaxiert. Bei der Rechnung wird von N = 8 ausgegangen (Kap. 3.5.2.1).

An der Topographie einer Bruchfläche kann man nicht erkennen, ob eine Probe zyklisch oder statisch belastet war. Abb. 61 zeigt REM-Aufnahmen der Bruchflächen zweier auf diese beiden Arten belasteter Proben. Die unterkritische Rißausbreitung in HPSN bei statischer und mit niedrigen Frequenzen schwingender Belastung dürfte auf dem gleichen (reversiblen) Grundmechanismus beruhen: Intergranulare Mikroriß- bzw. Hohlraumbildung; das gleiche Rißwachstumsgesetz

gilt für statische und zyklierende Belastung. Versuchsergebnisse an vergleichbaren Materialien und bei vergleichbaren Temperaturen aus anderen Labors /107/ im Niederfrequenzbereich bis 50 Hz weisen ebenfalls darauf hin, daß kein Wechsel im Rißausbreitungsmechanismus beim Übergang von statischer zu zyklierender Belastung existiert.

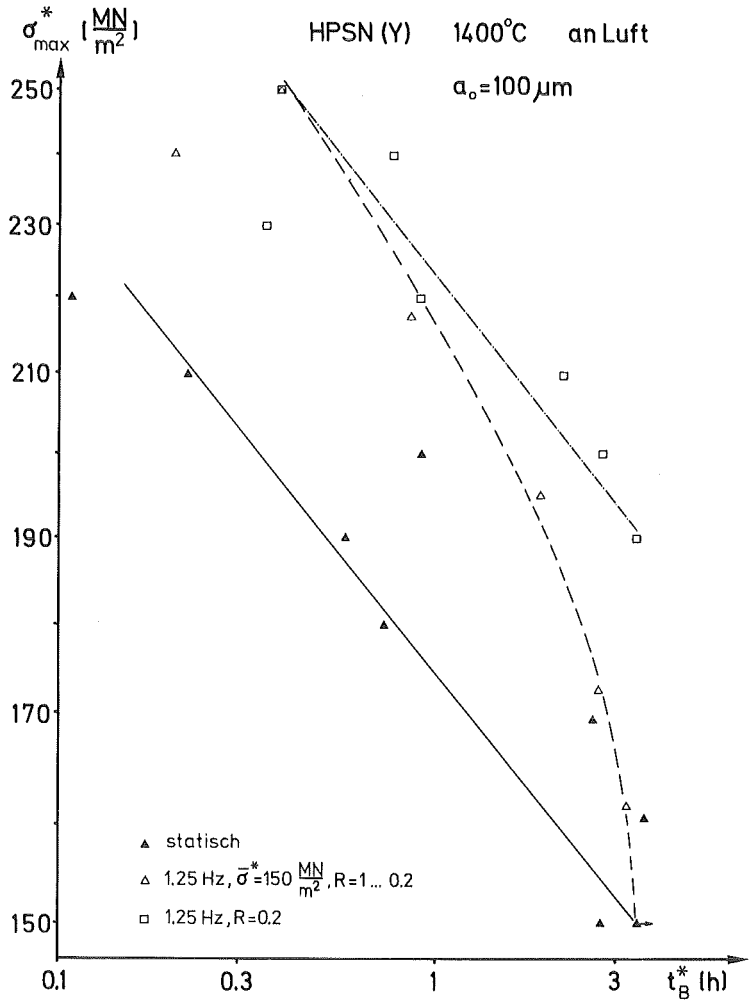
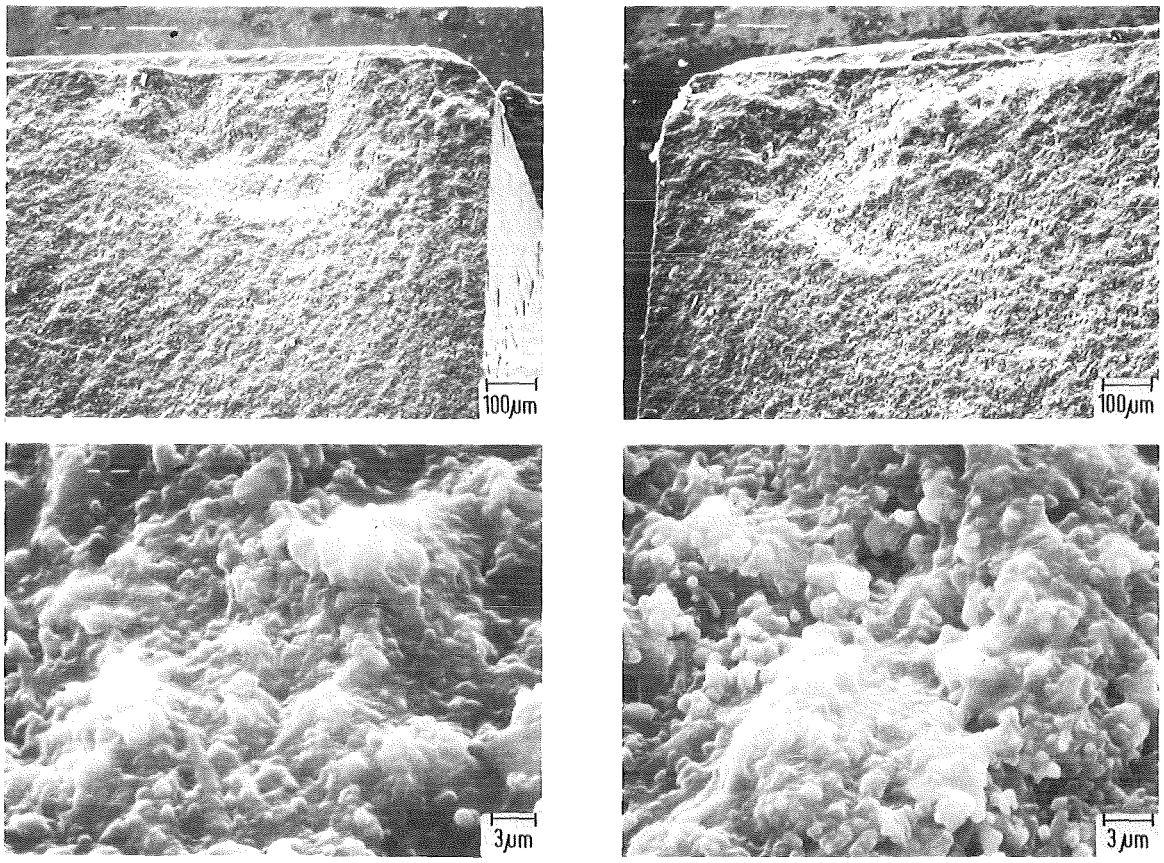


Abb. 60: Lebensdauerdiagramm für HPSN(Y), gestrichelte Linien sind Vorhersagen der zyklischen Tests aus statischen Versuchen



$\sigma^* = 190\ MN/m^2$
$t_B = 0.71\ h$

$\sigma^* = 150 \pm 45\ MN/m^2$; 1.25 Hz
$t_B = 3.56\ h$

Abb. 61: Bruchflächen statisch bzw. zyklisch belasteter HPSN(Y)-Proben bei 1400°C (Vorschädigung durch Sägekerb)

3.5.3. HIPSiC

3.5.3.1. Bestimmung des Rißausbreitungsparameters N

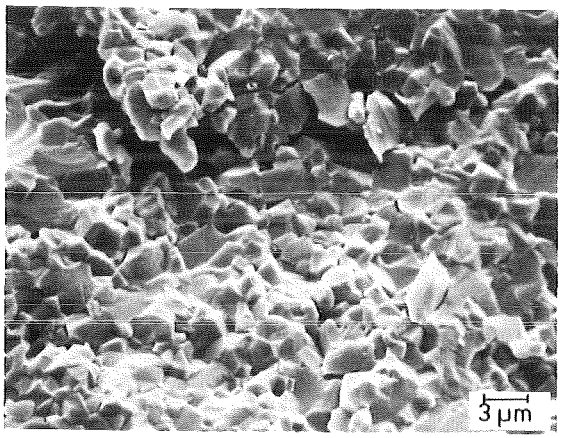
Das zeitabhängige plastische Verformungsverhalten von korgrenzenphasenlosem HIPSiC unter konstanter Belastung ist noch bei 1400°C rein transienter Natur (Abb. 9):

$$\dot{\varepsilon}^* \sim t^{-1}$$

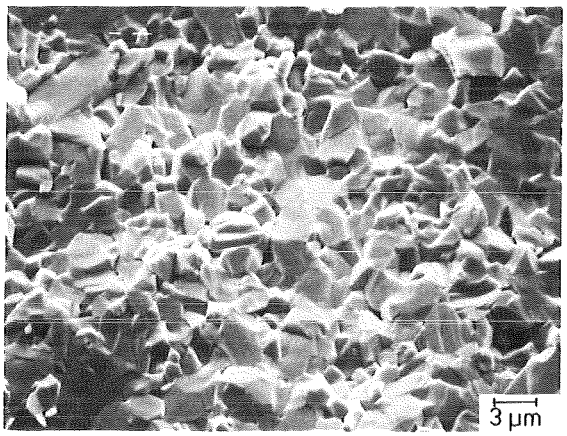
Nach 24 h tritt keine meßbare Kriechverformung mehr auf. Die Proben können dennoch versagen. Unterkritische Rißausbreitungszonen sind an der Bruchfläche deutlich zu erkennen. In Abb. 62 ist eine solche Zone zu sehen (neben der instabil entstandenen Zone). Ihre Entstehung dürfte sich mit Hilfe des empirischen v-K-Gesetzes beschreiben lassen:

$$\dot{a} \sim K_I^N \qquad (3.52)$$

Der N-Wert an Luft bei 1400°C, ermittelt an vorgeschädigten Proben im dynamischen Versuch mit konstanter Belastungsgeschwindigkeit, beträgt 11,7 (Abb. 63). Die Auswertung erfolgt gemäß /111/. Allerdings sind ca. 40% der Meßwerte nicht auswertbar, da die Bruchflächen der betreffenden Proben tordiert sind, was auf überlagerte Torsion durch unsymmetrische Krafteinleitung zurückzuführen ist. Dies verdeutlicht, wie empfindlich spröde Materialien auf fehlerhafte Belastung reagieren.



a)



b)

Abb. 62: Bruchfläche von HIPSiC, 1400°C
a) unterkritische b) schnelle Rißausbreitungszone (REM-Aufnahmen)

Die hohen Bruchspannungen, gemessen für kleinste Belastungsraten, weisen auf die Existenz eines K_{10}-Wertes hin, eines Grenzwertes, der überschritten werden muß, damit ein Riß unterkritisch wachsen kann. Bei unendlich langsamer Belastungsgeschwindigkeit wäre $\sigma_B \overset{\sim}{\sim} K_{10}/(\sqrt{a_o}\, Y)$. Zeitabhängige Relaxationsprozesse, die die Spannungsintensität vor der Rißspitze mildern, führen zu umso höheren linear-elastisch berechneten Bruchspannungswerten, je langsamer die Belastung erfolgt.

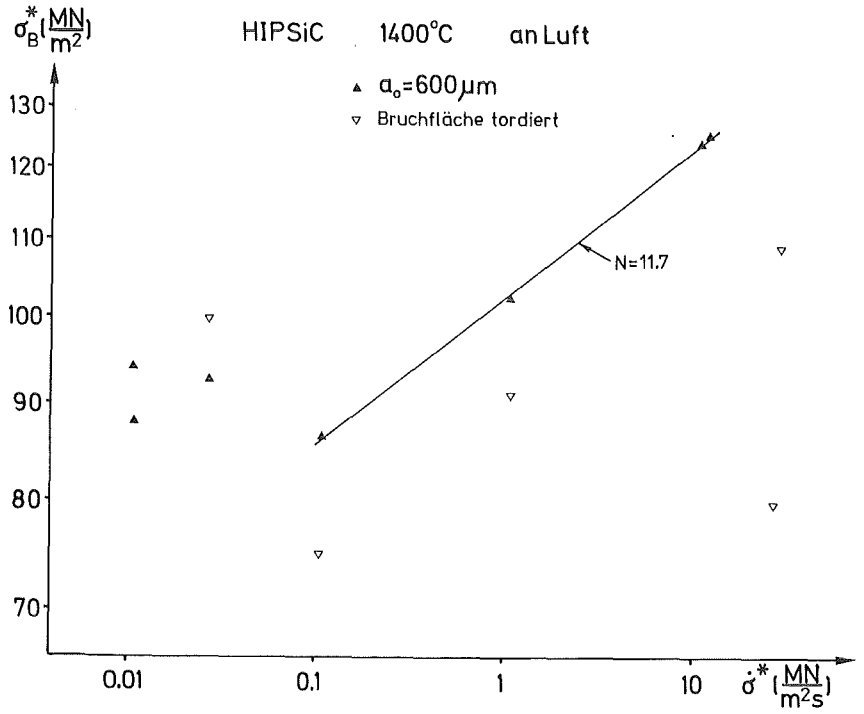


Abb. 63: HIPSiC, Bruchspannung in Abhängigkeit von der Belastungsgeschwindigkeit

Im Vakuum (ca. 3×10^{-6} mbar) bei 1400°C ist für denselben Werkstoff N = 10,5 /112/. Dieser Wert ist aus der Lebensdauer nicht vorgeschädigter Proben ermittelt, die vor Versuchsbeginn bei Raumtemperatur einem Proof-Test unterzogen worden sind. Dabei gehen die schwächsten Proben bei einer kurzzeitigen Belastung in Höhe der mittleren Festigkeit, vermindert um die halbe Standardabweichung, zu Bruch; Proben mit groben Fehlern werden so herausselektiert.

Das Festigkeitsniveau liegt im Vakuum wesentlich niedriger als an Luft. Bei Belastung einer nicht vorgeschädigten Probe mit $\sigma^* = 200\ MN/m^2$ beträgt die Lebenserwartung im Vakuum ca. 1 h, während an Luft die Probe eine Woche überlebt.

3.5.3.2. Vergleich mit einem theoretischen Modell

Die an HIPSiC beobachtete Rißausbreitungskinetik ist nicht aus dem Energiekriterium ableitbar. Fehlendes viskoses Fließen, d.h. nahezu Festkörperverhalten bis über 1400°C bedeutet, daß das Kraftkriterium die Rißausbreitungskinetik bestimmt. Eine Rißverlängerung muß, damit sie stattfindet, nicht nur thermodynamisch erlaubt sein; die Kräfte an der Rißspitze müssen die Bindungskräfte der kleinsten Bauelemente des Gefüges überschreiten. Bei niedrigeren als den hier betrachteten Temperaturen oder hohen Rißgeschwindigkeiten gilt dies auch für HPSN.

In der Literatur sind mehrere Modelle zur theoretischen Deutung des empirisch gefundenen Zusammenhangs zwischen Rißgeschwindigkeit und Spannungsintensität erschienen /48-52/ u.a. Fett /21/ geht davon aus, daß das Aufbrechen der Atombindungen, das Überwinden des Morse- bzw. Lennard-Jones-Potentials, über Wärmefluktuationen erfolgt. Von N_0 thermischen Stößen überschreiten N_1 die mit zunehmender äußerer Belastung abnehmende Potentialschwelle ΔU, die ein Auflösen der Bindung zur Folge hat:

$$N_1 = N_0 \exp\left(-\frac{\Delta U}{kT}\right) \tag{3.53}$$

(k = Boltzmannkonstante)

Die Reaktionskraft des umliegenden Materials führt zu einer Senke in der atomaren Potentialkurve. Von N_1 aufgebrochenen Bindungen überwinden in umgekehrter Richtung N_2 das Potential ΔW und schließen sich wieder:

$$N_2 = N_1 \exp\left(-\frac{\Delta W}{kT}\right) \tag{3.54}$$

ΔW strebt gegen Null mit abnehmender Belastung. Für $K_I = K_{I0}$ ist $\Delta W = 0$ und somit $N_2 = N_1$. Da gleich viele Bindungen aufbrechen wie sich schließen, erfolgt kein Rißzuwachs.

Der Schwellwert K_{I0} wird auch von anderen Modellen theoretisch begründet. Pollet und Burns /50/ beispielsweise betrachten in Anlehnung an Überlegungen zur Wandergeschwindigkeit von Versetzungen atomare Energieschwellen und -senken entlang der zu bildenden Rißebene. Das thermische Überwinden der Hindernisse hat erst beim Anlegen einer Kraft oberhalb eines Grenzwerts K_{I0}, weil neue Oberflächen gebildet werden müssen, eine Vorzugsrichtung.

Bei vernachlässigbaren Reaktionskräften im Fett-Modell (d.h. $N_2 << N_1$) läßt sich der Exponent N aus Gl. (3.52) physikalisch interpretieren:

$$N = \frac{U_0}{2kT} \tag{3.55}$$

U_0 ist die Dissoziationsenergie, aus der sich je nach Höhe der äußeren Belastung ΔU berechnet. Die in U_0 enthaltene Verdampfungsarbeit verhält sich umgekehrt proportional zum Partialdruck. Mit einer Diffusionspumpe lassen sich Partialdrücke nicht verhältnisgleich absenken. Nach Gl. (3.55) wäre (mit N_{Luft}= 11,7 und N_{Vak}= 10,5) im Vakuum, in dem experimentiert wird, U_0 von HIPSiC ca. 10% geringer als an Luft. Dies setzt voraus, daß der zum Bruch führende Riß Kontakt zum Umgebungsmedium hat. Nach dem Fettschen Modell ist dann ebenfalls eine Abnahme von K_{IC} um 10% zu erwarten; bei gleichbleibenden atomaren Abständen verhalten sich die maximalen Bindungskräfte wie die Potentiale. Bei gleicher Spannung und Anfangsrißlänge wird die Lebensdauer kürzer. In Anlehnung an Gl. (3.41) - (3.44) läßt sich schreiben (hier: F(t) = 1, σ_c = Inertfestigkeit):

$$t_B \sim \left(\frac{\sigma^*}{\sigma_c^*}\right)^{-N}$$

und damit ($\sigma_c^* \sim K_{IC}$):

$$\frac{t_{BVak}}{t_{BLuft}} = \left(\frac{K_{ICVak}}{K_{ICLuft}}\right)^N \approx 0{,}3 \tag{3.56}$$

Experimentell werden eher größere Unterschiede gemessen, deren Ursache Spannungrelaxationsvorgänge sein könnten. Diese gewinnen um so mehr an Bedeutung, je länger die Versuchszeit ist.

Die unterkritische Rißausbreitung erfolgt intergranular, weil die Bindungen in den Korngrenzen am schwächsten sind.

3.6 Schlußfolgerungen

Die in Kap. 2 dargestellten Eigenschaften eines sich plastisch verformenden Biegebalkens nehmen Einfluß auf die langsame Rißausbreitung. Obwohl die Spannungen in den einzelnen Fasern nicht genau bekannt sind, lassen sich durch Verändern der Probengeometrie und -abmessung Parameter wie Randzugspannung und Kriechverformung in den einzelnen Biegefasern hinreichend genau bestimmen, um zuverlässige Lebensdauervorhersagen treffen zu können. Dabei wird davon ausgegangen, daß die Kriechschädigung in Form von Poren und Mikrorissen proportional zur Kriechdehnung ist.

Experimentell wesentlich aufwendiger zu realisieren ist der Zugprüfstand für Keramik. Zum Kriechen haben Zugexperimente in den USA /31,35/ und Japan /16,113/ keine wesentlich neuen Erkenntnisse gebracht. Die in dieser Arbeit dargelegten Vorstellungen zur unterkritischen Rißausbreitung in HPSN unter reinen Zugbedingungen zu überprüfen, könnte Gegenstand weiterer Arbeiten sein.

Die in dieser Arbeit zusammengestellten Daten und die daraus ableitbaren Schlußfolgerungen, das Kriechen und die langsame Rißausbreitung betreffend, sind keineswegs als auf HPSN und HIPSiC beschränkt anzusehen, sondern sind charakteristisch für keramische Stoffe mit und ohne Glasphase. Lewis und Karunaratne /114,115/ haben an SiAlON unterschiedlicher Zusammensetzung Kriechuntersuchungen an Biegeproben und Rißausbreitungsmessungen mit Hilfe der Doppeltorsionstechnik durchgeführt. Ähnlich wie HIPSiC ist das von ihnen untersuchte korngrenzenphasenlose Material nur zu einem transienten Kriechen fähig, der kritische Spannungintensitätsfaktor K_{IC} fällt mit zunehmender Temperatur leicht ab, und der bei 1400°C gemessene N-Wert aus dem v-K-Gesetz beträgt 13. Letzteres wird mit dem Rißausbreitungsmodell durch Diffusion von Chuang /52/ diskutiert, insbesondere weil es auch hier wie bei HIPSiC einen K_{I0}-Wert zu geben scheint. Das korngrenzenphasenhaltige SiAlON-Material dagegen erleidet starke Kriechverformung, wobei die Spannungsabhängigkeit bei $n \approx 1{,}5$ liegt. Für K_{IC} werden in einem mittleren Temperaturbereich relativ hohe Werte gemessen und der N-Wert zur Charakterisierung der Rißausbreitung ist mit etwa 7 ähnlich hoch dem für HPSN. Ein K_{I0}-Wert konnte nicht festgestellt werden.

4. Zusammenfassung und Schluß

Das Hochtemperaturkriechverhalten und die gleichzeitig ablaufende unterkritische Rißausbreitung in HPSN und HIPSiC werden in vorliegender Arbeit untersucht und beschrieben. HPSN mit MgO bzw. Y_2O_3 Zusatz enthält eine amorphe, unter Hochtemperaturbedingungen viskose Korngrenzenphase. HIPSiC, das keine zweite Phase enthält, dient als Vergleichsmaterial. Experimentiert wird im 4-Punkt-Biegeverfahren. Die Ergebnisse lassen sich wie folgt zusammenfassen:

1. Mit zunehmender Temperatur bzw. abnehmender Viskosität der Korngrenzenphase nimmt die Verformungsgeschwindigkeit von HPSN zu, der Exponent c aus dem primären $\dot{\varepsilon} \sim t^c$-Gesetz steigt von - 1 auf - 0,5 an, der Spannungsexponent n aus dem Norton-Ansatz ($\dot{\varepsilon} \sim \sigma^n$) von 1 auf 2. Die Verformungsraten unter Zug werden wesentlich größer als bei gleicher Spannung unter Druck.

2. Das primäre bzw. transiente Kriechen von HPSN kann mit Hilfe eines mechanischen Zweiphasenmodells erklärt werden. Die Probenversteifung, gemessen in Abhängigkeit von der Kriechverformung, läßt sich als Zunahme der Kornkontaktstellen bzw. Kornverhakungen deuten. Diese behindern die Relativverschiebung benachbarter Si_3N_4-Körner, die durch einen viskosen Glasfilm voneinander getrennt sind. Das Reaktivieren solcher Blockierungen ist durch Diffusions- oder Lösungs- und Wiederausscheidungsvorgänge möglich. Dann werden stationäre, also zeitlich konstante Kriechgeschwindigkeiten realisierbar.

3. Je nach Versuchsart - statische Belastung, ansteigende Belastung oder zeitlich konstante Gesamtverformung - werden unterschiedliche Spannungsabhängigkeiten des Kriechens gemessen. Sie lassen sich durch das spannungsinduzierte Bilden von Poren, das Wachsen dieser Poren in Akkommodation zur Kriechverformung sowie durch das ebenfalls spannungsabhängige Schließen derselben erklären. Die unter Zugspannung wesentlich stärkere Neigung zur Porenbildung führt zum unterschiedlichen Zug/Druck-Kriechverhalten.

4. Die unter Kriechbedingungen an HPSN gemessenen Lebensdauern lassen sich mit Hilfe eines erweiterten Griffith-Ansatzes nachvollziehen. Der zugrundegelegte Mechanismus der Rißausbreitung ist das Bilden und Wachsen von Mikrorissen bzw. Poren im Spannungsfeld vor der Rißspitze und in der Gesamtprobe. Sie stellen einer Rißverlängerung Oberflächenenergie zur Verfügung und senken dadurch den Rißwiderstand. Die Rißausbreitungsgeschwindigkeit ergibt sich aus der Zeit dt, die nötig ist zur Bereitstellung der Hohlräume, durch die eine Rißverlängerung um da energetisch möglich wird.

5. Das Relaxieren der Randzugspannung in der Biegeprobe vermindert die Spannungsintensität an der Rißspitze und hat damit lebensdauerverlängernde Wirkung. An HPSN(Mg) werden bei langsamer Rißgeschwindigkeit die effektiven Spannungen im Rißspitzenbereich durch Kriechvorgänge abgebaut, und der Riß kommt zum Stehen. Ein Wiederanstieg der Rißgeschwindigkeit, der zum Probenbruch führt, ist eine Folge von Kriechschädigung durch Porosität.

6. Ist die Spannungsabhängigkeit des Porenöffnens und -schließens dieselbe, dann dürfte ein Zusammenhang zwischen dem Rißwachstumsparameter N und dem Spannungsabklingverhalten im Relaxationstest bestehen.

7. Beim Übergang zu zyklierender Belastung ist bei Frequenzen bis zu 4 Hz keine Änderung im Rißausbreitungsmechanismus festzustellen.

8. Die Kriechverformung von HIPSiC ist noch bei höchsten Temperaturen minimal. Die Rißausbreitung in HIPSiC ist wie für HPSN bei mittleren Temperaturen nicht aus einem energetischen Ansatz herzuleiten.

Die beiden untersuchten HPSN-Materialien unterscheiden sich hinsichtlich der niedrigeren Erweichungstemperatur der Korngrenzenphase von HPSN(Mg) im Vergleich zu HPSN(Y), sowie des geringeren Anteils dieser Phase im Gefüge von HPSN(Mg). Ob hier die Ursache des während des Kriechversuchs andersartigen Versteifungsverhaltens und des bei HPSN(Mg) beobachteten typischen Kriechbruchs zu suchen ist, müßte in weiteren Untersuchungen geklärt werden.

Wie die Keramik "schlagfest modifiziert", der K_{IC}-Wert angehoben und unterkritische Rißausbreitung möglichst vermieden werden kann, daran wird intensiv geforscht. Aus thermodynamischen Gründen bleibt die Umwandlungsverstärkung durch eine zweite Phase dem unteren Temperaturbereich vorbehalten. Bei hohen Temperaturen kann das Erweichen einer Glasphase zu einem Zähigkeitszuwachs führen, der aber mit einer abnehmenden Kriechbeständigkeit verbunden ist. Ein höherer Rißwachstumsparameter N, der bei gleichbleibendem K_{IC} eine geringere Anfälligkeit gegenüber langsamer Rißausbreitung mit sich bringt, dürfte nach in dieser Arbeit gewonnen Erkenntnissen durch eine "enge" Verteilungsdichte von Gefügeinhomogenitäten und möglichst kleinen Gefügeinhomogenitäten erreicht werden. Ist die Hohlraumbildung erschwert, dann ist es auch die Rißausbreitung; dies allerdings gilt für einen Temperaturbereich, in dem nicht nur die Rißausbreitung sondern auch die Kriechverformung die Einsatzmöglichkeiten begrenzt.

Literaturverzeichnis

/1/ W. Bunk, M. Böhmer, H. Kißler, Keramische Komponenten für Fahrzeuggasturbinen, Bd. I, II, III, Springer Verlag Berlin, 1978, 1980, 1984

/2/ N. Claussen, Fracture Toughness of Al_2O_3 with an Unstabilized ZrO_2 Dispersed Phase, J. Am. Ceram. Soc. 59 (1976) 49 - 51

/3/ W.D. Kingery, H.K. Bowen, D.R. Uhlmann, Introduction to Ceramics, 2. Auflage, John Wiley, New York 1975

/4/ D. Hull, D.E. Rimmer, The Growth of Grain-boundary Voids under Stress, Philos. Mag. 4 (1959) 673 - 687

/5/ G. Grathwohl, Creeps and Fracture of Hot-Pressed Silicon Nitride with Natural and Artificial Flaws, in: Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures, Ed. by B. Wilshire, D.R.J. Owen, Pineridge Press, Swansea 1984, 515

/6/ T. Epicier, G. Orange, Electron Microscopy Study of the Microstructure of a Hot-Pressed Silicon Nitride, Ceram. Int. 8 (1982) 154 - 158

/7/ D. Steinmann, Untersuchung des langsamen Rißwachstums von heißgepreßtem Siliziumnitrid bei hohen Temperaturen, Dissertation, Universität Karlsruhe, 1982

/8/ F.F. Lange, Silicon nitride polyphase systems: fabrication, microstructure and properties, Review 247, Int. Met. Rev., 1980, 1 - 20

/9/ P. Popper, Sintering of Silicon Nitride, A Review, Progress in Nitrogen Ceramics, F. Riley Ed., Martinus Nijhoff Publishers, Boston 1983, 187 - 210

/10/ H. Scholze, Glas, 2. Auflage, Springer Verlag, Berlin 1977

/11/ R. Hamminger, Gefüge, Korngrenzen und Eigenschaften gesinterter und isostatisch heißgepreßter SiC-Werkstoffe, Dissertation, Universität Karlsruhe, 1985

/12/ Dubbel, Taschenbuch für den Maschinenbau, 13. Auflage, Springer Verlag Berlin, 1974

/13/ D. Bethge, Rißausbreitung und Kriechverhalten von HPSN bei 1300°C, Diplomarbeit, Universität Karlsruhe, 1982

/14/ J. Harper, J.E. Dorn, Viscous Creep of Aluminium near its Melting Temperature, Acta Met. 5 (1957) 654 - 665

/15/ O.S. Brüller, Theoretische Untersuchungen zum Kriechverhalten und Kriechversagen von Kunststoffen, Dissertation, RWTH Aachen, 1978

/16/ F. Wakai, S. Sakaguchi, Y. Matsuno, H. Okuda, Tensile Creep Test of Hot-Pressed Si_3N_4, Proc. First Internat. Symposium on Ceramic Components for Engine, Ed. by S. Somiya, E. Kanai, K. Ando, D. Reidel publ. Comp. Dordrecht, 1984, 279 - 285

/17/ G.W. Ehrenstein, Polymerwerkstoffe, Carl Hanser Verlag München 1978

/18/ W.R. Cannon, T.G. Langdon, Review Creep of Ceramics, J. Mat. Sci. 18 (1983) 1 - 50

/19/ H. Kraus, Creep Analysis, John Wiley, New York, 1980

/20/ S. Timoshenko, Strength of Materials, Part II, Advanced Theory and Problems, Princeton, van Nostrand, 1968

/21/ T. Fett, Lebensdauervorhersage an keramischen Werkstoffen mit den Methoden der Bruchmechanik bei elastischem und viskoelastischem Materialverhalten, Dissertation, Universität Karlsruhe, 1983

/22/ H. Cohrt, Mechanik und Mechanismen des Biegekriechens von reaktionsgebundenem Siliziumkarbid, Dissertation, Universität Karlsruhe, 1984

/23/ I. Finnie, Method for Predicting Creep in Tension and Compression from Bending Tests, J. Am. Ceram. Soc. 49 (1966) 218 - 220

/24/ P.K. Talty, R.A. Dirks, Determination of Tensile and Compressive Creeps Behaviour of Ceramic Materials from Bend Tests, J. Mat. Sci. 13 (1978) 580 - 586

/25/ B. Ilschner, Hochtemperatur-Plastizität, Springer Verlag Berlin, 1973 49

/26/ U. Ernstberger, Oxidations- und Kriechverhalten von dichten Siliziumnitridwerkstoffen verschiedener Zusammensetzung, Dissertation, Universität Karlsruhe, 1985

/27/ W. Engel, E. Gugel, F. Thümmler, Kriechen von Siliziumnitrid bei hohen Temperaturen, Science of Ceramics 7 (1973) 415 - 430

/28/ G. Grathwohl, Regimes of Creep and Slow Crack Growth in High-Temperature Rupture of Hot-Pressed Silicon Nitride, in: Deformation of Ceramics II, Ed. by R.E. Tressler, R.C. Bradt, Plenum Press, New York, 1984, 573

/29/ H.A. Schäffer, Sauerstoff- und Siliziumdiffusion in silicatischen Gläsern, Habilitation, Universität Erlangen, 1980

/30/ J.M. Brich, B. Wilshire, D.J. Godfrey , Deformation and Fracture Processes during Creep of Reaction Bonded and Hot Pressed Silicon Nitride, Proc. Brit. Ceram. Soc. 26 (1978) 141 - 154

/31/ R. Kossowsky, D.G. Miller, E.S. Diaz, Tensile and Creep Strengths of Hot-Pressed Si_3N_4, J. Mat. Sci. 10 (1975) 983 - 997

/32/ T. Fett, D. Munz, Determination of transient creep parameters for HPSN by dynamic bending tests, J. Mat. Sci. 19 (1984) 1791 - 1798

/33/ G. Grathwohl, Kriechen von reaktionsgesintertem Siliziumnitrid, Dissertation, Universität Karlsruhe, 1978

/34/ F.F. Lange, B.I. Davis, D.R. Clarke, Compressive Creep of Si_3N_4/MgO Alloys, Part 1, 2, 3, J. Mat. Sci. 15 (1980) 601 - 618

/35/ R.M. Arons, J.K. Tien, Creep and strain recovery in hot-pressed silicon nitride, J. Mat. Sci. 15 (1980) 2046 - 2058

/36/ E. Orowan, Problems of Plastic Gliding, Proc. Phys. Soc. 52 (1940) 8 - 22

/37/ R.C. Gifkins, K.U. Snowden, Mechanism for "Viscous" Grain-boundary Sliding, Nature 212 (1966) 916 - 917

/38/ M.F. Ashby, R. Raj, R.C. Gifkins, Diffusion-Controlled Sliding at a Serrated Grain Boundary, Scripta Metall 4 (1970) 737 - 742

/39/ E.A. Dean, J.A. Lopez, Empirical Dependence of Elastic Moduli on Porosity for Ceramic Materials, J. Am. Ceram. Soc. 66 (1983) 366 - 370

/40/ A. Venkateswaran, P.H.D. Hasselman, Creep Analysis of Bend Specimens Subject to Tensile Cracking, J. Am. Ceram. Soc. 67 (1984) C144 - 145

/41/ W.D. Kingery, Densification during Sintering in the Presence of a Serrated Grain Boundary, Scripta Metall 4 (1970) 737 - 742

/42/ T.S. Yen, H.R. Zhuang, W.L. Li, S.L. Wen, X.R. Fu, Sintering Characteristics of Some Fine Si_3N_4 Powders by Different Preparatory Methods, in: Proc. First Internat. Symposium on Ceramic Components for Engine, Ed. by S. Somiya, E. Kanai, K. Ando, D. Reidel Publ. Co., Dordrecht, 1984, 218

/43/ D.P.H. Hasselman, A. Venkateswaran, Role of Cracks in the Creep Deformation of Brittle Polycristalline Ceramics, J. Mat. Sci. 18 (1983) 161 - 172

/44/ W. Weibull, A Statistical Distribution Function of Wide Applicability, J. Appl. Mech. 18 (1951) 293 - 297

/45/ F. F. Lange, Non-Elastic Deformation of Polycristals with a Liquid Boundary Phase, in: Deformation of Ceramic Materials, Ed. by R.C. Bradt, T.E. Tressler, Plenum Press, New York, 1983, 361 - 381

/46/ A. Troost, Einführung in die allgemeine Werkstoffkunde metallischer Werkstoffe I, B.I. Wissenschaftsverlag, Mannheim, 1980

/47/ T. Maier, Rißausbreitung an HIPSiC bei hohen Temperaturen, Wissenschaftliche Arbeit für das Lehramt an beruflichen Schulen, Universität Karlsruhe, 1984 (Betreuer: D. Bethge)

/48/ B. R. Lawn, An atomistic model of kinetic crack growth in brittle solids, J. Mat. Sci. 10 (1975) 469 - 480

/49/ R. Raj, M.F. Ashby, Intergranular Fracture at Elevated Temperature, Acta Met. 23 (1975) 653 - 666

/50/ J.C. Pollet, S.J. Burns, Thermally activated crack propagation - theory, Int. J. of Fracture 13 (1977) 667 - 679

/51/ V. Vitek, Diffusional Growth of Intergranular Cavities in Uniform Stress Field and Ahead of Crack-like Stress Concentrator, Met. Sci. 14 (1980)

/52/ T. Chuang, A Diffusive Crack-Growth Model for Creep Fracture, J. Am. Ceram. Soc. 65 (1982) 93 - 103

/53/ D.S. Wilkinson, V. Vitek, The Propagation of Cracks by Cavitation: A General Theory, Acta Met. 30 (1982) 1723 - 1732

/54/ M.D. Thouless, C.H. Hsueh, A.G. Evans, A Damage Model of Creep Crack Growth in Polycrystals, Acta Met. 31 (1983) 1675 - 1687

/55/ R.L. Tsai, R. Raj, Creep Fracture in Ceramic Containing Small Amounts of a Liquid Phase, Overview 18, Acta Met. 30 (1982) 1043 - 1058

/56/ B.F. Dyson, Constraints on Diffusional Cavity Growth Rates, Metal Sci. 10 (1976) 349 - 353

/57/ K. Kriz, Einfluß der Mikrostruktur auf die langsame Rißausbreitung und mechanische Eigenschaften von heißgepreßtem Siliziumnitrid zwischen Raumtemperatur und 1500°C, Dissertation, Universität Erlangen, 1983

/58/ F.F. Lange, High Temperature Strength Behaviour of Hot-Pressed Si_3N_4: Evidence of Subcritical Crack Growth, J. Am. Ceram. Soc. 57 (1974) 84 - 87

/59/ D.W. Richerson, Effect of Impurities on the High Temperature Properties of Hot-Pressed Silicon Nitride, Ceram. Bull. 52 (1973) 560

/60/ D.R. Clarke, High Temperature Environmental Strength Degradation of a Hot-Pressed Silicon Nitride: An Experimental Test, J. Am. Ceram. Soc. 66 (1983) 156 - 158

/61/ K. James, K.H.G. Ashbee, Plasticity of Hot Glass Ceramics, Progress in Mat. Sci. 21 (1975) 3 - 59

/62/ S.H. Knickerbocker, A. Zangvil, S.D. Brown, Displacement Rate and Temperature Effect in Fracture of a Hot-Pressed Silicon Nitride at 1100°C to 1325°C, J. Am. Ceram. Soc. 67 (1984) 365 - 368

/63/ D. Munz, G. Himsolt, J. Eschweiler, Effect of Stable Crack Growth on Fracture Toughness Determination for Hot Pressed Silicon Nitride at Elevated Temperatures, in: Fracture Mechanics Methods for Ceramics, Rocks and Concrete, ASTM STP 745, Ed. by S.W. Freiman, E.R. Fuller, 1981, 69 - 84

/64/ J.J. Petrovic, L.A. Jacobson, P.K. Talty, A.K. Vasudevan, Controlled Surface Flaws in Hot-Pressed Si_3N_4, J. Am. Ceram. Soc. 58 (1975) 113 - 116

/65/ J.J. Petrovic, L.A. Jacobson, Controlled Surface Flaws in Hot-Pressed SiC, J. Am. Ceram. Soc. 59 (1976) 34 - 37

/66/ F.F. Lange, S.C. Singhal, R.C. Kuznicki, Phase Relations and Stability Studies in the Si_3N_4-SiO_2-Y_2O_3 Pseudoternary System, J. Am. Ceram. Soc. 60 (1077) 249 - 252

/67/ H. Cramer, Oxidation verschiedener heißgepreßter Siliziumnitrid-Materialien, Diplomarbeit, Universität Karlsruhe, 1980

/68/ F.F. Lange, High Temperature Deformation and Fracture Phenomena of Polyphase Si_3N_4-Materials, in: Progress in Nitrogen Ceramics, R.L. Riley Ed., Marinus Nijhoff Publishers, Boston 1983, 467 - 490

/69/ C.Q. Weaver, J.W. Lucek, Optimization of Hot-Pressed Si_3N_4-Y_2O_3-Materials, Ceram. Bull. 57 (1978) 1131 - 1136

/70/ D.R. Clarke, G. Thomas, Microstructure of Y_2O_3 Fluxed Hot-Pressed Silicon Nitride, J. Am. Ceram. Soc. 61 (1978) 114 - 118

/71/ G.H. Frischat, G. Tomandl, Mößbaueruntersuchung von Wertigkeitsverhältnis und Koordination des Eisens in Silicatgläsern, Glastechn. Ber. 42 (1969) 182 - 185

/72/ R.E. Loehman, Preparation and Properties of Yttrium-Silicon-Aluminium Oxynitride Glasses, J. Am. Ceram. Soc. 62 (1979) 491 - 494

/73/ Powder Diffraction File, Inorganic Phases, JCPDS USA, 1983

/74/ G.W. Morey, The Properties of Glass, Am. Chem. Soc. Monographic Series, New York, Vol. 77

/75/ H. Hahn,Bruchmechanik, Teubner Verlag, Stuttgart, 1976

/76/ G.R. Irwin, Fracture, in: Handbuch der Physik, S. Flügge Hrsg., Band VI: Elastizität und Plastizität, Springer Verlag Berlin 1958, 551 - 590

/77/ W.F. Brown, J.E. Srawley, Plane Crack Toughness Testing of High Strength Metallic Materials, ASTM STP 410, Philadelphia, 1967

/78/ J.R. Rice, A Path Independent Integral and the Approximate Analysis of Strain Concentration by Notches and Cracks, J. Appl. Mechan., Trans. ASME, 1968, 379 - 386

/79/ J.W. Hutchinson, Singular Behaviour at the End of a Tensile Crack in a Hardening Material, J. Mech. Phys. Solids 16 (1968) 13 - 31

/80/ J.R. Rice, G.F. Rosengreen, Plane Strain Deformation near a Crack Tip in a Power-Law Hardening Material, ibid. 1 - 12

/81/ N.J. Hoff, Stress distribution in the presence of creep, in: High Temperature effects in aircraft structures, N.J. Hoff Ed., Pergamon Press, London 1958, 248 - 266

/82/ J.D. Landes, J.A. Begley, A Fracture Mechanic Approach to Creep Crack Growth, in: Mechanics of Crack Growth, ASTM STP 590, 1976, 128 - 148

/83/ K.M. Nikbin, G.A. Webster, C.E. Turner, Relevance of Nonlinear Fracture Mechanics to Creep Cracking, Cracks and Fracture, ASTM STP 601, 1976, 47 - 62

/84/ R.A. Ainsworth, Some Observations on Creep Crack Growth, Int. J. Fracture 20 (1982) 147 - 159

/85/ A.C.F. Cocks, M.F. Ashby, The Growth of a Dominant Crack in a Creeping Material, Scripta Metallurgica 16 (1982) 109 - 114

/86/ H. Riedel, Creep Deformation at Crack Tips in Elastic-Visoplastic Solids, J. Mech. Phys. Solids 29 (1981) 35 - 49

/87/ H. Riedel, J.R. Rice, Tensile Cracks in Creeping Solids, Fracture Mechanics, ASTM STP 700, 1980, 112 - 130

/88/ C.Y. Hui, H. Riedel. The asymptotic stress and strain field near the tip of a growing crack under creep conditions, Int. J. Fracture 17 (1981) 409 - 425

/89/ F.K.G. Odqvist, J. Hult, Kriechfestigkeit metallischer Werkstoffe, Springer Verlag, Berlin, 1962

/90/ E.G. Ellison, M.P. Harper, Creep Behaviour of Components Containing Cracks - A Critical Review, J. Strain Analysis 13 (1978) 35 - 51

/91/ A.A. Griffith, The Phenomena of Rupture and Flow in Solids, Phil. Trans. Roy. Soc. London A221 (1921) 163 - 198

/92/ D.P.H. Hasselman, D.A. Krohn, R.C. Bradt, T.A. Coppola, The Griffith Criterion and the Reversible and Irreversible Fracture of Brittle Materials, in: Fracture Mechanics of Ceramics, Vol. 2, Ed. by R.C. Bradt, D.P.H. Hasselman, F.F. Lange, Plenum Press, New York, 1974, 749 - 755

/93/ V.I. Vladimirow, Einführung in die physikalische Theorie der Plastizität und Festigkeit, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig 1976, 234

/94/ R. Dutton, The Propagation of Cracks by Diffusion, Fracture Mechanics of Ceramics, Vol. 2, Ed. by R.C. Bradt, D.P.H. Hasselman, F.F. Lange, Plenum Press, New York, 1974, 647 - 657

/95/ W.R. Blumenthal, Ph.D. Thesis, Mechanical Response of Ceramics to Creep Loading, University of California, Berkeley, 1983

/96/ R.K. Govila, Indentation-Precracking and Double-Torsion Methods for Measuring Fracture Mechanics Parameters in Hot-Pressed Si_3N_4, J. Am. Ceram. Soc. 63 (1980) 319 - 326

/97a/ B.J. Dalgleish, S.M. Johnson, A.G. Evans, High Temperature Failure of Polycrystalline Alumina: I, Crack Nucleation, J. Am. Ceram. Soc. 67 (1984) 741 - 750

/97b/ W. Blumenthal, A.G. Evense, II, Creep Crack Growth and Blunting, ibid. 751 - 759

/97c/ S.M. Johnson, B.J. Dalgleish, A.G. Evans, III, Failure times, ibid. 759 - 763

/98/ H.G. Schmid, Analytische Beschreibung geschwindigkeitsabhängiger Klebeffekte bei Keramiken mit Glasphasenanteil, in: Hochtemperaturreaktionen keramischer Werkstoffe unter besonderer Berücksichtigung nichtlinearer, quasiplastischer Verformung, R.F. Pabst Ed., MPI Stuttgart 1984, 70 - 107

/99/ I.N. Bronstein, K.A. Semedjajew, Taschenbuch der Mathematik, 16. Auflage, Verlag Harri Deutsch, Zürich, 1976

/100/ G. Bräuning, Gewöhnliche Differentialgleichungen, 4. Auflage, Verlag Harri Deutsch, Zürich, 1975

/101/ F.W. Kleinlein, Langsame Rißausbreitung in spröden Werkstoffen im Biegeversuch, Dissertation, Universität Erlangen-Nürnberg, 1980

/102/ C. Gerthsen, H.O. Kneser, H. Vogel, Physik, 13. Auflage, Springer Verlag, Berlin, 1977, 580

/103/ S.C. Singhal, Thermodynamic Analysis of the High-Temperature Stability of Silicon Nitride and Silicon Carbide, Ceram. Int. 2 (1976) 123 - 130

/104/ R. Kossowsky, Cyclic Fatigue of Hot-Pressed Si_3N_4, J. Am. Ceram. Soc. 56 (1973) 531 - 535

/105/ G.G. Trantina, Strength and Life Prediction for Hot-Pressed Silicon Nitride, J. Am. Ceram. Soc. 62 (1979) 377 - 380

/106/ Y. Matsuo, Y. Hattori, Y. Katayama, I. Fukuura, Cyclic Fatigue Behaviour of Ceramics, in: Progress in Nitrogen Ceramics, F.L. Riley Ed., Martinus Nijhoff Publishers, Boston, 1983, 515 - 522

/107/ T. Fett, G. Himsolt, D. Munz, Cyclic Fatigue of Hot-Pressed Silicon Nitride at High Temperatures, wird veröffentlicht

/108/ P. Paris, F. Erdogan, A Critical Analysis of Crack Propagation Laws, J. Bas. Eng., Trans. ASME, 1963, 528 - 534

/109/ D. R. Mosher, R.Raj, R. Kossowsky, Measurement of viscosity of the grain boundary phase in Hot-Pressed Silicon Nitride, J. Mat. Sci. 11 (1976) 49 - 53

/110/ F. Mesch, Meß- und Regelungstechnik I, Vorlesung, Universität Karlsruhe, 1978/79

/111/ R.F. Pabst, Möglichkeiten zur Charakterisierung der langsamen Rißausbreitung bei keramischen Werkstoffen, Ber. dt. keram. Ges. 57 (1980) 1 - 12

/112/ F. Porz, unveröffentlichter Bericht, Kernforschungszentrum Karlsruhe, 1985

/113/ M. Kawai, H. Fujita, Y. Kanki, H. Abe, J. Nakayama, Tensile Testing of Sintered Silicon Carbide and Silicon Nitride, Proc. First Internat. Symposium on Ceramic Components for Engine, Ed. by S. Somicy, E. Kanai K. Ando, D. Reidel Publ. Comp. Dordrecht, 1984, 269 - 278

/114/ B.S.B. Karunaratne, M.H. Lewis, High-temperature fracture and diffusional deformation mechanisms in Si-Al-O-N- ceramics, J. Mat. Sci. 15 (1980) 449 - 462

/115/ M.H. Lewis, B.S.B. Karunaratne, Determination of High-Temperature K_{I-V} Data for Si-Al-O-N- Ceramics, in: Fracture Mechanics Methods for Ceramics, Rocks and Concrete, Ed. by S.W. Freiman, E.R. Fuller Jr., ASTM STP 745, 1981, 13 - 32

/116/ T. Fett, Kernforschungszentrum Karlsruhe, persönliche Mitteilung

Anhang

I Bestimmung der Kriechparameter A^*, n und Q

Stationäre Kriechgeschwindigkeiten werden üblicherweise mit Hilfe des Norton-Gesetzes beschrieben:

$$\dot{\varepsilon}_s^* = A^* \sigma^{*n} \qquad \text{(A1)}$$

In Abb. A1, A3, A4 sind die gemessenen, zeitlich konstanten Verformungsgeschwindigkeiten über die linear-elastisch berechnete Randspannung aufgetragen. Ob stationäre Verformungsgeschwindigkeiten erreicht sind, läßt sich am besten aus der doppellogarithmischen Darstellung, lg $\dot{\varepsilon}^*$ vs. lg t erkennen. Erst wenn $\dot{\varepsilon}^*$ parallel zur Zeitachse verläuft, ist ein stationärer Zustand erreicht. Die Parameter A^* und n sind mit Hilfe der linearen Regression ermittelt. Da HPSN(Y) bei 1200°C keine stationäre Verformungsgeschwindigkeit zeigt, ist die Spannungsabhängigkeit n aus der Kriechgeschwindigkeit 1h nach Versuchsbeginn ermittelt (Abb. A2).

Das unterschiedliche Verformungsverhalten von Trapezproben bei Vorzeichenumkehrung der Belastung ist in Abb. A5 dargestellt. Mit $\dot{f}_{m1}/\dot{f}_{m2}$ ist bei bekannten n A_t/A_c aus Abb. 7 abzulesen.

Die in Tab. 2 angegebenen A_t-Werte lassen sich mit Hilfe von Gl.(2.17) errechnen. Hierzu müssen A^*, n und A_t/A_c zuvor bestimmt worden sein.

Die Elastizitätsmoduln E in Tab. 2 sind aus der elastischen Verformung der Biegeproben zu Kriechversuchsbeginn ermittelt und daher nur als Anhaltswerte zu betrachten.

Die Aktivierungsenergie des Kriechens ist mit Hilfe des Ansatzes

$$A^* \sim \exp\left(-\frac{Q}{kT}\right) \qquad \text{(A2)}$$

zu bestimmen. Durch Vergleich der A^*-Werte bei 1300°C und 1400°C ergibt sich für HPSN(Y) für diesen Temperaturbereich der Wert Q = 215 kJ/mol.

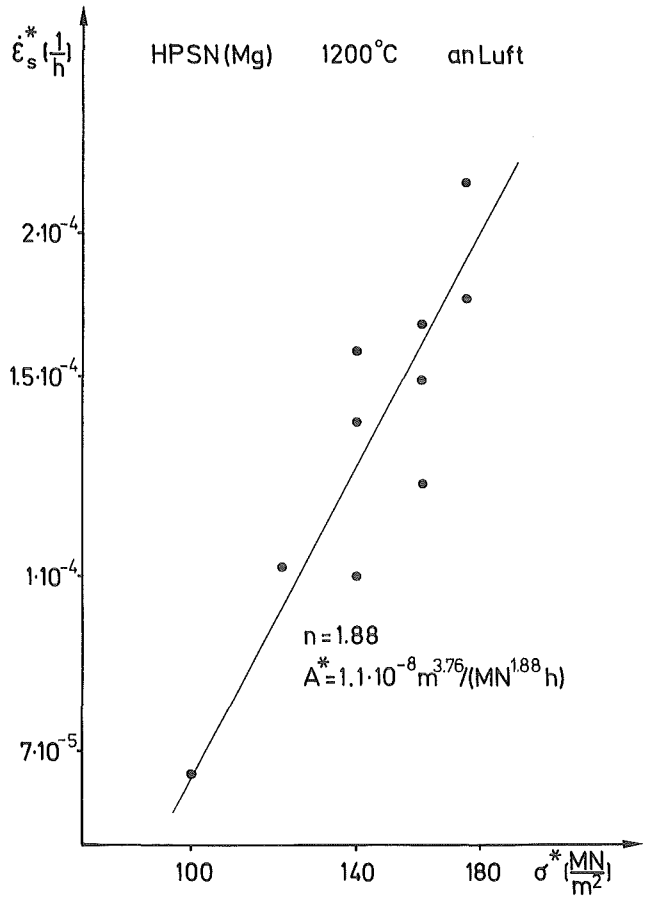


Abb. A1: HPSN(Mg) 1200°C, Verformungsgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Belastung

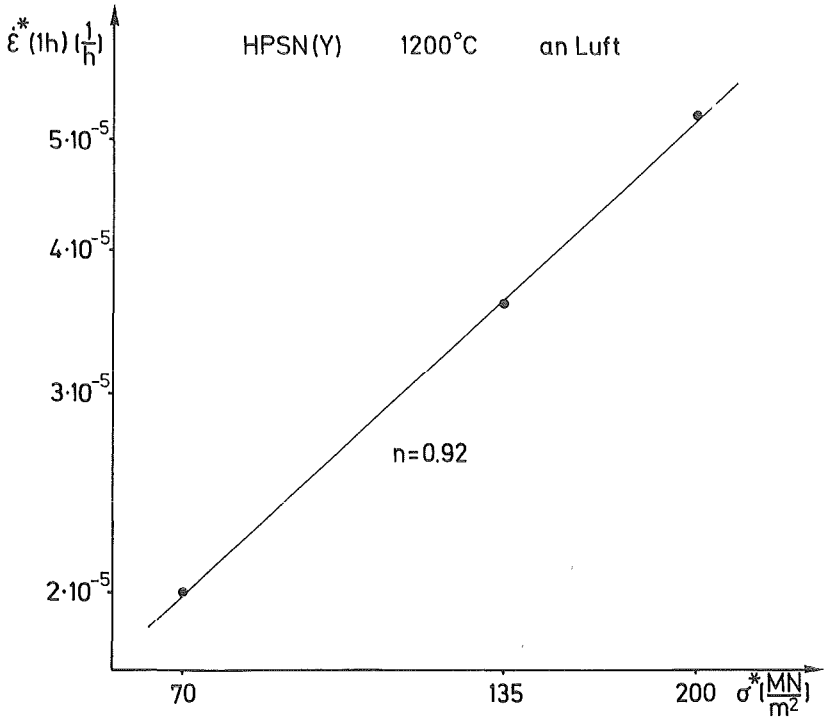


Abb. A2: HPSN(Y) 1200°C, $\dot{\varepsilon}^*$(1h) vs σ^*

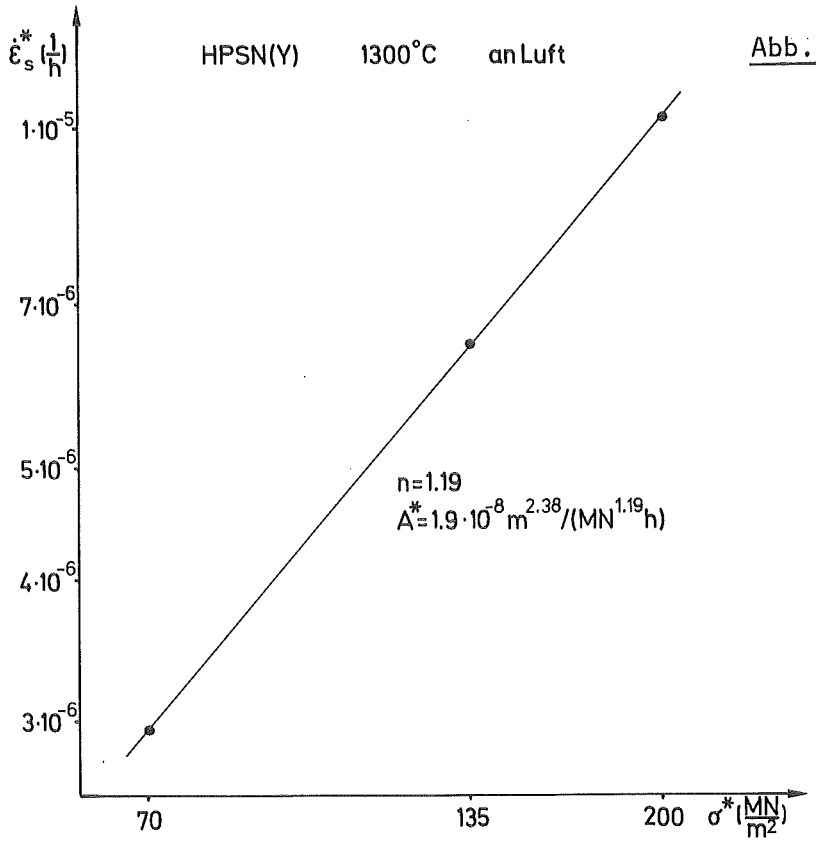


Abb. A4: HPSN(Y) 1300°C $\dot{\varepsilon}_s^*$ vs σ^*

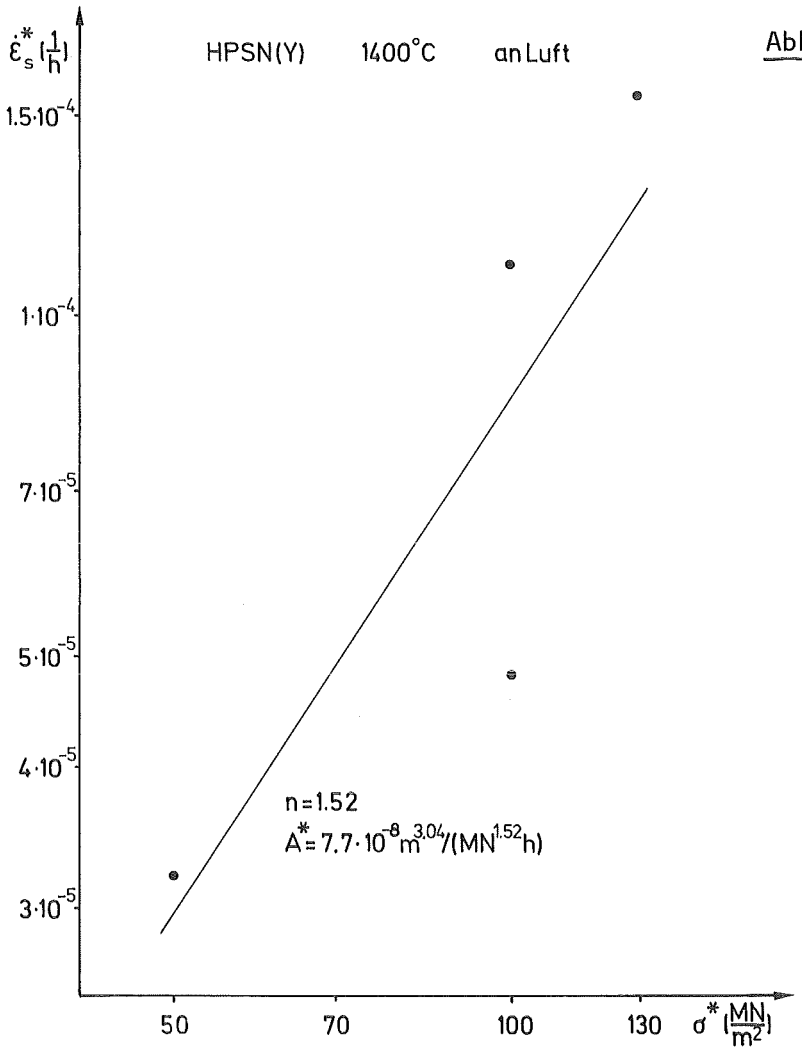


Abb. A5: HPSN(Y) 1400°C $\dot{\varepsilon}_s^*$ vs σ^*

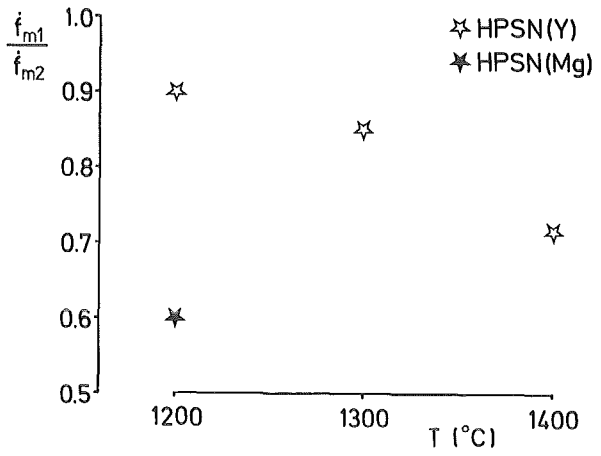


Abb. A5: Verformungsverhalten von Trapezproben bei gleicher Belastung, aber unterschiedlichen Vorzeichens

II Bestimmung des Weibull-Moduls m^* für HPSN(Mg) bei 1200°C

Zur Ermittlung des Weibull-Moduls m^* werden die Lebensdauern von Kriechversuchen nicht vorgeschädigter Proben betrachtet unter Bedingungen, die die Gültigkeit der verwendeten Gesetzmäßigkeiten garantieren. Da das Rißwachstumsgesetz (A3) Kriechschädigung nicht berücksichtigt, werden kurze Standzeiten verlangt bzw. für HPSN(Mg), 1200°C: $\sigma^* \geq 170\ MN/m^2$.

Die Rißausbreitungsgeschwindigkeit

$$\frac{da}{dt} = BK_I^N \tag{A3}$$

wird gesteuert durch die Spannungsintensität

$$K_I = \sigma \sqrt{a}\, Y \tag{A4}$$

bzw. durch die Spannung in der Randzugfaser der Biegeprobe

$$\sigma = \sigma^* \cdot F(t)\ ; \tag{A5}$$

(A3) bis (A5) führt auf:

$$\int_0^{t_B} F(t)^N dt = B^* \cdot \sigma_c^{N-2} \cdot \sigma^{*-N} \tag{A6}$$

mit

$$B^* = \frac{2}{(N-2)BY^2 K_{IC}^{N-2}} \quad , \quad \sigma_c = \frac{K_{IC}}{Y\sqrt{a_o}}$$

Die Inertfestigkeit σ_c unterliegt einer Weibullverteilung:

$$\ln \ln \frac{1}{1-P_f} = m^* \ln \frac{\sigma_c}{\sigma_{co}} \tag{A7}$$

(A7) eingesetzt in (A6)

$$\ln \ln \frac{1}{1-P_f} = \frac{m^*}{N-2} \{\ln \int_o^{t_B} F(t)^N dt + N \ln \sigma^*\} - \frac{m^*}{N-2} \ln B^* - m^* \ln \sigma_{co} \tag{A8}$$

ermöglicht die Aufstellung eins Weibull-Plotts (Abb. A6) /113/.

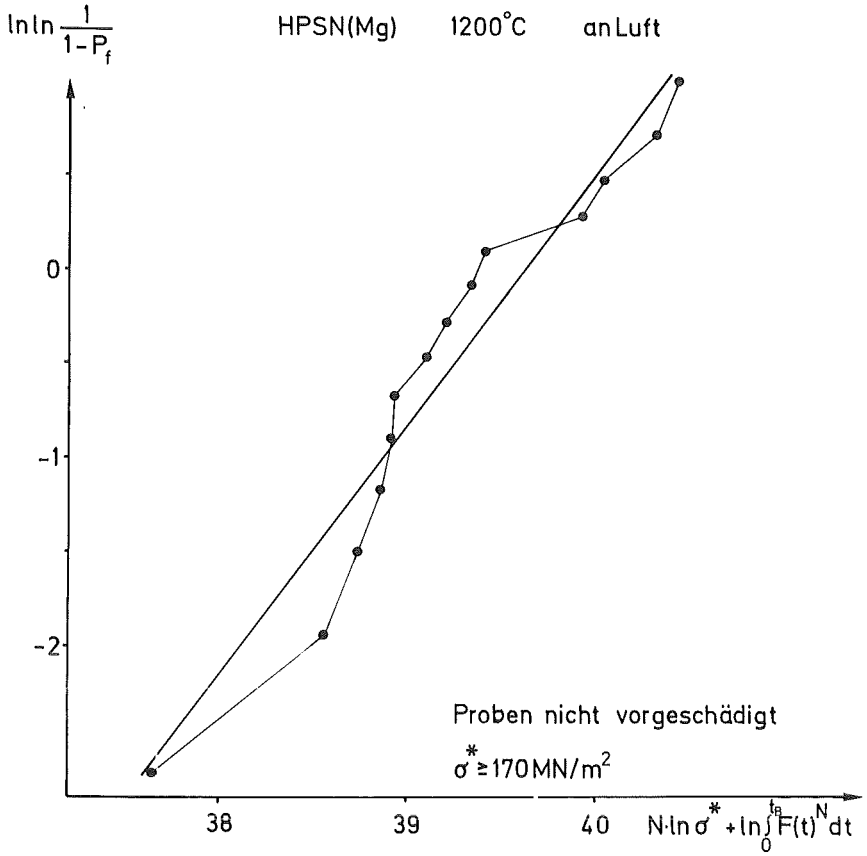


Abb. A6: Weibull-Diagramm für HPSN, 1200°C

Mit den Zahlenwerten aus Tab. 2 und Tab. 4, d.h. N ≈ 7 und F(t), beschrieben durch G. (2.12b), ist $m^* \doteq 6{,}6$. Da Oberflächenfehler zum Versagen führen, ist ein m^*-Wert von 5, der in diesem Werkstoff bei gleichen Bedingungen die Summenhäufigkeit der Gefügeinhomogenitäten charakterisiert (Kap. 2.4.2.1), nicht zu erwarten gewesen.

III Relaxation der Randzugspannung

Die Relaxation der Randzugspannung während des Kriechversuchs nach Gl. (2.12) ist in Abb. A7 einer genaueren Berechnung /116/ gegenübergestellt. Beiden liegt der Ansatz (2.7) zugrunde, /116/ berücksichtigt aber die gesamte Spannungsverteilung im Biegebalken.

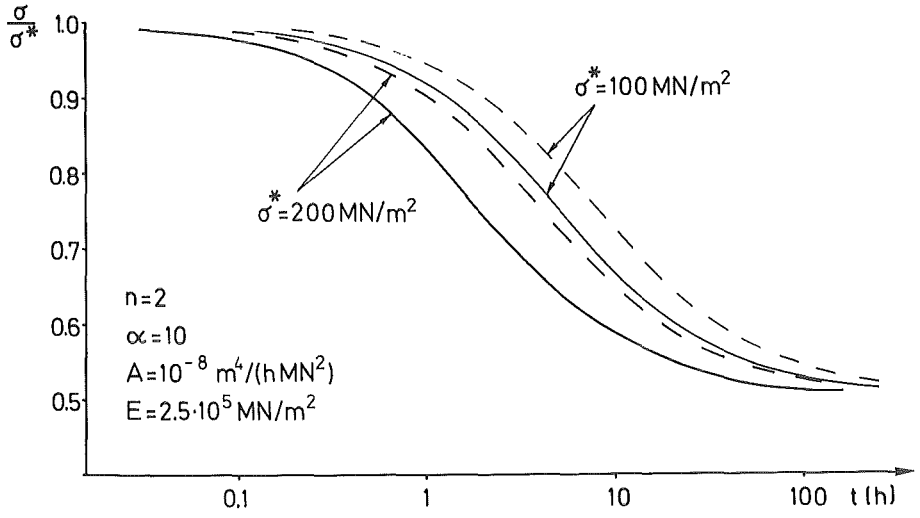


Abb. A7: Relaxation der Randzugspannung nach /116/ und Gl. (2.12) - gestrichelt gezeichnet