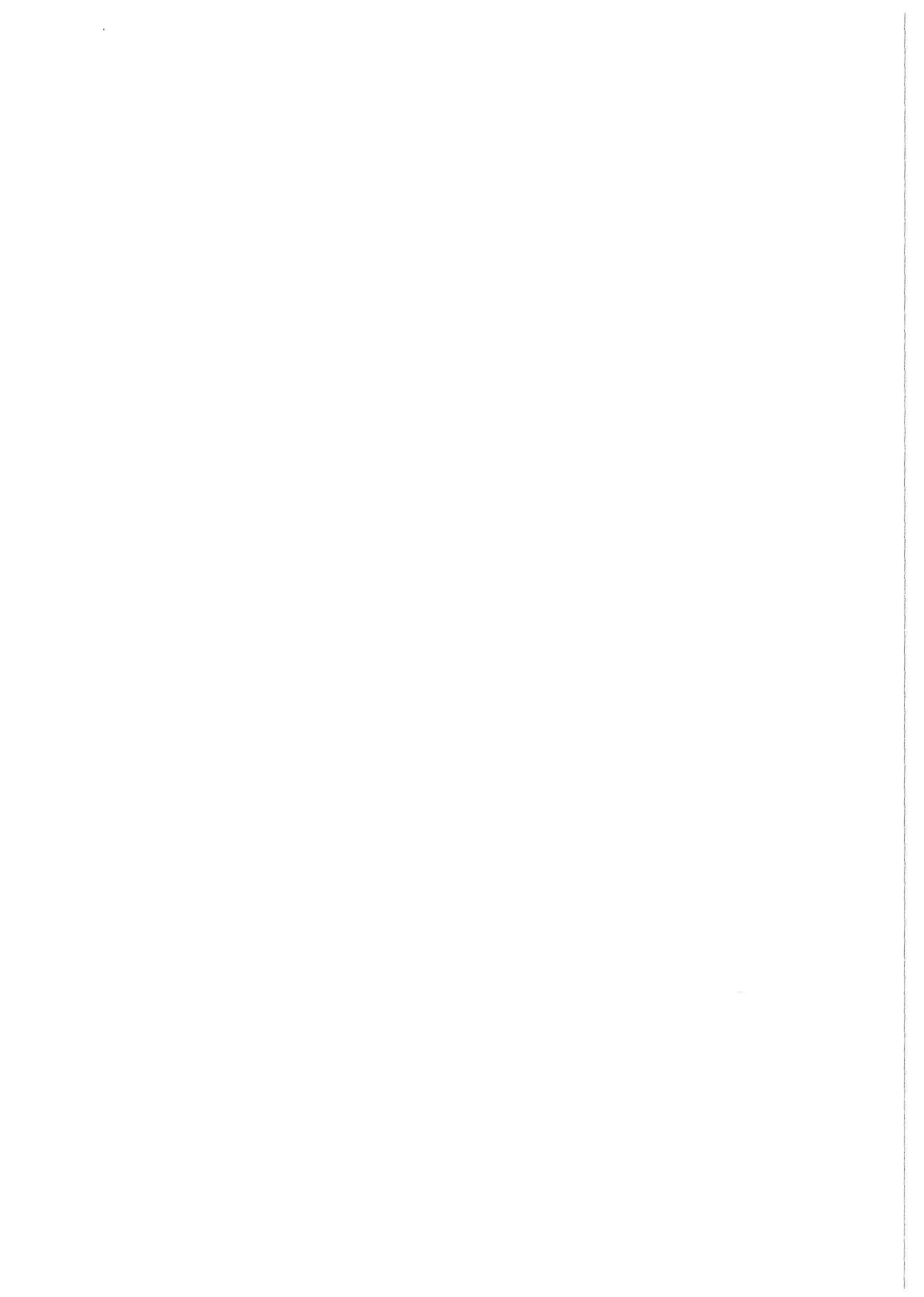


KfK 4209
Juni 1987

Zum Verhalten von Rissen in keramischen Materialien unter statischer, langsam ansteigender und schwellender Belastung

N. Brugger
Institut für Material- und Festkörperforschung

Kernforschungszentrum Karlsruhe



KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

Institut für Material-und Festkörperforschung

KfK 4209

ZUM VERHALTEN VON RISSEN IN KERAMISCHEN MATERIALIEN
UNTER STATISCHER, LANGSAM ANSTEIGENDER
UND SCHWELLENDER BELASTUNG*

Nikolaus Brugger

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

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

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

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH
Postfach 3640, 7500 Karlsruhe 1

ISSN 0303-4003

Kurzfassung

ZUM VERHALTEN VON RISSEN IN KERAMISCHEN WERKSTOFFEN UNTER STATISCHER, LANGSAM ANSTIEGENDER UND SCHWINGENDER BELASTUNG

Brugger, Nikolaus

Spröde, keramische Werkstoffe versagen bei Raumtemperatur unter Zugspannungen durch die Vergrößerung von mikroskopisch kleinen, "natürlichen" Rissen, die sich mit Geschwindigkeiten von 10^{-10} bis 10^3 m/sec ausbreiten können. Besonders Untersuchungen zum langsamen Rißausbreitungsverhalten sind zur Beurteilung der Werkstoffqualitäten und zur Bemessung der ertragbaren Spannungen von ausschlaggebender Bedeutung.

Die Bestimmung dieser bruchmechanischen Größen wurde an einfachen, leicht herstellbaren Biegeproben durchgeführt, welche durch eine neue Methode mit makroskopischen, natürlich scharfen Anrissen vorgeschädigt wurden. Eine weiterentwickelte, hochgenaue Rißlängenbestimmung erlaubte die Detektierung des Anrißöffnungsverhaltens und des Rißfortschrittes unter statischer, dynamischer und schwingender Belastung.

Das Hauptziel dieser Arbeit liegt in dem Nachweis und der Festlegung der ohne Rißfortschritt ertragbaren Spannungskonzentrationen K_{I0} anstelle der vielfach verwendeten "kritischen" Spannungsintensitätswerte K_{IC} bzw. $K_{I\max}$. Besonders unter schwingender Belastung setzt langsames Rißwachstum bis zu 50% unterhalb $K_{I\max}$ ein, sodaß zur sicheren Bauteilauslegung der untere Grenzwert der Spannungsintensität $K_{I0, \text{schw}}$ angenommen werden sollte, bei dem auch nach 10^7 Lastwechsel kein Rißfortschritt festgestellt werden kann.

Die von Al_2O_3 -Werkstoffen bekannte Rißwiderstandssteigerung mit wachsender Rißlänge konnte auch an den Si_3N_4 - und SiC-Materialien nachgewiesen werden. Entgegen dem häufig postulierten Prozeßzonenmodell ergaben die Untersuchungen zum Anrißöffnungsverhalten und zum Rißverhalten unter schwingender Last eindeutige Hinweise auf den Einfluß der Rißuferreibung hinter der Rißspitze. Der positive Effekt der rauhen Rißufer führte zu Verbesserungsvorschlägen für die weitere Optimierung der Werkstoffe in Hinsicht auf einen höheren Rißwiderstand und gesteigerte Bruchzähigkeit.

Abstract

CRACK BEHAVIOUR IN CERAMIC MATERIALS UNDER STATIC, SLOWLY INCREASING AND CYCLIC LOADING CONDITIONS

Brugger, Nikolaus

Brittle ceramic materials fail under tensile stresses at room temperature by the growth of pre-existing cracks to a critical size, where crack velocities can change from 10^{-10} to 10^3 m/sec. Especially the slow crack velocities are important for ceramic materials and determine the permissible stresses.

Crack growth studies were realized with simple, easily producible cantilever specimen, which were predamaged by a new "Bridge-Method". The behaviour of these macroscopic, naturally sharp cracks was studied under static, dynamic and cyclic conditions. Instead of the "critical" stress intensity factors K_{IC} or $K_{I_{max}}$, the main purpose of this work was to show the existence and determination of stress intensity factors K_{IO} which leads to solid crack stagnation under various loading conditions. Particularly under cyclic loading, slow crack growth starts up to 50% of $K_{I_{max}}$. Therefore the stress intensity factors $K_{IO, schw}$ should be used for safe ceramic construction, where no crack extension even after 10^7 load cycles take place.

Increasing crack resistance with increasing crack length, known from alumina, was also shown by Si_3N_4 and SiC-materials. The studies of the crack opening and crack growth show clear indications for frictional effects behind the crack tip opposed to the frequently postulated process zone model. The positive influence of rough crack walls leads to some suggestions for the improvement of ceramic materials on the way to higher crack resistance and increased fracture toughness.

INHALTSVERZEICHNIS

	Seite
1. Einleitung und Problemstellung	1
2. Literaturübersicht zum Stand der Versagensforschung an spröden Materialien	4
3. Bruchmechanik des Biegeversuches	14
3.1 Spannungsintensität bei durchgehender, gerader Rißfront	14
3.2 Zur Problematik des kritischen Spannungsintensitätsfaktors K_{IC}	17
3.2.1 K_{IC} -Bestimmung nach der Knoop-Anriß-Methode	20
3.3 Voraussetzungen für stabile Rißausbreitung bei langsam ansteigender Belastung	23
3.3.1 Effektive, spezifische Brucharbeit γ_{eff} bzw. mittlerer Rißwiderstandswert \bar{R}	24
3.4 Zur Problematik des Spannungsintensitätsfaktors K_{I0} bei beginnendem Rißwachstum	26
4. Experimentelle Voraussetzungen zur Durchführung von bruchmechanischen Versuchen mit Biegeproben	29
4.1 Erzeugung von Anrissen nach dem Sägeschnittverfahren	29
4.2 Erzeugung von Anrissen durch das Keileindruckverfahren	30
4.3 Erzeugung von Anrissen nach der Brückenmethode	31
4.3.1 Spannungsoptische Apparatur	34
4.3.2 Planparallelität von Proben, Amboß und Brücke	34
4.3.3 Hydraulische Lagerung des Ambosses	36
4.3.4 Spannungsverhältnisse in Glas- und Glaskeramikproben während der Brückenbelastung	38
4.3.5 Experimentell bestimmte Anrißlängen a_{0i} bei verschiedenen Brückenabmessungen	43
4.4 Rißlängenmeßverfahren	45
4.5 Optische Rißlängenbestimmung	45
4.6 Elektrisches Spannungspotentialverfahren	46
4.6.1 Geeignete Beschichtungsmaterialien	46
4.6.2 Stromeinleitung und Spannungsabgriff	49
4.6.3 Eichung und Auflösungsvermögen des angewandten Potentialverfahrens	52

5.	Charakterisierung der untersuchten Werkstoffe und experimentelle Ergebnisse	55
5.1	Herstellung und chemische Zusammensetzung	56
5.2	Physikalische Eigenschaften	58
5.2.1	Dichte, E-Modul und Querkontraktionszahl ν	58
5.3	Gefügeanalyse und Fraktographie	62
5.4	Bruchverhalten bei langsamer Belastung mit konstanter Durchbiegungsgeschwindigkeit \dot{s}	71
5.4.1	Kontrollierte Bruchversuche an Material I	71
5.4.2	" " " Material II	76
5.4.3	" " " Material III	81
5.4.4	" " " Material IV	84
5.5	Rißverhalten unter statischer Belastung	85
5.6	Rißverhalten unter schwingender Belastung	97
6.	Diskussion der Ergebnisse und Schlußfolgerungen	110
6.1	Bruchmechanische Methoden	110
6.2	Bruchmechanische Kenngrößen	113
6.3	Modellvorstellung der Rißentstehung, Rißöffnung und der Rißverlängerung in polykristallinen keramischen Materialien	120
6.4	Vergleich der untersuchten Materialien	122
7.	Zusammenfassung	127
8.	Literaturverzeichnis	130

Liste der verwendeten Symbole

Allgemeine Bezeichnungen:

\bar{x}	Querstrich : arithmetischer Mittelwert
x_c	Index c : kritischer Wert einer Größe
x_0	Index 0 : Anfangswert
$x_{i,j}$	Index i,j : Laufvariable
A	Projektion der realen Bruchfläche
A^*	reale, topographische Bruchoberfläche
a	Rißlänge der natürlichen Risse
a_0	Anrißlänge
a_k	Knooprißlänge
a'	geöffnete Rißlänge
\dot{a}	gemessene, integrale Rißgeschwindigkeit
\dot{a}^*	mikroskopische Rißgeschwindigkeit
B	Probenbreite
C	Steifigkeit allg., Probennachgiebigkeit
c_T	Schallgeschwindigkeit von Transversalwellen
D	Diffusionskoeffizient
d_k	Korngrößenabmessung
E	Elastizitätsmodul
E_0	Aktivierungsenergie der Oberflächenkorrosion
e	innerer Auflagerabstand
F	Kraft
f	Frequenz, Prüffrequenz
f_m	Probenmittendurchbiegung
G	Energiefreisetzungsrate
H	Probenhöhe
I	Konstantstromstärke
K_I	Spannungsintensitätsfaktor unter reiner Zugspannung
$K_{IO,stat}$	Schwellwert für den Rißstillstand unter statischer Belastung
$K_{IO,dyn}$	Schwellwert für den Rißstillstand in langsam kontrollierten Bruchversuchen
$K_{IO,schw}$	Schwellwert für den Rißstillstand unter schwingender Belastung

K_{IC}	kritischer Spannungsintensitätsfaktor
L	Probenlänge
l	äußerer Auflagerabstand
R	Rißwiderstand
s	Verschiebung der Kraftangriffspunkte
s_g	Streckungsgrad der Einzelkörner
t	Zeit
U	elektrische Potentialspannung
U_{el}	elastische Energie
V	Probenvolumen
w	Abstand der Potentialspannungsabgriffspunkte
X	bezogene Rißlänge auf die Probenhöhe
Y	Korrekturfunktion der Rißlänge
Z	Nachgiebigkeitsänderung
α	thermischer Ausdehnungskoeffizient
γ_0	spez. Oberflächenenergie im thermodynamischen System
γ_{eff}	spez. Oberflächenenergie im Realversuch
δ	geometrie- und querkontraktionsabhängige Konstante
ϵ	Dehnung
ν	Poisson'sche Querkontraktionszahl
ρ	spez. elektrischer Widerstand
σ	mechanische Zugspannung
κ	Scherkraftkorrektur
χ	Spannungsverhältnis $\sigma_{min}/\sigma_{max}$

1. Einleitung und Problemstellung

Die Entwicklung neuartiger Industrieprodukte und die Einführung moderner Technologien erfolgt in vielen Fällen über eine Weiterentwicklung der dazu benötigten Materialien.

Die Stoffgruppe der Oxid- und Nichtoxidkeramik - zur Unterscheidung von einfacher gebrannter Keramik auch vielfach mit "Ingenieurkeramik" bezeichnet - zählt zu diesen neuen Materialien und gewinnt zunehmend an technischer Bedeutung. Lag der Schwerpunkt der Ingenieurkeramik bisher bei den elektrischen Isoliereigenschaften, der chemischen Resistenz gegenüber den meisten korrosiven Medien und bei dem ausgezeichneten Verschleißverhalten, so zielen die gegenwärtigen Anstrengungen darauf hin, diese Materialien auch in mechanisch höherbeanspruchten Komponenten einzusetzen. Die gegenüber metallischen Hochtemperaturlegierungen wesentlich steigerungsfähigen Einsatztemperaturen versprechen Anwendungsgebiete von Otto- und Dieselmotorteilen über Gasturbineneinsätze bis hin zu Abschirmungen der ersten Wand im Fusionsreaktor. Das im Vergleich zu den metallischen Hochtemperaturwerkstoffen deutlich geringere spez. Gewicht, die gesicherte Rohstoffversorgung und der eventuell geringere Preis sind weitere günstige Eigenschaften dieser Materialien.

Als Haupthindernis bei allen technischen Anwendungen erweist sich die hohe Sprödigkeit aller bisherigen Keramikmaterialien und damit ihre Anfälligkeit gegenüber Materialinhomogenitäten, Einschlüssen, Poren und insbesondere gegenüber Rissen. Risse und rißähnliche Fehler im Mikrometerbereich, die im Volumen und an der Oberfläche von keramischen Bauteilen vorhanden sein können, bestimmen häufig das Festigkeitsniveau. In vielen Fällen ist eine Endbearbeitung der Oberflächen mit gleich harten oder noch härteren Materialien (SiC , B_4C und Diamant) notwendig und führt zu einer zusätzlichen Mikrorißbildung an den bearbeiteten Flächen.

Die statistische Verteilung der Anzahl, Größe und Orientie-

rung der Risse und rißartigen Fehler ergibt keinen einheitlichen Festigkeitskennwert bei keramischen Bauteilen, sondern führt zu einer mehr oder weniger ausgeprägten Festigkeitsverteilung.

Hinzu kommt bei bestimmten keramischen Materialien, daß kleine Risse bei Belastungen unterhalb der Bruchfestigkeit wachsen können und bei Erreichen einer kritischen Größe zum plötzlichen Bruch und damit zum katastrophalen Versagen des gesamten Bauteils führen. Andererseits ist bei einigen Materialien die positive Erscheinung eines ansteigenden Rißwiderstandes bekannt, welche dazu führt, daß Risse nach einer anfänglichen Wachstumsperiode trotz Längenzunahme zum vollständigen Stillstand kommen können.

Die Untersuchung des langsamen Rißwachstums gewinnt damit zentrale Bedeutung für die Beurteilung des Festigkeitsverhaltens und der Zuverlässigkeit dieser Werkstoffgruppe. Trotz verstärkter Forschungsarbeiten innerhalb der letzten Jahre herrscht über die grundlegenden Mechanismen der Rißausbreitung noch keine Übereinstimmung; der Einfluß schwingender Belastung auf das Rißverhalten wurde bisher sehr wenig untersucht.

Die Schwerpunkte dieser Arbeit konzentrieren sich daher auf:

- a) die Untersuchung der Rißöffnung und der Rißwiderstandssteigerung bei wachsender Rißlänge in keramischen Materialien,
- b) die Bestimmung von Spannungsintensitätsfaktoren an scharfen Rißspitzen, die unter statischer Belastung ohne Rißfortschritt ertragen werden können,
- c) den Nachweis der negativen Beeinflussung einer schwingenden Belastungsform auf den Rißstillstand und
- d) die Bestimmung von Spannungsintensitätswerten an scharfen Rißspitzen, die unter sinusförmiger schwingender Belastung ohne Rißfortschritt ertragen werden.

Bruchmechanische Untersuchungen über langsames Rißwachstum wurden bisher im wesentlichen an zwei Prüfkörpergeometrien durchgeführt; an der Double Cantilever Beam, DCB-Probe und in letzter Zeit hauptsächlich an der Double Torsion, DT-Probenform. Bei der DT-Probe kommt es durch die Tordierung zweier dünner Plattenhälften zu komplexen Spannungsverhältnissen an der Rißspitze. Diese führen zu halbsichelförmigen Rißfronten, die ihre Form mit zunehmender Rißlänge beträchtlich verändern. Um eine Beeinflussung der Untersuchungen durch überlagerte Zug- und Torsionsspannungen und variierende Rißgeometrien mit wachsender Rißlänge zu vermeiden, wurde besonderen Wert darauf gelegt, daß die bruchmechanischen Untersuchungen an einfachen, bei geringem Volumen leicht herzustellenden Biegeproben durchgeführt werden konnten.

2. Literaturübersicht zum Stand der Versagensforschung an spröden Materialien

Die Untersuchungen des Bruchverhaltens und seine Beschreibung mit Hilfe der Linear Elastischen Bruchmechanik (LEBM) hat sich in den letzten Jahren zu einem fast eigenständigen Forschungsgebiet bei spröden Werkstoffen entwickelt. Keramische Werkstoffe mit ihrem ausgeprägten Sprödbbruchverhalten bis zu hohen Temperaturen werden überwiegend mit Hilfe der LEBM beschrieben und klassifiziert, wobei die Ermittlung von Kennwerten noch keineswegs genormt ist und bei dem Verständnis der Bruchvorgänge noch viele Unklarheiten bestehen.

Die bruchmechanische Beschreibung der Festigkeit spröder Werkstoffe geht auf Griffith /1/ zurück. Er postulierte als erster sehr kleine, optisch nicht sichtbare Risse als Ursache für das Bruchverhalten im rein elastischen Bereich und erarbeitete ein kontinuummechanisches Modell eines belasteten Risses auf der Basis des Energieerhaltungsgesetzes. Dabei betrachtete er die bei infinitesimaler Rißverlängerung δa freiwerdende Energie, die sich aus der von außen zugeführten Arbeit und der Änderung der in der Probe gespeicherten elastischen Energie zusammensetzt. Im Griffith-Gleichgewicht ist die freiwerdende Energie identisch mit dem Energiebetrag, der zur Schaffung neuer Oberflächen benötigt wird,

$$G_C = 2 \gamma_0 , \quad (1)$$

mit γ_0 gleich der spezifischen Oberflächenenergie im thermodynamischen System. Nach dem Griffith Modell ist die Rißausbreitung ein reversibler Prozeß, d.h. bei Entlastung der von außen zugeführten Arbeit sollte es zur vollständigen Rißschließung und Rißausheilung kommen. Zudem ist nach diesem Modell der Bruchvorgang zeit- und temperaturunabhängig und setzt bei Erreichen eines kritischen Wertes der Energiefreisetzungsrates G_C ein.

Die Tatsache, daß die Rißausbreitung in Wirklichkeit irreversibel verläuft und in den meisten Materialien eine erheblich größere Energiemenge verbraucht als zur Schaffung allein neuer Oberflächen nötig wäre, führte zu einer Vielzahl von theoretischen und experimentellen Arbeiten über die Rißausbreitung, von denen nur einige, dem Autor als wesentlich erscheinende Punkte betrachtet werden können.

Eftis und Liebowitz /2/ haben in ihrer Arbeit aufgezeigt, daß bei irreversibler Rißausbreitung und genauerer thermodynamischer Betrachtung die spezifische Oberflächenenergie γ_0 keine konstante Größe mehr sein kann, sondern selbst bei vereinfachten Annahmen vom Quadrat der Rißgeschwindigkeit \dot{a} abhängt ($\gamma_0 = \rho^* \{ \psi^* + \theta \cdot \eta^* + 1/2 \dot{a}^2 \}$ mit ρ^* = Oberflächenmassendichte, ψ^* = freie Oberflächenenergie, η^* = Oberflächenentropie, θ = absolute Temperatur und \dot{a} = Rißgeschwindigkeit).

Lawn und Wilshaw /3/ kommen bei der atomistischen Betrachtung des Rißfortschrittes in idealen Einkristallen zu einem ähnlichen Ergebnis. Ihre zentrale Annahme besteht darin, daß die Rißspitze atomar scharf ist und daß langsame Rißausbreitung durch das Aufbrechen von periodischen Gitterbindungen bestimmt wird. Dies führt bei Belastungen nahe dem Griffith-Gleichgewicht zu einem exponentiellen Zusammenhang zwischen der Rißgeschwindigkeit \dot{a} und der Aktivierungsenergie für die Gitterauftrennung U_N und Gitterableitung U_M .

Eine ähnliche Beziehung erhielt Fett /4/ durch die rechnerische Modellierung der zwischenmolekularen Beziehungskräfte durch das Morse- bzw. Lennard-Jones Potential. Die Rißgeschwindigkeit \dot{a} ist exponentiell mit der zu überwindenden Potentialschwelle ΔU zur Auftrennung von Bindungen verknüpft, wobei auch erneute Bindungen aufgrund thermische Stöße zugelassen werden können.

Im Gegensatz dazu nehmen Marsh /5/, Weidmann et al. /6/ und Williams et al. /7/ plastische Vorgänge beim Bruchverhalten von Glas bei Raumtemperatur an. Die Autoren machen plasti-

sche Verformungen im Bereich der Rißspitze für den Unterschied zwischen der bei der Rißausbreitung dissipierten Energie und der erhaltenen freien Oberflächenenergie verantwortlich.

Diese Theorien erfordern noch weitere Entwicklung und experimentelle Überprüfungen bei verschiedenen Versuchsbedingungen.

Die bisher angesprochenen Arbeiten befaßten sich hauptsächlich mit Modellvorstellungen des Rißverhaltens ohne Berücksichtigung des Umgebungsmediums. Besonders Glas, an dem wegen der leichten Verfügbarkeit, der Homogenität und der guten Sichtbarkeit der Risse sehr viele Untersuchungen durchgeführt wurden, zeigt eine außerordentliche Beeinflussung des Rißverhaltens durch Wasser in dampfförmiger und flüssiger Form. Die Rißgeschwindigkeit \dot{a} kann allein durch die Änderung des Wasserdampfgehaltes der Luft beträchtlich variieren. Der erste Versuch, das Rißverhalten von Glas mit der spannungs- und temperaturabhängigen chemischen Reaktion an der Rißspitze zu korrelieren wurde von Charles /8/ unternommen und ausgehend von dieser Arbeit zusammen mit Hillig /9/ erweitert. Das Modell beschreibt die Rißausbreitung als temperaturabhängigen, spannungsinduzierten korrosiven Vorgang, wobei die bei Rißfortschritt zu überwindende Energieschwelle im spannungsfreien Zustand symmetrisch sein muß. Für die Rißgeschwindigkeit \dot{a} ergibt sich folgende Form:

$$\dot{a} = \dot{a}_0 \cdot \exp \left\{ - \frac{E_0 - \sigma_C \cdot \Delta V_0 + \gamma \cdot V_m / \rho}{RT} \right\} , \quad (2)$$

mit \dot{a}_0 = exponentieller Vorfaktor, E_0 = Aktivierungsenergie für die Oberflächenkorrosion an einer spannungsfreien Oberfläche bei $\sigma_C = 0$, σ_C = Spannung an der Rißspitze, ΔV_0 = Aktivierungsvolumen, γ = Oberflächenenergie der Glas-Reaktionsprodukt-Kontaktfläche, V_m = Molvolumen und ρ = Krümmungsradius an der Rißspitze. Dies gilt ebenso für die bruchmechanische Modifikation der "Charles-Hillig"-Theorie von Wiederhorn /10/,

$$\dot{a} = \dot{a}_0 \cdot \exp \left\{ - \frac{E_\theta - 2V_0 \cdot K_I / \sqrt{\pi \cdot \rho}}{RT} \right\}, \quad (3)$$

mit $E_\theta = E_0 + \gamma \cdot V_m / \rho$ und $K_I = \sigma \cdot \sqrt{\pi \cdot \rho}$ als Spannungsintensitätsfaktor. Die Bestimmung der Aktivierungsenergie einer Korrosionsrate E_0 und die Festlegung der Oberflächenenergie γ zwischen Glas und Reaktionsmedium ist besonders bei Glas-H₂O mit variierenden Na- und Ca-Ionengehalten problematisch. Auch der Rißspitzenradius ρ läßt sich nur in einem Bereich von $1,5 \leq \rho \leq 5$ nm abschätzen.

Durch umfangreiche Rißgeschwindigkeitsmessungen konnten die Gleichungen (2) und (3) für den Geschwindigkeitsbereich von $\dot{a} = 10^{-6} \div 10^{-3}$ m/sec gut abgeglichen werden, aber sie liefern aufgrund ihres Ansatzes keinen Grenzwert zu dem öfters festgestellten und diskutierten Sachverhalt, daß unterhalb eines bestimmten Schwellwertes des Spannungsintensitätsfaktors K_{I0} keine Rißausbreitung mehr stattfindet /11,12/. Die Gleichungen (2) und (3) können damit nur das Rißausbreitungsverhalten für Spannungsintensitäten deutlich über K_{I0} und damit den Bereich mittlerer bis höherer Rißgeschwindigkeiten ($\dot{a} > 10^{-6}$ m/sec) beschreiben und beinhalten die grundsätzliche Schwierigkeit für die Beurteilung und Bestimmung der thermisch zu überwindenden Energiebarriere.

Erfolgt die Rißausbreitung unter Mitwirkung von äußeren reaktiven Einflüssen, so gilt weitgehend folgende Vorstellung: Der langsamste Schritt aus Diffusion des reaktiven Mediums an die Rißspitze, Adsorption an der Rißfront und der eigentlichen chemischen Reaktion Medium-Material bestimmt die Rißgeschwindigkeit. Bei dem Rißverhalten von Glas unter Einfluß von Wasser bzw. feuchter Luft zeigen sich diese Prozesse in einzelnen Bereichen der Rißgeschwindigkeitskurve. Bei langsamer Rißausbreitung im Bereich I geht man davon aus, daß die Diffusion der H₂O-Moleküle zur Rißspitze und ihre Adsorption an den neu geschaffenen Bruchflächen deutlich schneller vor sich geht als die chemische Reaktion von H₂O mit den SiO₂-Bindungen. Mit steigender Rißgeschwin-

digkeit wird im Bereich II ein Plateau erreicht, in dem der Antransport von H_2O -Molekülen zur Rißspitze den geschwindigkeitsbestimmenden Mechanismus darstellt. Im Bereich III, bei hohen Rißgeschwindigkeiten, wird der Bruchvorgang nicht mehr von korrosiven Einflüssen dominiert und damit weitgehend von der angelegten Spannung bestimmt /10/. Dieses Rißgeschwindigkeitsverhalten zeigt schematisch Abb. 1, wobei in diesem Schema unterhalb eines bestimmten Schwellwertes K_{I0} keine Rißausbreitung mehr stattfindet.

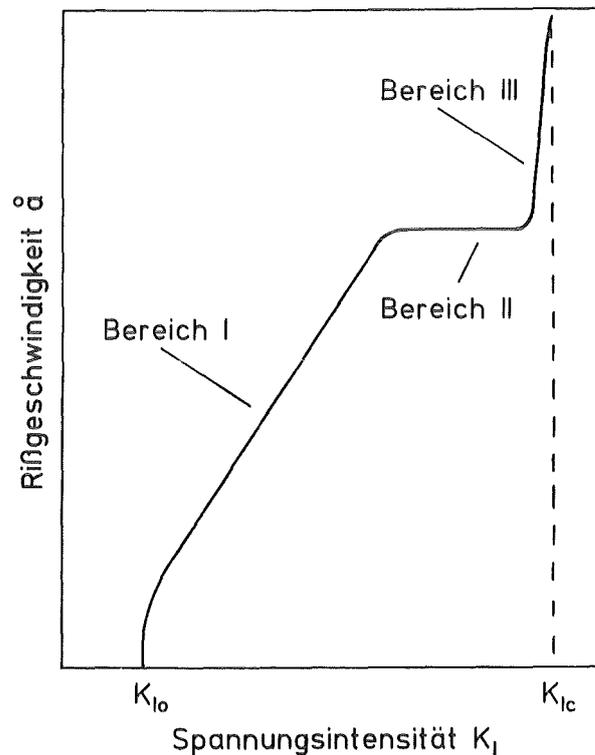


Abb. 1: Schematische Darstellung der Rißgeschwindigkeit \dot{a} in Abhängigkeit der Spannungsintensität K_I nach /10/

Aus Abb. 1 wird ersichtlich, daß der gesamte \dot{a} - K_I -Verlauf mit den bisherigen Theorien nicht zu beschreiben ist. Daher versuchten Brown /13/ und Krausz /14/ eine allgemeine Beschreibung des Rißwachstums in Glas durch eine Vielzahl parallel und seriell geschalteter Mehrstufenprozesse, welches zu einem umfangreichen Formelwerk führte, das hier nicht näher betrachtet werden kann.

Die zentrale Fragestellung dieser Arbeit beschränkt sich auf den Anfangsbereich des Rißwachstums in der Nähe von K_{I0} und auf den Nachweis von Rißstillstand bei Spannungsintensitäten gleich und unterhalb K_{I0} .

In polykristallinen Materialien gestaltet sich das Rißverhalten gegenüber Glas und Einkristallen noch wesentlich komplexer, zumal hochfeste Keramikwerkstoffe vielfach aus mehreren Phasen zusammengesetzt sind. Aber auch bei einphasigen polykristallinen Werkstoffen ergibt sich die Schwierigkeit, daß der Riß nicht mehr in einer ebenen Fläche liegt, sondern bei interkristallinem Bruch den Korngrenzen und bei transkristallinem Bruch den Spaltflächen statistisch orientierter Körner folgt. Allein aus den dazu nötigen Winkeländerungen ist verständlich, daß der Riß sich diskontinuierlich ausbreiten kann, welches teilweise durch die Schallemissionsanalyse beim Rißfortschritt an Al_2O_3 bestätigt wurde /15/.

Die makroskopisch gemessenen Rißgeschwindigkeiten \dot{a}_i sind daher in polykristallinen Materialien immer als Mittelwerte über Kornbereiche anzusehen, in denen die lokale, mikroskopische Rißgeschwindigkeit \dot{a}^* beträchtlich variieren kann; im Extremfall von \dot{a}^* gleich Null bis zu \dot{a}_{max} . Für einfache Belastungsfälle hat Broberg /16/ eine Abschätzung von \dot{a}_{max} vorgenommen und kommt zu einem Wert vom $\dot{a}_{max} = 0,4 C_T$, mit C_T gleich der Schallgeschwindigkeit für Transversalwellen, für die in den harten und spröden keramischen Materialien ein Mittelwert von $C_T = 5 \cdot 10^3$ m/sec angesetzt werden kann.

Zu diesem, im mikroskopischen Bereich diskontinuierlich stattfindenden Rißverlauf können zusätzlich Eigenspannungseffekte beitragen, die sich aus der Anisotropie der thermischen Ausdehnungskoeffizienten α_{ij} bei einphasigem Material und $\Delta\alpha_i$ bei mehrphasigem Material ergeben.

Angesichts dieser Schwierigkeiten ist es nicht verwunderlich, daß bisher kein strukturelles Modell bekannt ist, durch das sich experimentell beobachtetes Rißausbreitungs-

verhalten geschlossen beschreiben läßt. Aus dieser Sicht erschien es sinnvoll, die Rißausbreitung durch einen einfachen Rißwiderstandswert R zu charakterisieren, der alle minimalen diskontinuierlichen Rißfortschritte im Korngrößenbereich und alle dissipativen Prozesse im Rißspitzenbereich und hinter der Rißspitze mit einschließt. Bei genügend langsamem Rißfortschritt wird die kinetische Energie für den Fortschritt des Gesamtrisses vernachlässigbar und die Energiefreisetzungsrates G , die sich hauptsächlich aus der Änderung der elastischen Energie der Probe und der von außen zugeführten Arbeit zusammensetzt (s. Kap. 3.1), entspricht dem Rißwiderstand R ,

$$G = R . \quad (4)$$

Bei der Bestimmung dieses Rißwiderstandes zeigte sich bei einigen keramischen Materialien, insbesondere bei Al_2O_3 , eine deutliche Steigerung des R -Wertes mit wachsender Rißlänge a /17,18/. In der Literatur zeichnen sich in jüngster Zeit zwei Linien der modellhaften Beschreibung dieses R -Kurven-Effektes ab. Gemeinsam ist zunächst beiden Modellen, daß der Startwert der R -Kurve, R_0 , durch eine materialspezifische "Mikrorißzone" oder "Prozeßzone" vor der Rißspitze bestimmt wird, da R_0 etwa eine Größenordnung über der doppelten Oberflächenenergie liegt. Buresch /19/ schlägt zur Erklärung des ansteigenden Rißwiderstandes ein Ansteigen der Mikrorißdichte in der Prozeßzone bei gleichbleibender Zonengröße vor, während Hoagland /20/ eine Vergrößerung der Prozeßzone bei gleichbleibender Mikrorißdichte postulierte.

Im Gegensatz dazu stehen neuere Untersuchungen von Steinbrech et al. /21/, die für ansteigende Rißwiderstandswerte bis zu etwa doppelten Werten von R_0 Wechselwirkungen der Rißflanken im Bereich hinter der Rißspitze verantwortlich machen. Diese Rißflankenwechselwirkungen werden durch Verhakungen des gezackten Rißpfades gedeutet, welche loszureißen und zu überwinden zusätzlich Energie benötigt.

Da bei statischer und langsamer dynamischer Belastung noch keine Klarheit über den Rißfortschrittsmechanismus besteht, ist es nicht weiter verwunderlich, daß nur sehr wenige Arbeiten über das Rißverhalten bei zyklisch schwingender Belastung mit teils widersprüchlichen Ergebnissen vorliegen.

Evans et al. /22/ hat unter der Annahme, daß bei statischer und zyklischer Belastung der identische Versagensmechanismus herrscht, ein Berechnungsmodell vorgeschlagen, in dem die Zeitspannen der Lastintervalle aufintegriert werden und durch eine Gewichtsfunktion g auf die Rißwachstumsparameter unter statischer Last angepaßt werden. Nach diesem Modell müßten die Standzeiten unter zyklischer Last bei identischer Maximalspannung länger als unter statischer Last werden und ein Versagen bei kleineren zyklischen Belastungen als bei statischer Belastung dürfte nicht eintreten.

Nachdem Diskrepanzen zwischen diesem Modell und eigenen Messungen auftraten, untersuchten Evans et al. die Frage der Temperaturerhöhung an der Rißspitze bei schwingender Belastung /23/. Bei Frequenzen bis zu $\nu = 500$ Hz wurde in Glas kein Unterschied im Rißausbreitungsverhalten zwischen statischer und schwingender Last festgestellt, sodaß plastische Vorgänge und damit eine Temperaturerhöhung im Rißspitzenbereich ausgeschlossen werden konnten. Im Gegensatz dazu wurde an Al_2O_3 ein deutlicher Einfluß der schwingenden Belastung auf die Rißgeschwindigkeit festgestellt und durch die Umverlagerung von eigenspannungsbehafteten Körnern an der Rißspitze gedeutet.

Krohn und Hasselmann /24/ führten 4-Punkt-Schwellbiegeversuche an nicht vorgeschädigten Al_2O_3 -Proben bei Frequenzen von 4 bis 40 Hz durch und verglichen die Bruchzeiten unter statischer und schwingender Belastung bei gleicher Maximalspannung. Dabei stellten sie einen deutlichen Einfluß der schwingenden Belastungsamplitude in Richtung auf eine kürzere Lebensdauer fest, wobei der Frequenzeinfluß wenig ausgeprägt war. Als Hauptursache vermuteten sie Leerstellen-

und Gitterdefekte durch Versetzungsbewegungen an der Rißspitze.

Heigels Untersuchungen /25/ an reaktionsgesintertem Siliziumnitrid (RBSN), ebenfalls im 4-Punkt-Schwellbiegeversuch, zeigten nach statistischer Auswertung einen schädigenden Einfluß der schwellenden Belastung bei Raumtemperatur und einen positiven Einfluß bei 1200°C, der mit einer Spannungs-umverteilung in den Proben erklärt wurde. Eine weitergehende Betrachtung des Bruchverhaltens sowohl unter statischer wie schwingender Belastung wurde nicht vorgenommen und auf den Mechanismus der Rißausbreitung wurde nicht näher eingegangen.

Matsuo et al. /26/ führten Standzeituntersuchungen an ungeschädigten Biegeproben im 3-Punkt Biegeschwellversuch an RBSN und heißgepreßtem Siliziumnitrid (HPSN) durch und erhielten abnehmende Festigkeitswerte mit wachsenden Lastspielzahlen. Der Einfluß der schwingenden Belastung war bei HPSN stärker als bei RBSN und führte zu einer Festigkeitsreduzierung bei HPSN um etwa 30 % und bei RBSN um etwa 20 % nach 10^6 Lastwechsel. Ein Vergleich mit Standzeiten unter statischer Belastung und eine Erklärung des Rißwachstumsmechanismus wurde nicht vorgenommen.

Einen anderen Weg, den schädigenden Einfluß schwingender Belastung an Al_2O_3 zu überprüfen, versuchte Bornhauser et al. /27/. Seine zyklodynamischen Versuche verglichen die Bruchfestigkeit langsam dynamisch belasteter Proben mit Vergleichsproben, denen zur langsam ansteigenden Mittellast eine sinusförmige, schwingende Last überlagert wurde. Durch die große Streuung der Bruchfestigkeiten war eine statistische Betrachtung der Ergebnisse notwendig, welche bei den kleinen untersuchten Amplituden keine deutliche Beeinflussung zeigte.

Kontrollierte Bruchversuche mit Biegeproben wurden bisher überwiegend an Al_2O_3 -Materialien durchgeführt, da sich in

diesen Materialien, von einem Sägeschnitt ausgehend, natürlich scharfe Anrisse erweitern ließen. Die Rißlängen wurden in den meisten Fällen über Steifigkeitsmessungen aus den Probendurchbiegungen ermittelt und nur selten durch eine optische Vermessung der Rißflanken bestimmt. Mit beiden Verfahren kann das Rißöffnungsverhalten und der Rißfortschritt nicht mit der gewünschten Genauigkeit untersucht werden. Die Durchbiegungsmessung liefert ein integrales Ergebnis und bei der optischen Vermessung ist die exakte Bestimmung der Rißspitze durch das Auflösungsvermögen des Mikroskopes begrenzt.

Bei den Si_3N_4 - und SiC -Materialien bereitet allein schon die Erzeugung natürlich scharfer Anrisse in den Proben erhebliche experimentelle Schwierigkeiten. Über genauere bruchmechanische Untersuchungen an Biegebalken aus diesen Materialien, insbesondere über die Bestimmung von Spannungskonzentrationswerten für den Rißstillstand unter statischer sowie schwingender Belastung, wurden bisher keine Untersuchungen veröffentlicht.

3. Bruchmechanik des Biegeversuches

Die weitaus meisten Untersuchungen zum Sprödbbruchverhalten und langsamen Rißwachstum werden mit DCB- oder DT-Probengeometrien durchgeführt. Da die Herstellung beider Probentypen kompliziert und sehr arbeitsaufwendig ist und sich mit kleinen Materialmengen nicht durchführen läßt, lag es nahe, Bruchversuche an einfachen Balkengeometrien durchzuführen. Noch vor einigen Jahren wurde von Virkar /28/ bezweifelt, daß es möglich ist, kontrollierte Bruchversuche an Biegebalken zu erzielen. Kleinlein /17/ zeigte jedoch mit seiner Arbeit, daß es unter gewissen Voraussetzungen erreichbar ist, an einfachen Biegeproben Rißwiderstandswerte zu bestimmen. Die Hauptvoraussetzung dazu besteht in einem scharfen Anriß genügender Länge a_0 , an dessen Spitze bei Belastung im 3- oder 4-Punkt Biegeversuch die nötige Spannungsintensität auftritt, um den Riß kontrolliert zu verlängern.

3.1 Spannungsintensität bei durchgehender, gerader Rißfront

Die linear-elastische Bruchmechanik (LEBM) geht davon aus, daß das zu untersuchende Material sich makroskopisch bis zum Bruch linear elastisch verhält. Über den gesamten Volumenbereich der Probe wird isotropes Verhalten vorausgesetzt und somit kann das elastische Materialverhalten durch den Elastizitätsmodul E und die Poisson'sche Querkontraktionszahl ν ausreichend klassifiziert werden.

In einer rißbehafteten Probe sind die Volumenanteile, die unter sehr hoher lokaler Spannung stehen und sich damit eventuell nicht linear elastisch verhalten, sehr klein, nur auf den Bereich der Rißfront beschränkt und damit für das isotrop elastische Gesamtverhalten vernachlässigbar. Das mechanische Verhalten einer Probe mit Riß wird durch die Probenachgiebigkeit C beschrieben, welche durch

$$s = C \cdot F \quad (5)$$

definiert ist; F ist die angreifende Kraft und s die gemessene gegenseitige Verschiebung der Kraftangriffspunkte. Die bei der Kraft F in der Probe gespeicherte elastische Energie U_{el} wird durch

$$U_{el} = \frac{1}{2} C \cdot F^2 \quad (6)$$

beschrieben. Verlängert sich der Riß infinitesimal um da , so kann bei genügend langsamer Rißausbreitung die kinetische Energie U_{kin} vernachlässigt werden.

Die Energiefreisetzungsrates G des Systems Probe plus äußere Kraft F setzt sich bei Rißfortschritt um da aus der Änderung der äußeren Arbeit $F \cdot da$ und der Änderung der inneren elastischen Probenenergie dU_{el}/da zusammen und entspricht bei konstanter Probenbreite B

$$G = R = \frac{F^2}{2B} \frac{dC}{da} \quad (7)$$

Diese Energiefreisetzungsrates G steht bei langsamer, kontrollierter Rißausbreitung exakt im Gleichgewicht mit dem Rißwiderstand R , den der Riß seiner Verlängerung entgegensetzt,

$$G = R \quad (4)$$

Die Energiefreisetzungsrates G_I ist nach Irwin /29/ mit dem Spannungsintensitätsfaktor K_I an der Rißspitze für den ebenen Verformungszustand (EVZ) gemäß

$$G_I = R_I = \frac{K_I^2 (1-\nu^2)}{E} \quad (8)$$

verknüpft. Im folgenden wird, soweit nicht anders vermerkt, stets das Rißausbreitungsverhalten unter Zugspannung im Belastungsmodus I betrachtet. Für den ebenen Spannungszustand (ESZ), der bei Biegeproben nur an den Rißrändern der Probenseiten auftritt, entfällt der Klammerausdruck. Für die 3-Punktbiegeprobe gilt nach Brown und Srawley /30/

$$K_I = \frac{3}{2} \cdot F \cdot \frac{l}{BH^2} \cdot \sqrt{a} \cdot Y(a/H) \quad (9a)$$

und für die 4-Punktbiegeprobe (Abb. 2) entsprechend:

$$K_I = \frac{3}{2} \cdot F \cdot \frac{l-e}{BH^2} \cdot \sqrt{a} \cdot Y(a/H) \quad (9b)$$

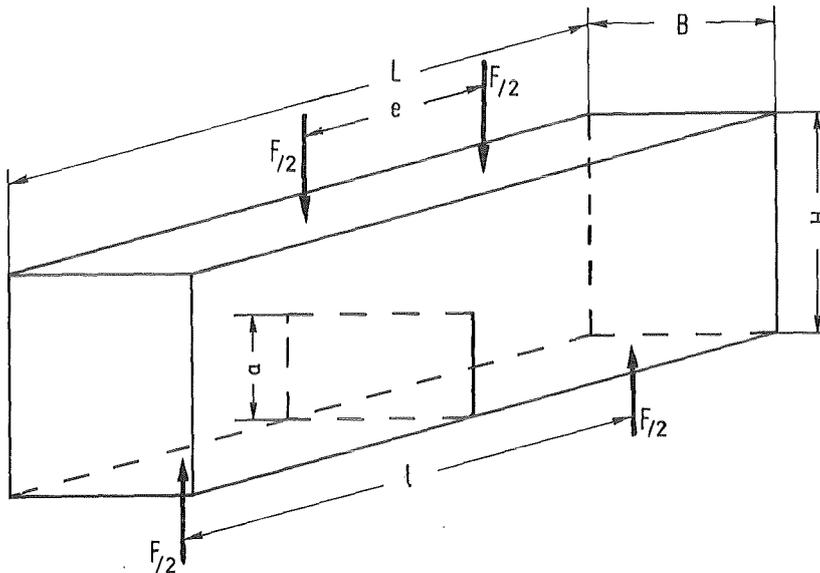


Abb. 2: 4-Punktbiegeprobe mit gerade durchgehender Rißfront

In den Gl. (9a) und (9b) bezeichnen l und e die äußeren und inneren Abstände der Auflagerangriffspunkte, B und H die Breite und Höhe der Biegeprobe. Y ist eine nur von der relativen Rißlänge $X = a/H$ abhängige Korrekturfunktion, welche nach /30/ für den Rißlängenbereich $0 < X < 0,6$ durch das Polynom

$$Y_{<0,6} = 1,99 - 2,47 \cdot X + 12,97 \cdot X^2 - 23,17 \cdot X^3 + 24,8 \cdot X^4 \quad (10)$$

beschrieben wird. Für den Bereich $0,5 < X < 1$ bestimmte Wilson /31/ die Funktion

$$Y_{>0,5} = \frac{3,99}{6,00} \cdot X^{-0,5} \cdot (1-X)^{-1,5} \quad (11)$$

Beide Funktionen gehen bei $X = 0,562745$ stetig differenzierbar ineinander über und wurden von Schuhbauer /32/ bis $X = 0,91$ experimentell bestätigt.

3.2 Zur Problematik des kritischen Spannungsintensitätsfaktors K_{IC}

In Werkstoffen, die einen konstanten Rißwiderstand R aufweisen, tritt im weggeregelten Biegeversuch einer Probe mit durchgehendem Riß der Länge a_0 während der langsamen Belastung keine Rißverlängerung auf. Erst bei Erreichen von F_{max} findet ein steiler Kraftabfall und eine damit verbundene schlagartige Rißausbreitung statt, welche als kritisch oder katastrophal bezeichnet wird (s. Abb. 3a). Nach der allgemein üblichen Sprachregelung wird durch die F_{max} zugeordnete Spannung σ_{max} , die Ausgangsrißlänge a_0 und durch den Geometriefaktor Y aus Gl. (10) bzw. (11) der kritische Spannungsintensitätsfaktor zu

$$K_{IC} = \sigma_{max} \cdot \sqrt{a_0} \cdot Y \quad (12)$$

definiert. Diese Definition entspricht nicht mehr der Griffith'schen Definition der Rißausbreitung, die den einsetzenden Rißfortschritt als kritisch bezeichnete, welcher nach der heute üblichen Definition jedoch durch K_{I0} beschrieben wird.

Bei einigen Werkstoffen, insbesondere bei grobkörnigen Al_2O_3 -Materialien, wurde eine Rißverlängerung im Biegeversuch beobachtet, die schon einsetzte, bevor F_{max} erreicht wurde (s. Abb. 3b) /34/. Bei diesen Materialien erhält man keinen - oft als Materialkenngröße bezeichneten - K_{IC} -Wert, sondern einen K_{I0} - und einen $K_{I_{max}}$ -Wert, welche beträchtliche Differenzen aufweisen können.

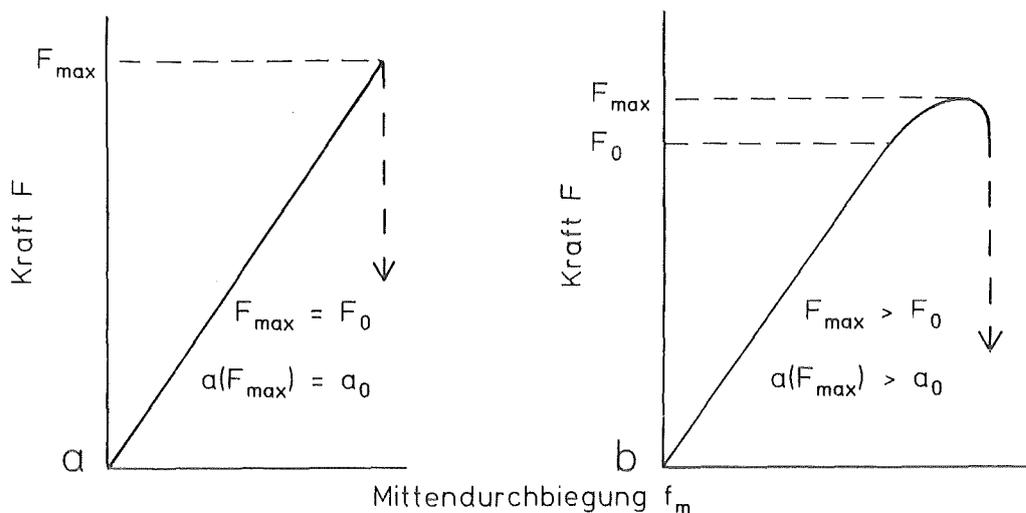


Abb. 3: Schematische Last-Durchbiegungsdiagramme (a) ohne und (b) mit langsamer Riausbreitung

In den meisten hochfesten, feinkrnigen Werkstoffen auf Siliziumnitrid- und Siliziumkarbidbasis wurde bisher bei Raumtemperatur keine Riverlngerung vor Erreichen von F_{max} beobachtet und daher wurde und wird vielfach von der Zulssigkeit der Materialcharakterisierung durch einen Wert, den kritischen Spannungsintensittsfaktor K_{IC} ausgegangen.

Die nicht beobachtete Riverlngerung ist jedoch in den meisten Fllen auf die Probenprparation zurckzufhren. Whrend die LEBM einen natrlich scharfen Anri voraussetzt, wurden die meisten Bruchversuche an Proben vorgenommen, die als Anri einen schmalen, gerade durchgehenden Sgeschnitt aufwiesen /33/. Der Sgeschnitt fhrt zu einem Kerbgrundradius, welcher auch bei den dnnsten Sgeblttern und Sgedrhten um Grenordnungen ber dem wirklichen Rispitzenradius liegt. Diese Versuchstechnik fhrt einerseits zu berhhten K_{IC} -Werten /34,35/ und lt andererseits langsames Riwachstum nicht erkennen, da die Spannungsverhltnisse an der Rispitze eines natrlich scharfen Risses durch einen Sgeschnitt nicht simuliert werden knnen.

Um diese Schwierigkeiten zu umgehen entwickelte Barker /36/

ein Verfahren mit kurzen, zylinderförmigen Proben, die mit einer spitz zulaufenden Kerbe versehen wurden. Munz et al. /37/ übertrug das Verfahren auf prismatische Biegeproben mit Spitzkerb und erzielte an Al_2O_3 langsames und definiertes Rißverhalten von der Spitze der Kerbe in den zunehmend stärker werdenden Materialquerschnitt. Die $K_{I\text{max}}$ -Werte werden bei dieser Methode rechnerisch direkt aus F_{max} bestimmt, ohne daß dazu die Rißlänge a experimentell ermittelt werden muß.

Bei hochfesten, feinkörnigen Materialien versagt diese Methode in vielen Fällen, da die Rißverlängerung an der Spitze plötzlich startet und auch bei sehr steifem Versuchsaufbau durch einen Überschuß an kinetischer Energie oftmals nicht mehr zum Stehen kommt. Erreicht man dennoch, daß der Riß im Spitzkerb nach einem mit "pop-in" bezeichneten Zustand wieder zum Stehen kommt, besteht die Schwierigkeit der Rißtiefenverifizierung, da auf den Bruchflächen in den meisten Fällen keine Haltelinien zu erkennen sind, die ausgemessen werden könnten.

Eine neue, einfache und elegante Methode zur Erzeugung natürlich scharfer, durchgehend tiefer Anrisse hat in jüngster Zeit Warren /52/ für Hartmetallwerkstoffe weiterentwickelt, welche in Kap. 4 auf keramische Materialien angewandt und näher beschrieben wird. Bei weggeregelten Biegeversuchen mit Proben, die auf diese Weise vorgeschädigt wurden, zeigte sich bei allen in dieser Arbeit untersuchten spröden Werkstoffen kein konstanter Rißwiderstand, sondern Kraft-Durchbiegungsdiagramme vergleichbar mit Abb. 4, welches einen vollständig kontrollierten Bruchversuch des untersuchten Materials III zeigt.

Bei der Auswertung der Diagramme vergleichbar mit Abb. 4 zeigte sich, daß es nicht möglich ist, das Bruchverhalten hochfester keramischer Materialien nur mit einem Kennwert, dem kritischen Spannungsintensitätswert K_{IC} , zu beschreiben. Auch bei der Untersuchung natürlich scharfer Risse in Biege-

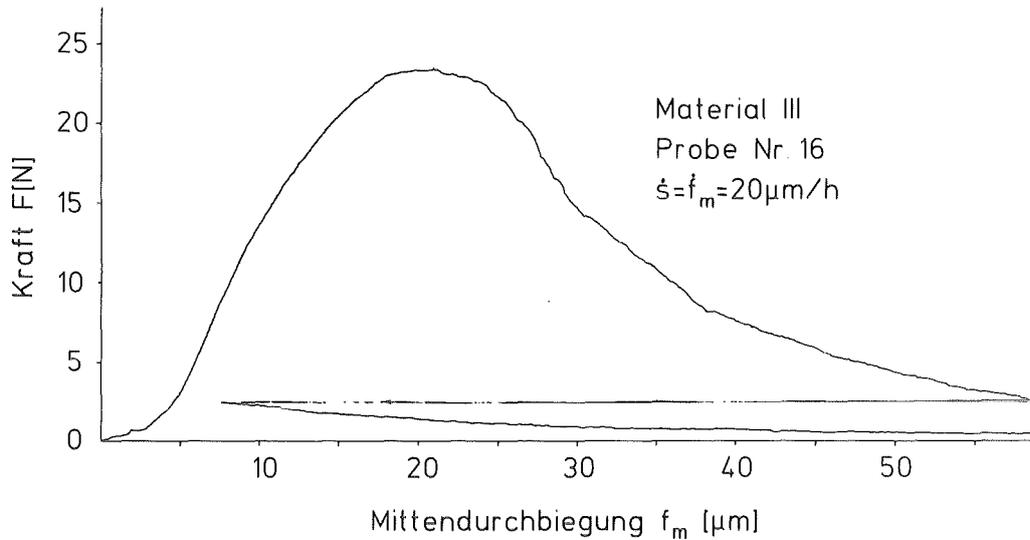


Abb. 4: Wegeregelter 3-Punkt Biegeversuch an Material III

proben von kleinerer Länge a , mit welchen keine vollständig kontrollierten Bruchversuche durchgeführt werden konnten, zeigte sich bei allen in dieser Arbeit untersuchten Materialien immer langsames Rißwachstum, bevor der schnelle Restbruch bei einem höheren $K_{I\text{max}}$ -Wert auftrat.

3.2.1 K_{IC} -Bestimmung nach der Knoop-Anriß-Methode

Ein sehr weitverbreitetes Verfahren zur Bestimmung von K_{IC} -Werten an keramischen Materialien ist die Knoop-Anriß-Methode, hauptsächlich wegen ihrer einfachen Anwendbarkeit und der realistischen Größe der künstlichen Ausgangsfehler a_k . Mit einem Härteprüfgerät wird ein Knoop-Diamant unter einer Last im Bereich von 0,5 bis 50 N etwa 10 Sekunden mit seiner Hauptdiagonalen senkrecht zur maximalen Zugspannung in die Probe eingedrückt. Dies führt bei den meisten spröden Materialien, bei denen nach allgemeiner Übereinstimmung plastisches Verhalten bei Raumtemperatur weitgehend ausgeschlossen wird, bei dieser Belastung zu einem bleibend verformten Eindruck, unter dem sich zunächst ein nahezu halbkreisförmiger Radialriß ausbildet (s. Abb. 5).

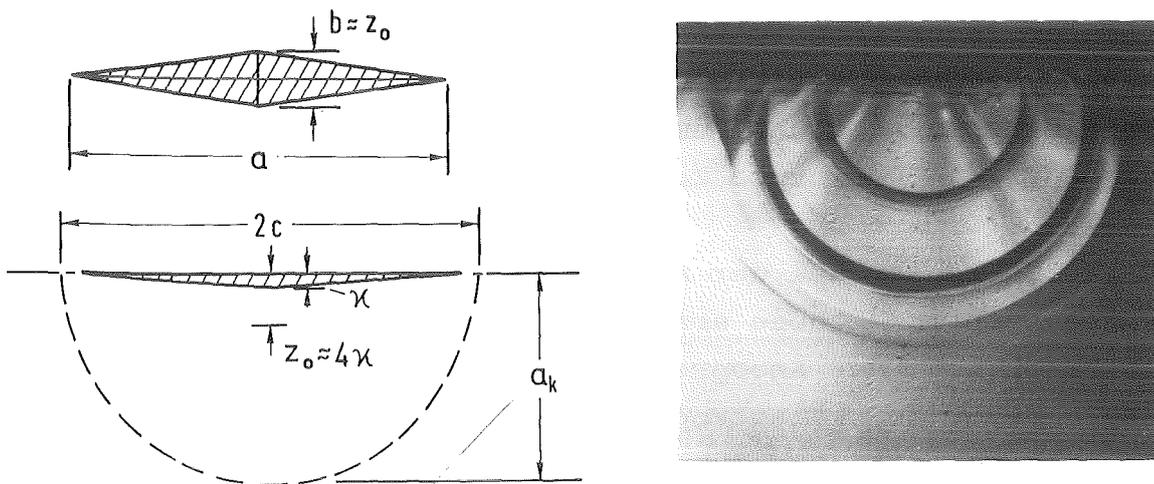


Abb.5: a) Schematischer Knoop-Rißverlauf b) Erweiterter Knoop-Anriß in Glaskeramikmaterial I

Über den Mechanismus, welcher zu diesen plastisch verformten Eindrücken führt, besteht selbst an Glas noch weitgehend Unklarheit, obwohl bisher über 200 Untersuchungen allein über Härteeindrücke an Glas veröffentlicht wurden. Die Erklärungen reichen von irreversiblen Dichteänderungen des Glases unter hohen Druckspannungen bei gleichzeitiger hoher Scherkomponente /38,39/ über Temperatursteigerungen von 10°C bis 1000°C /40/ bis zu einer von gestapelten Mikrorissen verformten Zone /41/.

Unzweifelhaft sind verbleibende Eigenspannungen durch den Eindruck, die sich in einigen Materialien bei höheren Eindruckkräften durch Ausplatzungen der Ränder des verformten Eindruckes und durch Rißerweiterungen nach der Entlastung ohne äußere Spannungen bemerkbar machen. Zur Einbeziehung dieser Eigenspannungen bei der Bestimmung der K_{IC} -Werte schlägt Fett /42/ eine Ersatzbetrachtung eines halbkreisförmigen Risses vor, der durch einen elastischen oder starren Keil zwischen den Rißflanken vorgespannt wird. Lawn et al. /43/ betrachten punktweise angreifende Kräfte in den Rißufern in Abhängigkeit der Eindruckkraft, des E-Moduls und der Härte des Materials. Beide Methoden benötigen umfangrei-

che Untersuchungen und Berechnungen, um die Eigenspannungs-Parameter bestimmen zu können. Um diese Schwierigkeiten zu umgehen, werden die mit einem Knoop-Eindruck vorgeschädigten Proben entweder gegläht, um vorhandene Eigenspannungen abzubauen oder die verformte Zone wird vorsichtig abpoliert.

Der größte Fehler bei der Angabe vieler K_{IC} -Werte, die nach der Knoop-Anriß-Methode ermittelt wurden, entsteht durch die Nichtbeachtung der Knooprißverlängerung während der Belastung, bevor der katastrophale Restbruch auftritt. Marshall /44/ zeigte erst vor kurzem durch direkte mikroskopische Betrachtungen von Knoop- und Vickers-Anrissen in heißgepreßtem Siliziumnitrid bei Raumtemperatur eine Verlängerung der Ursprungsrißlänge a_k zu a_{kmax} von bis zu 250 %, während bei den meisten K_{IC} -Bestimmungen in der vorhergegangenen Literatur nur die Ursprungsrißlänge a_k und die Bruchspannung σ_{max} berücksichtigt wurde.

Wie in Kap. 3.2 näher dargelegt wurde, ist eine Beurteilung von spröden Materialien anhand eines einzigen $K_{I_{max}}$ - bzw. K_{IC} -wertes nicht ausreichend, wenn unterhalb dieses Wertes langsames Rißwachstum auftritt. Der nach der Knoop-Anriß-Methode bestimmte Materialkennwert ist in diesem Fall $K_{I_{max}}$, der aber auch nur gültig ist, wenn die kritische Endgröße a_{kmax} und die meist halbelliptische Form zuverlässig bestimmt werden kann, welches wegen der geringen Längen (meistens unter 200 μm) und der Schwierigkeiten bei der Rißspitzenbestimmung nur an einigen Materialien und mit erheblichem Aufwand möglich ist.

Für die Praxis der Bauteilauslegung und für die Beurteilung der Zuverlässigkeit von keramischen Materialien ist bei dem Auftreten von langsamem Rißwachstum vor Erreichen der maximalen Belastung nicht der K_{IC} -wert bzw. der $K_{I_{max}}$ -wert entscheidend, sondern derjenige Spannungsintensitätswert K_{I0} bzw. der Rißwiderstandswert R_0 , bei und unterhalb dem kein langsames Rißwachstum auftritt.

Mit Hilfe des K_{I0} - bzw. R_0 -wertes lassen sich keramische Bauteile sicherer dimensionieren, während bei der Berechnung der Lebensdauer anhand unterkritischer RiBwachstumsparameter größere Unsicherheiten bestehen. Besonders wenn sich der RiBfortschritt bei kleinen Spannungskonzentrationsänderungen oder nach längeren Haltezeiten sprunghaft verändert, führt die Berechnung des RiBfortschrittes nach den unterkritischen RiBwachstumsparametern zu deutlichen Fehlbeurteilungen der ertragbaren Standzeiten.

3.3 Voraussetzungen für stabile RiBausbreitung bei langsam ansteigender Belastung

Ein spröder Biegebalken, welcher nur kleine Risse aufweist, wird bei langsam ansteigender Belastung plötzlich brechen, ohne daß vorher im Kraft-Durchbiegungsdiagramm Hinweise auf langsames RiBwachstum auftreten. Der Grund liegt in der hohen Steifigkeit spröder keramischer Körper, die eine geringe Verlängerung der Ausgangsrisse im elastischen Gesamtverhalten des Biegebalkens nicht erkennen lassen. Die Hauptschwierigkeit bei den Biegeversuchen besteht in der gespeicherten elastischen Energie der Probe und der Prüfmaschine, welche bei beginnendem RiBwachstum nach geringer RiBverlängerung zu sehr hohen RiBgeschwindigkeiten führt. Um beginnendes, langsames RiBwachstum erkennen und untersuchen zu können sind daher natürlich scharfe, genügend tiefe Risse in der Biegeprobe Grundvoraussetzung.

Aus den Untersuchungen von Kleinlein /17/ ist bekannt, daß in weggesteuerten Prüfmaschinen die RiBausbreitung durch die Steifigkeit der Prüfmaschine und der Auflagervorrichtung beeinflusst wird und wesentlich von der Länge des Ausgangsrisses a_0 abhängt /17/. Für $a_0 < a_{\min}$ wird der Bruchverlauf ganz oder teilweise unkontrolliert vorausgesagt, während für $a_0 \geq a_{\min}$ stabiles, langsames RiBverhalten erwartet werden kann. Für den Bereich der Wilson'schen Funktion kann die relative Anfangsrißlänge $X_{\min} = a_{\min}/H$ analytisch mit

$$X_{\min} = 1 - \frac{0,27149}{\sqrt{1/\delta - 0,30205}} \quad (13)$$

angegeben werden, wobei δ eine im wesentlichen geometriebestimmte Konstante,

$$\delta = \frac{18(1-\nu^2) \cdot H}{1+2e} \quad (14)$$

darstellt. Gl. (13) berücksichtigt nicht den Einfluß der Maschinensteifigkeit C_M und gilt daher streng genommen nur für ideal steife Maschinen mit $C_M = 0$. Kleinlein /17/ schlägt unter Einbeziehung der Maschinensteifigkeit und der Probengeometrie eine Bestimmung der relativen Anfangsrißlänge X_{\min}^* nach

$$X_{\min}^* = 1 - \frac{0,27149}{\left(\frac{\sqrt[3]{B \cdot H \cdot C_M} + 1/H}{6(1-\nu^2)} - 0,3025 \right)^{1/2}} \quad (15)$$

vor, welche bei den meisten keramischen Materialien bei einer steifen Maschine ($C_M \approx 0,04 \mu\text{m}/\text{N}$) zu optimalen Anrißlängen von $X_{\min}^* = 0,63 \div 0,68$ führt.

3.3.1 Effektive, spezifische Brucharbeit γ_{eff} bzw. mittlerer Rißwiderstandswert \bar{R}

Bei bruchmechanischen Untersuchungen an Einkristallen, Glas oder auch Glaskeramik entstehen durch den Rißfortschritt als Ergebnis des Bruchvorganges zwei neue, sehr ebene Oberflächen der Größe $2 A^*$. An polykristallinen keramischen Materialien erhält man in Abhängigkeit der Korngrößen und Kornformen verschieden rauhe, dreidimensionale Bruchtopographien, von denen in der Regel nur die stets kleinere Projektion A zur Auswertung benutzt werden kann. Zur Zeit sind computergestützte Bildauswertungsmethoden nach dem Photogrammetrieverfahren in der Entwicklung /46/, welche jedoch für die Auswertung dieser Arbeit noch nicht eingesetzt wer-

den konnten.

Zur Bestimmung der effektiven spezifischen Brucharbeit γ_{eff} wertet man die Diagramme von vollständig kontrollierten Bruchversuchen aus, wobei durch das Ausplanimetrieren des gesamten Kraft-Weg-Verlaufes die äußere Arbeit der Prüfmaschine und die innere elastische Energie der Probe erfaßt wird,

$$U_{\text{eff}} = \int_0^{\infty} F \cdot ds . \quad (16)$$

Diese für den kontrollierten Bruchvorgang aufgewandte Arbeit U_{eff} führt zur Schaffung zweier neuer Bruchflächen der Größe $2A = 2 \cdot B(H-a_0)$ und die effektive spez. Brucharbeit ergibt sich somit zu

$$\gamma_{\text{eff}} = \frac{U_{\text{eff}}}{2A} . \quad (17)$$

Dazu muß die Rißausbreitung so langsam erfolgen, daß kinetische Energien des Gesamtrisses vernachlässigbar werden, d.h. es dürfen keine sprunghaften Verläufe in den Kraft-Durchbiegungsdiagrammen wie z.B. "pop-in"-Effekte auftreten. Dies bedeutet, daß während des gesamten Bruchverlaufs die Bedingung $G = R$ erfüllt ist und die insgesamt freigesetzte Energie ebenfalls U_{eff} entspricht,

$$U_{\text{eff}} = B \int_{a_0}^H G \cdot da . \quad (18)$$

Für eine Reihe von Werkstoffen wurde bei konstanten Umgebungsbedingungen ein eindeutiger Zusammenhang zwischen der Rißgeschwindigkeit \dot{a} und der an der Rißspitze herrschenden Spannungsintensität K_I ermittelt. Nach theoretischen Überlegungen müßte zwischen \dot{a} und K_I ein exponentieller Zusammenhang bestehen /3/, während sich in der Praxis ein einfacheres Potenzgesetz in der Form

$$\dot{a} = C \cdot K_I^n \quad (19a)$$

bzw. in der Schreibweise des Rißwiderstandes

$$\dot{a} = a_0 \left(\frac{R}{R_0} \right)^{n/2} \quad (19b)$$

durchgesetzt hat. Die in Biegebruchversuchen ermittelten γ_{eff} -Werte der Materialien, die langsames Rißwachstum zeigen, sind daher keine exakten Werkstoffkenngrößen, sondern über den gesamten Bruchverlauf gemittelte Materialwerte, abhängig von der Prüfgeschwindigkeit \dot{s} , der Probengeometrie, des E-Moduls und der Belastungsart. Ebenso trifft dieses auf den mittleren Rißwiderstandswert \bar{R} zu, der mit

$$\bar{R} = 2\gamma_{\text{eff}} \quad (20)$$

definiert wurde. Trotz dieser Beschränkung sind \bar{R} bzw. γ_{eff} bei gleicher Probenform, Prüfgeschwindigkeit und Belastungsart wertvolle Größen zum Vergleich und Charakterisierung von keramischen Materialien in Bezug auf ihre Rißzähigkeit bei langsamer, dynamischer Belastung.

3.4 Zur Problematik des Spannungsintensitätsfaktors K_{I0} bei beginnendem Rißwachstum

Für eine sichere Dimensionierung von keramischen Bauteilen ist die maximal ertragbare Zugspannung σ_{max} wichtig, die an dem größten Fehler bzw. Riß a_{max} zu keinem Versagen durch Rißwachstum führt. Bei Werkstoffen mit konstantem Rißwiderstand bei wachsender Rißlänge a und bei unterschiedlichen Rißgeschwindigkeiten \dot{a} ($R(a, \dot{a}) = \text{konst}$) ist diese Spannung durch den K_{IC} -Wert exakt abgegrenzt,

$$\sigma_{\text{max}} = \frac{K_{IC}}{\sqrt{a_{\text{max}}} \cdot Y} \quad (21)$$

da unterhalb K_{IC} bzw. R_C kein langsames Rißwachstum stattfindet. Zeigen die Werkstoffe keine konstanten Rißwiderstandswerte ($R(a, \dot{a}) \neq \text{konst}$), so müssen zur sicheren Auslegung die maximal ertragbaren R_0 - bzw. K_{I0} -Werte bestimmt werden,

bei und unterhalb denen kein langsames Rißwachstum stattfindet.

Die experimentelle Bestimmung dieser K_{I0} -Werte kann nur schrittweise bei unterschiedlichen Belastungsarten erfolgen. Der kontrollierte Bruchversuch liefert bei dem geringsten Zeitaufwand die Werte von $K_{I0, dyn}$ bei vorgegebener Belastungsgeschwindigkeit aus der bis zum Rißfortschritt notwendigen Kraft und der Anrißlänge. Da auch noch bei diesen langsam ablaufenden Versuchen dynamische Effekte zu einer Erhöhung des K_{I0} -Wertes beitragen können, sollte durch länger andauernde, statische Belastungen eine Übereinstimmung von $K_{I0, dyn}$ und $K_{I0, stat}$ abgesichert werden.

Für die technische Anwendung der keramischen Materialien ist zudem die Spannungsintensität $K_{I0, schw}$ von besonderer Bedeutung, die bei schwellender Zugspannung und hohen Lastwechselzahlen zu keinem Rißfortschritt führt. Nach der Bestimmung der Materialwerte und der zutreffenden Belastungsart kann die sicher ertragbare Spannung mit

$$\sigma_{max} \leq \frac{K_{I0, schw}^{dyn}}{\sqrt{a_{max}} \cdot Y} \quad (22)$$

angesetzt werden.

Eine Übertragung der $K_{I0, stat}$ - bzw. $K_{I0, schw}$ -Werte auf nicht vorgeschädigte Proben mit einer "natürlichen" Rißgrößenverteilung konnte in dieser Arbeit nicht vorgenommen werden, da aufgrund der statistischen Verteilung dieser Risse nach Größe, Lage und Orientierung nur eine statistische Auswertung einer größeren Probenzahl sinnvoll erscheint, welche mit den beschränkten Probenzahlen und der vorhandenen Prüfmaschinenauslastung nicht zu bewerkstelligen war. Zudem ist die Übertragung der Rißgrößenverteilung von Biegeproben auf reale Bauteile nicht uneingeschränkt möglich, da Biegeproben sehr oft vom Sägen herrührende Kantenrisse aufweisen, welche in dieser Art bei größeren Bauteilen nicht auftreten. Zur Bestimmung des größten Anrisses in Bauteilen muß daher je

nach Material und Bearbeitungszustand eine Verteilung der Fehlergröße $f(a_i)$ durch zerstörende Belastung festgestellt werden, woraus die Wahrscheinlichkeit für den größten Fehler a_{\max} und nach Gl.(22) die maximal ertragbare Spannung festgelegt werden kann.

4. Experimentelle Voraussetzungen zur Durchführung von bruchmechanischen Versuchen mit Biegeproben

Die Hauptvoraussetzung für aussagekräftige bruchmechanische Versuche besteht in Proben mit natürlich scharfen, genügend langen Anrissen. Um diese in Normbiegeproben von $45 \times 4,5 \times 3,5$ mm einbringen zu können, wurden umfangreiche Vorversuche unternommen.

4.1 Erzeugung von Anrissen nach dem Sägeschnittverfahren

Die einfachste Möglichkeit zur Anrißerzeugung besteht in der kontrollierten Verlängerung von eingebrachten Sägeschnitten zu ebenen, natürlich scharfen Anrissen in durchbiegungsge- steuerten Versuchen. Dieses Verfahren wurde mit Erfolg an Al_2O_3 -Materialien neben anderen Autoren von Hübner /47/, Pabst /48/ und Munz /49/ vorgestellt. Eigene Untersuchungen an Si_3N_4 - und SiC-Materialien mit gerade durchgehenden Sägeschnitten und den dünnsten, handelsüblichen Sägeblättern von $50 \mu m$ Stärke verliefen insgesamt unbefriedigend, d.h. die Sägeschnitte erweiterten sich nicht kontrolliert zu scharfen Anrissen und die Proben brachen unkontrolliert.

Bei verschiedenen Chevron-notch Formen (s. Abb. 6) konnte bei den Si_3N_4 -Materialien mit höherer Rißzähigkeit nach einem unkontrollierten Rißstart (pop-in) in einigen Fällen ein kontrollierter Restbruch erzielt werden. Die nötige Spannungsüberhöhung zur Rißinitiiierung an der Kerbspitze führte jedoch bei dem spröderen SiC-Material zu einem vollständig unkontrolliertem Bruchverhalten. Die Beschränkung des Verfahrens auf 2 Materialien mit höherer Rißzähigkeit und die Schwierigkeiten der Rißlängenbestimmung aus der Probennachgiebigkeit bei den sehr geringen Kräften erforder- ten eine Änderung der Anrißmethode, da eine Variation der Probengeometrie nicht möglich war.

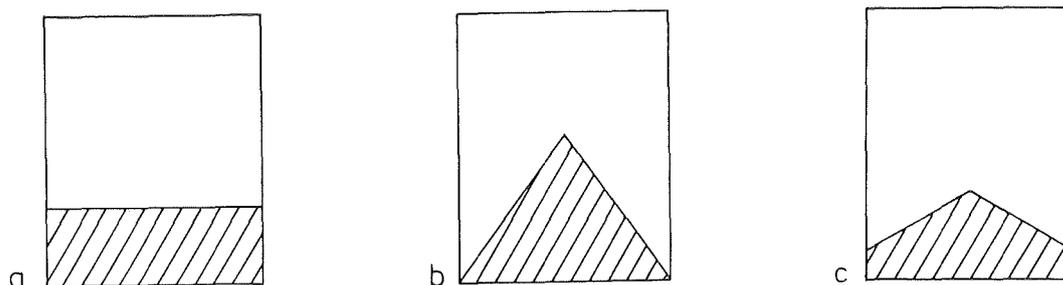


Abb. 6: Schematische Sägekerbformen: a) mit $x^* = 0.7$ bei gerader Kerbe, b) und c) Chevron-notch-Formen

4.2 Erzeugung von Anrissen durch das Keileindruckverfahren

Neben anderen Autoren stellte Almond et al. /50/ bei der Bestimmung von K_{IC} -Werten verschiedener Hartmetallzusammensetzungen einen deutlichen Einfluß der Sägekerbbreiten auf den K_{IC} -Wert fest und suchte daher eine Methode, mit natürlich scharfen Anrissen K_{IC} -Werte zu bestimmen. Da bei Hartmetallen die in Metallen übliche Erweiterung eines Sägeschnittes durch schwingende Belastung in vielen Fällen nicht gelingt, untersuchte er die Anrißerzeugung durch den Eindruck eines scharfen Hartmetallkeiles in Hartmetallproben. Dazu benutzte er HM-Schneiden mit Winkelgeometrien von $\alpha > 120^\circ$ und erreichte, daß sich unterhalb einer verformten Zone ein scharfer, durchgehender Riß in der Probe ausbildete (s. Abb. 7). Durch Abschleifen des verformten Bereiches erhielt er bruchmechanisch verwertbare Proben.

Entsprechende eigene Versuche an keramischen Materialien gelangen nur an porösen, reaktionsgesinterten Siliziumnitridwerkstoffen von geringer Härte, welche nicht zu den Versuchsmaterialien I bis IV gehörten. Bei dichten, hochfesten und härteren Materialien konnte weder durch HM-Keile noch durch scharfe HPSN-Keile eine genügend große plastische Verformung in die Proben eingebracht werden und damit auch kein Riß initiiert werden. Die von /50/ vorgeschlagene Ver-

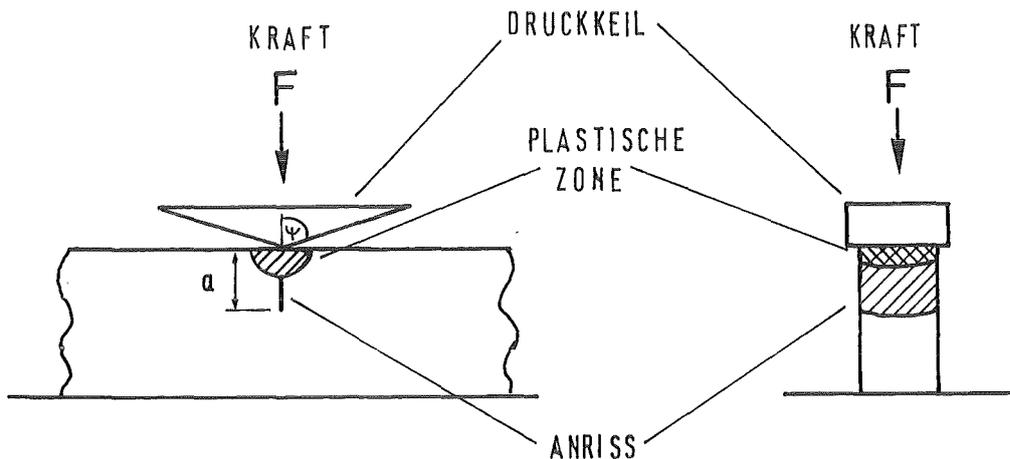


Abb. 7: Anrißerzeugung durch einen Keileindruck

wendung eines Druckkeiles aus gebundenem, polykristallinem Diamant war im Rahmen dieser Arbeit nicht möglich.

4.3 Erzeugung von Anrissen nach der Brückenmethode

Sadahiro et al. /51/ veröffentlichten 1981 die erste Untersuchung über die Erweiterung von kleinen Palmquist-Rissen in Hartmetallen zu ausgeprägten Anrissen, indem sie symmetrisch neben den Palmquist-Rissen Druckspannungen durch eine Art Brücke in die Probe einleiteten (s. Abb. 8). Durch die Reaktionskräfte der Probe entstehen an den Rißkeimen Zugspannungen, welche bei genügend hohen Spannungsintensitäten zur Rißerweiterung führen.

Bei den zäheren Hartmetallen erreichte Sadahiro stabile, natürlich scharfe Anrisse, während bei spröderen Materialien die Rißerweiterung zu schnell erfolgte und die Proben zweigeteilt zerbrachen. Warren und Johannesson /52/ nahmen das Verfahren auf und arbeiteten mit steiferen Unterlagen, im folgenden Amboß genannt, und einer größeren Anzahl von verschiedenen Brückengeometrien.

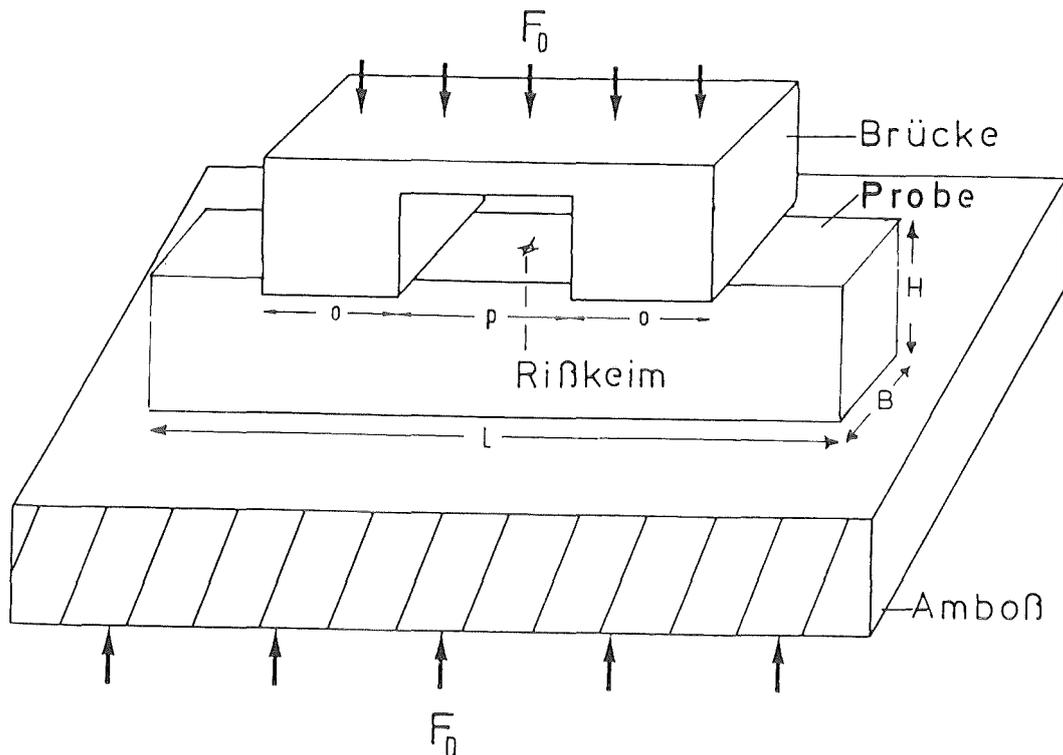


Abb. 8: Schematische Ansicht der Brückenmethode zur Erzeugung eines durchgehenden Anrisses, ausgehend von einem Rißkeim

Der wesentliche Fortschritt von Warren /52/ bestand in der Erzielung stabiler, tiefer Anrisse auch in spröderen Hartmetallen und in einer empirischen Bestimmung der erreichbaren Rißlängen a_i durch die Variation der Brückennutbreiten p und der Brückenstempellängen o (s. Abb. 8 und 9).

Zur Berechnung der Hauptzugspannung σ_x an den Ausgangsrissen verwendete /52/ zuerst ein analytisch mathematisches Modell eines Stempels auf einer halbunendlich ausgedehnten, ebenen Fläche. Dieser Ansatz führte zu einer Spannungsverteilung σ_x über die Probenhöhe H , die rechnerisch zu keiner Stabilität des erweiterten Risses führte und somit nicht mit den experimentellen Ergebnissen übereinstimmte.

Bei einer zweiten Berechnung der Spannungsverteilung mit Hilfe eines numerischen Finite-Elementeprogrammes BEMLIN

erhielt er in Abhängigkeit der Nutbreiten p und der Stempel-
längen o verschiedene Nulldurchgänge und Druckspannungszonen
von σ_x über der Probenhöhe H , die mit den experimentell
ermittelten Rißtiefen a_i teilweise gut übereinstimmten (s.
Abb. 9).

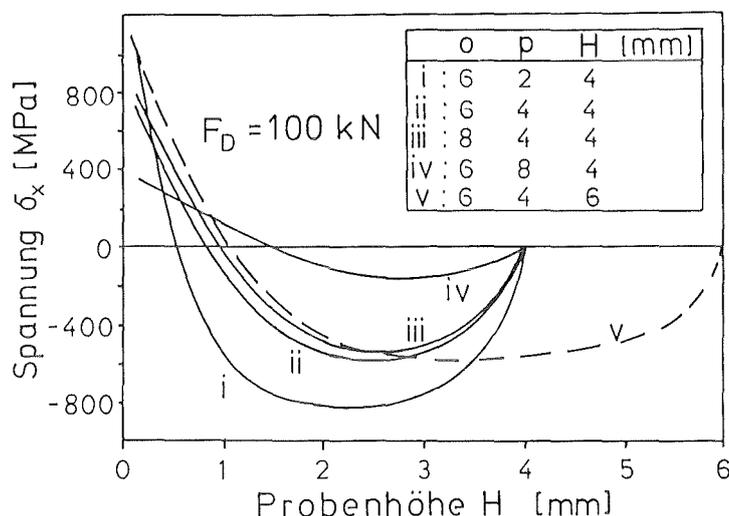


Abb. 9: Spannungsverlauf für verschiedene Brückengeometrien
an WC-6% Co nach /52/

Bei eigenen experimentellen Untersuchungen der identischen
Brückengeometrien o und p an keramischen Probematerialien
zeigten sich in der Tendenz ähnliche Rißtiefen, allerdings
stark beeinflusst durch die Steifigkeit des Amboßmaterials,
der Brücke, der Rauigkeit der Proben- und der Druckflächen.
Insbesondere die Reproduzierbarkeit des geraden Verlaufs der
Rißlänge a über die Probenhöhe H und die Probenbreite B
bereitete anfangs erhebliche Schwierigkeiten.

Da im Rahmen dieser Arbeit nur die vorgeschädigten Proben
mit verschieden tiefen Rissen von Interesse waren, wurde auf
eine genauere analytische Betrachtung des komplexen Span-
nungsverlaufs in Abhängigkeit einer Vielzahl von Parametern
verzichtet und nur eine experimentelle Optimierung der Bela-
stungsvorrichtung vorgenommen.

4.3.1 Spannungsoptische Apparatur

Um die optimalen Belastungsvorrichtungen zu ermitteln, wurden zahlreiche Vorversuche an Glas- und Glaskeramikproben durchgeführt. Glas und Glaskeramik haben zum einen den Vorteil, daß wachsende Risse direkt optisch sichtbar sind und zum zweiten sind diese Materialien spannungsoptisch aktiv, d.h. während der Belastung unter der Brückenvorrichtung können die Spannungsverteilung in der Probe und insbesondere Spannungssingularitäten sichtbar gemacht werden.

Da für die Anrißausbildung in hochfesten keramischen Materialien bei den gewählten Brückengeometrien Druckkräfte bis zu 50000 N aufgebracht werden müssen, wurden auch die Vorversuche an einer 50 kN Universalprüfmaschine der Firma Zwick, Typ 1361 durchgeführt. Die Drucklast wurde über ein Zuggehänge eingebracht (s. Abb. 10), in dem die eigentliche Belastungsvorrichtung befestigt wurde.

Zur spannungsoptischen Analyse wurde ein Lichtkasten, Polarisator und Analysator der Firma Tiedemann verwandt und an der Prüfmaschine fest installiert. Die photographischen Aufnahmen wurden mit einer Spiegelreflexkamera und einem Makroobjektiv aufgenommen.

4.3.2 Planparallelität von Proben, Amboß und Brücke

Die Erzeugung von tiefen und gleichzeitig geraden Anrissen setzt theoretisch in den Proben ein exakt gleichmäßiges, symmetrisches Spannungsfeld an dem entstehenden Riß voraus. Da dieses Spannungsfeld, in dem die Zugnormalspannung σ_x von ausschlaggebender Bedeutung ist, allein durch die Druckspannungen der Brücke initiiert werden kann, müssen diese Druckspannungen äußerst gleichmäßig in die Proben eingeleitet werden.

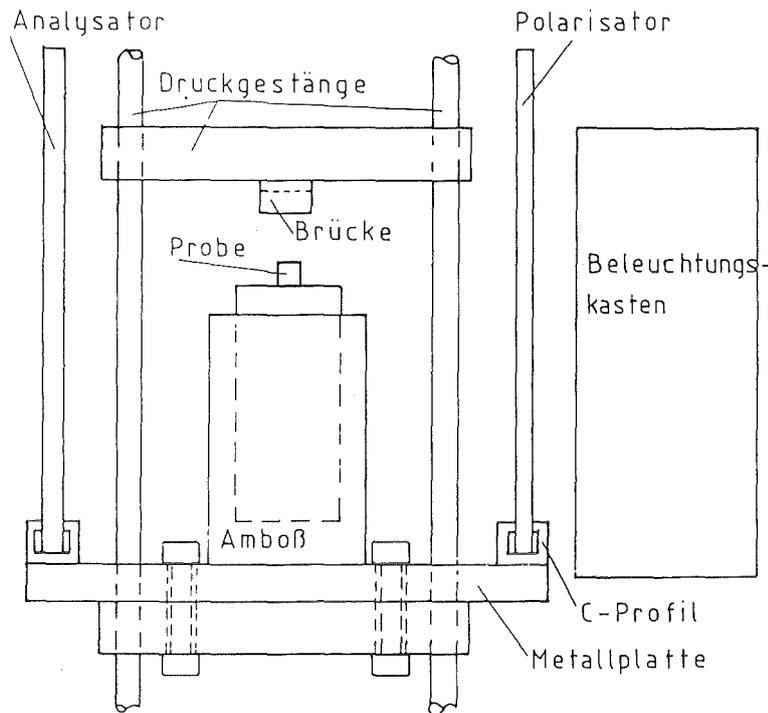


Abb. 10: Schematischer Aufbau der Belastungsvorrichtung mit spannungsoptischer Apparatur

Theoretisch erforderlich für eine exakte Druckeinleitung sind ein absolut ebener, vollständig unnachgiebiger Amboß, eine 100%-ige Planparallelität von Amboß, Probe und Brücke und eine völlig gleichmäßige Krafteinleitung von bis zu 50 kN über die Brückenstempel.

Diese Anforderungen sind mit einfachen Mitteln technisch nicht erfüllbar, da die Proben auch nach einem Präzisions-schliff Abweichungen von $\pm 2\mu\text{m}$ über die Probenlänge und noch bis zu $1\mu\text{m}$ über die Breite aufwiesen. Ein Nachpolieren der Auflagerseiten brachte in den meisten Fällen noch ungünstigere Ergebnisse in Richtung zu entweder keilförmigen oder balligen Abweichungen, sodaß nur die Seitenflächen der Proben poliert wurden.

Der erste Ansatz zu einem möglichst steifen Amboß bestand aus einem gehärteten Stahlquader mit $100 \times 100 \times 50$ mm Abmessung aus 90 Mn V8, dessen beide Auflagerseiten feinstgeschliffen wurden. Die verschiedenen Brückengeometrien, welche die Druckkräfte in die Proben einleiteten, waren eben-

falls aus gehärtetem und feinstgeschliffenem 90 Mn V8. Mit dieser Zusammenstellung konnten bei den ersten Versuchen in Material I natürlich scharfe Anrisse von unterschiedlicher Rißlänge a_0 eingebracht werden, wobei allerdings die Reproduzierbarkeit der Rißlängen und insbesondere die gleichmäßige Rißtiefe über der Probenbreite B noch unbefriedigend waren.

4.3.3 Hydraulische Lagerung des Amboßes

Da ungünstige Paarung der individuell abweichenden Proben im μm -Bereich mit den geringen Abweichungen des Amboßes und der Brücke ebenfalls im μm -Bereich zu unsymmetrischen Spannungsverteilungen in den Proben führten, wurde der Amboß neu konstruiert und hydraulisch gelagert, sodaß sich die Auflagefläche der Proben bei wachsender Belastung optimal an die Proben- und Brückenstegflächen anpassen konnten. Dazu wurde ein Rundamboß mit einem Durchmesser von 55 mm und einer Höhe von 75 mm aus vollaufgehärtetem Stahl 90 Mn V8 in einem äußeren Stahlzylinder in Öl gelagert und durch drei O-Ringe abgedichtet und geführt (s. Abb. 11).

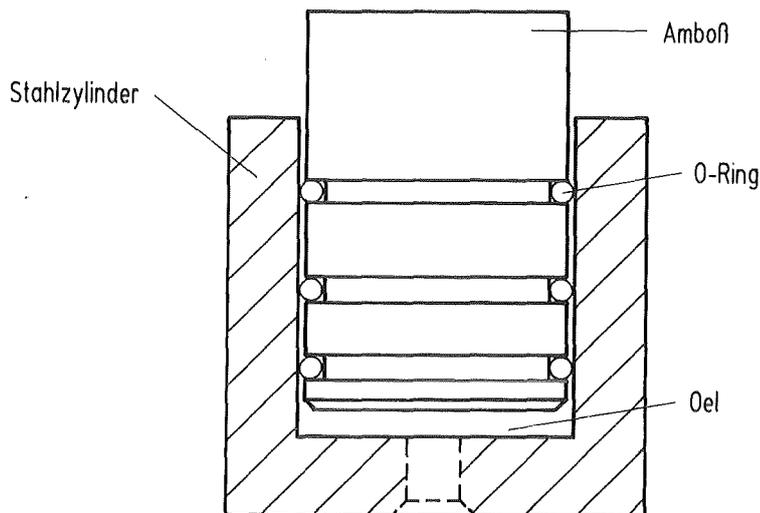


Abb. 11: Hydraulische Lagerung des Amboßes

Bei den ersten Versuchen zeigten sich zu starke Reibungseffekte bei der Belegung mit 3 O-Ringen, sodaß bei den weite-

ren Versuchen der Rundamboß nur noch durch den mittleren O-Ring geführt wurde.

Die Ergebnisse in Hinsicht auf gleichmäßige Anrißausbildung über die Höhe und Breite der Proben verbesserten sich auch bei tieferen Rissen gegenüber dem einfachen Stahlquaderamboß, waren aber für eine Präparation von Testserien noch nicht vollständig zufriedenstellend.

Daher mußte das Oberteil der Belastungsvorrichtung, besonders die Einstellbarkeit der krafteinleitenden Brücke weiter verbessert werden. Dazu wurden die Brücken versuchsweise ebenfalls hydraulisch gelagert, was sich jedoch als völlig ungeeignet herausstellte und durch die Überbestimmtheit des Gesamtsystems zu stark variierenden und unsymmetrischen Anrißverläufen führte. Weitere Optimierungsversuche führten zu einer steiferen Lagerung der Brücken mit Hilfe von Pufferscheiben zwischen Brückenoberseite und Druckplatte. Aus der Vielzahl verschiedener Puffermaterialien von Gummi über Kunststoffe bis zu Kupferscheiben erwiesen sich Hartkartonscheiben von 30 mm Durchmesser und 1 mm Höhe als beste Pufferanordnung, wobei allerdings diese Scheiben nach jeder Belastung erneuert werden mußten. Um eine Verspannung dieser Pufferscheiben vor der Druckbelastung so gering wie möglich zu halten und um ein leichteres Auswechseln der Hartkartonscheiben zu erreichen, wurden die Pufferscheibe und Brücke an der oberen Druckplatte mit Hilfe eines plangeschliffenen Permanenttaftmagneten befestigt (s. Abb. 12).

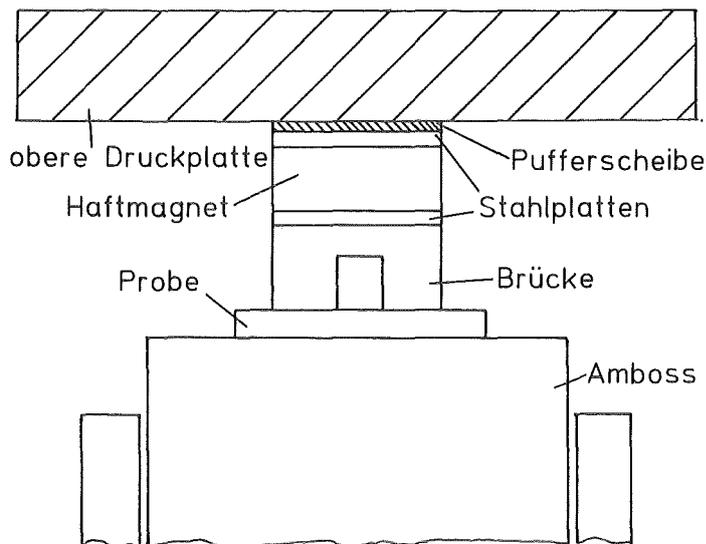


Abb. 12: Aufbau der oberen Belastungsvorrichtung

4.3.4 Spannungsverhältnisse in Glas- und Glaskeramikproben während der Brückenbelastung

Die spannungsoptischen Untersuchungen an Glas- und Glaskeramikproben während der Druckbelastung unter der Brücke zeigten, daß trotz aufwendiger Optimierung des Belastungssystems keine vollständig gleichmäßigen und symmetrischen Spannungsfelder in die Proben eingebracht werden konnten. Durch die komplexe Gestaltung der Zug-, Druck- und Schubspannungsfelder in den Proben unter der Brückenbelastung, von denen nur die Hauptzugspannungen für die Anrißausbildung benötigt werden, konnten auch noch mit leicht unsymmetrischen Belastungen sehr gute Ergebnisse erzielt werden. Da Glas und Glaskeramik bei den zur Rißeinleitung nötigen Druckspannungen selten Isochromatenordnungen $n > 4$ erreichen, wurden die Untersuchungen hauptsächlich mit weißem Licht durchgeführt, wobei sich die Spannungsfelder durch Farbunterschiede leichter erkennen lassen. Die folgenden Schwarz-Weiß-Aufnahmen mußten mit monochromatischem Na-Licht aufgenommen werden, wodurch die Auflösung und Informationsdichte aufgrund der niedrigen Isochromatenordnung wesentlich eingeschränkt wurde. In Abb. 13 wird die obere Belastungsvorrichtung mit einer Brücke, eine Glaskeramikprobe und der obere Teil des Ambosses vor der Druckbelastung dargestellt.

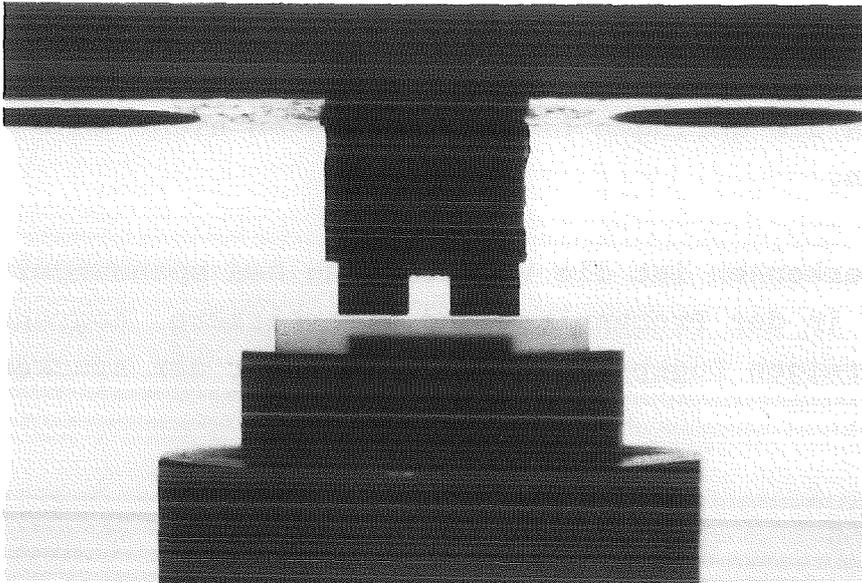


Abb. 13: Glaskeramikprobe vor der Brückenbelastung

Während der langsamen Belastung mit einer Vorschubgeschwindigkeit von $v = 0,2 \text{ mm/min}$ erkennt man bei etwas höherer Vergrößerung und einer Druckkraft von $F_D = 1 \text{ kN}$ deutlich die hellen Bereiche der Druckspannung über die gesamte Probenhöhe. In der Probenmitte zeichnet sich von der Amboßseite ein dunkles, spannungsfreies Gebiet ab, das zur Brückennut sichelförmig ausläuft und darüber den Bereich der Zugspannungen abgrenzt (s. Abb. 14).

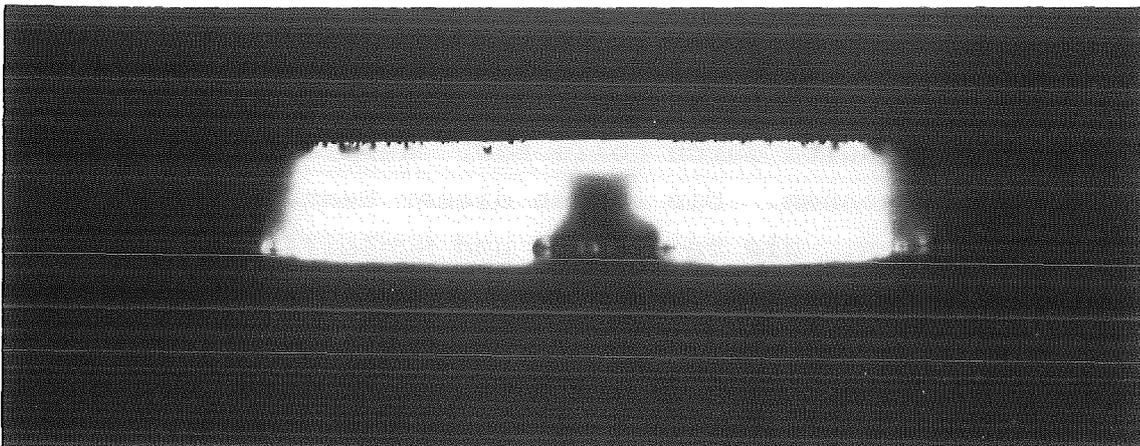


Abb. 14: Glaskeramikprobe unter der Brückenbelastung mit $F_D = 1 \text{ kN}$

Bei einer Steigerung der Druckkraft auf $F_D = 2 \text{ kN}$ kommt es zu einer Verbreiterung der Druckspannungszonen, die sich jedoch durch die geringen Lichtintensitäten nicht mehr abbilden lassen.

Deutlich zu erkennen ist die Vergrößerung des spannungsfreien Gebietes in der Probenmitte und die stärkere Abgrenzung des sichelförmigen Zugspannungsgebietes unter der Brückennut (s. Abb. 15).

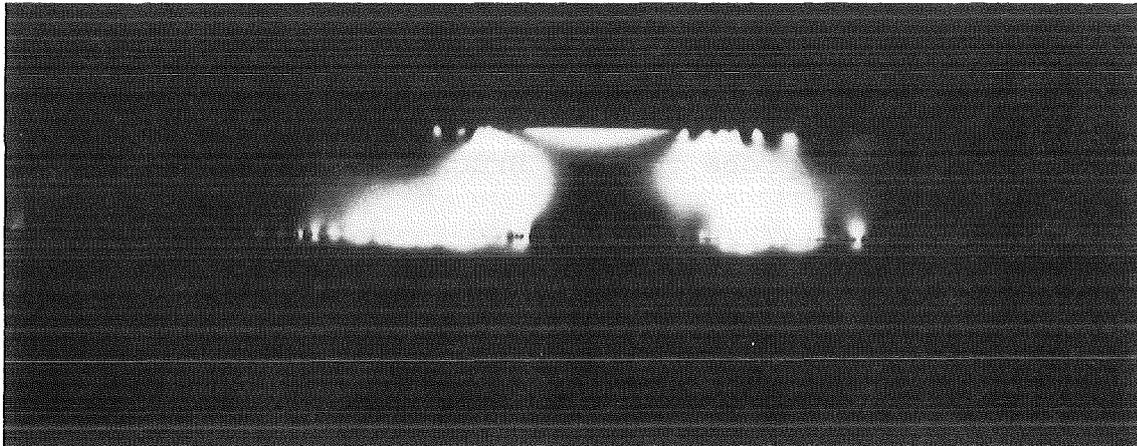


Abb. 15: Glaskeramikprobe unter der Brückenbelastung mit $F_D = 2 \text{ kN}$

Durch das polarisierte Licht lassen sich in Glas- und Glaskeramikproben die sonst unsichtbaren Kantenrisse deutlich unter den beiden Brückenstempeln und etwas schwächer auch auf der Auflagerseite durch helle bzw. dunkle Spannungssingularitäten erkennen. Die Längen dieser Kantenrisse in den Glaskeramikproben, die beim Sägen und Schleifen der Proben entstanden, betragen bis zu $200 \mu\text{m}$.

Werden die Proben nicht in der Mitte durch einen Vickers- bzw. Knoopdruck vorgeschädigt, entwickelt sich bei steigender Last von dem größten Kantenriß ausgehend ein tiefer Anriß, der in den meisten Fällen nicht in der Probenmitte liegt und damit zu gekrümmten Anrissen führt.

Bei weiterer Druckbelastung treten zwischen 2 und 3 kN deutliche Schubspannungsfelder in den Druckzonen auf, die sich als dunklere Bereiche, von den Brückenkanten ausgehend, abzeichnen (s. Abb. 16). Bei dem scharf begrenzten Übergang einer Druckfläche zum unbelasteten Teil der Probe treten nach der elastischen Verformungstheorie Schubspannungspole auf /53/, die in der Praxis durch die elastischen Verformungen von Brücke, Probe und Amboß gemindert werden und bei dieser Belastungsvorrichtung hauptsächlich an den weniger verformbaren Innenkanten der Brücke entstehen.

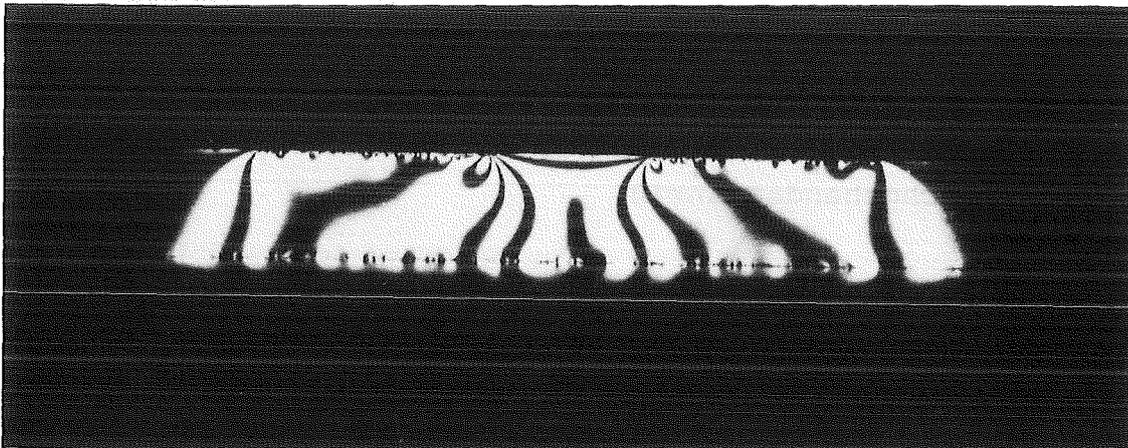


Abb. 16: Glaskeramikprobe unter der Brückenbelastung mit $F_D = 3 \text{ kN}$

Bei Druckkräften zwischen $F_D = 4 \div 5 \text{ kN}$ beginnt in der Glaskeramik in Abhängigkeit von der Brückengeometrie die Erweiterung der Vickers- bzw. Knoop-Anrisse zu einem halb-elliptischen Riß, der sich anfangs langsam vergrößert und mit zunehmender Geschwindigkeit zu einem über die gesamte Probenbreite B durchgehenden Anriß von definierter Länge a_{0i} führt (s. Abb. 17). Während der Ausbildung des Anrisses verändern sich die Spannungsfelder; die sichelförmige Zugspannung unter der Brückennut wird durch den Riß geschnitten und in zwei kleinere Restbereiche unterteilt. Der Riß läuft in ein zuvor spannungsarmes Gebiet und wird von einer keilförmigen Druckspannungszone am weiteren Rißfortschritt gehindert, die auch bei weiterer Drucksteigerung

ihre Form nur sehr wenig ändert und damit zur gesuchten Reißstabilität führt (s. Abb. 17).

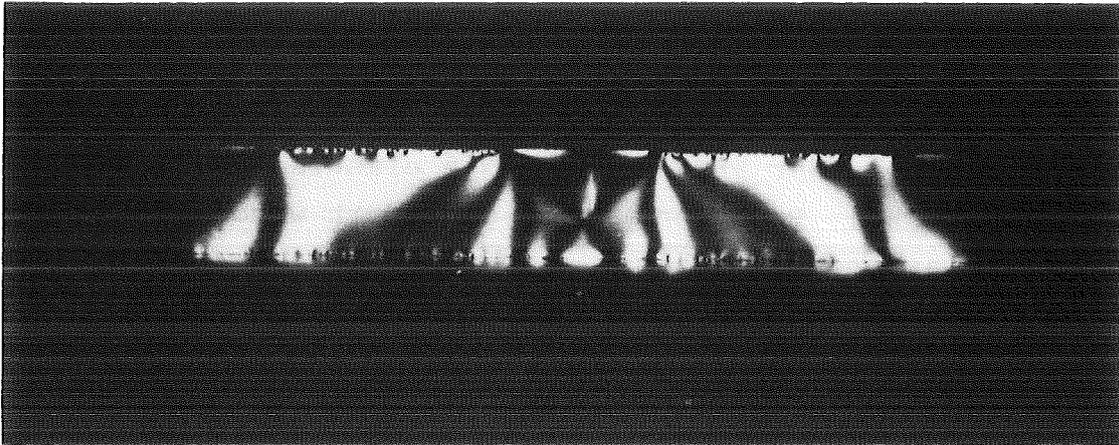


Abb. 17: Spannungsverhältnisse in einer Glaskeramikprobe mit durchgehendem Anriß

Die Ermittlung der Maximalspannungen in Glas- und Glaskeramikproben kann nur mit weißem Licht vorgenommen werden, wobei die Schubspannungen die absolut höchsten Werte erreichen. Da die Anrißerweiterung und die Reißausbildung durch Zugspannungen erfolgte, mußten die geringen Farbintensitäten unter der Brückennut zur Zeit des Reißbeginns sehr exakt festgestellt werden, da minimale Farbverschiebungen bei den sehr geringen Spannungsintensitäten zu stark variierenden Ergebnissen führten.

Die Brückenbelastung ist daher als eigenständige Testmethode für spröde Materialien weniger geeignet, aber zur Herstellung von Proben mit einem natürlich scharfen, gerade durchgehendem Anriß auch bei nicht vollständig exakt eingeleiteten Druckspannungen eine einfache und elegante Methode, wobei die Spannungsoptik beim Aufbau und der Justierung der Belastungsvorrichtung eine wesentliche Hilfe darstellt.

4.3.5 Experimentell bestimmte Anrißlängen a_{0i} bei verschiedenen Brückenabmessungen

In Vorversuchen wurden an Glasproben die in Tab. 1 aufgeführten Brückenabmessungen untersucht, wobei neben der erforderlichen Druckkraft F_D zur Ausbildung des Anrisses der Mittelwert \bar{a}_0 der erzielten Rißlängen von jeweils 5 Proben und ihre Standardabweichung \bar{s} angegeben wurde. Zur Bestimmung der Anrißlängen a_{0i} wurden die Proben von Hand schnell gebrochen und die Bruchflächen lichtmikroskopisch untersucht. Der Anrißverlauf und die Anrißlänge wurden mit Hilfe eines Objektmikrometers bestimmt.

Nutbreite o [mm]	Stegbreite p [mm]	Druckkraft F_D [kN]	Rißlänge \bar{a}_0 [mm]	Stand.abw. \bar{s} [mm]
4	5	3,6	0,95	0,09
4	7	4,0	0,82	0,07
4	8	5,0	1,02	0,07
3	10	4,5	0,93	0,05
5	10	4,2	2,24	0,09
6	10	5,4	2,46	0,10
8	10	5,6	2,68	0,04
10	10	6,7	3,55	0,10

Tab. 1: Erzielte Rißlängen in Abhängigkeit der Brückengeometrien an Glasproben mit $H = 4,5$ mm und $B = 3,5$ mm

Als wichtigste Abmessung der Brückengeometrie für die erreichbaren Anrißlängen a_{0i} erwies sich die Nutbreite p , wobei eine Stegbreite von $o = 3$ mm nicht unterschritten werden sollte. Bei den Brückenabmessungen mit $o = 10$ mm ergab die Variation der Nutbreiten einen eindeutig linearen Zusammenhang zwischen der erzielten Anrißlänge a_{0i} und der Nutbreite p_i , der in dem untersuchten Bereich von $p = 3$ bis 10 mm durch

$$a_0 = 0,32 \cdot p \quad (23)$$

beschrieben werden kann (s. Abb. 18).

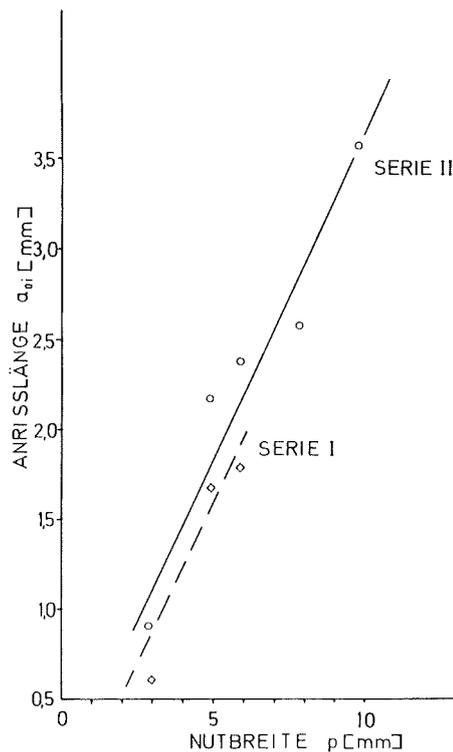


Abb. 18: Experimentell bestimmte Anrißlängen a_0 in Abhängigkeit der Nutbreite p an Glasproben

Diese lineare Beziehung gilt exakt nur für die untersuchten Glasproben. Bei den keramischen Materialien zeigte sich ebenfalls eine Abhängigkeit der Anrißtiefe a_0 von der Nutbreite p , die aber durch die unterschiedlichen E-Moduli der einzelnen Materialien und den höheren Druckkräften von $F_D = 20 + 50$ kN keine lineare Beziehung ergab. Um Anrißlängen von $a_0 \approx 3,0$ mm in den einzelnen Materialien zu erreichen, mußte für jedes Material eine spezielle Brücke mit $o = 10$ mm und $p = 8$ bis 12 mm hergestellt werden.

4.4 Rißlängenmeßverfahren

Für die Untersuchung des langsamen Rißwachstums in spröden Materialien ist nach dem scharfen Anriß die Bestimmung der Anrißlänge a_0 und die aktuelle Rißlänge a_i von ausschlaggebender Bedeutung. Bei Glas- und Glaskeramikproben kann dies relativ einfach durchgeführt werden, da bei geeigneter Beleuchtung der Rißverlauf und die Rißspitze durch Lichtbrechung gut sichtbar zu machen sind und mit Hilfe eines Meßmikroskops während des langsamen Rißwachstums einfach vermessen werden können.

4.5 Optische Rißlängenbestimmung

Zur optischen Vermessung der Rißlängen a_i in Glaskeramikproben wurde ein Stereomikroskop der Firma Zeiss, Typ Z 44, an der Prüfmaschine senkrecht zur Probenlängsachse befestigt. Durch die variable Vergrößerung kann die Probenhöhe von 4,5 mm bildfüllend mit etwa 10-facher Vergrößerung abgebildet werden. Durch die feinabgestufte Unterteilung des Objektmikrometers lassen sich Rißlängen mit einer Genauigkeit von $\pm 0,02$ mm vermessen.

Bei den keramischen Materialien ist nur die Rißspur auf der Seitenfläche der Proben sichtbar und selbst bei spiegelnd polierter Oberfläche ist eine genaue Bestimmung der Rißspitze nicht möglich, da im Rißspitzenbereich die Rißuferabstände weit kleiner als das Auflösungsvermögen des optischen Mikroskops werden.

Zur besseren Sichtbarkeit dieser Rißspur dient insbesondere bei schwingender Belastung eine Tränkung des Anrisses mit gefärbtem Wasser oder Alkohol, der an den Rändern austritt und die Rißspur markiert. Da jedoch eine Beeinflussung des Rißverhaltens durch diese Markiermethode bei einigen Materialien eintritt, bleibt die optische Vermessung Glas- und Glaskeramikproben vorbehalten.

4.6 Elektrisches Spannungspotentialverfahren

Zur Bestimmung von Rißlängen in metallischen Werkstoffen wird das el. Spannungspotentialverfahren seit geraumer Zeit angewandt, wobei durch die Probe Gleichstrom von konstanter, hoher Stromstärke I geleitet wird. Durch den fortschreitenden Riß wird die stromleitende Fläche A um $\Delta a \cdot B$ verkleinert und damit erhöht sich der spez. el. Widerstand der Probe um ΔR , welches bei konstantem I zu einer meßbaren Potentialspannungserhöhung ΔU führt (s. Abb. 19).

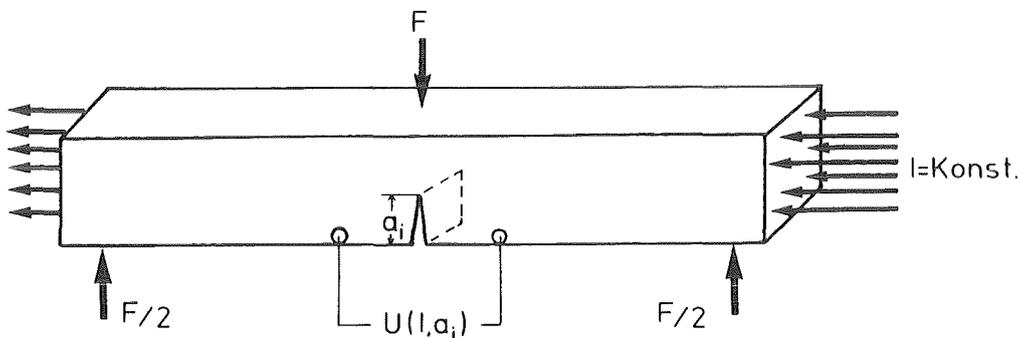


Abb. 19: Schematische Darstellung des el. Spannungspotentialverfahrens

Keramische Materialien der Siliziumnitrid- bzw. Siliziumcarbidgruppe sind mit wenigen Ausnahmen bei RT hervorragende Isolatoren, sodaß die einfache Methode nicht anwendbar ist. Bringt man jedoch sehr dünne, leitende Schichten auf die Seitenflächen der Proben auf, läßt sich damit der Rißfortschritt an der Außenseite der Probe messen und unter der Voraussetzung eines gleichmäßigen Rißfortschrittes über den Querschnitt der gesamte Rißverlauf bestimmen.

4.6.1 Geeignete Beschichtungsmaterialien

Da bei dem el. Spannungspotentialverfahren an beschichteten keramischen Materialien nur die elektrisch leitende Schicht den Rißfortschritt an der Oberfläche nachweisen kann, muß

die Wahl der geeigneten Schichten mit größter Sorgfalt vorgenommen werden. Die Anforderungsbedingungen an diese Schichten sind:

- geeignete el. Leitfähigkeit (R_0 möglichst hoch)
- gute bis sehr gute Haftfähigkeit auf dem Probenmaterial
- Stabilität bei der Stromdurchführung (bis zu 500 h)
- Inertes Verhalten gegenüber Umgebungseinflüssen
- Exakte Trennung der Rißufer

Virkar /55/ benutzte bei Untersuchungen über das Rißverhalten in Glaskeramik aufgesputterte Goldschichten mit einer Breite von 1,2 mm und einer Schichtdicke von etwa $0,1 \mu\text{m}$, wobei er Stromstärken von $I \approx 100 \mu\text{A}$ verwendete.

Eigene Untersuchungen an aufgesputterten Au-Schichten verschiedener Schichtdicken von $0,02 \mu\text{m}$ bis $0,1 \mu\text{m}$ und gleicher Breite ergaben Schwierigkeiten bei der Konstanz des el. Widerstandes der Schicht bei Stromstärken $I > 50 \text{ mA}$. Der Grund dafür dürfte an den Sputterbedingungen gelegen haben, welche sehr kleine Au-Inseln in der Schicht ausbilden, die bei höheren Stromdichten ein Sinterverhalten aufweisen und damit zu einem zeitlich variablen Widerstand ohne Rißfortschrittseinfluß führen. Begrenzt man die Stromstärke auf $I < 20 \mu\text{A}$, so verhält sich die Au-Schicht el. stabil, allerdings sinkt die Meßsignalspannung U in den Nanovoltbereich (10^{-9} V) ab und kann nur noch mit aufwendiger Meßtechnik zuverlässig ermittelt werden.

Eine weitere negative Eigenschaft des Au-Filmes war sein ausgeprägtes plastisches Verhalten, welches auch bei den dünnsten Au-Schichten von etwa $0,02 \mu\text{m}$ (durchscheinender Film) bei den extrem kleinen Rißufertrennungen im Rißspitzenbereich zu keiner exakten Trennung der Schicht führte. In einem kurzen Bereich hinter der Rißspitze lag der Au-Film meistens noch geschlossen vor und trennte erst nach deutlicher plastischer Verformung in Form von Scherlippen vollständig auf (s. Abb. 20).

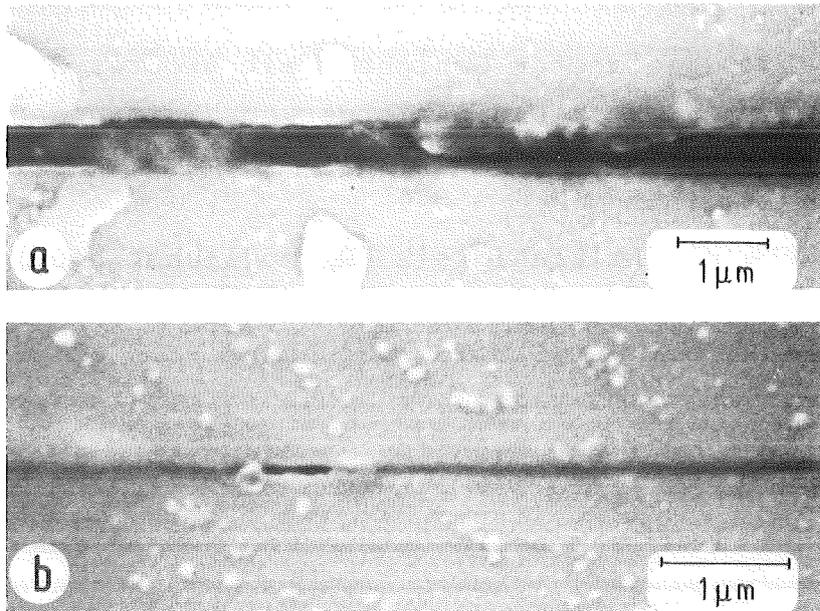


Abb. 20: Au-Schicht auf der Rißspur; a) ausgeprägte Scherlippen, b) fast vollständig geschlossene Schicht im Rißspitzenbereich

Die sehr geringe Meßsignalspannung und die unbefriedigende Auftrennung der Schicht im Rißspitzenbereich führten zu umfangreichen Beschichtungsversuchen mit Platin, Chrom und Kohlenstoff, wobei neben der elektrischen Leitfähigkeit die Haftfestigkeit und das Rißauftrennverhalten der Schichten untersucht wurden.

Versuche, den elektrischen Widerstand der Schichten zu steigern, um damit Meßsignalspannungen im gut beherrschbaren Millivoltbereich zu erhalten, führten zu Beschichtungsversuchen mit Titannitrid (TiN), Titandiborid (TiB_2) und Titan-carbid (TiC). Die Schichten aus TiC zeichneten sich durch die beste Haftfestigkeit und den höchsten spez. elektrischen Widerstand von $\rho = 0,7143 \cdot 10^{-6} \Omega\text{m}$ aus; ihre el. Stabilität war unterhalb der Erwärmungsgrenze bei etwa 500 A/cm^2 über mehrere Tage hervorragend und die Änderung des spez. Widerstandes infolge geringfügiger Temperaturschwankungen von $\pm 2^\circ\text{C}$ und Luftfeuchtedifferenzen von $\approx 20\%$ lag unterhalb der Meßgenauigkeit von $0,1\%$. In der exakten Trennung der Schichten durch die sehr geringen Rißuferöffnungen waren die TiN ,

TiB₂- und TiC-Schichten gleichwertig und wesentlich besser als die Edelmetallschichten, sodaß alle weiteren Untersuchungen mit TiC-Schichten durchgeführt wurden (s. Abb. 21).

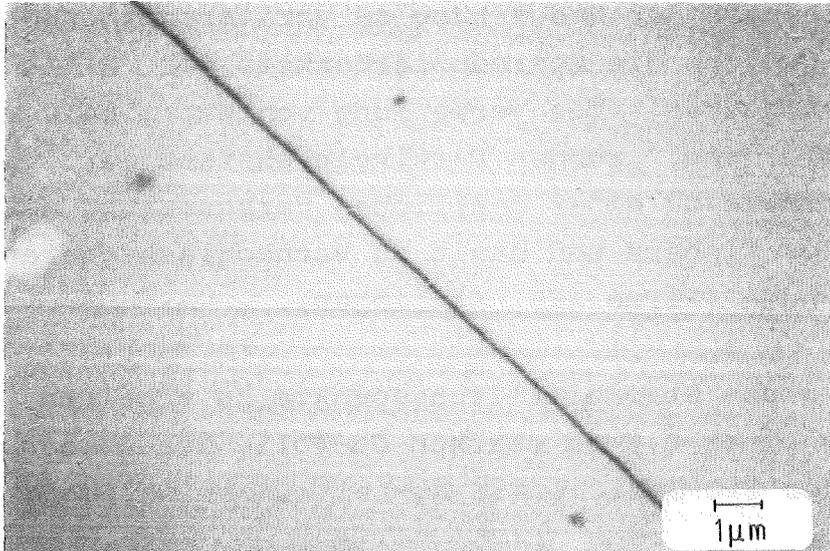


Abb. 21: Rißauftrennung der TiC-Schicht

Die Proben wurden in einer Sputteranlage der Firma Leybold-Heraeus Typ Z 550 durch direkte Kathodenzerstäubung beschichtet, wobei das TiC-Plasma durch Einstellungen der Beschleunigungsspannung und der Sputterzeit dichte Schichten von 0,1 bis 0,15 µm auf den Seitenflächen der Proben erzeugte.

4.6.2 Stromeinleitung und Spannungsabgriff

Um in der TiC-Schicht eine konstante Stromliniendichte zu erhalten, muß in ausreichendem Abstand von dem Anriß der Strom in die leitende Schicht eingespeist werden. Da die TiC-Schicht mit Pb-Sn-Loten keine Verbindung eingeht und Ag-Hartlote durch unterschiedliche thermische Ausdehnungskoeffizienten die Schicht zum Abplatzen bringen, wurden leitende Klebeverbindungen eingesetzt.

Die Leitkleber bestehen im wesentlichen aus einer nichtlei-

tenden Kunststoffmatrix mit einem hohen Anteil von Metallpulver, welches durch Partialkontakte die el. Leitfähigkeit herstellt. Bei den meisten handelsüblichen Leitklebern führen Entmischungen, Gasblasen und ein Ausdampfen des Lösungsmittels noch nach der Aushärtung zu variierenden Kontaktwiderständen, welche die Reproduzierbarkeit der Rißlängenbestimmung erschweren. Die Verwendung von Metallpulvern mit stark abgeflachten, runden Partikeln anstatt der üblichen Kugelform führte zu einer deutlichen Verbesserung der Leitfähigkeit des Klebers und damit zu vernachlässigbaren Kontaktwiderständen (Firma AFS, Ettlingen).

Um genügend große Stromeinleitungspunkte zu erhalten wurden Streifen aus einer 0,2 mm starken Cu-Folie der Abmessung 4,5 × 5 mm auf der TiC-Schicht mit Ag-Leitkleber befestigt.

Die Potentialspannung U läßt sich an den verschiedensten Stellen abgreifen; die einfachste Lösung ist der Abgriff an den Stromeinleitungspunkten (s. Abb. 22).

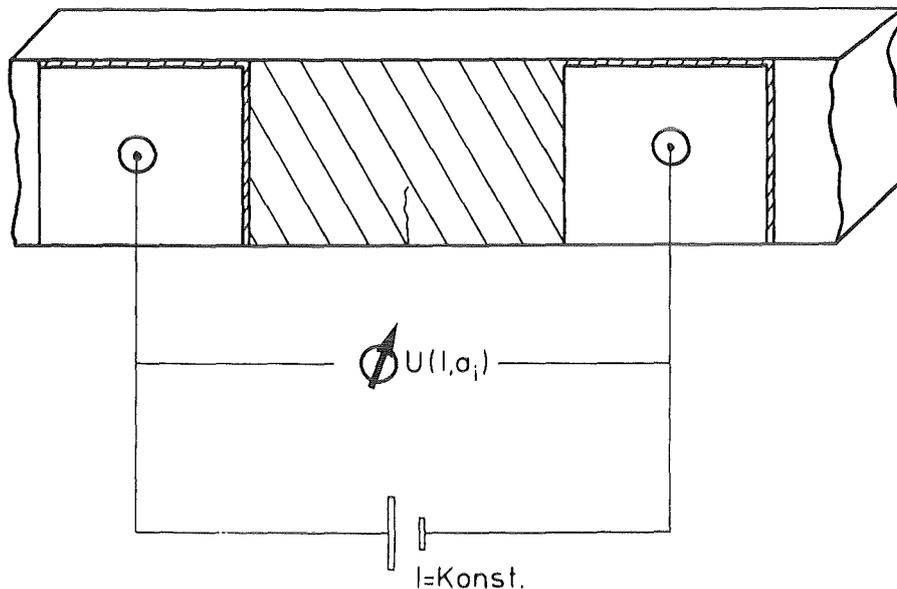


Abb. 22: Schematische Darstellung des Spannungsabgriffs an den Stromeinleitungspunkten

Bei dieser Lösung ist das Auflösungsvermögen des Rißfortschritts auf $\Delta a > 50 \mu\text{m}$ begrenzt, welches insbesondere bei beginnendem Rißfortschritt unbefriedigend erschien. Daher

wurde die Potentialspannung U direkt auf der TiC-Schicht links und rechts neben dem Anriß im Abstand $w/2$ abgegriffen, und man erhielt durch die stärkere Umlenkung der Stromlinien deutlich höhere Spannungsänderungen bei der Rißverlängerung (s. Abb. 23).

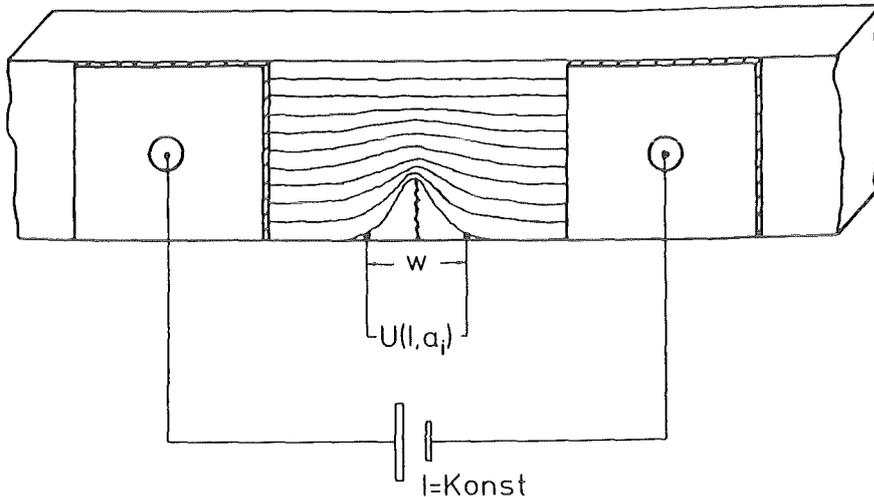


Abb. 23: Schematische Darstellung des Stromlinienverlaufs in der TiC-Schicht

Die Potentialspannung $U(a)$ wird außer von der Rißlänge a_i direkt von dem Abstand w der Spannungsabgriffspunkte beeinflusst, sodaß beim manuellen Anbringen der Meßdrähte unter dem Stereomikroskop und der Kontaktierung mit Ag-Leitkleber die Reproduzierbarkeit der Meßergebnisse nicht die gewünschte Genauigkeit erreichte. Um die Distanz w zwischen den beiden Abgriffspunkten bei allen Proben identisch einzuhalten, wurden auf der Unterseite der Proben Kontaktstreifen befestigt, welche in der Elektronikindustrie als Endlosgurte zur automatischen Bestückung von Platinen verwendet werden. Diese Kontaktstreifen bestehen aus versilbertem Cu-Blech und werden mit einer Genauigkeit des Abstandes w von kleiner 0,1 mm ausgestanzt. Der Nachteil dieser Kontaktstreifen bestand darin, daß damit nur eine Proben-seite beschichtet und kontaktiert werden konnte; der Rißfortschritt in den Proben konnte daher nur an einer Außen-seite festgestellt und gemessen werden. Bei ungleichen Rißtiefen über der Probenbreite führt diese Meßmethode zu Feh-

lern; es zeigte sich jedoch an den Glaskeramikproben und auch an den übrigen Materialien, daß bei leicht ungleichen Anrißlängen über der Probenbreite sich nach kurzem Rißfortschritt ein gleichmäßig tiefer Riß ausbildete, sodaß nach dieser Methode der Gesamtrißverlauf durch die Bestimmung von nur einer Rißflanke genau erfaßt werden konnte.

4.6.3 Eichung und Auflösungsvermögen des angewandten Potentialverfahrens

Eine wesentliche Forderung an den Aufbau eines Potentialverfahrens ist die Konstanz der Potentialspannung bei Rißstillstand. Zusätzlich darf bei der rein elastischen Verformung der Probe keine Widerstandsänderung auftreten. Um diese Anforderungen zu überprüfen wurden 5 Glaskeramikproben ohne Anriß beschichtet und kontaktiert. Die Proben wurden mit einer geringen Vorlast 100 h beaufschlagt, wobei die Potentialspannung U_0 mit einem x-t-Schreiber aufgezeichnet wurde. Danach wurden die Proben bis zum Bruch belastet, wobei der x-t-Schreiber die Potentialspannung mit maximaler Aufzeichnungsgeschwindigkeit erfaßte. Während der Langzeitversuche und bei der Belastung bis zum Bruch ergaben sich keine Spannungsänderungen, die über die Meßgenauigkeitsschwankungen von 0,1 % hinausragten.

Zur Bestimmung der Rißlängen a_i aus dem Potentialspannungswert U_i entwickelte Johnson /56/ eine analytische Beziehung durch Lösungen der komplexen Laplace-Gleichungen bei vorgegebenen Randbedingungen. Da diese Randbedingungen weder mit den vorhandenen Probengeometrien noch mit der Abgriffsanordnung übereinstimmten und sich in der Literatur zudem Hinweise über Unstimmigkeiten von analytischen und experimentellen Werten ergaben /57/, wurde auf eine analytische Berechnung der Potentialspannung U_i in Abhängigkeit von der Rißlänge a_i verzichtet und ein einfaches Kalibrationsverfahren für die vorhandene Probengeometrie und Spannungsabgriffsanordnung vorgenommen.

Dazu wurden mehrere Glaskeramikproben mit einem Anriß von $a_0 \approx 1$ mm vorgeschädigt. Nach dem Entlasten der Proben schlossen sich die Anrisse vollständig, sodaß bei der Beschichtung mit TiC scheinbar rißfreie Proben über der gesamten Probenhöhe mit einer geschlossenen Schicht bedeckt wurden. Diese Proben wurden kontaktiert und an eine Präzisionsgleichstromquelle der Marke Knick J 40 angeschlossen. Die abgegriffene Potentialspannung wurde mit einem Millivoltmeter gemessen und durch einen x-t-Schreiber aufgezeichnet. Durch die von Probe zu Probe etwas variierenden Schichtdicken mußte diejenige Stromstärke I_0 eingestellt werden, welche für eine rißfreie Probe einen Ausgangswert von exakt 10.00 mV ergab. Die dafür notwendigen Stromstärken lagen bei 180 bis 210 μA und damit weit unterhalb der thermischen Stabilitätsgrenze der TiC-Schicht.

Diese kontaktierten und stromdurchflossenen Proben wurden danach in eine Prüfmaschine mit angebautem Meßmikroskop in ein 4-Punkt-Biegeauflager eingebaut und stufenweise langsam belastet, bis sich als erstes der Anriß vollständig geöffnet hatte und damit auch die TiC-Schicht bis zu a_0 auftrennte. Bei geeigneter Beleuchtung quer zur Probenlängsachse ließ sich die Rißtiefe durch ein Objektmikrometer mit einer Genauigkeit von etwa 20 μm gut vermessen und über der erzielten Potentialspannung U aufzeichnen. Durch vorsichtige Laststeigerung und durch schnelles Entlasten beim Einsetzen höherer Rißgeschwindigkeiten konnte auch von kurzen Anrissen ausgehend die Potentialspannung U_i als Funktion der Rißtiefe a_i aufgenommen werden. Die Ausgleichskurve für die Meßpunkte von 5 verschiedenen Proben wurde auf einem Kleinrechner HP 9825 nach der Methode der kleinsten Fehlerquadrate ermittelt. Insbesondere für Anrißlängen $a_i > 2,5$ mm und damit für die am häufigsten verwendeten Rißtiefen wurde eine sehr gute Übereinstimmung der Ausgleichskurve mit den Meßwerten erzielt (s. Abb. 24). Diese parabelförmige Ausgleichskurve ermöglicht Rißlängenmessungen und Rißfortschrittsmessungen an den undurchsichtigen Keramikproben gleicher Geometrie,

Beschichtung und Kontaktierung, wobei für die meistens angewendeten Anrißlängen $a_0 > 2,5$ mm durch die sehr gute Auflösbarkeit des Spannungssignals Genauigkeiten in der Rißlängenbestimmung von kleiner $5 \mu\text{m}$ erzielt werden konnten, welche mit anderen Verfahren nicht annähernd zu erreichen waren.

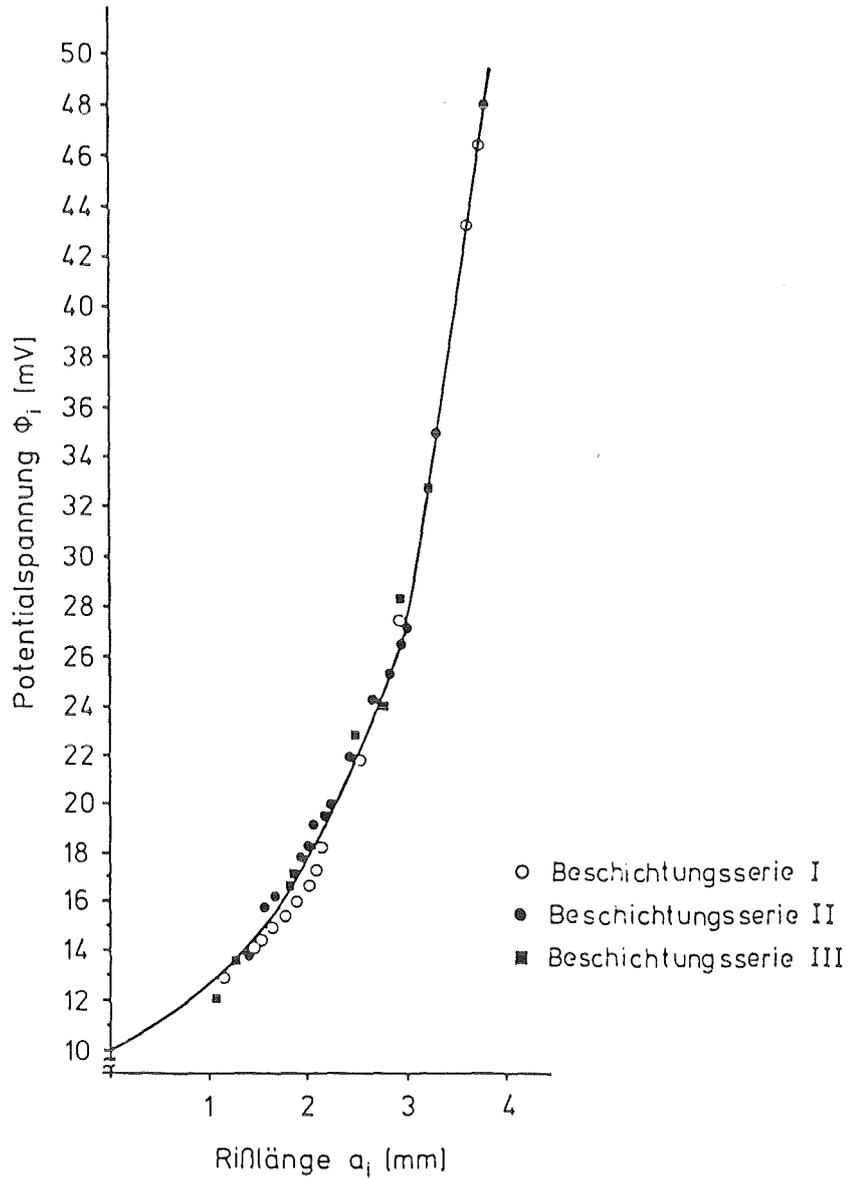


Abb. 24: Experimentelle Meßpunkte und Eichkurve des verwendeten Potentialverfahrens

5. Charakterisierung der untersuchten Werkstoffe und experimentelle Ergebnisse

Bei der Festlegung der zu untersuchenden Werkstoffe aus der großen Anzahl der verfügbaren keramischen Materialien wurden bewußt sehr unterschiedliche Materialien ausgewählt. Dadurch konnte die Versuchsmethode der natürlich scharfen Anrisse von Biegeproben an verschiedenen Materialien untersucht werden, bei denen andere Testmethoden bisher versagten.

Da viele Vor- und Eichversuche an Glaskeramik durchgeführt wurden, ist dieses Material I der Firma Schott/Mainz als Vergleichsmaterial mit hohem Glasphasenanteil in die Untersuchung einbezogen worden.

Für die Keramikgruppe auf Siliziumnitridbasis wurde nur heißgepreßtes Material (HPSN) ausgewählt, zum einen ein älteres Material II mit dem klassischen Sinterhilfsmittel MgO der Firma Degussa/Frankfurt und zum zweiten ein neueres, hochfestes Material III mit dem Sinterhilfsmittel Y_2O_3 der Firma Annawerk/Rödental.

Von den Siliziumcarbidwerkstoffen wurde das ohne Sinterhilfsmittel hergestellte und mit sehr geringen Verunreinigungen heißisostatische gepreßte Hip-SiC als Material IV untersucht.

Material I	Material II	Material III	Material IV
Glaskeramik	HPSN-MgO	HPSN- Y_2O_3	HIP-SiC
Schott/ Mainz	Degussa/ Frankfurt	Annawerk/ Rödental	ESK/ Kempten

Tab. 2: Materialbezeichnungen und Herstellerfirmen

5.1 Herstellung und chemische Zusammensetzung

Glaskeramik ist ein Werkstoff, der neben amorphen Bestandteilen kristalline Phasen enthält. Nach den in der Glastechnologie üblichen Methoden wird zunächst eine Glasschmelze aus dafür geeigneten Rohstoffen erschmolzen, homogenisiert, geläutert und schließlich heißgeformt. Nach dem Abkühlen und Entspannen des glasartigen Rohlings folgt eine zweite, längere Temperaturbehandlung, bei der von den Keimbildnern TiO_2 , ZrO_2 und LiO_2 ausgehend das Glas kristallisieren kann. Das untersuchte Material I enthielt 70 + 80 Gewichtsprozent kristalline Phase mit einer mittleren Kristallgröße von nur 50 nm, sodaß es in poliertem Zustand eine gute Transparenz mit leicht gelblicher Farbe aufwies. Die kristalline Phase hat einen negativen, die Glasphase einen positiven Ausdehnungskoeffizienten, sodaß der mittlere lineare Ausdehnungskoeffizient im Temperaturbereich von 0 bis 50°C auf $0 \pm 0,05 \cdot 10^{-6}/\text{K}$ kompensiert werden konnte. Die genaue Zusammensetzung dieses Materials aus mehr als 10 Komponenten wurde von der Herstellerfirma nicht bekanntgegeben, sodaß nur eine grobe Klassifizierung vorgenommen wurde.

SiO_2	Al_2O_3	MgO, CaO	LiO_2	TiO_2	ZrO_2
50+60	20+25	8+10	3+5	3+5	3+5

Tab. 3: Hauptbestandteile des Materials I, alle Angaben in Gew.-%

Heißgepreßtes Siliziumnitrid mit MgO als Sinterhilfsmittel zählt zu den älteren, hochfesten und dichten Keramikmaterialien. Als Ausgangsstoff wird Si_3N_4 -Pulver mit einem hohen Anteil $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ (α -Anteil über 90 %) und einer möglichst großen spezifischen Oberfläche ($O_s > 8 \text{ m}^2/\text{g}$) mit den Sinterhilfsmitteln vermischt und in Graphitmatrizen bei etwa 1800°C und einem Druck von 30 bis 80 MPa heißgepreßt. Der Anteil des Hauptsinterhilfsmittels MgO, aber auch die Anteile von CaO, Fe_2O_3 , Al_2O_3 und der SiO_2 -Gehalt der Aus-

gangspulver bestimmen die erreichbaren Dichten und beeinflussen sehr stark das Hochtemperaturverhalten dieser Materialien /58,59/, während ihr Einfluß bei den Raumtemperatureigenschaften weniger stark ausgeprägt ist.

Si	N	C	O	Al ₂ O ₃	MgO	Fe ₂ O ₃	CaO	Na ₂ O	K ₂ O
55	34,7÷	0,5÷	2,75÷	0,85÷	2,45÷	1,48÷	0,05	0,05	0,05
	35,4	0,6	3,7	1,0	2,6	1,6			

Tab. 4: Chemische Analyse des Materials II, alle Angaben in Gew.-%

Insbesondere zur Verbesserung der Hochtemperaturfestigkeit und der Oxidationsbeständigkeit sind seit etwa 5 Jahren HPSN-Materialien mit Y₂O₃ als Sinterhilfsmittel kommerziell erhältlich. Während MgO als Sinterhilfsmittel zu einer glasartigen Phase an den Korngrenzen und in den Tripelpunkten führte, bildet Y₂O₃-haltiges HPSN verstärkt kristalline Yttrium-Silizium-Oxidnitrid-Phasen hauptsächlich an den Tripelpunkten aus /60,61/ und steigert damit die Hochtemperatureigenschaften. Bei dem untersuchten Material III wurde zusätzlich durch gezielte Zugabe von ca. 7% β-Si₃N₄ zum Ausgangspulver Keime zum Wachstum der nadelförmigen β-Kristallite eingebracht /70/.

Si	N	C	O	Y ₂ O ₃	MgO	Fe ₂ O ₃	CaO, Na ₂ O	Si-frei
51	32,2	0,34	2,6÷	6,8÷	-	1,33	-	3
			4,1	8,1				

Tab. 5: Chemische Analyse des Mat. III, alle Angaben in Gew.-%

Bei dem Material IV wurde laut Herstellerangaben ein hochreines SiC-Ausgangspulver verwendet, welches durch heißiso-

statisches Pressen bei 1900°C und 2000 bar nahezu porenfrei verdichtet wurde /75/. Durch eine geeignete Prozeßführung läßt sich damit ein feinkörniges, hochoberflächenbeständiges Material herstellen. Bei der chemischen Analyse wurden allerdings diejenigen chemischen Elemente im Spuren-Bereich nachgewiesen, die bei drucklos gesinterten SiC-Materialien als Sinterhilfsmittel im Prozentbereich zugesetzt wurden. Ob es sich lediglich um Verunreinigungen oder um eine gezielte Dotierung der Ausgangspulver handelte, konnte bisher nicht zweifelsfrei bestimmt werden /62,63,64/.

Si	C ges	O	Al	B	Fe	N	Ca
70,81	29,0	0,02	0,02	0,06	0,07	0,01	0,01

Tab. 6: Chemische Analyse des Materials IV, alle Angaben in Gew.%

5.2 Physikalische Eigenschaften

Zur Bestimmung der bruchmechanischen Größen ist eine möglichst genaue Kenntnis der physikalischen Konstanten der Materialien notwendig. Es muß daher etwas genauer auf die benutzten Verfahren eingegangen werden, um die Meßfehler und damit die Genauigkeit der ermittelten Werte besser beurteilen zu können.

5.2.1 Dichte, E-Modul und Querkontraktionszahl ν

Zur Bestimmung der Dichte ρ ist das Vermessen der Proben und die einfache Bestimmung des Gewichtes zu ungenau. Von den geschliffenen, nicht vorgeschädigten Proben wurde daher die Dichte nach dem archimedischen Auftriebsverfahren bestimmt. Das spez. Gewicht des verwendeten deionisierten Wassers wurde nach genauer Temperaturmessung von $\pm 0,2^\circ\text{C}$ aus Tabel-

len /65/ entnommen, und damit konnte die Dichte ρ der Materialien mit einer Genauigkeit von 0,1% bestimmt werden.

Bei der Bestimmung der E-Moduli von ungekerbten Proben im Biegeversuch aus den Kraft-Durchbiegungsverläufen sind Abweichungen von 5 bis 10% sehr leicht möglich. Die E-Modulwerte wurden deshalb nach zwei dynamischen Verfahren bestimmt, wobei der Unterschied zwischen adiabatischem und isothermem E-Modul vernachlässigt wurde, da er bei den untersuchten Materialien unter 0,2 % liegt.

Zur Messung des E-Moduls durch die Resonanz-Methode nach Förster /66/ wurde ein Elastomat 1.024 der Firma Förster/Reutlingen verwendet, der die Probenstäbchen im Bereich von 500 bis 140000 Hz zu Schwingungen anregt. Dazu wurden die Proben in zwei Schlaufen an Kohlenstoffasern eingehängt, wobei eine Schlaufe mit dem Erregerpiezokristall und die andere mit dem Empfängerpiezoaufnehmer verbunden ist. Aus den Eigenfrequenzen der transversalen und der torsionalen Schwingung der Probenstäbchen sowie deren Dichte und Geometrie kann der E-Modul, der Schubmodul G und die Poisson'sche Querkontraktionszahl ν errechnet werden. Die longitudinale Schwingung ließ sich mit diesem Gerät nicht auswerten, da selbst die Grundschwingung schon am oberen Ende des Frequenzmeßbereiches lag.

Die Identifizierung eines gemessenen Schwingungsspektrums geschah iterativ; aus der vermuteten Grundfrequenz eines Schwingungstyps wird der entsprechende Modus bestimmt und daraus die zu erwartende Oberschwingung berechnet. Bei Übereinstimmung von gemessenen und berechneten Frequenzen der unteren Schwingungsmoden ist die Messung abgeschlossen. Die Berechnung des E-Moduls aus den Frequenzwerten der transversalen Schwingungen ergibt sich aus der Goens'schen Lösung der Schwingungsdifferentialgleichung zu

$$E = \rho \cdot \frac{48\pi^2}{m_i^2} \cdot \frac{l^4}{H^2} \cdot f_i^2, \quad (24)$$

wobei ρ die Dichte, l die Länge der Probe, f_i die i -te Eigenfrequenz und H die Länge jener Probenkante beschreibt, die parallel zur Schwingungsrichtung liegt. Der von der Ordnung der Schwingung abhängige Zahlenwert m_i liegt nur für sehr dünne Stäbe tabelliert vor, bei größerer Dicke der Stäbe muß der Einfluß von Scherkräften durch einen Korrekturfaktor K berücksichtigt werden /17,65/,

$$E = K \cdot E \quad . \quad (25)$$

Die Genauigkeit dieses Verfahrens wurde nach der Methode der Fehlerfortpflanzung aus Gl. (30) abgeschätzt, sodaß sich für den maximalen Fehler ΔE

$$\frac{\Delta E}{E} = 4 \frac{\Delta l}{l} + 2 \frac{\Delta H}{H} + \frac{\Delta \rho}{\rho} + 2 \frac{\Delta f}{f} \quad (26)$$

am stärksten die Ungenauigkeit bei der Bestimmung der Probenabmessungen auswirkte. Der Fehler bei der Eigenfrequenzbestimmung Δf wird von der Herstellerfirma mit 10^{-5} angegeben, wobei allerdings die Lage der Halteschlaufen nicht berücksichtigt wurde. Bei Untersuchungen über den Einfluß Lage der Halteschlaufen auf die Resonanzfrequenz ergab die Verschiebung der Schlaufen aus den Schwingungsknoten einen maximalen Resonanzfehler von 10 Hz bei der ersten Grundschwingung von etwa 17 kHz. Damit ergibt sich ein Gesamtfehler bei der E-Modulbestimmung nach der Resonanzmethode zu

$$\Delta E/E = 0,9 \%$$

Ein wesentlich einfacheres und schnelleres Verfahren zur Bestimmung der dynamischen E-Moduli war das Impuls-Erregungsverfahren. Dabei wurde eine stäbchenförmige Probe in den Grundschwingungsknoten auf zwei gespannte Stahldrähte aufgelegt und durch einen kurzen Impuls in Schwingungen versetzt. Nach einer Zeitdauer von etwa 1 + 2 sec klangen die komplexeren Torsions- und Oberschwingungsmoden sehr viel stärker ab, als die erste transversale Biegeeigenschwingung, sodaß mit einem Ringdown-Counter über ein Piezomikrophon

diese Grundschiwingung aufgenommen werden konnte. Die Versuche wurden mit einem Meßgerät der Firma Grindo-Sonic, Typ MK3 durchgeführt, welche zur Auswertung der gemessenen Eigenschwingungen eine empirisch entwickelte Formel angab,

$$E = \frac{\rho}{(R/4)^2} [3933,2 \left(\frac{l}{H^2}\right) + 22635 \cdot l^2] \quad (27)$$

in der R einen der Grundschiwingung proportionalen Anzeigewert darstellte. Der nach Gl.(33) bestimmte Gesamtfehler bei diesem Verfahren betrug

$$\Delta E/E = 1,1 \% ,$$

wobei die Übereinstimmung der exakten E-Modul-Werte von einzelnen Proben genauer als 1 % war. Daher wurden nach der Bestimmung des Schwingungsspektrums über der Resonanzmethode für die Materialien I bis IV die einzelnen E-Modulwerte für die gesamten Probenchargen nach dem Impuls-Erregungsverfahren bestimmt.

Material	Dichte g/cm ³	E-Modul GN/m ²	G-Modul GN/m ²	ν
I, Glaskeramik	2,52	93,2	37,5	0,242
II, HPSN-MgO	3,22	337,5	132,2	0,276
III, HPSN-Y ₂ O ₃	3,30	315,3	121,7	0,295
IV, HIP-Sic	3,21	453,2	192,7	0,176

Tab. 7: Physikalische Eigenschaften der untersuchten Werkstoffe bei Raumtemperatur

5.3 Gefügeanalyse und Fraktographie

Zum besseren Verständnis und Bewertung der Bruchvorgänge war eine Gefügeanalyse und Gefügebeurteilung der keramischen Materialien notwendig. Von den getesteten Proben wurden Schliffe angefertigt, welche im Bruchbereich geätzt und ungeätzt licht- und elektronenmikroskopisch (REM) untersucht wurden. Alle Bruchflächen wurden zuerst unter einem Stereomikroskop untersucht, welches die besten Ergebnisse hinsichtlich der Topographie der Bruchflächen erbrachte. Der Verlauf der eingebrachten Anrisse konnte meistens sehr gut erkannt werden, teilweise war das Gebiet des langsamen Rißfortschrittes und die Restbruchfläche zu erkennen. Die photographischen Bruchflächenaufnahmen reduzierten die Informationsdichte beträchtlich, da von dem Stereomikroskop nur der Strahlengang eines Auges ausgeblendet werden konnte.

Einzelne Bereiche der Bruchflächen der verschiedenen Materialien wurden danach im REM untersucht und um zu höheren Vergrößerungen zu gelangen, wurden von einigen Proben Pt-C-Folienabdrücke hergestellt, welche im TEM untersucht werden konnten.

Das Material I war mit polierten Oberflächen gut lichtdurchlässig und durchsichtig, wobei eine leichte gelblich-bräunliche Färbung mit der Materialdicke zunahm. Diese gute Lichtdurchlässigkeit bei einem hohen kristallinen Anteil von etwa 80 % wurde durch die sehr geringen Kristallgrößen von etwa 50 nm und durch den geringen Brechungsunterschied von Kristall- und Glasphase erreicht. Die Abbildung dieser kleinen Kristalle und ihre Einbettung in die amorphe Glasphase läßt sich nur mit TEM-Aufnahmen exakt nachweisen, worauf in dieser Arbeit verzichtet wurde, da der Einfluß dieser sehr kleinen Kristallite auf das Bruchverhalten als vernachlässigbar angesehen wurde. Für den Bruchwiderstand und das langsame Rißwachstum war die amorphe Glasphase entscheidend, die mit etwa 20 % für eine ausreichend gute Einbettung der kristallinen Feinbereich sorgte.

Bei HF-geätzten Schlifflinien fallen als erstes eine Vielzahl von runden bis länglichen Vertiefungen von 10 bis 50 μm Durchmesser auf, welche durch den bevorzugten Angriff der Flußsäure auf die amorphen Glasphasenbereiche entstehen und zum Herauslösen von inselartigen Materialbereichen führten.

Bei höherer Vergrößerung erkennt man im Lichtmikroskop neben den großen Vertiefungen kleine zellartige Strukturen von etwa 1 μm Durchmesser. Die durch den unterschiedlich starken Ätzangriff der dunkleren kristallinen Phasen zur helleren Glasphase entstehenden Höhenkontraste lassen sich nur im Lichtmikroskop abbilden, wobei allerdings der scharf abgebildete Bereich stark eingeschränkt wird (s. Abb. 25).

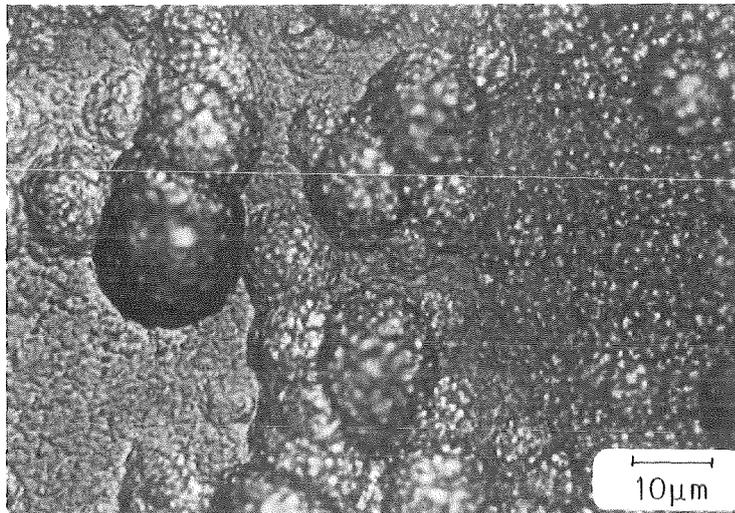


Abb. 25: Zellartige Struktur der kristallinen Bereiche in Material I

Die Bruchflächen des Materials I zeigten auch bei hohen Vergrößerungen spiegelblanke Oberflächen, auf denen bei den vorgeschädigten Proben der Knoop-Anriß und der Brücken-anrißverlauf sehr gut zu erkennen war (s. Abb. 26 a). Die Abzeichnung der Anrisse von dem weiteren Rißverlauf beruht auf geringfügigen Winkelabweichungen der Vorschädigung von dem weiteren Rißverlauf und diese Winkelabweichungen ließen sich durch geeignete Beleuchtung unter dem Stereomikroskop am besten abbilden (s. Abb. 26 a und 26 b).

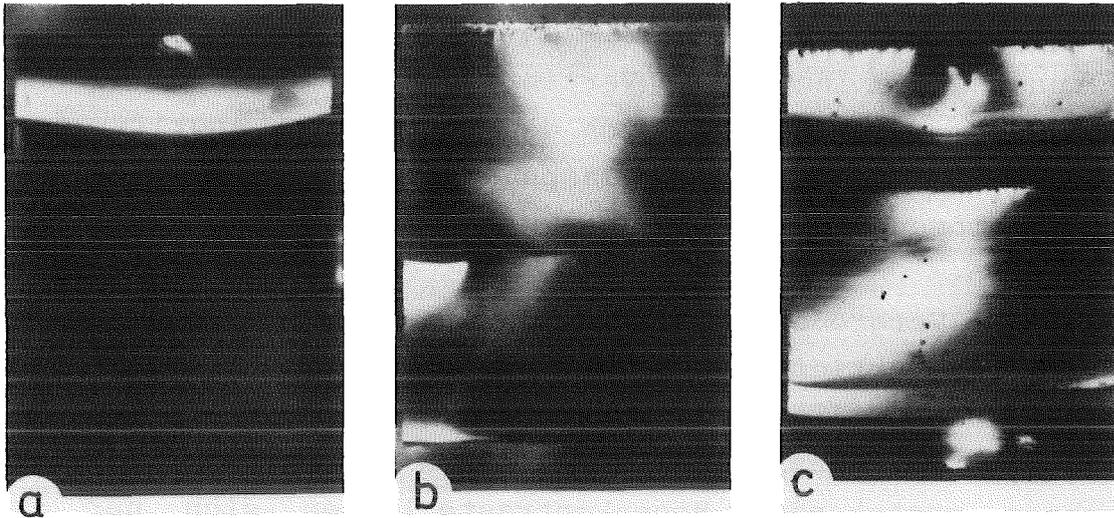


Abb. 26: Anrißverläufe bei verschiedenen Brückengeometrien:
a) $p = 3 \text{ mm}$, b) $p = 8 \text{ mm}$, c) mehrfache Be- und Entlastungen

Im weiteren Rißverlauf ließen sich durch Entlastungen und Wiederbelastungen die Rißkonturen etwas schwächer abzeichnen (s. Abb. 26 c), wobei allerdings noch zu erkennen ist, daß mit zunehmender Rißtiefe a_i der Rißverlauf über die Probenbreite immer gleichmäßiger wurde. Bei gleichbleibender Einspannung und nicht unterbrochenem Rißverlauf waren auf den Bruchflächen des Materials I auch bei hoher Vergrößerung keine Haltelinien oder Welligkeiten zu erkennen.

Das Material II zeigte in poliertem und ungeätzttem Zustand ein völlig gleichmäßiges, tiefschwarzes und porenfreies Erscheinungsbild. Zur Darstellung des Korngefüges mußte mit Flußsäure HF bzw. NaOH-Schmelze geätzt werden, wobei die silikatische Glasphase bevorzugt angegriffen wurde. Durch die ungleichmäßige Verteilung der Korngrößen und der Glasphasenanteile wurden vielfach überätzte Oberflächen erzielt, da in den dichteren Bereichen aus größeren Kristalliten oder mit wenig Glasphase dicht gepackten kleinen Körnern der Ätzangriff kaum stattfand, während in den stärker glashaltigen Feinkornbereichen schon eine Herauslösung ganzer Kornbereiche einsetzte (s. Abb. 27).

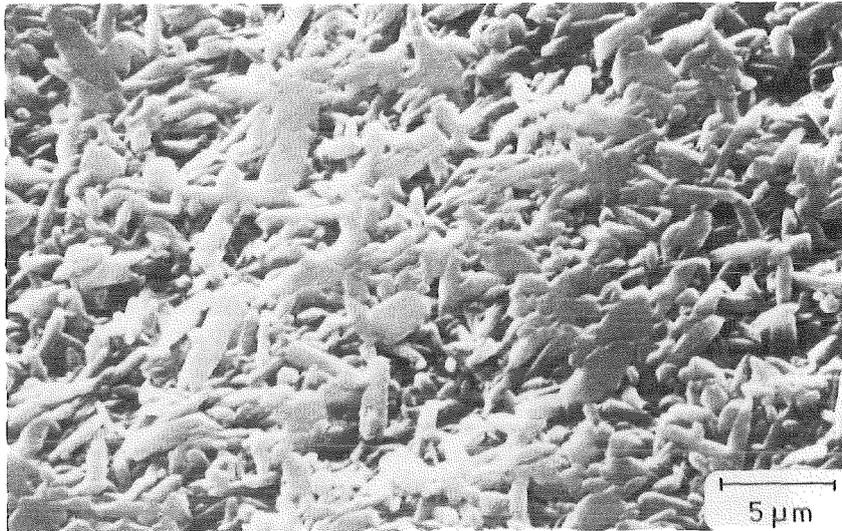


Abb. 27: Mit NaOH-Schmelze angeätzte Oberfläche von Material II

Bei den großen Körnern betrug die mittlere Korngröße $\bar{d}_{kG}=3,5\mu\text{m}$ und bei dem Feinkornanteil $\bar{d}_{kF}=0,2\mu\text{m}$.

Eine bessere Beurteilung der Gefügezusammensetzung kann an den ungeätzten Bruchflächen vorgenommen werden. Sie zeigen einen sehr rauhen, vielfach gezackten Bruchverlauf gegenüber den sehr ebenen Bruchflächen des Materials I und die Verteilung der großen Si_3N_4 -Körner in dem Feinkornanteil, welche zu einer weiteren Erhöhung der Bruchoberflächen beitragen.

Aus den Bruchflächenaufnahmen wird klar ersichtlich, daß die Annahme eines ebenen Risses in diesem polykristallinen Material nicht zutrifft und daß diese 3-dimensionalen, mikroskopisch sehr rauhen Bruchflächen auf die Rißausbreitung einen wesentlichen Einfluß haben müssen (s. Abb. 28).

Bei dem Material II ließen sich bei geeigneter Beleuchtung mit weißem Neonlicht unter dem Stereomikroskop die Bereiche des langsamen Rißfortschrittes bei statischer und besonders bei schwingender Belastung deutlich durch eine dunklere Färbung der Bruchflächen erkennen, welche sich bei den monokularen photographischen Aufnahmen nur schwächer abzeichnete (s. Abb. 29).

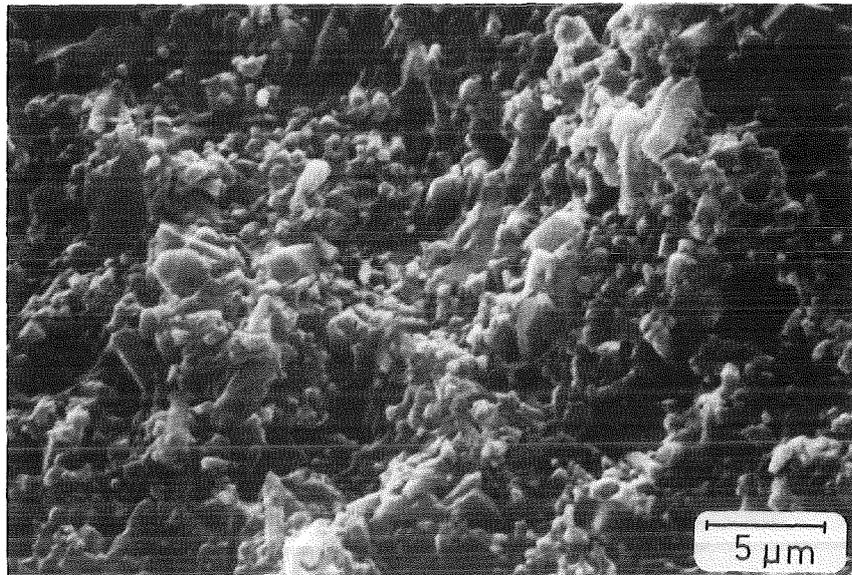


Abb. 28: Bruchfläche von Material II, ungeätzt

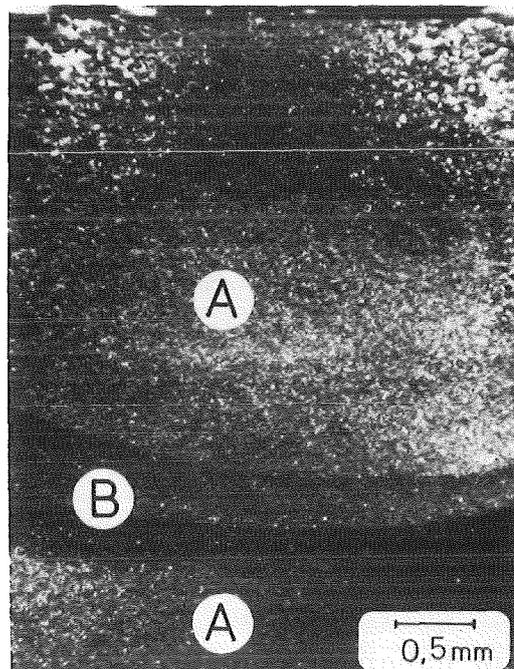


Abb. 29: Bruchflächen von Material II; A u. C: Bereiche schneller Rißgeschwindigkeit; B: langsame Rißgeschwindigkeit

Bei Untersuchungen dieser Bruchflächen im REM konnten zwischen den Bereichen A und B keinerlei Unterschiede erkannt werden, sodaß von den Bruchflächen Pt-C-Replicafolien abgenommen wurden, welche im TEM durchstrahlt werden konnten.

Damit ließen sich hauptsächlich im Feinkornbereich unterschiedliche Rauigkeiten zwischen A und B nachweisen, die zur stärkeren Lichtabsorption im Bereich B des langsamen Rißwachstums führten. Diese Rauigkeitszunahme im Bereich B beruhte hauptsächlich auf Rißuferreibungseffekten, auf welche im Kap. 5.4.2 näher eingegangen wird.

Das Yttriumhaltige Material III zeigte in poliertem, ungeätzten Zustand mit bloßem Auge deutlich sichtbare Inhomogenitäten von etwa 1 + 1,5 mm Durchmesser in Form von dunkleren Flecken, die von der ungleichmäßigen Verteilung des Sinterhilfsmittels Y_2O_3 herrührten (s. Abb. 30).

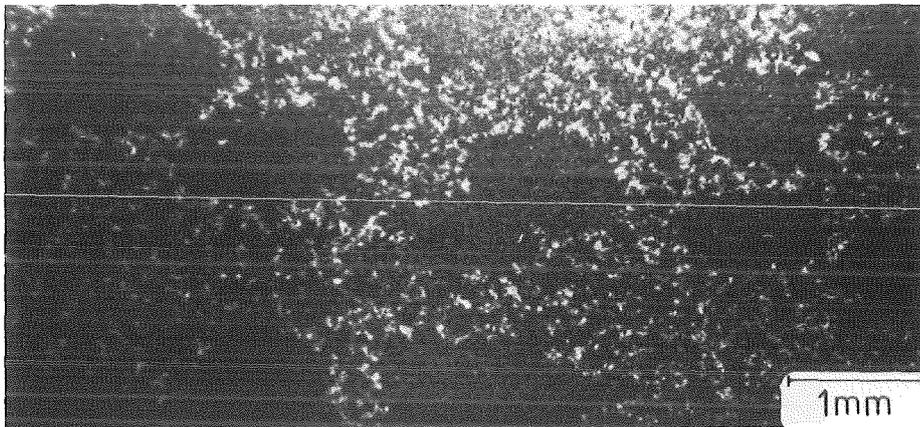


Abb. 30: Makroskopische Inhomogenitätsbereiche in Material III

Gegenüber dem Ätzangriff von HF bzw. NaOH-Schmelze erwies sich das Material III wesentlich resistenter als das Material II. Die Korngrößen betragen etwa $\bar{d}_{KG} = 2,5 \mu m$ für den Grobkornanteil und $\bar{d}_{KF} = 0,15 \mu m$ für den Feinkornanteil. Die Struktur des Gefüges erschien schon im geätzten Schliffbild homogener und nadelförmiger als bei dem Material II (s. Abb. 31).

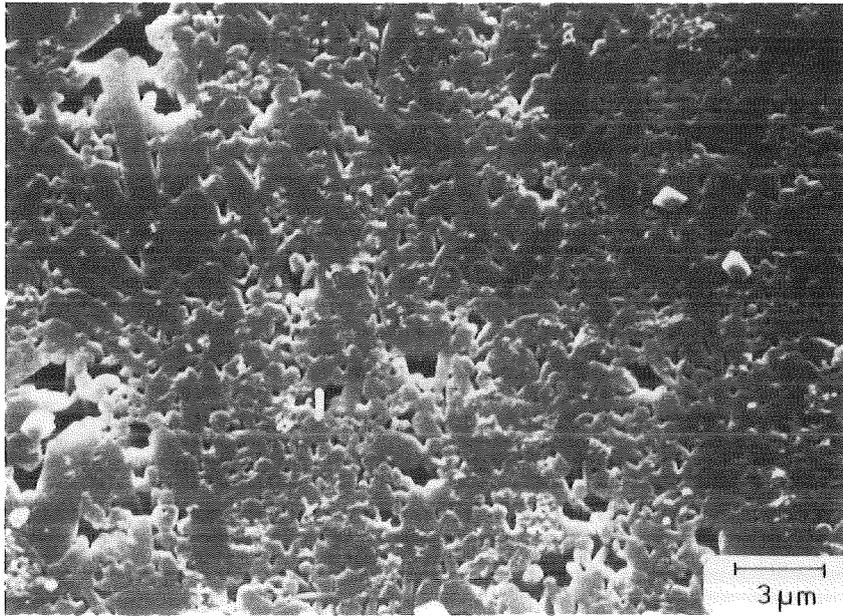


Abb. 31: Mit NaOH-KOH-Schmelze angeätzte Oberfläche von Material III

Aus den Bruchflächenaufnahmen läßt sich erkennen, daß das Gefüge in Wirklichkeit fast ausschließlich aus nadelförmigen β - Si_3N_4 -Körnern besteht, deren Streckungsgrad $s_g = l_k/d_k$ Werte bis zu $s_g = 20$ erreichte (s. Abb. 32).

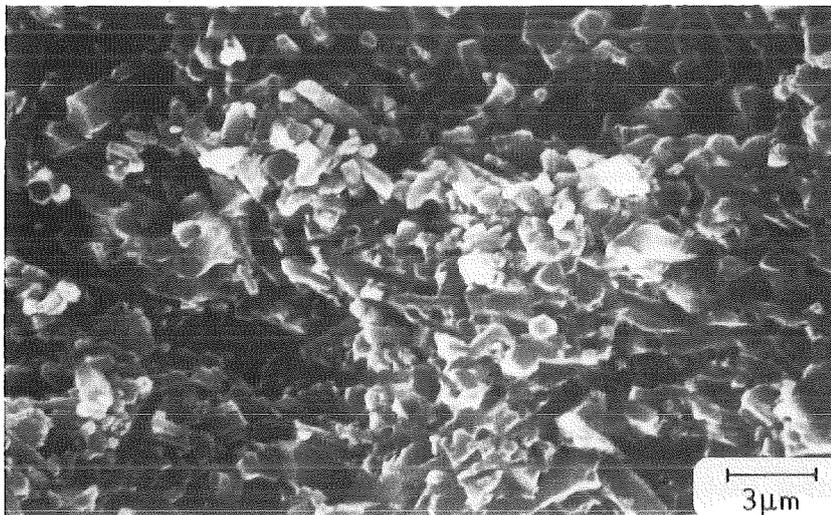


Abb. 32: Bruchfläche von Material III, ungeätzt

Durch die Bruchflächenaufnahmen der Materialien II und III wird klar ersichtlich, daß die makroskopisch ebenen Bruchflächen mikroskopisch eine stark zerklüftete Topographie

aufweisen, deren wahre Oberfläche A^* wesentlich größer ist als die zur Berechnung der Brucharbeit angenommene Projektion der Bruchfläche A . Außer mit einem rechnergesteuerten Bildauswertverfahren ist es bisher nicht möglich, die wahre Oberfläche einer rauhen, nadelförmigen Bruchfläche zu bestimmen, sodaß sich ihr Einfluß hauptsächlich in einem hohen Wert der Brucharbeit niederschlägt.

Das laut Herstellerangaben ohne Sinterzusätze hochrein hergestellte Material IV erschien in poliertem und ungeätzttem Zustand sehr gleichmäßig und homogen. Gegenüber Flußsäure bzw. NaOH-Schmelze erwies sich Material IV als weitgehend resistent, sodaß Ätzungen nach Murakami /67/ und mit reiner KOH-Schmelze durchgeführt wurden. Durch die sehr geringen Verunreinigungen (s. Kap. 5.1) erhielt man einen gleichmäßigen Angriff der Probenoberfläche und konnte somit nach dem Schnittlinienverfahren den mittleren Korndurchmesser zu $\bar{d}_{km} = 2,1 \mu\text{m}$ bestimmen. Der Anteil der kleinen Körner mit $d_{KF} \leq 0,5 \mu\text{m}$ und der Grobkornanteil mit $d_{KG} \geq 3 \mu\text{m}$ war jeweils gering und hielt sich bei etwa 5 % das Gleichgewicht. Auffallend war der hohe Anteil von SiC-Körnern mit ausgeprägten Stapelfehlern, die sich bei der KOH-Ätzung deutlich abzeichneten (s. Abb. 33).

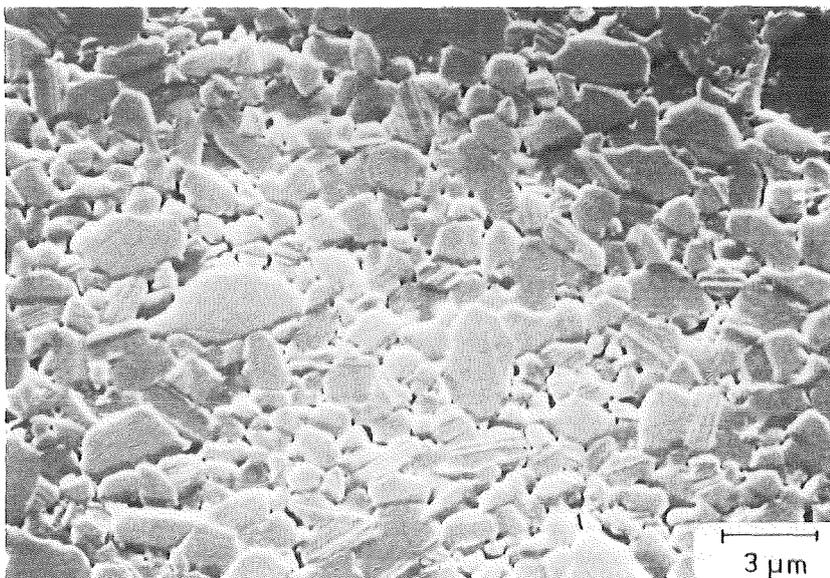


Abb. 33: Mit KOH-Schmelze angeätzte Oberfläche von Material IV

Die Bruchflächen des Materials IV waren wesentlich ebener als bei den Materialien II und III. Diese relativ glatten Bruchflächen entstanden sehr wahrscheinlich durch die Einphasigkeit und das gleichmäßige Bruchverhalten der nahezu äquiaxialen SiC-Körner mit einem Streckungsgrad von $s_g \approx 1+2$.

Auch bei dem Material IV zeichneten sich bei geeigneter Beleuchtung auf den Bruchflächen die Bereiche des langsamen Rißfortschrittes durch eine etwas dunklere Färbung ab (s. Abb. 34).

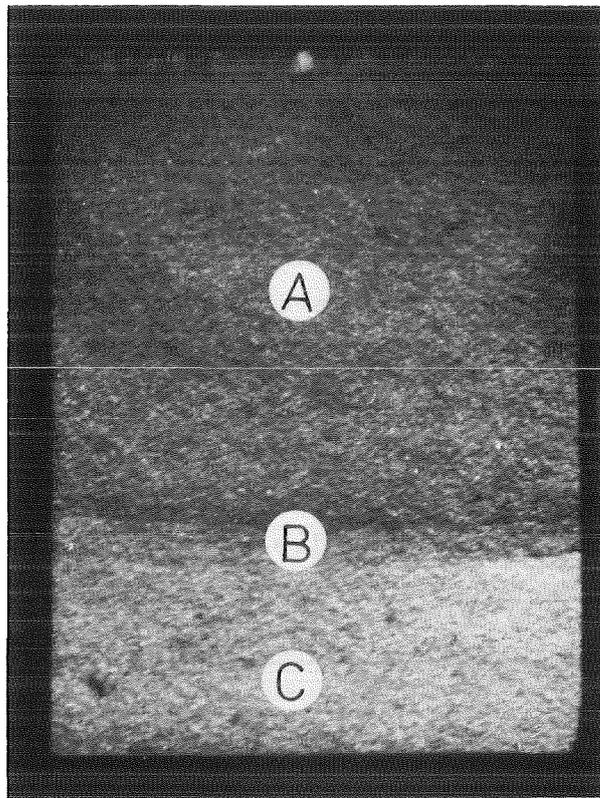


Abb. 34: Bruchfläche des Materials IV; A und C: Bereiche hoher Rißgeschwindigkeit; B: langsame Rißausbreitung

5.4 Bruchverhalten bei langsamer Belastung mit konstanter Durchbiegungsgeschwindigkeit \dot{s}

Zur Bestimmung der bruchmechanischen Kennwerte des mittleren Reißwiderstands \bar{R} und des Reißwiderstandsverlaufes mit wachsender Reißlänge $R(a)$ wurden kontrollierte Bruchversuche durchgeführt. Die dabei ermittelten Werte dienen zur Einstufung der Sprödigkeit dieser Materialien und zugleich als Ausgangsbasis für die zeitlich aufwendigeren statischen und schwingenden Belastungsuntersuchungen.

Die Messungen wurden an Proben der Abmessung $B = 3,5$ mm, $H = 4,5$ mm und $L = 45$ mm an Luft hochkant im 3-Punkt-Biegemodus mit $l = 40$ mm durchgeführt. Die Anfangsreißlängen a_0 betragen $2,70 < a_{0i} < 3,10$ mm und hatten damit die notwendige Länge für die kontrollierte Reißausbreitung (s. Kap. 3.3). Die Bruchversuche wurden auf einer Prüfmaschine der Firma Instron, Typ 8062 vorgenommen, wobei die Probendurchbiegungsgeschwindigkeit $f_m = \dot{s} = 200$ $\mu\text{m/h}$ bei allen Versuchen konstant gehalten wurde. Der Kraftverlauf wurde zusammen mit der der Reißlänge a_i entsprechenden Potentialspannung $U(a_i)$ auf einem 2-Kanal X-Y-Schreiber über der Probendurchbiegung f_m aufgezeichnet.

5.4.1 Kontrollierte Bruchversuche an dem Material I

Das Glaskeramikmaterial I zeigte nach erfolgtem Anriß mit Hilfe der Brückenmethode schon während der Entlastung die ersten Reißschließungseffekte. Die tiefen, durchgehenden Anrisse schlossen sich von der Reißspitze in Richtung Knoop-Anriß und waren nach der vollständigen Entlastung in den meisten Fällen optisch nicht mehr sichtbar. Wurden diese vorgeschädigten Proben erst nach einigen Tagen beschichtet und danach langsam belastet, erhielt man immer das Erscheinungsbild eines unkontrollierten Bruchverlaufes. Die tiefen Anrisse blieben während der Lastzunahme vollständig geschlossen und trennten sich erst bei Erreichen der maximalen

Kraft F_{\max} mit hoher Geschwindigkeit ($\dot{a} > 10^{-3}$ m/sec). Aufgrund der hohen Anfangsgeschwindigkeit der Anrißöffnung verlief der weitere Rißfortschritt ab der Anrißlänge a_0 im vorgeschädigten Probenmaterial ebenfalls mit hoher Rißgeschwindigkeit und die Proben brachen unkontrolliert (s. Abb. 35).

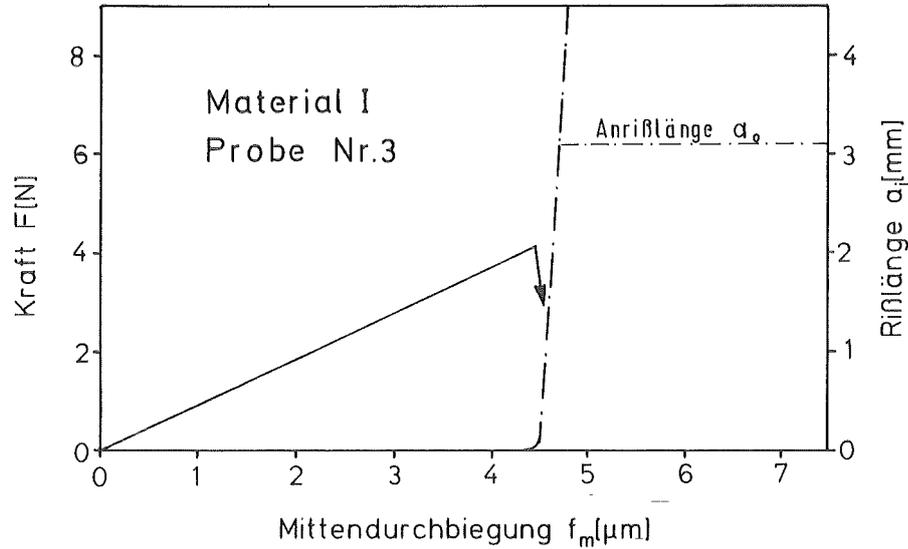


Abb. 35: Unkontrollierter Bruchverlauf des Materials I mit tiefem Anriß (— Kraft; -.-.- Rißlänge)

Um kontrollierte Bruchversuche an dem Material I durchführen zu können, mußten die Anrisse kurz vor den langsamen Belastungsversuchen in die Proben eingebracht werden. Dazu wurden nicht vorgeschädigte Proben beschichtet und mit den Stromeinleitungs- und Abgriffspunkten kontaktiert. Für die einzelnen Proben und deren unbeschädigte Schichten wurde die Stromstärke I_{0i} zur Eichung der Ausgangspotentialspannung $U_0 = 10,00$ mV ermittelt und erst danach die Anrisse eingebracht. Nach der Entlastung schlossen sich diese Anrisse ebenfalls und bei der Einspeisung der zuvor bestimmten Stromstärken I_{0i} zeigten die TiC-Schichten den exakt gleichen Ausgangswert U_0 für unbeschädigte Schichten ohne Anriß; d.h. geschlossene Rißufer führten auch zu vollständig geschlossenen TiC-Schichten.

Wurden die kontrollierten Bruchversuche innerhalb einer 1/2

bis 1 Stunde nach der Anrißerzeugung durchgeführt, erhielt man in allen Fällen einen kontrollierten Bruchverlauf. Bei langsam, linear ansteigender Last öffnete sich der Anriß vom Knoop-Eindruck ausgehend. Die vollständige Auftrennung der zuvor unter der Brücke geschaffenen Anrisse erfolgte erst bei $90 \pm 100 \%$ der insgesamt erforderlichen Maximalkraft F_{\max} zur Anrißauftrennung und Rißerweiterung ab a_0 . Die kontrollierte Rißverlängerung im ungeschädigten Material hinter a_0 erfolgte bei langsam abfallender Last und zunehmender Probendurchbiegung und der fortschreitende Riß trennte die Biegeproben bis auf eine Resthöhe von $H-a \approx 0,25$ mm auf, wobei die dazu benötigte Kraft immer weiter abnahm und schließlich im Rauschen des Meßsignals ($F < 0,2$ N) unterging. Der verbleibende Probensteg wirkte mit abnehmender Resthöhe immer stärker als Gelenk, sodaß bei Versuchsende mit sehr geringen Kräften große Durchbiegungen erreicht werden können (s. Abb. 36).

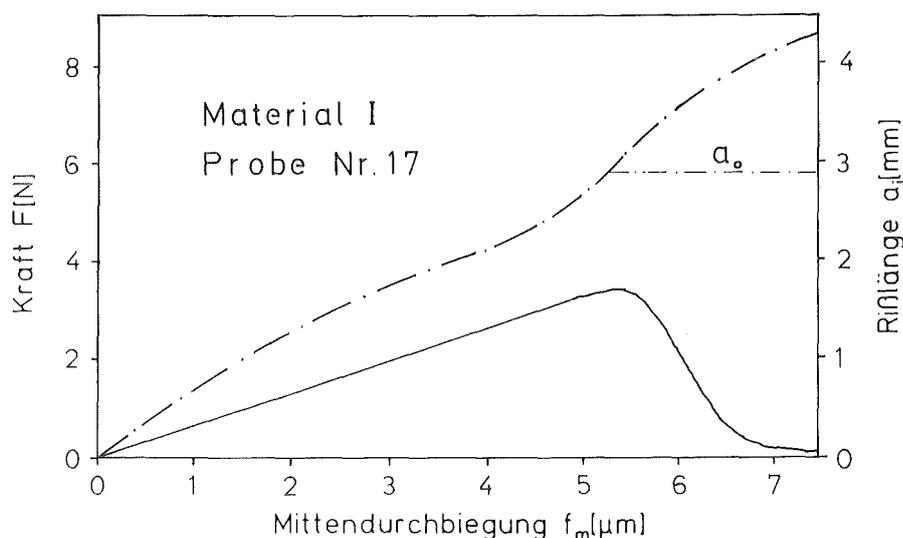


Abb. 36: Kontrollierter Bruchverlauf des Materials I mit gleichzeitig bestimmter Rißlänge a_i

Der mittlere Rißwiderstand \bar{R} bei langsamer Belastung wurde aus der geleisteten Arbeit $\int F \cdot ds$ und den neu geschaffenen Bruchflächen nach Gl. (17) bestimmt, wobei die Arbeit durch das Ausplanimetrieren der F - f_m -Verläufe und die neuen Ober-

flächen durch die optische Vermessung der Bruchflächen bestimmt wurden. Die Auswertung von 5 kontrollierten Bruchversuchen ergab einen mittleren Wert von $\bar{R} = 4,2 \text{ J/m}^2$ bei einer Standardabweichung von $\bar{s} = 0,5 \text{ J/m}^2$. Dieser Wert liegt etwas oberhalb dem von Kleinlein /17/ angegebenen Wert von $\bar{R} = 3,0 + 3,5 \text{ J/m}^2$ für normales Fensterglas, aber zeigt bei den sehr geringen Werten eine gute Übereinstimmung.

Für eine genauere Beurteilung des Rißverhaltens erwies sich die punktweise Auswertung des Rißwiderstandsverlaufs bei wachsender Rißlänge als wesentlich informativer. Durch die Zuordnung der Rißlänge a_i bei der Kraft F_i konnte nach Gl. (8 und 9a) der Rißwiderstand in Abhängigkeit der Rißlänge aufgezeichnet werden. Bei der Auswertung von 5 Versuchen mit unterschiedlichen a_0 -Werten im Bereich $2,90 < a_0 < 3,10 \text{ mm}$ zeigte sich jeweils eine deutliche Steigerung der R-Werte von R_0 auf R_{\max} bei einer Rißverlängerung von a_0 um $\Delta a \approx 0,5 \text{ mm}$ daran anschließend ein steiler Abfall auf ein sehr geringes Niveau von $\bar{R}_{\min} = 1,5 \text{ J/m}^2$ (s. Abb. 37).

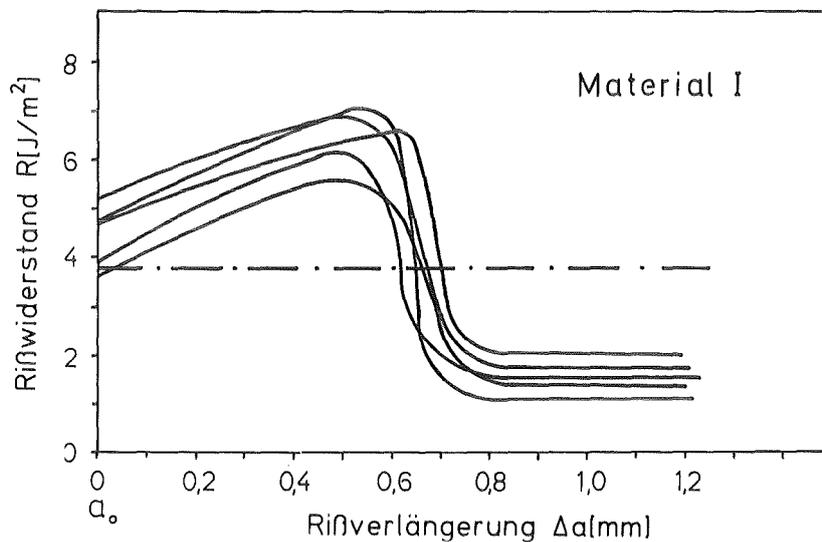


Abb. 37: Rißwiderstandskurven mit zunehmender Rißlänge in Material I

Diese Rißwiderstandsverläufe und die Rißschließungseffekte führten zu der Betrachtung und Einbeziehung von Adhäsionskräften zwischen den sehr ebenen Bruchflächen auf das Riß-

verhalten. Auch bei kurz zuvor eingebrachten Anrissen mußte bei den kontrollierten Bruchversuchen eine mit zunehmender Anrißöffnung steigende Kraft aufgebracht werden, um diese zuvor unter der Brückenbelastung geöffneten Anrisse erneut aufzutrennen. Da unter dem polarisierten Licht nach der Druckbelastung unter der Brücke keinerlei Anzeichen für verbleibende Eigenspannungen festgestellt werden konnten, kann dieses Verhalten nur auf den Einfluß von Adhäsionskräften zurückgeführt werden.

Die Auswertung der Kraft-Rißlängenverläufe nach Gl. (8 und 9a) führt damit zu einem Gesamtergebnis aus der zur Trennung der Adhäsionskräfte benötigten Arbeit und dem eigentlichen Materialwiderstand. Erst bei den sehr tiefen Rissen ($a_0 + \Delta a \geq 3,5$ mm) und einer damit verbundenen genügend weiten Auftrennung der Rißufer werden diese Adhäsionskräfte vernachlässigbar und der bestimmte R_{\min} -Wert entspricht dem wahren Rißwiderstand (s. Kap. 5.5 und 6.2).

Auch das unkontrollierte Bruchverhalten von länger geschlossenen Anrissen läßt sich mit dieser Vorstellung gut vereinbaren. Zwischen die geöffneten Anrisse gelangt bei der Anrißerzeugung H_2O aus der Umgebungsluft und kann nach längerer Lagerung neue SiOH-Bindungen zwischen den Rißufern aufbauen. Ihr Aufbrechen erfordert bei langsamer Belastung eine höhere Kraft als allein zur kontrollierten Anrißauftrennung benötigt und somit setzt nach dem Aufbrechen dieser Bindungen ein Rißfortschritt mit sehr hohen Geschwindigkeiten ein, der zum unkontrollierten Bruch führt.

Da die kontrollierten Bruchversuche bei konstanter Durchbiegungsgeschwindigkeit nur zur Einstufung der untersuchten Materialien dienten, wurden keine umfangreichen Untersuchungen dieser Adhäsionseffekte vorgenommen, die eine Anrißerzeugung und Rißfortschrittsmessungen in definierter und reproduzierbarer Atmosphäre vorausgesetzt hätten. Als Ergebnis der an Umgebungsluft durchgeführten Untersuchungen kann für das Material I ein mittlerer Rißwiderstand von $\bar{R} = 4,2$

J/m^2 festgehalten werden, der sich aus R_{max} -Werten von $6 \div 7 \text{ J/m}^2$ und R_{min} -Werten bei tiefen Anrissen von $R_{\text{min}} = 1,3 \div 1,5 \text{ J/m}^2$ zusammensetzt, wobei sich der zur Anrißerweiterung benötigte R_0 -Wert mit $R_0 = 3,5 \div 3,8 \text{ J/m}^2$ etwa in der Mitte einstellte.

5.4.2 Kontrollierte Bruchversuche an dem Material II

Im Gegensatz zu Material I zeigte das Material II mit seinen rauhen Bruchflächen keine Adhäsionseffekte, aber ebenfalls keine vollständige Öffnung des Anrisses zu Versuchsbeginn und bei kleinen Spannungen. Die optimale Anrißlänge a_0 für die kontrollierten Bruchversuche an diesem Material wurde nach Gl. (15) bestimmt und durch eine Brücke mit den Abmessungen $o = 10 \text{ mm}$ und $p = 8 \text{ mm}$ auf $a_0 = 3,0 \pm 0,2 \text{ mm}$ festgelegt. Die exakte Länge der eingebrachten Anrisse konnte erst nach dem Versuch auf den Bruchflächen des Materials II ausgemessen werden, wobei sich der Anrißverlauf von der Restbruchfläche deutlich abzeichnete. Zu Versuchsbeginn zeigte die Rißlängenbestimmung durch die TiC-Schicht weit über $a_0/2$ geschlossene Anrisse bei allen Proben des Materials II. Für dieses Verhalten können erstens Eigenspannungen in den Proben verantwortlich sein, die zum einen vom Bearbeiten durch Sägen, Schleifen und Polieren hervorgerufen werden können /68/ oder eventuell nach der Brückenbelastung in der Probe zurückbleiben und für die teilweise Rißschließung sorgen.

Eine zweite Erklärung dieses Effektes ergibt sich aus der Anrißerzeugung durch die Brückemethode. Unter der Brückennut wird der Anriß durch Zugspannungen erweitert und trennt die Probe bis a_0 auf; der Druck unter den Brückenstempeln bewirkt gleichzeitig eine Fixierung der Probe während der Rißeinbringung bis zur Entlastung und verhindert eine räumliche Versetzung der rauhen Rißufer, sodaß trotz Rißtrennung durch die gezackten Bruchflächen noch ein "verzahnter" Verbund besteht.

Nach der vollständigen Entlastung können sich diese Anrisse fast ganz oder nur teilweise schließen und an den Probenrändern kommt es ebenfalls zu einer Schließung der TiC-Schichten. Für diese zweite Erklärung spricht der Kraft-Durchbiegungsverlauf und das Rißöffnungsverhalten bei den kontrollierten Biegeversuchen. Bei dem Einfluß von Eigenspannungen müßten am Anfang der langsamen Belastung bei kleinen äußeren Zugspannungen die Druckeigenspannungen überwiegen. Daher dürfte bis zu einem Gleichgewicht von inneren Druckspannungen und äußeren Zugspannungen keine Anrißöffnung auftreten.

Der Kraft-Durchbiegungsverlauf mit der gleichzeitig durch die TiC-Schicht bestimmten Rißlänge zeigte jedoch schon bei kleinen Kräften und damit geringen Zugspannungen eine langsame Anrißöffnung, die etwa bis zu $F_{\max}/2$ parallel dem Kraft-Durchbiegungsverlauf folgte (s. Abb. 38).

Bei steigenden äußeren Zugspannungen und gleichbleibenden Druckeigenspannungen sollte die Anrißöffnung bei höheren Kräften der zunehmenden Kraft entsprechen. Die Kraft-Durchbiegungs- und Anrißöffnungsverläufe zeigten jedoch eine gegenteilige Tendenz bei zunehmender Last.

Da bei den untersuchten Proben die eingebrachten Anrisse etwas in der Länge und Form voneinander abwichen, kann dieses Verhalten nur anhand einzelner Versuche exemplarisch aufgezeigt werden. In die Probe Nr. 10 wurde durch die zuvor beschriebene Brücke ein Anriß der Länge $a_0 = 2,85$ mm eingebracht. Bei Versuchsbeginn lag dieser Anriß bis auf $a_0' = 1,05$ mm geschlossen vor. Mit langsam ansteigender Kraft öffnete er sich bei $F = 10$ N auf $a_{10}' = 2,20$ mm, wobei der $F-f_m$ -Verlauf parallel zum Anstieg der Anrißöffnung erfolgte. Die weitere Anrißauftrennung verlief mit steigender Kraft immer langsamer, bis bei $F = 25$ N und $f_m = 12$ μ m der Anriß vollständig aufgetrennt vorlag (s. Abb. 38).

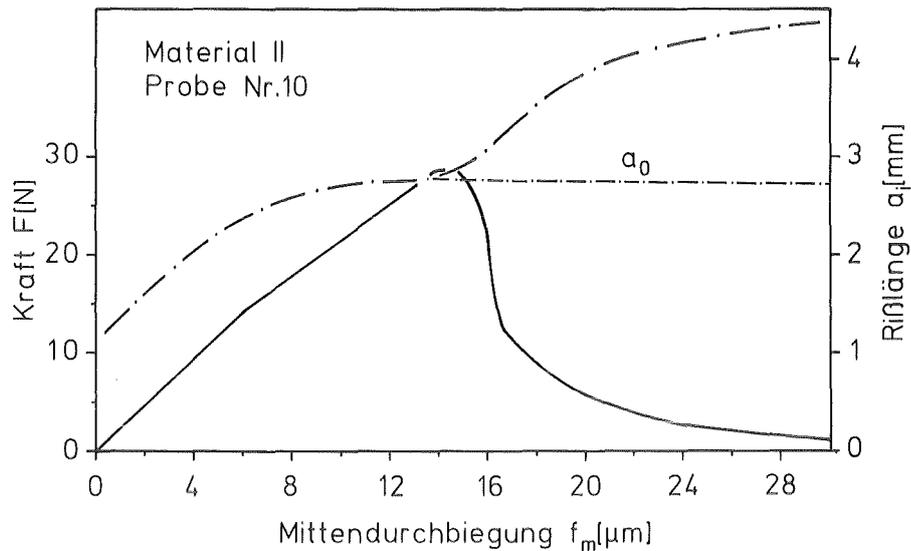


Abb. 38: Anrißöffnungsverhalten und kontrollierter Bruch in dem Material II

Die Kraft F stieg danach noch um etwa 10 % auf $F_{\text{max}} = 27,5 \text{ N}$ an und kurz vor Erreichen von F_{max} setzte der Rißfortschritt im ungeschädigten Material ein. Bemerkenswert bei diesen Versuchen war die Tatsache, daß allein zur vollständigen Auftrennung der zuvor eingebrachten Anrisse etwa 90 % der zum weiteren Rißfortschritt benötigten Kraft aufgebracht werden mußte. Kurz vor oder bei einigen Proben erst mit Erreichen von F_{max} setzte die Rißverlängerung bei anfangs steil abfallender Kraft ein, wobei sich der Riß kontrolliert verlängerte, bis er die Proben auf Resthöhen von $H-a \approx 0,2 \text{ mm}$ auftrennte. Bei diesen geringen Resthöhen verhielten sich die noch nicht vollständig gebrochenen, spröden Proben nahezu gelenkartig und erreichten bei immer geringeren Kräften die etwa 4-fache Mittendurchbiegung f_m gegenüber dem Material I.

Bei der Auftragung des Rißwiderstandes R über der Rißverlängerung ab a_0 um Δa zeigte sich ein ähnliches Verhalten wie bei dem Material I. Bei der Probe Nr. 10 setzte die Rißverlängerung mit $R_0 = 46 \text{ J/m}^2$ ein, erreichte mit $a_0 + 0,2 \text{ mm}$ ein Maximum mit $R_{\text{max}} = 71 \text{ J/m}^2$. Nach $a_0 + 0,4 \text{ mm}$ fiel der

Rißwiderstand deutlich ab und erreichte nach einer Rißverlängerung von $\Delta a = 0,7$ mm ein Minimum unterhalb des Startwertes R_0 von $R_{\min} = 37$ J/m².

Für das Ansteigen des Rißwiderstands mit wachsender Rißlänge ist nach Buresch /19/ eine Prozeßzone vor der Rißspitze verantwortlich, welche nach einer gewissen Rißlänge $a_0 + \Delta a$ sich zur vollen Größe ausgebildet haben sollte und damit zu einem R_{\max} -Niveau führen müßte. Nach diesem Modell läßt sich der Anstieg auf die R_{\max} -Werte in Abb. 39 erklären, allerdings nicht der anschließende Abfall des Rißwiderstandes auf R_{\min} knapp unterhalb des Anfangswertes R_0 .

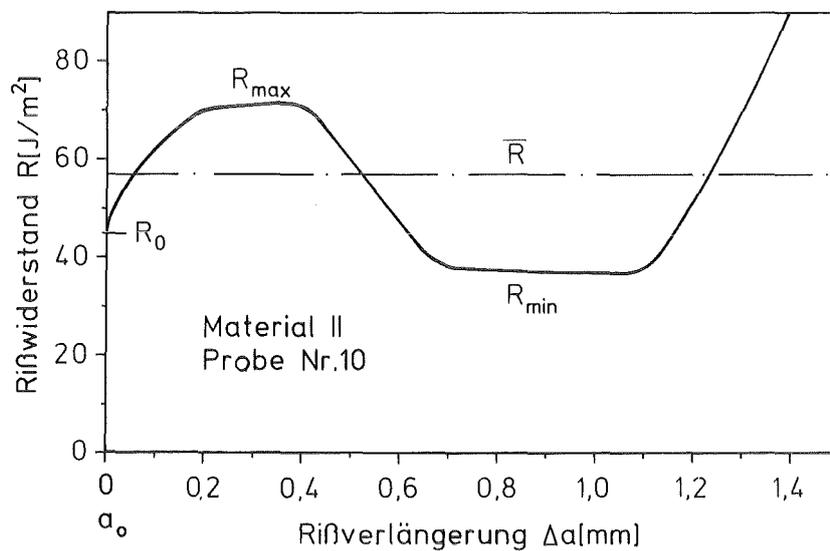


Abb. 39: RiBwiderstandsverlauf in Material II

Die langsame Öffnung der Anrisse mit zunehmender Kraft und die Übereinstimmung der Form der RiBwiderstandsverläufe der Materialien I und II führten zu der Betrachtung der RiBufer hinter der RiBspitze. Während bei dem Material I Adhäsionskräfte zwischen den ebenen Bruchflächen sehr wahrscheinlich zu der Steigerung des RiBwiderstandes von R_0 auf R_{\max} führten, kommen bei dem Material II mit seinen mikroskopisch rauhen, vielfach gezackt ineinander verschränkten Bruchflächen hauptsächlich RiBuferreibungseffekte in Betracht.

Steinbrech et al. /21/ haben zur Erweiterung des Prozeßzonenmodells den Einfluß der Rißuferreibung für die R-Wertsteigerung an Al_2O_3 als erste vorgeschlagen. Auch in dem wesentlich feinkörnigeren Si_3N_4 -Material II kann durch Rißuferreibung der R-Kurvenverlauf erklärt werden: Dieser Reibungseffekt entsteht durch die Verklammerung von dreidimensionalen, vielfach umgelenkten und hinterschnittenen Rißufern, die vor dem Einsetzen der Rißerweiterung zuerst aufgetrennt werden müssen (s. Kap. 6.3).

Damit kann die bis zur vollständigen Anrißöffnung a_0 benötigte Kraft von etwa $0,9 F_{\max}$ erklärt werden, der Anstieg des Rißwiderstandes von R_0 auf R_{\max} zu Beginn der Rißerweiterung und auch der anschließende Abfall auf R_{\min} bei genügend tiefen Rissen ($\Delta a \approx 0,7$ mm und $a_i \geq 3,5$ mm) in einem Biegebalken der Höhe $H = 4,5$ mm. Bei diesen Rißlängen werden auch die rauhen Rißufer weit genug aufgetrennt, sodaß sie immer weniger gegenseitige Abstützung erfahren und die Kraftschlüsse verlorengehen.

Der zweite Anstieg der R-Kurve ab $\Delta a \approx 1,2$ mm und $a_i > 4,0$ mm in Abb. 39 ist sehr wahrscheinlich versuchsbedingt und wird durch den 3-Punkt-Biegemodus verursacht. Bei sehr tiefen Rissen und geringen Restprobenhöhen kommt es zu einer Überlagerung von Druckspannungen der oberen Belastungsrolle des Auflagers mit den Zugspannungen an der Rißspitze (s. Abb. 40).

Diese Spannungsüberlagerung führt zu scheinbaren Rißwiderstandsteigerungen, die nicht materialspezifisch, sondern rein versuchstechnisch bedingt sind.

Die Auswertung von 5 Versuchen an dem Material II ergab einen mittleren Rißwiderstand von $\bar{R} = 57 \text{ J/m}^2$ mit einer Standardabweichung von $\bar{s} = 7,4 \text{ J/m}^2$. Dieser Wert liegt am oberen Ende des erst vor kurzem von Rice et al. /69/ angegebenen Bereiches von $R = 40 + 60 \text{ J/m}^2$ für vergleichbares Material mit geringem MgO-Zusatz.

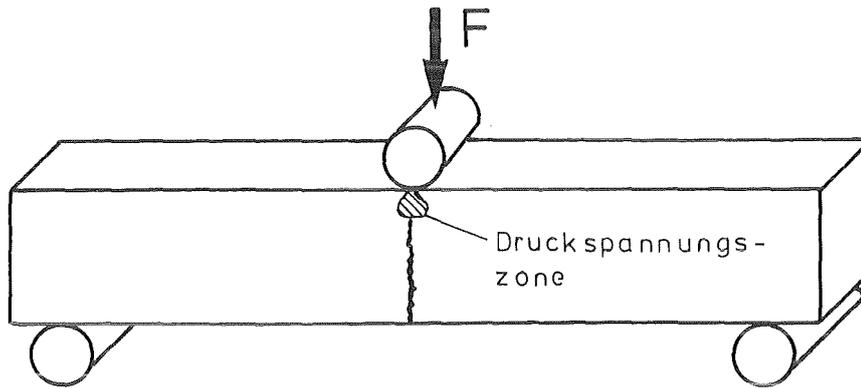


Abb. 40: Schematische Darstellung des Einflusses der Druckspannungszone auf die Rißspitze bei tiefen Rissen im 3-Punkt-Modus

Die Anfangswerte für die Rißverlängerung betragen $\bar{R}_0 = 42 \text{ J/m}^2$, die mittleren Maximalwerte $\bar{R}_{\max} = 78 \text{ J/m}^2$ und die Minimalwerte $\bar{R}_{\min} = 34 \text{ J/m}^2$.

5.4.3 Kontrollierte Bruchversuche am Material III

Das Material III erreichte von allen untersuchten Materialien die höchsten Bruchzähigkeitswerte. An der Rißspur der Anrisse traten bei diesem Material mehrfach kleine Verzweigungen auf, welche einen Hinweis zur Rißauffächerung auch im Innern der Probe lieferten und somit zu den hohen Bruchzähigkeitswerten beitrugen (s. Abb. 41).

Die Anrisse der Länge $a_0 = 2,7 \pm 0,3 \text{ mm}$ wurden in diesem Material durch eine Brücke mit der Abmessung $p = 10 \text{ mm}$ und $o = 12 \text{ mm}$ erzeugt. Die Knoopvorschädigung mußte mit $F_{\text{Knoop}} = 100 \text{ N}$ eingebracht werden um die Druckkräfte bei der Brückenbelastung nicht über $F_D \leq 40000 \text{ N}$ ansteigen zu lassen, da höhere Druckkräfte zu ausgeprägteren Anrißverzweigungen führten. Um eine Beeinflussung der Rißlängenbestimmung durch Anrißverzweigungen so gering wie möglich zu halten, wurden bei einigen Versuchen die vorgeschädigten Proben beschich-

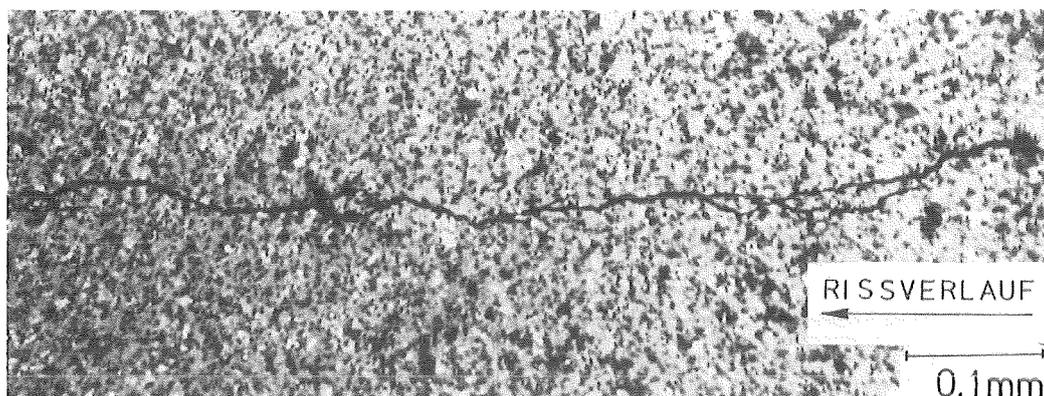


Abb. 41: Anrißverzweigung im Material III

tet, sodaß die TiC-Schicht sowohl die geschlossenen als auch die leicht geöffneten Anrisse vollständig bedeckte.

Bei der Betrachtung der Kraft-Durchbiegungsdiagramme solcherart präparierter Proben fiel als erstes auf, daß der Anriß bis etwa $F_{\max}/2$ vollständig geschlossen blieb, d.h. die aufgebrachte Spannung trennte nicht den Anriß, sondern wurde durch die rauhen, nadelförmig verzahnten Rißufer aufgenommen. Etwa ab $F_{\max}/2$ trat eine Abweichung des ursprünglich linearen $F-f_m$ -Verlaufes auf und gleichzeitig setzte eine progressive Anrißöffnung ein, welche mit F_{\max} die eingebrachte Anrißlänge a_0 erreichte. Daran anschließend verlängerte sich der Riß stabil bei fallender Kraft und die Proben erreichten bei Resthöhen $H-a \approx 0,2$ mm beachtliche Mittendurchbiegungswerte f_m (s. Abb. 42).

Bei der Auftragung des Rißwiderstandes R über dem Rißfortschritt Δa ergab sich vergleichbar mit Material II ein deutlicher Anstieg des R -Werte von R_0 auf R_{\max} von etwa 70 ÷ 90 %, der sich jedoch über einen größeren Rißfortschrittsbereich Δa erstreckte. Diese Steigerung wird ebenfalls hauptsächlich auf Rißuferreibung zurückgeführt, wobei die rauheren Rißufer des Materials III den größeren Δa -Wert erklären. Der anschließende Abfall auf R_{\min} fiel nicht mehr so stark aus wie bei Material II und blieb über den R_0 -Werten, wel-

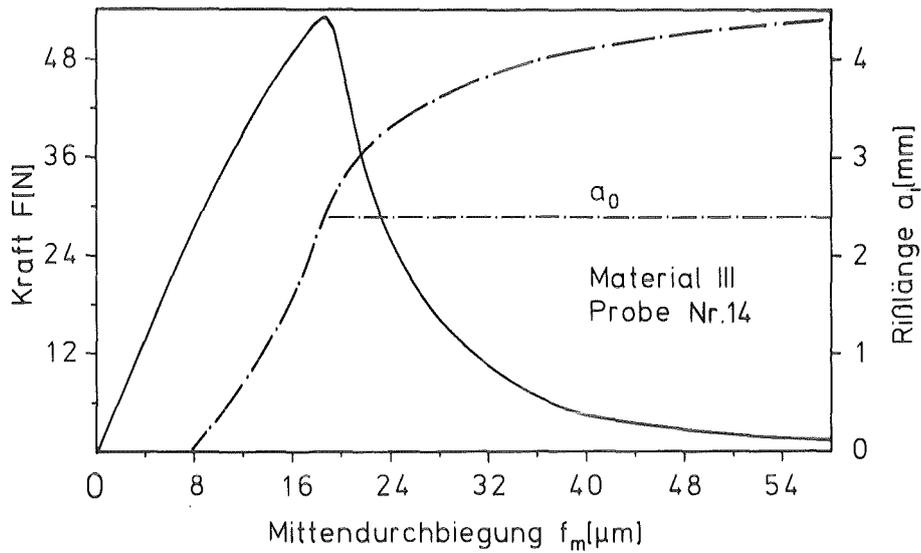


Abb. 42: Kontrollierter Bruch von Material III

ches durch Verhakungen des stengelförmigen Kornverbandes trotz Riβufertrennung gedeutet wird. Der zweite Anstieg in der R - Δa -Kurve wird wiederum durch den Einfluß der Druckrolle erklärt, die zu versuchstechnisch bedingten hohen R -Werten in dem letzten Bereich des Riβfortschrittes führte (s. Abb. 43).

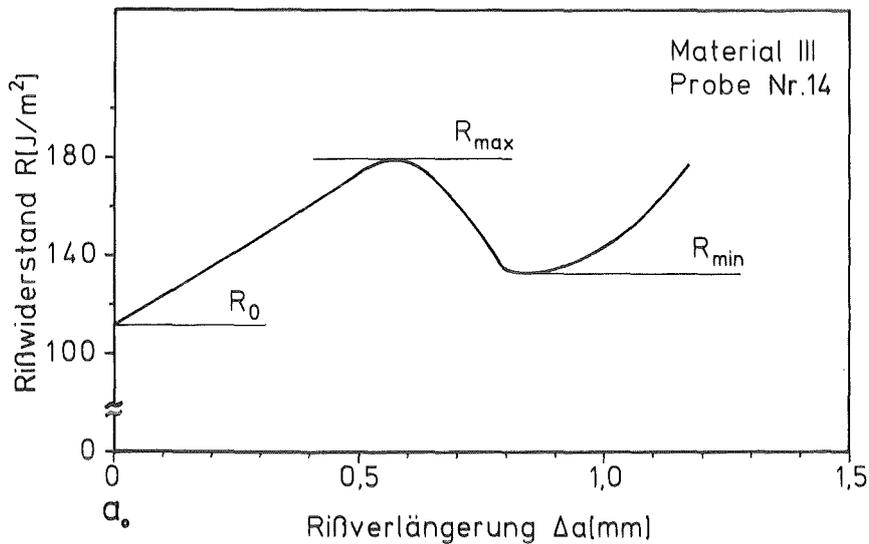


Abb. 43: Riβwiderstandsverlauf in Material III

Nach der Auswertung von 7 Versuchen nach Gl. (17) ergab sich ein mittlerer Reißwiderstand $\bar{R} = 214 \text{ J/m}^2$ mit einer Standardabweichung von $\bar{s} = 51 \text{ J/m}^2$. Als Erklärung für diesen hohen \bar{R} -Wert und die großen Abweichungen kommen folgende Mechanismen in Frage:

- a) verstärkte Reißuferreibung durch nadelförmigen Kornverband
- b) Reißverzweigungen
- c) starke Reißumlenkungen durch Inhomogenitätsbereiche
- d) Pull-out-Energien

Sehr wahrscheinlich tragen mehrere Mechanismen zu diesem hohen R-Wert bei, wobei es sehr schwierig sein dürfte, ihre jeweiligen Anteile festzustellen. Eine Möglichkeit könnte in der Untersuchung und Analyse der emittierten Ultraschallsignale während des Reißfortschrittes bestehen, wobei die einzelnen US-Signale durch eine angepaßte Rechnerauswertung eventuell getrennt werden könnten.

Dieser hohe, mittlere Reißwiderstand von $\bar{R} = 214 \text{ J/m}^2$ setzt sich aus Anfangsreißwiderständen von $\bar{R}_0 = 147 \text{ J/m}^2$, den Maximalwerten $\bar{R}_{\max} = 292 \text{ J/m}^2$ und den Minimalwerten bei tiefen Rissen ($a_i \geq 3,7 \text{ mm}$) von $\bar{R}_{\min} = 175 \text{ J/m}^2$ zusammen, wobei die Abweichungen bei den Einzelwerten bis zu 35 % betragen.

5.4.4 Kontrollierte Bruchversuche an Material IV

Das Material IV verhielt sich bei Raumtemperatur hochspröde und war aufgrund seines hohen E-Moduls noch schwieriger handzuhaben als das Material I. Die Restfestigkeiten der vorgeschädigten Proben lagen meist weit unter 10 N und die Proben waren äußerst empfindlich gegen Stöße beim Kontaktieren der Anschlüsse und beim Einbau in das Biegeauflager.

Eine weitere Erschwernis entstand durch die, allerdings sehr geringe, elektrische Leitfähigkeit dieses Materials, welche

zu einer geringen Verfälschung der Rißlängenbestimmung führte. Die Potentialmethode konnte bei dem Material IV ebenfalls sehr gut für die Erkennung der Rißöffnung und des Rißfortschrittes eingesetzt werden, aber sie lieferte leicht abweichende Werte a_i' für die wahren Rißlängen a_i , da neben der TiC-Schicht die gesamte Probe einen kleineren Anteil des eingespeisten Stromes leitete. Eine spezielle Eichkurve für dieses Material konnte bisher nicht aufgenommen werden, da die Rißspitzen der natürlichen Anrisse zu fein waren um genau vermessen werden zu können. Sägeschnitte verschiedener Tiefe in Eichproben ergaben stark differierende Potentialspannungen, da einerseits das Verhältnis des Probenwiderstandes zum Schichtwiderstand variierte und andererseits eine Beschädigung der TiC-Schicht durch das Einbringen der Sägeschnitte nicht ausgeschlossen werden konnte. Daher wurden von dem Material IV nur die Kraft-Durchbiegungsdiagramme der kontrollierten Bruchversuche ausgewertet, welche bei 4 Versuchen einen mittleren Rißwiderstand $\bar{R} = 14,3 \text{ J/m}^2$ mit einer Standardabweichung von $\bar{s} = 4 \text{ J/m}^2$ ergaben. Dieser, im Vergleich zu dem Material III 15-fach geringere Wert verdeutlicht die Spannbreite der Rißzähigkeit von keramischen Materialien.

5.5 Rißverhalten unter statischer Belastung

Von den meisten keramischen Materialien ist bisher die Langzeitfestigkeit selbst bei Raumtemperatur noch weitgehend unbekannt. Vielfach werden von diesen Materialien nur die kritischen Spannungsintensitätswerte K_{IC} angegeben ohne das Rißverhalten unterhalb dieser Werte zu berücksichtigen. Auch die Rißwiderstandswerte aus den langsamen, dynamischen Bruchversuchen können nicht uneingeschränkt zur Auslegung bei statischer Belastung herangezogen werden, da sie bei einer vorgegebenen Belastungsgeschwindigkeit und einem erzwungenen Rißfortschritt ermittelt wurden. Zur Bestimmung der ohne Rißfortschritt ertragbaren Spannungskonzentration K_{I0} liefern jedoch die R_0 -Werte die ersten Ansatzpunkte für

die länger andauernden, statischen Belastungsuntersuchungen. Der Reißwiderstand ist mit dem Spannungsintensitätsfaktor an der Reißspitze durch

$$K_I = \sqrt{\frac{R \cdot E}{1-\nu^2}} \quad (8)$$

verknüpft, und durch das Einsetzen der R_0 -Werte erhält man diejenigen Spannungsintensitäten $K_{I0,dyn}$, bei denen unter dynamischer Belastung Reißfortschritt im nicht vorgeschädigten Material einsetzte. Für die statischen Belastungsuntersuchungen und dabei hauptsächlich zur Bestimmung der ohne Reißfortschritt ertragbaren $K_{I0,stat}$ -Werte wurden die $K_{I0,dyn}$ -Werte als Ausgangsbasis benutzt.

Das Material I zeigte bei der langsamen dynamischen Belastung einen anfangs ansteigenden Reißwiderstand von $\bar{R}_0 = 3,7 \text{ J/m}^2$ auf $\bar{R}_{max} = 6,3 \text{ J/m}^2$, der den Spannungskonzentrationen von $K_{I0,dyn} = 0,6 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ bzw. $K_{I,max,dyn} = 0,8 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ entspricht. Bei Untersuchungen von vorgeschädigten Proben mit Spannungskonzentrationen in diesem Bereich zeigte sich, daß Risse, die mit $K_{I,stat} \geq K_{I0,dyn}$ beaufschlagt wurden, sich nicht stabil verhielten, sondern zu wachsen begannen. Am Anfang der Belastung herrschten unterschiedlich lange Totzeiten ($t_T \approx 2$ bis 15 min), während denen sich der Reiß nicht verlängerte, und erst anschließend setzte eine progressiv wachsende Reißgeschwindigkeit ein, die zum Probenbruch führte (s. Abb. 44).

Der ansteigende R-Wert des Materials I von R_0 auf R_{max} wurde bei der langsamen kontrollierten Bruchversuchen in Kap. 5.4.1 mit dem Einfluß von Adhäsionskräften zwischen den sehr glatten Reißufern gedeutet, die ebenfalls zur Erklärung des Reißverhaltens unter statischer Belastung beitragen können. Ein Anstieg der R-Werte von über 60 % von R_0 auf R_{max} aufgrund zunehmender dissipativer Prozesse an der Reißspitze müßte bei der statischen Belastung nach einer geringen Reißverlängerung Δa zum Reißstillstand führen, da die leicht vergrößerte Reißlänge durch den höheren Reißwiderstand kompen-

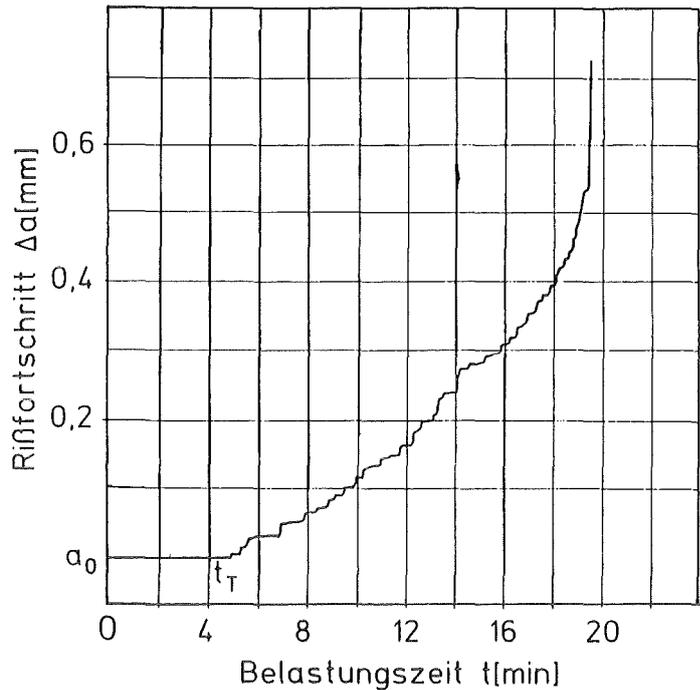


Abb. 44: Riverlngerung in Material I unter stat. Belastung,
 $K_{I,stat} > K_{I0,dyn}$

siert wird. Bei allen statischen Belastungsuntersuchungen in diesem Bereich setzte jedoch langsames Riwachstum mit steigender Rigeschwindigkeit ein.

Beruhet die im dynamischen Versuch bestimmte R-Wertsteigerung jedoch auf Adhsionskrften, so lassen sich damit die beobachteten Totzeiten bis zum Einsetzen der Riverlngerung und das langsame Riwachstum unter statischer Belastung bei und unterhalb $K_{I0,dyn}$ erklren. Auf den Bruchflchen der Anrisse lagert sich whrend ihrer Entstehung unter der Brckenbelastung in geffnetem Zustand Wasserdampf aus der Umgebungsluft an, welcher auf den reaktiven, frischen Bruchflchen kondensiert. Bei der folgenden Entlastung schlieen sich die sehr ebenen Bruchflchen wieder und geringe Mengen von H_2O -Trpfchen fhren zu einem H_2O -Film mit ausgeprgten Adhsionserscheinungen, vergleichbar mit einem Wassertropfen zwischen zwei groen Glasscheiben.

Um diese Bruchflchen erneut aufzutrennen mu in kraft- und

durchbiegungsgesteuerten Versuchen eine größere Arbeit aufgebracht werden als unter statischer Belastung. Unter statischer Belastung können sich die Adhäsionsbindungen langsamer umverlagern und lösen als bei der erzwungenen Trennung. Während dieser Auftrennung der Adhäsionsbindungen wird die Rißspitze mit der zum Rißfortschritt nötigen Spannungsintensität gar nicht beaufschlagt und es kommt zu keiner Rißerweiterung (Totzeit). Erst nach der Überwindung des Adhäsionskräftemaximums setzt langsames Rißwachstum mit anfangs sehr kleinen Rißgeschwindigkeiten ($\dot{a} < 10^{-9}$ m/sec) ein, wobei zusätzlich Rißspitzenradienveränderungen unter H_2O -Einfluß auftreten können.

Bei der Belastung mit Spannungsintensitäten $K_{I,stat} < K_{I0,dyn}$ trat zwischen $0,5 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}} < K_I < 0,6 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ ein gemischter Bereich auf, in dem bei einem Teil der Proben der Riß nach einer sehr geringen Verlängerung um wenige μm zum Stillstand kam, während bei weiteren Proben nach längeren Totzeiten ($t_T > 15$ min) Rißfortschritt auftrat. Dieser Übergangsbereich läßt sich einmal durch die Probenstreuung erklären, wird jedoch zusätzlich durch unterschiedliche Luftfeuchtwerte bei den einzelnen Versuchen mitverursacht, da die Versuche nicht in kontrollierter Umgebungsluft durchgeführt werden konnten.

Bei Belastungen mit $K_{I,stat} \leq 0,4 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ erfolgte bei keiner der 5 untersuchten Proben Rißerweiterung in der Untersuchungszeit von $t = 100$ h, sodaß eine sehr gute Übereinstimmung der Rißstabilität bei $K_{I0,stat} \leq 0,4 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ und dem aus dem minimalen Rißwiderstand $R_{min} = 1,3 \text{ J/m}^2$ berechneten Wert $K_{Imin,dyn} = 0,36 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ festgestellt werden konnte.

Die dynamischen Effekte bei der Rißverlängerung waren daher bei genügend tiefen Rissen ($a_i > 3,5$ mm) und langsamer Belastungsgeschwindigkeit ($\dot{s} = 200 \mu\text{m/h}$) in dem Material I vernachlässigbar gegenüber den wesentlich stärkeren Adhäsionseinflüssen bei kleinen Rißlängen und geringer Rißufer-trennung.

Allerdings zeigte das Material I, vergleichbar mit Natron-Kalk-Glas, noch eine weitere Absenkung der ohne Rifortschritt ertragbaren Spannungsintensitt unter dem Einflu von von auen zugefhrtem, flssigem Wasser. Dazu wurde bei einigen Proben der Rigrund mit deionisiertem H₂O bedeckt, welches innerhalb von 2 bis 5 sec bis zur Rispitze vor- drang. Die daraufhin noch ohne Rifortschritt ertragbare Spannungskonzentration sank auf $K_{I0, stat}^{H_2O} \approx 0,2 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ ab, wobei zur Verifizierung dieses Wertes noch keine Langzeit- versuche vorgenommen wurden.

Von dem Material II wurde bei der Untersuchung des River- haltens bei langsamer Belastung in Kap. 5.4.2 ein mittlerer Anfangsriwiderstand von $\bar{R}_0 = 43 \text{ J/m}^2$, ein maximaler R-Wert von $\bar{R}_{max} = 76 \text{ J/m}^2$ und ein minimaler Riwiderstand von $\bar{R}_{min} = 35 \text{ J/m}^2$ ermittelt. Diese Werte entsprechen rechnerisch nach Gl.(8) Spannungsintensitten von $\bar{K}_{I0, dyn} = 4,0 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$, $\bar{K}_{I_{max}, dyn} = 5,3 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ und $\bar{K}_{I_{min}, dyn} = 3,6 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$.

Bei der Untersuchung des Riverhaltens unter statischer Belastung zeigte sich jedoch, da Anrisse bei kleinen Span- nungen nur teilweise geffnet wurden. Belastete man Proben, die Anrilngen von $a_0 \geq 2,5 \text{ mm}$ enthielten, mit Spannungen, die K-Werten von $K_{I, stat} < 3,0 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ entsprachen, so stellte man fest, da diese Spannungen nicht ausreichten, den Anri bis a_0 aufzutrennen; der Anri mit seiner tatschlichen Lnge $a_0 > 2,5 \text{ mm}$ ffnete sich nur bis $a' = 1,5 + 1,9 \text{ mm}$ und verhielt sich danach stabil ber die gesamte Belastungszeit von $t = 100 \text{ h}$. Die Bestimmung des K-Wertes aufgrund der Ursprungsrilnge a_0 war daher nicht zutreffend, da der Ri nur bis zur Lnge a' geffnet vorlag.

Auch die Berechnung der K-Werte aufgrund der tatschlichen ffnung des Anrisses mit a' ist nicht unproblematisch, da vom Autor angenommen wird, da der Haupteffekt der teilwei- sen Riffnung durch Verhakungen und Verzahnungen der rauhen Riufer verursacht wird. Inwieweit diese rauhen Riufer auch

noch hinter der Länge a' durch einzelne Kontakte Kräfte übertragen, konnte bisher nicht geklärt werden, und der Gesamteinfluß der Rißuferreibung kann nur durch den Vergleich des minimalen Rißwiderstandes R_{\min} und den bei statischer Belastung maximal ertragbaren K-Werten durchgeführt werden. Bei der Bestimmung des minimalen Rißwiderstandes R_{\min} wurde angenommen, daß bei großen Rißlängen ($a_i > 3,5$ mm) und damit verbundenen großen Probendurchbiegungen der Beitrag der Rißuferreibung immer geringer wurde und schließlich für den Biegeversuch zu vernachlässigen war. Bei den Untersuchungen zum Rißverhalten unter statischer Belastung konnte aufgrund der Empfindlichkeit der Proben nicht mit solch tiefen Anrissen gearbeitet werden. Bei den Proben mit Anrißlängen $a_{0i} = 2,5 + 3,0$ mm zeigte sich bei 5 Versuchen im Bereich $K_{I0,dyn} < K_{I,stat} < K_{I_{max,dyn}}$ ein stabiler Rißstillstand über 100 h, d.h. der Riß verlängerte sich nach einer anfänglich sehr kurzen Erweiterung im μm -Bereich nicht mehr.

Damit kann für Rißlängen unterhalb $a_i \leq 3,5$ mm der Einfluß der Rißuferreibung mit $\Delta K_R = K_{I_{max,dyn}} - K_{I_{min,dyn}}$ abgeschätzt werden.

Erst nach Überschreitung des Spannungsintensitätswertes von $K_{I_{max,dyn}}$ setzte in dem Material II auch bei statischer Belastung Rißwachstum ein, welches dann in einem engen ΔK -Bereich von $0,5 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ um 7 Zehnerpotenzen beschleunigte und zum schnellen Probenbruch führte (s. Abb. 45).

Der Einfluß von deionisiertem H_2O ergab in Material II eine etwa 5 %-ige Absenkung des K_I -Startwertes, ab welchem wiederum stark beschleunigtes Rißwachstum innerhalb $\Delta K \approx 0,5 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ auftrat, während unterhalb $K_{I0,stat}^{\text{H}_2\text{O}} \approx 5,0 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ Rißstillstand über die gesamte Versuchszeit von $t = 100$ h herrschte.

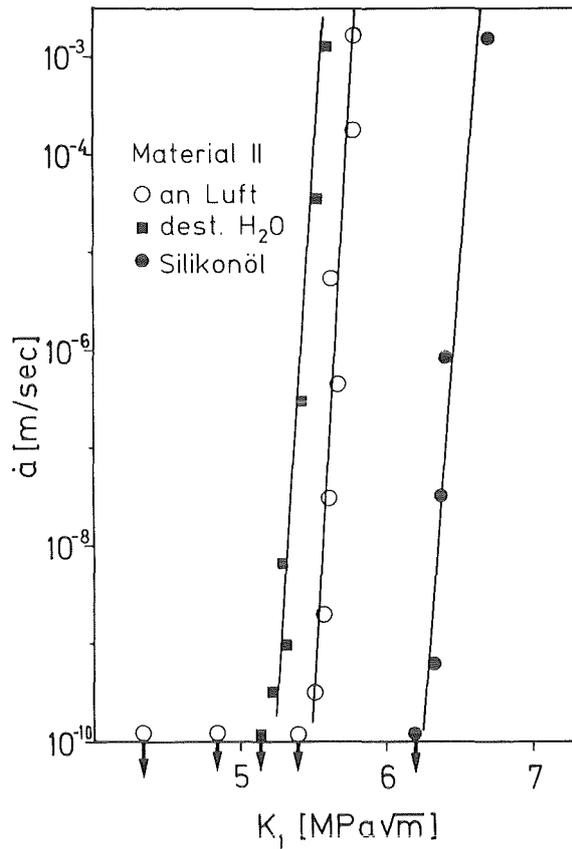


Abb. 45: Rißgeschwindigkeit als Funktion der Spannungsintensität und des Umgebungseinflusses von Material II

Die Tränkung der geöffneten Anrisse mit dünnflüssigem Silikonöl und die anschließende Abdeckung der Rißufer mit schwerem Vakuumfett entspricht nach /17/ bei lückenloser Bedeckung des Rißbereiches einem Vakuum von 10^{-2} Pa. Diese Versuche führten bei dem Material II zu einer deutlichen Steigerung der K_{I0} -Startwerte für einsetzendes Rißwachstum von über 15 % auf $K_{I0,stat}^{\text{Öl}} = 6,2 \div 6,5 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$, ab dem ebenfalls innerhalb $\Delta K \approx 0,5 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$ schnell anwachsende Rißgeschwindigkeiten eintraten (s. Abb. 45).

Die Steigung der \dot{a} - K_I -Kurven verläuft an Luft, in deionisiertem H₂O und unter Vakuum praktisch parallel und eine Auswertung nach Gl.(19) ergab einen Rißausbreitungsexponenten von $n \approx 120$. Diese oberhalb $K_{I0,stat}$ eintretende Rißgeschwindigkeit \dot{a} ist allerdings für die Berechnung der Lebensdauer nicht ausschlaggebend, da \dot{a} bei geringer ΔK -Zunahme um mehrere Zehnerpotenzen so stark beschleunigt, daß der Bruch innerhalb von wenigen Sekunden erfolgt.

Für das Material II ist daher auch bei statischer Belastung die im Kap. 5.4.2 festgestellte Rißwiderstandssteigerung bzw. Spannungsintensitätssteigerung von $K_{I0,dyn} = 3,6 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ auf $K_{I_{max},dyn} \approx 5,3 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ von entscheidender Bedeutung. Bei den statischen Belastungsuntersuchungen an etwas kürzeren Rissen ($a_{0i} = 2,5 \div 3,0 \text{ mm}$) führte diese Rißwiderstandssteigerung aufgrund Verhakungen und Verklammerung der Rißufer dazu, daß langsames Rißwachstum erst bei den maximalen dynamisch ermittelten Werten einsetzte,

$$K_{I0,stat} = K_{I_{max},dyn} \cdot$$

Die volle Ausnutzung dieses Rißuferreibungseffektes vor dem Beginn des langsamen Rißwachstums unter statischer Last erscheint aufgrund der Unsicherheiten bei den Rißtopologien zu gewagt. Zudem zeigten die Untersuchungen unter schwingender Last eine deutliche Reduzierung dieser Rißuferreibung, sodaß auch schon wenige Be- und Entlastungen zum Einsetzen von langsamem Rißwachstum und damit zum Versagen führen können.

Für eine sichere Dimensionierung mit dem Material II sollte daher auch für nur einmalige statische Belastung bei Raumtemperatur und maximaler Luftfeuchte ein Mittelwert von $K_{I0,stat} = 4,5 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ angesetzt werden.

Über den Einfluß von H_2O auf das Rißverhalten von HPSN mit MgO-Zusatz gab es bisher zwei Hinweise von Kriz /70/ und Gulden and Metcalfe /71/, die von einer Reduzierung der ertragbaren Spannung zwischen 5 und 10 % aufgrund spannungskorrosiver Prozesse in der silikatischen Korngrenzenphase berichteten, welches durch diese Versuche ebenfalls bestätigt werden konnte.

Das Material III zeigte bei den kontrollierten Bruchversuchen die höchsten Rißwiderstandswerte, die nach Gl. (8) den Spannungsintensitäten von $\bar{K}_{I0,dyn} = 6,2 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$, $\bar{K}_{I_{max},dyn} = 7,9 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ und $\bar{K}_{I_{min},dyn} = 6,8 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ entsprechen. Bei der

statischen Belastung von vorgeschädigten Proben zeigte sich ein noch verzögerteres Riößffnungsverhalten als bei dem Material II. Bis zu Randspannungen von $\sigma_R = 20$ MPa blieb der Anriß meistens vollständig geschlossen, und bei stufenförmig steigender Belastung erfolgte eine schrittweise Öffnung der Anrisse auf Werte von $a_i' < a_0$, die sich über jeweils 100 h nicht veränderten (s. Abb. 46). Erst mit dem Erreichen von $K_{I,stat} \geq K_{I,max,dyn}$ wurden die Anrisse bis auf ihre volle Länge a_0 aufgetrennt und damit setzte langsames Rißwachstum ein. Die Rißverlängerung im ungeschädigten Material verlief in der Anfangsphase nicht kontinuierlich sondern erfolgte in kleinen Sprüngen. Aus den aufgezeichneten Rißlängenmessungen können bei kleinen Rißgeschwindigkeiten auch geringfügige Rißschließungen beobachtet werden, die nach einer sprunghaften Rißverlängerung durch den verzögerten Rißfortschritt im Probeninnern zu einer geringen Rißschließung am Probenrand führen (s. Abb. 46). Nach einer Steigerung der Spannungskonzentration um $\Delta K \approx 0,7$ MPa $\cdot\sqrt{m}$ stieg die Rißgeschwindigkeit stark an und der Probenbruch erfolgte innerhalb weniger Minuten. Bei Spannungsintensitäten von $K_{I,stat} < K_{I,max,dyn}$ wurde bei allen untersuchten Proben stets Rißstillstand über 100 h beobachtet, wobei in einigen Proben selbst bei $K_{I,stat} = 8,0$ MPa $\cdot\sqrt{m}$ der eingebrachte Anriß noch nicht vollständig aufgetrennt war.

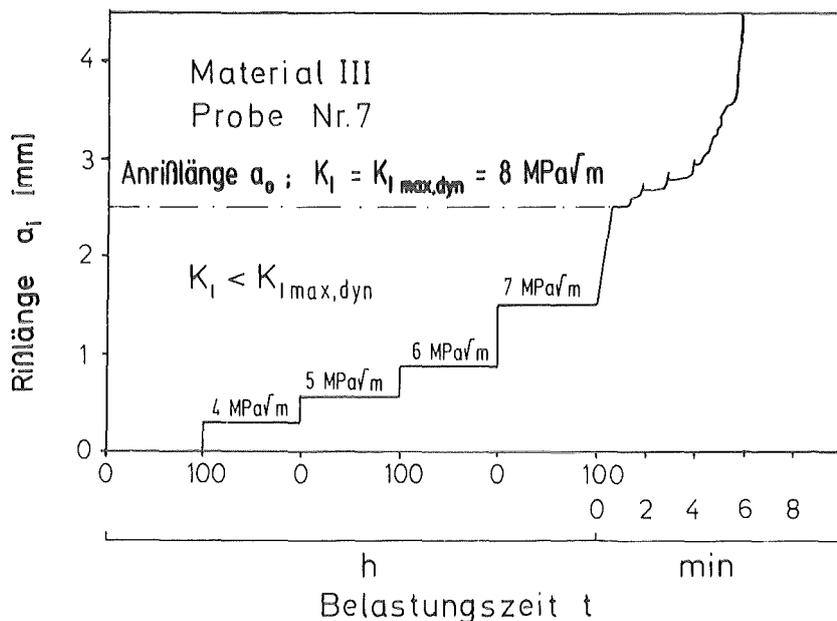


Abb. 46: Riößffnungsverhalten von Material III bei langsam ansteigender statischer Belastung

Dieses verzögerte Rißöffnungsverhalten und das stabile Rißverhalten bei den hohen Werten von $K_{I,stat} \leq K_{I,max,dyn} \approx 8,0 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ kann nicht allein mit dem stengelförmigen Korngefüge erklärt werden. Als verstärkender Faktor kamen bei dem Material III mehrfache Rißumlenkungen durch die großen Inhomogenitätsbereiche hinzu, denen auch schon die Brückenansrisse folgten (s. Abb. 47).

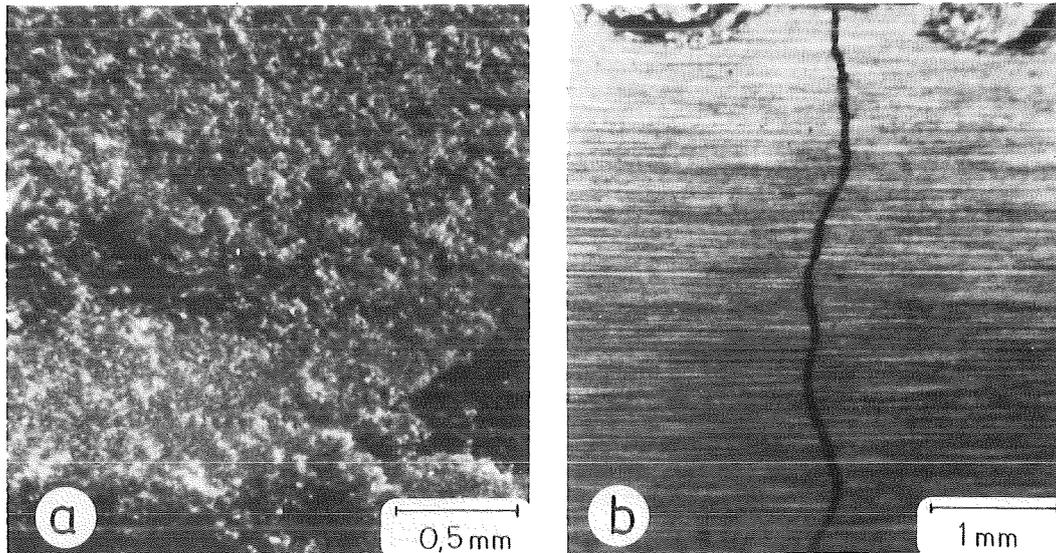


Abb. 47: a) Bruchfläche von Material III, Probe Nr. 8 und b) deren Rißverlauf an der Probenseite.

Außerdem ließen sich unter dem Stereomikroskop und etwas schwächer auch in Abb. 47 a auf den Bruchflächen kleine, schuppenartige Bereiche erkennen, welche auf eine zusätzliche, mehrfache Rißverzweigung hinwiesen. Diese Faktoren zusammen führten bei den 6 Proben zu unterschiedlichen $K_{I0,stat}$ -Werten von 8,0 bis 9,8 $\text{MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ für Rißstillstand über 100 h, wobei allerdings bei den hochbelasteten Proben eine nur geringfügige, weitere Lasterhöhung zu schnell einsetzendem Rißwachstum mit hohen Rißgeschwindigkeiten ($\dot{a} > 10^{-5} \text{ m/sec}$) führte. Bei 2 Proben trat bei 8,0 bzw. 8,2 $\text{MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ langsames Rißwachstum ein, welches unter statischer Last beschleunigte und einen Rißausbreitungsexponenten von $n \approx 30$ ergab.

Im Gegensatz zu den Materialien I und II konnte in dem mit

Y₂O₃ heißgepreßten Material III kein Einfluß des deionisierten Wassers bzw. des Silikonöls auf das Rißverhalten festgestellt werden. Keine der 3 Proben unter H₂O zeigte Rißwachstum bei $K_{I,stat}^{H_2O} \leq 8,0 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$, wobei allerdings ein geringer Einfluß durch die Schwankungsbreite der verschiedenen Anrißrauigkeiten auch überdeckt werden konnte. 3 Proben mit abgedichtetem Silikonöl im Anriß zeigten mit $K_{I0,stat}^{\text{Öl}} = 8,4 + 9,1 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ für beginnendes Rißwachstum die auch an Luft festgestellte Bandbreite, sodaß für das Material III für eine einmalige, statische Belastung eine Spannungskonzentration von $K_{I0,stat} = 7,5 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ angesetzt werden kann, welche ohne Rißfortschritt an Luft, Wasser und Öl über 100 h ertragen werden kann.

Das hochspröde Material IV erreichte bei den kontrollierten Bruchversuchen nur einen mittleren Rißwiderstand von $\bar{R} = 14,3 \text{ J/m}^2$ mit einer Standardabweichung von $\bar{s} = 4 \text{ J/m}^2$. Aus dem hohen E-Modul von $453,29 \text{ GN/m}^2$ errechnen sich nach Gleichung (8) ebenfalls nur geringe Spannungsintensitäten für den einsetzenden Rißfortschritt bei dyn. Belastung von $\bar{K}_{I,dyn} = 2,2 + 2,9 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$. Bei der statischen Belastung zeigte das Material IV im Gegensatz zu den vorherigen Materialien schon bei geringen Spannungen eine früh einsetzende, leichte Anrißauftrennung, wobei allerdings eine genaue Bestimmung von a' zu a_0 aufgrund der fehlenden Eichkurve nicht vorgenommen werden konnte (s. Kap. 5.4.4). Bei diesen Proben mußten die Rißlängen a_i nach dem Versuch aus den Bruchflächen bestimmt werden und der gemessene Potentialspannungswert aus der TiC-Schicht diente zur Beobachtung des Anrißauftrennverhaltens und der Rißstabilität während der statischen Belastung. Belastungen mit $K_{I,stat} \geq 2,0 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ führten zum Versagen der Proben schon während der Lastaufbringung. Bei Belastungen im Bereich $K_{I,stat} = 1,5 + 2,0 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ zeigte sich ein Mischbereich; 3 Proben ertrugen $K_{I,stat} = 1,8 + 2,0 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ über 100 h ohne Rißfortschritt, während 2 Proben bei $1,6$ bzw. $1,9 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ nach unterschiedlich langen Totzeiten ein langsam einsetzendes und mit Haltezeiten verbundenes Rißwachstums aufwies, welches nach 8 bzw. 21 h

deutlich mit zwei steigenden Geschwindigkeiten beschleunigte und damit zum Probenbruch führte (s. Abb. 48).

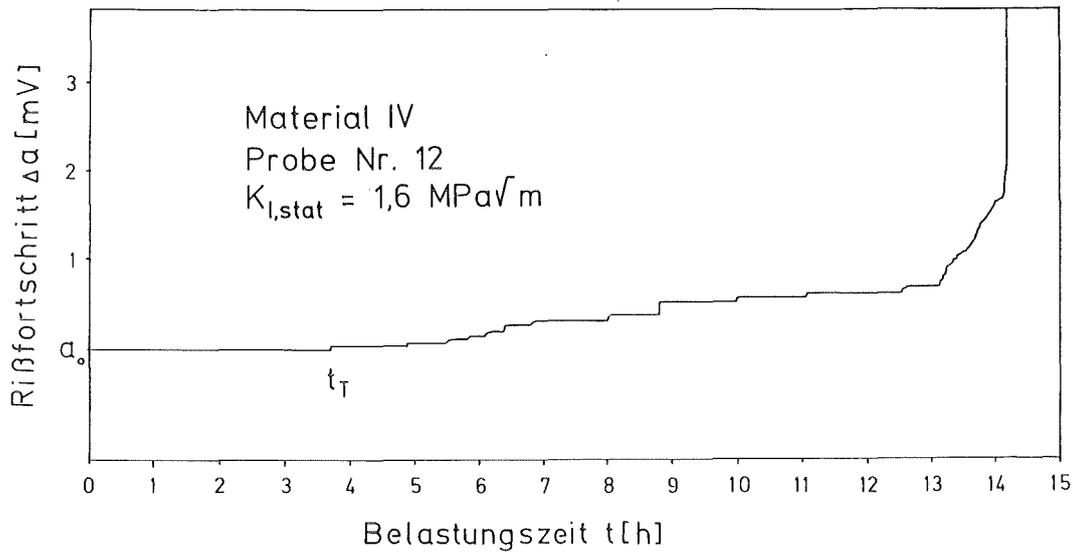


Abb. 48: Langsames Rißwachstum in Material IV unter statischer Belastung

Das feinkörnige, nahe äquiaxiale Gefüge des Materials IV führte im Gegensatz zu den Materialien II und III zu wesentlich ebeneren Bruchflächen und erklärt deren leichte Anrißauftrennung bei kleinen Spannungen und geringeren Rißufer-trennungen.

Aber auch bei dem Material IV liegen keine vollständig ebenen Bruchflächen wie im Material I vor, sodaß das langsame Rißwachstum im Bereich $1,5 < K_{I,stat} \leq 2,0 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$ ebenso wie in den Materialien II und III durch den Einfluß der Bruchflächentopographie erklärt werden kann. Bei einer geringen Auftrennung des Anrisses können im Probeninnern immer noch einige Abstützungspunkte zwischen den Rißufern bestehen, allerdings wesentlich weniger als bei den rauheren Bruchflächen der Materialien II und III. Unter statischer Last können diese Verhakungen entweder durch Abgleitungen oder durch Heraustrennen der Körner infolge mikroskopischen Rißwachstums getrennt werden. Damit erklären sich die langen Totzeiten bis zum Einsetzen des makroskopischen Rißwachstums und dessen sprunghafter Verlauf sowie das variierende Verhalten der einzelnen Proben im Bereich $K_{I,stat} = 1,5 \pm 2,0 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$.

Die Auswertung der langsamen Rißgeschwindigkeiten nach Gl. (19) ergab einen Rißausbreitungsexponenten von $n \approx 40$, wobei aus Abb. 48 klar ersichtlich wird, daß Lebensdauerberechnungen aufgrund von n-Werten zu falschen Ergebnissen führen, wenn spontane Rißgeschwindigkeitsänderungen auftreten.

Bei Belastungen mit $K_{I,stat} \leq 1,5 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ trat bei keiner der 5 untersuchten Proben langsames Rißwachstum innerhalb von 100 h auf. Dieser Wert von $K_{I0,stat} = 1,5 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ gilt wiederum nur für einmaliges Belasten, da in Material IV trotz der relativ glatten Rißufer bei Be- und Entlastungen mit einem weiteren Absinken der ohne Rißfortschritt ertragbaren Spannungskonzentration gerechnet werden muß.

Der Einfluß von H_2O bzw. vakuumähnliche Bedingungen durch Silikonöl war bei Material IV gering ausgeprägt und führte hauptsächlich zu einem noch leichteren Rißöffnungsverhalten bei kleinen Spannungen. Eine Beeinflussung des Rißausbreitungsverhaltens zu Werten unter $K_{I0,stat}$ konnte nicht festgestellt werden.

5.6 Rißverhalten unter schwingender Belastung

Für eine sichere Auslegung und Dimensionierung von keramischen Bauteilen und Komponenten ist das Materialverhalten unter schwingender Last von großer Bedeutung, da die meisten technischen Anwendungen keiner einmal aufgebrachten, statischen Belastung entsprechen, sondern auch bei hauptsächlich statischen Belastungen mehrfach be- und entlastet werden müssen. Bei den metallischen Werkstoffen ist der negative Einfluß zyklischer Spannungsänderungen auf die Lebensdauer seit etwa 100 Jahren bekannt und seitdem intensiv untersucht worden, wobei die Phase der Anrißbildung einen wesentlichen Teil der Lebensdauer unter schwingender Last bestimmt /72/.

Bei den keramischen Werkstoffen muß bei Raumtemperatur und im unteren Temperaturbereich davon ausgegangen werden, daß

keine plastischen Verformungen stattfinden und daß scharfe Anrisse in den Bauteilen schon zu Beginn der Belastung vorhanden sind.

Daher konzentrierten sich die Untersuchungen zum Materialverhalten unter schwingender Belastung auf Biegeproben mit natürlich scharfem Anriß, um nachzuweisen, ob und inwieweit schwingende Belastung das Rißverhalten und damit die Lebensdauer von keramischen Bauteilen beeinflußt. Die Versuche wurden in 4-Punkt Biegeauflager unter sinusförmigem Schwellbiegemodus bei einem konstant gehaltenen Spannungsverhältnis $\chi = \sigma_{\min}/\sigma_{\max} = 0,2$ und bei Frequenzen von $f \approx 200$ Hz in einer Resonanzprüfmaschine Typ Mikrotron 654 durchgeführt; das eintretende Rißwachstum und die Rißgeschwindigkeiten wurden mit Hilfe der Potentialmethode bestimmt (s. Kap. 4.7). Die angegebenen $K_{I, \text{schw}}$ -Werte sind auf die jeweiligen Maximalspannungswerte σ_{\max} des sinusförmigen Kraftverlaufes bezogen worden.

Das Material I zeigte bei der statischen Belastung mit $0,5 < K_{I, \text{stat}} < 0,6 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ bei einigen Proben ein ausgeprägtes langsames Rißwachstum, während bei der Belastung mit $K_{I, \text{stat}} \leq 0,4 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ über 100 h stabiler Rißstillstand herrschte. Bei schwingender Belastung mit $K_{I, \text{schw}} \leq 0,4 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ konnte bei keiner der 5 untersuchten Proben Rißfortschritt bis zu Lastspielzahlen von $N = 10^7$ beobachtet werden, sodaß kein feststellbarer Einfluß der schwingenden Belastung gegenüber statischer Belastung auf einsetzendes Rißwachstum festgestellt werden konnte. Bei Steigerung der $K_{I, \text{schw}}$ -Werte in den Bereich $K_{I, \text{schw}} = 0,5 + 0,6 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ trat langsames Rißwachstum bei allen untersuchten Proben auf, welches unterschiedlich schnell beschleunigte und zum Probenbruch zwischen 10 und 12 sec führte. Nach diesen Untersuchungen kann für das Material I ein identischer Mechanismus bei statischer und schwingender Belastung für den Rißbeginn und die Rißausbreitung bei Raumtemperatur und normaler Luftfeuchte angenommen werden, welcher unterhalb eines Grenzwertes $K_{I0, \text{stat}} = K_{I0, \text{schw}} \leq 0,4 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ zur Rißstabilität und damit zur

Langzeitfestigkeit führte.

Bei dem Material II zeigte sich dagegen ein deutlich unterschiedliches Rißverhalten bei statischer und schwingender Belastung von vorgeschädigten Proben mit scharfem Anriß. Während bei statischer Belastung Rißstillstand bis zu Spannungskonzentrationen von $K_{I0,stat} = 5,3 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ herrschte und anschließend innerhalb $\Delta K \approx 0,5 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ schnell beschleunigtes Rißwachstum auftrat, zeigten die Untersuchungen bei schwingender Belastung langsames Rißwachstum schon bei Spannungskonzentrationen ab $K_{I,schw} \geq 3,5 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ und somit etwa 35 % unterhalb den bei statischer Last ohne Rißfortschritt ertragbaren K_I -Werten. Bei den Schwellbiegeversuchen wurde die Mittellast und die Spannungsamplitude nach jeweils 10^6 Lastwechseln gesteigert, wobei sich bei kleineren Spannungen ein ähnliches Verhalten wie bei der statischen Belastung zeigte: Die Anrisse mit einer Ursprungslänge a_0 öffneten sich bei $K_{I,schw} < 2,5 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ nur schrittweise bis zu einer Länge $a' < a_0$ und verhielten sich danach stabil; d.h. sie verlängerten sich nicht mehr und erreichten nicht die Länge a_0 . Auch eine Erhöhung der Lastspielzahl auf $N > 10^7$ brachte keine weitere Verlängerung. Eine stufenweise Erhöhung der $K_{I,schw}$ -Werte in den Bereich $2,5 < K_{I,schw} < 3,5 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ führte zu einer stufenweisen Öffnung von a' bis zum Erreichen von a_0 , aber zu keiner Anrißverlängerung. Um langsames Rißwachstum untersuchen zu können, mußte der Anriß zuerst mit leicht überhöhten $K_{I,schw}$ -Werten von $4,0 \div 4,3 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ "gestartet" werden, die zu einer anfangs sehr langsamen, stufenweise und mit Haltezeiten verbundenen Rißerweiterung führten, die dann sehr schnell zu hohen Rißgeschwindigkeiten überging (s. Abb. 49).

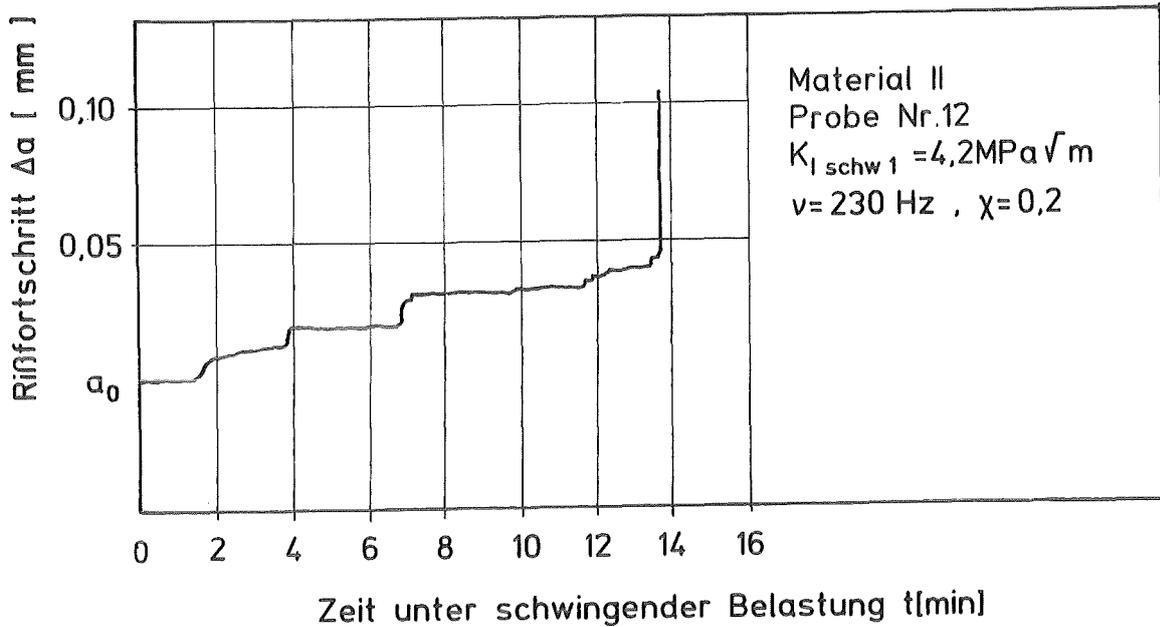


Abb. 49: Rißstartverhalten von Material II unter schwingender Belastung

Die Auswertung der mittleren Anfangsgeschwindigkeit ergab aufgrund verschieden langer Haltezeiten bei den einzelnen Proben variierende Werte von $\dot{a} = 10^{-10} + 10^{-8} \text{ m/sec}$. Nach dem Einsetzen von Rißgeschwindigkeiten $\dot{a} > 10^{-6} \text{ m/sec}$ konnten einige Proben teilweise entlastet und danach mit $K_{I, schw}$ -Werten im Bereich $3,5 < K_{I, schw} < 4,0 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ beaufschlagt werden, wobei sich bei diesen $K_{I, schw}$ -Werten, die zu Beginn zu keinem Rißfortschritt führten, nach einmal erfolgter Rißverlängerung nun deutliches, in kleinen Sprüngen verlaufendes, langsames Rißwachstum zeigte. Bei der Probe Nr. 12 fand nach $N=10^5$ Lastwechseln und einer Rißverlängerung von $\Delta a = 60 \mu\text{m}$ ein beschleunigtes Rißwachstum infolge der gestiegenen $K_{I, schw}$ -Werte von $\dot{a} > 10^{-6} \text{ m/sec}$ statt, sodaß die schwingende Belastung gestoppt wurde. Eine anschließende statische Belastung von $K_{I, stat} = 4,0 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ wurde ohne Rißfortschritt 25 h ertragen (s. Abb. 50).

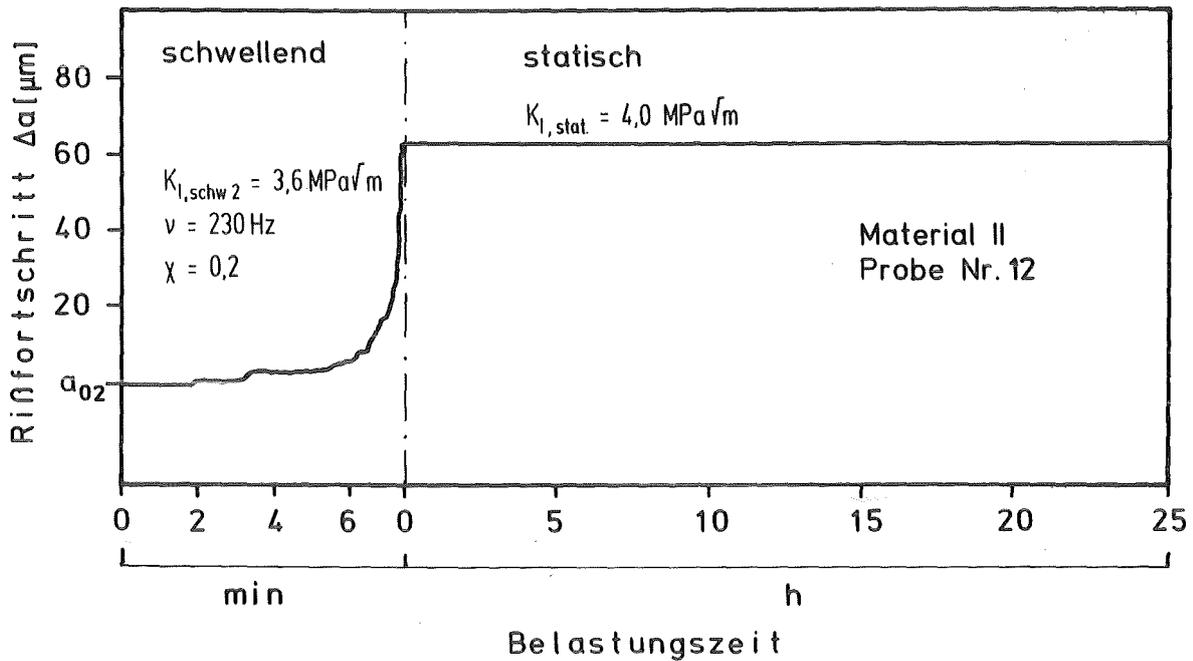


Abb. 50: Rißwachstum nach erfolgtem Rißstart mit $K_{I,\text{schw}2} < K_{I,\text{schw}1}$ und anschließender statischer Belastung

Dieses Rißverhalten unter schwingender Belastung kann durch die Annahme einer Prozeßzone vor der Rißspitze allein nicht erklärt werden, wogegen für den Einfluß der Rißuferreibung besonders in Material II deutliche Hinweise gefunden wurden. Unter dem Stereomikroskop bei einer Beleuchtung mit diffusem Neonlicht lassen sich auf den Bruchflächen die Bereiche des langsamen Rißwachstums unter schwingender Last als kontrastreichere, dunklere Streifen auf der Bruchfläche erkennen. Diese, das Licht stärker absorbierenden Bereiche deuten klar auf stärker zerklüftete Bruchoberflächen während des langsamen Rißwachstums unter schwingender Belastung hin (s. Abb. 51).

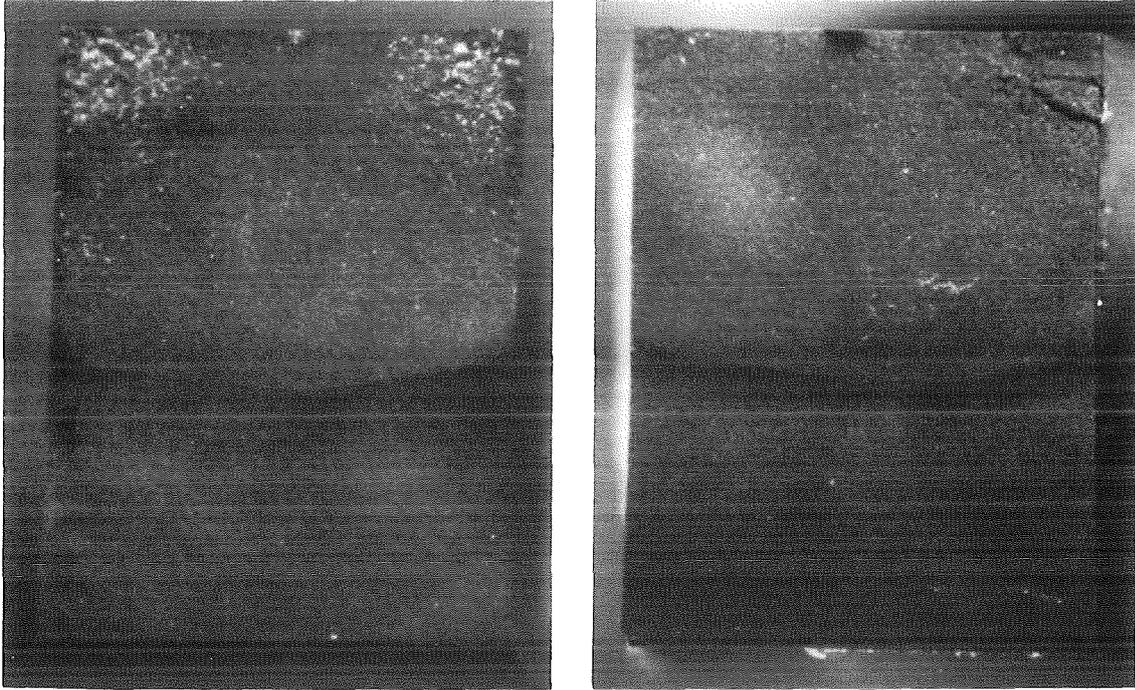


Abb. 51: Dunklere Bereiche in Material II während des langsamen Rißwachstums bei schwingender Belastung

Nachdem im normalen Lichtmikroskop und auch im REM keine Unterschiede zwischen den hellen und den dunkleren Bruchtopographien gefunden werden konnten, wurden von diesen Bereichen Pt-C-Replicafolienabdrücke angefertigt, welche im TEM bei hoher Vergrößerung betrachtet werden konnten. Dabei zeigten sich in den Bereichen B des langsamen Rißfortschrittes hinter der Anrißlänge a_0 deutlich mehr Bereiche mit fein abgestuften Kornzerstörungen am Rande großer Einzelkörner oder Kornverbände (s. Abb. 52).

Das langsam einsetzende und sich steigernde Rißwachstum bei deutlich geringeren $K_{I, \text{schw}}$ -Werten im Vergleich zu $K_{I, \text{stat}}$ kann somit durch das Herausbrechen einzelner Kornverbände und mit der Abstumpfung der kräfteübertragenden rauhen Rißufer unter schwingender Belastung erklärt werden. Auch die zum Rißstart notwendige leichte Überhöhung der $K_{I, \text{schw}}$ -Werte läßt sich mit dieser Vorstellung gut vereinbaren, da anfangs die Rißufer erst "geglättet" werden müssen, um danach beschleunigtes Rißwachstum einleiten zu können. Die bei der Probe Nr. 12 anschließend aufgebraachte statische Belastung

117
117

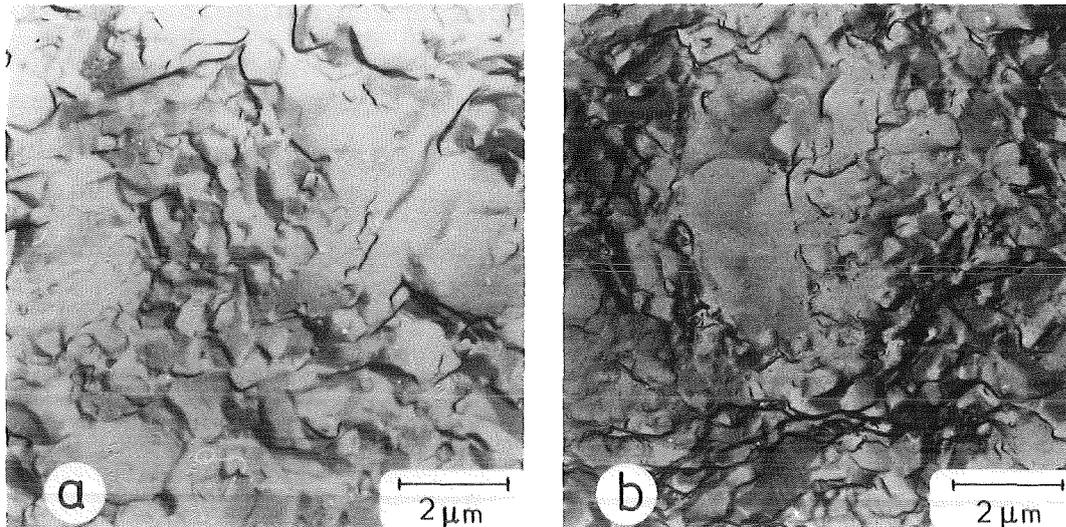


Abb. 52: Replica-Aufnahmen von Bruchflächen des Materials II
a) schneller Rißfortschritt b) langsamer
Rißfortschritt unter schwingender Belastung

von $K_{I,stat} = 4,0 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ in Abb. 52 läßt erkennen, daß durch die schwelende Belastung der Einfluß der Rißufer noch nicht vollständig abgenommen hat, sondern daß bei rein statischer Belastung mit $K_{I,stat} > K_{I,schw}$ die Rißuferreibung immer noch noch zur Rißstabilität, allerdings in geringerem Maße, beitragen kann.

Die Einbeziehung von Rißuferreibungseffekten führt zu Schwierigkeiten bei der Bestimmung von Materialkennwerten, da die Reibungseffekte stark von den Geometrieverhältnissen des Risses und der Probe abhängen. Die in dieser Arbeit angegebenen Werte von ertragbaren Spannungsintensitäten können daher vorerst nur auf die Normproben mit dem Querschnitt $4,5 \times 3,5 \text{ mm}^2$ und tiefe, durchgehende Risse von $a_i \geq 2,0 \text{ mm}$ bezogen werden. Für das Material II kann somit Rißstabilität und Langzeitfestigkeit unter schwelender Belastung bei Raumtemperatur mit $K_{IO,schw} \leq 3,5 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ angesetzt werden.

Bei dem Material III zeigte sich der Einfluß der sehr rauhen Rißufer und des stark nadelförmigen Korngefüges bei der

langsamen dynamischen und bei der statischen Belastung durch hohe RiBzähigkeitswerte \bar{R} und durch einen hohen Wert von $K_{I0,stat} = 7,5 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$. Der Einfluß der schwingenden Belastung auf die ohne RiBfortschritt ertragbare Spannungsintensität $K_{I0,schw}$ war bei diesem Material mit nahezu 40 % unter $K_{I0,stat}$ am größten, wobei allerdings auch, wie bei der Bestimmung der $K_{I0,stat}$ -Werte, die größten Streuungen bei den einzelnen Messungen erzielt wurden. Diese Streuungen der bei den einzelnen Proben ermittelten $K_{I0,schw}$ -Werte erklären sich durch das makroskopisch inhomogene Gefüge des Materials III, welches zu unterschiedlich starker RiBumlenkung bei den einzelnen Proben und damit auch zu unterschiedlich rauhen Bruchflächen führte. Die im folgenden angegebenen Werte beruhen auf den 3 kleinsten gemessenen Werten von 10 Proben, da bei den natürlichen Anrissen davon ausgegangen werden muß, daß sie sich innerhalb der schwächsten Gefügebereiche ausbilden und zu wachsen beginnen.

Das AnriBöffnungsverhalten unter schwingender Last mit $K_{I,schw} \leq 3,0 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ verlief ähnlich wie in Material II mit stetig abnehmender Geschwindigkeit bis zum Erreichen von $a' < a_0$, wobei allerdings die Zeiten bzw. die Lastspielzahlen bis zum Erreichen einer stabilen Öffnungslänge a' wesentlich größer waren und a' meist erst nach $N \approx 10^6$ erreicht wurde (s. Abb. 53).

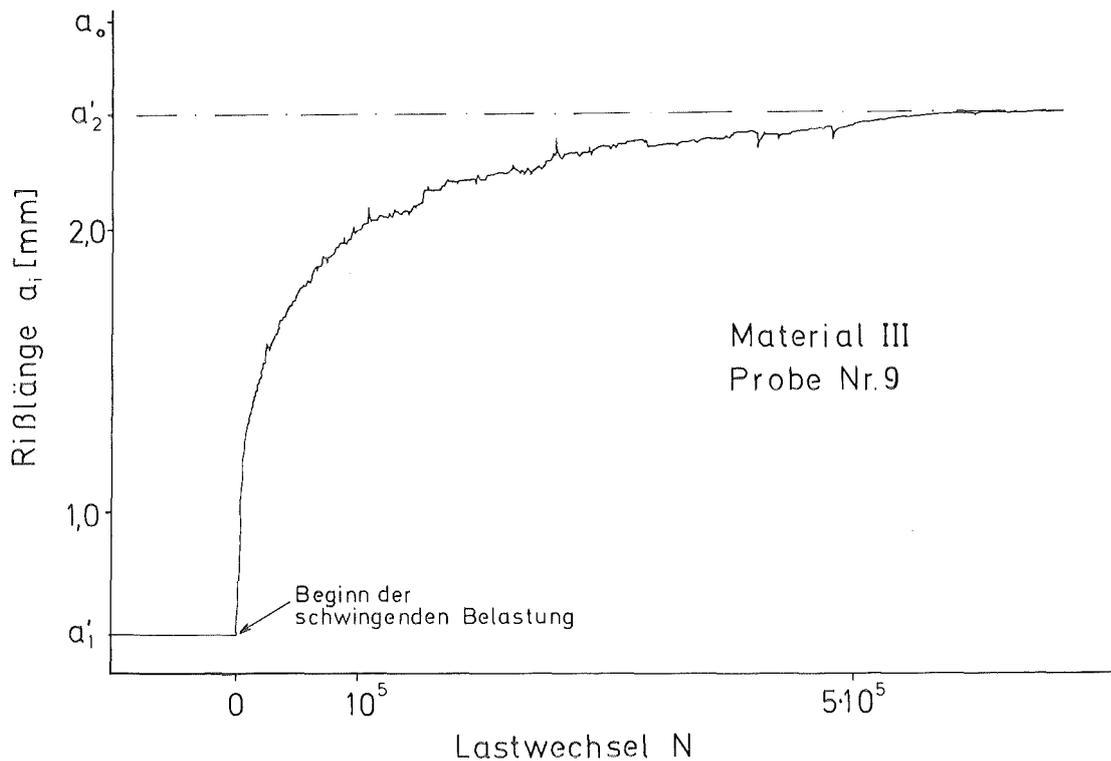


Abb. 53: Anrißöffnungsverhalten von Material III unter $K_{I, Schw} < 3,0 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$

Im Bereich $3,0 \leq K_{I, Schw} \leq 4,5 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ wurde die Anrißlänge a_0 erreicht und nach einer geringen Verlängerung von $\Delta a = 20+50 \mu\text{m}$ stellte sich Rißstillstand ein, der bis über 10^7 Lastwechsel anhielt.

Langsames Rißwachstum mit Rißgeschwindigkeiten von $\dot{a} = 10^{-10} + 10^{-8} \text{ m/sec}$ trat bei 3 Proben schon bei $K_{I, Schw} = 4,9 + 5,1 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ ein, während bei den weiteren Proben erst ab $K_{I, Schw} \geq 6,3 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ Rißwachstum auftrat, allerdings dann mit anfangs höheren Rißgeschwindigkeiten von $\dot{a} > 10^{-6} \text{ m/sec}$, welche rasch beschleunigten und zum schnellen Probenbruch führten. Diese deutlich differierenden Werte für einsetzendes Rißwachstum könnten neben den unterschiedlich rauhen Anrißflächen noch zusätzlich durch die Lage der Anrißspitzen in Zonen unterschiedlicher Yttriumkonzentration mitverursacht worden sein.

Der bei $K_{I, Schw} = 5,1 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ in der Probe Nr. 10 einsetzende Rißverlauf zeigte in der Anfangsphase von 7 min bzw. $N=10^5$

Lastwechsel vollständigen Ristillstand. Erst danach trat eine stufenweise, mit langen Haltezeiten verbundene Riverlngerung auf, die sich langsam beschleunigte, wobei das Riwachstum immer in kleinen Sprngen von $\Delta a = 2 + 5 \mu\text{m}$ in zunehmend krzeren Abstnden erfolgte (s. Abb. 54).

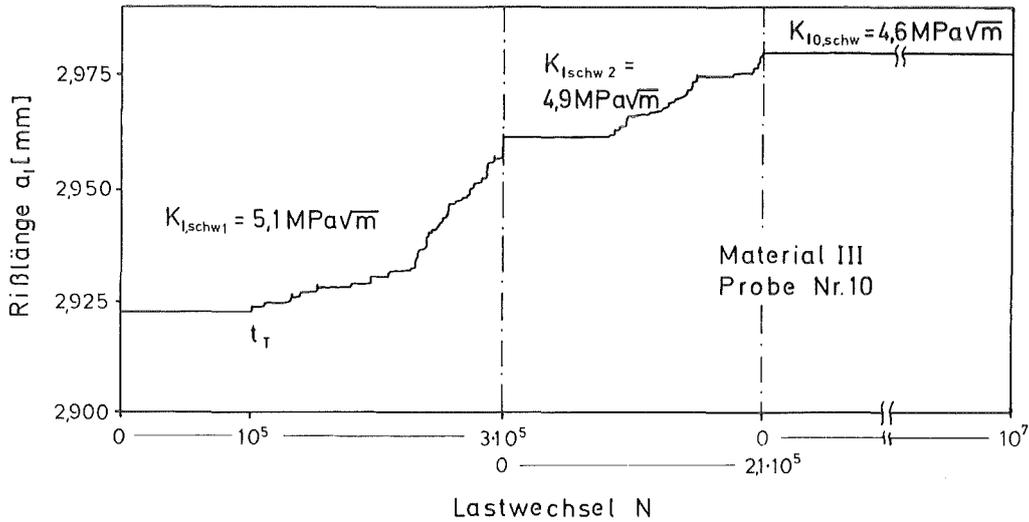


Abb. 54: Riverlauf in Material III bei abnehmenden $K_{I,schw}$ -Werten

Bei diesem langsam ansteigenden Riwachstum konnte durch schrittweise Reduzierung von $K_{I,schw}$ auf $K_{I0,schw}$ diejenige Spannungskonzentration festgestellt werden, bei der keine Riverlngerung auch nach Lastspielzahlen von $N \geq 10^7$ mehr auftrat. Bei den Proben Nr. 10 und 14 war dies der Fall bei 4,6 bzw. 4,9 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, soda fr das Material III $K_{I0,schw} = 4,5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ als sicherer Wert fr stabilen Ristillstand unter schwingender Last angesetzt werden kann.

Bei dem hochsprden Material IV, welches unter statischer Belastung nur einen Spannungsintensittswert von $K_{I0,stat} = 1,5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ertrug, verlief die Anriffnung bei schwingender Belastung sehr viel schneller als bei den Materialien II und III. Bei $K_{I,schw} \leq 0,5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ffnete sich der Anri innerhalb von weniger Lastwechsel und erreichte schnell die

Anrißlänge a_0 , wonach bei keiner der 8 untersuchten Proben eine weitere Rißverlängerung auftrat. Im Bereich $0,5 < K_{I, \text{schw}} < 1,0 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ setzte eine kleine Anrißverlängerung von $\Delta a \approx 20+30 \mu\text{m}$ ein, die danach zum vollständigen Rißstillstand während 10^6+10^7 Lastwechsel führte. Langsam einsetzendes Rißwachstum wurde im Bereich $1,0 \leq K_{I, \text{schw}} < 1,5 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ bei 3 Proben festgestellt, allerdings erst nach sehr langen Totzeiten und hohen Lastwechselzahlen von $N > 10^6$. Die anfangs sehr langsame mittlere Rißgeschwindigkeit von $\dot{a}_1 < 10^{-10} \text{ m/sec}$ stieg langsam auf eine Rißgeschwindigkeit von $\dot{a}_2 \approx 10^{-8} \text{ m/sec}$ an, aus der heraus bei allen 3 Proben eine schlagartige Beschleunigung auf $\dot{a}_3 > 10^{-3} \text{ m/sec}$ einsetzte, die damit zum schnellen Probenbruch führte (s. Abb. 55).

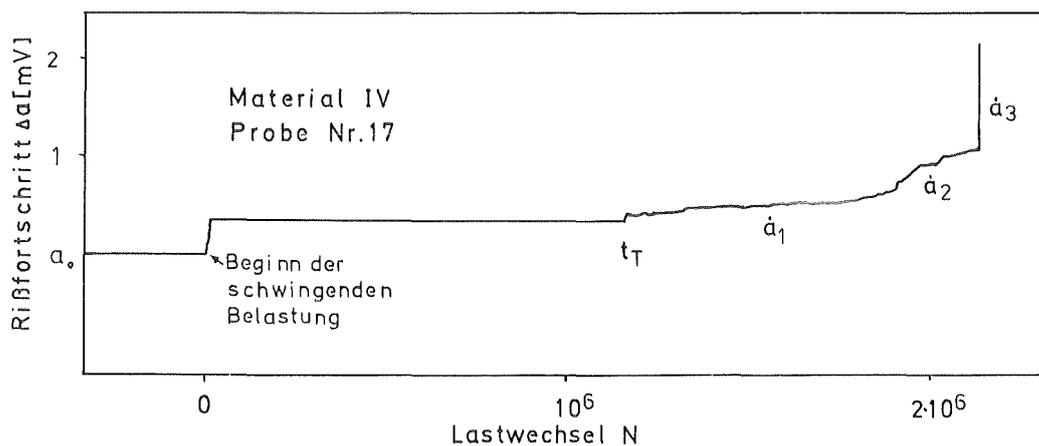


Abb. 55: Rißverhalten von Material IV unter $K_{I, \text{schw}} = 1,4 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$

Auch bei dem Material IV konnten auf den Bruchflächen die Bereiche des langsamen Rißwachstums ($\dot{a} < 10^{-6} \text{ m/sec}$) durch eine etwas dunklere Färbung von der Anriß- und der Restbruchfläche unterschieden werden. Während in dem Material II mit seinen erheblich feinkörnigeren und rauheren Bruchflächen im REM keine Unterschiede zwischen den Bereichen schneller und langsamer Rißgeschwindigkeit nachgewiesen werden konnten, zeigten die REM-Untersuchungen an den Bruchflächen des Materials IV eindeutige Ergebnisse: Bei hohen Rißgeschwindigkeiten ($\dot{a} > 10^{-3} \text{ m/sec}$) findet hauptsächlich ein transgranularer Bruchverlauf mit wenigen, stärke-

keren Rißumlenkungen statt (s. Abb. 56 a), während bei langsamen bis sehr langsamen Rißgeschwindigkeiten ($\dot{a} = 10^{-8} + 10^{-10}$ m/sec) ein zunehmend interkristalliner Bruchverlauf mit deutlichem Herauslösen einzelner Körner erfolgte (s. Abb. 56 b).

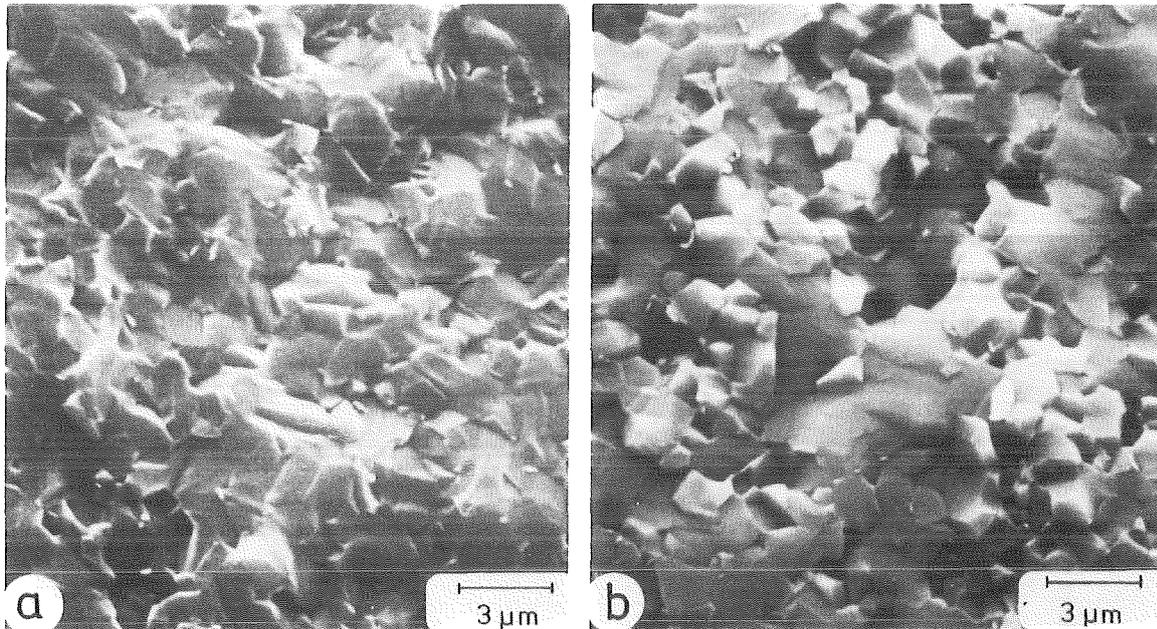


Abb. 56: Bruchflächen von Material IV bei a) hoher Rißgeschwindigkeit und b) langsamer Rißgeschwindigkeit unter schwellender Belastung

Anhand dieser unterschiedlichen Bruchflächen können das leichte Auftrennverhalten der relativ ebenen Anrisse und die zum Teil sehr langen Totzeiten vor dem Einsetzen der makroskopischen Rißgeschwindigkeit erklärt werden: Die Anrisse trennen das Material IV während der Brückenbelastung mit hoher Rißgeschwindigkeit ($\dot{a} > 10^{-3}$ m/sec) und nur wenige größere Kornvorsprünge bilden eine leichte Verklammerung bei der anschließenden statischen oder schwingenden Belastung, die besonders unter schwingender Belastung schnell abgeschert werden. Mit der Öffnung der Anrisse bis zu ihrer Ursprungslänge a_0 setzt bei kleinen Spannungskonzentrationen $K_{I, \text{schw}} < 1,0 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ eine Änderung des Rißverlaufes ein; der Riß folgt bevorzugt den Korngrenzen und nach einer kurzen Rißverlängerung von $\Delta a = 20 + 30 \text{ } \mu\text{m}$ erfolgt durch die vielfache Umlenkung der Rißspitze Rißstillstand.

Bei einer geringen Erhöhung der Spannungsintensität in dem Bereich $1,0 \leq K_{I, \text{schw}} \leq 1,5 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ müssen durch Reibungseffekte oder durch das Herauslösen ("pull-out") von ungünstig gelagerten SiC-Körnern zwischen den Rißufern zuerst ebenere Rißflanken erzeugt werden, bevor der Riß langsam fortschreiten kann. Dieses Abschleifen und wahrscheinlich noch mehr das Herauslösen der harten SiC-Körner beansprucht die zum Teil sehr langen Totzeiten.

Bei der Mehrzahl der untersuchten Proben setzte schnelleres Rißwachstum ($\dot{a}_1 > 10^{-5} \text{ m/sec}$) bei etwas höheren $K_{I, \text{schw}}$ -Werten von $1,5+1,9 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ ein, während zuvor nach einer kurzen Anrißverlängerung Rißstillstand herrschte. Dies wird auf geringfügig stärker verzahnte Rißspitzen zurückgeführt, die zu ihrer "Einebnung" etwas höhere Spannungskonzentrationen benötigen. Nachdem diese Rißufer abgeschliffen und/oder Körner herausgetrennt wurden, startete das Rißwachstum aufgrund der höheren Spannungskonzentration auch mit einer höheren Anfangsrißgeschwindigkeit \dot{a}_1 .

Diese Ergebnisse zeigten auch bei dem Material IV den Einfluß der Rißuferreibung auf die Rißausbreitung, allerdings durch die relativ glatten Bruchflächen bedingt nur auf einem sehr geringen Niveau. Der negative Einfluß der schwingenden Belastung war aber auch bei Material IV deutlich nachzuweisen, sodaß für Rißstabilität unter schwingender Last ein Wert von $K_{I0, \text{schw}} = 1,0 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ angesetzt werden mußte, der den ohnehin schon geringen $K_{I0, \text{stat}}$ -Wert um weitere 33 % reduzierte.

6. Diskussion der Ergebnisse und Schlußfolgerungen

6.1 Bruchmechanische Methoden

Die Charakterisierung und Klassifizierung der bei Raumtemperatur spröden bis hochspröden keramischen Materialien sollte mit Hilfe von bruchmechanischen Untersuchungen vorgenommen werden, da ihr Versagensverhalten im wesentlichen durch Risse bestimmt wird. Diese "natürlichen" Risse von geringer Größe (etwa $10 + 100 \mu\text{m}$) unterliegen statistischen Verteilungen nach ihrer Größe, ihrer Lage in der Probe oder im Bauteil und zusätzlich ihrer Orientierung gegenüber der aufgetragenen Spannung. Bruchmechanische Untersuchungen an Proben mit natürlicher Rißgrößenverteilung können somit nur anhand statistischer Auswertung erfolgen und führen zu integralen Ergebnissen.

Genauere Untersuchungen zum Rißverhalten in diesen Materialien, insbesondere die Bestimmung des mittleren Rißwiderstandes \bar{R} , des Rißwiderstandsverlaufes $R(a)$ und des Rißstillstandes bei den jeweiligen Spannungsintensitätsfaktoren K_{I0} erfordern gezielt eingebrachte, makroskopische Risse in den Keramikproben.

Eine von Sadahiro und Takatsu /51/ aufgestellte und von Warren /52/ weiterentwickelte Methode zur Erzeugung von natürlich scharfen, durchgehenden Anrissen in Hartmetallbiegeproben konnte in dieser Arbeit auch an Keramikproben erfolgreich angewandt werden. Damit war mit einfachen Mitteln die Erzeugung von makroskopischen Anrissen variabler Länge a_{0i} in Keramikbiegeproben möglich und somit eine Grundvoraussetzung zur bruchmechanischen Untersuchung geschaffen. Anstatt der bei Biegeproben üblichen Rißlängenbestimmung durch Steifigkeitsmessungen konnte eine weitere Verbesserung durch eine direkte Rißlängenbestimmung erreicht werden. Dazu wurde auf die angerissenen Proben eine sehr dünne, elektrisch leitende Schicht aufgesputtert, deren Widerstand sich bei Rißöffnung und Rißfortschritt in Abhängigkeit der Rißlänge

änderte. Durch die Aufbringung einer bisher nicht verwendeten, harten und spröden TiC-Schicht konnte erstmals das für die keramischen Materialien unterschiedliche und nicht zu vernachlässigende Rißöffnungsverhalten von vorhandenen Rissen untersucht werden. Zudem konnte durch den hohen spezifischen Widerstand der Schicht ein sehr hohes Auflösungsvermögen bei der Rißlängenbestimmung von besser als 5 μm erreicht werden.

Mit Hilfe der durchgehenden, natürlich scharfen Anrisse und der Potentialspannungsmethode wurden an den spröden bis hochspröden keramischen Materialien aussagekräftige bruchmechanische Untersuchungen an einfachen, verhältnismäßig kleinen Biegeproben durchgeführt.

Die kontrollierten Bruchversuche unter dynamischer Belastung wurden im 3-Punkt-Biegeversuch bei einer geregelten Vorschubgeschwindigkeit von $\dot{s} = \dot{f}_m = 200 \mu\text{m/h}$ vorgenommen. Durch die gleichzeitige Aufzeichnung der Kraft, der Proben durchbiegung und der aktuellen Rißlänge konnte der mittlere Rißwiderstand \bar{R} und der Rißwiderstandsverlauf mit wachsender Rißlänge $R(a)$ aufgenommen werden. Anhand der \bar{R} -Werte lassen sich die untersuchten Materialien einfach klassifizieren:

$$\begin{aligned}\bar{R} &= 1 \div 10 \text{ J/m}^2 && : \text{hochspröde} \\ \bar{R} &= 10 \div 100 \text{ J/m}^2 && : \text{spröde} \\ \bar{R} &= 100 \div 1000 \text{ J/m}^2 && : \text{mittelspröde}\end{aligned}$$

Aussagekräftiger zur Bestimmung von Materialkennwerten sind die aufgenommenen Rißwiderstandsverläufe $R(a)$ bei wachsender Rißlänge, wobei der gesamte Kurvenverlauf durch 3 Hauptpunkte klassifiziert werden kann: 1. der Anfangswert $R_0(a_0)$ bei einsetzender Rißverlängerung, 2. der maximale Rißwiderstand $R_{\max}(\Delta a_1)$ und 3. der minimale Rißwiderstand $R_{\min}(\Delta a_2)$ bei tiefen Rissen ($a_i > 3,5 \text{ mm}$) und damit weit getrennten Rißufern. Diese Rißwiderstandswerte lassen sich in die Spannungsintensitätswerte $K_{I0, \text{dyn}}$, $K_{I\max, \text{dyn}}$ und $K_{I\min, \text{dyn}}$ umrechnen und ergeben Anhaltswerte für die statischen und schwingenden Belastungsuntersuchungen.

Während bei den kontrollierten Bruchversuchen der Rißfortschritt durch die stetig zunehmende Probendurchbiegung erzwungen wird, kann sich bei der statischen Belastung der natürlich scharfe Riß unter den vorgegebenen Spannungsintensitäten $K_{I,stat}$ selbständig erweitern oder auch stillstehen. Von technischem Interesse sind dabei die Grenzwerte der ertragbaren Spannungskonzentrationen $K_{IO,stat}$, an und unterhalb denen vollständiger Rißstillstand herrscht und die somit unbegrenzt lange ertragen werden können.

Da die Versuchszeiten begrenzt werden müssen, wurde eine Belastungszeit von $t = 100$ h gewählt, die bei einem noch gut auflösbaren Rißfortschritt von $5 \mu\text{m}$ einer rechnerischen Rißgeschwindigkeit von $\dot{a} = 1,4 \cdot 10^{-11}$ m/sec entspricht. Einzelne Versuche mit einer verlängerten Belastungszeit von $t = 500$ h zeigten keine Änderung der Rißstabilität unter statischer Last, sodaß Rißstillstand und damit der $K_{IO,stat}$ -Wert bei den Spannungsintensitäten festgelegt wurde, bei denen innerhalb von 100 h keine Rißgeschwindigkeit von $\dot{a} \geq 10^{-11}$ m/sec auftraten. Insbesondere für die Si_3N_4 - und SiC -Materialien dürfte diese Festlegung ausreichend sein, da der Beginn des langsamen Rißwachstums bei diesen Materialien sich durch eine sprunghafte Verlängerung der Rißlänge an der Probenaußenseite von 2 bis $5 \mu\text{m}$ ankündigt. Bleiben diese Sprünge innerhalb von 100 h aus, so kann ein weiterer Rißstillstand auch für längere Belastungszeiten vorhergesagt werden.

Durch die Festlegung der unter statischer Last ertragbaren Spannungsintensitätsfaktoren $K_{IO,stat}$ kann noch keine nähere Aussage über das Rißverhalten unter schwingender Belastung getroffen werden. Da die technische Anwendung dieser Materialien im Motoren- und Turbinenbau angestrebt und versuchsweise auch schon durchgeführt wurde, sind Untersuchungen zur Schwingfestigkeit dieser Werkstoffe von großer Bedeutung. Um den schädigenden Einfluß einer schwingenden Belastungsart auf das Rißverhalten zu überprüfen, wurden Schwellbiegeversuche an vorgeschädigten Proben durchgeführt. Von besonderem

Interesse waren wiederum diejenigen Spannungsintensitätsfaktoren $K_{I0, schw}$, bei denen auch nach 10^6 bis 10^7 Lastwechsel keine Rißverlängerung über $5 \mu\text{m}$ auftrat. Die Versuche wurden mit schrittweiser Mittellast- und Amplitudenerhöhung bzw. Absenkung durchgeführt, um einsetzendes Rißwachstum feststellen zu können und danach durch Spannungsreduzierung zum Rißstillstand zu kommen. Das Spannungsverhältnis $\chi = \sigma_{\text{max}}/\sigma_{\text{min}}$ wurde bei allen Versuchen mit $\chi = 0,2$ konstant gehalten, nachdem Vorversuche im Bereich kleinerer Schwingungsamplituden von $0,2 < \chi < 0,8$ ebenfalls eine Reduzierung der ohne Rißfortschritt ertragbaren Spannungsintensitätswerte in einem etwas kleineren Ausmaß zeigten. Die Prüffrequenz wurde durch die Resonanzprüfmaschine von der Steifigkeit der Proben mitbestimmt und lag bei $f \approx 200$ Hz, da einige Vorversuche mit $f \approx 50, 120$ und 200 Hz keinen erkennbaren Frequenzeinfluß auf früher einsetzendes Rißwachstum in diesem Bereich erkennen ließen. Eine weitere Reduzierung der $K_{I0, schw}$ -Werte könnte durch eine Zug-Druck-Wechselbeanspruchung entstehen, die jedoch in üblichen Biegeauflagern nicht realisiert werden konnte.

6.2 Bruchmechanische Kenngrößen

Bei der langsamen, dynamischen Belastung von vorgeschädigten Biegeproben zeigte sich das von Gläsern und Al_2O_3 seit längerem bekannte langsame, "unterkritische" Rißwachstum auch bei den Si_3N_4 - und SiC -Materialien. Anstatt dem, bei einem bestimmten "kritischen" Wert schlagartigen Rißverlauf zeigte sich bei allen 4 untersuchten Materialien ein unterschiedlich langsames Rißöffnungsverhalten und daran anschließend langsames Rißwachstum. Damit versagten diese Materialien nicht erst bei einem kritischen Spannungsintensitätswert K_{IC} schlagartig, sondern wiesen schon teilweise weit unterhalb der K_{IC} -Werte langsames Rißwachstum auf. Bei solchen Rißverläufen mit unterschiedlichen Rißgeschwindigkeiten muß zur Festlegung des K_{IC} -Wertes eine kritische Rißgeschwindigkeit festgelegt werden, welche von Freiman et al. /71/ mit $\dot{a}_c = 10^{-1}$ m/sec vorgeschlagen wurde.

Auch die exakte Bestimmung der K_{IC} -Werte bei dieser hohen Rißgeschwindigkeit, welche mit erheblichen experimentellen Schwierigkeiten verbunden ist, führt zu einer allgemeinen Klassifizierung der Werkstoffe. Über das Rißverhalten unterhalb dieser K_{IC} -Werte und insbesondere über das langsame bis sehr langsame Rißwachstum können keine Aussagen getroffen werden.

Eine bessere Klassifizierung dieser spröden Werkstoffe sollte daher über den mittleren Rißwiderstand \bar{R} erfolgen, da er bei vorgegebenen, geringen Belastungsgeschwindigkeiten bestimmt wird und damit dem realen Rißverhalten wesentlich näher kommt als aufwendig bestimmte K_{IC} -Werte.

Eine weitere Information über das Rißverhalten bieten die Rißwiderstandsverläufe $R(a)$ mit wachsender Rißlänge. Bei allen 4 untersuchten Materialien konnte bei der Rißverlängerung von R_0 aus ein Ansteigen der R -Werte auf R_{max} beobachtet werden, wobei diese R -Wertsteigerung bei dem Material I und den Materialien II, III und IV auf unterschiedlichen Mechanismen basiert. Das Glaskeramikmaterial I mit seinen sehr ebenen, glatten Bruchflächen zeigte nach dem erfolgten Anriß schon während der Entlastung eine Rißschließung und nach längerer Lagerung starke Bindungskräfte zwischen den geschlossenen Rißufern, sodaß bei langsamer dynamischer Belastung erst bei hohen Kräften ein unkontrollierter Bruch einsetzte. Bei frisch erzeugten Anrissen waren diese Bindungskräfte zwischen den glatten, geschlossenen Anrißflächen noch nicht so stark ausgeprägt und konnten kontrolliert geöffnet werden, wobei deren Auftrennung eine beträchtliche Arbeit benötigte. Auch der weitere Rißfortschritt im vorgeschädigten Material wurde durch diese Adhäsionskräfte mit beeinflusst, bis bei genügend tiefen Rissen ($a_i > 3,5$ mm) die Rißufer soweit voneinander getrennt wurden, daß diese Adhäsionskräfte vernachlässigbar wurden.

Bei den nahezu vollständig kristallinen Materialien II, III und IV mit wesentlich größeren Körnern zeigte sich bei den

dynamischen Bruchversuchen ebenfalls eine Steigerung der R-Werte von R_0 auf R_{\max} nach einer unterschiedlichen Rißverlängerung Δa_i . Vor dem Einsetzen der Rißverlängerung erfolgte die Anrißauftrennung (mit Ausnahme des Materials IV) sehr langsam und zurückhaltend und die Spitze der zuvor eingebrachten Anrisse wurde erst bei hohen Spannungen geöffnet. Da bei den wesentlich rauheren Bruchflächen dieser Materialien Adhäsionskräfte nur eine unbedeutende Auswirkung haben können, wurde der Einfluß der unterschiedlich rauhen, vielfach umgelenkten bis nadelförmigen Bruchtopologien auf die Anrißauftrennung und das weitere Rißauftrennungsverhalten untersucht. Dabei zeigte sich, daß bei tiefen, makroskopischen Rissen in den Biegebalken und den damit verbundenen großen Probendurchbiegungen die Rißwiderstandswerte deutlich abnehmen und bei den Materialien II und IV diese R_{\min} -Werte die Ausgangswerte für eintretende Rißverlängerung R_0 noch unterschritten.

Ansteigende R-Werte mit wachsender Rißlänge werden häufig in Analogie der plastischen Zone vor der Rißspitze in Metallen durch eine Mikrorißzone oder Prozeßzone vor der Rißspitze in den keramischen Materialien erklärt /19,20/. Nach dem einmaligen Ausbilden einer solchen Prozeßzone nach einer gewissen Rißverlängerung darf nach dieser Theorie keine Reduzierung der R-Werte bei weiterer Rißverlängerung erfolgen.

Zur weiteren Untersuchung dieses Rißwiderstandsverhaltens wurden statische und schwingende Belastungsversuche durchgeführt. Die dynamisch bestimmten Rißwiderstandswerte lassen sich in die Spannungsintensitätswerte $K_{I0,dyn}$, $K_{I\max,dyn}$ und $K_{I\min,dyn}$ umrechnen und ergeben die Ausgangswerte für die statischen Belastungsuntersuchungen. Von hauptsächlichem Interesse waren diejenigen statischen Spannungsintensitätsfaktoren $K_{I0,stat}$, welche ohne Rißfortschritt ertragen werden konnten.

Bei dem Material I trat Rißstillstand erst bei $K_{I0,stat}(I) = K_{I\min,dyn}(I)$ ein, während bei den Materialien II und III

unter statischer Belastung kein Rißfortschritt über 100 h bis zu den maximalen, dynamischen Spannungskonzentrationen auftrat, $K_{I0,stat}(II,III) = K_{I,max,dyn}(II,III)$. Dies bedeutet, daß bei dem Material I die gesamte R-Wert-Steigerung aus den dynamischen Versuchen während der statischen Belastung nicht zum Tragen kam, während bei den Materialien II und III noch Rißstillstand unter statischer Last bei Spannungsintensitäten herrschte, bei denen unter dynamischer Belastung schon Rißverlängerung eingesetzt hatte.

Die R-Wert-Steigerung bei dem Glaskeramikmaterial I wurde auf den Einfluß von Adhäsionsbindungen zwischen den Rißufern zurückgeführt, welche zu überwinden bei erzwungener Anrißöffnung und Rißfortschritt eine erhebliche Mehrarbeit erforderte und somit zu den erhöhten R-Werten geführt hatte. Der bei tiefen Rissen ($a_i > 3,5$ mm) gemessene R_{min} -Wert und der daraus berechnete $K_{Imin,dyn}$ -Wert entsprachen nahezu exakt dem bei statischer Belastung erforderlichen $K_{I,stat}$ -Wert für einsetzendes Rißwachstum. Dieser minimale Rißwiderstand R_{min} dürfte somit dem eigentlichen Materialrißwiderstand entsprechen, während alle höheren R-Werte bei den nicht so tiefen Rissen durch Adhäsionskräfte beeinflusst wurden. Da bei der statischen Belastung diese Adhäsionsbindungen sehr langsam aufgetrennt werden können, vergleichbar mit dem Verschieben zweier durch einen Wassertropfen verbundener Glasplatten, führen diese Adhäsionskräfte nicht zum Rißstillstand sondern bewirken nur Totzeiten vor dem Einsetzen der Rißverlängerung.

Bei den Materialien II und III kann das langsame Anrißöffnungsverhalten und die R-Wert-Steigerung ebenfalls mit dem Einfluß der Rißufer erklärt werden, wobei in diesen Materialien die Kräfteübertragung zwischen den Rißufern anstatt durch Adhäsionskräfte durch Reibungskräfte aufgrund von Verhakungen und Verklammerungen der Rißufer stattfindet.

Mit Hilfe dieser Theorie von Steinbrech et al. /21/ läßt sich das langsame Auftrennverhalten der zuvor eingebrachten

Anrisse, Rißstillstand hinter der Rißspitze a_0 bei beachtlichen Spannungen und der Abfall der R-Kurven auf R_{\min} bei tiefen Rissen ($a_i > 3,5$ mm) erklären. Die unterschiedlich rauhen Bruchflächen benötigen zu ihrer vollständigen Trennung und zum Lösen der einzelnen Kraftschlüsse eine erhebliche Arbeit. Da diese, die Rißufer überspannenden Verbindungen nicht auf Adhäsionskräften sondern auf Reibungskräften beruhen, herrscht unter statischer Belastung Rißstillstand bis zu den dynamisch bestimmten, maximalen Rißwiderstandswerten. Diese R-Werte setzen sich damit aus dem eigentlichen Materialwiderstand und der zu überwindenden Rißuferreibung zusammen, wobei letztere unter statischer Belastung für den Rißstillstand oberhalb $R_{\min, \text{dyn}}$ verantwortlich sein dürfte.

Der bei tiefen Rissen und weit geöffneten Rißufern auch in den Materialien II und III festgestellte minimale Rißwiderstandswert R_{\min} dürfte somit dem materialinhärenten Rißwiderstand am nächsten kommen, und der Einfluß der dynamischen Belastungsart erscheint gegenüber den Rißuferreibungseffekten von untergeordneter Bedeutung. Bei dem isostatisch heißgepreßten SiC-Material IV mit wesentlich ebeneren Bruchflächen ist der Einfluß der Rißuferreibung deutlich geringer ausgeprägt, welches sich durch das leichtere Anrißöffnungsverhalten und in der Anfälligkeit zu langsamem Rißwachstum bei statischer Belastung unterhalb $K_{\max, \text{dyn}}$ zeigte. Da bei sehr geringen Spannungen die Risse auch nicht vollständig aufgetrennt wurden und langsames Rißwachstum erst nach langen Totzeiten einsetzte, hat auch bei diesem Material die Bruchflächentopologie einen Einfluß auf die Rißausbreitung. Durch die gleichmäßige Materialzusammensetzung und die nahezu äquiaxiale Kornform verliefen die Anrisse relativ eben mit geringen Rißumlenkungen an größeren, ungünstig gelegenen Kornagglomeraten, sodaß die Verklammerungen der Rißufer im Gegensatz zu den Materialien II und III nur geringe Abstände überbrückten. Diese in ihrer Anzahl viel geringeren Abstützungspunkte als bei den Materialien II und III brechen unter statischer Belastung sehr wahrscheinlich durch langsames

mikroskopisches Rißwachstum, sodaß nach dem Verlust dieser Kraftschlüsse makroskopisches Rißwachstum nach unterschiedlichen Totzeiten und z.T. sprunghaftem Verlauf auftreten konnte.

Auf den Bruchflächen dieses Materials zeichneten sich die Bereiche des langsamen Rißwachstums ($\dot{a} < \leq 10^{-6}$ m/sec) deutlich durch eine unterschiedliche Bruchform von der Anriß- und der Restbruchfläche ab. Bei hohen Rißgeschwindigkeiten ($\dot{a} > 10^{-3}$ m/sec) brachen die SiC-Körner hauptsächlich transgranular, während in den Bruchflächenbereichen des langsamen Rißwachstums eine überwiegend intergranulare Bruchform beobachtet werden konnte. Diese Änderung der Bruchform und die damit verbundene vielfache Rißumlenkung und Rißspitzenauffächerung kann im Bereich der Rißspitze als Mikroriß- oder Prozeßzone betrachtet werden, die jedoch in dem Material IV zu keiner wesentlichen Steigerung des Rißwiderstandes führte. Der Durchmesser dieser Rißspitzenauffächerung wird daher auf maximal 2 + 5 Korndurchmesser \bar{d}_m eingeschätzt und liegt damit erheblich unterhalb der von Buresch /19/ angegebenen Prozeßzonengröße von $\rho_C = 20+50 \bar{d}_m$.

Eine weitere Bestätigung des hauptsächlichsten Einflusses der Rißuferreibung gegenüber der Prozeßzonentheorie erbrachten die Rißuntersuchungen bei schwingender Belastung. Bei dem Material I mit seinen ebenen Bruchflächen setzte langsames Rißwachstum unter statischer sowie unter schwellender Belastung oberhalb derselben Spannungskonzentration K_{I0} ein, sodaß bei diesem Material keine Beeinflussung des Rißverhaltens durch die schwingende Belastungsform festgestellt werden konnte.

Bei den Materialien II, III und IV zeigte die schwellende Belastung eine deutliche Verringerung von bis zu 40 % der ohne Rißfortschritt ertragbaren Spannungskonzentrationen $K_{I0, schw}$ im Vergleich zu den statisch ertragbaren $K_{I0, stat}$ -Werten. Mit Hilfe der Prozeßzonentheorie läßt sich dieser Abfall der ertragbaren Spannungskonzentrationen nicht erklä-

ren, da eine schwingende Belastung die Ausbildung von Mikrorissen im Bereich der Rißspitze eher fördern müßte und damit eine Steigerung oder zumindest gleich hohe $K_{I0,stat}$ - und $K_{I0,schw}$ -Werte bewirken sollte. Die auch unter schwingender Belastung bei kleineren $K_{I,schw}$ -Werten nicht vollständig geöffneten Anrisse dieser Materialien, die zum Rißstart benötigte leichte Überhöhung der $K_{I,schw,1}$ -Werte in den Materialien II und III und die geringeren $K_{I0,schw}$ -Werte im Vergleich mit $K_{I0,stat}$ können durch den Einfluß der unterschiedlich rauhen Bruchflächen auf das Rißausbreitungsverhalten erklärt werden.

Unter schwingender Beanspruchung trennen sich die verklammerten Rißufer bei kleineren Spannungskonzentrationen durch das Abschleifen, Herauslösen von Einzelkörnern oder durch Mehrfachbruch größerer Kornagglomerate, die während der statischen Belastung bei höheren $K_{I0,stat}$ -Werten zu stabilem Rißstillstand geführt hatten. Nach dem "Glätten" der Rißufer und der damit verbundenen Abnahme der Kraftabstützungspunkte erfolgte oberhalb $K_{I0,schw}$ makroskopisches Rißwachstum. Bei dem Material II setzt dieses Rißwachstum sprunghaft mit hohen Anfangsgeschwindigkeiten ein und nach einmal erfolgtem Rißstart mit $K_{I,sch1}$ kann bei etwas kleineren $K_{I,schw2}$ -Werten langsames Rißwachstum beobachtet werden. Die notwendige $\Delta K_{I,schw}$ -Erhöhung von etwa $0,5 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ zur Einleitung der Rißverlängerung kann bei dem Material II mit dem hohen Anteil von größeren Si_3N_4 -Einzelkörnern bzw. gerichteter Kornverbände erklärt werden, welche erst getrennt oder abgeschliffen werden müssen. Diese Annahme wird durch die dunklere Färbung der langsamen Rißwachstumsbereiche auf den Bruchflächen und durch Replica-Aufnahmen mit fein abgestuften Kornzerstörungen vor größeren Rißumlenkungen bestätigt.

Bei dem Material III mit seinem ausgeprägten, nadelförmigen Gefüge bewirkte die schwingende Belastung die größte Reduzierung der ohne Rißfortschritt ertragbaren Spannungskonzentration von $K_{I0,stat}$ auf $K_{I0,schw}$ um etwa 40%. Dies kann mit dem leichteren Brechen und Abscheren der schlanken Si_3N_4 -

Körner unter schwingender Last gedeutet werden, welche unter statischer Belastung durch eine nadelartige Verklammerung zu den hohen $K_{I0,stat}$ -Werten geführt hatte.

Auch bei dem Material IV mit seinen wesentlich ebeneren Bruchflächen war die Reduzierung der $K_{I0,schw}$ -Werte mit etwa 30% beachtlich, obwohl bei diesem Material hohe Lastspielzahlen ($N > 19^6$) erforderlich waren, bevor langsames Rißwachstum einsetzen konnte. Die langen Totzeiten lassen sich durch das langsame, gegenseitige Abschleifen der härteren SiC-Körner erklären, welche auch bei den relativ ebenen Bruchflächen zu einzelnen, kleineren Verhakungen geführt hatte, die vor der makroskopischen Rißerweiterung noch getrennt werden müssen.

6.3 Modellvorstellung der Rißentstehung, Rißöffnung und der Rißverlängerung in polykristallinen keramischen Materialien

Bei den harten und spröden keramischen Materialien mit ihren hohen E-Modulwerten führen schon sehr geringe Dehnungen von $0,1 + 0,2$ % zu hohen Spannungen. Diese Zugspannungen bewirken an Rißkeimen wie Poren, Einschlüssen und besonders an Schleifriefen durch Spannungskonzentrationen die Entstehung oder Erweiterung von Rissen in der Größenordnung von $20 + 50$, max. $100 \mu\text{m}$. Die insgesamt geringe elastische Dehnung der Probe bzw. des Bauteils führt zu einer sehr geringen Anrißöffnung. Dieser Riß verläuft jedoch nicht vollständig senkrecht zur angelegten Spannung in einer ebenen Fläche, sondern folgt durch den Bruch der schwächsten Stellen den günstigsten Spaltbruchebenen der Einzelkörner, teilweise der Korngrenzenphasen oder auch mikroskopischen Inhomogenitätsbereichen und erzeugt damit eine materialtypische Bruchtopologie, die zusätzlich von der Rißgeschwindigkeit beeinflusst wird. Bei der Entlastung kommt es zu einer vollständigen oder zumindest nahezu vollständigen Schließung dieses Risses, da allein durch das Aufbrechen des Rißpfades und durch

die sehr geringe Trennung der Rißufer einzelne, eventuell mehrfach gebrochene Körner keinen ausreichenden Platz zur Verfügung hatten, sich umzulagern (s. Abb. 57).

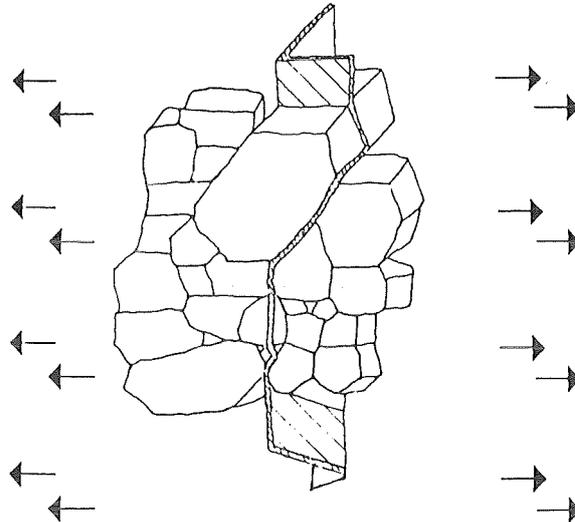


Abb. 57: Schematische Rißauftrennung trans- und interkristallin gebrochener Körner

Zur Rißerweiterung muß an den Rißspitzen die zum Spaltbruch der einzelnen Körner bzw. zum Trennen der Korngrenzenphase benötigte Energie aufgebracht werden. Bei einer dreidimensionalen, vielfach gezackt verlaufenden Bruchtopologie sind Verklammerungen und Überschneidungen unvermeidlich. Zur Einleitung der zum Rißfortschritt notwendigen Spannungskonzentration an der Rißspitze müssen diese Verklammerungen zuerst getrennt werden und ein insgesamt höherer Energiebetrag in das Rißsystem eingebracht werden, als allein zur Rißerweiterung an der Rißspitze benötigt wird.

Bei der Betrachtung der Bruchflächen der Materialien II, III und IV und der Vorstellung deren exakter Gegenstücke wird deutlich, daß die notwendige Dehnung zum Aufbrechen des Rißpfades wesentlich geringer sein wird als die benötigte Dehnung zur vollständigen Trennung der verhakten Rißufer (s. Abb. 58).

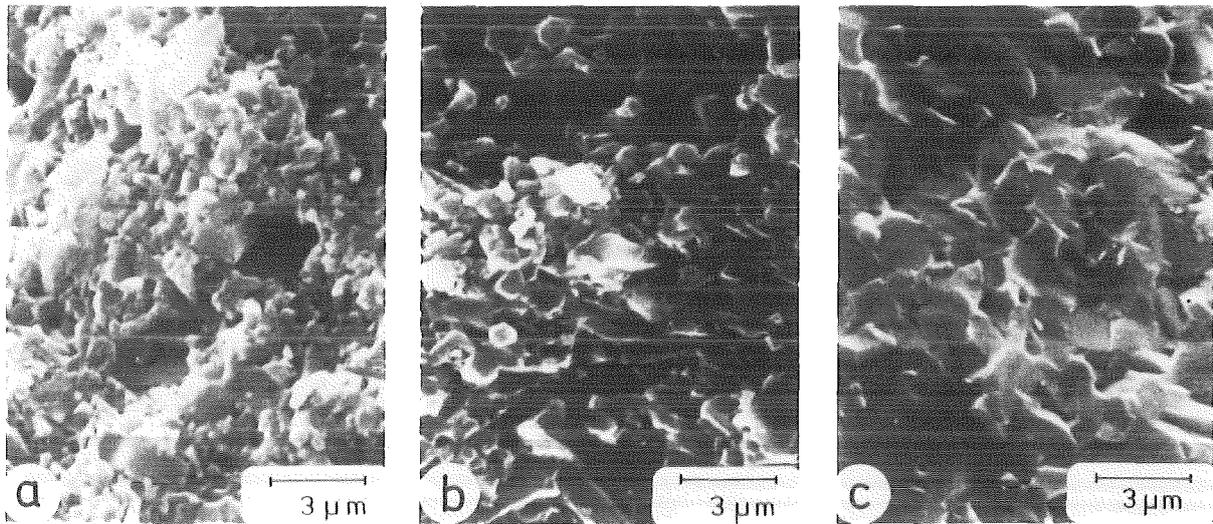


Abb. 58: Bruchflächen der Materialien a) II, b) III und c) IV

Der Rißfortschritt wird daher bei kleineren Rißlängen wesentlich durch die Rißuferreibung beeinflusst und erst bei sehr langen Rissen ($a_i > 3,5$ mm) und der damit verbundenen großen Probendurchbiegung und Rißaufweitung verringert sich ihr Einfluß.

Als rißwiderstandssteigernder Mechanismus wird daher zusätzlich zur Materialoptimierung eine Verstärkung der Bruchflächenrauigkeit vorgeschlagen, deren Wirkung auch unter schwingender Belastung möglichst lange erhalten bleiben sollte.

6.4 Vergleich der untersuchten Materialien

Die Einbeziehung der Rißuferreibung auf die Rißstabilität führt allerdings zu geometrieabhängigen Materialkenngrößen $K_{I0,stat}$ und $K_{I0,schw}$, sodaß eine einfache Übertragung der ermittelten Kennwerte auf andere Proben- bzw. Rißgeometrien, insbesondere auf die natürlichen Rißgrößen nicht uneingeschränkt möglich sein dürfte. Die in dieser Arbeit vorgenommenen Untersuchungen zum Rißverhalten dienten daher in er-

ster Linie zum erweiterten Verständnis der Bruchvorgänge, die von den kleinen, natürlichen Rissen ausgehend nach den identischen Mechanismen bei wahrscheinlich etwas geringeren Spannungsintensitätsfaktoren ablaufen. Die Bestimmung und Festlegung dieser Kennwerte $K_{I0,stat}^{real}$ und $K_{I0,schw}^{real}$ kann allerdings nur durch statistische Nachuntersuchungen von größeren Probenchargen erfolgen, als im Rahmen dieser Arbeit zur Verfügung standen.

Zur Bewertung und zum Vergleich der einzelnen Materialien waren die, an makroskopischen Rissen bestimmten, bruchmechanischen Kennwerte bei gleichen Proben- und Rißgeometrien vollkommen ausreichend und sehr gut geeignet. Das Glaskeramikmaterial I kann aufgrund seines hohen kristallinen Anteils von etwa 80 % zu den keramischen Werkstoffen gezählt werden, obwohl seine mechanischen Eigenschaften hauptsächlich durch den Glasphasenanteil bestimmt werden. Der Vorteil dieses Materials lag in seiner guten Transparenz und damit in der Möglichkeit, an den Biegeproben gleicher Abmessungen die Rißöffnung und die Rißfortschritte optisch vermessen zu können und somit Eichkurven für die Potentialspannungsmethode aufzunehmen. Bei den bruchmechanischen Untersuchungen des Materials I zeigte sich, daß die kristallinen Phasen aufgrund ihrer sehr geringen Korngrößen von $\bar{d} = 50 \text{ nm}$ zu keiner Steigerung des Rißwiderstandes führten, sondern daß der Rißverlauf vollständig durch die amorphe Glasphase bestimmt wurde und somit vergleichbare Ergebnisse mit den Natron-Kalk-Gläsern erzielt wurden.

Von den 4 untersuchten Materialien hatte das Glaskeramikmaterial den geringsten, gemessenen Rißwiderstand von $R_{min} = 1,3 \text{ J/m}^2$, die größte Anfälligkeit zu langsamem Rißwachstum an Luft ab $K_{I0,stat} = 0,4 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ und die größte Reduzierung der ohne Rißfortschritt ertragbaren Spannungsintensität unter flüssigem H_2O auf $K_{I0,stat}^{\text{H}_2\text{O}} \approx 0,2 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$.

Ein negativer Einfluß der schwingenden Belastungsform auf früher einsetzendes Rißwachstum konnte bei der Glaskeramik

nicht festgestellt werden. Dieser Befund deckt sich zum einen mit den Untersuchungen von Evans et al. /23/ an Natron-Kalk-Glas und unterstreicht zweitens die Bedeutung der Reißuferreibung bei den anderen keramischen Materialien, da Material I äußerst ebene Bruchflächen aufwies, von denen keine Reibungseffekte ausgehen konnten.

Infolge der geringen Reißzähigkeit entstanden in der Glaskeramik bei Sägen und Schleifen ausgeprägte Kantenrisse, welche unter Belastung und polarisiertem Licht deutlich zu erkennen waren und Längen bis zu 0,2 mm erreichten. Somit erscheint das Material I als Konstruktionswerkstoff wenig geeignet, da selbst bei vorsichtiger Herstellung und Handhabung die zulässigen Spannungen in Bauteilen aus diesem Material sich auf einem sehr geringen Niveau befinden.

Die beiden heißgepreßten Si_3N_4 -Materialien II und III unterschieden sich durch die Auswahl der Sinterhilfsmittel MgO bzw. Y_2O_3 und durch die Kornform und Korngröße der Si_3N_4 -Ausgangspulver. Das sowohl makroskopisch als auch mikroskopisch gleichmäßigere MgO-haltige Material II zeigte nach der Ätzung der Glasphase ein Si_3N_4 -Korngefüge mit einer mittleren Korngröße von $\bar{d} = 2 \mu\text{m}$ und einem Streckungsgrad von $s_g \approx 2 + 4$. Das makroskopisch inhomogene, yttriumhaltige Material III wies Bereiche unterschiedlicher Y_2O_3 -Konzentration in mm-Abmessungen auf, sein Korngefüge war ausgeprägt nadelförmig mit einer mittleren Korngröße von $\bar{d} = 1,3 \mu\text{m}$ und einem Streckungsgrad bis zu $s_g = 20$.

Die mittleren Reißwiderstandswerte \bar{R} bei den langsamen, dynamischen Bruchversuchen unterschieden sich bei diesen beiden Materialien beachtlich; das Material II erreichte mit $\bar{R}(\text{II}) = 57 \text{ J/m}^2$ die obere Grenze des von Rice et al. /66/ im DT-Verfahren ermittelten Bereiches von $R = 40+60 \text{ J/m}^2$ für vergleichbares, MgO-haltiges Material. Der nahezu 4-fache Wert von $\bar{R}(\text{III}) = 214 \text{ J/m}^2$ wurde in dem Material III festgestellt, welcher allein mit der höheren Festigkeit der Yttriumhaltigen Glasphase und des feinen, nadelförmigen Gefü-

ges nicht erklärt werden konnte. Als zusätzliche Rißwiderstandssteigerung wurden in dem Material III, durch Inhomogenitätsbereiche bedingte, mehrfache Rißumlenkungen und Rißverzweigungen nachgewiesen.

Unter statischer Belastung wurde langsames Rißwachstum bei beiden HPSN-Materialien nach einer schrittweisen Rißöffnung erst ab der maximalen Spannungsintensität von $K_{I\max}(\text{II}) = 5,3 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ bzw. $K_{I\max}(\text{III}) = 8,2 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ langsames Rißwachstum beobachtet, welches bei geringer ΔK -Erhöhung von $0,5$ bis $0,7 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ in schnelles Rißwachstum ($a' > 10^{-3} \text{ m/sec}$) überging. Die bei kleinen Spannungen nur schrittweise verlaufende Anrißöffnung und das erst bei $K_{I\max}$ einsetzende, langsame Rißwachstum, welches nach kurzer Rißerweiterung zu schnellem Rißfortschritt führte, wurde mit dem Einfluß der rauhen Rißufer erklärt, welche durch Verzahnungen und Verhakungen Kräfte durch Rißuferreibung übertragen. Erst bei Erreichen der vollständigen Anrißöffnung und dem Aufbrechen der meisten Kraftschlußpunkte bei $K_{I\max}$ setzte an der Rißspitze langsamer Rißfortschritt ein, welcher nach dem Aufbrechen und Abscheren der letzten Verhakungen zu dem berechneten K-Wert und damit zu schnellem Rißwachstum führten.

Für das stabile Rißverhalten in diesen keramischen Materialien sind somit die rauhen Rißufer von wesentlicher Bedeutung, welche allerdings mehrmalige Be- und Entlastungen nicht unbeschädigt ertragen. Die Untersuchungen unter schwellender Belastung führten daher bei beiden Materialien zu einer deutlichen Reduzierung der ohne Rißfortschritt ertragbaren Spannungsintensitätsfaktoren auf $K_{I0, \text{schw}}(\text{II}) \leq 3,5 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ für das MgO-haltige Material II und auf $K_{I0, \text{schw}}(\text{III}) \leq 4,5 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ für das Y_2O_3 -haltige Material III. Diese etwa 40 %-ige Reduzierung der ertragbaren Spannungskonzentrationswerte unter sinusförmiger schwingender Belastung erfordern für den weiteren Einsatz dieser Si_3N_4 -Materialien weitere Verbesserungen in Hinsicht auf höhere Rißwiderstandswerte sowohl unter statischer wie auch schwingender Belastung. Daher sollte aus bruchmechanischer Sicht

folgende Optimierung der Si_3N_4 -Werkstoffe vorgenommen werden:

- a) Als Sinterhilfsmittel Y_2O_3 mit 8 bis 10 % beibehalten;
- b) Gezielte Inhomogenitätsbereiche zur Rißumlenkung schaffen (ev. durch Granulation der Ausgangspulver);
- c) Im Si_3N_4 -Grundmaterial einen höheren Anteil von etwa 10 % Grobkorn ($\bar{d} > 20 \mu\text{m}$) einstellen;
- d) Im Feinkornanteil eine zusätzliche Verstärkung durch SiC-Fasern bzw. SiC-Whisker herbeiführen.

Da jede dieser Maßnahmen das Hochtemperaturverhalten der Werkstoffe negativ beeinflussen kann, müssen durch bruchmechanische Untersuchungen, verbunden mit Hochtemperatureigenenschaftsbestimmungen die optimalen Zusammensetzungen ermittelt werden.

Aus der Gruppe der SiC-Materialien wurde das Material IV untersucht, welches durch heißisostatisches Pressen aus hochreinem, sehr feinem SiC-Ausgangspulver ohne ausgeprägten Sinterhilfsmittelzusatz hergestellt wurde. Dies führte zu einem nahezu hochspröden Material, welches zudem zu langsamem Rißwachstum unter statischer Last nach längeren Totzeiten neigte, sodaß der ohne Rißfortschritt ertragbare Spannungsintensitätsfaktor mit $K_{\text{I}0, \text{stat}} = 1,5 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$ sehr gering ausfiel. Unter schwingender Last reduzierte sich der $K_{\text{I}0}$ -Wert nach allerdings hohen Lastspielzahlen ($N > 10^6$) auf $K_{\text{I}0, \text{schw}} = 1,0 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ und führt damit zu sehr geringen ertragbaren Spannungen.

Die höhere Sprödigkeit der SiC-Körner im Vergleich zu den Si_3N_4 -Körnern /66/, die nahezu äquiaxiale Kornform und das Fehlen einer Bruchenergie verzehrenden Korngrenzenphase bewirken zusammen diese geringen $K_{\text{I}0}$ -Werte. Inwieweit durch eine Variation der Ausgangspulvergrößen, der Dotierung oder durch SiC-Whiskerzugabe die $K_{\text{I}0}$ -Werte angehoben werden können, ohne die guten Hochtemperatureigenschaften wie Kriechfestigkeit und Oxidationsbeständigkeit negativ zu beeinflussen, muß durch weitere, gezielte Untersuchungen geklärt werden.

Anrissen wurde unter langsamer Belastung ein ansteigender RiBwiderstand mit wachsender RiBlänge festgestellt, der jedoch bei tiefen Rissen auf einen Minimalwert R_{\min} absank. Bei statischen Belastungsuntersuchungen wurde RiBstillstand nur unterhalb dem R_{\min} entsprechenden $K_{I0,stat}$ -Wert beobachtet, sodaB die gesamten RiBwiderstandssteigerungen auf Adhäsionseffekte der RiBufer hinter der RiBspitze zurückgeföhrt werden. Die sinusförmig schwingende Belastung föhrte zu keiner weiteren Reduzierung der ohne RiBfortschritt ertragbaren Spannungintensität von $K_{I0,stat}$ auf $K_{I0,chw}$, sodaB für statische und schwingende Belastung allein der Wert des Spannungintensitätsfaktors von $K_{I0} \leq 0,4 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ für den RiBstillstand ausschlaggebend war.

Bei den heißgepreBten Siliziumnitridmaterialien II und III öffneten sich die Anrisse ebenfalls zögernd und lagen erst bei hohen Spannungen bis zur RiBspitze aufgetrennt vor. Unter dynamischer Belastung stieg der RiBwiderstand nach einer geringen RiBverlängerung auf Maximalwerte von $R_{\max}(\text{II}) = 78 \text{ J/m}^2$ und $R_{\max}(\text{III}) = 292 \text{ J/m}^2$ an, um danach bei weiterem RiBfortschritt und tiefen Rissen auf Minimalwerte von $R_{\min}(\text{II}) = 34 \text{ J/m}^2$ und $R_{\min}(\text{III}) = 175 \text{ J/m}^2$ abzusinken. Unter statischer Belastung setzte langsames RiBwachstum erst oberhalb von $K_{I0,stat}(\text{II}) = 4,5 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ und $K_{I0,stat}(\text{III}) = 7,5 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ ein und entsprach den maximalen RiBwiderstandswerten. Unter schwingender Belastung reduzierten sich die ertragbaren K_{I0} -Werte deutlich auf $K_{I0,chw}(\text{II}) \leq 3,5 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ bzw. $K_{I0,chw}(\text{III}) \leq 4,5 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$. Das langsame AnriBöffnungsverhalten, der stabile RiBstillstand bei hohen $K_{I0,stat}$ -Werten und ihre Reduzierung durch die schwingende Belastungsform wurde mit dem EinfluB der unterschiedlich rauhen RiBufer erklärt, welche durch vielfache Verhakungen und Verzahnungen Kräfte zwischen den RiBflanken übertragen können. Bei schwingender Belastung werden durch Reibung, mehrfachen Kornbruch oder durch ein Herausziehen ungünstig gelagerter Einzelkörner die RiBflanken geglättet und langsames RiBwachstum kann bei kleineren Spannungskonzentrationen einsetzen.

7. Zusammenfassung

Das Rißverhalten von vier unterschiedlichen keramischen Materialien wurde unter statischer, langsam ansteigenden und schwingender Belastung bei Raumtemperatur untersucht. Die Versuche wurden an einfachen kleinen Biegeproben mit makroskopischen Anrissen durchgeführt, wobei die eingebrachten Risse im Gegensatz zu den vielfach verwendeten Sägeschnitten natürlich scharfe Anrisse darstellten. Diese Anrisse wurden mit Hilfe einer symmetrischen Druckbelastung in die Biegeproben eingebracht (Brückenmethode) und konnten durch Variation der Brückengeometrien in beliebiger Länge erzeugt werden. Die Rißlängen wurden durch eine weiterentwickelte Potentialmethode mit einer Genauigkeit von kleiner $5 \mu\text{m}$ bestimmt, wobei zusätzlich das nicht zu vernachlässigende Anrißöffnungsverhalten und der Beginn des langsamen Rißwachstums genau festgestellt werden konnte.

Das Hauptinteresse der Untersuchungen galt den Spannungsfaktoren K_{I0} an den Rißspitzen, welche noch ohne Rißverlängerung über lange Zeiten ertragen werden konnten und den dafür zugrunde liegenden mikrostrukturellen Rißausbreitungsmechanismen unter Berücksichtigung der Rißufer. Insbesondere der Einfluß einer schwingenden Belastungsart auf das Rißverhalten wurde untersucht. Durch die Einbeziehung eines Glaskeramikmaterials in die Gruppe der nahezu vollständig kristallinen, grobkörnigeren Ingenieurkeramiken konnten wertvolle Hinweise auf unterschiedliche Bruchmechanismen gewonnen werden.

Die ersten Anzeichen für den Einfluß der Rißufer auf das Rißausbreitungsverhalten ergaben sich aus dem unterschiedlichen Anrißöffnungsverhalten der zuvor eingebrachten makroskopischen Risse. Bei dem Glaskeramikmaterial I mit seinen sehr ebenen Bruchflächen kam es zu einer vollständigen Rißschließung und nach längerer Lagerung auch zu Rißausheilungen infolge von Adhäsionskräften und dem langsamen Entstehen neuer Bindungen zwischen den Rißufern. Bei frisch erzeugten

Bei dem heißisostatisch gepreßten Siliziumkarbidmaterial IV mit seinen wesentlich ebeneren Bruchflächen konnte daher eine leichtere Anrißöffnung, eine größere Anfälligkeit zu langsamem Rißwachstum unter statischer Last oberhalb $K_{I0,stat} \leq 1,5 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ beobachtet werden, da in diesem Material die Abstützung zwischen den Rißflanken auf deutlich weniger Kornvorsprüngen und Rißumlenkungen beruht. Die kleineren Abstützungseffekte wurden unter schwingender Belastung noch weiter auf $K_{I0,schw} = 1,0 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ reduziert, aufgrund der hohen Härte und der größeren Einzelkörner jedoch erst nach hohen Lastspielzahlen ($N > 10^6$).

Die in dieser Arbeit vorgestellten Ergebnisse zeigen die Notwendigkeit von weiteren bruchmechanischen Untersuchungen an den spröden, keramischen Materialien zur Beurteilung der bisherigen Werkstoffe und zu deren gezielter Weiterentwicklung zu höheren Bruchzähigkeiten, wobei durch die aufgezeigte Untersuchungsmethode deren Bestimmung vereinfacht werden konnte.

8. Literaturverzeichnis

- /1/ A.A. Griffith, "The phenomena of rupture and flow in solids",
Phil. Trans. Roy. Soc. Lond. A221, (1920), S. 163
- /2/ J. Eftis, H. Liebowitz, "On surface energy and the continuum thermodynamics of brittle fracture",
Eng. Fract. Mech. 8 (1976), S. 459
- /3/ B.R. Lawn, T.R. Wilshaw, "Fracture of brittle solids",
Cambridge Univ. Press (1975), S. 176
- /4/ T. Fett, "Lebensdauervorhersage an keramischen Werkstoffen mit den Methoden der Bruchmechanik bei elastischem und viskoelastischem Materialverhalten",
Diss. Universität Karlsruhe 1983
- /5/ D.M. Marsh, "Plastic flow in glass",
Proc. Roy. Soc., 279A (1964), S. 420
- /6/ G.W. Weidman, D.G. Holloway, "Plastic flow - slow crack propagation and static fatigue in glass",
Phys. Chem. Glas. 15 (1974), S. 68
- /7/ J.G. Williams, G.P. Marshall, "Environmental crack and craze growth phenomena in polymers",
Proc. Roy. Soc. Lond. 342A (1975), S. 55
- /8/ R.J. Charles, "Static fatigue of glass. II",
J. Appl. Phys. 29 (1958), S. 1554
- /9/ R.J. Charles, W.B. Hillig, "High strength materials",
Ed. V.F Zackay, Willey a. Sons, New York (1965), S. 682
- /10/ S.M. Wiederhorn, "Influence of water vapor on crack propagation in soda-lime glass",
J. Am. Ceram. Soc. 50 (1967), S. 407
- /11/ A.G. Evans, "A simple methode for evaluating slow crack growth in brittle materials",
Int. J. Fract. 9 (1973), S. 267
- /12/ A.S. Krausz, "The deformation and fracture kinetics of stress corrosion cracking",
Int. J. Fract. 14 (1978), S. 5
- /13/ S.D. Brown, "Multibarrier kinetics of brittle fracture: I",
J. Am. Ceram. Soc. 62 (1979), S. 515
- /14/ A.S. Krausz, "The theory of thermally activated processes in brittle stress corrosion cracking",
Eng. Fract. Mechn. 11 (1979), S. 33

- /15/ K. Kriz, F.W. Kleinlein, "Einfluß der Prüfgeschwindigkeit auf die langsame Rißausbreitung in Al_2O_3 unterschiedlicher Korngröße",
Ber. Dt. Keram. Ges. 57 (1980), S. 22
- /16/ K.B. Broberg "On the speed of a brittle crack"
J. Appl. Mech. 31 (1964), S. 546
- /17/ F.W. Kleinlein, "Langsame Rißausbreitung in spröden Werkstoffen im Biegeversuch",
Dissertation Univ. Erlangen-Nürnberg (1980)
- /18/ R.F. Pabst, "Beiträge zum Festigkeitsseminar 1983",
Max-Planck-Institut für Metallforschung, Institut für Werkstoffwissenschaften, Stuttgart (1984)
- /19/ F.E. Buresch, "Fracture Mechanics of Ceramics", Vol. 4,
eds. R.C. Bradt, D.P.H. Hasselman, F.F. Lange; Plenum Press,
New York (1978), S. 835
- /20/ R.G. Hoagland, "On the density of microcracks formed during the fracture of ceramics",
Scripta Met. 9 (1975), S. 907
- /21/ R. Steinbrech, R. Knehans, W. Schaarwächter, "Increase of crack resistance during slow crack growth in Al_2O_3 bend specimens",
J. Mat. Sci. 18 (1983), S. 265
- /22/ A.G. Evans, E.R. Fuller, "Crack propagation in ceramic materials under cyclic loading conditions",
Metall. Trans. 5 (1974), S. 27
- /23/ A.G. Evans, M. Linzer, "High frequency cyclic crack propagation in ceramic materials",
Int. J. Fract. 12 (1976), S. 217
- /24/ D.A. Krohn, D.P.H. Hasselmann "Static and cyclic fatigue behaviour of a polycrystalline alumina",
J. Am. Ceram. Soc. 55 (1972), S. 208
- /25/ H. Heigl, "Bruchverhalten von reaktionsgesintertem Siliziumnitrid unter statischer, schwingender und thermischer Belastung",
Dissertation Univ. München (1981)
- /26/ Y. Matsuo, Y. Hattori, Y. Katayama, I. Fukuura, "Cyclic fatigue behavior of ceramics",
Progress in Nitrogen Ceramics, ed. F.L. Riley
NATO ASI series, Series E: Applied science; No. 65
- /27/ A. Bornhauser, W. Tradinik, R.F. Pabst, "Zyklodynamische Messungen an Keramiken als neue, effektivere Methoden zur Messung von Frequenz- und Amplitudeneinflüssen bei zyklischer Belastung",
DVM-Verlag, Vorträge der 13. Sitzung des Arbeitskreises Bruchvorgänge, MPI-Stuttgart (1981)

- /28/ A.V. Virkar, R.S. Gordon, "Application of load-relaxation techniques to study subcritical crack growth in brittle materials",
J. Am. Ceram. Soc. 59 (1976), S. 68
- /29/ G.R. Irwin, "Hdb. der Physik 6", Ed. S. Flügge,
Springer Verlag Berlin (1958), S. 551
- /30/ W.F. Brown, J.E. Srawley, "Plane strain crack toughness testing of high strength metallic materials",
ASTM STP 410, Philadelphia (1966)
- /31/ W.K. Wilson, "Stress intensity factors for deep cracks in bending and compact tension specimens",
Eng. Fract. Mech. 2 (1970), S. 168
- /32/ H. Hübner, H. Schuhbauer, "Experimental determination of fracture mechanics stress intensity calibration in four-point-bending",
Eng. Fract. Mech. 9 (1977), 403
- /33/ R.F. Pabst, "Fracture mechanics of ceramics", Vol 2,
Eds. R.C. Bradt, D.P.H. Hasselman, F.F. Lange;
Plenum Press, New York (1974), S. 555
- /34/ H Hübner, W. Strobel, "Anwendbarkeit bruchmechanischer Verfahren auf keramische Werkstoffe",
Ber. Dt. Keram. Ges 54 (1977), S. 401
- /35/ U. Krohn, "Untersuchungen zum Bruchverhalten von reiner Aluminiumoxidkeramik und deren Schichtverbindung mit Niob",
Dissertation Univ. Stuttgart (1979)
- /36/ L.M. Barker, "A simplified method for measuring plane strain fracture toughness",
Eng. Fract. Mech. 9 (1977), S. 361
- /37/ D. Munz, R.T. Bubsey, J.L. Shanon, "Fracture toughness calculation from maximum load in four point bend tests of chevron notch specimens",
Int. J. Fract. 16 (1980), S. R 137
- /38/ P.W. Bridgman, I. Simon, "Effects of very high pressures on glass",
J. Appl. Phys. 24 (1953), S. 405
- /39/ J.D. Mackenzie, R.P. la Force, "High-pressure densification of glass and the effects of shear",
Nature 197 (1963), S. 480
- /40/ W.B. Hillig, R.J. Charles, "High strength materials",
Ed. V.F. Zackay, Wiley a. Sons, New York (1965), S. 682
- /41/ B.R. Lawn, T.P. Dabbs, C.J. Fairbanks, "Kinetics of shear activated indentation crack initiation in soda-lime glass",
J. Mat. Sci. 18 (1983), S. 2785

- /42/ T. Fett, "Fracture of ceramics with surface flaws, introduced by Knoop-indentations",
J. Mat. Sci. 19 (1984), S. 672
- /43/ B.R. Lawn, A.G. Evans, D.B. Marshall, "Elastic/plastic indentation damage in ceramics: The median/medial crack system",
J. Am. Ceram. Soc. 63 (1980), S. 574
- /44/ D.B. Marshall, "Mechanisms of failure from surface flaws in mixed-mode loading",
J. Am. Ceram. Soc. 67 (1984), S. 110
- /45/ A.V. Virkar, R.S. Gordon, "Application of load-relaxation techniques to study subcritical crack-growth in brittle materials",
J. Am. Ceram. Soc. 59 (1976), S. 68
- /46/ K. Wright, B. Karlsson, "Topographic quantification of non-planar localized surfaces",
J. Microscopy 130 (1983), S. 37
- /47/ H. Hübner, W. Jillek, "Sub-critical crack extension and crack resistance in polycrystalline alumina",
J. Mat. Sci. 12 (1977), S. 117
- /48/ R. Pabst, "Bestimmung kritischer Spannungsintensitätsfaktoren keramischer Stoffe mit dem Biegeversuch",
Dissertation Universität Stuttgart (1972)
- /49/ D. Munz, R.T. Bubsey, J.L. Shannon jr., "Fracture toughness determination of Al_2O_3 using four-point bend specimens with straight-through and chevron notches",
J. Am. Ceram. Soc. Vol. 63 (1980), S. 300
- /50/ E.A. Almond, B. Roebuck, "Precracking of fracture toughness specimens by wedge indentation", eds. S.W. Freiman, E.R. Fuller jr.; ASTM STP 745 (1981), S. 85
- /51/ T. Sadahiro, S. Takatsu, "A new precracking method for fracture toughness testing of cemented carbides",
Modern developments in powder metallurgy, eds: H.H. Hausner, H.W. Antes, G.D. Smith, Vol. 14 (1981), S. 561, Plenum Press, New York
- /52/ R. Warren, B. Johannesson, "Creation of stable cracks in hardmetals using 'bridge' indentation",
Pow. Metall. 27 (1984), S. 25
- /53/ B. Schaude, "Optimale Wälzkörperprofilierungen von Zylinderrollenlagern", Dissertation Universität Karlsruhe (1978)
- /54/ I. Szabo, "Höhere technische Mechanik", Springer Verlag Berlin (1977), S. 24
- /55/ A.V. Virkar, "Electrical-mechanical analog applied to crack growth in glass-glass-ceramic composites",
J. Am. Ceram. Soc. 63 (1980), S. 219

- /56/ H.H. Johnson, "Calibrating the electric potential method for studying slow crack growth", Mater. Res. Stand. 5 (1965), S. 442
- /57/ C.Y. Li, R.P. Wei, "Calibrating the electrical potential method for studying slow crack growth", Mat. Res. Stand. 6 (1966), S. 392
- /58/ R. Becker, "Der Einfluß von Verfahrensparametern und Sinterhilfsmitteln auf die Verdichtbarkeit, das Kriechverhalten und die Festigkeit von heißgepreßtem Siliziumnitrid", Dissertation Universität Karlsruhe (1979)
- /59/ F. Thümmler R. Becker, "Hot pressed silicon nitride with very low amounts of additives", Proc. of the Cimatec Conference, May 1979, St. Vincent, Italy
- /60/ D.R. Clarke, G. Thomas, "Grain-boundary phases in a hot-pressed MgO fluxed silicon nitride", J. Am. Ceram. Soc. 60 (1977), S. 491
- /61/ D.R. Clarke, G. Thomas, "Microstructure of Y_2O_3 fluxed hot pressed silicon nitride", J. Am. Ceram. Soc. 61 (1978), S. 114
- /62/ R. Hamminger, "Gefüge, Korngrenzen und Eigenschaften gesinterter und isostatisch heißgepreßter SiC-Werkstoffe", Dissertation Universität Karlsruhe (1986)
- /63/ R. Hamminger, G. Grothwohl, F. Thümmler, "Microanalytical investigation of sintered SiC, Part 2: Study of the grain boundaries of sintered SiC by high resolution anger electron spectroscopy", J. Mat. Sci. 18 (1983), S. 3154
- /64/ R. Hamminger, G. Grothwohl, F. Thümmler, "Microstructural analysis of (Al,C)- and (B,C)-doped sintered silicon carbide", Science of Ceramics 12 (1984), S. 299
- /65/ F. Kohlrausch, "Praktische Physik", 3. Aufl., Teubner Verl. Stuttgart (1968), S. 44
- /66/ F. Förster, "Ein neues Meßverfahren zur Bestimmung des Elastizitätsmoduls und der Dämpfung", Z. Metallkde. 29 (1937), S. 109
- /67/ C.A. Johnson, S. Prochazka, "Microstructures of sintered SiC", Ceramic Microstructures '76:, ed. R.M. Fulrath, J.A. Pask, Westview Press Boulder, Colorado 1977, S. 366
- /68/ R. Prümmer, H.W. Pfeiffer-Vollmar, "Determination of surface stresses of high temperature ceramic materials", Brit. Ceram. Proceed. 34 (1984), S. 89

- /69/ R.W. Rice, K.R. McKinney, C.Ch. Wu, S.W. Freiman, W.J.M. Donough, "Fracture Energy of Si_3N_4 ", J. Mat. Sci. 20 (1985), S. 1392
- /70/ K. Kriz, "Einfluß der Mikrostruktur auf die langsame Rißausbreitung von heißgepreßtem Siliziumnitrid zwischen Raumtemperatur und 1500°C ", Dissertation Universität Erlangen (1983)
- /71/ H.E. Gulden, A.G. Metcalfe, "Stress corrosion of silicon nitride", J. Am. Ceram. Soc. 59 (1976), S. 391
- /72/ E. Macherauch, "Praktikum in Werkstoffkunde", Vieweg Verlag Braunschweig (1981), S. 278
- /73/ S.W. Freiman, J.J. Mecholsky, R.W. Rice, J.C. Wurst, "Influence of microstructure on crack propagation in ZnSe", J. Am. Ceram. Soc. 58 (1975), S. 404
- /74/ R.F. Pabst, J. Weick, "Double-torsion measurements with and without a guiding notch", J. Mat. Sci. 16 (1981), S. 836
- /75/ K. Hunold, K. Reinmuth, A. Lipp, J. Napholcz, P. Arnold, "Verfahren zur Herstellung von praktisch porenfreien, polykristallinen Formkörpern durch isostatisches Heißenpressen", Europäische Patenschrift 0035784 B1 (1983)