

# OBERFLÄCHENZUSTAND UND FESTIGKEIT VON KOMMERZIELLEM SILIZIUMNITRID

Dissertation am Institut für Struktur- und Funktionskeramik  
Montanuniversität Leoben

von

Walter Harrer

zur Erlangung des akademischen Grades eines Doktors der  
montanistischen Wissenschaften



# **OBERFLÄCHENZUSTAND UND FESTIGKEIT VON KOMMERZIELLEM SILIZIUMNITRID**

## **Kurzfassung**

Die Festigkeit von Keramiken wird durch Defekte begrenzt. Diese Defekte entstehen entweder während der Herstellung im Gefüge der Keramik oder werden während der Fertigung von Proben an der Oberfläche eingebracht. Um die Festigkeit des Werkstoffes zu messen, muss die Oberflächenbearbeitung daher sehr sorgfältig durchgeführt werden. Dies ist in der Regel mit großem Aufwand verbunden und dementsprechend kostspielig. Auch die Oberfläche keramischer Bauteile wird (zumindest in einigen Bereichen) bearbeitet. Daher ist auch bei Bauteilen die Festigkeit und Zuverlässigkeit von der Oberflächenbearbeitung abhängig.

Bei einem uniaxialen Spannungszustand sind nur Risse gefährlich, die senkrecht zur Spannung orientiert sind. Bei einem biaxialen Spannungszustand spielt die Orientierung der Risse aber keine Rolle. Zur Untersuchung des Einflusses von Oberflächendefekten ist daher ein biaxiales Prüfverfahren besser geeignet als ein uniaxiales. In dieser Arbeit wird der Einfluss von verschiedenen Oberflächenzuständen auf die Festigkeit untersucht. Als Prüfmethode wird der biaxiale 4-Kugelversuch herangezogen.

Es konnte gezeigt werden, dass die Bearbeitungstechnik einen starken Einfluss auf die mittlere Festigkeit der als Modellwerkstoff herangezogenen kommerziellen Siliziumnitridkeramik (Hersteller: FCT Ingenieurkeramik, Deutschland) und auf die Streuung der Festigkeitswerte hat, wenn die durch die Bearbeitung erzeugten Defekte größer und häufiger als die Defekte im Inneren des Werkstoffes sind. Beim Schleifen mit grobkörnigen oder schlecht geschärften Schleifscheiben kommt es zu einer deutlichen Verringerung der Probenfestigkeit. Beim nachträglichen Polieren werden die beim Schleifen eingebrachten Fehler weitgehend beseitigt und die mittlere Festigkeit ist hoch. Es werden aber vereinzelt neue oberflächennahe Defekte freigelegt, die zu einer beträchtlichen Streuung der Festigkeit führen. Durch eine eigens entwickelte Wärmebehandlung ist es gelungen einen Großteil der oberflächlichen Defekte auszuheilen. Es bildet sich eine dünne Glasschicht an der Oberfläche, welche die Risse und Poren verklebt sofern diese nicht zu tief in das Material hineinreichen. Mit dieser Wärmebehandlung konnte die mittlere Festigkeit stark erhöht und die Streuung der Festigkeitswerte deutlich verringert werden.

Aufgrund der hohen Bearbeitungskosten und in manchen Fällen auch aufgrund der Geometrie der Bauteile ist eine Erhöhung der Oberflächenqualität durch eine bessere Endbearbeitung oft nicht möglich. Daher ist eine Kombination aus einer guten Oberflächenbearbeitung und der

entwickelten Wärmebehandlung ein interessanter Ansatz, die Festigkeit, Standzeit und Zuverlässigkeit von Bauteilen aus Siliziumnitrid mit geringem Aufwand und daher auch zu geringen Kosten zu verbessern.

**Schlüsselbegriffe:** Siliziumnitrid, 4-Kugelversuch, Festigkeit, Defekte, Wärmebehandlung

# **SURFACE CONDITION AND STRENGTH OF COMMERCIAL SILICON NITRIDE**

## **Abstract**

The strength of ceramics is limited by the presence of defects. These can be introduced during the production of the material (in the bulk) or through machining of the specimens (on the surface). Therefore, to obtain representative strength measurements of the material, the machining of the specimens has to be carried out very carefully which is generally time consuming and expensive. Because the surface of ceramic components is also machined (at least partially), the strength and the reliability of components depends also on machining.

In a uniaxial stress state only cracks perpendicular to the stress direction are dangerous. On the other hand, in a biaxial stress state all cracks, in any direction, are dangerous and can lead to failure. This is the reason why a biaxial test is more suitable for the investigation of the influence of surface defects on strength than a uniaxial one. In this work the influence of different surface conditions on strength is investigated by the biaxial Ball-on-Three Balls (B3B) test.

A commercial silicon nitride (producer: FCT Ingenieurkeramik, Germany) was used for the analysis. It could be shown that the details of surface finishing have a strong influence on the mean strength of the material. Data scatter is also influenced if surface defects have a greater size than volume defects. If the surfaces are ground with coarse diamond grit, or if the abrasive grains are blunt, strength decreases significantly. Through a subsequent polishing the defects which were introduced during grinding can be removed to a great extent. But because of exposing new defects near the surface this leads to a great scatter of the strength values. In order to heal surface defects a special heat treatment was developed. Micro structural investigations showed that a thin glassy layer is generated on the surface of the specimens. This glassy layer fills and blocks the micro-pores and cracks at least partially (if they are not too deep). As a result the strength of the specimens increases significantly whereas the scatter of the strength data decreases.

Because of the high machining costs and - in some cases – because of the geometry of the components, it is not always possible to improve the surface quality through a better finishing process. Therefore a combination of a careful machining and a heat treatment seems to be an effective way to improve strength and reliability of silicon nitride components with modest effort and costs.

**Keywords:** silicon nitride, Ball-on-Three Balls test, strength, defects, heat treatment

*Eidesstattliche Erklärung:*

*Ich erkläre an Eides statt, dass ich diese Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt und mich auch sonst keiner unerlaubten Hilfsmittel bedient habe.*

Leoben, Dezember 2012

Walter Harrer

## **Danksagung**

Ganz herzlich möchte ich mich bei Herrn o. Univ. Prof. Dr. Robert Danzer, der mir während dieser Arbeit stets mit seinem Rat und Wissen zur Seite stand, für die Möglichkeit zur Anfertigung und die Betreuung dieser Arbeit bedanken.

Besonderer Dank gebührt Herrn Univ. Prof. Dr. Rainer Telle für die Begutachtung dieser Arbeit.

Herzlichst bedanken möchte ich mich auch bei Fr. Dr. Tanja Lube und Herrn Dr. Roger Morrell für die fachlichen Ratschläge zum Thema Fraktographie.

Großer Dank gebührt Herrn Ing. Ronald Binder, der meine Fragen zur Probenherstellung und Oberflächenbearbeitung immer geduldig beantwortet hat.

Weiters gilt mein Dank Herrn Dr. Karl Berroth für die zur Verfügung gestellten Proben.

Ganz besonders möchte ich mich bei allen Mitarbeitern des Institutes für Struktur- und Funktionskeramik für die jahrelange hervorragende Zusammenarbeit bedanken.

# Inhaltsverzeichnis

<b>1. Einleitung und Aufgabenstellung</b> .....	<b>1</b>
<b>I. Theoretischer Teil</b>	
<b>2. Der 4-Kugel-Versuch</b> .....	<b>3</b>
2.1 Theoretischer Hintergrund.....	3
2.1.1 Standardprüfbedingungen.....	5
2.1.2 Das Spannungsfeld in der Probe.....	7
2.1.3 Messunsicherheiten bei der Bestimmung der Festigkeit mit dem 4-Kugel-Versuch.....	12
2.2 Experimentelle Durchführung.....	15
<b>3. Bruchstatistik von Keramiken</b> .....	<b>17</b>
3.1 Die Weibull-Theorie.....	17
3.1.1 Einfluss der Probengröße.....	19
3.2 Umrechnung von Festigkeitswerten aus dem 4-Kugelversuch auf Festigkeitswerte von Biegeproben.....	21
<b>4. Grundlagen der Fraktographie</b> .....	<b>24</b>
4.1 Identifikation von Bruchausgängen.....	24
4.1.1 Charakteristische Merkmale von Bruchflächen.....	24
4.1.2 Bruchmechanischer Zugang zur Berechnung der kritischen Fehlergröße.....	26
<b>5. Experimentelle Einflüsse auf die Ergebnisse von Festigkeitsmessungen</b> .....	<b>30</b>
5.1 Kontaktbeanspruchungen.....	30
5.1.1 Berechnung von Hertzschen Kontaktspannungen.....	30
5.1.2 Untersuchungen an Aluminiumoxid.....	32
5.2 Einfluss der Oberflächenbearbeitung auf die Festigkeit.....	32
5.2.1 Einflüsse durch die Parameter des Schleifvorganges.....	32
5.2.2 Einfluss des Schmiermittels.....	33
5.2.3 Einfluss des Gefüges auf die Bearbeitungsparameter.....	33
5.2.4 Einfluss von Eigenspannungen auf die mechanischen Eigenschaften.....	33
5.2.5 Messungen von Eigenspannungen.....	35
5.3 Schädigungen durch die Oberflächenbearbeitung.....	35
5.3.1 Beispiele für die Auswirkungen von Bearbeitungsfehlern auf die Festigkeit.....	37
5.4 Quantifizierung der Oberflächenqualität.....	38

<b>6.</b>	<b>Ausheilen von Oberflächendefekten durch Auslagern</b> .....	<b>40</b>
6.1	Grundsätzliche Ergebnisse zum Ausheilen von Rissen in (Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> -) Keramiken.....	40
6.2	Die Arbeiten von Kotoji Ando.....	42
6.3	Schlussfolgerungen für die in dieser Arbeit durchgeführten Versuche.....	43

## **II. Experimenteller Teil**

<b>7.</b>	<b>Probenmaterial: Siliziumnitrid</b> .....	<b>44</b>
7.1	Geschichtlicher Hintergrund.....	44
7.2	Kristalliner Aufbau.....	45
7.3	Oxidationsverhalten von Siliziumnitrid.....	46
7.4	Verwendete Probenmaterialien.....	47
7.4.1	FSNI-grau.....	47
7.4.2	FSNI-schwarz.....	48
<b>8.</b>	<b>Einfluss von Kontaktschäden auf die Festigkeit</b> .....	<b>50</b>
8.1	Experimentelle Untersuchungen an FSNI-schwarz.....	50
8.1.1	Experimentelle Durchführung und Ergebnisse.....	50
8.1.2	Fraktographische Untersuchungen.....	53
8.2	Kugeleindruckversuche zur Ermittlung der kritischen Belastung.....	55
8.3	Diskussion der Ergebnisse .....	57
<b>9.</b>	<b>Untersuchung von Proben unterschiedlicher Größe</b> .....	<b>58</b>
9.1	Ergebnisse der Festigkeitsuntersuchungen.....	58
9.2	Vergleichende fraktographische Untersuchungen an Biege- und 4-Kugel- Proben.....	62
9.3	Resümee der Ergebnisse.....	66
<b>10.</b>	<b>Einfluss der Oberflächenbearbeitung auf die Festigkeit</b> .....	<b>67</b>
10.1	Oberflächenbearbeitung der Proben.....	67
10.1.1	Oberflächenbearbeitung bei FCT Ingenieurkeramik.....	67
10.1.2	Oberflächenbearbeitung in der Werkstätte des ISFK.....	67
10.1.3	Oberflächenbearbeitung im Keramographielabor des ISFK.....	70
10.2	Oberflächenqualität der Proben.....	71
10.2.1	Rauhigkeit und optische Beurteilung.....	71
10.3	Ergebnisse der Festigkeitsuntersuchungen.....	79
10.3.1	Oberflächenrauhigkeit und Festigkeit.....	83
10.4	Fraktographische Untersuchungen.....	84
10.4.1	Defektpopulation 1 (Bearbeitungsfehler an der Oberfläche).....	86
10.4.2	Defektpopulation 2 (Materialfehler an der Oberfläche).....	88
10.4.3	Defektpopulation 3 (Materialfehler unmittelbar unter der Oberfläche).....	91
10.4.4	Defektpopulation 4 (Materialfehler im Volumen).....	94
10.5	Diskussion der Ergebnisse der Festigkeitsmessung.....	95

<b>11. Erhöhung der Probenfestigkeit durch Ausheilen von Oberflächendefekten.....</b>	<b>98</b>
11.1 Vorversuche zum Rissausheilen.....	98
11.1.1 Durchgeführte Wärmebehandlung.....	103
11.2 Oberflächenqualität der Proben.....	104
11.2.1 Rauigkeit und optische Beurteilung.....	104
11.3 Ergebnisse der Festigkeitsuntersuchungen.....	109
11.3.1 Oberflächenrauigkeit und Festigkeit.....	112
11.4 Fraktographische Untersuchungen.....	113
11.4.1 Makrofraktographie.....	118
11.5 Vergleich der Ergebnisse der Festigkeitsmessungen vor und nach der Wärmebehandlung .....	120
11.5.1 Eigenspannungsmessungen.....	123
11.6 Bruchmechanische Überlegungen zu Festigkeit und Oberflächenqualität.....	124
<b>12. Zusammenfassung und Schlussfolgerungen.....</b>	<b>125</b>
<b>13. Abschließende Bemerkungen und Ausblick.....</b>	<b>130</b>
<b>14. Literaturverzeichnis.....</b>	<b>131</b>

### **III. Anhang**

Anhang A: Weiterentwicklungen des 4-Kugel-Versuchs.....	137
Anhang B: Diagramme zum effektiven Volumen und der effektiven Oberfläche.....	140
Anhang C: Messprotokolle der Festigkeitsversuche.....	142
Anhang D: verwendete Symbole und Abkürzungen.....	160
Anhang E: publizierte Teilergebnisse.....	162

## 1. Einleitung und Aufgabenstellung

Die Festigkeit spröder Werkstoffe wird in der Regel mit genormten 3- oder 4-Punkt-Biegeversuchen bestimmt. Diese Verfahren haben allerdings einige Nachteile. Durch die Herstellung von Biegeproben aus Bauteilen und durch den damit verbundenen Bearbeitungsvorgang werden in der Regel festigkeitsvermindernde Defekte in die Probe eingebracht. Da eine Miniaturisierung des 3- bzw. 4-Punkt-Biegeversuchs auf große Schwierigkeiten stößt [1], ist auch das Prüfen von Proben, die aus sehr kleinen Bauteilen entnommen worden sind, schwierig. Ein weiterer wichtiger Aspekt ist, dass im Biegeversuch ein uniaxialer Spannungszustand vorherrscht. Im Einsatz erfolgt das Versagen bei Keramiken aber häufig aufgrund biaxialer Spannungszustände (z. B. durch Thermoschock). Da biaxiale Beanspruchungen gefährlicher als einachsige Spannungszustände angesehen werden [z. B. 2, 3], beschreiben 3- bzw. 4-Punkt Biegeversuche das in der Realität vorkommende Verhalten der Bauteile in diesen Fällen nur unzureichend.

Eine Möglichkeit zur schnellen und einfachen biaxialen Festigkeitsprüfung spröder Werkstoffe bietet der 4-Kugel-Versuch (Ball on Three Balls- oder B3B-Test). Erste experimentelle Versuche mit dem 4-Kugel-Versuch wurden von Börger [4] an einer handelsüblichen Aluminiumoxidkeramik (AL23) der Firma Glynwed durchgeführt. Dabei wurden scheibenförmige Proben mit unterschiedlichen Durchmessern und Dicken, deren Oberflächen im „as sintered“ Zustand vorlagen, geprüft. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen und die grundlegenden Überlegungen zur Auswertung des Versuchs finden sich in [4].

Es konnten allerdings einige Fragen, vor allem experimenteller Natur, nicht ausreichend behandelt werden. So merkt Börger an, dass der Einfluss der Probengröße auf die Festigkeit und Untersuchungen an besonders kleinen Proben zum Studium des Bruchverhaltens im „Grenzbereich“ der Weibull-Theorie von Interesse wären. Weiters wird angeregt, in weiterführenden Arbeiten den Einfluss von eventuell auftretenden Kontaktschäden auf die Festigkeitsmessung zu untersuchen. Zur besseren Interpretation der Messergebnisse sollen Erfahrungen in der Beurteilung von Bruchflächen von 4-Kugelproben unterschiedlicher Keramiken gewonnen werden [4].

Das Versagen von Keramiken wird gewöhnlich von Defekten verursacht, die im Volumen oder an der Oberfläche der Proben verteilt sind. Während Anzahl und Größe von Volumen-

fehlern durch einen optimierten Herstellungsprozess verringert werden können, werden die gefährlicheren Oberflächenfehler oft durch den abschließenden Bearbeitungsvorgang (i. e. Schleifen, Läppen, ...) erzeugt. Der Einfluss der Bearbeitung auf die Festigkeit wurde von vielen Autoren [z. B. 5, 6] in der Vergangenheit untersucht. Allerdings findet man – obwohl diese Beanspruchung realitätsnäher und gefährlicher als eine einachsige Beanspruchung ist - in der Literatur keine systematischen Untersuchungen über biaxiale Festigkeit.

In dieser Arbeit wird zunächst der Frage nachgegangen, ob bei der Lasteinleitung im B3B-Test Kontaktschäden entstehen und ob diese zu einer Verringerung der Probenfestigkeit führen können. Weiters wird der Einfluss der Probengröße auf den Festigkeitswert untersucht. Dabei werden Proben mit einem Volumen von etwa  $2 \text{ mm}^3$  bis zu  $3600 \text{ mm}^3$  geprüft. Die Ergebnisse werden im Rahmen statistischen Theorie der Festigkeit (Weibull-Theorie) diskutiert [7, 8].

Zu den primären Zielen dieser Arbeit gehören die Hebung der Qualitätsstandards bei der Probenbearbeitung und ein breit abgestütztes Verstehen der Bruchvorgänge. Ein großer Teil der Arbeit widmet sich daher dem Einfluss der Oberflächenqualität auf die biaxiale Festigkeit. Dazu werden systematische Untersuchungen an Proben mit unterschiedlich bearbeiteten Oberflächen durchgeführt.

Es ist auch seit langem bekannt, dass durch eine geeignete Wärmebehandlung Oberflächenfehler in Keramiken (z.B. in SiC, SiC/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> und Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) ausgeheilt werden können. Dies bewirkt in der Regel auch eine Steigerung der Festigkeit [z. B. 9, 10]. Die Ausheilbedingungen hängen aber von mehreren Einflussfaktoren ab und unterscheiden sich für verschiedene Keramiken. Ein für die Industrie wichtiges Ziel dieser Arbeit ist die Ermittlung von geeigneten Wärmebehandlungsbedingungen zur Erhöhung der biaxialen Festigkeit.

Als Werkstoff für die Untersuchungen wurde eine handelsübliche Siliziumnitridkeramik (Eigename FSNI) der Firma FCT Ingenieurkeramik verwendet.

## 2. Der 4-Kugel-Versuch

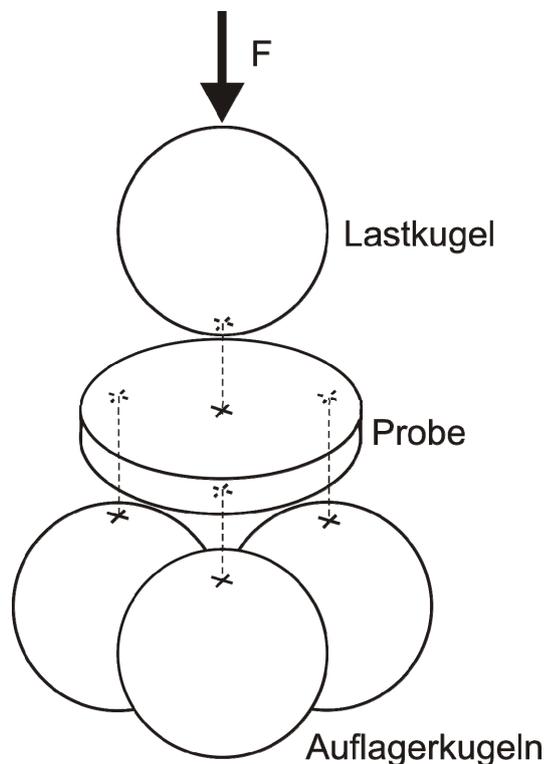
### 2.1 Theoretischer Hintergrund

In der Literatur findet man eine große Anzahl von Möglichkeiten zur biaxialen Festigkeitsprüfung. Meist werden scheibenförmige Proben verwendet [2, 3, 11, 12]. Unterschiede bestehen oft in der Art der Krafteinleitung in die Probe. Zwei Beispiele sollen an dieser Stelle kurz erwähnt werden: der Ring-on-Ring Test und der Ball-on-Ring Test. Beim Ring-on-Ring Test [13] wird die scheibenförmige Probe auf einem Ring gelagert. Die Krafteinleitung erfolgt durch einen zweiten, etwas kleineren Ring. Der Versuch ist sehr leicht durchzuführen, hat aber einige Nachteile: z. B. benötigt man zur Anwendung des Ring-on-Ring Tests Proben mit planparallelen, ebenen Oberflächen. Sind die Oberflächen der Proben nicht planparallel, ist die Lasteinleitung durch die Ringe in die Scheibe nicht exakt definiert und die Bruchspannungen können nicht korrekt berechnet werden. Beim Ball-on-Ring Test wird die Probe ebenfalls auf einem Ring gelagert, die Krafteinleitung erfolgt hier aber über eine Kugel. Daher besitzt der Ball-on-Ring Test [14] eine etwas größere Toleranz gegenüber Unebenheiten der Oberfläche.

Es gibt bei den meisten in der Literatur beschriebenen Methoden große Unsicherheiten bei der Bestimmung der Bruchspannung, da die exakte Situation der Krafteinleitung wegen Unebenheiten der Probenoberfläche meist nicht genau bekannt ist. Für die Versuche sind daher Proben mit präzise bearbeiteten, fehlerfreien und planparallelen Oberflächen notwendig [15]. Einen guten Überblick über verschiedenen Methoden der biaxialen Festigkeitsmessung scheibenförmiger Proben mit Diskussion findet man in den Arbeiten von Morrell bzw. von Godfrey und John [2, 3].

Eine relativ neue und einfache Möglichkeit zur Bestimmung der biaxialen Festigkeit spröder Werkstoffe ist der 4-Kugel-Versuch (Englisch: Ball on Three Balls bzw. B3B-Test). Dieser Versuch wurde ursprünglich zur Prüfung scheibenförmiger Proben entwickelt, wird inzwischen aber auch zur Prüfung von plattenförmigen Proben verwendet (siehe Anhang A: Weiterentwicklungen des 4-Kugel-Versuchs). Das Grundprinzip des 4-Kugel-Versuchs ist in **Abb. 2.1** dargestellt. Die Probe wird auf drei Stützkugeln (i.e. Auflagerkugeln), die einander berühren, gelagert. Die Last wird durch eine vierte Kugel (i. e. Lastkugel) eingeleitet. Durch die Lagerung der Probe auf drei Kugeln (i.e. auf drei Punkten) ist in diesem Fall die

Lasteinleitung relativ genau definiert. Daher können auch leicht gebogene Scheiben und Platten geprüft werden.



**Abb. 2.1:** Schematische Darstellung des 4-Kugel-Versuchs am Beispiel einer scheibenförmigen Probe. Zur besseren Veranschaulichung sind Kugeln und Probe auseinandergerückt. Die Krafteinleitung erfolgt längs der Symmetrieachse des Systems. Die scheibenförmige Probe wird auf die drei Auflagerkugeln gelegt und mittig über die Lastkugel belastet, nach [16].

Aus den vorhin genannten Gründen ist es mit dem 4-Kugel-Versuch auch möglich Proben mit einer „as sintered“ Oberfläche ohne eine kostspielige Nachbearbeitung zu prüfen. Als Nachteil muss allerdings die komplizierte Berechnung der in der Scheibe auftretenden Spannungen, die nur mehr numerisch möglich ist, angeführt werden [4].

Die maximale Spannung in der Probe hängt von sehr vielen Einflussgrößen ab. Die wichtigsten (dreizehn) sind in **Tabelle 2.1** zusammengestellt. Um die Zahl der Einflussgrößen auf die Prüfspannung zu verringern wurden in [16] Standardprüfbedingungen definiert, welche im Versuch eingehalten werden sollen.

Für diesen Bereich wurde die maximale Spannung für viele Versuchsbedingungen numerisch berechnet und das Ergebnis als analytische Funktion publiziert [16]. Daher ist für die Standardprüfbedingungen die Versuchsauswertung besonders einfach. Selbstverständlich

können auch Versuche außerhalb der Standardprüfbedingungen durchgeführt werden. Dann muss die Versuchsauswertung allerdings durch eine eigene und aufwändige FE-Rechnung unter Verwendung eines Kontaktmodells durchgeführt werden.

### 2.1.1 Standardprüfbedingungen

Für die maximale Zugspannung  $\sigma_{max}$  (in der Mitte der Zugseite) der Probe kann analog zur Berechnung der Randfaserspannung in einer Biegeprobe  $\sigma_R$  [17] durch die Gleichung

$$\sigma_{max} = f \cdot \frac{F}{t^2} \quad (\text{Glg. 2.1})$$

bestimmt werden [4, 16], wobei  $F$  die Prüfkraft und  $t$  die Dicke der Probe sind. Der dimensionslose Proportionalitätsfaktor  $f$  beschreibt den Einfluss der Prüfbedingungen im 4-Kugel-Versuch und hängt von den in **Tab. 2.1** angeführten Parametern ab [16].

**Tab. 2.1:** Einflussgrößen auf die maximale Zugspannung in der Probe:  
Parameter die Einfluss auf  $f$  haben können [16].

Parameter	Symbol	Einheit	Gültigkeitsbereich
Radius der Probe	$R$	[m]	$\geq 0,001\text{m}$
Dicke der Probe	$t$	[m]	$\geq 0,0002\text{ m}$
Elastizitätsmodul der Probe	$E$	[MPa]	$\geq 50\ 000\ \text{MPa}$
Poisson Zahl der Probe	$\nu$	[-]	$0,1 < \nu < 0,4$
Radius der Auflagerkugeln	$R_a$	[m]	$R_a \approx 0,6 R - 0,8 R$
Elastizitätsmodul der Auflagerkugeln	$E_a$	[MPa]	$E = 210\ 000\ \text{MPa}$
Poissonzahl der Auflagerkugeln	$\nu_a$	[-]	$\nu = 0,33$
Radius der Lastkugel	$R_l$	[m]	$R_l = R_a$
Elastizitätsmodul der Lastkugel	$E_l$	[MPa]	$E = 210\ 000\ \text{MPa}$
Poisson-Zahl der Lastkugel	$\nu_l$	[-]	$\nu = 0,33$
Auflagerradius	$R_A$	[m]	$R_A = \frac{2 \cdot \sqrt{3}}{3} \cdot R_l$
Reibungskoeffizient zwischen Auflagerkugeln und Probe	$\mu$	[-]	Rollreibung
Prüfkraft	$F$	[N]	Siehe <b>Abb. 2.2</b>

Für die Standardprüfbedingungen gilt [4, 16]:

- 1.) Die Last- und die Auflagerkugeln haben dieselbe Größe und sind aus gewöhnlichem Kugellagerstahl gefertigt ( $R_a = R_l$ ;  $E_a = E_l = 210\ \text{GPa}$ ;  $\nu_a = \nu_l = 0,33$ )

2.) Die Auflagerkugeln berühren einander. Die Kontaktpunkte der drei Auflagerkugeln bilden ein gleichseitiges Dreieck. Der Umkreis dieses Dreiecks wird Auflagerradius  $R_A$  genannt und ergibt sich aus dem Radius der Auflagerkugeln  $R_a$  zu:

$$R_A = \frac{2 \cdot \sqrt{3}}{3} \cdot R_a \quad (\text{Glg. 2.2})$$

3.) Da die Auflagerkugeln frei beweglich sind, kann die Reibung zwischen den Kugeln und der Probe vernachlässigt werden, wenn nur Rollreibung und keine Gleitreibung stattfindet.

4.) Es wird nur der Bereich beschrieben, in dem die Prüfspannung zur Prüfkraft annähernd proportional ist. Dies gilt für Proben mit nicht zu kleinem Verhältnis von Dicke zu Radius und ist tendenziell für kleine Prüfkraften, steife Proben, steife und kleine Kugeln gegeben. Unter diesen Bedingungen ist der Faktor  $f$  von den elastischen Eigenschaften der Kugeln, ihrem Radius, dem Elastizitätsmodul der Probe und der Prüfkraft unabhängig.

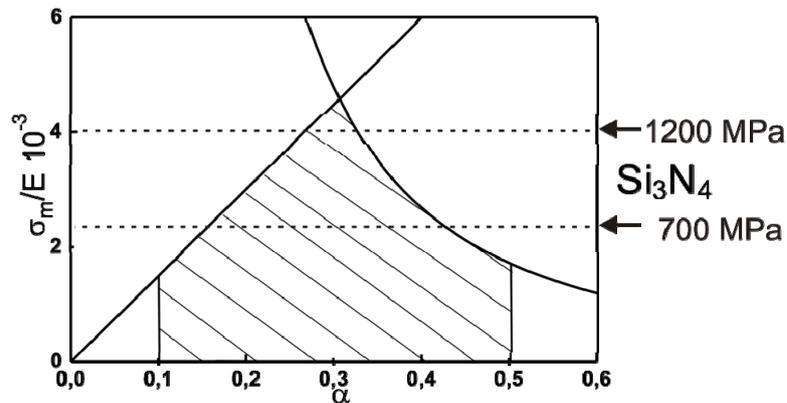
Mit diesen Annahmen (Standardprüfbedingungen) reduzieren sich die Parameter, welche Einfluss auf  $f$  nehmen, von 13 auf 4 ( $R$ ,  $t$ ,  $R_A$ ,  $\nu$ , **Tab. 2.2**). Der Verlauf der Spannungen in den Proben hängt nur von den relativen Größen  $\alpha = t/R$  und  $\beta = R_A/R$  ab. Damit kann  $f$  als Funktion der relativen Größen dargestellt werden und die Zahl der Variablen beträgt nur mehr 3 [16].

Im Einvernehmen mit den Standardprüfbedingungen wurden bei der Berechnung von  $f$  Intervalle für die Parameter  $\alpha$ ,  $\beta$  und  $\nu$  festgelegt, die in **Tab. 2.2** angegeben sind. Für das Verhältnis des Kugelradius zum Probenradius ergibt sich ein sinnvoller Bereich von  $0,6 \leq R_K/R \leq 0,8$ .

**Tab. 2.2:** Parameter die unter Standardprüfbedingungen Einfluss auf  $f$  haben [16].

Parameter	Symbol	Einheit	Gültigkeitsbereich
Relative Dicke der Probe	$\alpha = t/R$	[-]	$0,1 \leq \alpha \leq 0,5$
Relativer Auflagerradius	$\beta = R_A/R$	[-]	$0,7 \leq \beta \leq 0,9$
Poissonzahl der Probe	$\nu$	[-]	$0,1 \leq \nu \leq 0,4$

In **Abb. 2.2** ist die relative Prüfspannung ( $\sigma_m/E$ ) über der relativen Probendicke  $\alpha$  aufgetragen. Im schraffierten Bereich betragen die Unsicherheiten bei der Berechnung des Vorfaktors  $f$  weniger als 2 %. Liegen die relativen Prüfspannungen außerhalb des schraffierten Bereichs, so kann  $f$  auch signifikant von der Prüfkraft abhängen.



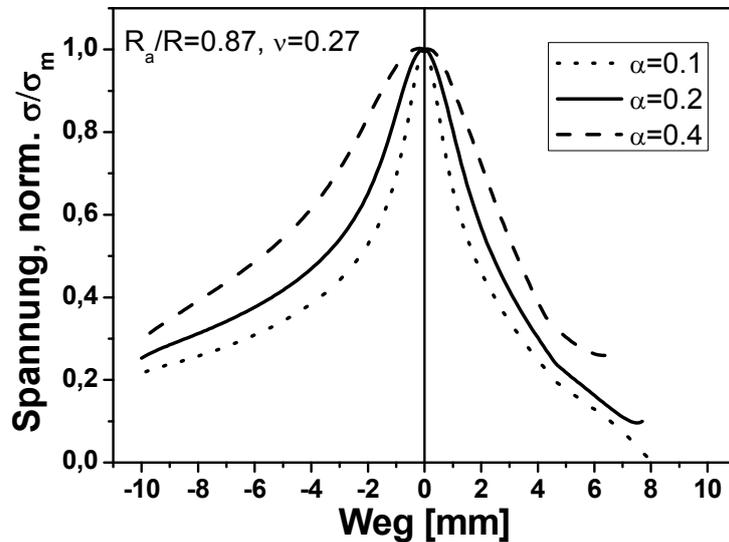
**Abb. 2.2:** Standardprüfbereich, in dem die Berechnung von  $f$  mit den angegebenen Näherungen mit Unsicherheiten von weniger als 2% möglich ist. Die eingetragenen Grenzen beruhen auf groben Näherungen (Abschätzung gekrümmte Grenzkurve:  $\sigma_{\max}/E \approx 4,3 \times 10^{-4}/\alpha^2$ ; Abschätzung gerade Grenzlinie:  $\sigma_{\max}/E \approx \alpha/15$ ) [16]. Ebenfalls eingetragen sind typische Festigkeitswerte von Siliziumnitrid.

## 2.1.2 Das Spannungsfeld in der Probe

Vorraussetzung für die Berechnung des Spannungsfeldes in der Probe ist, dass der Werkstoff homogen und isotrop und das Werkstoffverhalten der Probe (und der verwendeten Kugeln) linear-elastisch ist. Die höchsten Zugspannungen treten im Zentrum der Deckfläche der Probe gegenüber der Lastkugel auf. Zur Ermittlung der Festigkeit wird die erste Hauptspannungskomponente  $\sigma_{\max}$  herangezogen. Es gelten die Standardprüfbedingungen. Bei besonderen Problemstellungen kann es sinnvoll sein, dass die Durchmesser von Lastkugel und Stützkugel verschieden sind. Auch in diesem Fall ist es wieder erforderlich eine eigene FE-Simulation für die gegebenen Parameter durchzuführen.

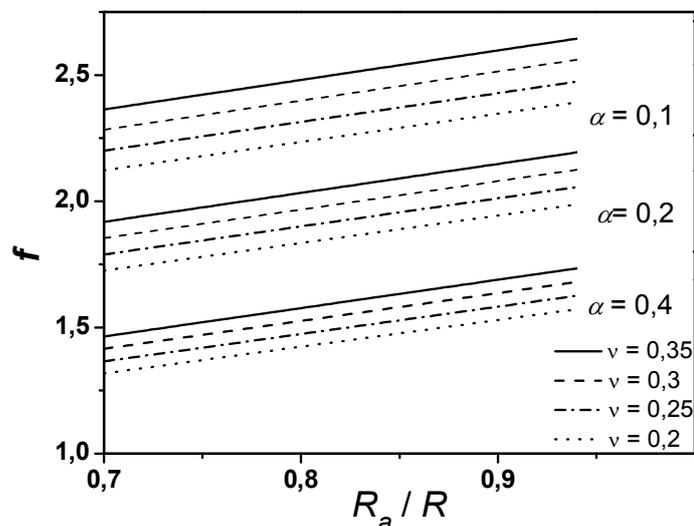
Das Spannungsfeld in der Probe hängt von der Prüfkraft  $F$ , der Geometrie der Auflager-situation (Durchmesser bzw. Länge und Breite sowie Dicke  $t$  der scheibenförmigen oder plattenförmigen Probe, Größe und Position der verwendeten Kugeln) und den elastischen Eigenschaften von Probe und Kugeln ab.

In **Abb. 2.3** ist der Verlauf des Spannungsfeldes für  $\alpha = 0,2$  an der Zugseite der Probe über der Probendiagonale für Proben mit veränderten  $\alpha$ -Werten dargestellt.



**Abb. 2.3:** Verlauf der mit dem Maximalwert normierten ersten Hauptspannung an der Zugseite der Probe über der Probendiagonale für  $\alpha = 0,1; 0,2$  und  $0,4$ . es ist deutlich zu erkennen, dass mit größerem  $\alpha$  auch der Bereich der Zugbeanspruchung zunimmt [16].

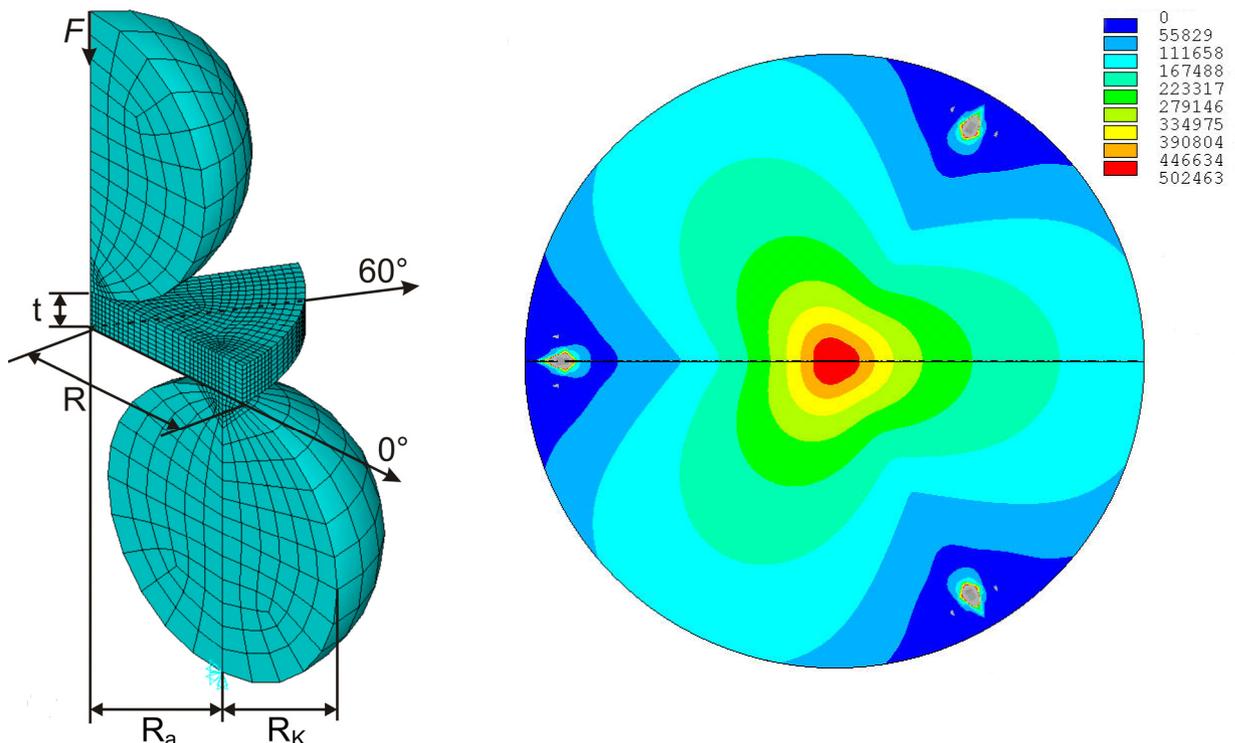
In [4] konnte gezeigt werden, dass der Elastizitätsmodul der Probe keinen signifikanten Einfluss auf die Berechnung der Spannung hat. Da es sich beim 4-Kugel-Versuch aber um einen biaxialen Test handelt, geht die Poisson-Zahl des zu prüfenden Materials in den Wert für die Spannung ein. In **Abb. 2.4** ist die mit  $F/t^2$  normierte Prüfspannung (i. e. Vorfaktor  $f$ ) in Abhängigkeit vom Auflageradius für Proben unterschiedlicher Dicke und Poissonscher Querszahl dargestellt [16].



**Abb. 2.4:** Verlauf des Faktors  $f$  über  $R_a/R$  für Poisson Zahlen von  $0,2$  bis  $0,35$  [16].

Die Versuchsanordnung weist eine dreizählige, kleeblattartige Symmetrie auf. Daher genügt es ein Sechstel des Systems zu modellieren. Das Spannungsfeld in der Probe wurde unter Verwendung des FE-Programmes ANSYS® berechnet [4, 18, 19].

**Abb. 2.5.a** zeigt ein (zur besseren Veranschaulichung grob) vernetztes FE-Modell eines Sechstel des Systems (dieses Modell besteht aus ungefähr  $10^5$  Elementen). In **Abb. 2.5.b** ist das Spannungsfeld in einer Siliziumnitridprobe mit einem Probenradius von 10 mm und einer Probendicke von 2 mm dargestellt. Für die Berechnung wurden eine Poisson-Zahl  $\nu$  von 0,27 und ein Elastizitätsmodul  $E$  von 300 GPa angenommen (Bemerkung: diese Annahmen entsprechen laut Definition am ISFK den Standardbedingungen [16]). Für die elastischen Konstanten der Kugeln wurden charakteristische Werte eines Kugellagerstahls ( $\nu = 0,33$ ,  $E = 210$  GPa) verwendet. Bei dieser Berechnung wurde eine mögliche plastische Verformung der Kugeln nicht berücksichtigt. Allerdings wurde bei der Erstellung des Modells darauf geachtet, dass die Kontaktspannungen unter der typischen Fließgrenze von Kugellagerstahl liegen [16].



**Abb. 2.5.a:** Vernetztes 3D-Sechstelmodell für den 4-Kugel-Versuch für scheibenförmige Proben. Die Radien der Stützkugeln und der Lastkugel sind gleich. Die Lastkugel kann sich nur senkrecht zur Probendeckfläche bewegen, die Knoten in den Symmetrieebenen ( $0^\circ$ ,  $60^\circ$ ) sind in den Ebenen fixiert.  
**Abb. 2.5.b** (rechtes Bild) zeigt das Spannungsfeld (in [Pa]) auf der Zugseite der Probe für  $F = 1$  [N]. Die maximale Zugspannung tritt im Zentrum der Probe auf (gezeigt ist das Spannungsfeld für eine  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Probe mit einem Radius von 10 mm und einer Dicke von 2 mm) (Abb. aus [16]).

Die maximale Zugspannung in der Probe kann aufgrund der in [4, 18] gewonnenen Erkenntnisse analog zu Glg. 2.1 nach

$$\sigma_{4K,f} = \sigma_{\max} = f(\alpha, \beta, \nu) \cdot \frac{F_{\max}}{t^2} \quad (\text{Glg. 2.3})$$

berechnet werden.  $F_{\max}$  ist die Kraft im Moment des Versagens und  $\sigma_{4K,f}$  die Festigkeit im 4-Kugel-Versuch. Im gegebenen Parameterbereich wurde aus den erhaltenen Datenpunkten für die normierte maximale Zugspannung in der Scheibe für  $f$  eine Funktion der Form

$$f\left(\frac{t}{R}, \frac{R_A}{R}, \nu\right) = c_0 + \frac{(c_1 + c_2 \cdot \frac{t}{R} + c_3 \cdot (\frac{t}{R})^2 + c_4 \cdot (\frac{t}{R})^3)}{1 + c_5 \cdot \frac{t}{R}} \cdot (1 + c_6 \cdot \frac{R_A}{R}) \quad (\text{Glg. 2.4})$$

bestimmt. Diese Funktion fittet die erhaltenen Werte mit einer Abweichung von  $< 0,5 \%$ . Die Parameter  $c_0$  bis  $c_6$  sind dimensionslose Zahlenwerte, die von der Poissonzahl abhängen [4, 18]. Die Konstanten  $c_0$  bis  $c_6$  sind in **Tab. 2.3** für verschiedene Poissonzahlen angeführt [16].

**Tab. 2.3:** Konstanten zur Berechnung von  $f$ . Die Konstanten wurden so ermittelt, dass sie 99% des maximalen Wertes von  $f$  fitten. Die Unsicherheit im Parameterbereich  $0,98 \cdot f(0) - 1,00 \cdot f(0)$  beträgt dann nur  $\pm 1 \%$ . Da die Unsicherheiten der FE-Rechnung auf kleiner als 1% geschätzt werden, liegt die gesamte Unsicherheit bei der Berechnung von  $f$  bei weniger als 2% [16].

$\nu$	0,10	0,15	0,20	0,25	0,30	0,35	0,40
$c_0$	-39,96	-42,09	-42,54	-46,07	-47,82	-46,84	-49,70
$c_1$	42,24	44,50	45,07	48,72	50,60	49,74	52,72
$c_2$	499,46	532,09	538,14	592,59	618,42	602,64	645,51
$c_3$	-11,69	-12,53	-13,07	-14,14	-14,86	-15,22	-16,12
$c_4$	4,69	5,18	5,49	6,14	6,57	6,76	7,31
$c_5$	12,34	12,47	12,47	12,68	12,75	12,67	12,79
$c_6$	0,0242	0,0232	0,0216	0,0216	0,0210	0,0216	0,0206

Für andere Poissonzahlen kann  $f$  nach Glg. 2.5 ermittelt werden [4, 16, 18]:

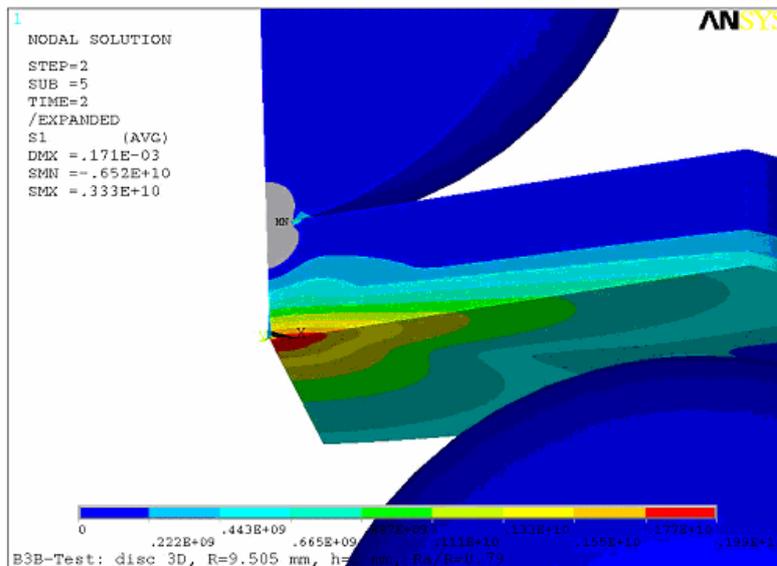
$$f\left(\frac{t}{R}, \frac{R_A}{R}, \nu\right) = \frac{\nu_2 - \nu}{\nu_2 - \nu_1} \cdot f\left(\frac{t}{R}, \frac{R_A}{R}, \nu_1\right) + \frac{\nu - \nu_1}{\nu_2 - \nu_1} \cdot f\left(\frac{t}{R}, \frac{R_A}{R}, \nu_2\right) \quad (\text{Glg. 2.5})$$

In vielen Fällen genügt es (i.e. Standardprüfbedingung) die Situation im Bereich der Last-einleitung und der Auflagerkugeln vereinfachend mit einem Punktmodell zu beschreiben,

d.h. bei der Berechnung von  $\sigma_{max}$  kann die Lasteinleitung durch Punktlasten simuliert werden. Die elastischen Konstanten der Kugeln und der E-Modul der Probe haben hier keinen Einfluss auf das Ergebnis. Dadurch wird die Rechnung vereinfacht und die Rechenzeit stark verkürzt. Allerdings wird hier der Einfluss der Kontaktfläche auf die Spannungsverteilung in der Probe nicht berücksichtigt. Wenn der Radius der Kontaktfläche zwischen Lastkugel und Probe im Vergleich zum Auflagerradius der Probe nicht mehr vernachlässigbar ist, kommt es zu einer geometrischen Nichtlinearität zwischen Bruchkraft und Bruchspannung<sup>1</sup> [16]. Dieser Fall liegt aber außerhalb der Standardprüfbedingungen.

Kommt es während des Versuchs zum starken Durchbiegen der Proben, wandern die Kontaktpunkte zwischen Probe und Auflagerkugeln nach innen, was zu einem ähnlichen Effekt wie dem vorhin beschriebenen führt (Bemerkung: beide Effekte wurden für die Abschätzung der Grenzlinien in **Abb. 2.2** verwendet [16]).

Für eine exakte Bestimmung des gesamten Spannungsfeldes in der Probe muss eine Kontaktanalyse durchgeführt werden. Als Beispiel zeigt **Abb. 2.6** eine farbkodierte Darstellung des Spannungsfeldes in einer scheibenförmigen PCD- (Diamant-) Probe mit dem Durchmesser 19 mm und der Dicke 2 mm [20].



**Abb. 2.6:** Farbkodierte Darstellung des Spannungsfeldes in einer scheibenförmigen Probe aus Diamant als Beispiel für eine Kontaktanalyse. Der Durchmesser der Lastkugel bzw. der Auflagerkugeln  $R_a$  beträgt hier 13 mm, das ergibt einen Auflagerradius  $R_A$  von 7,505 mm, das Verhältnis  $R_A/R$  beträgt 0,79. In rot zu sehen ist das Gebiet der höchsten Spannung, welches gegenüber der Lastkugel auftritt. Sehr gut zu erkennen ist, dass die Spannungen in radialer Richtung und in die Tiefe schnell abnehmen [20].

<sup>1</sup> Durch eine Vergrößerung des Kontaktradius wird der Abstand zwischen Krafteinleitung und Auflager verringert. Dies führt zu einer Verringerung des Biegemoments und führt damit zur erwähnten Nichtlinearität.

### 2.1.3 Messunsicherheiten bei der Bestimmung der Festigkeit mit dem 4-Kugel-Versuch

Da die beim konventionellen Biegeversuch angestrebte Genauigkeit besser als 2 % sein soll (dies ist durch exakt angegebene Anforderungen in [17] geregelt), wird auch beim 4-Kugel-Versuch zumindest ein vergleichbarer Genauigkeitswert angestrebt<sup>2</sup>. In [4, 19] wurden verschiedene Einflussfaktoren (z. B. Reibung, geometrische Abweichungen, Kraftmessung usw.) auf das Ergebnis der Festigkeitsmessung mit dem 4-Kugel-Versuch ausführlich analysiert. Börger konnte in diesen Arbeiten zeigen, dass die Messunsicherheiten für die Bestimmung der maximalen Zugspannung  $\sigma_{max}$  in scheibenförmigen Proben unter Standardprüfbedingungen kleiner als 2 % sind.

⇒ Der wichtigste Einflussfaktor auf die Genauigkeit des Messergebnisses ist die Dicke der Probe. Die maximale Zugspannung nimmt mit der Dicke der Probe nach  $\sigma_{max} \propto t^{-2}$  ab. Da  $\alpha = t/R$  im Faktor  $f$  enthalten ist, gibt es eine zusätzliche Abhängigkeit von der Probendicke, sodass die Spannung  $\sigma_{max}$  mit  $t^{-2} - t^{-3}$  abnehmen kann.

⇒ Wenn die Auflagerkugeln frei beweglich sind, spielt die Reibung eine vernachlässigbare Rolle. Biegt sich die Probe durch, so rollen die Kugeln über die Probe. Unter anderem konnte in [4, 19] gezeigt werden, dass der Einfluss der Reibung mit steigender Belastung und mit abnehmenden E-Modul zunimmt. Insgesamt ist der Einfluss der Reibung auf das Ergebnis aber sehr viel kleiner als 1 % und damit vernachlässigbar.

⇒ Beim 4-Kugel-Versuch handelt es sich um einen biaxialen Versuch. Daher geht die Poisson'sche Querszahl  $\nu$  in die Berechnungen ein. Da  $\nu$  für viele Werkstoffe nicht bekannt und eine Messung schwierig ist, wird dieser Wert oft nur geschätzt bzw. aus Datenblättern entnommen. Ein relativer Fehler von 20 % (z. B.  $\nu = 0,30$  statt  $\nu = 0,25$ ) führt zu einer Überschätzung der Festigkeit um 4 %. Um die im 4-Kugel-Versuch auftretende Spannung exakt zu berechnen, muss die Poisson-Zahl daher hinreichend genau bekannt sein.

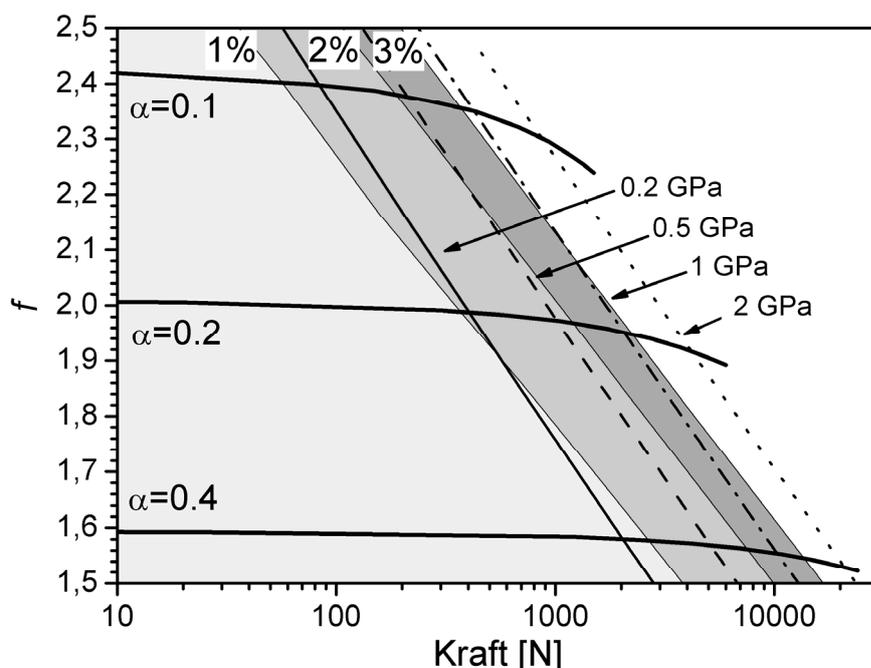
---

<sup>2</sup> Daher müssen die Messunsicherheiten der Einzelmessungen geringer als 1 – 2 % des Messwertes sein.

⇒ Im Standardmodell wird für die Auswerteformel eine zylindrische Scheibe als Probenform angenommen. In der Praxis kommt es aus verschiedensten Gründen zur Abweichung von der Scheibenform (z. B. nicht planparallele Proben, Verzug beim Sintern, Kantenabsplitterungen usw.). Börger hat festgestellt, dass diese Abweichungen von der idealen Probenform nur einen sehr geringen Einfluss auf die Festigkeit nehmen [4]. Daher ist es mit dem 4-KV möglich, leicht keilförmige, leicht gewölbte sowie relativ kleine Proben und Proben mit Oberflächen im „as sintered“ Zustand zu prüfen.

⇒ Bei Versuchen außerhalb des Standardprüfbereichs kann es bei sehr hohen Prüfkräften bzw. Prüfspannungen zu Abweichungen von bis zu 10 % der Festigkeit kommen. **Abb. 2.7** zeigt die Abhängigkeit des dimensionslosen Vorfaktors  $f$  von der Bruchkraft. Abgebildet ist die Abhängigkeit von  $f$  von der Bruchkraft für Scheiben verschiedener Dicke [16]. Man erkennt, dass die Abweichung bei dicken Scheiben weniger stark ausgeprägt ist als bei dünneren Proben.

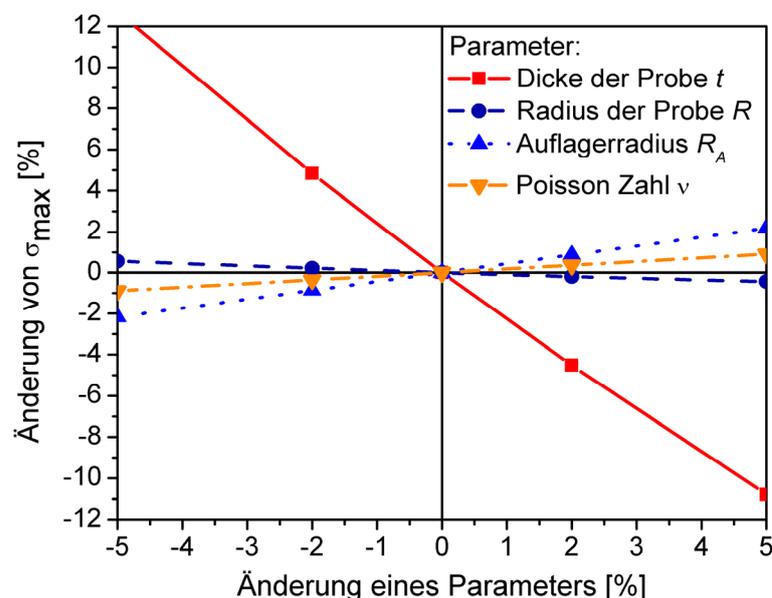
Um diese Unsicherheiten auf weniger als 2 % zu verringern müssten hier eigene FE-Kontaktanalysen zur Auswertung verwendet werden. Werden die Standardprüfbedingungen eingehalten so ist die Unsicherheit bei der Bestimmung der Festigkeit in allen Fällen jedoch  $< 2\%$ .



**Abb. 2.7:** Abhängigkeit des Faktors  $f$  von der Bruchkraft. Mit steigender Bruchkraft nimmt  $f$  ab. Die Abweichungen von der Lösung sind durch die Grenzen der grauen Bereiche (1 %, 2 % bzw. 3%) gegeben. Zusätzlich sind verschiedene Werte für Prüfspannungen, die zwischen 0,2 und 2 GPa liegen, eingezeichnet [16].

⇒ Experimentell kann die Positionierung der Kugeln und der Probe Einfluss auf das Ergebnis nehmen. Während des Versuchs werden Kugeln und Scheibe durch eine rotationssymmetrische Schablone positioniert (siehe auch Kap. 2.2). Da die Endabmessungen der Proben aber geringfügig abweichen können (und damit für diese Abweichungen keine neue Schablone angefertigt werden muss), werden die Innendurchmesser der Schablonen normalerweise etwas größer als der Probendurchmesser ausgeführt. Dadurch kann es zu einer ungenaueren Positionierung der Probe kommen. Diese Ungenauigkeit in der Positionierung ist bei größeren Proben natürlich kleiner<sup>3</sup>.

Zusammenfassend kann gesagt werden, dass Ungenauigkeiten bei der Bestimmung der Dicke und bei der Berechnung der Bruchspannung den größten Anteil bei der Messunsicherheit haben. Im Standardprüfbereich ist die Messunsicherheit aber geringer als im konventionellen Biegeversuch. Außerhalb des Standardprüfbereichs sollte daher (wenn möglich) für eine vergleichbare Genauigkeit eine Kontaktanalyse für das jeweilige Problem durchgeführt werden. Einen Überblick der relativen Änderung der maximalen Zugspannung in einer scheibenförmigen Probe bei Änderung eines Systemparameters ( $t$ ,  $R$ ,  $R_A$ ,  $\nu$ ) ist in **Abb. 2.8** dargestellt, genaue Beschreibungen der Einflüsse auf die Messung finden sich in [16] und [19].



**Abb. 2.8:** Relative Änderung der maximalen Zugspannung in einer scheibenförmigen Probe in [%] bei Änderung der Probendicke, des Scheibenradius, des Auflagerradius und der Poisson Zahl. In dieser Abbildung [16] kann man deutlich erkennen, dass die wichtigste Einflussgröße auf den Festigkeitswert die Probendicke  $t$  ist (siehe auch Kap.2.2: Der 4-Kugel-Versuch-Experimentelle Durchführung).

<sup>3</sup> z. B. liegt bei einem Probendurchmesser von 2 mm und einem Aufmass von 0,1 mm die relative Unsicherheit bei weniger als 1%.

## 2.2 Experimentelle Durchführung

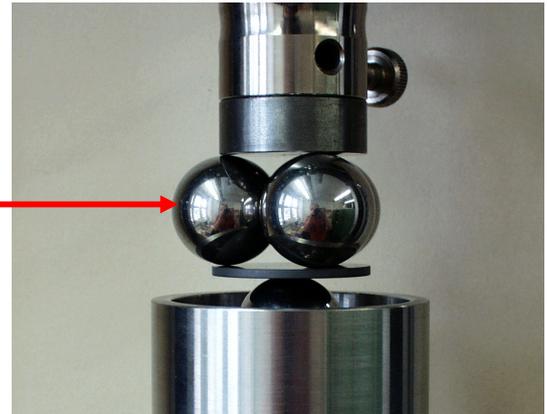
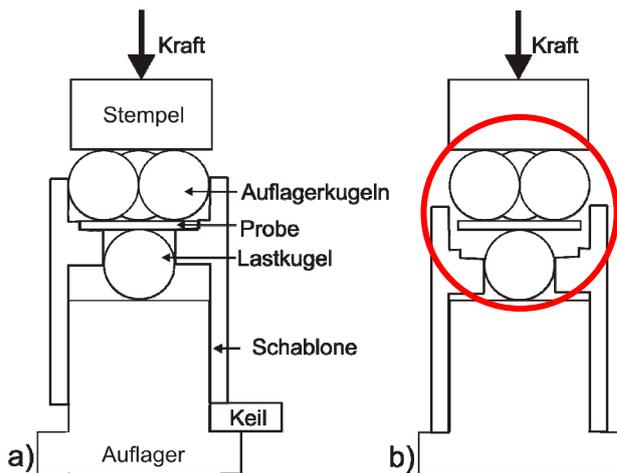
Mit Hilfe des 4-Kugel-Versuchs können entweder scheibenförmige oder plattenförmige (i. e. quadratische oder rechteckige) Proben geprüft werden.

Da die Abmessungen der Proben in die Berechnung der Spannungen eingehen, müssen diese vor Versuchsbeginn exakt bestimmt werden. Der Durchmesser (bzw. bei plattenförmigen Proben die Länge und die Breite) und die Dicke der Proben muss mit einer Genauigkeit von  $\pm 0,002$  mm bestimmt werden. Um auch die Ebenheit der Proben zu überprüfen, wird die Dicke der ersten drei Proben einer Serie zu Vergleichszwecken an fünf Stellen gemessen (dazu siehe auch Kap. 2.1.3, Messunsicherheiten). Ist die Dicke gleichmäßig, so wird sie bei den restlichen Proben nur im Zentrum der Probe (i.e. an der Stelle an der die Last eingeleitet wird) gemessen.

Die Lastkugel wird in die für sie vorgesehene Position, wo sie durch die Schablone fixiert wird (der Innendurchmesser der Schablone ist an dieser Stelle gleich dem Kugeldurchmesser plus eines geringen Aufmasses) gelegt. Die Probe wird mittig über der Lastkugel angeordnet. Dies gilt allerdings nur für scheibenförmige Proben – in Sonderfällen (z. B. bei plattenförmigen Proben) können auch speziell definierte Stellen auf der Oberfläche der Probe geprüft werden. Für derartige Versuche müssen aber spezielle Auflager neu konstruiert und gebaut werden [21, 22]. Anschließend werden die drei Stützkugeln, die einander berühren, auf der Probe positioniert.

In der Regel haben Lastkugel und Auflagerkugeln dieselben Durchmesser, in speziellen Anwendungen können die Durchmesser von Lastkugel und Auflagerkugeln aber auch unterschiedlich sein (Bemerkung: Weiterentwicklungen des 4-Kugel-Versuchs werden in Anhang A beschrieben). Probe, Stützkugeln und Lastkugel werden von der für die jeweilige Probenform, Probengröße und Kugelgröße geeigneten rotationssymmetrischen Schablone exakt in Position gehalten. Für die Prüfung bei Raumtemperatur und Temperaturen bis 300°C können in der Regel Stahlkugeln verwendet werden. Die Höhe des Einlegekeils ist so zu wählen, dass die Probe frei auf der Lastkugel aufliegt. Anschließend wird das für den Versuch vorgesehene Einsatzgerät (i.e. Auflager) mittig auf der Druckplatte der Prüfmaschine zwischen zwei planparallelen Stempeln aus gehärtetem Stahl aufgesetzt (ohne Abbildung). **Abb. 2.9.a** zeigt eine schematische Darstellung des Versuchsaufbaus unmittelbar nach dem

Einlegen der Probe (und aufgebrachter Vorkraft). In Abb. 2.9.b ist der Prüfaufbau mit herausgezogenem Keil und abgesenkter Schablone zu sehen, Abb. 2.10 zeigt ein Foto der Einbausituation nach Aufbringen der Vorkraft und Absenken der Schablone (hier am Beispiel einer 43 mm durchmessenden Probe aus Siliziumnitrid). Um die Durchführung des Versuchs zu einfacher zu gestalten wurde der Prüfaufbau gegenüber der Prinzipskizze aus Abb. 2.1 aus um 180° gedreht.



**Abb. 2.9.a und 2.9.b:** schematischer Prüfaufbau für den 4-Kugel-Versuch mit aufgebrachter Vorkraft und Prüfaufbau nach dem Herausziehen des Einlegekeils.

**Abb. 2.10:** Einbausituation nach Aufbringen der Vorkraft und Absenken der Schablone. In diesem Bild ist eine scheibenförmige Siliziumnitridprobe mit einem Durchmesser von 43 mm zu erkennen. Der Durchmesser der Stützkugeln und der Lastkugel beträgt jeweils 30 mm.

Bei Versuchsbeginn wird zuerst eine Vorkraft, welche maximal 10 % der zu erwartenden Bruchkraft ausmachen darf, aufgebracht. Dann wird der Einlegekeil durch Herausziehen in horizontaler Richtung entfernt. Nach dem Absenken der Schablone sind die Auflagerkugeln nicht mehr geführt und können sich nach außen bewegen während die Lastkugel durch die Schablone fixiert ist. Die Probe und die Kugeln werden nur mehr durch die Reibung zwischen Kugeln und Probe (und natürlich durch die Vorkraft) in Position gehalten. Der Versuch wird fortgesetzt indem die Kraft bis zum Bruch der Probe erhöht wird. Die Lastaufbringung erfolgt senkrecht zur Stirnfläche des Belastungsstempels [22, 23]. Die Bruchkraft  $F_{max}$  wird zur Berechnung der Probenfestigkeit herangezogen [4]. Bei den experimentellen Randbedingungen (Belastungsgeschwindigkeit, Luftfeuchtigkeit, Temperatur, usw.) orientiert man sich an den Normen für die Biegefestigkeitsprüfung [17].

Auflager und Schablonen werden in der Regel aus Edelstahl hergestellt, bei den Stützkugeln und der Lastkugel handelt es sich um handelsübliche Stahlkugeln für Kugellager [24].

### 3. Bruchstatistik von Keramiken

#### 3.1 Die Weibull-Theorie

Für die statistische Beschreibung des Versagens von Hochleistungskeramiken wird im Allgemeinen die Weibull-Theorie [7, 8] verwendet. Diese basiert auf der „weakest link“ Hypothese, d.h. es wird angenommen, daß ein Bauteil versagt, wenn sein schwächstes Element versagt. Es überlebt daher nur, wenn jedes Element überlebt.

Nehmen wir an, eine Probe aus einem isotropen und homogenen Material mit dem Volumen  $V$ , die mit einer homogenen Spannung  $\sigma$  beaufschlagt wird, wird in  $n$  gleich große Volumenelemente  $\delta V_i$  geteilt. Die Versagenswahrscheinlichkeit des  $i$ -ten Elementes ist dann  $F(\sigma, \delta V_i)$  und die Überlebenswahrscheinlichkeit dieses Elementes ist:  $R_i = R(\sigma, \delta V_i) = 1 - F(\sigma, \delta V_i) = 1 - F_i$ . Die Probe überlebt nur, wenn alle Elemente überleben. Da die Versagensereignisse in den einzelnen Volumenelementen voneinander unabhängig sind, ist die Überlebenswahrscheinlichkeit der Probe gleich dem Produkt der Überlebenswahrscheinlichkeiten der Einzellemente:

$$R = \prod_1^n R_i = (R_i)^n = (1 - F_i)^n . \quad (\text{Glg.3.1})$$

Nimmt man weiters an, dass die Versagenswahrscheinlichkeit in einem Volumenelement proportional zum Volumen dieses Elementes ist und von der Spannung abhängt,

$$F_i = F(\sigma, \delta V_i) = \delta V_i \cdot \varphi(\sigma) , \quad (\text{Glg.3.2})$$

und setzt für  $\delta V_i = V/n$  ein, so erhält man für die Zuverlässigkeit der Probe:

$$R = \left( 1 - \frac{V\varphi(\sigma)}{n} \right)^n , \quad (\text{Glg.3.3})$$

Für sehr kleine Volumenelemente ( $\delta V_i \rightarrow 0$ ) wird die Zahl der Elemente sehr groß ( $n \rightarrow \infty$ ).

Es gilt der Grenzwert:

$$\lim_{n \rightarrow \infty} \left(1 - \frac{x}{n}\right)^n = \exp(-x), \quad (\text{Glg.3.4})$$

und damit auch

$$R = \exp(-V\varphi(\sigma)), \quad (\text{Glg.3.5})$$

bzw.

$$F = 1 - \exp(-V\varphi(\sigma)). \quad (\text{Glg.3.6})$$

Weibull hat für  $\varphi(\sigma)$

$$\varphi(\sigma) = \left(\frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_0}\right)^m \quad \text{für } \sigma > \sigma_0 \quad (\text{Glg.3.7})$$

und

$$\varphi(\sigma) = 0 \quad \text{für } \sigma \leq \sigma_u \quad (\text{Glg.3.8})$$

angenommen.

Daraus folgt die Weibull-Verteilung für die Überlebenswahrscheinlichkeit  $R$  und der Versagenswahrscheinlichkeit  $F$  der ganzen Probe mit

$$R = 1 - F = \exp\left[-\frac{V}{V_0} \cdot \left(\frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_0}\right)^m\right] \quad \text{für } \sigma > \sigma_0 \quad (\text{Glg.3.9})$$

und

$$R = 1 - F = 1 \quad \text{für } \sigma \leq \sigma_u \quad (\text{Glg.3.10})$$

In Glg. (3.9) bezeichnen  $V_0$  ein Normierungsvolumen (z. B.  $1 \text{ mm}^3$ ),  $m$  den Weibull Modul und  $\sigma_0$  die charakteristische Festigkeit ( $R(V, \sigma_0) = 37 \%$ , d. h. jene Spannung bei der 63% der Proben versagen). Der Weibull-Modul ist ein Maß für die Streuung der Festigkeitswerte (ein

großes  $m$  bedeutet dabei eine geringe Streuung). Der Parameter  $\sigma_u$  stellt einen Grenzwert für die Spannung dar. Bei kleineren Spannungen tritt kein Versagen durch spröden Bruch auf.

In der Praxis hat sich gezeigt, dass bei der Auswertung von Messwerten der Wert für  $\sigma_u$  großen Schwankungen unterliegt und de facto mit wenigen Proben nicht zuverlässig ermittelt werden kann. Daher wird in der Regel  $\sigma_u = 0$  gesetzt (siehe Kap. 3.2) und man erhält die 2-Parameterform der Weibullverteilung:

$$F = 1 - \exp \left[ -\frac{V}{V_0} \cdot \left( \frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (\text{Glg. 3.11})$$

Die 2-Parameterform der Weibullverteilung stellt für die Versagenswahrscheinlichkeit einen oberen Grenzwert der 3-Parameterform dar, und die Versagenswahrscheinlichkeit verschwindet auch für sehr kleine Zugbeanspruchungen nicht. In dieser Arbeit wird in der Folge immer die 2-Parameterform verwendet.

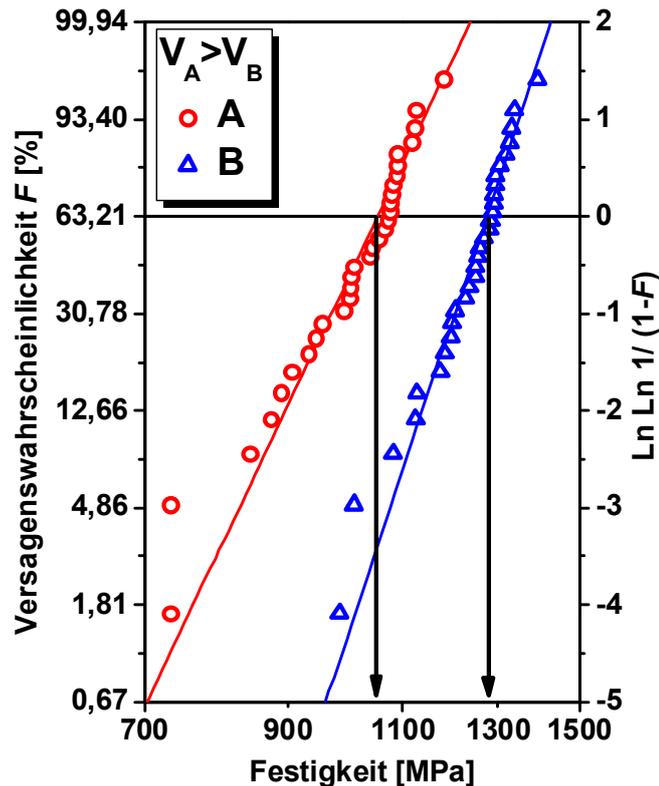
Die Bestimmung der Parameter von  $m$  und  $\sigma_0$  erfolgt nach EN 843-5 [25] unter Verwendung der Maximum-Likelihood Methode, wobei für eine zuverlässige statistische Aussage mindestens 30 Proben je Versuchsserie notwendig sind.

Eine weitere wichtige Publikation zu diesem Thema stammt von Danzer [26], eine sehr gute Zusammenfassung findet sich in [27].

### 3.1.1 Einfluss der Probengröße

Aus der Weibull-Theorie (siehe Glg. 3.11) geht hervor, dass die Größe der Proben einen Einfluss auf die Versagenswahrscheinlichkeit  $F$  hat. Werden zwei Stichproben mit Proben aus dem gleichen Material aber unterschiedlicher Größe geprüft, dann wird die charakteristische Festigkeit der Stichprobe mit den größeren Proben geringer sein als jene der Stichprobe mit den kleineren Proben. Dies erklärt sich daraus, dass die Wahrscheinlichkeit, einen kritischen Fehler in einem größeren beanspruchten Volumen zu finden größer ist, als im kleineren Volumen.

Als Beispiel für den Zusammenhang zwischen der charakteristischen Festigkeit und der Probengröße sind in **Abb. 3.1** die Ergebnisse zweier Probenserien aus dem gleichen  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Material (aber mit unterschiedlicher Größe) in einer Weibull-Darstellung gegenübergestellt. Die Versuche wurden unter Verwendung des 4-Kugelversuches durchgeführt. Serie A besitzt eine charakteristische Festigkeit  $\sigma_0$  von 1053 MPa ( $V_{\text{eff},A} = 0,28 \text{ mm}^3$ ,  $m = 12,4$ ), während die charakteristische Festigkeit  $\sigma_0$  von Serie B 1275 MPa ( $V_{\text{eff},B} = 0,0006 \text{ mm}^3$ ,  $m = 17,7$ ) beträgt.



**Abb. 3.1:** Einfluss des Probenvolumens auf die Festigkeit (Prüfmethode: 4-Kugel-Versuch). In der jeweils gleichen Farbe ist die nach der Maximum-Likelihood Methode berechnete Weibullgerade eingezeichnet. Die unterschiedlichen Steigungen der Weibull-Geraden resultieren aus den unterschiedlichen Weibull-Moduln der beiden Probenserien.

Im Normalfall wird immer das effektive Volumen (d. h. jenes Volumen, das tatsächlich belastet wird) angegeben. Für eine einachsige Zugprüfung entspricht das effektive Volumen dem tatsächlichen Probenvolumen. Für Biegeversuche und vor allem für den 4-Kugel-Versuch ist das effektive Volumen jedoch deutlich geringer als das Probenvolumen. Das effektive Volumen hängt auch vom Weibull-Modul  $m$  ab [27].

Analog dazu gilt dieselbe Abhängigkeit auch für die Oberfläche der Proben.

Effektive Volumina und effektive Oberflächen können mit den Gleichungen (3.12) und (3.13) berechnet werden:

$$V_{eff} = \int_{\sigma>0} \left( \frac{\sigma_{eq}(\vec{r})}{\sigma_{ref}} \right)^m dV \quad \text{bzw.} \quad O_{eff} = \int_{\sigma>0} \left( \frac{\sigma_{eq}(\vec{r})}{\sigma_{ref}} \right)^m dO \quad (\text{Glg.3.12, 3.13})$$

$\sigma_{ref}$  ist eine Vergleichsspannung, die im Allgemeinen so gewählt wird, dass sie gleich der maximalen Zugspannungskomponente in der Probe ist. Das effektive Volumen  $V_{eff}$  und die effektive Oberfläche  $O_{eff}$  entsprechen dem Volumen bzw. der Oberfläche der Probe, in der die höchsten Zugspannungen auftreten. Aus den Glg. 3.12 und 3.13 geht hervor, dass beide (i.e. effektives Volumen und effektive Oberfläche) vom Weibull-Modul abhängen [27].

Für die 4-Punkt-Biegeprüfung können das effektive Volumen  $V_{eff,4}$  und die effektive Oberfläche  $O_{eff,4}$  mit den Gleichungen (3.14) und (3.15) analytisch berechnet werden:

$$V_{eff,4} = L \cdot b \cdot h \cdot \frac{(m+2)}{4 \cdot (m+1)^2} \quad \text{bzw.} \quad O_{eff,4} = L \cdot [h + b(m+1)] \cdot \frac{(m+2)}{2 \cdot (m+1)^2} \quad (\text{Glg.3.14, 3.15})$$

$L$  ist der Abstand der beiden äußeren Auflagerrollen,  $b$  die Breite,  $h$  die Höhe der Probe und  $m$  der Weibull-Modul.

Eine Zusammenfassung dieser Zusammenhänge findet sich in [27], die Umrechnung von Proben mit unterschiedlichen Volumina wird in Kap. 3.2 erläutert.

### **3.2 Umrechnung der Festigkeitswerte aus dem 4-Kugelversuch auf Festigkeitswerte von Biegeproben**

Unter gewissen Voraussetzungen können Ergebnisse von Festigkeitsprüfungen aus Biegeversuchen (dies gilt sowohl für 3-Punktbiegeversuche als auch für 4-Punktbiegeversuche) mit Ergebnissen von Festigkeitsprüfungen aus dem 4-Kugel-Versuch verglichen werden.

Im 4-Kugel-Versuch wird ein relativ kleines effektives Volumen (bzw. eine kleine effektive Oberfläche) mit einem zweiachsigen Spannungszustand beansprucht. Im Gegensatz dazu wird in Biegeversuchen ein wesentlich größeres effektives Volumen (bzw. eine größere effektive Oberfläche) in uniaxialer Belastung geprüft. Daher müssen für einen gültigen Vergleich zwei

Fragestellungen gelöst werden: erstens muss ein Zusammenhang bezüglich der schädigenden Wirkung von einachsiger und zweiachsiger Beanspruchung gefunden werden, d.h. es muss eine geeignete Definition für eine Vergleichsspannung gefunden werden. Zweitens benötigt man ein Verfahren für die Größenextrapolation. Dies wurde aber im Kapitel über die Weibullstatistik (Kap. 3.1.1) bereits erläutert.

Die Vergleichsspannung (für einen allgemeinen Spannungszustand) ist jene einachsige Spannung, bei der das Versagensrisiko gleich wie beim allgemeinen Spannungszustand ist. Die Definition einer geeigneten Vergleichsspannung ist noch Gegenstand der Forschung. Definitionen für Vergleichsspannungen finden sich unter anderem in [28 - 31]. Oft verwendete Vergleichsspannungen bei spröden Werkstoffen basieren auf dem ersten Hauptspannungskriterium [28] und dem Principle of Independent Action (PIA) [29]:

$$\sigma_{eq,1.HS} = \sigma_1 \quad (\text{Glg.3.16})$$

$$\sigma_{eq,PIA} = (\sigma_I^m + \sigma_{II}^m + \sigma_{III}^m)^{1/m} \quad (\text{Glg.3.17})$$

Dabei sind  $\sigma_I$ ,  $\sigma_{II}$  und  $\sigma_{III}$  die Normalspannungskomponenten und  $m$  ist der Weibull-Modul.

Beim ersten Hauptspannungskriterium (Glg. 3.16) wird angenommen, daß bei einem mehrachsigen Spannungsfeld immer die größte Normalspannung versagenskausal ist. Dies berücksichtigt aber z.B. nicht die Möglichkeit, daß Risse inhomogen orientiert sind. Dann kann ein großer Riss, der senkrecht zur Richtung der 2'ten Normalspannung steht, den Bruch auslösen. Beim PIA-Kriterium (Glg. 3.17) werden daher alle Zugspannungskomponenten als unabhängige Beanspruchungen berücksichtigt (für die in dieser Arbeit durchgeführten Vergleiche wird das PIA-Kriterium verwendet). Für einen zweiachsigen (biaxialen) Spannungszustand, so wie er beim 4-Kugel-Versuch im Zentrum der Deckfläche der Probe vorliegt, gilt daher für die Vergleichsspannung ( $\sigma_{\max}$  ist der Maximalwert der 1'ten Hauptspannung):

$$\sigma_{\max,PIA} = 2^{1/m} \cdot \sigma_{\max} \quad (\text{Glg.3.18})$$

Für eine einachsige Belastung, wie sie bei Biegeprüfungen vorkommt, gilt:

$$\sigma_{0,PIA,BP} = \sigma_0 \quad (\text{Glg.3.19})$$

Die Festigkeit  $\sigma_2$  von Proben des Volumens  $V_{eff,2}$  (der Oberfläche  $O_{eff,2}$ ) kann dann aus den Festigkeitswerten  $\sigma_1$  von Proben mit dem Volumen  $V_{eff,1}$  (der Oberfläche  $O_{eff,1}$ ) nach

$$\sigma_2 = \sigma_1 \cdot \left( \frac{V_{eff,1}}{V_{eff,2}} \right)^{1/m}, \quad \sigma_2 = \sigma_1 \cdot \left( \frac{O_{eff,1}}{O_{eff,2}} \right)^{1/m} \quad (\text{Glg.3.20, 3.21})$$

berechnet werden, wobei  $\sigma_1$  und  $\sigma_2$  die entsprechenden äquivalenten Spannungen und  $V_{eff,1}$ ,  $V_{eff,2}$  (bzw.  $O_{eff,1}$ ,  $O_{eff,2}$ ) die entsprechenden effektiven Volumina (bzw. Oberflächen) sind [27].

Diese Auswertformeln gelten natürlich nur, wenn auch die Weibull-Theorie gilt. Sollte sich die Keramik nicht wie ein „Weibull-Material“ verhalten, kann die hier beschriebene Auswertemethodik nicht angewandt werden.

## 4. Grundlagen der Fraktographie

### 4.1 Identifikation von Bruchausgängen

Fraktographische Untersuchungen werden verwendet, um unerwartetes Versagen im Betrieb zu analysieren, das Material zu verbessern und die Qualität eines Produktes zu untersuchen [32]. Bei keramischen Bauteilen, die bei niedrigen Temperaturen eingesetzt werden, ist der am häufigsten auftretende Schadensmechanismus spröder Bruch. Weitere für Keramiken wichtige Schädigungsmechanismen sind unterkritisches Risswachstum, Kriechen, Ermüdung sowie Oxidation und Korrosion [33]).

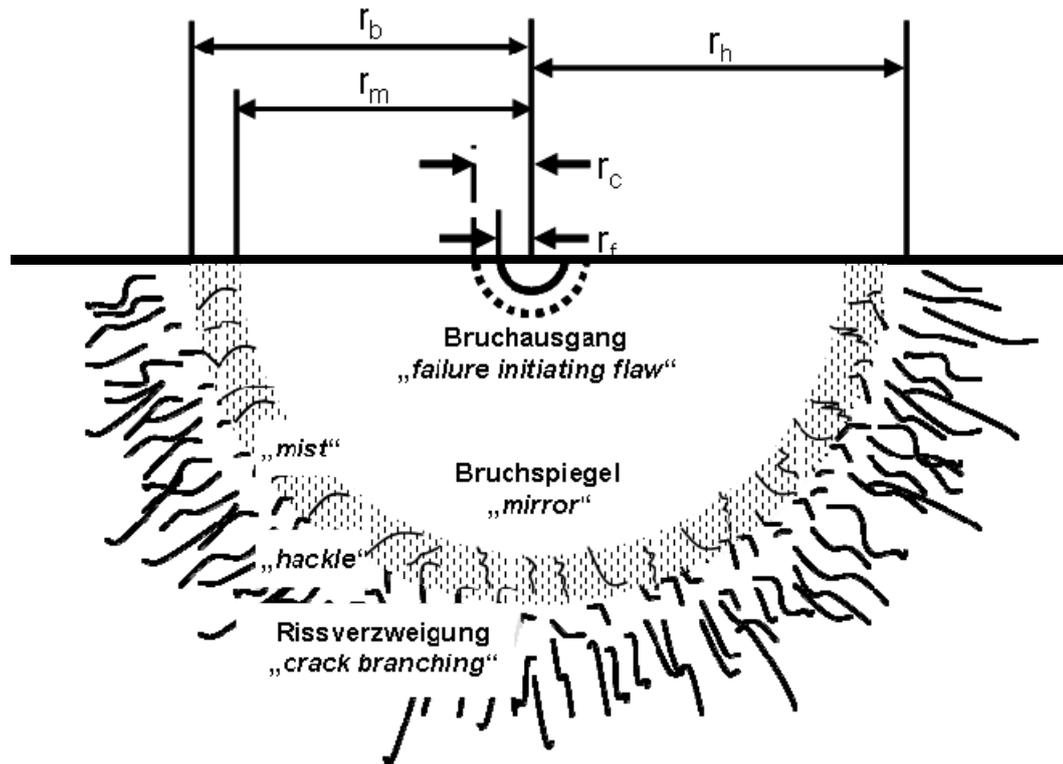
Beim spröden Bruch versagen Werkstoffe aufgrund von Defekten im Volumen oder an der Oberfläche. Beispiele für typische Fehler im Volumen, die bei der Herstellung der Keramik entstehen, sind Poren, Einschlüsse und Agglomerate. Bei Oberflächendefekten handelt es sich hauptsächlich um Fehler, die von der Oberflächenbearbeitung (i.e. Schleifen) stammen oder aber durch unsachgemäßes Handhaben der Bauteile und Proben auf der Oberfläche verursacht werden (Kontaktschäden). Um derartige Defekte zu identifizieren und damit die Ergebnisse der Festigkeitsmessungen besser interpretieren zu können, werden nach Festigkeitsversuchen in der Regel auch fraktographische Untersuchungen durchgeführt.

Beispiele für relevante Publikationen zum Thema Fraktographie stammen von Frechette [34], Rice [35, 36], Mecholsky [37], Dusza [38] und Morrell [39]. Ein sehr guter Überblick über benötigtes Equipment und verschiedene Untersuchungsmethoden findet sich in [40, 41].

#### 4.1.1 Charakteristische Merkmale von Bruchflächen

Unter Zug- oder Biegebeanspruchung wird das Versagen von Gläsern und polykristallinen Keramiken, die keine oder nur geringe Porosität aufweisen, durch die Ausbreitung eines einzelnen Risses verursacht. Das Versagen geht dabei von einem Fehler aus, der ein scharfer Anriss sein kann. Mit fortschreitendem Risswachstum steigt die Risswachstumsgeschwindigkeit bis auf nahezu Schallgeschwindigkeit (d.h. auf einige  $10^3$  m/s) an [36]. Auf der daraus entstehenden Bruchfläche findet man einen relativ flachen, glatten Bereich, der senkrecht zur Zugspannung um den versagensauslösenden Fehler („*failure initiating flaw*“, „*fracture origin*“ oder Bruchausgang) liegt. Dieser Bereich wird Bruchspiegel („*mirror*“) genannt. Der

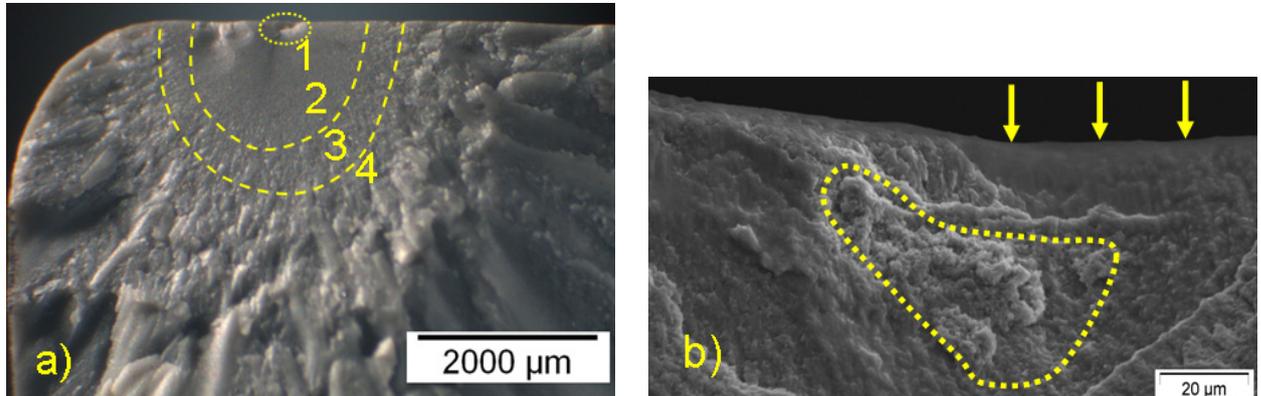
Bruchspiegel wird vom „mist“ begrenzt. Dabei handelt es sich um kurze Riefen die in Richtung der Rissausbreitung orientiert sind. Dieser Bereich geht in ähnliche, längere Riefen, die „hackle“ genannt werden, über. Ist die Probe groß genug, so kann man bei weiterer Rissausbreitung auch eine makroskopisch beobachtbare Verzweigung der Risse („*crack branching*“), finden [35, 40]. **Abb. 4.1** zeigt eine Schemazeichnung eines idealisierten Teils einer Bruchfläche mit den zugehörigen Merkmalen (nach Rice und Quinn).



**Abb. 4.1:** Schematische Darstellung eines Teils einer Bruchfläche, zugehörige Merkmale und ihre Radien nach Rice und Quinn.  $r_f$  ist der Radius des bruchauslösenden Fehlers der entweder sofort kritisch ist oder unter Belastung bis hin zu einer kritischen Größe  $r_c$  wachsen kann.  $r_m$  ist der Radius des Bruchspiegels (auch „*mirror-mist boundary*“),  $r_h$  der Radius der „*hackle*“-Grenze und  $r_b$  der Radius der Grenze der Rissverzweigung („*crack branching*“). Die einzelnen Bereiche sind in der Regel nicht klar abgegrenzt.

Die Stabilität der Rissausbreitungsrichtung hängt stark von der Rissausbreitungsrate ab. Wenn die Rissgeschwindigkeit annähernd die Schallgeschwindigkeit erreicht, wird der Riss instabil und es kommt zur Rissverzweigung [42]. Auf der Bruchfläche kennzeichnet das Gebiet des „mist“ den Übergang von stabilem hin zu instabilem Risswachstum. Im Gebiet des „hackle“ verursacht Rissverzweigung ein Verdrehen und Umklappen der Rissebenen. Auf der Bruchfläche erkennbare Bruchstrahlen sind die Schnittlinien von Bruchebenen mit unterschiedlichen Orientierungen.

Beispielhaft sind in den **Abb. 4.2.a** und **4.2.b** eine Überblicksaufnahme eines Teils der Bruchfläche eines Bauteils aus  $\text{Si}_3\text{N}_4$  (FSNI-grau) und der zugehörige Bruchausgang in stärkerer Vergrößerung dargestellt.



**Abb. 4.2.a:** Teil der Bruchfläche eines Bauteils aus Siliziumnitrid (FSNI-grau). Der annähernd halbkreisförmige Bruchspiegel (2) lässt sich sehr gut erkennen, eine Abschätzung der während des Bruches auftretenden Spannung nach Glg. 4.6 ergibt einen Wert von ungefähr 250 MPa. Die vom Bruchausgang (1) ausgehenden Bruchstrahlen können in diesem Fall leicht identifiziert werden. Bemerkung: Bruchstrahlen sind die Schnittlinien von Bruchebenen mit unterschiedlichen Orientierungen. Ebenfalls gut erkennbar sind die „mist/hackle“ Zone (3) sowie das Gebiet der Rissverzweigung (4).

**Abb. 4.2.b:** Beim Bruchausgang handelt es sich um einen Bearbeitungsfehler (Pfeile). Die darunter liegenden poröse Zone (gepunktete Linie) kann bei der Entstehung des Bearbeitungsrisse eine Rolle gespielt haben, war aber vermutlich allein nicht versagenskausal [43].

In der Realität gibt es zwischen den einzelnen Bereichen keine klaren Grenzen, sie gehen oft fließend ineinander über. Diese Charakteristika sind vor allem bei dichten Silikatgläsern, wo sie auch zuerst beschrieben wurden, gut erkennbar [35]. In polykristallinen Keramiken sind diese Merkmale manchmal von groben Gefügeelementen überdeckt und können daher oft nur sehr schwer oder überhaupt nicht identifiziert werden.

#### 4.1.2 Bruchmechanischer Zugang zur Berechnung der Fehlergröße

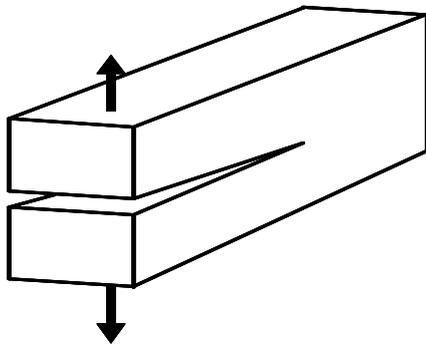
Da sich keramische Werkstoffe in der Regel linear-elastisch verhalten, kann der Sprödbbruch mit Hilfe der linear-elastischen Bruchmechanik (LEBM) beschrieben werden. Die kritische Fehlergröße kann mit Hilfe der LEBM berechnet werden. Die Grundlagen der LEBM gehen auf die Arbeiten von Griffith [44, 45] zurück. Griffith hat gezeigt, dass die Festigkeit einer Platte aus einem spröden Werkstoff, welches einen schmalen ellipsenförmigen Fehler mit der Länge  $2a$  enthält und die mit einer homogenen Zugspannung beaufschlagt wird, durch

$$\sigma_f = \sqrt{\frac{E \cdot G_c}{\pi \cdot a}} \quad (\text{Glg.4.1})$$

gegeben ist, wobei  $\sigma_f$  die Bruchspannung,  $E$  der Elastizitätsmodul und  $G_c$  die Energie pro neu geschaffener Bruchfläche sind. Je größer die Fehlergröße  $a$  ist, desto geringer ist die Festigkeit des Materials. Griffiths Formel wurde unter der Voraussetzung hergeleitet, dass sich ein Riss spontan ausbreitet, wenn die bei der Rissausbreitung geleistete Arbeit ( $\delta W$ ) größer (oder zumindest gleich) der Summe der aufgrund der Rissausbreitung erfolgten Änderung der elastischen Energie ( $\delta U_{el}$ ) und jener Energie, die zur Erzeugung der neuen Rissfläche benötigt wird ( $G_c \cdot t \cdot \delta a$ ), ist.

$$\delta W \geq \delta U_{el} + G_c \cdot t \delta a \quad (\text{Glg.4.2})^4$$

Auf den Arbeiten von Griffith bauen die Theorien von Irwin auf [46]. Irwin analysierte das Spannungsfeld an der Risspitze. Die Intensität des Spannungsfeldes an der Risspitze wird dabei durch den Term  $K_I$  (Spannungsintensitätsfaktor SIF, Mode I) beschrieben.



**Abb. 4.3:** Rissöffnungsart nach Mode I. Im Allgemeinen stellt diese Art der Belastung für Keramiken die kritische Belastung von Rissen dar.

Eine Mode I-Belastung (**Abb.4.3**) beschreibt eine Belastungssituation bei der die Kräfte senkrecht zur Rissebene wirken. Das Spannungsfeld an der Risspitze ist proportional zu  $K_I$ . Zur Rissausbreitung kommt es, wenn  $K_I$  einen kritischen Wert, den kritischen Spannungsintensitätsfaktor (oder auch Bruchzähigkeit genannt)  $K_{IC}$ , erreicht. Der Spannungsintensitätsfaktor  $K_I$  ist definiert durch:

$$K_I = \sigma \cdot Y \cdot \sqrt{\pi \cdot a} \quad (\text{Glg.4.3})$$

<sup>4</sup> Glg. 4.2 geht von der Voraussetzung aus, dass der Bauteil plattenförmig ist, wobei  $t$  die Dicke der Platte,  $G_c$  die Energie der Einheitsfläche die beim Entstehen der neuen Rissfläche absorbiert wird und  $\delta a$  der Rissfortschritt ist.  $t \delta a$  steht somit für die neu entwickelte Rissfläche.

Versagen tritt auf wenn der Spannungsintensitätsfaktor die Bruchzähigkeit überschreitet:

$$K_I \geq K_{Ic} . \quad (\text{Glg.4.4})$$

$\sigma$  ist die an der Probe anliegende Spannung,  $a$  die Defektgröße und  $Y$  ein dimensionsloser Geometriefaktor, der Form und Lage der Defekte beschreibt<sup>5</sup>.

Bei Festigkeitsversuchen wird die Belastung stetig erhöht. Dabei erhöht sich auch der Spannungsintensitätsfaktor,  $K_I$ , bis er seinen kritischen Wert  $K_{IC}$  (Bruchzähigkeit) erreicht. Die kritische Fehlergröße  $a_c$  (Griffithrissgröße) ist:

$$a_c = \frac{1}{\pi} \cdot \left( \frac{K_{Ic}}{Y \cdot \sigma_f} \right)^2 . \quad (\text{Glg.4.5})$$

Sie ist in der Regel geringfügig größer, als der auf einer Bruchfläche erkennbare Defekt [32]. Dies kann z. B. auf unterkritisches Risswachstum zurückzuführen sein, das auch vor Erreichen der Bruchzähigkeit stattfindet. Eine exakte Berechnung der kritischen Fehlergröße ist aber nur schwer möglich, da der Geometriefaktor und die Bruchzähigkeit (an der Stelle des Fehlers) normalerweise nur ungenau bekannt sind.

Die Messwerte der Bruchzähigkeit hängen auch von der Versuchsmethode ab, mit der sie bestimmt wurden. Um Werte für die Bruchzähigkeit korrekt interpretieren zu können muss daher die Messmethode bekannt sein. In dieser Arbeit wurde zur Bestimmung der Bruchzähigkeit der verwendeten Werkstoffe die SEVNB („single edge V-notch beam“) – Methode [47 - 49] verwendet, da für diese Methode die Werte für den Geometriefaktor ausreichend genau bekannt sind und die Methode gut reproduzierbare Werte liefert. Typische Bruchzähigkeiten von Hochleistungskeramiken liegen im Bereich zwischen 3 und 8 MPa·√m (zum Vergleich: die Bruchzähigkeit eines handelsüblichen Cr-Ni-Stahls liegt um 100 MPa·√m, jene von Grauguss beträgt ca. 20 MPa·√m).

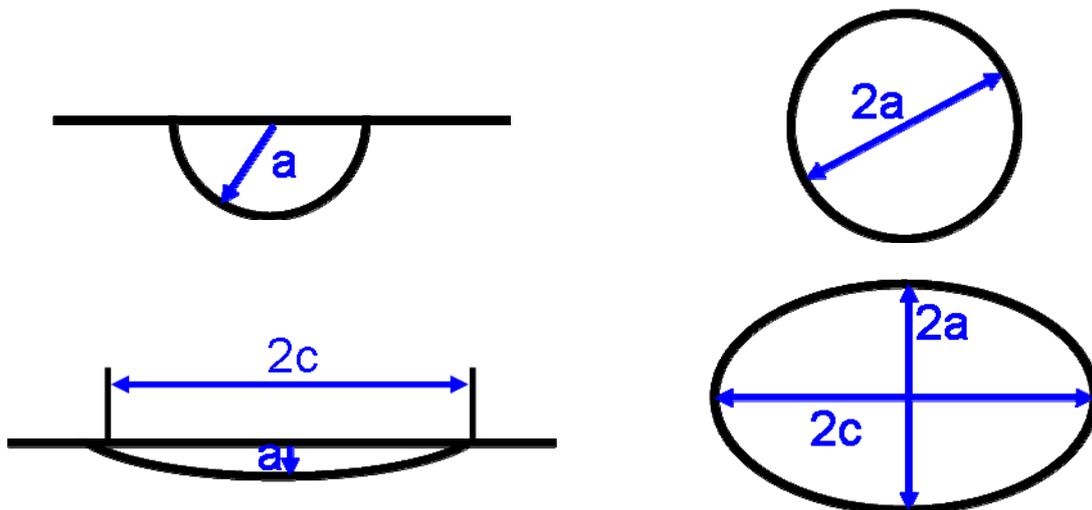
Für die im Folgenden durchgeführten Analysen wird angenommen, dass Oberflächenfehler wesentlich länger als tief sind ( $c \gg a$ ). Dann kann als Geometriefaktor  $Y = 1,12$  verwendet

---

<sup>5</sup> Vorsicht: in einigen Veröffentlichungen wie z. B. in [40] enthält  $Y$  auch das  $\pi$  aus Glg. 4.4, so dass gilt:  $Y \rightarrow Y\sqrt{\pi}$ .

werden. Für Volumenfehler wird die „penny-shaped crack“ Geometrie angenommen. Der entsprechende Geometriefaktor ist  $Y = 2/\pi$  [40, 50,]. Weitere Geometriefaktoren finden sich in [51].

In den **Abb. 4.4** und **4.5** sind einige typische Fehlergeometrien für Oberflächenfehler und Volumenfehler in vereinfachter Form dargestellt.



**Abb. 4.4:** Oberflächenfehler (oben: „half-penny surface crack“, unten: „half-elliptical surface crack“).

**Abb. 4.5:** Volumenfehler (oben: „penny-shaped crack“, unten: „elliptical crack“).

Aus der Größe des Bruchspiegels kann man die beim Versagen wirkende Spannung geschätzt werden:

$$M_i = \sigma_f \sqrt{r_i}, \quad \frac{a}{r_i} = \frac{K_{iC}^2}{Y^2 \cdot M_i^2 \cdot \pi} \quad (\text{Glg.4.6 a, b})$$

$M_i$  ist eine Materialkonstante (Bruchspiegelkonstante) und  $r_i$  der Radius des jeweiligen Bereiches (z. B. der zugehörigen Grenze „mist-mirror“  $r_m$  oder „mist-hackle“  $r_b$ ). Die Bestimmung der Konstanten und die Messung der Größe des Radius hängen natürlich von den Beobachtungsbedingungen und dem Beobachter ab und können dementsprechend differieren [37]. Werte für verschiedene Bruchspiegelkonstanten  $M_i$  findet man in [37, 39, 40].

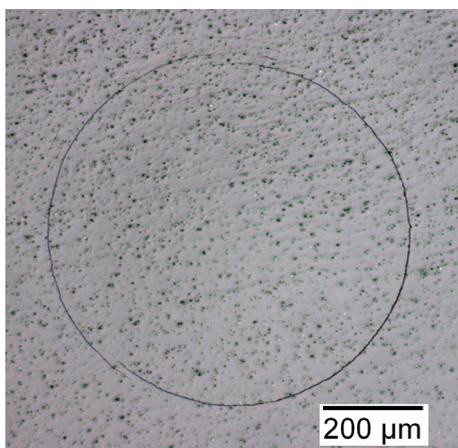
## 5. Experimentelle Einflüsse auf die Ergebnisse von Festigkeitsmessungen

### 5.1 Kontaktbeanspruchungen

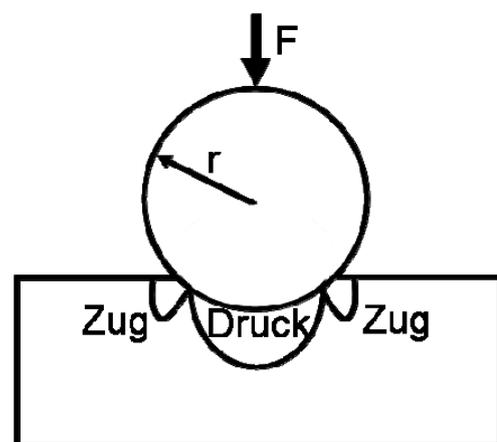
Beim 4-Kugel Versuch kann es im Kontaktbereich zwischen Probe und Kugeln zum Auftreten von Hertzchen Kontaktspannungen kommen. Sind die für den Versuch verwendeten Kugeln zu klein oder die Proben zu dick bzw. die während des Versuchs auftretenden Kräfte zu groß, so können diese Spannungen größer als die Prüfspannung werden. Dieser Fall kann vor allem bei Proben mit hoher Festigkeit eintreten. Geht das Versagen von einem derartigen Kontaktbereich aus, muss der Versuch als ungültig gewertet werden.

#### 5.1.1 Berechnung von Hertzchen Kontaktspannungen

Zu den Fragen, die beim Konstruieren mit Keramiken auftreten gehört, welche Auswirkungen Kontaktschäden auf die Festigkeit haben können. Beim Kontakt von Kugeln und Platten entstehen in den Platten Zugspannungen, die in spröden Werkstoffen zur Entstehung von Kontaktschäden (Hertz-Risse) führen können [52, 53]. In **Abb. 5.1** ist so ein Hertz-Riss in einer Siliziumnitridkeramik (SL200B), der mit einer Stahlkugel mit einem Durchmesser von 5 mm und einer Last von 4000 N erzeugt wurde, dargestellt (Bemerkung: erste Schädigungen konnten bei lichtmikroskopischer Beobachtung bereits bei einer Belastung von 3500 N festgestellt werden. **Abb. 5.2** zeigt eine schematische Darstellung der Belastungssituation zwischen Kugel und Platte.



**Abb. 5.1:** Hertz-Riss in einer Siliziumnitridkeramik (Last 4000 N, Kugeldurchmesser 5 mm). Material Siliziumnitrid SL200B, E-Modul 305 GPa.



**Abb. 5.2:** Schematische Darstellung der Belastungssituation beim Kontakt zwischen einer Kugel und einer Platte.

Hertz hat das Spannungsfeld bei einem Kontakt zwischen einer Kugel und einer Platte beschrieben [52]. In der Platte treten Zugspannungen an der der Kontaktfläche auf. Der Maximalwert der Zugspannungen ist:

$$\sigma_{t,\max} = \frac{(1-2\nu)}{3} \cdot \left( \frac{3 \cdot F}{2 \cdot \pi \cdot a^2} \right), \quad (\text{Glg.5.1})$$

wobei  $F$  die Kraft ist, mit der die Kugel auf die Kontaktfläche gepresst wird. Die Poisson'sche Querszahl ist  $\nu$ . Der Radius der Kontaktfläche,  $a$ , berechnet sich zu:

$$a = \left( \frac{3 \cdot F \cdot r}{2 \cdot E^*} \right)^{1/3}, \quad (\text{Glg.5.2})$$

wobei  $r$  der Radius der Kugel ist.  $E^*$  ist ein „mittlerer Elastizitätsmodul“, der sich aus den Elastizitätsmoduln der Werkstoffe der Kugel und der Platte ( $E_1, E_2$ ) errechnet [52]:

$$E^* = \frac{2 \cdot E_1 \cdot E_2}{(1-\nu_1)^2 \cdot E_2 + (1-\nu_2)^2 \cdot E_1}. \quad (\text{Glg.5.3})$$

berechnen lässt.

Eine einfache Näherung für eine Poissonzahl von  $\nu = 1/3$  findet man in [54]:

$$\sigma_{H,t} \approx \frac{F}{6 \cdot \pi \cdot a^2} \quad (\text{Glg.5.4})$$

Die Kontaktfläche kann durch

$$\pi \cdot a^2 = \frac{\pi}{2} \cdot \left( \frac{F \cdot r}{E} \right)^{2/3} \quad (\text{Glg.5.5})$$

genähert werden, wobei  $a, r, E$  und  $F$  der Radius der Kontaktfläche, der Radius der Kugel, der Elastizitätsmodul der Kugel und die Prüfkraft sind.

### **5.1.2 Untersuchungen an Aluminiumoxid**

Börger hat erste Versuche zur Ermittlung des Einflusses von Kontaktspannungen auf die Ergebnisse des 4-Kugelversuchs an Scheiben aus Aluminiumoxid (AL23) durchgeführt [4]. Mittels Brinellkugeln (Durchmesser 1 und 2,5 mm) wurden dabei Eindrücke mit verschiedenen Lasten in die Oberfläche der Scheiben eingebracht um die kritische Last zu bestimmen. Erste leichte Schädigungen wurden dabei bei einer Last von 1206 N (Durchmesser der Kugel 2,5 mm) gefunden. Bei Eindrücken mit einem Kugeldurchmesser von 1 mm wurde als kritische Last ein Wert von 180 N ermittelt. Für 4-Kugelversuche im Standardprüfbereich kann ausgeschlossen werden, dass unter der Lastkugel (und schon gar nicht unter den Auflagerkugeln) Hertz-Risse entstehen [4]. Daher ist eine Schädigung im Kräfteinleitungsbereich als Einflussgröße auf die 4-Kugelfestigkeit von AL23 in diesem Fall ebenfalls auszuschließen.

## **5.2 Auswirkung der Oberflächenbearbeitung auf die Festigkeit**

Durch die Oberflächenbearbeitung keramischer Werkstoffe werden Defekte in die Oberfläche eingebracht. Erreichen diese Defekte eine kritische Größe kommt es unter Beanspruchung zum Versagen des Bauteils bzw. der Probe. Dabei sind Zugspannungen wesentlich gefährlicher als Druckspannungen. Die Qualität der Oberfläche der Zugseite der Proben hat einen großen Einfluss auf das Ergebnis von Festigkeitsmessungen (konsequenterweise hat natürlich auch die Qualität der Oberfläche von Bauteilen einen Einfluss auf das Betriebsverhalten).

### **5.2.1 Einflüsse durch die Parameter des Schleifvorgangs**

Zwischen der Oberflächenqualität von keramischen Bauteilen und Proben und ihrer Standzeit bzw. Festigkeit bestehen komplexe Zusammenhänge. Während die Körnung der Schleifkörner großen Einfluss auf die Qualität der Oberflächen hat, konnten z. B. Pfeiffer und Hollstein keinen Hinweis auf einen möglichen Einfluss der Schleifgeschwindigkeit auf die Oberflächenqualität und Festigkeit von in Längsrichtung geschliffenen Biegeproben finden [55]. In [55] wurde auch gezeigt, dass ein Abstumpfen oder Ausbrechen der Schleifkörner großen Einfluss auf die Oberflächenqualität von Biegeproben haben und in Folge große Unterschiede bei Festigkeitsmessungen bewirken kann.

### **5.2.2 Einfluss des Schmiermittels**

Durch Zugabe von Additiven zu den üblichen Schmiermitteln kann die Abtraggeschwindigkeit des Materials beeinflusst werden. Durch diese Additive kann es aber auch zu Wechselwirkungen mit dem zu bearbeitenden Material kommen. Der Einfluss von Additiven ist komplex und hat unter anderem Auswirkungen auf den Reibungskoeffizienten, die Verschleißrate der abrasiven Partikel, sowie die mechanischen Eigenschaften der Oberfläche [56, 57]. Zum Beispiel oxidiert Siliziumnitrid in Gegenwart von Luft und Wasser bei höheren Temperaturen, wobei es zur Bildung von  $\text{SiO}_2$  kommt [58]. Solche Einflüsse können eine Veränderung der Festigkeit der bearbeiteten Keramiken zur Folge haben.

### **5.2.3 Einfluss des Gefüges auf die Bearbeitungsparameter**

Nach Rice benötigt man für das Schleifen von Keramiken, die ein feinkörniges Gefüge besitzen, höhere Kräfte und längere Zeiten als für ein grobkörniges Gefüge. Eine (gleichverteilte) Porosität erhöht den Abtrag, führt aber auch zu einer größeren Unebenheit der Probenoberfläche. Dagegen hat das Bearbeiten grobkörniger Keramiken (mit Poren) keinen so großen Einfluss auf die Festigkeit, weil die eingebrachten Fehler kleiner als jene sind, die bereits im Material vorliegen [35, 36].

### **5.2.4 Einfluss von Eigenspannungen auf die mechanischen Eigenschaften**

Durch den mechanischen Abtrag von Material (i. e. Schleifen, Läppen, Polieren) werden in der Regel Schäden in der Oberfläche verursacht. Weiters entstehen knapp unter der Oberfläche Druck- und Zugeigenspannungen, die Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften der Probe bzw. des Bauteils nehmen können<sup>6</sup>. Während es durch die Oberflächenschäden in der Regel zu einer Verringerung der Festigkeit kommt, können Druckeigenspannungen die Festigkeit von Keramiken erhöhen. So wurden Druckeigenspannungen in abgeschliffenem Glas bereits 1922 nachgewiesen [59]. Marshall et al. beschreiben Druckeigenspannungen in Siliziumnitrid, die mittels Eindruckverfahren und Biegung von dünnen Platten, deren Oberflächen an einer Seite bearbeitet wurden, gemessen wurden [60, 61].

---

<sup>6</sup> Weitere Möglichkeiten durch die Oberflächendruckeigenspannungen entstehen können sind rasches Abschrecken nach einer Wärmebehandlung, Beschichten mittels PVD und CVD und Umwandlungsverstärkung. Auf diese Möglichkeiten wird in dieser Arbeit aber nicht näher eingegangen.

Die Entstehung von Eigenspannungen durch eine Oberflächenbearbeitung ist nicht nur auf stark geschädigte Oberflächen beschränkt. Hockey zeigte, dass Druckeigenspannungen auch in dünnen Folien einer  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Keramik vorkommen [62].

Viele Studien über die Bearbeitung von Oberflächen haben gezeigt, dass sich in unmittelbarer Nähe der Oberfläche eine Schicht mit Druckeigenspannungen ausbildet. Pfeiffer and Hollstein geben beispielsweise für eine bearbeitete Siliziumnitridkeramik Druckeigenspannungen in der Größenordnung von 100 – 150 MPa in einer Tiefe von 5 – 10  $\mu\text{m}$  unter der Oberfläche an [63]. Diese Spannungen nehmen in die Tiefe schnell ab. In einer Tiefe von ungefähr 10 – 20  $\mu\text{m}$  entsteht eine weitere Schicht, in der Zugeigenspannungen vorkommen [60, 61, 64]. Die Auswirkungen von Eigenspannungen auf einen Fehler hängen auch stark vom Spannungsgradienten und der Größe des Fehlers ab. Daher ist der Netto-Effekt von Eigenspannungen auf einen Bearbeitungsfehler oft gering und nur schwer vorherzusagen.

Da Eigenspannungen außerdem von der Bearbeitungsrichtung abhängen, sind Spannungen in Schleifrichtung kleiner als Spannungen senkrecht zur Bearbeitungsrichtung. Beispielsweise wurde in [55] gezeigt, dass der Effekt einer Festigkeitserhöhung durch Druckeigenspannungen bei in Längsrichtung geschliffenen Biegeproben vernachlässigbar klein ist und dieser Effekt sich nur bei in Querrichtung geschliffenen Proben positiv auf die Festigkeit auswirken kann (nach [17] dürfen Biegeproben aber nur in Längsrichtung geschliffen werden). Johnson-Walls et al. [65] haben durch Untersuchungen an Siliziumnitrid außerdem festgestellt, dass die Größe der Eigenspannungen mit der Härte des Materials ansteigt.

Insgesamt gesehen können die auf einen bruchauslösenden Defekt wirkenden Zugspannungen durch Druckeigenspannungen in Oberflächennähe verringert werden<sup>7</sup>. Das heißt, dass man durch eine gezielte Bearbeitung die mechanischen Eigenschaften eines Bauteils bzw. einer Probe verbessern kann.

---

<sup>7</sup> Da Druckeigenspannungen nur in unmittelbarer Nähe der Oberfläche vorhanden sind, haben diese keinen Einfluss auf Defekte, die im Volumen der Probe zu finden sind.

### 5.2.5 Messungen von Eigenspannungen

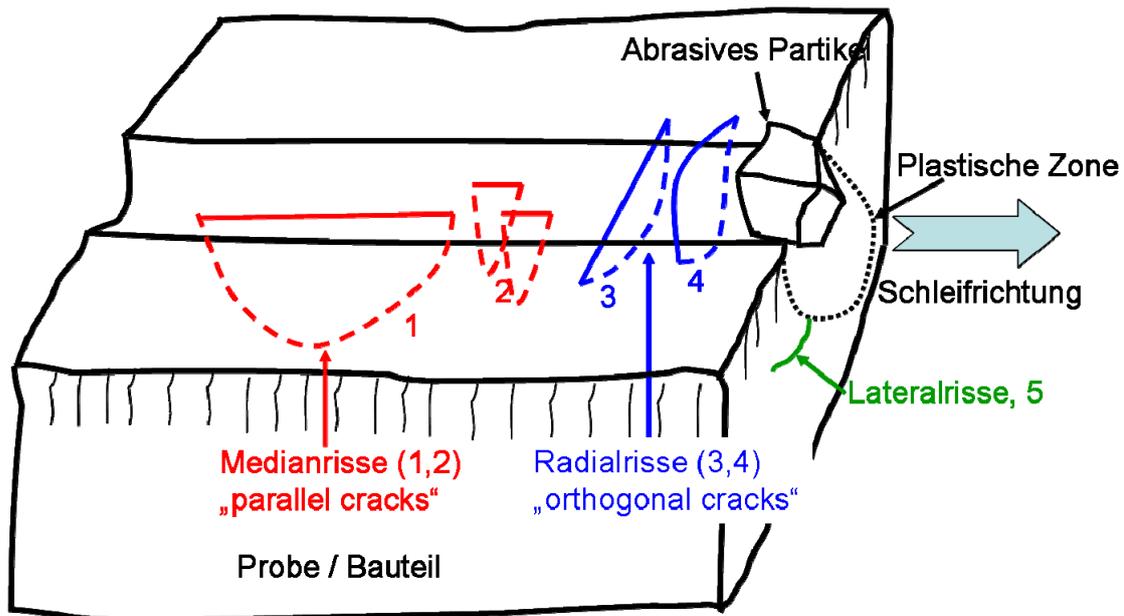
Die Bestimmung von Eigenspannungen in dünnen Oberflächenschichten ist schwierig, zeitaufwändig und meist sind die Ergebnisse auch sehr ungenau. Erste Verfahren wurden zur Messung von Eigenspannungen in Metallen entwickelt. Grossmann und Fullrath beschreiben 1961 erste erfolgreiche Eigenspannungsmessungen mit dem Röntgenverfahren an einem  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Glas}$ - und einem  $\text{ThO}_2/\text{Glas}$  System. [66]. Da mit diesem Verfahren nur Oberflächen-eigenspannungen gemessen werden, eignet es sich besonders zur Bestimmung von Eigenspannungen, die durch Oberflächenbearbeitung in das Material eingebracht wurden. Weiterentwicklungen dieses Verfahrens werden bis heute zur reproduzierbaren Messung von Eigenspannungen in Keramiken verwendet (z. B. das  $\sin^2\psi$ -Verfahren) [67].

### 5.3 Schädigungen durch die Oberflächenbearbeitung

Um die Auswirkungen von Bearbeitungsvorgängen auf die Oberfläche einer Probe zu verstehen, ist es nötig, die an der Grenzfläche Werkzeug – Oberfläche entstehenden Fehler zu erkennen. Gute Beschreibungen von Schäden, die durch Bearbeitungsvorgänge in die Oberfläche von Proben eingebracht werden sowie eine Beschreibung des fraktographischen Zugangs finden sich u. a. in Arbeiten von Quinn, Rice, Mecholsky und Hollstein [68 - 71].

Als Schleifstoffe werden im Allgemeinen Granulate mit unterschiedlicher Korngröße in fester oder loser Einbindung verwendet. Aufgrund der hohen Härte keramischer Werkstoffe werden für die Oberflächenbearbeitung hauptsächlich Diamantschleifscheiben verwendet. Die Kanten der abrasiven Partikel werden dabei als Schneidkeile wirksam. Durch diese Partikel werden Kratzer in die Probenoberfläche eingebracht, wobei die Kratzer meist größer sind, als die sie verursachenden Partikel. Im Grund dieser Kratzer treten hohe Spannungen und (über kurze Zeiträume) hohe Temperaturen auf, das angrenzende Material steht unter Druck und wird plastisch verformt. Wenn sich das abrasive Partikel aus dem jeweiligen Bereich entfernt kommt es zu einer Rückverformung. Durch die dabei auftretenden Zugspannungen entstehen Risse und Abplatzer.

**Abb. 5.3** zeigt eine schematische Darstellung der Risse, die durch eine Schleifbehandlung in die Oberfläche einer Probe eingebracht werden können (nach Quinn und Hollstein, [68, 69, 71]).



**Abb. 5.3:** Schematische Darstellung von Schleiffehlern. Die Schleifrichtung verläuft von links nach rechts. Es kommt zur Entstehung von Median-Rissen („parallel cracks“), Radial-Rissen („orthogonal cracks“) sowie Lateralrisen. Bei Median-Rissen unterscheidet man zwischen langen, koplanaren (1) und kurzen, überlappenden (2) Rissen, die parallel zur Schleifrichtung liegen. Radialrisse bilden sich normal zur Schleifrichtung aus und treten gerade (3, „straight crack“) oder in gebogener Form (4, „bowed crack“) auf. Radialrisse erreichen maximal die Tiefe der Medianrisse [68, 69]. Hollstein beschreibt eine weitere Art von Rissen (5, Lateralrisse), die parallel zur Oberfläche liegen und von der plastischen Zone ausgehen [71].

Man unterscheidet drei Arten von Rissen [68, 69, 71]:

1.) Medianrisse („parallel-cracks“, 1, 2): Medianrisse liegen parallel zur Schleifrichtung und senkrecht zur Oberfläche und entstehen durch die hohen Spannungen am Grund des Kratzers. Diese Art von Rissen führt aufgrund ihrer Länge und Tiefe zur stärksten Reduktion der Festigkeit der Probe.

2.) Radialrisse („orthogonal-cracks“, 3, 4): Radialrisse entstehen als Resultat von „impacts“ oder Eindrücken und erstrecken sich in radialer Richtung vom Einschlagspunkt weg. Da Radialrisse nicht so lang und tief wie Medianrisse sind, vermindern sie die Festigkeit weniger stark.

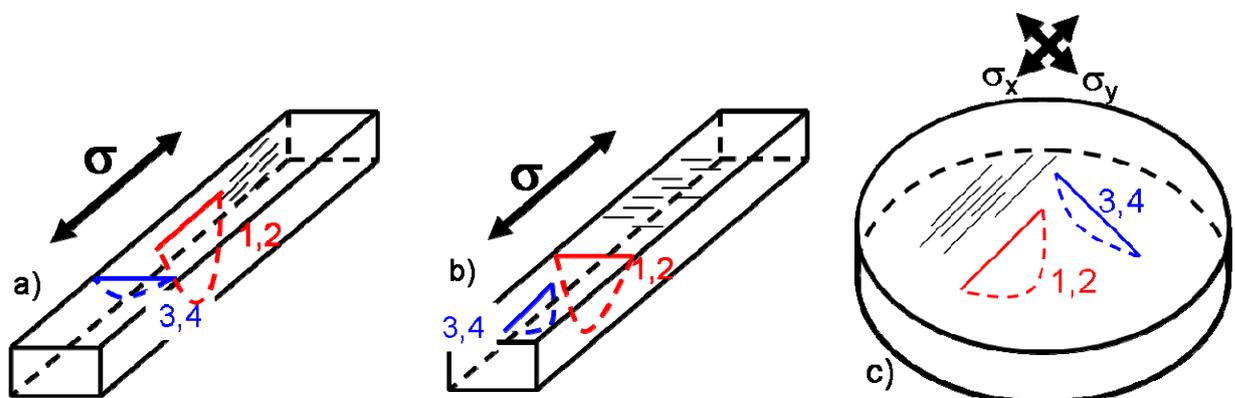
3.) Lateralrisse (5): Diese Risse, die parallel zur Oberfläche liegen, und von der plastisch verformten Zone ausgehen, entstehen bei hohen Druckbeanspruchungen durch das Schleifkorn als Resultat der hohen Zugspannungen, die an der Grenze der plastischen Zone vorkommen. Sie bilden sich erst wenn das Material relaxiert nachdem sich das abrasive Partikel entfernt hat.

Weiters können durch den Schleifvorgang Löcher („pits“) und Mikrorisse in die Oberfläche eingebracht, sowie mikroplastische Deformationen in Oberflächennähe verursacht werden [56].

### 5.3.1 Beispiele für Auswirkungen von Bearbeitungsfehlern auf die Festigkeit

Im Biegeversuch wird ein uniaxialer Spannungszustand in die Probe eingebracht. Wie in Kap. 5.3 beschrieben, sind Medianrisse (1, 2) aufgrund ihrer größeren Länge gefährlicher als Radialrisse (3, 4). Daher hängt die Festigkeit stark von der Bearbeitungsrichtung der Zugseite der Proben ab. Werden Biegeproben in longitudinaler Richtung geschliffen (**Abb. 5.4.a**) liegen die Medianrisse ebenfalls in longitudinaler Richtung. In diesem Fall werden hauptsächlich die (weniger gefährlichen) Radialrisse, die senkrecht zur Richtung der Spannung liegen, aktiviert. Erfolgt der Schleifvorgang dagegen in transversaler Richtung, (**Abb. 5.4.b**) liegen die gefährlicheren Medianrisse normal zur Spannungsrichtung und werden zu einem Abfall der Festigkeit führen [68, 69]. Aus diesem Grund wird in der Norm zur Prüfung von Biegeproben [17] vorgeschrieben, dass die Proben in Längsrichtung geschliffen werden müssen.

Im 4-Kugel Versuch wird ein biaxialer Spannungszustand in die Probe eingebracht. Daher wird jeder Riss, egal in welche Richtung er sich erstreckt, in mode I belastet und kann Einfluss auf die Festigkeitsmessung nehmen (**Abb. 5.4.c**). Da im 4-Kugel-Versuch die höchsten Spannungen auf der der Lastkugel gegenüberliegenden Seite auftreten (i. a. im Zentrum der Probe) und die Spannungen in radialer Richtung sehr schnell abnehmen, muss sich der Riss aber in der Mitte der Probe befinden, um einen Einfluss auf die Festigkeit zu haben.



**Abb. 5.4.a und b:** Schematische Darstellung einer Biegeprobe, **a)** in longitudinaler Richtung geschliffen, **b)** in transversaler Richtung geschliffen. In Fall **a)** werden die weniger gefährlichen Radialrisse aktiviert (3, 4), in Fall **b)** führen die normal zur Spannungsrichtung liegenden Medianrisse (1, 2) zu einer Verminderung der Festigkeit.

**Abb. 5.4.c:** Im 4-Kugel-Versuch wird ein biaxialer Spannungszustand in die Probe eingebracht, daher kann jeder Riss (wenn er sich im Zentrum der Probe befindet) als kritischer Fehler wirken.

Wie groß der Einfluss der durch Bearbeitung eingebrachte Oberflächenfehler speziell bei hochfesten, spröden Werkstoffen sein kann zeigt folgendes Beispiel: für eine Funktionskeramik (charakteristische Festigkeit 100 MPa, Bruchzähigkeit  $1,3 \text{ MPa} \times \sqrt{\text{m}}$ ,  $Y_{\text{Oberflächenfehler}}=1,12$ ) berechnet sich die kritische Tiefe für Oberflächenfehler nach Griffith zu  $43 \text{ } \mu\text{m}$ . Bei einer hochfesten Siliziumnitridkeramik (charakteristische Festigkeit 1000 MPa, Bruchzähigkeit  $5 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ ,  $Y_{\text{Oberflächenfehler}}=1,12$ ) beträgt die kritische Größe (nach Griffith) für Oberflächendefekte dagegen nur mehr  $6 \text{ } \mu\text{m}$ .

Um die „Werkstofffestigkeit“ des Materials mit dem 4-Kugel-Versuch zu bestimmen, muss die Oberfläche der Zugseite bei hochfesten Keramiken daher so bearbeitet werden, dass durch den Bearbeitungsvorgang möglichst keine Oberflächenfehler eingebracht werden. Nur dann ist gewährleistet, dass die Festigkeit des Werkstoffs bestimmt wird und aus der Bearbeitung resultierende Fehler keinen Einfluss auf das Ergebnis haben. Für Keramiken mit niedriger Festigkeit (z. B. verschiedene Elektrokeramiken wie Zinkoxid oder Bariumtitanat) kann aufgrund der großen kritischen Defektgrößen aber bereits eine Oberflächenbearbeitung durch Schleifen (D15, nach EN 843-1) ausreichend sein<sup>8</sup>. Eine systematische Untersuchung des Einflusses der Oberflächenqualität auf die biaxiale Festigkeit existiert allerdings noch nicht.

#### 5.4 Quantifizierung der Oberflächenqualität

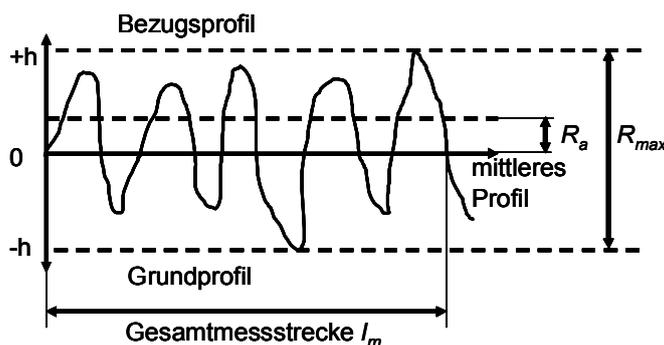


Abb. 5.5: schematische Darstellung der Rauhtiefe  $R_{max}$  und des Mittenrauhwerts  $R_a$  [nach 72].

Jede Oberfläche eines Werkstückes weist auf Grund der Einflüsse der Bearbeitung und von Fertigungsungenauigkeiten sogenannte Gestaltsabweichungen auf. Diese sind die Gesamtheit aller Abweichungen der Ist-Oberfläche von der geometrisch idealen Oberfläche und wird nach DIN 4760 in sechs

Ordnungen unterteilt [72]. Sie gliedern sich in Formfehler (1. und 2. Ordnung) und

<sup>8</sup> Es muss bemerkt werden, dass für keramische Bauteile, deren Oberflächen oft durch Schleifen bearbeitet werden, Festigkeitswerte von Proben mit geschliffener Oberfläche realitätsnäher sein können. Außerdem werden viele Bauteiloberflächen biaxial (z. B. durch Thermoschock) beansprucht. Daher ist in diesen Fällen der 4-Kugel-Versuch an geschliffenen Oberflächen anwendungsnäher als die standardisierten Biegeversuche.

Oberflächenrauheit (3. bis 5. Ordnung). Bei Gestaltsabweichungen 6. Ordnung handelt es sich um Abweichungen im Gitteraufbau des Werkstoffes. Während die Rauhtiefe  $R_{max}$  den Abstand zwischen dem höchsten und tiefsten Punkt des Profilstücks angibt, gibt der Mittenrauhwert  $R_a$  das arithmetische Mittel der absoluten Beträge der Ordinatenwerte  $h_i$  des Istprofils zum mittleren Profil an (**Abb. 5.5**). Die gemittelte Rauhtiefe  $R_z$  gibt das arithmetische Mittel einer bestimmten Anzahl Einzelrauhtiefen innerhalb einer Bezugsstrecke an [73].

Es sei angemerkt, daß die Oberflächenrauheit allein kein geeignetes Maß für Schäden durch Bearbeitung ist und dass eine Beurteilung von Oberflächenqualität allein aufgrund von Rauheitsparametern zu falschen Schlussfolgerungen führen kann [55]. Unter anderem beschreibt Hollstein in [71] Biegeversuche an Probenreihen mit unterschiedlichen Oberflächenrauheiten. Dabei wurde bei der Serie mit der raueren Oberfläche eine höhere Biegefestigkeit als bei einer Serie mit der geringeren Rauheit gemessen. Dieses Ergebnis wird von den Autoren darauf zurückgeführt, dass durch die Oberflächenbearbeitung in einer Serie Eigenspannungen und in der anderen Schäden unter der Probenoberfläche eingebracht wurden.

## 6. Ausheilen von Oberflächendefekten durch Auslagern

Die Herstellung (insbesondere die Oberflächenbearbeitung) von Proben aus größeren Teilen oder auch aus Bauteilen ist mit hohen Kosten verbunden. Wie bereits in Kap. 5 erwähnt kann es im 4-Kugel-Versuch bei hochfesten Keramiken aufgrund von während der Bearbeitung eingebrachten Oberflächenfehlern zu einem signifikanten Abfall der Festigkeit kommen. Daher sollten die Zugseiten solcher Keramikproben (insofern sie keine „as sintered“ Oberfläche besitzen) so bearbeitet werden, dass die Anzahl der Oberflächenfehler minimiert wird. Werden Strukturkeramiken wie SiC oder Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> einer Temperaturbehandlung unterzogen, so können rissähnliche Defekte an der Oberfläche ausgeheilt werden. Dies kann für die Festigkeit von Proben aus diesen Werkstoffen von großer Bedeutung sein. Gelingt es durch eine geeignete Wärmebehandlung Oberflächenfehler bis zu einer bestimmten Größe vollständig auszuheilen, könnten teure Bearbeitungsschritte eingespart werden.

Da Bearbeitungsfehler auch in keramischen Bauteilen auftreten und versagensauslösend sein können, ist dieses Thema auch für Bauteile von größter Bedeutung. Bei keramischen Bauteilen kann dieses „Rissheilen“ zu einer Erhöhung der Zuverlässigkeit und der Lebensdauer der Bauteile führen, was wiederum die Instandhaltungskosten verringert. Eines der primären Ziele dieser Arbeit ist es daher, geeignete Parameter zur Wärmebehandlung von FSNI zu finden.

### 6.1 Grundsätzliche Ergebnisse zum Ausheilen von Rissen in (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-) Keramiken

Grundsätzliche Arbeiten zum Ausheilen von Rissen in Siliziumnitrid sind bereits um 1980 erschienen [74 - 79]. So beschreiben zum Beispiel Easler et al. schon 1982 Rissausheilungsversuche an gesinterten (SSN) und heißgepressten Siliziumnitriden (HPSN) die Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> und Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> als Sinterhilfsmittel enthalten. Biegeproben aus diesen Siliziumnitriden wurden einer Wärmebehandlung mit einer Temperatur von 1370°C und Zeiten von einer halben Stunde bis zu 50 Stunden unterzogen (tlw. mit einer aufgetragenen statischen Last) und anschließend in 4-Punkt-Biegung geprüft. Die Oberflächen der Proben waren geschliffen, die Kanten wurden aber nicht (wie in der Norm [17] vorgeschrieben) gefast. Wurden diese Siliziumnitridkeramiken nur für eine kurze Zeit (30 Minuten) wärmebehandelt konnte eine Festigkeitssteigerung festgestellt werden, während es bei längeren Wärmebehandlungszeiten zu einem Abfall der Festigkeit gekommen ist. Die Autoren vermuteten, dass die Festigkeitssteigerung auf ein Abrunden von in der Oberfläche vorhandenen Risspitzen durch Oxidationsvorgänge zurückzuführen ist. Während

der Weibull-Modul nach einer halbstündigen Wärmebehandlung mit  $m = 8$  bestimmt wurde, betrug er nach 50 Stunden 20. Die Autoren erklärten den höheren Weibull-Modul mit dem Entstehen neuer kritischer Defekte, deren Größe relativ ähnlich ist. Dies würde erklären, warum diese Wärmebehandlung die Festigkeit verringert und den Weibullmodul erhöht hat [75].

Jakus et al. haben gezeigt, dass bei einer Wärmebehandlung im Bereich von  $700^{\circ}\text{C} - 1100^{\circ}\text{C}$  und bei einer Haltezeit von nur 10 Minuten eine dünne Schicht von amorphem  $\text{SiO}_2$  auf der Oberfläche von HPSN (dotiert mit  $\text{MgO}$  und  $\text{SiO}_2$ ) entsteht. Diese Glasphase kann die Oberfläche von maschinенbearbeiteten Proben und Bauteilen glätten und so zu einer Festigkeitssteigerung führen. Ätzt man die wärmebehandelten Proben, so wird die Glasphase aufgelöst und die ursprüngliche Oberfläche (mit den Schleifriefen) wird wieder sichtbar. Bei Prüfung der geätzten Proben wurde wiederum die ursprüngliche Festigkeitsverteilung ermittelt. Dies zeigt, dass die Festigkeitssteigerung durch die Glasphase verursacht wurde. Eine Wärmebehandlung bei höheren Temperaturen und mit längeren Zeiten wandelt das amorphe  $\text{SiO}_2$  in Cristobalit um und es bilden sich weitere Reaktionsprodukte wie Magnesium- und Kalziumsilikate. Es bilden sich Löcher und stabförmige Kristalle in der Glasphase. Die Autoren nehmen an, dass die Löcher durch das Entweichen von gasförmigen Oxidationsprodukten entstanden sind und die stabförmigen Kristalle aus  $\text{MgSiO}_3$  bestehen. Diese neu gebildeten Defekte in der Oberfläche werden von Jakus et al. für den Festigkeitsabfall bei Proben mit längeren Wärmebehandlungszeiten und höheren Temperaturen verantwortlich gemacht. Bei identischen Versuchen in einer Stickstoffatmosphäre bzw. im Vakuum konnten dagegen keine signifikanten Veränderungen bei der Festigkeit gefunden werden [76 - 78].

In [77] wird der Einfluss einer Wärmebehandlung ( $1400^{\circ}\text{C}$ , 300 Stunden) in oxidierender bzw. reduzierender Atmosphäre auf das Gefüge eines HPSN mit  $\text{SiO}_2$ - und  $\text{MgO}$ -Zusätzen beschrieben. Dabei wurden Luft (oxidierend), Argon (reduzierend), Luft und anschließend Argon bzw. Argon und anschließend Luft als Umgebungsmedien gewählt. Die Behandlung in der Ar-Atmosphäre führte zum Verschwinden der kristallinen Oxidphasen und der nichtkristallinen intergranularen Phasen. Dagegen blieben Verunreinigungen, die in den intergranularen Phasen auftraten, im Material und konnten nur durch eine Wärmebehandlung an Luft entfernt werden. Da durch die oxidierende Behandlung Verunreinigungen aus dem Material entfernt werden konnten, schließt Clarke, dass so eine Wärmebehandlung von HPSN verbesserte Hochtemperatureigenschaften zur Folge haben kann [77].

## 6.2 Die Arbeiten von Kotoji Ando

Ausführliche Untersuchungen, die über einen Zeitraum von mehr als 10 Jahren reichen, wurden von Ando et al. hauptsächlich an einem heißgepressten Siliziumnitridverbundwerkstoff (Hauptbestandteile 72 Gew.%  $\text{Si}_3\text{N}_4$  mit 20 Gew. % SiC) sowie an Mullit und SiC durchgeführt [80 - 87]. Bei den  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Werkstoffen wurden  $\text{Y}_2\text{O}_3$  (5 bzw. 8 Gew.%) und  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (3 bzw. 0 Gew.%) zur Verbesserung der mechanischen Eigenschaften bzw. als Sinterhilfsmittel zugegeben. Die Wärmebehandlungen wurden in einem Temperaturbereich von  $700^\circ\text{C}$  –  $1400^\circ\text{C}$  in verschiedenen Atmosphären und bei Haltezeiten von 10 Minuten bis 500 Stunden durchgeführt. Die Rissausheilversuche wurden an Biegeproben (die an der Zugseite poliert waren und in die Vickers-Härteeindrücke mit unterschiedlichen Lasten eingebracht wurden) ohne Last, mit Last und unter zyklischer Belastung ausgeführt und die auftretenden Rissheilmechanismen studiert. Die mechanischen Eigenschaften der wärmebehandelten Proben wurden durch eine große Anzahl verschiedener Versuche (unter anderem durch Biegefestigkeitsversuche, Ermüdungsversuche, Proof-Tests usw.) ermittelt und mit den Ergebnissen von nicht wärmebehandelten Proben verglichen.

Die besten Ergebnisse an den  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Verbundwerkstoffen wurden bei einer Temperatur von  $1300^\circ\text{C}$  mit einer Ausheilzeit von 1 Stunde erzielt. Versuche, die bei einer Temperatur von  $1200^\circ\text{C}$  und einer Ausheilzeit von 10 Stunden durchgeführt wurden, ergaben in den meisten Fällen ebenfalls akzeptable Ergebnisse. In  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$ -Keramiken konnten Risse bis zu einer Tiefe von  $200\ \mu\text{m}$  vollständig ausgeheilt werden [84]. Es hat sich außerdem herausgestellt, dass nur Bearbeitungsfehler, nicht aber strukturelle Fehler (wie z. B. Riesenkörner) ausgeheilt werden können.  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$ -Keramiken mit höherem  $\text{Y}_2\text{O}_3$ -Gehalt zeigten ein besseres Ausheilverhalten als  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$ -Keramiken, die einen höheren  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Gehalt aufwiesen [82, 87].

In [87] werden Auslagerungsversuche an Proben beschrieben, die statt Vickers-Eindrücken eine durch eine Schleifbehandlung präparierte Oberfläche aufwiesen. Bei einer Temperatur von  $1300^\circ\text{C}$  und einer Auslagerungszeit von 1 Stunde konnten die durch die Oberflächenbearbeitung eingebrachten Fehler vollständig ausgeheilt werden. Bei einer Auslagerungstemperatur von  $1400^\circ\text{C}$  kam es dagegen wieder zu einem Abfall der Festigkeit.

Rissausheileffekte konnten nur bei einer Auslagerung in Luft beobachtet werden. Bei identischen Versuchen in Stickstoffatmosphäre bzw. im Vakuum wurde kein Rissausheilen gefunden [82].

Dies lässt darauf schließen, dass der Haupteffekt des Rissheilens durch Oxidation hervorgerufen wird. Als Mechanismen werden für eine  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$  Keramik mit  $\text{Y}_2\text{O}_3$ -Zusätzen unter anderem folgende Reaktionen vermutet [81 - 83, 85, 86, 88]:



### **6.3 Schlussfolgerungen für die in dieser Arbeit durchgeführten Versuche**

Aus [74 - 88] folgt, dass ein Rissausheilen in Siliziumnitridkeramiken von mehreren Faktoren abhängt:

- 1.) von der Ausheilzeit, der Ausheiltemperatur und den Umgebungsbedingungen
- 2.) von der Rissgröße (i. e. vor allem von der Tiefe der Risse)
- 3.) von der chemischen Zusammensetzung der Siliziumnitridkeramik

## 7. Probenmaterial: Siliziumnitrid

Siliziumnitridkeramiken besitzen eine hohe Festigkeit, eine hohe Temperaturwechselbeständigkeit, eine für Keramiken sehr hohe Bruchzähigkeit, eine hohe Härte und Verschleißbeständigkeit sowie eine hohe Korrosionsbeständigkeit. Aufgrund dieser günstigen Eigenschaftskombination nimmt die Verwendung von Siliziumnitriden als Werkstoff für die Herstellung von Bauteilen in verschiedensten Anwendungsbereichen ständig zu. So werden Siliziumnitride inzwischen u. a. in der Umform- und Schweißtechnik (z. B. als Walzringe zur Herstellung von Drähten und Bändern, Führungs- und Treiberrollen, Tiefzieh- und Hydroformgesenke, Schweißrollen oder Düsen für Schweißbrenner), im Maschinen- und Apparatebau (Kugellagerkugeln, Verschleißschutz, Optik, Luft- und Raumfahrt) wie auch in der Schmelzmetallurgie (z. B. als Thermoelementschutzrohre, Steigrohre, Dosierventile) in steigendem Ausmaß eingesetzt.

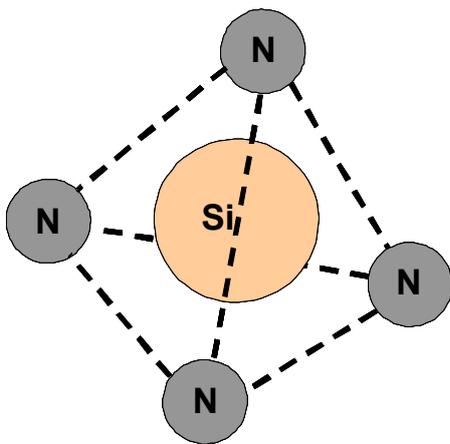
### 7.1. Geschichtlicher Hintergrund

Stickstoff und Silizium gehören zu den häufigsten Elementen der Erde. Erste Berichte über ein „synthetisches“ Siliziumnitrid stammen von Deville und Wöhler aus dem Jahr 1859 [89]. Ein erstes Patent zur künstlichen Herstellung von Siliziumnitrid datiert aus dem Jahr 1896. Hier wird die Herstellung von  $\text{Si}_3\text{N}_4$  durch eine carbothermische Reduktion von  $\text{SiO}_2$  beschrieben [90].

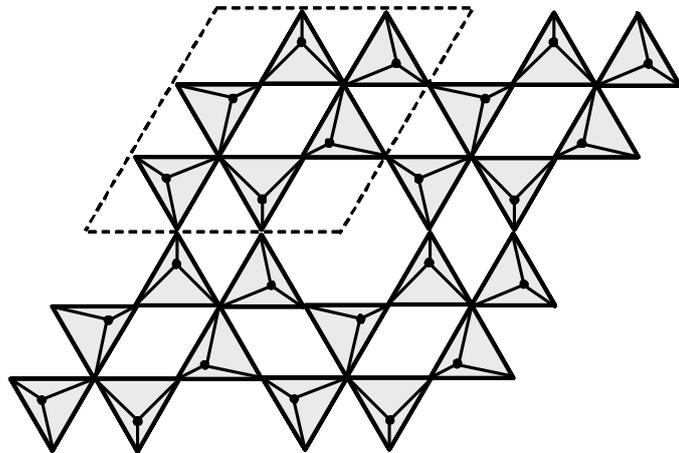
Seit den frühen 1960er Jahren wurde die Bedeutung von  $\text{Si}_3\text{N}_4$  für die Herstellung von hochtemperaturbeständigen Bauteilen für den Maschinenbau erkannt und die Erforschung des Materials intensiviert. Diese Arbeiten [z. B. 91] führten schließlich zur Entwicklung von Bauteilen für Verbrennungsmotoren und Gasturbinen. In den letzten Jahrzehnten wurden die Herstellungsmethoden und Eigenschaften der Siliziumnitridkeramiken gezielt verbessert. So ist es inzwischen möglich Bauteile mit Durchmessern von 450 mm und Längen von 1300 mm in Serienfertigung herzustellen. Siliziumnitrid wird heute in den verschiedensten Bereichen großindustriell eingesetzt. Siliziumnitridkeramiken können durch druckloses Sintern SSN (sintered silicon nitride), Drucksintern HPSN (hot pressed silicon nitride), Heißisostatpressen HIPSN (hot isostatic pressed silicon nitride), Gasphasenreaktionsintern RBSN (reaction bonded silicon nitride) und Gasdrucksintern GPSSN (gas pressure sintered silicon nitride) hergestellt werden. Eine ausführliche Überblicksarbeit über den Werkstoff Siliziumnitrid und verwandte Materialien stammt von Riley [88].

## 7.2 Kristalliner Aufbau

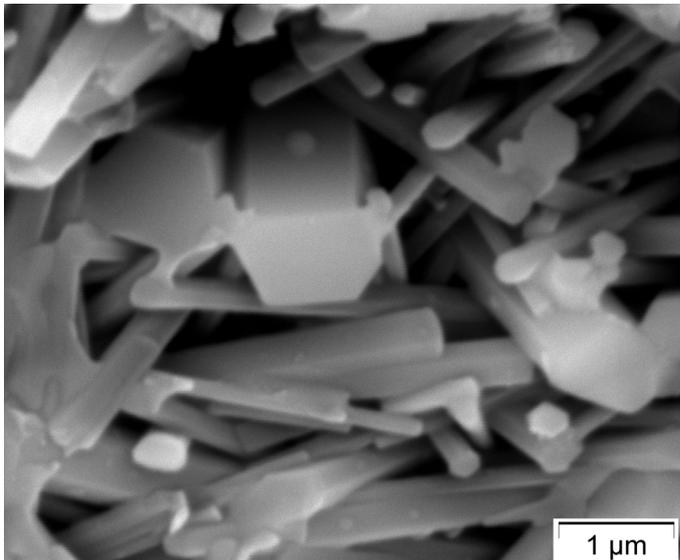
Der Hauptbestandteil einer Siliziumnitridkeramik ist ein  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -reicher Mischkristall. Weiters enthält es in der Regel einige Volumenprozent an amorpher Korngrenzenphase.  $\text{Si}_3\text{N}_4$  hat eine kovalente Bindung und eine tetraedrische Koordination, wobei jeweils an den Ecken eines  $\text{SiN}_4$ -Tetraeders die Stickstoffatome sitzen (**Abb. 7.1.a**). Jedes Stickstoffatom gehört zu drei Tetraedern die miteinander verbunden sind (**Abb. 7.1.b**). In **Abb. 7.2** sind  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Kristalle in dem in dieser Arbeit hauptsächlich verwendetem Werkstoff, FSNI-grau, dargestellt.



**Abb. 7.1.a:** Schematische Darstellung der tetraedrischen Koordination von  $\text{Si}_3\text{N}_4$ .



**Abb. 7.1.b:** Grundriss der  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Kristallstruktur.



**Abb. 7.2:**  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Kristalle in FSNI-grau. Blick in eine Pore auf einer Bruchfläche.

Siliziumnitrid tritt in zwei unterschiedlichen kristallographischen Modifikationen ( $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ ,  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) auf, die sich hinsichtlich ihrer Gitterparameter sowie der Löslichkeit für Sauerstoff unterscheiden. Das metastabile  $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  wandelt bei ca.  $1200^\circ\text{C}$  irreversibel in stabiles  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  um. Siliziumnitrid hat keinen Schmelzpunkt sondern zersetzt sich bei ungefähr  $1880^\circ\text{C}$  und einem Stickstoffdissoziationsdruck von 1 bar ( $10^5$  Pa)

nach Glg. 7.1 in Silizium und Stickstoff [76].



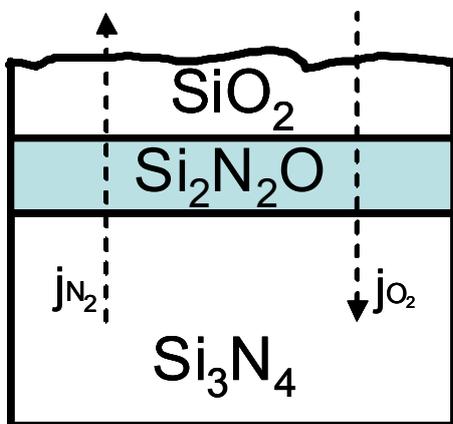
(Glg. 7.1)

### 7.3 Oxidationsverhalten von Siliziumnitrid

Da  $\text{Si}_3\text{N}_4$  oft bei höheren Temperaturen<sup>9</sup> und dabei meistens in oxidierender Atmosphäre verwendet wird, ist das Oxidationsverhalten von großer Bedeutung (siehe hierzu auch Kap. 6 über das Rissausheilen). Bei normalem Sauerstoffpartialdruck ist  $\text{Si}_3\text{N}_4$  gegenüber Oxidation thermodynamisch instabil. Allerdings bildet sich bei höheren Temperaturen an der Oberfläche des Werkstoffs eine Oxidschicht aus, die einen weiteren Transport von Sauerstoff zur Oberfläche verhindert. Diese Oxidschicht ermöglicht auch bei höheren Temperaturen eine Anwendung von Bauteilen aus  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . Für die Bildung dieses Oxidfilms werden die folgenden Reaktionen vorgeschlagen [76]:



Im Temperaturbereich von  $1000^\circ\text{C} - 1400^\circ\text{C}$  oxidiert  $\text{Si}_3\text{N}_4$  wesentlich langsamer als reines Silizium und Siliziumkarbid.



**Abb. 7.3:** Schematische Darstellung einer Oxidschicht auf einer  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Oberfläche (nach Riley).

Ausführliche Analysen (TEM, AES) haben gezeigt, dass der Oxidfilm auf reinem Silizium aus amorphem  $\text{SiO}_2$  besteht. Auf Siliziumnitrid bildet sich dagegen eine „Doppelschicht“ aus (**Abb. 7.3**).

Die äußere Schicht besteht dabei aus amorphem  $\text{SiO}_2$ , während sich auf der Siliziumnitridoberfläche eine Schicht aus einem Siliziumoxinitrid ( $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ ) bildet. Diese Schicht ist für die gute Oxidationsbeständigkeit von  $\text{Si}_3\text{N}_4$  verantwortlich. Details zur Ausbildung der

Oxidschicht finden sich unter anderem in [92, 93]. Wird die  $\text{SiO}_2$ -Schicht auf der Siliziumnitridoberfläche dicker, so neigt sie zur Kristallisation, was mit einer Änderung der Oxidationskinetik verbunden ist. Alle diese Prozesse hängen auch von der chemischen

<sup>9</sup> Bemerkung: hier muss natürlich in Betracht gezogen werden, dass bei verschiedenen Anwendungen auch durch Reibung lokal sehr hohe Temperaturen entstehen können.

Zusammensetzung (im ppm Bereich) ab, wodurch die unterschiedlichen Ausheilbedingungen bei verschiedenen Siliziumnitridqualitäten erklärt werden können. Eine genaue Beschreibung dieses Verhaltens findet sich z. B. in [94].

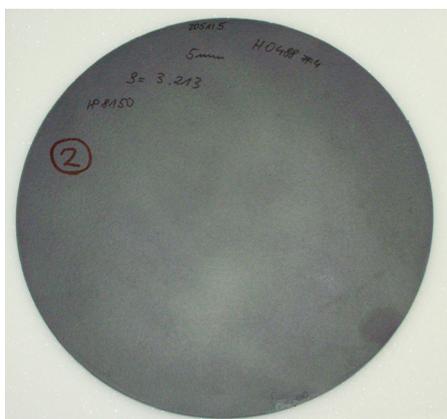
## 7.4 Verwendete Probenmaterialien

Für diese Arbeit wurden zwei Siliziumnitridkeramiken verwendet, die sich hinsichtlich der Qualität der bei der Herstellung verwendeten Pulver unterscheiden, aber eine ähnliche chemische Zusammensetzung aufweisen.

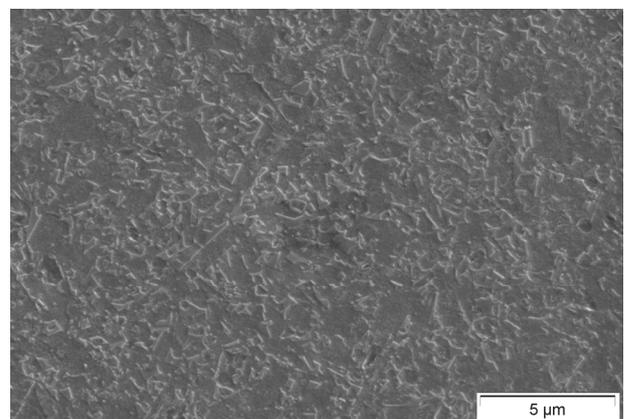
### 7.4.1 FSNI-grau

Bei der ersten in dieser Arbeit verwendeten Siliziumnitridkeramik handelt es sich um ein heißgepresstes Siliziumnitrid (HPSN) der Firma FCT Ingenieurkeramik, Rauenstein, Deutschland mit dem Eigennamen FSNI-grau. Als Sinterhilfsmittel und zur Verbesserung der mechanischen Eigenschaften wurden 6 Gew.%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  und 4 Gew.%  $\text{Y}_2\text{O}_3$  zulegiert.

Die Proben für den 4-Kugel-Versuch wurden bei FCT direkt aus heißgepressten Scheiben (Durchmesser 250 mm, Dicke 5 mm, **Abb. 7.4**) entnommen. Anschließend wurden die Proben auf die erforderliche Dicke geschliffen und die Oberfläche einer Seite von FCT geläppt (FEPA Standard F600,  $\text{B}_4\text{C}$ ). Die Proben für die 4-Punkt-Biegeversuche wurden am ISFK aus gleichartigen Scheiben derselben Charge von FSNI-grau herausgearbeitet. Die Oberflächen der für die Versuche in Kap. 10 (Einfluss der Oberflächenbearbeitung auf die Festigkeit) gewählten Zugseiten wurden individuell für die jeweilige Versuchsserie präpariert. **Abb. 7.5** zeigt das Gefüge von FSNI-grau.



**Abb. 7.4:** Scheibe aus FSNI-grau; Durchmesser 250 mm.



**Abb. 7.5:** Gefüge von FSNI-grau (plasmageätzt, CF4, 4 Minuten).

**Tab. 7.1** gibt einen Überblick über die am ISFK ermittelten mechanischen Eigenschaften von FSNI-grau. Da die Poisson'sche Querszahl unbekannt war, wurde sie für die Auswertungen der 4-Kugel-Versuche (nach Datenblättern von vergleichbaren Siliziumnitridqualitäten) mit 0,27 angenommen [95].

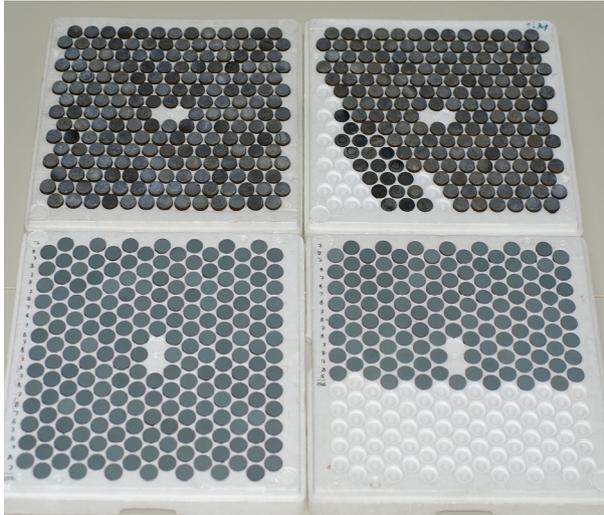
**Tab. 7.1:** Eigenschaften von FSNI-grau

Eigenschaft	FSNI
Vickershärte HV5 [-]	1581 ± 29
Vickershärte HV5 [GPa]	15,5 ± 0,3
Kantenfestigkeit [N/mm]	655 ± 141
Bruchzähigkeit (SEVNB) [MPa·√m] (Messung an Standardbiegeproben, Abmessungen 40 × 4 × 3 mm)	5,0 ± 0,2
Bruchzähigkeit (SEVNB) [MPa·√m] (Messung an Mini-Biegeproben; Abmessungen 20 × 2 × 1,5 mm)	5,1 ± 0,1
statischer Elastizitätsmodul [GPa]	297 ± 1,9
Dichte [kg/m <sup>3</sup> ]	3203 ± 1

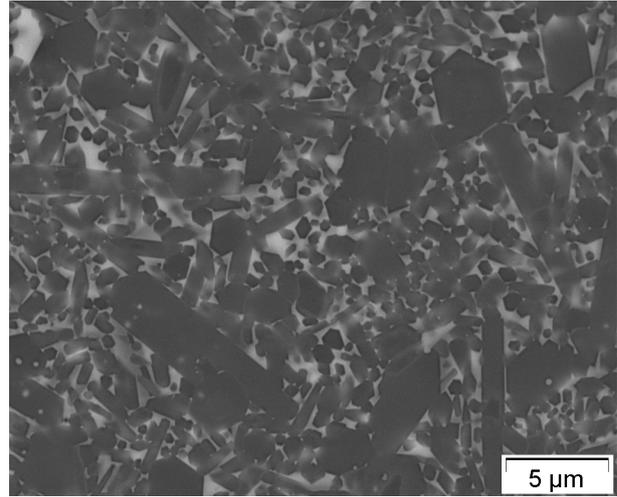
#### 7.4.2 FSNI-schwarz

Die Untersuchungen über den Einfluss von Kontaktbeanspruchungen auf die Festigkeit wurden an Proben einer zweiten heißgepressten (HPSN) Siliziumnitridqualität (FSNI-schwarz) desselben Herstellers durchgeführt. Zusätzlich zu den gleichen Sinterhilfsmitteln wie bei FSNI-grau wurden noch geringe Mengen TiO<sub>2</sub>, das für die Schwarzfärbung des Materials verantwortlich ist, zugesetzt. Die Sinterbedingungen sind identisch zu FSNI-grau. Der Unterschied zu FSNI-grau besteht nur im TiO<sub>2</sub> und in der Qualität des verwendeten Pulvers. Die für die Untersuchungen verwendeten 4-Kugel-Proben wurden von FCT als Scheiben mit einem Durchmesser von 20 mm und einer Dicke von 5 mm gesintert. Die Proben wurden am ISFK auf die erforderliche Dicke geschliffen.

In **Abb. 7.6** sind die von FCT Ingenieurkeramik zur Verfügung gestellten Scheiben aus FSNI grau und FSNI schwarz dargestellt, **Abb. 7.7** zeigt das Gefüge von FSNI „schwarz“ (plasmageätzt, CF<sub>4</sub>, 5 Minuten 30 Sekunden).



**Abb. 7.6:** 20 mm durchmessende Proben aus FSNI „schwarz“ (oben) und FSNI „grau“ (unten).



**Abb. 7.7:** Gefüge von FSNI „schwarz“ (plasmageätzt, CF4, 5 Minuten).

**Tab. 7.2** gibt einen Überblick über einige mechanische Eigenschaften von FSNI-schwarz. Für die Auswertung der 4-Kugerversuche wurde die Poisson'sche Querszahl analog zu FSNI-grau wieder mit 0,27 angenommen [95].

**Tab. 7.2:** Eigenschaften von FSNI „schwarz“ (die Werte in den Klammern entsprechen den 90% Konfidenzintervallen)

Eigenschaft	FSNI
Vickershärte HV5 [-]	1421 ± 28
Vickershärte HV5 [GPa]	13,9 ± 0,3
4-Punkt-Biegefestigkeit, n = 8 (Standardbiegeproben) [MPa]	658 [621 – 699]*
Weibull-Modul m [-]	10,6 [6,4 – 18,0]*
Bruchzähigkeit (SEVNB) [MPa·√m] (Messung an Standardbiegeproben)	5,1 ± 0,1
statischer Elastizitätsmodul [GPa]	320*
Dichte [kg/m <sup>3</sup> ]	3221 ± 1

\*) Angaben des Herstellers

## **8. Einfluss von Kontaktschäden auf die Festigkeit**

Im 4-Kugel-Versuch wird die Last über die Kugeln an vier Kontaktpunkten aufgebracht. Lokal kann es durch die hohen Flächenpressungen zur Entstehung von Zugspannungen (Hertz'sche Zugspannungen [52, 53] kommen, die in spröden Werkstoffen zur Entstehung von Rissen führen können. Kontaktschädigungen durch die Kugeln werden im 4-Kugel-Versuch normalerweise im Bereich der Lastkugel erwartet, da die hier einwirkende Kraft dreimal so hoch wie bei den Auflagerkugeln ist [4, 18]. Die Entstehung hoher Zugspannungen im Bereich der Lasteinleitung wird im 4-Kugelversuch durch kleine Last- bzw. Auflagerkugeln, einen hohen E-Modul und hohe Prüfkräfte (hochfeste Werkstoffe, dicke Proben) gefördert. Daher soll überprüft werden, ob in den in weiterer Folge durchgeführten Versuchen an den vorliegenden Siliziumnitridproben mit den für die Versuche verwendeten Stahlkugeln Kontaktschäden entstehen können und ob Kontaktschäden einen Einfluss auf die Festigkeitsmessung nehmen. Erste Untersuchungen zu diesem Thema (für den 4-Kugel-Versuch) wurden von Börger durchgeführt, die Ergebnisse befinden sich in [4].

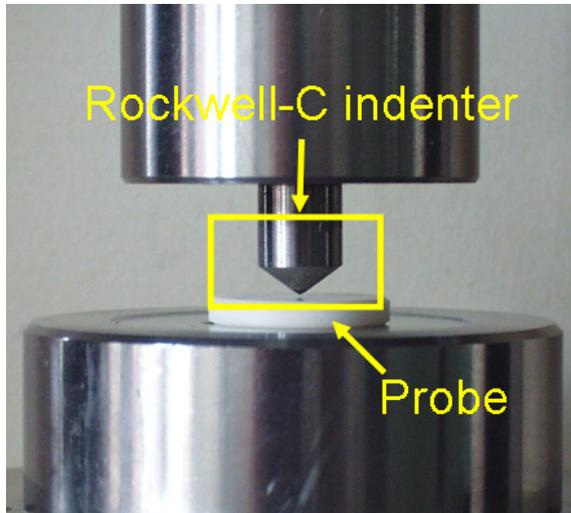
### **8.1 Experimentelle Untersuchungen an FSNI-schwarz**

In einer ersten Versuchsserie werden Proben mit künstlich erzeugten Defekten geprüft. Die dabei erhaltenen Ergebnisse wurden mit Ergebnissen von Versuchen mit nicht vorgeschädigten Proben verglichen. Als Probenmaterial für diese Versuche wurde FSNI-schwarz verwendet. Die ursprünglich 5 mm dicken Scheiben wurden am ISFK auf 3 mm Dicke heruntergeschliffen, die Seite mit der „as sintered“ Oberfläche wurde bei den Versuchen als Zugseite gewählt.

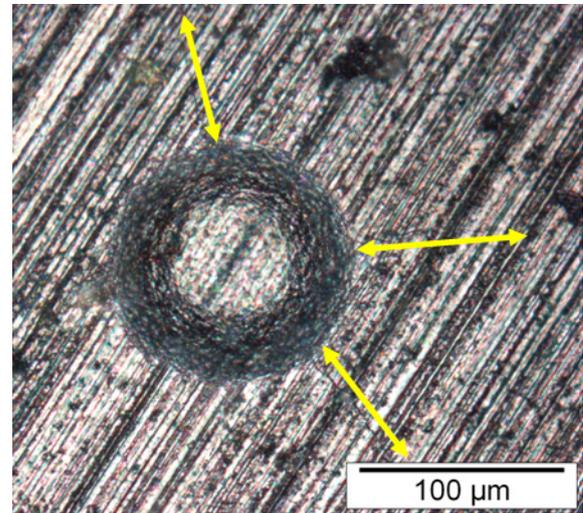
#### **8.1.1 Experimentelle Durchführung und Ergebnisse**

30 Proben wurden ohne eingebrachte Schädigung geprüft (Serie KA). Bei 13 weiteren Proben wurden mit einem Rockwell-C Eindringkörper und einer Last von 200 N künstliche Schädigungen exakt in der Probenmitte erzeugt. Bei zehn Proben wurde die Schädigung dabei auf der Seite, die für die Versuche als Druckseite gewählt wurde, eingebracht (Serie KB). Bei weiteren drei Proben liegt der Härteeindruck auf der Zugseite (d. h. an der Stelle, an der beim 4-Kugel-Versuch die maximalen Zugspannungen auftreten) der Proben (Serie KC).

Der zum Einbringen der Schädigungen verwendete Versuchsaufbau ist in **Abb. 8.1** dargestellt. In der Probenoberfläche kam es durch den Eindruck zu plastischer Verformung und zur Ausbildung von radialen Rissen (**Abb. 8.2**).

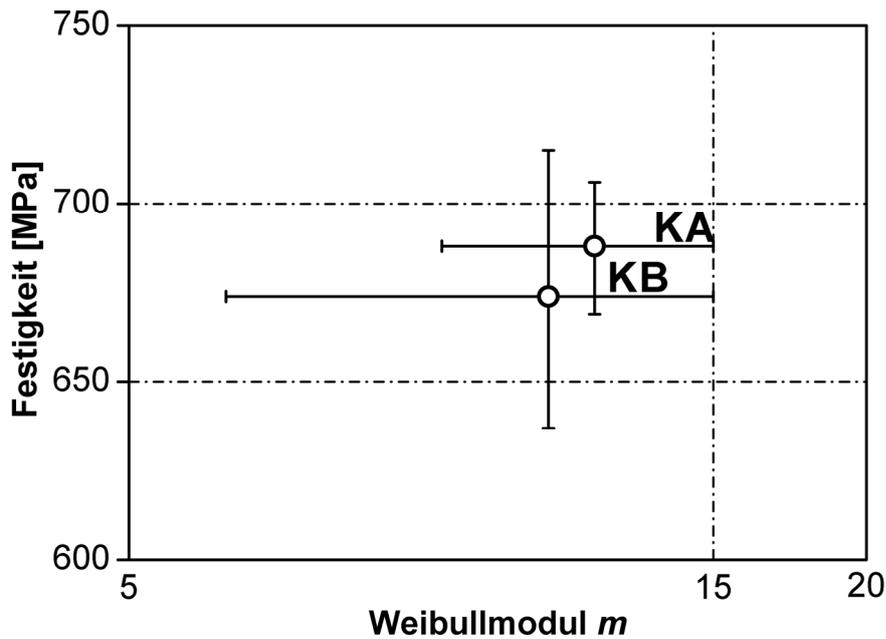


**Abb. 8.1:** Versuchsaufbau zur Einbringung der Vorschädigung.



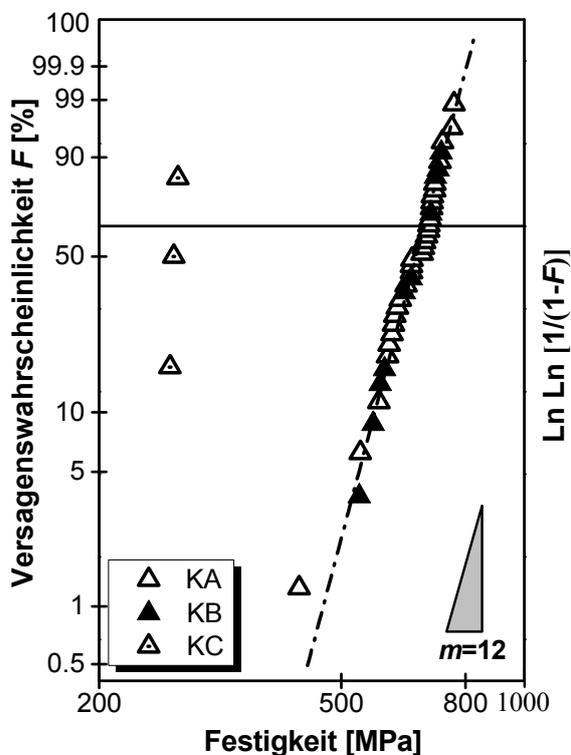
**Abb. 8.2:** Rockwell C-Eindruck auf der Druckseite einer Probe im Stereomikroskop. Vom Eindruck gehen drei Risse in radialer Richtung aus (Pfeile).

Die charakteristische Festigkeit der ungeschädigten Proben (Serie KA) betrug 688 MPa mit einem 90%- Konfidenzintervall von 669 - 706 MPa. Die Festigkeit der an der Druckseite geschädigten Proben (Serie KB) betrug 674 MPa (90 % KI: 636 – 715 MPa). Nimmt man an, dass die Festigkeitswerte beider Messserien weibullverteilt (der Weibull-Modul berechnet sich zu 14,0 für Serie KA und 11,1 für Serie KB) sind, so sind beide Serien auf einem 90%igen Vertrauensniveau nicht zu unterscheiden, siehe **Abb. 8.3**. Daher beschreiben beide Messserien dieselbe Festigkeitsverteilung und könnten zusammen ausgewertet werden.



**Abb. 8.3:** Charakteristische Festigkeit über dem Weibullmodul für die Prüfserien KA und KB (einfach logarithmische Skalierung). Ebenfalls eingetragen sind die 90%-Konfidenzintervalle. Die großen Konfidenzintervalle bei Serie KB sind ein Resultat der geringen Anzahl der geprüften Proben.

Abb. 8.4 zeigt die Ergebnisse in einer Weibull-Darstellung (obwohl bei Serie KC nur drei Proben geprüft wurden und nach EN 843-1 bzw. EN 843-5 für eine zuverlässige Auswertung mindestens 30 Versuche notwendig sind, wurde auch für diese Serie eine Weibull-Auswertung durchgeführt).



**Abb. 8.4:** Festigkeitsvergleich der Serien KA, KB (zusammen ausgewertet) und KC.

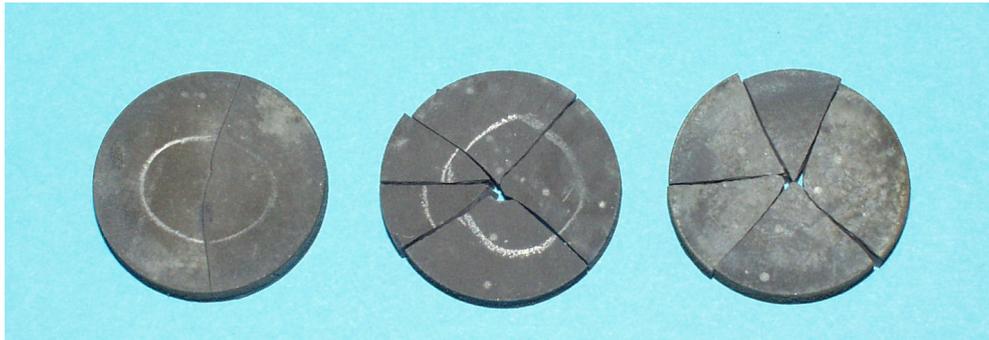
Die drei an der Zugseite geschädigten Proben (Serie KC) hatten mit 267 MPa eine signifikant niedrigere Festigkeit (und auch eine deutlich verringerte Streuung der Festigkeitswerte - das 90%ige KI liegt bei dieser Prüfserie zwischen 262 – 269 MPa).

Um diese Ergebnisse zu vervollständigen, wurden eine analoge Untersuchung wie an FSNI „schwarz“ auch an Aluminiumoxid Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (wie für die Untersuchungen in [4] verwendet) durchgeführt. Die dabei erhaltenen Ergebnisse zeigen die gleiche Tendenz wie die Versuche an FSNI-schwarz. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen finden sich (zusammen mit

den in dieser Arbeit vorgestellten Ergebnissen der Experimente an FSNI-schwarz) in [96].

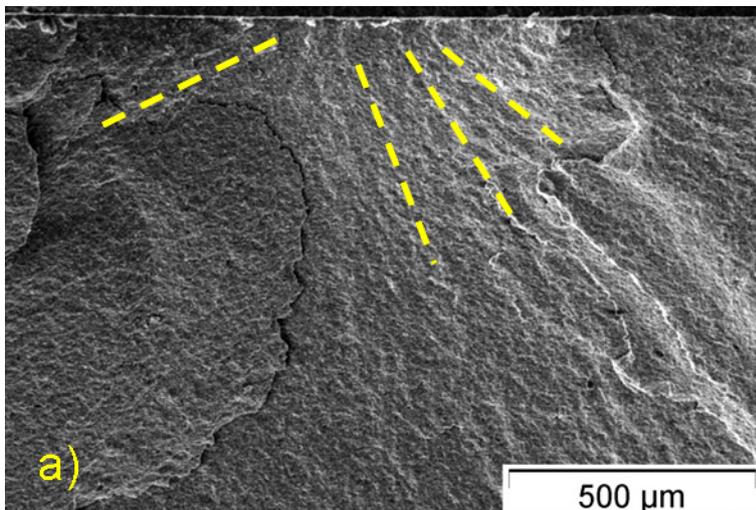
## 8.1.2 Fraktographische Untersuchungen

In **Abb. 8.5** sind Bruchstücke von Proben der drei Serien dargestellt. Die Zahl der Bruchstücke steigt mit der Festigkeit (der gespeicherten elastischen Energie) an. Die linke Probe war auf der Zugseite vorgeschädigt (Serie KC, 2 Bruchstücke), die mittlere auf der Druckseite (Serie KB, 5 Bruchstücke) und die rechte Probe war nicht vorgeschädigt (Serie KA, 5 Bruchstücke).

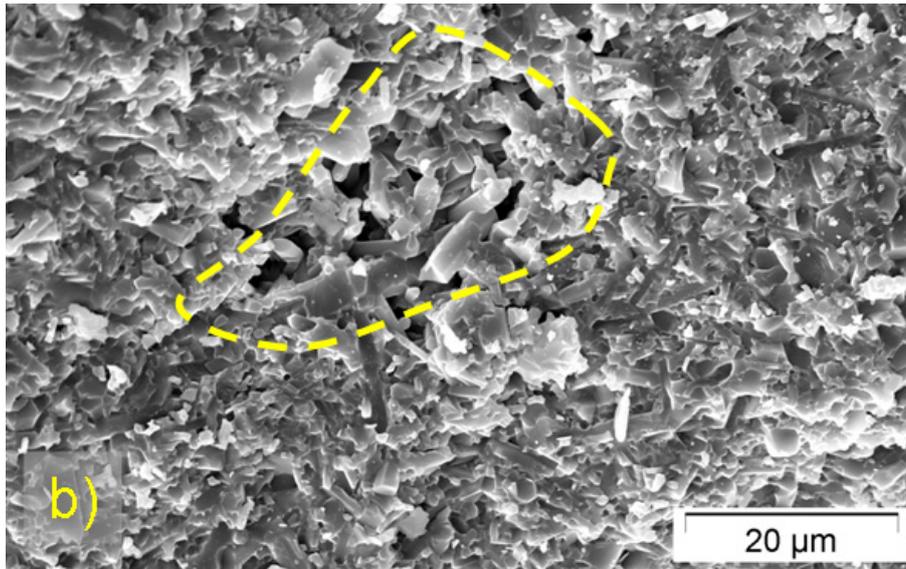


**Abb. 8.5:** Gebrochene Proben (Durchmesser 20 mm) nach dem 4-Kugel-Versuch. Die linke Probe war auf der Zugseite vorgeschädigt, die mittlere Probe auf der Druckseite, die rechte Probe war nicht vorgeschädigt.

Bei den Prüfserien KA und KB ging das Versagen bei allen untersuchten Proben von Defekten an der Oberfläche bzw. in der Nähe der Oberfläche aus. Bei den Proben der Serie KB ist das Versagen in keinem einzigen Fall durch die Vorschädigung auf der Druckseite der Proben verursacht worden. Bei den identifizierten Bruchausgängen handelte es sich um glashältige Einschlüsse an der Oberfläche der Proben und, wie in **Abb. 8.6** gezeigt, um poröse Bereiche in Oberflächennähe. Sämtliche Bilder sind so orientiert, dass sich die für die Versuche gewählte Zugseite an der Oberseite der Bilder befindet.

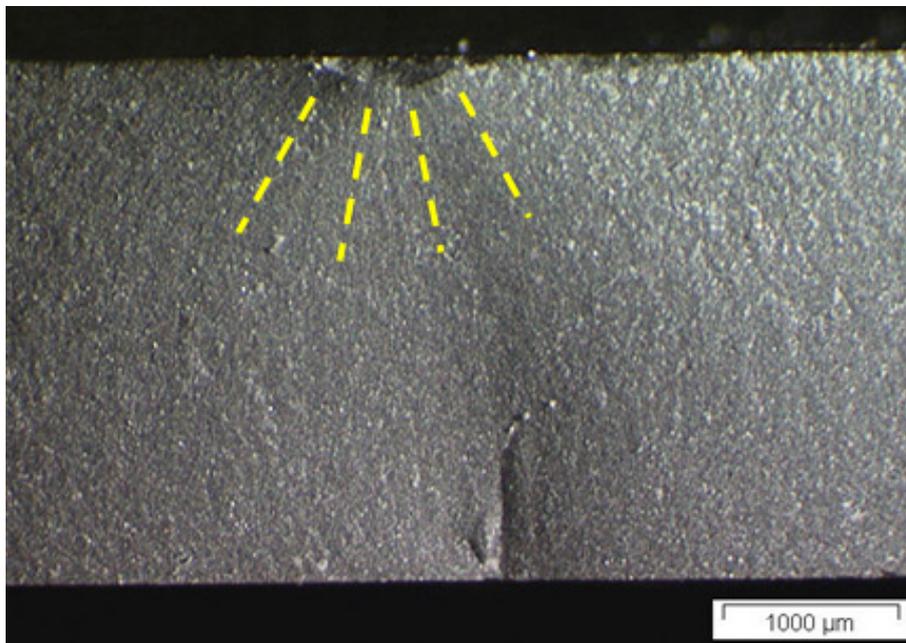


**Abb. 8.6.a:** Bereich des Bruchausgangs einer Probe der Serie KB im REM. Die klar erkennbaren Bruchstrahlen sind durch strichlierte Linien hervorgehoben. Ihr Verlauf zeigt, dass sich der Bruchausgang in der Nähe der Zugseite (d. h. auf der der Vorschädigung gegenüberliegenden Seite befindet).



**Abb. 8.6.b:** Detailaufnahme aus dem Bereich des Bruchausgangs in stärkerer Vergrößerung. Poren und poröse Bereiche findet man bei FSNI-schwarz im gesamten Volumen. Liegen diese porösen Bereiche, wie der in der Abbildung gezeigte, unmittelbar unter der Oberfläche (also im Bereich der der höchsten Zugspannungen), können sie versagensauslösend sein.

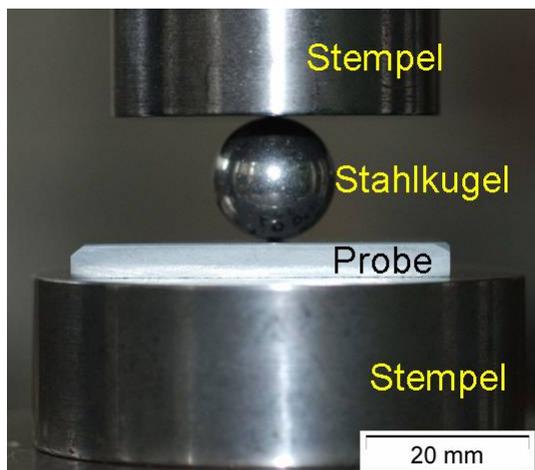
Bei allen drei Proben von Serie KC ging das Versagen von der durch den Härteindruck erzeugten Vorschädigung aus. Ein Beispiel dafür ist **Abb. 8.7** zu sehen.



**Abb. 8.7:** Der Verlauf der Bruchstrahlen (gelbe Linien) zeigt, dass das Versagen bei dieser Probe von Serie KC vom Rockwell-C Eindruck (der in diesem Fall auf der Zugseite der Probe eingebracht wurde) ausgeht. Der Eindruck hat eine Breite von 850 μm und reicht ca. 180 μm in die Tiefe der Probe (Stereomikroskop).

## 8.2 Kugeleindruckversuche zur Ermittlung der kritischen Belastung

In diesem Abschnitt wird die Kraft, bei der erste Risse im Mikroskop erkennbar sind, als Funktion des Kugeldurchmessers ermittelt. Die Versuche wurden mit Stahlkugeln (15,08 mm, 6,33 mm, 3,172 mm und 2 mm Durchmesser) durchgeführt. Die Belastungsgeschwindigkeit wurde analog zur Belastungsgeschwindigkeit der später durchgeführten 4-Kugelversuche gewählt. Um auftretende Kontaktschäden deutlich identifizieren zu können, wurde die Oberfläche der Proben vor Versuchsbeginn bis zu einer Oberflächenqualität von 1  $\mu\text{m}$  poliert. Als Versuchsmaterial wurden sowohl FSNI-grau als auch FSNI-schwarz verwendet. Bei FSNI-schwarz wurden allerdings (analog zu den 4-Kugelversuchen) die Experimente nur mit 15,08 mm durchmessenden Kugeln durchgeführt.



**Abb. 8.8:** Versuchsaufbau zur Einbringung der Eindrücke.  
gefunden werden bzw. bis die Probe bricht.

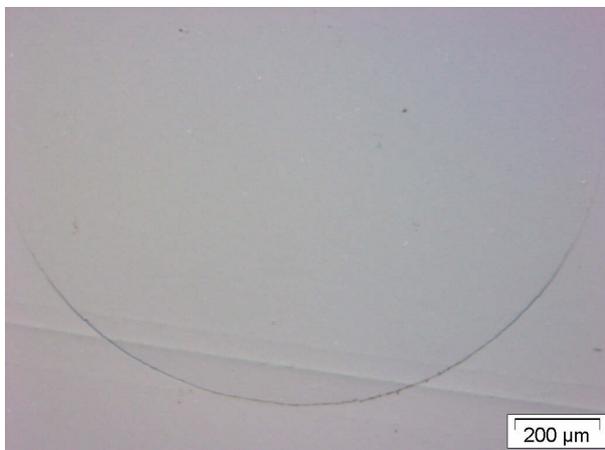
Die Positionen für die Kugeleindruckversuche wurden vor Versuchsbeginn markiert und nummeriert. Anschließend wurden Probe und die aufgelegte Stahlkugel zwischen zwei planparallelen metallischen Stempeln positioniert. Die Stahlkugel wird dabei auf der Oberfläche der Probe frei auf der vorgesehenen Stelle aufgelegt und in die Probe gedrückt (**Abb. 8.8**). Der Versuch wird (an unterschiedlichen Positionen) mit ansteigender Kraft wiederholt, bis im Mikroskop erste Schäden

Eine Zusammenfassung der Ergebnisse dieser Untersuchung ist in **Tab. 8.1** angeführt. **Abb. 8.9** zeigt einen Hertzschen Kontaktschaden auf der Oberfläche einer Probe aus FSNI-grau im LiMi. In **Abb. 8.10** ist ein zusammengesetztes Bild (Bruchfläche und Aufsicht, Stereomikroskop) einer zerbrochenen Probe dargestellt.

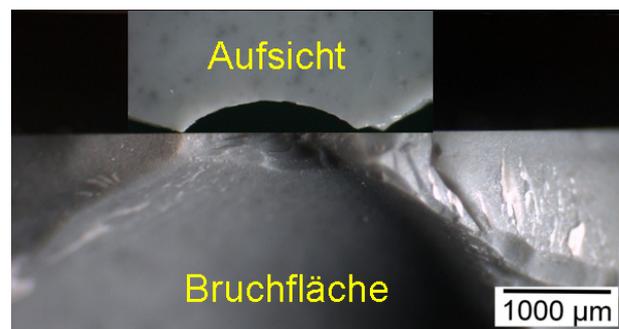
**Tab. 8.1:** Bewertung der Kugeleindruckversuche

Kugeldurchmesser [mm]/Material	Max. Bruchlast im 4KV [N]	Lastbereich beim Eindruckversuch Min.-Max. [N]	Bewertung
15,08/ FSNI-schwarz	3802 *)	3744 - 8040	Bis zu einer Last von 8040 N keine Kontaktschäden auf der Probenoberfläche sichtbar
15,08/FSNI-grau	3666 (maximaler Wert für wärmebehandelte Proben)	3709 - 8704	Bis zu einer Last von 6035 N keine Kontaktschäden auf der Probenoberfläche sichtbar Bei 7033 N erste Kontaktschädigung (Hertz-Riss) Bei 8704 N zerbrechen der Probe
6,33/FSNI-grau	798	809 - 3842	Bis zu einer Last von 3626 N keine Kontaktschäden auf der Probenoberfläche sichtbar Bei 3842 N zerbrechen der Probe
3,17/FSNI-grau	139	157 - 4940	Bis zu einer Last von 4014 N keine Kontaktschäden auf der Probenoberfläche sichtbar Bei 4940 N zerbrechen der Probe
2/FSNI-grau	73	84 - 1507	Bis zu einer Last von 1007 N keine Kontaktschäden auf der Probenoberfläche sichtbar Bei 1206 N erste Kontaktschädigung (Hertz-Riss)

\*) Diese Proben wurden mit einer Dicke von ~ 3 mm geprüft, daher ist die Bruchkraft höher als bei den Proben aus FSNI-grau



**Abb. 8.9:** Hertzscher Kontaktschaden auf der polierten Oberfläche einer Probe von FSNI-grau (Kugeldurchmesser 15,08 mm, Eindrucklast 7538 N). Der Kontaktschaden hat eine halbkreisförmige Form und ist noch nicht vollständig ausgebildet.



**Abb. 8.10:** Aus zwei Teilbildern (Stereomikroskop) im selben Maßstab zusammengesetztes Bild einer zerbrochenen Probe (Eindrucklast 8704 N, Kugeldurchmesser 15,08 mm).

### 8.3 Diskussion der Ergebnisse

Im 4-Kugelversuch können hohe Zugspannungen im Bereich der Lasteinleitung durch kleine Last- bzw. Auflagerkugeln (z. B. betrug der Durchmesser der verwendeten Kugeln für die Versuche an den Proben mit einem Durchmesser von 2,9 mm nur 2 mm), eine hohe Steifigkeit der Probe und hohe Prüfkräfte (hohe Festigkeit, dicke Proben) auftreten. Bei größeren Kugeln nehmen die Zugspannungen im Lasteinleitungsbereich signifikant ab und die Wahrscheinlichkeit für eine Rissbildung sinkt stark ab.

Festigkeit und Streuung der 4-Kugelfestigkeiten der Serien KA (nicht vorgeschädigt) und KB (auf Druckseite vorgeschädigt) waren identisch. Eine vorhandene Kontaktschädigung im Bereich der Krafteinleitung (auf der Druckseite der Probe im Kontaktbereich zwischen Lastkugel und Probe) hat keinen Einfluss auf das Ergebnis der Festigkeitsmessung. Oberflächenrisse auf der Zugseite der Probe bewirken aber einen signifikanten Abfall der Festigkeit. Solche Risse können aber aufgrund der geometrischen Situation nicht durch die Krafteinleitung hervorgerufen werden.

Werden die Auflagerkugeln sehr nahe am Rand einer (dicken) Probe angeordnet, so kann dies über die Hertz'schen Spannungen hinaus zu Zugspannungen führen, die ein Abbrechen der Kanten hervorrufen können. Derartige Versuche sind ungültig. Dies ist aber bei keinem einzigen der Versuche, die in dieser Arbeit durchgeführt wurden, vorgekommen. Die zum Entstehen von Kontaktschäden nötigen Kräfte sind um ein Vielfaches höher als die Bruchkräfte im 4-Kugelversuch. Daher kann - für die in dieser Arbeit durchgeführten 4-Kugelversuche (Siliziumnitrid, Probendimensionen, etc.) - ein Einfluss von Kontaktschäden, die durch die Lasteinleitung hervorgerufen werden, auf die Festigkeit ausgeschlossen werden.

## 9. Untersuchung von Proben unterschiedlicher Größe

### 9.1 Ergebnisse der Festigkeitsuntersuchungen

Sämtliche Versuche zur Beschreibung des Einflusses der Probengröße auf die Festigkeit wurden an FSNI-grau durchgeführt (zum Probenmaterial siehe Kap. 7). Die Proben für die 4-Kugel-Versuche wurden bei FCT Ingenieurkeramik aus Siliziumnitridscheiben mit einem Durchmesser von 250 mm und einer Dicke von 5 mm herausgearbeitet (lasergeschnitten) und anschließend auf die jeweilige Dicke geschliffen. Um eine einheitliche Oberflächenqualität der Proben zu gewährleisten, wurde eine Seite bei FCT geläppt (diese wurde bei den Versuchen als Zugseite gewählt). Die Proben für die Biegeversuche wurden am ISFK aus Scheiben derselben Charge herausgeschnitten. Die Oberflächen der Zugseiten wurden gemäß EN 843-1 [17] präpariert. **Tabelle 9.1** gibt einen Überblick über die geprüften Proben.

**Tab. 9.1:** Eckdaten der untersuchten Proben.

Stichprobe (Testmethode)	Probenabmessungen (Mittelwert)	Anzahl der getesteten Proben n
GBP (4-Punkt-Biegeprüfung)	$\geq 45 \times 3,951 \times 2,984 \text{ mm}^3$	30
GA (4-Kugel-Versuch)	$\varnothing 43 \text{ mm}, t=2,484 \text{ mm}$	30
GB (4-Kugel-Versuch)	$\varnothing 20 \text{ mm}, t = 1,983 \text{ mm}$	30
GC (4-Kugel-Versuch)	$\varnothing 10,8 \text{ mm}, t = 1,054 \text{ mm}$	30
GD (4-Kugel-Versuch)	$\varnothing 4,7 \text{ mm}, t = 0,445 \text{ mm}$	30
GE (4-Kugel-Versuch)	$\varnothing 2,9 \text{ mm}, t = 0,291 \text{ mm}$	30

Die effektiven Volumina und effektiven Oberflächen der Biegeproben wurde mit den Glg. (3.10) und (3.11) berechnet. Dazu wurde für jede Probenserie ein eigenes Finite Elemente Modell der 4-Kugel-Proben (am ISFK standardisiert vorliegend) erstellt [4, 18]. Die Poisson Zahl wurde aus Datenblättern für vergleichbare Materialien mit 0,27 [95] festgelegt. Eine Zusammenfassung der Ergebnisse der Festigkeitsversuche sowie die berechneten effektiven Volumina (effektiven Oberflächen) der einzelnen Probenserien findet man in **Tab. 9.2**.

**Tab. 9.2:** Charakteristische Festigkeit, Weibull-Modul, effektives Volumina und effektive Oberflächen der untersuchten sechs Prüfserien.

Probenserie	Charakteristische Festigkeit $\sigma_0$ [MPa]	Weibull Modul [-]	Effektives Volumen $V_{eff}$ [mm <sup>3</sup> ]	Effektive Oberfläche $O_{eff}$ [mm <sup>2</sup> ]
<b>GBP</b>	871 [851 – 892]	14,1 [10,6 – 17,2]	8,5 [7,0 – 11,2]	89,5 [87,9 – 92,5]
<b>GA</b>	1053 [1025 – 1082]	12,4 [9,3 – 15,1]	0,275 [0,17 – 0,56]	3,61 [2,55 – 5,37]
<b>GB</b>	1123 [1100 – 1147]	15,9 [11,9 – 19,4]	0,07 [0,04 – 0,12]	1,45 [1,16 – 2,04]
<b>GC</b>	1226 [1208 – 1246]	21,7 [16,2 – 26,4]	0,0043 [0,0029 – 0,0080]	0,258 [0,210 – 0,355]
<b>GD</b>	1275 [1251 – 1300]	17,7 [13,3 – 21,6]	0,0006 [0,0004 – 0,0011]	0,062 [0,050 – 0,086]
<b>GE</b>	1437 [1388 – 1489]	9,6 [7,2 – 11,7]	0,0006 [0,0004 – 0,0012]	0,055 [0,043 – 0,081]

Werte in eckigen Klammern geben das 90 % Konfidenzintervall an

In den **Abb. 9.1.a** und **9.1.b** sind die im 4-Kugel-Versuch und in der 4-Punkt-Biegeprüfung gemessenen charakteristischen Festigkeiten als Funktion des effektiven Volumens und der effektiven Oberfläche in doppelt logarithmischen Darstellungen einander gegenübergestellt. Die dicke ausgezogene Linie entspricht der Prognose der 4-Kugelergebnisse aufgrund der Biegeversuche basierend auf der Weibull-Theorie [7]. Die strichlierten Linien zeigen die zugehörigen 90 % Konfidenzintervalle.

Die Festigkeitswerte der Serien GB, GC und GE liegen im 90% Konfidenzintervall. Wie von der Weibull-Theorie vorhergesagt steigt die Festigkeit mit kleiner werdendem Probenvolumen an. Dieser Anstieg kann (mit Ausnahme von Serie GE) aber nur bis zu einem effektiven Volumen von ungefähr  $0,1 \text{ mm}^3$  beobachtet werden. Bei Proben mit kleinerem effektivem Volumen sieht es so aus, als ob ein Plateauwert für die Festigkeit existiert.

Die bereits erwähnte Ausnahme stellt allerdings Serie GE dar. Obwohl diese Prüfserie ungefähr dasselbe effektive Volumen wie Stichprobe GD besitzt (dies ist auch auf den kleinen Weibull-Modul von nur 9,6 zurückzuführen<sup>10</sup>), liegt sie bei Berücksichtigung der statistischen Streuung der Werte im Trend, der durch die Weibull-Theorie vorhergesagt wird.

---

<sup>10</sup> Das effektive Volumen bzw. die effektive Oberfläche hängen vom Weibull-Modul ab. Mit kleiner werdendem Weibull-Modul steigt das effektive Volumen bzw. die effektive Oberfläche.

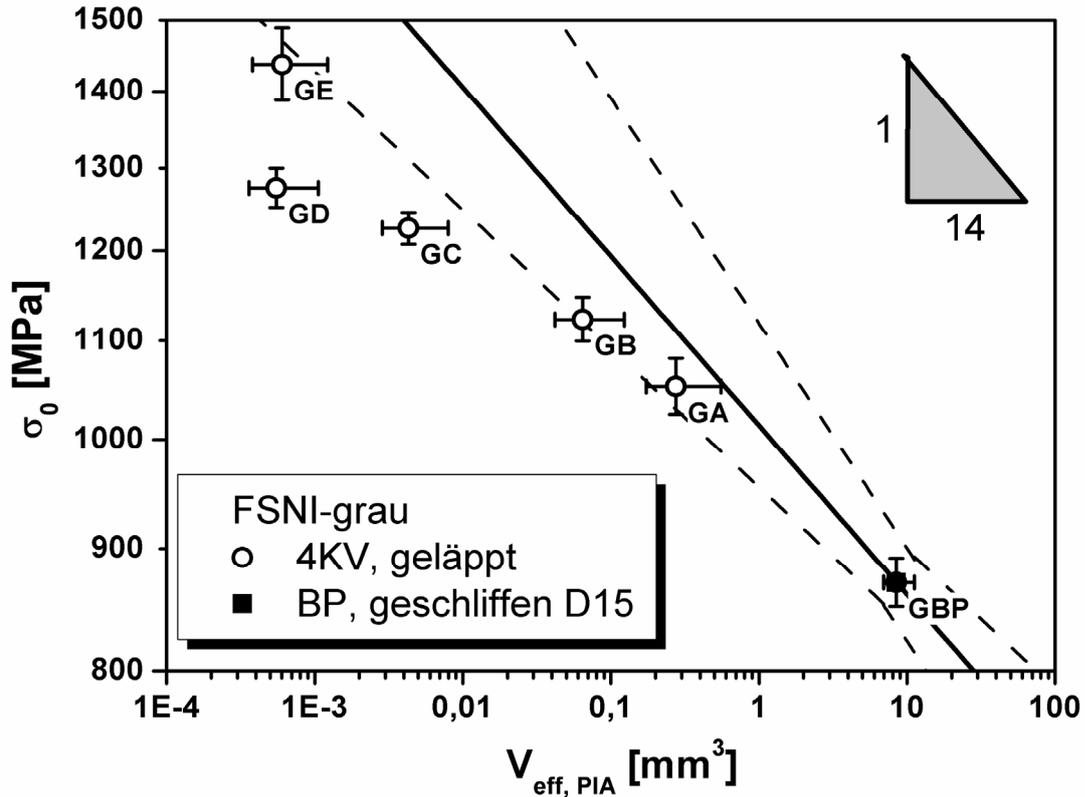


Abb. 9.1.a: Charakteristische Festigkeit in Abhängigkeit vom effektiven Volumen in doppelt logarithmischer Darstellung (4KV = 4-Kugel-Versuch, BP = 4-Punkt-Biegeversuch).

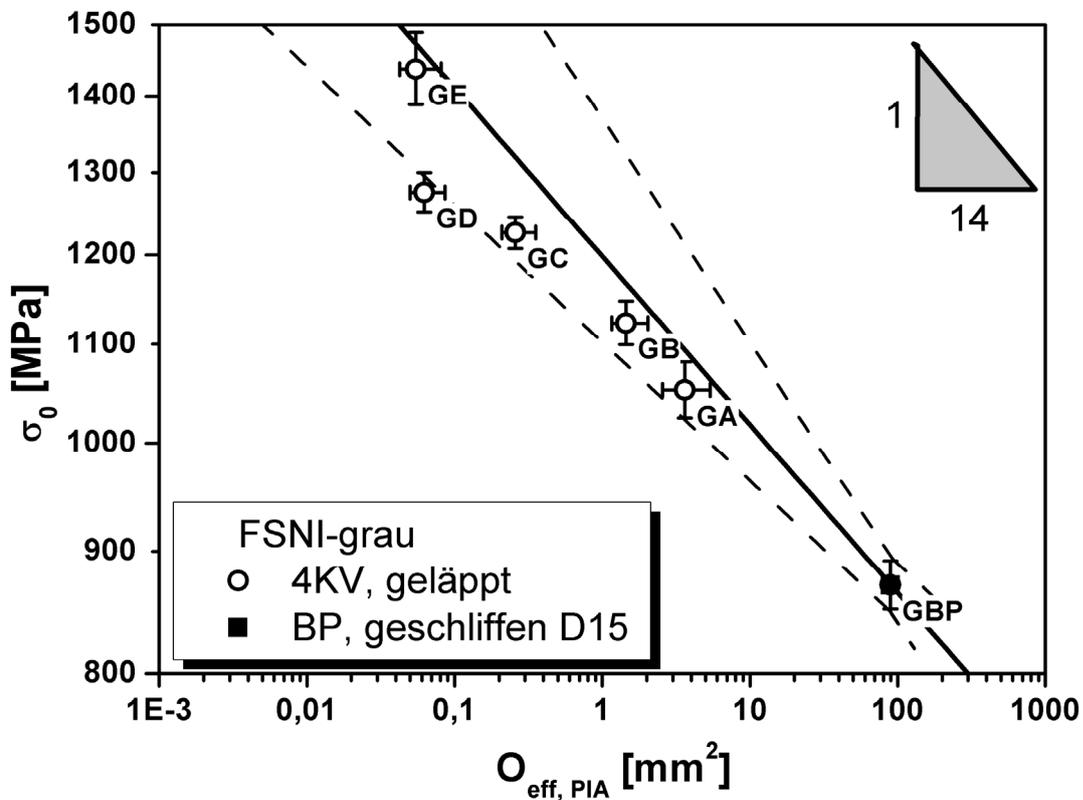


Abb. 9.1.b: Charakteristische Festigkeit in Abhängigkeit von der effektiven Oberfläche in doppelt logarithmischer Darstellung (4KV = 4-Kugel-Versuch, BP = 4-Punkt-Biegeversuch).

Eine der möglichen Erklärungen für das Verhalten von Stichprobe GE wäre, dass diese Stichprobe aus einer später hergestellten Charge von FSNI entnommen wurde. Wenn für die Herstellung dieser Charge ein qualitativ etwas hochwertigeres Pulver verwendet worden ist, könnte es zu den höheren Festigkeitswerten kommen. Denkbar ist auch, dass ungewollte Abweichungen in den Prozessparametern der Ofenführung zu (kleinen) Unterschieden in den mechanischen Eigenschaften geführt haben.

Wahrscheinlicher aber ist, dass durch den nicht gleichzeitig mit den anderen Stichproben durchgeführten Läppvorgang bei GE eine bessere Oberflächenqualität als bei den Stichproben GA bis GD erzeugt wurde (Bemerkung: Es ist nur sehr schwer möglich verschiedene Chargen desselben Materials mit der gleichen Oberflächenqualität herzustellen, da dabei Einflussfaktoren wie z. B. die Abnutzung der verwendeten Schleif/Läppscheiben oder auch die durch die Oberflächenbearbeitung eingebrachten Eigenspannungen eine große Rolle spielen können). Die Vermutung, dass eine unterschiedliche Oberflächenqualität für das abweichende Resultat der Festigkeitsprüfung von Stichprobe GE verantwortlich sein könnte, wird durch die im Folgenden gemachten Überlegungen weiter erhärtet.

**Abb. 9.1.b** zeigt die charakteristische Festigkeit in Abhängigkeit von der effektiven Oberfläche. Bei dieser Auswertung liegen sämtliche Festigkeitswerte im 90% Konfidenzintervall der Prognose. Offensichtlich sind die Defektpopulation der Proben eher Oberflächen- als Volumendefekte. Aber auch hier ist mit kleiner werdender effektiver Oberfläche ein Trend in Richtung eines Plateauwertes der Festigkeit festzustellen.

Dies könnte durch eine bimodale Fehlerverteilung erklärt werden. In Versuchen, bei denen ein biaxialer Spannungszustand (wie beim 4-Kugel-Versuch) vorliegt, sind Oberflächenfehler wesentlich gefährlicher als Volumenfehler. Da im 4-Kugel-Versuch nur sehr kleine Bereiche in der Nähe der Oberfläche der Probe getestet werden, geht das Versagen bei kleinen Proben in den meisten Fällen von der Oberfläche der Proben aus. Bei konventionellen Biegeproben wird dagegen ein wesentlich größeres effektives Volumen (uniaxial) geprüft. Daher findet man hier auch Volumenfehler, die in den kleinen 4-Kugel-Proben nicht beobachtet wurden (siehe dazu auch Kap. 9.2 - Fraktographische Untersuchungen).

Eine weitere mögliche Erklärung wird in [97] beschrieben. Hier wird angenommen, dass die Dichte der relevanten Fehler mit kleiner werdendem Volumen nichtlinear ansteigt. Bei sehr

kleinen Proben wird diese Fehlerdichte so hoch, dass sich die vielen kleinen Fehler gegenseitig beeinflussen. Diese „Fehlercluster“ erreichen dann kritische Größe und können als Bruchausgänge wirken. Dies bewirkt eine geringere Festigkeit, als aufgrund der Weibull - Theorie erwartet wird. Experimentell wurden derartige Ergebnisse zum ersten Mal in [98] beschrieben. So ein Verhalten würde aber entsprechend der Analysen in [98] erst bei wesentlich kleineren Proben als den hier verwendeten zu erwarten sein.

## 9.2 Vergleichende fraktographische Untersuchungen an Biege- und 4-Kugelproben

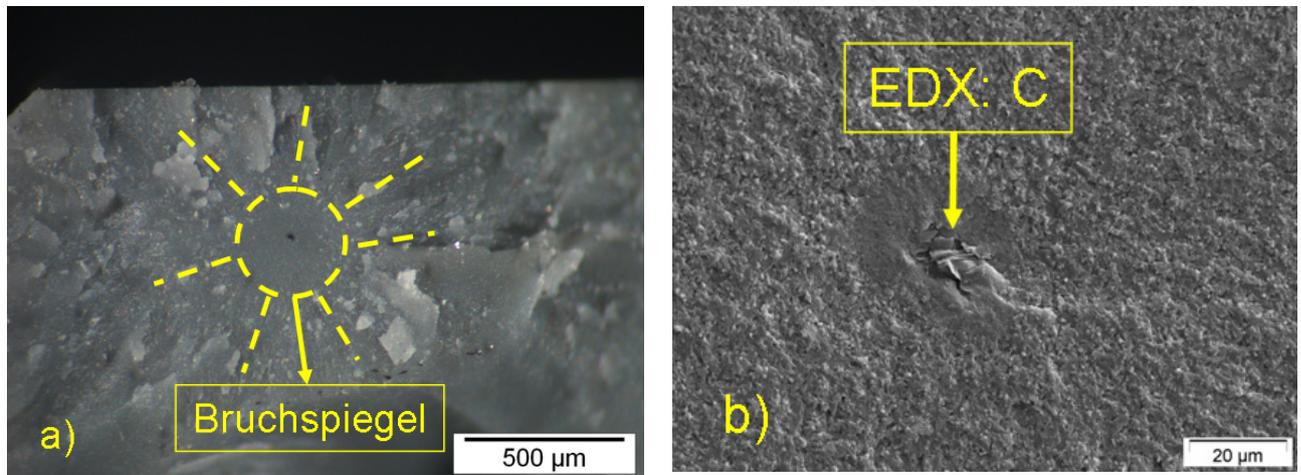
Eine fraktographische Untersuchung an ausgewählten Bruchflächen soll dazu beitragen die Ergebnisse der Festigkeitsuntersuchungen zu interpretieren. In **Tabelle 9.3** sind die nach dem Griffith-Kriterium [44 - 46, 51] berechneten Fehlergrößen für die charakteristische Festigkeit und die Proben mit höchster bzw. niedrigster Festigkeit für jede Prüferie zusammengefasst.

**Tab. 9.3:** Kritische Defektgrößen für die charakteristische Festigkeit und die Probe mit der jeweils niedersten bzw. höchsten Festigkeit jeder Serie (für die Berechnungen wurde die in den Messungen am ISFK ermittelte Bruchzähigkeit von  $5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  verwendet, als Geometriefaktor  $Y$  wurde für Volumenfehler  $2/\pi$  und für Oberflächenfehler 1,12 gewählt).

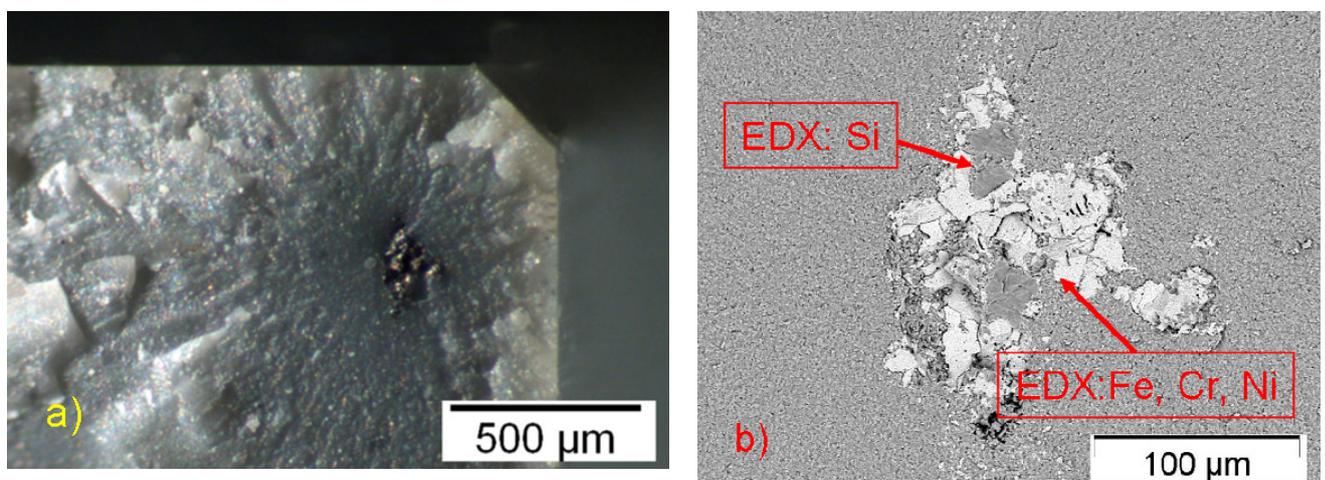
Probenserie/Probe	$\sigma$ [MPa]	$a_{c,o}$ [ $\mu\text{m}$ ]	$a_{c,v}$ [ $\mu\text{m}$ ]
<b>GBP-<math>\sigma_0</math></b>	871	8	26
GBP9- $\sigma_{min}$	620	17	51
GBP10- $\sigma_{max}$	1117	7	22
<b>GA-<math>\sigma_0</math></b>	1053	6	18
GA19- $\sigma_{min}$	733	12	37
GA-17- $\sigma_{max}$	1182	5	14
<b>GB-<math>\sigma_0</math></b>	1436	3	10
GB22- $\sigma_{min}$	1090	5	17
GB17- $\sigma_{max}$	1692	2	7
<b>GC-<math>\sigma_0</math></b>	1226	4	13
GC3- $\sigma_{min}$	798	4	11
GC1- $\sigma_{max}$	976	7	21
<b>GD-<math>\sigma_0</math></b>	1275	4	12
GD10- $\sigma_{min}$	985	7	20
GD25- $\sigma_{max}$	1394	3	10
<b>GE-<math>\sigma_0</math></b>	1436	3	10
GE34- $\sigma_{min}$	1090	5	17
GE31- $\sigma_{max}$	1692	2	7

In den **Abbildungen 9.2** und **9.3** sind Bruchspiegel und Bruchausgänge (in stärkerer Vergrößerung) von zwei ausgewählten Biegeproben abgebildet. In allen Abbildungen sind die Proben so orientiert, dass sich die Zugseite an der Oberseite der Bilder befindet. Bei den insgesamt 30 Biegeproben wurden drei bruchauslösende Volumenfehler eindeutig identifiziert, nämlich die Reste eines organischen Einschlusses (**Abb. 9.2.b**) und in zwei Proben ein

Einschluss aus Fe, Cr und Ni (**Abb. 9.3.b**). Weiters wurden elf Oberflächenfehler als Bruchausgänge gefunden.

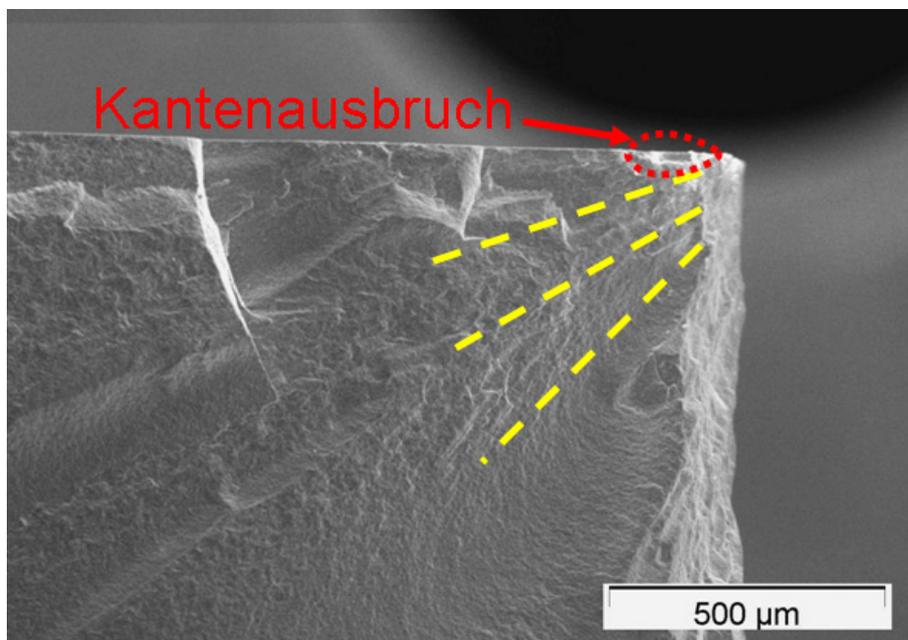


**Abb. 9.2.a und 9.2.b:** In **Abb. 9.2.a** ist ein Teil der Bruchfläche von Biegeprobe GBP3 zu sehen. Der Bruchspiegel mit *mirror/mist* und *hackle* Zone sowie dem im Zentrum liegenden Bruchausgang ist deutlich zu erkennen. **Abb. 9.2b** zeigt den eigentlichen Bruchausgang in stärkerer Vergrößerung im Rasterelektronenmikroskop. Bei einer EDX-Analyse wurde reiner Kohlenstoff gefunden. Berechnet man die kritische Defektgröße für Volumenfehler in FSNI mit dem Griffith-Kriterium kommt man bei der Festigkeit dieser Probe (826 MPa) auf einen Wert von 29 µm. Der Einschluss ist daher groß genug versagensauslösend sein zu können.

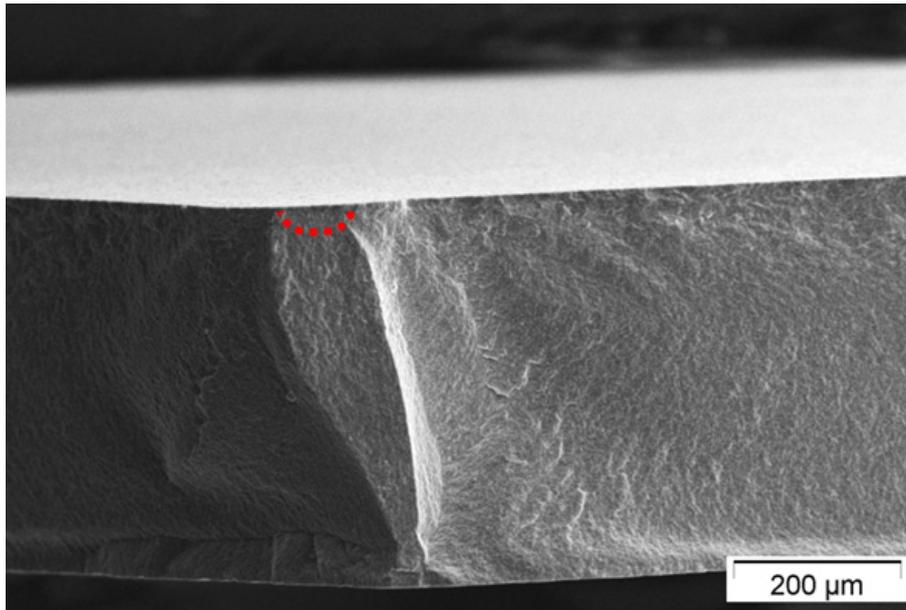


**Fig. 9.3.a und 9.3.b:** In **Abb. 9.3.a** ist ein Ausschnitt der Bruchfläche von Biegeprobe GBP5 im Stereomikroskop zu sehen. Bei einer EDX Analyse wurden im Einschluss die Elemente Eisen, Chrom und Nickel (helle Bereiche) sowie Platten aus reinem Silizium nachgewiesen (**Abb. 9.3.b**, REM, Rückstreuaufnahme). Bei dieser Probe (Festigkeit 693 MPa) beträgt die kritische Fehlergröße für Volumenfehler 41 µm. Der gefundene Einschluss genügt demnach dem Griffith-Kriterium für die kritische Größe eines Volumenfehlers.

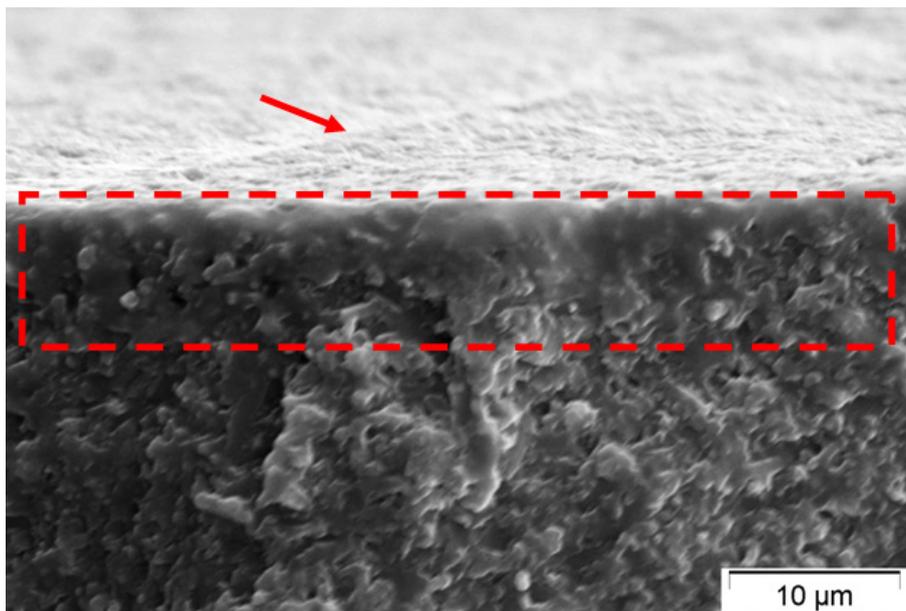
Aufgrund des viel geringeren effektiven Volumens und der großen Anzahl der Bruchstücke (vor allem bei hochfesten Materialien) ist es viel schwieriger Bruchausgänge in Bruchstücken von Proben aus dem 4-Kugel Versuch zu identifizieren, als bei Proben aus Biegeversuchen. Normalerweise geht der Bruch vom Zentrum der Probenfläche aus, das der Lastkugel gegenüberliegt (hier treten die höchsten Zugspannungen auf). Allerdings befindet sich der Bruchausgang bei hochfesten Materialien wie Siliziumnitrid sehr oft auf einem der vielen kleinen Fragmente, die während des Versuchs absplittern und verlorengehen. Bruchausgänge können daher sehr oft nicht mehr gefunden werden. In den **Abb. 9.4** und **9.5** sind für den 4-Kugel-Versuch typische Bruchflächen zu sehen.



**Abb. 9.4:** Überblick über einen Teil der Bruchfläche von Probe GA5 im REM. Die Bruchstrahlen sind durch strichlierte Linien angedeutet. Der eigentliche Bruchausgang ist während des Festigkeitsversuches weggebrochen und liegt auf einem der verlorengegangenen Splitter. Aufgrund der Orientierung der Bruchstrahlen kann aber angenommen werden, dass der Bruch von der Oberfläche der Probe ausgegangen ist. Direkt an der Oberfläche erkennt man einen Kantenausbruch, der während des Bruchvorgangs entstanden ist (Sekundärschaden).



**Abb. 9.5.a:** Überblicksaufnahme eines Teils der Bruchfläche von Probe GD12 im REM. Der Verlauf der Bruchstrahlen zeigt, dass das Versagen von der Oberfläche der Probe ausgeht (der Bereich von dem das Versagen ausgeht ist strichliert hervorgehoben).  
 Bemerkung: Auf das Aussehen der Bruchflächen von Proben mit geläppten Oberflächen wird in Kapitel 10 näher eingegangen.



**Abb. 9.5.b:** Schrägansicht des Bereiches von dem der Bruch ausgeht in stärkerer Vergrößerung. Im Volumen der Probe wurden keine Fehler gefunden. Die Festigkeit von Probe GD12 beträgt 1198 MPa. Das bedeutet, dass die kritische Fehlergröße  $a_c$  für Oberflächenfehler in diesem Fall nur 4  $\mu\text{m}$  beträgt (Bemerkung: für Volumenfehler berechnet sich  $a_c$  zu 14  $\mu\text{m}$ ). Trotz Läppung lassen sich auf der Oberfläche Bearbeitungsspuren erkennen (Pfeil). Bis in eine Tiefe von ca. 10  $\mu\text{m}$  sieht man, dass das Material durch den Bearbeitungsvorgang plastisch verformt wurde.

### 9.3 Resümee der Ergebnisse

Es ist seit langem bekannt, dass die Oberflächenqualität von Keramiken ein entscheidender Parameter für deren Festigkeit ist. Konventionelle Biegeproben (uniaxialer Spannungszustand) versagen in der Regel aufgrund von Oberflächendefekten (i. e. Bearbeitungsfehler) oder Volumendefekten (i.e. Einschlüsse, Poren,...). Um den Einfluss von Oberflächenfehlern möglichst gering zu halten, werden die Biegeproben daher laut Norm [17] parallel zur Spannungsrichtung geschliffen. Dadurch wird verhindert, dass die bei der Bearbeitung generierten (gefährlicheren) Medianrisse in Mode I belastet werden und so die Festigkeit verringern. Trotzdem wurden bei den 30 untersuchten Biegeproben nur drei Volumendefekte aber elf Oberflächendefekte als Bruchausgang identifiziert.

Im 4-Kugel-Versuch wird ein biaxialer Spannungszustand auf die Probe aufgebracht. Dies bedeutet, dass auf alle Oberflächendefekte Zugspannungskomponenten wirken, die senkrecht zum Riss stehen. Daher liegen Oberflächenrisse unabhängig von ihrer Orientierung günstig zum Spannungsfeld und es gibt keine harmlose Rissorientierung. Somit reagiert dieser (biaxiale) Versuch wesentlich empfindlicher auf Oberflächendefekte als der Biegeversuch an Balken. Dies zeigen auch die in diesem Kapitel beschriebenen Ergebnisse. Bei allen fraktographisch analysierten 4-Kugelproben wurden Oberflächenrisse als Bruchausgang gefunden.

## **10. Einfluss der Oberflächenbearbeitung auf die Festigkeit**

Um den Einfluss der Endbearbeitung auf die biaxiale Festigkeit von Keramiken zu beschreiben, wurden die Oberflächen von 9 Prüfserien einer  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Keramik (FSNI-grau) derselben Charge und Größe unterschiedlich präpariert und anschließend im 4-Kugel-Versuch geprüft. Um einheitliche Versuchsbedingungen zu gewährleisten wurde für alle Probenserien dieselbe Geometrie (Durchmesser 20 mm, Dicke ca. 2 mm) gewählt. Die dabei erhaltenen Ergebnisse wurden mit den Ergebnissen von 2 Prüfserien von 4-Punkt-Biegeproben (aus derselben Charge, aber ebenfalls mit zwei unterschiedlichen Oberflächenqualitäten) verglichen.

### **10.1 Oberflächenbearbeitung der Proben**

#### **10.1.1 Oberflächenbearbeitung bei FCT-Ingenieurkeramik**

Die für die 4-Kugel-Versuche verwendeten Proben wurden bei FCT Ingenieurkeramik aus Scheiben geschnitten. Eine Probenseite wurde anschließend standardmäßig geläppt ( $\text{B}_4\text{C}$ , FEPA Standard F600, Korngröße 3 – 19  $\mu\text{m}$ ). Eine Serie wurde mit bei FCT geläppter Oberfläche als Zugseite für die Untersuchung des Einflusses der Oberflächenqualität auf die Festigkeit verwendet (Probenserie OI). Die Oberflächen aller anderen Proben wurden am ISFK auf unterschiedliche Weise bearbeitet.

#### **10.1.2 Oberflächenbearbeitung in der Werkstätte des ISFK**

Vor dem Aufkleben des Probenmaterials auf eine magnetische Trägerplatte aus Stahl muss diese genau gereinigt werden, um den Klebespalt so dünn wie möglich zu halten und damit die Planparallelität der Proben zu gewährleisten. Danach wird die Trägerplatte auf eine Temperatur von ca. 150°C aufgeheizt, das Heißklebewachs dünn aufgebracht, die Proben vorsichtig aufgelegt (**Abb. 10.1.a**) und mit einer Stahlplatte beschwert (**Abb. 10.1.b**). Obwohl bei Siliziumnitrid aufgrund der ausgezeichneten mechanischen Eigenschaften eine Schädigung durch Thermoschock nahezu auszuschließen ist, wurde darauf geachtet die Proben (sowie die Spitze der verwendeten Werkzeuge) mit dem Probenhalter vorsichtig mitzuerwärmen. Haben die

vorgefertigten Proben (bzw. das Probenvormaterial) nicht exakt dieselbe Höhe (**Abb. 10.1.c**), muss der Schleifvorgang in 2 Arbeitsgängen durchgeführt werden<sup>11</sup>.



**Abb. 10.1.a-c:** (a) Vorgeheizte Trägerplatte mit Heißklebewachs und Proben und (b) Beschwerung der Proben auf der Trägerplatte mit einer Stahlplatte. Zwischen die Stahlplatte und die Proben wird eine ca. 3 mm dicke Gummimatte gelegt, um Unebenheiten auszugleichen. (c) Trägerplatte mit den aufgeklebten Proben nach dem Aushärten. Man kann erkennen, dass die Proben teilweise nicht exakt dieselbe Höhe haben (Pfeile). In einem Arbeitsgang können mit dieser Anordnung bis zu 25 Proben mit einem Durchmesser von 20 mm geschliffen werden.

Nach dem Aushärten des Heißklebewachses wird die Trägerplatte auf der Maschine magnetisch festgespannt und die Maschine auf die höchste und tiefste Probenhöhe eingestellt (**Abb. 10.2**). Bei den Schleifscheiben handelt es sich um kunstharzgebundene Diamantscheiben der Fa. Winter (Bemerkung: kunstharzgebundene Scheiben sind für die Bearbeitung der Oberflächen von Keramiken besser als metallgebundene Scheiben geeignet, weil das Kunstharz beim Aufsetzen der Scheibe nachgibt und so ein Schlag auf die Proben verhindert wird). Standardmäßig besteht die Möglichkeit zwischen „schnellem“ (Materialabtrag 30  $\mu\text{m}$ , kleinster Bearbeitungsschritt 2  $\mu\text{m}$ ) und, wie für diese Arbeit angewandt, „langsamem“ Schleifen (Materialabtrag 15  $\mu\text{m}$ , kleinster Bearbeitungsschritt 1  $\mu\text{m}$ ). Die Kühlung erfolgt mit einer Schleifemulsion, die zu 30 Teilen aus Wasser und 1 Teil aus Öl besteht (**Abb. 10.3**).



**Abb. 10.2:** Aufgespannte Trägerplatte mit aufgeklebten Proben vor Beginn des Schleifvorgangs.

Nach dem Ende des ersten Arbeitsschrittes wird die Platte von der Unterlage gelöst und das Maß der Proben geprüft. Im zweiten Schritt erfolgt die Endbearbeitung der Oberflächen.

Die Dauer des Schleifvorgangs

hängt von der zu bearbeitenden Fläche und dem gewünschten Abtrag ab. Bei den in dieser Arbeit

<sup>11</sup> Haben die Proben verschiedene Höhen, so würde die Beschwerungsplatte nur auf den höchsten Punkten aufliegen. Verschieden hohe Proben werden dann mit unterschiedlichen Kräften auf die Trägerplatte gedrückt und der Klebefilm wäre unterschiedlich dick, was auch nach dem Schleifen zu unterschiedlichen Probenhöhen führt. Dies kann auch durch die Gummimatte, die Unebenheiten kompensiert, nicht vollständig verhindert werden.

verwendeten Proben (und der gegebenen Fläche) erfolgte das Vorschleifen ca. 15 Minuten lang mit einer Körnung von 46  $\mu\text{m}$  (D46). Das Bearbeiten auf das Endmaß wurde mit einer Körnung von 15  $\mu\text{m}$  (D15) für ca. 30 Minuten durchgeführt. Der Materialabtrag beim Schleifen mit D46 betrug dabei ca. 600  $\mu\text{m}$ . Um die durch die Bearbeitung durch das Schleifen mit D46 in die Oberfläche eingebrachten Fehler zu entfernen werden beim Schleifen auf das Endmaß (Dauer ca. 15 Minuten) mindestens weitere 25  $\mu\text{m}$  abgetragen.

Die Oberflächen der ersten vier Probenserien wurden in der Werkstätte des ISFK unterschiedlich bearbeitet. Die Proben wurden dabei mit 1400 Umdrehungen/Minute (dies entspricht einer Umfangsgeschwindigkeit von 22 m/s) geschliffen. Bei schnelleren Geschwindigkeiten würde die Unwucht zu groß werden, und es kommt zum Auftreten von Maschinenvibrationen. Damit wäre kein optimaler Schleifvorgang mehr gewährleistet.



**Abb. 10.3:** Auf der Schleifmaschine (Fa. ELB-Schliff, Typ Juwel 20 SPS) festgespannte Trägerplatte mit 25 Proben während des Schleifvorgangs.

Die erste Probenserie wurde nur mit einer Schleifscheibe der Körnung D46 (Serie OA) geschliffen. Die Serien OB, OC und OD wurden, wie in EN 843-1 [17] für die Zugseite von Biegeproben standardmäßig vorgeschrieben, zuerst mit D46 und dann mit D15 bearbeitet. Um einen möglichen Einfluss von gebrauchten und frisch abgezogenen Schleifscheiben verifizieren zu können, wurden mit dieser Körnung (D15) die Oberflächen von drei Serien (unterschiedlich) präpariert. Serie OC wurde mit einer gebrauchten Schleifscheibe geschliffen, anschließend wurde Serie OB mit derselben Scheibe präpariert. Danach wurde die Schleifscheibe neu abgezogen und Serie OD geschliffen. Eine Zusammenfassung der einzelnen Oberflächenbearbeitungsschritte ist in **Tab. 10.2** angeführt.

### 10.1.3 Oberflächenbearbeitung im Keramographielabor des ISFK

Die Präparation der weiteren Probenserien (OE – OH) erfolgte im Keramographielabor des ISFK auf einem halbautomatischen Schleif- und Poliergerät vom Typ Pedemax 2 der Firma Struers. Jeweils sechs bis sieben scheibenförmige Proben wurden mit Heißklebewachs (Removable Adhesion Vax der Firma Struers) auf den auf einer Herdplatte bis auf ca. 140°C erhitzten Probenhalter aufgeklebt. In **Abb. 10.4.a** ist der Probenhalter mit sieben aufgeklebten Proben zu sehen, **Abb. 10.4.b** zeigt das Poliergerät mit dem eingebauten Probenhalter. Nach dem Poliervorgang wurden die Proben durch neuerliches Erwärmen vom Probenhalter abgelöst, an Luft abgekühlt und vorsichtig in Aceton gereinigt. In **Tab. 10.1** sind die Präparationsparameter der Oberflächenbearbeitung angegeben.



**Abb. 10.4.a:** Blick auf die untere Seite des Probenhalters mit 7 aufgeklebten Siliziumnitridscheiben (Polierstufe 9 µm).



**Abb. 10.4.b:** Schleif- und Poliergerät Pedemax 2 mit angehobenem Probenhalter (Rechteck).

**Tabelle 10.1:** Präparationsparameter an Struers Pedemax 2 (Keramographielabor)

Präparationsschritte	Schleif/Polier-Körnung [µm]	Schleifkraft [N]	Drehzahl [U/min]	Schleif/Polierzeit [min]
Schleifen (SiC-Papier) Struers MD Piano 220	65 µm	120	300	bis plan
Schleifen (SiC-Papier) Struers MD Piano 600	25 µm	120	300	30
Schleifen (SiC-Papier) Struers MD Piano 600	25 µm	120	150	15
Polieren Struers OP-Chem	9 µm	150	150	45 – 60*)
Polieren Struers OP-Chem	6 µm	150	150	30 – 45 *)
Polieren Struers OP-Chem	3 µm	150	150	15 – 30 *)
Polieren Struers OP-Chem	1 µm	150	150	15

\*) Die unterschiedliche Polierdauer beruht darauf, dass beim Polieren die Diamantsuspension von Hand zugegeben wird und die Abtragsrate und damit auch die Oberflächenqualität der Proben daher variieren kann. Zur Kontrolle wurde die Oberflächenqualität nach jedem Bearbeitungsschritt am Lichtmikroskop überprüft. Falls nötig wurden die Proben nachpoliert.

Als Schmiermittel wurde für das Schleifen Wasser und für das Polieren eine Mischung aus neun Teilen destilliertem Wasser und einem Teil Glycerin verwendet. Wasser und Poliermittel wurden automatisch zugeführt. In **Tabelle 10.2** findet man eine Übersicht über die Bearbeitungsschritte der Oberflächen der unterschiedlichen Probenserien.

**Tab. 10.2:** Oberflächenbeschaffenheit der unterschiedlichen Probenserien

Serie	Bearbeitung bei	Oberflächenbearbeitung	Anzahl der präparierten Proben
OA	ISFK-Werkstätte	D46	30
OB	ISFK-Werkstätte	D46, D15-2	30
OC	ISFK-Werkstätte	D46, D15-1	30
OD	ISFK-Werkstätte	D46, D15 (Scheibe frisch abgezogen)	30
OE	ISFK-Keramographielabor	D46, D15, 9 $\mu\text{m}$	30
OF	ISFK-Keramographielabor	D46, D15, 9 $\mu\text{m}$ , 6 $\mu\text{m}$	30
OG	ISFK-Keramographielabor	D46, D15, 9 $\mu\text{m}$ , 6 $\mu\text{m}$ , 3 $\mu\text{m}$	30
OH	ISFK-Keramographielabor	D46, D15, 9 $\mu\text{m}$ , 6 $\mu\text{m}$ , 3 $\mu\text{m}$ , 1 $\mu\text{m}$	40
OI	FCT Ingenieurkeramik	Geläpft (B <sub>4</sub> C, FEPA Standard F600, Korngröße 3 – 19 $\mu\text{m}$ )	40

## 10.2 Oberflächenqualität der Proben

Die Qualität der Oberflächen wurde quantitativ durch die Messung des Mittenrauhwerts  $R_a$  und der arithmetisch gemittelten Rauhtiefe  $R_z$  bestimmt. Weiters wurde jede einzelne Probe im Lichtmikroskop optisch auf Oberflächenfehler untersucht. Da im 4-Kugerversuch die höchsten Spannungen auf der Zugseite in der Mitte der Probe auftreten, wurden die Rauheitsmessungen sowie die optischen Untersuchungen vor allem im Zentrum der Probe durchgeführt.

### 10.2.1 Rauigkeit und optische Beurteilung

Der Mittenrauhwert  $R_a$  und die Rauhtiefe  $R_z$  wurden mit einem Messgerät der Firma Taylor & Hobson, Typ Surtronic 3 bestimmt. Dabei wird eine vorher definierte Messstrecke (die Messungen wurden im Zentrum der Proben durchgeführt) mit einer Messspitze (Radius 5  $\mu\text{m}$ )

abgetastet<sup>12</sup>. In **Tab. 10.3** sind die Ergebnisse dieser Messungen angegeben. An jeder Serie wurde an je einer repräsentativen Probe die Rauigkeit in zwei um 90° verdrehten Richtungen bestimmt (Bemerkung: bei den in der ISFK-Werkstätte geschliffenen Proben wurde Richtung 1 als Schleifrichtung definiert, Richtung 2 liegt senkrecht dazu). Zum Vergleich wurde auch die Rauigkeit der Biegeproben (Serie BC) gemessen. **Abb. 10.5** zeigt den Zusammenhang zwischen Mittenrauhwert und Oberflächenqualität der 4-Kugel-Proben.

Wie zu erwarten nimmt die Rauigkeit mit zunehmender Feinheit der Bearbeitungsschritte ab. Zwischen den Proben, die mit den beiden gebrauchten Scheiben (Körnung D15) geschliffen wurden, gibt es keinen signifikanten Rauigkeitsunterschied. Wird die Scheibe aber frisch abgezogen, so verringert sich der Rauigkeitswert dagegen auf ca. die Hälfte.

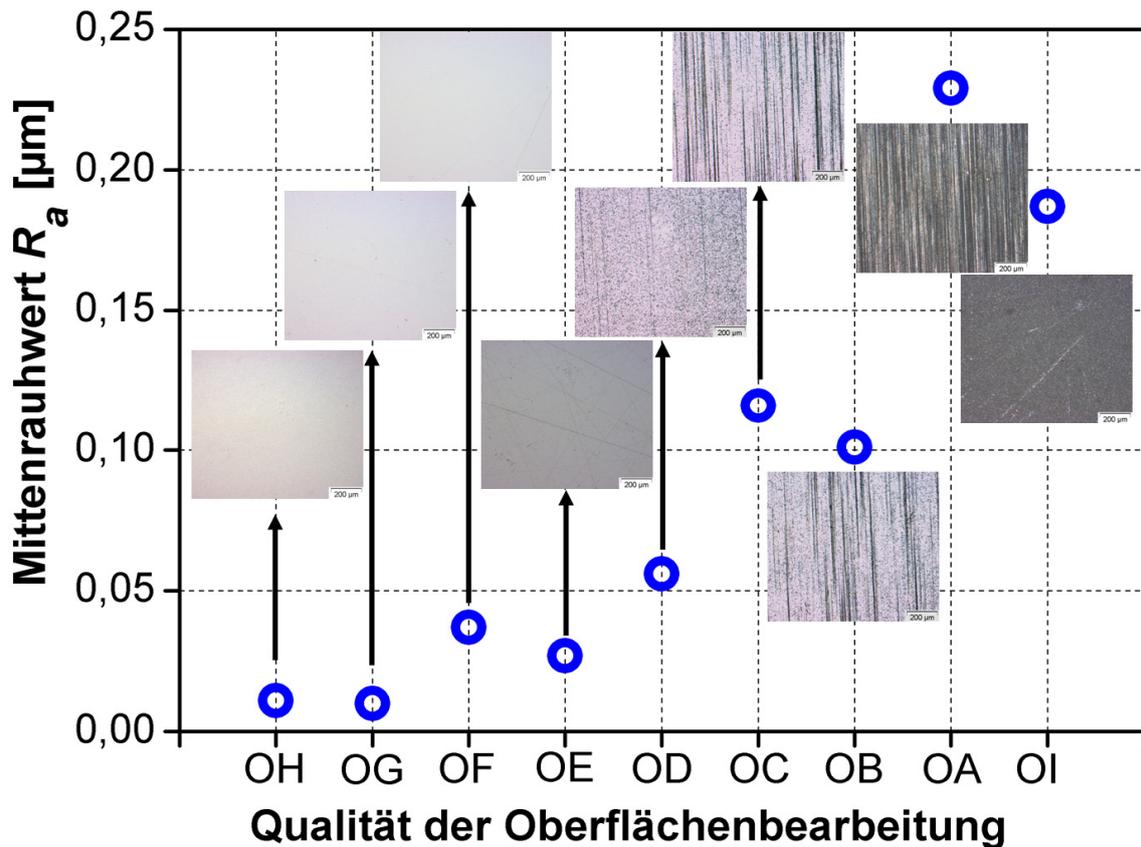
Bei den von FCT geläppten Proben wurde mit einem  $R_a$  von 0,187  $\mu\text{m}$  die zweithöchste Rauigkeit aller Serien gemessen. Dies ist auf grobe Läppkörner, die bis zu 19  $\mu\text{m}$  Durchmesser aufweisen können, (siehe **Tab. 10.2**) zurückzuführen.

**Tab. 10.3:** Ergebnisse der Rauigkeitsmessungen,  $R_a/R_z$

Serie	Messrichtung 1 [ $\mu\text{m}$ ]	Messrichtung 2 [ $\mu\text{m}$ ]	Mittelwert [ $\mu\text{m}$ ]
OA	0,174 / 0,990	0,283 / 2,030	0,229 / 1,510
OB	0,119 / 0,888	0,082 / 1,050	0,101 / 0,969
OC	0,106 / 0,738	0,125 / 1,290	0,116 / 1,014
OD	0,057 / 0,477	0,054 / 0,442	0,056 / 0,460
OE	0,034 / 0,268	0,020 / 0,157	0,027 / 0,213
OF	0,010 / 0,095	0,064 / 0,337	0,037 / 0,169
OG	0,011 / 0,110	0,009 / 0,095	0,010 / 0,103
OH	0,011 / 0,110	0,011 / 0,100	0,011 / 0,105
OI	0,202 / 2,450	0,172 / 2,300	0,187 / 2,375
BC (Biegeproben)	0,055 / 0,783	0,117 / 0,825	0,086 / 0,882

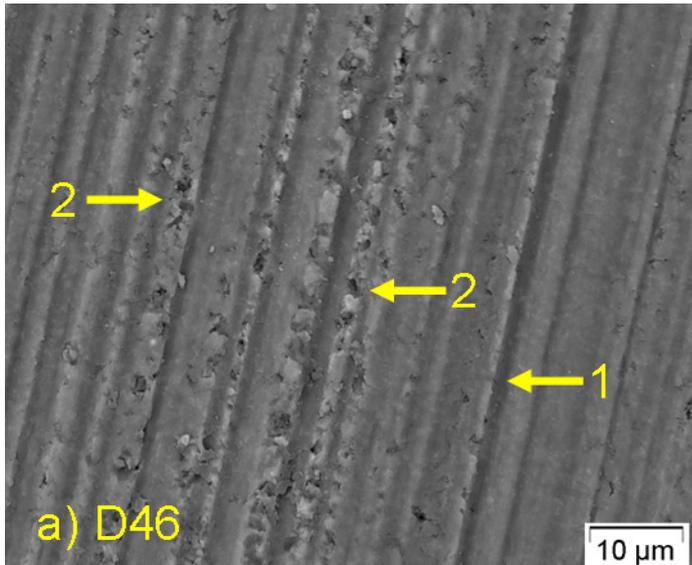
Die Unterschiede in der Rauigkeit lassen sich auch optisch gut erkennen. Je besser die Bearbeitung der Oberflächen ist, desto heller erscheint die Oberfläche. Bereits bei der ersten Polierstufe (i. e. 9  $\mu\text{m}$ , Serie OE) finden sich nur mehr wenige Kratzer auf den Oberflächen der Proben, die Oberflächen von Serie OF (6  $\mu\text{m}$ ) bis Serie OG (1  $\mu\text{m}$ ) lassen sich optisch kaum mehr unterscheiden (siehe **Abb. 10.5**).

<sup>12</sup> Es sei bemerkt, dass in der Norm für die Messung der Oberflächenrauigkeit (EN 623-4) eine Messspitze mit einem Radius von maximal 2  $\mu\text{m}$  vorgeschrieben ist. Da der Radius der für diese Untersuchung verwendeten Messspitze größer war, wird hier die tatsächliche Oberflächenrauigkeit (geringfügig) unterschätzt.

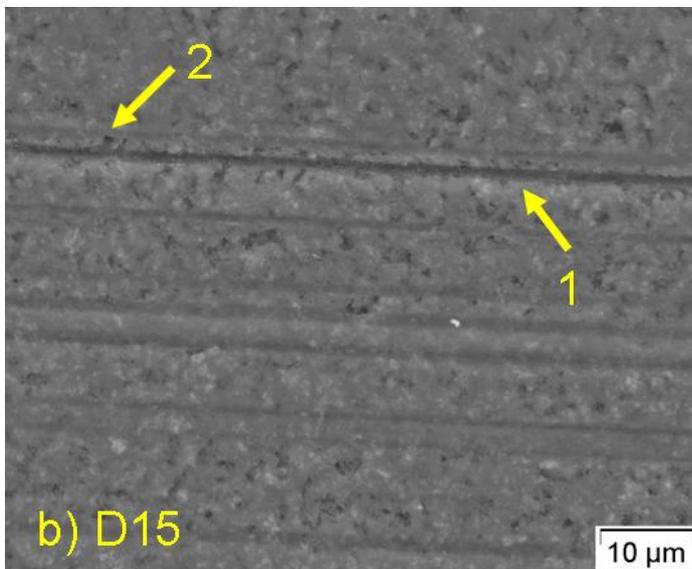


**Abb. 10.5:** Zusammenhang des Mittensrauhwerts mit der Oberflächenqualität (von links: 1 = Serie OH, 2 = Serie OG, 3 = Serie OF, 4 = Serie OE, 5 = Serie OD, 6 = Serie OC, 7 = Serie OB, 8 = Serie OA, 9 = Serie OI). Aufgetragen ist der Mittelwert des Mittensrauhwerts über der Oberflächenqualität. Die zugehörigen Bilder zeigen jeweils einen Ausschnitt mit einer Größe von ca.  $1100 \mu\text{m} \times 970 \mu\text{m}$ .

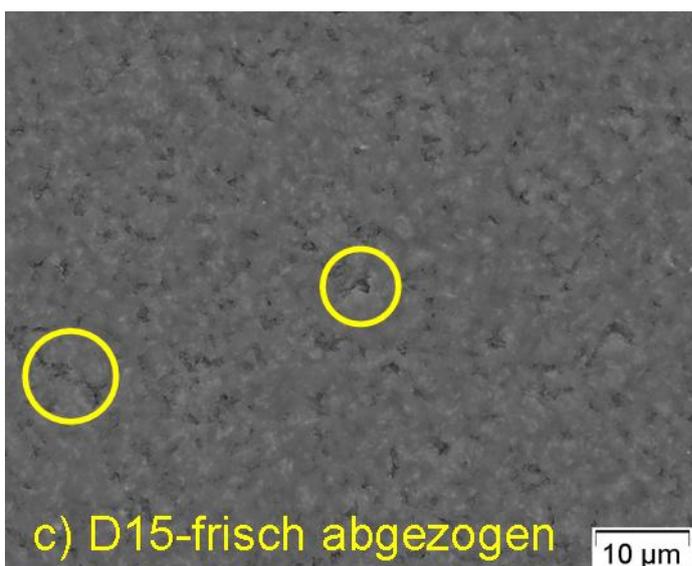
In den **Abbildungen 10.6.a bis 10.6.f** ist die Entwicklung der Oberflächenqualität der Proben beim Polieren mit immer feiner werdender Körnung in starker Vergrößerung im REM zu sehen. Nicht gezeigt sind hier Bilder der Oberflächen die mit  $6 \mu\text{m}$  bzw.  $3 \mu\text{m}$  (Prüfserien OF und OG) poliert wurden, da hier kein Unterschied zu den Oberflächen von Serie OH (poliert mit  $1 \mu\text{m}$ ) mehr zu erkennen war.



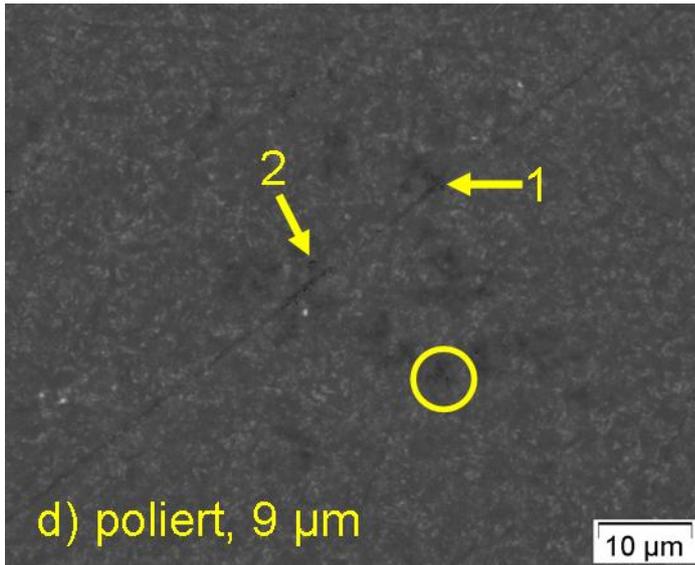
**Abb. 10.6.a:** Mit D46 geschliffene Oberfläche in starker Vergrößerung. Neben tiefen Schleifriefen (1) findet man auch Ausbrüche (2) am Rand der Schleifriefen.



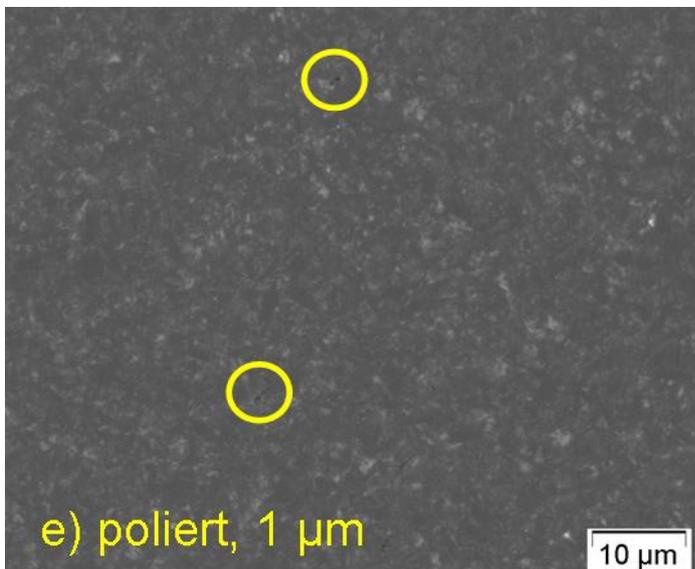
**Abb. 10.6.b:** Oberfläche nach einem Schleifen mit einer Körnung von 15 µm (D15). Man sieht deutlich, dass die Anzahl der Schleifriefen (1) sowie die Anzahl und Größe der Ausbrüche (2) in Vergelte zu (a) deutlich abgenommen haben.



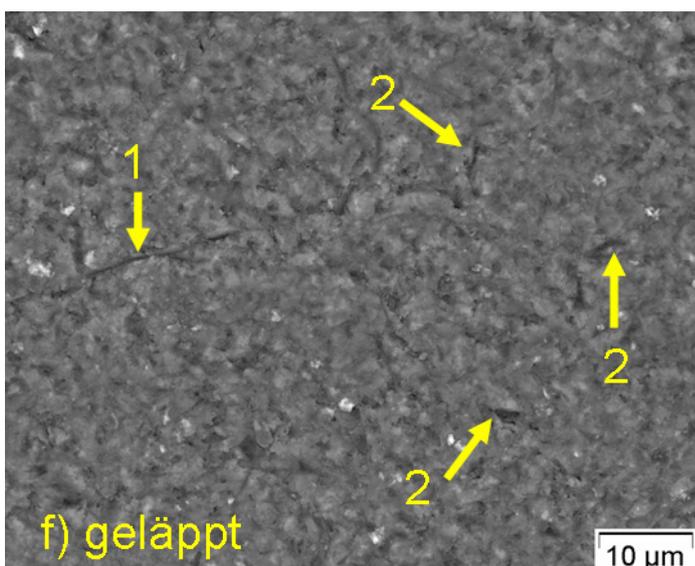
**Abb. 10.6.c:** Oberfläche, die mit einer frisch abgezogenen Schleifscheibe D15 bearbeitet wurde. Es gibt nur mehr vereinzelte Schleifriefen. Man findet aber noch zahlreiche Ausbrüche auf der Oberfläche (zwei Beispiele sind durch Kreise gekennzeichnet).



**Abb. 10.6.d:** Oberfläche mit Körnung 9 µm poliert. Die durch den Schleifvorgang verursachten Riefen wurden wegpoliert. Es gibt aber einzelne durch den Poliervorgang neu entstandene Kratzer (1) und Ausbrüche auf der Oberfläche (2). Aufgrund der besseren Oberflächenqualität kann man auch Cluster von kleinen Poren (Kreis) erkennen, die auf den geschliffenen Oberflächen nicht zu sehen waren.

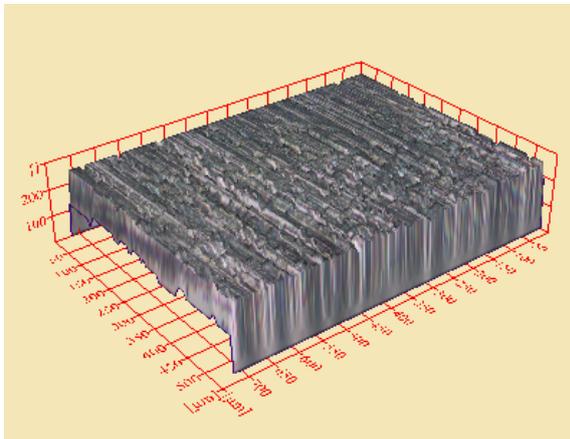


**Abb. 10.6.e:** Oberfläche mit 1 µm poliert. Die nach der Bearbeitung mit einer Körnung von 9 µm noch sichtbaren Kratzer wurden vollständig wegpoliert.

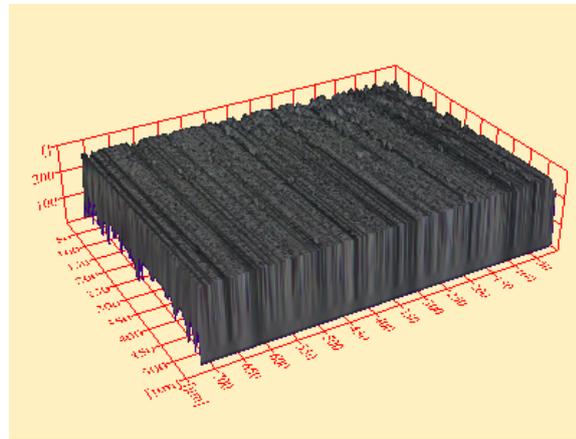


**Abb. 10.6.f:** Oberfläche geläppt. Man findet neben Ausbrüchen (2) auch Kratzer (1), die während des Läppvorgangs durch grobe Körner verursacht wurden.

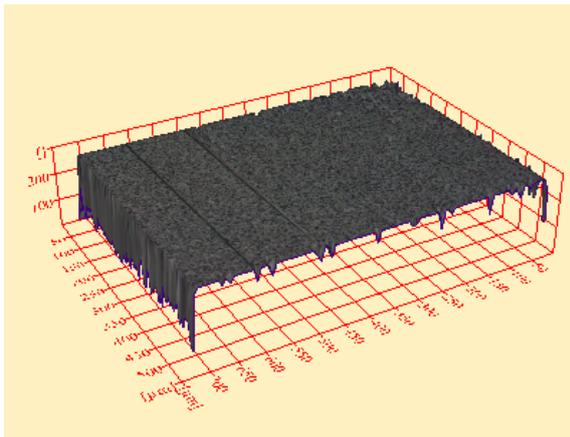
Um einen räumlichen Eindruck von den bearbeiteten Oberflächen zu bekommen, wurden mit dem Bildbearbeitungsprogramm *analySIS®five* Beispiele für Oberflächentopologien der unterschiedlich bearbeiteten Proben erstellt. In den **Abb. 10.7.a** bis **10.7.d** sind Höhenkarten der Oberflächen von je einer Probe der Serien OA, OB, OD und OI vergleichsweise dargestellt.



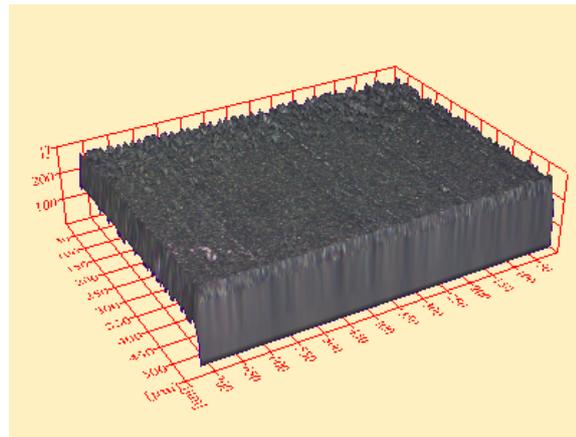
**Abb. 10.7.a:** Oberflächentopologie Serie OA



**Abb. 10.7.b:** Oberflächentopologie Serie OB



**Abb. 10.7.c:** Oberflächentopologie Serie OD

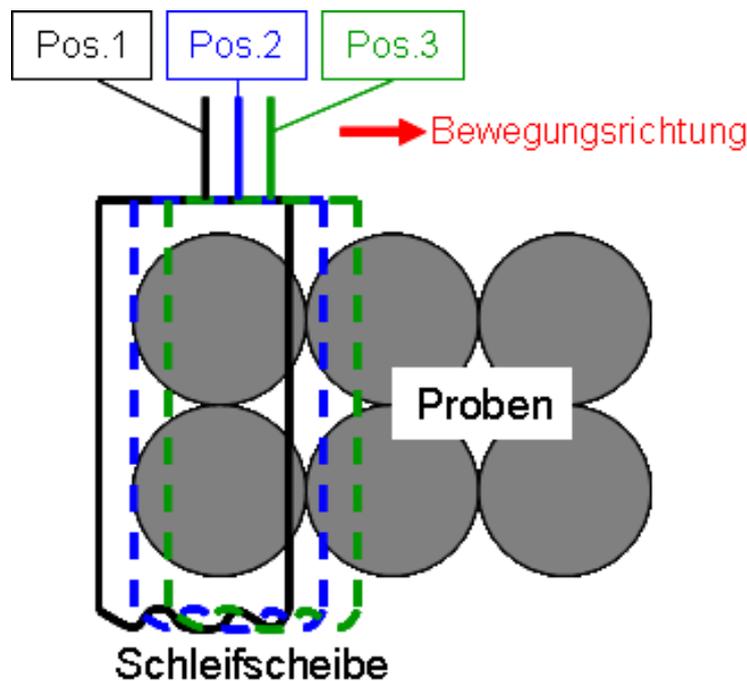


**Abb. 10.7.d:** Oberflächentopologie Serie OI

Da die Oberflächen der polierten Proben (Serien OE – OH) keine größeren Unebenheiten (i. e. tiefe Kratzer usw.) mehr aufwiesen, wurde dieses Verfahren nur für die geschliffenen und geläpften Proben angewandt. Die Oberfläche von Serie OA (Schleifkörnung D46) besitzt erwartungsgemäß ein stark zerklüftetes Aussehen. Obwohl die Serien OB und OD mit derselben Scheibe (der einzige Unterschied besteht darin, dass bei Serie OD eine frisch abgezogene Scheibe verwendet worden ist) geschliffen wurden, unterscheiden sie sich im Aussehen deutlich. Während man auf der Oberfläche von Serie OD nur mehr wenige (tiefere) Schleifriefen erkennt, findet man auf der Oberflächen von Serie OB viele tiefe Schleifriefen.

Die unterschiedliche Oberflächenqualität bei der Verwendung einer frisch abgezogenen und einer gebrauchten Schleifscheibe kann auf mehrere Faktoren zurückgeführt werden: während des

Schleifvorgangs wird die Schleifscheibe bei jedem Bearbeitungsvorgang kontinuierlich in die nächste Position versetzt (**Abb. 10.8**). Werden die Schleifkörner mit fortschreitender Verwendung stumpf, vergrößert sich zudem der Anpressdruck der Scheibe<sup>13</sup>. Die (stumpfen) Schleifkörner werden jetzt fester auf die Probe gedrückt, der Materialabtrag erfolgt nicht mehr gleichmäßig. Da sich das System Schleifscheibe-Proben-Probenhalter elastisch verhält, wird die Scheibe aufgrund des ungleichmäßigen und tlw. fehlenden Materialabtrags außerdem auch nach oben gedrückt.

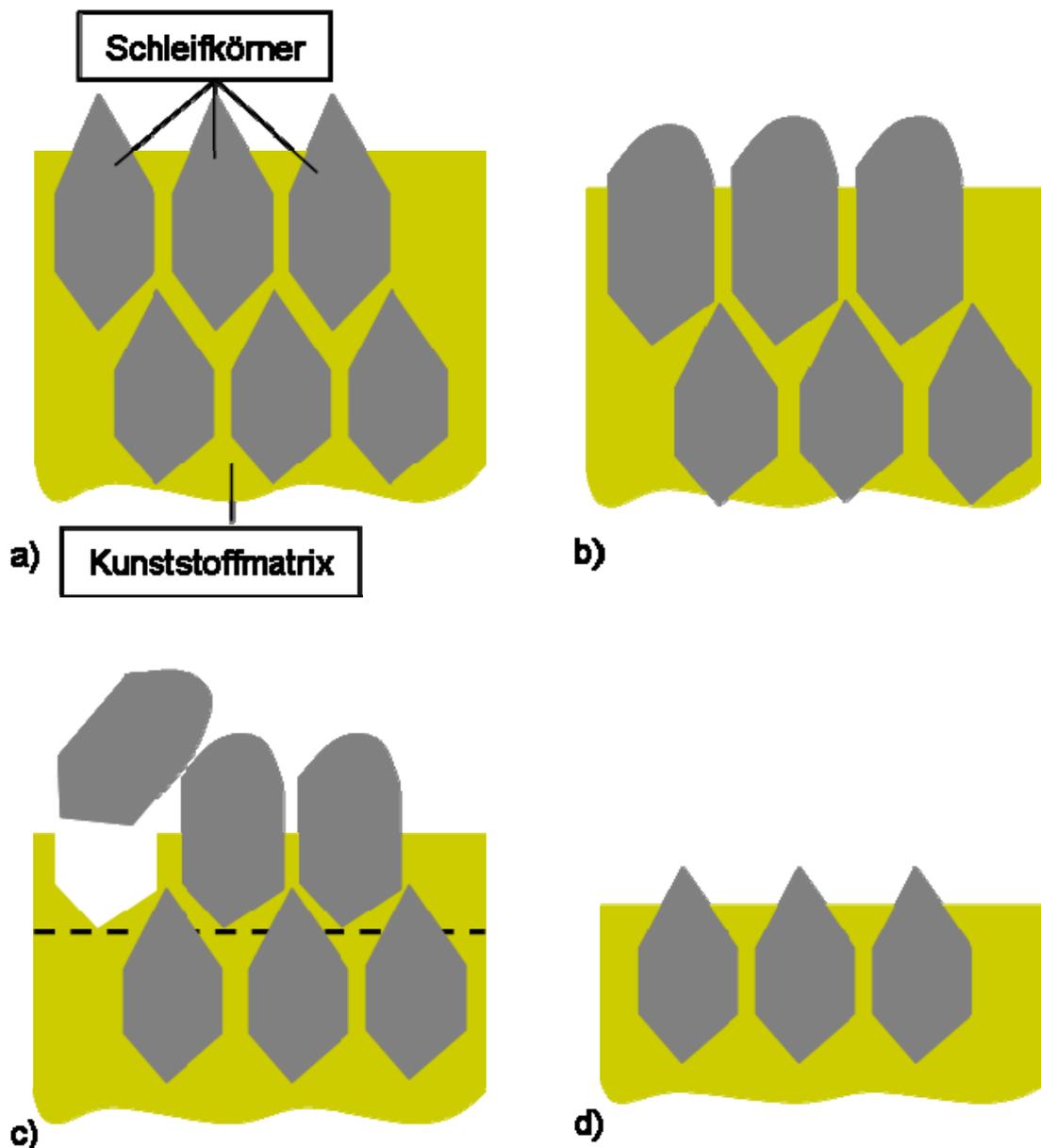


**Abb. 10.8:** Schematische Darstellung des Schleifvorgangs, Aufsicht. Während der Bearbeitung wird die Scheibe kontinuierlich in die nächste Position versetzt.

Frisch abgezogene Schleifscheiben haben schärfere Körner, die einen gleichmäßigen und schnelleren Materialabtrag gewährleisten. Mit fortschreitender Bearbeitung werden die Schleifkörner stumpf. Beim Schleifen harter Werkstoffe (wie Keramiken) kommt es während der Bearbeitung nach einiger Zeit zu einem Selbstschärfeffekt. Die stumpfen Schleifkörner brechen mit der Zeit teilweise aus (**Abb. 10.9**) und bilden zusätzliche Verschleißteilchen, die als

<sup>13</sup> Um ein spitzes Korn in das zu schleifende Material zu drücken wird ein geringerer Kraftaufwand benötigt als für ein stumpfes Korn. Die Zustellung (das „Tiefstellen“ der Schleifscheibe) bleibt aber gleich. Aufgrund der Elastizität der Schleifmaschine wird die Schleifscheibe nach oben weggedrückt, ohne dass es zu dem eingestellten Materialabtrag gekommen ist. Im nächsten Zustellschritt drückt die Maschine jetzt noch stärker auf das Material und es kommt zu dem ungleichen Materialabtrag. Dieser Effekt ist umso größer, je breiter die Schleifscheiben sind. Daher ist es von Vorteil schmalere Scheiben zu verwenden.

(unerwünschte, frei bewegliche) Schleifkörner wirken, die Schäden in für keramische Werkstoffe kritischen Größen erzeugen können.



**Abb. 10.9:** Schematische Darstellung der Vorgänge während des Schleifens mit spitzen Schleifkörnern, die in einer Kunststoffmatrix eingebettet sind: a) Oberfläche der Scheiben nach dem Abziehen, b) während der Bearbeitung werden die Spitzen der Schleifkörner stumpf, der Anpresskraft der Schleifscheibe erhöht sich und die Kunststoffmatrix wird teilweise abgetragen, c) es kommt zum Ausbrechen von Schleifkörnern und d): die Kunststoffmatrix wird weiter abgetragen und die nächste Lage mit neuen, spitzen Schleifkörnern kommt zum Vorschein.

### 10.3 Ergebnisse der Festigkeitsuntersuchungen

Um die Ergebnisse der biaxialen 4KV-Versuche mit Ergebnissen von Biegeproben zu vergleichen wurden zusätzlich zwei Serien von Standardbiegeproben geprüft. Die Oberfläche der ersten Serie (BC) wurde dabei nach EN 843-1 [17] bearbeitet. Um auch bei den uniaxialen Versuchen mögliche Auswirkungen einer besseren Oberflächenqualität auf die Festigkeit zu untersuchen wurde die Oberfläche der zweiten Serie (BCP, wie auch bei Serie OH) auf 1 µm poliert. Die Ergebnisse der Biegefestigkeitsmessungen sind in **Tab. 10.4** angegeben.

**Tab. 10.4:** Charakteristische Festigkeit, Weibull-Modul, effektives Volumina und effektive Oberflächen der beiden Serien von Biegeproben.

Proben-serie	Anzahl der geprüften Proben	Charakteristische Festigkeit $\sigma_0$ [MPa]	Weibull Modul [-]	Effektives Volumen [mm <sup>3</sup> ]	Effektive Oberfläche [mm <sup>2</sup> ]
BC	30	839 [815 – 864]	11,5 [8,6 – 14,0]	10,49 [8,63 – 13,96]	92,19 [90,20–95,81]
BCP	15	844 [789 – 903]	7,5 [4,8 – 9,7]	15,79 [12,28 – 24,28]	97,64 [93,64-106,26]
Die Werte in den eckigen Klammern entsprechen den 90% Konfidenzintervallen					

Die Oberflächenbearbeitung der 4-Kugelserien OB und OC wurde bei beiden Serien mit einer gebrauchten Schleifscheibe (D15), allerdings in zwei direkt aufeinanderfolgenden Arbeitsgängen durchgeführt. Damit sollte überprüft werden, ob sich die Qualität der Oberflächenbearbeitung in aufeinanderfolgenden Arbeitsgängen ändert. Bereits die Messung des Mittenrauhwerts hat gezeigt, dass sich diese beiden Serien hinsichtlich ihrer Oberflächenrauigkeit nicht unterscheiden. Die 90% Konfidenzintervalle für Festigkeit und Weibull-Modul überlappen, daher können diese beiden Probenserien statistisch nicht unterschieden werden. Sie werden in der Folge auch als Serie OBC zusammen ausgewertet.

Die Ergebnisse der Festigkeitsmessungen der 4-Kugelversuche sind in **Tabelle 10.5** zusammengefasst, **Abb. 10.10** zeigt die Ergebnisse in Form von Weibullparametern (charakteristische Festigkeit, Weibull-Moduln, 90% Konfidenzintervalle) im Vergleich<sup>14</sup>.

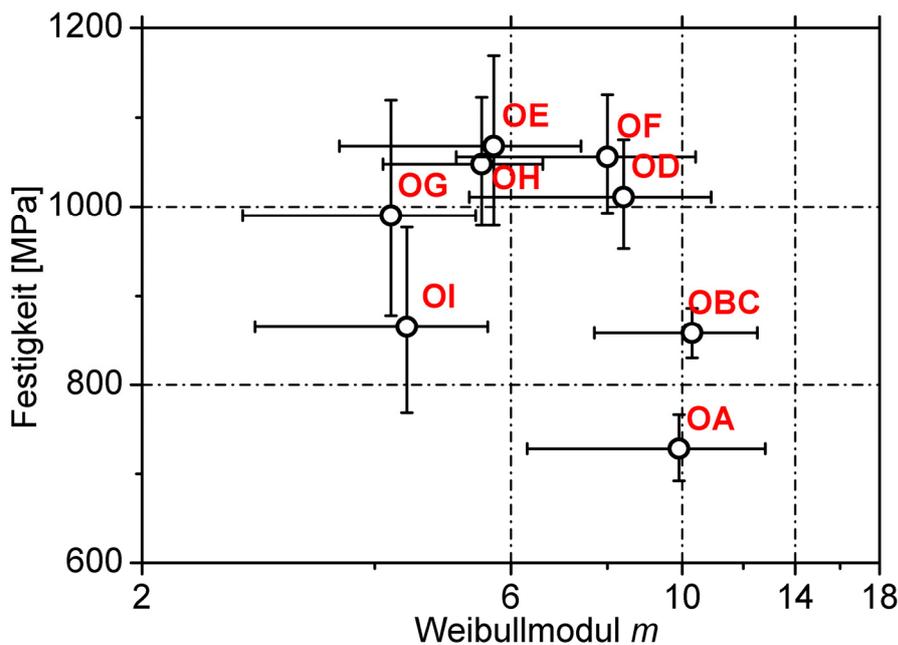
---

<sup>14</sup> Da alle Proben dieselbe Größe und Form besitzen, können sie direkt auf diese Weise miteinander verglichen werden. Nicht zulässig ist aber ein direkter Vergleich mit Proben anderer Größe und Form sowie mit Standardbiegeproben.

**Tab. 10.5:** Charakteristische Festigkeit, Weibull-Modul, effektives Volumina und effektive Oberflächen der untersuchten Serien.

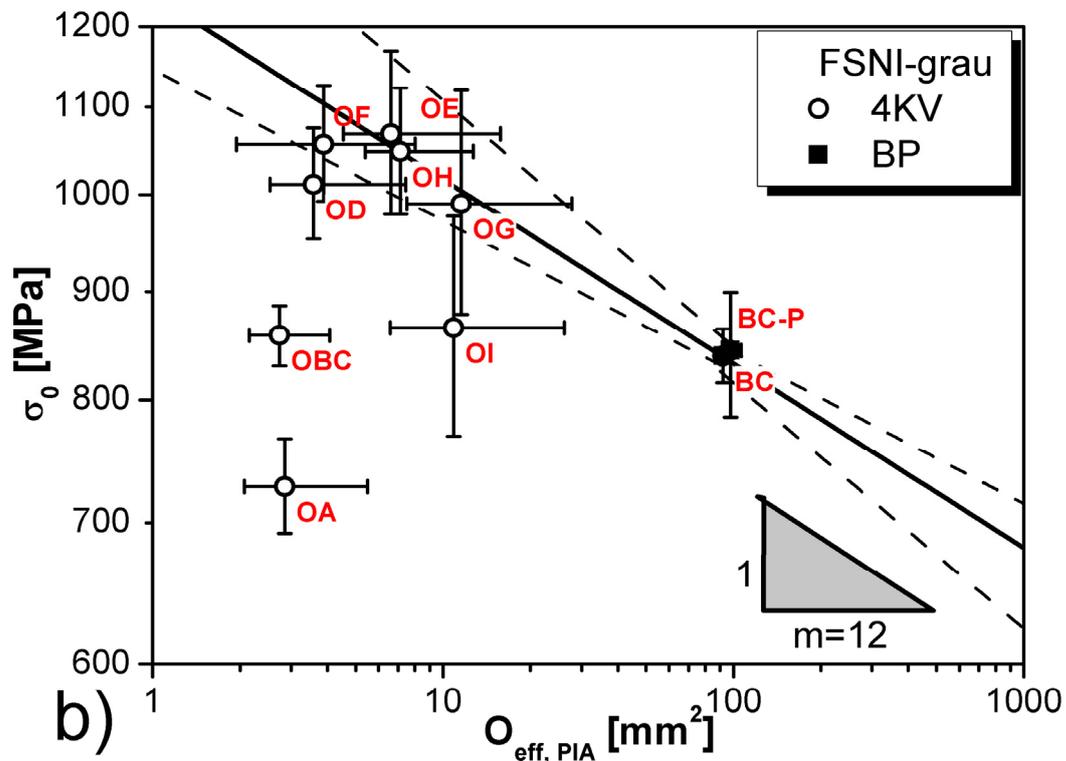
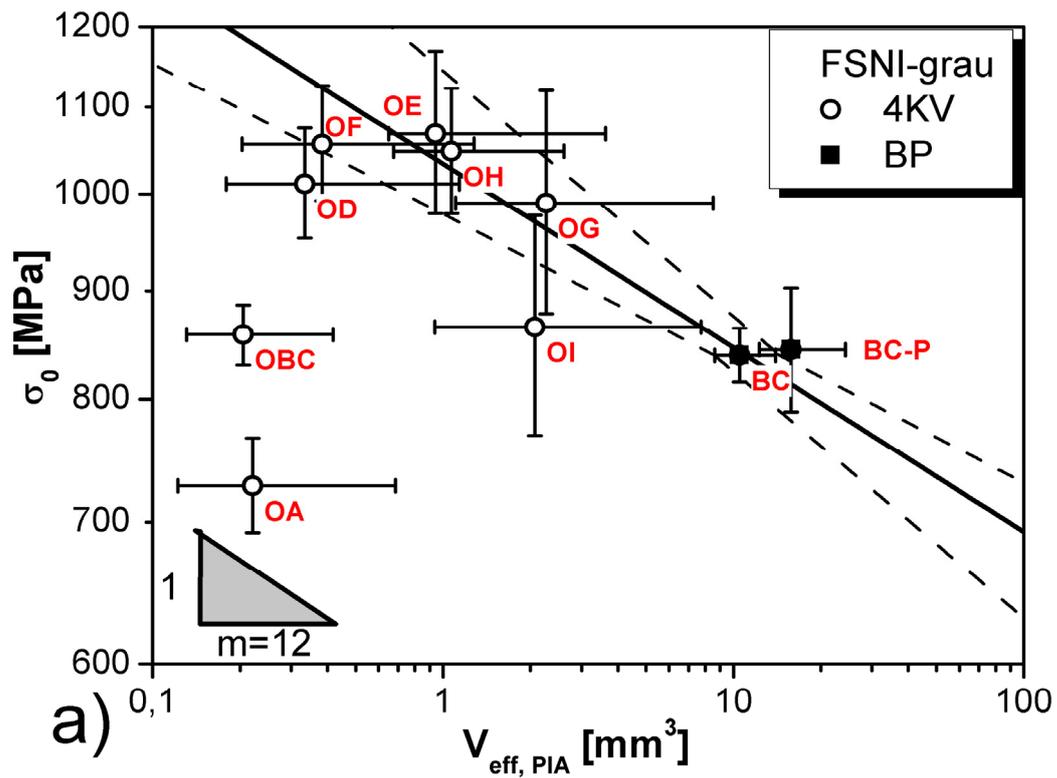
Proben-serie	Anzahl der geprüften Proben	Charakteristische Festigkeit $\sigma_0$ [MPa]	Weibull Modul [-]	Effektives Volumen [mm <sup>3</sup> ]	Effektive Oberfläche [mm <sup>2</sup> ]
OA	15	728 [692 – 767]	9,9 [6,3 – 12,8]	0,22 [0,13 – 0,70]	2,85 [2,07 – 5,50]
OBC	30	858 [830 – 886]	10,3 [7,7 – 12,5]	0,21 [0,13 – 0,42]	2,74 [2,15 – 4,07]
OD	15	1011 [953 – 1075]	8,4 [5,3 – 10,9]	0,33 [0,18 – 1,14]	3,58 [2,54 – 7,44]
OE	15	1068 [979 – 1169]	5,7 [3,6 – 7,4]	0,94 [0,65 – 3,62]	6,61 [4,53 – 15,75]
OF	15	1056 [993 – 1126]	8,0 [5,1 – 10,4]	0,38 [0,20 – 1,28]	3,88 [5,81 – 8,02]
OG	15	990 [878 – 1120]	4,2 [2,7 – 5,4]	2,26 [1,10 – 2,26]	11,57 [7,50 – 27,79]
OH	25	1048 [979 – 1123]	5,5 [3,9-6,8]	1,07 [0,68 – 2,61]	7,14 [5,40 – 12,73]
OI	14	865 [769 – 977]	4,4 [2,8 – 5,8]	2,07 [0,94 – 7,74]	10,87 [6,58 – 26,15]

Die Werte in den eckigen Klammern entsprechen den 90% Konfidenzintervallen



**Abb. 10.10:** Ergebnisse der Festigkeitsmessungen in Form von Weibull-Parametern (charakteristische Festigkeit, Weibull-Modul, 90% Konfidenzintervalle, einfach logarithmische Skalierung). Überlappen sich die Konfidenzintervalle hinsichtlich der Festigkeit und des Weibull-Moduls, so sind die Probenserien statistisch nicht unterscheidbar.

In den **Abb. 10.11.a** und **10.11.b** ist die charakteristische Festigkeit in Abhängigkeit vom effektiven Volumen (**Abb. 10.11.a**) bzw. von der effektiven Oberfläche (**Abb. 10.11.b**) dargestellt. Als Startwert werden die Ergebnisse des 4-Punkt-Biegeversuchs BC verwendet. Die durchgehende Linie gibt die Tendenz, die durch die Weibull-Theorie vorgegeben ist, an. Die strichlierten Linien entsprechen den 90 % Konfidenzintervallen.



**Abb. 10.11:** Charakteristische Festigkeit in Abhängigkeit vom effektiven Volumen (a) bzw. von der effektiven Oberfläche (b) in doppelt logarithmischer Darstellung (4KV = 4-Kugel-Versuch, BP = 4-Punkt-Biegeversuch). Deutlich zu erkennen ist, dass die Prüferien OA und OBC nicht mehr (und die Prüferien OD und OI gerade noch) im von der Theorie vorhergesagten Trend liegen.

Nach der Theorie des Versagens spröder Werkstoffe [7, 8, 27] müssen Proben, welche ein kleineres effektives Volumen bzw. eine kleinere effektive Oberfläche besitzen, eine höhere Festigkeit haben. Vergleicht man die Ergebnisse der Biegeversuche mit jenen der 4-Kugel-Versuche erkennt man, dass dieses Verhalten für die Serien OA und OBC nicht und für die Prüfserien OD und OI nur unter Berücksichtigung der 90 % Konfidenzintervalle gerade noch erfüllt ist. Die durch den Schleifvorgang eingebrachten Oberflächenfehler haben in diesen Fällen zu einer signifikanten Verringerung der Festigkeit geführt. Serie OD wurde mit einer frisch abgezogenen Schleifscheibe der Körnung D15 präpariert. Durch die dadurch verbesserte Oberflächenqualität ist die charakteristische Festigkeit (im Vergleich zu der ebenfalls mit D15 präparierten Serie OBC) um mehr als 15 % erhöht worden. Das zeigt, dass bereits durch eine entsprechende Sorgfalt in der Werkstatt Verbesserungen in der Oberflächenqualität der Proben (und damit auch von keramischen Bauteilen) erreicht werden können.

Bei den von FCT geläpften Proben (Prüfserie OI) wäre erwartet worden, dass sie (aufgrund der Oberflächenbearbeitung) in dem durch die Theorie vorgegebenen Trend liegen. Allerdings hatten auch diese Proben eine signifikant niedrigere Festigkeit.

Die Festigkeiten der anderen untersuchten Serien, die eine qualitativ hochwertige Oberflächenbearbeitung erfahren haben, entsprechen dagegen der Vorhersage der Theorie. Hier konnte bei den Festigkeitswerten kein Unterschied zwischen den Prüfserien mit den vier unterschiedlichen Polierstufen gefunden werden. Dies bedeutet, dass bereits bei einem Polieren mit einer Körnung von 9  $\mu\text{m}$  eine für den 4-Kugel-Versuch ausreichende Oberflächenqualität gegeben ist<sup>15</sup>.

Für Hochleistungskeramiken wie Siliziumnitrid wird für gewöhnlich ein Weibull-Modul zwischen 10 und 20 erwartet. Bei sämtlichen Prüfserien im 4-Kugelttest, bei denen es durch eine verbesserte Oberflächenbearbeitung einer Festigkeitssteigerung gekommen ist (und auch bei den geläpften Proben), liegt der Weibull-Modul aber teilweise deutlich unter 10.

Die charakteristischen Festigkeitswerte aus den beiden Serien mit unterschiedlichen Oberflächenqualitäten, die in Vierpunkt-Biegung getestet wurden, unterscheiden sich nicht. Aber auch hier liegt der Weibull-Modul der Prüfserie mit den polierten Proben deutlich unter den für Hochleistungskeramiken erwarteten Werten. Um dieses Verhalten zu verstehen, wurden

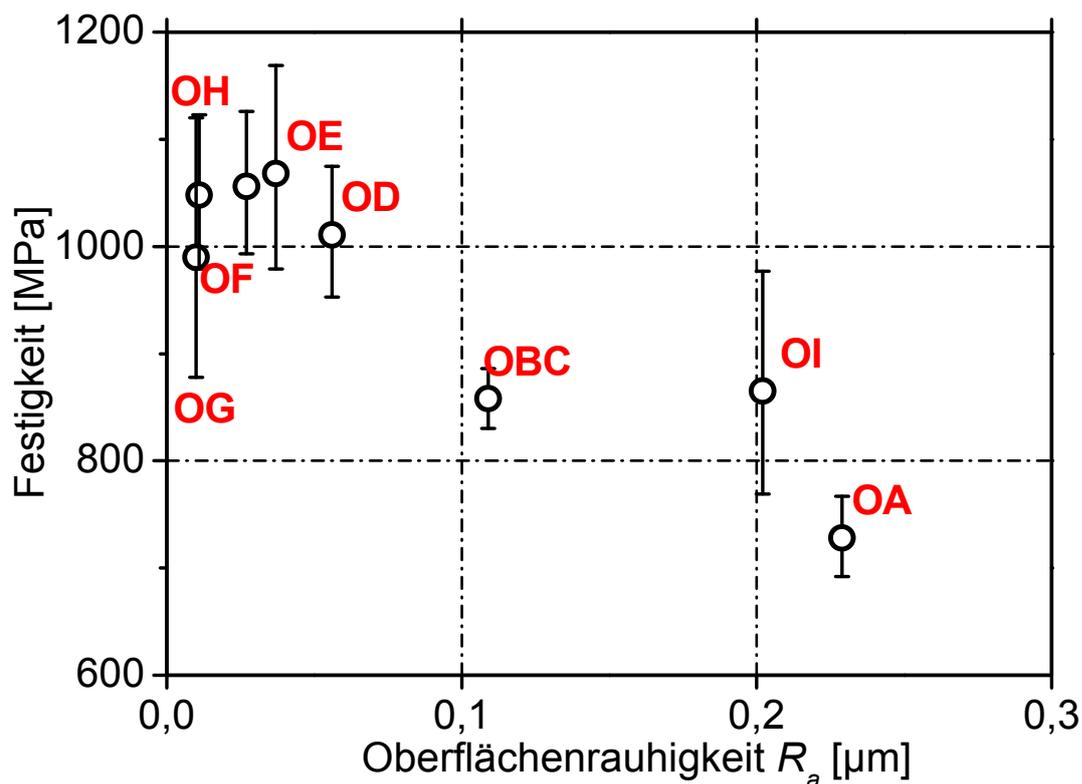
---

<sup>15</sup> Diese Feststellung gilt für die untersuchte Siliziumnitridkeramik. Bei anderen Keramiken mit anderen Festigkeiten muss das nicht mehr zutreffend sein.

umfangreiche fraktographische Untersuchungen an gebrochenen Proben und den bearbeiteten Oberflächen der Proben durchgeführt (Kap. 10.4).

### 10.3.1 Oberflächenrauigkeit und Festigkeit

Trägt man die charakteristische Festigkeit über dem Mittenrauhwert auf, erkennt man einen scheinbaren Zusammenhang zwischen der Rauigkeit und der Festigkeit (**Abb. 10.12**). Mit abnehmender Oberflächenrauigkeit kommt es zu einem signifikanten Anstieg der Festigkeit. Im Gegensatz zu diesem Befund zeigten Hollstein et al. in [71], dass die Quantifizierung von Bearbeitungsfehlern auf der Basis der Rauigkeit allein zu einer falschen Bewertung der Festigkeit führen kann. Beispielsweise spielen auch die Eigenspannungen in der Oberfläche eine bedeutende Rolle.



**Abb. 10.12:** Zusammenhang zwischen Mittenrauhwert und charakteristischer Festigkeit. Es sei wieder darauf hingewiesen, dass auch Eigenspannungen Einfluss auf die Festigkeit haben [71]

## 10.4 Fraktographische Untersuchungen

In Proben aus 4-Kugel-Versuchen ist es aufgrund des signifikant geringeren effektiven Volumens viel schwieriger typische Volumenfehler zu finden, als in konventionellen 4-Punkt-Biegeproben (siehe dazu auch **Kap. 9.2**). Da Oberflächenfehler gefährlicher sind als Volumenfehler (und biaxiale Spannungszustände kritischer als uniaxiale), geht im 4-Kugel-Versuch das Versagen in den meisten Fällen von der Oberfläche der Zugseite der Proben aus. Mit Hilfe von fraktographischen Untersuchungen konnten unterschiedliche Defektpopulationen, die für das Versagen der 4-Kugel-Proben verantwortlich waren, identifiziert und in Folge (in Anlehnung an [40]) in vier verschiedenen Gruppen eingeteilt werden. Natürlich können die unterschiedlichen Defektarten auch in Kombinationen miteinander für das Versagen des Materials verantwortlich sein.

- Defektpopulation 1: Oberflächenfehler die durch die Bearbeitung entstanden sind (z. B. Risse in Schleifriefen).
- Defektpopulation 2: Oberflächenfehler die durch den Herstellungsprozess entstanden sind und die durch die Bearbeitung (i.e. Schleifen und Polieren) an der Oberfläche freigelegt werden (z. B. Poren und Porencluster, die dann direkt an der Oberfläche liegen).
- Defektpopulation 3: Fehler die von der Oberfläche aus tiefer in das Volumen der Probe hineinreichen. Dabei handelt es sich eigentlich um Volumenfehler (wie z. B. Glasphasen) die aber unmittelbar unter der Oberfläche der Probe zu finden sind.
- Defektpopulation 4: Fehler (z. B. Glasphasen, Agglomerate, Poren) die im Volumen zu finden sind.

Eine weitere mögliche Defektart stellen Kontaktschäden, die aufgrund des Kontaktes der Proben mit den Kugeln entstehen können, dar. Diese sind aufgrund der in Kap. 8 genannten Gründe für die vorliegenden Versuchsbedingungen auszuschließen. Während der Versuche ist kein einziges Versagen aufgrund von Kontaktspannungen auf der Zugseite aufgetreten (i. e. durch Kantenabbruch nachweisbar). Weiters wurde bei stichprobenartig durchgeführten Untersuchungen auf der Druckseite einzelner Proben ebenfalls kein Hinweis auf das Vorhandensein von Kontaktschäden gefunden. Daher ist diese Defektart in der obigen Auflistung auch nicht berücksichtigt worden. Eine weitere mögliche Defektart wären

Kantenfehler. Diese haben einen Einfluss auf die Festigkeit im Biegeversuch, im 4-Kugel-Versuch haben die Kanten aber keinen Einfluss auf das Ergebnis der Festigkeitsmessung [16].

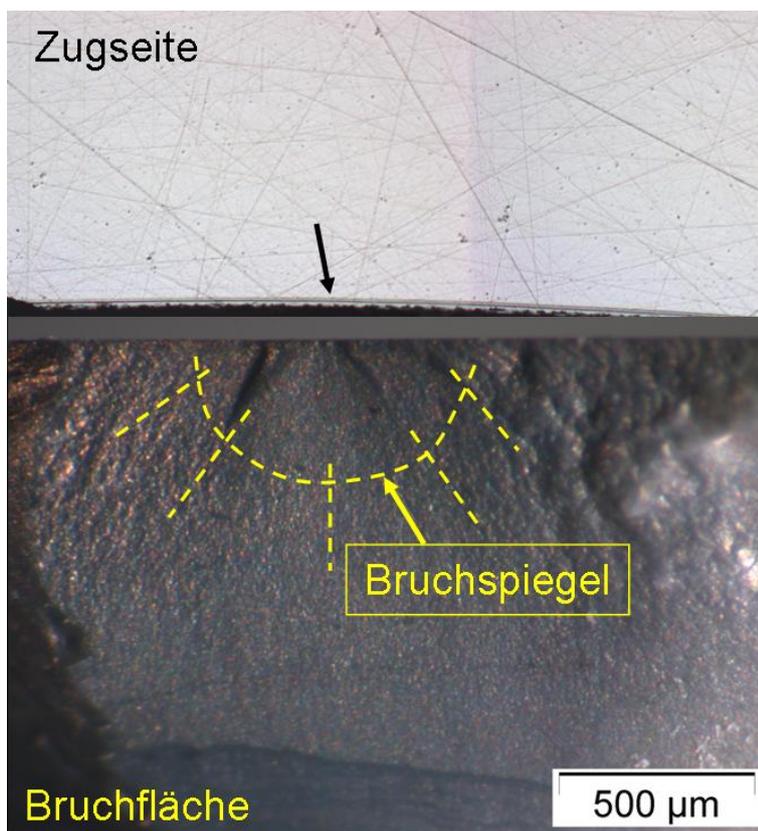
Um die Identifizierung von Bruchausgängen zu erleichtern wurden mit Hilfe des Griffith-Kriteriums [44 - 46, 51] die kritischen Defektgrößen  $a_{c,v}$  für Volumenfehler und  $a_{c,o}$  für Oberflächenfehler berechnet (sämtliche Einzelwerte finden sich in den Messprotokollen in Anhang D). In **Tabelle 10.6** sind die Fehlergrößen für die charakteristische Festigkeit und die Proben mit höchster bzw. niedrigster Festigkeit für jede Prüfserie angegeben.

**Tab. 10.6:** Kritische Defektgrößen für die charakteristische Festigkeit und die Probe mit der jeweils niedersten bzw. höchsten Festigkeit jeder Serie (für die Berechnung wurde die Bruchzähigkeit mit  $5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  angenommen, als Geometriefaktor  $Y$  wurde für Volumenfehler  $2/\pi$  und für Oberflächenfehler 1,12 gewählt).

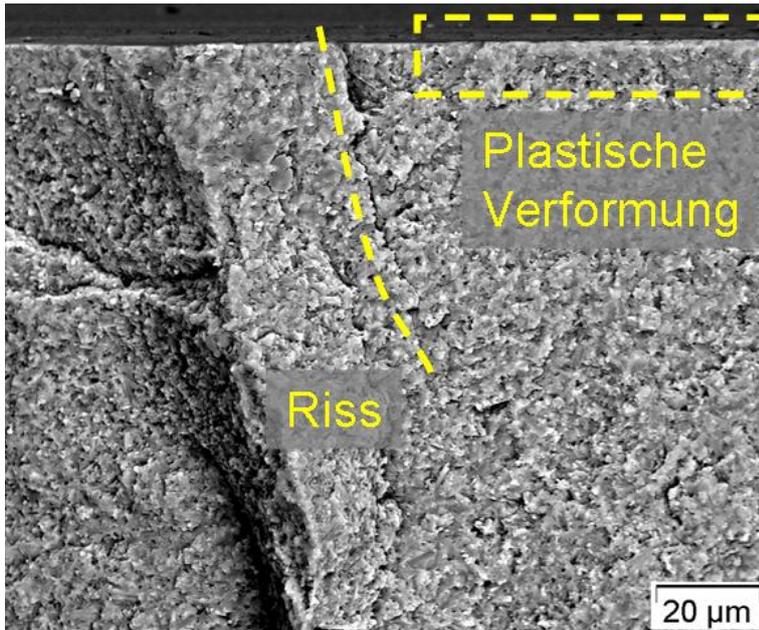
Probenserie/Probe	$\sigma$ [MPa]	$a_{c,o}$ [ $\mu\text{m}$ ]	$a_{c,v}$ [ $\mu\text{m}$ ]
<b>BC-<math>\sigma_0</math></b>	839	9	28
BC11- $\sigma_{min}$	627	16	50
BC12- $\sigma_{max}$	952	7	22
<b>BCP-<math>\sigma_0</math></b>	844	9	28
BCP4- $\sigma_{min}$	423	35	110
BCP8- $\sigma_{max}$	987	7	20
<b>OA-<math>\sigma_0</math></b>	728	12	37
OA10- $\sigma_{min}$	562	20	62
OA8- $\sigma_{max}$	826	9	29
<b>OBC-<math>\sigma_0</math></b>	858	9	27
OC12- $\sigma_{min}$	666	14	44
OC6- $\sigma_{max}$	973	7	21
<b>OD-<math>\sigma_0</math></b>	1011	6	19
OD10- $\sigma_{min}$	722	12	38
OD8- $\sigma_{max}$	1172	5	14
<b>OE-<math>\sigma_0</math></b>	1068	6	17
OE4- $\sigma_{min}$	446	32	99
OE3- $\sigma_{max}$	1266	4	12
<b>OF-<math>\sigma_0</math></b>	1056	6	18
OF5- $\sigma_{min}$	738	12	36
OF6- $\sigma_{max}$	1220	4	13
<b>OG-<math>\sigma_0</math></b>	990	6	20
OG8- $\sigma_{min}$	539	22	67
OG13- $\sigma_{max}$	1323	4	11
<b>OH-<math>\sigma_0</math></b>	1048	6	18
OH7- $\sigma_{min}$	567	20	61
OH4- $\sigma_{max}$	1293	4	12
<b>OI-<math>\sigma_0</math></b>	865	8	26
OI6- $\sigma_{min}$	557	20	63
OI11- $\sigma_{max}$	1129	5	15

### 10.4.1 Defektpopulation 1 (Bearbeitungsfehler an der Oberfläche)

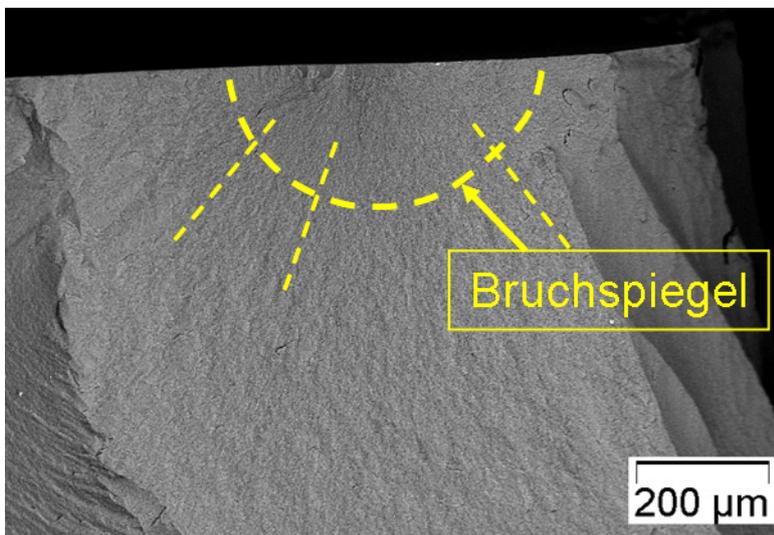
Zu dieser Defektpopulation zählen alle durch Bearbeitung eingebrachten Fehler (i. e. Schleifriefen, Risse, Kratzer, plastische Verformung unmittelbar unter der Oberfläche und Risse die von der Oberfläche aus in das Material hineingehen). Schleifriefen und Risse findet man vor allem bei den Proben mit unzureichender Oberflächenbearbeitung (Serien OA – OD). Kratzer werden meist durch den Poliervorgang verursacht, es kann sich dabei aber auch um nicht vollständig wegpolierte Schleifriefen bei den Serien OE - OH handeln (**Abb.10.13**). Durch den Bearbeitungsvorgang verursachte plastische Verformung direkt unter der Oberfläche wurde in allen Probenserien gefunden. Weiters entstehen durch den Bearbeitungsvorgang Risse, die sich normal zur Oberfläche liegend in das Material hinein ausbreiten (**Abb. 10.14** und **10.15**). Die hier genannten Fehler können bei allen Serien auftreten.



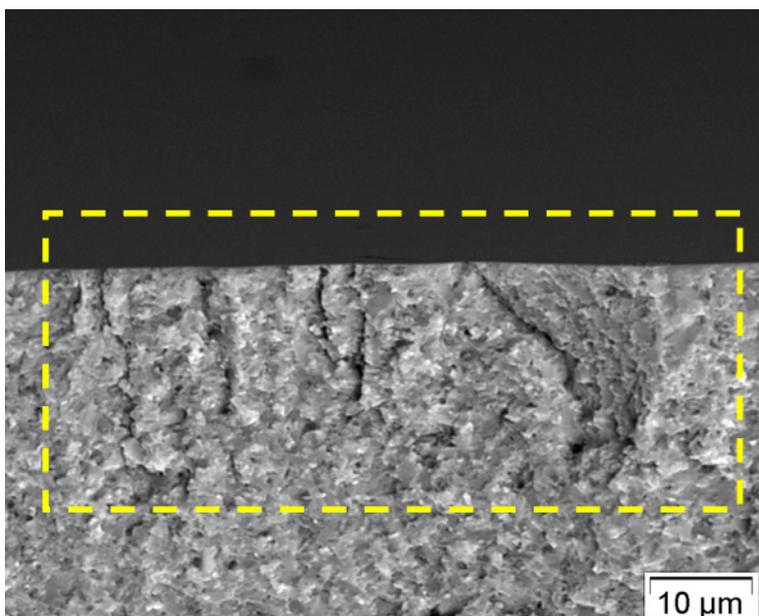
**Abb. 10. 13:** Aus zwei Teilbildern im selben Größenmaßstab zusammengesetztes Bild von Probe OE9. Im oberen Teil ist eine Aufsicht auf die Zugseite der Probe im LiMi zu sehen, der untere Teil zeigt den zugehörigen Teil der Bruchfläche im Stereomikroskop. Das Versagen ist durch einen tiefen Kratzer, der durch den Poliervorgang auf der Zugseite der Probe entstanden ist (Pfeil), verursacht worden. Auf der Bruchfläche lässt sich der Bruchspiegel sehr gut erkennen. Aus der Richtung der Bruchstrahlen (gelbe strichlierte Linien) kann man schließen, dass das Versagen von der Oberfläche der Probe ausgeht. Im Volumen selbst wurden keine kritischen Defekte gefunden.



**Abb. 10.14:** Detailansicht von Probe OA10 im REM. Im dargestellten Bereich ist eine beginnende Rissverzweigung („secondary fracture bifurcation“) zu sehen. Auf der Bruchfläche erkennt man, dass die Oberfläche durch den Schleifvorgang bis in eine Tiefe von ca. 10 µm plastisch verformt ist. Bei dem hier gefundenen Riss (strichlierte Linie) handelt es sich aber nicht um einen Bearbeitungsfehler, sondern um einen Sekundärschaden (aufgrund der Länge - der Riss reicht bis ca. 80 µm unter die Oberfläche hinein - kann ausgeschlossen werden, dass er durch den Bearbeitungsvorgang entstanden ist). Weiters erkennt man auf der Oberfläche Schleifspuren, die während der Bearbeitung entstanden sind.



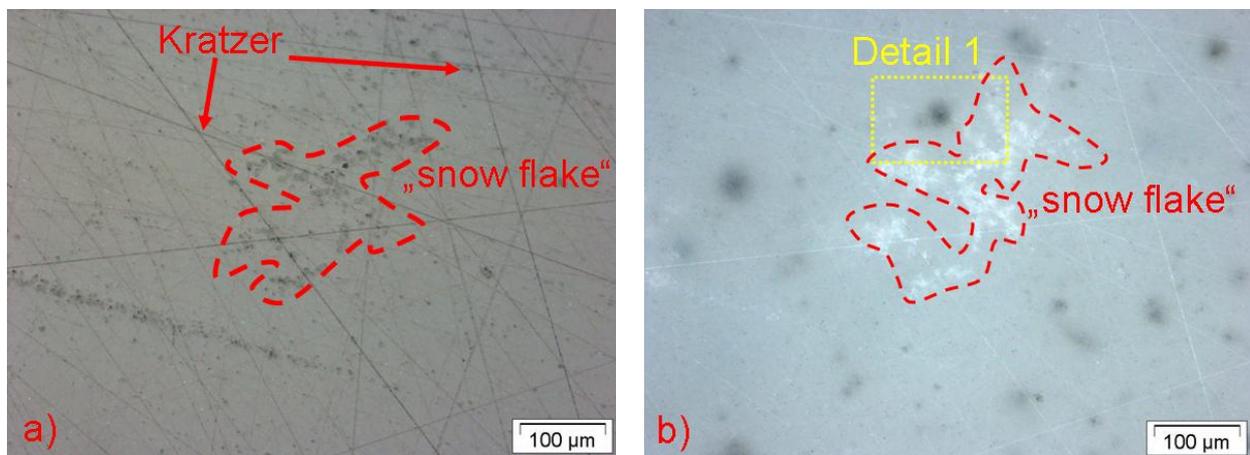
**Abb. 10.15.a:** Teil der Bruchfläche von Probe OH6. Die Lage des Bruchspiegels und der Verlauf der Bruchstrahlen lassen darauf schließen, dass sich der Bruchausgang in Oberflächennähe befindet.



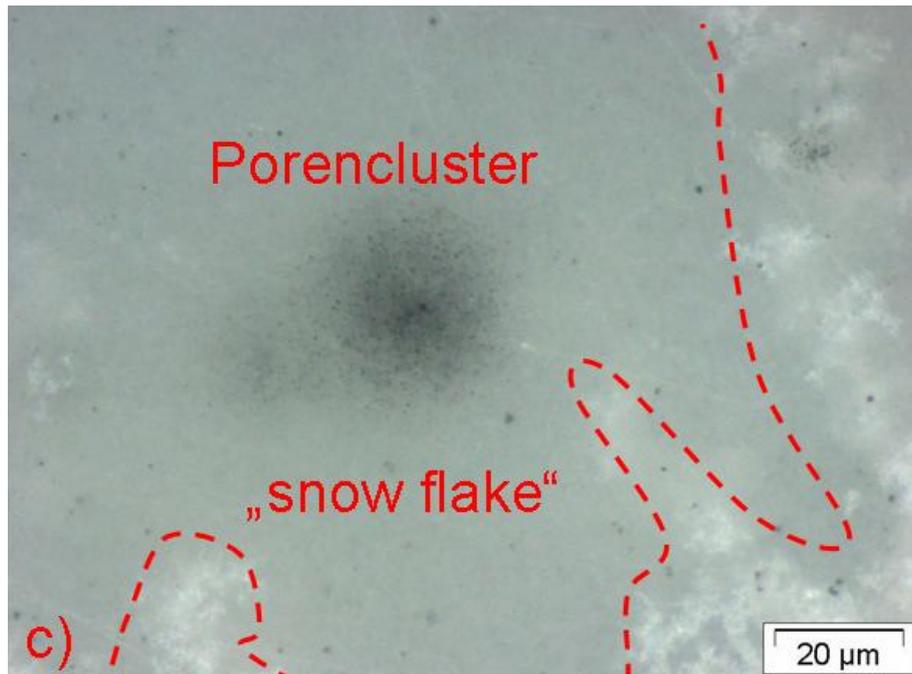
**Abb. 10.15.b:** „Coarse zipper crack“ bei Probe OH6 [40]. Diese durch die Oberflächenbearbeitung verursachte Rissart besteht aus mehreren halb-elliptischen, koplanaren Rissen. Sie tritt für gewöhnlich in transversal geschliffenen Proben auf und war bei dieser Probe versagensauslösend.

## 10.4.2 Defektpopulation 2 (Materialfehler an der Oberfläche)

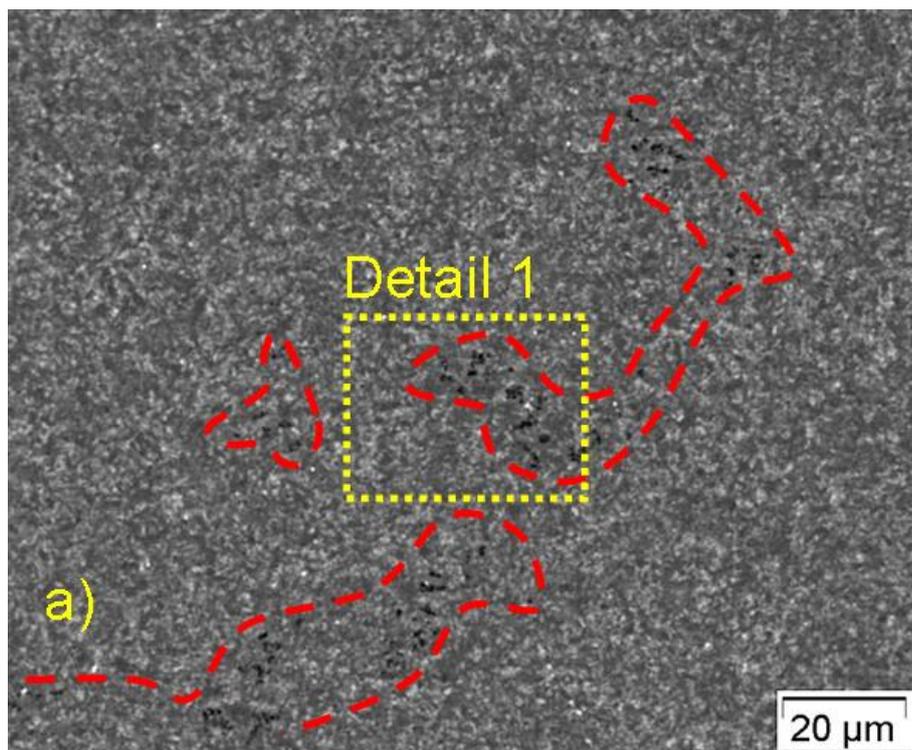
Zur Defektpopulation 2 werden Fehler gerechnet, die durch den Herstellungsprozess entstanden sind und die dann durch den Schleif- bzw. Poliervorgang direkt an der Oberfläche der Proben freigelegt werden (z. B. Poren, Porencluster). Zu dieser Defektpopulation gehören vor allem auch „snow flakes“ [99] welche festigkeitsmindernd wirken. Laut Auskunft des Herstellers entstehen „snow flakes“ aus den bei der Herstellung zugegebenen Additiven (in diesem Fall aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Ihre Anzahl hängt von der Reinheit der Charge und den Sinterbedingungen ab [100]. Aufgrund der geringen Konzentration der Additive in den „snow flakes“ können diese mit EDX-Analysen nicht mehr nachgewiesen werden. Im Lichtmikroskop (LiMi) wurden Porencluster sowie „snow flakes“ nur an den Oberflächen von polierten Proben im Dunkelfeld eindeutig identifiziert (**Abb. 10.16.a** und **10.16.b**). Für eine eindeutige Identifizierung muss die Oberfläche der Proben daher vor allem im LiMi im Dunkelfeld untersucht werden. Die **Abb. 10.17.a** und **b** zeigen ein Gebiet mit „snow flakes“ auf der Oberfläche einer Probe der Serie OH in starker Vergrößerung im REM. In **Abb. 10.18** ist ein als Bruchausgang wirkender Porencluster, der aus vielen kleinen Poren mit Größen von nur einigen  $\mu\text{m}$  besteht, dargestellt.



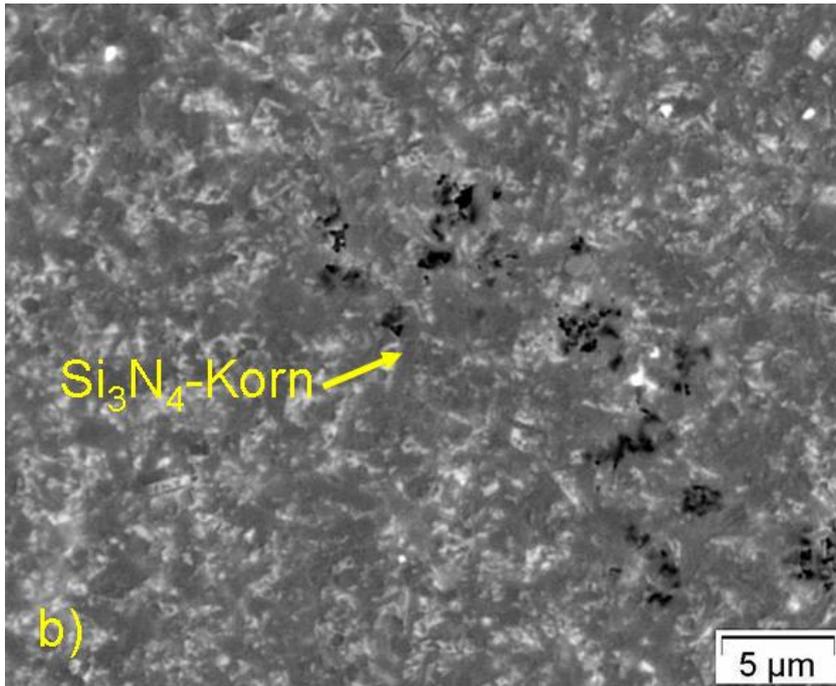
**Abb. 10.16.a** und **10.16.b**: Defekte an der Oberfläche einer auf 9  $\mu\text{m}$  polierten, nicht geprüften Probe (OE12) im LiMi. Im Auflicht (a) findet man typische Polierkratzer. Porencluster können im Auflicht nicht erkannt werden. Im Dunkelfeld erscheinen diese Porencluster dunkel, da die Poren sich durch den beim Polieren aufbrachten Druck mit Diamantpaste füllen und das einfallende Licht gestreut und nicht mehr reflektiert wird. Die „snow flake“ Struktur kann im Hellfeld aufgrund der Ähnlichkeit mit Verunreinigungen auf der Oberfläche nicht eindeutig als solche erkannt werden. Im Dunkelfeld (b) erkennt man kreisförmige dunkle Flecken und weiße Strukturen auf der Oberfläche der Proben (Bemerkung: diese weißen Strukturen werden in der Literatur [99] als „snow flakes“ bezeichnet).



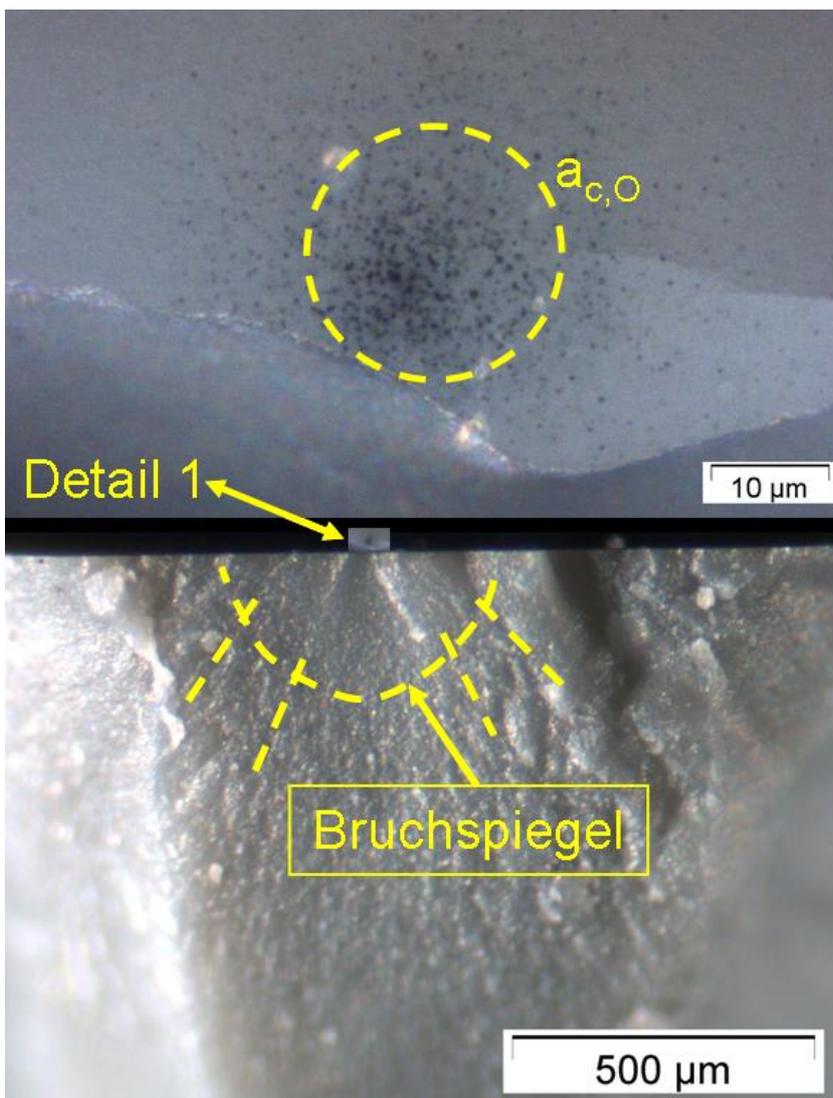
**Abb. 10.16.c:** Detail 1 aus **Abb. 10.16.b**. Bei den nur im Dunkelfeld erkennbaren schwarzen Flecken handelt es sich um aus vielen kleinen Poren bestehende Porencluster, die, wenn ihre Gesamtausdehnung die kritische Defektgröße erreicht, ebenfalls als Bruchausgang in Frage kommen (siehe auch **Abb. 10.18**).



**Abb. 10.17.a und b:** Überblicksaufnahme eines Gebiets mit „snow flakes“ auf einer auf 1 μm polierten Probe im REM. Im rot umrandeten Bereich findet man Anhäufungen von Mikroporen, die laut Literatur durch einen unvollständigen, lokal begrenzten Sintervorgang entstehen können [99].



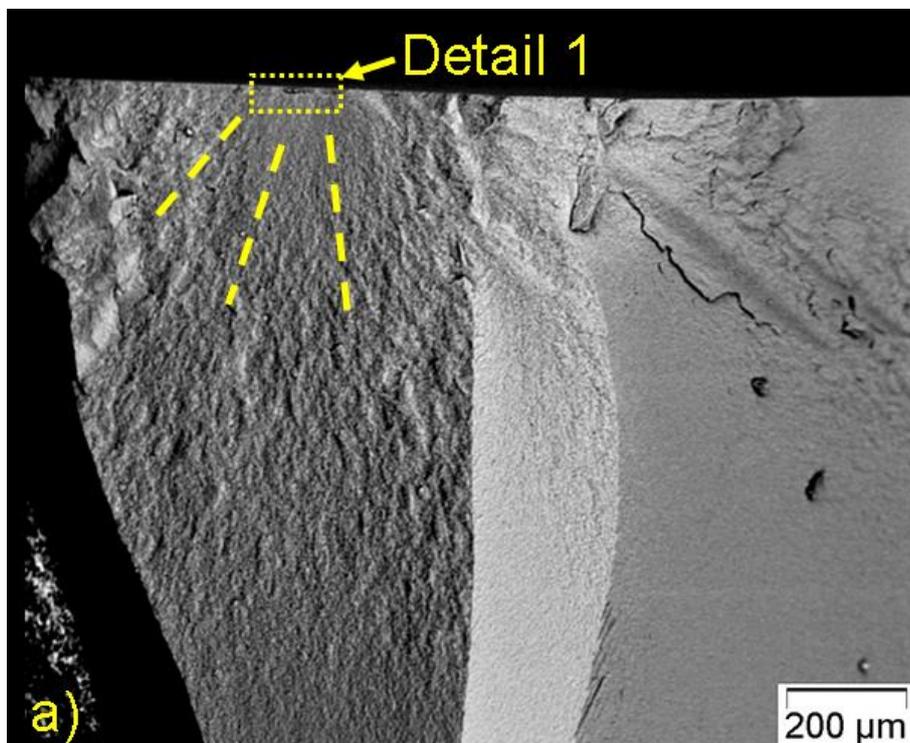
In der Detailaufnahme (Abb. 10.17.b) kann man erkennen, dass die meisten Poren weniger als 1 µm Durchmesser aufweisen. Daher können sie in einem Lichtmikroskop nicht nachgewiesen werden. Vergleichbare Defekte werden in der Literatur beschrieben [99].



**Abb. 10. 18:** Aus drei Teilbildern zusammengesetztes Bild. Der Verlauf der Bruchstrahlen (strichlierte Linien auf der Bruchfläche, unteres Teilbild) zeigt, dass das Versagen von der Oberfläche der Probe ausgegangen ist. In diesem Bereich findet man einen Porencluster (mittleres Teilbild: maßstabsgetreu, oberes Teilbild: vergrößerte Detailaufnahme). Die kritische Defektgröße  $a_{c,o}$  beträgt bei dieser Probe (i. e. OG 6) 19 µm.

### 10.4.3 Defektpopulation 3 (Materialfehler unmittelbar unter der Oberfläche)

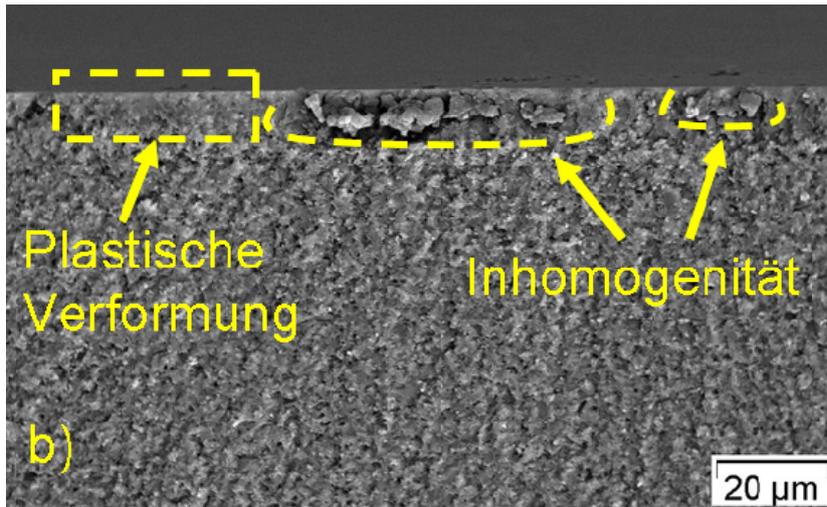
Defektpopulation 3 beinhaltet ebenfalls Fehler die durch den Herstellungsprozess entstanden sind (z. B. Anhäufungen von Glas, Poren, Agglomerate)<sup>16</sup>. Dabei handelt es sich aber um Fehler, die typischerweise im Volumen gefunden werden. Da derartige Fehler aber auch direkt von der Oberfläche in das Material hineinreichen können, und Oberflächenfehler gefährlicher als Volumenfehler sind, werden sie in diese Auflistung als eigene Fehlerpopulation aufgenommen<sup>17</sup>. Fehler der Defektpopulation 3 können prinzipiell bei allen Serien auftreten, wurden in dieser Untersuchung aber nur bei den polierten Proben nachgewiesen. In der Literatur werden derartige Fehler auch als „surface located“ oder „near surface located flaws“ bezeichnet [40]. Ein typisches Beispiel für einen Fehler dieser Defektpopulation ist in **Abb. 10.19** dargestellt.



**Abb. 10.19.a:** Überblicksaufnahme der Bruchfläche von Probe OH7. Das Versagen geht von dem mit Detail 1 gekennzeichneten Bereich an der Oberfläche der Probe aus.

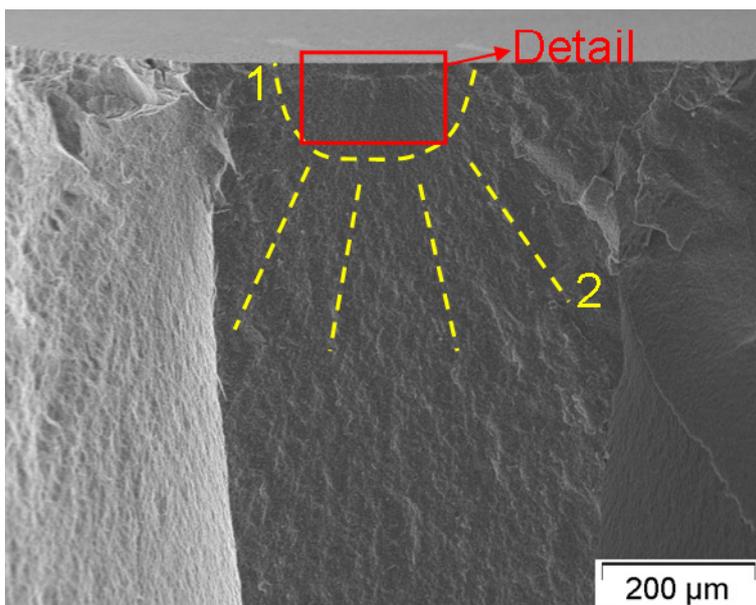
<sup>16</sup> Zu dieser Art von Fehlern werden hier auch Einschlüsse gezählt, obwohl diese eigentlich „Fremdkörper“ sind.

<sup>17</sup> Volumenfehler können beispielsweise durch den Schleif- und Poliervorgang freigelegt werden und reichen dann von der Oberfläche aus (tiefer) in das Material hinein.

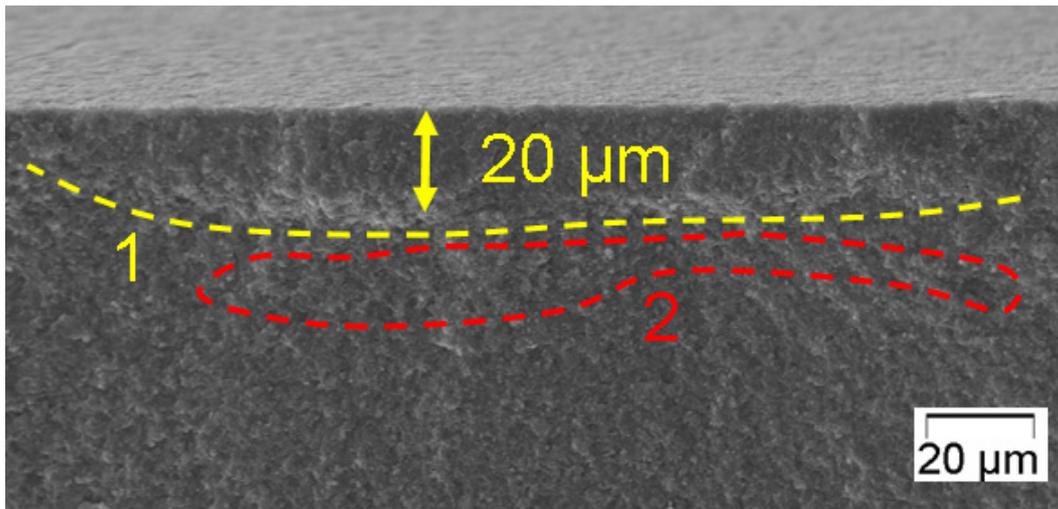


**Abb. 10. 19.b:** Detail 1 aus (a) in stärkerer Vergrößerung. Im Oberflächenbereich findet man eine plastisch verformte Zone. Beim Bruchausgang handelt es sich entweder um eine Anhäufung von Glas oder um  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Agglomerate (genauer: harte Siliziumnitridrelikte), die von einer Pore umgeben sind (derartige Agglomerate entstehen typischerweise bei der Verwendung von sprühtrockneten Granulaten).

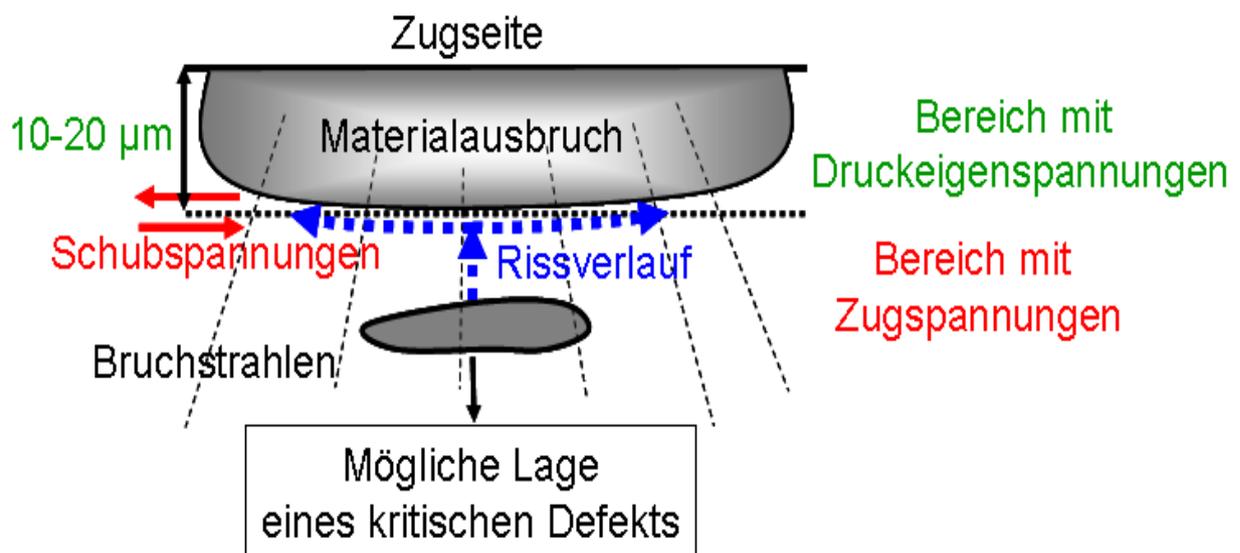
Einen Sonderfall stellen die Bruchflächen der Proben von Serie OI dar, die bei Festigkeiten kleiner als der charakteristischen Festigkeit gebrochen sind. Diese besitzen ein einheitliches Aussehen (**Abb. 10.20**). Charakteristisch für diese Bruchflächen ist ein unmittelbar unter der Oberfläche liegender halb elliptischer Bereich, der aus der eigentlichen Bruchfläche hervorragt. Die Tiefe dieses langen und schmalen Bereichs (10 – 20 μm) entspricht ungefähr der Größe, in der es zum Auftreten von durch die Oberflächenbearbeitung verursachten Eigenspannungen kommt. Dieses Aussehen weicht von dem bei den Bruchflächen der übrigen Serien gefundenen Erscheinungsbild stark ab. (Bemerkung: eine einzige ähnliche Bruchfläche wurde bei Probe OG15 gefunden; allerdings ist das Aussehen hier nicht so ausgeprägt). Daher wird an dieser Stelle näher darauf eingegangen.



**Abb. 10. 20.a:** Überblicksaufnahme der Bruchfläche von Probe OI6. Bruchspiegel (1) und Bruchstrahlen (2) können eindeutig identifiziert werden. Der Verlauf der Bruchstrahlen zeigt, dass der Bruchausgang in Oberflächennähe liegt. Direkt auf der Oberfläche der Zugseite sind keine Defekte zu sehen. Dies deutet darauf hin, dass das Versagen wahrscheinlich nicht durch einen Bearbeitungsfehler verursacht wurde. Auch im Volumen wurde kein einzelner Defekt gefunden, der groß genug wäre, um versagensauslösend wirken zu können (Bemerkung: die kritische Defektgröße beträgt bei dieser Probe 63 μm für Volumenfehler und 20 μm für Oberflächenfehler).



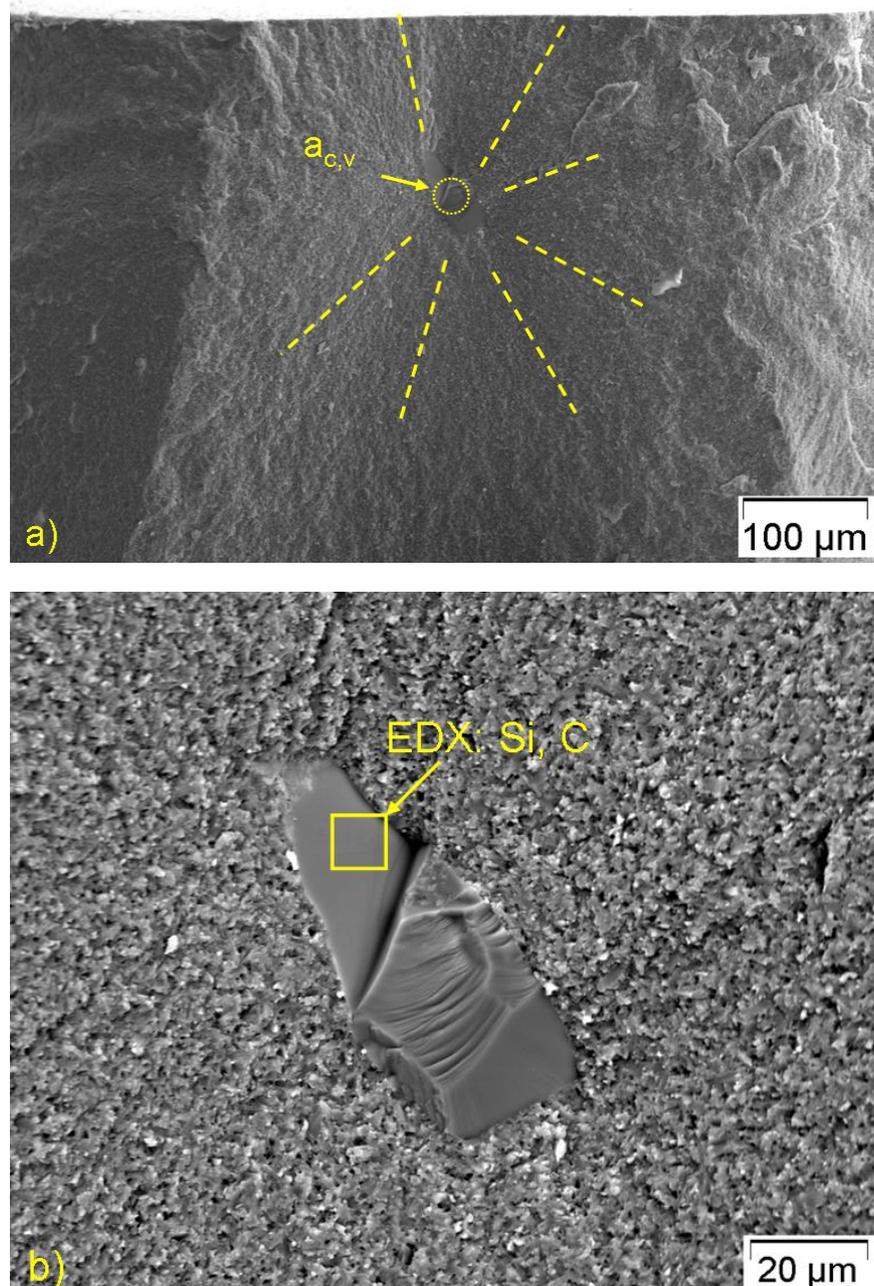
**Abb. 10.20.b:** Detail aus (a). Der aus der Oberfläche hervorstehende Bereich (1) hat eine Tiefe von ca. 20  $\mu\text{m}$ . Laut Literatur [63] entspricht diese Größe ungefähr der Tiefe in der durch Bearbeitung verursachte Druckeigenspannungen auftreten können. Direkt unterhalb dieses Bereichs gibt es eine Zone, in der kleine Poren und größere Körner auftreten. Es kann nicht ausgeschlossen werden, dass das Versagen durch eine Interaktion dieser Defekte verursacht wurde. Theoretische Überlegungen dazu finden sich in der Literatur [97].



**Abb. 10.20.c:** Die Entstehung dieser Bruchflächenstruktur kann folgenderweise erklärt werden: durch die Bearbeitung entstehen im Oberflächenbereich (bis in eine Tiefe von etwa 10 – 20  $\mu\text{m}$ ) Druckeigenspannungen. Das Versagen geht vom darunterliegenden Zugspannungsbereich aus. Der Riss trifft, vom Zugspannungsbereich kommend, auf das Gebiet mit Druckeigenspannungen und wird abgelenkt. Im Übergangsbereich zwischen Zug- und Druckspannungen liegen Schubspannungen vor, die für den Materialausbruch und für die Lippe in der Bruchfläche verantwortlich sind [101].

#### 10.4.4 Defektpopulation 4 (Materialfehler im Volumen)

Darunter werden Materialfehler, die im Volumen der Probe vorkommen, gezählt. Typische Volumenfehler werden bei 4-Kugel-Versuchen selten gefunden, können aber bei allen untersuchten Serien auftreten. In den **Abb. 10.21.a** und **10.21.b** ist ein typischer Volumenfehler zu sehen. Dabei handelt es sich um ein Siliziumkarbidkorn, das ca. 100  $\mu\text{m}$  unter der Oberfläche der Zugseite der Probe gefunden wurde und in diesem Fall versagensauslösend war.



**Abb. 10.21:** Bei Probe OC 15 konnte ein ca. 100  $\mu\text{m}$  unter der Oberfläche liegendes SiC-Korn als Bruchausgang identifiziert werden. Der Verlauf der Bruchstrahlen ist in (a) mit strichlierten Linien angedeutet. Zusätzlich eingezeichnet ist auch die bei dieser Probe kritische Größe für einen Defekt  $a_{c,v}$  für Volumenfehler. Bei einer EDX-Analyse des Korns wurden als Hauptbestandteile Si und C gefunden.

## 10.5 Diskussion der Ergebnisse der Festigkeitsmessungen

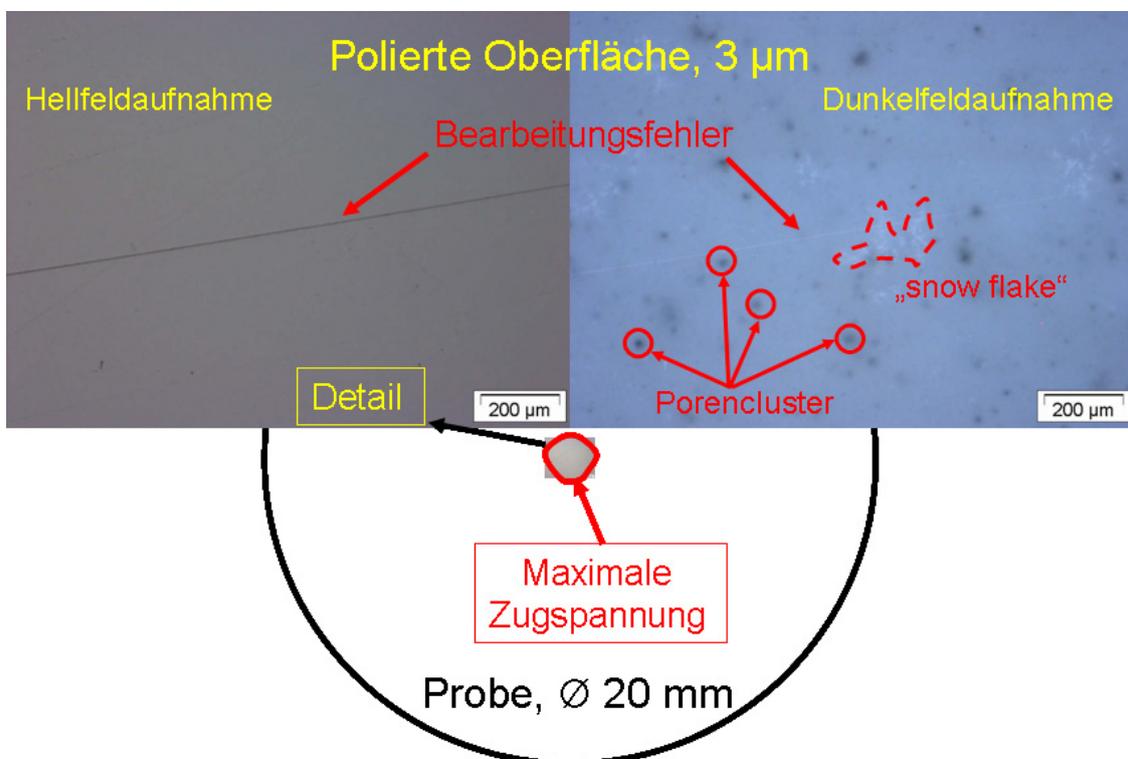
Hinsichtlich der Festigkeitswerte der beiden Serien von Biegeproben konnte kein Unterschied zwischen den nach EN 843-1 bearbeiteten Proben und den Proben deren Oberflächen auf 1 µm poliert waren gefunden werden. Die 4-Kugelversuche zeigten, dass die Festigkeit stark von der Oberflächenqualität abhängt. Die Festigkeit steigt mit besserer Oberflächenqualität an. Die durch das Schleifen eingebrachten Oberflächenfehler und der zweiachsige Spannungszustand führen bei den Probenserien OA (D46) und OBC (D15) zu einem starken Abfall der Festigkeit. Hier wirkt sich aus, dass sowohl Medianrisse als auch Radialrisse aufgrund der Zweiachsigkeit des Versuchs kritisch werden können.

Obwohl durch einen Läppvorgang eigentlich eine Verbesserung der Oberflächenqualität erreicht werden soll, wurden bei dieser Serie (OI) eine hohe Oberflächenrauigkeit und ein unerwartet niedriger Festigkeitswert gemessen. Während des Läppens kann es zum Ausbrechen von Probenmaterial kommen, was zusammen mit einzelnen großen Läppkörnern (es wurden Läppkörner mit einem Durchmesser von bis zu 19 µm verwendet) zur Bildung von tiefen Rissen und Kratzern auf der Probenoberfläche und in Folge zu einem signifikant niedrigeren Festigkeitswert geführt hat (vgl. **Abb. 10.6.f**).

Überraschend ist dagegen, dass die Festigkeit von Serie OD (diese Serie wurde mit einer frisch abgezogenen Schleifscheibe der Körnung D15 geschliffen) gleich hoch ist wie die Festigkeit der Probenserien mit polierten Oberflächen. Durch die mikroskopischen Untersuchungen konnte gezeigt werden, dass in diesem Fall wesentlich weniger Schleifkratzer in die Oberfläche der Proben eingebracht werden, als bei Proben, die mit der nicht abgezogenen Scheibe geschliffen wurden. Da im 4-Kugelversuch nur ein kleiner Oberflächenbereich im Zentrum der Probendeckfläche stark beansprucht wird, sind bei hinreichend guter Bearbeitung in diesem Bereich keine Schleifkratzer zu finden.

Bei den Serien OE bis OH werden die meisten Schleifrisse durch den Poliervorgang entfernt. Dies lässt sich auch an der niedrigen Oberflächenrauigkeit dieser vier Serien erkennen. Daher sind die meisten Bruchausgänge bei den Proben der fünf Serien OD – OH durch dieselben Defektpopulationen wie bei den Biegeproben verursacht und eine Vorhersage der Festigkeit auf der Basis von 4-Punktbiegeversuchen ist mittels der Weibull-Theorie möglich [7, 8].

Bei allen Probenserien bei denen es durch die Oberflächenbearbeitung zu einer Festigkeitssteigerung gekommen ist (i. e. Proben mit polierter Oberfläche), verringert sich der Weibull-Modul im Vergleich zu den geschliffenen Proben erheblich, d.h. es kommt zu einer Zunahme der Streuung der Festigkeitswerte: die charakteristische Festigkeit ist der 63 % Percentilewert der Verteilung. Um diesen anzuheben müssen die Proben im Bereich der 63 % Bruchwahrscheinlichkeit (d.h. in der Praxis fast alle) höhere Festigkeitswerte aufweisen. Um die Streuung merklich zu vergrößern reicht es aber bereits, wenn die 10 % der schwächsten Proben einen Festigkeitsabfall aufweisen (dies hat nur eine kleine Auswirkung auf die charakteristische Festigkeit erhöht die Streuung aber stark).



**Abb. 10.22:** Unterschiedliche Defekte im Zentrum einer mit 3 µm polierten Probe. Das Gebiet der maximalen Zugspannung, die im 4-Kugel-Versuch auftritt, ist in der Skizze markiert. Vergleichend sind eine Hellfeld- und eine Dunkelfeldaufnahme desselben Bereichs exakt im Zentrum der Probe als Detailaufnahmen gegenübergestellt. Während in der Hellfeldaufnahme nur den während der Oberflächenbearbeitung entstandenen Fehler eindeutig erkannt werden können, sieht man in der Dunkelfeldaufnahme auch natürliche Fehler wie Porencluster und „snow flakes“.

Liegen die wenigen verbliebenen Schleifrisse jetzt im Zentrum der Probe (wie in **Abb. 10.22** gezeigt), so können diese versagensauslösend sein. Liegen sie dagegen außerhalb des Bereichs der höchsten auftretenden Zugspannung, haben sie dagegen keinen Einfluss auf das Ergebnis der Festigkeitsmessung. Zu den Bearbeitungsfehlern kommen jetzt auch noch natürliche festigkeitsvermindernde Defekte an der Oberfläche der polierten Proben (i. e. Cluster von Mikroporen, „snow flakes“, usw.) hinzu, wie sie bei den fraktographischen Untersuchungen

nachgewiesen wurden. Diese werden erst durch das Polieren sichtbar und können je nach Größe und Lage ebenfalls versagenskausal sein. In geringem Ausmaß können dann auch noch Volumenfehler für das Versagen verantwortlich sein. Der niedrige Weibull-Modul bei diesen Probenserien kann aus diesen Gründen auf das Auftreten unterschiedlicher Defektarten mit unterschiedlichen Defektgrößen zurückgeführt werden.

Bei den Probenserien OA und OBC sind die durch die Bearbeitung eingebrachten Schleiffehler so groß (und haben eine gleichmäßige Größe), dass die meisten anderen Defekte keine Rolle spielen. Dies erklärt die geringe charakteristische Festigkeit. Da die Schleifrisse alle ähnlich tief sind, ist aber die Streuung der Daten relativ gering und der Weibull-Modul relativ groß.

## 11. Erhöhung der Probenfestigkeit durch Ausheilen von Oberflächen-defekten

Zur Verbesserung der Oberflächenqualität der Proben (und um damit die Probenfestigkeit zu erhöhen) wurde durch Vorversuche ein Wärmebehandlungsprogramm entwickelt, durch welches Oberflächendefekte geheilt werden können. Um den Einfluss dieses „Rissheilens“ auf die biaxiale Festigkeit zu untersuchen wurden in Folge 4-Kugel-Versuche an wärmebehandelten Proben mit unterschiedlich bearbeiteten Oberflächen durchgeführt, und die dabei erhaltenen Ergebnisse mit den Resultaten aus den Versuchen an den nicht wärmebehandelten Proben verglichen. Analog zu den Versuchen in Kapitel 10 wurden die Ergebnisse mit den Ergebnissen von Versuchen an wärmebehandelten Biegeproben verglichen.

### 11.1. Vorversuche zum Rissausheilen

Da nur eine begrenzte Anzahl von scheibenförmigen Proben zur Verfügung stand, wurden die Vorversuche zur Bestimmung der optimalen Parameter für das Rissheilen an Biegeproben durchgeführt. Um eine eindeutige Aussage über mögliche auftretende Rissheileffekte zu bekommen, wurden die Biegeproben mit einer Schleifscheibe der Körnung D46 quergeschliffen<sup>18</sup>. Um Vergleichswerte zu erhalten wurde eine Probenserie (Serie BC) nach EN 843-1 und eine weitere Probenserie (Serie D), die mit einer Schleifscheibe D46 in Querrichtung geschliffen wurde, gefertigt und (ohne Wärmebehandlung) geprüft. Die Proben der anderen Serien wurden an Luft bei unterschiedlichen Höchsttemperaturen und Haltezeiten (**Tab. 11.1**) in einem Elektroofen der Fa. AHT wärmebehandelt. Die Aufheizrate betrug bei allen Versuchen 5°C/Minute, die Abkühlung erfolgte im Ofen.

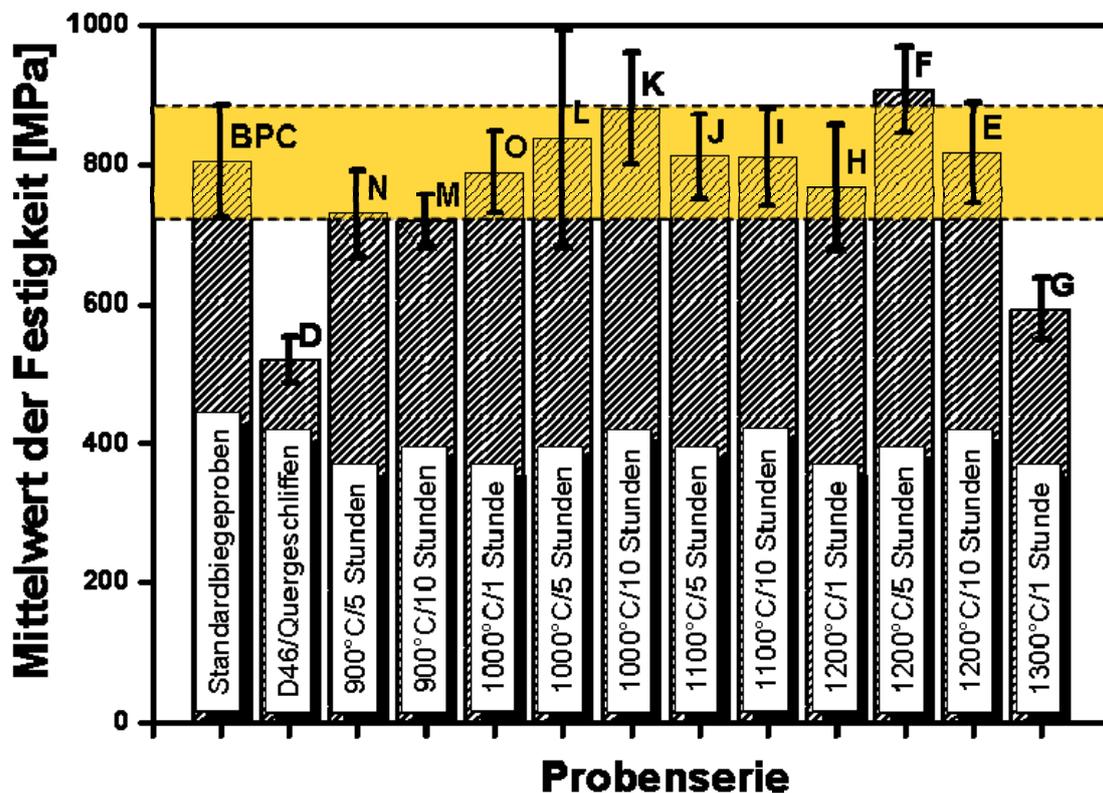
Mit Ausnahme der nach EN 843-1 gefertigten Proben und von Serie L wurden jeweils nur 5 Proben je Prüfserie getestet. Aufgrund der geringen Probenanzahl wurde daher (mit Ausnahme der beiden oben genannten Serien) darauf verzichtet, Weibull-Auswertungen durchzuführen und

---

<sup>18</sup> Das Rissausheilvermögen hängt unter anderem von der Rissgröße bzw. der Risstiefe ab. Da Biegeproben nach EN 843-1 geschliffene Oberflächen aufweisen, erscheint es naheliegend, zur Überprüfung des Rissausheilvermögens rissähnliche Fehler (i.e. Größe und Tiefe) in die Oberfläche einzubringen. Um einen ausreichenden Festigkeitsabfall zu gewährleisten und Bearbeitungsfehler einzubringen, die jenen ähneln die in Biegeproben nach EN 843-1 auftreten, wurden ein gröberes Schleifkorn und die gefährlichere Schleifrichtung gewählt.

stattdessen Mittelwert und Standardabweichung berechnet. Die Ergebnisse der Vorversuche finden sich in **Tab. 11.1**, ein graphischer Vergleich ist in **Abb. 11.1** dargestellt.

Ein Ausheilen von Rissen konnte im Temperaturbereich von 900°C bis 1200°C beobachtet werden. Als optimale Parameter wurden eine Temperatur von 1000°C und eine Haltezeit von 5 Stunden ermittelt (Begründung: bei einer Temperatur von 900°C konnte ein Abfall der mittleren Festigkeit beobachtet werden, bei 1000°C und einer Haltezeit von 1 Stunde lag die Festigkeit (geringfügig) unter der bei den Standardbiegeproben gemessenen. Für die Referenzversuche wurde daher als Kompromiss zwischen Festigkeit und möglichst niedriger Temperatur bzw. Haltezeit Serie L gewählt.



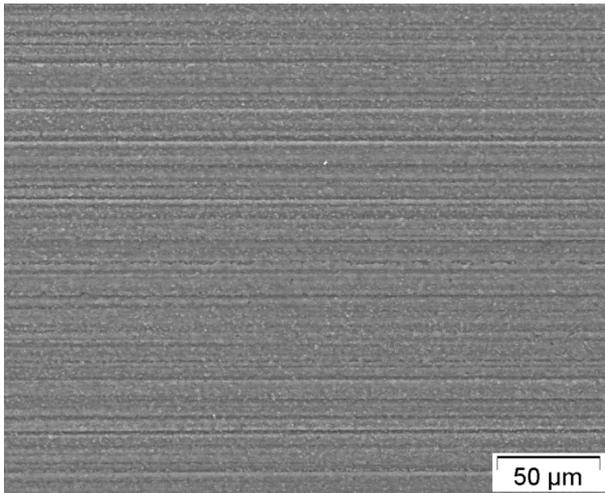
**Abb. 11.1:** Ergebnisse der Rissausheilversuche in Form von Mittelwert und Standardabweichung. Mit Ausnahme von Serie G lässt sich bei allen Serien ein signifikanter Festigkeitsanstieg gegenüber Serie D beobachten.

**Tab11.1:** Ergebnisse der Festigkeitsversuche zum Rissheilen an Biegeproben

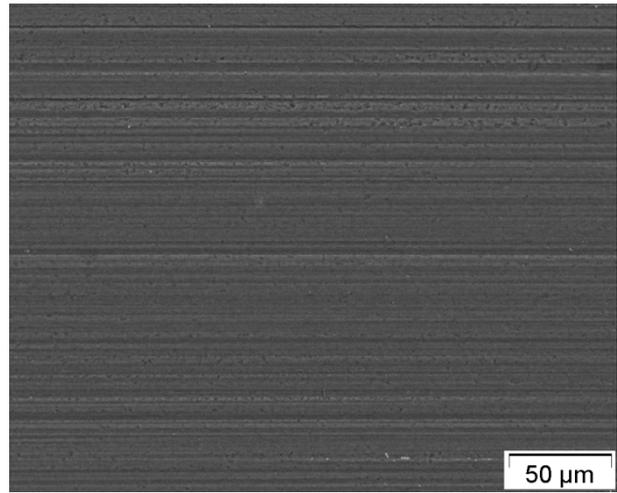
Prüfserie	Probenanzahl	Temperatur [°C]	Haltezeit [h]	Mittlere Festigkeit [MPa]
<b>BP-C</b>	30	-	-	803 ± 80
<b>D</b>	5	-	-	520 ± 33
<b>E</b>	5	1200	10	816 ± 72
<b>F</b>	5	1200	5	907 ± 60
<b>G</b>	5	1300	1	592 ± 44
<b>H</b>	5	1200	1	767 ± 89
<b>I</b>	5	1100	10	810 ± 70
<b>J</b>	5	1100	5	811 ± 60
<b>K</b>	5	1000	10	879 ± 80
<b>L</b>	5 + 10	1000	5	827 ± 103*)
<b>M</b>	5	900	10	719 ± 37
<b>N</b>	5	900	5	729 ± 63
<b>O</b>	5	1000	1	789 ± 59

\*) die große Standardabweichung bei Serie L resultiert auf einem einzigen Ausreißer bei der Festigkeitsmessung. Bemerkung: eine fraktographische Untersuchung (Stereomikroskop, REM) hat ergeben, dass das Versagen bei dieser Probe von einem sehr großen Fehler im Volumen ausgegangen ist (ohne Abbildung).

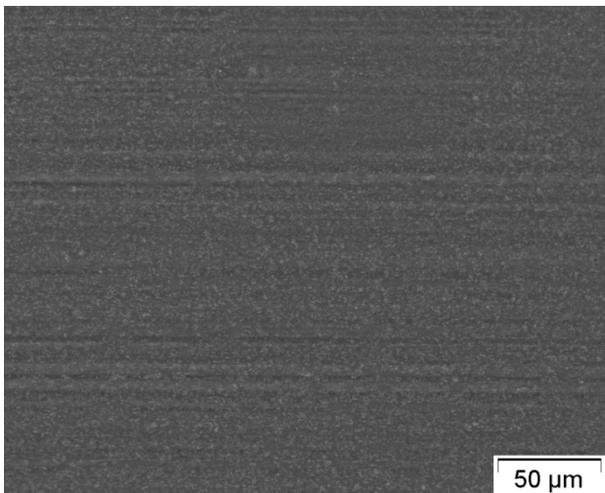
Das unterschiedliche Aussehen der Oberflächen von nicht wärmebehandelten (Serie D) und wärmebehandelten Proben (Serien L, F und G) wird in den Abb. **12.1** bis **12.5** gezeigt.



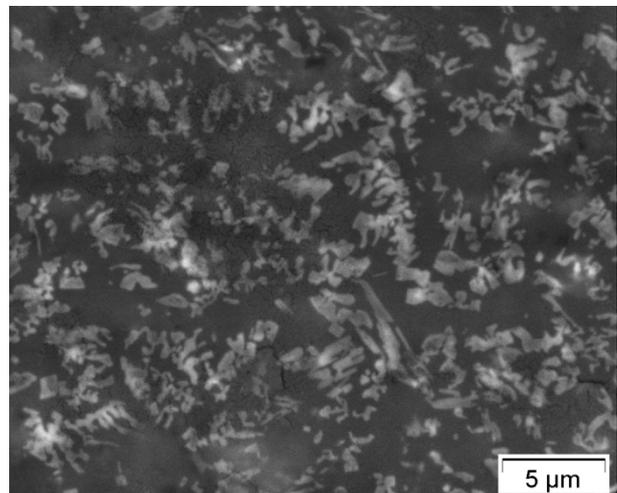
**Abb. 11.2:** Oberfläche von Serie D (keine Wärmebehandlung) im REM. Deutlich sind die durch den Schleifvorgang verursachten Riefen zu sehen.



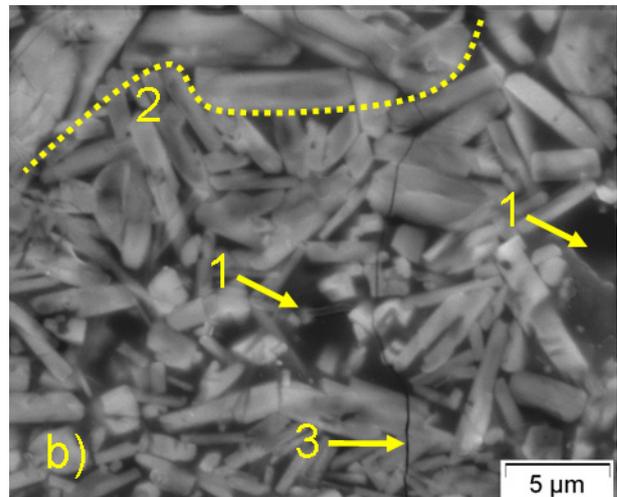
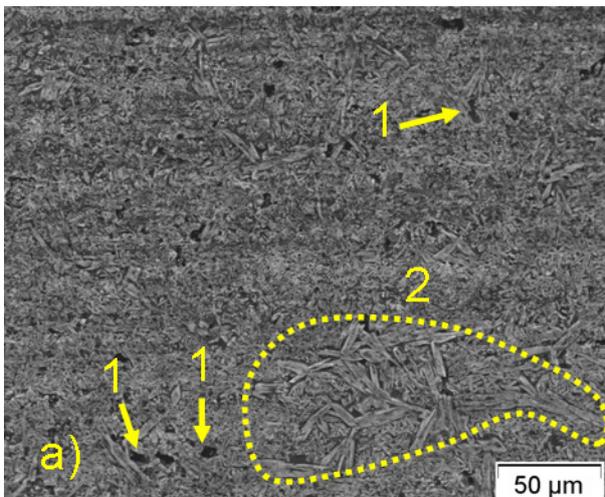
**Abb. 11.3:** Oberfläche von Serie L (Wärmebehandlung, 1000°C, 5h) im REM. Die Schleifriefen sind teilweise verschwunden.



**Abb. 11.4.a:** Oberfläche von Serie F (Wärmebehandlung 1200°C, 5h). Die Schleifriefen sind fast vollständig verschwunden. Diese Serie wies die höchste mittlere Festigkeit auf.

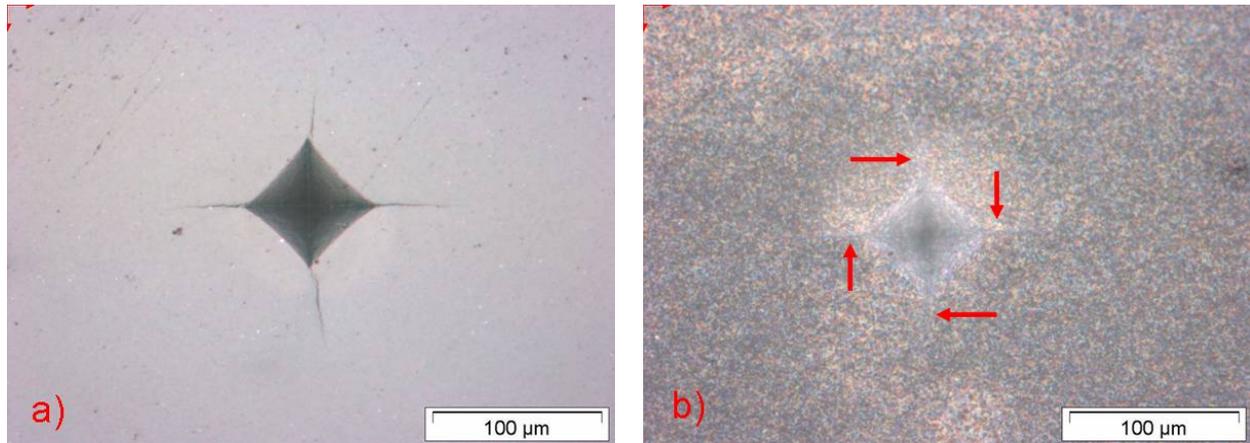


**Abb. 11.4.b:** Oberfläche von Serie F in stärkerer Vergrößerung. Auf der Oberfläche beginnen Kristalle (weiß) zu wachsen.



**Abb. 11.5.a und b:** Oberfläche von Serie G (Wärmebehandlung 1300°C, 1h) in zwei verschiedenen Vergrößerungen. Auf der Oberfläche sind bereits in geringer Vergrößerung aufgewachsene Kristalle zu erkennen (**Abb. 11.5.a**). Man findet Löcher (1), Cluster von großen Kristallen (2) und Risse (3).

Um den Rissausheilungseffekt visuell zu dokumentieren wurden vor Beginn der Wärmebehandlung Vickers-Härteeindrücke mit einer Last von 5 kg in die polierte Oberfläche von Referenzproben eingebracht. **Abb. 11.6.a** zeigt einen Eindruck vor der Wärmebehandlung. In **Abb. 11.6.b** ist derselbe Eindruck nach dem Auslagern bei einer Temperatur von 1000°C und einer Haltezeit von 5 Stunden zu sehen.

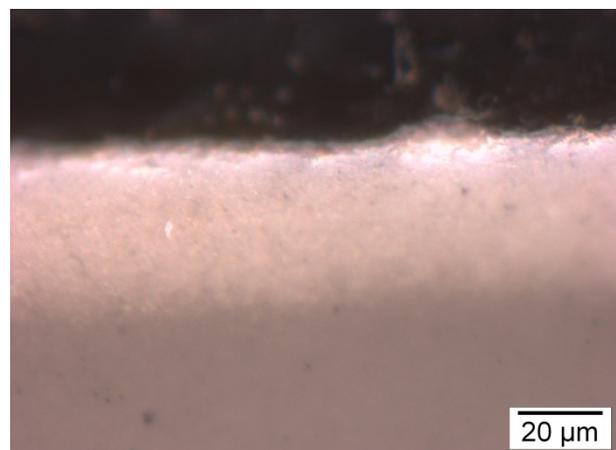


**Abb. 11.6.a** und **11.6.b**: Vickers-Härteeindruck HV5 vor und nach der Wärmebehandlung. Während vor der Wärmebehandlung (**Abb. 11.6.a**) die von den Ecken des Eindrucks ausgehenden Risse noch eindeutig zu erkennen sind, sind die Risse (Pfeile) nach dem Auslagern zumindest an der Oberfläche zugewachsen und der Härteeindruck ist nur mehr undeutlich zu erkennen (**Abb. 11.6.b**).

**Abb. 11.7** zeigt eine Biegeprobe der Serie D im Vergleich mit wärmebehandelten Proben der Serien L und G. In **Abb. 11.8** ist ein Querschliff einer Probe von Serie G dargestellt. Bei den Serien D und K kann man optisch keinen farblichen Unterschied erkennen während bei Serie G eine starke Weißverfärbung auftritt. Im Querschliff sieht man, dass am Rand der Probe aus Serie G eine ungefähr 40 µm dicke Schicht aus Kristallen aufgewachsen ist (vgl. **Abb. 11.5**). Dieser Befund wird durch eine Messung mit einer Mikrometerschraube, die vor bzw. nach der Wärmebehandlung durchgeführt wurde, bestätigt.



**Abb. 11.7**: Standardbiegeproben der Serien D (unten), L (Mitte) und K (oben) im Vergleich.



**Abb. 11.8**: Querschliff von Probe G5 im Lichtmikroskop. Die Dicke der Schicht am Rand beträgt ungefähr 40 µm.

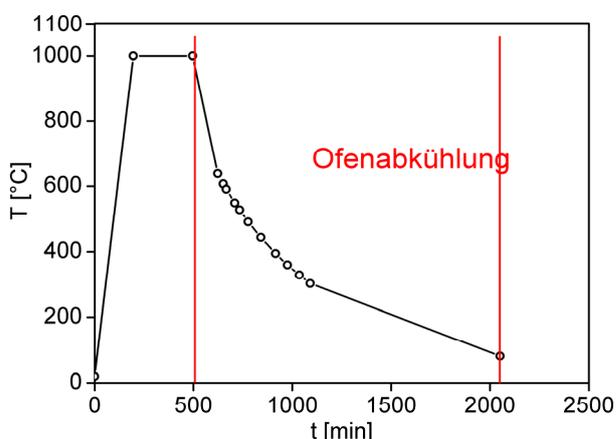
Typische Merkmale der aufgewachsenen Kristallschicht bei Serie G sind langgestreckte Kristalle und kleine Löcher. Weiters wurden transkristalline Risse gefunden. Es wird angenommen, dass die Löcher durch die Bildung gasförmiger Reaktionsprodukte während der Wärmebehandlung entstehen. Bei einer EDX-Analyse der Kristalle der Serien F und G wurden neben den Elementen Al, Si und O bis zu ca. 10 Massen % (Serie F) bzw. 23 Massen % (Serie G) Yttrium nachgewiesen. Da bei FSNI-grau laut Hersteller Yttrium als Legierungselement zugegeben wurde, ist anzunehmen, dass diese Kristalle vermutlich nach Glg. 6.4 entstanden sind [87]:



Der bei Serie G gefundene Festigkeitsabfall ist daher auf das Entstehen neuer Defekte (i. e. Cluster von großen Kristallen, Löcher in der Oberfläche, Risse), die als Bruchausgänge wirksam werden können, zurückzuführen.

Bei einer mit der SEVNB-Methode durchgeführten Bruchzähigkeitsmessung von wärmebehandelten Proben [49] konnten erwartungsgemäß keine Unterschiede in den Bruchzähigkeitswerten von Proben ohne bzw. mit Wärmebehandlung (Serie L) gefunden werden.

### 11.1.1 Durchgeführte Wärmebehandlung



**Abb. 11.9:** Temperaturprogramm für die an den Proben durchgeführte Wärmebehandlung. Die Kurve für die Ofenabkühlung wurde mit 12 Stützpunkten (zu unterschiedlichen Zeiten bestimmt) ermittelt.

Aufgrund der in den Vorversuchen erhaltenen Ergebnisse wurden die Temperatur für die Wärmebehandlung der 4-Kugel-Proben mit 1000°C, die Aufheizrate mit 5°C/min und die Haltezeit mit 5 Stunden festgelegt.

In **Abb. 11.9** ist das für die Wärmebehandlung verwendete Temperaturprogramm graphisch dargestellt.

## 11.2 Oberflächenqualität der Proben

### 11.2.1 Rauigkeit und optische Beurteilung

Nach den Auslagerungsversuchen wurde die Qualität der Oberflächen noch einmal durch die Messung des Mittenrauhwerts  $R_a$  und der arithmetisch gemittelten Rauhtiefe  $R_z$  quantifiziert. Die Rauheitsmessungen und mikroskopischen Untersuchungen wurden wieder auf der Zugseite im Zentrum der Probe durchgeführt.

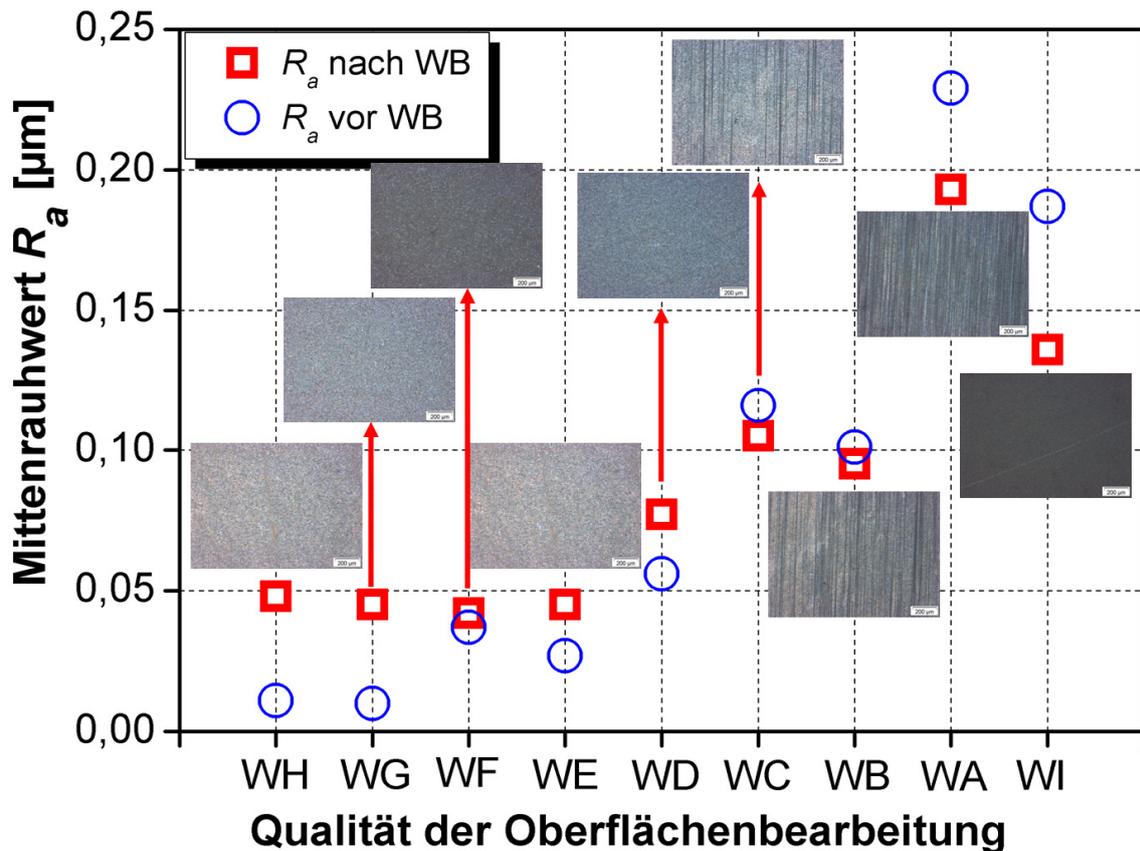
Die Oberflächenrauigkeit wurde wie in Kap. 10.2 beschrieben, ermittelt. **Abb.11.10** zeigt den Zusammenhang zwischen Mittenrauhwert und Oberflächenqualität der 4-Kugel-Proben.

Durch die Wärmebehandlung konnte keine signifikante Verbesserung der Oberflächenrauigkeit erzielt werden. Bei den mit Körnungen von 1 und 3  $\mu\text{m}$  polierten Proben ist der Mittenrauhwert sogar gestiegen, d. h. es ist durch die Wärmebehandlung zu einer Aufrauung der Oberfläche gekommen<sup>19</sup>. Lediglich bei den mit D46 geschliffenen Proben (Serie WA) und den geläpften Proben von Serie WI wurde nach der Wärmebehandlung ein um bis zu 30% niedrigerer Rauheitswert bestimmt (**Tab. 11.2**). Dieses Ergebnis wurde durch drei Referenzmessungen an weiteren Proben bestätigt. Im Lichtmikroskop lassen sich die Schleifriefen an den in der ISFK-Werkstätte geschliffenen Proben (Serien WA – WD) teilweise auch nach der durchgeführten Wärmebehandlung noch gut erkennen.

**Tab. 11.2:** Ergebnisse der Rauheitsmessungen nach den Auslagerungsversuchen ( $R_a/R_z$ )

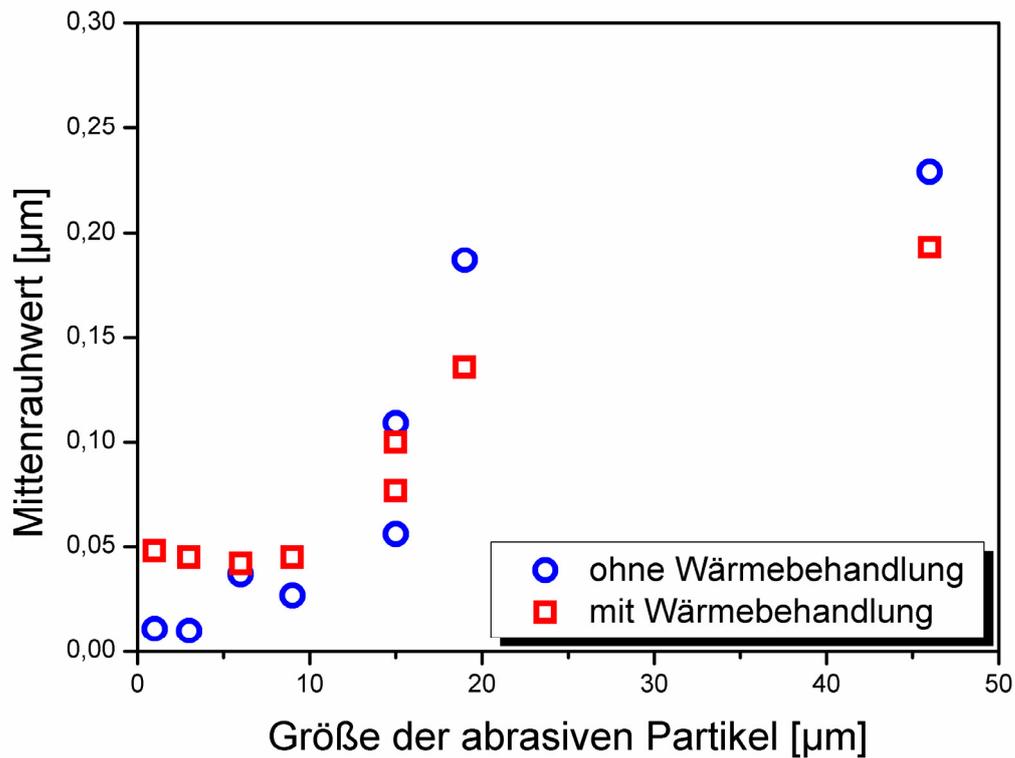
Serie	Messrichtung 1 [ $\mu\text{m}$ ]	Messrichtung 2 [ $\mu\text{m}$ ]	Mittelwert [ $\mu\text{m}$ ]
	$R_a/R_z$	$R_a/R_z$	$R_a/R_z$
WA	0,153 / 0,915	0,233 / 1,680	0,193 / 1,293
WB	0,083 / 0,717	0,108 / 0,965	0,095 / 0,841
WC	0,103 / 0,728	0,106 / 0,768	0,105 / 0,748
WD	0,074 / 0,538	0,080 / 0,638	0,077 / 0,588
WE	0,045 / 0,415	0,045 / 0,355	0,045 / 0,385
WF	0,043 / 0,310	0,041 / 0,260	0,042 / 0,285
WG	0,043 / 0,342	0,047 / 0,355	0,045 / 0,349
WH	0,050 / 0,355	0,047 / 0,305	0,048 / 0,330
WI	0,139 / 0,933	0,134 / 0,990	0,136 / 0,962
WBP (Biegeproben)	0,101 / 0,845	0,187 / 0,953	0,144 / 0,899

<sup>19</sup> Dies ist auf das beginnende Wachstum der Kristalle auf der Oberfläche zurückzuführen.



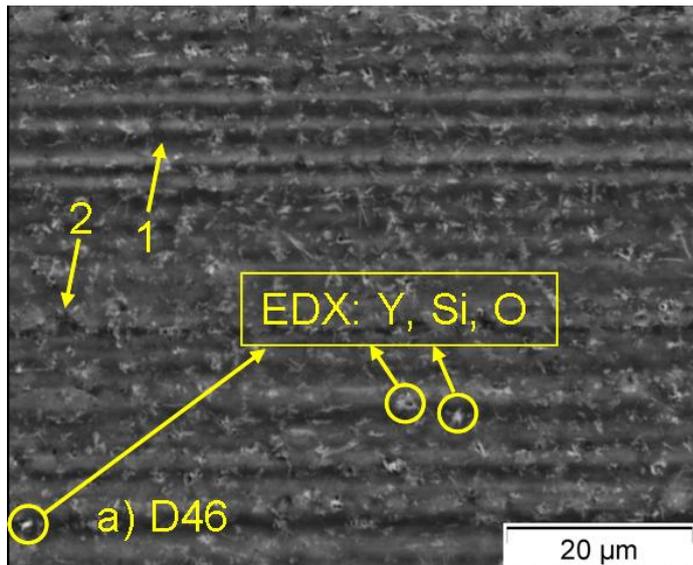
**Abb. 11.10:** Zusammenhang des Mittenrauhwerts mit der Oberflächenqualität (von links: 1 = Serie WH, 2 = Serie WG, 3 = Serie WF, 4 = Serie WE, 5 = Serie WD, 6 = Serie WC, 7 = Serie WB, 8 = Serie WA, 9 = Serie WI). Aufgetragen ist der Mittelwert mehrerer Messungen des Mittenrauwerts über der Oberflächenqualität. Die zugehörigen Bilder zeigen jeweils einen Oberflächenausschnitt mit einer Größe von ca.  $1100 \mu\text{m} \times 970 \mu\text{m}$ . Zusätzlich sind in diesem Diagramm noch die Ergebnisse der Messungen vor der Wärmebehandlung als blaue Kreise eingezeichnet.

In **Abb.11.11** ist der Zusammenhang zwischen der Größe der abrasiven Partikel und dem Mittenrauhwert dargestellt. Wie zu erwarten steigt mit der Größe der abrasiven Partikel auch der Mittenrauhwert an. Die Wärmebehandlung bewirkt keine Glättung der Oberfläche, bei den polierten Proben (Korngrößen 1 bzw.  $3 \mu\text{m}$ ) steigt der Mittenrauhwert sogar an.

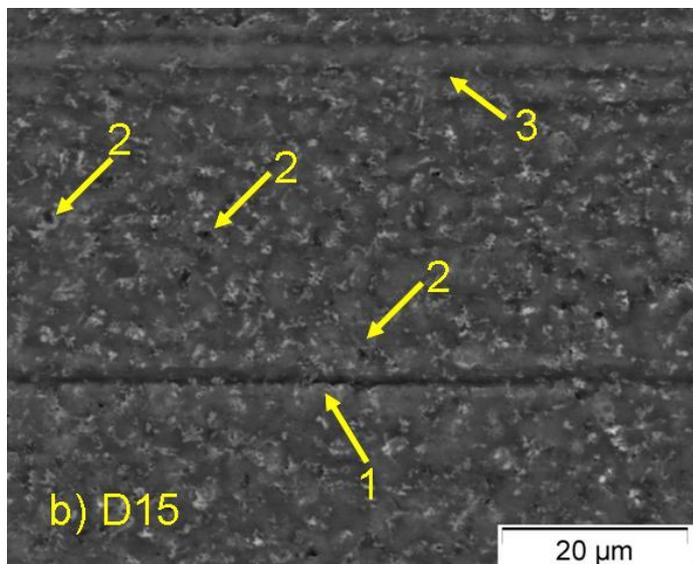


**Abb. 11.11:** Abhängigkeit des Mittenrauhwerts vom Durchmesser der abrasiven Partikel. Nach der Wärmebehandlung kann nur bei den Proben die mit 46 µm Körnung geschliffenen oder geläppt wurden, eine (kleine) Reduktion des Mittenrauhwerts nachgewiesen werden

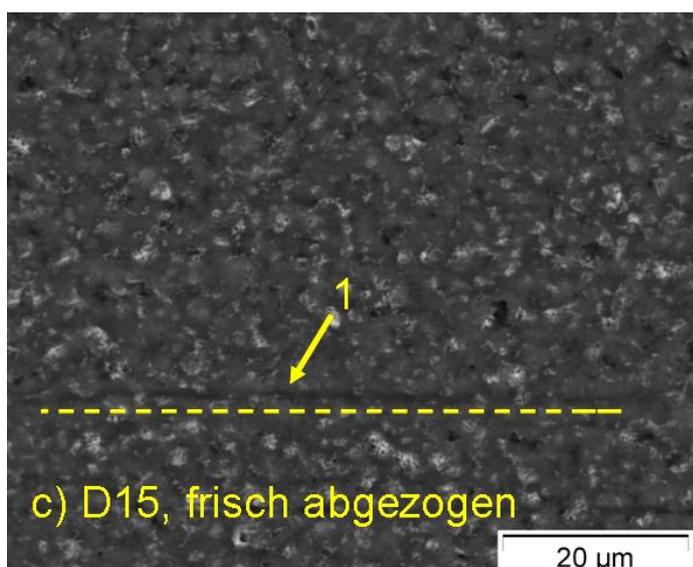
Die **Abbildungen 11.12.a bis 11.12.f** zeigen das unterschiedliche Aussehen der Probenoberflächen anhand von sechs Beispielen (Serien WA, WBC, WD, WE, WH und WI) in REM-Aufnahmen.



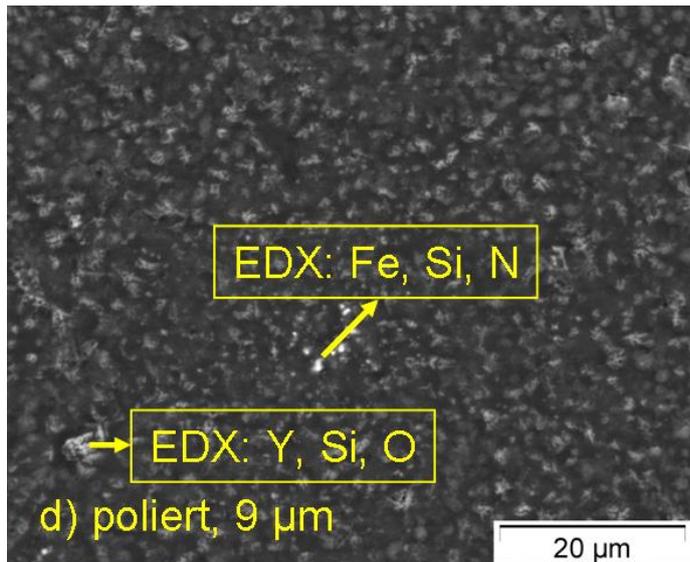
**Abb. 11.12.a:** Oberfläche einer mit D46 geschliffenen Schleifscheibe (Serie WA) nach der Wärmebehandlung (REM, Rückstreuaufnahme). Die tieferen Schleifriefen (1) und einige Ausbrüche in der Umgebung der Riefen (2) sind noch gut zu erkennen. Die Hauptbestandteile der weißen Bereiche an der Oberfläche sind Yttrium, Silizium und Sauerstoff. Das Kristallwachstum befindet sich erst im Anfangsstadium und hat noch keinen Einfluss auf die Festigkeit.



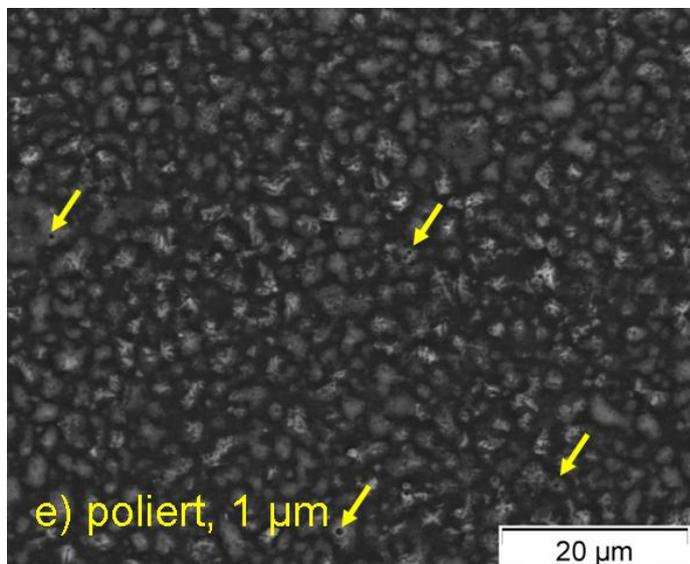
**Abb. 11.12.b:** Einige der sich auf der Oberfläche einer mit D15 geschliffenen Schleifscheibe (Serie WBC) befindenden Schleifriefen (1) können auch nach der Wärmebehandlung noch gut erkannt werden. Am oberen Rand des Bildes findet man Schleifriefen (3), die teilweise ausgeheilt wurden. Die Zahl der durch die Oberflächenbearbeitung verursachten Ausbrüche (2) hat sich ebenfalls verringert. Bei dieser Probe wurde durch EDX-Analysen in den weißen Bereichen neben Y und O auch noch Al nachgewiesen (Bemerkung: Al ist als Legierungselement bei der Herstellung zugegeben worden).



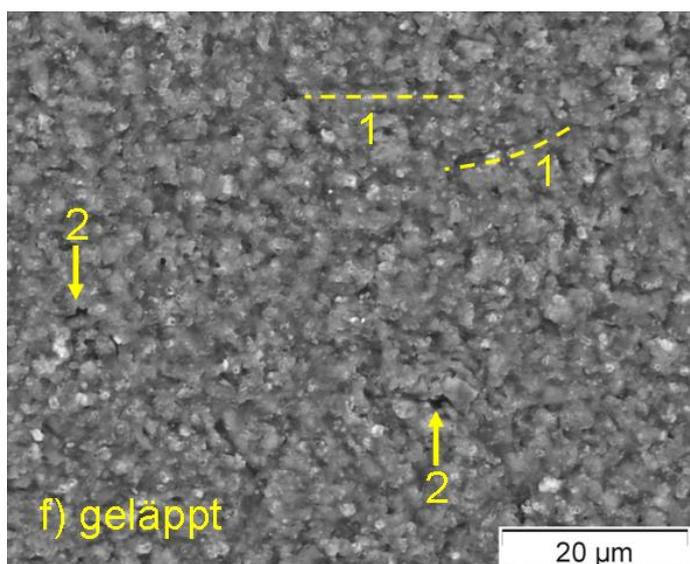
**Abb. 11.12.c:** Die mit einer frisch abgezogenen Schleifscheibe präparierten Oberflächen der Proben von Serie WD wiesen (wie in Kap. 10 gezeigt) eine bessere Oberflächenqualität als jene der Serie WBC auf. Nach der Wärmebehandlung findet man daher auf der Oberfläche der Proben nur mehr sehr wenige, teilweise ausgeheilte Risse (1).



**Abb. 11.12.d:** Auf der Oberfläche der mit 9  $\mu\text{m}$  polierten Proben erkennt man nach der Wärmebehandlung keine Schleifriefen mehr. Teilweise wurden die Schleifriefen bereits durch den Poliervorgang entfernt. Die (wenigen) noch vorhandenen Riefen wurden dann durch die Wärmebehandlung ausgeheilt. In dem dargestellten Bereich der Probe wurden (wie auch an Proben der Serien WG und WF) Einschlüsse von Fe, wie sie typisch für  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Keramiken sind, gefunden.



**Abb. 11.12.e:** Teil der Oberfläche einer mit 1  $\mu\text{m}$  polierten Probe nach der Wärmebehandlung. In den aufgewachsenen Kristallen findet man vereinzelt Löcher („pits“) wie sie auch in der Literatur [78] beschrieben werden (Pfeile). Diese Löcher sind allerdings viel kleiner als die kritische Defektgröße und haben in diesem Stadium keinen Einfluss auf die Festigkeit.



**Abb. 11.12.f:** Auf der Oberfläche der geläppten Proben (Serie WI) findet man trotz Wärmebehandlung noch Risse (1). Diese sind aber nicht mehr so groß wie bei den Proben ohne Wärmebehandlung. Weiters kann man noch einige kleinere Ausbrüche (2) erkennen.

Diese Bilder bestätigen, dass es gelungen ist Oberflächenfehler (wie z. B. Schleifriefen) zumindest teilweise auszuheilen. Durch die Wärmebehandlung ist es allerdings zur Entstehung von Yttrium-hältigen Kristallen auf der Oberfläche aller Proben gekommen. Auf der Oberfläche der polierten Proben wurden vereinzelt auch eisenhaltige Einschlüsse gefunden - diese sind aber typisch für Siliziumnitridkeramiken und sind auch bei den nicht wärmebehandelten Proben vorhanden.

### 11.3 Ergebnisse der Festigkeitsuntersuchungen

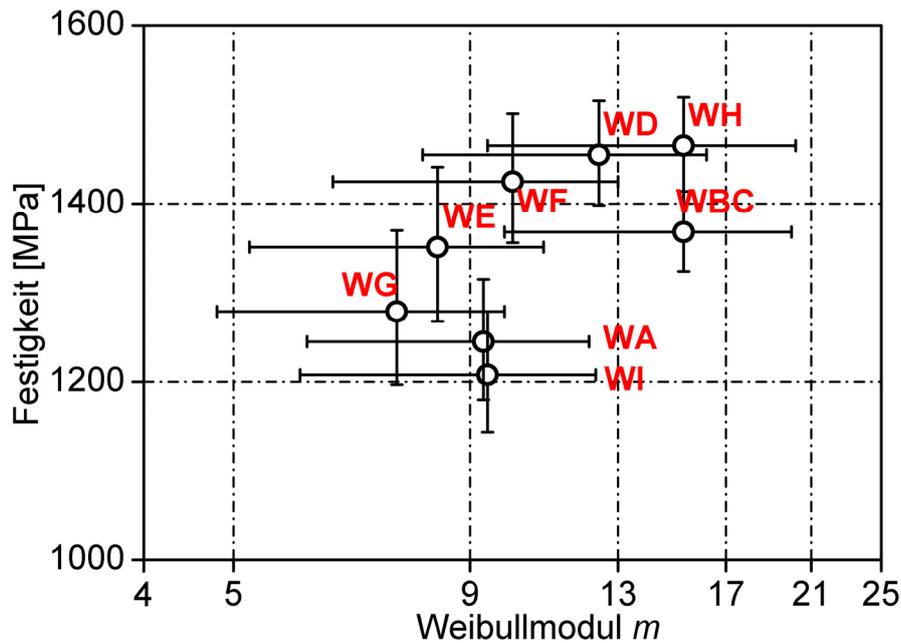
In **Tabelle 11.3** und **Abb. 11.13** sind die Ergebnisse der Festigkeitsmessungen nach der Wärmebehandlung angeführt

Zusätzlich zu biaxialen Versuchen wurden auch Tests mit einem einachsigen Spannungszustand (Standardbiegeversuche; in Folge als Prüfserie WBP bezeichnet) an Proben, die derselben Wärmebehandlung unterzogen wurden, durchgeführt.

**Tab. 11.3:** Charakteristische Festigkeit, Weibull-Modul, effektives Volumen und effektive Oberfläche der untersuchten Serien (die Werte in den eckigen Klammern entsprechen den 90% Konfidenzintervallen).

Probenserie	Geprüfte Proben n	Charakteristische Festigkeit $\sigma_0$ [MPa]	Weibull Modul [-]	Effektives Volumen [mm <sup>3</sup> ]	Effektive Oberfläche [mm <sup>2</sup> ]
WA	15	1245 [1180-1315]	9,3 [6,0-12,1]	0,26 [0,14-0,79]	3,10 [2,21-5,93]
WBC*)	15	1368 [1324-1414]	15,3 [9,8-20,0]	0,08 [0,02-0,23]	1,69 [1,25-2,91]
WD	15	1455 [1398-1516]	12,4 [8,0-16,2]	0,13 [0,07-0,38]	2,16 [1,58-3,83]
WE	14	1351 [1268-1441]	8,3 [5,2-10,8]	0,35 [0,18-1,21]	3,67 [2,58-7,72]
WF	15	1425 [1356-1501]	10,0 [6,4-13,0]	0,22 [0,12-0,68]	2,85 [2,06-5,43]
WG	15	1279 [1197-1370]	7,5 [4,8-9,8]	0,46 [0,22-1,08]	4,28 [2,95-9,00]
WH*)	13	1465 [1414-1520]	15,3 [9,4-20,2]	0,09 [0,05-0,26]	1,73 [1,26-3,13]
WI	14	1208 [1143-1279]	9,4 [5,9-12,3]	0,27 [0,14-0,89]	3,20 [2,28-6,37]
WBP (Biegeproben)	15	1012 [981-1045]	15,9 [10,2-20,7]	7,62 [5,86-11,83]	89,0 [87,1-93,5]

\*) Bemerkung: die unterschiedlichen Werte für die effektiven Volumina und effektiven Oberflächen resultieren bei gleichem Weibull-Modul aus leicht unterschiedlichen Probenabmessungen.



**Abb. 11.13:** Ergebnisse der Festigkeitsmessungen der 4-Kugel-Versuche in Form von Weibull-Parametern (charakteristische Festigkeit, Weibull-Modul, 90% Konfidenzintervalle, einfach logarithmische Skalierung). Überlappen sich die Konfidenzintervalle hinsichtlich der Festigkeit und des Weibull-Moduls, sind die Probenserien statistisch nicht zu unterscheiden.

Die **Abb. 11.14.a** und **11.14.b** zeigen (analog zu den **Abb. 10.10**, Kap. 10.3) die charakteristische Festigkeit in Abhängigkeit vom effektiven Volumen (**Abb. 11.14.a**) bzw. von der effektiven Oberfläche (**Abb. 11.14.b**). Sie werden mit den Ergebnissen aus 4-Punkt-Biegeversuchen verglichen. Die durchgehende Linie entspricht der Vorhersage der charakteristischen Festigkeit aufgrund der Weibulltheorie aufgrund der Probengröße (Volumen bzw. Oberfläche). Startwert der Extrapolation sind die Biegeversuche. Die strichlierten Linien markieren die Grenzen des 90 % Konfidenzintervalls.

Sämtliche Ergebnisse aus den verschiedenen 4-Kugel-Prüfserien liegen im 90% Konfidenzintervall. Das bedeutet, dass alle Prüfserien der Weibull-Theorie genügen. Die Weibull-Moduln liegen nach erfolgter Wärmebehandlung ebenfalls (mit Ausnahme der Serien WG und WE) in dem Bereich der für Hochleistungskeramiken erwartet wird.

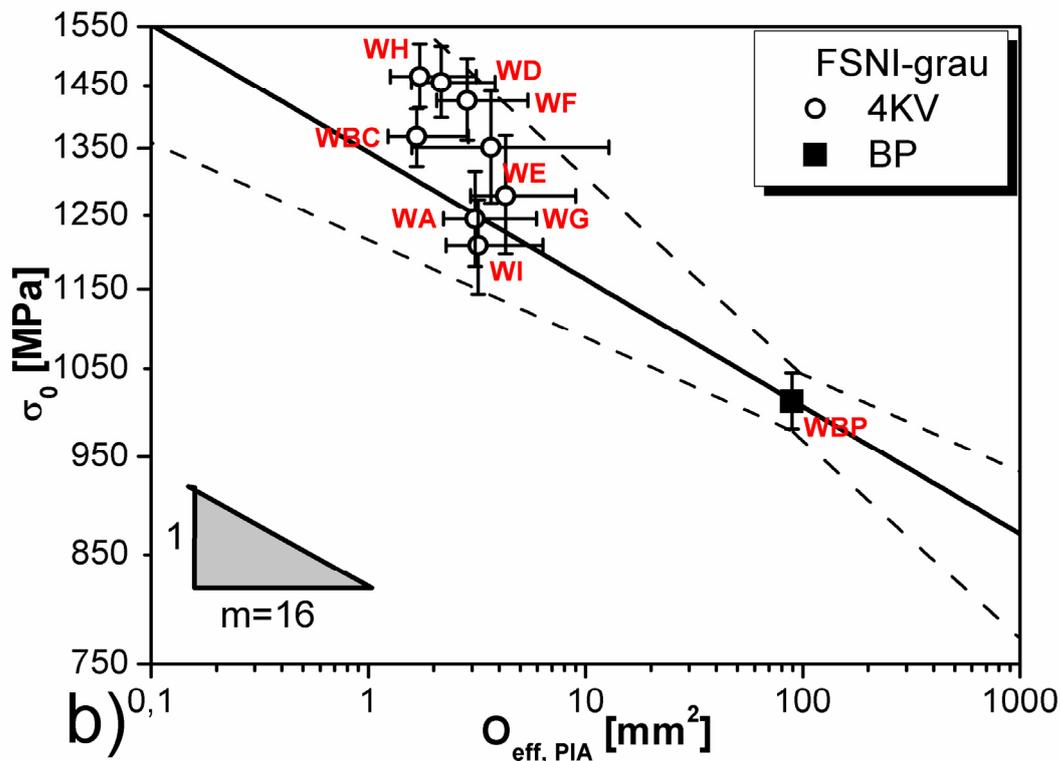
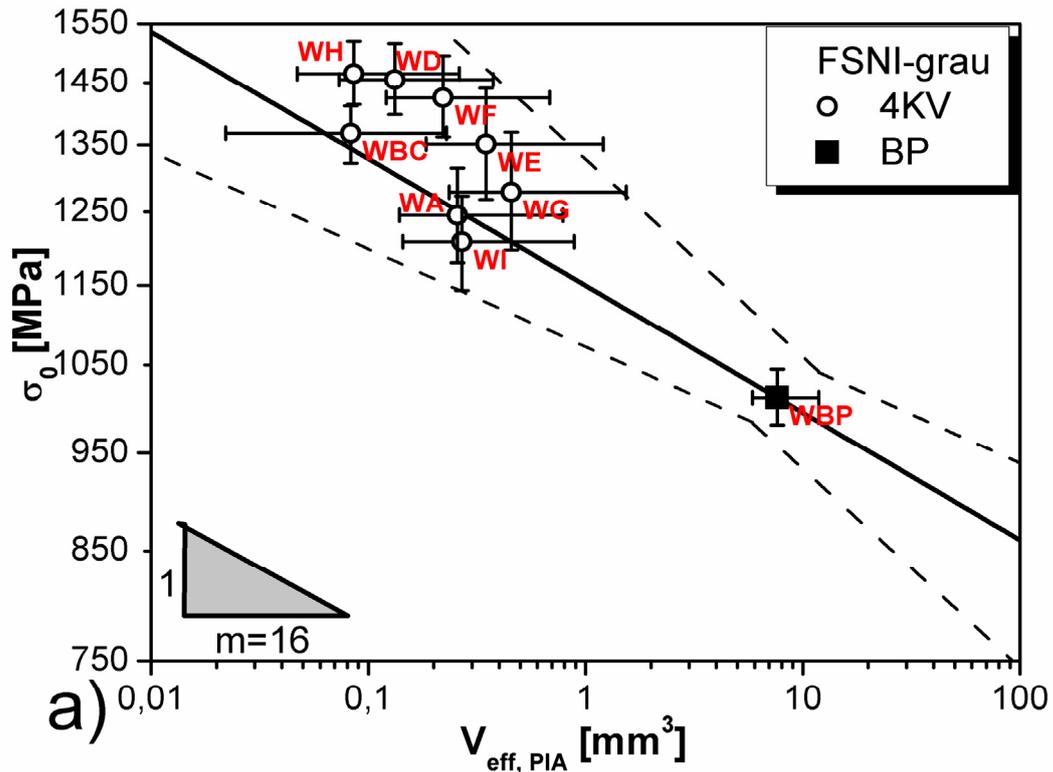


Abb. 11.14.a und b: Charakteristische Festigkeit in Abhängigkeit vom effektiven Volumen (Abb. 11.14.a) bzw. der effektiven Oberfläche (Abb. 11.14.b) in doppelt logarithmischer Darstellung (4KV = 4-Kugel-Versuch, BP = 4-Punkt-Biegeversuch). Sämtliche Werte der Festigkeitsmessungen aus den 4-Kugel-Versuchen liegen innerhalb der Grenzen des 90% Konfidenzintervalls, d.h. die Werte folgen dem von der Weibull-Theorie vorhergesagten Verlauf.

### 11.3.1 Oberflächenrauigkeit und Festigkeit

Abb. 11.15 zeigt die charakteristische Festigkeit über der Oberflächenrauigkeit  $R_a$ . Die Probenserien bei denen eine hohe Oberflächenrauigkeit gemessen wurde (i. e. die Prüfserien WI und WA) besitzen eine tendenziell niedrigere Festigkeit. Die Ergebnisse liegen im Trend der Ergebnisse für Proben ohne Wärmebehandlung. Es sei aber noch einmal auf die Arbeit von Hollstein et al. [71] hingewiesen, in der neben der Rauigkeit auch andere Ursachen für den Einfluss der Oberflächenqualität auf die Festigkeit (z.B. Eigenspannungen) angeführt werden.

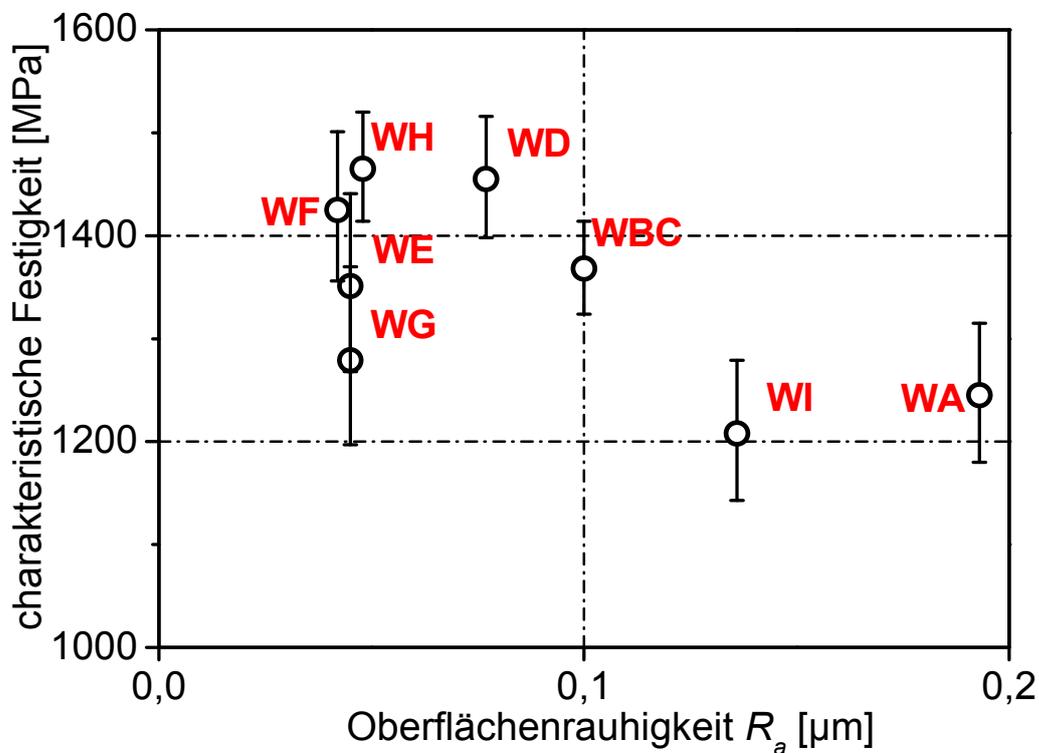


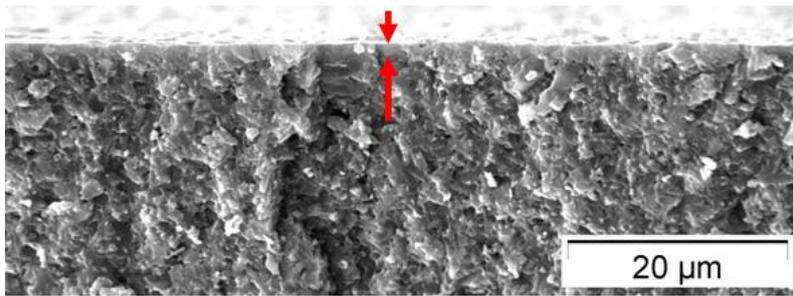
Abb. 11.15: Zusammenhang zwischen Oberflächenrauigkeit und Festigkeit. Die niedrigsten Festigkeiten wurden wieder (wie schon vor der Wärmebehandlung) bei den Proben mit der größten Oberflächenrauigkeit gemessen.

## 11.4 Fraktographische Untersuchungen

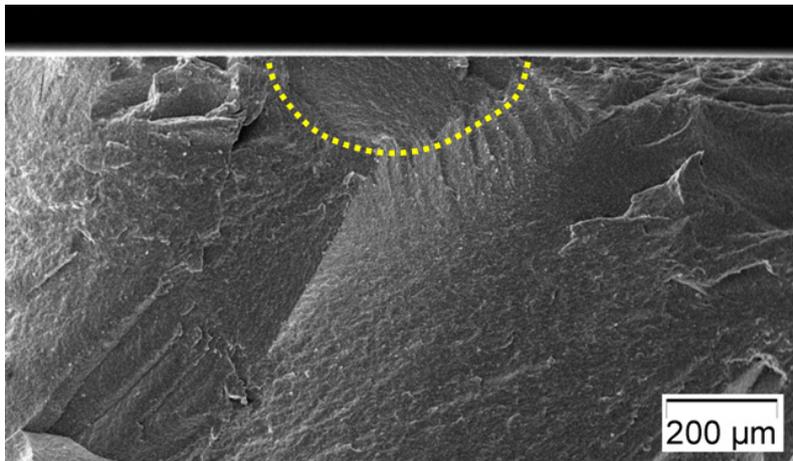
Um die Ergebnisse der Festigkeitsmessungen besser interpretieren zu können, wurden ausführliche fraktographische Untersuchungen durchgeführt. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen sind in den **Abb. 11.16 – 11.23** dargestellt. In **Tabelle 11.4** findet man (analog zu **Tab. 10.7**; Kap. 10.4) die Fehlergrößen für die charakteristische Festigkeit und die Proben mit höchster bzw. niedrigster Festigkeit für die verschiedenen Prüferien.

**Tab. 11.4:** Kritische Defektgrößen für die charakteristische Festigkeit und die Probe mit der jeweils niedersten bzw. höchsten Festigkeit jeder Serie (für die Berechnung wurde die Bruchzähigkeit mit  $5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  angenommen, als Geometriefaktor  $Y$  wurde für Volumenfehler  $2/\pi$  und für Oberflächenfehler 1,12 gewählt).

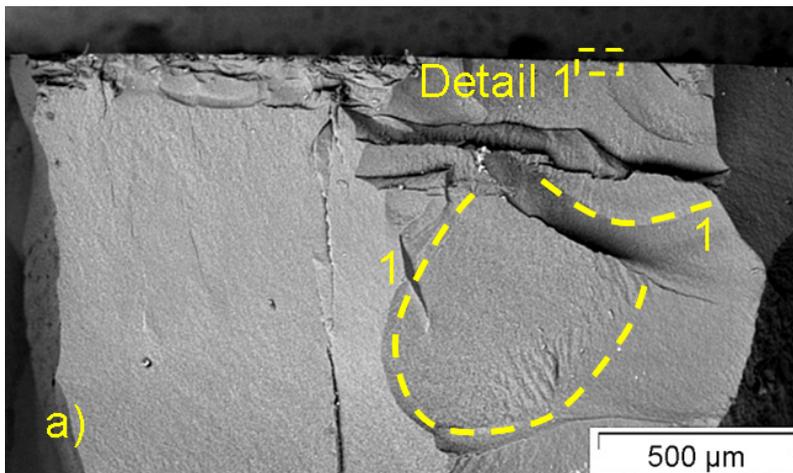
Probenserie/Probe	$\sigma$ [MPa]	$a_{c,o}$ [ $\mu\text{m}$ ]	$a_{c,v}$ [ $\mu\text{m}$ ]
<b>WBP-<math>\sigma_0</math></b>	979	7	21
WBP11- $\sigma_{min}$	1042	9	27
WBP3- $\sigma_{max}$	1336	5	17
<b>WA-<math>\sigma_0</math></b>	1244	4	13
WA25- $\sigma_{min}$	922	7	23
WA16- $\sigma_{max}$	1428	3	10
<b>WBC-<math>\sigma_0</math></b>	1268	3	10
WC19- $\sigma_{min}$	1041	6	18
WB16- $\sigma_{max}$	1499	3	9
<b>WD-<math>\sigma_0</math></b>	1455	3	9
WD19- $\sigma_{min}$	1035	6	18
WD27- $\sigma_{max}$	1577	3	8
<b>WE-<math>\sigma_0</math></b>	1268	4	12
WE27- $\sigma_{min}$	961	7	21
WE23- $\sigma_{max}$	1558	3	8
<b>WF-<math>\sigma_0</math></b>	1426	3	10
WF27- $\sigma_{min}$	1015	6	19
WF25- $\sigma_{max}$	1585	3	8
<b>WG-<math>\sigma_0</math></b>	1279	4	12
WG25- $\sigma_{min}$	953	7	23
WG16- $\sigma_{max}$	1556	3	8
<b>WH-<math>\sigma_0</math></b>	1465	3	9
WH27- $\sigma_{min}$	1192	4	14
WH33- $\sigma_{max}$	1577	3	8
<b>WI-<math>\sigma_0</math></b>	1208	4	13
WI29- $\sigma_{min}$	833	9	28
WI18- $\sigma_{max}$	1340	4	11



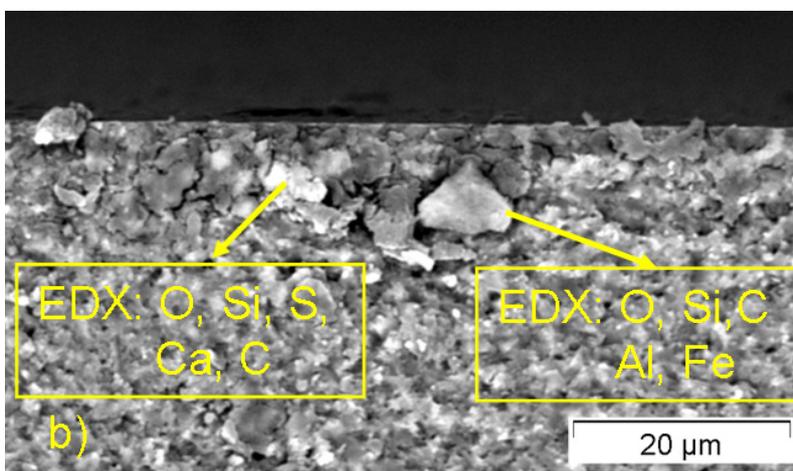
**Abb. 11.16:** Bei allen untersuchten Proben hat sich aufgrund der Wärmebehandlung auf der Oberfläche eine bis zu 2 µm dicke Glasschicht gebildet.



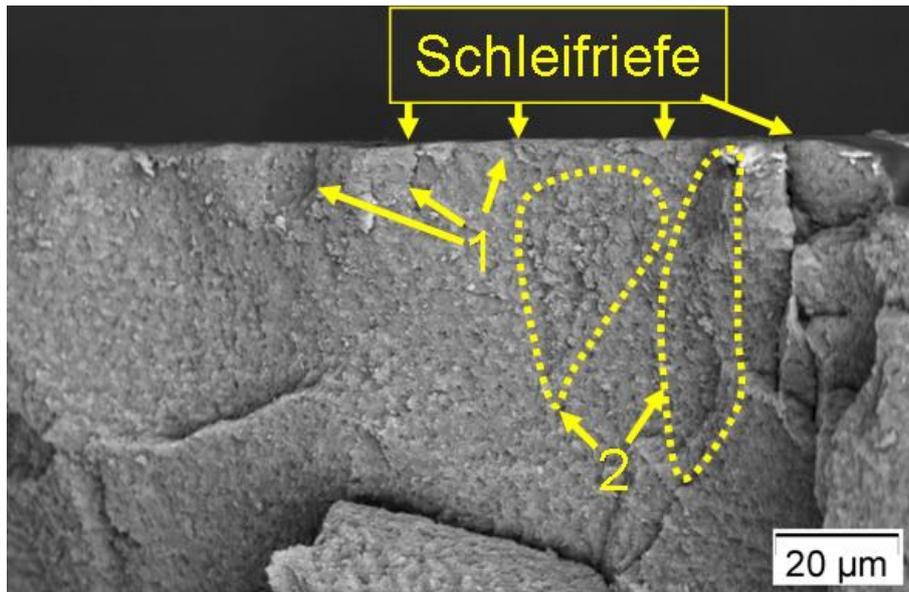
**Abb. 11.17:** Die Bruchflächen der wärmebehandelten Proben besitzen in der Regel ein stark zerklüftetes Aussehen (wie hier beispielhaft an Probe WE27 gezeigt). Bei dem durch die punktierte Linie gekennzeichneten Bereich handelt es sich um einen während des Versuchs entstandenen Sekundärschaden. Diese Kantenabbrüchen ähnlichen Strukturen entstehen nach dem eigentlichen Bruch der Probe als Folge eines „impacts“ durch die Auflagerkugeln oder durch den Kontakt mit der Schablone des 4-Kugel-Auflagers.



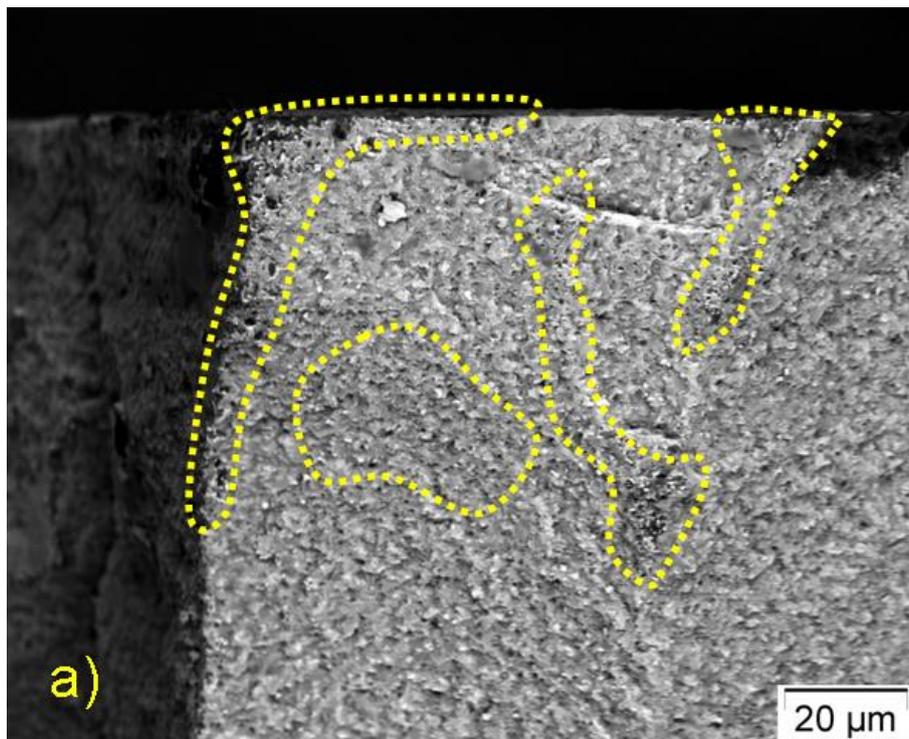
**Abb. 11.18.a:** Teil der Bruchfläche von Probe WF20. Auf der Bruchfläche findet man Sekundärschäden (1, vgl. **Abb. 11.17**). An der Stufe zwischen den beiden Sekundärschäden erkennt man, dass diese Bereiche nicht gleichzeitig weggebrochen sind. In Oberflächennähe befindet sich ein Einschluss (Detail 1). Da man keinen Bruchspiegel findet und von diesem Einschluss aus auch keine Bruchstrahlen ausgehen, handelt es sich aber nicht um den Bruchausgang.



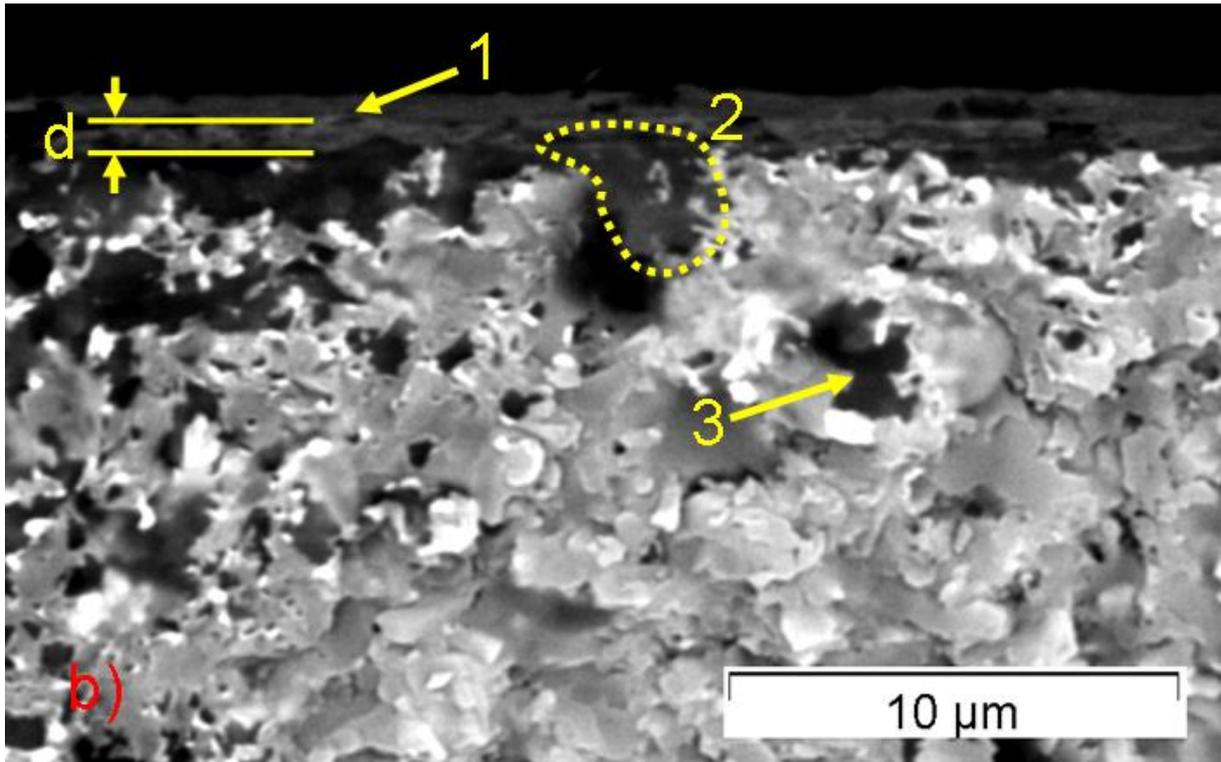
**Abb. 11.18.b:** Detail 1 aus **Abb. 11.18.a** in stärkerer Vergrößerung. Mit einer EDX-Analyse konnten ca. 6 Massen% Schwefel nachgewiesen werden (das Vorhandensein des Schwefels kann mit den zur Verfügung stehenden Informationen allerdings nicht erklärt werden).



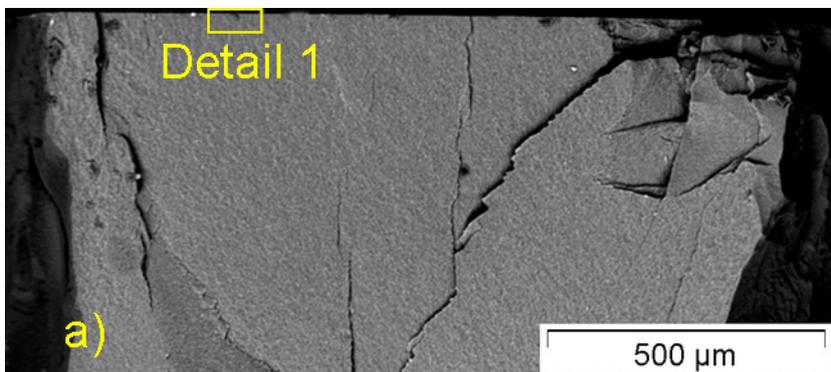
**Abb. 11.19:** Teil der Bruchfläche von Probe WA17. Von einer Schleifriefe an der Oberfläche ausgehend findet man kleinere Risse (1), die sich ungefähr 10  $\mu\text{m}$  in das Material hineinstrecken. Es kann aber keine Aussage gemacht werden, ob es sich bei diesen Rissen um durch die Oberflächenbearbeitung verursachte Schäden handelt, oder ob die Risse während des Bruchvorgangs (Sekundärschäden) entstanden sind. Direkt unter der Oberfläche findet man außerdem größere poröse Zonen (2). Das Versagen könnte hier eventuell durch eine Kombination der beiden Defektarten (Defektpopulationen 1 und 3, Kap. 10) ausgelöst worden sein.



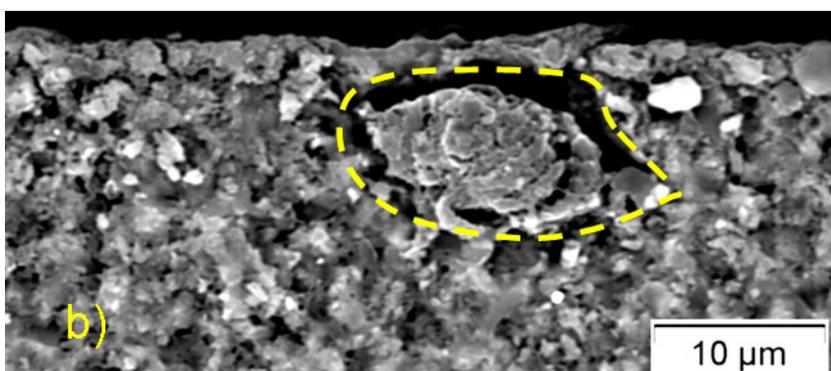
**Abb. 11.20.a:** Bei Probe WA 20 wurden knapp unter der Oberfläche der Zugseite große Bereiche mit Mikroporen, die sich im Volumen und auch an der Oberfläche erstrecken (Defektpopulationen 2, 3 und 4) gefunden.



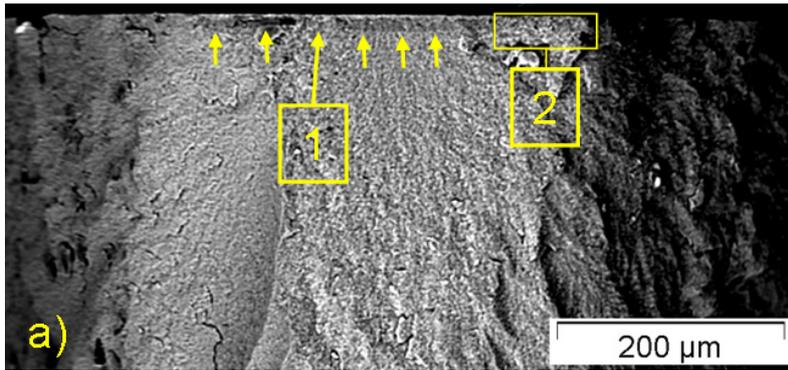
**Abb. 11.20.b:** Detailaufnahme eines porösen Bereichs nahe der Oberfläche von Probe WA20. Auf der Oberfläche ist eine Schicht mit einer Dicke von ca. 500 -2000 nm angewachsen. Sind Mikroporen mit der Oberfläche verbunden kann sich diese Schicht in die Poren hineinwachsen und sie verschließen (2). Die Poren im Volumen (3) werden dagegen nicht ausgefüllt.



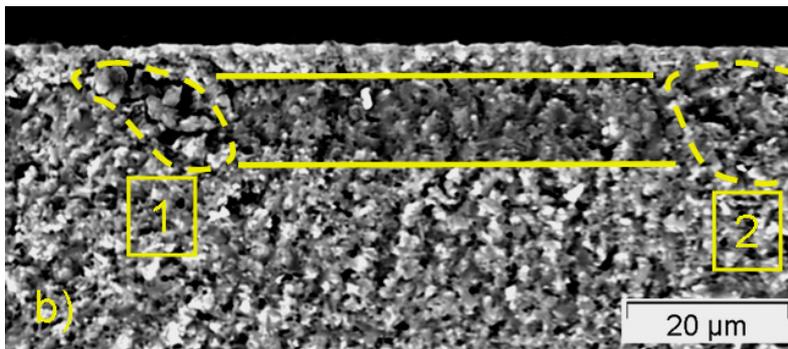
**Abb. 11.21.a:** Bruchfläche eines Fragments von Probe WI28. Obwohl der in **Abb. 11.21.b** in stärkerer Vergrößerung gezeigte Fehler groß genug ist, um bruchauslösend zu wirken, findet man weder einen Bruchspiegel noch Bruchstrahlen.



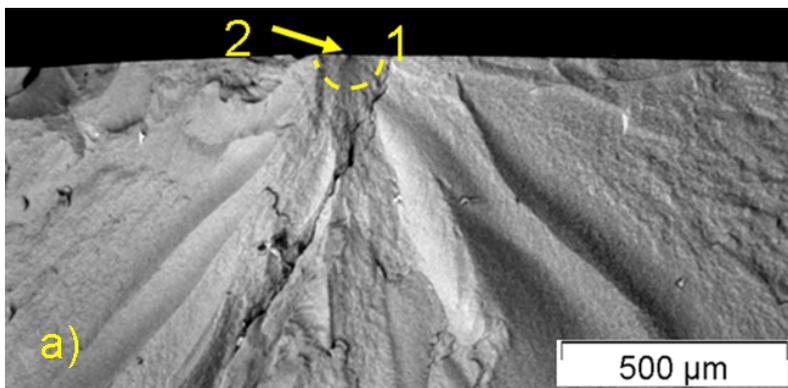
**Abb. 11.21.b:** Detail 1 aus **Abb. 11.21.a**. Bei dem Fehler handelt es sich um ein unmittelbar unter der Oberfläche liegendes  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Agglomerat, das von einer Pore umgeben ist (siehe auch **Abb. 10.18**, voriges Kapitel). Auch aus der Literatur ist bekannt, dass derartige Fehler durch eine Wärmebehandlung nicht ausgeheilt werden können [84, 87].



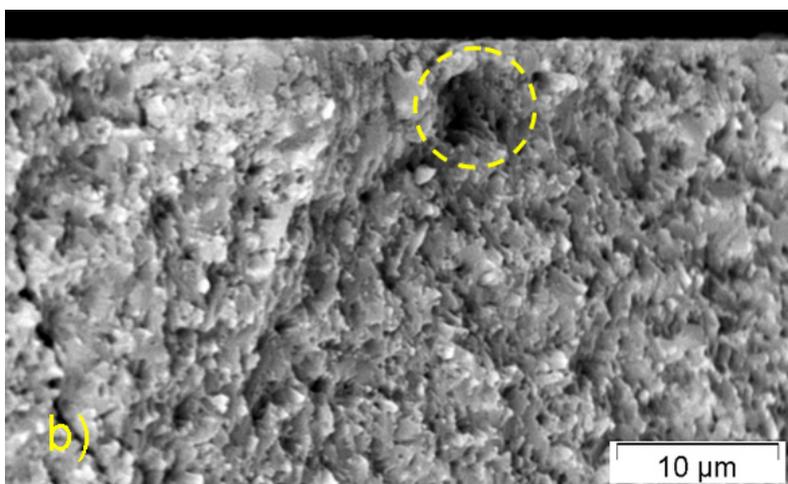
**Abb. 11.22.a:** Bei Probe WI29 erkennt man im REM (Rückstreuenaufnahme) unter der Schicht einen dunkleren Streifen. Würde es sich bei dabei um eine zufallsverteilte Inhomogenität handeln, so würde diese mit großer Wahrscheinlichkeit nicht parallel zur Oberfläche der Probe verlaufen. Am linken Rand der Inhomogenität findet man einige größere Körner (1), rechts gibt es einen größeren Bereich mit Mikroporen (2).



**Abb. 11.22.b:** Die Breite des dunkel verfarbten Streifens beträgt ca. 10 μm. Der dunkle Streifen ist ein Hinweis auf das Vorhandensein leichterer Elemente (im Vergleich zur Matrix). Diese konnten aber durch eine EDX-Analyse nicht gefunden werden. Von der Oberfläche in die Tiefe wurde aber ein Konzentrationsgradient bei den Elementen O, N und Si gefunden (die Konzentration von O nimmt ab, während die Konzentrationen von N und Si steigen)



**Abb. 11.23.a:** Bei Probe WG26 konnte ein Bruchausgang (2) eindeutig identifiziert werden (hier findet man einen typischen Bruchspiegel (1) und vom Bruchausgang (2) ausgehende Bruchstrahlen).

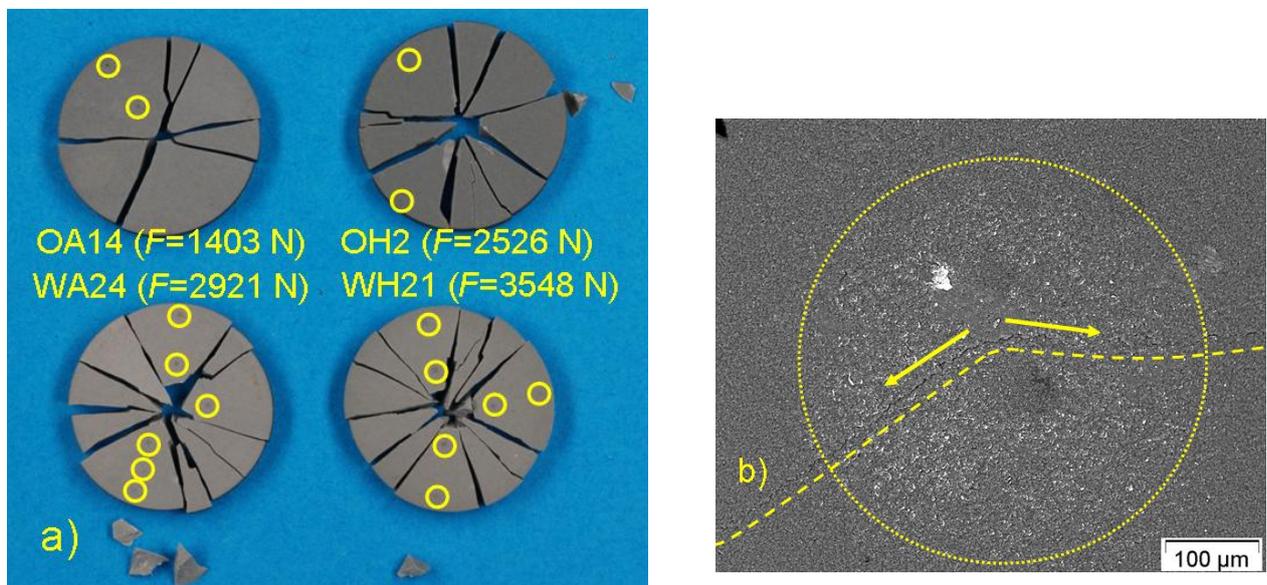


**Abb. 11.23.b:** Die Detailaufnahme zeigt, dass es sich bei dem bruchauslösenden Defekt um eine oberflächennahe Pore (Kreis) handelt.

### 11.4.1 Makrofraktographie

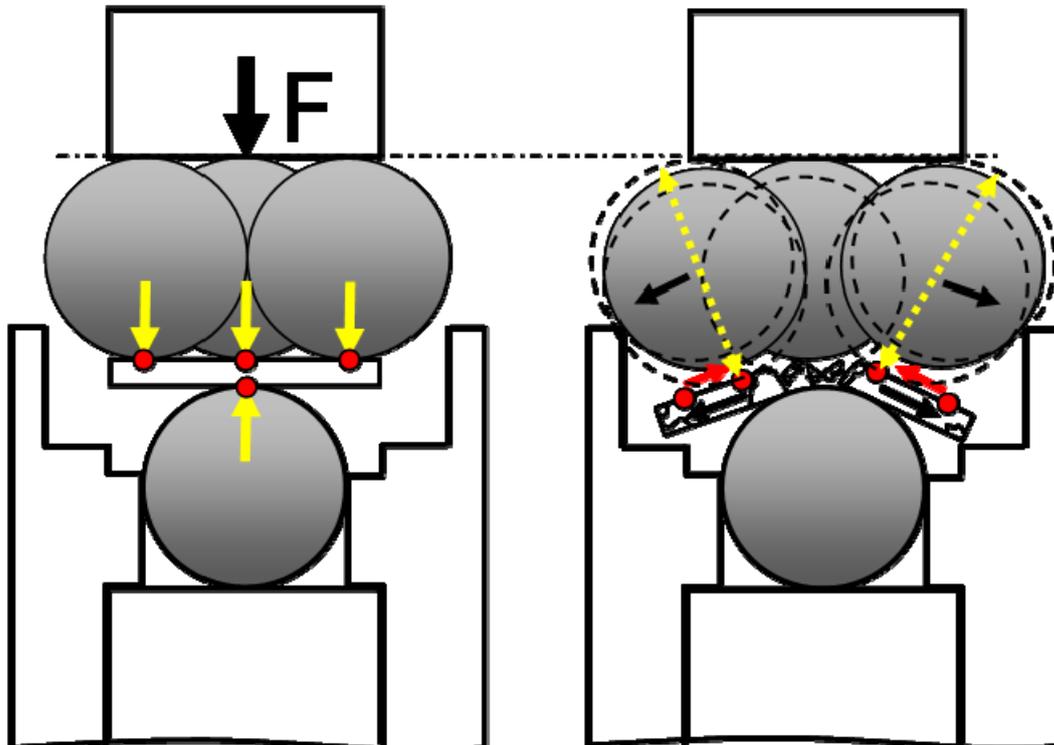
Trotz ausführlicher fraktographischer Untersuchungen konnten bei den untersuchten Proben mit Wärmebehandlung (Serien WA – WI) nur wenige Bruchausgänge identifiziert werden (**Abb. 11.23**). Der Grund dafür ist, dass es durch die während des Versuchs auftretenden hohen Kräfte zu Sekundärbrüchen und zur Entstehung von sehr vielen Bruchstücken und kleinen Splintern kommt, wobei viele der kleineren Fragmente verloren gehen und dann eine eindeutige Identifikation der Bruchausgänge nicht mehr möglich ist. Generell haben die Bruchflächen ein stark zerklüftetes Aussehen und durch die Sekundärschäden kann es zu Strukturen kommen, die Kantenabbrüchen ähneln.

Auf der Oberfläche der Zugseite der Proben findet man schwarze Punkte. Dabei handelt es sich um Kontaktpunkte der Auflagerkugeln mit der Probe (**Abb. 11.24**). Sie entstehen, wenn es nach dem Versuch zum neuerlichen Kontakt der Auflagerkugeln mit der Probe („Aufprellen“) und somit aufgrund der Relativbewegung der Bruchstücke und der Auflagerkugeln zu einem Impact kommt. **Abb. 11.24.b** zeigt einen solchen Punkt, der in der Nähe der Bruchkante liegt und durch einen Impact entstanden ist, im Rasterelektronenmikroskop. An der Aufprallstelle hat sich ein Riss gebildet.



**Abb. 11.24:** Zugseite der nicht wärmebehandelten und der wärmebehandelten Proben nach dem Versuch (**Abb. 11.24.a**). Im Bild angegeben ist die Bruchkraft  $F$  der jeweiligen Probe. Die Punkte, die durch den Kontakt mit den Auflagerkugeln entstehen, sind mit Kreisen hervorgehoben. Die Anzahl der Bruchstücke nimmt mit steigender Bruchkraft (höhere gespeicherte elastische Energie) zu (Bemerkung: dieser Zusammenhang ist in einem Diagramm in Anhang D5 graphisch dargestellt). In der rasterelektronenmikroskopischen Aufnahme (Rückstreuaufnahme) eines dieser Kontaktpunkte (**Abb. 11.24.b**) erkennt man, dass vom Zentrum des Kontaktes mit der Auflagerkugel durch den impact ein Riss entstanden ist, der in diesem Fall aber noch nicht zu einem vollständigen Sekundärschaden geführt hat. Bei den weißen Flecken handelt es sich um metallische Restpartikel, die von der Auflagerkugel stammen.

Während des Versuchs liegt die scheibenförmige Probe auf der Lastkugel auf und wird über die drei Auflagerkugeln mit der durch den Stempel eingeleiteten Kraft belastet (in der schematischen Darstellung in **Abb. 11.25** sind die Kontaktpunkte mit den Kugeln durch rote Punkte gekennzeichnet). Wird die Festigkeit der Probe überschritten kommt es an der Stelle der höchsten Zugspannung (üblicherweise handelt es sich dabei um das Zentrum der scheibenförmigen Probe) zum Primärbruch. Die Probe zerbricht in zwei oder mehrere Bruchstücke, wobei die Anzahl der Bruchstücke im Allgemeinen von der Bruchkraft abhängt. Die Bruchstücke kippen nach unten in Richtung der Fixierschablone (schwarze Pfeile in der Probe), wobei die Kanten in Kontakt mit der Schablone kommen. Im Moment des Versagens kommt es aufgrund der Brucherkenntung der Prüfmaschine zu einer Entlastung des Stempels. Die Auflagerkugeln werden nicht mehr fixiert und können sich frei nach Außen bewegen (schwarze Pfeile bei den Kugeln). Aufgrund der hohen Kräfte und der plötzlichen Entlastung springen die Auflagerkugeln zwischen dem Stempel, dem Rand der Schablone und den Bruchstücken der Probe hin- und her (strichlierte gelbe Pfeile) und es kommt auf der Oberfläche der Bruchstücke zu den Impacts (rote Pfeile bzw. Punkte). Dadurch entstehen die in den fraktographischen Untersuchungen gezeigten Sekundärschäden, wobei die Bruchstücke noch einmal zerbrechen können (**Abb. 11.25**, rechte Seite).

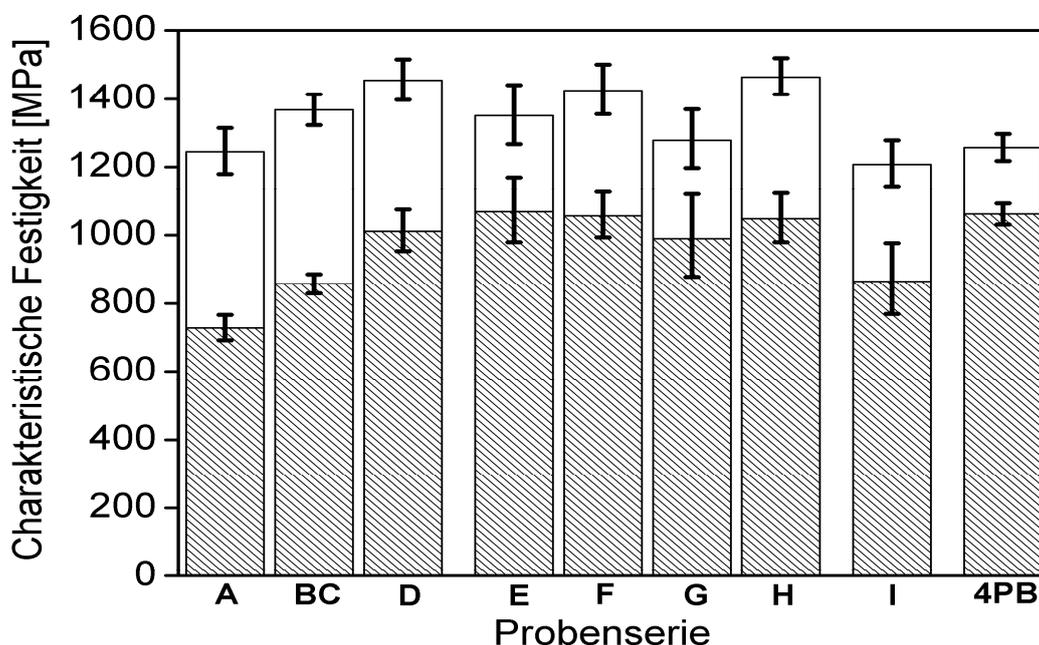


**Abb. 11.25:** Schematische Darstellung der Vorgänge während des Bruchs. Auf der linken Seite des Bildes ist die Situation nach dem Aufbringen der Vorkraft und während der Erhöhung der Kraft bis zum Bruch dargestellt. Die rechte Seite zeigt die Vorgänge unmittelbar nach dem Bruch der Probe. Der Primärbruch geht bei gültigen Versuchen vom Zentrum der Probe aus.

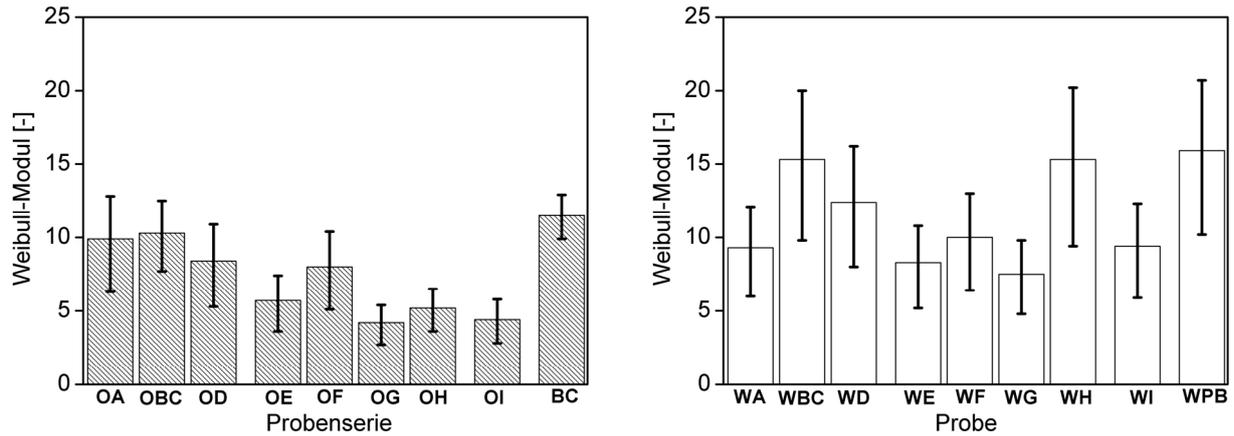
## 11.5 Vergleich der Ergebnisse der Festigkeitsmessung vor und nach der Wärmebehandlung

Verglichen mit den Ergebnissen der Serien OA bis OI konnte bei den wärmebehandelten Serien ein signifikanter Anstieg der Probenfestigkeit beobachtet werden. Serien, die eine schlechtere Oberflächenqualität aufwiesen (i. e. Serien OA und OBC) hatten dabei einen stärkeren Festigkeitsanstieg als Serien mit besserer Oberflächenqualität. Ein graphischer Vergleich der Festigkeitswerte vor und nach der Wärmebehandlung ist in **Abb. 11.26** gezeigt. Es ist bemerkenswert, dass auch bei den uniaxialen Versuchen (Standardbiegeversuch nach EN 843-1) ein Festigkeitsanstieg von ca. 20% beobachtet wurde.

In den **Abb. 11.27** ist ein Vergleich der Weibull-Moduln für die nicht wärmebehandelten und wärmebehandelten Probenserien dargestellt. Während der Weibull Modul (die Streuung) bei den nicht wärmebehandelten Proben stark von den Bearbeitungsbedingungen abhängt, beträgt er bei allen wärmebehandelten Proben etwa 10 (die 90% Konfidenzintervalle überlappen sich mit einer Ausnahme).

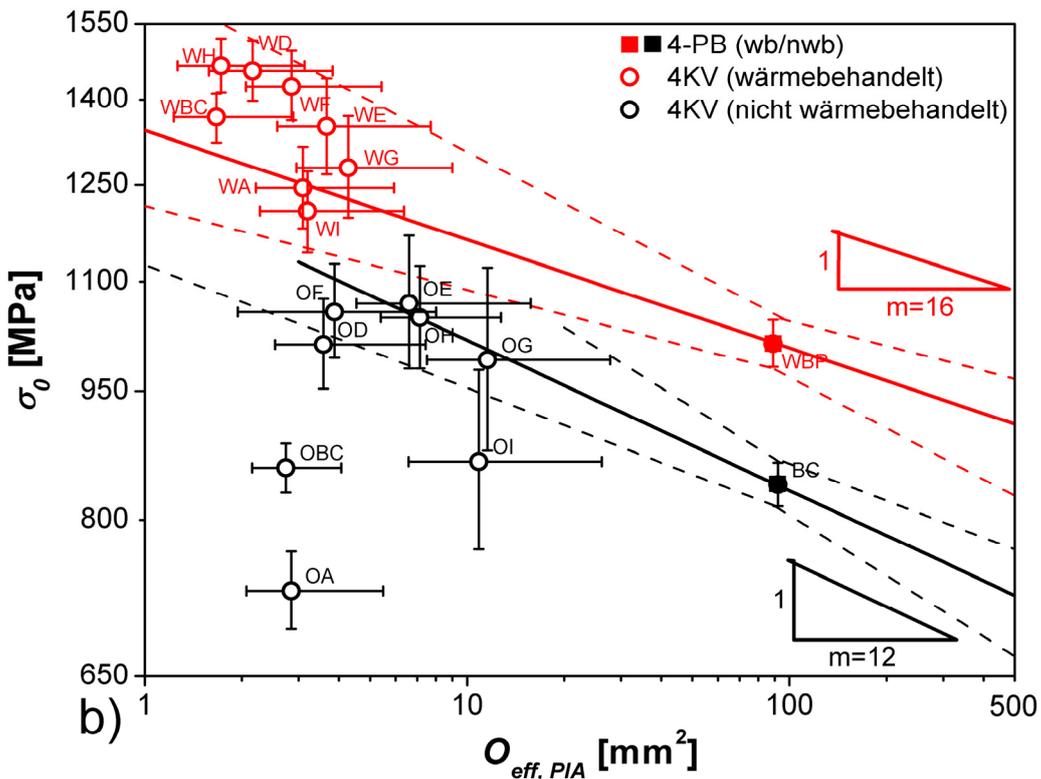
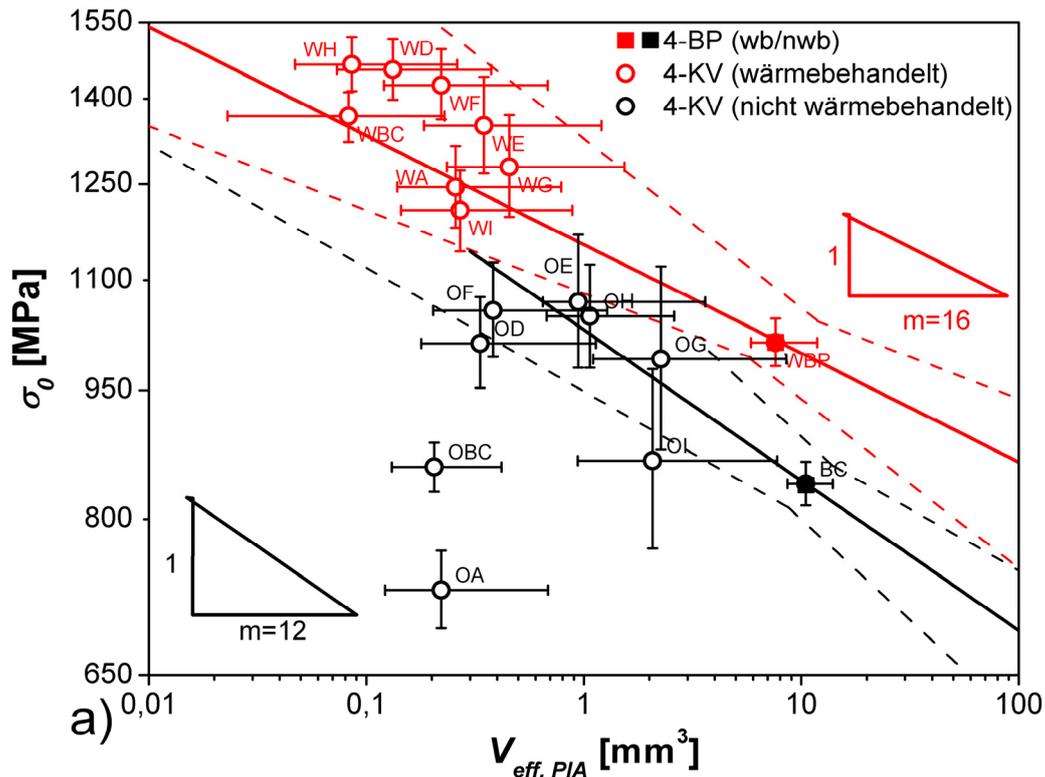


**Abb. 11.26:** Vergleich der Festigkeitswerte vor (schraffiert) und nach der Wärmebehandlung. Aufgetragen ist die charakteristische Festigkeit für jede Probenserie. Die Streubalken entsprechen den 90% Konfidenzintervallen.



**Abb. 11.27:** Vergleich des Weibull Moduls der unterschiedlichen Probenserien vor (schraffiert, Serien OA-OI) und nach (nicht schraffiert, WA-WI) der Wärmebehandlung.

Bei den Festigkeitsversuchen an den nicht wärmebehandelten Proben kann die unterschiedliche Festigkeit der Probenserien nicht mit der Weibulltheorie erklärt werden (aufgrund des Größeneffektes), da unterschiedliche Oberflächendefektpopulationen die Festigkeit der Proben begrenzen (vgl. die Abb. 10.10 aus dem vorigen Kapitel und 11.14, dieses Kapitel). Nach der Wärmebehandlung liefert die Vorhersage der Probenfestigkeit aufgrund des Größeneffektes (ausgehend vom Startwert 4-Punkt-Biegeversuch) aber – im Rahmen der Datenstreuung – eine gute Prognose. **Abb. 11.28** zeigt einen Vergleich der Ergebnisse der Versuche. Aufgetragen ist die charakteristische Festigkeit in Abhängigkeit vom effektiven Volumen bzw. von der effektiven Oberfläche.



**Abb. 11.28.a und b:** Vergleich der Ergebnisse der 4-Kugel-Versuche an nicht wärmebehandelten und wärmebehandelten Proben. Dargestellt ist die charakteristische Festigkeit in Abhängigkeit vom effektiven Volumen (Abb. 11.28a) bzw. der effektiven Oberfläche (Abb. 11.28b) in doppelt logarithmischer Darstellung (4KV = 4-Kugel-Versuch, 4-BP = 4-Punkt-Biegeversuch). Die 4-Pkt. Biegeversuche wurden als Ausgangspunkt für die Größenextrapolation herangezogen.

### 11.5.1 Eigenspannungsmessungen

Um den Einfluss von Eigenspannungen die durch die Oberflächenbearbeitung eingebracht wurden, zu untersuchen, wurden extern (am Materials Center Leoben, MCL) Eigenspannungsmessungen an 3 Serien mit je 2 Proben durchgeführt (jeweils wärmebehandelt und nicht wärmebehandelt). Es wurden unterschiedliche Bearbeitungszustände abgedeckt: Die Proben der Serien O(W)I waren geläpft, jene von O(W)BC geschliffen (mit D15) und die von O(W)H poliert (auf 1  $\mu\text{m}$ ).

Bei allen drei Probenserien konnten Druckeigenspannungen nachgewiesen werden. Für die nicht wärmebehandelten Proben wurden Spannungen zwischen 16 MPa (Serie OI,) und 113 MPa (Serie OC) bestimmt. Die Eigenspannungen der wärmebehandelten Proben liegen im Bereich zwischen 42 MPa (Serie WB) und 68 MPa (Serie WI). Allerdings liegt die Streuung der Messwerte für 5 der Proben (WI, O(W)BC und O(W)H) im Schnitt bei ungefähr 30 %. Dass die Eigenspannungsmessungen mit einer sehr hohen Unsicherheit behaftet sind, zeigt aber vor allem das Ergebnis von Serie OI: hier wurde eine Streuung von mehr als 200 % bestimmt. Bei den polierten und geschliffenen Proben ist es durch die Wärmebehandlung zu einem Abbau der Eigenspannungen gekommen, während die Eigenspannungen bei den geläpften Proben durch die Wärmebehandlung gestiegen sind.

Aufgrund der Ungenauigkeit der Messungen (i. e. der hohen Datenstreuung) werden diese Ergebnisse aber mit Vorbehalt betrachtet. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen werden daher nur zur Vervollständigung der Untersuchungsergebnisse angeführt (Anhang D6) aber nicht weiter bei der Interpretation der Ergebnisse berücksichtigt.

## 11.6 Bruchmechanische Überlegungen zu Festigkeit und Oberflächenqualität

In weiterer Folge wurde versucht, einen Zusammenhang zwischen der Größe der abrasiven Partikel und der Probenfestigkeit zu finden [102]. Dabei wird angenommen, dass die Größe der durch die Oberflächenbearbeitung eingebrachten Defekte mit der Größe der abrasiven Partikel im Zusammenhang steht<sup>20</sup>.

In den dargestellten Überlegungen wird der Einfluss von Volumenfehlern nicht berücksichtigt, da diese bei 4-Kugel-Versuchen (an hochfesten Materialien) selten für das Versagen verantwortlich sind und daher vernachlässigt werden können.

Die Qualität der Probenoberflächen hängt unter anderem von maschinenspezifischen Dingen (i. e. alte oder frisch abgezogene Scheibe, Breite der Scheibe, Zustellung...) ab. Es wird daher „ideale“ Oberflächenbearbeitungsparameter, die zu einer ausreichend guten Oberflächenqualität führen, geben. Im Allgemeinen nimmt die Rissbildung mit der Größe der auf die Schleifscheibe aufgetragenen Kraft (Kraft pro Schleifkorn) zu. Daher kann angenommen werden, dass diese „idealen“ Oberflächenbearbeitungsparameter nur bei geringen Kräften gegeben sind. Bei kleinen Kräften sind aber die Materialabtragungsraten gering und eine wirtschaftliche Proben- bzw. Bauteilbearbeitung ist nicht mehr gegeben. Daher werden in der Praxis stets höhere Kräfte verwendet.

Wenn die durch die Oberflächenbearbeitung eingebrachten Defekte kleiner sind als die kritische Defektgröße sind diese Defekte harmlos. Die Ergebnisse aus Kap. 10 zeigen, dass dies ab Serie OE (Polieren mit 9  $\mu\text{m}$ ) der Fall ist.

---

<sup>20</sup> Dazu muss bemerkt werden, dass in der Literatur (siehe Kap. 5.3) angeführt wird, dass die Größe der verursachten Schäden normalerweise größer ist, als die der verursachenden Schleifkörner. Da es sich bei den Schleifkörnern aber um scharfe Keile handelt, beschreibt die angegebene Schleifkorngröße nicht die wahre Größe der Keilspitze. Der für die Bearbeitung wirksam werdende Bereich des Schleifkorns wird daher normalerweise kleiner sein, als die Schleifkorngröße.

## 12. Zusammenfassung und Schlussfolgerungen

Die Festigkeit keramischer Werkstoffe hängt von Defekten ab, die im Volumen oder an der Oberfläche der Proben verteilt sind. Volumenfehler werden bei der Herstellung der Keramik eingebracht und können durch eine Optimierung des Herstellprozesses verringert werden. Die (gefährlicheren) Oberflächenfehler entstehen dagegen in den meisten Fällen bei der Bearbeitung von Proben und Bauteilen. Um die Festigkeit des Werkstoffes zu bestimmen, muss daher der Einfluss der durch die Bearbeitung verursachten Oberflächenfehler ausgeschaltet werden so dass das Versagen von Volumenfehlern ausgeht. Selbstverständlich wird durch eine bessere Oberflächenqualität auch die Festigkeit und Lebensdauer von keramischen Bauteilen erhöht.

Für die Bestimmung der Festigkeiten von Keramiken wird in der Regel der genormte 4-Punktbiegeversuch [z. B. 17] verwendet. Bei 4-Punktbiegeversuchen wird ein uniaxiales Spannungsfeld in die Probe eingebracht. Das bedeutet, dass Risse in Längsrichtung nicht so gefährlich sind, da hier keine den Riss öffnende Spannungskomponente vorkommt. Beim Schleifen entstehen hauptsächlich Median- (in Längsrichtung) und Radialrisse (in Querrichtung), wobei die Medianrisse aufgrund der größeren Tiefe gefährlicher als Radialrisse sind. Damit ein Einfluss von Medianrissen auf das Ergebnis der Festigkeitsmessung verhindert wird schreiben die Normen vor, dass die Proben in Längsrichtung geschliffen werden. Allerdings werden keramische Bauteile im Einsatz in sehr vielen Fällen biaxial belastet (z. B. durch Thermoschock). Eine biaxiale Belastung ist gefährlicher als eine uniaxiale Belastung, da bei dieser Belastung für jeden Oberflächenriss, egal welche Orientierung er besitzt, eine rissöffnende Zugspannungskomponente auftritt. Um den Einfluss von Oberflächendefekten auf die Festigkeit zu untersuchen ist daher ein biaxiales Prüfverfahren (i. e. der 4-Kugelversuch) besser geeignet als ein Verfahren mit uniaxialer Beanspruchung.

Im 4-Kugelversuch kann es beim Kontakt zwischen Kugeln und der Probe zum Auftreten von Kontaktspannungen kommen. Daher wurde in dieser Arbeit in einer ersten Versuchsserie geklärt, ob es durch die Kontaktspannungen zwischen Last- bzw. Auflagerkugeln und der Probe zur Bildung von (festigkeitsvermindernden) Schäden auf der Probenoberfläche kommen kann. Dafür wurden Proben mit künstlich eingebrachten Vorschäden auf Zug- und Druckseite untersucht und die Ergebnisse mit jenen von ungeschädigten Proben verglichen. Es konnte nachgewiesen werden, dass Schäden die auf der Druckseite der Proben (i. e. die Seite mit der Lastkugel) liegen, keinen Einfluss auf den ermittelten Festigkeitswert haben. Liegen diese Schäden auf der Zugseite

fällt die Festigkeit allerdings signifikant ab. Da im 4-Kugel-Versuch die maximale Zugspannung im Zentrum der Probe auftritt und die drei Auflagerkugeln (i.e. die Kugeln auf der Zugseite) am Rand der Probe liegen, kann ein Einfluss von Kontaktspannungen auf die Festigkeit für die gegebenen Probengeometrien und Kugeldurchmesser ausgeschlossen werden<sup>21</sup>. Zusätzlich durchgeführte Eindruckversuche mit Kugeln verschiedener Größen haben außerdem gezeigt, dass die für das Erzeugen von Hertzschenschäden benötigten Kräfte um ein Vielfaches höher als die bei den Festigkeitsversuchen auftretenden Maximallasten sind. Allerdings wurden bei diesen Versuchen die Kontaktschäden aufgrund fehlender experimenteller Möglichkeiten nur optisch im Mikroskop nachgewiesen. Für eine exakte Bestimmung sollten die kritischen Lasten in weiterführenden Untersuchungen auch akustisch detektiert werden [103].

Da in einer großen Probe die Wahrscheinlichkeit einen Fehler zu finden höher ist als in einer kleinen Probe, steigt die Festigkeit mit abnehmender Probengröße. Dieses Verhalten wird von der Weibull-Theorie vorhergesagt. Mit Hilfe des 4-Kugel-Versuchs konnte der Einfluss der Probengröße auf die Festigkeit auch experimentell nachgewiesen werden. Dabei hat sich aber herausgestellt, dass dieser Zusammenhang für sehr kleine Proben nicht mehr gilt. Hier ist die Festigkeit wesentlich geringer als sie durch die Weibull-Theorie vorausgesagt wird, unabhängig davon ob die Fehler im Volumen oder an der Oberfläche vorliegen. Die Ursache dafür konnte nicht mit letzter Sicherheit ermittelt werden. Möglicherweise wirken viele kleine Defekte zusammen und bilden einen größeren „effektiven“ Defekt, der schließlich bruchauslösend ist. Dies könnte die im Vergleich zur Weibullvorhersage geringere Festigkeit der kleinen Proben erklären.

Der Einfluss von Oberflächenfehlern auf die Festigkeit im Biegeversuch wurde bereits in der Vergangenheit ausführlich untersucht [z. B. 5, 40, 104]. Systematische Untersuchungen über den Einfluss der Oberflächenqualität auf die biaxiale Festigkeit wurden aber noch nicht durchgeführt. Daher wurde in einem weiteren Arbeitsprogramm der Einfluss verschiedener Schleifparameter auf die Oberflächenqualität und Festigkeit untersucht. Dafür wurden die Oberflächen von neun Prüfserien scheibenförmiger Siliziumnitridproben unterschiedlich bearbeitet und die Ergebnisse aus dem 4-Kugel-Versuch untereinander und mit jenen von Standardbiegeversuchen verglichen. Es hat sich gezeigt, dass die Korngröße des verwendeten

---

<sup>21</sup> Sollten dennoch Kontaktschäden auf der Zugseite entstehen (diese können eventuell bei zu dicken Proben und zu kleinen Kugeln auftreten), würde es zu einem Kantenabbruch kommen. Da nur Versuche als gültig gewertet werden bei denen die Proben von der Mitte her brechen, werden derartige Versuche nicht gewertet..

Schleifwerkstoffes großen Einfluss auf die Festigkeit hat, weil die Größe der entstehenden Bearbeitungsfehler natürlich auch von der Korngröße des verwendeten Schleifwerkstoffes abhängt.

Werden die Proben geschliffen oder geläppt (Körnung 46  $\mu\text{m}$  und 15  $\mu\text{m}$  bzw. 3-19  $\mu\text{m}$ ) resultiert dies in einer für das untersuchte Siliziumnitrid relativ geringen Festigkeit. Wird dagegen eine Schleifscheibe der Körnung D15 frisch abgezogen oder werden die Proben poliert entstehen weniger Fehler auf der Oberfläche. Weiters wird durch den Poliervorgang ein Großteil der restlichen Schleifriefen entfernt. Insgesamt bewirkt dies einen signifikanten Festigkeitsanstieg (verglichen mit den geschliffenen Proben)<sup>22</sup>. Bei den polierten Probenserien (Polierstufen von 9  $\mu\text{m}$  – 1  $\mu\text{m}$ ) wurde bei den Festigkeitswerten aber kein Unterschied mehr gefunden; d. h. dass ein Polieren mit einer Körnung von 9  $\mu\text{m}$  bei dem untersuchten  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ausreicht um eine ausreichende Oberflächenqualität zu gewährleisten. Allerdings ist nach dem Polieren auch die Streuung der Festigkeitswerte der polierten Probenserien stark angestiegen.

Durch die fraktographischen Untersuchungen konnten verschiedene Defektarten als bruchauslösende Fehler identifiziert werden. Diese Defektpopulationen wurden in vier verschiedene Gruppen eingeteilt. Die bruchauslösenden Defekte wurden in den meisten Fällen an der Oberfläche bzw. in Oberflächennähe (Defektpopulationen 1-3) gefunden. Als Bruchausgang wirkende Volumendefekte (Defektpopulation 4) wurden dagegen nur in wenigen Ausnahmefällen identifiziert. Durch diese Untersuchungen konnte gezeigt werden, dass durch das Polieren der Großteil der durch die Bearbeitung eingebrachten Fehler (Defektpopulation 1) entfernt wird. Allerdings wurden durch die Bearbeitung zusätzliche Fehler (Defektpopulationen 2 und 3; z. B. Porencluster, snowflakes, usw.) die unterschiedliche Größe besitzen, an der Oberfläche freigelegt. Solche Fehler waren jetzt in Kombination mit Schleifriefen, die durch den Poliervorgang nicht entfernt wurden, in Einzelfällen für das Versagen verantwortlich. Dies bewirkte keine Änderung der charakteristischen Festigkeit erhöhte aber die Streuung (einige wenige niedrige Festigkeitswerte haben nur einen geringen Einfluss auf die Festigkeit aber einen großen auf die Streuung). Bei Proben mit hoher Festigkeit bewirken die hohen Kräfte viele Sekundärbrüche d. h. es entstehen viele Bruchstücken und kleine Splitter. Die Sekundärbrüche entstehen durch einen „impact“ durch die Auflagerkugeln oder/und den Kontakt von Probenteilen mit der Schablone. Daher war eine eindeutige Identifizierung der Bruchausgänge

---

<sup>22</sup> Die Festigkeitssteigerungen durch die bessere Oberflächenqualität betragen mehr als 300 MPa.

hier nur in sehr wenigen Fällen möglich (Bemerkung: die Anzahl der Sekundärbrüche könnte in Zukunft durch ein Auslegen des Auflagers mit dünnen Gummibelägen verringert werden).

Eine wichtige Zielsetzung dieser Arbeit war daher die Entwicklung einer geeigneten Wärmebehandlung um schlecht bearbeitete Oberflächen nachträglich auf einfache Weise verbessern zu können. Aus der Literatur geht hervor, dass die Ausheilbedingungen für verschieden hergestellte Siliziumnitride unterschiedlich sind. Um für das untersuchte  $\text{Si}_3\text{N}_4$  die geeigneten Parameter (Temperatur und Haltezeit) zum Ausheilen von Oberflächendefekten zu finden, wurden umfangreiche Vorversuche an Biegeproben durchgeführt. Unterschiedlich starke Ausheileffekte konnten dabei im Temperaturbereich von  $900^\circ\text{C}$  bis  $1200^\circ\text{C}$  und bei unterschiedlichen Haltezeiten beobachtet werden. Bei einer Temperatur von  $1300^\circ\text{C}$  kam es wieder zu einem Festigkeitsabfall. Als Kompromiss zwischen Wirtschaftlichkeit (i. e. Temperatur und Haltezeit) und Festigkeitssteigerung wurden eine Temperatur von  $1000^\circ\text{C}$  und eine Haltezeit von 5 Stunden gewählt.

Durch diese Wärmebehandlung bildet sich an der Oberfläche der Proben eine 1 bis  $2\ \mu\text{m}$  dünne Glasschicht. Die Glasschicht versiegelt Poren und verklebt die durch die Bearbeitung entstandene Risse, wenn diese nicht zu tief ins Material hineinreichen. Dadurch werden bestimmte Defektpopulationen ausgeheilt und die Festigkeit signifikant (um mehr als 500 MPa im Vergleich zu den nicht wärmebehandelten Proben) erhöht. Durch das Ausheilen von Oberflächendefekten einer bestimmten Größenordnung verringert sich außerdem die Streuung der Festigkeitswerte und der Weibull-Modul steigt an. Die Glasschicht enthält aber auch – mit steigender Temperatur in zunehmenden Maße - Yttriumhaltige Kristalle. Diese sind bei geringen Wärmebehandlungstemperaturen ( $900^\circ\text{C}$  –  $1200^\circ\text{C}$ ) noch zu klein um einen negativen Einfluss auf die Festigkeit zu haben. Fehler im Volumen (Defektpopulation 4) wurden durch die Wärmebehandlung selbstverständlich nicht beeinflusst.

Die fraktographischen Untersuchungen der wärmebehandelten Proben haben gezeigt, dass das Versagen von nicht ausheilbaren Defekten (z. B. Poren) knapp unter der Oberfläche der Proben ausgeht. Bei keiner der untersuchten wärmebehandelten Proben konnten typische Oberflächenfehler, wie sie bei den nicht wärmebehandelten Proben gefunden wurden, als Bruchausgänge identifiziert werden.

Zusammenfassend kann gesagt werden, dass für eine Festigkeitssteigerung und einer Verringerung der Streuung der Festigkeitswerte des untersuchten  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Werkstoffes eine Kombination aus einer sorgfältig bearbeiteten Oberfläche und der entwickelten Wärmebehandlung gut geeignet ist. Es hat sich gezeigt, dass Risse die durch eine Bearbeitung mit einer Schleifkörnung von  $15\ \mu\text{m}$  (D15) an der Oberfläche entstehen mit der durchgeführten Wärmebehandlung ausgeheilt werden können. Bei diesen Überlegungen muss aber auch in Betracht gezogen werden, dass es zu auch einem Abbau der durch die Oberflächenbearbeitung eingebrachten Druckspannungen durch die Wärmebehandlung kommen kann. Daher werden hier eigentlich zwei einander überlagernde Effekte beschrieben - zum Ersten das Ausheilen vieler Oberflächendefekte durch die Wärmebehandlung und zum Zweiten der gleichzeitig erfolgende Abbau von Eigenspannungen. Da es aber zu einer signifikanten Festigkeitssteigerung gekommen ist, kann angenommen werden, dass das Rissheilen den größeren Einfluss auf die Festigkeit hat. Aufgrund fehlender experimenteller Möglichkeiten konnte der Einfluss von Eigenspannungen aber nicht untersucht werden<sup>23</sup>.

Für Bauteile ist eine Erhöhung der Oberflächenqualität durch eine bessere Endbearbeitung in vielen Fällen aufgrund der Wirtschaftlichkeit (und teilweise auch durch die Geometrie der Bauteile) nicht möglich. Durch die in dieser Arbeit entwickelte Wärmebehandlung können Standzeit und Zuverlässigkeit von Werkzeugen aus FSNI daher kostengünstig und mit relativ geringem Aufwand verbessert werden. Voraussetzung dafür ist aber, dass die Oxidschicht im Einsatz weitgehend intakt bleibt und nicht durch korrosive Einflüsse zerstört wird.

Thermoschockversuche an nicht wärmebehandelten und wärmebehandelten Proben und Bauteilen haben inzwischen gezeigt, dass die Wärmebehandlung auch zu einer Verbesserung des Thermoschockfestigkeit führt [105, 106]. Diese Erhöhung der Thermoschockbeständigkeit ist z. B. für Bauteile die in der Gießerei- oder Umformtechnik verwendet werden, von großer Bedeutung.

---

<sup>23</sup> Ein Nachweis wäre möglich, wenn Proben zuerst im Vakuum wärmebehandelt werden (im Vakuum gibt es keine Rissheileffekte und es würden nur die Eigenspannungen abgebaut) und anschließend ihre Festigkeit geprüft wird.

### **13. Abschließende Bemerkungen und Ausblick**

Die Qualität der Oberfläche hängt auch von der Bruchzähigkeit und Härte der jeweiligen Keramik ab. Daher sind die in dieser Arbeit erhaltenen Ergebnisse nicht auf andere Werkstoffe mit anderen Bruchzähigkeiten und Härten umzusetzen. Um dieser Frage nachzugehen wurde inzwischen mit analogen Untersuchungen an weiteren (unterschiedlichen) Werkstoffen (i. e. andere Siliziumnitride und SiC-Werkstoffe) begonnen. Damit kann auch für Proben und Bauteile aus diesen Werkstoffen die am besten geeignete und wirtschaftlichste Oberflächenbearbeitung gewählt werden.

Keramische Werkstoffe wie  $\text{Si}_3\text{N}_4$  oder SiC werden in zunehmendem Ausmaß in der Umformtechnik, Schweißtechnik oder Schmelzmetallurgie eingesetzt. Bei diesen Anwendungen treten hohe Temperaturen auf und die Beanspruchungen sind in vielen Fällen biaxial. Um Informationen über die biaxiale Festigkeit bei hohen Temperaturen zu erhalten ist es daher geplant, den 4-Kugel-Versuch auch für die Prüfung im Hochtemperaturbereich ( $800^\circ\text{C}$ - $1300^\circ\text{C}$ ) zu adaptieren.

## 14. Literatur

- [1] Lube T., Manner M., Danzer R., The Miniaturisation of the 4-Point Bend-Test, *Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct.* **20** [11], 1997, 1605-1616.
- [2] Morrell R., McCormick N. J., Bevan J., Lodeiro M., Margetson J., Biaxial Disc Flexure- Modulus and Strength Testing. *Brit. Ceram. Trans.* 1999, **98**, 234-240.
- [3] Godfrey D. J., John S., Disc Flexure Tests for the Evaluation of Ceramic Strength. In *Proc. 2<sup>nd</sup> International Conference of Ceramic materials and Components for Engines*, Verlag Deutsche Keramische Gesellschaft, Lübeck-Travemünde, 1986, 657-665.
- [4] Börger, A., Eine Methode zur biaxialen Festigkeitsprüfung an Scheiben aus sprödem Werkstoff, Dissertation am Institut für Struktur- und Funktionskeramik, Montanuniversität Leoben, Leoben, 2004.
- [5] Rice, R. W., Mecholsky, J.J. Jr., Becher, P. F., The Effect of Grinding Direction on Flaw Character and Strength of Single Crystal and Polycrystalline Ceramics. *Journal of Materials Science*, **16**, 1981, 853 – 862.
- [6] Quinn G. D., Ives L. K., Jahanmir S., *On the Nature of Machining Cracks in Ground Ceramics: A case study on Silicon Nitride*. NIST Special Publication 996, 2003.
- [7] Weibull W., A statistical theory of strength of materials. *Royal Swedish Institute for Engineering Research*, Stockholm 1939, p. 1-45.
- [8] Weibull W., A statistical distribution function of wide applicability. *J. Appl. Mech.* **18** 1951, p. 293-297.
- [9] Clarke, D. R., Lange F. F., Strengthening of a Sintered Silicon Nitride by a Post-Fabrication Heat Treatment, *J. Am. Cer. Soc.*, **65** [4], 1982, C51-C52.
- [10] Ando, K., Chu, M. C., Yao, F., Sato, S., Fatigue strength of crack-healed Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/SiC composite ceramics, *Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct.*, **22**, 897-903.
- [11] Soltesz U., Richter H., Kiezler R., *Conference Ceramics in Clinical Applications*, ed. By P. Vincenzini, P., Elsevier, Amsterdam, 1986, 149-158.
- [12] Fessler H., Fricker D. C., A theoretical Analysis of the Ring-on-Ring loading disc test. *J. Am. Ceram. Soc.*, **67**, 1984, 582-588.
- [13] ISO 6474, Implants for surgery-ceramic materials based on high purity alumina, 1994, 6.
- [14] De With, G., Wagemans, H.M., Ball-on-ring test revisited. *J. Am. Ceram. Soc.*, 2004, **24**, 2917-2928.
- [15] ASTM F394-78 (reapproved 1996): Standard test method for biaxial flexure test (Modulus of Rupture) of Ceramic Substrates.
- [16] Danzer R., Supancic P., Harrer W.: Der 4-Kugelversuch zur Ermittlung der biaxialen Biegefestigkeit spröder Werkstoffe, in: Jochen Kriegesmann (Ed.), Technische keramische Werkstoffe, HvB Verlag GbR., Ellerau, 2009, 1-48.
- [17] EN 843-1, Hochleistungskeramik. Monolithische Keramik, Mechanische Eigenschaften bei Raumtemperatur, Teil 1: Bestimmung der Biegefestigkeit, 1995.
- [18] Börger A., Supancic P., Danzer R., The Ball on three Balls Test for Strength Testing of Brittle Discs: Stress Distribution in the Disc. *J. Eur. Cer. Soc.* **22**., 2002, 1425-1436.
- [19] Börger A., Supancic P., Danzer R., The Ball on three Balls Test for Strength Testing of Brittle Discs: Part II: Analysis of Possible errors in the Strength determination. *J. Eur. Cer. Soc.* **24**., 2004, 2917-2928.
- [20] Morrell R., Danzer R., Supancic P., Harrer W., Puchegger S., Peterlik H., Meso-Scale Mechanical Testing Methods for Diamond Composite Materials, *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials* **28** (2010), 508-515.
- [21] Harrer, W., Supancic, P., Danzer, R. Ji, Y., Prüfung der Festigkeit von 12 Stichproben von LTTC's unter Verwendung des 4-Kugel-Versuchs, ISFK-Bericht 16-2007, Leoben,(2007).

- [22] Danzer R., Supancic P., Harrer W., Biaxial Tensile Strength Test for Brittle Rectangular Plates. *J. of the Ceramic Society of Japan*, 2006, **114**,1054 – 1060.
- [23] Harrer W., Danzer R., Supancic P., Lube T., Influence of the Sample Size on the Results of B3B-Tests, *Key Engineering Materials* **409** (2009), 176-184.
- [24] Danzer R., Lube T., Supancic P., Damani R., Börger A., Binder R.: Verfahren und Einrichtung zur Bestimmung der Bruchfestigkeit von spröden Werkstoffen. Patent No. AT 411714B, Österreich (2004).
- [25] EN843-5: Advanced technical ceramics, monolithic ceramics-Mechanical properties at room temperature, Part 5: Statistical analysis, 1996.
- [26] Danzer, R., A general strength distribution function for brittle materials. *J. Eur. Cer. Soc.* **10.**, 1992, 461-472.
- [27] Danzer, R., Lube, T., Supancic, P, Damani R., Fracture of Ceramics, *Advanced Engineering Materials* 10 [4] (2008), 275-298.
- [28] Freudenthal, A., A statistical approach to brittle failure. *Fracture Mechanics of Ceramics*. 1968, 591 – 619.
- [29] Barnett, R., Fracture of Brittle Material under Transient Mechanical and Thermal Loading. In *Technical report AFFDL-TR-66-220*. Air Force Flight Dynamics Laboratory: Wright-Patterson Air Force Base, Ohio.
- [30] Krüger, S., Ein Beitrag zur praxisgerechten Dimensionierung keramischer Bauteile bei mehrachsiger Belastung. In *Fakultät für Bergbau, Hüttenwesen und Maschinenwesen*. 1999, TU Clausthal. Clausthal.
- [31] Stanley, P., Fessler, H. and Sivill A., An Engineers Approach to the Prediction of Failure Probability of Brittle Components. *Proceedings of the British Ceramic Society*, 1973, **22**. 453 – 487.
- [32] Danzer, R., Mechanical Failure of Advanced Ceramics: The Value of Fractography, *Key Eng. Mat.* **223**, (2002), 1-18.
- [33] Danzer, R., Ceramics: Mechanical Performance and Lifetime Prediction. In *Encyclopedia of Materials Science and Engineering*, Sup. Vol. **3**, R.W. Cahn and M.B. Bever ed., Pergamon Press, Oxford , (1993), 1557-1570.
- [34] Frechette, V. D., Failure Analysis of Brittle Materials, *Advances in Ceramics*, Vol. **28**, American Ceramic Society, Westerville, OH (1990)
- [35] Rice, R. W., Ceramic Fracture Features, Observations, Mechanisms, and Uses, ASTM STP 827, (1984), 5-103.
- [36] Rice, R. W., Perspective on Fractography, *Advances in Ceramics*, Vol. **22**, (1988), 3-56.
- [37] Mecholsky, J. J.Jr., Quantitative Fractography: An Assessment, *Ceramic Transactions* Vol. **17**, (1991), 413.
- [38] Dusza, J., Steen, M., Fractography and Fracture Mechanics Property Assessment of Advanced Structural Ceramics, *Int. Materials Reviews*, Vol. **44**, (1999), 165.
- [39] Morrell, R., *Fractography of Brittle Materials* (Measurement Good Practice Guide No. 14, HMSO, National Physical Laboratory, UK, ISSN 1368-6550, 1999).
- [40] Quinn, G., Fractography of Ceramics and Glasses, NIST Special publication 960-17, (2007).
- [41] EN 843-6: Advanced technical ceramics-Mechanical properties of monolithic ceramics at room temperature, part 6: Guidance for fractographic investigation.
- [42] Sharon, E., Fineberg, J., The Dynamics of Fast Fracture, *Advanced Engineering Materials*, Vol. 1, (1999), 119.

- [43] Morrell, R., Harrer, W., Danzer, R., Berroth, K., Failure Investigation of Forming Rolls made of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, *Key Engineering Materials*, 409 (2009), 304-307.
- [44] Griffith, A. A., The Phenomena of Rupture and Flow in Solides, *Philos. Trans. R. Soc. Lond.*, A221 (1920), 163 – 198.
- [45] Griffith, A. A., The Theory of Rupture. In *Proc. 1<sup>st</sup> Int. Congress of Applied Mechanics*, eds. C. B. Biezeno and J. M. Burgers, (1924), 55.
- [46] Irwin, G. R., Analysis of Stresses and Strains Near the End of a Crack Traversing Plate; *J. Appl. Phys.*, **24**, (1957), 361- 364.
- [47] Damani, R., Gstrein, R., Danzer, R., Critical Notch Root Radius in SENB-S Fracture Toughness Testing, *J. Eur. Ceram. Soc.* **16** (1996) 695-702.
- [48] Damani, R., Gstrein, R., Danzer R., Polished notch modification of SENB-S fracture toughness testing, *J. Eur. Cer. Soc.* **17** [14] (1997) 1685-1689.
- [49] ISO/FDIS 23146: Fine Ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics)-Test Methods for Fracture Toughness of Monolithic Ceramics-Single Edge V-Notch Beam (SEVNB) method (2008).
- [50] Murakami Y., Stress intensity factors handbook, Pergamon Press (1986).
- [51] Munz D., Fett T., *Ceramics: Mechanical Properties, Failure Behaviour, Materials Selection*. Springer Verlag, Berlin (1999).
- [52] Hertz, H., Über die Berührung fester elastischer Körper. *J. reine angewandte Mathematik*, **92**, (1882), 165-171.
- [53] Lawn, B. R., Indentation of Ceramics with Spheres: A Century after Hertz. *J. Am. Cer. Soc.*, Vol. **81**, (1998), 1977-1994.
- [54] Ashby, M.F., *Materials Selection in Mechanical Design*. Pergamon Press, Oxford, New York, (1992).
- [55] Pfeiffer, W., Hollstein, D., Influence of Grinding Parameters on Strength-Dominating Near –Surface Characteristics of Silicon Nitride Ceramics, *Journal of the European Ceramic Society*, **17**, 1997, 487-494.
- [56] Desa, O., Bahadur, S., The effect of lubricants in single point scratching and abrasive machining of alumina and silicon nitride, *Wear* **251**, 2001, 1085-1093.
- [57] Jahanmir, S., Yves, L. K., Machining of Advanced Ceramics, *Tribology Int.*, **6**, 1995, 406-415.
- [58] Park, D. S., Danyluk, M. L., McNallan, M., L., Influence of Tribochemical Reaction Products on Friction and Wear of Silicon Nitride at elevated Temperatures in Reactive Environments, *J. Am. Cer. Soc.*, **75** [11], 1992, 3033-3039.
- [59] Dalladay, A. J., Some Measurements of the Stresses Produced at the Surfaces of Glass by Grinding with Loose Abrasives. *Trans. Opt. Soc., London*, **23**, 1922, 170.
- [60] Marshall, D.B., Evans, A.G., Khuri-Yakub, B.T., Tien, J. W., Kino, G. S., The Nature of Machining Damage in Brittle Materials, *Proc. R. Soc. London., Ser. A*, **385**, 1983, 461 – 475.
- [61] Marshall, D. B., Failure from Contact-Induced Surface Flaws, ASTM STP 844. Ed. By S.W. Freiman and C.M. Hudson, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, 1984, 3 – 21.
- [62] Hockey, B. J., Plastic Deformation of Aluminium Oxide by Indentation and Abrasion, *J. Am. Cer. Soc.*, **54** [5], 1971 223-231.
- [63] Pfeiffer, W., Hollstein, T., Damage Determination and Strength Prediction of Machined Surfaces by X-Ray Diffraction Techniques. In *Machining of advanced Materials*. Ed. S. Jahanmir, NIST SP 847, Gaithersburg, MD, (1993), 235-245.

- [64] Kirchner, H. P., Isaacson, Residual Stresses in Hot Pressed Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Grooved by Single-Point Grinding, *J. Am. Cer. Soc.*, **65**, [1], 1982, 55 – 60.
- [65] Johnson-Walls, D., Evans, A. G., Marshall, D. B., James, M. R., Residual Stresses in Machined Ceramic Surfaces, *J. Am. Cer. Soc.*, **69** [1], 1986, 44-47.
- [66] Grossmann, L. N., Fullrath, X-Ray Measurement Techniques for Ceramic Bodies, *J. Am. Cer. Soc.*, **44**, 1961, 567-571.
- [67] Müller, P., Macherauch, E., Das sin<sup>2</sup>ψ-Verfahren der röntgenographischen Spannungsmessung, *Z. angew. Physik*, **13**, 1961, 305 – 312.
- [68] Quinn G. D., Ives L. K., Jahanmir S., On the Nature of Machining Cracks in Ground Ceramics: Part I: SRBSN Strengths and Fractographic Analysis. *Machining Science and technology*, **9**, 2005, 169 – 210.
- [69] Quinn G. D., Ives L. K., Jahanmir S., On the Nature of Machining Cracks in Ground Ceramics: Part II: Comparison to other Silicon Nitrides and Damage Maps. *Machining Science and technology*, **9**, 2005, 211 – 237.
- [70] Mecholsky, J.J. Jr., Freimann, S. W., Rice, R. W., Effect of Grinding on Flaw Geometry and fracture of Glass, *J. Am. Cer. Soc.*, **60** (3-49), 1997, 114-117.
- [71] Hollstein, T., Pfeiffer, W., Rombach, M., Thielicke, B., Analysis of Machining Damage in Engineering Ceramics by Fracture Mechanics. In *Fractography of Glasses and Ceramics III*, Ceramic Transactions, Vol **64**, ed. By J. Varner, V. Fréchette and G. Quinn, ACS, Westerville, Ohio (1996), 145-169.
- [72] Dubbel: *Taschenbuch für den Maschinenbau*. Eds. W. Beitz und K.-H. Küttner. 16. Auflage, Springer Verlag, Berlin (1987)
- [73] Roloff/Matek: *Maschinenelemente*. Friedr. Vieweg & Sohn Verlagsgesellschaft mbH; Braunschweig (1987)
- [74] Morgan, P. D., Lange, F. F., Clarke, Davis, B. J., A New Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Material: Phase Relations in the System Si-Sc-O-N and Preliminary Property Studies, *J. Am. Cer. Soc.*, **64** [4], 1981, C77-C78.
- [75] Easler, T. B., Bradt, R. C., Tressler R. E., Effects of Oxidation and Oxidation Under Load on Strength Distributions of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, *J. Am. Cer. Soc.*, **65** [6], 1982, 317-320.
- [76] Ritter, J. E., Jakus, K., Strazdis, L. A., Rogers, W. P., Effect of High Temperature Exposure of Hot-Pressed Silicon Nitride, *J. Am. Cer. Soc.*, **66** [3], 1983, C53-C55.
- [77] Clarke, D. R., A Comparison of Reducing and Oxidizing Heat Treatments of Hot-Pressed Silicon Nitride, *J. Am. Cer. Soc.*, **66** [2], 1983, 92-95.
- [78] Jakus, K., Ritter, J. E., Rogers, W. P., Strength of Hot-Pressed Silicon Nitride After High Temperature Exposure, *J. Am. Cer. Soc.*, **67** [7], 1984, 471-475.
- [79] Zhang, Y. H., Edwards, L., Plumbridge W. J., Crack Healing in a Silicon Nitride Ceramic, *J. Am. Cer. Soc.*, **81** [7], 1998, 1861-1868.
- [80] Yao, F., Ando, K., Chu, M.C., Sato, S., Crack-healing behaviour, high temperature and fatigue strength of SiC-reinforced silicon nitride composite, *Journal of Materials Science Letters*, **19**, 2000, 1081-1083.
- [81] Ando, K., Takahashi, K., Nakayama S., Saito, S., Crack Healing Behavior of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/SiC Ceramics under Cyclic Stress and Resultant Fatigue Strength at the Healing Temperature, *J. Am. Cer. Soc.*, **85** [9], 2002, 2268-2272.
- [82] Ando, K., Shirai, Y., Nakatani, M. Kobayashi Y., Sato, S., (Crack Healing + proof test): a new methodology to guarantee the structural integrity of a ceramics component, *J. Eur. Cer. Soc.*, **22**, 2002, 121-128.

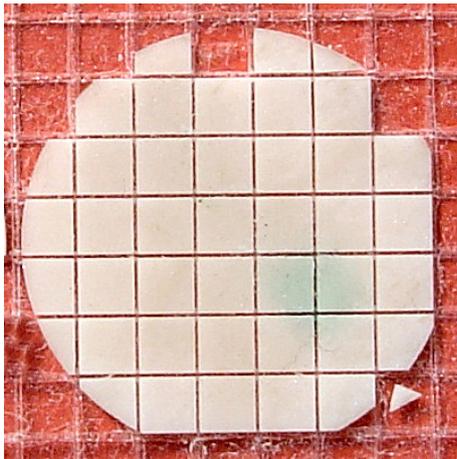
- [83] Ando, K., Houjyou, K., chu, M. C., Takeshita, S., Takahashi, K., Sakamoto, S., Sato, S., Crack-healing behaviour of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/SiC ceramics under stress and fatigue strength at the temperature of healing (1000°C), *J. Eur. Cer. Soc.*, **22**, 2002, 1339-1346.
- [84] Houjou, K., Ando, K., Liu, S.-P., Sato, S., Crack-healing and oxidation behaviour of silicon nitride ceramics, *J. Eur. Cer. Soc.*, **24**, 2004, 2329-2348.
- [85] Takahashi, K., Ando, Treshold Stress for Crack-healing of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/SiC and Resulting Cyclic Fatigue Strength at the Healing Temperature, *J. Am. Cer. Soc.*, **88** [3], 2005, 645-651.
- [86] Nakatani, M., Ando, K., Houjou, K., Oxidation behaviour of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> system ceramics and effect of crack-healing treatment on oxidation, *J. Eur. Cer. Soc.*, **28**, 2008, 1251-1257.
- [87] Jung, Y-S., Nakao, W., Takahasi, K., Ando, K., Saito, S., Crack Healing of Machining Cracks Introduced by Wheel grinding and Resultant High-Temperature Mechanical Properties in a Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/SiC Composite, *J. Am. Cer. Soc.*, **92** [1], 2009, 167-173.
- [88] Riley, F. L., Silicon Nitride and Related Materials, *J. Am. Cer. Soc.*, **83** [2], 2000, 245-265.
- [89] Deville, S.C., Wöhler F., On the Direct Compound Silicon Nitride, *Liebigs Ann. Chem. Pharm.*, **110**, (1859) 248-250.
- [90] Melner, H., Verfahren zur Darstellung von Nitriden, Patent Nr. 88999, Deutschland 1896.
- [91] Deeley, G.G., Herbert, J. M., Moore, N. C., Dense Silicon Nitride, *Powder Metall.* **8**, 1961, p. 145-161.
- [92] Luthra, K.L., A Mixed Interface Reaction/Diffusion Control Method for Oxidation of Silicon Nitride, *J. Electrochem. Soc.*, **138**, [10], 1991, 3001-3007.
- [93] Linus U. J., Ogbuji, T., Role of Si<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O in the passive Oxidation of Chemically-Vapor-Deposited Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, *J. Am. Cer. Soc.* **75** [11], 2000, 2995-3000.
- [94] Jacobson, N. S., Corrosion of Silicon-Based Ceramics in Combustion Environments, *J. Am. Cer. Soc.* **76** [1], 1993, p. 3-28.
- [95] <http://accuratus.com/silinit.html>
- [96] Harrer W., Danzer R., Supancic P., Lube T., Influence of Contact Stress on the Determination of Strength in the Ball-on-Three-Balls Test, *Praktische Metallographie* **1** (2008), 18-32
- [97] Danzer R., Some Notes on the Correlation Between Fracture and defect Statistics: Are Weibull Statistics Valid for Very Small Specimens?, *Journal of the European Ceramic Society* **26** [15] (2006), 3043-3049.
- [98] Danzer R., Harrer W., Supancic P., Lube T., Wang Z., Börger A., The Ball on Three Balls Test - Strength and Failure Analysis of Different Materials, *Journal of the European Ceramic Society* **27** [2-3] (2007), 1481-1485.
- [99] Herrmann, M., Schulz, I., Bales, A., Sempf, K., Hoehn, S., "Snow flake" structures in silicon nitride ceramics-Reasons for large scale optical inhomogeneities, *Journ. Eur. Cer. Soc.* **28**, (2008), 1049-1056.
- [100] Berroth, K., Stegner. F., Persönliche Mitteilungen, (2010)
- [101] Morrell, R., Persönliche Mitteilungen (2010)
- [102] McKinney, K. R., Herbert, C. M., Effect of Surface Finish on Structural Ceramic Failure, *J. Am. Cer. Soc.*, **53** [9], 1970, 513-516.
- [103] Rohr, J., Akustische Detektion von Erstschädigung in Sliziumnitrid, Diplomarbeit am Institut für Struktur- und Funktionskeramik, Leoben 2012
- [104] Hakkulinen, M., Residual strength of ground hot isostatically pressed silicon nitride, *J. Mat. Sci.*, **20**, 1985, 1049-1060.
- [105] Harrer W., Danzer R., Berroth K.: Thermal Shock Behaviour of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-Specimens - Influence of Annealing and Edges, in: James R. Varner, Marlene Wightman (Eds.), *Fractography of Glasses and Ceramics VI*, Wiley, Hoboken, 2012, 245-254.

- [106] Harrer, W., Danzer R., Berroth K., Effect of Crack Healing on the Strength of a Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-Material used for Applications in the Metallurgical Industry, *Ceramic Forum International*, **89** [4], 2012, E29-E33.
- [107] Danzer R., Supancic P., Harrer W., Wang Z., Lube T., Biaxial Strength Testing of Mini-Specimens, in: 16<sup>th</sup> European Conference of Fracture, July 3-7, 2006, Alexandroupolis, Greece, 2006.
- [108] Salik, Y. Z., Bestimmung der Festigkeit von PTC-Elektrokeramiken in Abhängigkeit von der Temperatur; Diplomarbeit am Institut für Struktur- und Funktionskeramik, Montanuniversität Leoben, 2011.

## Anhang A: Weiterentwicklungen des 4-Kugel-Versuchs

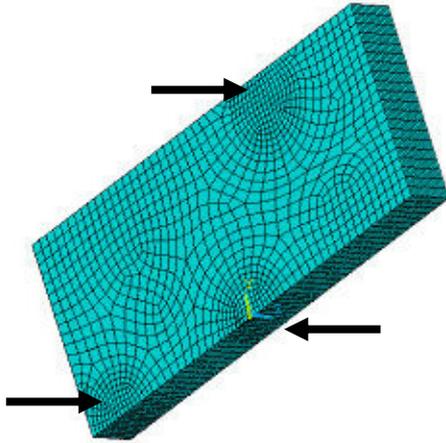
### A.1 Prüfung plattenförmiger Proben

Ein Grundgedanke bei der Entwicklung des 4-Kugel-Versuchs war die Prüfung scheibenförmiger elektrokeramischer Bauteile wie PTC's ohne eine aufwändige Probenfertigung durchführen zu können. Da es in der Elektronikindustrie aber viele Bauteile mit rechteckigem Querschnitt gibt, stellt eine Applikation zur Prüfung plattenförmiger Proben eine logische Weiterentwicklung des 4-Kugel-Versuchs dar [21, 23, 107]. Mit Hilfe des 4-Kugel-Versuchs für plattenförmige Proben können inzwischen auch QS-Tests an elektrokeramischen Bauteilen wie LTCC's und Varistorchips schnell und einfach durchgeführt werden. Weiters ist im Fall plattenförmiger Proben die Probenfertigung aus größeren monolithischen Keramikplatten wesentlich einfacher als das Herausbohren scheibenförmiger Proben (**Abb. A1.1**).

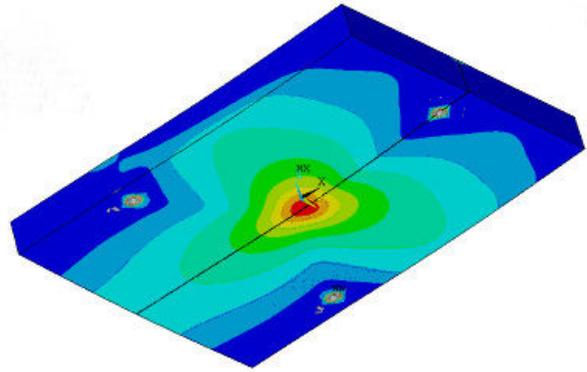


**Abb. A1.1:** In der Elektronikindustrie gibt es viele Bauteile mit rechteckigem Querschnitt. Aus diesem Grund wurde der 4-Kugel-Versuch für die Prüfung von plattenförmigen Proben weiterentwickelt. Um eine größere Anzahl von Proben zu erhalten können außerdem größere Scheiben einfach und billig in kleinere rechteckige oder quadratische Platten zerschnitten werden.

Zur Spannungsberechnung plattenförmiger Proben muss für jede Proben- und Auflagergeometrie bei gegebener Poisson Zahl eine eigene FE-Berechnung zur Ermittlung des Vorfaktors  $f$  durchgeführt werden. Ein typisches FE-Modell für eine plattenförmige Probe zeigt **Abb. A1.2**. Das Gebiet um die Auflagerpunkte der Kugel ist feiner modelliert. Die Spannungsverteilung in der Platte ist in **Abb. A1.3** dargestellt. Auch in diesem Fall zeigt das Spannungsfeld dieselbe kleeblattartige Struktur. Die maximale Zugspannung in der Platte tritt wie bei scheibenförmigen Proben im Zentrum der Probe auf der der Lastkugel gegenüberliegenden Seite auf.



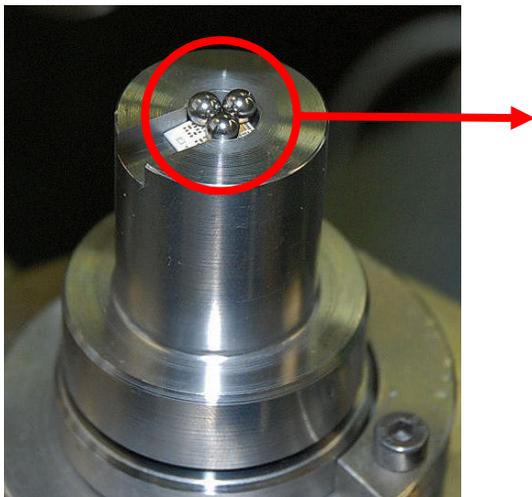
**Abb. A1.2:** FE-Modell für eine plattenförmige Probe mit den Abmessungen  $10 \times 8,4 \times 0,9 \text{ mm}^3$  die im 4-Kugel-Versuch getestet wird (Abb. aus [107]).



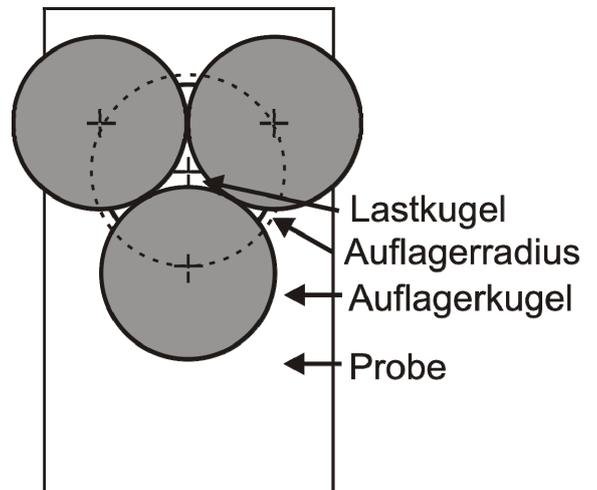
**Abb. A1.3:** Spannungsverteilung in der Platte. Die maximale Hauptspannung tritt wieder auf der der Lastkugel gegenüberliegenden Seite der Probe auf (Abb. aus [107]).

## A.2 Ortsaufgelöste Festigkeitsprüfung auf plattenförmigen Proben

Die Spannungen nehmen beim 4-Kugel-Versuch in Richtung zum Rand der Probe und in die Tiefe sehr schnell ab. Aus diesem Grund wird nur ein sehr kleines effektives Volumen geprüft. Somit kann durch geringfügige Modifikationen der Auflagergeometrie eine ortsaufgelöste Festigkeitsprüfung durchgeführt werden [21]. In **Abb. A2.1** ist ein für diese Verwendung speziell gefertigtes Auflager zu sehen, **Abb. A2.2** zeigt den Aufbau von Probe, Auflagerkugel und Krafteinleitungskugel in einer schematischen Darstellung im Grundriss. Bisher wurde diese Anwendung aber nur für elektrokeramische Bauteile angewendet.

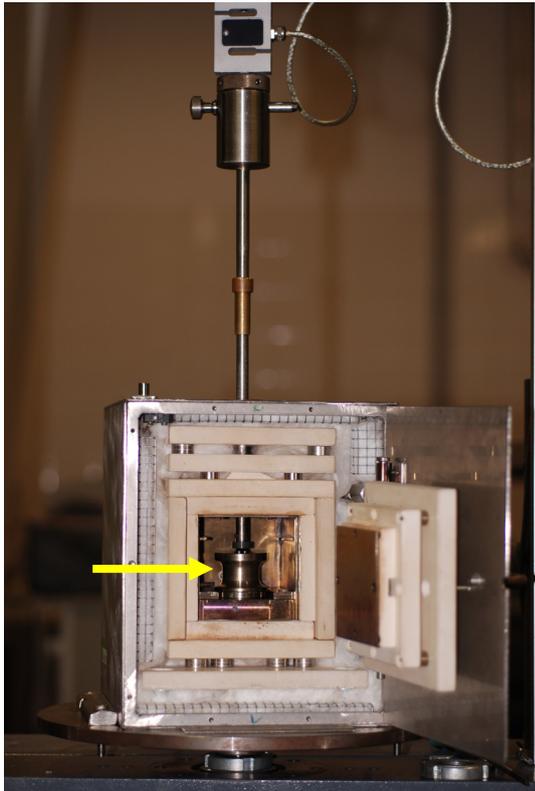


**Abb. A2.1:** Auflager mit eingelegter Probe und Auflagerkugeln zur Prüfung spezieller Bereiche auf der Oberfläche der Probe.



**Abb. A2.2:** Schematischer Aufbau des 4-Kugelauflegers im Grundriss. Die Auflagerkugeln werden durch schwarze Kreise und die Lastkugel durch einen Kreis dargestellt. Der Auflageradius ist durch einen strichlierten Kreis gekennzeichnet.

### A.3 Prüfung bei höheren Temperaturen



Für bestimmte Anwendungen ist natürlich auch die Kenntnis der biaxialen Festigkeit bei höheren Temperaturen von großem Interesse.

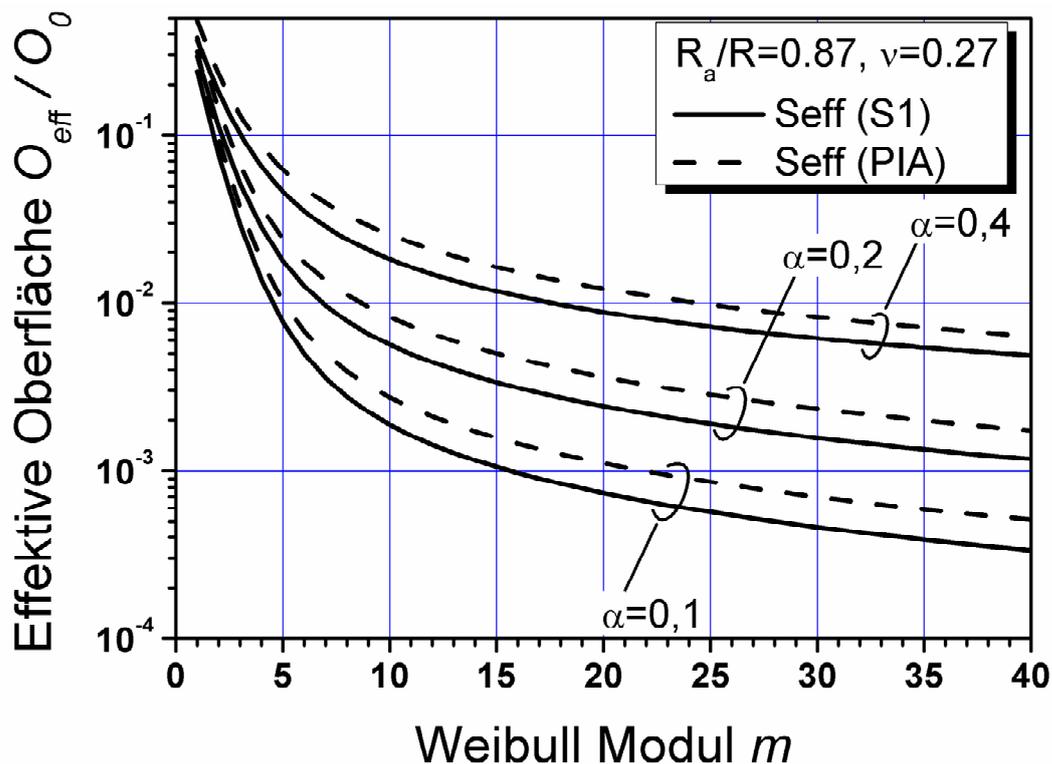
Um die Festigkeit elektrokeramischer Bauteile auch bei Temperaturen im Bereich von 20°C bis 250°C (hier war eine eventuelle Festigkeitsänderung im Bereich des Phasenübergangs von BaTiO<sub>3</sub> von Interesse) messen zu können, wurde in einem Pilotversuch ein eigenes Auflager für einen bereits vorhandenen Ofen gebaut [108]. Durch eine Öffnung wird der Probenstempel aus Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> eingeführt. **Abb. A3.1** zeigt diese Prüfanordnung, in der der Ofen mit dem Rahmen einer Prüfmaschine ZWICK® 010 verbunden ist.

**Abb. A3.1:** Photographie des Ofens mit eingebautem 4-Kugel-Auflager (Pfeil) im Rahmen der Prüfmaschine. Der Prüfstempel ist oben an der Kraftmessdose fixiert. Die Länge von etwa 30 cm verhindert ein Erwärmen der Kraftmessdose.

## Anhang B: Diagramme zum effektiven Volumen und zur effektiven Oberfläche

Das effektive Volumen bzw. die effektive Oberfläche kann bei den 4-Kugelversuchen nur mit aufwendigen numerischen Verfahren berechnet werden. Effektive Oberfläche und effektives Volumen hängen auch vom Weibull Modul ab.

In den **Abb. B1** und **B2** sind die effektive Oberfläche und das effektive Volumen (berechnet für das erste Hauptspannungskriterium und für das PIA-Kriterium) als Funktion des Weibull Moduls für den Referenzfall ( $R = 10 \text{ mm}$ ,  $t = 2 \text{ mm}$ ,  $R_a = 8,7 \text{ mm}$ ,  $\nu=0,27$ ) und für Proben anderer Dicke  $\alpha$  dargestellt [16]. Die effektive Oberfläche bzw. das effektive Volumen nehmen mit steigendem Weibull Modul stark ab. Dieses Verhalten ist auch aus der Literatur bekannt [27, 51].



**Abb. B1:** Effektive Oberfläche als Funktion des Weibull Moduls.

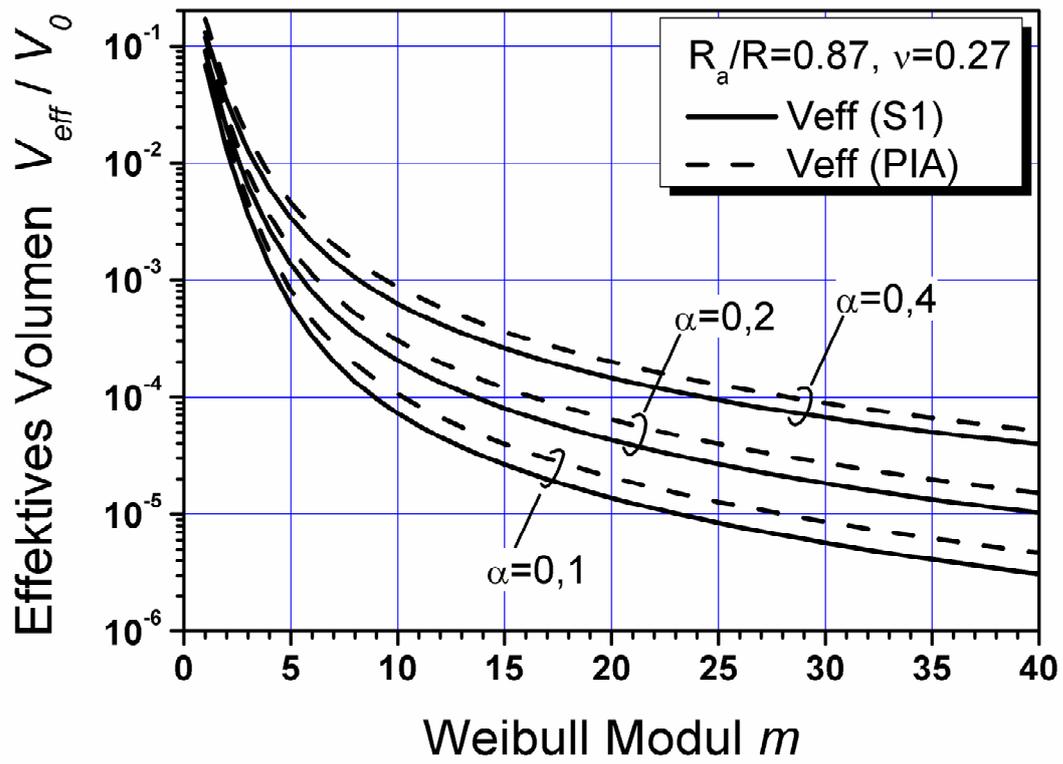


Abb. B2: Effektives Volumen als Funktion des Weibull Moduls.

# Anhang C-Messprotokolle der Festigkeitsversuche

## C1-Messprotokolle zu Kapitel 8

Messprotokoll: 4-Kugel-Versuch an Scheiben								
Datum:	10.05.2006	Material:	FSNI-Si3N4	Prob.-anzahl:	30			
Prüfer:	wha	Poisson-Zahl:	0,27	Oberfläche Zugseite:	as sintered			
Luftfeuchtigkeit [%]:	36	$K_{Ic}$ [MPaxm <sup>1/2</sup> ], SEVNB	5,1	Belastungsgeschw.:	2 mm/min			
Temperatur [°C]:	22	Kugeldurchmesser:	15,08 mm	Serie:	KA			
Prüfmaschine:	Zwick 010	Auflagedurchmesser:	17,41					
Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	t [mm]	D [mm]	Bruchstücke	σ <sub>max</sub> [MPa]	a <sub>c, oberfläche</sub> [μm]	a <sub>c, Volumen</sub> [μm]
KS7	2279,0	7,94	3,060	19,946	3	426,4	36	112
KS30	2649,0	9,56	2,954	20,103	5	537,8	23	71
KS8	3019,0	9,92	3,032	20,012	6	576,9	20	61
KS3	3084,1	10,18	3,016	20,119	5	596,1	19	57
KS2	2905,9	9,88	2,933	20,147	5	599,8	18	57
KS22	3147,6	11,08	3,022	19,995	6	606,2	18	56
KS4	3372,1	10,84	3,102	20,184	7	609,5	18	55
KS13	3042,2	10,04	2,965	20,002	6	612,8	18	54
KS5	3271,2	11,08	3,045	20,010	6	618,8	17	53
KS9	3139,2	10,32	2,978	20,009	6	625,8	17	52
KS27	3428,5	11,60	3,064	19,984	6	639,2	16	50
KS20	3350,7	12,16	3,008	20,004	6	652,4	16	48
KS12	3334,7	10,96	3,001	20,040	5	652,7	15	48
KS1	3233,7	10,62	2,960	20,038	6	653,8	15	48
KS23	3714,9	12,42	3,089	20,015	6	679,2	14	44
KS18	3409,9	11,34	2,972	20,016	5	683,0	14	44
KS11	3616,0	12,14	3,042	20,030	6	685,5	14	43
KS26	3560,2	11,94	3,014	19,866	8	690,8	14	43
KS28	3482,2	12,60	2,974	20,073	6	696,0	14	42
KS17	3593,8	13,34	3,013	19,996	7	697,1	14	42
KS21	3796,1	12,76	3,076	20,053	6	700,8	13	42
KS25	3761,6	12,76	3,058	19,975	8	704,6	13	41
KS14	3465,8	11,86	2,951	20,002	7	706,0	13	41
KS19	3845,7	12,58	3,083	19,973	5	706,7	13	41
KS16	3461,2	11,62	2,939	19,945	6	712,3	13	40
KS24	3553,0	11,96	2,969	20,034	7	713,3	13	40
KS10	3760,9	12,04	3,018	19,897	8	727,3	12	39
KS6	3713,2	11,96	2,989	19,987	6	734,0	12	38
KS15	3744,3	12,32	2,955	20,006	6	760,3	11	35
KS29	3927,6	13,26	3,005	20,028	7	766,4	11	35

Messprotokoll: 4-Kugel-Versuch an Scheiben								
Datum:	24.05.2006	Material:	FSNI-Si3N4	Prob.-anzahl:	10			
Prüfer:	wha	Poisson-Zahl:	0,27	Oberfläche Zugseite:	as sintered			
Luftfeuchtigkeit [%]:	51	$K_{Ic}$ [MPaxm <sup>1/2</sup> ], SEVNB	5,1	Belastungsgeschw.:	2 mm/min			
Temperatur [°C]:	18	Kugeldurchmesser:	15,08 mm	Serie:	KB			
Prüfmaschine:	Zwick 010	Auflagedurchmesser:	17,41 mm					
Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	t [mm]	D [mm]	Bruchstücke	σ <sub>max</sub> [MPa]	a <sub>c, oberfläche</sub> [μm]	a <sub>c, Volumen</sub> [μm]
KS39	2675,7	9,30	2,973	20,101	5	533,8	23	72
KS44	2706,4	9,26	2,921	20,052	5	563,1	21	64
KS33	2994,4	10,10	3,013	20,210	6	578,2	20	61
KS35	3098,8	10,28	3,038	20,030	5	587,7	19	59
KS34	3369,6	11,04	3,049	19,989	7	633,9	16	51
KS51	3106,8	10,22	2,915	19,899	6	650,4	16	48
KS38	3616,4	11,68	3,011	19,946	6	701,1	13	42
KS36	3647,1	11,68	3,001	19,973	7	712,4	13	40
KS31	3587,0	11,58	2,966	19,987	6	720,3	13	39
KS32	3802,8	12,30	3,025	20,022	6	728,7	12	38

Messprotokoll: 4-Kugel-Versuch an Scheiben								
Datum:	24.05.2006	Material:	FSNI-Si3N4	Prob.-anzahl:	3			
Prüfer:	wha	Poisson-Zahl:	0,27	Oberfläche Zugseite:	as sintered			
Luftfeuchtigkeit [%]:	53	$K_{Ic}$ [MPaxm <sup>1/2</sup> ], SEVNB	5,1	Belastungsgeschw.:	2 mm/min			
Temperatur [°C]:	21	Kugeldurchmesser:	15,08 mm	Serie:	KC			
Prüfmaschine:	Zwick 010	Auflagedurchmesser:	17,41 mm					
Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	t [mm]	D [mm]	Bruchstücke	σ <sub>max</sub> [MPa]	a <sub>c, oberfläche</sub> [μm]	a <sub>c, Volumen</sub> [μm]
KS45	1379,0	5,16	3,042	20,001	2	261,5	97	299
KS46	1413,5	5,20	3,056	19,989	3	265,2	94	291
KS47	1432,4	5,38	3,052	20,024	2	269,4	91	281

## C2-Messprotokolle zu Kapitel 9

Messprotokoll: 4-Punkt-Biegeprüfung								
Datum:	15.12.2006	Material:	FSNI-Si3N4	Prob.-anzahl:	30			
Prüfer:	wha	Poisson-Zahl:	0,27	Oberfläche Zugseite:	geschliffen, D15			
Luftfeuchtigkeit [%]:	24	$K_{Ic}$ [MPaxm <sup>1/2</sup> ], SEVNB	5,0	Belastungsgeschw.:	2,5 mm/min			
Temperatur [°C]:	22	Auflager:	4-Punkt 40/20mm					
Prüfmaschine:	Zwick 010							
Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	b [mm]	h [mm]	Bruchstücke	$\sigma_{max}$ [MPa]	a <sub>c, oberfläche</sub> [ $\mu$ m]	a <sub>c, Volumen</sub> [ $\mu$ m]
GBP9	733,2	7,04	3,933	3,004	2	619,7	17	51
GBP5	815,3	8,10	3,939	2,993	3	693,1	13	41
GAP2	848,0	10,96	3,988	2,979	4	719,0	12	38
GBP13	877,3	8,33	3,928	3,011	4	738,9	12	36
GBP14	900,4	9,14	3,926	2,995	3	767,1	11	33
GAP9	927,2	9,64	3,995	2,978	5	785,3	10	32
GBP7	926,9	8,70	3,944	2,995	4	785,9	10	32
GBP12	929,6	9,38	3,926	3,004	3	786,9	10	32
GAP13	936,0	9,12	3,967	2,981	3	796,8	10	31
GAP11	943,9	10,02	3,991	2,983	2	797,5	10	31
GAP7	940,0	8,98	3,987	2,965	5	804,5	10	30
GBP3	976,1	9,04	3,938	3,000	3	826,0	9	29
GBP4	906,2	8,62	3,632	2,995	2	834,4	9	28
GAP12	972,4	9,30	3,986	2,949	4	841,8	9	28
GAP5	995,8	9,72	3,991	2,968	3	849,6	9	27
GAP6	990,7	9,58	3,987	2,959	7	851,2	9	27
GAP4	984,8	10,12	3,984	2,946	4	854,6	9	27
GAP10	1017,8	10,10	3,987	2,959	3	874,9	8	26
GBP8	1036,2	9,52	3,925	2,998	4	881,4	8	25
GAP14	1037,8	10,10	3,989	2,971	5	884,1	8	25
GBP11	1047,3	10,38	3,939	3,001	7	885,7	8	25
GAP8	1051,3	10,38	3,995	2,977	5	891,1	8	25
GBP15	1059,7	9,98	3,935	2,989	7	904,0	8	24
GAP15	1064,5	10,40	3,978	2,976	3	906,6	8	24
GBP6	1077,4	10,12	3,938	2,996	3	914,1	8	23
GAP3	1077,7	10,14	3,990	2,976	2	914,8	8	23
GAP1	1088,5	10,12	3,987	2,985	6	919,1	8	23
GBP1	1087,9	10,60	3,943	2,994	3	923,3	7	23
GBP2	1118,2	10,40	3,947	3,004	5	941,8	7	22
GBP10	1117,1	10,62	3,945	2,996	5	946,3	7	22

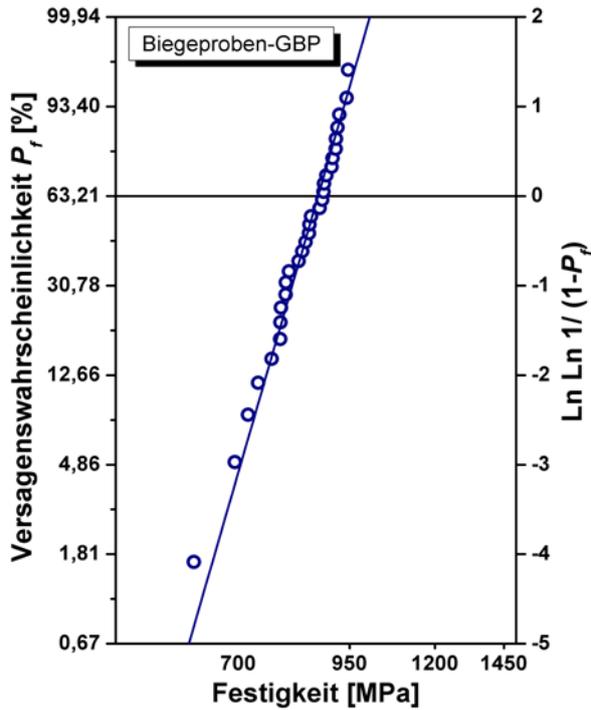
Messprotokoll: 4-Kugel-Versuch an Scheiben								
Datum:	21.05.2007	Material:	FSNI-Si3N4	Prob.-anzahl:	30			
Prüfer:	wha	Poisson-Zahl:	0,27	Oberfläche Zugseite:	geläppt			
Luftfeuchtigkeit [%]:	53	$K_{Ic}$ [MPaxm <sup>1/2</sup> ], SEVNB	5,0	Belastungsgeschw.:	2,5 mm/min			
Temperatur [°C]:	21	Kugeldurchmesser:	30 mm					
Prüfmaschine:	Zwick 010	Auflagedurchmesser:	34,641 mm					
Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	t [mm]	D [mm]	Bruchstücke	$\sigma_{max}$ [MPa]	a <sub>c, oberfläche</sub> [ $\mu$ m]	a <sub>c, Volumen</sub> [ $\mu$ m]
GA19	2000,9	7,04	2,487	43,04	7	732,8	12	37
GA14	2008,8	6,92	2,491	43,05	7	733,0	12	37
GA16	2287,6	8,38	2,483	43,03	5	840,9	9	28
GA15	2374,0	8,02	2,482	43,04	7	873,4	8	26
GA5	2413,4	8,44	2,481	43,02	5	888,8	8	25
GA10	2466,0	8,62	2,484	43,04	8	905,6	8	24
GA22	2550,3	8,86	2,489	43,02	6	932,4	7	23
GA4	2567,0	9,00	2,482	42,97	7	944,7	7	22
GA29	2589,0	8,92	2,478	43,04	9	956,0	7	21
GA27	2713,6	9,76	2,488	43,05	8	992,9	6	20
GA28	2721,5	9,62	2,480	43,04	7	1003,1	6	20
GA2	2731,3	11,66	2,483	43,10	8	1003,8	6	19
GA25	2732,2	9,36	2,482	43,00	7	1005,3	6	19
GA7	2761,9	9,24	2,489	42,99	7	1009,8	6	19
GA6	2825,4	9,66	2,482	43,04	7	1039,5	6	18
GA21	2847,2	9,72	2,487	43,02	9	1042,8	6	18
GA30	2869,3	9,82	2,483	43,05	8	1054,7	6	18
GA12	2887,9	9,78	2,479	43,06	7	1065,4	6	17
GA26	2921,7	9,88	2,485	43,04	9	1072,0	6	17
GA23	2931,4	10,14	2,485	43,02	8	1075,6	5	17
GA18	2954,2	10,00	2,492	42,99	7	1077,2	5	17
GA20	2946,1	9,88	2,487	43,02	7	1079,1	5	17
GA11	2944,9	9,92	2,483	43,07	8	1082,4	5	17
GA9	2979,3	9,96	2,490	43,03	8	1088,2	5	17
GA13	2955,3	10,12	2,480	43,05	7	1089,3	5	17
GA24	2974,8	10,06	2,487	43,04	7	1089,5	5	17
GA8	3041,5	10,30	2,483	43,02	8	1118,1	5	16
GA1	3042,4	12,68	2,478	43,08	8	1123,3	5	16
GA3	3055,1	10,24	2,479	42,98	7	1127,3	5	15
GA17	3206,8	10,62	2,480	43,02	9	1182,1	5	14

Messprotokoll: 4-Kugel-Versuch an Scheiben								
Datum:	16.05.2007	Material:	FSNI-Si3N4	Prob.-anzahl:	30			
Prüfer:	wha	Poisson-Zahl:	0,27	Oberfläche Zugseite:	geläppt			
Luftfeuchtigkeit [%]:	35	$K_{Ic}$ [MPaxm <sup>1/2</sup> ], SEVNB	5,0	Belastungsgeschw.:	2 mm/min			
Temperatur [°C]:	21	Kugeldurchmesser:	15,08 mm					
Prüfmaschine:	Zwick 010	Auflagedurchmesser:	17,41					
Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	t [mm]	D [mm]	Bruchstücke	σ <sub>max</sub> [MPa]	a <sub>c, oberfläche</sub> [μm]	a <sub>c, Volumen</sub> [μm]
GB22	1613,6	6,60	1,979	19,985	8	827,1	9	29
GB28	1717,3	7,22	1,975	19,981	8	884,4	8	25
GB20	1802,6	7,18	1,985	19,988	8	917,5	8	23
GB30	1854,5	7,38	1,993	19,984	7	935,3	7	22
GB1	1983,2	8,30	1,993	19,999	8	1000,0	6	20
GB11	1992,1	8,64	1,994	19,997	9	1003,4	6	20
GB4	1953,1	7,80	1,974	19,969	6	1007,1	6	19
GB18	1992,5	8,60	1,983	20,037	8	1016,1	6	19
GB19	2041,3	8,18	1,975	20,007	9	1051,0	6	18
GB25	2133,2	8,64	1,986	20,002	10	1084,4	5	17
GB15	2120,5	9,12	1,980	19,941	8	1086,1	5	17
GB7	2143,2	8,64	1,984	20,083	8	1091,3	5	16
GB21	2141,3	8,48	1,979	20,022	9	1097,2	5	16
GB3	2141,7	8,36	1,970	20,011	11	1109,1	5	16
GB24	2207,3	8,58	1,995	20,015	10	1110,3	5	16
GB9	2183,0	8,64	1,983	20,010	10	1113,5	5	16
GB6	2179,8	8,76	1,979	19,981	8	1117,4	5	16
GB5	2278,3	9,10	2,014	20,003	8	1121,3	5	16
GB13	2177,7	8,52	1,972	20,026	8	1125,0	5	16
GB23	2203,0	8,58	1,977	20,080	9	1130,9	5	15
GB2	2199,6	8,88	1,970	19,984	9	1139,4	5	15
GB8	2229,2	8,76	1,977	19,986	8	1145,3	5	15
GB16	2246,4	8,82	1,983	20,052	9	1145,4	5	15
GB10	2247,4	8,80	1,982	20,006	9	1147,7	5	15
GB14	2256,7	8,96	1,979	19,999	9	1156,6	5	15
GB12	2298,0	9,10	1,991	20,057	7	1160,9	5	15
GB29	2308,2	9,08	1,976	20,025	8	1186,9	5	14
GB26	2371,0	9,88	1,994	20,003	10	1194,2	4	14
GB27	2332,0	9,22	1,978	20,001	9	1196,6	4	14
GB17	2360,1	9,00	1,978	20,111	8	1209,8	4	13

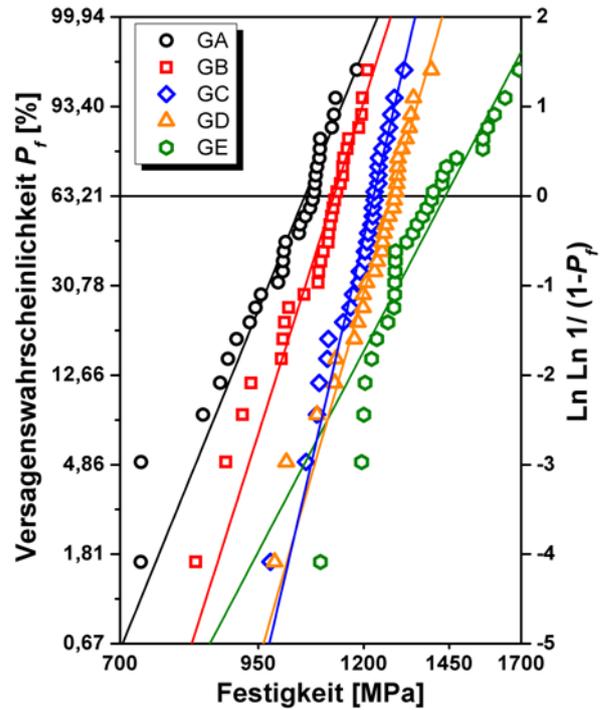
Messprotokoll: 4-Kugel-Versuch an Scheiben								
Datum:	15.05.2007	Material:	FSNI-Si3N4	Prob.-anzahl:	30			
Prüfer:	wha	Poisson-Zahl:	0,27	Oberfläche Zugseite:	geläppt			
Luftfeuchtigkeit [%]:	34	$K_{Ic}$ [MPaxm <sup>1/2</sup> ], SEVNB	5,0	Belastungsgeschw.:	1,5 mm/min			
Temperatur [°C]:	25	Kugeldurchmesser:	6,33 mm					
Prüfmaschine:	Zwick 010	Auflagedurchmesser:	7,309					
Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	t [mm]	D [mm]	Bruchstücke	σ <sub>max</sub> [MPa]	a <sub>c, oberfläche</sub> [μm]	a <sub>c, Volumen</sub> [μm]
GC3	606,5	4,56	1,058	10,779	5	976,3	7	21
GC29	648,6	4,92	1,053	10,752	4	1055,9	6	18
GC8	661,8	5,00	1,051	10,777	6	1082,0	5	17
GC22	665,2	5,62	1,051	10,764	5	1087,7	5	17
GC2	687,6	5,24	1,058	10,781	7	1106,8	5	16
GC12	677,2	4,80	1,050	10,771	5	1109,7	5	16
GC7	705,8	5,24	1,054	10,771	5	1146,3	5	15
GC13	711,1	4,96	1,050	10,776	5	1165,2	5	14
GC25	721,7	5,50	1,054	10,762	6	1172,2	5	14
GC18	728,5	5,62	1,052	10,764	6	1188,5	4	14
GC20	727,6	5,46	1,051	10,777	6	1189,6	4	14
GC17	737,5	5,56	1,052	10,763	6	1203,2	4	14
GC9	729,4	5,26	1,047	10,755	6	1203,4	4	14
GC26	742,8	5,62	1,053	10,771	5	1209,1	4	13
GC5	749,3	5,62	1,056	10,769	7	1211,6	4	13
GC28	749,4	5,54	1,053	10,769	6	1219,9	4	13
GC4	760,3	5,54	1,058	10,774	7	1223,9	4	13
GC27	763,7	5,64	1,060	10,768	5	1224,0	4	13
GC30	770,1	6,54	1,062	10,764	5	1228,9	4	13
GC24	765,3	6,04	1,059	10,781	6	1229,2	4	13
GC10	767,9	5,30	1,057	10,766	6	1239,0	4	13
GC6	776,7	5,76	1,062	10,782	8	1239,3	4	13
GC19	753,2	5,58	1,048	10,778	5	1239,7	4	13
GC21	765,8	6,44	1,055	10,781	7	1240,9	4	13
GC15	785,6	5,92	1,063	10,769	6	1250,8	4	13
GC23	759,7	6,00	1,044	10,757	6	1261,8	4	12
GC11	777,5	5,48	1,052	10,760	7	1268,5	4	12
GC16	772,9	5,74	1,047	10,756	5	1275,1	4	12
GC14	785,3	5,52	1,051	10,770	5	1284,0	4	12
GC1	797,5	6,34	1,048	10,767	7	1312,7	4	11

Messprotokoll: 4-Kugel-Versuch an Scheiben								
Datum:	15.05.2007	Material:	FSNI-Si3N4	Prob.-anzahl:	30			
Prüfer:	wha	Poisson-Zahl:	0,27	Oberfläche Zugseite:	geläppt			
Luftfeuchtigkeit [%]:	34	$K_{IC}$ [MPaxm <sup>1/2</sup> ], SEVNB	5,0	Belastungsgeschw.:	1 mm/min			
Temperatur [°C]:	25	Kugeldurchmesser:	3,172 mm					
Prüfmaschine:	Zwick 010	Auflagedurchmesser:	3,663 mm					
Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	t [mm]	D [mm]	Bruchstücke	σ <sub>max</sub> [MPa]	a <sub>c, oberfläche</sub> [μm]	a <sub>c, Volumen</sub> [μm]
GD10	103,2	5,76	0,450	4,646	4	985,3	7	20
GD24	108,6	5,30	0,455	4,636	4	1011,0	6	19
GD18	111,6	6,02	0,447	4,644	5	1082,2	5	17
GD14	121,2	6,42	0,455	4,728	5	1125,2	5	16
GD6	121,9	6,78	0,456	4,653	5	1128,5	5	15
GD29	125,0	6,60	0,453	4,652	5	1175,0	5	14
GD27	126,0	6,18	0,453	4,658	4	1184,2	5	14
GD12	122,3	7,94	0,445	4,665	5	1197,6	4	14
GD4	129,5	7,28	0,456	4,653	5	1198,8	4	14
GD11	125,8	6,98	0,449	4,646	5	1207,3	4	13
GD28	128,1	6,50	0,449	4,655	4	1229,0	4	13
GD23	131,5	7,10	0,453	4,654	3	1236,0	4	13
GD22	125,7	7,42	0,442	4,676	5	1249,9	4	13
GD21	123,7	7,20	0,439	4,652	4	1250,5	4	13
GD9	128,1	7,60	0,445	4,649	4	1255,0	4	12
GD5	125,2	7,20	0,440	4,648	4	1259,1	4	12
GD16	120,3	6,18	0,431	4,653	4	1268,9	4	12
GD26	133,4	6,62	0,449	4,651	6	1280,1	4	12
GD17	126,3	8,14	0,438	4,651	5	1283,5	4	12
GD2	124,8	7,00	0,435	4,653	5	1288,5	4	12
GD19	138,0	7,46	0,454	4,655	7	1290,5	4	12
GD3	132,6	7,36	0,446	4,649	5	1292,4	4	12
GD30	124,6	6,60	0,434	4,650	4	1293,5	4	12
GD1	112,5	6,76	0,415	4,662	5	1294,6	4	12
GD8	136,1	8,08	0,449	4,664	5	1305,5	4	12
GD20	135,9	7,28	0,447	4,647	6	1317,8	4	11
GD15	126,5	7,18	0,432	4,652	4	1327,2	4	11
GD13	130,4	7,06	0,437	4,659	5	1331,9	4	11
GD7	135,3	7,74	0,443	4,657	3	1339,1	4	11
GD25	139,3	7,08	0,441	4,649	6	1393,6	3	10

Messprotokoll: 4-Kugel-Versuch an Scheiben								
Datum:	12.02.2008	Material:	FSNI-Si3N4	Prob.-anzahl:	30			
Prüfer:	wha	Poisson-Zahl:	0,27	Oberfläche Zugseite:	geläppt			
Luftfeuchtigkeit [%]:	20	$K_{IC}$ [MPaxm <sup>1/2</sup> ], SEVNB	5,0	Belastungsgeschw.:	0,6 mm/min			
Temperatur [°C]:	21	Kugeldurchmesser:	2 mm					
Prüfmaschine:	Zwick 010	Auflagedurchmesser:	2,309 mm					
Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	t [mm]	D [mm]	Bruchstücke	σ <sub>max</sub> [MPa]	a <sub>c, oberfläche</sub> [μm]	a <sub>c, Volumen</sub> [μm]
GE34	47,3	5,16	0,289	2,877	3	1090,4	5	17
GE28	52,0	5,34	0,290	2,824	4	1194,3	4	14
GE6	55,7	7,36	0,298	2,833	3	1200,0	4	14
GE24	54,1	5,56	0,294	2,825	3	1203,6	4	14
GE33	54,3	6,30	0,292	2,910	3	1221,1	4	13
GE17	53,4	5,86	0,289	2,850	3	1234,9	4	13
GE13	55,7	6,44	0,291	2,882	4	1265,4	4	12
GE21	57,3	6,04	0,293	2,855	4	1283,0	4	12
GE11	58,8	6,80	0,296	2,850	3	1285,1	4	12
GE14	55,7	5,94	0,289	2,877	4	1285,4	4	12
GE10	59,3	6,70	0,297	2,839	3	1286,2	4	12
GE27	57,9	5,88	0,294	2,831	4	1286,7	4	12
GE25	55,7	5,70	0,289	2,840	3	1287,5	4	12
GE22	58,5	6,10	0,292	2,854	3	1319,5	4	11
GE19	59,3	6,22	0,292	2,845	4	1337,6	4	11
GE30	60,2	6,26	0,293	2,814	4	1350,0	3	11
GE18	59,1	6,54	0,289	2,850	3	1366,7	3	11
GE23	60,7	6,48	0,291	2,848	4	1380,5	3	10
GE20	62,3	6,62	0,293	2,846	4	1394,2	3	10
GE26	63,0	6,76	0,294	2,842	5	1399,5	3	10
GE1	64,2	8,40	0,294	2,847	4	1426,7	3	10
GE8	59,9	6,86	0,285	2,867	3	1429,0	3	10
GE32	64,5	7,34	0,293	2,867	4	1441,3	3	9
GE4	64,8	7,26	0,291	2,840	3	1473,6	3	9
GE16	73,0	8,46	0,299	2,816	6	1561,2	3	8
GE3	68,8	8,12	0,291	2,877	5	1561,7	3	8
GE2	69,4	9,26	0,291	2,855	4	1578,3	3	8
GE29	66,6	7,14	0,284	2,853	3	1602,5	2	8
GE15	66,0	7,62	0,280	2,845	4	1640,6	2	7
GE31	72,8	7,76	0,288	2,881	4	1692,1	2	7



**Abb. C2.1:** Festigkeitswerte der Referenzbiegeproben GBP in einer Weibull-Darstellung. In der gleichen Farbe ist die nach der Maximum-Likelihood Methode berechnete Weibull-Gerade eingetragen.



**Abb. C2.2:** Festigkeitswerte der Probenreihen (4-Kugel-Versuch) mit unterschiedlichen Größen in Weibull-Darstellungen im Vergleich. In der jeweils gleichen Farbe sind die nach der Maximum-Likelihood Methode berechneten Weibull-Geraden eingetragen.

### C3-Messprotokolle zu Kapitel 10

Messprotokoll: 4-Punkt-Biegeprüfung-Referenzproben mit Oberfläche nach EN 843-1								
Datum:	09.07.2009	Material:	FSNI-Si3N4	Prob.-anzahl:	30			
Prüfer:	wha	Poisson-Zahl:	0,27	Oberfläche Zugseite:	geschliffen, D15			
Luftfeuchtigkeit [%]:	42	$K_{Ic}$ [MPaxm <sup>1/2</sup> ], SEVNB	5,0	Belastungsgeschw.:	2,5 mm/min			
Temperatur [°C]:	22	Auflager:	4-Punkt 40/20mm					
Prüfmaschine:	Zwick 010							
Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	b [mm]	h [mm]	Bruchstücke (g+k)	$\sigma_{max}$ [MPa]	a <sub>c, oberfläche</sub> [ $\mu$ m]	a <sub>c, Volumen</sub> [ $\mu$ m]
BC11	765,4	7,84	4,039	3,011	4	627,20	16	50
BC21	809,0	8,88	4,027	3,007	3	666,53	14	44
BC19	817,2	8,08	4,048	3,010	4	668,28	14	44
BC29	852,5	8,38	4,008	3,007	6	705,60	13	39
BC16	857,2	9,66	3,981	3,008	3	713,88	12	39
BC5	893,4	9,02	4,022	3,008	2	736,30	12	36
BC26	903,8	9,02	4,047	2,999	4	744,79	11	35
BC28	930,5	9,66	4,031	3,022	3	758,44	11	34
BC22	937,6	9,70	4,017	3,008	4	773,87	11	33
BC13	961,8	10,42	4,038	3,030	3	778,08	10	32
BC27	981,8	9,80	4,020	3,068	4	778,23	10	32
BC1	943,5	9,20	4,024	2,992	5	785,74	10	32
BC4	944,2	9,46	4,018	2,995	3	786,03	10	32
BC10	981,6	9,34	4,025	3,048	3	787,31	10	32
BC18	979,5	10,52	4,026	3,024	3	798,23	10	31
BC24	972,2	9,72	4,038	2,990	4	808,10	10	30
BC3	993,0	9,98	4,022	3,026	6	809,00	10	30
BC17	1018,7	10,34	4,026	3,045	5	818,95	9	29
BC8	1035,3	9,58	4,023	3,051	8	829,30	9	29
BC7	1016,8	10,38	4,041	3,007	5	834,88	9	28
BC9	1008,1	9,86	4,026	2,995	5	837,56	9	28
BC25	1028,4	10,32	4,040	3,006	6	845,37	9	27
BC30	1030,6	10,20	4,022	2,993	4	858,14	9	27
BC2	1065,3	9,88	4,028	3,021	3	869,56	8	26
BC15	1073,4	10,86	4,029	3,009	3	882,81	8	25
BC23	1054,0	11,22	4,005	2,987	4	884,95	8	25
BC6	1098,8	10,60	4,037	3,008	4	902,34	8	24
BC20	1125,2	11,76	4,036	3,010	7	923,24	7	23
BC14	1122,6	11,56	4,026	2,997	5	931,33	7	23
BC12	1181,9	10,38	4,038	3,037	5	951,88	7	22

Messprotokoll: 4-Punkt-Biegeprüfung-Referenzproben mit polierten Oberflächen								
Datum:	08.03.2010	Material:	FSNI-Si3N4	Prob.-anzahl:	15			
Prüfer:	wha	Poisson-Zahl:	0,27	Oberfläche Zugseite:	poliert, 1 $\mu$ m			
Luftfeuchtigkeit [%]:	19	$K_{Ic}$ [MPaxm <sup>1/2</sup> ], SEVNB	5,0	Belastungsgeschw.:	2,5 mm/min			
Temperatur [°C]:	23	Auflager:	4-Punkt 40/20mm					
Prüfmaschine:	Zwick 010							
Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	b [mm]	h [mm]	Bruchstücke (g+k)	$\sigma_{max}$ [MPa]	a <sub>c, oberfläche</sub> [ $\mu$ m]	a <sub>c, Volumen</sub> [ $\mu$ m]
BCP4	500,5	5,32	4,003	2,976	2	423,44	35	110
BCP3	670,4	6,72	4,000	2,996	2	560,12	20	63
BCP15	814,8	8,32	4,015	3,003	3	675,05	14	43
BCP12	923,0	9,20	4,025	3,007	5	760,73	11	34
BCP2	957,8	8,94	4,008	3,027	5	782,29	10	32
BCP6	926,3	9,86	4,034	2,967	5	782,77	10	32
BCP1	963,1	9,76	4,004	2,980	7	812,46	10	30
BCP9	1004,6	11,00	4,061	3,022	5	812,74	10	30
BCP7	978,3	9,76	4,017	2,994	3	814,83	10	30
BCP14	989,3	9,60	3,998	3,006	5	821,30	9	29
BCP5	1014,7	9,66	4,029	2,985	5	848,11	9	27
BCP13	1068,1	10,50	3,996	2,960	2	915,27	8	23
BCP11	1106,9	10,72	4,027	2,991	5	921,68	7	23
BCP10	1105,6	11,00	4,020	2,987	4	924,64	7	23
BCP8	1156,0	11,60	4,002	2,963	7	987,19	7	20

**Messprotokoll: 4-Kugel-Versuch an Scheiben**

<b>Datum:</b>	24.11.2009	<b>Material:</b>	FSNI-Si3N4	<b>Prob.-anzahl:</b>	15
<b>Prüfer:</b>	wha	<b>Poisson-Zahl:</b>	0,27	<b>Oberfläche Zugseite:</b>	D46
<b>Luftfeuchtigkeit [%]:</b>	26	<b>K<sub>IC</sub> [MPaxm<sup>1/2</sup>], SEVNB</b>	5,0	<b>Belastungsgeschw.:</b>	2 mm/min
<b>Temperatur [°C]:</b>	22	<b>Kugeldurchmesser:</b>	15,08 mm		
<b>Prüfmaschine:</b>	Zwick 010	<b>Auflagedurchmesser:</b>	17,413 mm		

Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	t [mm]	D [mm]	Bruchstücke	σ <sub>max</sub> [MPa]	a <sub>c, oberfläche</sub> [μm]	a <sub>c, Volumen</sub> [μm]
OA10	1282,8	5,84	2,121	20,019	8	561,6	20	62
OA15	1381,0	6,20	2,120	20,047	6	605,0	17	54
OA13	1391,6	6,30	2,114	20,059	8	613,7	17	52
OA14	1403,3	6,30	2,118	20,055	6	616,1	17	52
OA5	1459,5	6,40	2,112	20,023	8	645,2	15	47
OA4	1482,8	6,58	2,115	20,048	7	653,2	15	46
OA2	1456,1	6,52	2,087	20,076	7	661,4	15	45
OA12	1568,2	6,94	2,125	20,000	8	683,6	14	42
OA3	1555,1	6,92	2,092	20,017	9	702,8	13	40
OA6	1575,2	6,88	2,071	20,031	6	728,6	12	37
OA9	1684,7	7,14	2,115	20,047	8	742,1	12	36
OA1	1709,3	7,50	2,097	20,038	9	768,1	11	33
OA7	1740,3	7,48	2,088	20,081	9	789,5	10	31
OA11	1813,4	7,70	2,112	20,057	8	801,4	10	31
OA8	1834,9	7,68	2,095	20,092	8	825,9	9	29

**Messprotokoll: 4-Kugel-Versuch an Scheiben**

<b>Datum:</b>	24.11.2009	<b>Material:</b>	FSNI-Si3N4	<b>Prob.-anzahl:</b>	30
<b>Prüfer:</b>	wha	<b>Poisson-Zahl:</b>	0,27	<b>Oberfläche Zugseite:</b>	D15-Alte Scheibe, 1+2.Schleifvorgang
<b>Luftfeuchtigkeit [%]:</b>	28	<b>K<sub>IC</sub> [MPaxm<sup>1/2</sup>], SEVNB</b>	5,0	<b>Belastungsgeschw.:</b>	2 mm/min
<b>Temperatur [°C]:</b>	21	<b>Kugeldurchmesser:</b>	15,08 mm		
<b>Prüfmaschine:</b>	Zwick 010	<b>Auflagedurchmesser:</b>	17,413 mm		

Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	t [mm]	D [mm]	Bruchstücke	σ <sub>max</sub> [MPa]	a <sub>c, oberfläche</sub> [μm]	a <sub>c, Volumen</sub> [μm]
OC12	1495,8	6,96	2,105	20,041	8	666,2	14	44
OB8	1540,3	6,76	2,118	20,046	7	676,3	14	43
OC8	1592,9	7,24	2,105	20,053	8	709,4	13	39
OB12	1650,5	7,22	2,133	20,005	8	713,2	12	39
OC5	1625,4	7,14	2,117	20,067	8	714,4	12	38
OC3	1601,0	7,32	2,103	20,050	7	714,6	12	38
OB14	1722,4	8,34	2,140	20,041	7	738,5	12	36
OC13	1680,5	7,34	2,115	20,063	7	740,2	12	36
OC10	1696,0	8,18	2,120	20,024	8	743,2	11	36
OC2	1677,7	7,66	2,110	20,025	7	743,3	11	36
OC4	1793,3	7,74	2,117	20,011	8	788,5	10	32
OB10	1806,6	7,98	2,114	20,002	8	797,1	10	31
OB7	1865,7	7,82	2,137	20,000	8	802,8	10	30
OB1	1856,2	7,80	2,111	20,012	9	821,5	9	29
OC14	1849,7	8,08	2,106	20,014	7	823,1	9	29
OC9	1894,5	8,32	2,125	20,020	9	825,7	9	29
OB6	1887,8	7,90	2,121	20,052	8	826,1	9	29
OB2	1873,5	7,98	2,108	20,026	9	831,8	9	28
OC7	1914,5	8,32	2,110	20,040	9	848,1	9	27
OC1	1949,1	8,56	2,126	20,042	8	848,4	9	27
OC15	1995,6	8,38	2,137	20,024	9	858,5	9	27
OB4	1945,4	8,40	2,109	20,026	7	862,8	9	26
OB5	2007,9	8,42	2,117	20,021	11	882,8	8	25
OB13	2045,5	8,52	2,125	20,040	7	891,4	8	25
OB9	2066,4	8,76	2,125	20,043	9	900,4	8	24
OB3	2148,3	9,14	2,135	20,029	7	926,1	7	23
OB11	2241,3	9,12	2,151	20,001	10	949,9	7	22
OB15	2176,1	9,08	2,120	20,036	9	953,5	7	22
OC11	2209,9	9,08	2,117	20,025	9	971,6	7	21
OC6	2212,2	9,48	2,117	20,022	7	972,6	7	21

Messprotokoll: 4-Kugel-Versuch an Scheiben								
<b>Datum:</b>	24.11.2009	<b>Material:</b>	FSNI-Si3N4	<b>Prob.-anzahl:</b>	15			
<b>Prüfer:</b>	wha	<b>Poisson-Zahl:</b>	0,27	<b>Oberfläche Zugseite:</b>	D15-Neu abgezogene Scheibe			
<b>Luftfeuchtigkeit [%]:</b>	28	<b>K<sub>IC</sub> [MPaxm<sup>1/2</sup>], SEVNB</b>	5,0	<b>Belastungsgeschw.:</b>	2 mm/min			
<b>Temperatur [°C]:</b>	22	<b>Kugeldurchmesser:</b>	15,08 mm					
<b>Prüfmaschine:</b>	Zwick 010	<b>Auflagedurchmesser:</b>	17,413 mm					
Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	t [mm]	D [mm]	Bruchstücke	σ <sub>max</sub> [MPa]	a <sub>c, oberfläche</sub> [μm]	a <sub>c, Volumen</sub> [μm]
OD10	1664,8	7,72	2,130	20,005	7	721,8	12	38
OD13	1741,0	7,58	2,131	20,035	8	753,8	11	35
OD8	1840,0	7,98	2,069	20,036	8	852,9	9	27
OD5	1971,8	8,30	2,124	20,030	8	860,3	9	27
OD7	2053,3	8,48	2,129	20,044	10	890,9	8	25
OD9	2054,1	8,62	2,120	20,040	8	900,0	8	24
OD6	2104,9	8,60	2,129	20,033	7	913,3	8	24
OD14	2126,6	8,66	2,115	20,035	10	936,9	7	22
OD11	2122,7	8,90	2,103	20,042	8	947,6	7	22
OD4	2235,0	9,26	2,103	20,078	10	997,3	6	20
OD12	2381,2	9,70	2,114	20,036	9	1050,2	6	18
OD1	2493,9	10,28	2,119	20,049	8	1093,8	5	16
OD15	2540,3	12,28	2,123	20,017	11	1109,6	5	16
OD3	2499,0	10,04	2,101	20,024	9	1118,2	5	16
OD2	2676,6	10,88	2,121	20,038	9	1171,5	5	14

Messprotokoll: 4-Kugel-Versuch an Scheiben								
<b>Datum:</b>	25.02.2010	<b>Material:</b>	FSNI-Si3N4	<b>Prob.-anzahl:</b>	15			
<b>Prüfer:</b>	wha	<b>Poisson-Zahl:</b>	0,27	<b>Oberfläche Zugseite:</b>	poliert, 9 μm			
<b>Luftfeuchtigkeit [%]:</b>	20	<b>K<sub>IC</sub> [MPaxm<sup>1/2</sup>], SEVNB</b>	5,0	<b>Belastungsgeschw.:</b>	2 mm/min			
<b>Temperatur [°C]:</b>	23	<b>Kugeldurchmesser:</b>	15,08 mm					
<b>Prüfmaschine:</b>	Zwick 010	<b>Auflagedurchmesser:</b>	17,413 mm					
Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	t [mm]	D [mm]	Bruchstücke	σ <sub>max</sub> [MPa]	a <sub>c, oberfläche</sub> [μm]	a <sub>c, Volumen</sub> [μm]
OE4	1010,2	5,44	2,113	20,027	5	446,1	32	99
OE9	1529,3	8,16	2,152	20,033	7	647,3	15	47
OE15	1568,1	7,24	2,133	20,012	8	677,6	14	43
OE8	2120,4	9,06	2,132	20,027	10	917,1	8	23
OE1	2232,9	9,02	2,143	20,046	10	954,2	7	22
OE20	2221,4	9,20	2,136	20,005	8	956,8	7	21
OE2	2298,0	9,32	2,131	20,010	9	995,2	6	20
OE5	2422,3	9,70	2,139	20,025	9	1039,8	6	18
OE11	2405,9	9,94	2,123	20,021	8	1050,9	6	18
OE7	2569,7	10,20	2,136	20,028	9	1106,6	5	16
OE19	2543,2	10,22	2,123	20,018	12	1110,9	5	16
OE18	2662,9	10,64	2,121	20,042	11	1165,5	5	14
OE16	2680,9	10,66	2,119	20,022	8	1176,1	5	14
OE14	2878,8	12,22	2,126	20,012	11	1253,4	4	12
OE3	2949,7	11,62	2,139	20,047	8	1265,9	4	12

Messprotokoll: 4-Kugel-Versuch an Scheiben								
<b>Datum:</b>	08.03.2010	<b>Material:</b>	FSNI-Si3N4	<b>Prob.-anzahl:</b>	15			
<b>Prüfer:</b>	wha	<b>Poisson-Zahl:</b>	0,27	<b>Oberfläche Zugseite:</b>	poliert, 6 μm			
<b>Luftfeuchtigkeit [%]:</b>	19	<b>K<sub>IC</sub> [MPaxm<sup>1/2</sup>], SEVNB</b>	5,0	<b>Belastungsgeschw.:</b>	2 mm/min			
<b>Temperatur [°C]:</b>	23	<b>Kugeldurchmesser:</b>	15,08 mm					
<b>Prüfmaschine:</b>	Zwick 010	<b>Auflagedurchmesser:</b>	17,413 mm					
Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	t [mm]	D [mm]	Bruchstücke	σ <sub>max</sub> [MPa]	a <sub>c, oberfläche</sub> [μm]	a <sub>c, Volumen</sub> [μm]
OF5	1702,2	7,54	2,130	20,048	9	737,7	12	36
OF7	1815,3	7,96	2,131	20,032	10	785,9	10	32
OF15	1862,1	7,86	2,151	20,020	9	789,1	10	32
OF3	1924,9	8,06	2,130	20,025	10	834,4	9	28
OF11	2048,9	8,56	2,124	20,008	9	894,1	8	25
OF14	2138,7	8,96	2,131	20,027	10	926,0	7	23
OF4	2320,3	9,46	2,130	20,029	9	1005,7	6	19
OF9	2417,1	9,72	2,126	20,040	11	1052,2	6	18
OF2	2474,5	9,88	2,136	20,006	11	1065,8	6	17
OF13	2478,9	9,96	2,130	20,018	10	1074,6	5	17
OF10	2496,9	10,10	2,133	20,011	9	1078,9	5	17
OF8	2543,4	11,14	2,131	20,044	10	1101,1	5	16
OF12	2663,4	10,54	2,141	20,017	9	1140,9	5	15
OF1	2741,6	11,14	2,132	20,012	9	1185,9	5	14
OF6	2793,1	10,74	2,123	20,024	10	1220,0	4	13

Messprotokoll: 4-Kugel-Versuch an Scheiben								
<b>Datum:</b>	25.02.2010	<b>Material:</b>	FSNI-Si3N4	<b>Prob.-anzahl:</b>	15			
<b>Prüfer:</b>	wha	<b>Poisson-Zahl:</b>	0,27	<b>Oberfläche Zugseite:</b>	poliert, 3 µm			
<b>Luftfeuchtigkeit [%]:</b>	19	<b>K<sub>IC</sub> [MPaxm<sup>1/2</sup>], SEVNB</b>	5,0	<b>Belastungsgeschw.:</b>	2 mm/min			
<b>Temperatur [°C]:</b>	23	<b>Kugeldurchmesser:</b>	15,08 mm					
<b>Prüfmaschine:</b>	Zwick 010	<b>Auflagedurchmesser:</b>	17,413 mm					
Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	t [mm]	D [mm]	Bruchstücke	σ <sub>max</sub> [MPa]	a <sub>c, oberfläche</sub> [µm]	a <sub>c, Volumen</sub> [µm]
OG8	1260,7	5,80	2,142	20,028	7	539,4	22	67
OG6	1345,2	6,08	2,136	20,029	6	579,3	19	59
OG10	1521,4	6,74	2,149	20,042	8	645,9	15	47
OG1	1659,7	7,20	2,128	20,049	8	720,9	12	38
OG4	1738,3	7,76	2,155	20,051	10	733,2	12	37
OG15	1747,4	7,34	2,143	20,030	9	746,8	11	35
OG7	1886,2	7,88	2,119	20,053	8	827,3	9	29
OG5	1970,0	8,12	2,131	20,032	8	852,9	9	27
OG3	2162,9	8,90	2,126	20,011	8	941,8	7	22
OG11	2244,1	9,02	2,147	20,045	9	954,8	7	22
OG2	2494,6	9,70	2,133	20,009	9	1078,0	5	17
OG12	2544,3	10,22	2,142	20,046	10	1088,4	5	17
OG14	2747,6	10,72	2,144	20,044	11	1172,9	5	14
OG9	2978,7	11,28	2,144	20,024	11	1271,7	4	12
OG13	3061,1	11,72	2,133	20,033	10	1322,5	4	11

Messprotokoll: 4-Kugel-Versuch an Scheiben								
<b>Datum:</b>	07.12.2009	<b>Material:</b>	FSNI-Si3N4	<b>Prob.-anzahl:</b>	25			
<b>Prüfer:</b>	wha	<b>Poisson-Zahl:</b>	0,27	<b>Oberfläche Zugseite:</b>	poliert, 1 µm			
<b>Luftfeuchtigkeit [%]:</b>	23	<b>K<sub>IC</sub> [MPaxm<sup>1/2</sup>], SEVNB</b>	5,0	<b>Belastungsgeschw.:</b>	2 mm/min			
<b>Temperatur [°C]:</b>	20	<b>Kugeldurchmesser:</b>	15,08 mm					
<b>Prüfmaschine:</b>	Zwick 010	<b>Auflagedurchmesser:</b>	17,413 mm					
Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	t [mm]	D [mm]	Bruchstücke	σ <sub>max</sub> [MPa]	a <sub>c, oberfläche</sub> [µm]	a <sub>c, Volumen</sub> [µm]
OH7	1346,7	6,00	2,157	20,053	6	566,8	20	61
OH5	1407,5	6,30	2,152	20,048	7	595,6	18	55
OH6	1541,2	6,72	2,164	20,050	9	643,8	15	47
OH1	1538,5	7,36	2,161	20,025	7	644,9	15	47
OH29	1724,9	8,78	2,153	20,045	7	729,2	12	37
OH24	1835,2	7,56	2,147	20,000	8	781,2	10	32
OH20	1919,7	7,94	2,139	20,016	10	824,1	9	29
OH13	2018,4	8,44	2,168	20,069	7	839,5	9	28
OH26	2026,5	8,40	2,141	20,004	7	868,1	8	26
OH18	2090,4	8,56	2,150	20,020	9	886,7	8	25
OH22	2278,2	8,98	2,142	20,041	9	974,6	7	21
OH15	2363,6	9,96	2,162	20,014	11	989,9	6	20
OH16	2341,4	9,22	2,153	20,030	12	990,0	6	20
OH12	2481,9	9,90	2,167	20,000	9	1034,0	6	18
OH19	2494,2	9,84	2,151	20,034	8	1056,8	6	18
OH14	2544,6	10,00	2,157	20,049	7	1071,1	6	17
OH30	2551,8	11,24	2,151	20,026	9	1081,3	5	17
OH2	2526,0	9,94	2,141	20,011	10	1082,1	5	17
OH8	2564,5	10,06	2,153	20,025	9	1084,3	5	17
OH11	2772,4	10,74	2,149	20,044	11	1177,1	5	14
OH10	2847,2	10,96	2,172	20,046	9	1179,4	5	14
OH25	2816,3	10,70	2,145	20,025	8	1201,1	4	14
OH9	2927,4	11,22	2,156	20,022	10	1233,8	4	13
OH3	2959,0	11,56	2,142	20,054	11	1265,7	4	12
OH4	3002,6	11,42	2,136	20,029	13	1293,0	4	12

Messprotokoll: 4-Kugel-Versuch an Scheiben								
Datum:	25.02.2010	Material:	FSNI-Si3N4	Prob.-anzahl:	14			
Prüfer:	wha	Poisson-Zahl:	0,27	Oberfläche Zugseite:	geläppt			
Luftfeuchtigkeit [%]:	19	$K_{Ic}$ [MPaxm <sup>1/2</sup> ], SEVNB	5,0	Belastungsgeschw.:	2 mm/min			
Temperatur [°C]:	23	Kugeldurchmesser:	15,08 mm					
Prüfmaschine:	Zwick 010	Auflagedurchmesser:	17,413 mm					
Probennummer	$F_{max}$ [N]	Bruchzeit [s]	t [mm]	D [mm]	Bruchstücke	$\sigma_{max}$ [MPa]	$a_c$ , oberfläche [µm]	$a_c$ , Volumen [µm]
OI6	1362,5	6,24	2,185	20,016	6	556,8	20	63
OI4	1376,6	6,30	2,177	20,029	7	567,3	20	61
OI1	1494,6	7,04	2,171	20,010	7	619,9	17	51
OI7	1577,9	7,48	2,184	20,035	7	645,4	15	47
OI13	1682,8	7,28	2,185	20,026	8	687,6	13	42
OI14	1720,5	7,52	2,189	20,005	6	700,1	13	40
OI8	1778,1	7,66	2,175	20,031	7	734,3	12	36
OI10	1873,7	8,06	2,169	20,014	8	778,9	10	32
OI12	1879,8	8,66	2,166	20,015	8	783,9	10	32
OI5	1937,6	8,26	2,173	20,026	9+1	801,9	10	31
OI15	2058,8	8,48	2,168	20,011	8	856,7	9	27
OI2	2559,9	10,38	2,147	20,034	10	1089,3	5	17
OI3	2692,4	10,86	2,176	20,002	10	1110,9	5	16
OI11	2683,4	10,70	2,158	20,019	10	1128,6	5	15

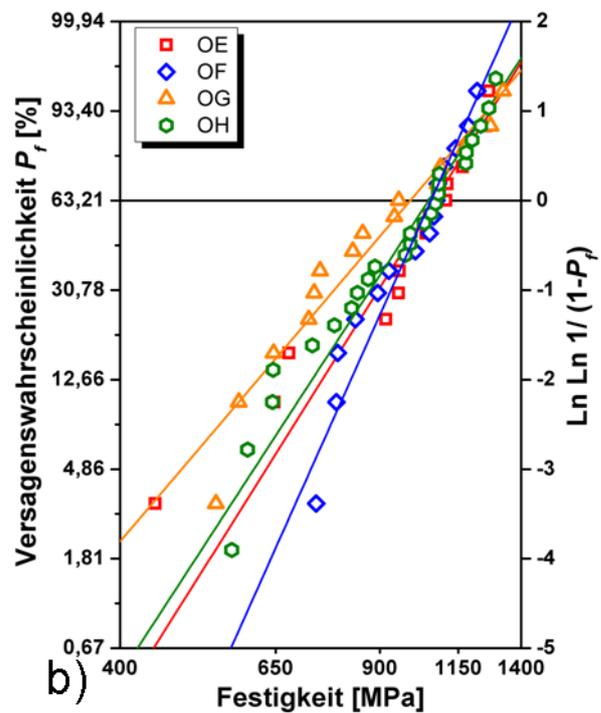
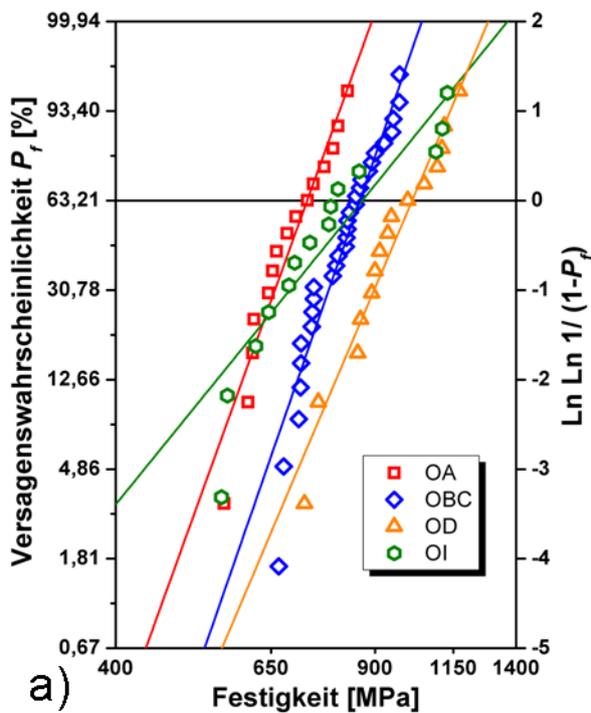


Abb. C3.1 und C3.2: Festigkeitswerte der geschliffenen bzw. geläppten (Abb. D3-1) und polierten (Abb. D3-2) Probenserien (4-Kugel-Versuch) in Weibull-Darstellungen im Vergleich. In der jeweils gleichen Farbe sind die nach der Maximum-Likelihood Methode berechneten Weibull-Geraden eingetragen.

## D4-Messprotokolle zu Kapitel 11

Messprotokoll: 4-Punkt-Biegeprüfung								
Datum:	10.07.2009	Material:	FSNI-Si3N4	Prob.-anzahl:	5			
Prüfer:	wha	Poisson-Zahl:	0,27	Oberfläche Zugseite:	D46, quer			
Luftfeuchtigkeit [%]:	49	$K_{Ic}$ [MPaxm <sup>1/2</sup> ], SEVNB	5,0	Belastungsgeschw.:	2,5 mm/min			
Temperatur [°C]:	22	Auflager:	4-Punkt 40/20mm					
Prüfmaschine:	Zwick 010							
Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	b [mm]	h [mm]	Bruchstücke	$\sigma_{max}$ [MPa]	a <sub>c,oberfläche</sub> [ $\mu$ m]	a <sub>c,Volumen</sub> [ $\mu$ m]
D2	566,6	6,90	4,020	2,974	3	478,11	28	86
D5	606,9	7,10	4,010	3,003	2	503,41	25	77
D1	628,2	6,88	4,018	2,987	2	525,50	23	71
D3	632,8	6,92	4,021	2,992	3	527,30	23	71
D4	678,5	7,34	4,009	2,993	2	566,86	20	61

Messprotokoll: 4-Punkt-Biegeprüfung								
Datum:	20.07.2009	Material:	FSNI-Si3N4	Prob.-anzahl:	5			
Prüfer:	wha	Poisson-Zahl:	0,27	Oberfläche Zugseite:	D46, quer			
Luftfeuchtigkeit [%]:	42	$K_{Ic}$ [MPaxm <sup>1/2</sup> ], SEVNB	5,0	Belastungsgeschw.:	2,5 mm/min			
Temperatur [°C]:	22	Auflager:	4-Punkt 40/20mm	Wärmebehandlung:	1200°C, 5°C/min, 10 Stunden, OA			
Prüfmaschine:	Zwick 010							
Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	b [mm]	h [mm]	Bruchstücke	$\sigma_{max}$ [MPa]	a <sub>c,oberfläche</sub> [ $\mu$ m]	a <sub>c,Volumen</sub> [ $\mu$ m]
E4	873,4	9,24	4,026	3,000	2	723,03	12	38
E3	959,2	9,30	4,020	3,012	3	788,96	10	32
E2	984,3	9,86	4,018	2,990	2	822,05	9	29
E1	992,2	9,70	4,027	2,993	2	825,22	9	29
E5	1101,0	11,04	4,024	2,982	2	922,90	7	23

Messprotokoll: 4-Punkt-Biegeprüfung								
Datum:	24.08.2009	Material:	FSNI-Si3N4	Prob.-anzahl:	5			
Prüfer:	wha	Poisson-Zahl:	0,27	Oberfläche Zugseite:	D46, quer			
Luftfeuchtigkeit [%]:	44	$K_{Ic}$ [MPaxm <sup>1/2</sup> ], SEVNB	5,0	Belastungsgeschw.:	2,5 mm/min			
Temperatur [°C]:	24	Auflager:	4-Punkt 40/20mm	Wärmebehandlung:	1200°C, 5°C/min, 5 Stunden, OA			
Prüfmaschine:	Zwick 010							
Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	b [mm]	h [mm]	Bruchstücke	$\sigma_{max}$ [MPa]	a <sub>c,oberfläche</sub> [ $\mu$ m]	a <sub>c,Volumen</sub> [ $\mu$ m]
F5	1028,4	9,64	4,017	2,993	4	857,38	9	27
F1	1044,4	9,58	4,015	3,004	2	864,92	8	26
F2	1060,8	9,66	4,015	3,008	4	876,25	8	26
F3	1123,8	10,82	4,017	2,990	3	939,03	7	22
F4	1190,1	11,12	4,015	2,985	3	997,73	6	20

Messprotokoll: 4-Punkt-Biegeprüfung								
Datum:	24.08.2009	Material:	FSNI-Si3N4	Prob.-anzahl:	5			
Prüfer:	wha	Poisson-Zahl:	0,27	Oberfläche Zugseite:	D46, quer			
Luftfeuchtigkeit [%]:	44	$K_{Ic}$ [MPaxm <sup>1/2</sup> ], SEVNB	5,0	Belastungsgeschw.:	2,5 mm/min			
Temperatur [°C]:	24	Auflager:	4-Punkt 40/20mm	Wärmebehandlung:	1300°C, 5°C/min, 1 Stunde, OA			
Prüfmaschine:	Zwick 010							
Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	b [mm]	h [mm]	Bruchstücke	$\sigma_{max}$ [MPa]	a <sub>c,oberfläche</sub> [ $\mu$ m]	a <sub>c,Volumen</sub> [ $\mu$ m]
G4	655,8	8,16	4,044	3,027	2	530,86	23	70
G2	698,1	7,40	4,054	3,031	2	562,23	20	62
G5	754,1	7,80	4,050	3,034	2	606,72	17	53
G1	766,6	7,60	4,048	3,009	3	627,56	16	50
G3	781,0	7,80	4,053	3,025	2	631,91	16	49

Messprotokoll: 4-Punkt-Biegeprüfung								
Datum:	25.08.2009	Material:	FSNI-Si3N4	Prob.-anzahl:	5			
Prüfer:	wha	Poisson-Zahl:	0,27	Oberfläche Zugseite:	D46, quer			
Luftfeuchtigkeit [%]:	44	$K_{Ic}$ [MPaxm <sup>1/2</sup> ], SEVNB	5,0	Belastungsgeschw.:	2,5 mm/min			
Temperatur [°C]:	26	Auflager:	4-Punkt 40/20mm	Wärmebehandlung:	1200°C, 5°C/min, 1 Stunde, OA			
Prüfmaschine:	Zwick 010							
Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	b [mm]	h [mm]	Bruchstücke	$\sigma_{max}$ [MPa]	a <sub>c,oberfläche</sub> [ $\mu$ m]	a <sub>c,Volumen</sub> [ $\mu$ m]
H5	826,1	9,30	4,024	2,998	3	685,29	14	42
H1	833,6	8,00	4,012	3,008	2	688,85	13	41
H4	901,6	8,72	4,020	3,002	2	746,33	11	35
H2	979,7	9,54	4,011	2,989	4	820,03	9	29
H3	1072,2	10,12	4,013	2,997	2	892,48	8	25

Messprotokoll: 4-Punkt-Biegeprüfung								
Datum:	27.08.2009	Material:	FSNI-Si3N4	Prob.-anzahl:	5			
Prüfer:	wha	Poisson-Zahl:	0,27	Oberfläche Zugseite:	D46, quer			
Luftfeuchtigkeit [%]:	43	$K_{IC}$ [MPaxm <sup>1/2</sup> ], SEVNB	5,0	Belastungsgeschw.:	2,5 mm/min			
Temperatur [°C]:	27	Auflager:	4-Punkt 40/20mm	Wärmebehandlung:	1100°C, 5°C/min, 10 Stunden, OA			
Prüfmaschine:	Zwick 010							
Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	b [mm]	h [mm]	Bruchstücke	σ <sub>max</sub> [MPa]	a <sub>c, oberfläche</sub> [μm]	a <sub>c, Volumen</sub> [μm]
I4	883,0	11,32	4,017	2,993	3	735,91	12	36
I2	899,1	10,22	4,020	2,988	2	751,56	11	35
I5	973,0	12,40	4,029	2,976	2	818,09	9	29
I1	991,5	11,24	4,020	2,985	2	830,48	9	28
I3	1087,7	13,16	4,020	2,984	4	911,77	8	24

Messprotokoll: 4-Punkt-Biegeprüfung								
Datum:	31.08.2009	Material:	FSNI-Si3N4	Prob.-anzahl:	5			
Prüfer:	wha	Poisson-Zahl:	0,27	Oberfläche Zugseite:	D46, quer			
Luftfeuchtigkeit [%]:	35	$K_{IC}$ [MPaxm <sup>1/2</sup> ], SEVNB	5,0	Belastungsgeschw.:	2,5 mm/min			
Temperatur [°C]:	25	Auflager:	4-Punkt 40/20mm	Wärmebehandlung:	1100°C, 5°C/min, 5 Stunden, OA			
Prüfmaschine:	Zwick 010							
Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	b [mm]	h [mm]	Bruchstücke	σ <sub>max</sub> [MPa]	a <sub>c, oberfläche</sub> [μm]	a <sub>c, Volumen</sub> [μm]
J2	773,4	9,90	4,014	2,984	2	741,03	12	36
J1	849,3	9,06	3,982	2,971	2	767,38	11	33
J3	869,0	11,62	4,012	2,978	2	820,13	9	29
J5	884,2	9,48	3,995	2,996	2	829,56	9	29
J4	1041,4	12,42	4,022	3,008	2	896,71	8	24

Messprotokoll: 4-Punkt-Biegeprüfung								
Datum:	03.09.2009	Material:	FSNI-Si3N4	Prob.-anzahl:	5			
Prüfer:	wha	Poisson-Zahl:	0,27	Oberfläche Zugseite:	D46, quer			
Luftfeuchtigkeit [%]:	44	$K_{IC}$ [MPaxm <sup>1/2</sup> ], SEVNB	5,0	Belastungsgeschw.:	2,5 mm/min			
Temperatur [°C]:	27	Auflager:	4-Punkt 40/20mm	Wärmebehandlung:	1000°C, 5°C/min, 10 Stunden, OA			
Prüfmaschine:	Zwick 010							
Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	b [mm]	h [mm]	Bruchstücke	σ <sub>max</sub> [MPa]	a <sub>c, oberfläche</sub> [μm]	a <sub>c, Volumen</sub> [μm]
K4	905,2	11,48	4,026	2,991	2	754,04	11	35
K2	1020,3	12,56	4,016	2,990	2	852,31	9	27
K5	1073,1	12,76	4,012	2,998	2	892,58	8	25
K1	1127,6	12,24	4,025	2,983	2	944,28	7	22
K3	1140,9	13,78	4,014	2,997	2	949,32	7	22

Messprotokoll: 4-Punkt-Biegeprüfung								
Datum*):	September 09	Material:	FSNI-Si3N4	Prob.-anzahl:	15			
Prüfer:	wha	Poisson-Zahl:	0,27	Oberfläche Zugseite:	D46, quer			
Luftfeuchtigkeit [%]:	35	$K_{IC}$ [MPaxm <sup>1/2</sup> ], SEVNB	5,0	Belastungsgeschw.:	2,5 mm/min			
Temperatur [°C]:	20	Auflager:	4-Punkt 40/20mm	Wärmebehandlung:	1000°C, 5°C/min, 5 Stunden, OA			
Prüfmaschine:	Zwick 010							
Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	b [mm]	h [mm]	Bruchstücke	σ <sub>max</sub> [MPa]	a <sub>c, oberfläche</sub> [μm]	a <sub>c, Volumen</sub> [μm]
L1	668,8	6,78	4,017	2,964	3	568,60	20	61
L8	828,0	9,58	3,938	3,009	2	696,87	13	40
L14	839,8	10,46	3,928	2,979	3	722,57	12	38
L11	894,6	10,56	3,935	2,987	2	764,22	11	34
L10	954,2	11,30	3,933	2,996	2	811,01	10	30
L7	955,0	11,10	3,922	2,975	3	825,08	9	29
L13	968,1	11,74	3,906	2,971	3	842,32	9	28
L2	1027,8	11,94	4,027	2,997	2	852,76	9	27
L9	978,4	11,48	3,928	2,959	2	853,36	9	27
L4	1037,7	12,08	4,012	2,997	2	863,92	8	26
L12	1061,4	12,48	4,012	2,993	3	885,87	8	25
L6	1036,0	11,46	3,937	2,962	4	899,67	8	24
L15	1072,6	12,30	3,990	2,972	3	913,04	8	24
L3	1123,1	13,18	3,998	2,995	3	939,55	7	22
L5	1143,3	11,98	4,000	2,992	3	958,07	7	21

\*) diese Messung wurde in einem Vorversuch und zwei Bestätigungsversuchen mit je 5 Proben durchgeführt

Messprotokoll: 4-Punkt-Biegeprüfung								
Datum:	22.09.2009	Material:	FSNI-Si3N4	Prob.-anzahl:	5			
Prüfer:	wha	Poisson-Zahl:	0,27	Oberfläche Zugseite:	D46, quer			
Luftfeuchtigkeit [%]:	44	$K_{IC}$ [MPaxm <sup>1/2</sup> ], SEVNB	5,0	Belastungsgeschw.:	2,5 mm/min			
Temperatur [°C]:	24	Auflager:	4-Punkt 40/20mm	Wärmebehandlung:	900°C, 5°C/min, 10 Stunden, OA			
Prüfmaschine:	Zwick 010							
Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	b [mm]	h [mm]	Bruchstücke	σ <sub>max</sub> [MPa]	a <sub>c, oberfläche</sub> [μm]	a <sub>c, Volumen</sub> [μm]
M3	776,3	9,96	3,931	2,978	2	667,82	14	44
M5	826,7	9,96	3,928	2,987	4	707,56	13	39
M2	838,1	10,58	3,934	2,974	3	722,51	12	38
M4	858,8	9,52	3,931	3,008	2	724,36	12	37
M1	912,9	11,06	3,929	3,006	3	771,15	11	33

Messprotokoll: 4-Punkt-Biegeprüfung								
Datum:	23.09.2009	Material:	FSNI-Si3N4	Prob.-anzahl:	5			
Prüfer:	wha	Poisson-Zahl:	0,27	Oberfläche Zugseite:	D46, quer			
Luftfeuchtigkeit [%]:	44	$K_{IC}$ [MPaxm <sup>1/2</sup> ], SEVNB	5,0	Belastungsgeschw.:	2,5 mm/min			
Temperatur [°C]:	24	Auflager:	4-Punkt 40/20mm	Wärmebehandlung:	900°C, 5°C/min, 5 Stunden, OA			
Prüfmaschine:	Zwick 010							
Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	b [mm]	h [mm]	Bruchstücke	σ <sub>max</sub> [MPa]	a <sub>c, oberfläche</sub> [μm]	a <sub>c, Volumen</sub> [μm]
N4	792,4	10,04	3,931	2,992	3	675,36	14	43
N2	805,8	10,98	3,918	2,988	3	690,96	13	41
N1	848,9	10,66	3,928	3,002	2	719,17	12	38
N5	839,8	10,58	3,931	2,978	2	722,70	12	38
N3	988,7	11,72	3,912	3,013	3	835,06	9	28

Messprotokoll: 4-Punkt-Biegeprüfung								
Datum:	24.09.2009	Material:	FSNI-Si3N4	Prob.-anzahl:	5			
Prüfer:	wha	Poisson-Zahl:	0,27	Oberfläche Zugseite:	D46, quer			
Luftfeuchtigkeit [%]:	33	$K_{IC}$ [MPaxm <sup>1/2</sup> ], SEVNB	5,0	Belastungsgeschw.:	2,5 mm/min			
Temperatur [°C]:	25	Auflager:	4-Punkt 40/20mm	Wärmebehandlung:	1000°C, 5°C/min, 1 Stunde, OA			
Prüfmaschine:	Zwick 010							
Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	b [mm]	h [mm]	Bruchstücke	σ <sub>max</sub> [MPa]	a <sub>c, oberfläche</sub> [μm]	a <sub>c, Volumen</sub> [μm]
O1	902,3	10,76	3,932	2,985	3	772,79	11	33
O2	895,2	10,10	3,917	2,990	3	766,94	11	33
O3	835,2	9,62	3,917	2,977	3	722,03	12	38
O4	1028,0	11,90	3,914	2,993	3	879,73	8	25
O5	935,3	11,58	3,935	2,977	4	804,83	10	30

Messprotokoll: 4-Punkt-Biegeprüfung								
Datum:	15.09.2010	Material:	FSNI-Si3N4	Prob.-anzahl:	15			
Prüfer:	wha	Poisson-Zahl:	0,27	Oberfläche Zugseite:	geschliffen, D15			
Luftfeuchtigkeit [%]:	52	$K_{IC}$ [MPaxm <sup>1/2</sup> ], SEVNB	5,0	Belastungsgeschw.:	2,5 mm/min			
Temperatur [°C]:	22	Auflager:	4-Punkt 40/20mm	Wärmebehandlung:	1000°C, 5°C/min, 10h, OA			
Prüfmaschine:	Zwick 010							
Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	b [mm]	h [mm]	Bruchstücke	σ <sub>max</sub> [MPa]	a <sub>c, oberfläche</sub> [μm]	a <sub>c, Volumen</sub> [μm]
WBP11	1041,8	9,92	4,027	3,026	4	847,70	9	27
WBP4	1060,1	10,12	4,022	3,034	3	858,97	9	27
WBP14	1069,2	10,96	4,022	2,993	3	890,49	8	25
WBP10	1095,8	11,58	4,018	3,005	3	906,21	8	24
WBP5	1177,0	11,58	4,025	3,054	3	940,88	7	22
WBP1	1131,3	11,24	4,006	2,970	6	960,77	7	21
WBP7	1216,3	11,60	4,032	3,048	8	974,19	7	21
WBP15	1189,9	11,54	4,003	3,009	5	985,08	7	20
WBP2	1213,0	11,40	4,023	3,011	5	997,52	6	20
WBP8	1266,6	12,38	4,033	3,044	5	1016,97	6	19
WBP13	1284,9	12,24	4,032	3,047	5	1029,82	6	19
WBP6	1310,2	12,54	4,032	3,042	4	1053,63	6	18
WBP12	1296,8	12,24	4,018	3,019	6	1062,22	6	17
WBP9	1318,1	12,32	4,017	3,029	6	1072,76	6	17
WBP3	1333,6	12,08	4,025	3,031	5	1081,59	5	17

Messprotokoll: 4-Kugel-Versuch an Scheiben								
Datum:	25.08.2010	Material:	FSNI-Si3N4	Prob.-anzahl:	15			
Prüfer:	wha	Poisson-Zahl:	0,27	Oberfläche Zugseite:	D46			
Luftfeuchtigkeit [%]:	59	$K_{IC}$ [MPaxm <sup>1/2</sup> ], SEVNB	5,0	Belastungsgeschw.:	2 mm/min			
Temperatur [°C]:	24	Kugeldurchmesser:	15,08 mm	Wärmebehandlung:	1000°C, 5°C/min, 5h, OA			
Prüfmaschine:	Zwick 010	Auflagedurchmesser:	17,413 mm					
Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	t [mm]	D [mm]	Bruchstücke	σ <sub>max</sub> [MPa]	a <sub>c, oberfläche</sub> [μm]	a <sub>c, Volumen</sub> [μm]
WA25	2203,8	9,34	2,105	20,031	9	981,7	7	20
WA22	2224,1	9,48	2,110	20,049	10	985,1	7	20
WA19	2297,2	10,46	2,102	20,046	8	1026,5	6	19
WA17	2377,0	10,06	2,116	20,029	11	1046,2	6	18
WA21	2401,0	10,22	2,119	20,044	10	1053,1	6	18
WA20	2384,7	10,14	2,099	20,060	11	1069,0	6	17
WA26	2688,2	11,08	2,109	20,039	10	1192,1	4	14
WA27	2652,0	11,08	2,096	20,005	14	1193,3	4	14
WA18	2742,0	11,36	2,100	20,025	12	1228,2	4	13
WA29	2794,9	11,90	2,109	20,022	9	1239,6	4	13
WA23	2861,7	11,54	2,101	20,052	11	1280,1	4	12
WA24	2921,1	11,72	2,117	20,004	13	1284,5	4	12
WA30	2983,6	11,90	2,112	20,011	11	1319,1	4	11
WA28	3071,8	12,54	2,091	20,056	12	1389,3	3	10
WA16	3216,8	13,80	2,108	20,004	13	1428,5	3	10

Messprotokoll: 4-Kugel-Versuch an Scheiben								
Datum:	25.08.2010	Material:	FSNI-Si3N4	Prob.-anzahl:	15			
Prüfer:	wha	Poisson-Zahl:	0,27	Oberfläche Zugseite:	D15-Alte Scheibe, 1+2.Schleifvorgang			
Luftfeuchtigkeit [%]:	59	$K_{IC}$ [MPaxm <sup>1/2</sup> ], SEVNB	5,0	Belastungsgeschw.:	2 mm/min			
Temperatur [°C]:	23	Kugeldurchmesser:	15,08 mm	Wärmebehandlung:	1000°C, 5°C/min, 5h, OA			
Prüfmaschine:	Zwick 010	Auflagedurchmesser:	17,413 mm					
Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	t [mm]	D [mm]	Bruchstücke	σ <sub>max</sub> [MPa]	a <sub>c, oberfläche</sub> [μm]	a <sub>c, Volumen</sub> [μm]
WC19	2358,1	9,96	2,113	20,018	9	1041,3	6	18
WC23	2577,9	10,64	2,096	20,031	10	1159,7	5	15
WB17	2863,7	11,74	2,115	20,038	11	1261,6	4	12
WB18	2914,1	11,96	2,117	20,030	11	1281,1	4	12
WC22	2918,3	11,86	2,118	20,038	10	1281,5	4	12
WC20	2879,2	11,86	2,097	20,026	11	1293,9	4	12
WC21	2971,2	12,00	2,114	20,020	11	1310,6	4	11
WB22	3086,5	14,48	2,126	20,058	10	1343,3	4	11
WB19	3149,8	12,50	2,141	20,063	15	1348,7	3	11
WC17	3110,6	12,80	2,115	20,042	11	1370,4	3	10
WC18	3122,8	12,66	2,110	20,025	8	1383,5	3	10
WB20	3189,4	12,80	2,113	20,054	12	1408,0	3	10
WB21	3286,2	13,12	2,134	20,006	12	1418,5	3	10
WC16	3171,2	12,84	2,101	20,002	10	1419,2	3	10
WB16	3340,5	13,14	2,098	20,043	12	1499,4	3	9

Messprotokoll: 4-Kugel-Versuch an Scheiben								
Datum:	06.09.2010	Material:	FSNI-Si3N4	Prob.-anzahl:	15			
Prüfer:	wha	Poisson-Zahl:	0,27	Oberfläche Zugseite:	D15-Neu abgezogene Scheibe			
Luftfeuchtigkeit [%]:	53	$K_{IC}$ [MPaxm <sup>1/2</sup> ], SEVNB	5,0	Belastungsgeschw.:	2 mm/min			
Temperatur [°C]:	20	Kugeldurchmesser:	15,08 mm	Wärmebehandlung:	1000°C, 5°C/min, 5h, OA			
Prüfmaschine:	Zwick 010	Auflagedurchmesser:	17,413 mm					
Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	t [mm]	D [mm]	Bruchstücke	σ <sub>max</sub> [MPa]	a <sub>c, oberfläche</sub> [μm]	a <sub>c, Volumen</sub> [μm]
WD19	2614,7	10,14	2,215	20,077	8	1034,6	6	18
WD26	2565,1	10,44	2,095	20,039	9	1155,2	5	15
WD30	2792,8	11,10	2,109	20,062	13	1238,2	4	13
WD17	3009,4	11,54	2,100	20,050	10	1347,7	3	11
WD23	3103,6	14,30	2,127	20,016	12	1349,8	3	11
WD22	3101,1	12,58	2,100	20,052	9	1388,7	3	10
WD24	3160,1	12,44	2,116	20,013	10	1391,0	3	10
WD21	3174,9	12,06	2,109	20,019	10	1408,2	3	10
WD18	3248,7	12,22	2,116	20,040	15	1429,6	3	10
WD16	3331,0	12,48	2,128	20,076	11	1446,4	3	9
WD25	3414,1	13,26	2,116	20,037	15	1502,5	3	9
WD29	3348,3	12,98	2,098	20,044	12	1502,9	3	9
WD20	3508,8	13,32	2,106	20,067	12	1560,7	3	8
WD28	3445,5	13,22	2,089	20,062	12	1561,7	3	8
WD27	3494,0	13,44	2,093	20,056	13	1576,7	3	8

Messprotokoll: 4-Kugel-Versuch an Scheiben								
Datum:	06.09.2010	Material:	FSNI-Si3N4	Prob.-anzahl:	14			
Prüfer:	wha	Poisson-Zahl:	0,27	Oberfläche Zugseite:	poliert, 9 µm			
Luftfeuchtigkeit [%]:	47	K <sub>IC</sub> [MPaxm <sup>1/2</sup> ], SEVNB	5,0	Belastungsgeschw.:	2 mm/min			
Temperatur [°C]:	21	Kugeldurchmesser:	15,08 mm	Wärmebehandlung:	1000°C, 5°C/min, 5h, OA			
Prüfmaschine:	Zwick 010	Auflagedurchmesser:	17,413 mm					
Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	t [mm]	D [mm]	Bruchstücke	σ <sub>max</sub> [MPa]	a <sub>c, oberfläche</sub> [µm]	a <sub>c, Volumen</sub> [µm]
WE27	2227,4	9,12	2,134	20,010	8	961,4	7	21
WE10	2347,5	9,50	2,126	20,037	11	1021,9	6	19
WE22	2517,8	10,10	2,133	20,029	10	1087,8	5	17
WE30	2767,1	10,90	2,126	20,018	9	1204,7	4	14
WE6	2840,9	11,08	2,129	20,001	10	1233,0	4	13
WE28	2873,4	11,30	2,125	20,035	8	1252,2	4	13
WE21	2875,3	12,14	2,114	20,045	9	1268,1	4	12
WE29	2955,4	11,44	2,134	20,037	10	1275,4	4	12
WE24	2943,9	11,28	2,118	20,012	9	1293,0	4	12
WE13	3006,6	11,58	2,129	20,019	14	1304,7	4	12
WE26	3125,9	12,30	2,124	20,041	11	1363,7	3	11
WE25	3376,5	13,82	2,118	20,043	15	1482,6	3	9
WE17	3513,5	13,00	2,113	20,036	13	1551,3	3	8
WE23	3529,4	13,40	2,113	20,032	11	1558,4	3	8

Messprotokoll: 4-Kugel-Versuch an Scheiben								
Datum:	06.09.2010	Material:	FSNI-Si3N4	Prob.-anzahl:	15			
Prüfer:	wha	Poisson-Zahl:	0,27	Oberfläche Zugseite:	poliert, 6 µm			
Luftfeuchtigkeit [%]:	45	K <sub>IC</sub> [MPaxm <sup>1/2</sup> ], SEVNB	5,0	Belastungsgeschw.:	2 mm/min			
Temperatur [°C]:	21	Kugeldurchmesser:	15,08 mm	Wärmebehandlung:	1000°C, 5°C/min, 5h, OA			
Prüfmaschine:	Zwick 010	Auflagedurchmesser:	17,413 mm					
Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	t [mm]	D [mm]	Bruchstücke	σ <sub>max</sub> [MPa]	a <sub>c, oberfläche</sub> [µm]	a <sub>c, Volumen</sub> [µm]
WF27	2328,1	9,48	2,125	20,031	11	1014,6	6	19
WF20	2621,8	10,30	2,134	20,019	10	1131,6	5	15
WF21	2826,2	13,16	2,118	20,005	8	1241,4	4	13
WF23	2880,5	11,22	2,128	20,014	8	1251,4	4	13
WF17	2844,4	11,22	2,114	20,037	10	1254,5	4	12
WF22	2900,9	11,72	2,131	20,046	8	1255,8	4	12
WF29	2913,9	11,66	2,128	20,036	9	1265,7	4	12
WF26	3061,7	12,66	2,127	20,036	8	1331,3	4	11
WF24	3321,8	13,20	2,121	20,016	12	1454,2	3	9
WF18	3396,8	13,38	2,137	20,034	14	1461,1	3	9
WF16	3364,8	12,72	2,118	20,007	11	1478,0	3	9
WF19	3514,1	13,08	2,144	20,051	13	1500,0	3	9
WF28	3534,6	14,16	2,124	20,028	16	1542,1	3	8
WF30	3547,0	13,86	2,122	20,047	13	1550,7	3	8
WF25	3582,0	13,56	2,111	20,055	11	1584,8	3	8

Messprotokoll: 4-Kugel-Versuch an Scheiben								
Datum:	06.09.2010	Material:	FSNI-Si3N4	Prob.-anzahl:	15			
Prüfer:	wha	Poisson-Zahl:	0,27	Oberfläche Zugseite:	poliert, 3 µm			
Luftfeuchtigkeit [%]:	45	K <sub>IC</sub> [MPaxm <sup>1/2</sup> ], SEVNB	5,0	Belastungsgeschw.:	2 mm/min			
Temperatur [°C]:	21	Kugeldurchmesser:	15,08 mm	Wärmebehandlung:	1000°C, 5°C/min, 5h, OA			
Prüfmaschine:	Zwick 010	Auflagedurchmesser:	17,413 mm					
Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	t [mm]	D [mm]	Bruchstücke	σ <sub>max</sub> [MPa]	a <sub>c, oberfläche</sub> [µm]	a <sub>c, Volumen</sub> [µm]
WG25	2222,8	9,16	2,140	20,059	7	952,8	7	22
WG26	2341,2	9,54	2,135	20,038	10	1009,2	6	19
WG24	2439,1	9,86	2,122	20,016	12	1066,6	6	17
WG20	2483,5	11,46	2,133	20,045	9	1072,8	6	17
WG28	2461,5	9,92	2,121	20,031	10	1077,4	5	17
WG30	2630,5	10,56	2,139	20,047	9	1128,9	5	15
WG23	2684,2	10,92	2,154	20,041	10	1133,5	5	15
WG17	2651,4	10,58	2,138	20,055	8	1139,1	5	15
WG27	2853,7	11,32	2,128	20,024	8	1239,7	4	13
WG21	2900,8	11,38	2,133	20,027	10	1253,3	4	13
WG29	3039,7	11,62	2,148	20,042	10	1292,0	4	12
WG18	3104,6	12,92	2,146	20,021	12	1322,7	4	11
WG19	3264,8	12,70	2,149	20,055	10	1386,0	3	10
WG22	3334,6	14,30	2,128	20,059	11	1448,1	3	9
WG16	3559,1	13,62	2,122	20,055	13	1555,8	3	8

Messprotokoll: 4-Kugel-Versuch an Scheiben								
Datum:	06.09.2010	Material:	FSNI-Si3N4	Prob.-anzahl:	13			
Prüfer:	wha	Poisson-Zahl:	0,27	Oberfläche Zugseite:	poliert, 1 µm			
Luftfeuchtigkeit [%]:	45	$K_{Ic}$ [MPaxm <sup>1/2</sup> ], SEVNB	5,0	Belastungsgeschw.:	2 mm/min			
Temperatur [°C]:	21	Kugeldurchmesser:	15,08 mm	Wärmebehandlung:	1000°C, 5°C/min, 5h, OA			
Prüfmaschine:	Zwick 010	Auflagedurchmesser:	17,413 mm					

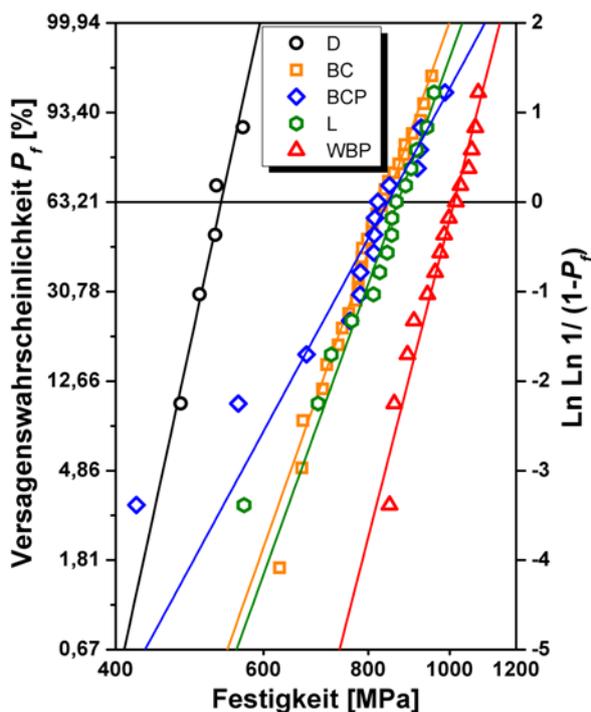
  

Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	t [mm]	D [mm]	Bruchstücke	σ <sub>max</sub> [MPa]	a <sub>c, oberfläche</sub> [µm]	a <sub>c, Volumen</sub> [µm]
WH27	2765,7	10,88	2,135	20,050	8	1192,1	4	14
WH36	2925,2	11,46	2,159	20,018	11	1228,9	4	13
WH32	3022,1	12,24	2,136	20,025	9	1301,5	4	12
WH23	3102,4	11,81	2,156	20,041	11	1307,3	4	11
WH37	3169,2	12,52	2,140	20,005	8	1359,2	3	11
WH31	3320,4	12,48	2,132	20,031	14	1436,1	3	10
WH17	3359,3	13,18	2,141	20,039	10	1438,7	3	9
WH28	3495,8	13,14	2,149	20,053	11	1484,1	3	9
WH34	3505,6	13,34	2,141	20,032	12	1501,4	3	9
WH35	3525,7	13,18	2,142	20,050	12	1508,2	3	9
WH38	3541,4	13,42	2,145	20,034	13	1510,2	3	9
WH21	3548,3	13,48	2,138	20,055	14	1524,3	3	8
WH33	3665,5	13,74	2,137	20,052	14	1576,5	3	8

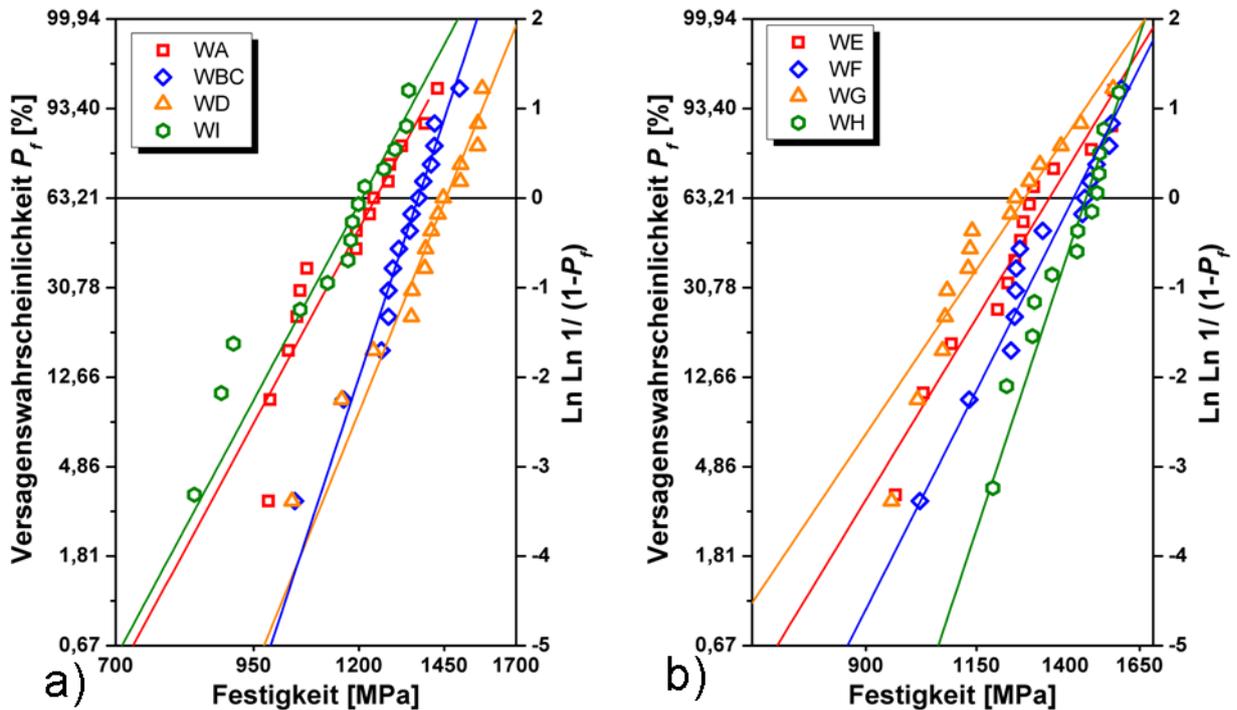
Messprotokoll: 4-Kugel-Versuch an Scheiben								
Datum:	06.09.2010	Material:	FSNI-Si3N4	Prob.-anzahl:	14			
Prüfer:	wha	Poisson-Zahl:	0,27	Oberfläche Zugseite:	geläppt			
Luftfeuchtigkeit [%]:	51	$K_{Ic}$ [MPaxm <sup>1/2</sup> ], SEVNB	5,0	Belastungsgeschw.:	2 mm/min			
Temperatur [°C]:	20	Kugeldurchmesser:	15,08 mm	Wärmebehandlung:	1000°C, 5°C/min, 5h, OA			
Prüfmaschine:	Zwick 010	Auflagedurchmesser:	17,413 mm					

Probennummer	F <sub>max</sub> [N]	Bruchzeit [s]	t [mm]	D [mm]	Bruchstücke	σ <sub>max</sub> [MPa]	a <sub>c, oberfläche</sub> [µm]	a <sub>c, Volumen</sub> [µm]
WI29	1996,4	8,28	2,165	20,048	9	833,1	9	28
WI22	2139,5	8,78	2,174	20,047	10	884,3	8	25
WI21	2174,5	9,56	2,164	20,035	9	908,5	8	24
WI20	2534,1	10,12	2,169	20,029	9	1053,2	6	18
WI17	2692,9	10,62	2,169	20,022	10	1119,3	5	16
WI30	2811,7	10,96	2,167	20,024	11	1171,1	5	14
WI16	2867,1	11,32	2,179	20,089	7	1178,3	5	14
WI27	2854,6	11,10	2,172	20,023	11	1182,7	5	14
WI28	2915,1	11,34	2,179	20,059	8	1198,4	4	14
WI25	2913,4	11,46	2,165	20,046	10	1215,8	4	13
WI23	3071,1	11,72	2,175	20,075	12	1267,7	4	12
WI19	3103,7	11,94	2,162	20,052	10	1299,3	4	12
WI24	3174,0	12,32	2,159	20,056	9	1333,0	4	11
WI18	3233,7	12,32	2,172	20,038	12	1339,5	4	11

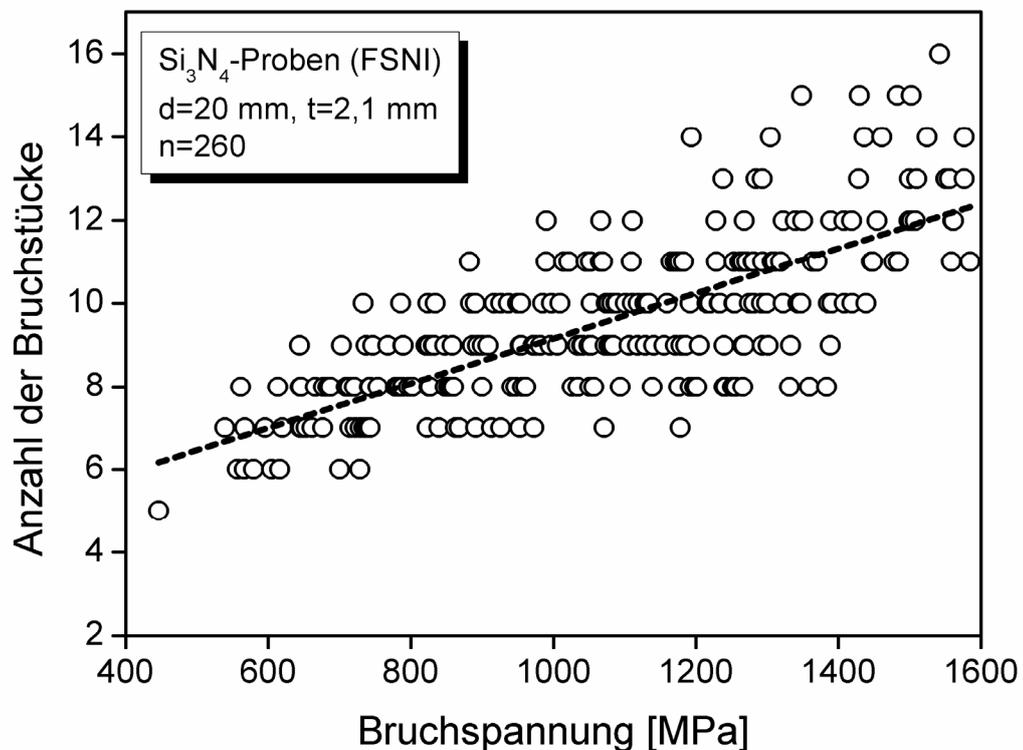


**Abb. C4.1:** Festigkeitswerte der 4-Punkt-Biegeproben in Weibull-Darstellungen im Vergleich. In der jeweils gleichen Farbe sind die nach der Maximum-Likelihood Methode berechneten Weibull-Geraden eingetragen.  
D: quergeschliffen mit D46  
BC: längsgeschliffen mit D15 (Bearbeitung nach EN 843-1)  
BCP: poliert auf 1 µm  
L: quergeschliffen mit D46 und wärmebehandelt  
WBP: längsgeschliffen mit D15 (Bearbeitung nach EN 843-1) und wärmebehandelt



**Abb. C4.2 und C4.3:** Festigkeitswerte der geschliffenen bzw. geläpften (Abb. D4.2) und polierten (Abb. D4.3) Probenserien (4-Kugel-Versuch) nach der Wärmebehandlung in Weibull-Darstellungen im Vergleich. In der jeweils gleichen Farbe sind die nach der Maximum-Likelihood Methode berechneten Weibull-Geraden eingetragen.

### C5: Zusammenhang Bruchspannung - Anzahl der Bruchstücke



**Abb. C5:** Mit zunehmender Bruchspannung nimmt die Anzahl der Bruchstücke tendenziell (aufgrund der höheren gespeicherten elastischen Energie) zu (Anzahl der Proben  $n = 260$ ).

## C6: Ergebnisse der Eigenspannungsmessungen

Messgerät: Bruker D8-Discover, Cu-K $\alpha$ -Strahlung (0,154 nm),  $\sin^2\psi$ -Methode

Je Probe wurden 10 Kippwinkel gemessen, die Kalibrierung erfolgte durch Si-Pulverstandard. Für die Auswertung wurde der 322 Reflex bei  $94,5^\circ 2\theta$  (CuK $\alpha$ ) ausgewählt. Die Peaklage wurde mittels Anpassung von Voight-Funktionen ermittelt. Weiters wurde ein ebener rotationssymmetrischer Spannungszustand angenommen. Die Ergebnisse der Messungen sind in **Tabelle C6** angegeben.

	<b>Geläppt / Probe</b>	<b>Geschliffen, D15 / Probe</b>	<b>Poliert, 1 <math>\mu\text{m}</math> / Probe</b>
<b>nicht wärmebehandelt [MPa]</b>	-16 $\pm$ 33 / OI15	-113 $\pm$ 28 / OC3	-79 $\pm$ 32 / OH1
<b>Wärmebehandelt [MPa]</b>	-68 $\pm$ 12 / WI29	-42 $\pm$ 24 / WB17	-60 $\pm$ 17 / WH21

## Anhang D: Definitionen und Abkürzungen

### Kapitel 2

$F$	Bruchlast, Bruchkraft	[N]
$t$	Probendicke	[m]
$f$	Dimensionsloser Vorfaktor für den 4-Kugel-Versuch	[-]
$\sigma_{max}$	Maximale Zugspannung	[MPa]
$R$	Probenradius	[m]
$E$	Elastizitätsmodul	[GPa]
$\nu$	Poisson'sche Querszahl	[-]
$R_a$	Radius der Auflagerkugeln	[m]
$E_a$	Elastizitätsmodul der Auflagerkugeln	[GPa]
$\nu_a$	Poisson'sche Querszahl der Auflagerkugeln	[-]
$R_l$	Radius der Lastkugel	[m]
$E_l$	Elastizitätsmodul der Lastkugel	[GPa]
$\nu_l$	Poisson'sche Querszahl der Lastkugel	[-]
$R_A$	Auflagerradius	[m]
$\mu$	Reibungskoeffizient zwischen Auflagerkugeln und Probe	[-]
$\alpha$	Relative Dicke der Probe	[-]
$\beta$	Relativer Auflagerradius	[-]

### Kapitel 3

$F_{(\sigma,V)}$	Versagenswahrscheinlichkeit	[%]
$R_{\bar{U}}$	Überlebenswahrscheinlichkeit	[%]
$n$	Zahl der Volumenelemente	[-]
$\varphi(\sigma)$	Verteilungsdichtefunktion	[-]
$V$	Volumen	[m <sup>3</sup> ]
$\sigma_0$	charakteristische Festigkeit	[MPa]
$m$	Weibull-Modul	[-]
$O$	Oberfläche	[m <sup>2</sup> ]
$L$	Abstand der Auflagerrollen bei der Biegeprüfung	[m]
$b$	Breite einer Biegeprobe	[m]
$h$	Höhe einer Biegeprobe	[m]
$V_{eff}$	Effektives Volumen einer Probe	[m <sup>3</sup> ]
$O_{eff}$	Effektives Oberfläche einer Probe	[m <sup>2</sup> ]
$\sigma_{I-III}$	Normalspannungskomponenten	[MPa]

### Kapitel 4

$\gamma_f$	Bruchenergie	[J/m <sup>2</sup> ]
$a_c$	Größe eines kritischen Fehlers	[m]
$Y$	Geometriefaktor	[-]
$K_I$	Spannungsintensitätsfaktor, mode I	MPa√m
$K_{Ic}$	Bruchzähigkeit, kritischer Spannungsintensitätsfaktor	MPa√m
$M$	Bruchspiegelkonstante	MPa√m
$t$	Plattendicke	[m]
$G_c$	Kritische Energiefreisetzungsrate	[J/m <sup>2</sup> ]
$\delta W$	bei Rissausbreitung geleistete Arbeit	[J]
$\delta U_{el}$	Änderung der elastischen Energie	[J]

### Kapitel 5

$a$	Radius der Kontaktfläche	[m]
$r$	Radius der Eindruckkugel	[m]
$F$	Kraft	[N]
$\nu_1, \nu_2$	Poisson-Zahl von Platte und Kugel	[-]
$E_1, E_2$	Elastizitätsmoduln von Platte und Kugel	[GPa]
$E^*$	kombinierter Elastizitätsmodul aus E-Moduln des Kugel- und des Plattenwerkstoffs	[GPa]
$R_{max}$	Abstand zwischen höchstem und tiefsten Punkt des Profilstücks	[ $\mu\text{m}$ ]
$R_a$	Mittenrauhwert (arithmetisches Mittel der absoluten Beträge der Ordinatenwerte des Ist-Profiles zum mittleren Profil)	[ $\mu\text{m}$ ]
$R_z$	gemittelte Rauhtiefe (arithmetisches Mittel einer bestimmten Anzahl Einzelrauhiefen innerhalb einer Bezugsstrecke)	[ $\mu\text{m}$ ]

### Kapitel 7

$\Delta G$	Gibbs Energie, freie Enthalpie	[kJ/mol]
------------	--------------------------------	----------

## **Anhang E: Übersichtliste der bisher publizierten Teilergebnisse (Stand Dezember 2012)**

### **Publizierte Teilergebnisse in referierten Zeitschriften**

W. Harrer, R. Danzer, P. Supancic, T. Lube: "Influence of Contact Stress on the Determination of Strength in The Ball-on Three-Balls Test", Zeitschrift für praktische Metallographie, 45 (2008), p. 18 – 32

W. Harrer, R. Danzer, P. Supancic, T. Lube: "Influence of the Sample Size on the Results of B3B-Tests", Key Engineering Materials 409 (2009), 176-184

W. Harrer, R. Danzer, P. Supancic: "Influence of Surface Quality on the Biaxial Strength of Silicon Nitride Specimens", Praktische Metallographie 48 (2011), 515-526

W. Harrer, R. Danzer, R. Morrell: "Influence of surface defects on the biaxial strength of a silicon nitride ceramic - increase of strength by crack healing", Journal of the European Ceramic Society (2012), 27-35

W. Harrer, R. Danzer, K. Berroth: "Effect of Crack Healing on the Strength of a Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-Material used for Applications in the Metallurgical Industry", Ceramic Forum International 89 [4] (2012), E29-E33

### **Publizierte Teilergebnisse bei Konferenzen**

W. Harrer, R. Danzer, P. Supancic: "Influence of the Surface Quality of Ceramic Specimens on the Results of B3B-Tests", Proc. of 18th European Conference on Fracture, Dresden, August 30 - September 03, (2010) (Hrsg.)

W. Harrer, R. Danzer, P. Supancic: "Influence of Surface Quality on the biaxial Strength of Silicon Nitride", Praktische Metallographie Sonderband 42 (2010), 141-146

W. Harrer, R. Danzer, P. Supancic, T. Lube: „Einfluss von Kontaktspannungen auf die Bestimmung der Festigkeit im 4-Kugel-Versuch“, Hamburg-DGM/DKG Symposium Hochleistungskeramik (Posterbeitrag), 2008

W. Harrer, R. Danzer: „Einfluss von Oberflächendefekten auf die biaxiale Festigkeit von Hochleistungskeramiken“, Bochum, Gefüge und Bruch (Posterbeitrag), 2011