



Diplomarbeit

Zähigkeitsmessung an keramischen Kugeln

verfasst von
Stefan Witschnig

Leoben, am 14. Februar 2010



Institut für Struktur- und Funktionskeramik
Vorstand: Prof. Dr. Robert Danzer
Montanuniversität Leoben

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, am

.....
(Unterschrift)

Danksagung

Ich möchte mich herzlich bedanken bei den Mitarbeitern des Instituts für Struktur- und Funktionskeramik: dem Vorstand des Instituts O. Univ. Prof. Dr. Robert Danzer, dem Betreuer der Diplomarbeit Ao. Univ. Prof. Dr. Peter Supancic und Ass. Prof. Dr. Tanja Lube, die mich zu jeder Zeit mit ihrem fachlichen Wissen unterstützt haben und mir stets mit Rat und Tat zur Seite gestanden sind.

Der österreichischen Bundesregierung (insbesondere dem Bundesministerium für Verkehr, Innovation und Technologie und dem Bundesministerium für Wirtschaft, Familie und Jugend) sowie dem Land Steiermark, vertreten durch die Österreichische Forschungsförderungsgesellschaft mbH und die Steirische Wirtschaftsförderungsgesellschaft mbH, wird für die finanzielle Unterstützung der Forschungsarbeiten im Rahmen des von der Materials Center Leoben Forschung GmbH abgewickelten K2 Zentrums für „Materials, Processing and Product Engineering“ im Rahmen des Österreichischen COMET Kompetenzzentren Programms sehr herzlich gedankt.

Vielen Dank an den Industriepartner SKF für die Finanzierung des Projekts, in dessen Rahmen diese Diplomarbeit durchgeführt worden ist, sowie für die Bereitstellung des Probenmaterials.

Besonders bedanken möchte ich mich bei meinen Eltern, die mir das Studium ermöglichen haben sowie bei meiner Freundin Susanne Strobl und meinen Freunden, die mir Zuversicht und Kraft in dieser Zeit gegeben haben.

Abstract

Recently, the „Notched Ball Test“ (NBT) was established at the Institut für Struktur- und Funktionskeramik to measure the strength of ceramic balls for structural applications. In this test, a notch is cut along the equatorial plane of the sphere with a length of about 80 % of the ball diameter. The ball is then squeezed together perpendicular to this plane in order to generate tensile stresses at the ball surface opposite to the notch. The fracture load and the geometry of the notch are used to calculate these stresses which are in accordance to the strength of the ball.

In this work a test similar to the „Surface Crack in Flexure“-method is developed to determine the fracture toughness K_{Ic} of the notched ball. With a Knoop indenter a semi-elliptical surface crack is produced at the location where the maximum stress occurs. The NBT is used to generate a well defined stress field around the crack.

This crack is infiltrated with fluorescent dye penetrant to determine exactly the length of the crack by means of ultraviolet light. With the information of the crack geometry and the approximation of the ligament as a bending beam the geometric factor can be calculated with the Newman-Raju model.

Measurement uncertainties and the feasibility of this new method are studied for different crack and sample dimensions. Using ball and beam samples of a reference material it is possible to compare the results obtained with NBT and with accredited methods for toughness measurement. It is shown here that the fracture toughness can be correctly determined with this new method. The new test is also applied to other common structural ceramics to investigate its possibilities and limits for a wide range of materials.

This method can be used to test ball-shaped components without the need to produce any special samples. Thus it can be regarded as a component test and offers new possibilities for material selection and characterisation.

Kurzfassung

Am Institut für Struktur- und Funktionskeramik wurde vor kurzem der Kerbkugelversuch (KKV) erfolgreich etabliert, um die Festigkeit keramischer Kugeln zu prüfen. Die Kugel wird in der Äquatorebene zu rund 80 % des Durchmessers eingeschnitten und eine Kraft mit zwei Stempeln an den Polen eingeleitet. Durch das Zusammendrücken der Kerbe werden Zugspannungen auf der dem Kerb gegenüberliegenden Oberfläche der Kugel erzeugt. Mit der Bruchkraft und der Geometrie der Kerbkugel kann die maximale Spannung berechnet werden, die zur Bestimmung der Festigkeit herangezogen wird.

In dieser Arbeit wird ein Verfahren zur Bestimmung der Bruchzähigkeit K_{Ic} entwickelt, bei dem die genormte „Surface Crack in Flexure“-Methode modifiziert und auf eine gekerbte Kugel angewendet wird. Mit einem Knoop-Härteeindruckkörper wird ein halbelliptischer Riss in die – dem Kerb gegenüberliegende – Oberfläche der Kugel eingebracht. Der KKV dient als Belastungsgrundlage, mit dem ein gut definiertes Spannungsfeld im Bereich des Risses erzeugt werden kann.

Um die Größe des Risses zu bestimmen, wird dieser mit fluoreszierender Risseinringfarbe dekoriert und unter UV-Licht vermessen. Mit der Rissgeometrie und dem Newman-Raju Modell wird der Geometriefaktor berechnet, indem das Ligament der Kerbkugel als Balken approximiert wird.

Es werden mögliche Messunsicherheiten sowie die Durchführbarkeit der neuen Methode für verschiedene Geometrien der Probe und des Risses studiert. Anhand eines Referenzmaterials, von dem Kugel- als auch Balkenproben vorliegen, kann ein Vergleich mit bereits etablierten Zähigkeitsmessverfahren stattfinden. Es wird gezeigt, dass mit dieser neuen Methode die Bruchzähigkeit korrekt bestimmt werden kann.

Weiters wird die Methodik auch an Kugeln aus anderen gängigen Strukturkeramiken angewendet und so die materialspezifischen Möglichkeiten und Grenzen in der Durchführung bzw. Auswertbarkeit des entwickelten Verfahrens ermittelt.

Da keine gesonderten Probenkörper hergestellt werden müssen, sondern die Komponenten (i. e. die Kugeln) selbst als Proben dienen, kann das Verfahren als Bauteiltest sowie zur Materialauswahl und -charakterisierung verwendet werden.

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung	1
2. Grundlagen	4
2.1. Bruchmechanik	4
2.1.1. Bruchkriterium nach Griffith-Irwin	4
2.1.2. Risswiderstandskurven	8
2.2. Der Kerbkugelversuch	10
2.3. Zähigkeitsprüfmethode an Keramiken	13
2.3.1. Gekerbte Biegeproben	14
2.3.2. Härteeindruckverfahren	15
2.3.3. Surface Crack in Flexure (SCF)-Methode	18
2.3.4. Anwendbarkeit auf Kugeln	21
3. Bruchzähigkeitstests an Kugeln – die modifizierte SCF-Methode	23
3.1. Berechnung des Geometriefaktors Y für Kerbkugeln mit semi-elliptischem Oberflächenriss	24
3.2. Bestimmung der Spannung nach dem Materialabtrag	28
3.3. Zusammenfassung	34
4. Praktische Durchführung der Kerbkugelversuche	35
4.1. Vorbereitungen und Kerben der Kugel	35
4.2. Durchführung der SCF-Versuche an Kerbkugeln	37
4.2.1. Einbringen eines Startrisses	37
4.2.2. Materialabtrag	38
4.2.3. Ermittlung der Bruchkraft	40
4.2.4. Vermessen der Rissgeometrie	40
4.3. Durchführung der IF-Versuche	42
5. Experimentelle Ergebnisse	43
5.1. Materialcharakterisierung	43
5.1.1. Probenbeschreibung	43
5.1.2. Gefüge	44
5.1.3. Festigkeit	48
5.1.4. Fraktografie	49
5.2. Zähigkeitsmessung am Referenzmaterial	54
5.3. Zähigkeitsmessung an Kugeln aus verschiedenen Strukturkeramiken	56
6. Messunsicherheiten und mögliche Fehlerquellen	60
6.1. Rissausbildung in verschiedenen Materialien	60
6.2. Vermessen der Rissgeometrie	64

6.3. Fehlerabschätzung	69
7. Diskussion der Resultate	74
7.1. Zähigkeits- und Bruchwiderstandmessungen am Referenzmaterial	74
7.2. Zähigkeits- und Bruchwiderstandmessungen an verschiedenen Strukturkeramiken	76
7.3. Beeinflussung des Geometriefaktors durch die Rissgeometrie	78
7.4. Besonderheiten bei der Durchführung der IF-Methode	82
8. Zusammenfassung und Schlussfolgerungen	85
8.1. Empfehlungen	87
8.2. Ausblick	88
A. KKV-Auswerteformel	90
B. Berechnung des Geometriefaktors nach Newman-Raju	91
C. Knoophärteeindrücke in gekrümmten Oberflächen	94
D. IF-Versuche	95
E. Festigkeitsbewertung	101
F. Fraktografie Übersicht	102
G. Hinweise zu Risseinbringung und Präparation	104
H. Messprotokolle	105
I. Verwendete Abkürzungen	117

Verwendete Symbole

α	relative Abtragstiefe
χ	IF-Vorfaktor
Δa	Rissverlängerung der Risstiefe, Rissfortschritt
Δc	Rissverlängerung der Rissbreite
Δh	absolute Abtragstiefe
ΔU	Gesamtenergie des Rissystems
ΔU_γ	Oberflächenenergie
ΔU_{el}	elastisch gespeicherte Energie
η	IS-Vorfaktor
γ_s	spezifische Oberflächenenergie
λ	relative Kerbtiefe
ν	Querkontraktionszahl
ω	relative Kerbbreite
ϕ	Parametrischer Winkel des Risses
π	Kreiszahl
ρ	relativer Kerbgrundradius
σ	Spannung
σ_B	Bruchspannung
σ_{KKV}	Maximale Spannung beim KKV
σ_z	Normalspannung der Äquatorebene
Θ	Polarwinkel
φ	Azimuthwinkel
ξ	normierte Ligamentdicke nach Materialabtrag
a	Rissgröße, Risstiefe, Kerbtiefe
a_0	Anfangsrisstiefe
a_c	kritische Risstiefe, kritische Defektgröße
a_D	Defektgröße
b	halbe Breite des Biegebalkens
c	halbe Rissweite
c_0	halbe Anfangsrissbreite
c_1, c_2	Risslängen verursacht durch Vickersindent
$c_{0,V}$	mittlere Risslänge verursacht durch Vickersindent
D	Kugeldurchmesser
d	lange Diagonale des Knoopindents
d_1, d_2	Diagonalen eines Vickersindents
d_0	mittlere Diagonale eines Vickersindents
E	Elastizitätsmodul
F	Kraft
f	winkelabhängige Funktion
f_d	Korrekturfaktor zur Abtragskalkulation

f_h	Umrechnungsfaktor für die Ligamentdicke
f_N	KKV-Vorfaktor
f_{Sigma}	Korrekturfaktor der Maximalspannung
G	Energiefreisetzungsrate
G_c	kritische Energiefreisetzungsrate
H	Härte
h	Ligamentdicke
h'	absolute Ligamentdicke nach Materialabtrag
h_{eq}	Dicke des äquivalenten Balkens
HK	Knoophärte
HV	Vickershärte
I	Flächenträgheitsmoment
K	Spannungsintensitätsfaktor
K_c	Bruchzähigkeit
K_{Ic}	Bruchzähigkeit unter Mode I-Belastung
L_N	Kerbtiefe
M	Biegemoment
n	IF-Exponent
P	Eindrucklast
R	Kugelradius
r	Abstand von der Rissspitze
R_N	Ligamentdicke
t	Dicke oder Höhe des Biegebalkens
t_0	Dicke oder Höhe des Biegebalkens vor dem Abtrag
W_B	Biegewiderstandsmoment
W_N	Kerbbreite
Y	Geometriefaktor
Y'	erweiterter Geometriefaktor
y_m	Randfaserabstand

1. Einleitung

Strukturkeramische Werkstoffe zeichnen sich gegenüber Metallen und Polymeren durch eine hohe Festigkeit, besonders unter Druckbelastung, und eine große Steifigkeit aus. Sie verfügen aber auch über Eigenschaften, die für spezielle Anwendungsbereiche von Bedeutung sind: eine geringe elektrische Leitfähigkeit, eine geringe oder auch besonders hohe thermische Leitfähigkeit, Korrosionsbeständigkeit, Hochtemperaturbeständigkeit und einen hohen Verschleißwiderstand.

Ein Bereich, in dem sie immer erfolgreicher zum Einsatz kommen, ist als Wälzkörper in Wälzlagern, insbesondere Kugellagern. Der im Vergleich zu Kugellagerstahl höhere Preis und die hohen Herstellungskosten können durch einige günstige Eigenschaften gerechtfertigt werden: verbesserte Notlaufeigenschaften, Vermeidung von Kriechströmen beim Einsatz solcher Lager in Stromgeneratoren, niedrige Wartungskosten durch Verwendung von Schmierstoffen, die nicht mehr permanent ausgetauscht werden müssen, und höhere Maximaldrehzahlen aufgrund der geringeren Dichte.

Neben den oben aufgeführten positiven Eigenschaften haben Keramiken aber auch einen entscheidenden Nachteil: Sie sind spröde. Die Zugfestigkeit wird durch die im Werkstoff vorhandenen Defekte bestimmt. Da die Festigkeit von der Größe und der Orientierung dieser Defekte abhängt und die Defekte in unterschiedlichen Proben unterschiedlich groß und orientiert sind, kommt es zu einer großen Streuung von Festigkeitswerten.

Als Werkstoffe für Wälzkörper in hochbelasteten Lagern setzte sich Siliziumnitrid durch. Ein entscheidender Faktor für die Attraktivität des Werkstoffs Siliziumnitrid ist die Möglichkeit, durch in-situ Verstärkung des Gefüges durch stengelförmige Körner eine für Keramiken besonders hohe Bruchzähigkeit bei gleichzeitig hoher Festigkeit einzustellen. Man ist aber auf der Suche nach Alternativen, die entweder kostengünstiger sind oder in bestimmten Anwendungsfeldern bessere Eigenschaften besitzen, z. B. in der chemischen Industrie bei speziellen Korrosionsbeanspruchungen. In der Vergangenheit

wurden viele Bemühungen unternommen, standardisierte Prüfmethode zur Bestimmung wichtiger mechanischer Eigenschaften zu entwickeln, um reproduzierbare Werte für einen Materialvergleich zu erhalten. Die gängigsten Testmethoden zur Charakterisierung von Kugellagerkeramiken sind unter anderem:

- 4-Punktbiegeprüfung zur Bestimmung der Festigkeit
- 4-Punktbiegeprüfung zur Bestimmung des Elastizitäts-Moduls
- Crush Test (Kugeln werden zusammengepresst, bis eine Kugel bricht)
- Lagerlaufstest (Test im Betrieb)
- diverse Härte- und Verschleißprüfungen

Grundsätzlich fehlen eine Methode zur Festigkeitsprüfung für Kugeln, bei der die Oberfläche bzw. oberflächennahe Bereiche beansprucht werden und eine Methode zur Zähigkeitsprüfung, die an den originalen Teilen durchgeführt werden können.

Als Festigkeitsprüfung wurde unlängst am Institut für Struktur- und Funktionskeramik der Kerbkugelversuch (kurz KKV) entwickelt. Bei diesem Versuch können die Kugeln als Probenkörper verwendet werden. Die maximale Spannung, die zur Bestimmung der Festigkeit herangezogen wird, tritt an der Oberfläche dieser Kugeln auf.

Oberflächliche und oberflächennahe Fehler, welche auch für die Qualität für Kugellagerkugeln entscheidend sein können, werden im KKV erfasst. Der Versuch ist somit ein Festigkeitstest für Bauteile.

Ein weiterer wichtiger Aspekt des Verhaltens der Kugeln ist die Zähigkeit des Materials, welche ein Maß für den Widerstand des Werkstoffs gegen die Rissausbreitung darstellt. Sie bestimmt, ob ein vorhandener Riss bei einer bestimmten Belastung stabil bleibt oder wächst und hat auch Einfluss auf die Verschleißigenschaften. Damit wird die Zähigkeit zu einer maßgeblichen Größe beim Einsatz von strukturkeramischen Bauteilen. Wegen der Kleinheit der meisten Kugellagerkugeln sind heute anerkannte Methoden

zur Zähigkeitsprüfung nicht anwendbar. In dieser Arbeit wird versucht ein neues Verfahren zur Zähigkeitsmessung zu entwickeln, das auch für kleine kugelförmige Proben durchführbar ist.

Das grundlegende Prinzip der experimentellen Bestimmung der Zähigkeit besteht darin, jene Grenzspannung zu ermitteln, bei der ein geometrisch gut definierter Riss spontan wächst. D.h. aus der Bruchspannung und der Rissgeometrie kann die sog. Bruchzähigkeit (K_{Ic}) berechnet werden. Eine Bewertung erfolgt über die theoretischen Konzepte der Bruchmechanik.

Die experimentelle Herausforderung ist einerseits, einen wohldefinierten Riss an der gewünschten Position in der Probe einzubringen und andererseits dann ein klar definiertes Spannungsfeld zu erzeugen, dass zum Bruch der Probe führt.

Beim Einbringen des Startrisses kann man sich an der „Surface Crack in Flexure“-Methodik orientieren, die in der entsprechenden Norm [1] vorgeschlagen wird. Dabei erzeugt man einen halbelliptischen Riss mit einem Härteeindruckkörper, und jener Teil der Oberfläche wird abgetragen, der daher plastisch verformt wurde. Die äußere Beanspruchung wird, so wie es im KKV entwickelt wurde, aufgebracht. Aus der Kerbgeometrie und dem Spannungsfeld, das numerisch (FE) unter Annahme eines linear-elastischen Materialverhaltens berechnet wird, lässt sich die Bruchzähigkeit für den betrachteten Riss bestimmen.

In dieser Arbeit werden anhand eines Referenzmaterials aus Siliziumnitrid die Möglichkeiten bzw. Grenzen dieses neuen Verfahrens festgestellt und die Auswirkungen eventueller Messunsicherheiten abgeschätzt. Da von diesem Material auch großvolumige Proben vorliegen, kann ein Vergleich mit bereits etablierten Zähigkeitsprüfmethoden an balkenförmigen Proben erfolgen. Nach der Verifizierung der Methode für Siliziumnitridkeramik wird die Anwendbarkeit der neuen Methode auch auf Kugeln aus anderen typischen Strukturkeramiken überprüft.

Diese Diplomarbeit am Institut für Struktur- und Funktionskeramik (ISFK) ist Teil eines Projekts der Materials Center Leoben Forschungs- GmbH. Ein Großteil der Proben wurden von der Firma SKF in Steyr für dieses Projekt zur Verfügung gestellt.

2. Grundlagen

2.1. Bruchmechanik

Keramiken weisen ein nahezu ideal elastisches Verformungsverhalten auf. Um die mechanische Belastung von rissähnlichen Defekten solcher spröder Werkstoffe zu beschreiben, wird die linear-elastische Bruchmechanik (LEBM) angewendet. Hier wird angenommen, dass:

- die Probe einen Riss enthält (mit unendlich scharfem Radius)
- das Werkstoffverhalten linear-elastisch ist (Spannung proportional zur Dehnung)
- der Riss senkrecht zur Rissfläche beansprucht wird (für Mode I-Belastung) und keine Kräfte über die Rissflanken übertragen werden.

Auf Basis dieser Annahmen werden kritische Bedingungen ermittelt, unter denen sich der Riss spontan ausbreitet.

2.1.1. Bruchkriterium nach Griffith-Irwin

1920 veröffentlichte A. A. Griffith eine Arbeit, in der er für eine Platte (Dicke t) mit einem innen liegenden kreisförmigen Riss (Radius a_D) den Zusammenhang zwischen der auftretenden Spannung σ im Moment des Versagens und der Rissgröße beschrieb. Dieser Ansatz hat den ersten Hauptsatz der Thermodynamik als Grundlage und geht von einem Energiegleichgewicht an der Risspitze aus [2]. Die Gesamtenergie des Rissystems ΔU setzt sich aus der elastisch gespeicherten Energie U_{el} und der Oberflächenenergie U_γ zusammen:

$$\Delta U(a_D) = U_{el}(a_D) + U_\gamma(a_D) = -\frac{\pi \sigma^2 a_D^2 t}{E} + 4 a_D t \gamma_s \quad (1)$$

mit dem Elastizitätsmodul E und der spezifischen Oberflächenenergie γ_s des Materials. Griffith nimmt nun den Gleichgewichtsfall an, dass die Änderung der Gesamtenergie

(in Abhängigkeit von der Rissgröße) gleich Null ist (Gl. 2). Wie aus Abb. 1 ersichtlich, kann so die kritische Rissgröße a_c berechnet werden.

$$\frac{\partial \Delta U}{\partial a_D} = -\frac{2\pi\sigma^2 a_D t}{E} + 4t\gamma_s = 0 \quad (2)$$

Umgeformt nach der Spannung σ erhält man einen allgemeinen Ausdruck bzw. den Zusammenhang zwischen a_c und der Bruchspannung σ_B :

$$\sigma = \sqrt{\frac{2\gamma_s E}{\pi a_D}} \quad \text{bzw.} \quad \sigma_B = \sqrt{\frac{2\gamma_s E}{\pi a_c}} \quad (3)$$

Wenn also die Materialparameter γ_s und E bekannt sind, gibt es für jedes a_c eine zugehörige Bruchspannung σ_B . Für von außen aufgebrachte Belastungen $\sigma \leq \sigma_B$ bleibt der Riss stabil, während bei $\sigma \geq \sigma_B$ der Riss spontan weiterwächst und es zum katastrophalen Versagen kommt.

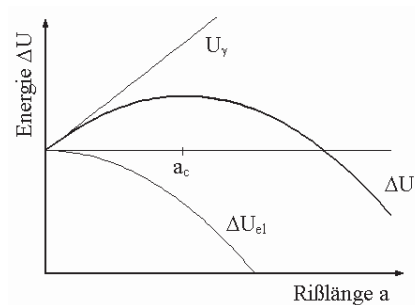


Abb. 1: Energiebilanz eines Risses nach Griffith [3].

Mit diesem Kriterium kann man die Festigkeit eines Bauteils nur dann vorhersagen, wenn man die Größe des größten Defektes im Zugspannungsbereich kennt. Da diese bruchauslösenden Fehler in Keramiken zu klein sind, um sie mittels zerstörungsfreier Werkstoffprüfung feststellen zu können, ist die Bestimmung des kritischen Defektes meist erst „post mortem“ auf der Bruchfläche möglich. Deshalb ist man auf der Suche nach einem Materialkennwert, um das Versagen und dessen Wahrscheinlichkeit besser beschreiben zu können.

In der Zeit nach dem 2. Weltkrieg wurde die Bruchmechanik zu einer eigenen Disziplin; ihr Stellenwert erhöhte sich unter anderem durch große Zähigkeitsprobleme in Zusammenhang mit der Verbindungstechnik bei den US-Liberty-Schiffen. Einer ihrer Pioniere beim Naval Research Laboratory in Washington D. C. war G. R. Irwin. Er entwickelte Griffiths Modell weiter, indem er als erstes die sogenannte Energiefreisetzungsrate G einführte. G beschreibt die Änderung aller Beiträge zur freien Energie (Änderung der elastischen Energie und der verrichteten Arbeit bei der Rissausbreitung) bezogen auf 1 m^2 neuer Rissfläche. G ist abhängig von der angelegten Spannung sowie der Größe des Risses¹.

$$G = \frac{\sigma^2 \pi a_D}{E} \quad (4)$$

Übersteigt G die kritische Energiefreisetzungsrate G_c kommt es zum Bruch, woraus sich das Versagenskriterium nach Irwin ableitet [2]:

$$G \geq G_c \quad (5)$$

Das Irwin'sche Kriterium entspricht dem Griffithkriterium, wenn $G_c = 2\gamma_s$.

Wenn man Gl. 4 umformt, alle Materialkennwerte (E , G) auf die linke Seite bringt, bleiben rechts nur mehr Parameter stehen, welche die Belastungssituation und die (Riss-) Geometrie beschreiben. Zieht man die Wurzel und setzt diesen Ausdruck einem einzelnen Parameter K gleich, kann dieser als Spannungsintensitätsfaktor (SIF) definiert werden.

$$\sqrt{G E} = \sqrt{\sigma^2 \pi a_D} = K \quad (6)$$

Weil man diese einfache Beziehung nicht nur auf einen innen liegenden kreisförmigen Riss unter reiner Zugbelastung anwenden will, wird ein Geometriefaktor Y eingeführt, der die Form und die Position des Risses im Bauteil sowie die Beanspruchungsart be-

¹Dieser Zusammenhang gilt für einen ebenen Spannungszustand. In allen anderen Fällen muss die Querkontraktion des Materials für einen effektiven E-Modul berücksichtigt werden.

rücksichtigt. Dies führt zur Irwinbeziehung bzw. der Definition des Spannungsintensitätsfaktors für eine allgemeine Defektgröße a (Gl. 7).

$$K = Y\sigma\sqrt{a\pi} \quad (7)$$

Der SIF ist proportional zur nominellen Spannung (berechnet im Bauteil ohne Riss) und bestimmt die Intensität bzw. die Verteilung des Spannungsfelds (siehe Gl. 9) durch den gegebenen Fehler im Material (Anm.: Die Spannung wird an der Risspitze theoretisch singular). Analog zu Gl. 5 kann nun das Griffith-Irwinsche Versagenskriterium für den SIF angeschrieben werden:

$$K \geq K_c \quad (8)$$

wobei K_c (bzw. K_{Ic} für Mode I-Belastung) als Bruchzähigkeit oder Risszähigkeit bezeichnet wird. Der K_c ist ein materialspezifisches Maß, wie gut ein Werkstoff der Verlängerung eines Risses widerstehen und so einen Bruch vermeiden kann. Erreicht K den Wert K_c , so wird K auch kritischer Spannungsintensitätsfaktor genannt.

1957 versuchte Irwin die Vorgänge vor einer Risspitze mit dem sogenannten K-Konzept (Gl. 9) zu erklären: Die vor der Risspitze konzentrierten Spannungen führen zum Versagen und sind proportional zu $1/\sqrt{r}$, mit r als Abstand von der Risspitze (siehe Abb. 2a). Die Spannungen σ_{ij} aufgrund des Risses (siehe Abb. 2b) in einem bestimmten Punkt des Körpers können mit dem Spannungsintensitätsfaktor K als Proportionalitätskonstante und einer geometrischen winkelabhängigen Funktion $f_{ij}(\theta)$ beschrieben werden.

$$\sigma_{ij}(r, \theta) = \frac{K}{\sqrt{2r\pi}} f_{ij}(\theta) \quad (9)$$

Irwin konnte die Spannungsverteilung als Reihenentwicklung anschreiben [4], wobei in Gl. 9 nur der erste Term angeführt ist. In erster Näherung sind die weiteren Terme zu vernachlässigen. Die Kombination dieser zwei Ansätze mit verschiedenen Herangehens-

weisen erklären den Zusammenhang zwischen der angelegten Spannung, einem Riss und dem daraus resultierenden Spannungsfeld im Material. Der K_c -Wert eignet sich damit ausgezeichnet, um die Zähigkeit eines spröden Werkstoffs zu beschreiben.

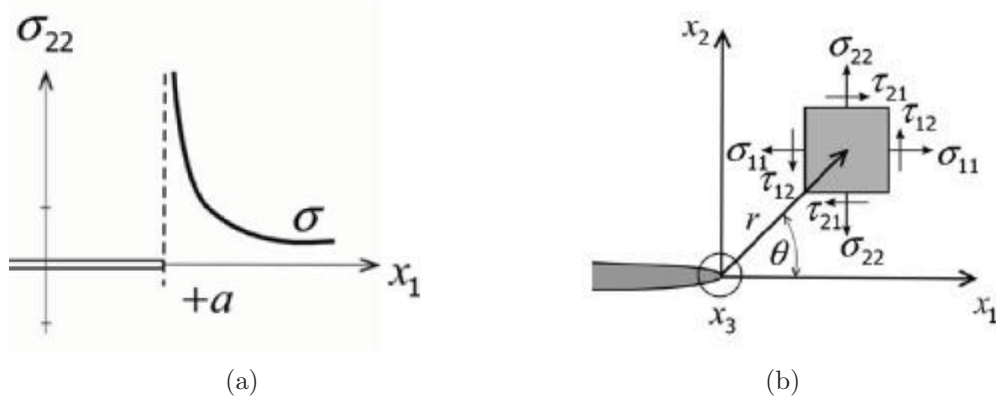


Abb. 2: K-Konzept [5]: (a) Spannungsüberhöhung an der Rissspitze; der Riss verläuft von links kommend zur Rissspitze bei $+a$, (b) Spannungen in einem Punkt vor dem Riss. Die Rissspitze entspricht dem Ursprung des Koordinatensystems.

2.1.2. Risswiderstandskurven

Die Risswiderstandskurve (R-Kurve) bezeichnet die Darstellung des Widerstandes gegen Rissausbreitung, abhängig vom Rissfortschritt Δa . In Abb. 3a wird das Verhalten für einen Werkstoff ohne ansteigende R-Kurve gezeigt, wie sie für ideal spröde Werkstoffe gilt: $R = G_c$. Dem gegenüber steht die Triebkraft für die Rissausbreitung $G(\sigma, a)$, welche für kleine Risslängen in Bezug auf die Bauteildimension linear mit a steigt². Hier gilt es zu beachten, dass die R-Kurve von Δa , G aber von a abhängt, wobei $a = a_0 + \Delta a$ mit a_0 als Anfangsrissgröße. Solange

$$G \leq R \quad (10)$$

²Im Allgemeinen gilt: $G \propto Y^2$. Y kann stark von a abhängen, wodurch die G -Kurven leicht gekrümmt sind. Für sehr kleine Rissgrößen im Vergleich zur Bauteilabmessung kann Y als konstant angenommen werden. In der Folge wird auf die Abhängigkeit von a verzichtet, aber die grundsätzlichen Betrachtungen bleiben erhalten.

bleibt der Riss stabil, was für Spannungen bis σ_2 und Risse der Länge a_0 der Fall ist [2]. Für $\sigma > \sigma_2$ kommt es zur instabilen Rissausbreitung.

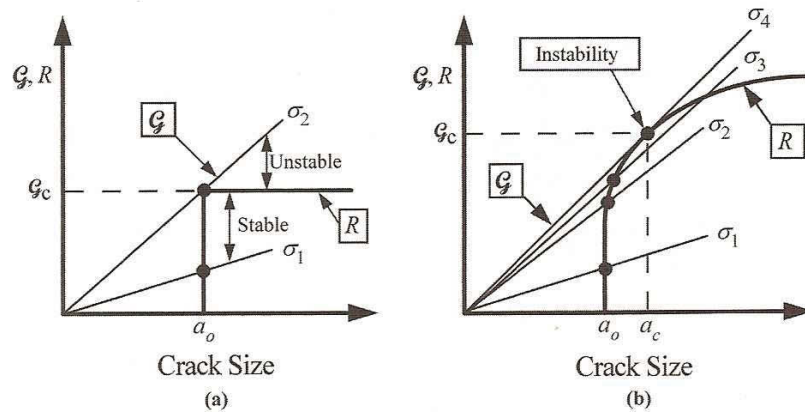


Abb. 3: Prinzip einer Risswiderstandskurve aufgetragen über a : (a) flache R-Kurve und (b) steigende R-Kurve [2].

Abb. 3b zeigt ein an anderes Materialverhalten mit einer steigenden R-Kurve. Bis σ_2 bleibt der Riss wie vorher stabil. Darüber, wenn G die R-Kurve schneidet, kommt es zu einer Erhöhung des Risswiderstands. Steigert man die Belastung weiter von σ_2 auf σ_3 ist für Risse $a > a_0$ die Energiefreisetzungsrate G größer als der anfängliche Risswiderstand $R(a_0)$. Es kommt zu einem (stabilen) Risswachstum, bis $G(\sigma_3)$ die R-Kurve schneidet. Würde der Riss aber noch weiter wachsen, ist G wieder kleiner als der Risswiderstand und daher bleibt der Riss wieder stehen.

Ab σ_4 ist für alle Risslängen $a > a_0$ die Bedingung $G > R$ erfüllt und dieser Effekt tritt nicht mehr auf. Es kommt zum spontanen Risswachstum und die Probe versagt. Dies führt zu einem weiteren Instabilitätskriterium:

$$\frac{\partial G}{\partial a} > \frac{\partial R}{\partial a} \quad (11)$$

Ein Material mit einer steigenden R-Kurve kann nicht durch einen einzelnen spezifischen Zähigkeitswert (z. B. G_c , K_c) charakterisiert werden, sondern nur durch Angabe der Kurve. Vereinfacht lässt sich die R-Kurve durch einen Startwert (für $a \rightarrow 0$), sowie durch einen Plateauwert beschreiben. Je nach Material nähert sich die R-Kurve unterschiedlich schnell dem Plateauwert asymptotisch an (Anm.: wodurch ein langer Riss

definiert werden kann). Bei sehr kleinen Rissen ist der Startwert, bei langen Rissen der Plateauwert relevant; dazwischen ist die Risswiderstandskurve ausschlaggebend.

Weiters anzumerken ist, dass der Risswiderstand in der Realität wesentlich größer ist als $2\gamma_s$. Dies ist auf zähigkeitssteigernde Mechanismen (engl.: „Toughening Mechanisms“) zurückzuführen, die im Kontext der linear-elastischen Rissbruchmechanik als effektive Oberflächenenergie ($\cong G$) beschrieben werden können. Solche Mechanismen sind zum Beispiel auf die:

- plastische Verformung der Rissufer,
- Prozesszonen (Rissverzweigung, Rissablenkung) hinter der Risspitze [6] oder
- Rissbrückenverstärkung (Mechanische Verzahnung, Faserverstärkung) [7, 8] zurückzuführen.

In der Realität ist die Bruchenergie durch diesen Effekt um mindestens eine Größenordnung höher als durch die Oberflächenenergie γ_s alleine gegeben. Ein typischer Wert für γ_s liegt im Bereich von 1 J/m^2 , während die „Toughening Mechanisms“ einige tausend J/m^2 zur Bruchenergie beitragen können.

2.2. Der Kerbkugelversuch

Der Kerbkugelversuch (kurz KKV) wurde am ISFK unter Mithilfe des Autors entwickelt, um die Festigkeit keramischer Kugeln zu prüfen (siehe Publikation von Supancic *et al.* [9]). Eine besondere Herausforderung bestand darin, die originale Oberfläche, die stark durch den Herstellungsprozess beeinflusst wird, zu testen, ohne zusätzliche Defekte durch die Probenpräparation bzw. durch die Vorbereitung für den KKV einzubringen.

Ein schmaler Kerb wird in die Äquatorebene der Kugel geschnitten und an den Polen wird über zwei Stempel die Kraft eingeleitet (siehe Abb. 4). Der Kerb wird zusammengedrückt, wodurch Zugspannungen auf der dem Kerb gegenüberliegenden Oberfläche erzeugt werden (siehe auch Kap. 4.2.3). Die Kraft wird bis zum Bruch gesteigert und der Maximalwert als Bruchkraft festgehalten. Um Festigkeitswerte zu erhalten, wird

eine Umrechnung der Bruchkräfte in Festigkeitswerte benötigt. Gleichung 12 zeigt die grundlegende Formel für die Spannungsberechnung. Die in der Äquatorebene liegende Maximalspannung (Anm.: entspricht der ersten Hauptnormalspannung, deren Richtung parallel zur Krafteinleitung ist) wird mit σ_{KKV} bezeichnet, F als Bruchkraft (i. e. eingeleitete Druckkraft beim Bruch) und h als die Ligamentdicke (siehe Abb. 5). Der Kugeldurchmesser D geht dabei als Normierungsfaktor für die Argumente zur Berechnung des dimensionslosen Vorfaktors f_N ein. Somit ist f_N abhängig von den relativen Kerbgeometrien $\lambda = L_N/D$ (rel. Kerbtiefe), $\omega = W_N/D$ (rel. Kerbbreite) und $\rho = R_N/W_N$ (rel. Kerbgrundradius)³ sowie geringfügig von der Querkontraktionszahl ν .

$$\sigma_{KKV} = f_N \frac{6F}{h^2} \quad \text{mit} \quad f_N = f_N(\lambda, \omega, \rho, \nu) \quad (12)$$

Diese Prüfanordnung ähnelt einem Biegetest⁴ eines Balkens mit dem Querschnitt in Form eines Kreissegments, wie in Abb. 5 dargestellt. Für die Erstellung der Gleichung wurden F (für das angelegte Biegemoment) und h (für das Widerstandsmoment) als Haupteinflussparameter herausgezogen und alle restlichen (geometrieabhängigen) Parameter sowie die Querkontraktionszahl der Funktion f_N zugeordnet. Diese hängt nur schwach von den Einflussparametern ab; typische Werte liegen im Bereich zwischen 0.4 und 1.5. Der relevante Parameterbereich wurde numerisch (mit FEM) abgerastert und mittels eines geeigneten Ansatzes interpoliert (siehe Anhang A).

In Abb. 6a ist das Spannungsfeld an der Oberfläche einer Kerbkugel ($D = 5$ mm, $\lambda = 0.8$, $\omega = 0.16$, $\rho = 0.3$ und $\nu = 0.27$) dargestellt. Es sind die Richtungen der ersten und zweiten Hauptnormalspannung (i. e. σ_Θ , σ_φ) in Bezug auf den Polarwinkel Θ und den Azimuthwinkel φ schematisch eingezeichnet.

Durch drei spezielle Punkte (Position 1, 2 und 3) sind zwei Pfade entlang der Oberfläche (Pfad 1–2 und Pfad 1–3) definiert. Die Spannungsverläufe von σ_Θ und σ_φ entlang dieser Pfade wurden numerisch analysiert, und sind in Abb. 6b dargestellt. Die erste Hauptnormalspannung σ_Θ ist im relevanten Bereich um ein Vielfaches höher als σ_φ . Der

³ R_N ist der Radius der Ausrundung am Kerbgrund und im Folgenden als Kerbgrundradius bezeichnet.

⁴Genau genommen wird die reine Biegung mit einem geringen Druckanteil überlagert.

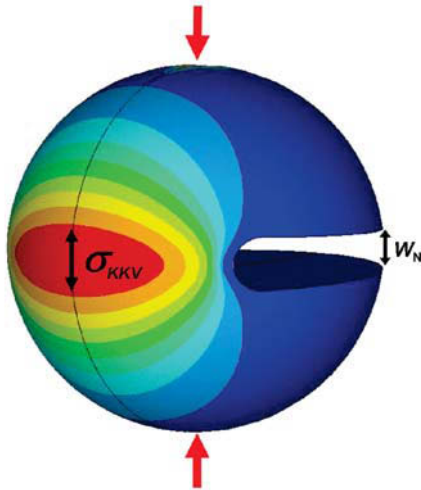


Abb. 4: schematische Spannungsverteilung und Lasteinleitung des KKV.

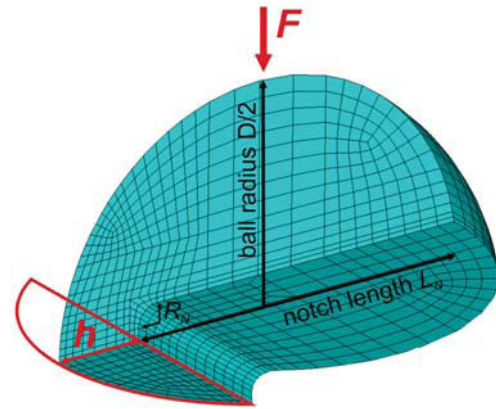


Abb. 5: Geometriedefinitionen einer Kerbkugel [9].

Spannungszustand ist somit näherungsweise einachsrig. An Pos. 1 tritt das Spannungsmaximum von σ_{Θ} auf⁵ (Anm.: Für die Auswertung wird dieses Maximum von σ_{Θ} zu σ_{KKV} . Im Allgemeinen entspricht σ_{Θ} in der Äquatorebene σ_z).

In einem relativ großen Bereich treten Spannungen über 90 % des Spannungsmaximums auf, außerhalb dieses Bereiches fallen sie stark ab. Durch dieses Plateau und den näherungsweise einachsigen Spannungszustand ist die Beanspruchungssituation in dieser Region mit einem Balken unter Biegung vergleichbar.

Der wesentliche Vorteil des Kerbkugelversuchs besteht darin, dass man relativ einfach und genau die Festigkeiten von Kugeln prüfen kann. Entscheidend für die klaren Beanspruchungsverhältnisse ist, dass die Krafteinleitungspunkte von der Position der maximalen Spannung hinreichend weit entfernt sind und der Einfluss von Kontaktspannungen vermieden werden kann. Die gut definierte Lastsituation des zugbeanspruchten Ligaments soll im Weiteren den Beanspruchungsmodus für die zu entwickelnde Zähigkeitsmessung darstellen.

⁵Für tiefe, scharfe Kerben ($\lambda \cong 0.9$ und $\rho \cong 0.1$) treten 2 Spannungsmaxima auf; in dieser Arbeit wird dieser Fall vermieden.

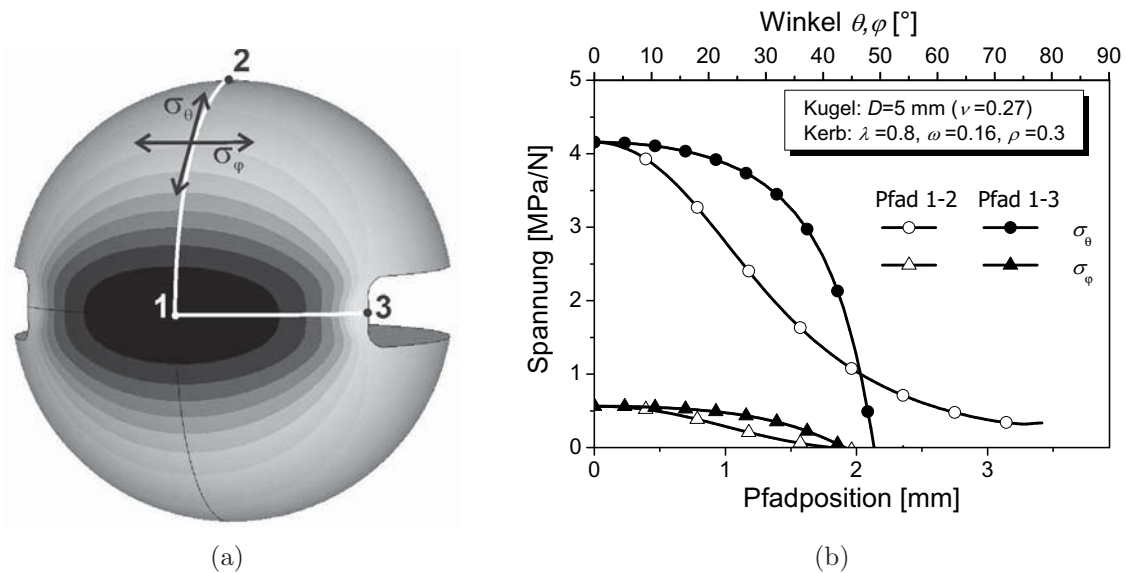


Abb. 6: Deklaration und Verläufe der Hauptnormalspannungen auf der Oberfläche der Kerbkugel (nach [9]).

2.3. Zähigkeitsprüfmethoden an Keramiken

Zur Zähigkeitsprüfung von Keramik wurden einige verschiedene Methoden entwickelt. In der Pionierzeit dieses Forschungsfeldes wurden in Proben Kerben mit relativ großen Ausrundungen gesägt. Die Zähigkeit solcher Materialien wurde aufgrund der Ausrundung der Kerbspitze deutlich überschätzt, da sich das Spannungsfeld vor einer gerundeten Kerbe von dem eines scharfen Risses unterscheidet. Im Laufe der Zeit hat man Methoden entwickelt, die Kerben ausreichend zu schärfen, wenn das Material erforderliche Eigenschaften aufweist: CNB (chevron notch beam), SENB (single edge notched bending) und SEVNB (single edge V-notch beam). Bei anderen Verfahren werden tatsächlich scharfe Risse erzeugt, und für die Zähigkeitsmessung verwendet. Ein Beispiel ist die SEPB (single edge precracked beam)-Methode, bei der ein Riss durch kontrolliertes Belasten bis zu einer bestimmten Länge vorangetrieben wird und so als Startriss für einen Zähigkeitstest herangezogen werden kann. Es haben sich verschiedene Probengeometrien durchgesetzt, jedoch bleibt die Reproduzierbarkeit und eine exakte Ausmessbarkeit der Länge des Startrisses ein Problem.

Durch spitze Eindringkörper (sprich Härteprüfer) können, bei ausreichend sprödem Material und Last, Oberflächenrisse eingebracht werden. Bei der IF (indentation fracture)-Methode wird die Länge der an der Oberfläche sichtbaren Risse, ausgehend von dem Härteeindruck, für die Zähigkeitsbestimmung herangezogen. Das IS (indentation strength)-Verfahren verwendet die Restfestigkeit bei einer bestimmten Last, um die Zähigkeit zu bestimmen. Dabei sind die Eigenspannungen durch den Indent ein Unsicherheitsfaktor, der eine empirische Kalibrierung für jedes Material unerlässlich macht.

Für die SCF (surface crack in flexure)-Methode wird ebenfalls durch einen Eindringkörper ein Riss eingebracht, die Eigenspannungen aber nachträglich entfernt. Auch hier stellt die Ausmessbarkeit des Startrisses die Limitierung dar.

Einige Prüfmethode an Biegebalken werden in Abb. 7a gezeigt, verdeutlichen aber schon die Unterschiedlichkeit an ein und der selben Probengeometrie. Je nach Verfahren unterscheiden sie sich in ihrer Zuverlässigkeit bzw. Reproduzierbarkeit, Genauigkeit, Anwendbarkeit auf verschiedene Materialien oder durch ihre Kosten [10]. Einige Methoden werden vorgestellt, die als besonders einfach gelten und das Potential haben, auf Kugeln angewendet zu werden.

2.3.1. Gekerbte Biegeproben

Single Edge V-notch Beam (SEVNB)

Bei dieser genormten Methode [11] wird in eine Biegeprobe (Abb. 7a) mit rechteckigem Querschnitt ($t \times b = 3 \times 4 \text{ mm}^2$) ein Kerb mit einer Rasierklinge und Diamantpaste mit möglichst scharfem Spitzenradius eingebracht. Die Probe wird in 4-Punkt-Biegung gebrochen und aus der Bruchspannung und der gemessenen Kerbtiefe a kann man nach der Formel

$$K_{Ic} (SEVNB) = \frac{F}{b\sqrt{t}} Y\left(\frac{a}{t}\right) \quad (13)$$

die Bruchzähigkeit berechnen. Die Dicke des Balkens ist durch t gegeben. Der Geometriefaktor Y kann der Norm entnommen werden [11].

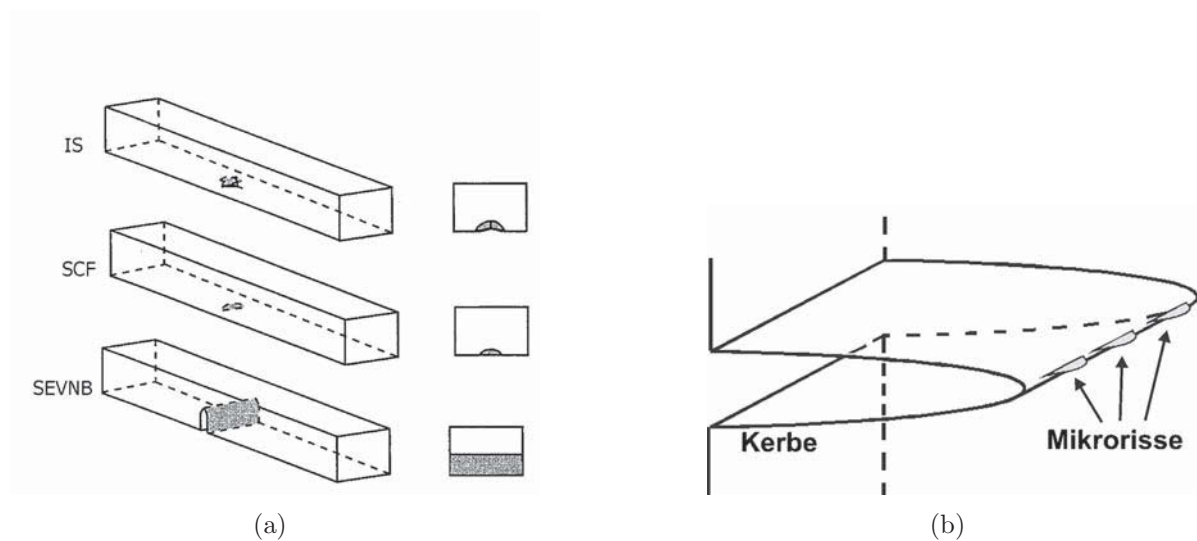


Abb. 7: Zähigkeitsprüfmethode: (a) Übersicht verschiedener Zähigkeitsprüfmethode an Biegebalken, (b) Mikrorissmodell beim Kerben mit einer Rasierklinge (nach [12]).

Die relative Länge der Kerbe a/t sollte kleiner als 0.5 sein, da sonst $Y(\frac{a}{t})$ stark ansteigt und kleine Messfehler der Risslänge zu großen Fehlern in der berechneten Bruchzähigkeit führen [13].

Die Spannungsüberhöhung an einer stumpfen Kerbe ist geringer als an einem scharfen Riss, d. h. bei der Anwendung der Formel auf eine stumpfe Kerbe wird die Bruchzähigkeit überschätzt. Es konnte gezeigt werden, dass korrekte Werte für die Bruchzähigkeit ermittelt werden können, wenn der Kerbradius etwa der Korngröße des untersuchten Materials entspricht [12]. Es wird angenommen, dass sich Mikrorisse (z.B. Aufreißen der Korngrenzen) an der Kerbspitze ausbilden können (Abb. 7b).

Diese Methode ist besonders einfach durchzuführen und erfordert keine fraktografischen Kenntnisse. Für feinkörniges Material ist es unter Umständen nicht möglich, eine ausreichend spitze Kerbe zu produzieren.

2.3.2. Härteeindruckverfahren

Bei hinreichend großer Last entstehen in Keramiken Risse an den Ecken von Vickers-Härteeindrücken. Dabei ist neben der Bruchzähigkeit vor allem die „plastische Zone“, die sich unter dem Eindruck bildet, und das daraus resultierende Eigenspannungsfeld für

die Länge der Risse entscheidend. Diese Risse kann man mittels verschiedener Methoden zur Bestimmung des Bruchwiderstands nützen.

Indentation Fracture (IF)-Methode

Bei dieser Methode wird die Größe des Härteeindrucks und der Risse an einer polierten Oberfläche gemessen. Diese Schädigung kann durch einen halbkreisförmigen Riss beschrieben werden, der durch eine zentrale Kraft oder durch einen Keil geöffnet wird [14]. Für diese Situation gilt:

$$IFR = \chi \left(\frac{E}{H} \right)^n P c_{0,V}^{-3/2} \quad . \quad (14)$$

Dabei steht IFR für den Bruchwiderstand (engl.: „Indentation Fracture Resistance“), P für die benutzte Eindrucklast, $c_{0,V}$ für die Risslänge an der Oberfläche (Abb. 8a) mit $c_{0,V} = (c_1 + c_2)/2$ und H für die Härte, berechnet als $H = 2P/d_0^2$ mit $d_0 = (d_1 + d_2)/2$. Der Exponent n und Vorfaktor χ sind nur empirisch ermittelbar. Von Anstis *et al.* [15] wird n mit $1/2$ und χ mit 0.016 ± 0.004 als geeigneter Mittelwerte für verschiedene Materialien angegeben. Basierend auf dieser Formel gibt es verschiedene Weiterentwicklungen und Abwandlungen die sich vor allem in den Werten von n und χ unterscheiden. Für Siliziumnitrid eignet sich die Auswerteformel nach Miyoshi [16]:

$$IFR = 0.018 \left(\frac{E}{H} \right)^{1/2} P c_{0,V}^{-3/2} \quad . \quad (15)$$

In der Norm für Kugellagersiliziumnitride [17] wird auch die Auswertung nach Niihara (siehe auch: [18]) verwendet:

$$IFR = 10.4 E^{0.4} P^{0.6} \frac{\left(\frac{d_0}{2} \right)^{0.8}}{c_{0,V}^{1.5}} \quad . \quad (16)$$

Bei beiden Formeln werden E und H in GPa, alle anderen Größen in SI-Einheiten eingesetzt. Die risstreibenden Kräfte als Folge der Eindrücke sind nicht für alle Materialien und Lasten gleich, wie am Beispiel Y-TZP (Abb. 8b) gezeigt werden konnte [19, 20]. Bei

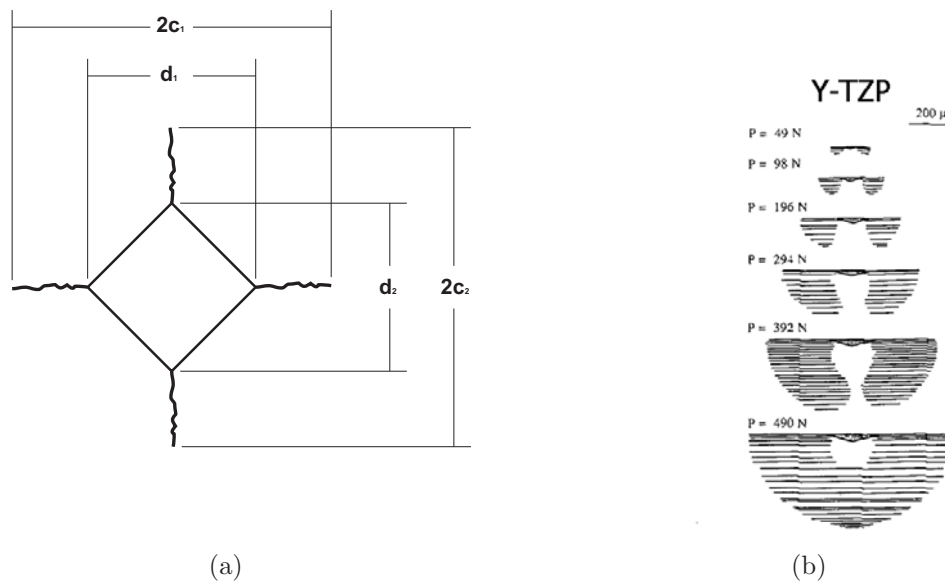


Abb. 8: Vickers-Härteeindruck: (a) Ansicht auf die Probenoberfläche, (b) lastabhängige Rissentwicklung in Tiefenrichtung (senkrecht zur Oberfläche) in Y-TZP [19].

niedrigen Lasten bilden sich ausgehend von den Ecken sogenannte Palmqvistrisse aus, die sich bei höherer Belastung vergrößern und zu einem großen semi-elliptischen Riss zusammenwachsen können. Der Faktor χ und die Ausdehnung der plastischen Zone können material- und lastabhängig sein. Deshalb sollten die Vorfaktoren immer empirisch bestimmt werden. Im Unterschied zum vorher beschriebenen SEVNB-Test (Erreichen der Instabilität des Risses) erfolgt die Messung eines Gleichgewichtszustands beim Rissstopp [21].

Nicht bei allen Keramiken bildet sich an der Oberfläche ein gleichmäßiges Rissystem, wie es in Abb. 8a gezeigt wird. Dadurch kann das Ausmessen der Risslängen und Eindruckdiagonalen u. U. nicht mehr möglich sein.

Der große Vorteil dieser Methode ist, dass mit besonders wenig Material bzw. Aufwand und einfacher Ausrüstung ein Kennwert für die Zähigkeit (IFR) bestimmbar ist. Für die Ermittlung der Bruchzähigkeit sind die Werte für n und χ in der Regel nicht genau bekannt. Da auch die Bedingungen der Messung (Stehenbleiben des Risses) variieren, hat sich die Einsicht durchgesetzt, dass IFR kein exakter Bruchzähigkeitswert ist und

man verwendet den Ausdruck Bruchwiderstand oder „Indentation Fracture Resistance“ statt Bruchzähigkeit.

Indentation Strength (IS)-Methode

In der Mitte der Zugseite einer Biegeprobe (rechteckiger Querschnitt mit $t \times b = 3 \times 4 \text{ mm}^2$) wird ein Vickers-Härteeindruck (Risse parallel und normal zur Längsachse des Balkens) eingebracht (siehe Abb. 7a). Dann wird die Probe in Biegung gebrochen und die Bruchspannung σ_B bestimmt. Daraus kann mit

$$K_{Ic} (IS) = \eta \left(\frac{E}{H} \right)^{1/8} (\sigma_B P^{1/3})^{3/4} \quad (17)$$

der Zähigkeitskennwert $K_{Ic} (IS)$ berechnet werden. Der Vorfaktor η wurde empirisch kalibriert und beträgt $\eta = 0.59 \pm 0.12$. Er hängt im Wesentlichen von χ und dem Geometriefaktor Y des Risses ab. [22]

Ein Problem stellen die Eigenspannungen um die Risse dar, die sich theoretisch nicht exakt beschreiben lassen, und material- und lastabhängig sind. Sie überlagern die angelegte Biegespannung und führen zu einem stabilen Risswachstum des Eindruckrisses vor dem endgültigen Bruch, d.h. die kritische Rissgröße beim Bruch ist nicht einheitlich und somit ist auch Y nicht konstant. Weiters ist es nicht zu erwarten, dass das angegebene η für unterschiedliche Eindrucklasten P konstant ist.

Wegen dieser Unsicherheiten wird dieses Verfahren kaum mehr verwendet.

2.3.3. Surface Crack in Flexure (SCF)-Methode

Bei der standardisierten SCF-Methode [1, 23] wird in eine Biegeprobe (rechteckiger Querschnitt mit $t \times b = 3 \times 4 \text{ mm}^2$) ein Knoop-Härteeindruck (Abb. 9) eingebracht. Ein Knoopindent eignet sich ausgezeichnet, um einen einzelnen und gut definierten Startriss zu erzeugen [24]. Bei der Indentierung entsteht in der Regel ein halbkreisförmiger oder semi-elliptischer Oberflächenriss unter der Längsdiagonale d des Indents (siehe Abb. 9). Der Riss soll möglichst normal zum angelegten Spannungsfeld sein ($\leq 2^\circ$), um eine

Mode I-Belastung zu gewährleisten. Die SCF-Methode funktioniert jedoch nicht bei allen Werkstoffen, da nicht immer ein halb elliptischer Riss unter dem Eindruck entsteht, sondern manchmal nur sogenannte Palmqvistrisse [24].

Es wird jener Bereich, in der sich die plastische Zone aufgrund des Härteeindrucks befindet, durch vorsichtiges Schleifen entfernt. Dadurch können auch die Eigenspannungen entfernt werden, die vor dem Abschleifen zu einer Rissöffnung führen.

Um die Eigenspannungen vollständig zu entfernen, muss nach [24] mindestens das 4.5 bis 5-fache der Eindrucktiefe abgeschliffen werden; das entspricht $1/6$ der Diagonale (siehe Abb.10). Nach dem Materialabtrag ist der Riss wieder geschlossen und eigenspannungsfrei.

Dann wird die Probe in 4-Punkt-Biegung bis zum Bruch belastet und die Spannung σ aus der Balkentheorie berechnet. Die Auswertung erfolgt nach Gl. 7. Die Rissparameter a (Risstiefe) und $2c$ (Rissbreite) können an der Bruchfläche „post mortem“ bestimmt und daraus der Geometriefaktor Y berechnet werden.

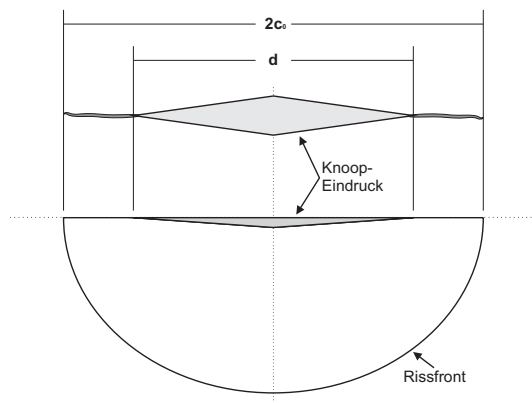


Abb. 9: Knoop-Härteeindruck. Darunter ist ein halb elliptischer Riss abgebildet.

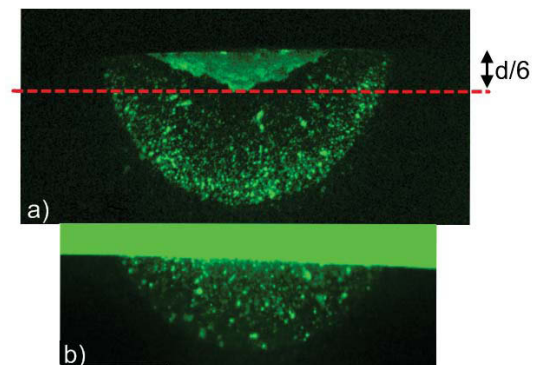


Abb. 10: a) Bruchfläche der Originalprobe, b) Bruchfläche einer abgeschliffenen Probe.

Das genaue Ausmessen der Rissgeometrie stellt hierbei die größte Schwierigkeit dar. Je nach Material und Erfahrung des Experimentators ist eine exakte Ausmessung im Stereo- oder Rasterelektronenmikroskop nur bedingt möglich. Ein zusätzlicher Kontrast kann durch Verkippen der Probe vor dem Einbringen des Risses erreicht werden, da sich die Rissebene und die Restbruchebeine um einen Winkel unterscheiden. Eine wei-

tere erfolgversprechende Vorgehensweise ist die Infiltration des Oberflächenrisses mit Risseindringfarbe (REF). Dabei muss aber gewährleistet sein, dass die REF bis an die Risspitze eindringt und nach dem Bruch nicht auf der Bruchfläche weiterdiffundiert. Beides würde zum Unter- oder Überschätzen der Rissdimension und so zu falschen Ergebnissen führen.

Y kann mit dem Fit-Ansatz (numerische Grundlage) nach Newman und Raju [25] berechnet werden:

$$Y(a, t, c, b, \phi) = H(a, t, c, \phi) \frac{F(a, t, c, b, \phi)}{\sqrt{Q(a, c)}} \quad (18)$$

Die Funktionen F , Q und H sind von der Geometrie abhängig (siehe Abb. 11). Für Details zu dieser Näherungsformel siehe auch Anhang B. Der Geometriefaktor kann damit für jeden Punkt der Rissfront berechnet werden; kritisch ist der Punkt mit dem größten Y , also Punkt A oder Punkt C (siehe Abb. 11a).

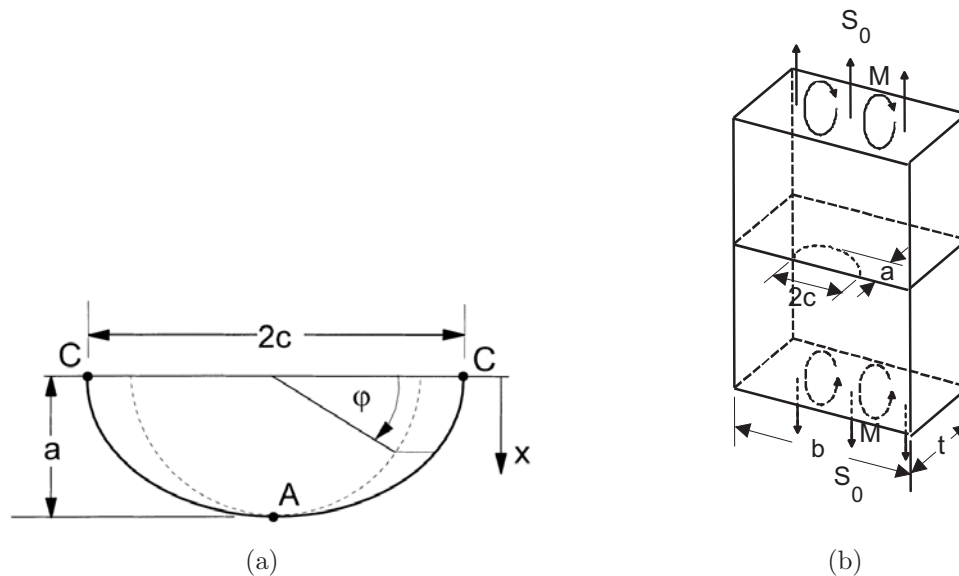


Abb. 11: Skizzen für das Modell nach Newman-Raju: (a) Rissparameter eines semielliptischen Oberflächenrisses (nach [26]), (b) Geometriedefinition und Lasteinleitung einer SCF-Probe.

Das SCF-Verfahren ist zur Bruchzähigkeitsmessung sehr gut geeignet, da die Bedingungen der LEBM erfüllt werden und die benötigten Messgrößen gut bereitgestellt

werden können. Es handelt sich um einen echten Riss mit relevanter Größe, welcher nach dem Abschleifen eigenspannungsfrei und kritisch positioniert ist. Da beim Versuch nur ein einzelner Riss vorhanden ist, kann dieser nicht durch ein umliegendes Rissnetzwerk beeinflusst werden.

2.3.4. Anwendbarkeit auf Kugeln

Der Riss sollte einfach und reproduzierbar einzubringen, möglichst ähnlich einem mathematischen Schnitt und eigenspannungsfrei sein.

Es soll nun kurz die Anwendbarkeit der verschiedenen Methoden zur Bestimmung der Bruchzähigkeit auf Kugeln betrachtet werden, bei denen immer Kompromisse bezüglich der oben genannten Voraussetzungen gemacht werden müssen.

SEVNB: In Anlehnung an die SEVNB-Methode ist das Kerben der Kugeloberfläche mit einer Rasierklinge eine naheliegende Variante zur Erzeugung eines definierten „Risses“. Die „Rissfront“ ist eben und die Tiefe gut bestimmbar. Problematisch ist aber die Versuchsauswertung, da der Geometriefaktor für diese Probenform unbekannt ist. Dieser müsste analog zu [25] durch FE-Analysen ermittelt werden. Zur Erzeugung eines genau positionierbaren V-Kerbs müssten spezielle Einspannvorrichtungen gefertigt und ein Führungsschlitz für die Rasierklinge genau in die Äquatorebene geschnitten werden. Somit scheinen die Auswertung und die praktische Durchführung dieser Methode an der Kerbkugel nicht einfach zu sein.

IF: Diese Methode ist an allen geraden Flächen, z. B. Schliffen von Kugeln oder ebenen Proben, möglich. Die Vorfaktoren sind nur empirisch bekannt, d. h. die Auswertung ist mit Einschränkung zu betrachten.

An gekrümmten Flächen (z. B. den originalen Kugeln) würden sich die Vorfaktoren verändern und das Ergebnis verfälschen.

Diese Versuchsart liefert Zähigkeitskennwerte, aber keine exakten Werte für die Bruchzähigkeit. Die IF-Methode soll in dieser Arbeit wegen ihrer Einfachheit und

der verbreiteten Anwendung in der Industrie zu Vergleichszwecken an Schliffen der Kugeln durchgeführt werden.

IS: Dies ist die einfachste Methode, die für gekerbte Kugeln adaptiert werden kann. Sie ist allerdings nicht standardisiert. Die Messwerte müssen mit einem anderen Verfahren für jedes Material neu kalibriert werden. Ein nachträgliches Ausmessen des Risses ist nicht notwendig, jedoch sollten Kenntnisse über die Ausbildung des Rissystems unter dem Indent erlangt werden, um den Bereich des Vorfaktors einschränken zu können.

Da es an der Genauigkeit dieser Methode erhebliche Zweifel gibt [27], wird sie nicht weiter verfolgt.

SCF: Im Zugspannungsfeld der gekerbten Kugel soll ein definierter Startriss mit einem Knoopindenter erzeugt werden. Aufwendig ist das Abschleifen der plastischen Zone, da der Abtrag sehr punktuell und präzise erfolgen muss. Durch diese geometrische Veränderung der Kugelkalotte an der Zugseite ändert sich die Spannungsverteilung der belasteten Kerbkugel im Vergleich zum bisher betrachteten Fall der unabgeschliffenen Kerbkugel. Diese Veränderung muss mit einem Korrekturfaktor für die Spannungsberechnung berücksichtigt werden.

Wenn der eingebrachte Riss hinreichend klein gegenüber dem Ligament der Kerbkugel ist, kann die Berechnung des Geometriefaktors nach Newman und Raju vermutlich auf die Kugel übertragen werden (siehe Kap. 3.1).

Die größte Unsicherheit bleibt die Vermessung des Risses auf der Bruchfläche, da diese direkt und über die Geometriefunktion in die Versuchsauswertung eingeht. Zur Berechnung der Bruchzähigkeit nach Gl. 7 muss die Rissgröße möglichst genau bekannt sein.

Zusammengefasst hat die SCF-Methode aufgrund der Kombination von Aufwand und Genauigkeit ein großes Potential für eine Zähigkeitsmessung an spröden Kugeln mit dem KKV und soll in dieser Arbeit weiter untersucht werden.

3. Bruchzähigkeitstests an Kugeln – die modifizierte SCF-Methode

Bei der Anwendung der SCF-Methode auf gekerbte Kugeln wird der Knoop-Eindruckriss in die Zone der höchsten Zugspannungen normal zu diesen eingebracht. Zur Entfernung der Eigenspannungen wird dieser Bereich dann ein wenig abgeschliffen. Um die Bruchzähigkeit nach Gl. 7 berechnen zu können, müssen neben der Rissgröße auch die Bruchspannung σ und der Geometriefaktor Y bekannt sein. Da der Spannungsverlauf im Ligament einer Kerbkugel über typische Abmessungen von Eindruckrissen dem in einer balkenförmigen Biegeprobe sehr ähnlich ist, soll die Näherungsformel von Newman und Raju [25] – mit Anpassungen – verwendet werden. Dazu wird der Verlauf der rissöffnenden Spannungskomponente σ_z über den Riss benötigt.

Weiters verändert sich auch der Wert der maximalen Spannung an der Oberfläche mit zunehmender Abtragstiefe Δh . Um den bestehenden KKV bzw. die Formel für die Berechnung von σ_{KKV} trotzdem noch verwenden zu können, soll ein Korrekturfaktor für die Maximalspannung in Abhängigkeit von der Abtragstiefe, der Querkontraktionszahl und der Kerbform ermittelt werden.

Dazu wird das Spannungsfeld der abgeschliffenen Kerbkugel mit FEM berechnet. Für alle Berechnungen in diesem Kapitel wurde eine repräsentative Kerbkugel (im Folgenden als Referenzkerbkugel bezeichnet) ohne Riss mit der konkreten Kerbgeometrie: $\lambda = 0.8$, $\omega = 0.12$, $\rho = 0.33$ und $\nu = 0.27$ (mit $D = 5$ mm folgt für die Ligamentdicke $h = 1$ mm) verwendet. Wenn andere Werte benutzt werden, sind diese speziell angegeben.

In Abb. 12 wird ein Viertelmodell der Referenzkerbkugel mit einer Abtragstiefe von $\Delta h = 100$ μm gezeigt. Aus Teilbild a) sind die Segmentierung und die Randbedingungen ersichtlich. In Teilbild b) ist die Spannungsverteilung (σ_z) an der Oberfläche im zugbeanspruchten Bereich dargestellt und die Stelle der auftretenden Maximalspannung ist mit einem Label markiert.

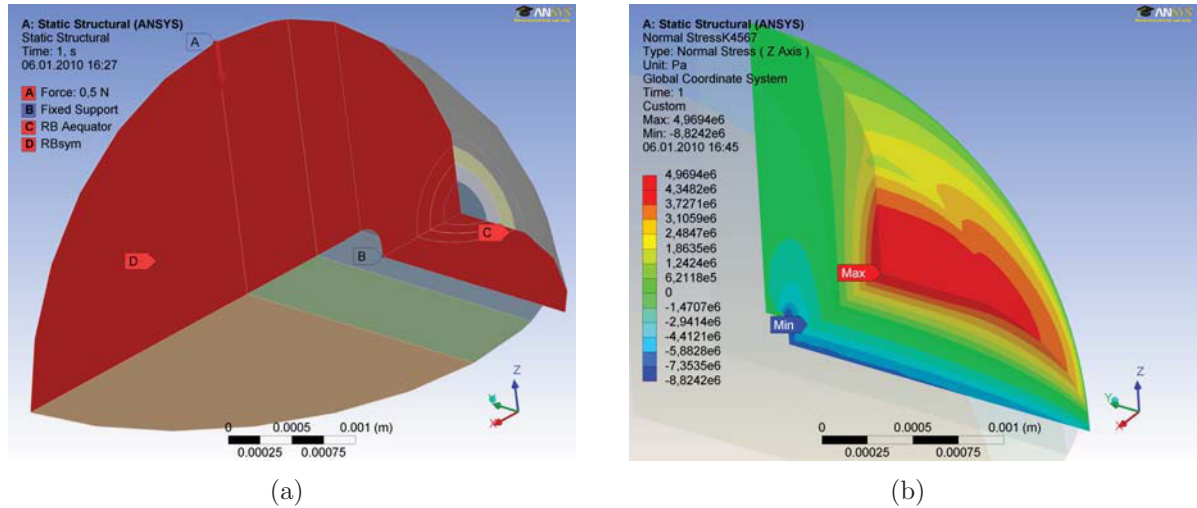


Abb. 12: Viertelmodell der belasteten Referenzkerbkugel mit einer Abtragtiefe von 100 μm : (a) Segmentierung und Randbedingungen: Punktlast (A), Fixierung (B) und Symmetriebedingungen (C,D), (b) Spannungsverteilung von σ_z an der Oberfläche im zugbeanspruchten Bereich.

3.1. Berechnung des Geometriefaktors Y für Kerbkugeln mit semi-elliptischem Oberflächenriss

Seit der Entwicklung der Griffith-Formel in der Bruchmechanik (Definition des SIF, Gl. 7) sind sehr viele Arbeiten bis hin zu ganzen Tabellenwerken zur Berechnung des Geometriefaktors erschienen [28, 29]. In einfachen Fällen (i. e. elliptischer Innenriss oder Edge-Crack) kann Y analytisch ermittelt werden. Hierfür muss man die Position und die Belastung des Risses auf berechenbare Schemen reduzieren. Für bekannte Probleme mit einer anderen Belastungssituation, z. B. einem exponentiellen statt einem konstanten Spannungsverlauf über den Riss, ist es möglich, die Methode der Gewichtsfunktionen (engl.: „weight functions“) für die Berechnung des Spannungsintensitätsfaktors anzuwenden [30]. Für alle anderen Fälle, wie komplizierte Rissgeometrien oder Spannungsverteilungen, muss ein numerisches Verfahren (z. B. die FE-Methode) herangezogen werden.

Es gibt auch experimentelle Methoden zur Bestimmung des Geometriefaktors, zum Beispiel die sog. „compliance method“ [31].

Es existiert eine Näherungsfunktion für den Geometriefaktor eines semi-elliptischen Oberflächenrisses (Publikation von Newman und Raju [25]) der Tiefe a und Rissbreite

$2c$ in einem rechteckigen Balken der Dicke t und der Breite $2b$ (siehe Abb. 11). Die Beanspruchungsarten sind Zug und/oder Biegung. Es gilt $Y = Y(a, t, c, b, \phi)$ (siehe Abb. 11). Sie ist in der SCF-Norm [1] beschrieben und auch in Anhang B angeführt.

Ist die Spannungsverteilung über den Riss im Test an den Kerbkugeln gleich wie im Test am Balken, kann diese Näherungsfunktion für die Berechnung des Geometriefaktors herangezogen werden. Der Spannungsverlauf im Balken nimmt in a -Richtung (über den Querschnitt t) linear ab.

Die Spannung σ_z über das Ligament der Referenzkerbkugel verläuft im Bereich von typischen Risstiefen ebenfalls annähernd linear (Abb. 13). Diese Spannungsverläufe wurden mit „Ansys 12 WB“ für drei verschiedene Kerbtiefen ($\lambda=0.75, 0.8$ und 0.85) und typischen relativen Abtragstiefen ($\alpha= 0.02, 0.03$ und 0.04) mit $\alpha = \Delta h/R$ (Absolutabtrag/Kugelradius) berechnet. Um die Spannungsverteilungen der unterschiedlichen Kerbkugeln vergleichen zu können, wurden dimensionslose Einheiten verwendet: $\xi = x/h'$ mit $h' (= h - \Delta h)$ als die Dicke des abgeschliffenen Ligaments. Die Spannungsverläufe $\sigma_{z,Lig}$ wurden auf das Zugspannungsmaximum (Pos. 1, $\xi = 0$) normiert. Im linken Diagramm ist die Dicke des gesamten Ligaments dargestellt ($0 \leq \xi \leq 1$), im rechten ein Ausschnitt daraus auf der Zugseite.

Die Spannungsverläufe für unterschiedliche λ sind im Zugbereich identisch, aber unterscheiden sich voneinander im Druckbereich. Deshalb wird im rechten Diagramm der Bereich über den Riss vergrößert gezeigt. Die relative Abtragtiefe α hat in diesem Bereich keinen signifikanten Einfluss auf das Spannungsprofil (Anm.: sehr wohl aber auf die Maximalspannung). Je nach relativer Kerbtiefe λ ergibt sich ein geringfügig anderer Verlauf. Alle anderen Kerbparameter haben sehr geringen Einfluss und wurden daher vernachlässigt.

Die Spannungswerte sind mit „Mathematica 7“ im Bereich von $0 \leq \xi \leq 0.2$ interpoliert worden, woraus sich die Näherungsformel in Gl. 19 ergibt. Die maximale Abweichung dieses Fit-Ansatzes von den FEM-Daten beträgt weniger als 0.24 %.

$$\sigma_{z,Lig}(\xi, \lambda) = 1 + (m_0\lambda + m_1\lambda^2) n_0 \xi + (m_2\lambda + m_3\lambda^2) n_1 \xi^2$$

mit

$$m_0 = -2.54721, m_1 = 2.17406, m_2 = 5.63419, m_3 = -6.07159,$$

$$n_0 = 3.93603, \quad n_1 = 3.00221,$$
(19)

Verwendet man den annähernd linearen Spannungsverlauf im Bereich des Risses, kann man einen äquivalenten Balken mit derselben Biegespannung wie im Randbereich des Ligaments der Kerbkugel konstruieren (siehe Abb. 14). Dessen Dicke $t = h_{eq}$ wird aus der Ligamentdicke h und einem Umrechnungsfaktor f_h berechnet:

$$h_{eq} = h' f_h \quad . \quad (20)$$

Der Wert des Umrechnungsfaktors f_h ist in Abb. 13 schematisch eingezeichnet und wird mittels der Sekante (rot strichlierte Linie) durch das Spannungsmaximum $\sigma_{z,Lig}(\xi = 0)$ und durch den Punkt $\sigma_{z,Lig}(\xi = a')$ berechnet (die relative Risstiefe a' ist gegeben durch $a' = a/h'$):

$$f_h = \frac{-2 a'}{\sigma_{z,Lig}(\xi = a', \lambda) - 1} \quad \text{mit} \quad a' = \frac{a}{h'} \quad . \quad (21)$$

Alle folgenden Geometriefaktoren der Kerbkugeln werden mittels $h_{eq} = t$ mit dem Newman-Raju Modell durchgeführt. Bedingung ist, dass der Riss hinreichend klein ist ($a/h' \leq 0.2$) und somit in einem biegebalkenähnlichen Spannungsfeld liegt. Die Spannung σ_z sollte auch konstant in der y-Richtung sein, um auch im Punkt C die gleiche Spannung wie in Pos. 1 ($\xi = 0$, siehe auch Abb. 16) zu haben (relevant in Bezug auf die

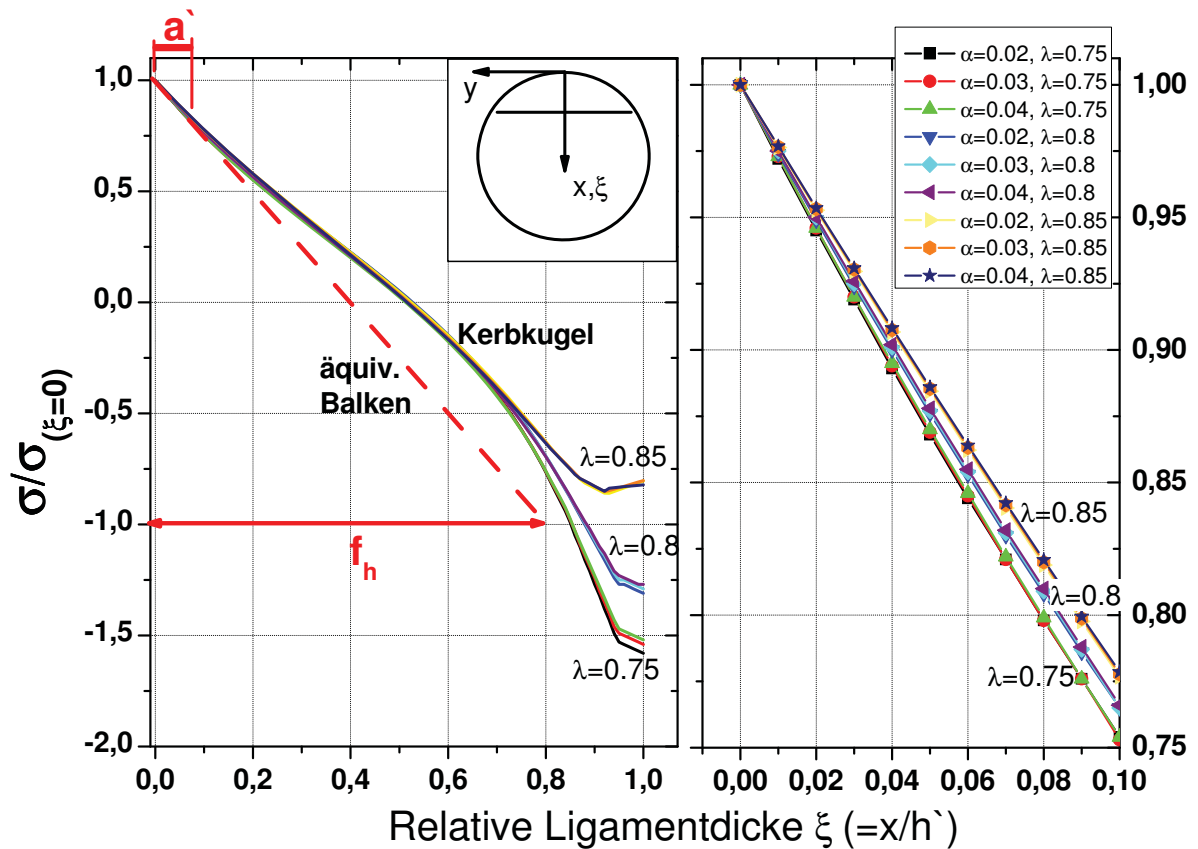


Abb. 13: Normierter Spannungsverlauf σ_z über das normierte abgeschliffene Ligament für verschiedene relative Abtragstiefen α und relative Kerbtiefen λ .

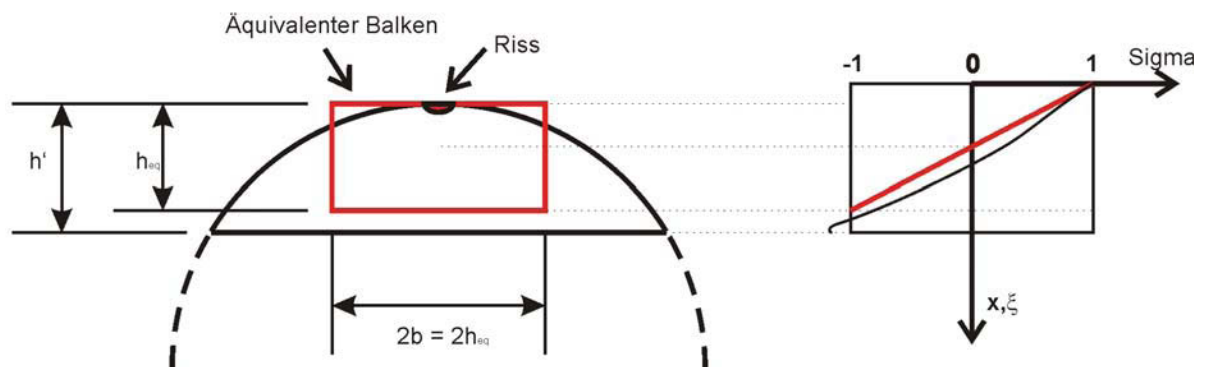


Abb. 14: Konstruktion eines zum Ligament (schwarz) äquivalenten Biegebalkens (rot). Es wird der annähernd lineare Spannungsverlauf der Kerbkugel im Rissbereich verwendet, um die Dicke h_{eq} des Balkens zu berechnen.

Auswertung des Geometriefaktors, da im Newman-Raju Modell von einer konstanten Spannung ausgegangen wird).

Die Krümmung der Kugeloberfläche ist nicht relevant, da die Kugel zur Entfernung der plastischen Zone abgeschliffen wird und die Oberfläche der Probe somit nicht gekrümmt ist. Beträgt der Durchmesser des abgeschliffenen Bereiches mindestens das Doppelte der Rissbreite ($2c$) (für die getesteten Kugel war dies der Fall), so kann die Spannung im Bereich des Risses in y -Richtung, wie in einem Biegebalken, als konstant angenommen werden. Die Spannungsabnahme in Punkt C (Rissspitze an der Oberfläche) beträgt für eine repräsentative Geometrie 1.2 % zum Maximum.

Auch wenn die Kugel nicht abgeschliffen wird, und die Risstiefe weniger als ein Drittel des Kugelradius beträgt, kann die Krümmung im Vorhinein vernachlässigt werden [26]. Die Breite des äquivalenten Biegebalkens $2b$ wird mit $2h_{eq}$ angenommen. Der mögliche Fehler durch diese Annahme ist äußerst gering im Promille Bereich. Der Einfluss der Breite des angenommenen Biegebalkens wird in Anhang B vertiefend behandelt.

3.2. Bestimmung der Spannung nach dem Materialabtrag

Durch die Entfernung von Material im höchstbelasteten Bereich der Kerbkugel verändert sich der Querschnitt des Ligaments und das Spannungsfeld an der Oberfläche. Der Einfluss des Abschleifens auf die Maximalspannung (an Pos. 1) soll nun analytisch und numerisch ermittelt werden.

Approximation des Ligamentes als langer Balken

Im KKV kann das Ligament wie ein langer Balken mit einem kreissegmentförmigen Querschnitt unter Biegung betrachtet werden. Der Randfaserabstand y_m ist der Abstand von der Oberfläche im Zugbereich bis zur neutralen Achse. Das Biegemoment wird über die zwei Halbkugeln eingeleitet, die wie Einspannvorrichtungen wirken, und nicht weiter betrachtet werden. Das Biege widerstandsmoment W_B dieses Balkens folgt

aus dem Flächenträgheitsmoment I und y_m . Die Randfaserspannung ist analytisch berechenbar und ist gegeben durch:

$$\sigma = \frac{M}{W_B} = \frac{M}{I/y_m} \quad (22)$$

Abb. 15 verdeutlicht die Veränderung der Randfaserspannung σ in Abhängigkeit des Abtrags Δh für verschiedene Geometrien des Ligaments normiert auf die Spannung ohne Abtrag. In Beispiel a) wurde der oben diskutierte Fall für eine Kerbkugel mit einem Radius von 2.5 mm und einer anfänglichen Ligamentdicke von 1.225 mm herangezogen. y_m nimmt anfangs schneller ab als I , wodurch W_B ein Maximum durchlaufen muss. Wird das Moment konstant angenommen, durchläuft die Randfaserspannung ein Minimum. Die Spannung fällt langsam ab, durchläuft bei ca. 50 μm ein flaches Minimum und steigt danach wie erwartet wieder an. Ein von der Spitze her abgeschliffenes Dreieck (b) zeigt diese Tendenz noch viel ausgeprägter, wohingegen ein flächig abgetragenes Rechteck (c) einen monoton mit Δh steigenden Spannungsverlauf aufweist.

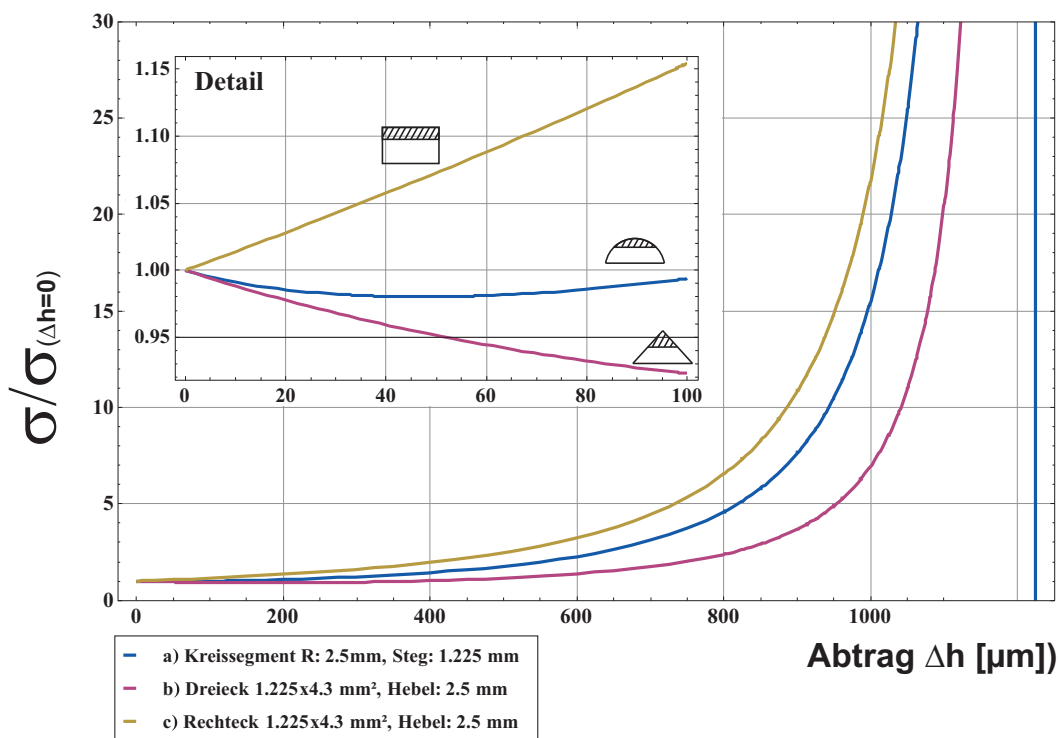


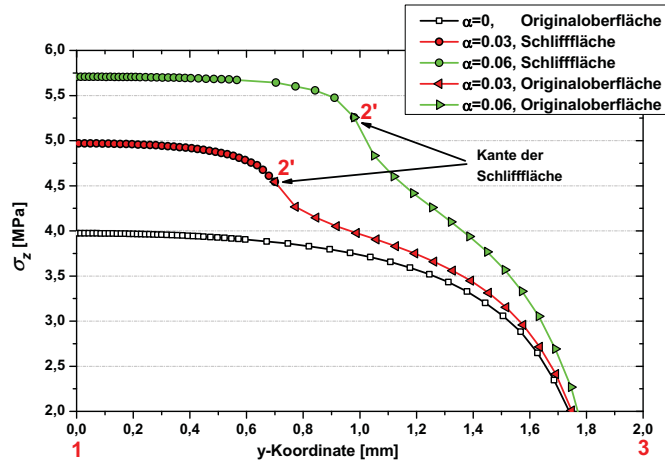
Abb. 15: Vergleich der normierten Randfaserspannung verschiedener Querschnitte.

Für dieses analytische Modell wurde die neutrale Faser als Gerade durch den Schwerpunkt angenommen, was aber unter anderem durch die Querkontraktion beeinflusst werden kann und eine Vereinfachung darstellt. Aus diesem Grund wurde eine dreidimensionale FE-Rechnung mit den gleichen Geometriedaten des kreissegmentförmigen Querschnitts und einigen Abtragstiefen durchgeführt. Die numerischen Ergebnisse passen sehr gut mit dem analytisch ermittelten Verlauf überein. Die Spannungsabnahme im Minimum beträgt wie im analytischen Modell 2 %, der Einfluss der Querkontraktion ist zur Berechnung der Randfaserspannung vernachlässigbar.

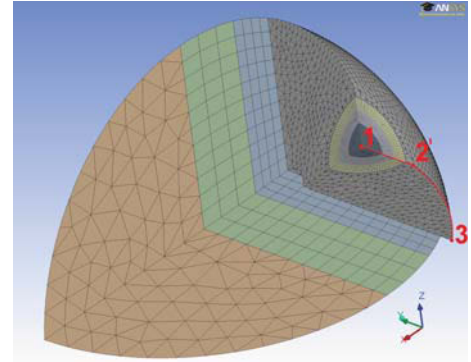
FE-Simulation der Kerbkugel

Die Kerbkugeln verhalten sich jedoch anders als ein langer Biegebalken. Die Balkentheorie geht von einer langen, dünnen Probe aus, bei welcher der Querschnitt über einen weiten Bereich konstant ist und sich die Probe bei Belastung nicht wölbt. Das trifft auf die gekerbte Kugel nicht zu. Es wurde ein entsprechendes FE-Modell der Referenzkerbkugel mit „Ansys 12 WB“ berechnet. Das Spannungsfeld der Oberfläche (σ_z) wurde bereits in Abb. 12 für $\Delta h = 100 \mu\text{m}$ gezeigt. Es unterscheidet sich deutlich von dem der nicht abgeschliffenen Kerbkugel (siehe Abb. 4).

Es sind die Spannungsverläufe der Referenzkugel an der Oberfläche bei unterschiedlichen Abtragstiefen ($\Delta h = 0 \mu\text{m}$, $100 \mu\text{m}$ und $200 \mu\text{m}$) entlang des Pfades 1-2'-3 analysiert worden (Abb. 16), um festzustellen, ob sich die Position des Maximums nach dem Materialabtrag verändert. Es soll auch der Übergang der Spannung von der Schlifffläche zur originalen Oberfläche analysiert werden (der Verlauf der verschiedenen Spannungs-komponenten an der Oberfläche ohne Abtrag ist bereits in Kap. 2.2 besprochen worden). Der Übergang befindet sich an Position 2' und ist im Diagramm mit Pfeilen markiert. Hier tritt keine Spannungsüberhöhung auf, jedoch ändert sich das Profil an Position 2' im Gegensatz zum Profil der Originalprobe. Das Maximum bleibt immer an Position 1, d. h. es bildet sich kein zweites Spannungsmaximum aus. Der Wert des Maximums nimmt nicht linear mit dem Abtrag zu.



(a)



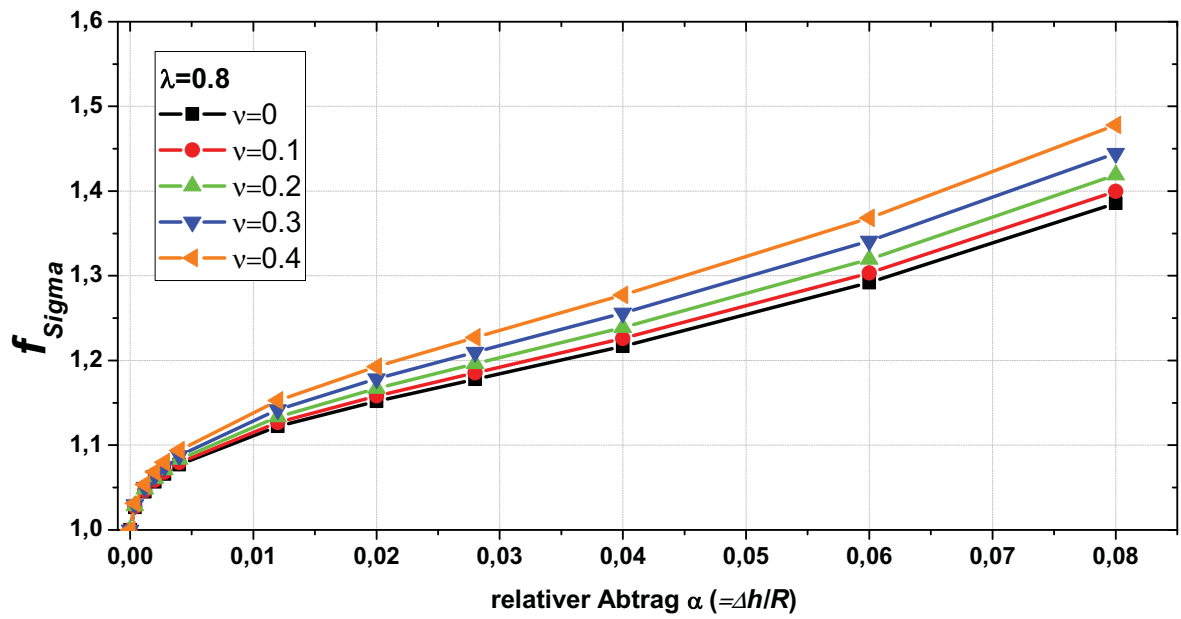
(b)

Abb. 16: Viertelmodell der Referenzkerbkugel: Spannungsverläufe an der Oberfläche bei unterschiedlichen Abtragstiefen und einer Belastung von 1 N: (a) Spannungsverteilung von σ_z an der Oberfläche entlang des eingezeichneten Pfades 1-2'-3 für die Originalkugel, $\Delta h = 100 \mu\text{m}$ und $\Delta h = 200 \mu\text{m}$, (b) Verwendetes FEM-Netz (ca. 60000 Elemente) und Definition des Pfades 1-2'-3.

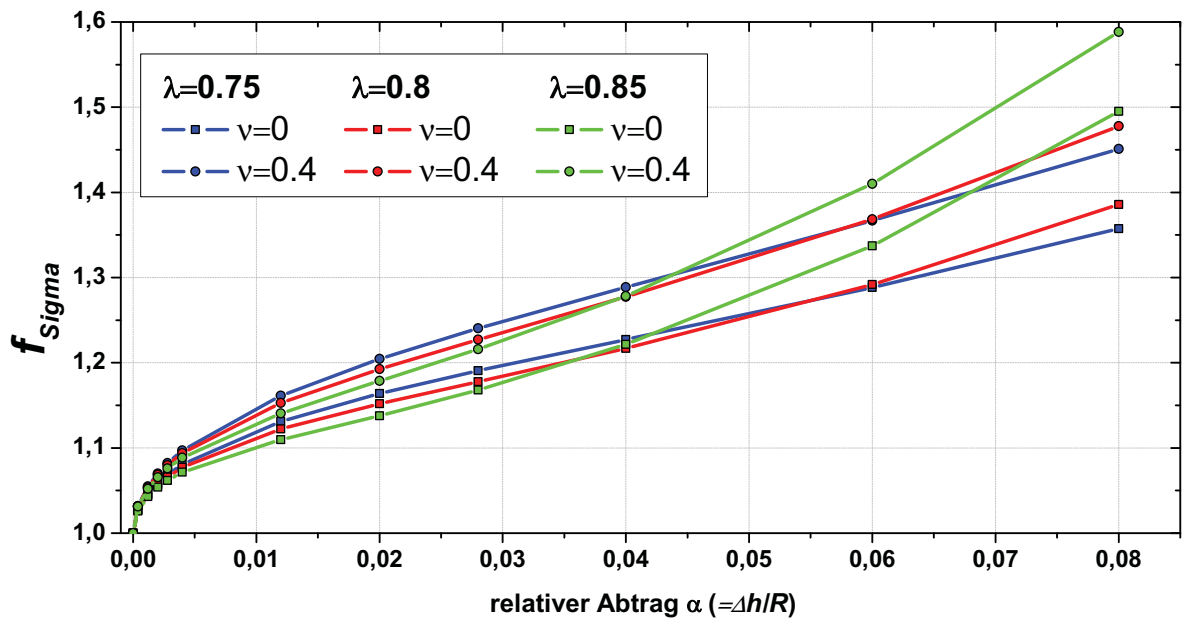
Zur weiteren Untersuchung des Einflusses des Abtrags auf die Maximalspannung an der Oberfläche wird diese in praktisch relevanten Intervallen, d. h. für die Querkontraktionszahl $0 \leq \nu \leq 0.4$, die relative Kerbtiefe $0.75 \leq \lambda \leq 0.85$ und des relativen Abtrags $0 \leq \alpha \leq 0.08$ berechnet (siehe Abb. 17). Der Wert der normierten Spannung $f_{\text{sigma}} = \sigma_{(\Delta h)} / \sigma_{(\Delta h=0)}$ kann direkt als Korrekturfaktor für die maximal auftretende Spannung bzw. für die ermittelte Bruchzähigkeit verwendet werden.

Die Verläufe in Abb. 17 unterscheiden sich deutlich von den analytischen und numerischen Ergebnissen für den langen Balken. Die Maximalspannung für den langen Balken durchläuft bei $\alpha \approx 0.02$ ein Minimum, bevor sie wieder wie erwartet ansteigt. Die Kerbkugel zeigt besonders bei geringen Abtragstiefen eine gegenläufige Tendenz. Der anfängliche $\sqrt{\alpha}$ -Verlauf wird mit zunehmender Kerb- und Abtragstiefe steiler.

In Abb. 17a ist die quadratische Abhängigkeit von ν zu erkennen, die in der Auswertung unbedingt berücksichtigt werden muss, d. h. die Querkontraktionszahl des Materials sollte möglichst genau bekannt sein.



(a)



(b)

Abb. 17: Verlauf des Korrekturfaktors der Spannung in Abhängigkeit des relativen Abtrags α : (a) Bei konstantem λ ist die quadratische Abhängigkeit von ν und ein anfänglicher $\sqrt{\alpha}$ -Verlauf zu erkennen, (b) Der Verlauf von f_{sigma} wird mit zunehmenden Kerb- und Abtragstiefen immer steiler.

Die Ergebnisse der numerischen Rechnung⁶ für die Kerbkugel sind mittels einer Regression mit „Mathematica 7“ angenähert worden, woraus sich die Näherungsformel in Gl. 23 für den Korrekturfaktor $f_{sigma}(\alpha, \lambda, \nu)$ ergibt. Die maximale Abweichung dieses Fit-Ansatzes von den FEM-Daten beträgt weniger als 0.025 % .

$$f_{sigma}(\alpha, \lambda, \nu) = 1 + (a_0 + a_1\nu + a_2\nu^2) (b_0 + b_1\lambda + b_2\lambda^2) \sqrt{\alpha} \\ + (a_3 + a_4\nu + a_5\nu^2) (b_3 + b_4\lambda + b_5\lambda^2) \alpha \\ + (a_6 + a_7\nu + a_8\nu^2) (b_6 + b_7\lambda + b_8\lambda^2) \alpha^2$$

mit

$$\begin{aligned} a_0 &= 1.41066, & a_1 &= 0.412993, & a_2 &= 0.810895, \\ a_3 &= 1.15382, & a_4 &= 0.148701, & a_5 &= -0.427625, \\ a_6 &= 3.21057, & a_7 &= 0.0553239, & a_8 &= 0.372107, \\ b_0 &= -0.588405, & b_1 &= 4.27186, & b_2 &= -2.89106, \\ b_3 &= -18.7246, & b_4 &= 56.1111, & b_5 &= -44.8249, \\ b_6 &= 565.042, & b_7 &= -1527.31, & b_8 &= 1043.74 \end{aligned} \quad (23)$$

Da diese ausführliche Analyse nur für die Referenzkugel durchgeführt wurde (d. h. $D= 5$ mm), ist zu prüfen, ob diese Approximationsformel auch für andere Kugelgrößen gültig ist. Dafür erfolgte eine spezielle Berechnungsserie für eine andere Kerbkugel mit $D=12.7$ mm, $\nu = 0.3$ und $\lambda = 0.8$. Der Verlauf von f_{sigma} über α ist exakt gleich. Die maximale Abweichung von f_{sigma} dieser zwei Kugelgrößen liegt unter 0.01%. Sie ist wahrscheinlich auf numerische Fehler zurückzuführen.

Gleichung 23 kann somit zur Berechnung von f_{sigma} für alle Kugelgrößen in den angegebenen Bereichen der relativen Geometrieparameter verwendet werden. Dieser Korrekturfaktor fließt in alle folgenden Berechnungen der Bruchspannung der abgeschliffen Kerbkugeln ein.

⁶Um die Genauigkeit dieser FE-Rechnung zu kontrollieren, wurden zwei weitere unabhängige Modelle erstellt und mit drei Abtragstiefen und einer Querkontraktion von 0.3 evaluiert. Die Abweichung des ersten Modells, erstellt mit „Ansys 12 APDL“ und Abtragsgenerierung durch „Mesh Morphing“, beträgt maximal 0.3 % und die des mit „ABAQUS 6.9-1“ erstellten Modells maximal 1.7 % im Vergleich zur FE-Rechnung mit Ansys WB.

3.3. Zusammenfassung

Die Auswertung der modifizierten SCF-Versuche an den Kerbkugeln erfolgt nach folgender Formel:

$$\begin{aligned} K_{Ic} &= \sigma_{KKV} f_{sigma} Y_{(max)} \sqrt{a\pi} \\ \sigma_{KKV} &= \sigma_{KKV}(\lambda, \omega, \rho, \nu, F, h) \\ f_{sigma} &= f_{sigma}(\alpha, \lambda, \nu) \\ Y &= Y(a, t = h_{eq}, c, b = h_{eq}, \phi) \\ h_{eq} &= h' f_h(a, \Delta h, h, \lambda) \end{aligned} \tag{24}$$

Der Geometriefaktor Y wird entweder im Punkt A ($\phi=90^\circ$) oder C ($\phi=0^\circ$) maximal. Zur Berechnung der Bruchzähigkeit wird das Maximum ($Y_{(max)}$) herangezogen, da man davon ausgehen kann, dass der Riss am korrespondierenden Punkt kritisch wird.

4. Praktische Durchführung der Kerbkugelversuche

4.1. Vorbereitungen und Kerben der Kugel

Es wurden Festigkeits- (typischer KKV) als auch Zähigkeitsversuche (modifizierte SCF-Methode) an Kerbkugeln durchgeführt. Um die Festigkeitseigenschaften von keramischen Kugeln im Originalzustand zu prüfen, sind Beschädigungen an der zu prüfenden Oberfläche zu vermeiden. Kontaktschädigungen – diese können durch gegenseitiges Aufeinanderprallen oder durch Auftreffen der Kugeln auf einen harten Untergrund aus großer Höhe verursacht werden – entstehen durch den Herstellungsprozess oder danach durch falsches Handling bei der Aufbewahrung und dem Transport der Kugeln.

Durch Zusammenstoßen bzw. Zusammendrücken zweier Kugeln entsteht ein kreisförmiger Riss an der Oberfläche (ein sogenannter Hertzscher Riss [32]), welcher kegelstumpfförmig in das Material reicht. Bei z. B. einem schiefen Auftreffwinkel entsteht an der Oberfläche nur ein partieller Kreis, auch C-Riss genannt. Dieser ist ein häufig auftretender Defekt in keramischen Kugeln und eine derart geschädigte Probe kann bei einer Vorinspektion meist ausgeschieden werden.

Aus diesem Grund wurde eine Einganginspektion auf offensichtliche Schäden durchgeführt, bei der jedoch keine Defekte festgestellt werden konnten. Danach wurden die Kugeln mit Aceton gereinigt. Der Durchmesser der Kugeln wurde mit einer Mikrometerschraube der Marke Mitutoyo aus mindestens drei Einzelmessungen bestimmt. Für alle Kugeln lag die Abweichung innerhalb der Messgenauigkeit der Mikrometerschraube ($\pm 1 \mu\text{m}$). Die Dichte der Kugeln wurde aus ihrem Durchmesser und ihrer Masse errechnet. Die Wägung erfolgte mit einer Präzisionswaage der Marke Satorius (0.1 mg Anzeigegenauigkeit).

Jeweils 50 Kugeln wurden in eine Metalleiste mit einer V-Kerbe mittels Heißkleber Crystal Bond – dieser ist bis ca. 200°C zersetzungsbeständig und gut in Aceton löslich – fixiert (siehe Abb. 18). Mit diesem Aufbau wurde in die Kugeln ein Kerb mittels einer Diamanttrennscheibe entsprechender Stärke (in diesem Fall 0.6 mm) eingebracht. Die Absenkung der Scheibe pro Schnitt wurde mit ca. 1–2 μm möglichst klein gehalten, um Ausbrüche im Randbereich zu vermeiden. Um eine homogene Kerbgeometrie zu

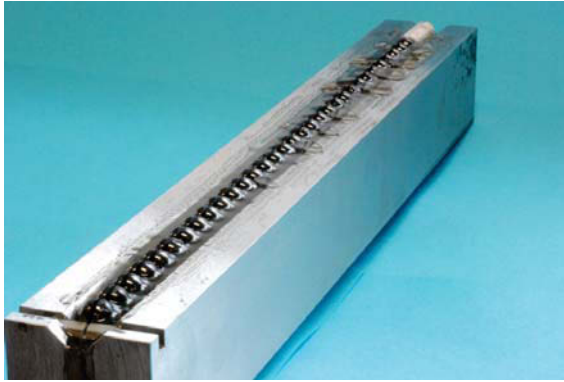


Abb. 18: Durch Einkleben der Kugeln wird eine präzise Kerbfertigung ermöglicht.

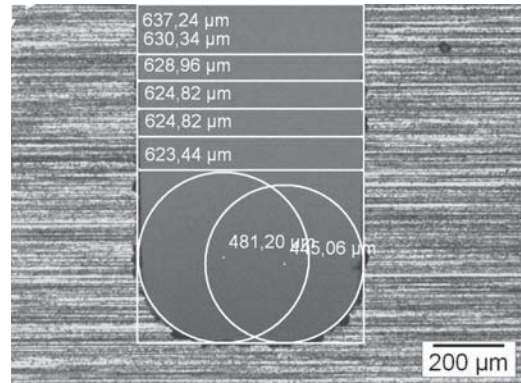


Abb. 19: ZrO_2 - Die Ausmessung der Kerbgeometrie erfolgt für jedes Material und jeden Schnitt einzeln.

gewährleisten, wurden am Anfang der Kugelreihe ein Anschlagstück und am Ende der Kugelreihe ein Schlusstück aus einem ähnlichen Material, wie die zu kerbenden Kugeln, eingeklebt. Dadurch wurde das Flattern der Trennscheibe im Bereich der Kugel minimiert. Die Auswirkungen des Verschleißes der Diamanttrennscheibe auf die Kerbbreite und den Kerbgrundradius wurden berücksichtigt, indem die Geometrie des Kerbs jeder Charge optisch an diesem Anschlagstück vermessen wurde (siehe Abb. 19).

Durch diese Vorgangsweise kam die später zugbeanspruchte Oberfläche der Kerbkugel nie mit einem harten Untergrund in Kontakt und konnte somit nicht beschädigt werden (siehe Abb. 20). Nach dem Kerben der Kugeln wurde die gesamte Leiste erhitzt; dabei wird der Kleber wieder zähflüssig. Die Kugeln wurden dann vorsichtig ausgebettet und mit Aceton gereinigt. Anschließend wurde die Dicke h des Ligamentes mechanisch vermessen (siehe Abb. 21a). Hierbei ist unbedingt zu beachten, dass die Kerbe nicht rechteckig sondern ausgerundet ist. Daher muss die Schneide des Messhilfsmittels eine Fase aufweisen (Abb. 21b).

Abschließend sollten eventuell vorhandene Defekte (Risse, Poren, etc.) an der Zugseite der Kerbkugel mit fluoreszierender Risseindringfarbe detektiert werden. Dies ist die letzte (und zuverlässigste) Möglichkeit eine Vorschädigung in der Kugel festzustellen. Nur bei Proben aus Aluminiumoxid konnte eine Pore in kritischer Lage festgestellt werden, wie in Abb. 22 ersichtlich. Solche Defekte sind nur für die Festigkeit relevant. Kleine

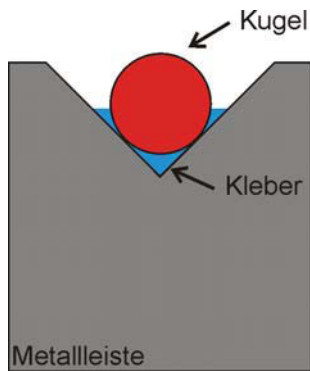
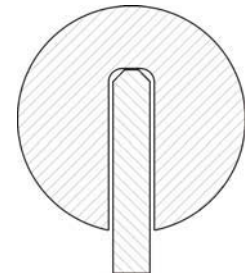


Abb. 20: Durch Präparation und Kerben der Kugeln werden deren Rückseiten nicht verletzt.



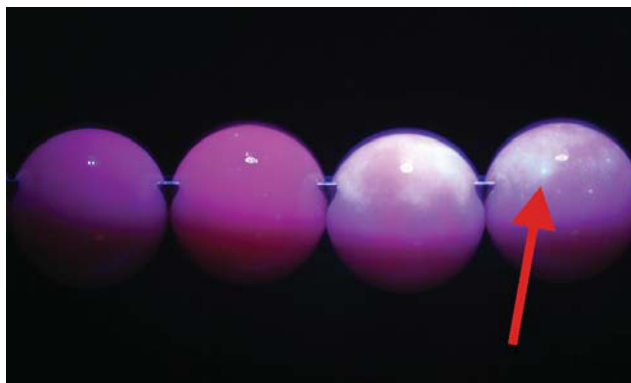
(a)



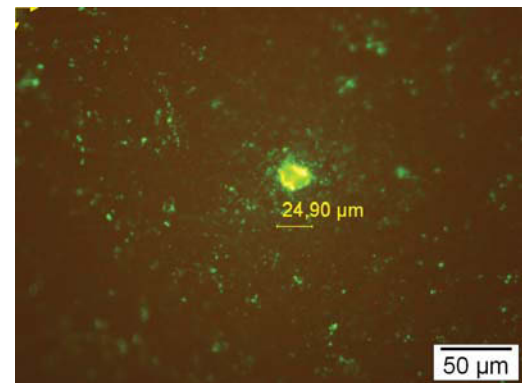
(b)

Abb. 21: Messung der Ligamentdicke h ; aufgrund der der Kerbgrundausrundung muss das Messhilfsmittel mit einer Fasse versehen sein.

Defekte sind jedoch für die Zähigkeitsprüfung unwesentlich, da die später eingebrachten Knoop-Eindruckriss deutlich größer sind.



(a)



(b)

Abb. 22: Voruntersuchung der Kerbkugeln mit fluoreszierender Risseindringfarbe: (a) Sichtbarmachung von Defekten durch Fluoreszenzfarbe und UV-Licht am Beispiel Al_2O_3 , (b) Pore an der Oberfläche in einer Al_2O_3 -Kugel.

4.2. Durchführung der SCF-Versuche an Kerbkugeln

4.2.1. Einbringen eines Startrisses

Bei der Einbringung des Knoop-Indents ist es analog zur Norm [1] notwendig, den Riss normal zur ersten Hauptnormalspannungskomponente zu positionieren (Abweichung $\leq 2^\circ$). Man kann sich gut am bereits bestehenden Kerb orientieren. Die Kugel wird, wie bei

der Ligamentmessung, auf eine Schneide aufgesteckt (in diesem Fall ein Si_3N_4 -Plättchen) und gegen ein Verrutschen gesichert. Für diese Arbeit wurden teilbare Aluminiumzylinder gefertigt, in deren Mitte ein passendes Plättchen geklemmt und die Kerbkugel darauf mit Alleskleber fixiert wird (Abb. 23a). Dieses Plättchen muss (analog zu Ligamentmessung, siehe Abb. 21b) mit einer Fase versehen sein.

Der Zylinder befindet sich auf einer 0.5° zur Horizontalen geneigten Ebene, um eine Kontrastwirkung für die spätere Rissausmessung zu erreichen (Abb. 23b). Ein Beispiel für einen erzeugten Härteeindruck auf einer 5 mm Kugel ist in Abb. 23c zu sehen.

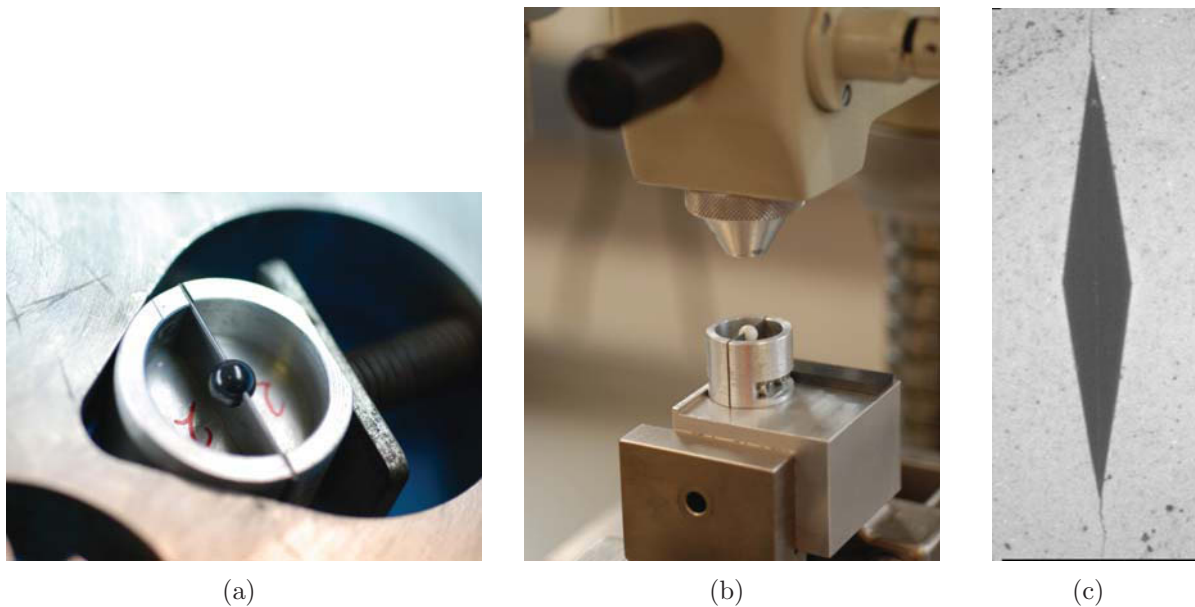


Abb. 23: Risseinbringung in die Zugseite der Kerbkugel mit einem Knoopindenter: (a) Detailaufnahme: Die gekerbte Kugel wird auf eine spezielle Halterung aufgeklebt, (b) Durch einen speziell gefertigten Block mit schiefer Ebene und Anschlag kann der Zylinder unter dem Härteprüfer ausgerichtet werden, (c) Härteeindruck in SN mit einer langen Diagonale von rund 0.3 mm.

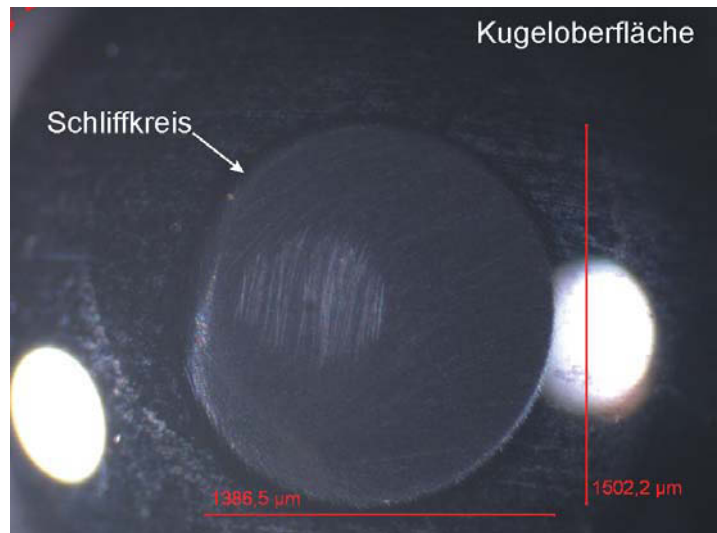
4.2.2. Materialabtrag

Wie bereits in Kapitel 2.3.3 beschrieben, muss das durch den Eindruck plastisch verformte Material abgetragen werden, um unerwünschte Eigenspannungen zu entfernen. Dies erfolgt durch Abschleifen eines kleinen Bereiches der Kerbkugel (verwendetes Poliergerät: Planopol-V der Firma Struers). Dafür werden die Aluminiumzylinder mit aufgeklebten Kugeln in einer Schliffhalterung fixiert. Eine hohe Genauigkeit wird erreicht,

wenn nur drei Proben (statt der möglichen sechs) auf einmal präpariert werden. Für eine grobe Messung des Abtragfortschritts wurde eine Messuhr der Marke Helios verwendet. Es wird die Höhendifferenz zwischen dem höchsten Punkt der fixierten Kugel und einer Stelle in der Mitte der Schliffhalterung gemessen (Abb. 24a). Die mechanische Messung ist auf ca. $\pm 20 \mu\text{m}$ genau (Anm.: Für eine präzisere Messung sollte falls möglich als Referenzpunkt das Si_3N_4 -Plättchen gewählt werden.). Optisch, d. h. durch Vermessen des Durchmessers des Schnittkreises (Abb. 24b), war eine Berechnung des Abtrags zu ungenau, da die Kanten beim Polieren abgerundet werden und durch eine bevorzugte Schleifrichtung eine leichte Ellipse entstand. Am Beispiel einer ungültigen Probe (Abb. 24b) ist außerdem durch die Kratzspuren (verursacht durch die mechanische Messung) zu erkennen, dass sich der höchste Punkt nicht in der Mitte der abgetragenen Fläche befindet.



(a)



(b)

Abb. 24: Abtrag der plastischen Zone: (a) Mechanische Messung des Abtragfortschritts, (b) Ungleichmäßiger Abtrag durch schlechte Einspannung oder Politurereffekte: Es bildet sich eine Ellipse aus, deren Mittelpunkt nicht der höchste Punkt ist.

In Anlehnung zur SCF-Methode wurde eine Abtragtiefe von mindestens $(d \cdot f_d)/6$ angestrebt. Dabei ist d die lange Diagonale des Knoopindents und f_d ein Korrekturfaktor für die Diagonalenlänge auf einer gekrümmten Oberfläche. Die Diagonale wird auf der Kugel im Vergleich zur Ebene kürzer. Aus ersten Vorversuchen wurde ein $f_d = 1.2$ bestimmt und für alle weiteren Versuche verwendet. Weitere Details siehe Anhang C.

Abschließend wurden die Proben mit $1\ \mu\text{m}$ Diamantpaste poliert. Durch Erhitzen wurde der Kleber zähflüssig, die Kugel konnte abgenommen und mit Aceton vom Kleber gereinigt werden. Der exakte Abtrag wird mittels neuerlicher Ligamentmessung (siehe Abb. 21) vor dem Bruchversuch eruiert.

4.2.3. Ermittlung der Bruchkraft

Nach der Präparation der Kerbkugeln wurden die Bruchkräfte analog zum KKV ermittelt. Die Prüfmaschine MIDI 25-5/6x11 der Firma Messphysik ist eine Sonderanfertigung mit hoher Steifigkeit (lateral und transversal). Es wurden ein Motorverstärker Messphysik ME5-88 und eine Steuerungsbox Doli EDC580 verwendet. Alle Messungen erfolgten mit einer AEP TC4-Kraftmessdose⁷ und Stempeln aus Si_3N_4 .

Nach der Positionierung der Kerbkugel zwischen den Stempeln mit einer Schablone (Abb. 25a) wurde eine Vorkraft von 10 N angelegt. Dann wurde die Schablone entfernt (Abb. 25b) und die Kerbkugel mit konstanter Geschwindigkeit bis zum Bruch belastet. Die Maximalkraft wird später für die Auswertung der Festigkeit bzw. der Zähigkeit herangezogen.

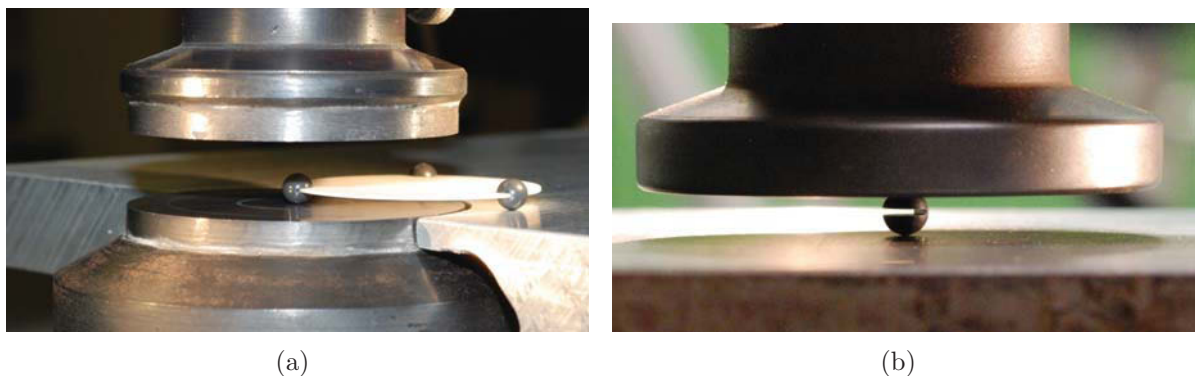


Abb. 25: Einlegen und Brechen der Kerbkugel: (a) Horizontale Positionierung der Kerbkugel mittels einer Schablone, (b) Belasten der Kerbkugel bis zum Bruch.

4.2.4. Vermessen der Rissgeometrie

Nach der Erzeugung des Startrisses muss dessen Geometrie vermessen werden. Die Bestimmung der Rissbreite c ist auch auf der Oberfläche möglich; die der Risstiefe a erst

⁷Die Kraftmessdose entspricht Genauigkeitsklasse I nach EN ISO 7500-1:2004. Laut letztem Kennlinienprotokoll beträgt die Abweichung der Kraftmessung unter 0.1 %.

nach dem Bruch. Um das Vermessen der Rissgeometrie zu erleichtern, wurde fluoreszierende Risseindringfarbe (FZF) verwendet, welche mit UV-Licht sichtbar gemacht werden kann und einen guten Kontrast zur Restbruchfläche ermöglicht⁸.

Da diese Farbe jedoch schlecht trocknet, kann sie auf der Bruchfläche durch Kapillarkräfte „weiterkriechen“, und so die Auswertung verfälschen. Für diese Arbeit wurde FZF der Marke WB-200 (RIL-Chemie) und eine UV-Quelle Olympus U-RFL-T für das Lichtmikroskop verwendet. Aufgrund der geringen Intensität der vorhandenen UV-Quelle lagen die typischen Belichtungszeiten zwischen 0.1 und 2 Sekunden⁹.

In Abb. 26 ist die Oberfläche in verschiedenen Stadien des Abtragfortschritts zu sehen. Bild a) zeigt den unpräparierten Indent (mit Grünfilter, ohne FZF), b) mit FZF. Es sind ausgehend von den Ecken die Risse eindeutig zu erkennen. Bild c) zeigt dieselbe, aber abgeschliffene Probe. Man kann nur mehr den einzelnen Riss erkennen, der vollständig geschlossen und etwas kürzer geworden ist. In Abb. 27 ist die Rissausmessung der Probe SNRef-k04 (Referenzmaterial) an der Oberfläche (2c, vor Bruch, Abb. 27a) und auf der Bruchfläche (a und 2c, Abb. 27b) zu sehen. Die Messwerte für die Rissbreite 2c an der Oberfläche und an der Bruchfläche passen generell gut überein.

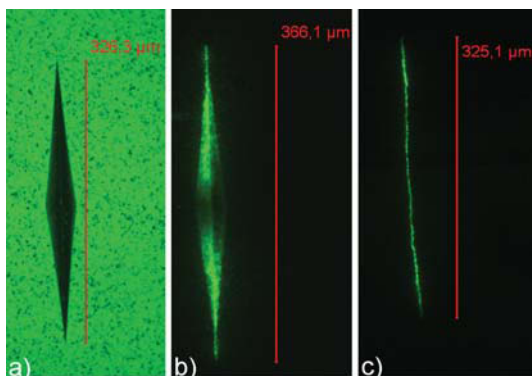


Abb. 26: Indent vor Abtrag a) ohne FZF, b) mit FZF; c) Riss nach Abtrag mit FZF.

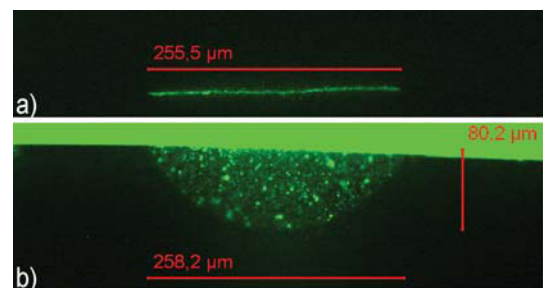


Abb. 27: Rissausmessung mit FZF a) an der Oberfläche, b) auf der Bruchfläche.

Die optimale Einwirkzeit der FZF liegt zwischen mindestens 15 Minuten und einem Tag. Sie kann vor oder nach dem Indentieren aufgetragen werden, jedenfalls noch vor

⁸Bei Versuchen mit konventioneller Risseindringfarbe stellte sich heraus, dass diese nicht in den Riss eindringen konnte. Daher wurde sie nicht verwendet.

⁹Eine Betrachtung eines Defektes mit dem Lichtmikroskop ist nur mittels CCD-Kamera möglich. Bei einer Unkenntnis der genauen Position des Risses wird aufgrund der langen Belichtungszeiten die Suche bei den benötigten höheren Vergrößerungen deutlich erschwert.

dem Materialabtrag. Nur wenn der Riss durch die Eigenspannungen noch geöffnet ist, kann die Farbe in den Riss eindringen.

4.3. Durchführung der IF-Versuche

Zum Vergleich mit den Ergebnissen, die mit der modifizierten SCF-Methode gewonnen wurden, sind an allen untersuchten Werkstoffen „Indentation Fracture“-Versuche durchgeführt worden. Die Kugeln wurden heißeingebettet und bis zur Äquatorebene heruntergeschliffen.

Alle Proben wurden bis 1 μm poliert und der Indent bzw. die Eindruckrisse mit dem Lichtmikroskop mit jeweils höchst möglicher Vergrößerung vermessen. Alle Indents haben einen Mindestabstand von 1.5 mm vom Kugelrand.

Die Auswertung erfolgte jeweils nach Niihara (Gl. 16) und Miyoshi (Gl. 15) an standardmäßig zehn, mindestens jedoch an fünf hinreichend gut vermessbaren Eindrücken. Diese Auswerteformeln sind mittels verschiedener Materialien kalibriert, wurden aber für alle vorhandenen Werkstoffe verwendet. Es ist damit möglich, dass die so ermittelten IFR-Werte eine große Abweichung zu den Ergebnissen von Bruchzähigkeitsmessmethoden aufweisen können. Pro Eindrucklast und Material ist mindestens ein ausgewerteter Indent in Anhang D dargestellt .

Voraussetzungen für die Gültigkeit der Messung (und damit auch für den Lastbereich) sind ein Indent mit scharfen Ecken bzw. ohne starke Ausbrüche und ein dominanter Riss pro Ecke. Die Eindrucklast ist nach unten mit der Entstehung oder der Ausmessbarkeit der Risse oder des Indents (Porosität, Auflösung des Lichtmikroskops) und nach oben durch Chipping (Abplatzungen, die dazu führen, dass der Indent nicht mehr ausmessbar ist) oder durch die maximal mögliche Last des Indenters (30 kg) begrenzt. Zur Kontrastverbesserung beim Ausmessen wurde in manchen Fällen ein Grünfilter für das Mikroskop verwendet.

5. Experimentelle Ergebnisse

Zur Verifizierung der Zähigkeitsmessungen steht als Referenzmaterial ein Siliziumnitrid (SNRef) in Form von 5 mm Kugeln und Platten zur Verfügung. Die Ergebnisse an diesen Kugeln wurden bereits in der Publikation von Supancic *et al.* [9] beschrieben, in der der KKV theoretisch und experimentell untersucht wurde. Da auch genügend Plattenmaterial zur Fertigung von Biegebalken vorhanden war, eignet sich dieser Si_3N_4 -Werkstoff für einen Vergleich der neu entwickelten Methode mit bestehenden Zähigkeitsprüfmethoden.

Anschließend wird die Anwendbarkeit der Methodik für vier verschiedene Strukturkeramiken studiert, die für den Einsatz in Lagern möglich sind. Von diesen Kugeln wurden jeweils 60 Stück von der Firma SKF zur Verfügung gestellt. Die einheitliche Größe ist ein wesentlicher Vorteil, weil dadurch relative Fehler in der Methodik bzw. Berechnung vermieden werden können und der Aufwand der Probenpräparation minimiert wird.

5.1. Materialcharakterisierung

5.1.1. Probenbeschreibung

Eine Zusammenfassung der wichtigsten Eigenschaften der erhaltenen Kugelarten gibt Tab. 1.

Tab. 1: Eigenschaften der Kugeln bei Raumtemperatur.

Kurzname	SNRef	SN	ZO	AO	SC
Material	Si_3N_4	Si_3N_4	ZrO_2	Al_2O_3	SiC
Lieferant	-	SKF	SKF	SKF	SKF
Durchmesser [μm]	4999 ± 1	5550 ± 1	5555 ± 1	5554 ± 1	5554 ± 1
Masse [mg]	$209,6 \pm 0,3$	$286,38 \pm 0,34$	$546 \pm 0,26$	$353,22 \pm 0,27$	$276,51 \pm 0,55$
Dichte [kg/m^3]	3204 ± 3	3199 ± 4	6083 ± 3	3938 ± 3	3082 ± 6
Härte (HV5)	1585 ± 29	1627 ± 44	1283 ± 13	1611 ± 66	2274 ± 128
E-Modul [GPa]	306 ± 4	$306,35 \pm 0,11$	$217,47 \pm 0,02$	$386,59 \pm 0,11$	$389,82 \pm 0,14$
Poissonzahl	0,268	0,269	0,332	0,234	0,16

Die Bestimmung der elastischen Konstanten bei Raumtemperatur erfolgte in Zusammenarbeit mit dem Institut für Materialphysik, Univ. Wien (Prof. Kromp, Prof. Peterlik). Die „Resonant Ultrasonic Spectroscopy“ (RUS)-Methode [33] steht als dynamisches

Verfahren auf Basis von Eigenmoden zur Verfügung¹⁰. Die Härte wurde im Zuge der IF-Versuche ermittelt; die Bestimmung der Masse, des Durchmessers und der Dichte sind in Kap. 4.1 beschrieben.

5.1.2. Gefüge

Es wurden von jedem Material Schriffe angefertigt und mit entsprechenden Methoden (mittels Plasma oder thermisch) geätzt. Alle Proben wurden mit Gold besputtert, um Aufnahmen im Rasterelektronenmikroskop zu ermöglichen.

Die Materialien SN (Abb. 28) und SNRef (Abb. 29) zeigen ein feinkörniges, in-situ verstärktes Gefüge, wie es für Siliziumnitride dieser Qualität üblich ist. SN ist etwas feinkörniger, weist jedoch Mikroporosität auf (markierte Bereiche).

In Abb. 30 ist das Gefüge von ZO dargestellt, das eine stark bimodale Korngrößenverteilung aufweist. Die mittlere Korngröße liegt unter 1 µm Durchmesser. Es gibt jedoch Riesenkörner mit Durchmessern bis 5 µm. In dem Bild ist die größte Ansammlung von Riesenkörnern zu sehen, welche in der Untersuchung gefunden wurde. Dieses Material könnte durch eine verbesserte Prozessführung noch optimiert werden.

Das Material AO hat ebenfalls eine bimodale Korngrößenverteilung (Abb. 31) und zeigt starke intra- und intergranulare Porosität. Mit einer energiedispersiven Spektroskopieanalyse (EDX) konnte eine stäbchen- oder plattenförmige, magnesiumreiche Spinellphase (MgAl_2O_4) nachgewiesen werden.

Das Material SC zeigt die charakteristische, scharfkantige Porosität eines Siliziumkarbids (siehe Abb. 32). Man sieht eine zweite (dunkelgraue) Phase, die im Vergleich zur Matrix reicher an Kohlenstoff ist. Mit der EDX-Analyse ist keine quantitative Aussage möglich. In Abb. 33 ist eine Porencluster zu sehen, wie es mehrmals auf den Schliffen zu finden war (auch im Randbereich, was einen erheblichen Einfluss auf die Festigkeit haben kann). Diese Ansammlungen von Poren sind typische Sinterfehler.

¹⁰Die Kugeln eignen sich sehr gut zur Bestimmung der elastischen Konstanten mit der RUS-Methode, da die benötigten Eingangsgrößen für die Evaluierung der elastischen Konstanten sehr genau bestimmbar sind (i. e. Geometrie, Dichte).

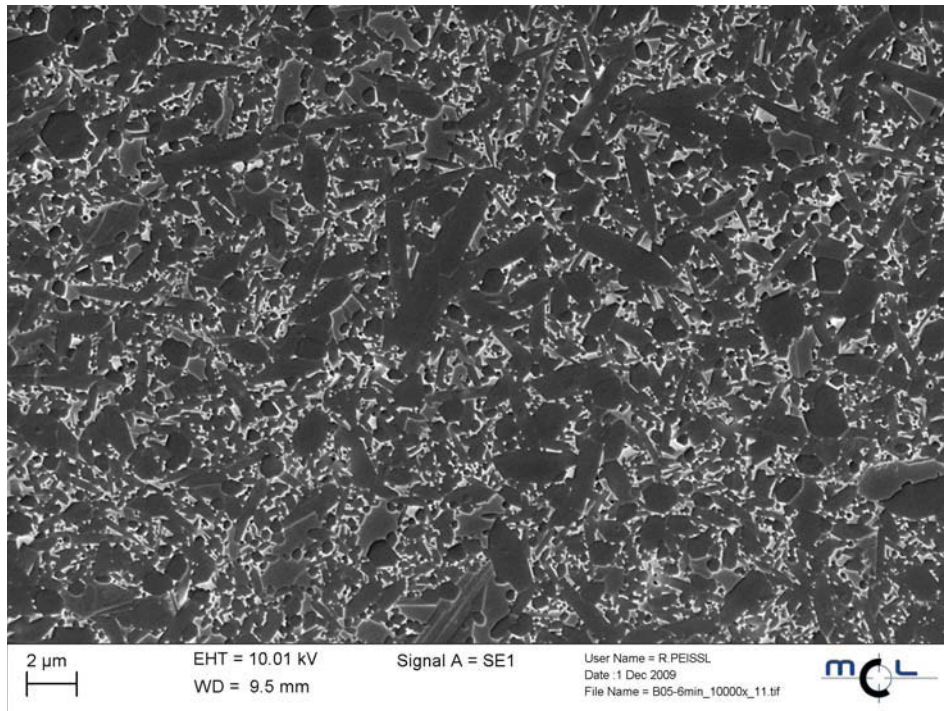


Abb. 28: Material SNRef, plasmageätzt ($\text{CF}_4 : \text{O}_2 = 2 : 1$, 6 min), die dunkle Phase ist Si_3N_4 und die helle Phase ist die Glasphase.

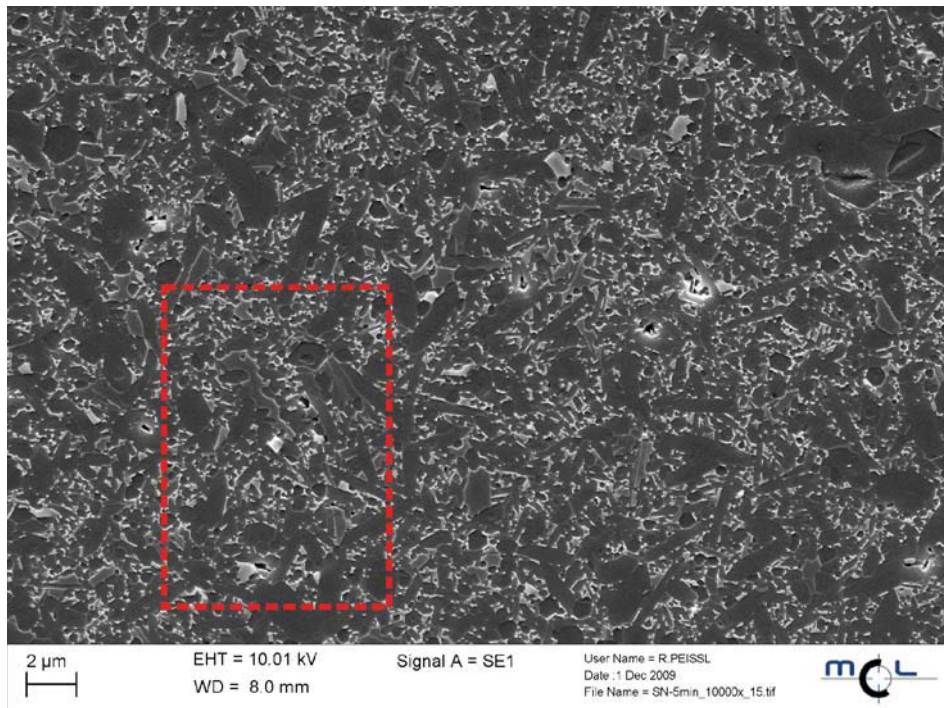


Abb. 29: Material SN, plasmageätzt ($\text{CF}_4 : \text{O}_2 = 2 : 1$, 5 min), die dunkle Phase ist Si_3N_4 und die helle Phase ist die Glasphase, Mikroporosität in den markierten Bereichen.

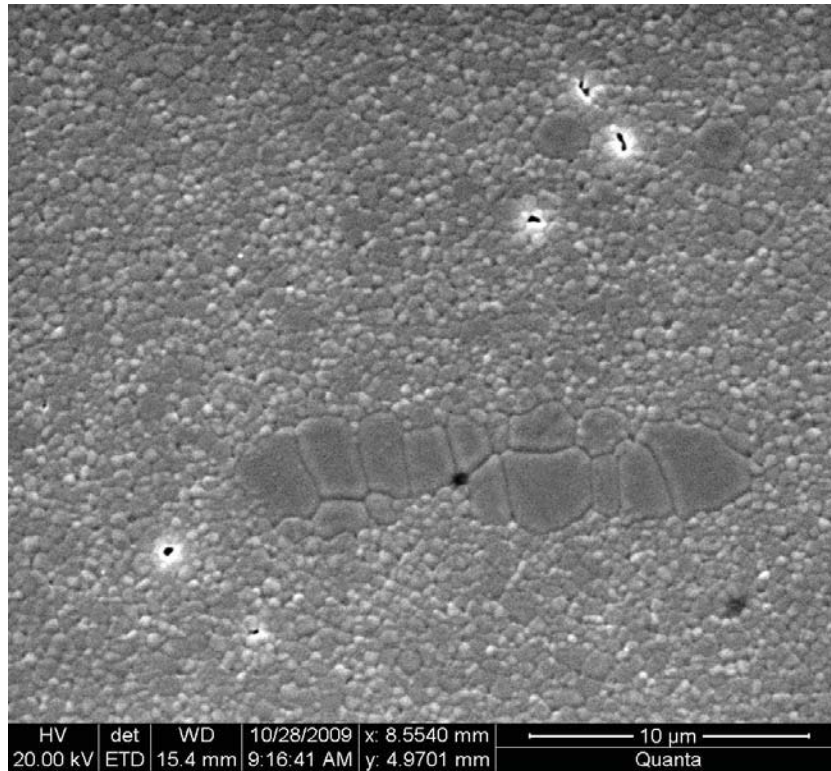


Abb. 30: Material ZO, thermisch geätzt (1400°C, 30 min), ZrO_2 mit typischem Korn-durchmesser unter 1 μ m und Riesenkorngwachstum.

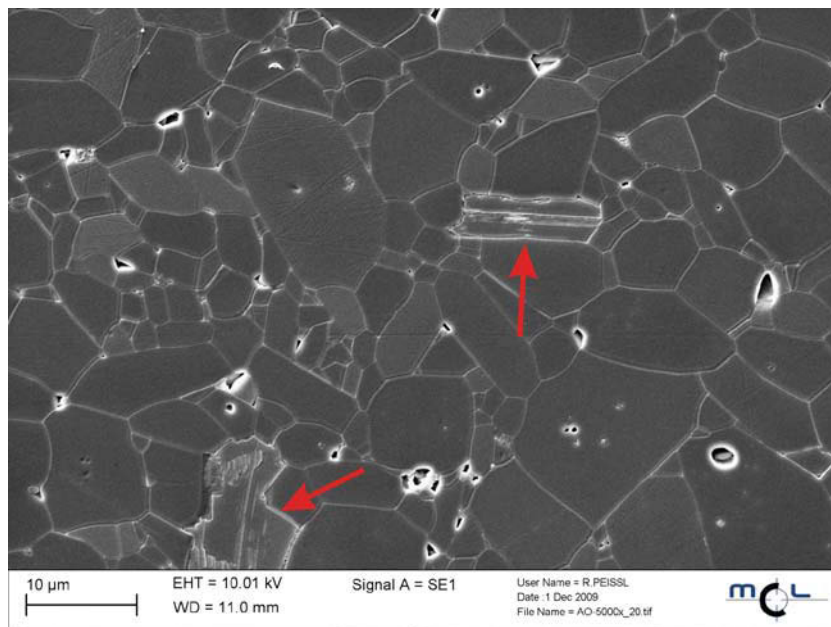


Abb. 31: Material AO, thermisch geätzt (1400°C, 20 min), Al_2O_3 und Spinell $MgAl_2O_4$ (mit Pfeilen markiert), inter- und intragranulare Porosität.

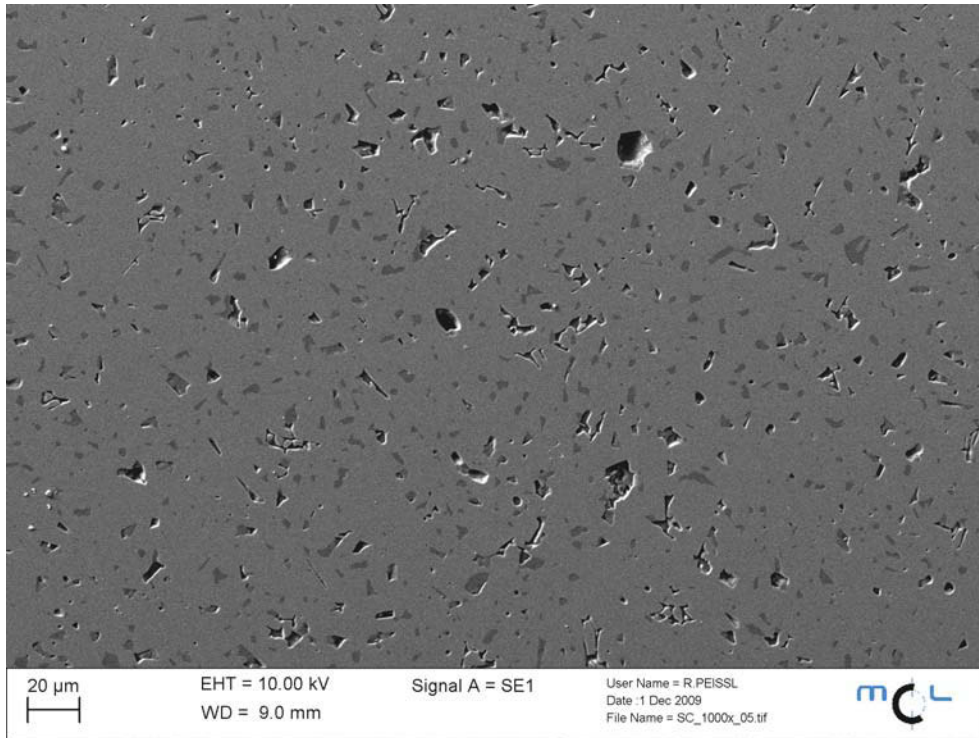


Abb. 32: Material SC, unzureichend plasmageätzt ($\text{CF}_4 : \text{O}_2 = 2 : 1$, 20 min), SiC mit hoher Porosität, die dunkelgraue Phase ist C-reicher.

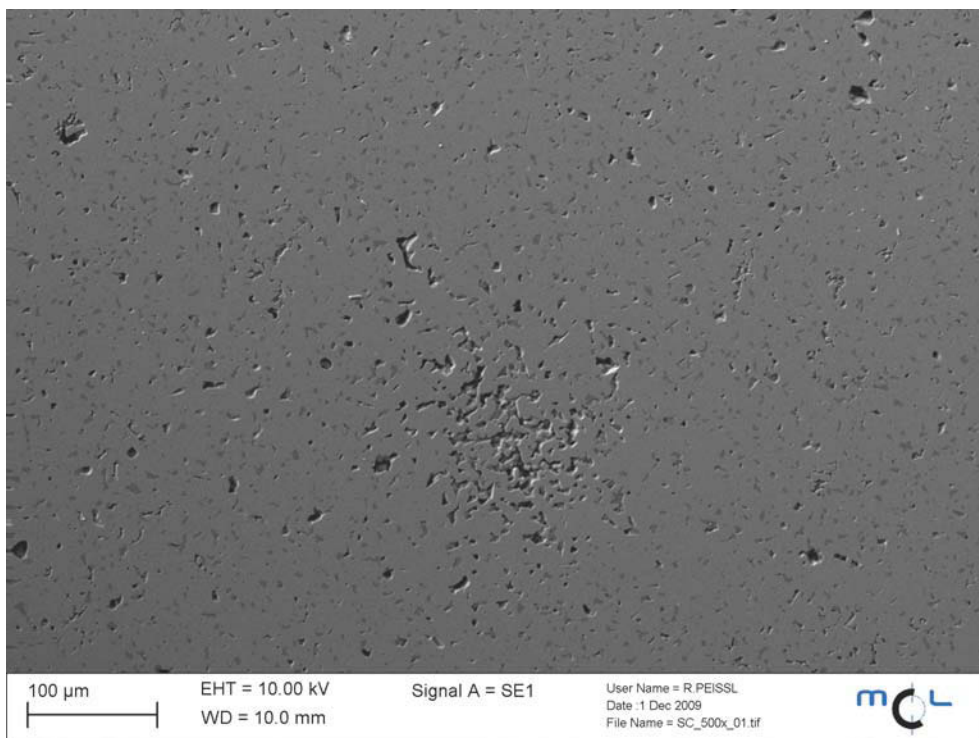


Abb. 33: Material SC, Porencluster.

5.1.3. Festigkeit

In dieser Arbeit wurde die Festigkeit der SKF-Materialien mit dem KKV ermittelt. Eine Übersicht der relevanten Parameter und die Ergebnisse des KKV sind in Tab. 2 dargestellt. Alle Werte für SNRef wurden der Publikation [9] zum KKV oder internen Berichten [34] entnommen. Es wurden jeweils 30 Kugeln geprüft (bei ZO wurde nachträglich ein Versuch als ungültig erklärt).

Tab. 2: Kerbkugelgeometrien und Ergebnisse des KKV. Die Werte in den eckigen Klammern bei den Weibull-Kennwerten entsprechen den Grenzen der Konfidenzintervalle für ein Konfidenzniveau von 90 %. Die mit * markierten Werte wurden extrapoliert.

Material	SNRef	SN	ZO	AO	SC
char. Festigkeit σ_0 (KKV) [MPa]	1336 [1303 - 1370]	1374 [1349 - 1401]	1195 [1150 - 1242]	383 [374 - 392]	358 [346 - 370]
Weibull-Modul m (KKV)	12,9 [9,8 - 15,7]	16,9 [13,3 - 21,6]	8,5 [6,7 - 11,0]	13,8 [10,8 - 17,6]	9,7 [7,6 - 12,3]
char. Festigkeit σ_0^* (4-PB) [MPa]	917* [879* - 958*]	1052*	744*	280*	233*
char. Festigkeit σ_0 (4-PB) [MPa]	1073 [1045 - 1101]				
Weibull-Modul m (4-PB)	12,4 [9,8 - 15,9]				
Kerbgrundradius R_N [μm]	155	234	250	285	256
Kerbbreite W_N [μm]	628	609	628	691	641
Kerblänge L_N [μm]	3910	4234	4250	4206	4214
Z-Offset [μm]	61	14	24	2	5

Die Auswertung der Weibullparameter (charakteristische Festigkeit σ_0 und der Weibullmodul m) erfolgte nach der Norm ENV-843-5 [35]. Die Ergebnisse sind ebenfalls in einem Weibulldiagramm (Abb. 34) grafisch dargestellt.

Für eine bessere Vergleichbarkeit mit Literaturwerten wurden die Festigkeitswerte der spezifischen KKV-Messungen auf Ergebnisse von Proben mit dem effektiven Volumen eines Standard-4-Punkt-Biege-Balkens (4-PB) extrapoliert (siehe Anhang E). Diese extrapolierten 4-PB Festigkeitswerte liegen im Vergleich zu Festigkeitswerten von typischen Referenzmaterialien [36, 37] eher niedrig. Eine Ausnahme stellt SN dar. Dieses Material scheint herstellungstechnisch ausgereift zu sein, was sich sowohl in der hohen Festigkeit als auch im hohen Weibullmodul von $m = 16.9$ äußert.

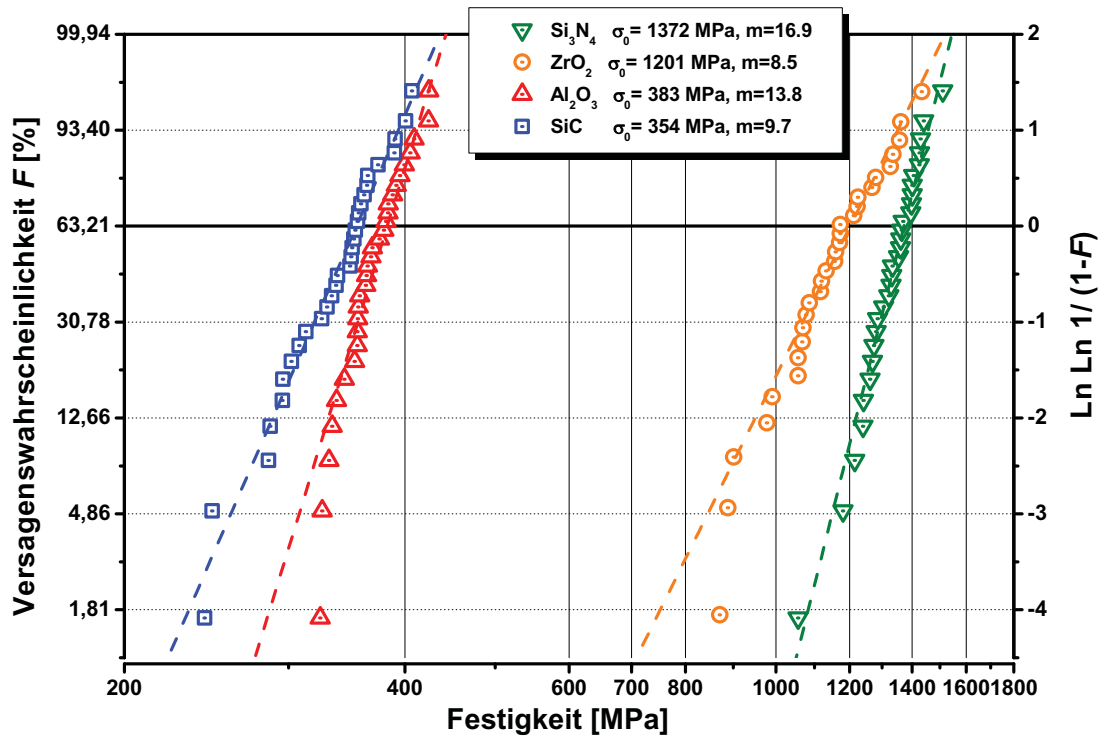


Abb. 34: Festigkeitswerte der SKF Materialien ermittelt mit dem KKV. Die Stichprobengröße beträgt jeweils 30 Stück (Bei ZO: 29 Stück).

Der extrapolierte 4-PB-Festigkeit σ_0^* von SNRef ist deutlich geringer als die gemessene char. 4-PB-Festigkeit σ_0 . Da der Bruch meist von der Oberfläche ausgeht, ist anzunehmen, dass die beiden getesteten Stichproben (andere Geometrie und Herstellung) eine unterschiedliche Oberflächenqualität haben [34], wodurch sich auch die Unterschiede in der Festigkeit erklären lassen.

5.1.4. Fraktografie

Es wurden die Bruchflächen der Kerbkugeln aus dem KKV-Festigkeitstests fraktografisch untersucht (SNRef wurde bereits in [34] behandelt). Vorweg ist zu sagen, dass eine Probe (Nummer ZO-A-002), bestehend aus ZrO_2 aus der Auswertung ausgeschlossen wurde. Diese Probe hatte lediglich eine Festigkeit von rund 300 MPa ($\sigma_0 = 1195$ MPa), was durch eine Vorschädigung verursacht wurde. Es handelt sich um einen riesigen Oberflächenriss an der höchstbelasteten Stelle mit kritischer Ausrichtung (siehe Abb. 35). Es

waren bereits Schmutz bzw. Öl in diesem Bereich der Bruchfläche vorhanden, und es ist unklar wie ein solcher Defekt mit rund 500 μm Länge bei den Vorinspektionen (durch den Lieferant als auch durch den Autor) unentdeckt bleiben konnte.

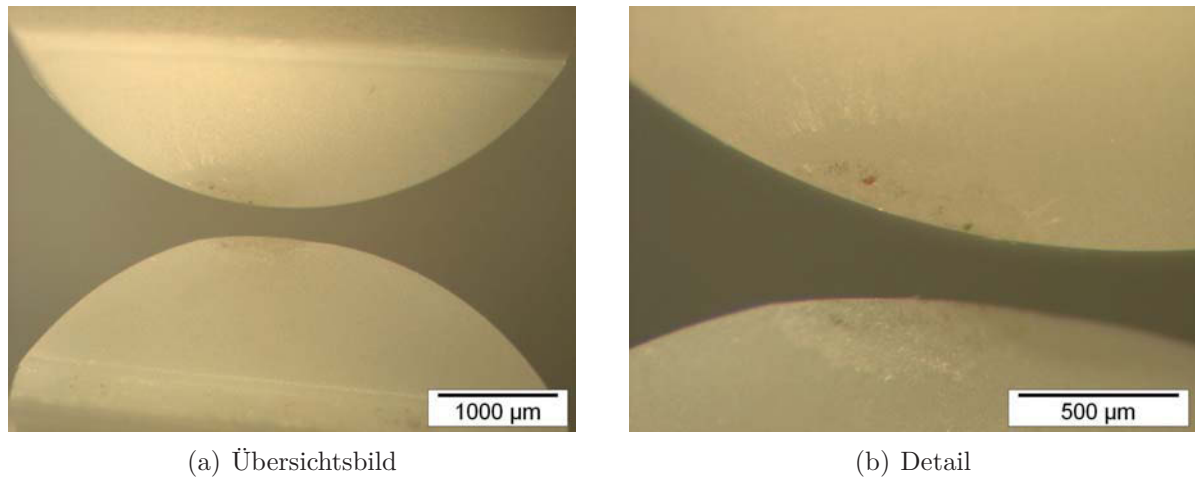
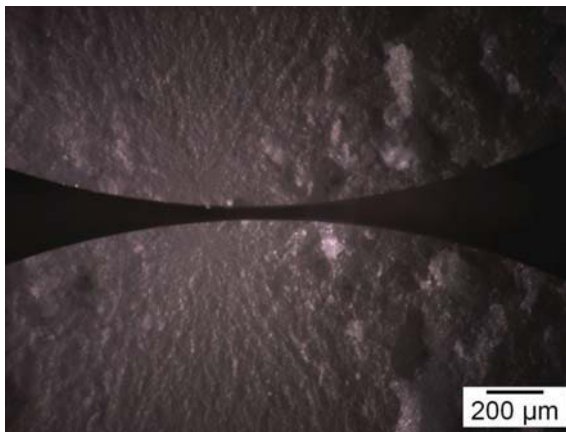


Abb. 35: Vorgeschädigte Kerbkugel (ZO-A-002).

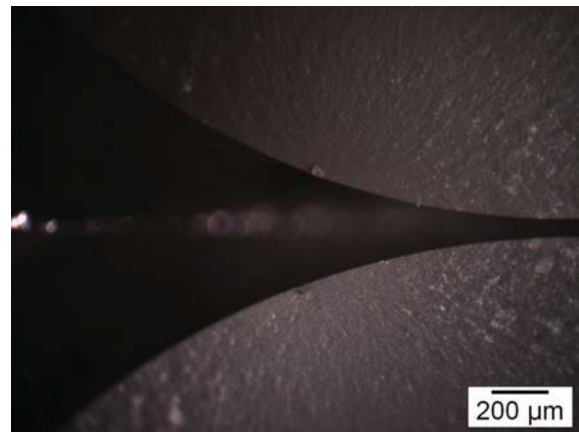
Bilder der Bruchflächen der Proben mit der höchsten und niedrigsten Bruchspannung für jedes Material sind in Anhang F zusammengestellt. Je höher die Bruchspannung, desto zerklüfteter ist die Bruchfläche. Bei den Materialien SN und ZO sind im Stereomikroskop die Bruchausgänge durch die Bruchstrahlen meist gut zu detektieren. Bei AO ist dies oft nur schwer möglich. Auch bei SC tritt eine Problematik auf: durch die Spaltbrüche vieler Körner glänzt die Bruchfläche kristallin. Die Position der Bruchausgänge (meist große C-Risse an der Oberfläche) ist aber gut einschätzbar.

Im Rasterelektronenmikroskop wurden die Bruchflächen ausgewählter Proben genauer betrachtet. Bei dem Material SN konnten keine Defekte im Bereich der Bruchausgänge gefunden werden, was bei diesen hohen Festigkeiten zu erwarten war. Der Bruch geht jedoch immer von der Oberfläche aus.

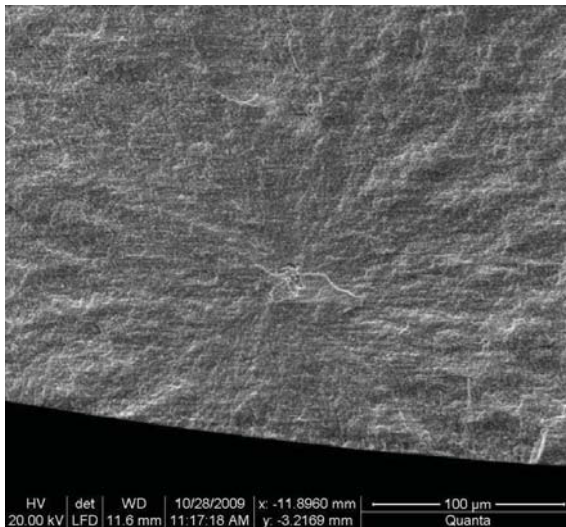
ZO weist dagegen sehr große Defekte auf. In Abb. 36 ist eine flache Pore 100 μm unter der Oberfläche als kritischer Defekt zu sehen. In Teilabb. c) kann man in dieser Pore deutlich die gesinterte Oberfläche mit rundlich ausgebildeten Körnern erkennen.



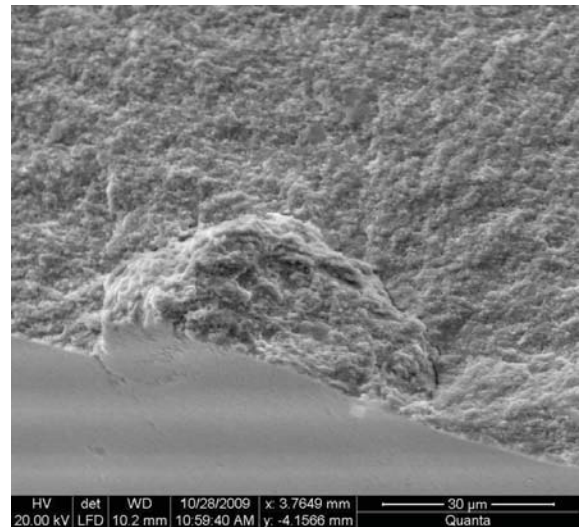
(a) Übersicht



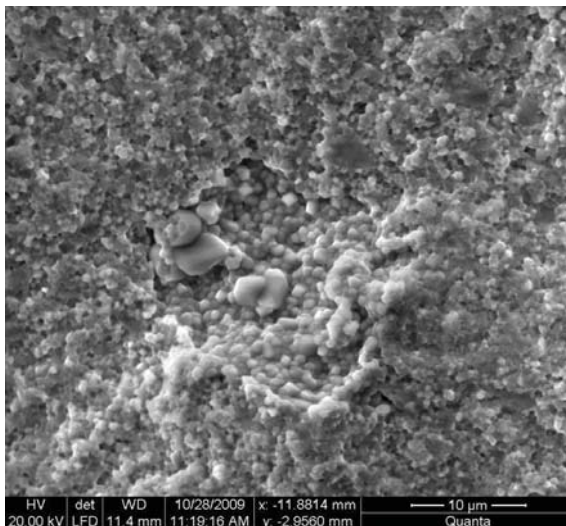
(a) Übersicht



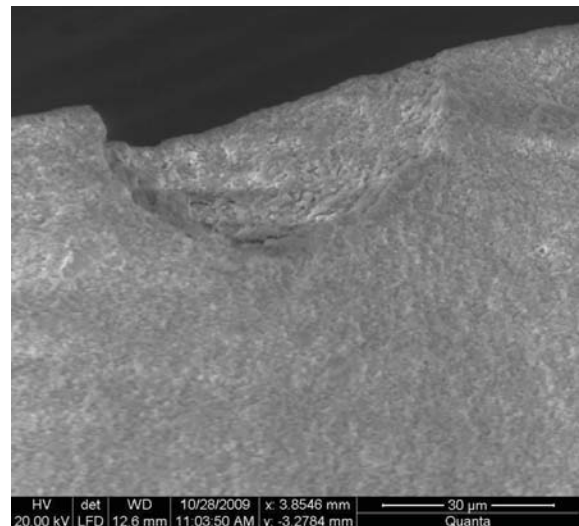
(b) Bruchfläche Seite 1



(b) Bruchfläche Seite 1



(c) Bruchfläche Seite 2



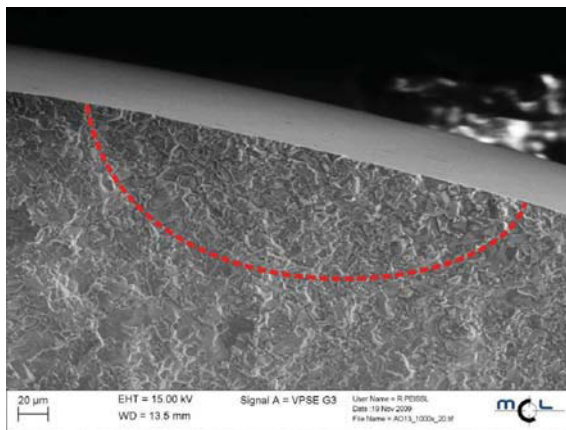
(c) Bruchfläche Seite 2

Abb. 36: Flache Pore im Volumen der Probe **Abb. 37:** Sichelpore an der Oberfläche (ZO-ZO-A-011).

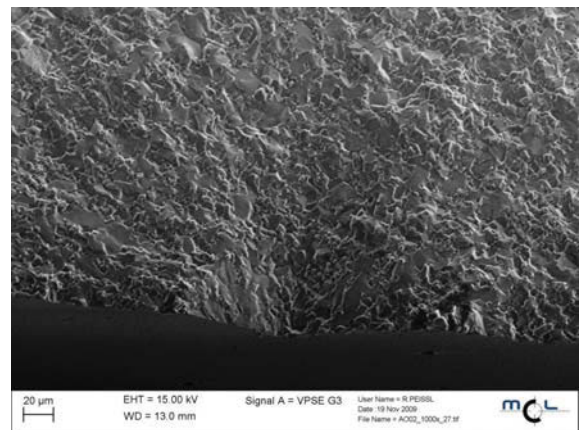
In mehreren Fällen geht der Bruch von einer Anhäufung von Riesenkörnern an der Oberfläche aus. Ein Beispiel ist in Abb. 37 dargestellt. Auch im Stereomikroskop kann der über 50 μm große Defekt gefunden werden. Diese Riesenkörner konnten bereits in der Gefügeanalyse nachgewiesen werden, was auf deutliche Processing-Fehler des Materials hindeutet. Durch zu feste Granalien entstehen beim Sintern Sichel-poren wie in Abb. 37.

Durch eine Verbesserung des Herstellungsprozesses des Materials selbst könnten die Eigenschaften (vor allem der Weibullmodul) noch gesteigert werden.

In AO ist der Bruch interkristallin in feinkörnigen Bereichen und transkristallin in den grobkörnigen Bereichen. Die Zähigkeiten können für die beiden Brucharten unterschiedlich sein, daher kann in einer Anhäufung von großen oder kleinen Körnern ein Bruch wahrscheinlicher sein. Ein Beispiel dafür ist in Abb. 38a zu sehen. Hier ist die markierte oberflächennahe Region deutlich anders als die restliche Bruchfläche. Die Oberfläche der Kugeln zeigt Poren bzw. Ausbrüche. Die Bruchausgänge sind mit solchen Defekten an der Oberfläche assoziiert.



(a) AO-A-013

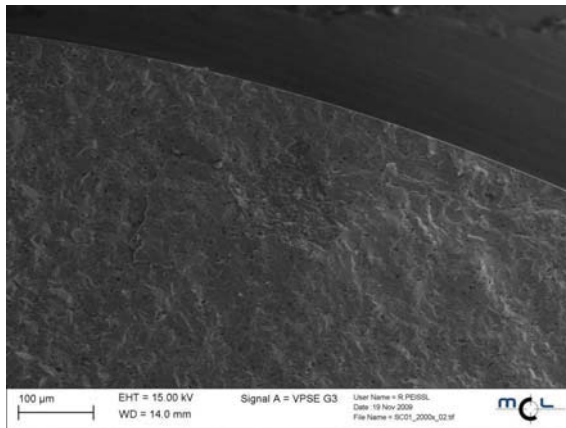


(b) AO-A-002

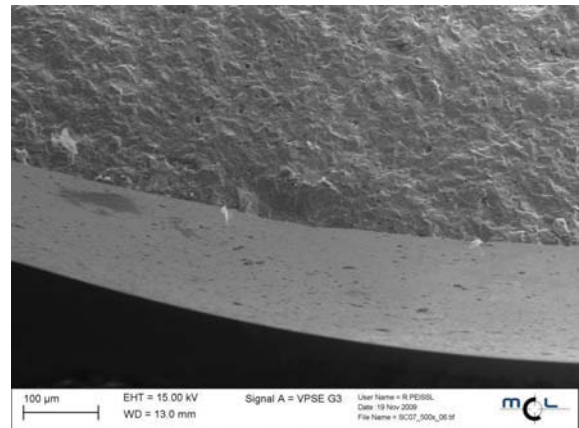
Abb. 38: Besonderheiten auf den Bruchflächen des Materials AO: (a) Bruchausgang mit großflächig anderer Morphologie (Markierung), (b) Eine Ansammlung von oberflächennahen Defekten kann wie ein Startriss wirken.

In Abb. 38b ist ein Bruchausgang zu sehen, bei dem Ausbrüche und oberflächennahe Kornagglomerate zum Versagen geführt haben. Der hohe Weibullmodul deutet auf einen einigermaßen beherrschten Herstellungsprozess hin, wobei aber für Al_2O_3 das grobe Gefüge typisch ist. Besondere Aufmerksamkeit sollte der Oberflächenpräparati-

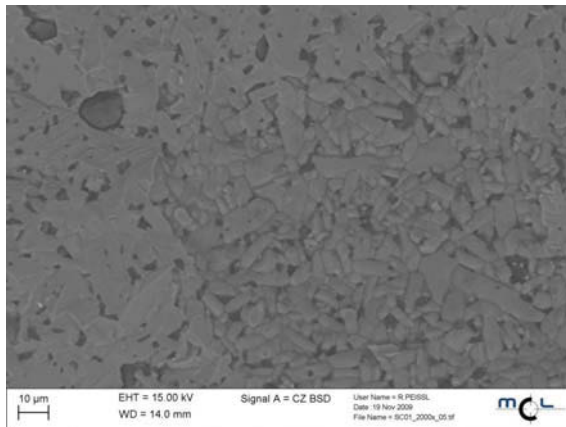
on zukommen, um nicht weitere Defekte in das bereits spröde (und poröse) Material einzubringen.



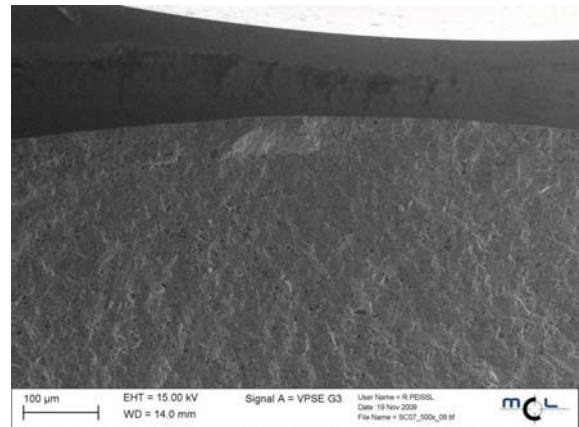
(a) Übersicht



(a) Bruchfläche Seite 1



(b) Detail



(b) Bruchfläche Seite 2

Abb. 39: Riesige Pore knapp unter der Oberfläche (SC-A-001).

Abb. 40: Startriss in Siliziumkarbid (SC-A-007).

In Abb. 39 (linke Seite) sind eindeutige Sinterfehler des Materials SC zu sehen. Die flache Pore mit rund 100 µm liegt nahe der Kugeloberfläche und verursachte eine der niedrigsten Festigkeiten. Die hohe (scharfkantige) Porosität wurde bereits beim Gefüge besprochen, ist aber auch an der Kugeloberfläche in Abb. 40a zu erkennen. Durch die Häufigkeit und den geringen Abstand der Poren kann es sein, dass eine Ansammlung als kritischer Defekt wirkt und zu einem Bruchausgang wie in Abb. 40 führt. Die häufigste Fehlerart bleibt jedoch die C-Rissbildung (siehe Abb. 71f in Anhang F) durch Kontaktschädigung mit einem stumpfen Körper. Diese C-Risse entstehen vor dem KKV, z. B. bei Herstellung oder Transport, und sind durch die geringe Zähigkeit des Materials be-

dingt. Die Porosität kann aber die Wahrscheinlichkeit zur Bildung von C-Rissen weiter erhöhen (Pore wirkt als Schwächung des Materials und als Ausgangspunkt für einen C-Riss).

5.2. Zähigkeitsmessung am Referenzmaterial

Die modifizierte „SCF“-Methode wurde am Referenzmaterial durchgeführt und anderen Verfahren gegenübergestellt.

Die „Indentation Fracture“-Methode wurde sowohl an Balken ($3 \times 4 \times 50 \text{ mm}^3$) als auch an Schliffen durch die Äquatorebene der Kugeln durchgeführt. Beispiele für Indents sind in Anhang D, Abb. 64 und 65 zu sehen.

Eine gute Ausmessbarkeit ist im Lastintervall von 2 kg bis 30 kg gegeben. Das Verhältnis Risslänge/Indentdiagonale liegt bei rund 4 und steigt mit steigender Last leicht an; es wird daher gemäß [18] von der Ausbildung von Pennyrisen ausgegangen. Die Risse (2c) wurden bei der höheren Vergrößerung um ca. 3 % länger gemessen. Diese Abweichung an einem gut vermessbaren Eindruck kann als Mindestfehler betrachtet werden.

Die IFR-Ergebnisse sind in Abb. 41 über der jeweils verwendeten Indenterlast dargestellt. Die IFR-Verläufe der Balken und der Kugelschliffe unterscheiden sich voneinander besonders im Kleinlastbereich. Für dieses Material ist bei einer Last von 5 kg die geringste Streuung zu erreichen. Die zwei Auswertungsverfahren nach Miyoshi und Niihara zeigen über den gesamten Messbereich die gleichen Tendenzen, die Werte nach Niihara sind aber um rund 30 % höher.

Die „SCF“-Methode wurde an Balkenproben durchgeführt und für Kugeln adaptiert. Als Indenterlast für den Knoop-Härteeindruck wurden 7 kg und 10 kg verwendet, da in Vorversuchen bei diesen Lasten bereits ausreichend große Risse erzeugt werden konnten. In Tab. 3 sind die Durchschnittswerte der erzeugten Rissgeometrien sowie die ermittelten K_{Ic} -Werte angegeben (Punkte A: Innen und Punkt C: an der Oberfläche, siehe auch Abb. 11a). Der jeweils höhere Wert für K entspricht der Bruchzähigkeit K_{Ic} des Materials für die angegebenen Rissgrößen. Die Werte und die dazugehörigen Fehler ergeben

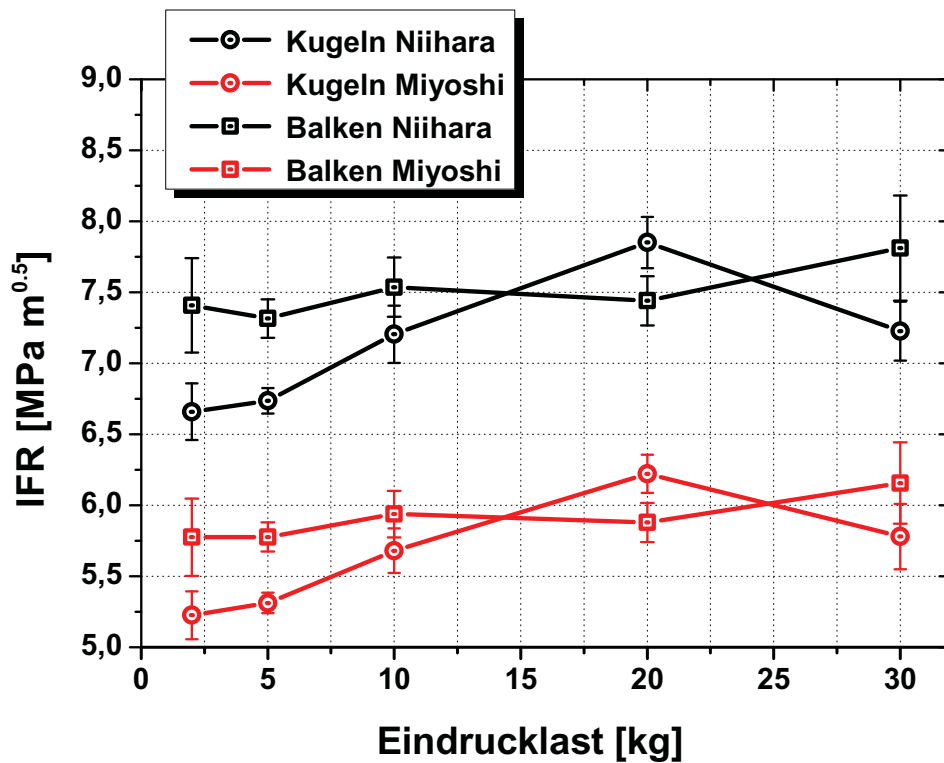


Abb. 41: Ergebnisse der IFR-Messungen mit unterschiedlichen Eindrucklasten für das Material SNRef.

sich aus dem Mittel von sechs unabhängig geprüften Proben (Anm.: für die Messung am Balken mit 7 kg standen nur fünf Proben zur Verfügung).

Als Vergleich ist das Ergebnis der „SEVNB“-Versuche an Balken aus [34] eingetragen, das jedoch deutlich niedriger als die der SCF-Messungen ist.

Tab. 3: SEVNB- und SCF-Ergebnisse an Balken und Kerbkugeln bei HK7 und HK10.

	K_{Ic} [MPa \sqrt{m}]	Kritischer Punkt	mittl. a [μm]	Rissgeometrie c [μm]
Kugeln (SCF) HK7	$6,09 \pm 0,22$	A,C	87	130
Kugeln (SCF) HK10	$6,43 \pm 0,13$	C	175	175
Balken (SCF) HK7	$5,80 \pm 0,12$	A	71	126
Balken (SCF) HK10	$6,12 \pm 0,23$	A	108	158
Balken (SEVNB)	$5,38 \pm 0,07$	–	–	–

Es wurde an Kugeln des Referenzmaterials eine weitere Serie mit sechs Proben durchgeführt, bei der nach dem Knoopeindruck kein Material abgetragen wurde. Davon ab-

gesehen war die Vorgangsweise bei Präparation, Bestimmung der Bruchkraft und Auswertung identisch. An den Bruchflächen dieser Proben wurde die Geometrie der anfangs eingebrachten Risse bestimmt. Das Verhältnis von Anfangsrisstiefe zu halber Anfangsrisssbreite (a_0/c_0) ist bei HK10 in SNRef 0.98 ± 0.02 .

Aus diesen Versuchen kann aber kein K_{Ic} -Wert ermittelt werden. Diese Versuche entsprechen der oben beschriebenen IS-Methode, welche aus bereits genannten Gründen als zu ungenau bzw. inkonsistent gilt.

5.3. Zähigkeitsmessung an Kugeln aus verschiedenen Strukturkeramiken

Von allen SKF-Materialien wurden sechs Keramikkugeln für Kugellager mit einem nominellen Durchmesser von 5.556 mm für den Zähigkeitstest verwendet. Es stand kein Balkenmaterial zur Verfügung, weshalb weder SEVNB- noch SCF-Werte an dafür vorgesehenen Proben ermittelt werden konnten. IFR wurde an Schlifflinien – möglichst nahe an der Äquatorebene – der Kugeln bestimmt. Die Ergebnisse nach Gln. 15 und 16 sind in Abb. 42 dargestellt. Pro Eindrucklast und Material ist mindestens ein ausgewerteter Indent im Anhang D in Abb. 66 bis 69 dargestellt.

Wegen der guten Schliffqualität wurden in SN auch HV0.5-Versuche durchgeführt. In ZO kam es oft zu einer unsymmetrischen Rissausbildung, jedoch konnten keine systematischen Fehler, wie Oberflächenkrümmung, unzureichende Planparallelität oder Eigenspannungen als Begründung gefunden werden. Eine Vermutung besteht darin, dass ein Riss an einem Riesenkorn im Material gestoppt wurde (siehe Kap. 5.1.2). Bei den niedrigen Lasten (5 kg und 10 kg) sind die Risslängen im Vergleich zur Indentdiagonale besonders klein. Dies kann eine Ausbildung von Palmqvistissen bedeuten, wodurch auch die IFR-Ergebnisse nach Gln. 15 und 16 bei diesen Lasten grundlegend falsch sein können [18]. Die Vermessung der Risse in AO war nur bedingt bei den Lasten von 2 kg und 5 kg möglich. Bei Al_2O_3 kam es generell zu starkem Chipping durch Lateralsrisse. Nur bei der Hälfte aller Eindrücke war ein Rissystem vorhanden, bei dem sich je ein dominanter Riss pro Ecke ausbildete. In SC kam es durch die hohe Porosität und die generell geringe Zähigkeit oft zu Ausbrüchen, Chipping oder starker Rissverzweigung.

Bei den verwendeten Lasten von 2 kg und 5 kg war weniger als die Hälfte der Eindrücke verwertbar.

Das modifizierte SCF-Verfahren wurde auf gekerbte Kugeln (mit der gleichen Kerbgeometrie wie bei der Festigkeitsprüfung) angewendet. In Tab. 4 ist für alle SKF-Materialien die angewendete Last, K_{Ic} , der kritische Punkt und die mittlere Rissgeometrie ersichtlich. Wegen der tiefen Ellipsenform des Risses ist immer der Punkt C mit der höchsten Spannungsintensität beaufschlagt. Dieser Sachverhalt wird später noch genauer diskutiert werden. Alle Werte entsprechen in etwa typischen Zähigkeiten dieser Strukturkeramiken [10].

Tab. 4: Ergebnisse der SCF-Methode an Kerbkugeln von allen SKF-Materialien.

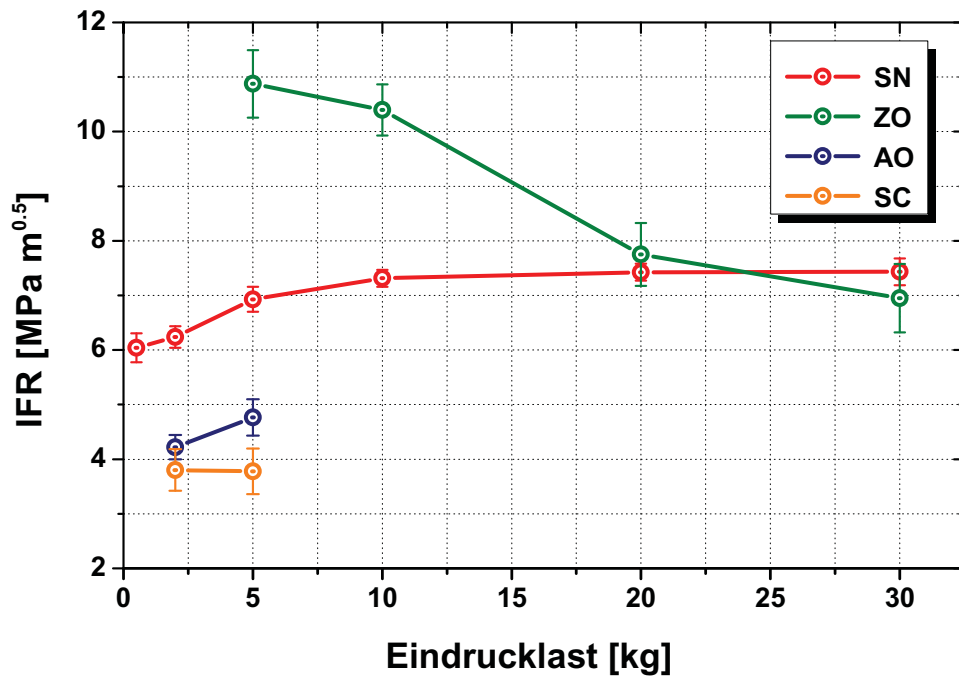
Material	Indentertyp	K_{Ic} [MPa $\sqrt{\text{m}}$]	Kritischer Punkt	mittl. a [μm]	Rissgeometrie c [μm]
SN	HK10	$6,13 \pm 0,10$	C	118	165
ZO	HV20	$4,36 \pm 0,28$	C	69	69
AO	HK5	$4,15 \pm 0,31$	C	125	155
AO	HK10	$4,42 \pm 0,10$	C	241	274
SC	HK10	$2,91 \pm 0,27$	C	221	275

Die Kerbkugeln aus SN wurden alle mit 10 kg indentiert und im Rahmen der Möglichkeiten gleich viel abgetragen.

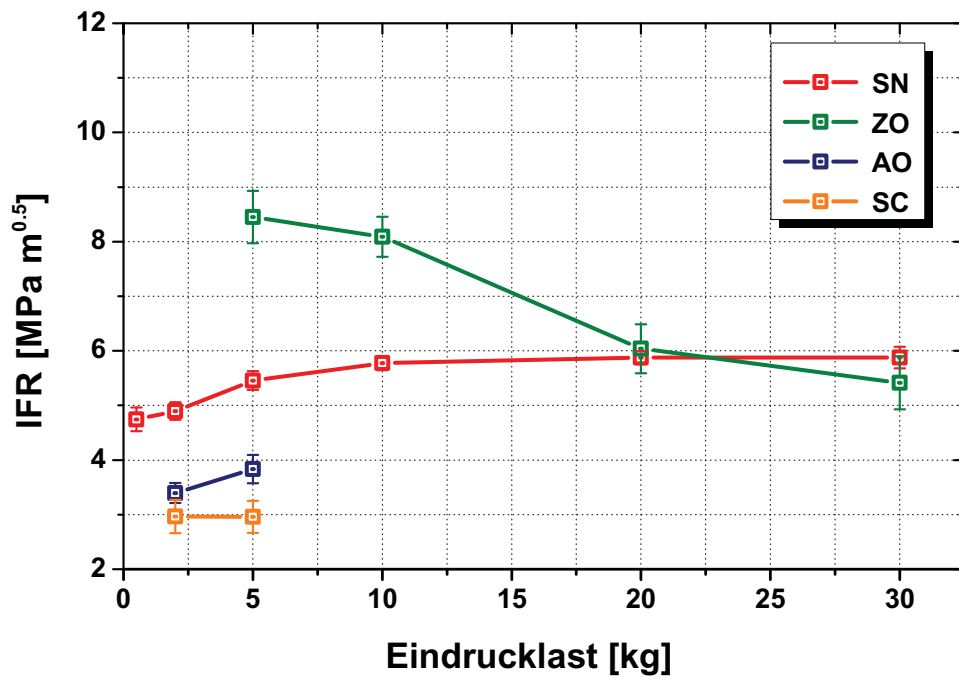
Vorversuche und Literatur [24] zeigen, dass an ZrO_2 mit einem Knoopindent keine Pennyrisse erzeugt werden können. Es wurde daher an den Kerbkugeln aus ZO mit einem Vickersindenter und einem Gewicht von 20 kg vier ungleich große Risse erzeugt, wobei nach dem Abschleifen nur noch ein Riss im Material verbleiben sollte. Da dies nicht immer gelungen ist, wurde der größte Precrack auf der Bruchfläche vermessen und zur Auswertung herangezogen.

Bei den AO-Kerbkugeln wurden jeweils drei Proben mit 5 kg und 10 kg indentiert. Der K_{Ic} -Wert für HK5 ist etwas niedriger, unterscheidet sich statistisch aber nicht vom K_{Ic} -Wert der Proben mit HK10-Rissen.

Bei den Kerbkugeln aus SC wurde eine Eindrucklast von 10 kg verwendet. Drei Proben wurden bereits vor der Risseinbringung abgeschliffen, sodass der Eindruck in eine ebene



(a) Auswertung nach Niihara



(b) Auswertung nach Miyoshi

Abb. 42: Ergebnisse der IFR-Messungen mit unterschiedlichen Eindrucklasten für die SKF-Materialien: SN (Siliziumnitrid), ZO (Zirkonoxid), AO (Aluminiumoxid) und SC (Siliumkarbid).

Fläche erfolgen konnte. Der größere Abtrag wurde in der Auswertung berücksichtigt. Es ergibt sich für beide Serien im Durchschnitt der gleiche K_{Ic} -Wert. Die Ergebnisse streuen bei den vorher abgeschliffen Proben stärker, jedoch sind die Risse deutlicher zu erkennen.

6. Messunsicherheiten und mögliche Fehlerquellen

In diesem Abschnitt werden aufgrund der Erfahrungen aus den Experimenten mögliche Fehlerquellen analysiert und die Genauigkeit der neuen Methode bestimmt.

6.1. Rissausbildung in verschiedenen Materialien

In Werkstoffen mit Gefügeinhomogenitäten entstehen unter dem Eindruck nicht immer ideale Risse. Der Riss kann in zwei unterschiedlichen Ebenen wachsen; es entsteht eine Stufe. In Abb. 43 ist das Ergebnis eines Eindruckversuchs zu sehen, in dem der Riss keine ebene Fläche bildet. Diese unebenen Risse haben eine Unschärfe von Teilen des Bildes der Bruchfläche zur Folge. Das Ausmessen wird erschwert.

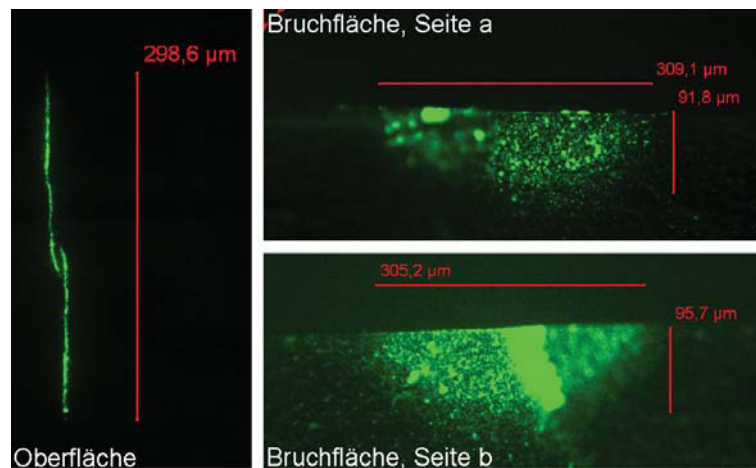


Abb. 43: Schlechte Ausmessbarkeit durch nicht ebene Risse.

Bei der Indentierung können auch Neben- und Lateralrisse parallel zur und unter der Oberfläche entstehen. Abb. 44 zeigt einen „Serial Sectioning“-Verlauf mit unterschiedlichen Abtragstiefen. An der Oberfläche sind keine Fehler zu erkennen. Nach 50 µm Abtrag erkennt man, dass sich direkt unter dem Indent nur ein kleiner Riss gebildet hat. Der durchgehende Hauptriss ist seitlich versetzt. Noch ist kein Lateralriss zu sehen. Nach 90 µm Abtrag ist ein Lateralriss zu erkennen, der schräg in die Tiefe verläuft. Auch der Nebenriss ist noch vorhanden, die plastische Zone ist aber vollständig abgetragen worden.

In Abb. 45 sind auf einer bereits abgeschliffenen SC-Probe ein Hauptriss und steil ins Material verlaufende gebogene Lateralrisse zu erkennen. Die Porosität des Werkstoffs

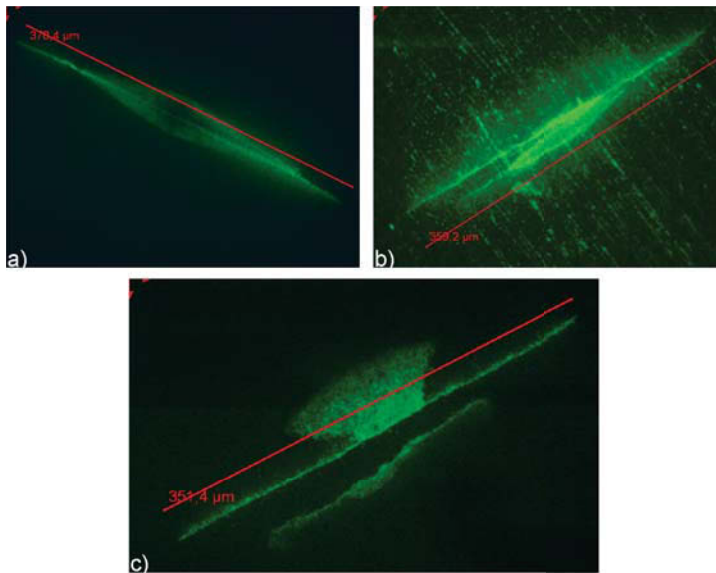


Abb. 44: Erscheinungsbild von Lateral- und Nebenrissen in SN nach Abtrag: a) 0 μm ; b) 50 μm , geschliffen; c) 90 μm , poliert.

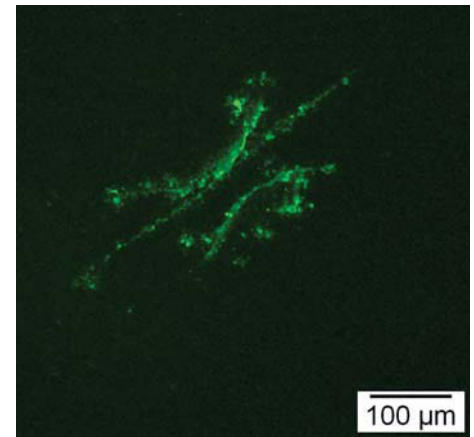


Abb. 45: Lateralrisse in SC mit Porosität.

lässt die Konturen der Risse etwas verschwimmen. In diesem Fall wird die Ausmessbarkeit der Risslänge dadurch nicht beeinträchtigt. Sie wird jedoch durch Poren behindert, sobald deren Durchmesser größer als 10 % der Risslänge sind.

Sollten noch Lateral- oder Nebenrisse sichtbar sein, muss unbedingt weiter Material abgeschliffen werden, bis diese zusätzlichen Risse abgetragen sind. Sonst kann die Zähigkeit, besonders von spröden Materialien, geringfügig überschätzt werden [38].

Bei der nachträglichen Bruchflächenbetrachtung war keine Beeinträchtigung durch zusätzliche Risse festzustellen. Das Versagen ging immer vom (langen) Hauptriss aus.

Mit einem Härteprüfer kann durch Variation der Last die gewünschte Defektgröße eingestellt werden. Der Knoop-Indent selbst und der Riss darunter sind im Normalfall gut reproduzierbar. Die Last muss so gewählt werden, dass ausreichend große Risse entstehen. In der Praxis sollte die Rissbreite $2c > 100 \mu\text{m}$ sein, um mögliche Fehler bei der Vermessung des Risses mit einem Lichtmikroskop möglichst gering zu halten.

Die obere Lastgrenze ist dadurch gegeben, dass sich Lateralrisse (parallel zur Oberfläche) ausbilden [38] und es zu Ausbrüchen in der Größe des Eindrucks kommen kann. Dies ist typisch für spröde, grobkörnige und poröse Materialien (i.e. Al_2O_3 und SiC , ähnlich zu Abb. 69d in Anhang D).

Die verwendeten Eindrucklasten bewegten sich in einem Bereich von 5-20 kg. Generell ist eine höhere Last für grobkörnige oder poröse Materialien günstiger, auch wenn dadurch Ausbrüche entstehen, da die Oberfläche noch abgeschliffen wird. Jedoch muss die Indentdiagonale vermessbar sein. Tendenziell war zu beobachten, dass die langen Diagonalen des Härteeindrucks länger werden, wenn es zu großen Ausbrüchen kommt. Dies ist in Bezug auf den Abtrag zu berücksichtigen. Wenn der Riss gleich groß bleibt, liegt man bei der Berechnung der Abtragstiefe (zur Entfernung der Eigenspannungen) immer auf der sicheren Seite.

In ZrO_2 ist aufgrund der im Allgemeinen hohen Zähigkeit nur schwer ein semi-elliptischer Riss (Penny-shaped Crack) mittels Knoop-Eindrücken einzubringen. Im möglichen Lastbereich bis 30 kg entstehen an den Ecken des Knoopeindrucks und auch unter dem Eindruck im Material ZO keine Risse. Aus diesem Grund muss die Methodik der Risseinbringung verändert werden.

Wie in [24] vorgeschlagen, wird ein Vickersindenter verwendet, um vier Palmqvistrisse an den Ecken des Indents zu erzeugen. Auch hier konnten mit Eindrucklasten bis zu 30 kg keine Pennyrisse erzeugt werden (siehe Abb. 8b). Durch Neigung des Vickersindenters aus der Vertikalen oder durch Ausnutzung der Krümmung der Probe, kann ein deutlich größerer Riss im Vergleich zum gegenüberliegenden generiert werden (Abb. 46a).

Ist dieser Riss tief genug und richtig platziert, kann der kleinere Riss und die plastische Zone durch Abschleifen entfernt werden (Abb. 46b), und ein einzelner Riss mit kritischer Ausrichtung verbleibt in der Probe. Die Abtragstiefe beträgt laut [24] das 2.5-fache der Eindrucktiefe. Für einen idealen Vickersindent muss demnach mindestens $2.5 (d/7) = 0.36 d$ abgeschliffen werden, um die plastische Zone zu entfernen.

Abb. 47 zeigt eine so behandelte Probe nach Materialabtrag und mit FZF. Der Riss liegt normal zur angelegten Spannung (rote Pfeile). Nach dem Brechen der Probe ist auf der Bruchfläche die Nierenform des Risses durch die vollständig eingedrungene FZF sichtbar.

Für die Berechnung wird der Riss trotzdem als halbelliptisch angenommen.

Wenn die Probe nicht genug abgeschliffen wurde oder die beiden Risse eine ähnliche Tiefe besitzen, verbleibt auch ein zweiter Riss im Material. Abb. 48 zeigt dies am Beispiel

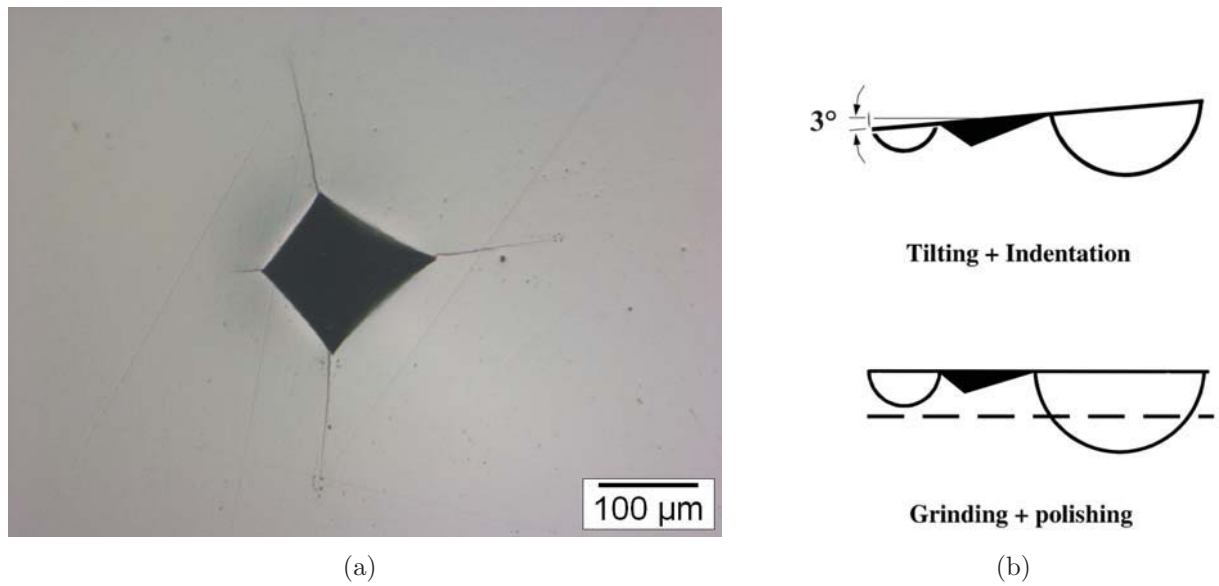


Abb. 46: Einbringen eines Risses in Zirkonoxid mit einem Vickersindenter. Durch Verkippen der Halterung wird ein Riss größer, welcher nach Materialabtrag in der Probe verbleibt. (a) Schiefer Vickershärteeindruck in ZO, (b) Prinzipskizze der Risseinbringung (nach [39]).

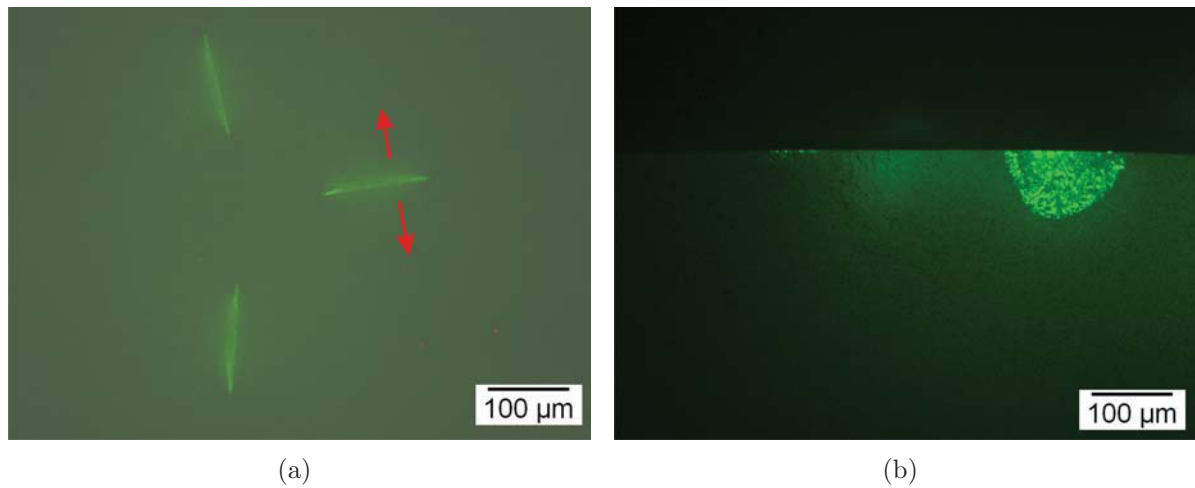


Abb. 47: Nach Materialabtrag der Probe mit einem kritischen Riss wird die Probe gebrochen: (a) Der Riss ist normal zur angelegten Spannung (rote Pfeile), (b) Rissform in ZO ermittelt mit FZF.

der Probe ZO-B-032. Der zweite Riss, in kritischer Lage, ist nur unwesentlich kürzer als der Hauptriss, obwohl die Methodik nicht verändert wurde (ähnliche Unregelmäßigkeiten in den Risslängen bei ZO zeigen sich bei den IF-Versuchen). Wie geplant wurde der Versuch durchgeführt und die Probe gebrochen.

Der verbliebene zweite Riss ist beinahe gleich tief und konnte daher nicht entfernt werden (Abb. 48). Auf der rechten Seite des Bildes, links neben dem kleineren Riss, ist eine Stufe zu sehen. Dies lässt darauf schließen, dass das Versagen vom größeren (linken) Riss ausging. Die Stufe entsteht, wenn dieser mit dem kleineren (rechten) Riss, der in einer anderen Ebene liegt, zusammenwächst. Die beschriebene Vorgehensweise zur Generierung eines einzelnen kritischen Risses hat bei vier von sechs ZO-Proben nicht funktioniert und muss weiter verbessert werden.

Die ursprünglichen Risse können in ZO nach der Infiltration mit FZF auch ohne UV-Beleuchtung problemlos erkannt werden. Sie sind bei Beleuchtung mit einer normalen Lichtquelle deutlich heller und heben sich so von der restliche Rissfläche ab. Die Proben mit Rissen waren vor dem Bruch ca. eine Woche in FZF eingelegt. Es wird eine chemische Wechselwirkung zwischen dem Material und der FZF vermutet. Zwei Monate nach dem Versuch wurden die Bruchflächen nochmals untersucht und keine weitere Veränderung an normaler Atmosphäre festgestellt.

6.2. Vermessen der Rissgeometrie

Die Vermessung der Rissgeometrie kann auf mehrere Arten erfolgen: Mit Licht- oder Stereomikroskop, mit und ohne FZF oder mithilfe verschiedener Beleuchtungsarten [24]. Die bisher einfachste Vorgangsweise war, den Indent schief zur geplanten Bruchebene einzubringen und im Stereomikroskop unter flachem Lichteinfall die Kante zwischen der Rissebene und der Ebene der Restbruchfläche mittels Schattenwirkung sichtbar zu machen (Abb. 49 a und b).

Etwas aufwendiger ist das Dekorieren des Risses mit Bleiacetat [40, 41]. Das zurückgebliebene Blei im Riss kann auf der Bruchfläche durch den Masseunterschied zur Keramik im Rasterelektronenmikroskop (REM) sichtbar gemacht werden. Bei bestimmten Kera-

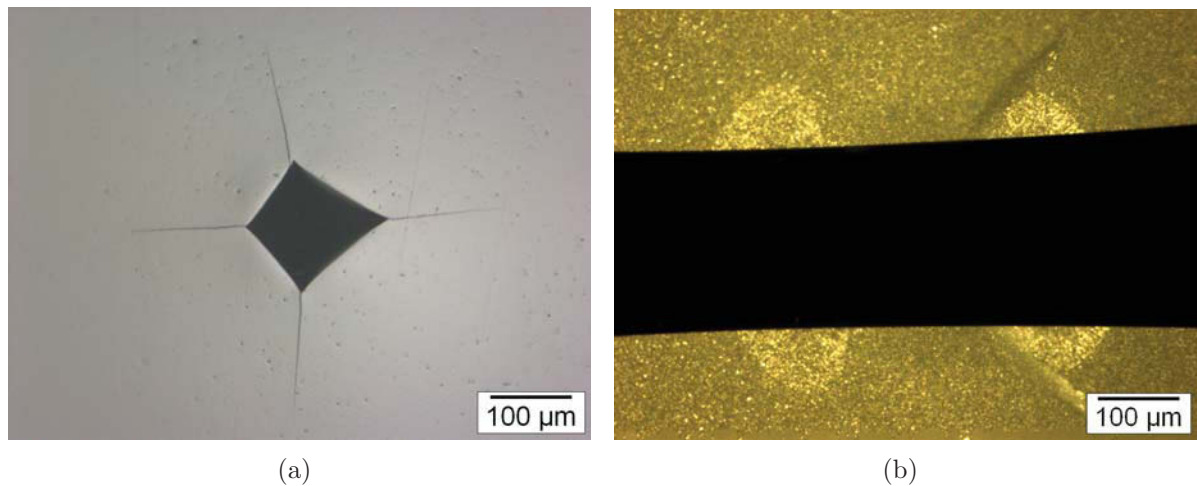


Abb. 48: Risse der Probe ZO-B-032. Die Risse in kritischer Lage sind nahezu gleich groß. (a) Rissausbildung an der Oberfläche durch einen schiefen Vickersindent, (b) Bruchfläche mit zwei Rissen. Die Ausgangsrissse können auch ohne FZF problemlos erkannt werden.

miken, wie Al_2O_3 , kann unter Umständen der Riss auch ohne Dekorieren gut vermessen werden [3].

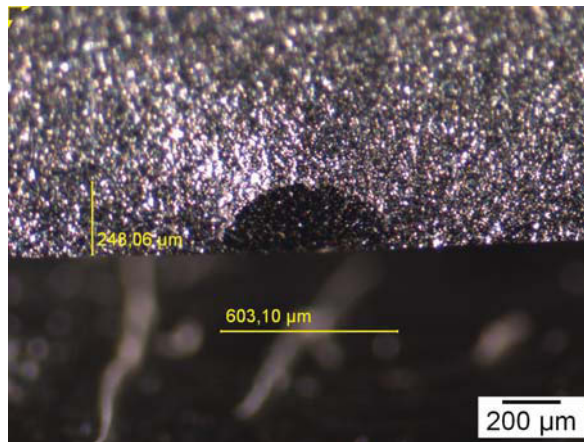
Allgemeine Probleme treten auf, wenn die Rissebene nicht normal zur Blickrichtung ausgerichtet werden kann. Dies führt zu Unschärfe von Teilen des Bildes des Risses, kann aber leichter vermieden werden.

Um die Bestimmung der Rissgröße auf der Bruchfläche zu erleichtern, wurden die Risse, wie in Kap. 4.2.4 beschrieben, mit FZF markiert. Grundsätzlich stellt sich die Frage, ob dabei das Bild der Bruchflächen die tatsächliche Rissgröße wiedergibt.

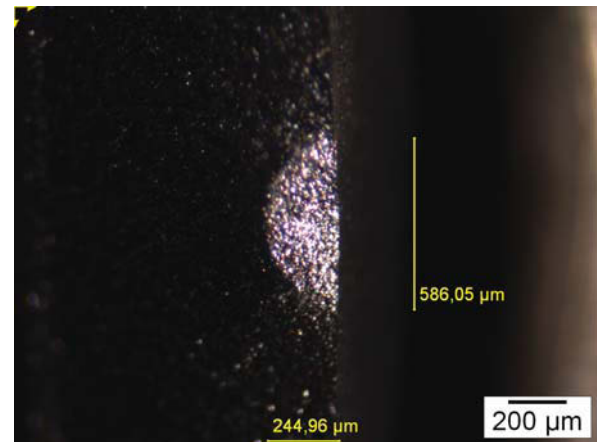
Für eine korrekte Ausmessung der Rissgeometrie mit FZF auf der Bruchfläche ist essentiell, dass diese schnellstmöglich nach dem Bruch erfolgt. Es ist nicht auszuschließen, dass sich die FZF, die an Luft nicht trocknet, zwischen den Körnern auf der Bruchfläche weiter ausbreitet und die Rissfläche scheinbar vergrößert. Es besteht aber auch die Möglichkeit, dass die FZF nicht vollständig in den Riss eindringen kann und der Riss zu klein gemessen wird.

Diese Fehler können durch Vergleich der Aufnahmen der Bruchfläche mit FZF und Aufnahmen im Stereomikroskop nur unter flacher Beleuchtung untersucht werden.

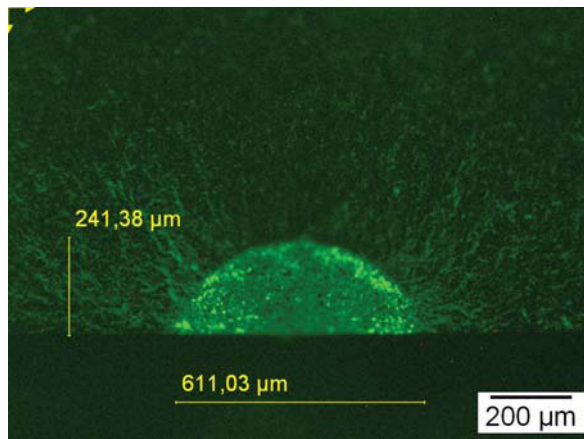
Abb. 49 zeigt den Vergleich der Rissdimensionen gemessen als Risstiefe a und Rissbreite $2c$ mit und ohne FZF anhand der Probe SC-B-033. An dieser Probe war das Erkennen des Risses im Stereomikroskop besonders gut möglich.



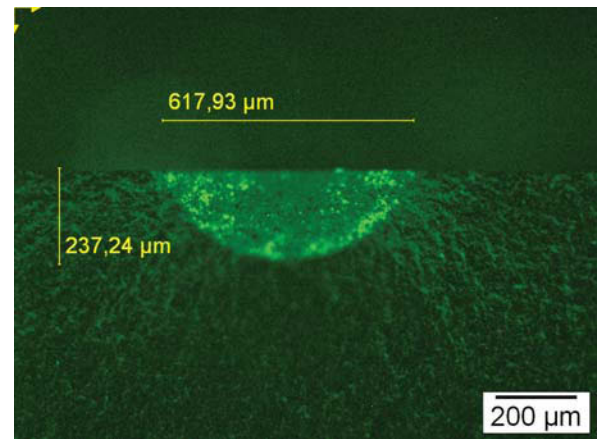
(a) Stereomikroskop, Bruchfläche Seite a



(b) Stereomikroskop, Bruchfläche Seite b



(c) Lichtmikroskop, Bruchfläche Seite a



(d) Lichtmikroskop, Bruchfläche Seite b

Abb. 49: Vergleich der gemessenen Rissgeometrie mit Stereomikroskop (ohne FZF) und Lichtmikroskop (mit FZF) am Beispiel der Probe SC-B-033.

In der Regel ist die Übereinstimmung gut, die FZF hat den gesamten Riss markiert. Es konnten keine systematischen Abweichungen identifiziert werden.

Grobkörniges Gefüge führt allerdings zu Ungenauigkeiten, die schwer umgangen werden können. Generell gilt: Je feinkörniger der Werkstoff, desto schärfer ist die Grenzlinie zwischen Startriss und Restbruchfläche. Ein Beispiel ist das relativ grobkörnige Aluminiumoxid, siehe Abb. 50. Die Grenzlinie ist durch die großen Körner und wahrscheinliches

Weiterdiffundieren der FZF schwer zu definieren. Somit sind auch die Rissgrößen a und c nur ungenauer messbar.

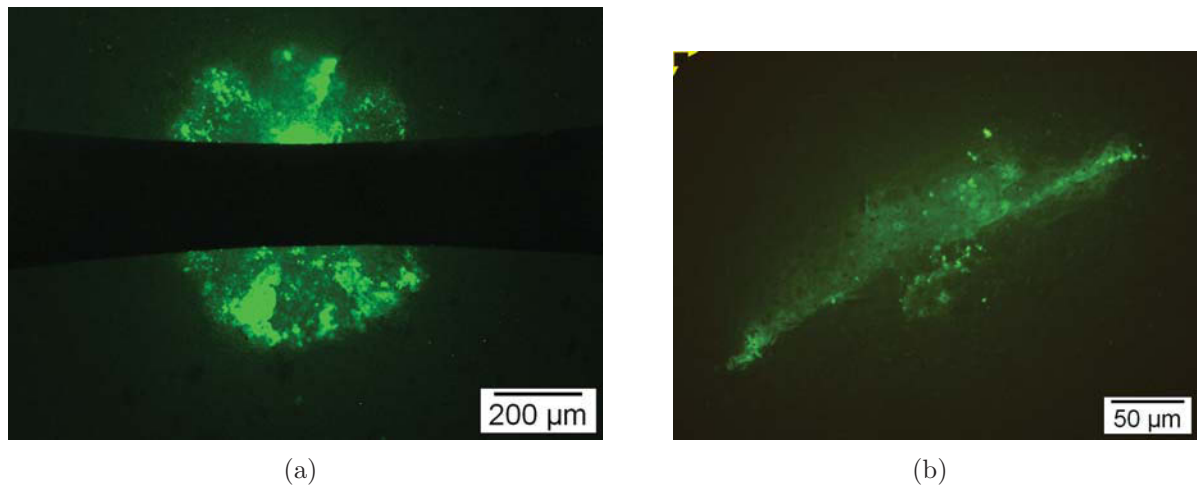


Abb. 50: Systematische Messfehler durch Fluoreszenzfarbe: (a) Unklare Grenzlinie beim Material AO. Durch die großen Körner und wahrscheinliches Weiterdiffundieren der FZF ist die Rissfront schwer zu definieren, (b) durch FZF in tieferen Bereichen kann der Riss „überstrahlen“.

Die Rissbreite $2c$ kann auch gut vor dem Bruch auf der Oberfläche vermessen werden (siehe auch Abb. 43). Mit FZF können auch sehr feine Risse, die normalerweise nicht mehr erkannt werden, sichtbar gemacht werden. Es wird aber vermutet, dass die FZF an den Rissenden austritt und „überstrahlt“. Dadurch kann die Risslänge überschätzt werden.

Die Risse in transluzenten Werkstoffen kann man im Vergleich zum Referenzmaterial nicht so genau vermessen, da auch tiefer gelegene Bereiche mit FZF (z. B. Poren) durch das Material strahlen. Diese Bereiche können der Riss selber (sowie Lateral- und Nebenrisse), aber auch Poren sein, in die FZF über den Riss gelangt ist. Dadurch verschmiert das Bild des Risses und die Länge kann überschätzt werden. Das kann aber auch daran liegen, dass die Risskonturen ohne FZF nur schwer erkennbar sind.

Um mögliche Fehler bei der Ausmessung des Risses mit FZF zu beurteilen, werden die möglichen Messmethoden gegenübergestellt. Die Risstiefe a und die Rissbreite $2c$ können auf der Bruchfläche vermessen werden. In Abb. 51a werden Messungen mit dem Stereomikroskop und mit dem Lichtmikroskop von drei Materialien verglichen. Die ermittelte Rissgeometrie der Siliziumnitride stimmt gut überein. Bei Siliziumkarbid (SC)

werden beide Rissparameter am Stereomikroskop im Vergleich zur Vermessung mit FZF überschätzt.

Die Rissbreite $2c$, gemessen an der Oberfläche (Abb. 51b), weicht wiederum nur bei SC leicht ab, aber im Vergleich zu den Messwerten der Bruchfläche werden hier die Risse noch kürzer gemessen. Die Vermessung der Rissbreite an der Oberfläche ist am zuverlässigsten, solange der Werkstoff keine großen Poren aufweist und nicht transluzent ist.

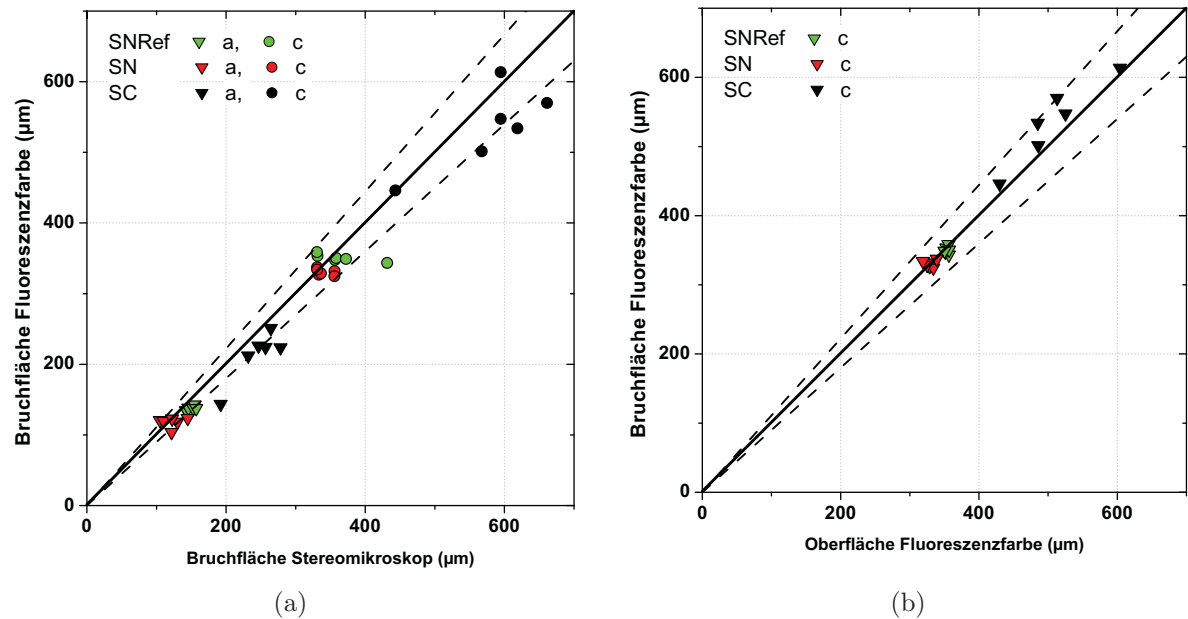


Abb. 51: Vergleich der unterschiedlichen Arten zur Risslängenmessung; die strichlierte Linie entspricht einer Abweichung von 10 %. (a) Messung auf der Bruchfläche: mit und ohne FZF, (b) Messung der Rissbreite c mit FZF: Oberfläche und Bruchfläche.

Schlussfolgerungen für das Ausmessen

- FZF hilft sehr, vor allem bei feinkörnigen Materialien, die Rissgeometrie genau zu bestimmen.
- In manchen Werkstoffen, wie Al_2O_3 , ist das Ausmessen nur mit Dekoration (mittels FZF) möglich, aber trotzdem im Vergleich zu den anderen Materialien noch ungenauer. Eventuell kann die Rissgeometrie im REM bestimmt werden.
- $2c$ ist auf der Bruchfläche oft nicht erkennbar, auf der Oberfläche meistens sehr exakt messbar.

- Unter Beachtung von Messfehlern, Reproduzierbarkeit und unterschiedlichen Experimentatoren ergibt sich eine geschätzte maximale Abweichung bei Verwendung von FZF:

Tab. 5: Abschätzung der absoluten Messfehler der Rissgeometrie mit FZF.

Material:	gut geeignet [μm]	schlecht geeignet [μm]
Δc-Oberfläche	5	20
Δc-Bruchfläche	20	30
Δa-Bruchfläche	10	20

Die erste Spalte in Tab. 5 gilt i. A. für Siliziumnitrid, Siliziumkarbid und Zirkonoxid, die zweite Spalte für grobkörnige Materialien wie Aluminiumoxid.

6.3. Fehlerabschätzung

Die Berechnung der Spannungsintensität nach Gl. 25 an einem Punkt des Risses erfolgt mittels der Bruchspannung σ_{KKV} , dem Spannungskorrekturfaktor f_{sigma} und dem Geometriefaktor Y' (zur Vereinfachung wird $\sqrt{a\pi}$ in den Geometriefaktor gezogen: $Y' = Y \sqrt{a\pi}$). Diese drei Faktoren werden jeweils isoliert in Bezug auf ihre Genauigkeit betrachtet. Die Methodik der Auswertung bzw. die gegebene Formel wird als korrekt angenommen. Es wird der Einfluss der geschätzten Messfehler der Größen F (Bruchkraft), h (Ligamentdicke), α (relativer Abtrag), a (Risstiefe) und c (halbe Rissbreite) auf die drei Faktoren σ_{KKV} , f_{sigma} und Y' diskutiert. In Gl. 25 sind die Messgrößen jenen Faktoren als Parameter zugeordnet, welche die größte Abhängigkeit davon haben.

$$K = \sigma_{KKV}(F, h) f_{sigma}(\alpha) Y'(a, c) \quad (25)$$

Diese Fehlerabschätzung verwendet ein Referenzmodell, bei dem alle Parameter in der Praxis gut reproduzierbar einzustellen sind und ein eventueller Messfehler möglichst geringen Einfluss auf das Ergebnis hat. Die Kerbkugel soll folgende Geometrie haben: $\lambda = 0.8$, $\omega = 0.12$, $\rho = 0.33$, $\nu = 0.3$, $D = 5$ mm und Ligamentdicke $h = 1$ mm.

Bruchspannung σ_{KKV} aus dem KKV

In der Publikation zum KKV [9] wird der Fehler der Spannungsberechnung mit $\Delta\sigma_{KKV} = \pm 2\%$ angegeben. Es wird dennoch eine vertiefende Fehlerbetrachtung durchgeführt.

Die Spannung der unabgeschliffenen Kerbkugel wird mit $\sigma_{KKV} = f_N 6 F/h^2$ berechnet. Der Korrekturfaktor f_N ist ein Polynom, welches die numerisch ermittelten Daten mit einer maximalen Abweichung von $\pm 1\%$ approximiert. Die Abhängigkeit von den Kerbparametern λ , ω und ρ , sowie von ν wird in dieser Arbeit nicht weiter ausgeführt.

Der Wert der Kraft F fließt linear in die Spannung ein. Die Genauigkeit der Kraftmessdose ist laut Kalibrierungsprotokoll besser als $\pm 0.1\%$. Dieser Wert kann in der Praxis durch einige Umstände, wie die begrenzte zeitliche Auflösung des Steuergeräts, erhöht werden und wird mit $\pm 1\%$ angenommen.

Formell hat der Wert der Ligamentdicke h den größten Einfluss, da diese quadratisch eingeht. Durch eine große Anzahl von Ligamentmessungen (als auch Kalibrierungsmessung) wird die Messunsicherheit kleiner als $\pm 5\mu\text{m}$ angenommen. Dies entspricht $\pm 0.5\%$ der Ligamentdicke für das Referenzmodell. Werden diese maximalen Abweichungen zusammengerechnet, ergibt sich, dass die Spannung σ_{KKV} mit einer maximalen Messunsicherheit von $\pm 3\%$ ermittelt werden kann.

Spannungskorrekturfaktor f_{Sigma}

Praktische Intervalle für die relative Abtragstiefe liegen bei $0.005 \leq \alpha \leq 0.08$. Das entspricht bei der Referenzkugel mit $D = 5\text{mm}$ einem Absolutabtrag im Bereich von $12.5\mu\text{m} \leq \Delta h \leq 200\mu\text{m}$. Es wird von einer Messgenauigkeit $\Delta(\Delta h) = \pm 10\mu\text{m}$ ausgegangen; das ist das Doppelte der Messung des ursprünglichen Ligamentes mit noch perfekter Oberflächenqualität und Punktkontakt. Im konkreten Fall entspricht das $\Delta \alpha = 0.004$. Für größere Kugeln wird dieser Wert geringer.

Als repräsentativer Fall wird die Referenzkerbkugel ($\lambda = 0.8$, $\nu = 0.3$) herangezogen (rote Kurve in Abb. 17a). Das Intervall $0.005 \leq \alpha \leq 0.08$ wird durch eine Gerade angenähert: $f_{sigma} = k_f \alpha + d_f$. Mit der Steigung $k_f = 4.75$ und dem Achsenschnittpunkt

$d_f = 1.06$ kann nach der linearen Fehlerfortpflanzung der Fehler Δf_{Sigma} (Gl. 26) für den Spannungskorrekturfaktor berechnet werden.

$$\Delta f_{Sigma} = \frac{\partial f_{sigma}}{\partial \alpha} \Delta \alpha = 4.75 \cdot 0.004 = 1.9 \% \quad (26)$$

Die Approximation des Verlaufes mit einer Geraden ergibt eine Unsicherheit von unter $\pm 2 \%$. Mit diesen Annahmen kommt es aber im Bereich von $\alpha \geq 0.04$ und $\lambda \geq 0.8$ zu größeren Unsicherheiten (siehe Abb. 17b).

Geometriefaktor Y'

Messunsicherheiten in a und c gehen in die Bestimmung von Y und somit auch in Y' ein. Ein Fehler in der Risstiefe a wirkt sich aber auch direkt mit einer Quadratwurzelabhängigkeit auf Y' aus. Der erweiterte Geometriefaktor Y' hängt damit von der Rissgeometrie a/c und der Größe der Risses relativ zu Ligamentdicke h (bzw. t für den Balken) ab. Für die Untersuchung des Einflusses von Messfehlern in a und c auf Y' werden als Referenz die Rissparameter $a = 100 \mu\text{m}$ und $c = 100 \mu\text{m}$, $114 \mu\text{m}$, $133 \mu\text{m}$, $160 \mu\text{m}$ oder $200 \mu\text{m}$ herangezogen, was a/c -Verhältnisse von 1, 0.875, 0.75, 0.625 oder 0.5. ergibt. In den Versuchen zu dieser Arbeit ist das gesamte betrachtete Intervall vorgekommen.

Für die Geometrie des äquivalenten Balkens wird die Umrechnung von der Ligamentdicke auf die äquivalente Balkendicke vernachlässigt und ein Umrechnungsfaktor von $f_h=1$ angenommen. Somit ergibt sich mit $t = b = h = h_{eq} = 1 \text{ mm}$ der Geometriefaktor zu:

$$Y' = Y(a \pm \Delta a, t, c \pm \Delta c, b, \phi) \sqrt{(a \pm \Delta a) \pi} \quad (27)$$

Aus Tab. 5 können die geschätzten Messfehler (Δa , Δc) der Rissgeometrie entnommen werden. Diese bewegen sich je nach Material zwischen 5 und $20 \mu\text{m}$.

In Abb. 52 wird der Fehler des Geometriefaktors ($\Delta Y'$) verursacht durch die Messfehler Δa und Δc der Rissparameter für verschiedene Rissgeometrien gezeigt. Ist Y' in Punkt C höher, wird die durchgezogene Linie dargestellt, sonst die strichlierte Linie.

Es werden nun vier mögliche Fälle angenommen: Nur die Risstiefe ist fehlerbehaftet ($+\Delta a$, $\Delta c = 0$), nur die Rissbreite wird variiert ($+\Delta c$, $\Delta a = 0$), die Messfehler bei-

der Rissparameter sind gleich groß ($+\Delta a = +\Delta c$) oder betragsgleich, aber gegenläufig ($+\Delta a = -\Delta c$).

Aus den Diagrammen ist abzulesen, dass der resultierende Fehler im schlimmsten Fall $\Delta Y' = \pm 10\%$ beträgt. Für schlecht vermessbare Materialien und $1 \geq a/c \geq 0.75$ ist dies auf jeden Fall möglich. Unter $a/c = 0.75$ beträgt der Fehler auch für schlecht vermessbare Materialien maximal 5 %.

Sehr viel besser fällt das Ergebnis für Materialien aus, deren Rissgeometrie gut vermessbar ist ($\Delta a = \pm 5\mu m$, $\Delta c = \pm 10\mu m$). Für $a/c=1$ ist der Fehler von Y' im schlimmsten Fall 5 % und fällt bei $a/c=0.5$ sogar unter 2 % ab. D. h. für gut geeignete Werkstoffe ist der erweiterte Geometriefaktor Y' äußerst stabil.

Weiters zu erwähnen ist, dass bei eher halbkreisförmigen Rissen ein Fehler in c unerheblich ist, und bei flachen Rissen ($a/c \leq 0.6$) ein Messfehler in der Ristiefe a fast keinen Einfluss hat. Wie man aus der Diagrammserie erkennen kann, ist ein flacher Riss in Bezug auf den resultierenden Fehler wesentlich günstiger. $\Delta Y'(\Delta a, \Delta c = 0)$ ist nahezu Null, aber auch mit größerem Δc ist der Fehler von Y' gering. Bei gleichbleibendem absolutem Messfehler ist ein größer Riss prinzipiell günstiger, da sich im Vergleich zum Referenzbeispiel der relative Fehler in Y' verringert.

Zusammenfassend ist zu sagen, dass der resultierende maximale Fehler ΔK der Spannungsintensität von $\pm 15\%$ (mit $\Delta \sigma_{KKV} = 3\%$, $\Delta f_{Sigma} = 2\%$ und $\Delta Y' = 10\%$) nur in den wenigsten Fällen gilt, und auch mit der Wahl der Rissform leicht umgangen werden kann. Die Rissgeometrie sollte durch einen größeren Materialabtrag eher flach eingestellt werden.

Bei Materialien, in denen der Riss sehr gut ausmessbar ist, sinkt der mögliche Fehler des Geometriefaktors stark ab und somit fällt auch die Gesamtunsicherheit ΔK unter $\pm 7\%$.

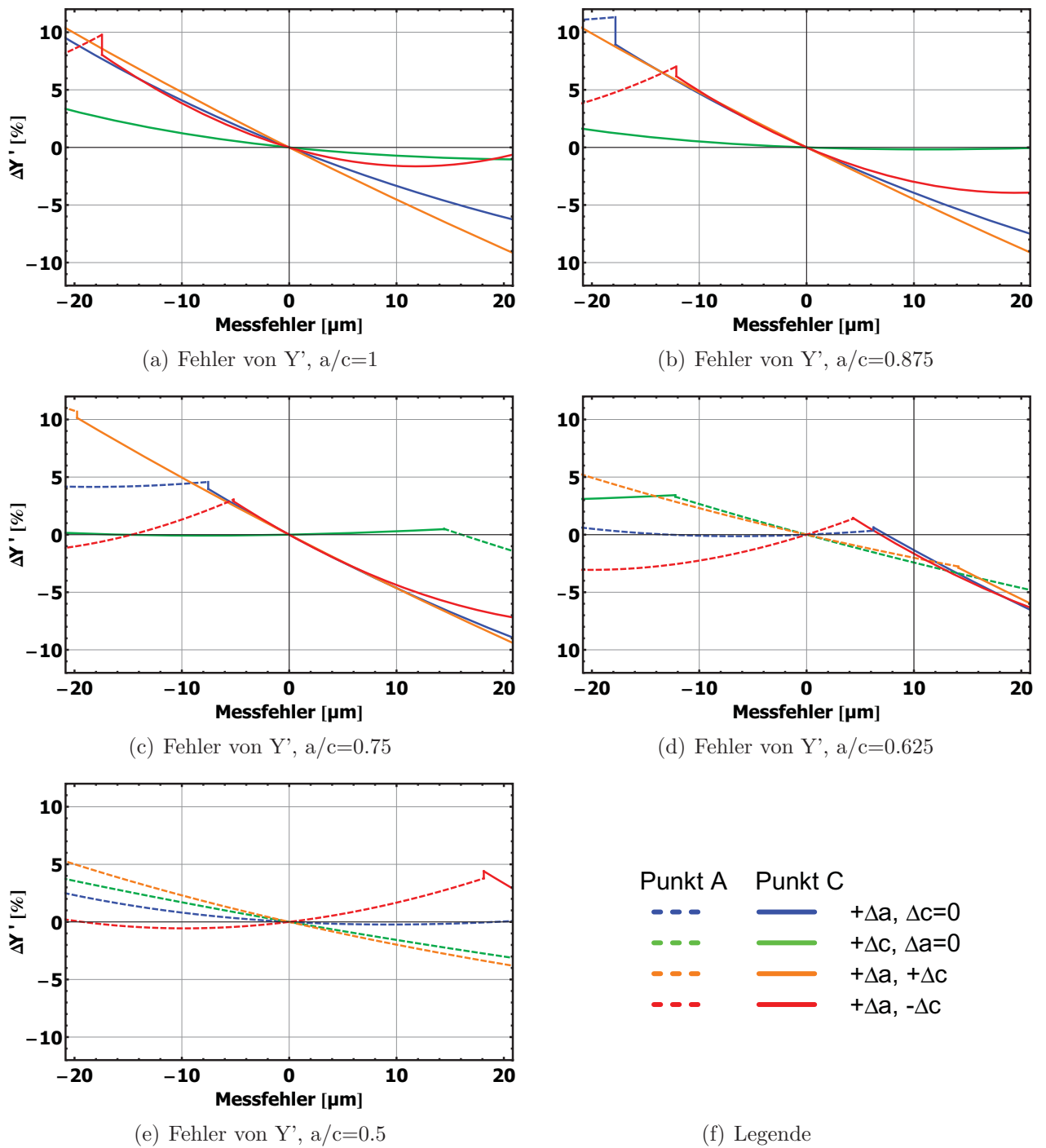


Abb. 52: Ausgehend von idealen Rissformen, gegeben durch die a/c -Verhältnisse, wird der Fehler $\Delta Y'$ des Geometriefaktors verursacht die Messfehler Δa und Δc der Rissparameter dargestellt ($a/t=0.1$).

7. Diskussion der Resultate

7.1. Zähigkeits- und Bruchwiderstandmessungen am Referenzmaterial

Die Zähigkeitsmesswerte, die am Referenzmaterial mit der modifizierten SCF-Methode an Kerbkugeln und mit der SCF-Methode an Balkenproben bestimmt wurden, stimmen gut überein. Dies wird umso deutlicher, wenn man die Werte jeweils über der kritischen Rissabmessung (a , wenn Punkt A kritisch war und c , wenn Punkt C kritisch war, siehe auch Tab. 3) aufträgt, wie es in Abb. 53 zu sehen ist.

Die Werte mit den kleineren Rissen sind statistisch nicht voneinander unterscheidbar. Das spricht dafür, dass die modifizierte SCF-Methode zur Zähigkeitsmessung an Kugeln korrekte Ergebnisse liefert. Der K_{Ic} -Wert, der mit großen HK10 Rissen an Kugeln ermittelt wurde, liegt etwas höher als die anderen Messwerte. Bei dieser Serie ging - im Unterschied zu den anderen Proben - das Versagen immer vom Punkt C aus.

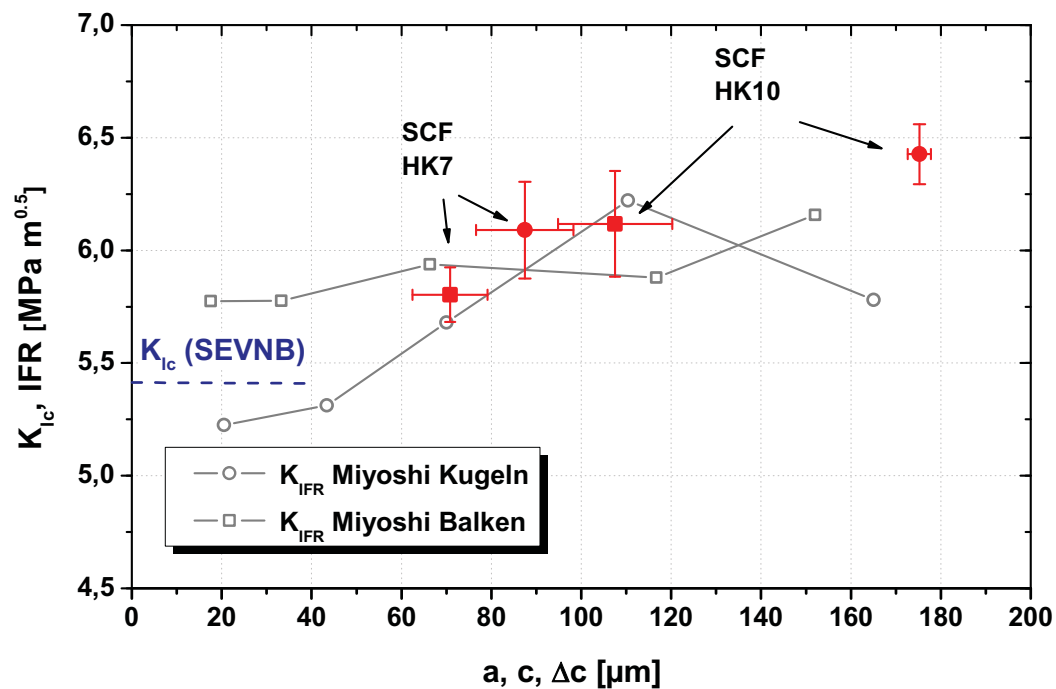


Abb. 53: Auftragung der Zähigkeitswerte ermittelt mit den Verfahren SEVNB (strichlierte Linie), SCF (\bullet Kugeln und \blacksquare Balken) und IF (grau) über der Rissgröße.

Weiters ist auffällig, dass alle mit der SCF-Methode gemessenen Zähigkeitswerte höher sind, als jener Wert, der mit der SEVNB-Methode bestimmt wurde. Da man annimmt, dass bei SEVNB-Versuchen das Versagen nicht direkt von der Kerbe, sondern von sehr kurzen Rissen vor der Kerbe (Mikrorisse, siehe Abb. 7b) ausgeht, stellt $K_{Ic}(\text{SEVNB})$ einen Wert nahe dem Beginn einer R-Kurve dar. Entsprechend ist dieses Ergebnis in Abb. 53 bei kurzen Risslängen bis etwa $20\ \mu\text{m}$ eingezeichnet.

Siliziumnitride haben nach den Arbeiten von Fünfschilling *et al.* [42] sehr steil ansteigende R-Kurven. So eine Kurve mit den relevanten Rissverlängerungen ist schematisch in Abb. 54 dargestellt. Der steile Anstieg findet während der ersten $30\ \mu\text{m}$ Rissverlängerung statt, danach folgt eventuell noch ein moderater Anstieg bis zum Plateauwert, d. h. der Zähigkeit für lange Risse.

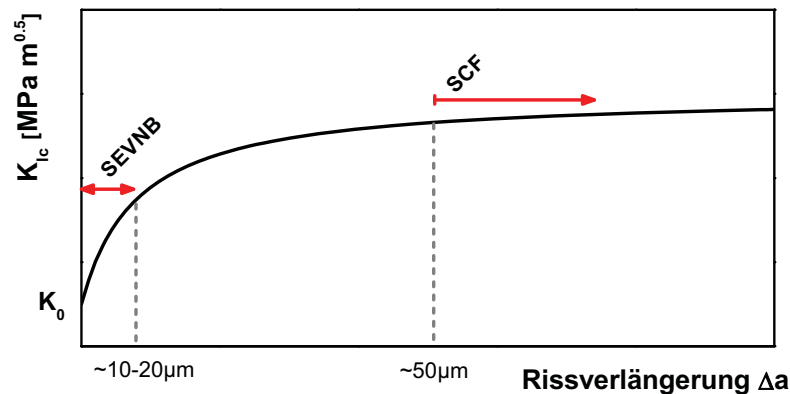


Abb. 54: Prinzipskizze einer R-Kurve. Die ermittelte Bruchzähigkeit ist abhängig von der Rissgröße bzw. vom verwendeten Messverfahren.

Zusätzlich ist in Abb. 54 gezeigt, bei welchen Rissverlängerungen sich Messwerte unterschiedlicher Zähigkeitsmessverfahren eintragen lassen. Es zeigt sich, dass für Siliziumnitride mit R-Kurve $K_{Ic}(\text{SEVNB})$ -Werte immer niedriger sind als $K_{Ic}(\text{SCF})$ -Werte.

Ob das untersuchte Referenzmaterial eine R-Kurve hat, lässt sich qualitativ untersuchen, wenn man die IFR-Werte ebenfalls über der Rissverlängerung aufträgt, wie es von Miyazaki [16] vorgeschlagen wurde. Dabei geht man davon aus, dass sich in der plastischen Zone unter dem Härteindruck kein Riss befindet, sondern dass dieser nur außerhalb auftritt. Nimmt man die plastische Zone etwa halbkugelförmig mit einem Radius gleich der halben Indentdiagonale an, ergibt sich für die Rissverlängerung im

IF-Versuch: $\Delta c = c_0 - (d_0/2)$. Das entspricht der Länge des Risses, ausgehend von der Ecke des Indents. Diese Auftragung für die IFR-Werte nach Miyoshi, Gl. 15, ist ebenfalls in Abb. 53 zu sehen.

Mit den kleinsten verwendeten Eindrucklasten deckt man dabei gerade noch den Bereich ab, in dem der Anstieg der R-Kurve zu erwarten ist. Die Messwerte zeigen eine steigende Tendenz mit zunehmender Rissverlängerung. Diese Tatsache zusammen mit dem Gefüge, das nadelige Körner aufweist, sind ein starkes Indiz dafür, dass das Referenzmaterial eine R-Kurve hat. Die Unterschiede in den K_{Ic} -Werten, die mit der SEVNB- und SCF-Methode bestimmt wurden, sind demnach vermutlich auf die R-Kurve zurückzuführen.

Die IFR-Werte nach Miyoshi sind in der gleichen Größenordnung wie die Zähigkeitswerte K_{Ic} (SCF). Das liegt daran, dass die IF-Formel von Miyoshi an Siliziumnitridwerkstoffen kalibriert wurde. Ähnliche Übereinstimmungen wurden für feinkörnige Siliziumnitride auch von Miyazaki et al. [43, 44] beobachtet. Es ist nicht zu erwarten, dass die Übereinstimmung für andere Werkstoffe ähnlich gut ist. Die Tatsache, dass die Formel nach Niihara, Gl. 16, wesentlich höhere Werte liefert, ist ein Beispiel dafür, dass IFR-Werte deutlich von Zähigkeitswerten abweichen können.

7.2. Zähigkeits- und Bruchwiderstandsmessungen an verschiedenen Strukturkeramiken

Die Ergebnisse der modifizierten SCF-Methode an den Keramikkugeln von SKF sind in Tab. 4 auf S. 57 aufgelistet. Das Versagen geht laut Auswertung bei allen Versuchsserien – mit einer Ausnahme – von Punkt C aus. Die K_{Ic} -Werte aller Werkstoffe sind durchaus vergleichbar mit Literaturwerten (siehe Diskussion der einzelnen Materialien). In Abb. 55 werden die Ergebnisse der IF-Methode den Resultaten der SCF-Versuche an den Kerbkugeln gegenübergestellt.

Das Material SN weist ein ähnlich feines Gefüge wie das Referenzmaterial auf. Wie bereits beschrieben, passt deshalb die IF-Auswerteformel nach Miyoshi (Gl. 15) besser, um mit dem IFR-Wert das Material zu charakterisieren. Der Verlauf steigt monoton an und mündet in einem Plateau knapp unter $6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Der Mittelwert der SCF-Ergebnisse

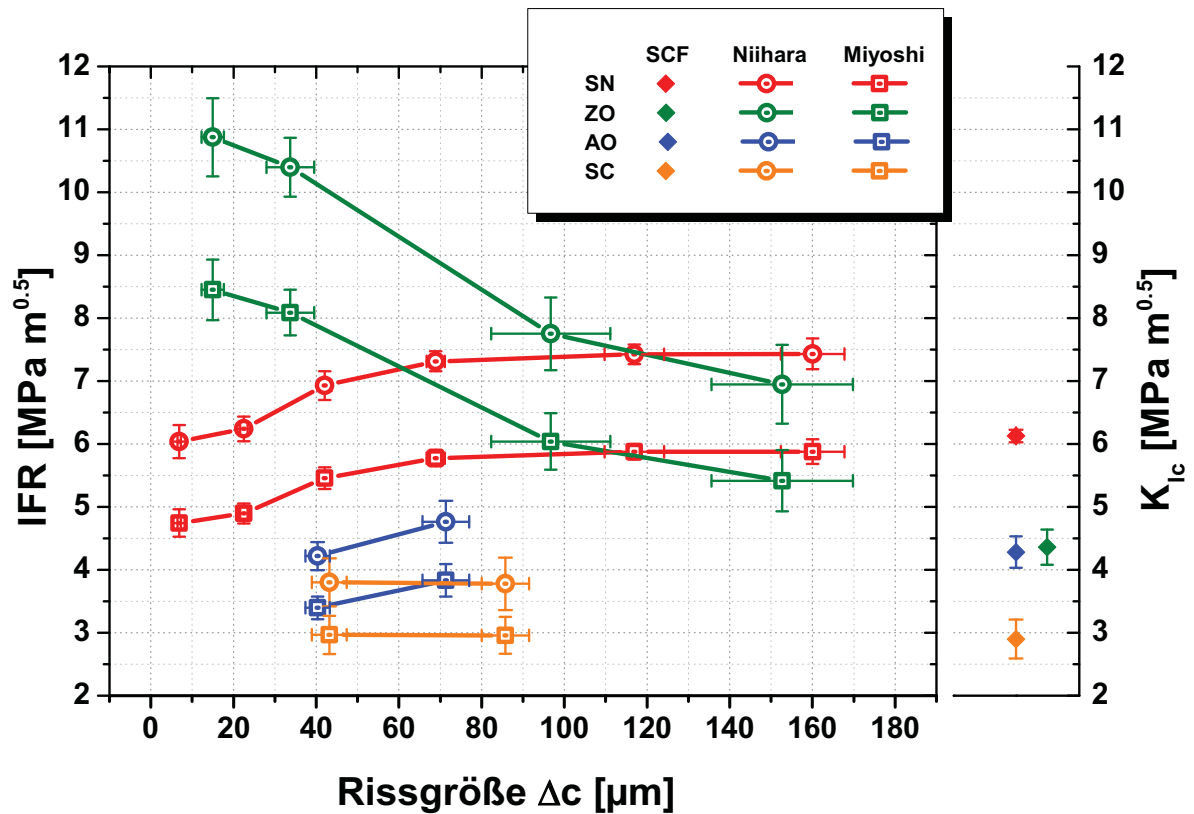


Abb. 55: Gegenüberstellung der IF-Methode (links) und des modifizierten SCF-Verfahrens an Kerbkugel (rechts) für die SKF-Materialien.

liegt mit $6.13 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ geringfügig höher, ist aber statistisch nicht zu unterscheiden. Die Streuung der SCF-Bruchzähigkeit ist mit $\pm 0.1 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ sehr gering, was aus der Reproduzierbarkeit und guten Ausmessbarkeit der Risse in diesem Material resultiert.

Das feinkörnige Material ZO zeigt grobe Differenzen der beiden Methoden auf. Der fallende IFR-Verlauf weist darauf hin, dass das IF-Verfahren mit den gegebenen Auswertformeln nicht zur Abschätzung des Bruchwiderstands geeignet ist. Dass der Bruchwiderstand für größere Risslängen sinkt, ist materialphysikalisch nicht erklärbar. Der SCF-Wert der Kerbkugel liegt im Vergleich zu Siliziumnitrid mit $4.36 \pm 0.28 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ deutlich niedriger. In der ausführlichen Untersuchung der SCF-Methode (an Balken)[24] wurde mit der gleichen Vorgehensweise ein sehr ähnliches ZrO_2 getestet. Dieses Material hat eine nahezu idente Korngrößenverteilung wie das SKF-Material, einige Sinterfehler, jedoch kein Riesenkornwachstum. Die dort ermittelte Zähigkeit ist mit $4.36 \pm 0.44 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ gleich groß. In der Arbeit von J. Alcalá und M. Anglada [45] wurde an

einem anderen Y-TZP bei ähnlichen Rissgrößen ebenfalls etwa derselbe Zähigkeitswert ermittelt.

$K_{Ic}(\text{SCF})$ des Werkstoffs AO wurde bei zwei verschiedenen Eindrucklasten (HK5 und HK10) bestimmt. Die ermittelten Werte sind aber statistisch nicht unterscheidbar und ergeben gemittelt $4.28 \pm 0.25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Dieser Wert liegt zwischen den IFR-Verläufen und ist im Vergleich zu Zähigkeitswerten von Standardaluminiumoxiden aus der Literatur ($3.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, [10]) etwas hoch. Zu diesen Vergleichsdaten sind allerdings keine Gefügeeigenschaften bekannt. Das Material AO scheint durch den hohen Weibullmodul im Allgemeinen herstellungstechnisch ausgereift zu sein.

In anderen Arbeiten [46, 47] findet man R-Kurven von Al_2O_3 (ähnliche Gefüge zu AO), die erst nach mehreren Millimetern ein Plateau erreichen, das beim Doppelten von K_0 (Startwert der R-Kurve) liegt. Der ermittelte K_{Ic} -Wert von AO liegt unter Anbetracht der Risslänge trotzdem zu hoch, jedoch ist der Verlauf der R-Kurve stark von der Korngrößenverteilung abhängig.

Das Material SC hat mit $K_{Ic}(\text{SCF}) = 2.91 \pm 0.27 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ eine Bruchzähigkeit eines typischen Siliziumkarbids [36, 10]. Dieser Wert positioniert sich sogar unter dem IFR-Verlauf ausgewertet nach Miyoshi (Gl. 15). Die Hälfte der SCF-Proben wurde vor der Indentierung abgeschliffen und der Indent so in eine ebene Fläche eingebracht. Diese Proben haben im Mittel die gleiche Bruchzähigkeit, wie die unabgeschliffenen Proben. Der Eindruck wurde mit einer Last von 10 kg eingebracht, was zur Ausbildung von relativ großen Rissen geführt hat. Ein besondere Auffälligkeit ist, dass der am besten vermessbare Riss auf Probe SC-B-033 (Abb. 49 auf S. 66) mit $3.3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ vom Mittel stark abweicht. Dies bleibt Thema weiterer Untersuchungen.

7.3. Beeinflussung des Geometriefaktors durch die Rissgeometrie

Wie bereits beschrieben, entspricht der maximale Spannungsintensitätsfaktor K an einem Punkt der Rissfront der Bruchzähigkeit K_{Ic} . Da K direkt proportional zu Y ist, können die Betrachtungen auf den Geometriefaktor beschränkt werden.

Wie in Abb. 56 zu sehen, ist bei jeder Rissgeometrie das Maximum von Y entweder am Punkt A (tiefster Punkt des Risses, $Y_{(A)}$) oder am Punkt C (an der Probenoberfläche, $Y_{(C)}$). Bei einem halbkreisförmigen Riss ist der Punkt C kritisch. Wird der Riss flacher, d. h. das a/c -Verhältnis geringer, wird irgendwann der Punkt A kritischer.

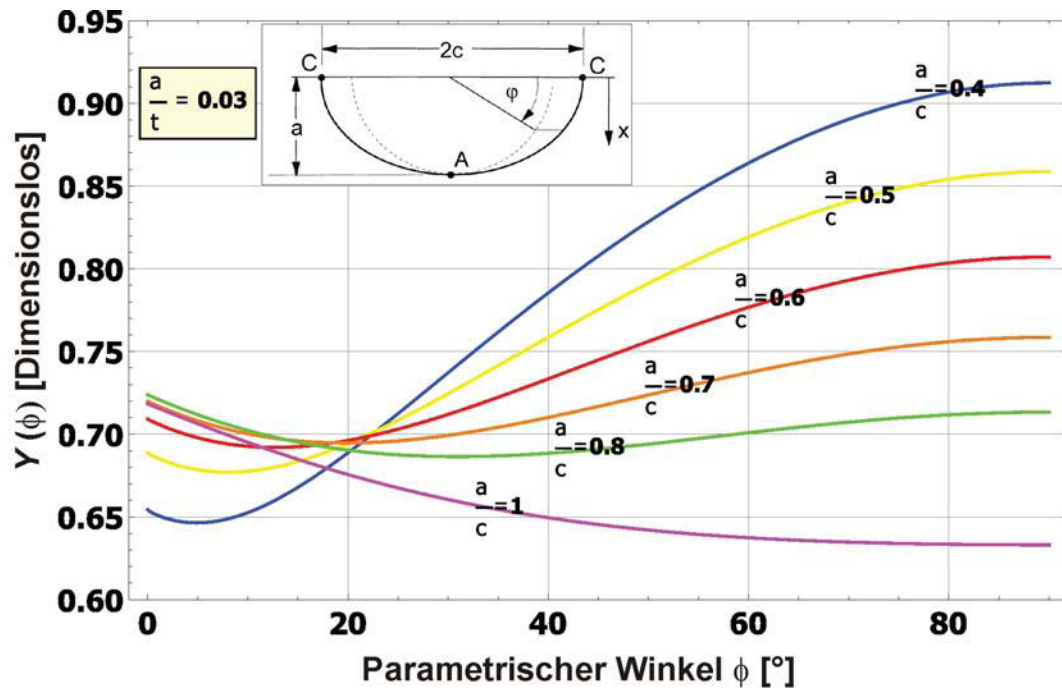


Abb. 56: Verlauf des Geometriefaktors entlang der Rissfront für unterschiedlichen Rissformen mit $a/t = 0.03$.

Der genaue Übergang wird auch von der Dicke t des Balkens bzw. vom a/t -Verhältnis bestimmt. Der Schnittpunkt der Geometriefaktorenverläufe liegt bei den relevanten a/t -Verhältnissen zwischen einem Wert von $a/c = 0.4$ und $a/c = 0.8$ (Abb. 57). Diese Tatsache ist einfach zu erklären: je tiefer der Punkt A im Material liegt, um so geringer ist die Spannung an diesem Punkt. Diese Reduktion der Spannung muss im Y beachtet werden, da für die Bruchzähigkeitsauswertung (Gl. 24) immer die Randfaserspannung verwendet wird.

Zur Ermittlung der Näherungsfunktion zur Berechnung des Geometriefaktors wurden von Newman und Raju [25] die Ergebnisse aus einer FE-Analyse herangezogen (siehe Anhang B). Mit numerischen Methoden kann Y sehr genau berechnet werden. Für den innen liegenden, kreisförmigen Riss beträgt die Abweichung bei hinreichender Netzqualität unter 0.01 % zur analytischen Lösung [48].

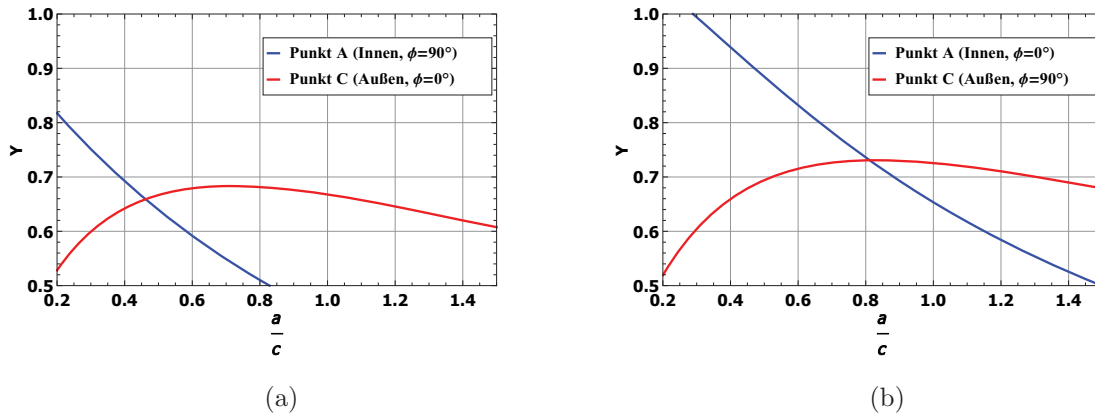


Abb. 57: Verlauf des Geometriefaktors in Abhängigkeit der Rissform a/c . (a) Bei $a/t = 0.25$ liegt der Schnittpunkt bei einem a/c -Verhältnis von rund 0.5, (b) Bei $a/t = 0.01$ liegt der Schnittpunkt bei einem a/c -Verhältnis von rund 0.8.

Der SIF und der Spannungsverlauf vor der Risspitze sind nach Gl. 9 verknüpft. Dabei wird der Exponent von r (r ist der Abstand von der Risspitze) immer als -0.5 angenommen. Dieser Exponent gilt streng genommen nur für einen ebenen Dehnungszustand (EDZ), d. h. die betrachtete Position der Rissfront liegt im Volumen. Wenn der Riss an die Oberfläche des Probenkörpers tritt (wie im Punkt C des halb elliptischen Oberflächenrisses) kann der Exponent einen anderen Wert annehmen und damit auch die Rückrechnung auf Y am Punkt C falsch sein. Weiterführende Literatur zu diesem Thema ist in [49, 50, 51, 52] zu finden.

Sollte aufgrund der Rissgeometrie nach der Näherungsformel in Gl. 30 der Punkt C kritisch sein ($Y_{(C)} > Y_{(A)}$), wird in der ASTM C 1421-01b [23] empfohlen, diese Probe zu verwerfen. Es gibt jedoch in der Literatur keine Untersuchungen, ob solche Rissgeometrien zu einem systematischen Fehler in K_{Ic} führen.

Es wurde beobachtet, dass die Abweichung der Ergebniswerte von Proben mit kritischem Punkt C zu den Ergebnissen von Proben mit dem kritischen Punkt A gering ist, wenn sich jeweils auch die Werte der Geometriefaktoren einer Probe wenig unterscheiden ($Y_{(C)} \approx Y_{(A)}$). Wenn $Y_{(C)} \gg Y_{(A)}$ streuen die Bruchzähigkeitswerte viel stärker.

Die Probe ZO-B-033 ist als einzige SKF-Probe an Punkt A kritisch. $K_{Ic}(\text{SCF})$ ist dort mit 4.13 um $0.1 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ höher als an Punkt C. Diese geringe Abweichung zu den anderen Proben untermauert die Zuverlässigkeit des ermittelten Zähigkeitswerts von ZO.

Auch wenn der Punkt C kritisch ist, scheint die modifizierte SCF-Methode die selben K_{Ic} -Werte zu liefern, wie das normale SCF-Verfahren.

In Anlehnung an die Vorgangsweise, die in der Norm ASTM C 1421-01b [23] vorgeschlagen wird, sollten auch für die Zähigkeitmessung an Kugeln möglichst nur Proben mit $Y_{(A)} > Y_{(C)}$ herangezogen werden. Bei einem Balken sollte möglichst so viel Material abgetragen werden, sodass das a/c -Verhältnis unter den kritischen Wert fällt. Die Abtragstiefe kann im Vorhinein aber nur mit den bekannten Größen c_0 (halbe Rissbreite an der Oberfläche vor dem Abtrag) und t_0 (die Dicke des Balkens vor dem Abtrag) festgelegt werden. Des Weiteren ist noch eine Annahme nötig: die ursprüngliche Rissform a_0/c_0 . Dieses Verhältnis bewegt sich zwischen 0.8 und 1.2 und ist abhängig von Material und Eindrucklast [40]. In dieser Arbeit wurde für HK10 im Referenzmaterial ein Verhältnis von etwa 1 bestimmt. Mit diesen Eingangsgrößen kann die Abtragstiefe relativ zu c_0 angegeben werden (Abb. 58).

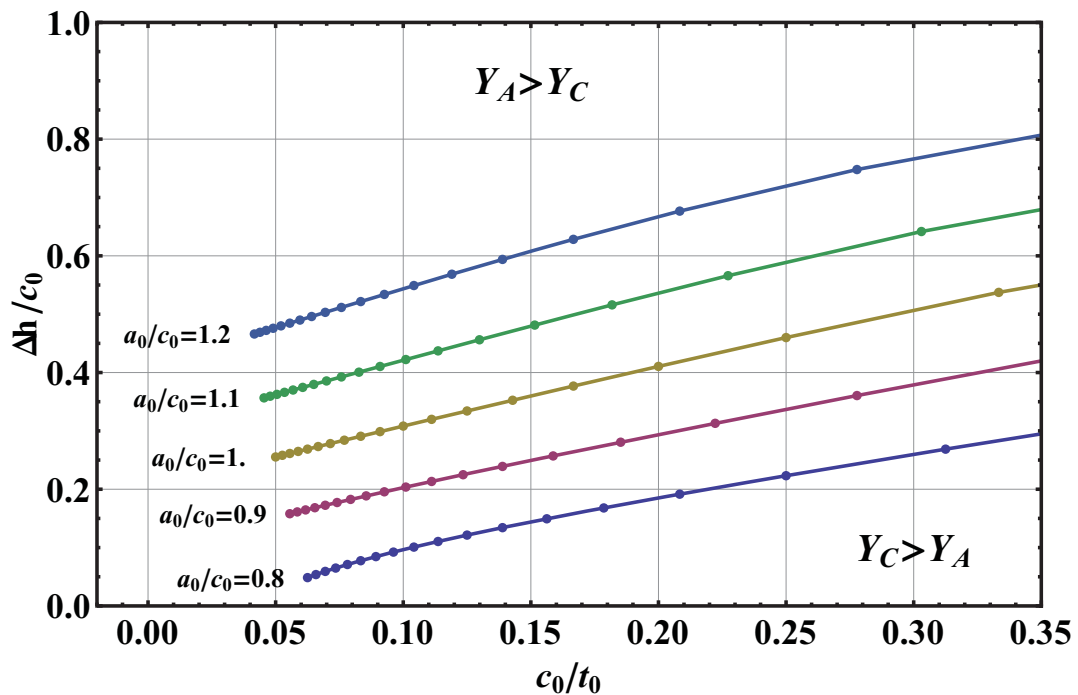


Abb. 58: Grenzen, an denen der kritische Punkt wechselt. Aufgetragen ist die benötigte Abtragstiefe Δh relativ zu c_0 in Abhängigkeit der Ausgangsrissform c_0/c_0 über der Risstiefe c_0/t_0 .

Diese Analyse gilt für einen Balken unter der Bedingung, dass der Knoop-Eindruck in eine ebene Fläche gemacht wird. Um das Diagramm in Abb. 58 auf Eindrücke an

Kugeln anwenden zu können, kann die zur Berechnung benötigte Dicke t_0 eines äquivalenten Biegebalkens aus der Ligamentdicke h mit $t_0 \cong 0.8 h$ geschätzt werden¹¹. Wird angenommen, dass die anfängliche Rissbreite durch die Krümmung der Kugeloberfläche nicht beeinflusst wird, kann das Diagramm (Abb. 58) direkt zur Berechnung des minimalen Abtrags der Kerbkugel verwendet werden. Verwendet man einen kleineren Wert für f_h (z. B. $f_h = 0.7$), ist der Punkt A sicher kritisch. Je kleiner der Riss c_0 im Vergleich zum Kugelradius ist, umso exakter gelten die getroffenen Annahmen.

Die Abtragstiefe muss aber darüber hinaus auch die Grundbedingung für die SCF-Methode erfüllen, und zwar dass die geschädigte Zone unter dem Indent vollständig entfernt wird, d. h. $\Delta h \geq d/6$.

7.4. Besonderheiten bei der Durchführung der IF-Methode

Da das IF-Verfahren bzw. die Variablen in den Auswerteformel immer empirisch kalibriert werden müssen, gibt es unzählige Varianten für verschiedene Werkstoffe, Herstellungsvarianten und Eindrucklasten. Je nach Wahl des Ansatzes kann der ermittelte IFR-Wert um $\pm 50\%$ schwanken [40]. Die Unterschiede zwischen den IFR-Werten nach Gln. 15 und 16 sind somit nicht überraschend.

Nach der Norm für Kugellagersiliziumnitride [17] soll IFR bei einer Eindrucklast von 20 kg ermittelt werden, damit gewährleistet ist, dass sich Halbkreisrisse (half-penny cracks) und keine Palmqvistrisse ausbilden. Für Al_2O_3 und SiC war es unmöglich, gültige Eindrücke bei diesen Lasten zu erzeugen.

Nach Niihara [18] gibt es ein formales Kriterium für das Verhältnis Risslänge c_0 zu Eindruckgröße d_0 , dass die Grenze zwischen Palmqvist- und Halbkreisrissen angibt: $2.5 < c_{0,V}/(d_0/2) < 3.5$. Dort werden auch zwei unterschiedliche Formeln zur Aus-

¹¹Für die Umrechnung wird ein Korrekturfaktor $f_h = 0.8$ angenommen, woraus sich folgende Herleitung ergibt: $t_0 = h_{eq} + \Delta h = 0.8(h - \Delta h) + \Delta h = 0.8h + 0.2\Delta h \cong 0.8h$. (Anm.: Vor dem Materialabtrag können bei einer Kerbkugel zu diesem Zweck nur die Ligamentdicke h und die Rissbreite $2c_0$ an der Oberfläche gemessen werden.)

wertung je nach Risstyp angegeben. Für Halbkreisrisse gilt Gl. 16, für Palmqvistrisse gilt:

$$IFR = 0.018 H \sqrt{d_0/2} \left(\frac{E}{H} \right)^{0.4} \left(\frac{c_{0,V}}{d_0/2} - 1 \right)^{-1/2} . \quad (28)$$

Wie aus Tab. 6 ersichtlich, ist die Bedingung für Half-Penny-Risse bei fast allen Werkstoffen und verwendeten Lasten erfüllt. In SN könnten bei der geringsten Eindrucklast von 0.5 kg nur Palmqvistrisse entstanden sein. Bei einer Auswertung nach Gl. 28 sinkt IFR von 6.09 ± 0.7 auf $4.27 \pm 0.16 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Bei AO und SC sollten jedoch auch bei den geringen Lasten 2 kg und 5 kg Half-Penny-Risse vorliegen.

Tab. 6: $c_{0,V}/(d_0/2)$ -Verhältnisse für verschiedene Lasten und Materialien. Diese können Hinweise auf die Rissausbildung unter einem Vickersindent geben.

Material Last [kg]	SNRef (Balken)	SNRef (Kugeln)	SN	ZO	AO	SC
0,5	-	-	3,15	-	-	-
2	3,53	3,73	3,89	-	5,36	6,23
5	3,72	4,27	4,20	2,70	5,77	7,21
10	4,44	4,57	4,51	3,12	-	-
20	5,00	4,79	4,98	4,25	-	-
30	5,16	5,43	5,35	4,89	-	-

In ZO genügen die Risslängen/Eindruckgrößen-Verhältnisse bei den geringsten verwendeten Eindrucklasten der Bedingung nicht. Wie auch aus anderen Arbeiten hervorgeht [19] kommt es in Zirkonoxiden oft bei wesentlich höheren Lasten nicht zu Half-Penny-Rissen. Es liegt daher nahe, die Messwerte der Eindrücke mit 5 kg und 10 kg in ZO mit der von Niihara vorgeschlagenen Formel für Palmqvistrisse, Gl. 28, auszuwerten. Das Ergebnis dieser Auswertung ist im Diagramm in Abb. 59 dargestellt.

Die ursprünglichen IFR-Werte nach Gl. 16 sind ebenfalls eingetragen. Es zeigt sich, dass nach dieser gemischten Auswertung der Bruchwiderstand rund $7.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ beträgt und fast unabhängig von der Eindrucklast ist.

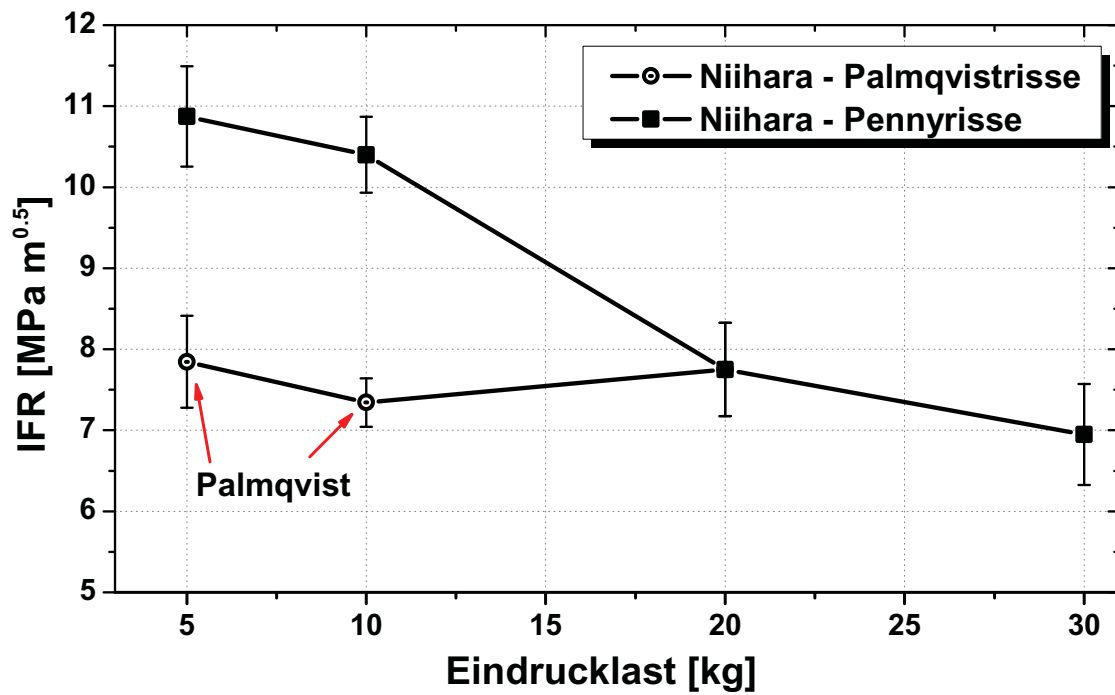


Abb. 59: Auswertung der IFR-Verläufe von ZO als Penny- und Palmqvistrisse.

8. Zusammenfassung und Schlussfolgerungen

Die Zielsetzung dieser Arbeit war es, ein Zähigkeitsprüfverfahren zu entwickeln, das direkt auf Kugeln angewendet werden kann. Dafür muss ein Riss eingebracht werden, dessen Form gut ermittelbar ist, und dieser mit einer klar definierten rissöffnenden Spannung beaufschlagt werden. Der KKV bildet die ideale Grundlage für eine Zähigkeitsprüfung, da das Spannungsfeld im Ligaments gut beschrieben bzw. die Maximalspannung einfach und genau berechnet werden kann. Durch das Einbringen eines Startrisses mit einem Knoopindenter wird allerdings ein oberflächennaher Bereich inelastisch verformt, welcher durch Abschleifen entfernt werden muss. Da sich das Spannungsfeld und auch die Spannungsamplitude durch den Abtrag signifikant ändert, war es notwendig, eine analytische Korrekturfunktion zu ermitteln, die von der Kerbgeometrie abhängig ist. Zur Ermittlung der Rissgeometrie wird der Riss vor dem Bruch mit fluoreszierender Risseindringfarbe infiltriert und später auf der Bruchfläche vermessen.

Für den Geometriefaktor der Bruchzähigkeitsbewertung kann die Näherung, die auch bei der normalen SCF-Methode an Balken verwendet wird, herangezogen werden, indem das angeschliffene Ligament der Kerbkugel als Balken approximiert wird. Es wird der Einfluss aller Geometrieparameter (von Kerb und Riss) in praktisch relevanten Bereichen berücksichtigt, was die Durchführbarkeit bzw. Auswertung vereinfacht und die Probenpräparation flexibel gestaltet.

Das modifizierte SCF-Verfahren konnte erfolgreich auf die Kerbkugel umgesetzt werden. Anhand des Referenzmaterials (Siliziumnitrid) wurde gezeigt, dass die an Kugeln ermittelten K_{Ic} -Werte im Rahmen der Messunsicherheit mit den Ergebnissen der SCF-Methode an Balken identisch sind. Auch die Ergebnisse an anderen geprüften Strukturkeramiken sind überzeugend und vergleichbar mit Literaturwerten. Leider konnten in diesem Fall kein anderes etabliertes Bruchzähigkeitsprüfverfahren (z. B. an Balken) zum direkten Vergleich durchgeführt werden.

Bei jedem neu entwickeltem Verfahren stellt sich die Frage nach dem Aufwand. Zur Durchführung einer herkömmlichen Zähigkeitsprüfung muss entweder eine entsprechen-

de Probe aus einem Bauteil herausgearbeitet werden oder bereits in der richtigen Geometrie gesondert hergestellt werden. Dies erfordert eine aufwendige Bearbeitung bzw. es besteht das Risiko, dass die Eigenschaften des Materials anders als im Bauteil sind. Durch Prüfung der Kerbkugeln wird die Zähigkeit des Materials, wie es später zum Einsatz kommt, wiedergegeben. Es können auch Messungen an sehr kleinen Kugeln durchgeführt werden, was mit anderen Verfahren nicht möglich ist, da aus kleinen Kugeln keine anderen Probenformen (z. B. Balken) herausgearbeitet werden können. Der Aufwand bei Präparation und Auswertung ist durchaus mit der herkömmlichen SCF-Methode zu vergleichen. Geht man von fertigen Festigkeitsproben aus, erfolgen die selben Schritte: Risseinbringung, Materialabtrag, Ermitteln der Bruchkraft, Vermessen der Rissgeometrie und Auswertung der Bruchzähigkeit mit den entsprechenden Näherungsfunktionen. Alle diese Teilschritte müssen bei beiden Verfahren seriell durchgeführt werden und sind in etwa gleich zeitintensiv.

Bei der Vermessung des Risses an Balken und Kugeln wird man vor dieselben Probleme gestellt. Je nach Material und Laborbedingungen kann die Ermittlung der Rissgeometrie mit herkömmlichen Mitteln (schiefes Indentieren, Schattenbildung im Stereomikroskop) oder mit aufwendigeren Mitteln (Dekorieren mit Bleiacetat, REM) erfolgen. Durch die Infiltration mit Risseindringfarbe wird das Vermessen deutlich erleichtert. Die Ausmessung gestaltet sich einfacher und je nach Erfahrung des Fraktografen im Vergleich zum Stereomikroskop auch genauer. Die aktuellen Untersuchungen sprechen gegen einen systematischen Fehler durch die Verwendung von fluoreszierender Risseindringfarbe (FZF), wie z. B. Überstrahlen oder Weiterdiffundieren auf der Rissfläche. Für die meisten Aluminiumoxide wird die Bestimmung des Risses erst durch FZF ermöglicht.

Grobkörnige und poröse Materialien haben prinzipiell eine höhere Messunsicherheit. Dies liegt zum einen an der Rissausbildung in solchen Materialien selbst, zum anderen kann die FZF über den Riss in Hohlräume, große Gefügeinhomogenitäten etc. gelangen und lässt die Rissfront „verschmieren“. Es kann somit keine klare Rissfront definiert werden. In diesem Fall ist es empfehlenswert, einen möglichst großen Riss zu erzeugen, um die relative Messunsicherheit zu minimieren.

Die geschätzten Fehler in der Rissgeometrie unterscheiden sich je nach Eignung des Materials zur Risseinbringung und Rissausmessung um den Faktor 2. So beträgt der maximale Fehler ΔK (für einen Referenzriss) im besten Fall $\pm 7\%$, im schlechtesten $\pm 15\%$, wobei ein Großteil des Fehlers auf die Spannungsberechnung entfällt. Die Messunsicherheit kann für besondere Rissgeometrien (besonders flache Risse) auch deutlich geringer sein. Bei $a/c=0.5$ ist die resultierende Messunsicherheit aufgrund einer Messunsicherheit der Risstiefe nahezu Null.

8.1. Empfehlungen

Auf Basis der gemachten Erfahrungen können folgende Empfehlungen vorgeschlagen werden, die bei der Durchführung der modifizierten SCF-Methode beachtet werden sollten:

- Aufgrund der erzielbaren Rissgrößen und der Präparationsmethodik ist es sinnvoll, Kugeln mit Durchmessern $5\text{ mm} \leq D \leq 20\text{ mm}$ zu prüfen. Aus größeren Kugeln können auch Balken herausgearbeitet werden.
- Besonders für grobkörnige und poröse Materialien sollte aufgrund der Rissausmessbarkeit der Riss möglichst groß sein.
- Aus der Sicht der Fehlerabschätzung ist es günstig, flache Risse mit $a/c < 0.6$ einzustellen.
- In Vorversuchen muss eine ideale Eindrucklast bestimmt werden, bei der eindeutige Risse, aber wenn möglich, keine Ausbrüche entstehen. Aus der Indentlänge wird auch die minimale Abtragstiefe ermittelt.
- Die Kugel kann zuerst abgeschliffen werden, um in eine ebene Fläche indentieren zu können, deren Durchmesser aber mindestens das Zweifache der Rissbreite haben sollte. Dadurch werden Unsicherheitsfaktoren der Rissausbildung und Abtragstiefenberechnung vermieden.
- Die Interpretation eines K_{Ic} -Wertes für einen Riss, der an der Probenoberfläche kritisch wird, ist fraglich. Je mehr Material abgetragen wird, umso flacher wird

der Riss und der tiefste Punkt des Risses ist tendenziell kritischer. Dieses zweite Kriterium für die Abtragstiefe stellt eine weitere wichtige Empfehlung dar.

- Wenn möglich, sollte die Rissbreite $2c$ an der Oberfläche zur Auswertung herangezogen werden, da so die Messunsicherheit und dadurch der Fehler des Geometriefaktors verringert wird.
- Die Risstiefe darf maximal 25 % der Ligamentdicke betragen, da sonst das Spannungsfeld über die Rissgröße nicht mehr „biegeprobenähnlich“ ist und die Berechnung von Y , wie hier beschrieben, nicht mehr möglich ist.
- Die relative Abtragstiefe ($\alpha = \Delta h/R$) sollte sich im Bereich $0.01 \leq \alpha \leq 0.07$ bewegen, um einen Fehler in der Spannungsberechnung durch ev. Messunsicherheiten zu minimieren.

8.2. Ausblick

Eine Vielzahl von weiterführenden Arbeiten sind zu dieser Versuchsentwicklung denkbar. Die Zähigkeitsprüfung aller Materialien muss mit Punkt A, als kritischer Punkt auf der Rissfront, durchgeführt werden, da streng genommen die Auswertung an Punkt C nicht zulässig ist. Die Verifizierung der Methode sollte auch an anderen Materialien stattfinden, von denen entsprechende Proben zur Verfügung stehen und so ein Vergleich zu anderen Zähigkeitsprüfverfahren ermöglicht wird (z. B. SEVNB, SEPB). Um die Zuverlässigkeit der Methode zu bestimmen, ist eine größere Stichprobe eines geeigneten Materials zielführend. Der Einfluss der Versuchsparameter, im Besonderen der Rissform, Rissgröße zu Probendimension und Abtragstiefe, sollten systematisch untersucht werden.

Die Methodik zur Risseinbringung in ZrO_2 ist noch unzureichend bzw. noch zu unzuverlässig. Mit einem Knoopindenter können keine Risse bei moderaten Lasten erzeugt werden. Bei Verwendung eines Vickersindenters ist es bei weniger als der Hälfte der Proben gelungen, einen einzelnen Riss zu erzeugen. Bei Anwendung der SEVNB-Methode kann zwar das Problem der Risseinbringung umgangen werden, aber speziell bei den sehr feinkörnigen Materialien ist unklar, ob die so ermittelten Werte richtig sind. Da ZrO_2

eine der wichtigsten Strukturkeramiken der heutigen Zeit ist, ist eine Verbesserung der Methodik auch für die normale SCF-Methode zu empfehlen.

Ein weiterer Schritt ist, den Riss in der gekerbten Kugel zu modellieren. Es ist kein Detailwissen der Bruchmechanik für diese Kombination von Rissform, Probengeometrie und Belastungssituation vorhanden. Durch den Materialabtrag ist die Annahme einer perfekten Halbellipsenform des Risses nicht mehr richtig; die Annäherung durch ein Kreissegment wäre in diesem Fall treffender. Idealerweise müsste eine numerische Studie auf vier Parametern aufgebaut werden: Tiefe und Breite des eingebrachten Risses vor Materialentfernung, Abtragstiefe und Kugelgröße. Hinzu kommt noch eine Veränderung des Spannungsfelds im Ligament durch Variation der Kerbgeometrie und Querkontraktionszahl. Die im Moment verwendete Vorgangsweise der Auswertung (i. e. Verwendung des Geometriefaktors eines ideal semi-elliptischen Risses im Balken) sollte aber zumindest durch eine Simulation mit den Daten einer realen Probe verifiziert werden.

Anhang

A. KKV-Auswerteformel

Da die Interpolation den FEM-Daten für den Vorfaktor f_N in dieser Arbeit nicht dargestellt wird, soll der relevante Bereich mit einer analytischen Näherungsformel (Gl. 29) approximiert werden. Diese ist für die folgenden Bereiche der Kerbparameter gültig:

$$0.75 \leq \lambda \leq 0.80, \quad 0.10 \leq \omega \leq 0.13, \quad 0.2 \leq \rho \leq 0.45 \quad \text{und} \quad 0.20 \leq \nu \leq 0.35.$$

Der maximale Fehler der Näherungsformel bezogen auf die numerischen Werte beträgt unter 0.1 %. Die Kerbgeometrie aller geprüften Kugeln bewegt sich im angegebenen Bereich, mit Ausnahme der Proben aus dem Material SC, welches eine ein Querkontraktionszahl von $\nu = 0.16$ hat. Die nahezu lineare Abhängigkeit der Vorfaktorverlaufes von ν ermöglicht aber eine Extrapolation bis $\nu = 0.15$ (siehe Abb. 60).

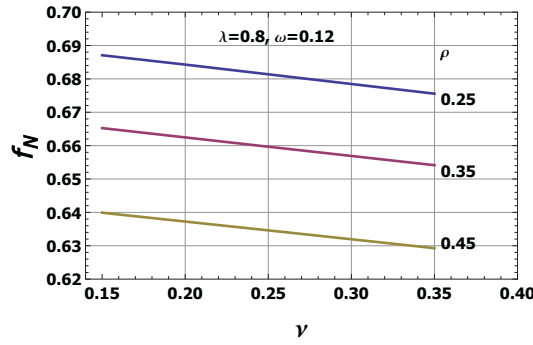


Abb. 60: Verlauf des Vorfaktors über der Querkontraktionszahl extrapoliert bis 0.15. Die berechneten Stützstellen von $\nu =$ sind 0.2, 0.25, 0.3 und 0.35.

$$\begin{aligned}
f_N(\lambda, \omega, \rho, \nu) = & -0.183534 + \\
& (115.934\lambda^4 - 327.833\lambda^3 + 353.134\lambda^2 - 169.747\lambda + 30.9288) \\
& (-0.0041002\nu^2 - 0.0830403\nu + 1) (1.51793\rho - 0.936049\sqrt{\rho} + 1) \\
& (0.573431\rho^2 - 0.607548\rho + 1) (-2.6408\omega^2 + 0.917679\omega + 1) \\
& (-2.34769\lambda\rho + 1.7314\lambda\sqrt{\rho} + 1) (-0.0339836\nu\rho + 0.0482487\nu\sqrt{\rho} + 1) \\
& (-4.52972\rho\omega + 3.55888\sqrt{\rho}\omega + 1)
\end{aligned} \tag{29}$$

B. Berechnung des Geometriefaktors nach Newman-Raju

Im Folgenden sind die Newman-Raju Formeln zur Berechnung des Geometriefaktors $Y(a, t, c, b, \phi)$ angeführt (Gl. 30). Für reine Zugbelastung des Balkens muss die Funktion $H(a, c, t, \phi) = 1$ gesetzt werden.

$$Y[a, t, c, b, \phi] = F[a, t, c, b, \phi] \cdot H[a, c, t, \phi] \cdot \frac{1}{\sqrt{Q[a, c]}} \quad (30)$$

$$F[a, t, c, b, \phi] = \left(m_1[a, c] + m_2[a, c] \left(\frac{a}{t} \right)^2 + m_3[a, c] \left(\frac{a}{t} \right)^4 \right) f_\phi[a, c, \phi] g[a, t, \phi] f_w[a, c, t, b]$$

$$m_1[a, c] = 1.13 - 0.09 \left(\frac{a}{c} \right)$$

$$m_2[a, c] = -0.54 + \frac{0.89}{0.2 + \left(\frac{a}{c} \right)}$$

$$m_3[a, c] = 0.5 - \frac{1}{0.65 + \left(\frac{a}{c} \right)} + 14 \left(1 - \left(\frac{a}{c} \right) \right)^{24}$$

$$f_\phi[a, c, \phi] = \sqrt[4]{\left(\frac{a}{c} \right)^2 (\text{Cos}[\phi]^2 + (\text{Sin}[\phi])^2)}$$

$$g[a, t, \phi] = 1 + \left(0.1 + 0.35 \left(\frac{a}{t} \right)^2 \right) (1 - \text{Sin}[\phi])^2$$

$$f_w[a, c, t, b] = \sqrt{\text{Sec} \left[\frac{\pi c}{2b} \sqrt{\frac{a}{t}} \right]}$$

$$H[a, c, t, \phi] = H_1[a, c, t] + (H_2[a, c, t] - H_1[a, c, t]) \text{Sin}[\phi]^{\text{ph}[a, c, t]}$$

$$H_1[a, c, t] = 1 - 0.34 \left(\frac{a}{t} \right) - \left(0.11 \left(\frac{a}{c} \right) \right) \left(\frac{a}{t} \right)$$

$$H_2[a, c, t] = 1 + \left(-1.22 - 0.12 \left(\frac{a}{c} \right) \right) \left(\frac{a}{t} \right) + \left(0.55 - 1.05 \left(\frac{a}{c} \right)^{0.75} + 0.47 \left(\frac{a}{c} \right)^{1.5} \right) \left(\frac{a}{t} \right)^2$$

$$\text{ph}[a, c, t] = 0.2 + \left(\frac{a}{c} \right) + 0.6 \left(\frac{a}{t} \right)$$

$$Q[a, c] = 1 + 1.464 \left(\frac{a}{c} \right)^{1.65}$$

Die Risstiefe a in Relation zur Balkendicke t hat einen entscheidenden Einfluss auf den Wert des Geometriefaktors im Punkt A, unabhängig von der Rissform (siehe Abb. 61). Y im Punkt C wird nur wenig von a/t beeinflusst. Die Dicke h_{eq} des angenommenen Biegebalkens (für Y -Berechnung beim KKV) ist somit nicht unerheblich und sollte möglichst genau bestimmt werden.

An den eingezeichneten a/t -Bereichen der zwei Verfahren ist ersichtlich, dass es bei der normalen SCF-Methode (am Balken) eher der Punkt A kritisch ist, während bei der modifizierten SCF-Methode (KKV) eher der Punkt C als der kritische betrachtet werden kann. Dies kann aber noch mit der Abtragstiefe beeinflusst werden.

Für die Breite des Balkens wird $2b = 2h_{eq}$ angenommen. In Abb. 62 wird die Funktion f_w dargestellt, die als Faktor in Y eingeht und als einziges die Breite des Balkens berücksichtigt. Es sind die möglichen c/b -Bereiche für den Balken (f_w ist vernachlässigbar) und für den Kerbkugelversuch eingezeichnet (als b für die Berechnung dieses Intervalls wurde der minimale Schliffkreisradius verwendet). f_w bei der Kerbkugel kann im Extremfall (große Risse) eine Steigerung von 2 % bedeuten. Zusätzliche Berechnungen von Y unter Variation von $2b$ im Bereich von $2b = 1 \text{ mm}$ und $2b = D/2$ zeigen keine entscheidende Variation von Y .

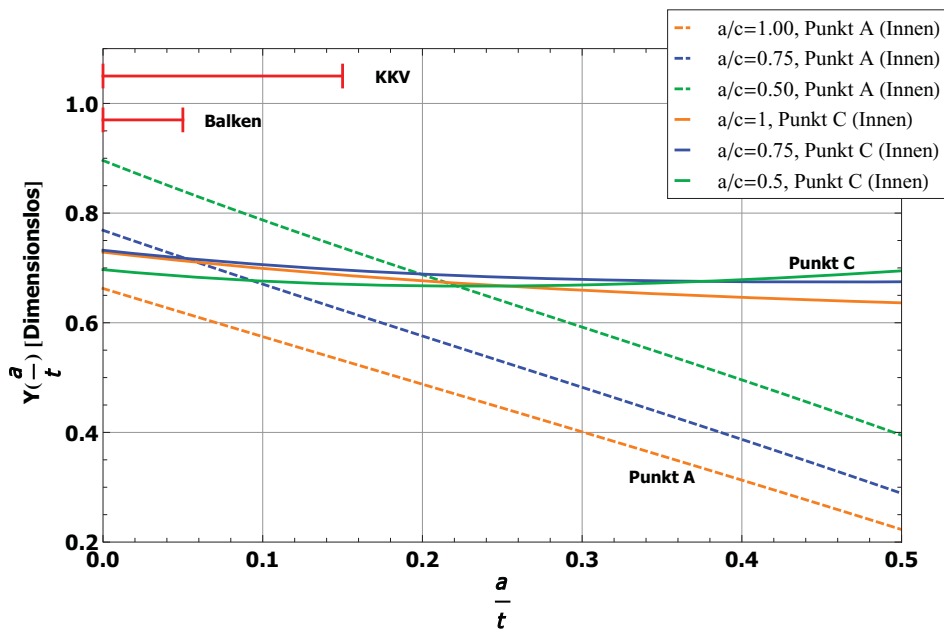


Abb. 61: Einfluss der Risstiefe a im Verhältnis zur Balkendicke t . Es werden jeweils der Punkt A oder der Punkt C mit drei unterschiedlichen Rissformen (a/c) gezeigt.

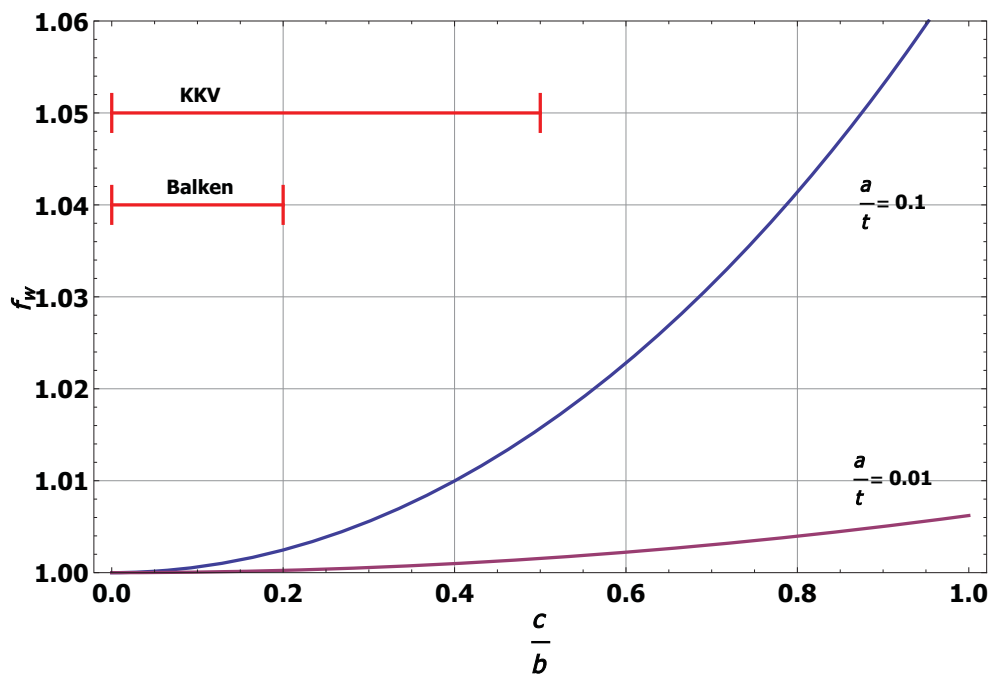


Abb. 62: Es ist die Funktion f_w über dem Verhältnis halbe Rissbreite (c) zu halber Balkenbreite (b) dargestellt.

C. Knoophärteeindrücke in gekrümmten Oberflächen

Zur Berechnung der Abtragstiefe wurde die Formel $\Delta h = (d \cdot f_d)/6$ verwendet mit d als lange Diagonale des Knoopindents auf einer gekrümmten Oberfläche. f_d dient als Korrekturfaktor, um die entsprechende Eindruckdiagonale in der Ebene zu berechnen, wenn die selbe Eindrucklast verwendet wird.

Nimmt man an, dass die Eindringtiefe in beiden Körpern gleich groß ist, kann durch den geometrischen Zusammenhang die Verlängerung der Diagonale berechnet werden. Sie ist abhängig von der Größe des Indents auf der Kugeloberfläche und vom Kugelradius, wie es in Abb. 63 dargestellt wird.

Es wurden die Indents auf ebener und gekrümmter Oberfläche verglichen ($D = 5 \text{ mm}$ und $d = 300 \mu\text{m}$) und daraus das reale f_d ermittelt. Die experimentellen Werte für f_d waren um 4 bis 10 % kleiner als in der Berechnung, d. h. mit der Berechnung ergeben sich Abtragstiefen, mit denen die geschädigte Zone sicher abgeschliffen wird.

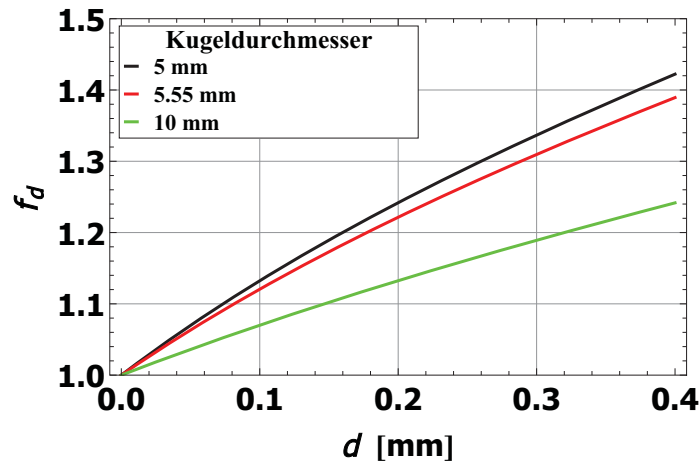
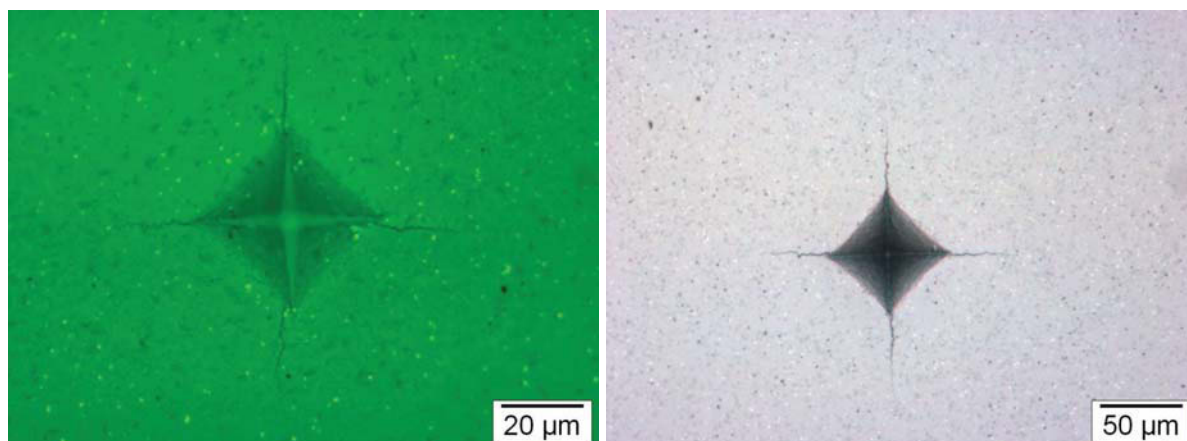


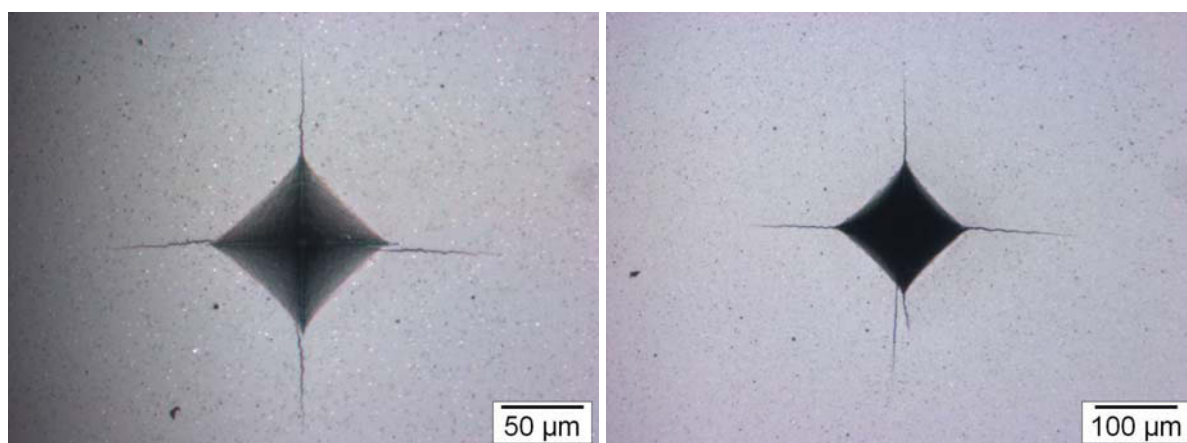
Abb. 63: Der Korrekturfaktor f_d ist abhängig vom Kugeldurchmesser und von der Diagonallänge d des Knoopindents.

D. IF-Versuche



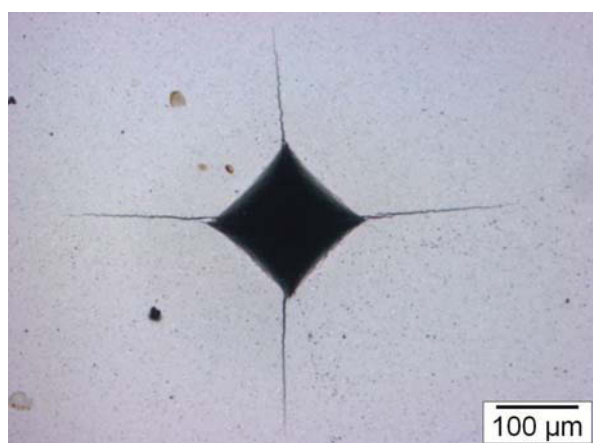
(a) SNRef Kugeln HV2

(b) SNRef Kugeln HV5



(c) SNRef Kugeln HV10

(d) SNRef Kugeln HV20



(e) SNRef Kugeln HV30

Abb. 64: Härteeindrücke bei unterschiedlichen Lasten am Material SNRef (Kugeln) zur Bestimmung eines IFR-Wertes.

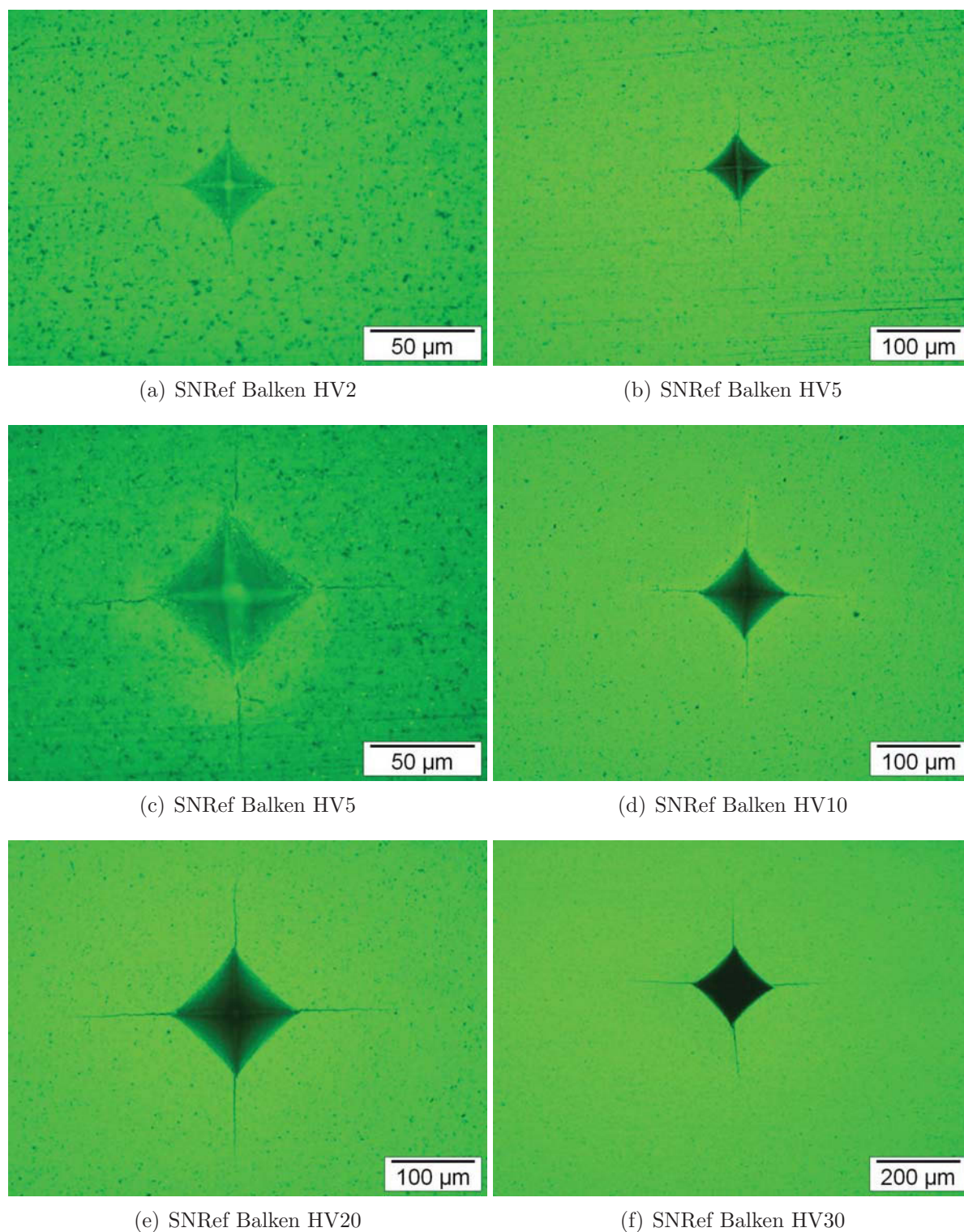


Abb. 65: Härteeindrücke bei unterschiedlichen Lasten am Material SNRef (Balken) zur Bestimmung eines IFR-Wertes.

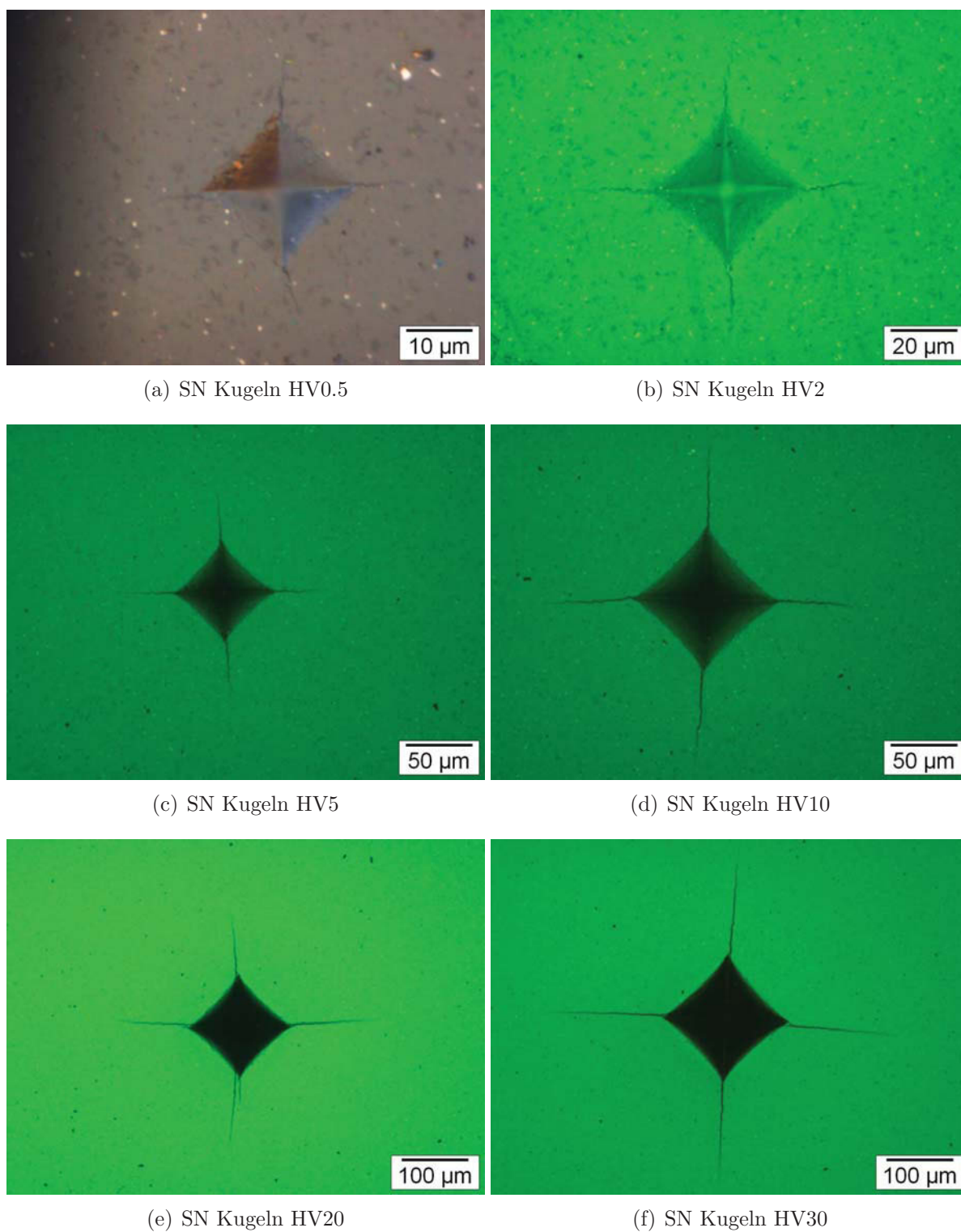
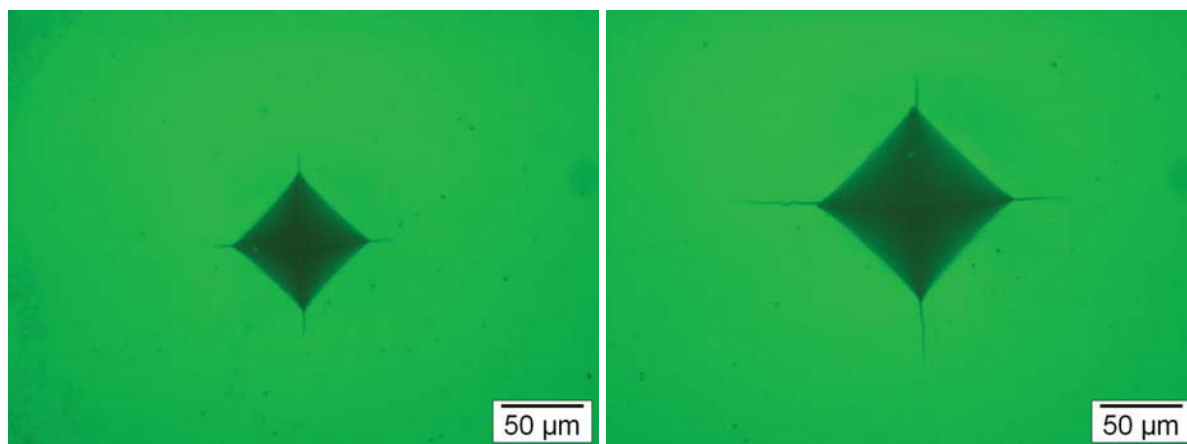
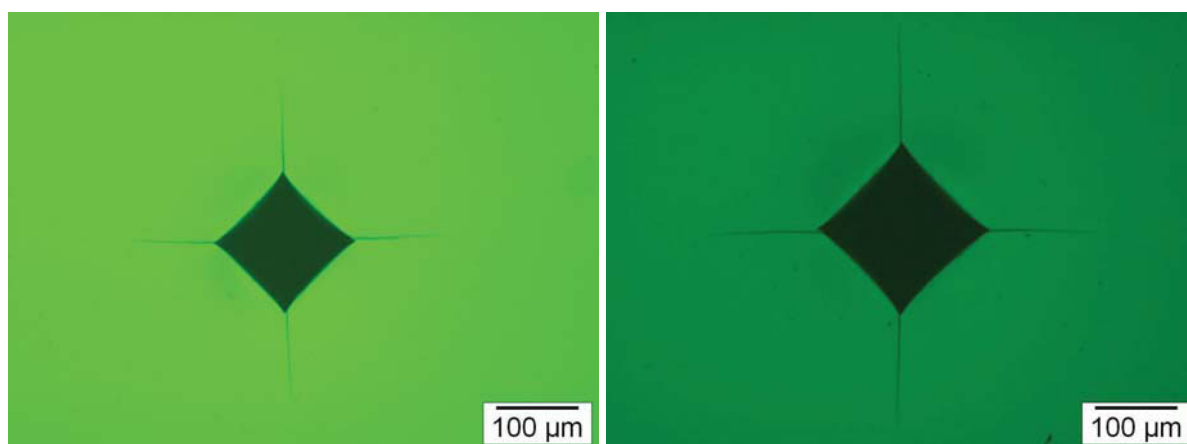


Abb. 66: Härteeindrücke bei unterschiedlichen Lasten am Material SN (Kugeln) zur Bestimmung eines IFR-Wertes.



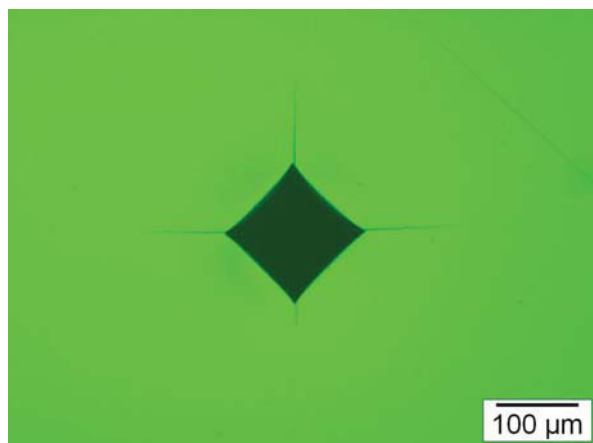
(a) ZO Kugeln HV5

(b) ZO Kugeln HV10



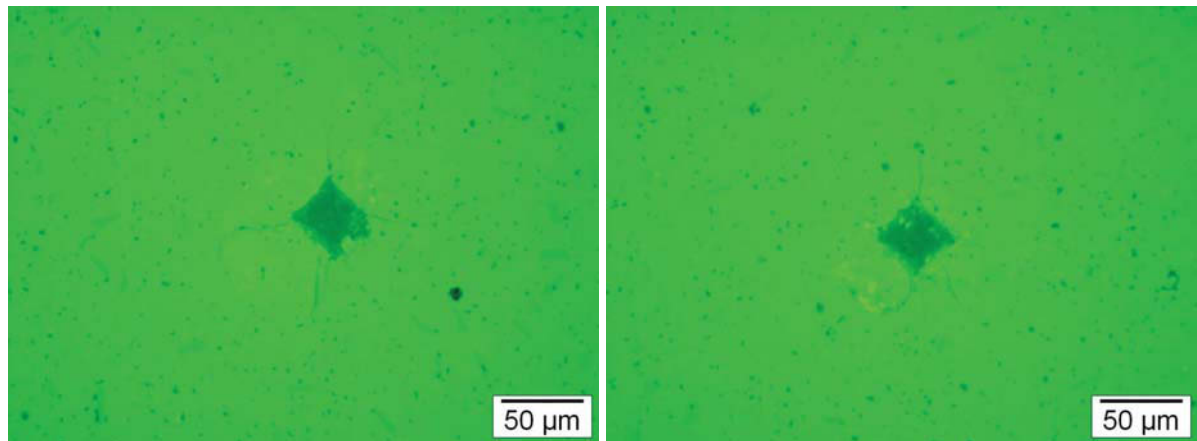
(c) ZO Kugeln HV20

(d) ZO Kugeln HV30



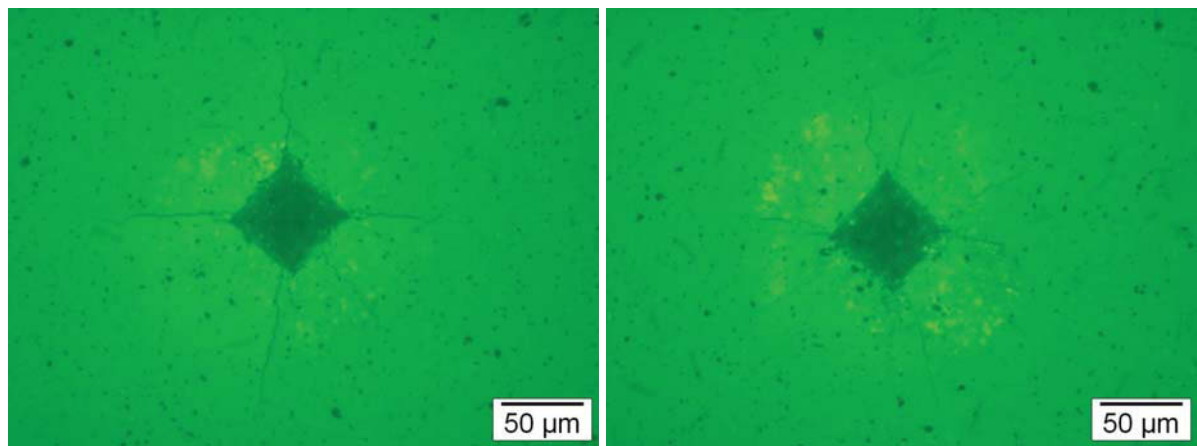
(e) ZO Kugeln HV20, nicht auswertbar

Abb. 67: Härteeindrücke bei unterschiedlichen Lasten am Material ZO (Kugeln) zur Bestimmung eines IFR-Wertes.



(a) AO Kugeln HV2, ausgewertet

(b) AO Kugeln HV2, nicht auswertbar



(c) AO Kugeln HV5, ausgewertet

(d) AO Kugeln HV5, nicht auswertbar

Abb. 68: Härteeindrücke bei unterschiedlichen Lasten am Material AO (Kugeln) zur Bestimmung eines IFR-Wertes.

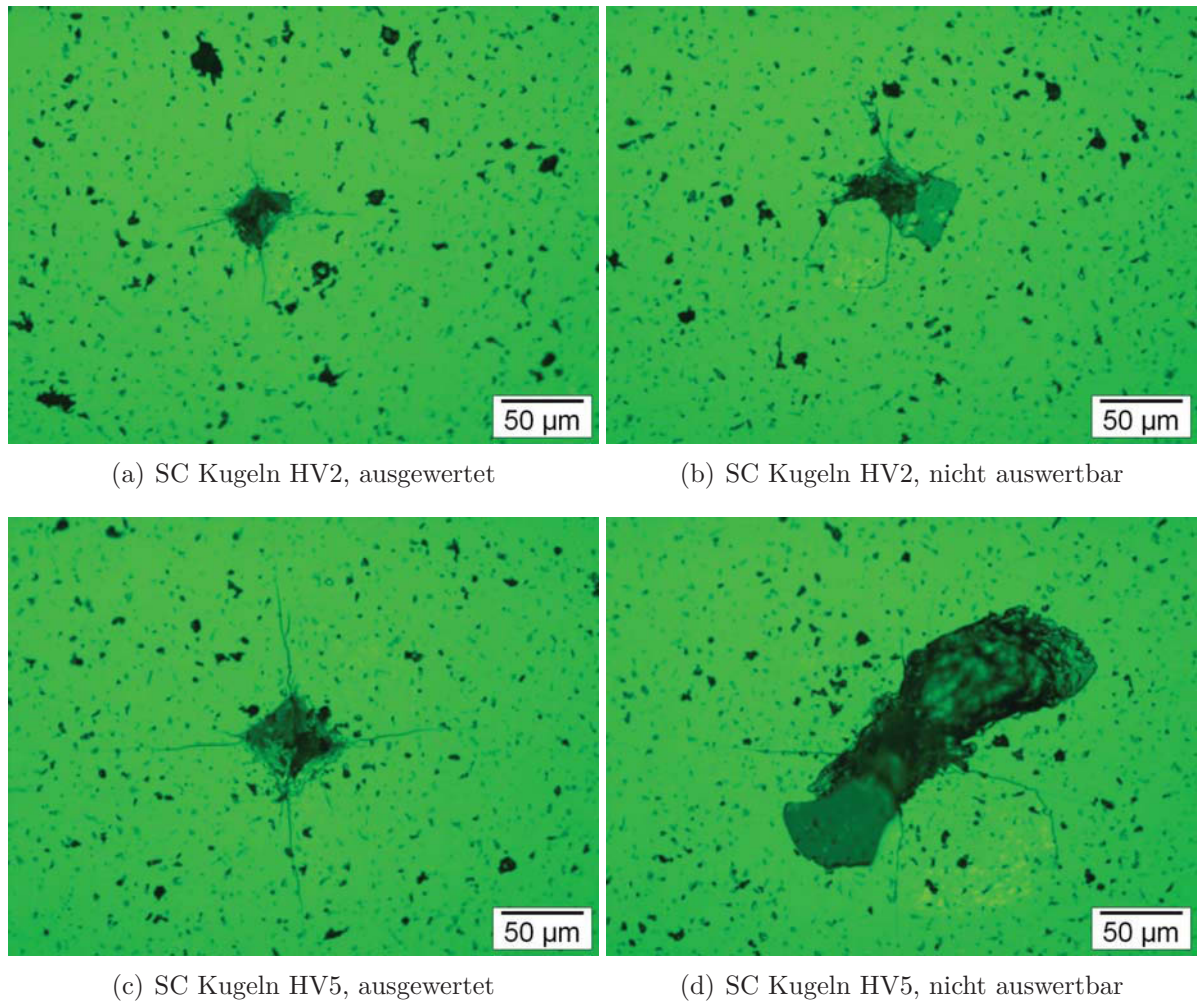


Abb. 69: Härteeindrücke bei unterschiedlichen Lasten am Material SC (Kugeln) zur Bestimmung eines K_{IFR} -Wertes.

E. Festigkeitsbewertung

Um die Festigkeitswerte einfach mit Literaturwerten vergleichen zu können, werden diese auf standardisierte 4-Punkt-Biegeproben umgerechnet:

Nach der Weibulltheorie hängt die Festigkeit vom beanspruchten Volumen ab. Diese geht davon aus, dass Fehler in einem größeren Volumen entsprechend häufiger vorkommen (ausgehend von einer bestimmten Verteilung der Größe der Fehler in einem Material). Bei ein und demselben Probenkörper wird unter homogener Zugbelastung die gesamte Probe der nominellen Spannung ausgesetzt, während bei der Probe in Biegung nur die oberflächlichen Bereiche der Zugseite der nominellen Spannung (Randfaser-spannung) ausgesetzt werden. Die Festigkeit fällt demnach geringer aus, wenn das belastete Volumen größer wird. Dies hat zur Folge, dass zu jedem Festigkeitswert auch das Prüfverfahren oder das sogenannte „effektive Volumen“ V_{eff} angegeben werden sollte, das berechnet wird mit¹²:

$$V_{eff}(\sigma_{Ref}, m) = \int_{\sigma > 0} \left(\frac{\sigma}{\sigma_{Ref}} \right)^m dV \quad (31)$$

mit dem Weibull-Modul m und σ_{Ref} als (char.) Referenzfestigkeit. Ist V_{eff} der Referenzprobe und der anderen Probe bekannt, kann die (char.) Festigkeit des anderen Versuches errechnet werden:

$$\sigma_1 = \sigma_2 \left(\frac{V_{eff,2}}{V_{eff,1}} \right)^{1/m} \quad (32)$$

Das „effektive Volumen“ der Kerbkugel wurde numerisch ermittelt; für eine 4-Punkt-Biegeproben mit der Länge L (= 40 mm), Breite B (= 4 mm), Höhe H (= 3 mm) und dem Lastrollenabstand (Abstand von Auflagerrolle und Lastrolle) l (= 10 mm) ergibt sich das effektive Volumen $V_{eff,4-PB}$:

$$V_{eff,4-PB} = \frac{(L - 2l)BH}{2(m + 1)} + \frac{(2l)BH}{2(m + 1)^2} \quad (33)$$

¹²Da der Spannungszustand nahezu einachsrig ist, wird die Mehrachsrigkeit für die folgenden Berechnungen vernachlässigt.

Der erste Term entspricht dem belasteten Volumen unter konstantem Moment (zwischen den Lastrollen) und der zweite Term dem belasteten Volumen unter linear zunehmendem Moment (Rest).

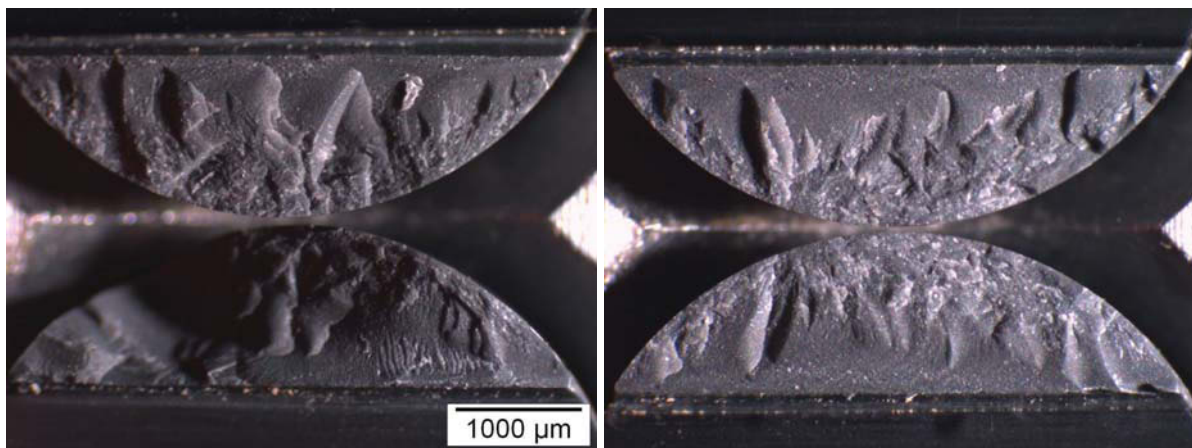
Die char. Festigkeit $\sigma_{0,4-PB}$ eines so beanspruchten Balkens eines Materials kann aus m , $V_{eff,4-PB}$ und den Parametern der Kerbkugel ($V_{eff,KKV}$, $\sigma_{0,KKV}$) berechnet werden. Alle benötigten Werte und die Ergebnisse sind in Tab. 7 zusammengefasst.

Tab. 7: Inputdaten und Festigkeitsergebnisse der Volumensextrapolation auf Standardbiegeproben.

Material	SNRef	SN	ZO	AO	SC
char. Festigkeit $\sigma_{0,KKV}$ [MPa]	1336	1374,7	1195,5	383,2	358,6
Weibull-Modul m	12,9	16,9	8,5	13,8	9,7
$V_{eff,KKV}$ [mm ³]	0,0717	0,0766	0,2434	0,1147	0,1932
$V_{eff,4-PB}$ [mm ³]	9,25	7,08	13,93	8,66	12,31
char. Festigkeit $\sigma_{0,4-PB}$ [MPa]	917	1052	744	280	233

F. Fraktografie Übersicht

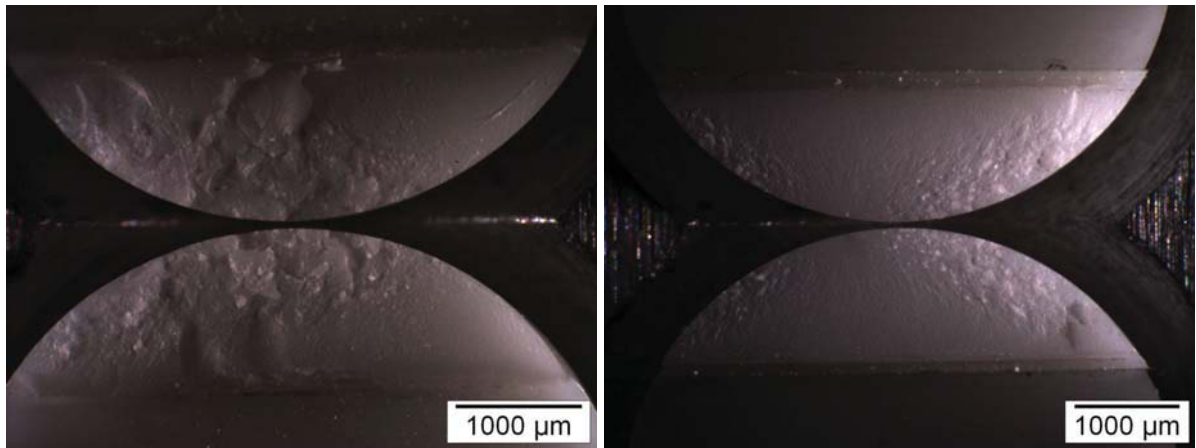
In den Abben. 70 und 71 sind die Übersichtsbilder der Bruchflächen von allen SKF-Materialien dargestellt. Links jeweils die Probe mit der höchsten Bruchspannung, rechts mit der niedrigsten Bruchspannung aller KKV-Festigkeitstests.



(a) SN-A-022: höchste Bruchspannung

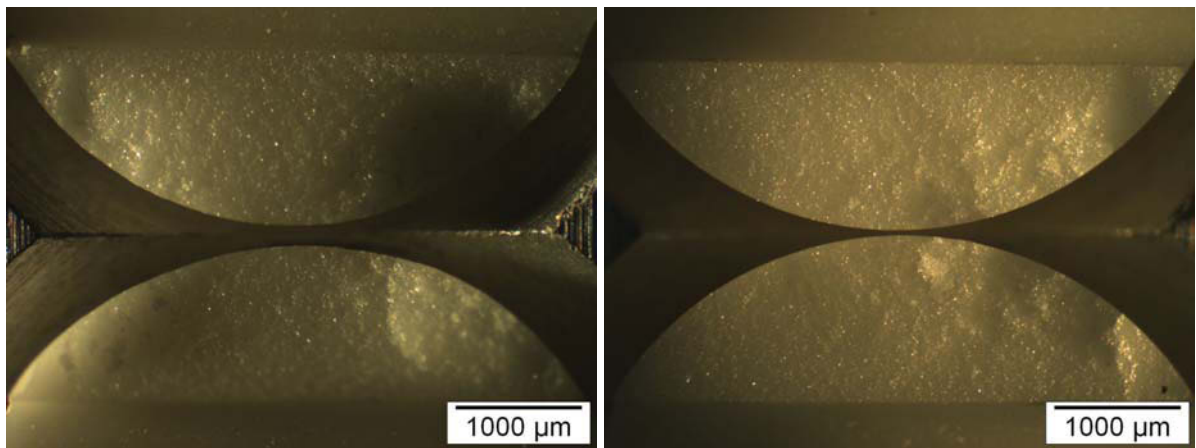
(b) SN-A-006: niedrigste Bruchspannung

Abb. 70: Fraktografische Untersuchung: Übersichtsbilder von SN.



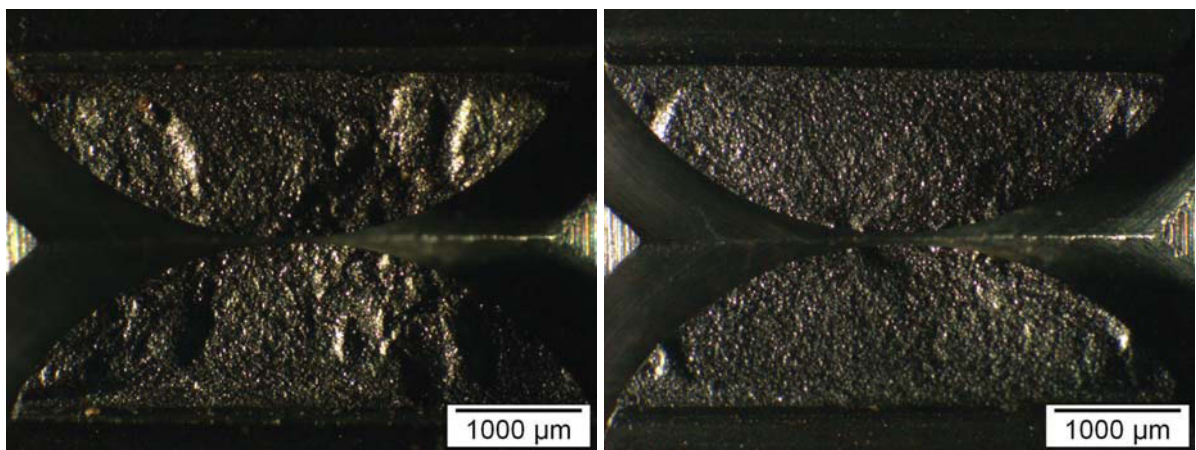
(a) ZO-A-009: höchste Bruchspannung

(b) ZO-A-008: niedrigste Bruchspannung



(c) AO-A-028: höchste Bruchspannung

(d) AO-A-004: niedrigste Bruchspannung



(e) SC-A-030: höchste Bruchspannung

(f) SC-A-014: niedrigste Bruchspannung

Abb. 71: Fraktografische Untersuchung: Übersichtsbilder von ZO, AO und SC.

G. Hinweise zu Risseinbringung und Präparation

Risseinbringung

Wenn der Indent nicht am höchsten Punkt, d.h. in der Äquatorebene der Kugel, platziert wird, kann das Ergebnis verfälscht werden. Die Spannungen entsprechen dann nicht genau den Maximalwerten, die für die Berechnungen verwendet werden. Eine Verschiebung entlang der langen Achse des Eindrucks äußert sich sofort als ein unsymmetrischer Eindruck, der als ungültig zu deklarieren ist. Eine kleine Verschiebung aus der Äquatorebene ist schwer zu bemerken. Sie ist aber nicht relevant, da die Spannung in einem Bereich nahe des Scheitelpunktes nahezu konstant bleibt. Eine zusätzliche Schädigung (durch Verkippen der Kugel oder der Halterung) beim Indentieren muss auf jeden Fall vermieden werden.

Präparation

Der Materialabtrag an den Kugeln wurde prinzipiell durch Polieren erreicht (15 μm Diamantsuspension und kleiner). Für den Anfangsschritt, bei dem das meiste Material entfernt wird, sollte kein Poliertuch verwendet werden, da es sonst zu einer starken Abrundung der Schlifffläche kommen kann.

Der Aluminiumzylinder (Halterung mit Schneide) muss entsprechend fest geklemmt werden, um ein Abschrägen der Schlifffläche zu verhindern. Dies würde zu Fehlern in der Auswertung und der Abtragsmessung führen. Die Abtragsfortschrittsmessung (Abb. 24) sollte mit einem Punkt der Schneide als Referenzpunkt erfolgen.

Um eine relative gleiche Abtragstiefe zu erreichen, wird empfohlen nur drei Proben (statt sechs) gleichzeitig zu präparieren.

Es ist noch darauf hinzuweisen, dass die Schleifdauer bei den unterschiedlichen Materialien sehr verschieden sein kann. Während bei Siliziumkarbid nur 5 Sekunden für einen Abtrag von ca. 50-80 μm benötigt werden, war bei Aluminiumoxid eine Mindestschleifdauer von 120 Sekunden für die selbe Abtragstiefe erforderlich. Für SN und ZO sind 20 Sekunden ein guter Startwert.

H. Messprotokolle

Im Folgenden sind alle ermittelten Messwerte sowie die wichtigsten Resultate angeführt.

Messwerte der Festigkeitsprüfung: Material SN (Siliziumnitrid)

Kugel	Masse m	Bruchkraft F	Festigkeit σ_{KKV}	Ligament- dicke h	Vorfaktor f_N
Nummer	[mg]	[N]	[MPa]	[μm]	--
SN-A-001	286,4	766,850	1403,10	1314	0,526525
SN-A-002	286,5	706,825	1283,65	1317	0,524995
SN-A-003	286,8	786,975	1429,21	1317	0,524995
SN-A-004	286,3	731,050	1324,34	1318	0,524486
SN-A-005	286,5	644,750	1182,64	1313	0,527036
SN-A-006	286,7	578,425	1058,34	1314	0,526525
SN-A-007	286,5	683,975	1264,02	1310	0,528573
SN-A-008	285,5	736,325	1333,90	1318	0,524486
SN-A-009	286,5	695,075	1271,78	1314	0,526525
SN-A-010	286,5	747,425	1367,56	1314	0,526525
SN-A-011	286,8	764,125	1398,12	1314	0,526525
SN-A-012	286,3	747,075	1363,52	1315	0,526014
SN-A-013	286,3	752,875	1363,88	1318	0,524486
SN-A-014	286,8	737,700	1336,39	1318	0,524486
SN-A-015	286,6	753,550	1371,92	1316	0,525504
SN-A-016	286,8	790,725	1443,19	1315	0,526014
SN-A-017	286,4	707,350	1287,80	1316	0,525504
SN-A-018	286,6	771,300	1400,74	1317	0,524995
SN-A-019	285,7	786,550	1432,00	1316	0,525504
SN-A-020	285,7	769,000	1403,54	1315	0,526014
SN-A-021	286,5	679,750	1243,74	1314	0,526525
SN-A-022	286,5	831,200	1513,29	1316	0,525504
SN-A-023	286,5	720,000	1307,58	1317	0,524995
SN-A-024	286,2	736,725	1331,31	1319	0,523977
SN-A-025	285,8	699,550	1276,78	1315	0,526014
SN-A-026	286,3	786,350	1428,07	1317	0,524995
SN-A-027	286,6	671,900	1217,19	1318	0,524486
SN-A-028	286,2	678,900	1242,18	1314	0,526525
SN-A-029	286,5	745,075	1356,49	1316	0,525504
SN-A-030	286,6	775,250	1407,91	1317	0,524995

Messwerte der Festigkeitsprüfung: Material ZO (Zirkonoxid)

Kugel	Masse m	Bruchkraft F	Festigkeit σ_{KKV}	Ligament- dicke h	Vorfaktor f_N
Nummer	[mg]	[N]	[MPa]	[μm]	--
ZO-A-001	546,5	618,525	1158,49	1302	0,529181
ZO-A-002	546,1	159,975	298,88	1303	0,528665
ZO-A-003	546,1	711,800	1319,88	1306	0,527121
ZO-A-004	545,4	513,475	966,57	1300	0,530214
ZO-A-005	545,9	560,200	1043,99	1304	0,528150
ZO-A-006	545,9	572,975	1065,12	1305	0,527635
ZO-A-007	546,0	553,200	1043,97	1299	0,530732
ZO-A-008	545,6	458,225	860,41	1301	0,529697
ZO-A-009	546,6	760,575	1417,41	1304	0,528150
ZO-A-010	546,0	572,975	1073,17	1302	0,529181
ZO-A-011	546,1	678,700	1264,83	1304	0,528150
ZO-A-012	545,9	610,150	1142,80	1302	0,529181
ZO-A-013	545,9	586,275	1103,61	1300	0,530214
ZO-A-014	545,9	595,825	1118,78	1301	0,529697
ZO-A-015	545,9	615,450	1158,53	1300	0,530214
ZO-A-016	546,0	723,725	1345,36	1305	0,527635
ZO-A-017	546,2	593,425	1105,91	1304	0,528150
ZO-A-018	546,4	646,075	1210,09	1302	0,529181
ZO-A-019	545,5	667,550	1253,45	1301	0,529697
ZO-A-020	546,2	620,475	1156,32	1304	0,528150
ZO-A-021	545,8	568,275	1056,39	1305	0,527635
ZO-A-022	545,8	477,725	890,29	1304	0,528150
ZO-A-023	545,7	705,075	1310,69	1305	0,527635
ZO-A-024	545,4	525,450	979,23	1304	0,528150
ZO-A-025	546,0	567,425	1054,80	1305	0,527635
ZO-A-026	546,0	471,050	877,85	1304	0,528150
ZO-A-027	546,0	723,475	1341,52	1306	0,527121
ZO-A-028	546,4	640,925	1197,43	1303	0,528665
ZO-A-029	546,0	608,525	1145,50	1300	0,530214
ZO-A-030	546,0	643,475	1208,25	1301	0,529697

Messwerte der Festigkeitsprüfung: Material AO (Aluminiumoxid)

Kugel	Masse m	Bruchkraft F	Festigkeit σ_{KKV}	Ligament- dicke h	Vorfaktor f_N
Nummer	[mg]	[N]	[MPa]	[μm]	--
AO-A-001	353,1	196,300	334,57	1346	0,514649
AO-A-002	353,4	232,800	391,97	1351	0,512181
AO-A-003	352,9	214,225	364,23	1347	0,514154
AO-A-004	353,4	190,175	324,93	1345	0,515144
AO-A-005	353,4	212,350	368,19	1339	0,518124
AO-A-006	353,6	204,325	344,86	1350	0,512674
AO-A-007	353,3	194,775	331,98	1346	0,514649
AO-A-008	353,4	215,225	365,04	1348	0,513660
AO-A-009	353,5	193,400	326,42	1350	0,512674
AO-A-010	353,2	224,625	380,05	1349	0,513167
AO-A-011	353,0	226,975	382,16	1351	0,512181
AO-A-012	353,3	236,875	409,71	1340	0,517626
AO-A-013	353,0	250,500	424,87	1348	0,513660
AO-A-014	353,0	228,525	388,55	1347	0,514154
AO-A-015	353,2	199,850	338,14	1349	0,513167
AO-A-016	353,1	208,550	353,72	1348	0,513660
AO-A-017	352,8	215,375	363,51	1350	0,512674
AO-A-018	353,4	209,075	358,10	1344	0,515639
AO-A-019	353,7	227,650	384,23	1350	0,512674
AO-A-020	352,8	229,525	399,93	1337	0,519122
AO-A-021	353,1	210,425	356,03	1349	0,513167
AO-A-022	353,2	224,750	384,00	1345	0,515144
AO-A-023	352,8	208,400	356,07	1345	0,515144
AO-A-024	353,3	236,875	405,71	1344	0,515639
AO-A-025	352,9	215,200	369,49	1343	0,516135
AO-A-026	353,0	209,425	356,94	1346	0,514649
AO-A-027	353,6	223,400	376,14	1351	0,512181
AO-A-028	353,4	249,650	424,46	1347	0,514154
AO-A-029	353,2	211,125	356,34	1350	0,512674
AO-A-030	353,0	231,575	395,66	1345	0,515144

Messwerte der Festigkeitsprüfung: Material SC (Siliziumkarbid)

Kugel	Masse m	Bruchkraft F	Festigkeit σ_{KKV}	Ligament- dicke h	Vorfaktor f_N
Nummer	[mg]	[N]	[MPa]	[μm]	--
SC-A-001	276,8	166,950	288,62	1342	0,518917
SC-A-002	276,5	229,700	404,97	1334	0,522907
SC-A-003	277,7	193,200	342,30	1332	0,523911
SC-A-004	276,6	200,700	360,89	1326	0,526935
SC-A-005	277,4	219,475	394,64	1326	0,526935
SC-A-006	275,8	207,700	368,90	1331	0,524413
SC-A-007	276,7	189,625	333,50	1335	0,522407
SC-A-008	276,9	214,000	368,16	1344	0,517925
SC-A-009	276,6	201,900	357,71	1332	0,523911
SC-A-010	276,3	171,725	299,07	1339	0,520409
SC-A-011	277,9	215,725	378,47	1336	0,521906
SC-A-012	277,0	203,625	356,37	1337	0,521407
SC-A-013	275,5	164,400	289,85	1334	0,522907
SC-A-014	276,3	137,800	246,56	1328	0,525924
SC-A-015	277,1	193,725	337,38	1339	0,520409
SC-A-016	275,5	181,800	316,61	1339	0,520409
SC-A-017	275,4	208,900	365,60	1337	0,521407
SC-A-018	276,1	205,325	354,10	1343	0,518421
SC-A-019	276,8	184,025	329,27	1328	0,525924
SC-A-020	277,1	197,325	341,14	1342	0,518917
SC-A-021	276,3	180,100	311,36	1342	0,518917
SC-A-022	276,8	174,975	305,48	1338	0,520908
SC-A-023	275,8	197,325	353,07	1328	0,525924
SC-A-024	276,8	203,275	362,82	1329	0,525420
SC-A-025	276,9	139,675	251,15	1326	0,526935
SC-A-026	276,9	171,575	298,81	1339	0,520409
SC-A-027	276,7	225,100	393,95	1337	0,521407
SC-A-028	276,2	205,500	359,65	1337	0,521407
SC-A-029	276,3	203,275	354,88	1338	0,520908
SC-A-030	275,9	233,975	411,50	1335	0,522407

Daten zur SCF-Methode an Balken: Material SNRef (Siliziumnitrid), links HK7, rechts HK10

Balken	Bruchkraft F [N]	Bruchspannung σ_{KKV} [MPa]	Breite $2b$ [mm]	Dicke t [mm]	Indentgröße d [μm]	Abtrag Δh [μm]	$Y_{(A)}$	$Y_{(c)}$	$K (Y_{(max)})$ [$\text{MPa m}^{1/2}$]	Risstiefe Bruchfläche a [μm]		Rissweite Bruchfläche $2c$ [μm]	
										Seite1	Seite2	Mittel	Seite1
SCF-B-001	554,580	473,46	3,962	3,042	272	64	0,861	0,697	5,78	64	--	246	244
SCF-B-002	558,480	480,13	3,956	3,029	272	59	0,821	0,710	5,89	72	70	241	240
SCF-B-003	547,100	472,59	3,924	3,036	269	59	0,854	0,699	5,81	66	67	246	248
SCF-B-004	506,330	434,68	3,946	3,032	280	56	0,790	0,716	5,61	86	85	263	268
SCF-B-005	551,100	474,16	3,929	3,039	272	61	0,855	0,698	5,92	68	--	257	256

Balken	Bruchkraft F [N]	Bruchspannung σ_{KKV} [MPa]	Breite $2b$ [mm]	Dicke t [mm]	Indentgröße d [μm]	Abtrag Δh [μm]	$Y_{(A)}$	$Y_{(c)}$	$K (Y_{(max)})$ [$\text{MPa m}^{1/2}$]	Risstiefe Bruchfläche a [μm]		Rissweite Bruchfläche $2c$ [μm]	
										Seite1	Seite2	Mittel	Seite1
SCF-B-006	508,213	445,27	3,919	3,030	325	73	0,756	0,719	6,17	106	108	302	310
SCF-B-007	541,990	476,15	3,951	3,021	326	81	0,804	0,711	6,56	95	92	305	307
SCF-B-008	497,330	434,03	3,937	3,038	325	82	0,806	0,711	5,91	91	--	300	299
SCF-B-009	486,500	421,66	3,924	3,036	328	67	0,745	0,719	6,03	116	119	321	328
SCF-B-010	495,075	425,41	3,950	3,027	325	54	0,747	0,719	6,06	120	112	322	325
SCF-B-011	483,213	414,51	3,962	3,032	326	63	0,740	0,719	5,97	121	120	339	326

Daten zur modifizierten SCF-Methode HK7: Material SNRef (Siliziumnitrid)

Kugel	Bruchkraft F	Bruchspannung σ_{KKV}	Ligamentdicke h	Vorfaktor f_N	Indentgröße d	Abtrag Δh	h_{eq}	f_h	f_{Sigma}	$Y^{(A)}$	$Y^{(c)}$	$K(Y_{(max)})$
Nummer	[N]	[MPa]	[μm]	--	[μm]	[μm]	[μm]	--	--	--	--	[MPa $\text{m}^{1/2}$]
SNRef-k01	186,60	383,44	1226	0,514489	264	49	973	0,826	1,183	0,623	0,701	6,53
SNRef-k02	181,30	369,21	1229	0,512658	256	50	974	0,826	1,186	0,626	0,701	6,31
SNRef-k03	175,00	359,93	1225	0,514672	256	54	971	0,830	1,193	0,619	0,700	6,26
SNRef-k04	177,37	366,12	1224	0,515407	253	54	970	0,829	1,192	0,625	0,700	6,35
SNRef-k05	180,10	371,42	1224	0,515223	254	54	975	0,833	1,193	0,602	0,699	6,56
SNRef-k06	182,67	375,36	1226	0,514489	257	58	969	0,829	1,198	0,617	0,700	6,55

Kugel	Risstiefe Bruchfläche a [μm]		Rissweite Bruchfläche $2c$ [μm]		Rissweite Oberfläche $2c$ [μm]
	Seite1	Seite2	Seite1	Seite2	
Nummer	Seite1	Mittel	Mittel	Seite2	Mittel
SNRef-k01	132	137	134	351	344
SNRef-k02	--	135	135	--	348
SNRef-k03	139	138	138	355	353
SNRef-k04	140	135	138	359	--
SNRef-k05	144	141	143	345	351
SNRef-k06	137	139	138	350	349

Daten zur modifizierten SCF-Methode HK10: Material SNRef (Siliziumnitrid)

Kugel	Bruchkraft F	Bruchspannung σ_{KKV}	Ligamentdicke h	Vorfaktor f_N	Indentgröße d	Abtrag Δh	h_{eq}	f_h	f_{Sigma}	$Y^{(A)}$	$Y^{(e)}$	$K(Y_{(max)})$
Nummer	[N]	[MPa]	[μm]	--	[μm]	[μm]	[μm]	--	--	--	--	[MPa $\text{m}^{1/2}$]
SNRef-k01	186,60	383,44	1226	0,514489	264	49	973	0,826	1,183	0,623	0,701	6,53
SNRef-k02	181,30	369,21	1229	0,512658	256	50	974	0,826	1,186	0,626	0,701	6,31
SNRef-k03	175,00	359,93	1225	0,514672	256	54	971	0,830	1,193	0,619	0,700	6,26
SNRef-k04	177,37	366,12	1224	0,515407	253	54	970	0,829	1,192	0,625	0,700	6,35
SNRef-k05	180,10	371,42	1224	0,515223	254	54	975	0,833	1,193	0,602	0,699	6,56
SNRef-k06	182,67	375,36	1226	0,514489	257	58	969	0,829	1,198	0,617	0,700	6,55

Kugel	Risstiefe Bruchfläche a [μm]		Rissweite Bruchfläche $2c$ [μm]		Rissweite Oberfläche $2c$ [μm]
	Seite1	Seite2	Seite1	Seite2	
Nummer	Seite1	Mittel	Mittel	Seite2	Mittel
SNRef-k01	132	137	134	351	336
SNRef-k02	--	135	135	--	348
SNRef-k03	139	138	138	355	352
SNRef-k04	140	135	138	359	--
SNRef-k05	144	141	143	345	356
SNRef-k06	137	139	138	350	348

Daten zur modifizierten SCF-Methode: Material SN (Siliziumnitrid)

Kugel	Masse m	Bruchkraft F	Bruchspannung σ_{KKV}	Ligamentdicke h	Vorfaktor f_H	Indentgröße d	Abtrag Δh	h_{eq}	f_h	f_{Sigma}	$Y^{(A)}$	$Y^{(c)}$	$K (Y_{(max)})$
Nummer	[g]	[N]	[MPa]	[μm]	--	[μm]	[μm]	[μm]	--	--	--	--	[MPa $\text{m}^{1/2}$]
SN-B-031	285,9	203,600	371,81	1315	0,526305	260	62	1024	0,817	1,193	0,665	0,703	6,07
SN-B-032	286,6	205,800	377,70	1313	0,527327	261	74	1016	0,820	1,210	0,648	0,703	6,33
SN-B-033	286,5	204,600	371,78	1317	0,525284	261	67	1021	0,817	1,200	0,661	0,704	6,09
SN-B-034	286,2	204,100	371,79	1316	0,525794	261	69	1018	0,816	1,203	0,669	0,703	6,06
SN-B-035	286,6	202,050	365,32	1319	0,524266	264	72	1021	0,819	1,207	0,662	0,703	6,09
SN-B-036	286,7	212,450	385,08	1318	0,524775	260	77	1002	0,807	1,214	0,726	0,698	6,13

Kugel	Risstiefe Bruchfläche a [μm]			Rissweite Bruchfläche $2c$ [μm]		
	Seite1	Seite2	Mittel	Seite1	Seite2	Mittel
Nummer	Seite1	Seite2	Mittel	Seite1	Seite2	Mittel
SN-B-031	120	121	121	331	333	332
SN-B-032	126	121	124	331	323	327
SN-B-033	119	121	120	322	327	324
SN-B-034	118	119	118	330	327	329
SN-B-035	121	124	123	342	332	337
SN-B-036	104	103	104	330	339	334

Daten zur modifizierten SCF-Methode: Material ZO (Zirkonoxid)

Kugel	Masse m	Bruchkraft F	Bruchspannung σ_{KlV}	Ligamentdicke h	Vorfaktor f_N	Indentgröße d	Abtrag Δh	h_{eq}	f_h	f_{Sigma}	$Y_{(A)}$	$Y_{(c)}$	$K(Y_{(max)})$
Nummer	[g]	[N]	[MPa]	[μm]	--	[μm]	[μm]	[μm]	--	--	--	--	[MPa $\text{m}^{1/2}$]
ZO-B-031	546,1	179,225	331,50	1307	0,526607	Nicht gemessen	111	948	0,793	1,268	0,551	0,696	4,46
ZO-B-032	546,0	181,600	331,72	1312	0,524048		109	953	0,792	1,266	0,564	0,699	4,49
ZO-B-033	546,1	198,825	363,18	1312	0,524048		110	934	0,777	1,267	0,734	0,716	4,13
ZO-B-034	546,4	194,400	359,57	1307	0,526607		104	935	0,778	1,259	0,653	0,717	3,99
ZO-B-035	545,7	162,850	300,46	1308	0,526094		100	966	0,800	1,254	0,577	0,701	4,34
ZO-B-036	545,9	182,625	338,64	1306	0,527121		97	966	0,799	1,250	0,545	0,694	4,77

Kugel	Risstiefe Bruchfläche a [μm]			Rissweite Bruchfläche $2c$ [μm]		
	Seite1	Seite2	Mittel	Seite1	Seite2	Mittel
Nummer						
ZO-B-031	74		74	131		131
ZO-B-032	75	74	75	139	135	137
ZO-B-033	52	43	48	130	136	133
ZO-B-034	54	42	48	103	109	106
ZO-B-035	86	86	86	171	166	169
ZO-B-036	84	84	84	148	151	150
				Nicht gemessen		

Daten zur modifizierten SCF-Methode: Material AO (Aluminiumoxid)

Kugel	Masse m	Bruchkraft F	Bruchspannung σ_{KKV}	Ligamentdicke h	Vorfaktor f_H	Indentgröße d	Abtrag Δh	h_{eq}	f_h	f_{Sigma}	$Y^{(A)}$	$Y^{(c)}$	$K (Y_{(max)})$
Nummer	[g]	[N]	[MPa]	[μm]	--	[μm]	[μm]	[μm]	--	--	--	--	[MPa $\text{m}^{1/2}$]
AO-B-031	353,2	168,300	282,68	1352	0,511689	215	35	1040	0,790	1,147	0,671	0,711	3,80
AO-B-032	353,0	149,550	251,80	1351	0,512181	190	37	1087	0,827	1,151	0,584	0,698	4,39
AO-B-033	353,5	147,825	251,34	1347	0,514154	196	45	1069	0,821	1,165	0,648	0,702	4,26
AO-B-034	353,3	117,650	197,60	1352	0,511689	257	70	1137	0,887	1,201	0,494	0,682	4,39
AO-B-035	353,3	109,300	183,58	1352	0,511689	267	57	1179	0,910	1,183	0,509	0,687	4,34
AO-B-036	353,4	121,400	209,47	1341	0,517129	265	61	1123	0,877	1,188	0,564	0,694	4,54

Kugel	Risstiefe Bruchfläche a [μm]			Rissweite Bruchfläche $2c$ [μm]		
	Seite1	Seite2	Mittel	Seite1	Seite2	Mittel
Nummer	Seite1	Seite2	Mittel	Seite1	Seite2	Mittel
AO-B-031	87	86	87	215	224	220
AO-B-032	145	155	150	344	337	341
AO-B-033	130	144	137	376	361	369
AO-B-034	235	234	235	470	494	482
AO-B-035	271	266	269	612	617	615
AO-B-036	217	222	220	541	554	548

Daten zur modifizierten SCF-Methode: Material SC (Siliziumkarbid)

Kugel Nummer	Masse m [g]	Bruch- kraft F [N]	Bruch- spannung σ_{KKV} [MPa]	Ligament- dicke h [μm]	Vorfaktor f_N	Indent- größe d [μm]	Abtrag Δh [μm]	h_{eq} [μm]	f_h	f_{Sigma}	$Y^{(A)}$	$Y^{(c)}$	$K (Y_{(\text{max})})$ [MPa $\text{m}^{1/2}$]
SC-B-031	276,4	68,550	117,07	1347	0,516441	289	232	948	0,850	1,397	0,631	0,697	2,53
SC-B-032	277,0	71,275	122,92	1343	0,518421	282	220	1003	0,893	1,379	0,534	0,691	3,02
SC-B-033	276,7	75,200	129,69	1343	0,518421	290	221	1015	0,905	1,381	0,567	0,695	3,31
SC-B-034	276,2	73,150	126,15	1343	0,518421	236	68	1123	0,881	1,190	0,546	0,692	2,75
SC-B-035	275,7	71,800	120,55	1354	0,512999	240	51	1187	0,911	1,167	0,516	0,689	2,83
SC-B-036	277,2	76,575	133,03	1340	0,519911	246	66	1148	0,901	1,187	0,515	0,688	3,05

Kugel Nummer	Risstiefe Bruch- fläche a [μm]		Rissweite Bruch- fläche $2c$ [μm]		Rissweite Oberfläche $2c$ [μm]
	Seite1	Seite2	Mittel	Mittel	
SC-B-031	150	163	157	450	446
SC-B-032	213	211	212	495	502
SC-B-033	229	223	226	626	614
SC-B-034	216	232	224	542	534
SC-B-035	222	225	224	546	548
SC-B-036	242	260	251	577	570

Messdaten und Ergebnisse der IF-Methode

Last	d ₀	c _{0,v}	Δc	IFR-Niihara	IFR-Miyoshi
[kg]	[μm]	[μm]	[μm]	[MPa m ^{1/2}]	[MPa m ^{1/2}]
Material: SNRef Balken					
2	23	41	17,6 ± 1,0	7,41 ± 0,33	5,78 ± 0,27
5	39	72	33,3 ± 2,5	7,32 ± 0,14	5,78 ± 0,10
10	54	121	66,3 ± 2,6	7,54 ± 0,21	5,94 ± 0,16
20	78	195	116,7 ± 5,6	7,44 ± 0,17	5,88 ± 0,14
30	96	248	152,0 ± 11,2	7,81 ± 0,37	6,16 ± 0,29
Material: SNRef Kugeln					
2	24	44	20,5 ± 0,6	6,66 ± 0,20	5,23 ± 0,17
5	38	82	43,4 ± 1,8	6,74 ± 0,09	5,31 ± 0,07
10	54	124	70,0 ± 3,6	7,20 ± 0,20	5,68 ± 0,16
20	79	189	110,4 ± 3,4	7,85 ± 0,18	6,22 ± 0,13
30	96	261	165,1 ± 8,2	7,23 ± 0,21	5,78 ± 0,23
Material: SN					
0.5	12	19	6,9 ± 0,4	6,04 ± 0,26	4,74 ± 0,22
2	24	46	22,5 ± 0,9	6,24 ± 0,20	4,90 ± 0,16
5	38	80	42,0 ± 1,7	6,93 ± 0,23	5,46 ± 0,17
10	55	124	68,9 ± 2,2	7,31 ± 0,16	5,78 ± 0,13
20	78	195	116,9 ± 7,2	7,42 ± 0,16	5,87 ± 0,12
30	96	256	160,0 ± 7,7	7,43 ± 0,24	5,88 ± 0,20
Material: ZO					
5	43	57	14,9 ± 2,7	10,87 ± 0,62	8,45 ± 0,48
10	60	94	33,7 ± 5,8	10,40 ± 0,47	8,09 ± 0,36
20	86	183	96,7 ± 14,4	7,75 ± 0,58	6,04 ± 0,45
30	106	258	152,7 ± 17,1	6,95 ± 0,62	5,42 ± 0,49
Material: AO					
5	24	64	40,3 ± 3,0	4,22 ± 0,22	3,40 ± 0,18
10	38	109	71,4 ± 5,7	4,77 ± 0,33	3,83 ± 0,26
Material: SC					
5	20	64	43,2 ± 4,2	3,80 ± 0,38	2,97 ± 0,30
10	33	119	85,7 ± 5,8	3,78 ± 0,42	2,96 ± 0,29

I. Verwendete Abkürzungen

Anm.	Anmerkung
bzw.	beziehungsweise
ca.	circa
d. h.	das heißt
<i>et al.</i>	et alii
etc.	et cetera
ev.	eventuell
EDX	energiedispersive Spektroskopieanalyse
FEM	Finite Elemente Methode
FZF	Fluoreszenzfarbe
i. A.	im Allgemeinen
i. e.	id est
IF	Indentation Fracture
IS	Indentation Strength
IFR	Indentation Fracture Resistance
KKV	Kerbkugelversuch
LEBM	linear-elastische Bruchmechanik
Pos.	Position
REF	Risseindringfarbe
rel.	relativ
REM	Rasterelektronenmikroskop
SEVNB	Single Edge V-notch Beam
SCF	Surface Crack in Flexure
u. U.	unter Umständen
z. B.	zum Beispiel

Literatur

- [1] NORM EN ISO 18756: *Fine Ceramics (Advanced Ceramics, Advanced Technical Ceramics) – Determination of Fracture Toughness of Monolithic Ceramics at Room Temperature by the Surface Crack in Flexure (SCF) Method*. 2003
- [2] ANDERSON, T. L.: *Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications*. CRC Press Inc, 2005
- [3] BAIERL, R.: *Langsames Rißwachstum in Aluminiumoxid*, Institut für Struktur- und Funktionskeramik, Montanuniversität Leoben, Diplomarbeit, 1999
- [4] IRWIN, G. R.: Analysis of Stresses and Strains Near the End of a Crack Traversing a Plate. In: *Journal of Applied Mechanics* 24 (1957), S. 361–364
- [5] KUNA, M.: *Numerische Beanspruchungsanalyse von Rissen – Finite Elemente in der Bruchmechanik*. Vieweg+Teubner, 2008
- [6] EVANS, A.G.: Perspective on the Development of High-Toughness Ceramics. In: *Journal of the American Ceramic Society* 73 (1990), S. 187–206
- [7] SWANSON, P. L. ; FAIRBANKS, C. J. ; LAWN, B. R. ; MAI, Y.-W. ; HOCKEY, B. J.: Crack-Interface Grain Bridging as a Fracture Resistance Mechanism in Ceramics: I, Experimental Study on Alumina. In: *Journal of the American Ceramic Society* 70 (1987), S. 279–289
- [8] MAI, Y.-W. ; LAWN, B. R.: Crack-Interface Grain Bridging as a Fracture Resistance Mechanism in Ceramics: II, Theoretical Fracture Mechanics Model. In: *Journal of the American Ceramic Society* 70 (1987), S. 289–294
- [9] SUPANCIC, P. ; DANZER, R. ; WITSCHNIG, S. ; POLACZEK, E. ; MORRELL, R.: A new test to determine the tensile strength of brittle balls – The notched ball test. In: *Journal of the European Ceramic Society* 29 (2009), Nr. 12, S. 2447 – 2459. – ISSN 0955–2219
- [10] MUNZ, D. ; FETT, T.: *Ceramics - Mechanical Properties, Failure Behaviour, Materials Selection*. Springer, Berlin, 2001
- [11] NORM CEN EN 14425-5: *Fine Ceramics (Advanced Ceramics, Advanced Technical Ceramics) - Determination of Fracture Toughness of Monolithic Ceramics at Room Temperature by the Single-edge V-notched Beam (SEVNB) Method*. 2005
- [12] DAMANI, R. ; GSTREIN, R. ; DANZER, R.: Critical Notch Root Radius in SENB-S Fracture Toughness Testing. In: *Journal of the European Ceramic Society* 16 (1996), S. 695–702
- [13] BAR-ON, I. ; BARATTA, F. I. ; CHO, K.: Crack Stability and Its Effect on Fracture Toughness of Hot-Pressed Silicon Nitride Beam Specimens. In: *Journal of the American Ceramic Society* 79 (1996), Nr. 9, S. 2300–2308

- [14] LAWN, B. R.: *Fracture of Brittle Solids - Second Edition*. Cambridge University Press, 1993 (Cambridge Solid State Science Series)
- [15] ANSTIS, G.R. ; CHANTIKUL, P. ; LAWN, B.R. ; MARSHALL, D.B.: A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: I, Direct Crack Measurements. In: *Journal of the American Ceramic Society* 64 (1981), Nr. 9, S. 533–538
- [16] MIYAZAKI, H. ; HYUGA, H. ; YISHIZAWA, Y. ; HIRAO, K. ; OHJI, T.: Relationship between fracture toughness determined by surface crack in flexure and fracture resistance measured by indentation fracture for silicon nitride ceramics with various microstructures. In: *Ceramics International* 35 (2009), S. 493–501
- [17] NORM ASTM F 2094-08: *Standard Specification for Silicon Nitride Bearing Balls*. 2008
- [18] NIIHARA, K. ; MORENA, R. ; HASSELMAN, D.P.H.: Evaluation of K_{Ic} of Brittle Solids by the Indentation Method with Low Crack-to-Indent Ratios. In: *Journal of Materials Science Letters* 1 (1982), S. 13–16
- [19] KALISZEWSKI, M. .. ; BEHRENS, G. ; HEUER, A. H. ; SHAW, M. C. ; MARSHALL, D. B. ; DRANSMANN, W. G. ; STEINBRECH, W. R. ; PAJARES, A. ; GUIBERTEAU, F. ; CUMBRERA, F. L. ; DOMINGUEZ-RODRIGUEZ, A.: Indentation Studies on Y_2O_3 -stabilized ZrO_2 : I, Development of Indentation-Induced Cracks. In: *Journal of the American Ceramic Society* 77 (1994), S. 1185–1193
- [20] PAJARES, A. ; GUIBERTEAU, F. ; CUMBRERA, F.L. ; STEINBRECH, R.W. ; DOMINGUEZ-RODRIGUEZ, A.: Analysis of Kidney-shaped Indentation Cracks in 4Y-PSZ. In: *Acta Materialia* 44 (1996), Nr. 11, S. 4387–4394
- [21] QUINN, G. D. ; BRADT, R. C.: On the Vickers Indentation Fracture Test. In: *Journal of the American Ceramic Society* 90 (2007), Nr. 3, S. 673–680
- [22] CHANTIKUL, P. ; ANSTIS, G.R. ; LAWN, B.R. ; MARSHALL, D.B.: A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: II, Strength Method. In: *Journal of the American Ceramic Society* 64 (1981), Nr. 9, S. 539–543
- [23] NORM ASTM C 1421-01B: *Standard Test Methods for Determination of Fracture Toughness of Advanced Ceramics at Ambient Temperature*. 2001
- [24] QUINN, G. D. ; KÜBLER, J. J. ; GETTINGS, R. J.: Fracture Toughness on Advanced Ceramics by the Surface Crack in Flexure (SCF) Methode: A Vamas Round Robin / VAMAS Report 17. 1994 (VAMAS Report 17). – Forschungsbericht
- [25] NEWMAN, J. C. ; RAJU, I. S.: An empirical Stress-Intensity Factor Equation for the Surface Crack. In: *Engineering Fracture Mechanics* 15 (1981), Nr. 1-2, S. 185–192

- [26] FETT, T.: Estimation of stress intensity factors for semi-elliptical surface cracks. In: *Engineering Fracture Mechanics* 66 (1999), S. 349–356
- [27] QUINN, G. D. ; SALEM, J. A. ; BAR-ON, I. ; CHO, K. ; FOLEY, M. ; FANG, H.: Fracture Toughness of Advanced Ceramics at Room Temperature. In: *Journal of Research of the National Institute of Standards* 97 (1992), S. 579–607
- [28] TADA, H. ; PARIS, P. ; IRWIN, G. R.: *The Stress Analysis Handbook*. Del Research Corporation, 1985
- [29] MURAKAMI, Y.: *The Stress Intensity Factor Handbook*. Pergamon Press, 1986
- [30] FETT, T. ; MUNZ, D.: *Stress Intensity Factors and Weight Functions*. Computational Mechanics Publications, Southampton, 1997
- [31] CAI, C.Q. ; SHIN, C.S.: A normalized area-compliance method for monitoring surface crack development in a cylindrical rod. In: *International Journal of Fatigue* 27 (2005), S. 801–809
- [32] LAWN, B. R.: Indentation of Ceramics with Spheres: A Century after Hertz. In: *Journal of the American Ceramic Society* 81[8] (1998), S. 1977–94
- [33] MIGLIORI, A. ; SARRAO, J. L.: Resonant Ultrasonic Spectroscopy. In: *Wiley Interscience* (1997)
- [34] SUPANCIC, P. ; DANZER, R. ; HARRER, W. ; KREITH, J. ; WITSCHNIG, S.: Interner Bericht Nr. Ber-10-2008 und Ber-10b-2008: Festigkeitsprüfung an Si₃N₄-Kugeln: Materialdaten und Festigkeitsversuche / Institut für Struktur- und Funktionskeramik, Montanuniversität Leoben. 2008. – Forschungsbericht
- [35] NORM ENV 843-5: *Advanced Technical Ceramics - Monolithic Ceramics - Mechanical Properties at Room Temperature: Part 5- Statistical Evaluation*. 1997
- [36] <http://www.fct-keramik.de>
- [37] <http://www.cerabo.de>
- [38] QUINN, G. D. ; SALEM, J. A.: Effect of Lateral Cracks on Fracture Toughness Determined by the Surface-Crack-in-Flexure Method. In: *Journal of the American Ceramic Society* 85 (2002), S. 873–80
- [39] TORRES, Y. ; CASELLAS, D. ; ANGLADA, M. ; LLANES, L.: Fracture Toughness evaluation of hardmetals: influence of testing procedure. In: *International Journal of Refractory and Hard Materials* 19 (2001), S. 27–34
- [40] LUBE, Tanja: *Rißerzeugung und Bruchzähigkeitsmessung in Siliziumnitrid mit Härteeindrücken*, Institut für Struktur- und Funktionskeramik, Montanuniversität Leoben, Diss., 1999

-
- [41] JONES, S.L. ; NORMAN, C.J. ; SHAHANI, R.: Crack-profile shapes formed under a Vickers indent pyramid. In: *Journal of Materials Science Letters* 6 (1987), S. 721–723
- [42] FÜNFSCHILLING, S. ; FETT, T. ; HOFFMANN, M. J. ; OBERACKER, R. ; JELITTO, H. ; SCHNEIDER, G. A. ; HÄRTELT, M. ; RIESCH-OPPERMANN, H.: Bridging stresses from R-curves of silicon nitrides. In: *Journal of Material Science* 44 (2009), S. 3900–3904
- [43] MIYAZAKI, H. ; HYUGA, H. ; YISHIZAWA, Y. ; HIRAO, K. ; OHJI, T.: Measurement of Indentation Fracture Toughness of Silicon Nitride Ceramics: I – Effect of Microstructure of Materials. In: *Key Engineering Materials* 352 (2007), S. 41–44
- [44] MIYAZAKI, H. ; HYUGA, H. ; HIRAO, K. ; OHJI, T.: Comparison of fracture resistance as measured by the indentation fracture method and fracture toughness determined by the single-edge-precracked beam technique using silicon nitrides with different microstructures. In: *Journal of the European Ceramic Society* 27 (2007), S. 2347–2354
- [45] ALCALA, J. ; ANGLADA, M.: Indentation precracking of Y-TZP: implications to R-curves and strength. In: *Materials Science and Engineering A245* (1998), S. 267–276
- [46] FETT, T. ; MUNZ, D. ; DAI, X. ; WHITE, K. W.: Bridging stress relation from a combined evaluation of the R-curve and post-fracture tensile tests. In: *International Journal of Fracture* 104 (2000), S. 375–385
- [47] TOMASZEWSKI, H. ; BONIECKI, M. ; WEGLARZ, H.: Effect of grain size on R-curve behaviour of alumina ceramics. In: *Journal of the European Ceramic Society* 20 (2000), S. 2569–2574
- [48] ANSYS HELP MANUAL: *Release 12.0*, 2009
- [49] ŠESTÁKOVÁ, L.: *Stability assessment of general stress concentrators in layered materials*, Brno University of Technology, Faculty of Mechanical Engineering, Diss., 2009
- [50] BENTHEM, J. P.: State of stress at the vertex of a quarter-infinite crack in a half-space. In: *International Journal of Solids and Structures* 13 (1977), S. 479–492
- [51] PICU, R. C. ; GUPTA, V.: Three dimensional stress singularities at the tip of a grain triple junction line intersecting the free surface. In: *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 45 (1997), S. 1495–1520
- [52] BAŽANT, Z. P. ; ESTENSSORO, L. F.: Surface singularity and crack propagation. In: *International Journal of Solids and Structures* 15 (1979), S. 405–426

Abbildungsverzeichnis

1.	Energiebilanz eines Risses nach Griffith [3].	5
2.	K-Konzept [5]: (a) Spannungsüberhöhung an der Riss Spitze; der Riss verläuft von links kommend zur Riss Spitze bei $+a$, (b) Spannungen in einem Punkt vor dem Riss. Die Riss Spitze entspricht dem Ursprung des Koordinatensystems. . .	8
3.	Prinzip einer Risswiderstandskurve aufgetragen über a : (a) flache R-Kurve und (b) steigende R-Kurve [2].	9
4.	schematische Spannungsverteilung und Lasteinleitung des KKV.	12
5.	Geometriedefinitionen einer Kerbkugel [9].	12
6.	Deklaration und Verläufe der Hauptnormalspannungen auf der Oberfläche der Kerbkugel (nach [9]).	13
7.	Zähigkeitsprüfmethoden: (a) Übersicht verschiedener Zähigkeitsprüfmethoden an Biegebalken, (b) Mikrorissmodell beim Kerben mit einer Rasierklinge (nach [12]).	15
8.	Vickers-Härteeindruck: (a) Ansicht auf die Probenoberfläche, (b) lastabhängige Rissentwicklung in Tiefenrichtung (senkrecht zur Oberfläche) in Y-TZP [19]. . .	17
9.	Knoop-Härteeindruck. Darunter ist ein halbelliptischer Riss abgebildet.	19
10.	a) Bruchfläche der Originalprobe, b) Bruchfläche einer abgeschliffenen Probe. .	19
11.	Skizzen für das Modell nach Newman-Raju: (a) Rissparameter eines semi-elliptischen Oberflächenrisses (nach [26]), (b) Geometriedefinition und Lasteinleitung einer SCF-Probe.	20
12.	Viertelmodell der belasteten Referenzkerbkugel mit einer Abtragstiefe von 100 μm : (a) Segmentierung und Randbedingungen: Punktlast (A), Fixierung (B) und Symmetriebedingungen (C,D), (b) Spannungsverteilung von σ_z an der Oberfläche im zugbeanspruchten Bereich.	24
13.	Normierter Spannungsverlauf σ_z über das normierte abgeschliffene Ligament für verschiedene relative Abtragstiefen α und relative Kerbtiefen λ	27
14.	Konstruktion eines zum Ligament (schwarz) äquivalenten Biegebalkens (rot). Es wird der annähernd lineare Spannungsverlauf der Kerbkugel im Rissbereich verwendet, um die Dicke h_{eq} des Balkens zu berechnen.	27
15.	Vergleich der normierten Randfaserspannung verschiedener Querschnitte. . . .	29
16.	Viertelmodell der Referenzkerbkugel: Spannungsverläufe an der Oberfläche bei unterschiedlichen Abtragstiefen und einer Belastung von 1 N: (a) Spannungsverteilung von σ_z an der Oberfläche entlang des eingezeichneten Pfades 1-2'-3 für die Originalkugel, $\Delta h = 100 \mu\text{m}$ und $\Delta h = 200 \mu\text{m}$, (b) Verwendetes FEM-Netz (ca. 60000 Elemente) und Definition des Pfades 1-2'-3.	31
17.	Verlauf des Korrekturfaktors der Spannung in Abhängigkeit des relativen Abtrags α : (a) Bei konstantem λ ist die quadratische Abhängigkeit von ν und ein anfänglicher $\sqrt{\alpha}$ -Verlauf zu erkennen, (b) Der Verlauf von f_{sigma} wird mit zunehmenden Kerb- und Abtragstiefen immer steiler.	32

18.	Durch Einkleben der Kugeln wird eine präzise Kerbfertigung ermöglicht.	36
19.	ZrO ₂ - Die Ausmessung der Kerbgeometrie erfolgt für jedes Material und jeden Schnitt einzeln.	36
20.	Durch Präparation und Kerben der Kugeln werden deren Rückseiten nicht verletzt.	37
21.	Messung der Ligamentdicke h; aufgrund der der Kerbgrundausrundung muss das Messhilfsmittel mit einer Fase versehen sein.	37
22.	Voruntersuchung der Kerbkugeln mit fluoreszierender Risseindringfarbe: (a) Sichtbarmachung von Defekten durch Fluoreszenzfarbe und UV-Licht am Beispiel Al ₂ O ₃ , (b) Pore an der Oberfläche in einer Al ₂ O ₃ -Kugel.	37
23.	Risseinbringung in die Zugseite der Kerbkugel mit einem Knoopindenter: (a) Detailaufnahme: Die gekerbte Kugel wird auf eine spezielle Halterung aufgeklebt, (b) Durch einen speziell gefertigten Block mit schiefer Ebene und Anschlag kann der Zylinder unter dem Härteprüfer ausgerichtet werden, (c) Härteindruck in SN mit einer langen Diagonale von rund 0.3 mm.	38
24.	Abtrag der plastischen Zone: (a) Mechanische Messung des Abtragfortschritts, (b) Ungleichmäßiger Abtrag durch schlechte Einspannung oder Politurereffekte: Es bildet sich eine Ellipse aus, deren Mittelpunkt nicht der höchste Punkt ist. .	39
25.	Einlegen und Brechen der Kerbkugel: (a) Horizontale Positionierung der Kerbkugel mittels einer Schablone, (b) Belasten der Kerbkugel bis zum Bruch. . . .	40
26.	Indent vor Abtrag a) ohne FZF, b) mit FZF; c) Riss nach Abtrag mit FZF. . . .	41
27.	Rissausmessung mit FZF a) an der Oberfläche, b) auf der Bruchfläche.	41
28.	Material SNref, plasmageätzt (CF ₄ : O ₂ = 2 : 1, 6 min), die dunkle Phase ist Si ₃ N ₄ und die helle Phase ist die Glasphase.	45
29.	Material SN, plasmageätzt (CF ₄ : O ₂ = 2 : 1, 5 min), die dunkle Phase ist Si ₃ N ₄ und die helle Phase ist die Glasphase, Mikroporosität in den markierten Bereichen.	45
30.	Material ZO, thermisch geätzt (1400 °C, 30 min), ZrO ₂ mit typischem Korndurchmesser unter 1 µm und Riesenkorngwachstum.	46
31.	Material AO, thermisch geätzt (1400 °C, 20 min), Al ₂ O ₃ und Spinell MgAl ₂ O ₄ (mit Pfeilen markiert), inter- und intragranulare Porosität.	46
32.	Material SC, unzureichend plasmageätzt (CF ₄ : O ₂ = 2 : 1, 20 min), SiC mit hoher Porosität, die dunkelgraue Phase ist C-reicher.	47
33.	Material SC, Porencluster.	47
34.	Festigkeitswerte der SKF Materialien ermittelt mit dem KKV. Die Stichprobengröße beträgt jeweils 30 Stück (Bei ZO: 29 Stück).	49
35.	Vorgeschädigte Kerbkugel (ZO-A-002).	50
36.	Flache Pore im Volumen der Probe ZO-A-011.	51
37.	Sichelpore an der Oberfläche (ZO-A-013).	51

38.	Besonderheiten auf den Bruchflächen des Materials AO: (a) Bruchausgang mit großflächig anderer Morphologie (Markierung), (b) Eine Ansammlung von oberflächennahen Defekten kann wie ein Startriss wirken.	52
39.	Riesige Pore knapp unter der Oberfläche (SC-A-001).	53
40.	Startriss in Siliziumkarbid (SC-A-007).	53
41.	Ergebnisse der IFR-Messungen mit unterschiedlichen Eindrucklasten für das Material SNRef.	55
42.	Ergebnisse der IFR-Messungen mit unterschiedlichen Eindrucklasten für die SKF-Materialien: SN (Siliziumnitrid), ZO (Zirkonoxid), AO (Aluminiumoxid) und SC (Siliumkarbid).	58
43.	Schlechte Ausmessbarkeit durch nicht ebene Risse.	60
44.	Erscheinungsbild von Lateral- und Nebenrissen in SN nach Abtrag: a) 0 μm ; b) 50 μm , geschliffen; c) 90 μm , poliert.	61
45.	Lateralrisse in SC mit Porosität.	61
46.	Einbringen eines Risses in Zirkonoxid mit einem Vickersindenter. Durch Verkippen der Halterung wird ein Riss größer, welcher nach Materialabtrag in der Probe verbleibt. (a) Schiefer Vickershärteeindruck in ZO, (b) Prinzipskizze der Risseinbringung (nach [39]).	63
47.	Nach Materialabtrag der Probe mit einem kritischen Riss wird die Probe gebrochen: (a) Der Riss ist normal zur angelegten Spannung (rote Pfeile), (b) Rissform in ZO ermittelt mit FZF.	63
48.	Risse der Probe ZO-B-032. Die Risse in kritischer Lage sind nahezu gleich groß. (a) Rissausbildung an der Oberfläche durch einen schiefen Vickersindent, (b) Bruchfläche mit zwei Rissen. Die Ausgangsrisse können auch ohne FZF problemlos erkannt werden.	65
49.	Vergleich der gemessenen Rissgeometrie mit Stereomikroskop (ohne FZF) und Lichtmikroskop (mit FZF) am Beispiel der Probe SC-B-033.	66
50.	Systematische Messfehler durch Fluoreszenzfarbe: (a) Unklare Grenzlinie beim Material AO. Durch die großen Körner und wahrscheinliches Weiterdiffundieren der FZF ist die Rissfront schwer zu definieren, (b) durch FZF in tieferen Bereichen kann der Riss „überstrahlen“.	67
51.	Vergleich der unterschiedlichen Arten zur Risslängenmessung; die strichlierte Linie entspricht einer Abweichung von 10 %. (a) Messung auf der Bruchfläche: mit und ohne FZF, (b) Messung der Rissbreite c mit FZF: Oberfläche und Bruchfläche.	68
52.	Ausgehend von idealen Rissformen, gegeben durch die a/c -Verhältnisse, wird der Fehler $\Delta Y'$ des Geometriefaktors verursacht die Messfehler Δa und Δc der Rissparameter dargestellt ($a/t=0.1$).	73
53.	Auftragung der Zähigkeitswerte ermittelt mit den Verfahren SEVNB (strichlierte Linie), SCF (● Kugeln und ■ Balken) und IF (grau) über der Rissgröße. . .	74

54.	Prinzipskizze einer R-Kurve. Die ermittelte Bruchzähigkeit ist abhängig von der Rissgröße bzw. vom verwendeten Messverfahren.	75
55.	Gegenüberstellung der IF-Methode (links) und des modifizierten SCF-Verfahrens an Kerbkugel (rechts) für die SKF-Materialien.	77
56.	Verlauf des Geometriefaktors entlang der Rissfront für unterschiedlichen Rissformen mit $a/t = 0.03$	79
57.	Verlauf des Geometriefaktors in Abhängigkeit der Rissform a/c . (a) Bei $a/t = 0.25$ liegt der Schnittpunkt bei einem a/c -Verhältnis von rund 0.5, (b) Bei $a/t = 0.01$ liegt der Schnittpunkt bei einem a/c -Verhältnis von rund 0.8.	80
58.	Grenzen, an denen der kritische Punkt wechselt. Aufgetragen ist die benötigte Abtragstiefe Δh relativ zu c_0 in Abhängigkeit der Ausgangsrissform c_0/c_0 über der Risstiefe c_0/t_0	81
59.	Auswertung der IFR-Verläufe von ZO als Penny- und Palmqvistrisse.	84
60.	Verlauf des Vorfaktors über der Querkontraktionszahl extrapoliert bis 0.15. Die berechneten Stützstellen von ν sind 0.2, 0.25, 0.3 und 0.35.	90
61.	Einfluss der Risstiefe a im Verhältnis zur Balkendicke t . Es werden jeweils der Punkt A oder der Punkt C mit drei unterschiedlichen Rissformen (a/c) gezeigt.	93
62.	Es ist die Funktion f_w über dem Verhältnis halbe Rissbreite (c) zu halber Balkenbreite (b) dargestellt.	93
63.	Der Korrekturfaktor f_d ist abhängig vom Kugeldurchmesser und von der Diagonallänge d des Knoopindents.	94
64.	Härteeindrücke bei unterschiedlichen Lasten am Material SNRef (Kugeln) zur Bestimmung eines IFR-Wertes.	95
65.	Härteeindrücke bei unterschiedlichen Lasten am Material SNRef (Balken) zur Bestimmung eines IFR-Wertes.	96
66.	Härteeindrücke bei unterschiedlichen Lasten am Material SN (Kugeln) zur Bestimmung eines IFR-Wertes.	97
67.	Härteeindrücke bei unterschiedlichen Lasten am Material ZO (Kugeln) zur Bestimmung eines IFR-Wertes.	98
68.	Härteeindrücke bei unterschiedlichen Lasten am Material AO (Kugeln) zur Bestimmung eines IFR-Wertes.	99
69.	Härteeindrücke bei unterschiedlichen Lasten am Material SC (Kugeln) zur Bestimmung eines K_{IFR} -Wertes.	100
70.	Fraktografische Untersuchung: Übersichtsbilder von SN.	102
71.	Fraktografische Untersuchung: Übersichtsbilder von ZO, AO und SC.	103

Tabellenverzeichnis

1.	Eigenschaften der Kugeln bei Raumtemperatur.	43
2.	Kerbkugelgeometrien und Ergebnisse des KKV. Die Werte in den eckigen Klammern bei den Weibull-Kennwerten entsprechen den Grenzen der Konfidenzintervalle für ein Konfidenzniveau von 90 %. Die mit * markierten Werte wurden extrapoliert.	48
3.	SEVNB- und SCF-Ergebnisse an Balken und Kerbkugeln bei HK7 und HK10. .	55
4.	Ergebnisse der SCF-Methode an Kerbkugeln von allen SKF-Materialien.	57
5.	Abschätzung der absoluten Messfehler der Rissgeometrie mit FZF.	69
6.	$c_{0,V}/(d_0/2)$ -Verhältnisse für verschiedene Lasten und Materialien. Diese können Hinweise auf die Rissausbildung unter einem Vickersindent geben.	83
7.	Inputdaten und Festigkeitsergebnisse der Volumensextrapolation auf Standardbiegeproben.	102