



Diplomarbeit

# Bruchzähigkeitsmessung von Keramik unter Mode II-Belastung



Wolfgang Huber  
Jänner 2013

Institut für Struktur- und Funktionskeramik  
an der Montanuniversität Leoben



## **EIDESSTATTLICHE ERKLÄRUNG**

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

## **AFFIDAVIT**

I declare in lieu of oath, that I wrote this thesis and performed the associated research myself, using only literature cited in this volume.

.....

Leoben, am

.....

Wolfgang Huber

## **Danksagung**

Mein besonderer Dank gilt den MitarbeiterInnen des Instituts für Struktur- und Funktionskeramik, dem Vorstand des Instituts o. Univ. Prof. Dr. Robert Danzer sowie ao. Univ. Prof. Dr. Peter Supancic und Ass. Prof. Dr. Tanja Lube, die sich immer Zeit für meine Anliegen nahmen und mich mit ihrem fachlichen Wissen unterstützten.

Ganz besonders bedanken möchte ich mich bei Dipl. Ing. Stefan Strobl, der mir in jeder Lage beratend an der Seite stand.

Auch der SKF Österreich AG. möchte ich für die zur Verfügung gestellten Proben danken, ohne die diese Arbeit nicht möglich gewesen wäre.

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 und Product Engineering“ im Rahmen des Österreichischen COMET Kompetenzzentren Programms sehr herzlich gedankt.

Danken möchte ich auch meinen Eltern und meinem Bruder, die mir während der gesamten Studienzeit stets Rückhalt geboten haben und mir mit emotionaler Betreuung zur Seite standen.

Herzlich bedanken möchte ich mich auch bei Josef, der mich in meiner Arbeit bestärkt hat sowie bei meiner Freundin Kristina, die mich während des Studiums seelisch unterstützt und fortwährend motiviert hat.

## Kurzfassung

Strukturkeramiken werden aufgrund ihrer hervorragenden Eigenschaften (z.B. Härte, Korrosions- und Verschleißbeständigkeit) auch in Wälzlagern eingesetzt. Dabei hat sich Siliziumnitrid bereits in Kugellagern besonders bewährt. Der internationale Wälzlagerhersteller SKF entwickelt gemeinsam mit dem Institut für Struktur- und Funktionskeramik neue Methoden zur mechanischen Charakterisierung von keramischen Wälzkörpern für Hybridlager. Beim Überrollen eines Risses können starke Scherspannungen (Mode II) auftreten. Dadurch entstehen im Bauteil an der Risspitze sogenannte  $K_{II}$ -Spannungsintensitätsfaktoren, welche bei einer Zuverlässigkeitsanalyse berücksichtigt werden müssten.

In dieser Arbeit wurde ein Prüfstand entwickelt, um an einem Referenzmaterial neben den standardisierten Mode I-Tests – zur Bestimmung der Bruchzähigkeit – auch Zähigkeitstests unter möglichst reinen Mode II- sowie vordefinierten Mixed-Mode-Belastungen durchführen zu können. Für die Belastung der Proben wurde der asymmetrische 4-Punkt-Biegeversuch ausgewählt, mit dem der gesamte Bereich zwischen reiner Mode I- und Mode II-Belastung untersucht werden kann. Weiters ist es auch möglich, negative  $K_I$ -Werte zu erzeugen.

Für das Einbringen der Risse in die Biegebalken wurden die standardisierte Surface Crack in Flexure- und die ebenfalls standardisierte Single Edge V-notch Beam-Methode angewendet. Mit diesen Methoden wird ein großer Bereich unterschiedlicher Rissgeometrien abgedeckt.

Verschiedene Mixed-Mode-Hypothesen wurden zur Auswertung der Messdaten (Versagenskurve bzw. Rissablenkwinkel) angewendet und mit den Vorhersagen der Hypothesen verglichen, um zu erkennen, welche die beste Übereinstimmung mit den Messergebnissen zeigt. Dabei wurde festgestellt, dass mit der Hypothese der nicht-koplanaren maximalen Energiefreisetzungsrates die Ergebnisse bei  $K_I > 0$  am genauesten vorhergesagt werden können. Für  $K_I < 0$  ist allerdings eine Erweiterung nötig.

Es stellte sich heraus, dass dieser Prüfstand bei der Prüfung von Siliziumnitrid sehr gut für Proben mit Kerben (SEVNB) geeignet ist, jedoch mit SCF-Proben keine gültigen Versuche durchgeführt werden konnten. Das maximale  $K_{II}/K_I$ -Verhältnis lag bei den geprüften Geometrien bei 32.

## Abstract

Structural ceramics are used in rolling bearings because of their excellent characteristics (e.g. hardness, corrosion and abrasion resistance). Here, silicon nitride has especially proven itself in ball bearings. The international bearing manufacturer SKF developed together with the Institute of Structural and Functional Ceramics new methods for the mechanical characterization of ceramic rolling elements for hybrid bearings. When rolling over a crack, strong shear stresses (mode II) may occur. This creates so-called  $K_{II}$ -stress intensity factors in the component at the crack tip, which need to be considered in a reliability analysis.

In this project a test bench has been developed to perform toughness tests on a reference material under very pure mode II- and mixed-mode pre-loads in addition to the standard mode I tests to determine the fracture toughness. For the load test of the samples the asymmetrical four-point bending test was selected, by which the entire region between pure mode I and mode II stress may be examined. Furthermore, it is also possible to generate negative  $K_I$ -values.

For the introduction of cracks in the bending beams, the standardized Surface Crack in Flexure-method and also the standardized single edge V-notch beam-method were used. With these methods, a wide range of different crack geometries is covered.

Various mixed-mode hypotheses were used to evaluate the measured data (failure curve or crack propagation angle) and were compared with the predictions of the hypotheses in order to find out which one shows the best accordance with the measured results. It showed that with the hypothesis of the non-coplanar maximum energy release rate, the results with  $K_I > 0$  can be predicted the most accurately. However, for  $K_I < 0$  an extension is necessary.

It turned out that this test bench for testing silicon nitride is very well suited for samples with notches (SEVNB), however, no valid experiments could be carried out with SCF samples. The maximum  $K_{II} / K_I$ -ratio in the tested geometries was at 32.

# Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung	1
2. Grundlagen	3
2.1. Bruchmechanik	3
2.1.1. Spannungsintensitätsfaktor $K$ , Energiefreisetzungsrate $G$	3
2.1.2. Risswiderstandskurve	5
2.2. Methoden zur Rissinitiierung	7
2.2.1. Allgemeines	7
2.2.2. Single Edge V-notch Beam (SEVNB)-Methode	7
2.2.3. Surface Crack in Flexure (SCF)-Methode	9
2.3. Hypothesen zur Bestimmung des Risswachstums	11
2.3.1. Allgemeines	11
2.3.2. Hypothese der maximalen Energiefreisetzungsrate	12
2.3.3. Hypothese der maximalen Umfangsspannung	14
2.3.4. Hypothese des $J$ -Integrals	15
2.3.5. Hypothese der Formänderungsenergiegedichte	18
2.4. Asymmetrischer 4-Punkt-Biegeversuch	19
2.4.1. Allgemeines	19
2.4.2. Mögliche Fehlerquellen	20
3. Experimenteller Teil	22
3.1. Konzept	22
3.2. Probenpräparation	22
3.2.1. Single Edge V-notch Beam	22
3.2.2. Surface Crack in Flexure	23
3.3. Versuchsaufbau	25
3.3.1. Allgemeines	25
3.3.2. Optische Positionierung der Risse und Kerben	29
3.4. Durchführung	30
3.4.1. Symmetrischer 4-Punkt-Biegeversuch	30
3.4.2. Asymmetrischer 4-Punkt-Biegeversuch	31
3.5. Materialcharakterisierung	32
3.5.1. Chemische Zusammensetzung	32
3.5.2. Schliffbilder	33
3.5.3. Festigkeit	36

4. Ergebnisse und Interpretation	38
4.1. Symmetrischer 4-Punkt-Biegeversuch	38
4.2. Asymmetrischer 4-Punkt-Biegeversuch	39
4.2.1. Risswiderstandskurve	39
4.2.2. Rissablenkwinkel	40
4.2.3. Versagenskurve	43
5. Diskussion der Ergebnisse	45
5.1. Auswahl der besten Hypothese	45
5.1.1. Positive Normalspannung	45
5.1.2. Positive und negative Normalspannung	45
5.2. Rissablenkwinkel	47
5.3. Bruchkräfte und Bruchspannungen	48
5.4. Einfluss der Einstellung des Mikroskops und der Rollenabstände bezüglich Risspositionierung	50
5.5. Vergleich der Geometriefaktoren und Gewichtsfunktionen	52
6. Schlussfolgerung	56
Anhang A: Auflistung der Hypothesen	59
Anhang B: Herleitung der Hypothese der max. Umfangsspannung	60
Anhang C: Risspositionierung	62
Anhang D: Fehlerhafte Balkenoberfläche	64
Anhang E: Fehlerabschätzung	65
Anhang F: Messwerte	71
Literatur	76

# Verwendete Symbole

Symbol:	Einheiten:	Bedeutung:
$\Delta a$	[ m ]	Rissverlängerung
$\Delta t$	[ m ]	Materialabtrag
$\gamma_s$	[ J / m <sup>2</sup> ]	spezifische Oberflächenenergie
$\mu$	[ - ]	Reibungskoeffizient
$\nu$	[ - ]	Querkontraktionszahl
$\phi$	[ ° ]	Winkel zwischen Punkt A und Rissausgang des semi-elliptischen Risses
$\theta$	[ ° ]	Winkel der Rissausbreitung (Rissablenkwinkel)
$\theta_{c,maxU}$	[ ° ]	Rissablenkwinkel der Hypothese der maximalen Umfangsspannung
$\theta_{c,J}$	[ ° ]	Rissablenkwinkel der Hypothese des $J$ -Integrals
$\pi$	[ - ]	Pi
$\sigma$	[ Pa ]	Normalspannung
$\sigma(s)$	[ Pa ]	Normalspannung als Funktion von $s$
$\sigma_{\theta\theta}$	[ Pa ]	Umfangsspannung
$\sigma_0$	[ Pa ]	charakteristische Festigkeit
$\tau$	[ Pa ]	Scherspannung
$a$	[ m ]	Risslänge ( $a = a_0 + \Delta a$ )
$a_0$	[ m ]	Risslänge zu Beginn des Versuches
$a^*$	[ m ]	„Zusatzziss“, siehe Text
$A$	[ m <sup>2</sup> ]	Querschnittsfläche des Biegebalkens
$A_{\nu\mu}$	[ - ]	Koeffizienten der Gewichtsfunktion nach Fett
$b$	[ m ]	halbe Breite des Biegebalkens
$b_{Knoop}$	[ m ]	Breite eines Knoop-Härteeindruckes
$c$	[ m ]	halbe Rissbreite
$d_a$	[ m ]	Abstand von der äußeren zur inneren Rolle
$d_i$	[ m ]	halber Abstand der inneren Rollen

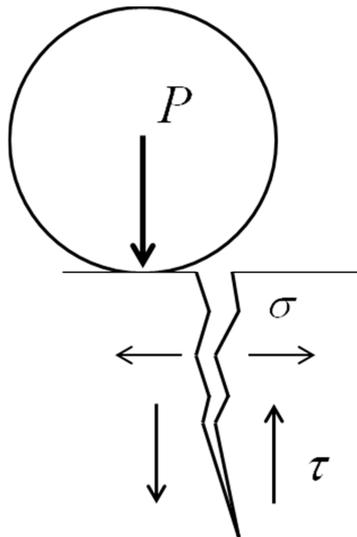
$D_n$	[ - ]	Koeffizienten der Gewichtsfunktion nach Licht
$E$	[ Pa ]	Elastizitätsmodul
$F$	[ % ]	Versagenswahrscheinlichkeit
$F_b$	[ - ]	Geometriefunktion für Biegebeanspruchung
$G$	[ J/m <sup>2</sup> ]	Energiefreisetzungsrate
$G_c$	[ J/m <sup>2</sup> ]	kritische Energiefreisetzungsrate
$h$	[ $\sqrt{m}$ ]	Gewichtsfunktion
$H$	[ N ]	Scherkraft zwischen den inneren Rollen
$K$	[ MPa $\sqrt{m}$ ]	Spannungsintensitätsfaktor (SIF)
$K_c$	[ MPa $\sqrt{m}$ ]	Bruchzähigkeit
$K_{Ic}$	[ MPa $\sqrt{m}$ ]	Bruchzähigkeit unter Mode I-Belastung
$K_{IIc}$	[ MPa $\sqrt{m}$ ]	Bruchzähigkeit unter Mode II-Belastung
$K_{eff}$	[ MPa $\sqrt{m}$ ]	effektiver Spannungsintensitätsfaktor
$K_{eff,copl}$	[ MPa $\sqrt{m}$ ]	effektiver SIF nach der Hypothese der koplanaren maximalen Energiefreisetzungsrate
$K_{eff,n-copl}$	[ MPa $\sqrt{m}$ ]	effektiver SIF nach der Hypothese der nicht-koplanaren maximalen Energiefreisetzungsrate
$K_{eff,maxU}$	[ MPa $\sqrt{m}$ ]	effektiver SIF nach der Hypothese der maximalen Umfangsspannung
$K_{eff,J}$	[ MPa $\sqrt{m}$ ]	effektiver SIF nach der Hypothese des $J$ -Integrals
$K_{eff,minS}$	[ MPa $\sqrt{m}$ ]	effektiver SIF nach der Hypothese der minimalen Formänderungsenergiedichte
$l$	[ m ]	Abstand der inneren Rollen (sym. 4-PB)
$L$	[ m ]	Abstand der äußeren Rollen (sym. 4-PB)
$L_{Knoop}$	[ m ]	Länge eines Knoop-Härteeindruckes
$m$	[ - ]	Weibullmodul
$M_{max}$	[ Nm ]	maximales Biegemoment
$M(s)$	[ Nm ]	Biegemoment in Abhängigkeit von $s$
$N$	[ - ]	Anzahl der Proben
$P$	[ N ]	Hauptlast
$P_i$	[ N ]	Last auf innere Rolle
$P_a$	[ N ]	Last auf äußere Rolle
$s$	[ m ]	Abstand des Risses von der Hauptbelastungsebene

$t, W$	[ m ]	Höhe des Biegebalkens
$t_0$	[ m ]	Höhe des Biegebalkens vor dem Abtrag
$W_B$	[ m <sup>3</sup> ]	Biege­wider­stands­moment
$Y$	[ - ]	Geometriefaktor
$Y_I$	[ - ]	Geometriefaktor für Mode I-Belastung
$Y_{II}$	[ - ]	Geometriefaktor für Mode II-Belastung
$Y'$	[ $\sqrt{\text{m}}$ ]	vereinfachter Geometriefaktor ( $Y' = Y \sqrt{\pi a}$ )

# 1. Einleitung

Strukturkeramiken weisen ein einzigartiges Eigenschaftsspektrum auf und eröffnen dadurch neue Einsatzmöglichkeiten. Siliziumnitrid ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) ist einer dieser keramischen Werkstoffe, welcher schon einen breiten Anwendungsbereich gefunden hat. Dies ist im Besonderen auf seine hohe Festigkeit, Korrosionsbeständigkeit und die guten Eigenschaften bei erhöhten Temperaturen zurückzuführen.  $\text{Si}_3\text{N}_4$  wird daher sehr häufig für Wälzkörper in Wälzlagern (Kugellagern) verwendet.

Es gibt viele standardisierte Verfahren zur Messung der Bruchzähigkeit von Keramiken unter Mode I-Belastung (Bruchzähigkeit bei Mode I:  $K_{Ic}$ ). Wird aber ein Riss durch Überrollen einer Kugel belastet, entstehen Scherspannungen an der Rissspitze (siehe Abbildung 1), welche den Riss unter Mode II-Belastung beanspruchen. Auch dadurch kann es zum Versagen des Bauteiles kommen und somit zu einem  $K_{IIc}$ -Wert.



**Abbildung 1:** Schema: Resultierende Spannungen in der Nähe eines Kontaktes.

Das Ziel dieser Arbeit ist es, eine Messtechnik für die Bestimmung der Bruchzähigkeit von Keramiken unter Mode II-Beanspruchung zu entwickeln und für die geplanten Versuche zu bauen. Dazu wird in der Literatur [1-4] häufig auf den asymmetrischen 4-Punkt-Biegeversuch hingewiesen. Der praktische Aufbau einer derartigen Versuchseinrichtung wird allerdings bisher nie im Detail erklärt. Verschiedene Einflüsse, wie z.B. Reibung, Kippunkt, Risspositionierung, erschweren maßgeblich die korrekte Durchführung, welche in dieser Arbeit genau erläutert werden.

Mithilfe des in dieser Arbeit entwickelten Versuchsaufbaus wird für diesen ganz speziellen Werkstoff eine Versagenskurve und eine Risswiderstandskurve für reine Mode II- Belastung ermittelt. Zusätzlich ist es die Zielsetzung, den Einfluss der verschiedenen  $K_{II}/K_I$ -Verhältnisse auf den Rissausbreitungswinkel zu bestimmen, um festzustellen, welche der in der Literatur vorgeschlagenen Hypothesen (z.B. Hypothese der maximalen Energiefreisetzungsrate, Hypothese der maximalen Umfangsspannung, usw. [5]) die Mixed-Mode-Belastung am treffendsten beschreibt.

Als Versuchswerkstoff wurde eine  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Keramik verwendet. Das Material wurde in Form von Platten von der Firma SKF (Svenska Kullagerfabriken) zur Verfügung gestellt. Aus diesem keramischen Probenmaterial wurden am Institut für Struktur- und Funktionskeramik Standardbiegebalken – wie sie für die SEVNB- und SCF-Methode benötigt werden – hergestellt.

## 2. Grundlagen

### 2.1. Bruchmechanik

Die Bruchmechanik befasst sich mit den Bruchvorgängen in Werkstoffen und Konstruktionen, d.h. sie beschäftigt sich mit der Ausbreitung von Rissen. Dadurch wird festgestellt, ob sich ein Riss in einem Körper bei einer bestimmten Beanspruchung ausbreitet (was zum Bruch führen kann) oder ob er stabil bleibt. Man geht davon aus, dass in jedem Material Risse oder Defekte (die zu Rissen führen können) vorhanden sind [5].

Keramiken sind spröde Werkstoffe. Ihre Festigkeit wird durch im Material vorhandenen Defekten bestimmt. Wenn ein Werkstoff nahezu keine plastische Verformung aufweist, kann eine kritische Spannungskonzentration im Bereich der Risspitze nur durch Rissbildung abgebaut werden. Die meisten Keramiken weisen an der Risspitze eine extrem kleine plastische Zone auf und verhalten sich ansonsten ideal-elastisch. Deswegen bietet sich für keramische Werkstoffe die linear elastische Bruchmechanik (LEBM) zur Beschreibung des Rissverhaltens an. In der LEBM werden folgende Annahmen getroffen: Erstens muss sich der Werkstoff (weitgehend) ideal-elastisch verhalten, d.h. der plastisch verformte Bereich um die Risspitze ist sehr klein im Vergleich zur Probenabmessung und kann vernachlässigt werden. Zweitens wird angenommen, dass die Probe einen Riss aufweist, dessen Spitze unendlich scharf ist (Risspitzenradius null). Drittens wird angenommen, dass keine Kräfte über die Rissflanken übertragen werden (Verzahnung, Faserverstärkung). In den verwendeten Proben und Materialien können diese Annahmen nicht exakt erfüllt werden, aber die Abweichung ist so geringfügig, dass die LEBM trotzdem angewendet werden kann [6, 7].

#### 2.1.1. Spannungsintensitätsfaktor $K$ , Energiefreisetzungsrate $G$

Mithilfe der LEBM wird die mechanische Belastung der Umgebung von Rissen beschrieben. Das Spannungsfeld an der Risspitze ist proportional zum Spannungsintensitätsfaktor  $K$ :

$$K = \sigma Y \sqrt{a\pi} \quad . \quad (1)$$

$\sigma$  ist die nominell angelegte Spannung in dem Bauteil ohne Riss,  $a$  die Risslänge und  $Y$  ein Geometriefaktor, welcher die Ausrichtung und Form des Risses berücksichtigt. Wird eine rissbehaftete Probe belastet, dann nimmt der Spannungsintensitätsfaktor mit zunehmender Belastung zu, bis er einen kritischen Wert erreicht, ab dem instabiles Risswachstum auftritt (Griffith/Irwin Kriterium siehe Gleichung (2)). Dieser kritische Wert wird als Bruchzähigkeit  $K_c$  bezeichnet [6-8].

$$K \geq K_c \quad (2)$$

Für den Riss gibt es drei verschiedene Rissöffnungsarten (sogenannte „Moden“; siehe Abbildung 2), die von der Beanspruchung abhängen [5]:

- Mode I:** Der Riss öffnet sich senkrecht zur Rissebene, was durch eine Zugbelastung senkrecht zu den Rissufern verursacht wird.
- Mode II:** Die Rissoberflächen verschieben sich in ihrer Ebene senkrecht zur Risspitze, was einer ebenen transversalen Scherbelastung entspricht.
- Mode III:** Die Rissoberflächen verschieben sich in ihrer Ebene parallel zur Risspitze, was mit einer nichtebenen longitudinalen Scherbelastung verbunden ist.

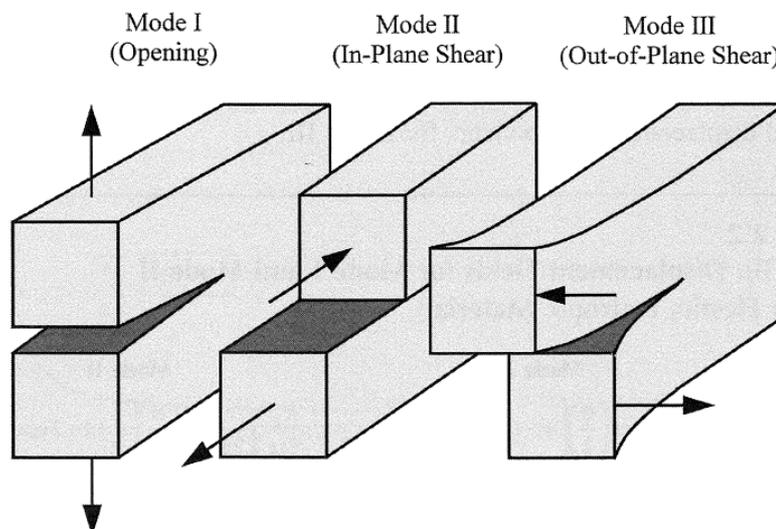


Abbildung 2: Die drei Rissöffnungsarten, aus [9].

In den meisten Fällen treten Mischformen dieser drei Rissmoden auf. Es kann für jede Rissöffnungsart ein eigener Spannungsintensitätsfaktor bestimmt werden. Dieser wird zum Beispiel für Mode I als  $K_I$  (und analog für die anderen Moden) bezeichnet.

Das Griffith/Irwin Kriterium kann aus einer Energiebilanzbetrachtung abgeleitet werden. Die Energiefreisetzungsrates  $G$  ist die Änderung der elastischen Energie und der von den äußeren Kräften bewirkten Energie in der Probe aufgrund der Rissausbreitung und bezogen auf die neugeschaffene Rissfläche:

$$G = \frac{K^2}{E} = \frac{Y^2 \sigma^2 a \pi}{E} . \quad (3)$$

Das Symbol  $E$  bezeichnet den Elastizitätsmodul. Um ein Risswachstum zu ermöglichen, muss die Energiefreisetzungsrates größer als die Energie sein, welche zur Erzeugung der neuen Oberflächen (kritische Energiefreisetzungsrates  $G_c$ ) benötigt wird:

$$G \geq G_c . \quad (4)$$

Im ideal-elastischen Fall besteht  $G_c$  nur aus der Oberflächenenergie  $\gamma_s$ . Dann gilt:

$$G_c = 2 \gamma_s . \quad (5)$$

Der Faktor 2 kommt daher, dass bei der Erzeugung einer neuen Rissoberfläche immer zwei gegenüberliegende Flächen, welche dieselbe Oberflächenenergie aufweisen, erzeugt werden. Im Allgemeinen gibt es aber noch weitere Beiträge zur kritischen Energiefreisetzungsrates, z.B. die (geringe) plastische Verformung des Materials vor der Risspitze [6, 7, 10].

### 2.1.2. Risswiderstandskurve

Die kritische Energiefreisetzungsrates eines Werkstoffes kann bei der Rissausbreitung mit zunehmender Risslänge steigen, wenn es Abweichungen von den eingangs definierten Voraussetzungen für die LEBM gibt. Dann spricht man von einem  $R$ -Kurvenverhalten. In Abbildung 3 (a) ist ein Material ohne  $R$ -Kurve abgebildet. Bei diesem ist der Risswiderstand  $R$  unabhängig von der Rissvergrößerung  $\Delta a$  (bzw. von dem Bereich, in dem zähigkeitssteigernde Mechanismen wie Verzahnungen wirken) und durch eine horizontale Linie  $R = G_c$  gegeben. Durch Vergleich der  $R$ -Kurve mit der Triebkraft für die Rissausbreitung (Energiefreisetzungsrates  $G$ ) in Abbildung 3 wird festgestellt, ob ein Riss

im Bauteil stabil bleibt oder instabil wächst. Die Energiefreisetzungsrate ist von der angelegten Spannung  $\sigma$  (der Steigung der Belastungsgeraden in Abbildung 3) und von der Risslänge  $a$  (welche der  $x$ -Koordinate entspricht) abhängig. Handelt es sich um Risslängen, die im Verhältnis zur Bauteilgeometrie sehr klein sind, ist der Geometriefaktor nahezu konstant und der Verlauf der Energiefreisetzungsrate steigt linear mit der Risslänge  $a$  an. Solange

$$G \leq R \quad (6)$$

ist, kommt es zu keiner Rissverlängerung. Dies gilt für alle Spannungen  $\sigma \leq \sigma_2$  und Risse  $a = a_0$ . Wird die Spannung bei gleichbleibender Risslänge weiter erhöht, so erhöht sich auch die Steigung und es kommt zum instabilen Risswachstum [7, 11].

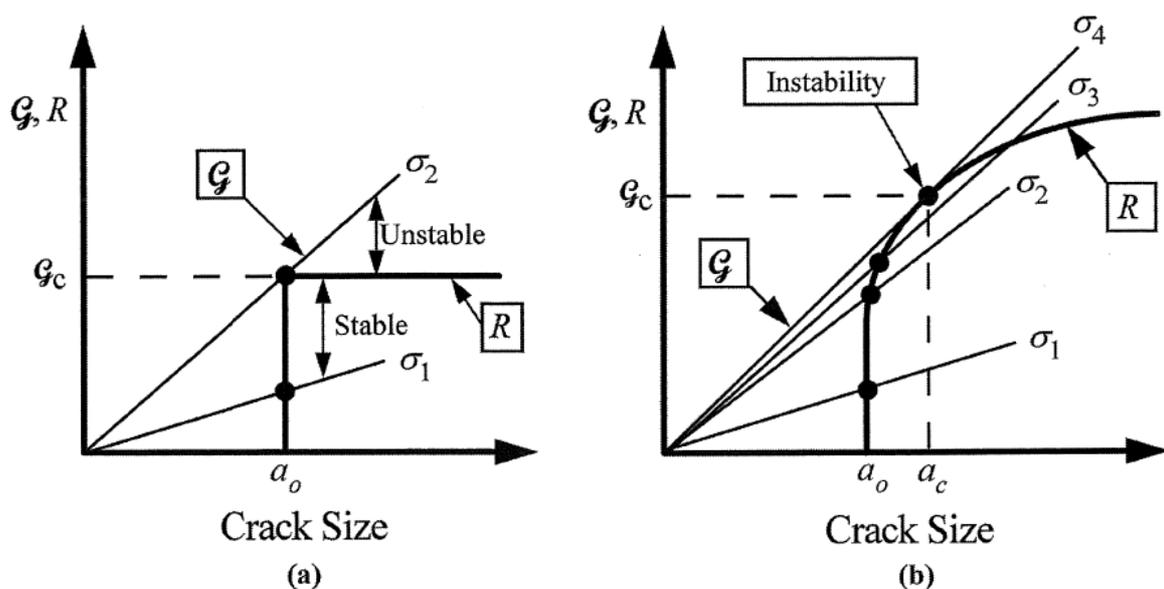


Abbildung 3: Material: (a) ohne  $R$ -Kurve, (b) mit  $R$ -Kurve [9].

In Abbildung 3 (b) ist ein Material mit einer ausgeprägten steigenden  $R$ -Kurve dargestellt. Zusammen mit der  $R$ -Kurve sind auch Energiefreisetzungsraten  $G$  mit unterschiedlichen Spannungen aufgetragen ( $\sigma_1$  bis  $\sigma_4$ ). Bis zur Spannung  $\sigma_2$  kommt es zu keiner Rissverlängerung, weil die Bedingung  $G \leq R$  erfüllt ist. Ab  $\sigma_3$  und einer Risslänge  $a > a_0$  entsteht ein stabiles Risswachstum. Bei einer weiteren Steigerung der angelegten Spannung  $\sigma_4$  tangiert die Linie schließlich die  $R$ -Kurve. Ab einer Spannung  $\sigma > \sigma_4$  kommt es für alle Risslängen  $a > a_0$  zum instabilen Risswachstum und schließlich zum Bruch des Bauteiles. Instabiles Risswachstum tritt somit auf, wenn die Bedingung

$$\frac{\partial G}{\partial a} > \frac{\partial R}{\partial a} \quad (7)$$

erfüllt ist [5, 9, 12].

## 2.2. Methoden zur Rissinitiierung

### 2.2.1. Allgemeines

Damit die Bruchzähigkeit möglichst genau ermittelt werden kann, benötigt man eine Methode, um einen exakt definierbaren Riss mit bekannter Länge in die Probe einzubringen. In Gleichung (1) kann man erkennen, dass für ein genaues Ergebnis der Bruchzähigkeitsmessung die Spannung  $\sigma$ , der Geometriefaktor  $Y$  und die Risslänge  $a$  bekannt sein müssen.

Die Zähigkeit von Keramiken wird tendenziell überschätzt, wenn Proben mit einer Kerbe (anstelle eines Risses) geprüft werden [12]. Die Risspitze ist dann nicht - wie in der Theorie gefordert - unendlich scharf. Die Spannungsfelder unterscheiden sich deutlich, weil es in einer Kerbe nur zu einer endlichen Spannungsüberhöhung kommt, an der Risspitze aber – wie in der LEBM berechnet [5, 6] – die Spannung unendlich (singulär) wird. Deshalb kommt es bei der Bestimmung der Bruchzähigkeit besonders darauf an, einen möglichst scharfen Riss zu erzeugen.

In Keramiken gibt es zwei häufig benutzte Methoden, um Risse in Proben (meist Biegebalken) einzubringen. Bei der Ersten wird mittels einer Rasierklinge oder einem Sägeblatt eine Kerbe in die Probe geschnitten [13]. Bei der zweiten Methode werden mithilfe von Härteeindrücken Risse initiiert. Die genaue Erklärung dieser Verfahren wird in den beiden folgenden Unterkapiteln erläutert [11, 14].

### 2.2.2. Single Edge V-notch Beam (SEVNB)-Methode

Bei der SEVNB-Methode [15] wird in der Mitte eines Biegebalkens mit einer Rasierklinge und einer Diamantpaste ein Kerb erzeugt, der typischerweise einen Spitzenradius von einigen  $\mu\text{m}$  aufweist. In Arbeiten aus dem ISFK (Institut für Struktur- und Funktionskeramik) [16] wurde gezeigt, dass erst ab dem Überschreiten eines kritischen Kerbradius  $\rho_c$  die Bruchzähigkeit des Werkstoffes überschätzt wird (siehe Abbildung 4).

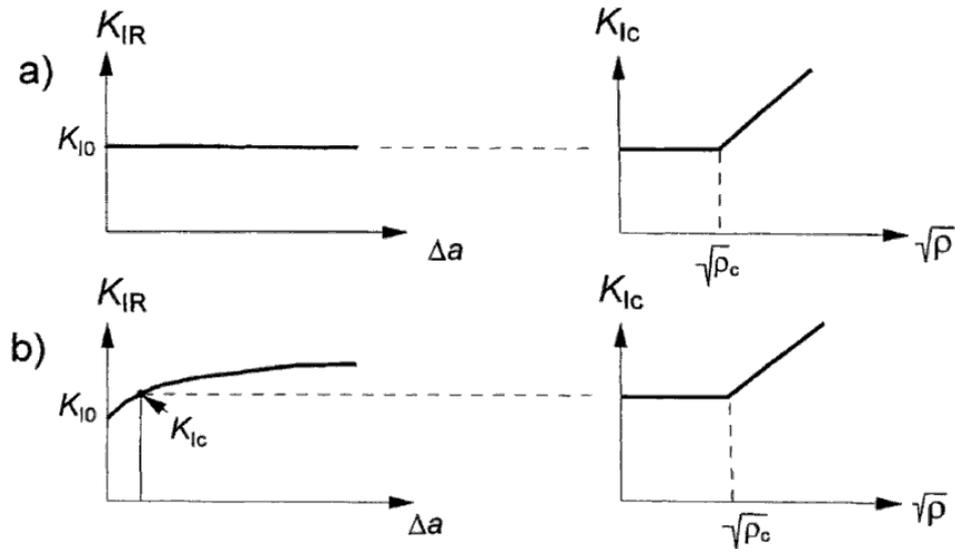


Abbildung 4: Abhängigkeit der Bruchzähigkeit von dem Kerbradius [12].

Der kritische Wert ist materialabhängig und beträgt in etwa die mittlere Korngröße des verwendeten Materials. Kerben mit einem kleineren Radius verhalten sich dann wie scharfe Risse und es können korrekte Werte für die Bruchzähigkeit ermittelt werden. Es wird angenommen, dass sich bei der Probenherstellung Mikrorisse an der Kerbspitze bilden, wie in Abbildung 5 dargestellt.

Diese Methode ist einfach durchzuführen, außer bei sehr feinkörnigen Proben. Bei sehr kleinen Korngrößen muss auch der Kerbradius sehr klein sein, damit es noch zu einer singulären Spannungsüberhöhung kommt. Das Erzeugen solcher kleinsten Radien ist grundsätzlich schwierig und kann zu Problemen führen. Mit der Ausbildung der Mikrorisse an der Kerbspitze bekommt man  $K_{Ic}$ -Werte eher am Beginn der  $R$ -Kurve [17].

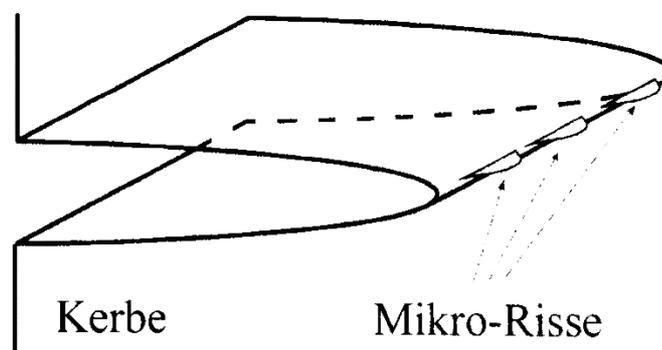


Abbildung 5: Mikrorissmodell beim Kerben mit einer Rasierklinge.

Die Auswertung des Versuches erfolgt nach Gleichung (1) mit  $a$  als Kerbtiefe,  $\sigma$  als Randfaserspannung des ungekerbten Balkens nach der Balkentheorie und  $Y$  aus Tabellenwerken [18] oder Fitfunktionen. Als Beispiel für die Berechnung eines Geometriefaktors gibt es die Formel

$$Y = 1,9887 - 1,326\alpha - \frac{(3,49 - 0,68\alpha + 1,35\alpha^2)\alpha(1-\alpha)}{(1+\alpha)^2}, \quad (8)$$

welche laut ISO 23146 [15] für einen normalen 4-Punkt-Biegeversuch angewendet wird.

Dabei ist  $\alpha$  das Verhältnis von Risstiefe  $a$  zu Probendicke  $W$ ,  $t$  :

$$\alpha = \frac{a}{W}. \quad (9)$$

### 2.2.3. Surface Crack in Flexure (SCF)-Methode

Mit der SCF-Methode [19] kann z.B. in einem Biegebalken aus dem zu prüfenden Werkstoff ein einzelner scharfer Startriss erzeugt werden. Es wird dazu ein Knoop-Härteeindruck in die später zugbeanspruchte Oberfläche der Probe eingebracht. Ein Knoop-Diamant erzeugt bei hinreichender Belastung einen semi-elliptischen Riss. Durch Belastung des Knoop-Eindruckkörpers treten aber auch plastische Verformungen unter dem Eindruckkörper auf. Schließlich bildet sich der Riss durch Aufkeilen der Oberfläche. Nach dem Entlasten steht der plastisch verformte Bereich unter Druckeigenspannungen, welche im Gleichgewicht mit den Zugspannungen im Rissspitzenbereich stehen [12].

Ein grundsätzliches Problem bei der Bestimmung der Bruchzähigkeit  $K_{Ic}$  stellen Eigenspannungen in der Probe dar. Diese überlagern sich mit den Lastspannungen, was zu einer Verfälschung des  $K_{Ic}$ -Wertes führen kann. Deswegen wird die plastische Zone durch Abschleifen oder Abpolieren der Oberflächenschicht, in der sie enthalten ist, entfernt. Dazu muss mindestens das 5-fache der Eindringtiefe des Knoop-Diamanten entfernt werden. Das entspricht etwa 1/6 der Länge der Eindruck-Diagonalen [20].

In Abbildung 6 ist die Skizze eines Knoop-Härteeindrucks zu sehen. Der Härteeindruck hat eine Länge  $L_{\text{Knoop}}$  und eine Breite  $b_{\text{Knoop}}$ . Das Rissprofil, welches man deutlich auf der Oberfläche erkennen kann, hat eine Risstiefe von  $a$  und eine Rissbreite von  $2c$ . Mit  $x$  wird hier die Tiefe des Härteeindrucks bezeichnet und mit  $z_0$  die Tiefe

des deformierten Bereiches. Für einige Materialien können diese Abmessungen an der Bruchfläche genau erkannt werden. Es wurde festgestellt, dass  $z_0$  und  $b_{\text{Knoop}}$  fast identisch sind [12].

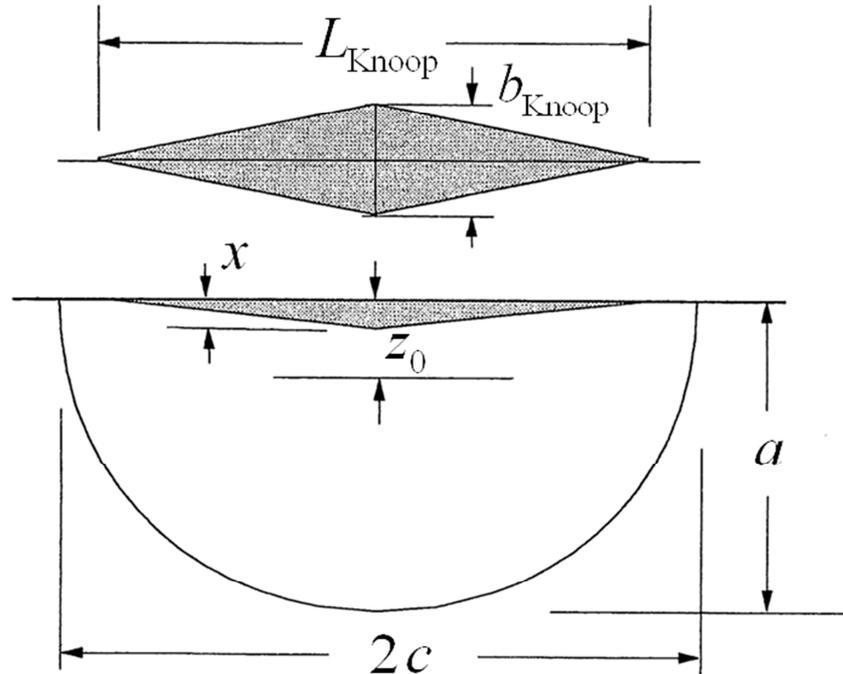


Abbildung 6: Bezeichnung eines Knoop-Härteeindrucks mit resultierendem Riss [12].

Es gibt zwei einfache Methoden, um das Ausmessen der Rissgeometrie zu vereinfachen, ohne den  $K_{Ic}$ -Wert zu verfälschen. Bei der ersten Methode wird der Riss unter Kippen der Probe um  $0,5-3^\circ$  eingebracht. Damit ist die Rissebene gegenüber der Restbruchebene um diesen Winkel verkippt. Durch Betrachten des Risses unter dem Lichtmikroskop wird der Riss unter schräg einfallendem Licht beobachtet und ist dadurch leichter zu identifizieren. Bei der zweiten Methode wird Risseindringfarbe in den Oberflächenriss eingebracht. Dabei muss gewährleistet sein, dass die Farbe bis zur Risspitze vordringt bzw. nach dem Bruch nicht weiter auf die Bruchfläche weiterdiffundiert. Eine falsche Bestimmung von Risslänge und Geometrie würde das Ergebnis verfälschen [11, 12].

Mithilfe der Rissparameter (siehe Abbildung 7) und den Probenabmessungen kann der Geometriefaktor  $Y$  ermittelt werden. Der Geometriefaktor nimmt an verschiedenen Positionen des semi-elliptischen Risses unterschiedliche Werte an. Daher wird jeweils ein Geometriefaktor an der Rissoberfläche (Punkt C) und ein weiterer an der tiefsten Stelle des Risses (Punkt A) berechnet. Der Punkt mit dem größten  $Y$ -Wert wird als der kritischere

angesehen und ist für die Berechnung der Bruchzähigkeit am wichtigsten, weil laut Gleichung (1) der Spannungsintensitätsfaktor einen maximalen Wert annimmt [20].

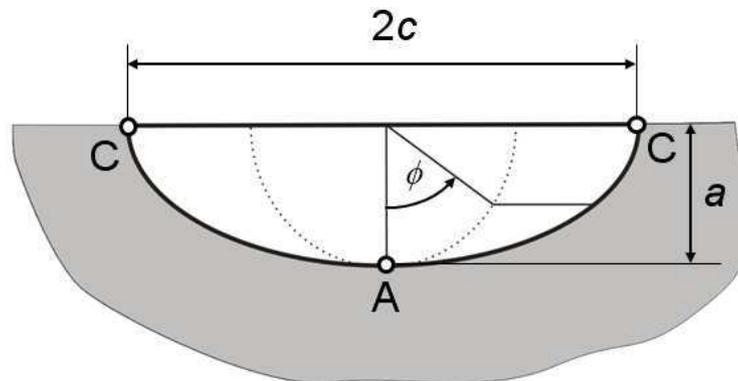


Abbildung 7: Rissparameter eines semi-elliptischen Risses.

Die SCF-Methode erfüllt somit alle Bedingungen der LEBM und ist prinzipiell sehr gut zur Bestimmung der Bruchzähigkeit geeignet. Es können alle Messgrößen bestimmt werden und man kann verschieden große Risse durch Veränderung der Last herstellen. Es handelt sich hier um einen echten Riss, welcher nach Abtrag einer bestimmten Oberflächenmenge auch eigenspannungsfrei ist.

## 2.3. Hypothesen zur Bestimmung des Risswachstums

### 2.3.1. Allgemeines

Bis jetzt wurden nur Rissprobleme mit einer symmetrischen Belastung behandelt. Bei den entsprechenden Bruchhypothesen wird vorausgesetzt, dass sich der Riss geradlinig in seiner Ebene unter Mode I-Beanspruchung ausbreitet. Unter Mode II- und Mode III-Beanspruchung oder wenn sich verschiedene Rissöffnungsmoden überlagern (Mixed-Mode), kann der Riss aus seiner Ebene abgelenkt werden. Eine Mixed-Mode-Beanspruchung tritt immer dann auf, wenn auf den Riss sowohl eine Normal- als auch eine Scherkraft wirken [5].

In der LEBM wird der Beanspruchungszustand an der Risspitze durch die drei Spannungsintensitätsfaktoren  $K_I$ ,  $K_{II}$  und  $K_{III}$  bestimmt. Man muss ein verallgemeinertes Bruchkriterium für Mixed-Mode-Belastung aufstellen:

$$B(K_I, K_{II}, K_{III}) \geq B_c . \quad (10)$$

Die Größe  $B$  auf der linken Seite beschreibt die Beanspruchung des Risses. Zum Versagen kommt es, wenn ein kritischer Materialkennwert  $B_c$  erreicht oder überschritten wird. Zur vollständigen Beschreibung des Rissausbreitungsverhaltens wird noch die Richtung der Rissausbreitung (Winkel  $\theta_c$  in Abbildung 8) benötigt.

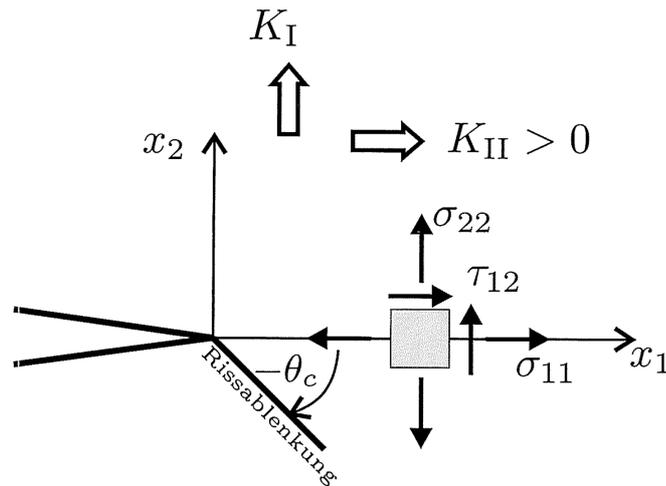


Abbildung 8: Rissablenkung unter Mixed-Mode-Belastung [5].

Es gibt zurzeit aber noch keine bestätigten (allgemein anerkannten) Versagenshypothesen für den spröden Bruch unter Mixed-Mode-Beanspruchung. Die experimentelle Bestätigung ist schwierig, da die Festigkeitswerte stark streuen und die Streuung den Effekt der Mixed-Mode-Beanspruchung häufig überdeckt. Es gibt aber Hypothesen, von denen einige in der Folge dargestellt werden (Auflisten der Gleichungen in Anhang A).

### 2.3.2. Hypothese der maximalen Energiefreisetzungsrate

Bei der Hypothese der maximalen Energiefreisetzungsrate wächst der Riss in jene Richtung, in welcher die Energiefreisetzungsrate  $G$  ein Maximum annimmt. Es werden nur Kombinationen von Mode I und Mode II-Beanspruchungen berücksichtigt, nicht aber Mode III-Beanspruchungen. Zum Risswachstum kommt es erst, wenn die Energiefreisetzungsrate  $G$  den kritischen Wert  $G_c$  erreicht:

$$G(\theta) = G_c . \quad (11)$$

Der ursprüngliche Riss wird „Hauptriss“  $a$  genannt und der aus der Richtung des Hauptrisses abweichende Riss „Zusatzriss“  $a^*$ . Der Zusatzriss wird durch das Nahfeld des Hauptrisses mit seinen Spannungsintensitätsfaktoren  $K_I$  und  $K_{II}$  belastet (siehe Abbildung 9) [5].

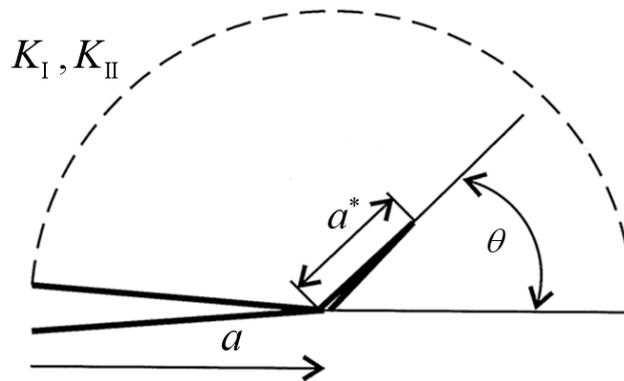


Abbildung 9: Belastung des „Zusatzrisses“  $a^*$ .

Die Energiefreisetzungsrates in Abhängigkeit vom Winkel  $\theta$  lautet:

$$G(\theta) = \frac{4}{E'} \left( \frac{\pi - \theta}{\pi} \right)^{\frac{\theta}{\pi}} \frac{1}{(3 + \cos^2 \theta)^2} \left[ (1 + 3 \cos^2 \theta) K_I^2 + \right. \\ \left. + (4 \sin 2\theta) K_I K_{II} + (9 - 5 \cos^2 \theta) K_{II}^2 \right] \quad (12)$$

Wird  $G(\theta)$  nach dem Winkel abgeleitet und die Ableitung gleich Null gesetzt, entsteht eine Gleichung für den Winkel  $\theta_c$  der maximalen Energiefreisetzungsrates. Diese Rechnung wird später mit dem Programmpaket Mathematica durchgeführt [5].

Munz und Fett [12] haben einen anderen Lösungsweg beschritten. Sie berechneten einen effektiven Spannungsintensitätsfaktor  $K_{\text{eff}}$ , jeweils für den Fall der koplanaren ( $\theta=0$ ) und der nicht-koplanaren ( $\theta \neq 0$ ) Energiefreisetzungsrates. Bei dem koplanaren Fall breitet sich der Riss in der Anfangsebene weiter aus. Die Formel für den effektiven Spannungsintensitätsfaktor lautet:

$$K_{\text{eff,copl}} = \sqrt{K_I^2 + K_{II}^2 + \frac{1}{1-\nu} K_{III}^2} \quad (13)$$

Bei dem nicht-koplanaren Fall breitet sich der Riss in die Ebene der maximalen Energiefreisetzungsrate aus und  $K_{\text{eff}}$  ist:

$$K_{\text{eff,n-copl}} = \sqrt[4]{K_{\text{I}}^4 + 6 K_{\text{I}}^2 K_{\text{II}}^2 + K_{\text{II}}^4} . \quad (14)$$

Zum Bruch kommt es, wenn  $K_{\text{eff}}$  den Wert von  $K_{\text{Ic}}$  erreicht.

### 2.3.3. Hypothese der maximalen Umfangsspannung

Die Hypothese der maximalen Umfangsspannung wurde von Erdogan und Sih [21] für Mixed-Mode beanspruchte Risse entwickelt. Diese basiert auf zwei Annahmen:

- Der Riss breitet sich in radialer Richtung senkrecht zur maximalen Umfangsspannung  $\sigma_{\theta\theta_{\text{max}}}$  aus.
- Rissausbreitung tritt erst dann auf, wenn die maximale Umfangsspannung  $\sigma_{\theta\theta_{\text{max}}}$  im Abstand  $r$  vor der Risspitze einen kritischen Spannungswert  $\sigma_c$  erreicht, der genau gleich ist, wie der Wert bei reiner Mode I-Belastung. Mode III Beanspruchungen werden nicht berücksichtigt.

Wenn die Umfangsspannung

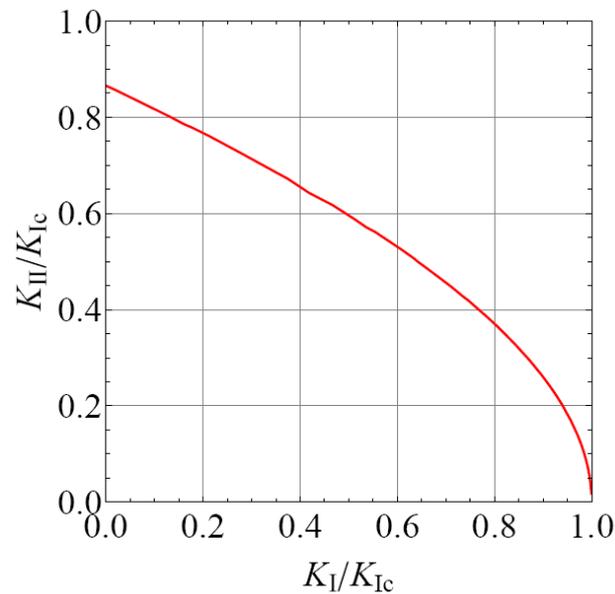
$$\sigma_{\theta\theta} = \frac{1}{4\sqrt{2\pi r_c}} \left[ K_{\text{I}} \left( 3 \cos \frac{\theta}{2} + \cos \frac{3\theta}{2} \right) - K_{\text{II}} \left( 3 \sin \frac{\theta}{2} + 3 \sin \frac{3\theta}{2} \right) \right] \quad (15)$$

nach dem Winkel  $\theta$  abgeleitet wird, entsteht durch Umformen eine Gleichung für den Rissablenkwinkel:

$$\theta_{c,\text{maxU}} = 2 \arctan \left[ \frac{1}{4} \frac{K_{\text{I}}}{K_{\text{II}}} \pm \frac{1}{4} \sqrt{\left( \frac{K_{\text{I}}}{K_{\text{II}}} \right)^2 + 8} \right] . \quad (16)$$

Der Rissablenkwinkel nach der Hypothese der maximalen Umfangsspannung hängt nur von den Spannungsintensitätsfaktoren  $K_{\text{I}}$  und  $K_{\text{II}}$  ab. Der Winkel  $\theta$  beträgt für eine reine Mode I-Belastung  $\theta=0^\circ$  und für reine Mode II-Belastung  $\theta=\pm 70,5^\circ$ . Für reine Mode II-

Belastung liegt der kritische Wert bei  $K_{II} = \sqrt{3}/2 K_{Ic}$  [5, 10]. Die Versagenskurve entsprechend dieser Hypothese ist in Abbildung 10 dargestellt.



**Abbildung 10:** Versagenskurve bei gemischter Beanspruchung nach dem Kriterium der maximalen Umfangsspannung.

Bei dieser Methode wurde nach Erdogan und Sih [21] eine Formel für  $K_{\text{eff}}$  aufgestellt:

$$K_{\text{eff,maxU}} = \cos^2 \frac{\theta_c}{2} \left( K_I \cos \frac{\theta_c}{2} - 3 K_{II} \sin \frac{\theta_c}{2} \right). \quad (17)$$

Es kommt zum Versagen des Bauteiles, wenn  $K_{\text{eff}}$  einen kritischen Wert  $K_{Ic}$  erreicht. Die genaue Herleitung der Gleichungen (16) und (17) findet man im Anhang B. Bei allen anderen Hypothesen wird auf die Herleitung verzichtet.

### 2.3.4. Hypothese des $J$ -Integrals

Eine weitere Hypothese lässt sich mithilfe der  $J$ -Integralvektoren an der Risspitze bestimmen. Diese können sowohl in der linear-elastischen, als auch in der elasto-plastischen Bruchmechanik angewendet werden. Da bei keramischen Werkstoffen die plastische Verformung de facto vernachlässigbar ist, sind hier beide Formulierungen

identisch. In der LEBM ergeben sich folgende Formeln für die zwei in Abbildung 11 dargestellten  $J$ -Vektorkomponenten:

$$J_1 = \frac{K_I^2 + K_{II}^2}{E'} \quad , \quad (18)$$

$$J_2 = \frac{-2K_I K_{II}}{E'} \quad , \quad (19)$$

wobei für den ebenen Spannungszustand (ESZ)  $E' = E$  und für den ebenen Dehnungszustand (EDZ)  $E' = E / (1 - \nu^2)$  eingesetzt wird [5].

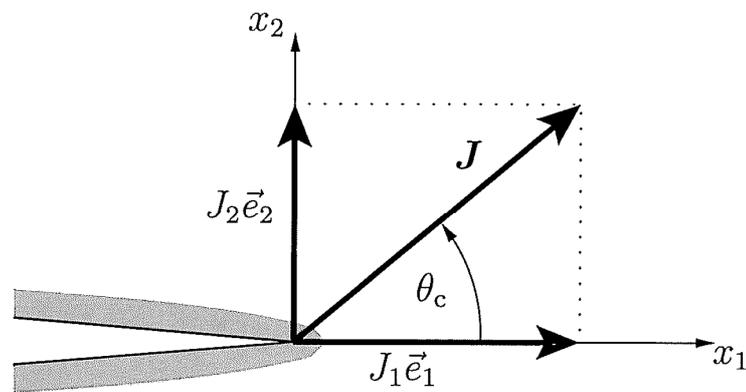


Abbildung 11 :  $J$ -Integralvektor an der Risspitze, aus [5].

Es werden zwei Annahmen getroffen [5]:

- Der Riss breitet sich in Richtung des  $J$ -Vektors aus. Der Rissablenkungswinkel ergibt sich aus:

$$\theta_{c,J} = \arctan\left(\frac{J_2}{J_1}\right) \quad . \quad (20)$$

- Der Riss wird initiiert, wenn der Betrag von  $J$  einen kritischen  $J$ -Wert  $J_{lc}$  erreicht:

$$|J| = \sqrt{J_1 + J_2} = J_{lc} \triangleq K_{lc}^2 / E' \quad . \quad (21)$$

Aus Abbildung 12 geht hervor, dass der Verlauf der Rissablenkung aufgrund der  $J$ -Integral-Hypothese bis zu einem Verhältnis von  $K_{II}/K_I=1$  näherungsweise den Verläufen der anderen Hypothesen folgt, d.h. bis zu diesem Verhältnis gibt es nur geringe Unterschiede zwischen den Vorhersagen der verschiedenen Hypothesen für die Rissablenkung. Bei größeren Scherbelastungen ( $K_{II}/K_I > 1$ ) nimmt der Ablenkwinkel zufolge der  $J$ -Integral Hypothese wieder ab und bei den anderen Hypothesen - mit Ausnahme der Hypothese der koplanaren Energiefreisetzungsrates, bei der der Rissablenkwinkel immer null ist - jedoch zu. Dies öffnet Möglichkeiten für die experimentelle Überprüfung der Hypothesen [5, 10].

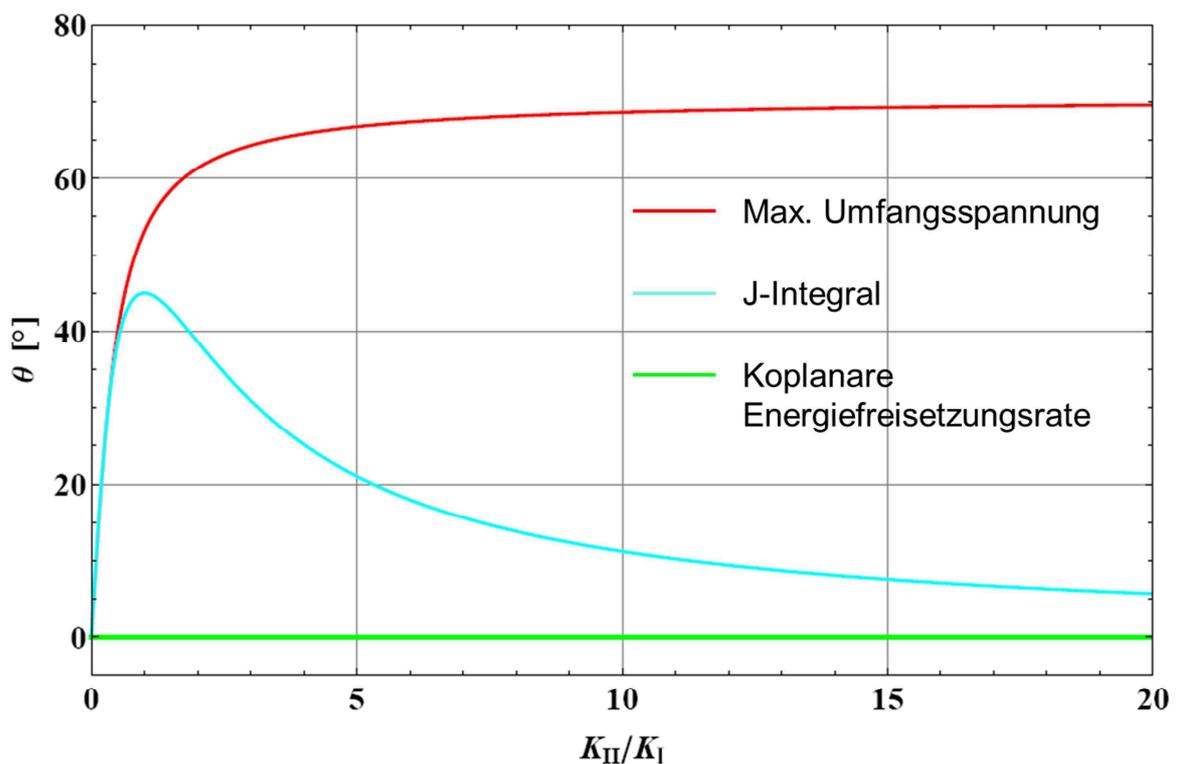


Abbildung 12 : Der Verlauf des Rissablenkungswinkels in Abhängigkeit vom  $K_{II}/K_I$ -Verhältnis.

Der effektive Spannungsintensitätsfaktor  $K_{\text{eff}}$  kann auch für die  $J$ -Integral-Hypothese bestimmt werden. Mithilfe der Gleichungen (18), (19) und (20) bekommt man:

$$K_{\text{eff},J} = K_I \sqrt[4]{\left(1 + \left(\frac{K_{II}}{K_I}\right)^2\right)^2 + 4\left(\frac{K_{II}}{K_I}\right)^2} \quad . \quad (22)$$

### 2.3.5. Hypothese der Formänderungsenergiedichte

Bei der Hypothese der Formänderungsenergiedichte, die G.C. Sih [22] entwickelte, wird angenommen, dass der Riss in diejenige Richtung  $\theta$  abgelenkt wird, in der die Formänderungsenergiedichte ein Minimum hat. Weiters setzt das Risswachstum ein, wenn

$$K_{\text{eff, min S}} = \sqrt{\frac{1}{2(\kappa-1)}(a_{11} K_I^2 + 2a_{12} K_I K_{II} + a_{22} K_{II}^2)} \quad (23)$$

den kritischen Wert  $K_{Ic}$  erreicht.

Mit

$$a_{11} = (1 + \cos \theta_c)(\kappa - \cos \theta_c) \quad (24)$$

$$a_{12} = \sin \theta_c (2 \cos \theta_c - \kappa + 1) \quad (25)$$

$$a_{22} = (\kappa + 1)(1 - \cos \theta_c) + (1 + \cos \theta_c)(3 \cos \theta_c - 1) \quad (26)$$

und

$$\kappa = (3 - 4\nu) \quad \text{EDZ} \quad (27)$$

$$\kappa = \frac{3 - \nu}{1 + \nu} \quad \text{ESZ} \quad (28)$$

kann man  $K_{\text{eff}}$  berechnen.

Wählt man für  $\nu$  den Wert von 0,27, wie es für unser Testmaterial der Fall ist, dann liefert uns dieses Kriterium – bei reiner Mode II-Belastung – Werte für den Ablenkungswinkel  $\theta_c$  von  $81,18^\circ$  und für die kritische Belastung  $K_{II}$  von  $0,997 K_{Ic}$ .

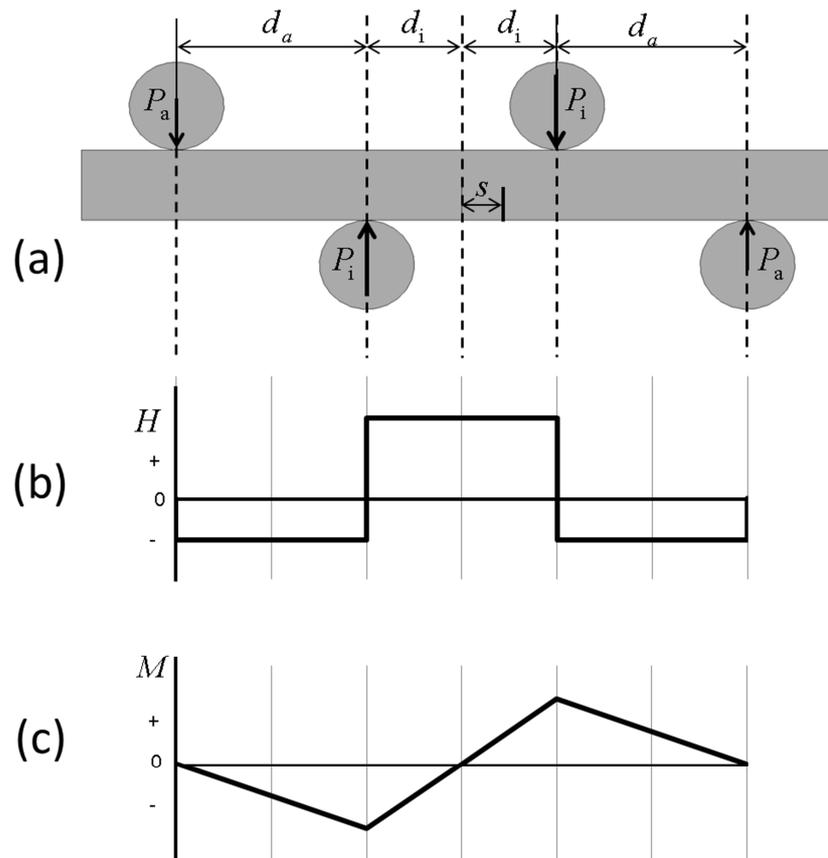
Gemäß dieser Hypothese wird angenommen, dass in der Rissausbreitungsrichtung  $\theta_c$  der Anteil der Volumenänderungsarbeit  $U_V$  (elastische Verformung) gegenüber dem Anteil der Gestaltänderungsarbeit  $U_G$  (plastische Verformung) dominiert, wodurch sprödes Versagen bevorzugt wird [5].

## 2.4. Asymmetrischer 4-Punkt-Biegeversuch

### 2.4.1. Allgemeines

Der asymmetrische 4-Punkt-Biegeversuch (asym. 4PB-Versuch) wird hauptsächlich zur Bestimmung der Bruchzähigkeit bei reiner Mode II-Belastung  $K_{IIc}$  verwendet [12]. Es kann aber auch in einem weiten Bereich – sehr definiert – ein beliebiges  $K_{II}/K_I$ -Verhältnis eingestellt werden. Dies zeichnet den asymmetrischen 4-Punkt-Biegeversuch gegenüber anderen Mixed-Mode-Setups für Keramiken aus. Die Rissinitiierung erfolgt meist nach Tikare [1], Li [3] und nach Munz und Fett [2, 12] mit einem „edge through crack“ (SEPB [23], SEVNB [15]). Andere mögliche Rissformen (z.B. ein semi-elliptischer Oberflächenriss) werden in der Literatur nicht beschrieben.

Beim asymmetrischen 4-Punkt-Biegeversuch ist die Lastverteilung auf die Rollen nicht mehr symmetrisch, wie es in Abbildung 13 (a) gezeigt wird. In Abbildung 13 (b) wird der Scherkraftverlauf dargestellt. Die Scherkraft  $H$  ist zwischen den beiden inneren Rollen konstant. In Abbildung 13 (c) ist der Momentenverlauf zu sehen, welcher genau auf der Hauptbelastungsebene den Wert null annimmt (strichlierte Linie in der Mitte des Biegebalkens, Abstand  $s=0$ ). In diesem Punkt treten in Folge keine Normalspannungen auf und es gibt keine Mode I-Belastung. Somit liegt nach der Balkentheorie in der Mittelebene der Probe eine reine Mode II-Belastung vor.

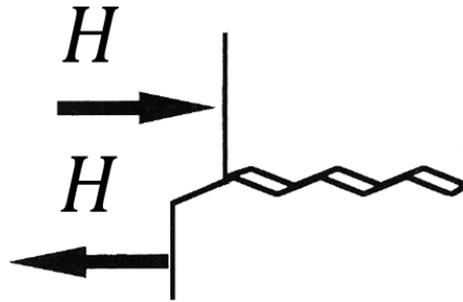


**Abbildung 13:** In (a) ist die Kräfteaufteilung, in (b) der Scherkraftverlauf und in (c) der Momentenverlauf eines asymmetrischen 4-Punkt-Biegeversuchs zu sehen.

### 2.4.2. Mögliche Fehlerquellen

Es gibt weitere Einflussfaktoren, die für das Ermitteln des reinen  $K_{IIc}$ -Wertes besonders zu beachten sind. Der Riss muss sehr genau in der Mitte ( $s=0$ ) des Auflagers (in der Hauptbelastungsebene) positioniert sein, da ansonsten Mode I-Belastungen auftreten. Ein weiteres Problem haben Li und Sakai [3] genau beschrieben, nämlich jeder natürliche Riss (zum Unterschied von einem Modellriss) weist eine bestimmte Oberflächenrauheit auf und verursacht dadurch zumindest eine geringfügige Verzahnung der Rissflanken (bei Gläsern ist dieser Effekt möglicherweise kleiner als bei polykristallinen Werkstoffen).

Bei einer reinen Scherbelastung des Risses reiben diese Rissflanken aneinander und keilen sich auf, wie es schematisch in Abbildung 14 gezeigt wird. Dabei treten zusätzliche Mode I-Belastungen auf. Somit lässt sich nur bei ideal glatten Bruchflächen eine reine Mode II-Belastung, welche auf die Risspitze effektiv wirkt, einstellen. Für alle anderen Materialien wird immer eine in-situ Mode I-Belastung durch Anlegen einer äußeren Mode II-Belastung erzeugt.



**Abbildung 14:** Unter Scherkraft belasteter Riss mit rauen Rissflanken. Es kommt durch die Rauigkeit zu einem Aufkeilen der Rissflanken, also zu einer Mode I-Lastung.

Einen weiteren Diskussionspunkt stellt die tatsächliche Lastverteilung durch die oberen Rollen dar. Es muss darauf geachtet werden, dass alle Rollen vollständig auf der Probenoberfläche aufliegen. Ansonsten wird die Hauptlast nicht mit dem richtigen Verhältnis aufgeteilt und der Momentenverlauf verändert sich. Das heißt, dass sich der Nulldurchgang verschieben kann und keine reine Mode II-Lastung in der Mitte vorliegt.

## 3. Experimenteller Teil

In diesem Kapitel werden der Versuchsaufbau und die Einbringung des Startrisses genau beschrieben. Des Weiteren wird auch auf die Durchführung und die Risspositionierung eingegangen.

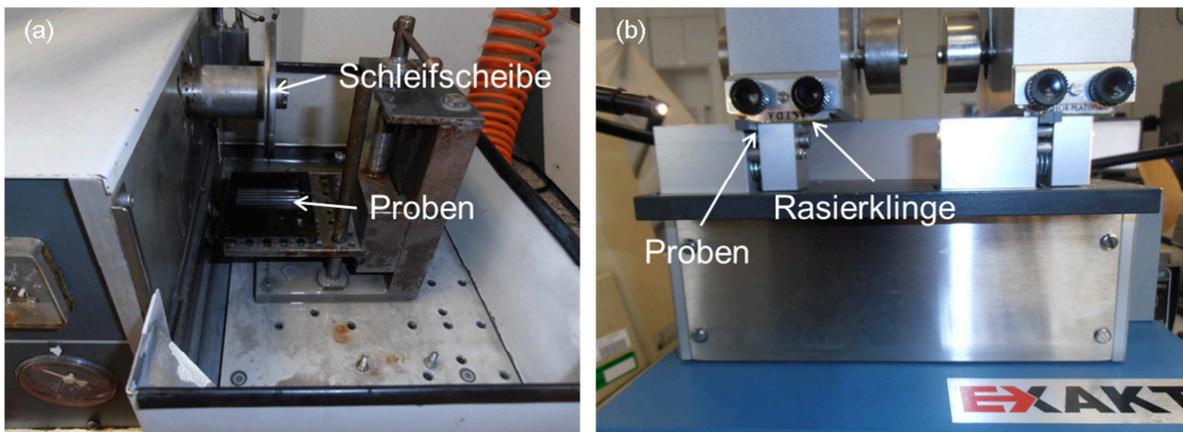
### 3.1. Konzept

Durch geeignetes Anordnen der Rollen und Gestalten des Prüfstandes soll ein Beanspruchungsbereich erzeugt werden, in dem nur reine Scherspannungen herrschen, ohne dass es zur Ausbildung von Normalspannungen kommt. Deswegen wird der asymmetrische 4-Punkt-Biegeversuch gewählt, um die Bruchzähigkeit in reiner Mode II-Belastung in den zur Verfügung stehenden Keramikproben zu bestimmen. Mittels der SEVNB- und der SCF-Methode wird der notwendige Startriss in den Biegeproben erzeugt. Danach werden die Risse mittels einer optischen Messeinrichtung genau in diesem Bereich positioniert und die Biegeproben gebrochen. Die Rissparameter (Risstiefe, Rissbreite, usw.) werden nachträglich auf den Bruchflächen mithilfe eines Mikroskops ermittelt.

### 3.2. Probenpräparation

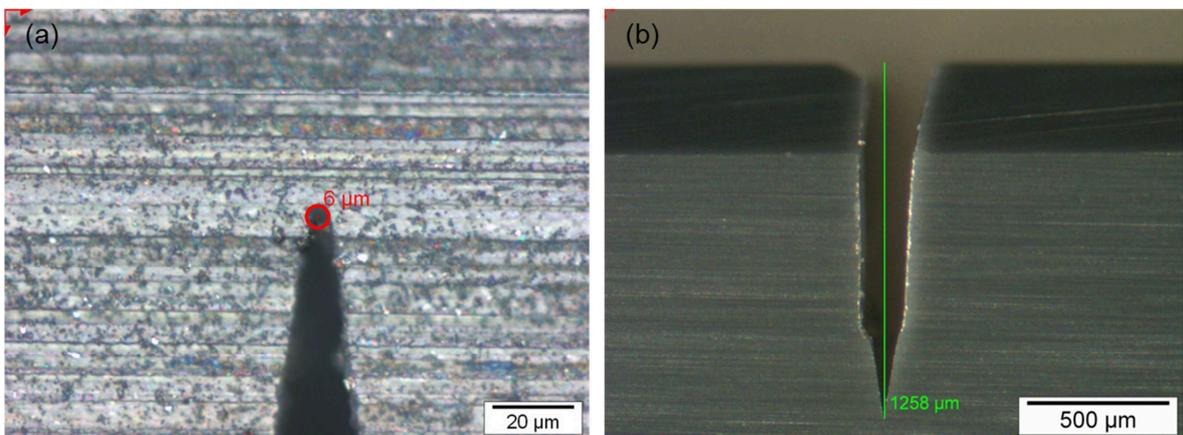
#### 3.2.1. Single Edge V-notch Beam

Bei der SEVNB-Methode werden mithilfe der „STRUERS ACCUTUM 2“ dünne Kerben in die Biegebalken geschnitten. Dabei werden sechs Proben mit Wachs auf eine Platte geklebt, sodass alle mittig ausgerichtet sind. Diese „Probenplatte“ wird mit Schrauben auf dem Maschinentisch befestigt und jede Probe mit einer Schleifscheibe vorgekerbt (siehe Abbildung 15 (a)). Danach werden die Proben von der Platte entfernt und mit Aceton gereinigt. Nach dem Reinigen wird mithilfe von Rasierklingen (Marke: Astra) und verschiedenen feiner Diamantpasten ein scharfer Kerbradius erzeugt (siehe Abbildung 15 (b)). Die Rasierklinge wird mit einem Gewicht von 400 g belastet. Es wird 5 min mit einer 6  $\mu\text{m}$ , 10 min mit einer 1  $\mu\text{m}$  und am Schluss zweimal 15 bis 20 min mit der 0,1  $\mu\text{m}$ -Paste gekerbt.



**Abbildung 15:** (a) Die Proben werden mit der „STRUERS ACCUTUM 2“ vorgekerbt und danach wird mit einer (b) Rasierklinge und Diamantpaste ein tieferer scharfer Kerb erzeugt.

Danach wird mit einem Lichtmikroskop der Kerbradius ausgemessen (siehe Abbildung 16 (a)). Dieser sollte erfahrungsgemäß einen Wert kleiner als  $20\ \mu\text{m}$  haben. Wenn dies nicht der Fall ist, ist die Kerbe nicht scharf genug und die Vorgänge werden mit der entsprechenden Paste nochmals durchgeführt. Nach Erreichen einer scharfen Kerbe wird zur Kontrolle die Kerbtiefe bestimmt (siehe Abbildung 16 (b)), diese wird mit dem Stereomikroskop vermessen.

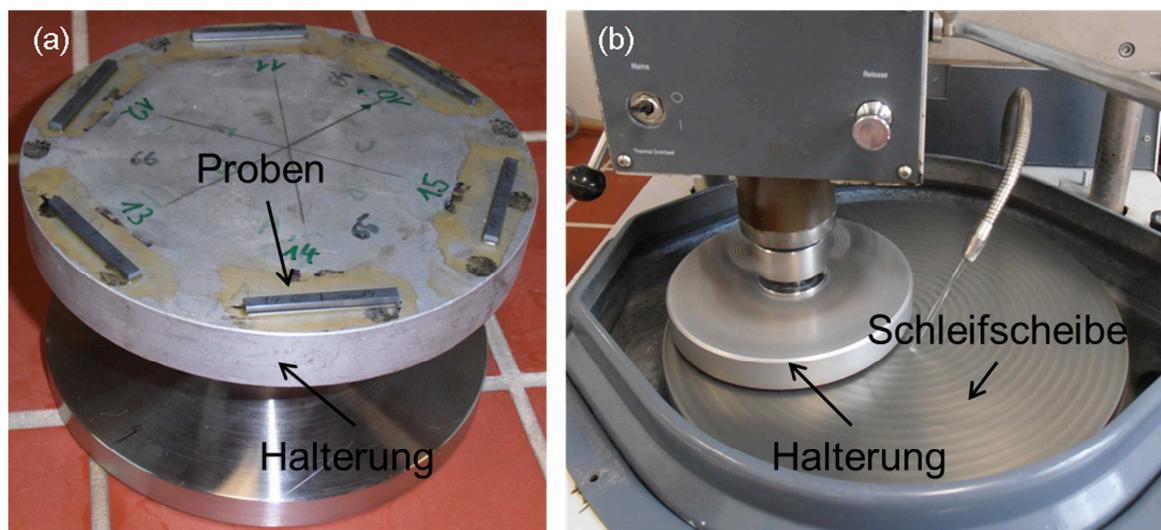


**Abbildung 16:** (a) Der Kerbradius wird mithilfe eines Lichtmikroskops und (b) die Kerbtiefe mithilfe eines Stereomikroskops vermessen.

### 3.2.2. Surface Crack in Flexure

Bei der SCF-Methode wird mit Wachs eine gewünschte Anzahl von Proben auf eine Schleifhalterung geklebt (siehe Abbildung 17 (a)). Alle Proben werden mithilfe der Schleifmaschine („STRUERS PEDEMAX 2“) auf eine einheitliche Höhe geschliffen. Erst

dann kann mit dem Einbringen eines Härteeindrucks begonnen werden. Mit einem Knoop-Diamanten (rhombische Form) und Lasten von 7, 15, 20 und 30 kg werden Eindrücke, wie in Abbildung 18 (a), eingebracht. Nach diesem Schritt folgt das Bestreichen der Oberfläche mit einer Risseindringfarbe (fluoreszierenden Farbe), um die Risslänge unter UV-Licht betrachten und ausmessen zu können (siehe Abbildung 18 (b)). Danach wird mithilfe der Schleifmaschine („STRUERS PEDEMAX 2“) die plastische Zone, die aufgrund des Härteeindrucks entstanden ist, entfernt. Die Abtragtiefe muss so gewählt werden, dass die gesamte plastische Zone entfernt wird und keine rissöffnenden Eigenspannungen mehr im Material vorhanden sind.

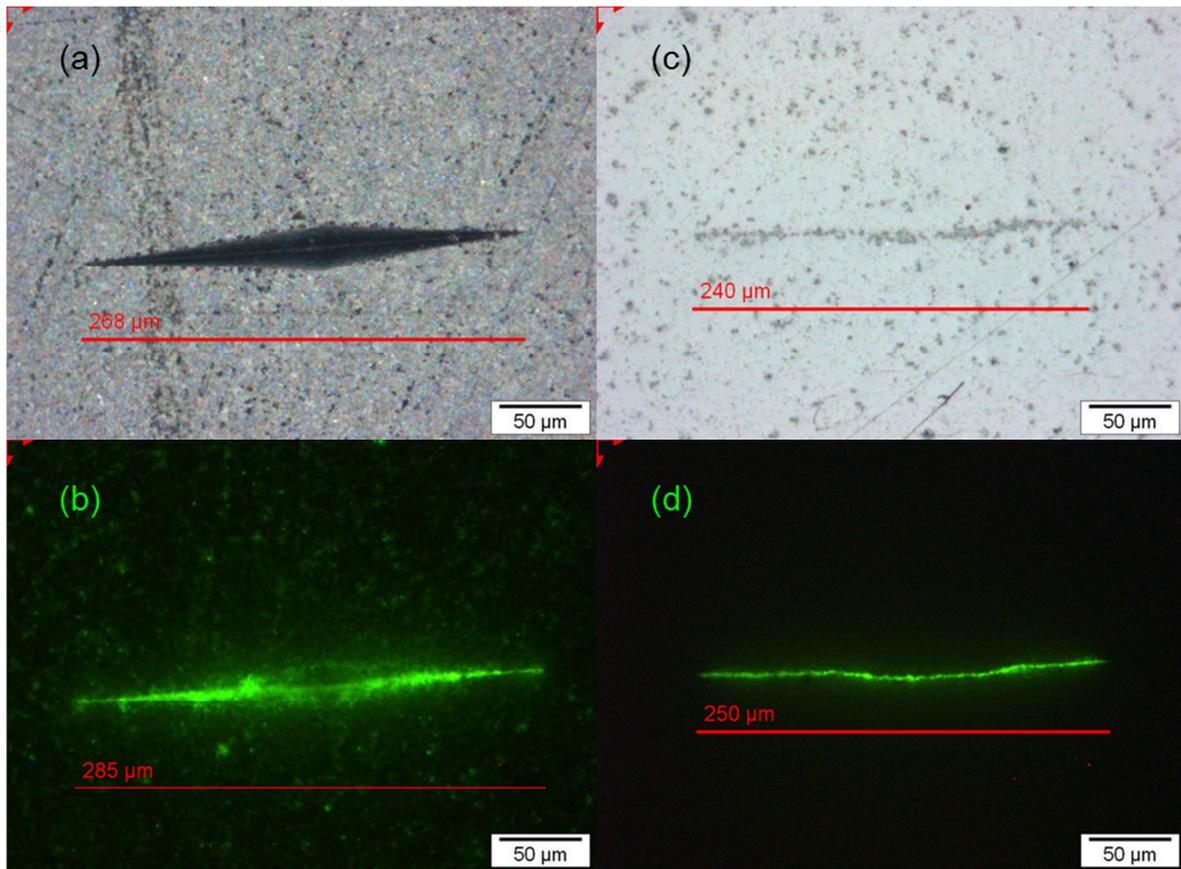


**Abbildung 17:** (a) Schleifhalterung mit Proben, (b) Schleifmaschine „STRUERS PEDEMAX 2“.

Um die plastische Zone vollständig zu entfernen, wird  $1/6$  der Diagonalen des Härteeindrucks abgeschliffen (siehe Abschnitt 2.2.3.). Aber in diesem besonderen Fall, soll die Rissverlängerung im Punkt A des semi-elliptischen Risses starten (siehe Abbildung 7). Um dies zu erreichen muss der Riss sehr flach werden, d.h.: umso flacher der Riss, umso größer die Wahrscheinlichkeit, dass der Riss an der tiefsten Stelle weiterwächst. In Arbeiten aus dem ISFK [20] wurde festgestellt, dass mindestens  $1/4$  der Diagonalen des Härteeindrucks abgeschliffen werden muss, um den Riss vom Punkt A starten zu lassen.

Die aufgeklebten Proben werden mithilfe der Schleifhalterung in die Maschine eingespannt und mit einer Kraft auf die sich drehende  $65\ \mu\text{m}$  raue Schleifscheibe gedrückt. Nach einer bestimmten Zeit (abhängig von Maschine, Druckkraft und Zustand der Schleifscheibe) muss die Abtragtiefe vermessen werden, um nicht zu viel abzuschleifen. Dies könnte zur Folge haben, dass der Riss komplett verschwindet. Die

letzten  $\mu\text{m}$ , vor Erreichen der gewollten Abtragtiefe, werden mit einer  $9\ \mu\text{m}$  Schleifscheibe abgetragen, um eine schönere Oberfläche zum Ausmessen des Oberflächenrisses zu erzeugen. Nach Erreichen der Abtragtiefe wird erneut die Risslänge mit dem Lichtmikroskop vermessen (siehe Abbildung 18 (c), (d)).



**Abbildung 18:** Knoop-Härteeindruck vor dem Abschleifen: (a) ohne, (b) mit UV-Licht. Knoop-Härteeindruck nach dem Abschleifen: (c) ohne, (d) mit UV-Licht.

### 3.3. Versuchsaufbau

#### 3.3.1. Allgemeines

Um möglichst genaue  $K_{IIC}$ -Werte zu erhalten, wird der Versuchsaufbau so gestaltet, dass von Anfang an möglichst viele Einflussfaktoren ausgeschlossen werden können. Eine kritische Stelle ist jedenfalls der Kippunkt. Dieser sollte so nah wie möglich an der Biegeprobe liegen, damit möglichst geringe Reibungskräfte und Momente auf die Probe wirken. Dieses Problem wird mit einem oberen Auflager, welches in einer seitlichen Führung positioniert wird, minimiert (siehe Abbildung 19). Diese Führungsschiene muss

mit dem Führungszylinder (des oberen Auflagers) exakt übereinstimmen, damit das Auflager beim Versuch nicht verdreht werden kann und das Messergebnis verfälscht.

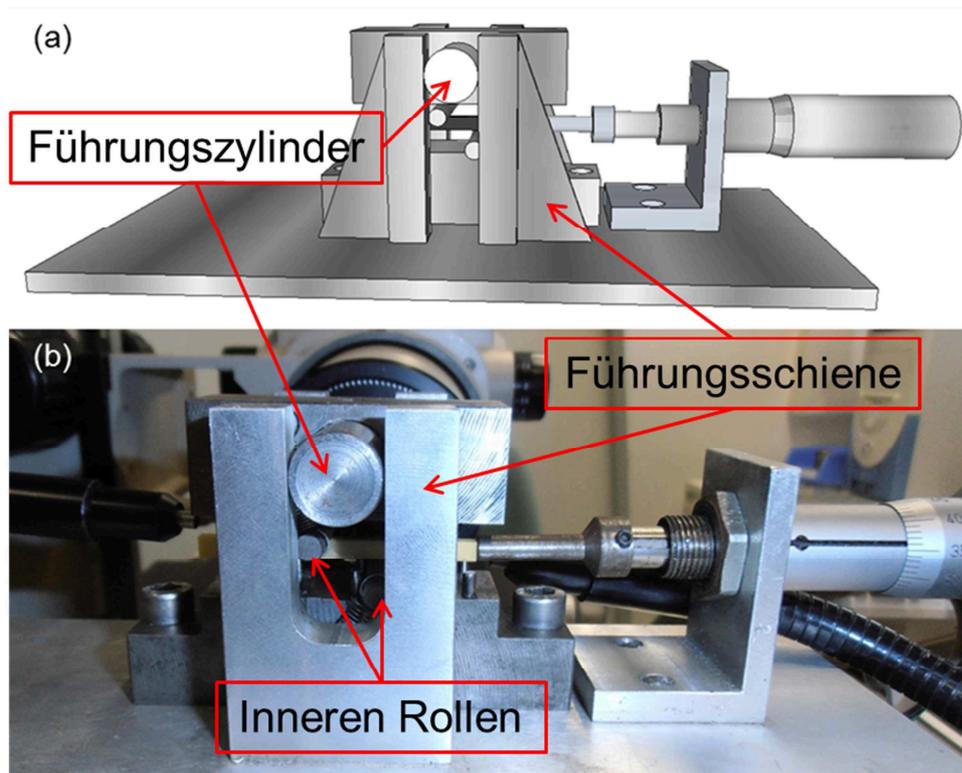
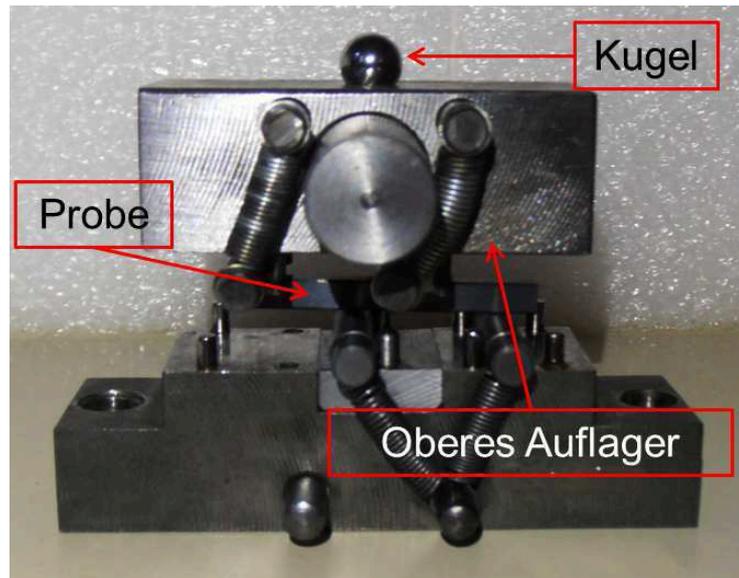


Abbildung 19: (a) konstruiertes Auflager, (b) gefertigtes Auflager.

Um die Kraftübertragung von der Universalprüfmaschine von der Firma „Zwick“ auf das obere Auflager so reibungsfrei und mittig wie möglich zu gestalten, wird eine Kugel verwendet. Diese Kugel wird, wie in Abbildung 20 und Abbildung 22 zu sehen, in eine kalottenförmige Einkerbung in der Mitte des oberen Auflagers gelegt. Mit dieser Art von Kräfteübertragung wird gewährleistet, dass es zu keiner außermittigen Belastung des oberen Auflagers kommt. Durch mittiges Belasten des oberen Auflagers und ordnungsgemäßes Einlegen der Probe werden die Reibungskräfte stark minimiert und die wirkende Kraft auf die Rollen, wie gewollt, verteilt.



**Abbildung 20:** Das obere und untere Auflager mit der eingelegten Kugel, in der dafür vorgesehenen Einkerbung.

Die Rollen der Auflager sind so angeordnet, dass genau in der Mitte kein Moment vorherrscht und somit keine Mode I-Belastung (Normalspannungen) entsteht. Durch diese Anordnung wirken die Kräfte, wie in der Abbildung 21 dargestellt, asymmetrisch auf die Probe. Aufgrund der Variation der Rollenabstände wird der Momenten- und Spannungsverlauf stark beeinflusst. Je kleiner der Abstand  $d_i$  ist, umso größer ist die maximale Scherspannung. Dadurch steigt aber bei einer minimalen Abweichung von der Hauptbelastungsebene ( $s=0$ ) die Normalspannung sehr stark an. Die Rollenabstände werden so gewählt, dass große Scherspannungen entstehen und der Spielraum für die Risspositionierung nicht zu klein wird. Für die Versuche mit positiver Mode I-Belastung werden die Werte  $d_a=10$  mm und  $d_i=5$  mm verwendet, wobei  $d_a$  der Abstand von der äußeren zur inneren Rolle ist und  $d_i$  der halbe Abstand der beiden inneren Rollen. Damit kommt man auf eine bestmögliche Minimierung (Vermeidung) der beiden Probleme (Diskussionspunkt in Kapitel 5). Bei den Versuchen mit negativer Mode I-Belastung werden die Abstände  $d_i=3$  mm und  $d_a=12$  mm verwendet, um größere Scherspannungen zu erzeugen.

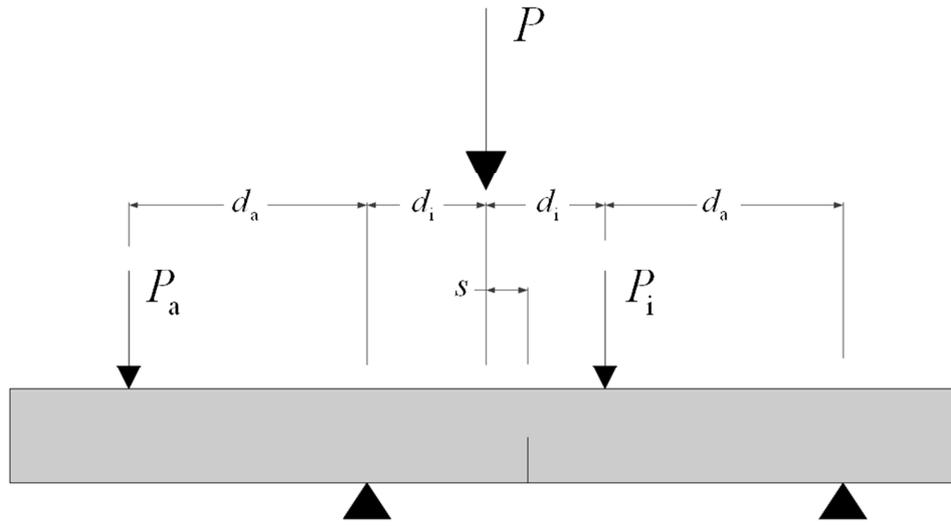


Abbildung 21: Kräfteaufteilung des asymmetrischen 4-Punkt-Biegeversuches.

Die genauen Formeln für die Berechnung der einzelnen Kräfte, Momente und Spannungen des asymmetrischen 4-Punkt-Biegeversuches sind in Tabelle 1 aufgelistet.

Tabelle 1: Formeln für den asymmetrischen 4-Punkt-Biegeversuch und die daraus resultierenden Ergebnisse.

	Formel	Ergebnisse
$d_a$		10 mm
$d_i$		5 mm
$P_a$	$\frac{d_i}{(d_a + 2d_i)} P$	$\frac{1}{4} P$ [N]
$P_i$	$\frac{(d_i + d_a)}{(d_a + 2d_i)} P$	$\frac{3}{4} P$ [N]
$M_{\max}$	$\frac{d_i d_a}{(d_a + 2d_i)} P$	$\frac{5}{2} P$ [Nm]
$M(s)$	$M_{\max} \frac{s}{d_i} = \frac{d_a s}{(d_a + 2d_i)} P$	$\frac{1}{2} P s$ [Nm]
$H_{\max} = H$	$P_i - P_a = P \left( \frac{(d_i + d_a)}{(d_a + 2d_i)} - \frac{d_i}{(d_a + 2d_i)} \right) = \frac{d_a}{(d_a + 2d_i)} P$	$\frac{1}{2} P$ [N]
$W_B$	$\frac{2bt^2}{6}$	$\frac{2bt^2}{6}$ [m <sup>3</sup> ]
$\sigma(s)$	$\frac{M(s)}{W_B} = \frac{6Ps d_a}{(d_a + 2d_i) 2bt^2}$	$\frac{3Ps}{2bt^2}$ [Pa]
$\tau$	$\frac{H}{A} = \frac{d_a P}{(d_a + 2d_i) 2bt}$	$\frac{P}{4bt}$ [Pa]

### 3.3.2. Optische Positionierung der Risse und Kerben

Zur Risspositionierung wird ein Mikroskop der Firma „Olympus“ verwendet, welches in Abbildung 22 zu sehen ist. Mit einem Zusatzaufbau wird das Mikroskop auf der Universalprüfmaschine montiert und mithilfe einer Messanzeige „SCD“ (Sensor Control Display) positioniert. Um den Punkt  $s=0$  möglichst genau definieren zu können, müssen die Mittelpunkte der beiden inneren Rollen seitlich erkennbar sein (siehe Abbildung 19). Die Hauptbelastungsebene liegt genau in der Mitte der beiden Rollen (der halbe Abstand der beiden inneren Rollen). Zuerst wird der Mittelpunkt der rechten Rolle mit dem Fadenkreuz auf dem Mikroskop bestimmt und die Koordinaten festgehalten. Dasselbe geschieht mit der linken Rolle. Mit diesen beiden Koordinaten kann nun die Hauptbelastungsebene  $s=0$  berechnet werden.

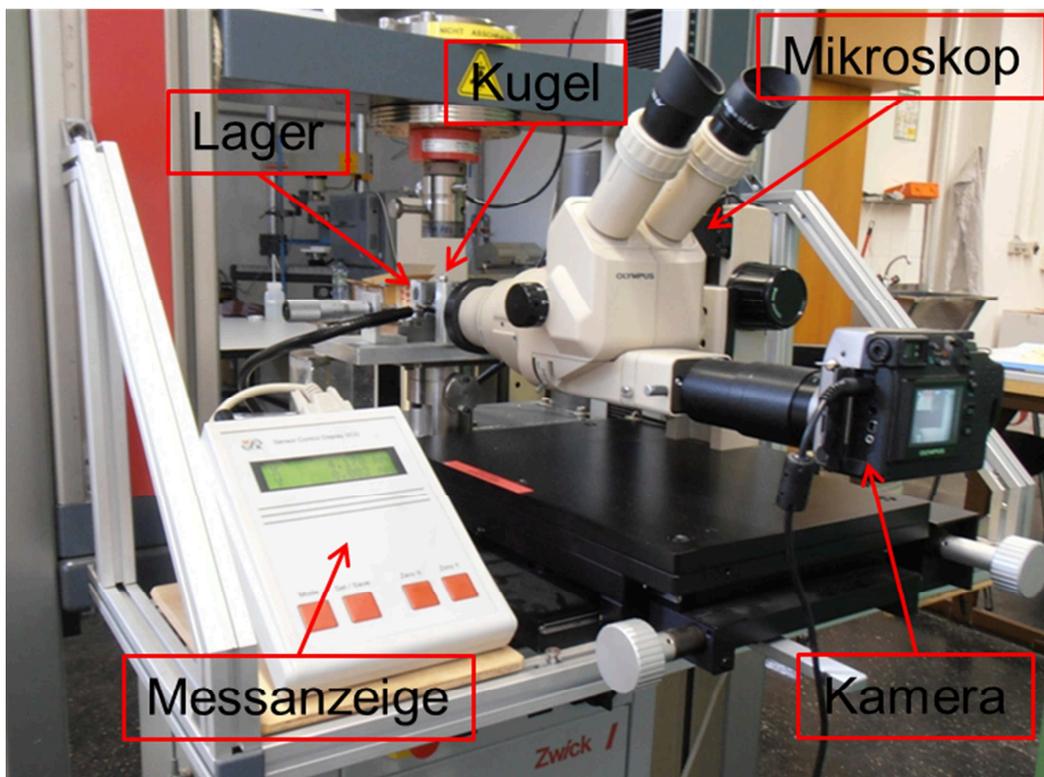
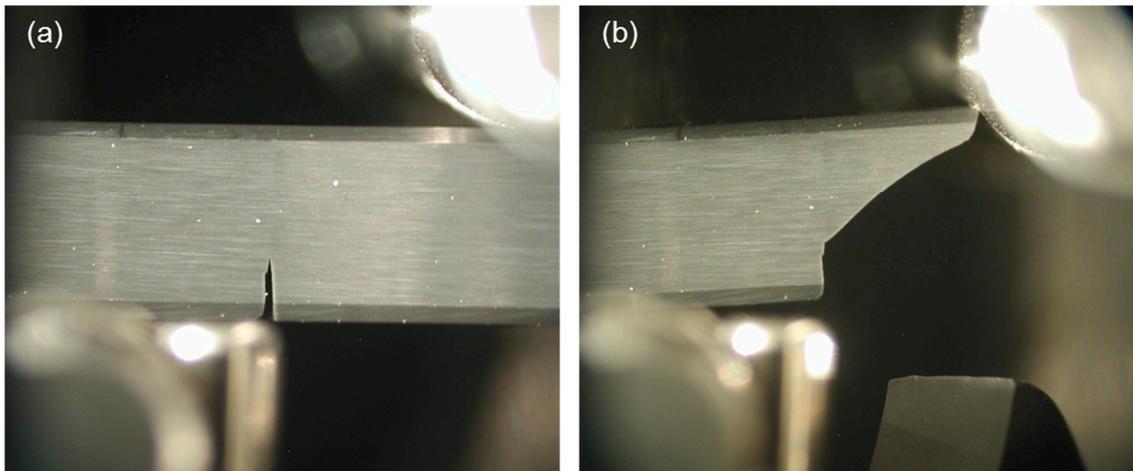


Abbildung 22: Der gesamte Versuchsaufbau an der „Zwick“.

Die  $y$ -Achse wird solange verstellt, bis der gewünschte Wert für  $s$  erreicht ist. Danach wird die Probe zwischen den Auflagern auf der Achse der Mikrometerschraube positioniert. Mithilfe dieser Mikrometerschraube wird die Probe solange verschoben, bis die Risspitze im Fadenkreuz des Mikroskops erscheint. Abbildung 23 (a) zeigt die Kerbe im Messmikroskop.



**Abbildung 23:** SEVNB-Probe im asymmetrischen 4-Punkt-Biegeversuch: (a) vor und (b) nach dem Bruch.

Die Anzeige des SCD ist im  $\mu\text{m}$ -Bereich möglich und kann bis auf  $1\ \mu\text{m}$  genau eingestellt werden. Somit kann der Riss auch außermittig positioniert und gut definierte  $K_{II}/K_I$ -Verhältnisse eingestellt werden.

### 3.4. Durchführung

In diesem Abschnitt wird erklärt, wie die Versuche durchgeführt wurden und welches Ziel mit diesen erreicht werden sollte.

#### 3.4.1. Symmetrischer 4-Punkt-Biegeversuch

Eine reine Mode I-Prüfung kann mithilfe eines normalen 4-Punkt-Biegeversuches durchgeführt werden. Diese Prüfung wird verwendet, um eine  $R$ -Kurve für das  $\text{Si}_3\text{N}_4$  erstellen zu können und um damit  $K_{Ic}$  zu erhalten. Zu diesem Zweck werden drei SEVNB Proben und jeweils drei SCF-Proben mit 7, 15, 20 und 30 kg Belastung gebrochen. Bei dem 4-PB-Versuch werden die Proben, mit dem Riss nach unten, mittig in das Auflager eingelegt und mit der Zwick so lange beansprucht, bis sie brechen. Die benötigte Kraft wird notiert und das Kraft-Weg-Diagramm (siehe Abbildung 24) kontrolliert. Die Kennlinie darf keine starken Unregelmäßigkeiten aufweisen. Die Zeit bis zum Bruch sollte erfahrungsgemäß zwischen 5 und 15 Sekunden liegen. Ist die Bruchzeit höher, kann langsames Risswachstum auftreten.

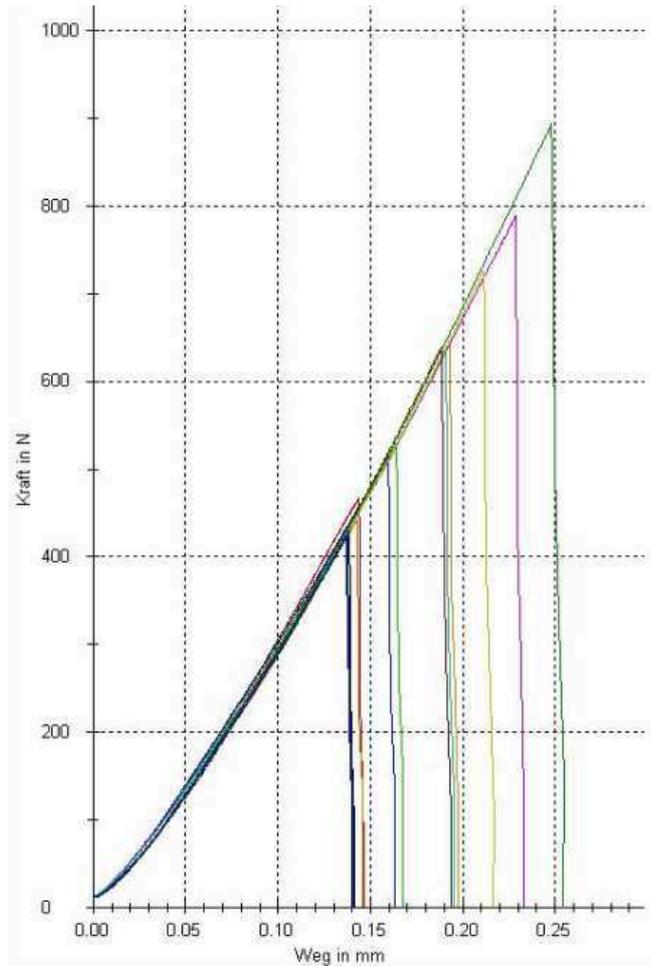


Abbildung 24: Kraft-Weg-Diagramm für die unter reinen Mode I gebrochenen Proben.

### 3.4.2. Asymmetrischer 4-Punkt-Biegeversuch

Dieser spezielle Versuchsaufbau wird unter anderem dazu verwendet, um eine Risswiderstandskurve für reinen Mode II sowie eine Versagenskurve zu erhalten.

Die  $R$ -Kurve soll mit der gleichen Anzahl an SCF-Proben erstellt werden, wie es bei reiner Mode I-Belastung der Fall ist. Der Unterschied besteht darin, dass die Risspositionierung ( $s=0$ ) der Proben sehr exakt erfolgen muss. Die SEVNB-Proben können nur von der Seite betrachtet werden (siehe Abbildung 23) und so wie in Abschnitt 3.3.2. erklärt, positioniert werden. Bei den SCF-Proben stellt sich die Positionierung als besonders schwierig heraus, da man den Riss nur von oben sehen kann. Diese komplizierte Vorgehensweise für die SCF-Proben wird in Anhang C genauer beschrieben. Nachdem der Riss an der optisch optimalen Position liegt, wird die Probe bis zum Bruch belastet und die Kraft und Zeit (wie bei reiner Mode I-Prüfung) notiert.

Zur Ermittlung der Versagenskurve (siehe Abbildung 10) werden SEVNB-Proben verwendet. Die Kerben werden so positioniert, dass bestimmte  $K_{II}/K_I$ -Verhältnisse erzeugt werden. Der nötige Abstand von der Hauptbelastungsebene, um das gewünschte Verhältnis zu erreichen, wird vorher berechnet und die Probe mit der Mikrometerschraube in Position gebracht. Danach werden die Proben gebrochen und die Bruchkraft notiert. Mit den gekerbten Proben ist es einfacher, verschiedene  $K_{II}/K_I$ -Verhältnisse zu erzeugen, da sie leichter zu positionieren und zu brechen sind. Mithilfe der genauen  $K_I$ -,  $K_{II}$ -Werte und dem  $K_{Ic}$ -Wert aus der zuvor durchgeführten Mode I-Prüfung lässt sich feststellen, welche Versagenskurve der verschiedenen Hypothesen am besten geeignet ist.

## 3.5. Materialcharakterisierung

### 3.5.1. Chemische Zusammensetzung

Um die chemische Zusammensetzung der Proben zu erhalten, wurde am „Department Allgemeine, Analytische und Physikalische Chemie“ eine RFA (Röntgenfluoreszenzanalyse) durchgeführt. Diese ist eine häufig verwendete Methode, weil die Proben dabei nicht zerstört und keine Aufschlüsse benötigt werden (wie z.B. bei der Überführung schwer löslicher Stoffe, unter Zuhilfenahme von Aufschlussmittel in eine säure- oder wasserlösliche Verbindung). Ein weiterer Vorteil ist, dass auch Bindungstypen erkannt werden können. Diese Analyse kann aber keine Elemente erkennen, die leichter als Bor sind (im Testmaterial wichtig: Stickstoff (N), Sauerstoff (O), usw.). Solche Stoffe müssen bekannt sein. In diesem Beispiel wird Stickstoff mit 40 Massenprozent angenommen. Das Ergebnis ist in Tabelle 2 aufgelistet.

**Tabelle 2:** Ergebnisse der Röntgenfluoreszenzanalyse.

Element	Kalibrationsstatus	Verbindung	Konzentration [m%]	Kalkulation
Al	kalibriert	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,719	kalkuliert
Si	kalibriert	Si (+SiO <sub>2</sub> )	54,178	kalkuliert
Fe	kalibriert	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,817	kalkuliert
Y	kalibriert	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,286	kalkuliert
<N>	nicht bestimmbar	N	40	angenommen

### 3.5.2. Schliffbilder

Das Schliffbild dient zur genauen Untersuchung hinsichtlich Verteilung der Komponenten und Korngrößen des  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Gefüges. Dafür wird ein Bruchstück eines Biegebalkens verwendet. Um eine optimale Oberfläche zu erhalten wird die Probe zuerst mit der „Struers LaboPress-3“ in Kunststoff eingebettet und danach mit der Schleifmaschine „Struers RotoPol-25“ geschliffen und poliert. Die genauen Angaben der Schleifstufen mit den dazugehörigen Kräften und Zeiten sind in Tabelle 3 aufgelistet.

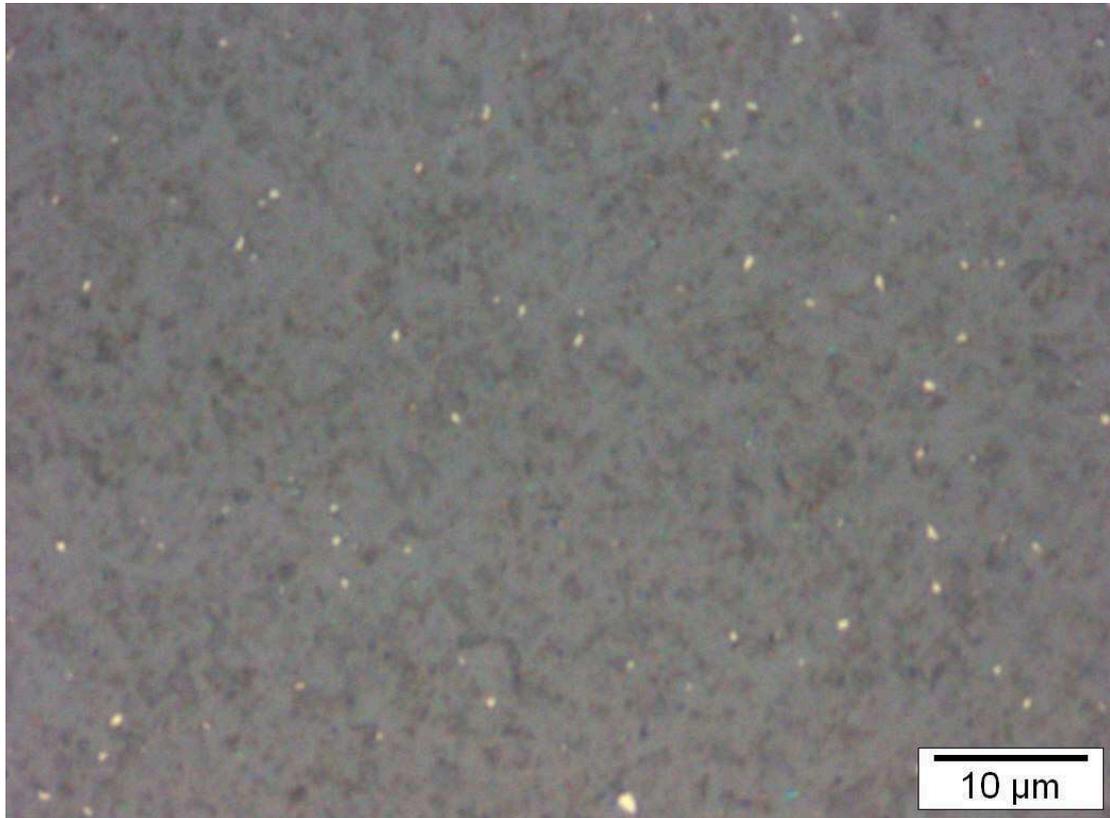
**Tabelle 3:** In dieser Tabelle sind die Polier- und Schleifstufen mit den dazugehörigen Kräften und Zeiten angegeben.

Körnung [ $\mu\text{m}$ ]	Kraft [N]	Dauer [min]
65	30	5
20	30	7
9	25	10
6	25	15
3	25	15
1	25	15

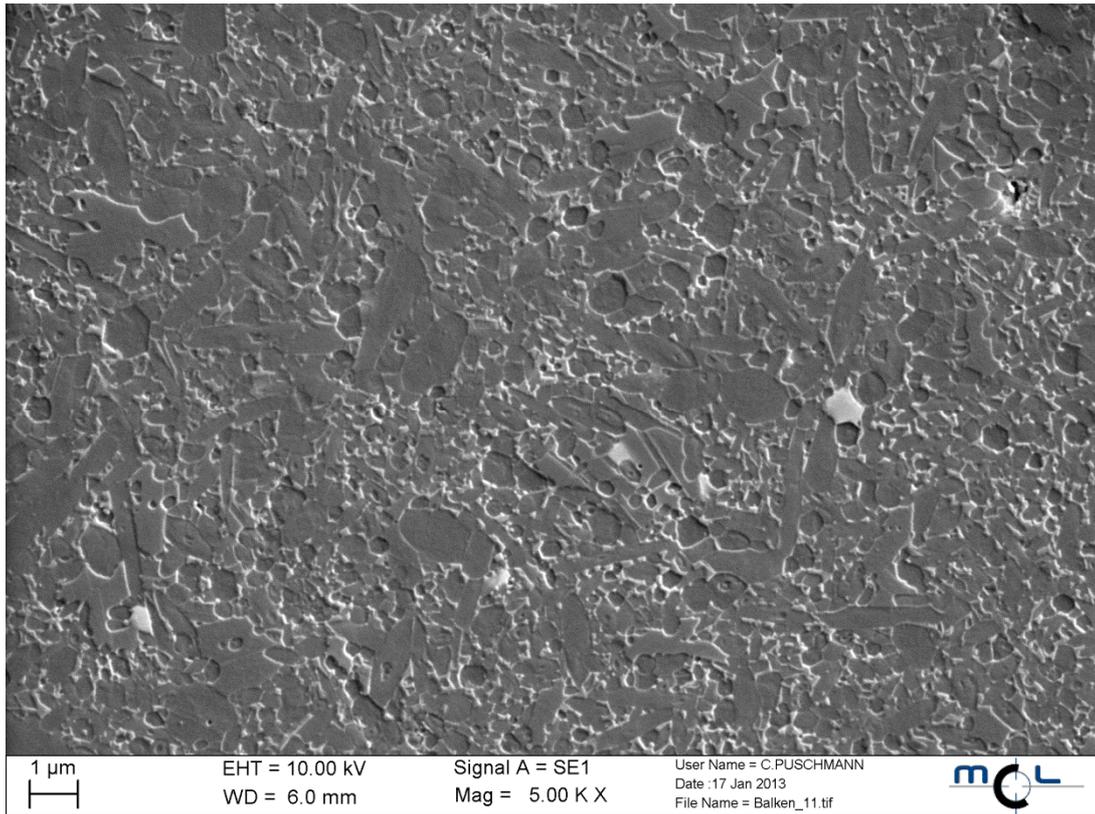
Die fertig polierte Oberfläche wird noch 5 min plasmageätzt ( $\text{CF}_4 : \text{O}_2 = 2 : 1$ ). Plasmaätzen (auch Trockenätzen) ist ein gas-chemisches Verfahren, um eine feinstrukturierte Probenoberfläche herzustellen. Bei diesem Verfahren wird die Probe in einen Vakuumreaktor gegeben und nach Erreichen eines bestimmten Druckes der Reaktor mit Gas gefüllt. Dieses Ätzgas wird gezündet und dadurch ein hochreaktives ätzaktives Plasma erzeugt, welches nur Silizium (Si) angreift und die Korngrenzen unversehrt lässt. In Abbildung 25 ist eine Lichtmikroskop-Aufnahme, mit 1000-facher Vergrößerung der plasmageätzten Biegebalkenoberfläche, zu sehen.

Um weitere Detailinformation vom Gefüge zu bekommen, werden auch Aufnahmen mit dem REM (Rasterelektronenmikroskop) durchgeführt. Um Messergebnisse mit bester Qualität zu erhalten, wird die Probe noch mit Gold (Au) besputtert. „Sputtern“ ist ein Vorgang, bei dem die Probenoberfläche mit einer wenige Nanometer dicken, gut leitenden Schicht versehen wird. Dadurch wird die Probe leitfähig und bildet somit die besten Voraussetzungen für REM-Aufnahmen. In Abbildung 26 und Abbildung 27 kann man das feinkörnige, in-situ verstärkte Gefüge gut erkennen. Um die weißen Punkte in dem Gefüge zu identifizieren, wird eine EDX-Analyse (Energiedispersive Röntgenspektroskopie)

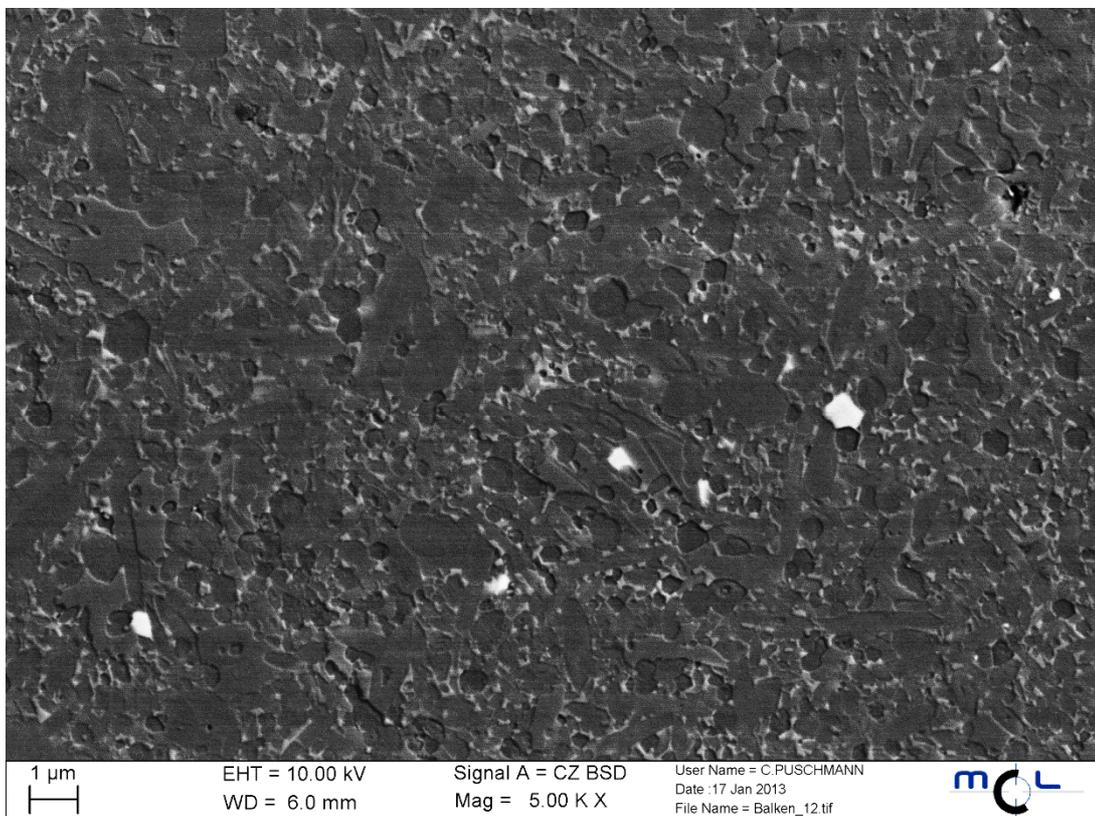
durchgeführt (siehe Abbildung 28). Die starke Goldkonzentration kommt von dem Besputtern der Probe. Damit lässt sich in Abbildung 28 erkennen, dass die weißen Punkte sehr viel Eisen (Fe) enthalten. Das Ergebnis bestärkt die Daten der RFA.



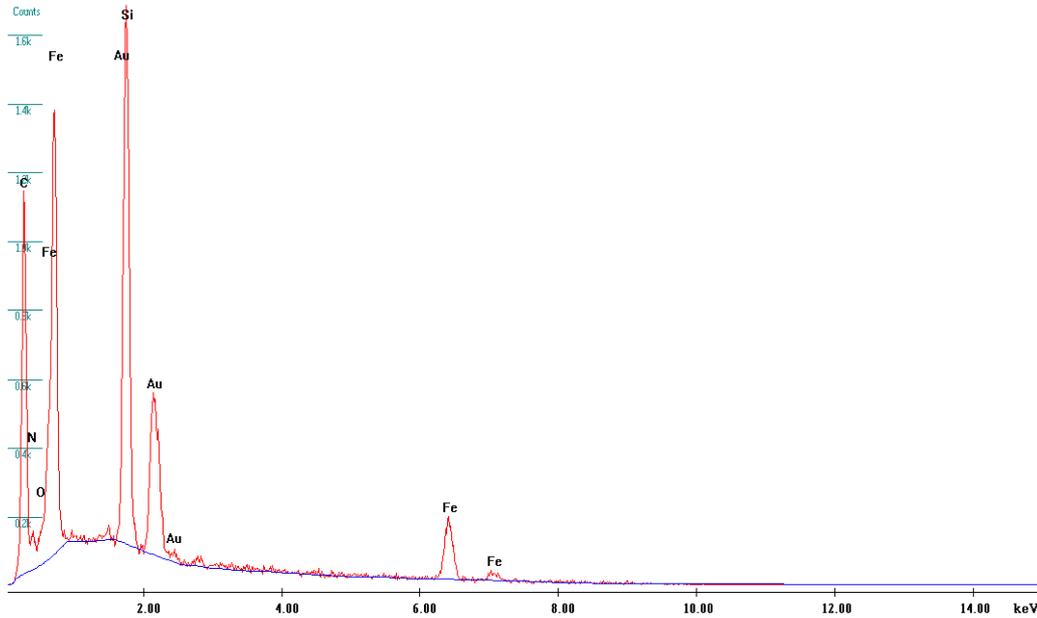
**Abbildung 25:** Schliffbild im Lichtmikroskop eines plasmageätzten Biegebalkens mit 1000-facher Vergrößerung.



**Abbildung 26:** REM-Aufnahme (mit Sekundärelektronenkontrast) des Biegebalkens: die helle Phase ist die Glasphase und die dunkle Phase ist Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>.



**Abbildung 27:** REM-Aufnahme (mit Rückstreuelektronenkontrast) des Biegebalkens.



**Abbildung 28:** EDX-Analyse eines weißen Punktes, welcher reich an Eisen (Fe) und Silizium (Si) ist. Die Goldkonzentration stammt von dem Besputtern der Probe.

### 3.5.3. Festigkeit

Um die charakteristische Festigkeit  $\sigma_0$  der untersuchten Biegebalken zu charakterisieren, wird die Weibullverteilung bestimmt:

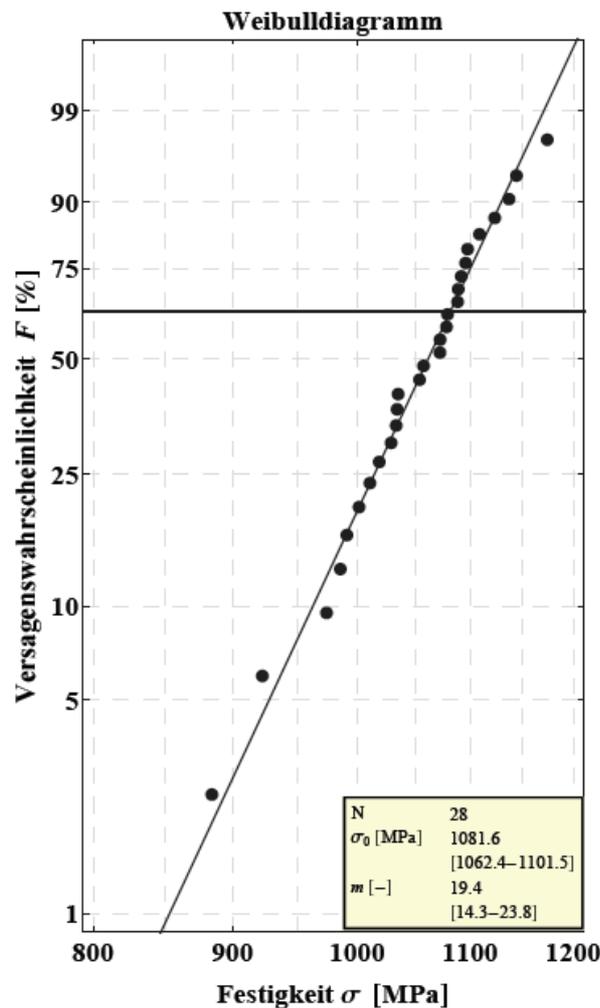
$$F = 1 - \exp \left[ - \left( \frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right]. \quad (29)$$

$F$  ist dabei die Versagenswahrscheinlichkeit,  $m$  der Weibullmodul und  $\sigma$  die Versagensspannung. Damit die Bestimmung der charakteristischen Festigkeit sinnvoll ist, wird eine ausreichend große Stichprobe (laut Erfahrungswerten etwa  $N=30$ ) benötigt. Die Proben werden mit einem 4-PB-Versuch (unterer Auflagerabstand  $L=40$  mm und oberer Auflagerabstand  $l=20$  mm) gebrochen und die benötigte Bruchkraft  $F_{\max}$  ermittelt. Durch Einsetzen der Parameter in Gleichung (30) erhält man die Versagensspannungen der einzelnen Proben.

$$\sigma = \frac{3F_{\max}(L-l)}{2bh^2} \quad (30)$$

Die Parameter  $b$  und  $h$  beschreiben hier die gesamte Breite und Höhe der Biegebalken.

Mithilfe der aus der Stichprobe ( $N=28$ ) erhaltenen Versagensspannungen kann eine Weibulldiagramm erstellt werden (siehe Abbildung 29). In diesem Diagramm werden auf der  $x$ -Achse die Versagensspannungen und auf der  $y$ -Achse die prozentuellen Versagenswahrscheinlichkeiten der einzelnen Proben aufgetragen. Mit den Werten der Proben wird eine Ausgleichsgerade eingezeichnet, deren Steigung der Weibullmodul  $m$  ist. Diese Gerade schneidet an einem Punkt die horizontale Linie, welche bei einer Versagenswahrscheinlichkeit von 63,21% liegt. Die Spannung an der Schnittstelle stellt die charakteristische Festigkeit  $\sigma_0$  der  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Proben bei genau dieser Probengeometrie dar. Die charakteristische Festigkeit und der Weibullmodul können der Abbildung 29 entnommen werden. Warum nur 28 der 30 geprüften Proben für diese Auswertung verwendet wurden, wird in Anhang D genau erklärt.



**Abbildung 29:** Das Weibulldiagramm mit einer Stichprobe von 28 Proben. Rechts unten ist die Festigkeit und der Weibullmodul abzulesen.

## 4. Ergebnisse und Interpretation

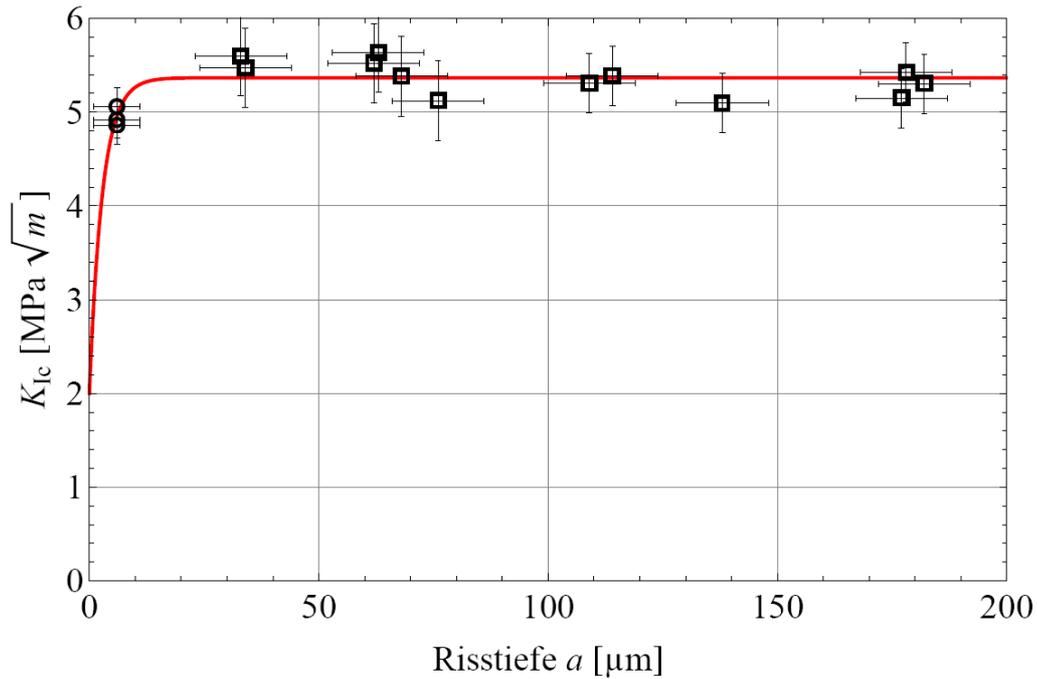
### 4.1. Symmetrischer 4-Punkt-Biegeversuch

Bei dem normalen 4-Punkt-Biegeversuch kann mithilfe der Universalprüfmaschine der Firma „Zwick“ die Bruchkraft der einzelnen Proben ermittelt werden. Mit den Werten der Bruchkraft ( $F$ ), der gemessenen Probengeometrie ( $2b$ ,  $t$ ), der Rissgeometrie ( $2c$ ,  $a$ ), der Auflagerabstände ( $d_1$ ,  $d_a$ ) und der Querkontraktionszahl ( $\nu$ ) werden die Geometriefaktoren  $Y_I$  und die Bruchzähigkeiten  $K_{Ic}$  für die Punkte A und C (siehe Abbildung 7) berechnet. Die  $K_{Ic}$ -Werte in Punkt A sind bei den verschiedenen SCF-Proben immer größer als im Punkt C. Dies ist auf den größeren Abtrag zurückzuführen, wie in Abschnitt 3.2.2. beschrieben.

Mithilfe der berechneten  $K_{Ic}$ -Werte und den gemessenen Risstiefen ( $a$ ) lässt sich eine Risswiderstandskurve zeichnen. Die einzelnen Messwerte werden als Punkte in Abbildung 30 eingetragen. Die offenen Quadrate zeigen die SCF-Proben und die offenen Punkte die SEVNB-Proben. Um eine Kurve an die Punkte annähern zu können, wird die mittlere Bruchzähigkeit der SCF-Proben benötigt, diese stellen aufgrund ihrer großen Risstiefen ein Plateau der  $R$ -Kurve dar. Der Mittelwert beträgt  $5,37 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  und ist gleichzeitig der maximale  $K_{Ic}$ -Wert für die Biegebalken. Die in Abbildung 30 verwendete Kurve wurde laut der Gleichung (31) gezeichnet und liefert eine gute Annäherung an die Messwerte (siehe Anhang F). Diese Gleichung wurde mithilfe der Ansatzfunktion von Fünfschilling [24] aufgestellt.

$$y = 2 + 3,37 \left( 1 - e^{(-0,35 \cdot x)} \right) \quad (31)$$

Durch Einsetzen einer Risstiefe  $a$  in  $x$  wird die dazugehörige Bruchzähigkeit ( $y = K_{Ic}$ ) bis zu einem Maximalwert von  $5,37 \pm 0,18 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  berechnet.



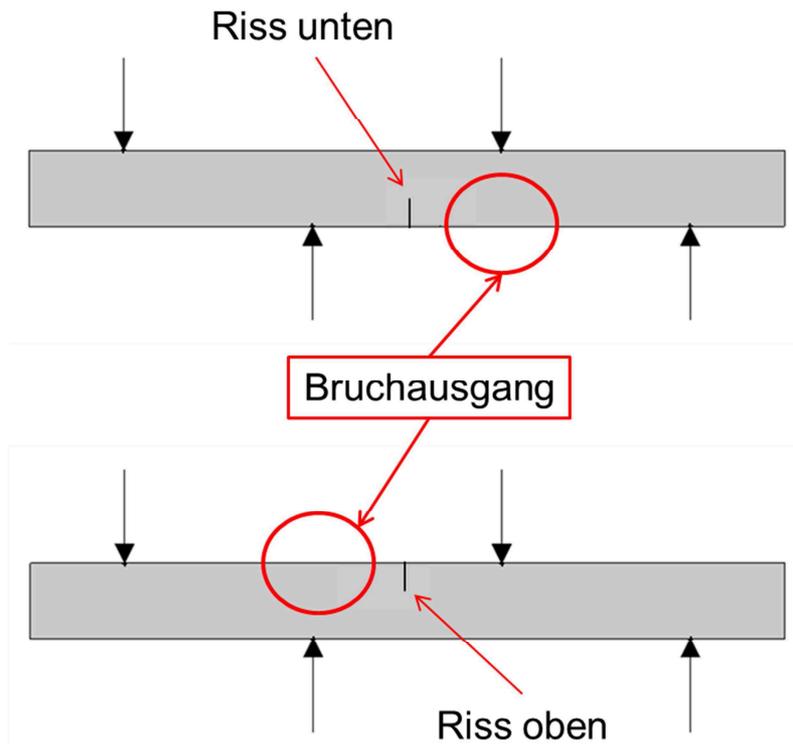
**Abbildung 30:** Risswiderstandskurve unter Mode I-Belastung. Diese Kurve wurde mit der Ansatzfunktion von Fünfschilling aufgestellt.

## 4.2. Asymmetrischer 4-Punkt-Biegeversuch

Bei dem asymmetrischen 4-PB-Versuch werden die gleichen Größen zur Berechnung der Geometriefaktoren und der Spannungsintensitätsfaktoren  $K_I$  und  $K_{II}$  benötigt, wie bei dem symmetrischen 4-PB-Versuch.

### 4.2.1. Risswiderstandskurve

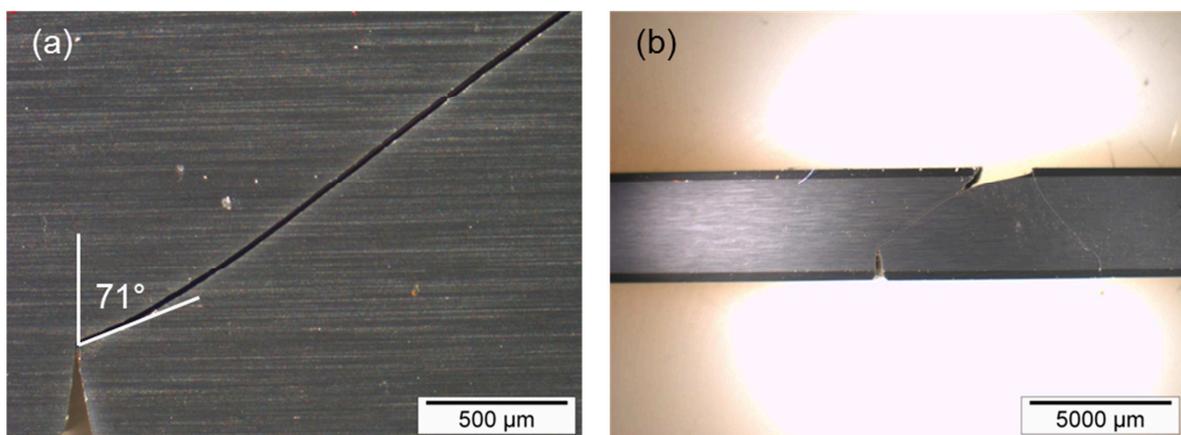
Es stellte sich heraus, dass dieser Versuchsaufbau sehr gut für SEVNB-Proben geeignet ist, allerdings bei den SCF-Proben keine gültigen Versuche erreicht werden konnten. Diese brechen nicht an der Stelle des Oberflächenrisses, sondern an der Stelle der maximalen Zugspannungen auf der abgeschliffenen Oberfläche (siehe Abbildung 31). Dadurch ist es nicht möglich, eine Risswiderstandskurve unter reiner Mode II-Belastung zu zeichnen und einen  $K_{IIc}$ -Wert zu erhalten. Die beiden gebrochenen Proben hielten eine maximale Zugspannung von 580 bis 585 MPa aus.



**Abbildung 31:** Der Bereich des Bruchausgangs einer SCF-Probekörperung, bei nach oben oder unten zeigendem Riss.

#### 4.2.2. Rissablenkwinkel

Nach dem Bruch der SEVNB-Probekörperung wird mithilfe des Stereomikroskops die Kerbtiefe und der Rissablenkwinkel gemessen. Um den Winkel genau messen zu können, werden die Bruchstücke so gut es geht wieder zusammengesetzt und danach auf beiden Seiten vermessen (siehe Abbildung 32).



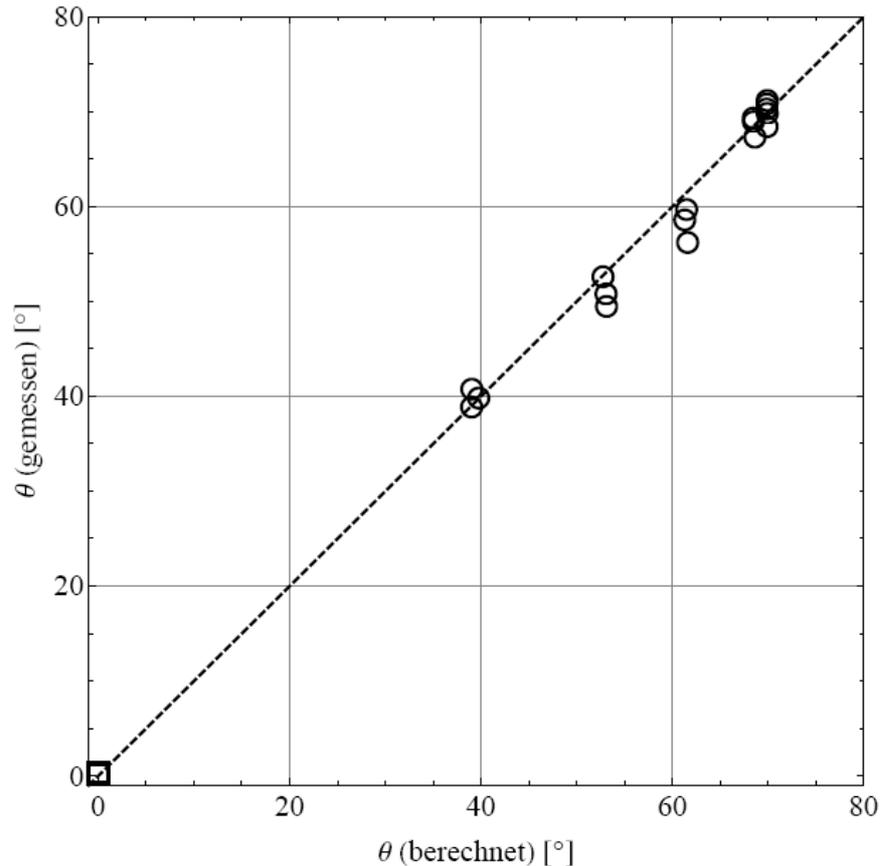
**Abbildung 32:** (a) Gemessener Rissablenkwinkel an einer SEVNB-Probekörperung, (b) die aus den Bruchstücken zusammengesetzte Probe.

Der Mittelwert wird als gemessener Rissablenkwinkel verwendet. Mithilfe aller erhaltenen Daten ( $2c$ ,  $a$ ,  $b$ ,  $t$ , usw.) und eines Mathematica Programms wurden die  $K_I$ - und  $K_{II}$ -Werte sowie die Rissablenkwinkel aller Hypothesen berechnet (siehe Gleichung (12), (16), (20) und Anhang B). Diese Werte und die gemessenen Winkel aus den Versuchen sind in Tabelle 4 aufgelistet.

**Tabelle 4:** Auflistung der Rissablenkwinkel der verschiedenen Hypothesen und der gemessenen Rissablenkwinkel aus den Versuchen mit positiven  $K_{II} / K_I$ -Verhältnis.

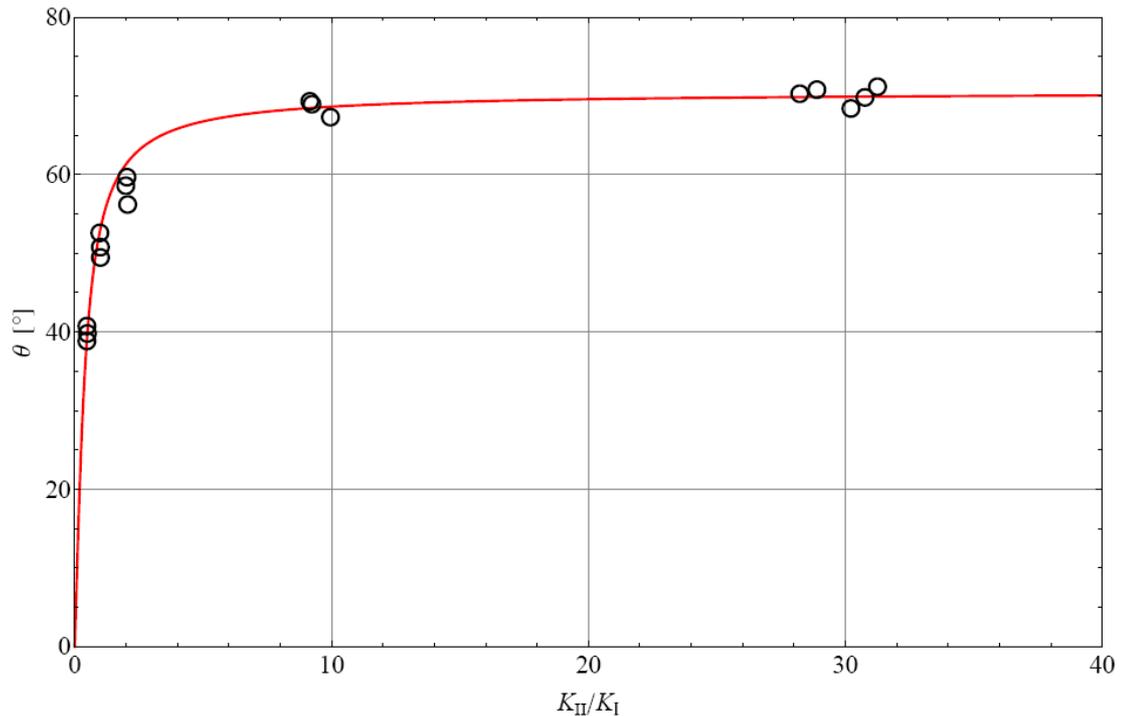
Rissposition [μm]	$K_{II}/K_I$	$\theta_c$ Umfang [°]	$\theta_c$ Koplanar [°]	$\theta_c$ nicht-koplanar [°]	$\theta_c$ J-Integral [°]	Rissablenkwinkel (gemessen) [°]
260	2,1	61,6	0,0	55,3	38,2	56,2
260	2,0	61,5	0,0	55,2	38,4	59,7
260	2,0	61,3	0,0	55,0	38,8	58,6
550	1,0	52,8	0,0	46,3	45,0	52,6
550	1,0	53,1	0,0	46,7	45,0	49,5
550	1,0	53,1	0,0	46,6	45,0	50,8
1125	0,5	39,0	0,0	32,5	37,7	38,9
1125	0,5	39,0	0,0	32,5	37,7	40,7
1125	0,5	39,8	0,0	33,2	38,3	39,8
0	30,2	69,9	0,0	63,3	3,8	68,4
0	28,2	69,9	0,0	63,2	4,0	70,3
0	28,9	69,9	0,0	63,2	4,0	70,8
40	9,2	68,5	0,0	62,0	12,1	68,9
40	9,2	68,5	0,0	62,0	12,2	69,3
40	10,0	68,6	0,0	62,1	11,2	67,3
0	30,8	69,9	0,0	63,3	3,7	69,8
0	31,3	69,9	0,0	63,3	3,7	71,2

In Tabelle 4 ist zu erkennen, dass die Rissablenwinkel der Hypothese der maximalen Umfangsspannung sehr gut mit den gemessenen Rissablenwinkeln übereinstimmen. Um dies zu verdeutlichen, werden in Abbildung 33 diese zwei Rissablenkwinkel genauer miteinander verglichen. Umso näher die Kreise an der strichlierten Linie liegen, umso besser stimmen sie überein.



**Abbildung 33:** Vergleich der gemessenen zu den - mit der Hypothese der maximalen Umfangsspannung - berechneten Rissablenkwinkeln. In dieser Darstellung sind die Fehlerbalken kleiner als die Symbole.

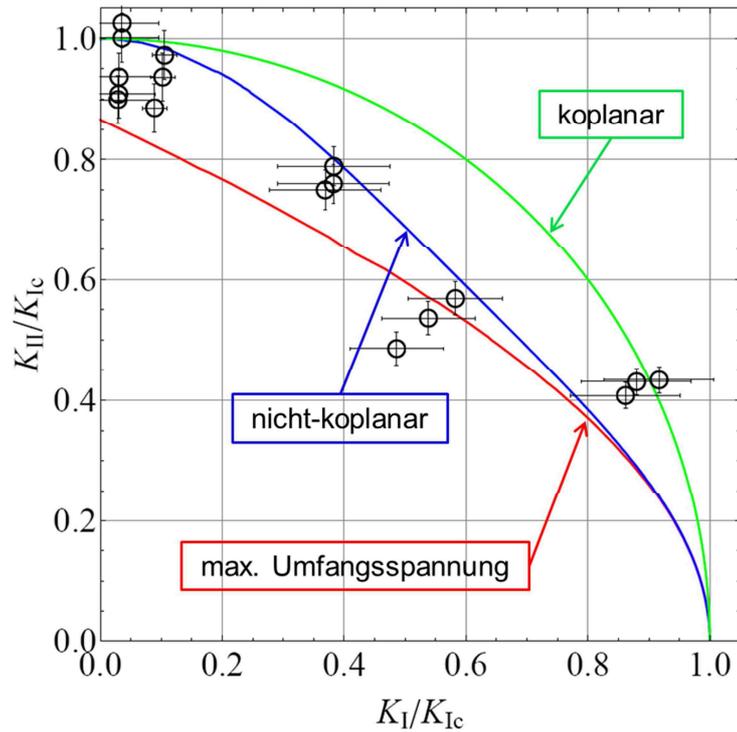
Durch diese Erkenntnis und durch die einfache Rückrechnung von  $K_{II} / K_I$  auf  $\theta$  werden in Abbildung 34 die Messergebnisse und eine Kurve nach der Hypothese der maximalen Umfangsspannung (Gleichung (16)) eingezeichnet. Es zeigt sich, dass diese Hypothese mit den Versuchsergebnissen übereinstimmt. Weiters kann festgestellt werden, dass mit dem Versuchsaufbau höchstens ein  $K_{II} / K_I$ -Verhältnis von 32 erreichbar ist. Dies lässt sich auf die gegenseitige Beeinflussung der Auflagerrollen zurückführen.



**Abbildung 34:** Die Rissablenkwinkel  $\theta$  der verschiedenen Proben aufgetragen über das  $K_{II}/K_I$  Verhältnis. Die rote Linie stellt die Hypothese der maximalen Umfangsspannung dar. In dieser Darstellung sind die Fehlerbalken kleiner als die Symbole.

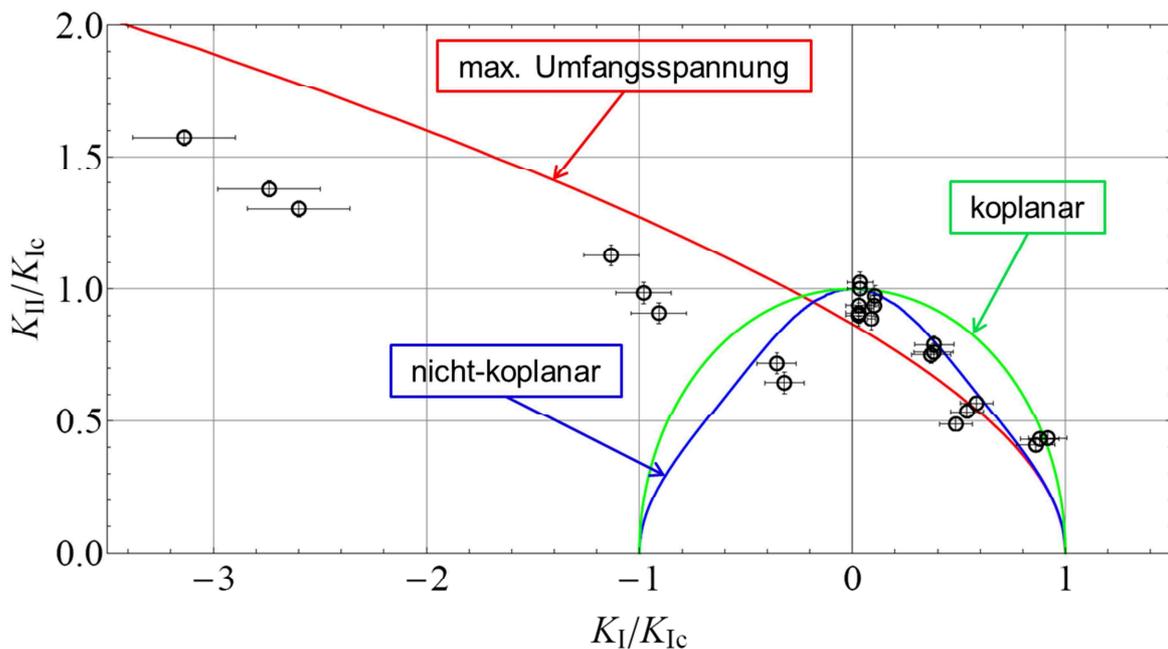
### 4.2.3. Versagenskurve

In diesem Abschnitt werden die Messergebnisse der SEVNB-Proben mit den Versagenskurven der einzelnen Hypothesen verglichen. Die zuvor für jede Probe gemessenen  $K_I$ - und  $K_{II}$ -Werte werden durch die Bruchzähigkeit auf  $K_{Ic}$  normiert und wie in Abbildung 35 zu sehen ist, aufgetragen. In dieser Abbildung werden vorerst nur die Messergebnisse der Proben eingezeichnet, welche mit  $K_I \geq 0$  geprüft wurden, da die verschiedenen Hypothesen nur in diesem Bereich ihre Gültigkeit besitzen. Mithilfe der Gleichungen (13), (14) und (17) werden die verschiedenen Hypothesen eingezeichnet.



**Abbildung 35:** Die Versagenskurven der verschiedenen Hypothesen verglichen mit den Messwerten.

Um die Hypothesen auch im negativen  $K_I$ -Bereich zu überprüfen, wurden auch SEVNB-Proben mit negativen  $K_I$  gebrochen ( $s$  nimmt negativen Wert an). In Abbildung 36 sind die Werte aller Proben (positives und negatives  $K_I$ ) des asym. 4-PB-Versuches und die verschiedenen Hypothesen eingezeichnet.



**Abbildung 36:** In dieser Abbildung wird der positive und negative Bereich der Versagenskurven eingezeichnet, um die Hypothesen noch besser mit den Messwerten vergleichen zu können.

## 5. Diskussion der Ergebnisse

### 5.1. Auswahl der besten Hypothese

#### 5.1.1. Positive Normalspannung

Mithilfe der Abbildung 35 kann eine deutliche Tendenz festgestellt werden, welche der vorhandenen Hypothesen für die gefundenen Messwerte am ehesten zutrifft. Die Hypothese der maximalen Umfangsspannung unterschätzt die Messwerte tendenziell. Sie ist aber die mathematisch am einfachsten zu rechnende Hypothese, da sie von der Annahme ausgeht, dass sich der Riss in die Richtung ausbreitet, in welcher die Spannung am höchsten ist. Anders ist es bei den Hypothesen der maximalen Energiefreisetzungsrates, in diesem Fall breitet sich der Riss entlang der maximalen Energiefreisetzungsrates aus. Die koplanare Hypothese ist aufgrund der Tatsache auszuschließen, da sich der Riss nicht immer unter einem Winkel von null Grad ausbreitet, sondern unter verschiedenen Mixed-Mode-Belastungen jeweils unterschiedliche Rissablenkwinkel erzeugt. Bei der nicht-koplanaren Hypothese ist dies nicht der Fall, da sich der Riss laut Hypothese auch in andere Richtungen ( $\theta \neq 0$ ) ausbreiten kann. Dadurch und aufgrund der Annahmen, dass sich der Riss in die Richtung der maximalen Energiefreisetzungsrates (siehe Abschnitt 2.3.2.) ausbreitet, ist der nicht-koplanare Fall physikalisch am sinnvollsten. In Abbildung 35 ist zu erkennen, dass sich die Messwerte sehr nahe an der Versagenskurve der nicht-koplanaren Energiefreisetzungsrates befinden und sie somit im positiven  $K_I$ -Bereich die geeignetste Hypothese für diese Versuchsreihe darstellt.

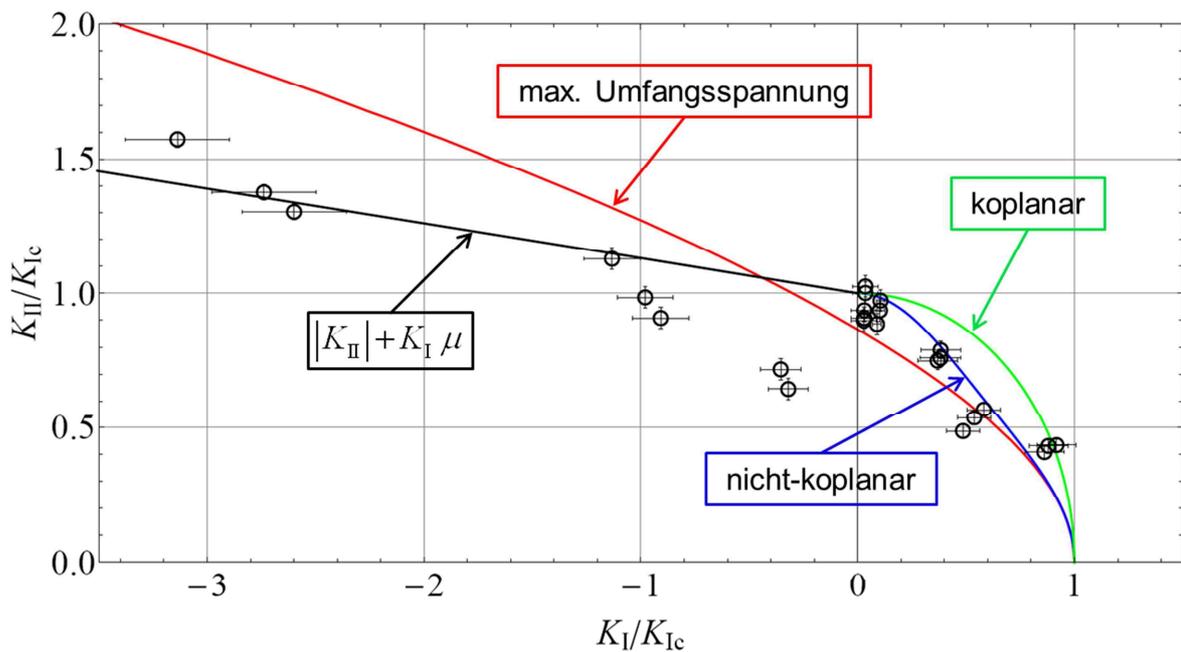
#### 5.1.2. Positive und negative Normalspannung

Um eine noch genauere Aussage über die vorliegenden Hypothesen zu treffen, wurden auch Versuche mit negativer Mixed-Mode-Belastung (negatives  $K_I$ ) durchgeführt. In Abbildung 36 ist zu erkennen, dass die Hypothesen der maximalen Energiefreisetzungsrates (koplanar und nicht-koplanar) im negativen Bereich keine Gültigkeit aufweisen. Dies ist auf mathematische Gründe zurückzuführen. Durch das Quadrieren von  $K_I$  und  $K_{II}$  (siehe Gleichung (13) und (14)) entsteht derselbe Verlauf wie im positiven Bereich. Die Hypothese der max. Umfangsspannung liefert aufgrund der

trigonometrischen Funktionen (Tangens, siehe Gleichung (16) und (17)) die beste Annäherung, da der Verlauf auch im negativen Bereich nicht abfällt. Für die beiden Hypothesen der Energiefreisetzungsrate gibt es noch eine Erweiterung, welche von Fett und Licht [25] beschrieben wird, nämlich:

$$K_{\text{eff}} = K_I \mu + |K_{II}| \quad \text{für } K_I < 0 \quad . \quad (32)$$

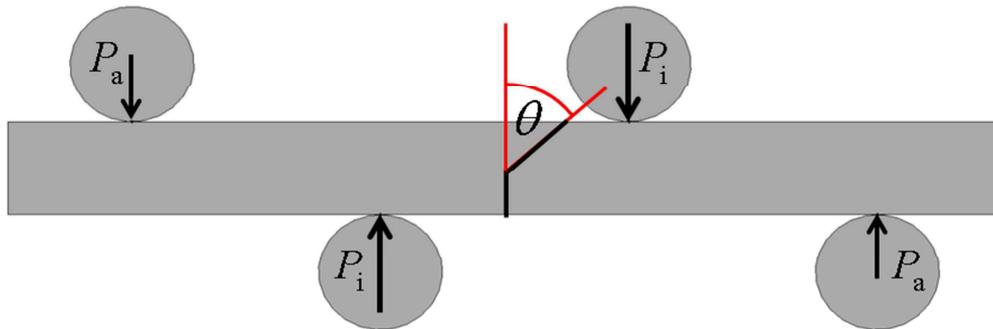
In dieser Erweiterung (siehe Abbildung 37) kann festgestellt werden, dass die Hypothesen im negativen Bereich einer linearen Funktion mit einem Koeffizienten  $\mu$  als Steigung folgt. Dieser kann physikalisch als Reibungskoeffizient zwischen den Rissflanken betrachtet werden. Ein Problem ist jedoch die Ermittlung des Reibungskoeffizienten  $\mu$ , da dieser sehr klein und die genaue Morphologie der Fläche nicht bekannt ist. In dieser Arbeit wird  $\mu$  mit 0,13 angenommen, da er die beste Näherung (Fit) an die Messwerte liefert. Mithilfe dieser Erweiterung wird die Feststellung in Abschnitt 5.1.1., dass die nicht-koplanare Energiefreisetzungsrate die geeignetste der drei Hypothesen ist, verstärkt.



**Abbildung 37:** Versagenskurven mit positiver und negativer Mode I-Belastung. Die Hypothesen der max. Energiefreisetzungsrate wurden unter Zuhilfenahme der Erweiterung von Fett und Licht eingezeichnet.

## 5.2. Rissablenkwinkel

Der in Abbildung 38 dargestellte Versuchsaufbau zeigt auch, dass sich der Riss immer in eine bestimmte Richtung ausbreitet. Es ist zu sehen, dass sich der nach unten ausgerichtete Riss, bei einem positiven  $K_{II}/K_I$ -Verhältnis, in die Richtung der oberen inneren Auflagerrolle ausbreitet. Dies wurde bei allen gebrochenen Proben festgestellt. Die Richtung in der sich der Riss ausbreitet ist auch in Abbildung 23 (b) zu erkennen.



**Abbildung 38:** Der Rissablenkwinkel einer SEVNB-Probe mit einem positiven  $K_{II}/K_I$ -Verhältnis und die dazugehörige Ausbreitungsrichtung des Risses.

Wie zuvor in Abschnitt 4.2.2. erwähnt, passen die mit der maximalen Umfangsspannung berechneten Winkel mit den gemessenen Winkeln am besten überein. Diese Aussage kann mithilfe der Werte in Tabelle 5 bestätigt werden. Dieser Vergleich ist nur im positiven Bereich des  $K_{II}/K_I$ -Verhältnisses möglich.

Bei negativen  $K_{II}/K_I$ -Verhältnissen müsste sich der Riss in die andere Richtung ausbreiten, aber aufgrund der hohen Bruchkräfte zerbricht die Probe in mehrere Teile. Dadurch und wegen der starken Ausbrüche im Risspitzenbereich ergeben sich mehr als eine Ausbreitungsrichtung. Daher ist es unmöglich, den Rissablenkwinkel und die Ausbreitungsrichtung genau zu bestimmen.

Des Weiteren werden mithilfe der gemessenen Risswinkel und der Gleichung (33) die  $K_{II}/K_I$ -Verhältnisse berechnet. Dies ist durch Umformen der Gleichung (16) möglich.

$$\frac{K_{II}}{K_I} = \frac{1}{\cot\left(-\frac{\theta}{2}\right)\left(-1+2\tan\left(-\frac{\theta}{2}\right)^2\right)} \quad (33)$$

In den Spalten drei und vier der Tabelle 5 werden die zuvor berechneten  $K_{II}/K_I$ -Verhältnisse mit den aus den Winkeln berechneten  $K_{II}/K_I$ -Verhältnissen verglichen. Zu sehen ist, dass bei Rissablenkwinkel  $\theta \leq 60^\circ$  die Werte sehr gut übereinstimmen, aber bei Winkeln  $\theta > 60^\circ$  sehr große Streuungen entstehen. Dies ist aufgrund des Erreichens des Plateaus zurückzuführen, welches in Abbildung 34 gut zu erkennen ist. Dadurch kann schon ein Rissablenkwinkelunterschied von  $0,5^\circ$  zu einer Veränderung des  $K_{II}/K_I$ -Verhältnisses um mehrere Zehnerpotenzen führen. Es ist somit unmöglich, diese miteinander zu vergleichen.

**Tabelle 5:** Berechnete und gemessene Rissablenkwinkel und die dazugehörigen  $K_{II}/K_I$ -Verhältnisse für verschiedene Risspositionen.

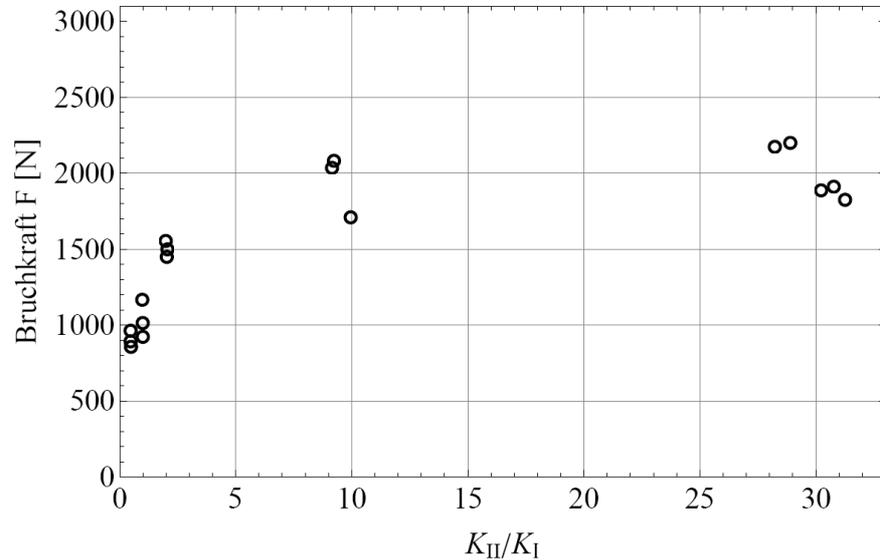
Rissposition [ $\mu\text{m}$ ]	Rissablenkwinkel (gemessen) [ $^\circ$ ]	Rissablenkwinkel (berechnet) [ $^\circ$ ]	$K_{II}/K_I$	$K_{II}/K_I$ (Winkel)
0	68,40	69,90	30,33	8,92
0	70,27	69,85	28,13	74,71
0	70,80	69,87	29,03	-71,41
0	69,81	69,91	30,76	26,39
0	71,17	69,92	31,25	-30,03
40	68,94	68,47	9,23	11,95
40	69,31	68,46	9,15	15,55
40	67,30	68,62	9,96	5,84
260	56,20	61,59	2,06	1,24
260	59,67	61,48	2,03	1,68
260	58,58	61,29	1,99	1,51
550	52,59	52,75	0,98	0,97
550	49,46	53,12	1,00	0,80
550	50,77	53,07	1,00	0,86
1125	38,85	39,02	0,47	0,47
1125	40,74	39,04	0,47	0,51
1125	39,81	39,75	0,49	0,49

### 5.3. Bruchkräfte und Bruchspannungen

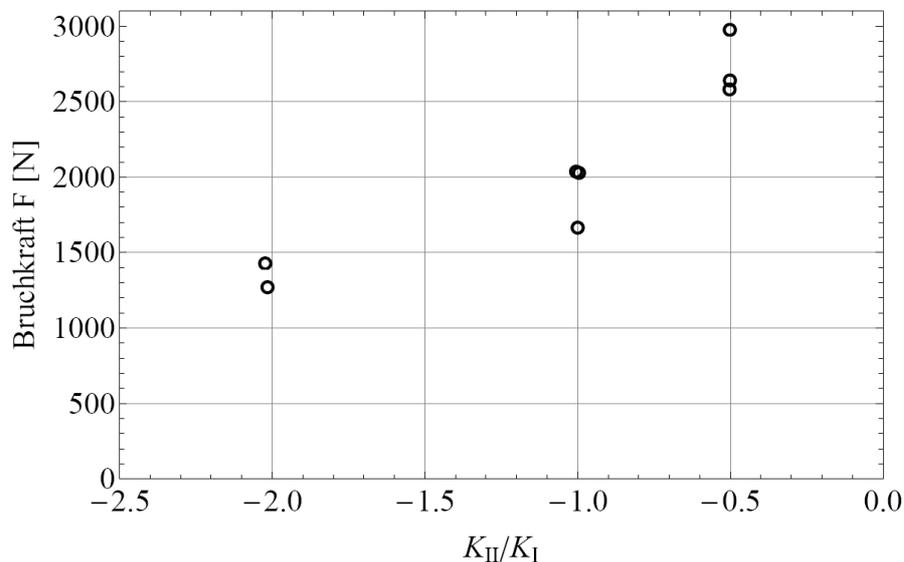
In Abbildung 39 wird gezeigt, dass bei positiver Mixed-Mode-Belastung die Bruchkraft mit steigendem  $K_{II}$ -Anteil zunimmt. Somit ist die Bruchkraft für das Versagen unter reiner Mode II-Belastung (im Bereich von 2000 N) viel größer als jene bei reiner positiver Mode I-Belastung (im Bereich von 150 N).

Beim Betrachten des negativen  $K_{II}/K_I$ -Verhältnisses (siehe Abbildung 40) ist zu erkennen, dass die Kraft mit steigendem negativen  $K_I$ -Anteil stark zunimmt. Dies ist die Folge der negativen Normalspannung und bewirkt genau das gegenteilige Verhalten als mit positiven  $K_I$ -Anteil. Die erzeugte Normalspannung drückt die Rissflanken zusammen

und es werden höhere Bruchkräfte benötigt, um die Probe zu brechen. Dadurch verkeilen die Unebenheiten der Rissflanken viel stärker und die Reibungskräfte nehmen stark zu. Es wurden Bruchkräfte in der Höhe von 3000 N benötigt.



**Abbildung 39:** Die Bruchkräfte der SEVNB-Proben beim asym. 4-PB-Versuch, mit einem positiven  $K_{II} / K_I$ -Verhältnis. Rollenabstände:  $d_i = 5 \text{ mm}$ ,  $d_a = 10 \text{ mm}$ .



**Abbildung 40:** Die Bruchkräfte der SEVNB-Proben beim asym. 4-PB-Versuch, mit einem negativen  $K_{II} / K_I$ -Verhältnis. Rollenabstände:  $d_i = 3 \text{ mm}$ ,  $d_a = 12 \text{ mm}$ .

Die Bruchkräfte des positiven und negativen  $K_{II} / K_I$ -Verhältnisses können nicht miteinander verglichen werden, da für die beiden Bereiche unterschiedliche Auflager verwendet werden mussten. Bei negativen Normalspannungen wurde  $d_i$  von 5 mm auf

3 mm verkleinert, um größere Scherspannungen zu erzeugen. Damit wurde sichergestellt, dass die Proben auch mit größerem negativem  $K_1$ -Anteil brechen.

Wie schon zuvor in Abschnitt 4.2.1. erwähnt, konnten für die SCF-Proben unter reiner Mode II-Belastung keine gültigen Versuche durchgeführt werden. Dies ist auf die hohen Bruchkräfte zurückzuführen, die für ein Versagen – ausgehend vom künstlichen Riss – benötigt werden. Sie versagen schon zuvor bei einer Beanspruchung, wo reine Mode I- oder Mixed-Mode-Belastung auftritt, bei kleineren bzw. natürlichen Defekten. Diese bruchauslösende Beanspruchung ist im Bereich der höchsten Normalspannungen und befindet sich unter den inneren Auflagerrollen. Die Proben versagten unter maximaler Mode I-Belastung, wie bei einem 3-PB-Versuch. Der Riss startete immer auf der polierten Seite, wie es in Abbildung 31 gezeigt wird.

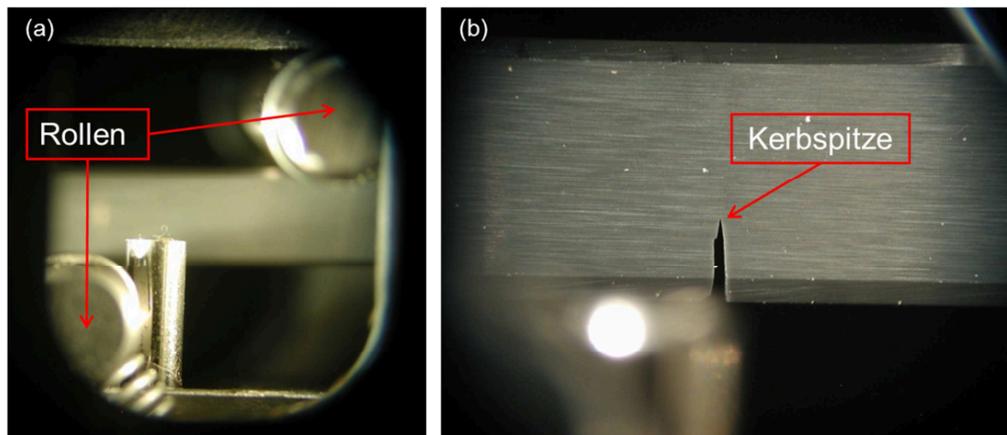
In Abschnitt 4.2.1. wurde auch darauf hingewiesen, dass die SCF-Proben bei einer maximalen Zugspannung von 580 bis 585 MPa gebrochen sind, was circa der Hälfte der charakteristischen Festigkeit ( $\sigma_0 = 1081,6$  MPa) der untersuchten Biegebalken entspricht. Durch Einsetzen von  $K_{Ic} = 5,37$  MPa $\sqrt{m}$  (Bruchzähigkeit der Biegeprobe unter reiner Mode I-Belastung),  $Y = 1,12$  (Geometriefaktor für Oberflächenrisse) und  $\sigma_0 = 585$  MPa in Gleichung (34), erhält man einen Wert für  $a$  von ungefähr 20  $\mu\text{m}$ .

$$a = \frac{K_{Ic}^2}{\sigma^2 Y^2 \pi} \quad (34)$$

Dieser Wert entspricht der Größe von kleinen Oberflächenfehlern. Solche Fehler können durch das Abtragen der plastisch-verformten Zone in Form von Querkratzern eingebracht werden.

## 5.4. Einfluss der Einstellung des Mikroskops und der Rollenabstände bezüglich Risspositionierung

Der kritischste Punkt ist die exakte Positionierung des Risses oder der Kerbe an einer gewünschten Stelle. Das Mikroskop (siehe Abbildung 22) ist fix mit der Universalprüfmaschine verbunden, aber nicht mit der Probe. Deswegen kann es zu möglichen Messungenauigkeiten, durch leichte Schräglage der Probe oder des Lageraufbaues beim Scharfstellen auf den Riss bzw. Kerbe, kommen.



**Abbildung 41:** Mit dem Mikroskop an der Universalprüfmaschine aufgenommene Bilder. In (a) ist auf die Rollenebene und in (b) auf die Balkenebene fokussiert.

Es wird immer zuerst die Hauptbelastungsebene mithilfe der inneren Auflagerrollen vermessen und damit der Riss bzw. die Kerbe positioniert. Dies geschieht in der Fokusebene der Rollenden (siehe Abbildung 41 (a)), welche ungefähr 15 mm von der Balkenebene entfernt ist. Danach wird das Mikroskop auf die Balkenebene scharfgestellt, um die Kerbspitze möglichst genau zu positionieren. Durch das Scharfstellen und der möglichen Schräglage des Mikroskops zur Probe treten nicht zu messende Positionierungsgenauigkeiten auf, die immer gegeben sind und die Position der Kerbspitze um einige  $\mu\text{m}$  verfälschen können. In der Fehlerabschätzung (Anhang E) wird die Messungsgenauigkeit aufgrund einiger Versuche, mithilfe der schwankenden Bruchkräfte, auf  $\pm 50 \mu\text{m}$  festgelegt.

Ein weiterer Einfluss auf die Risspositionierung wird durch die Veränderung des Rollenabstandes ausgeübt. Es wurde schon vorher erwähnt, dass mithilfe des Rollenabstandes die maximale Scherkraft erhöht werden kann, indem der Abstand der Auflagerrollen verkleinert wird. Dies wurde auch in den Versuchen mit den negativen  $K_1$ -Anteilen durchgeführt, wo der halbe Abstand der inneren Rollen von 5 mm auf 3 mm verkleinert wurde. Dadurch wird zunehmend erschwert, den Riss (Kerbe) möglichst genau zu positionieren und damit das gewünschte  $K_{II}/K_I$ -Verhältnis einzustellen. Der Grund liegt im steileren Anstieg des Momentenverlaufes (siehe Abbildung 13 (c)). Als Folge dieses Anstieges ergibt sich bei der gleichen Abweichung von der Hauptbelastungsebene ein viel größerer  $K_1$ -Anteil. Eine weitere grundsätzliche Schwierigkeit bezieht sich auf die gegenseitige Beeinflussung der inneren Auflagerrollen (Kontaktspannungen), welche durch das Verkleinern des Abstandes immer größer wird. Aufgrund dieser Beeinflussung wirkt, auch bei exakter Positionierung, eine zusätzliche Mode I-Belastung auf den Rissspitzenbereich.

## 5.5. Vergleich der Geometriefaktoren und Gewichtsfunktionen

Als Vergleich mit der Literatur bzw. als Kontrolle der Berechnungen mit der in dieser Arbeit verwendeten Finite-Element-Methode werden sowohl verschiedene tabellierte Geometriefaktoren als auch die Methode der Gewichtsfunktionen für einen konkreten Referenzfall herangezogen. Bückner [26] stellte eine Gleichung mit Gewichtsfunktion zur Berechnung der  $K_I$ -Werte auf:

$$K_I = \int_0^a \sigma(z) h(z, a) dz \quad . \quad (35)$$

Die in dieser Formel beschriebene Gewichtsfunktion  $h$  wurde von Fett [27] für eine rechteckige Platte mit

$$h(z, a) = \sqrt{\frac{2}{\pi a}} \frac{1}{\sqrt{1 - z/a} (1 - a/t)^{3/2}} \left[ \left(1 - \frac{a}{t}\right)^{3/2} + \sum A_{v\mu} \left(1 - \frac{z}{a}\right)^{v+1} \left(\frac{a}{t}\right)^\mu \right] \quad (36)$$

für Mode I berechnet. Diese Gewichtsfunktion stellt eine allgemeinere Form des Geometriefaktors  $Y$  dar und ist deswegen nicht nur von der Gesamtrisslänge  $a$  und der Proben Dicke  $t$  abhängig, sondern auch von der Ortskoordinate  $z$  entlang des Risses ausgehend von der Probenoberfläche. Die einzelnen Werte für die Koeffizienten  $A_{v\mu}$  der Gewichtsfunktion können aus der Tabelle 6 entnommen werden [27]. Mithilfe des berechneten  $K_I$ -Wertes kann mit der Gleichung (1) auf den Geometriefaktor  $Y_I$  zurückgerechnet werden. Im Allgemeinen wird angenommen, dass diese Gewichtsfunktion auch für die Scherspannungen (d.h. Berechnung von Mode II) angewendet werden kann.

**Tabelle 6:** Die Koeffizienten für die Gewichtsfunktion, aus [27].

$A_{v\mu}$					
$v$	$\mu = 0$	$\mu = 1$	$\mu = 2$	$\mu = 3$	$\mu = 4$
0	0,4980	2,4463	0,0700	1,3187	-3,067
1	0,54165	-5,0806	24,3447	-32,7208	18,1214
2	-0,19277	2,55863	-12,6415	19,763	-10,986

Für den unendlichen Halbraum wurde von Licht et al. [25] eine weitere Gewichtsfunktion für Mode I-Belastung (siehe Gleichung (37)) berechnet, die nur für kleine relative Rissgrößen – bezogen auf die Bauteildicke – eine gute Näherung liefert. Die verschiedenen Koeffizienten  $D_n$  können aus der Tabelle 7 entnommen werden.

$$h(z, a) = \sqrt{\frac{2}{\pi a}} \sum_{n=0}^6 D_n \left(1 - \frac{z}{a}\right)^{n-\frac{1}{2}} \quad (37)$$

**Tabelle 7:** Koeffizienten für die Gewichtsfunktion nach Licht.

$D_0$	$D_1$	$D_2$	$D_3$	$D_4$	$D_5$	$D_6$
1,0	0,58852	0,031854	0,463397	0,227211	-0,828528	0,351383

Weiters hat Fett [28] eine Gleichung mit einer Geometriefunktion  $F_b$  für die Berechnung des  $K_I$ -Wertes für den Fall der reinen Biegung aufgestellt:

$$K_I = \sigma F_b \sqrt{\pi a} \quad (38)$$

$F_b$  ist die Geometriefunktion für reine Biegebeanspruchung, welche mit Gleichung (39) und  $\alpha = a/t$  ermittelt werden kann.

$$F_b = \frac{1.1215}{(1-\alpha)^{3/2}} \left[ \frac{5}{8} - \frac{5}{12} \alpha + \frac{1}{8} \alpha^2 + 5 \alpha^2 (1-\alpha)^6 + \frac{3}{8} \exp\left(-6.1342 \frac{\alpha}{1-\alpha}\right) \right] \quad (39)$$

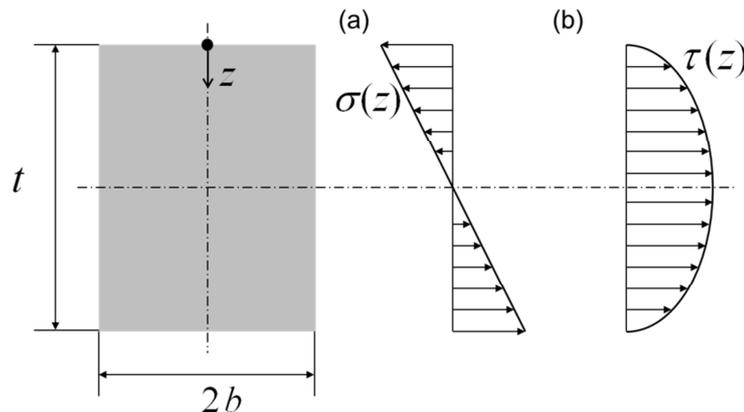
Dadurch, dass der Verlauf der Biegebeanspruchung schon in der Geometriefunktion enthalten ist, wird in Gleichung (38) die maximal auftretende Normalspannung (Randfaserspannung) eingesetzt [28].

Für den asym. 4-PB-Versuch kann der Geometriefaktor für Mode II in tabellarischer Form auch aus der Literatur [29] entnommen und als Vergleichswerte für die Berechnung in dieser Arbeit herangezogen werden.

Die Normal- und Scherspannungen sind durch die Balkentheorie gegeben. Diese sind in Abbildung 42 und den Gleichungen (40) und (41) dargestellt.

$$\sigma(z) = \frac{3P_s}{2bt^2} \frac{2\left(z - \frac{t}{2}\right)}{t} \quad (40)$$

$$\tau(z) = \frac{P}{4bt} \left( 1 - \left( \frac{2\left(z - \frac{t}{2}\right)}{t} \right)^2 \right) \quad (41)$$



**Abbildung 42:** In dieser Abbildung ist der (a) Normalspannungs- und der (b) Scherspannungsverlauf eines Biegebalkens über seinen Querschnitt in Abhängigkeit der Ortskoordinate  $z$  zu sehen.

In Tabelle 8 werden die in dieser Arbeit mithilfe von FEM-Berechnung erhaltenen Werte der Geometriefaktoren mit den Werten aus der Literatur verglichen. Dies geschieht jeweils anhand eines Referenzfalls für reine Mode I- und reine Mode II-Belastung.

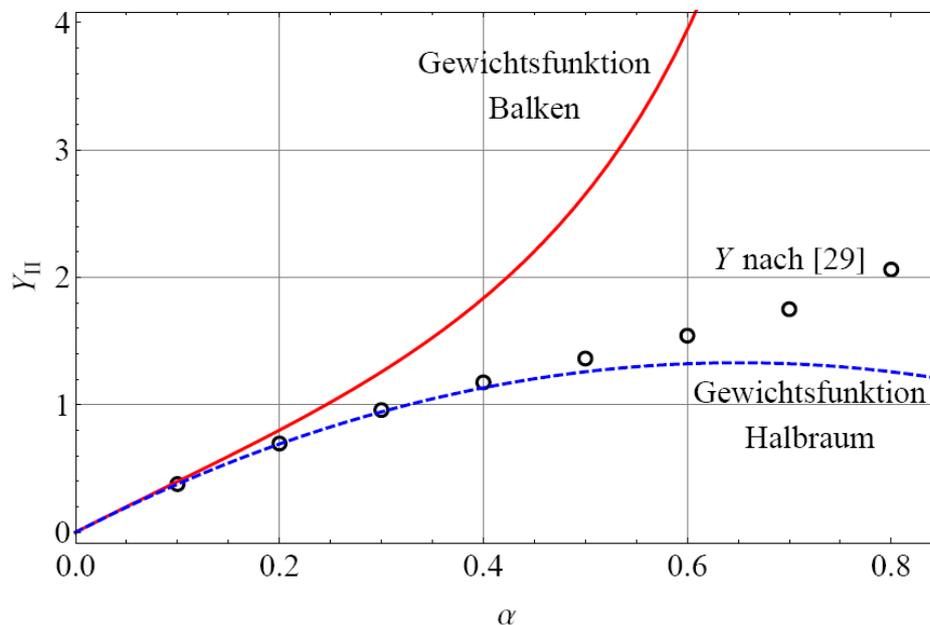
**Tabelle 8:** Die berechneten Geometriefaktoren für reine Mode I- und reine Mode II-Belastung mit den verschiedenen Methoden.

	$Y_I$ (reiner Mode I)	$Y_{II}$ (reiner Mode II)
Berechnung mit FEM	1,125	0,957
laut SEVNB-Norm [15]	1,167	---
Gewichtsfunktion (Gl. (36)) [27]	1,124	1,258
Gewichtsfunktion (Gl. (37)) [25]	1,122	0,945
Geometriefunktion (Gl. (39)) [28]	1,132	---
Tabelle (IKM50) [28]	1,124	---
Tabelle (FZKA 6025) [29]	---	0,953

In Tabelle 8 ist zu erkennen, dass bei reiner Mode I-Belastung die Geometriefaktoren – berechnet mit allen angegebenen Methoden bzw. Quellen – gut zusammenpassen. Eine Ausnahme stellt hierbei die veraltete Fit-Formel für den Geometriefaktor aus der SEVNB-Norm mit einer Abweichung von 3 % dar.

Bei reiner Mode II-Belastung stimmen die FEM-Ergebnisse mit den tabellierten Werten des Geometriefaktors aus [29] für den Referenzfall überein. Die Gewichtsfunktion für den Biegebalken [27] weicht ab einer relativen Rissgröße  $\alpha=0,1$  von den berechneten Werten ab und überschätzt den Geometriefaktor danach deutlich (siehe Abbildung 43). Die Einflüsse der Randkontur des Bauteiles – erforderlich für die Ermittlung der Gewichtsfunktion – sind für eine zunehmende relative Rissgröße bei Mode I und Mode II nicht äquivalent. Aus diesem Grund kann die Gewichtsfunktion – ermittelt aus der Mode I-Belastung – bei endlichen Körpern nicht für den Mode II-Fall verwendet werden.

Im unendlichen Halbraum stimmt die Gewichtsfunktion für beide Fälle überein. Diese zeigt eine deutlich geringere Abweichung von den mit FEM berechneten Werten. Für kleine Risse bis  $\alpha=0,4$  beträgt die maximale Abweichung 3,6 %. Bei  $\alpha=0,6$  beträgt die Abweichung  $\sim 15$  %.



**Abbildung 43:** Vergleich des Geometriefaktors in Mode II ermittelt durch Gewichtsfunktionen mit den tabellierten Werten nach Fett.

## 6. Schlussfolgerung

In dieser Arbeit wurde ein Prüfverfahren für „reine“ Mode II-Belastung eines keramischen Werkstoffes entwickelt. Es ist aus der Literatur bekannt, dass beim asymmetrischen 4-Punkt-Biegeversuch – laut der Balkentheorie – in der Hauptbelastungsebene keine Momente, sondern nur Scherkräfte auftreten, daher wurde dieser Versuch als Grundlage der vorliegenden Arbeit verwendet. Bei diesem Versuch kann in einem weiten Bereich – sehr definiert – das gewünschte  $K_{II}/K_I$ -Verhältnis und damit auch eine „reine“ Mode II-Belastung eingestellt werden. Es wurden in Vorversuchen mehrere Auflagervarianten und Proben mit verschiedenen Rissgeometrien hergestellt und getestet. Im theoretischen Teil wurden mehrere Versagenshypothesen herangezogen, um die experimentellen Ergebnissen zu interpretieren. Daraus ergeben sich folgende Schlussfolgerungen:

- Mit den verwendeten Auflagergeometrien und dem Standardbiegebalken (Querschnitt von ca.  $3 \times 4 \text{ mm}^2$ ) war es möglich, Proben mit Kerben analog zur SEVNB-Methode im gesamten Bereich des  $K_{II}/K_I$ -Verhältnisses zu prüfen. Die rissähnlichen Kerben haben eine hinreichende Tiefe, um versagensauslösend zu wirken.
- Wird der Riss in Analogie zur SCF-Methode mit einem Knoop-Härteeindruck erzeugt, so war er bei den durchgeführten Experimenten zu klein, um im asymmetrischen 4-Punkt-Biegeversuch das Versagen auszulösen. In den Experimenten ging das Versagen immer von anderen Bereichen der Probe aus, bei denen entweder eine reine Mode I- oder eine Mixed-Mode-Belastung mit starkem Mode I-Anteil vorlag. Theoretische Überlegungen zeigten, dass in diesen Versuchen die Risse tiefer als die Hälfte der Dicke des Biegebalkens ( $a/t \geq 0.5$ ) sein müssen. Ein weiterer Einfluss kann die vermutlich nicht ausreichende Präparation der Probenoberflächen sein (Querkratzer im Bereich der maximalen Randspannung).
- Unter reiner Mode II-Belastung eines Biegebalkens nehmen die Kräfte, die nötig sind, um einen bestimmten  $K$ -Wert zu erhalten, stark zu (auf etwa das 10-fache). Unter solchen Bedingungen ist es wahrscheinlich, dass an anderen Stellen des Biegebalkens (bei denen Mixed-Mode- oder reine Mode I-Belastungen vorliegt)

das Versagen aufgrund von natürlichen Fehlern oder Bearbeitungsmängeln – die sehr viel kleiner als der eingebrachte Startriss sind – ausgelöst wird. In der Praxis bedeutet dies, dass die Prüfung mit den langen SEVNB-Rissen möglich, aber eine  $K_{II}$ -Messung mit kleinen SCF-Rissen nicht möglich ist.

- Für eine Beanspruchung durch Überrollen bedeutet dies, dass für die Ausbreitung der vorhandenen Risse größere Kräfte erforderlich sind, als es Aufgrund des asym. 4-PB-Versuches zu erwarten ist.
- Bei der Durchführung der sym. 4-PB-Versuche stellt der Messfehler der Bruchkraft (angenommen mit  $\Delta P = \pm 1\%$ ) die größte Einzelfehlerquelle für die Bestimmung von  $K_I$  ( $\Delta K_I = \pm 1\%$ ) dar. Durch das Miteinbeziehen der geometrischen Messfehler (inklusive Lagerabstände) kommt es zu einem maximalen Messfehler von  $\Delta K_I = \pm 4\%$ .
- Beim asym. 4-PB-Versuch müssen die resultierenden Fehler beider  $K_I$ - und  $K_{II}$ -Bestimmungen extra bewertet werden. Unter Betrachtung aller verwendeten Prüfkonfigurationen beträgt der maximale Messfehler bei  $K_{II}$  immer weniger als 5% von den Messwerten. Die größten Fehlerquellen treten bei der Kraftmessung, der Messung der inneren Auflagerabstände sowie den Kerbtiefen auf (rund 1%). Der resultierende Fehler in  $K_I$  (beim asym. 4-PB-Versuch) bewegt sich bezüglich der Fehlerquellen mit den gleichen Tendenzen und Größenordnungen wie bei  $K_{II}$ . Allerdings muss der Abstand  $s$  des Risses von der Hauptbelastungsebene gesondert betrachtet werden, da der relative Fehler  $\Delta K_I$  bei großen Werten von  $K_{II} / K_I$  (z.B.  $K_I \rightarrow 0$ , reine Mode II-Tests) durch den Bezug auf sehr kleine Werte keine Relevanz mehr hat. Das Verhältnis von  $K_{II} / K_I$  kann durch kleine  $K_I$ -Werte stark verändert werden. Dadurch können  $K_{II} / K_I$ -Verhältnisse größer rund 20 als äquivalent zu  $K_{II} / K_I = \infty$  betrachtet werden. In dieser Arbeit wurden Versuche mit einem maximalen Verhältnis von  $K_{II} / K_I = 32$  durchgeführt, was somit als „reiner“ Mode II-Test betrachtet werden kann.
- Zur Bestimmung eines effektiven Spannungsintensitätsfaktors  $K_{\text{eff}}$  gibt es rechnerisch einige Modelle (Hypothese der maximalen Umfangsspannung, Hypothesen der maximalen Energiefreisetzungsraten (koplanar und nichtkoplanar), Hypothese des  $J$ -Integrals). Im Bereich des positiven  $K_I$  ergibt ein

Vergleich dieser Hypothesen mit den Messergebnissen, dass die Hypothese der nicht-koplanaren maximalen Energiefreisetzungsrates die beste Beschreibung der Messwerte liefert. Weiters ist diese im Vergleich zu den anderen Hypothesen auch physikalisch am besten zu verstehen.

- Mit dem asym. 4-PB-Versuch können auch negative  $K_{\perp}$ -Belastungen aufgebracht werden. Solche Belastungen können von der Hypothese der nicht-koplanaren maximalen Energiefreisetzungsrates nicht beschrieben werden. Mithilfe einer Erweiterung durch einen linearen Ansatz – die Steigung entspricht dem Reibungskoeffizienten  $\mu$  der Rissflanken – ist es möglich, diese Hypothese auch im negativen Bereich des Mode I Spannungsintensitätsfaktors zu verwenden.
- Die Hypothese der maximalen Umfangsspannung beschreibt die gemessenen Bruchzähigkeiten deutlich schlechter als die Hypothese der nicht-koplanaren maximalen Energiefreisetzungsrates.
- Die Versagenshypothesen des  $J$ -Integrals und der koplanaren maximalen Energiefreisetzungsrates können den Rissablenkwinkel nicht vorhersagen. Die beiden anderen Hypothesen (Hypothese der nicht-koplanaren maximalen Energiefreisetzungsrates, Hypothese der maximalen Umfangsspannung) liefern im gesamten Bereich ( $-\infty \leq K_{\perp} / K_{\parallel} \leq +\infty$ ) sehr ähnliche Rissablenkwinkel, welche auch sehr gut mit den experimentell ermittelten Winkel übereinstimmen (bei einer reinen positiven Mode I-Belastung gilt:  $\theta = 0^\circ$  und bei dem größten zu erreichenden  $K_{\perp} / K_{\parallel}$ -Verhältnis von ungefähr 32 gilt:  $\theta = 71^\circ$ ).

Aufgrund der rauen Rissflanken eines polykristallinen Materials kommt es bei einer „reinen“ Scherbelastung immer zu  $R$ -Kurven-Effekten (toughening-Effekten). Deswegen wäre es sinnvoll, ein Material zu prüfen, bei dem der Einfluss der Reibung der Rissflanken minimal ist. Dies würde bei einem Material ohne Risswiderstandskurve (z.B. Glas) der Fall sein.

# Anhang A: Auflistung der Hypothesen

	Hypothese der maximalen Umfangsspannung	Hypothese der maximalen Energiefreisetzungsrate (non-coplanar)	Hypothese des J-Integralvektors	Hypothese der minimalen Formänderungsenergie-dichte
$K_{\text{eff}}$	$\cos^2 \frac{\theta_c}{2} \left( K_I \cos \frac{\theta_c}{2} - 3 K_{II} \sin \frac{\theta_c}{2} \right)$	$\sqrt[4]{K_I^{-4} + 6K_I^2 K_{II}^2 + K_{II}^4}$	$K_I^4 \sqrt[4]{\left(1 + \left(\frac{K_{II}}{K_I}\right)^2\right)^2 + 4\left(\frac{K_{II}}{K_I}\right)^2}$	$\sqrt{\frac{1}{2(\kappa-1)}(a_{11} K_I^2 + 2a_{12} K_I K_{II} + a_{22} K_{II}^2)}$ $\kappa = (3-4\nu)$
$\theta_c$	$2 \arctan \left[ \frac{1}{4} \frac{K_I}{K_{II}} \pm \frac{1}{4} \sqrt{\left(\frac{K_I}{K_{II}}\right)^2 + 8} \right]$	$G(\theta) = \frac{4}{E} \left( \frac{\pi-\theta}{\pi-\theta} \right)^{\frac{\theta}{\pi}} \frac{1}{(3+\cos^2 \theta)^2}$ $[(1+3\cos^2 \theta) K_I^2 + (4\sin 2\theta) K_I K_{II} + (9-5\cos^2 \theta) K_{II}^2]$	$\arctan \left( \frac{-2 \frac{K_{II}}{K_I}}{1 + \left(\frac{K_{II}}{K_I}\right)^2} \right)$	$a_{11} = (1 + \cos \theta_c)(\kappa - \cos \theta_c)$ $a_{12} = \sin \theta_c (2 \cos \theta_c - \kappa + 1)$ $a_{22} = (\kappa + 1)(1 - \cos \theta_c) + (1 + \cos \theta_c)(3 \cos \theta_c - 1)$
$\frac{K_{IIc}}{K_{Ic}}$	$\frac{\sqrt{3}}{2} = 0,866$	1	$\sim 1$	0,27 - 1,22

## Anhang B: Herleitung der Hypothese der max. Umfangsspannung

Im Folgenden sind die Formeln für den effektiven Spannungsintensitätsfaktor  $K_{\text{eff}}$  und für den kritischen Ablenkwinkel  $\theta_c$ , laut der Hypothese der maximalen Umfangsspannung, hergeleitet.

Die Lösung der Umfangsspannungen des Rissspitzennahfeldes in Zylinderkoordinaten für Mode I- und Mode II-Belastung lauten:

$$\begin{cases} \sigma_{rr} \\ \sigma_{\theta\theta} \\ \tau_{r\theta} \end{cases} = \frac{K_I}{4\sqrt{2\pi r}} \begin{cases} 5 \cos \frac{\theta}{2} - \cos \frac{3\theta}{2} \\ 3 \cos \frac{\theta}{2} + \cos \frac{3\theta}{2} \\ \sin \frac{\theta}{2} + \sin \frac{3\theta}{2} \end{cases}, \quad (42)$$

$$\begin{cases} \sigma_{rr} \\ \sigma_{\theta\theta} \\ \tau_{r\theta} \end{cases} = \frac{K_{II}}{4\sqrt{2\pi r}} \begin{cases} -5 \sin \frac{\theta}{2} + 3 \sin \frac{3\theta}{2} \\ -3 \sin \frac{\theta}{2} - 3 \sin \frac{3\theta}{2} \\ \cos \frac{\theta}{2} + 3 \cos \frac{3\theta}{2} \end{cases} [5]. \quad (43)$$

Aus diesen beiden Nahfeldlösungen (42) und (43) erhält man

$$\sigma_{\theta\theta} = \frac{1}{4\sqrt{2\pi r_c}} \left[ K_I \left( 3 \cos \frac{\theta}{2} + \cos \frac{3\theta}{2} \right) - K_{II} \left( 3 \sin \frac{\theta}{2} + 3 \sin \frac{3\theta}{2} \right) \right] \quad (44)$$

und mit der Randbedingung

$$\left. \frac{\partial \sigma_{\theta\theta}}{\partial \theta} \right|_{\theta_c} = 0, \quad \frac{\partial^2 \sigma_{\theta\theta}}{\partial \theta^2} < 0 \Rightarrow K_I \sin \theta_c + K_{II} (3 \cos \theta_c - 1) \quad (45)$$

folgt der Rissablenkwinkel  $\theta_c$  [5]

$$\theta_c = 2 \arctan \left[ \frac{1}{4} \frac{K_I}{K_{II}} \pm \frac{1}{4} \sqrt{\left( \frac{K_I}{K_{II}} \right)^2 + 8} \right]. \quad (46)$$

Mithilfe der zweiten Bedingung

$$\sigma_c = \frac{K_{Ic}}{\sqrt{2\pi r_c}} \quad (47)$$

welche in Gleichung (44) eingesetzt wird, um ein Versagenskriterium wie in Gleichung (48) zu erhalten.

$$K_{Ic} = \frac{1}{4} \left[ K_I \left( 3 \cos \frac{\theta}{2} + \cos \frac{3\theta}{2} \right) - K_{II} \left( 3 \sin \frac{\theta}{2} + 3 \sin \frac{3\theta}{2} \right) \right] \quad (48)$$

Durch das Verwenden von goniometrischen Beziehungen [30] wie

$$\frac{1}{4} \left( 3 \cos \frac{\theta}{2} + \cos \frac{3\theta}{2} \right) = \cos^3 \frac{\theta}{2} \quad (49)$$

und

$$\frac{3}{4} \left( \sin \frac{\theta}{2} + \sin \frac{3\theta}{2} \right) = \cos^2 \frac{\theta}{2} 3 \sin \frac{\theta}{2} \quad (50)$$

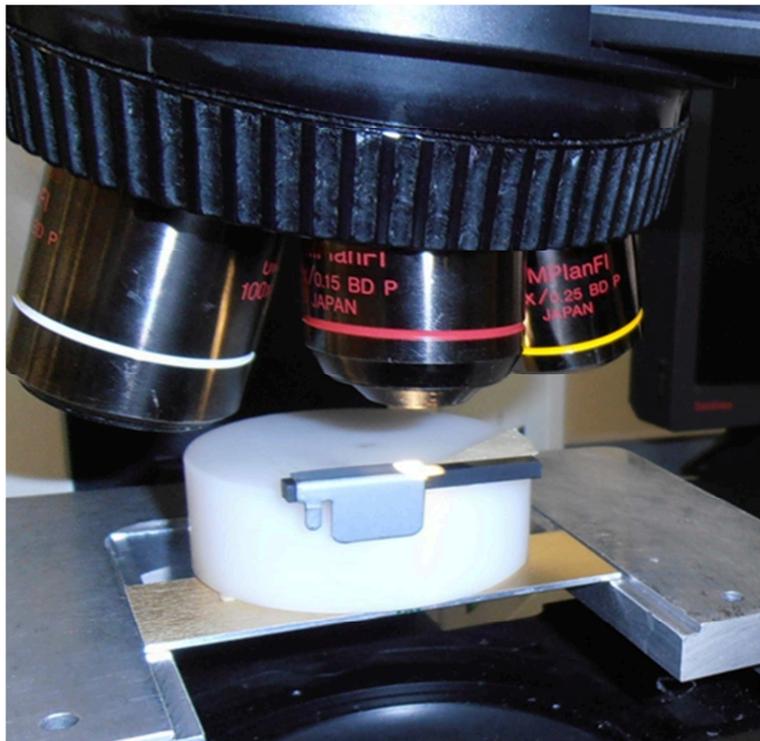
entsteht ein einfacherer Zusammenhang wie es Kuna [5] in Gleichung (51) ausdrückt.

$$K_{Ic} = \cos^2 \frac{\theta}{2} \left( K_I \cos \frac{\theta}{2} - 3 K_{II} \sin \frac{\theta}{2} \right) \quad (51)$$

Für dieses Kriterium beträgt der Ablenkwinkel bei reiner Mode II-Belastung  $\theta_c = -70,5^\circ$  und die kritische Belastung liegt bei  $K_{II} = \sqrt{3}/2 K_{Ic}$  [5].

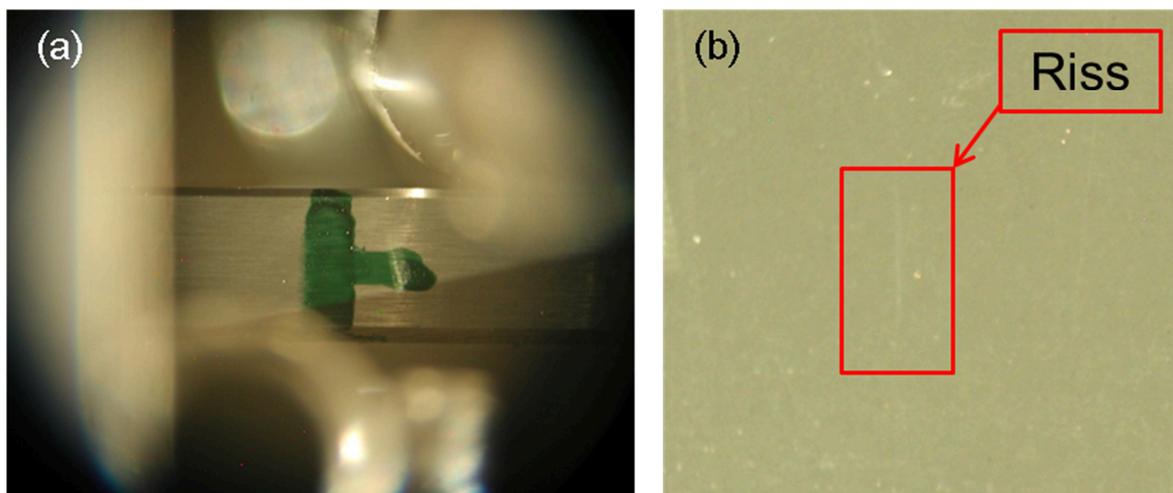
## Anhang C: Risspositionierung

Um die Risse der SCF-Proben genau positionieren zu können, muss ein komplizierterer Vorgang als bei den SEVNB-Proben verwendet werden. Der Grund ist, dass in den SEVNB-Proben eine Kerbe durch den ganzen Biegebalken führt und die Kerbspitze von der Seite leicht zu erkennen ist. Diese Kerbspitze dient als Anhaltspunkt für die Positionierung. Bei den SCF-Proben wird mithilfe des Mikroskops nur eine feine Risslinie an der Oberfläche erkannt.



**Abbildung 44:** Markieren des Rissbereiches einer SCF-Probe.

Um eine SCF-Probe so genau wie möglich zu positionieren, muss zuerst mit einem Lichtmikroskop und einem kleinen Winkelstück die Probe seitlich mit einem Textmarker markiert werden, um später den Bereich des Risses leichter finden zu können (siehe Abbildung 44). Am Prüfstand wird die Probe zuerst so eingelegt, dass mithilfe des Mikroskops der markierte Bereich zu erkennen ist (siehe Abbildung 45 (a)). Dieser Bereich wird mittig positioniert. Ohne Verändern der Mikrometerschraube wird die Probe so gedreht, dass die Oberfläche mit dem Riss erkannt wird. Der Riss sollte nun mit einer angemessenen Vergrößerung sowohl hinsichtlich der bekannten Rissbreite als auch der Rissgeometrie zu finden sein (siehe Abbildung 45 (b)).

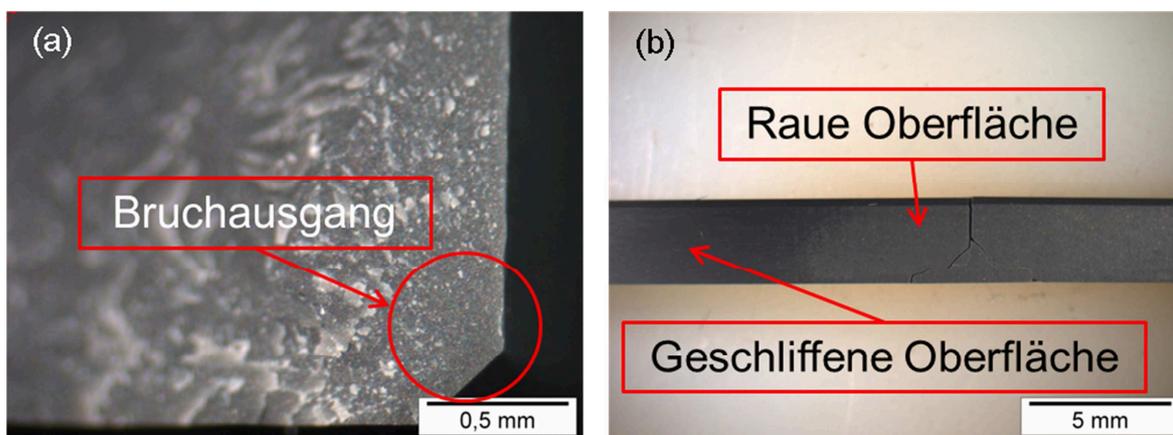


**Abbildung 45:** Die Ansicht einer SCF-Probe durch das Mikroskop: (a) seitlich markierter Bereich, (b) Oberflächenriss.

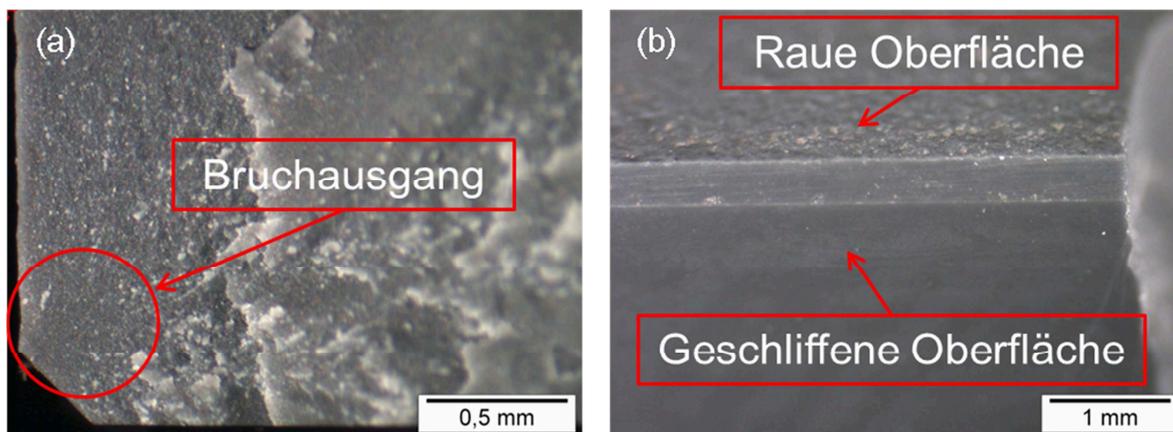
Wenn dies geschehen ist, wird der Riss mit der Mikrometerschraube und dem Fadenkreuz im Mikroskop genau positioniert. Danach ist die Probe um  $90^\circ$  zu drehen, dass der Riss nach oben oder unten schaut, ohne die Mikrometerschraube zu verstellen. Mithilfe dieser Schritte sollten die SCF-Proben möglichst genau positioniert werden können.

## Anhang D: Fehlerhafte Balkenoberfläche

Die Probe 1 und 24 müssen aufgrund fehlender Bearbeitung (Längsschleifen) der Balkenoberflächen aus der Stichprobe für die Festigkeitsberechnung entfernt werden. Das Versagen dieser Proben geht genau von der rauhen Oberfläche, wie in Abbildung 46 und Abbildung 47 erkennbar, aus und führt so zu einer starken Minimierung der Versagensspannung. Diese raue Oberfläche ist ein unbearbeiteter Teil, also die Oberfläche die entstanden ist bei der Herstellung der gelieferten Platten.



**Abbildung 46:** Probe 1: (a) Bruchausgang an der Kante der rauhen Oberfläche, (b) Bereich der rauhen Oberfläche.



**Abbildung 47:** Probe 24: (a) Bruchausgang an der Kante der rauhen Oberfläche, (b) Bereich der rauhen Oberfläche.

## Anhang E: Fehlerabschätzung

Diese Fehlerabschätzung dient dazu, alle möglichen Messfehler so gut es geht zusammenzufassen. Der Spannungsintensitätsfaktor  $K$  wird mithilfe der Gleichung (1) berechnet. Zur einfacheren Veranschaulichung des Problems wird Gleichung (52) aufgestellt.

$$K = \sigma(P, b, t, s, d_i, d_a) Y'(a, c) \quad (52)$$

Zur Vereinfachung wird  $\sqrt{\pi a}$  in den Geometriefaktor  $Y' = Y \sqrt{\pi a}$  gezogen. Der Einfluss der verschiedenen Messfehler der Größen  $P$  (Hauptlast),  $b$  (halbe Balkenbreite),  $t$  (Balkenhöhe),  $s$  (Abstand des Risses von der Hauptbelastungsebene),  $d_a$  (Abstand von der äußeren zur inneren Rolle),  $d_i$  (halber Abstand der inneren Rollen),  $a$  (Risslänge) und  $c$  (halbe Rissbreite) auf die beiden Faktoren  $\sigma$  und  $Y'$  wird abgeschätzt. Bei dem symmetrischen 4-PB-Versuch werden anstelle von  $d_i$  und  $d_a$  die Größen  $L$  (Abstand der äußeren Rollen) und  $l$  (Abstand der inneren Rollen) in Gleichung (52) verwendet. In den nachfolgenden Tabellen sind die maximalen Abweichungen der Fehler, die mithilfe von Erfahrungswerten und Versuchen festgelegt wurden, als absolute und relative Werte angegeben. Es wird der Einfluss jeder einzelnen Größe und der gesamte maximale Einfluss auf den Spannungsintensitätsfaktor  $K$  berechnet und tabelliert.

- Die Fehlerabschätzung einer Referenz SEVNB-Probe für den symmetrischen 4-PB-Versuch:

		$\Delta$ absolut	$\Delta$ relativ	$K_I$	+ $\Delta$	- $\Delta$
$P$	150 N	$\pm 1,5$ N	$\pm 1\%$		1%	-1%
$a$	1200 $\mu\text{m}$	$\pm 10$ $\mu\text{m}$	$\pm 0,83\%$		0,63%	-0,63%
$2b$	3000 $\mu\text{m}$	$\pm 10$ $\mu\text{m}$	$\pm 0,33\%$		-0,33%	0,33%
$t$	4000 $\mu\text{m}$	$\pm 10$ $\mu\text{m}$	$\pm 0,25\%$		-0,56%	0,57%
$l$	15000 $\mu\text{m}$	$\pm 100$ $\mu\text{m}$	$\pm 0,67\%$		-0,67%	0,67%
$L$	30000 $\mu\text{m}$	$\pm 100$ $\mu\text{m}$	$\pm 0,33\%$		0,67%	-0,67%
				$\Delta K_I$ (max)	4%	

- Die Fehlerabschätzung mehrerer Referenz SCF-Proben für den symmetrischen 4-PB-Versuch:

		$\Delta$ absolut	$\Delta$ relativ	$K_I$	+ $\Delta$	- $\Delta$
$2b$	4000 $\mu\text{m}$	$\pm 10 \mu\text{m}$	$\pm 0,25\%$		-0,25%	0,25%
$t$	3000 $\mu\text{m}$	$\pm 10 \mu\text{m}$	$\pm 0,33\%$		-0,65%	0,65%
$a$	150 $\mu\text{m}$	$\pm 10 \mu\text{m}$	$\pm 6,67\%$		2,12%	0,11%
$2c$	450 $\mu\text{m}$	$\pm 10 \mu\text{m}$	$\pm 2,22\%$		0,90%	-0,47%
$P$	500 N	$\pm 5 \text{ N}$	$\pm 1\%$		1,00%	-1,00%
$l$	15000 $\mu\text{m}$	$\pm 100 \mu\text{m}$	$\pm 0,67\%$		-0,67%	0,67%
$L$	30000 $\mu\text{m}$	$\pm 100 \mu\text{m}$	$\pm 0,33\%$		0,67%	-0,67%
				$\Delta K_I$ (max)	6%	

		$\Delta$ absolut	$\Delta$ relativ	$K_I$	+ $\Delta$	- $\Delta$
$2b$	4000 $\mu\text{m}$	$\pm 10 \mu\text{m}$	$\pm 0,25\%$		-0,25%	0,25%
$t$	3000 $\mu\text{m}$	$\pm 10 \mu\text{m}$	$\pm 0,33\%$		-0,66%	0,66%
$a$	60 $\mu\text{m}$	$\pm 10 \mu\text{m}$	$\pm 16,67\%$		2,66%	-4,12%
$2c$	300 $\mu\text{m}$	$\pm 10 \mu\text{m}$	$\pm 3,33\%$		0,89%	-0,95%
$P$	700 N	$\pm 7 \text{ N}$	$\pm 1\%$		-0,67%	0,67%
$l$	15000 $\mu\text{m}$	$\pm 100 \mu\text{m}$	$\pm 0,67\%$		0,67%	-0,67%
$L$	30000 $\mu\text{m}$	$\pm 100 \mu\text{m}$	$\pm 0,33\%$		0,71%	-0,71%
				$\Delta K_I$ (max)	8%	

- Die Fehlerabschätzung mehrerer Referenz SEVNB-Proben für den asymmetrischen 4-PB-Versuch:

		$\Delta$ absolut	$\Delta$ relativ	$K_I$	$+\Delta$	$-\Delta$	$K_{II}$	$+\Delta$	$-\Delta$	$K_{II}/K_I$	$+\Delta$	$-\Delta$
$P$	2200 N	$\pm 22$ N	$\pm 1\%$		1,00%	-1,00%		1,00%	-1,00%		0,00%	0,00%
$a$	1300 $\mu\text{m}$	$\pm 10$ $\mu\text{m}$	$\pm 0,77\%$		-0,60%	0,58%		0,95%	-0,95%		1,55%	-1,55%
$t$	4000 $\mu\text{m}$	$\pm 10$ $\mu\text{m}$	$\pm 0,25\%$		0,61%	-0,61%		-0,42%	0,43%		-1,03%	1,05%
$2b$	3000 $\mu\text{m}$	$\pm 10$ $\mu\text{m}$	$\pm 0,33\%$		-0,33%	0,33%		-0,33%	0,33%		0,00%	0,00%
$s$	0 $\mu\text{m}$	$\pm 50$ $\mu\text{m}$	---		---	---		0,12%	-0,12%		---	---
$d_i$	5000 $\mu\text{m}$	$\pm 100$ $\mu\text{m}$	$\pm 2\%$		-3,40%	3,40%		0,94%	-0,94%		4,49%	4,20%
$d_a$	10000 $\mu\text{m}$	$\pm 100$ $\mu\text{m}$	$\pm 1\%$		0,00%	0,00%		0,00%	0,00%		0,00%	0,00%
				$\Delta K_I$ (max)	6%		$\Delta K_{II}$ (max)	4%		$\Delta K_{II}/K_I$ (max)	7%	

		$\Delta$ absolut	$\Delta$ relativ	$K_I$	$+\Delta$	$-\Delta$	$K_{II}$	$+\Delta$	$-\Delta$	$K_{II}/K_I$	$+\Delta$	$-\Delta$
$P$	2000 N	$\pm 20$ N	$\pm 1\%$		1,10%	-1,10%		1,10%	-1,10%		0,00%	0,00%
$a$	1300 $\mu\text{m}$	$\pm 10$ $\mu\text{m}$	$\pm 0,77\%$		0,25%	-0,26%		0,95%	-0,95%		0,69%	-0,69%
$t$	4000 $\mu\text{m}$	$\pm 10$ $\mu\text{m}$	$\pm 0,25\%$		-0,22%	0,22%		-0,42%	0,43%		-0,20%	0,20%
$2b$	3000 $\mu\text{m}$	$\pm 10$ $\mu\text{m}$	$\pm 0,33\%$		-0,33%	0,33%		-0,33%	0,33%		0,00%	0,00%
$s$	40 $\mu\text{m}$	$\pm 50$ $\mu\text{m}$	$\pm 125\%$		---	---		0,11%	-0,11%		---	---
$d_i$	5000 $\mu\text{m}$	$\pm 100$ $\mu\text{m}$	$\pm 2\%$		-0,27%	0,24%		0,94%	-0,94%		1,20%	-1,18%
$d_a$	10000 $\mu\text{m}$	$\pm 100$ $\mu\text{m}$	$\pm 1\%$		0,00%	0,00%		0,00%	0,00%		0,00%	0,00%
				$\Delta K_I$ (max)	2%		$\Delta K_{II}$ (max)	4%		$\Delta K_{II}/K_I$ (max)	2%	

		$\Delta$ absolut	$\Delta$ relativ	$K_I$	$+\Delta$	$-\Delta$	$K_{II}$	$+\Delta$	$-\Delta$	$K_{II}/K_I$	$+\Delta$	$-\Delta$
$P$	1500 N	$\pm 15$ N	$\pm 1\%$		1,47%	-1,47%		1,47%	-1,47%		0,00%	0,00%
$a$	1300 $\mu\text{m}$	$\pm 10$ $\mu\text{m}$	$\pm 0,77\%$		0,56%	-0,56%		0,95%	-0,94%		0,38%	-0,39%
$t$	4000 $\mu\text{m}$	$\pm 10$ $\mu\text{m}$	$\pm 0,25\%$		-0,52%	0,52%		-0,42%	0,42%		0,10%	-0,10%
$2b$	3000 $\mu\text{m}$	$\pm 10$ $\mu\text{m}$	$\pm 0,33\%$		-0,33%	0,33%		-0,33%	0,33%		0,00%	0,00%
$s$	260 $\mu\text{m}$	$\pm 50$ $\mu\text{m}$	$\pm 19\%$		18,03%	-18,02%		0,11%	-0,11%		-15,18%	21,85%
$d_i$	5000 $\mu\text{m}$	$\pm 100$ $\mu\text{m}$	$\pm 2\%$		0,81%	0,86%		0,91%	-0,91%		0,09%	-0,05%
$d_a$	10000 $\mu\text{m}$	$\pm 100$ $\mu\text{m}$	$\pm 1\%$		0,00%	0,00%		0,00%	0,00%		0,00%	0,00%
				$\Delta K_I$ (max)	23%		$\Delta K_{II}$ (max)	4%		$\Delta K_{II}/K_I$ (max)	23%	

		$\Delta$ absolut	$\Delta$ relativ	$K_I$	$+\Delta$	$-\Delta$	$K_{II}$	$+\Delta$	$-\Delta$	$K_{II}/K_I$	$+\Delta$	$-\Delta$
$P$	1100 N	$\pm 11$ N	$\pm 1\%$		2,00%	-2,00%		2,00%	-2,00%		0,00%	0,00%
$a$	1300 $\mu\text{m}$	$\pm 10$ $\mu\text{m}$	$\pm 0,77\%$		0,60%	-0,60%		0,94%	-0,94%		0,34%	-0,35%
$t$	4000 $\mu\text{m}$	$\pm 10$ $\mu\text{m}$	$\pm 0,25\%$		-0,56%	0,56%		-0,42%	0,42%		0,14%	-0,14%
$2b$	3000 $\mu\text{m}$	$\pm 10$ $\mu\text{m}$	$\pm 0,33\%$		-0,33%	0,33%		-0,33%	0,33%		0,00%	0,00%
$s$	550 $\mu\text{m}$	$\pm 50$ $\mu\text{m}$	$\pm 9,1\%$		8,83%	-8,83%		0,10%	-0,11%		-8,02%	9,57%
$d_i$	5000 $\mu\text{m}$	$\pm 100$ $\mu\text{m}$	$\pm 2\%$		0,95%	-0,99%		0,87%	-0,87%		-0,08%	0,13%
$d_a$	10000 $\mu\text{m}$	$\pm 100$ $\mu\text{m}$	$\pm 1\%$		0,00%	0,00%		0,00%	0,00%		0,00%	0,00%
				$\Delta K_I$ (max)	14%		$\Delta K_{II}$ (max)	5%		$\Delta K_{II}/K_I$ (max)	10%	

		$\Delta$ absolut	$\Delta$ relativ	$K_I$	$+\Delta$	$-\Delta$	$K_{II}$	$+\Delta$	$-\Delta$	$K_{II}/K_I$	$+\Delta$	$-\Delta$
$P$	900 N	$\pm 9$ N	$\pm 1\%$		2,44%	-2,44%		2,44%	-2,44%		0,00%	0,00%
$a$	1300 $\mu\text{m}$	$\pm 10$ $\mu\text{m}$	$\pm 0,77\%$		0,62%	-0,61%		0,93%	-0,93%		0,32%	-0,32%
$t$	4000 $\mu\text{m}$	$\pm 10$ $\mu\text{m}$	$\pm 0,25\%$		-0,57%	0,58%		-0,41%	0,41%		0,16%	-0,16%
$2b$	3000 $\mu\text{m}$	$\pm 10$ $\mu\text{m}$	$\pm 0,33\%$		-0,33%	0,33%		-0,33%	0,33%		0,00%	0,00%
$s$	1125 $\mu\text{m}$	$\pm 50$ $\mu\text{m}$	$\pm 4,4\%$		4,40%	-4,40%		0,07%	-0,08%		-4,14%	4,52%
$d_i$	5000 $\mu\text{m}$	$\pm 100$ $\mu\text{m}$	$\pm 2\%$		1,00%	-1,04%		0,82%	-0,82%		-0,18%	0,23%
$d_a$	10000 $\mu\text{m}$	$\pm 100$ $\mu\text{m}$	$\pm 1\%$		0,00%	0,00%		0,00%	0,00%		0,00%	0,00%
				$\Delta K_I$ (max)	10%		$\Delta K_{II}$ (max)	5%		$\Delta K_{II}/K_I$ (max)	5%	

		$\Delta$ absolut	$\Delta$ relativ	$K_I$	$+\Delta$	$-\Delta$	$K_{II}$	$+\Delta$	$-\Delta$	$K_{II}/K_I$	$+\Delta$	$-\Delta$
$P$	1500 N	$\pm 15$ N	$\pm 1,00\%$		1,00%	-1,00%		1,00%	-1,00%		0,00%	0,00%
$a$	1700 $\mu\text{m}$	$\pm 10$ $\mu\text{m}$	$\pm 0,58\%$		0,85%	-0,84%		0,70%	-0,70%		-0,15%	0,15%
$t$	4000 $\mu\text{m}$	$\pm 10$ $\mu\text{m}$	$\pm 0,25\%$		-0,79%	0,80%		-0,41%	0,41%		0,39%	-0,39%
$2b$	3000 $\mu\text{m}$	$\pm 10$ $\mu\text{m}$	$\pm 0,33\%$		-0,33%	0,33%		-0,33%	0,33%		0,00%	0,00%
$s$	-330 $\mu\text{m}$	$\pm 50$ $\mu\text{m}$	$\pm 15,15\%$		-16,94%	16,94%		-0,09%	0,10%		20,29%	-14,40%
$d_i$	3000 $\mu\text{m}$	$\pm 100$ $\mu\text{m}$	$\pm 3,33\%$		2,07%	-2,16%		1,47%	-1,45%		-0,59%	0,73%
$d_a$	12000 $\mu\text{m}$	$\pm 100$ $\mu\text{m}$	$\pm 0,833\%$		0,00%	0,00%		0,00%	0,00%		0,00%	0,00%
				$\Delta K_I$ (max)	23%		$\Delta K_{II}$ (max)	4%		$\Delta K_{II}/K_I$ (max)	22%	

		$\Delta$ absolut	$\Delta$ relativ	$K_I$	$+\Delta$	$-\Delta$	$K_{II}$	$+\Delta$	$-\Delta$	$K_{II}/K_I$	$+\Delta$	$-\Delta$
$P$	2000 N	$\pm 20$ N	$\pm 1,00\%$		0,75%	-0,75%		0,75%	-0,75%		0,00%	0,00%
$a$	1700 $\mu\text{m}$	$\pm 10$ $\mu\text{m}$	$\pm 0,58\%$		0,77%	-0,76%		0,69%	-0,69%		-0,08%	0,07%
$t$	4000 $\mu\text{m}$	$\pm 10$ $\mu\text{m}$	$\pm 0,25\%$		-0,71%	0,72%		-0,39%	0,39%		0,33%	-0,33%
$2b$	3000 $\mu\text{m}$	$\pm 10$ $\mu\text{m}$	$\pm 0,33\%$		-0,33%	0,33%		-0,33%	0,33%		0,00%	0,00%
$s$	-630 $\mu\text{m}$	$\pm 50$ $\mu\text{m}$	$\pm 7,94\%$		-8,40%	8,40%		-0,17%	0,18%		8,99%	-7,58%
$d_i$	3000 $\mu\text{m}$	$\pm 100$ $\mu\text{m}$	$\pm 3,33\%$		1,65%	-1,74%		1,21%	-1,18%		-0,43%	0,57%
$d_a$	12000 $\mu\text{m}$	$\pm 100$ $\mu\text{m}$	$\pm 0,833\%$		0,00%	0,00%		0,00%	0,00%		0,00%	0,00%
				$\Delta K_I$ (max)	13%		$\Delta K_{II}$ (max)	4%		$\Delta K_{II}/K_I$ (max)	10%	

		$\Delta$ absolut	$\Delta$ relativ	$K_I$	$+\Delta$	$-\Delta$	$K_{II}$	$+\Delta$	$-\Delta$	$K_{II}/K_I$	$+\Delta$	$-\Delta$
$P$	2700 N	$\pm 27$ N	$\pm 1,00\%$		0,56%	-0,56%		0,56%	-0,56%		0,00%	0,00%
$a$	1700 $\mu\text{m}$	$\pm 10$ $\mu\text{m}$	$\pm 0,58\%$		0,72%	-0,71%		0,63%	-0,64%		-0,08%	0,08%
$t$	4000 $\mu\text{m}$	$\pm 10$ $\mu\text{m}$	$\pm 0,25\%$		-0,67%	0,67%		-0,33%	0,33%		0,34%	-0,34%
$2b$	3000 $\mu\text{m}$	$\pm 10$ $\mu\text{m}$	$\pm 0,33\%$		-0,33%	0,33%		-0,33%	0,33%		0,00%	0,00%
$s$	-1250 $\mu\text{m}$	$\pm 50$ $\mu\text{m}$	$\pm 4\%$		-4,05%	4,06%		-0,48%	0,52%		3,72%	-3,40%
$d_i$	3000 $\mu\text{m}$	$\pm 100$ $\mu\text{m}$	$\pm 3,33\%$		1,40%	-1,48%		0,43%	-0,33%		-0,95%	1,16%
$d_a$	12000 $\mu\text{m}$	$\pm 100$ $\mu\text{m}$	$\pm 0,833\%$		0,00%	0,00%		0,00%	0,00%		0,00%	0,00%
				$\Delta K_I$ (max)	8%		$\Delta K_{II}$ (max)	3%		$\Delta K_{II}/K_I$ (max)	5%	

# Anhang F: Messwerte

Werte der SCF-Proben (sym. 4-Punkt-Biegeversuch):

Probe	Abtrag [ $\mu\text{m}$ ]	Last [kg]	Kraft [N]	Bruchzeit [sek]	Risstiefe [ $\mu\text{m}$ ]	Höhe [mm]	Breite [mm]	Länge [mm]	$K_{Ic}$ [ $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ ]
SN-A_25	156	20	467,735	17,72	138	2,844	3,994	39,68	5,098
SN-A_26	154	20	530,103	10,30	109	2,859	3,995	39,74	5,309
SN-A_27	150	20	516,695	10,06	114	2,871	3,985	39,67	5,388
SN-A_28	159	15	643,075	12,06	63	2,851	3,981	39,91	5,636
SN-A_29	175	15	789,419	14,16	34	2,834	3,979	39,77	5,473
SN-A_30	168	15	637,245	11,94	62	2,839	3,979	39,69	5,523
SN-B_01	72	7	725,668	8,90	68	2,927	3,982	39,63	5,383
SN-B_02	61	7	639,396	8,04	76	2,938	3,986	39,55	5,122
SN-B_03	93	7	896,213	10,44	33	2,895	3,993	40,77	5,595
SN-B_04	162	30	430,474	8,76	182	2,839	3,988	39,57	5,303
SN-B_05	171	30	442,411	9,02	178	2,837	3,984	39,60	5,425
SN-B_06	182	30	424,298	8,74	177	2,834	3,998	39,63	5,149

Werte der SEVNB-Proben (sym. 4-Punkt-Biegeversuch):

Probe	Bruchkraft [N]	Bruchzeit [sek]	Breite [mm]	Höhe [mm]	Länge [mm]	Kerbtiefe [μm]	Kerbradius [μm]	$K_{Ic}$ [MPavm]
SN-A_01	149,326	6,32	2,974	4,000	39,60	1193,285	7,931	4,86
SN-A_02	154,726	6,28	3,011	3,976	39,58	1154,890	8,689	4,92
SN-A_03	147,318	6,66	3,023	3,977	39,88	1284,855	6,552	5,06

Werte der SEVNB-Proben mit positiven  $K_I$ -Werten (asym. 4-Punkt-Biegeversuch):

Probe	Rissposition [ $\mu\text{m}$ ]	Bruchkraft [N]	Bruchzeit [sek]	Breite [mm]	Höhe [mm]	Länge [mm]	Kerbtiefe [ $\mu\text{m}$ ]	Kerbradius [ $\mu\text{m}$ ]	Rissablenwinkel (gemessen) [°]	Rissablenwinkel (berechnet) [°]	$K_{II}/K_I$	$K_{II}/K_I$ (Winkel)
SN-A_07	260	1498,85	9,38	3,024	3,998	40,99	1361,54	6,90	56,20	61,59	2,06	1,24
SN-A_08	260	1449,418	9,22	3,010	3,981	39,61	1329,77	5,45	59,67	61,48	2,03	1,68
SN-A_09	260	1554,461	9,60	3,006	3,985	39,64	1270,40	9,65	58,58	61,29	1,99	1,51
SN-A_10	550	1166,776	7,46	3,023	3,983	39,61	1264,83	8,14	52,59	52,75	0,98	0,97
SN-A_11	550	922,622	6,76	3,010	3,974	39,55	1339,04	9,93	49,46	53,12	1,00	0,80
SN-A_12	550	1013,686	6,66	3,025	3,952	39,61	1339,27	9,31	50,77	53,07	1,00	0,86
SN-A_13	1125	963,059	7,16	3,013	3,993	40,82	1177,17	3,17	38,85	39,02	0,47	0,47
SN-A_14	1125	892,823	6,52	3,012	3,977	40,87	1184,36	3,24	40,74	39,04	0,47	0,51
SN-A_15	1125	856,666	6,02	2,987	3,978	40,96	1272,25	5,52	39,81	39,75	0,49	0,49
SN-A_16	0	1887,865	11,28	3,026	3,989	40,97	1268,54	5,79	68,40	69,90	30,33	8,92
SN-A_17	0	2174,454	11,74	3,010	3,969	39,60	1210,56	8,34	70,27	69,85	28,13	74,71
SN-A_18	0	2200,33	12,72	3,032	3,985	40,95	1236,54	7,65	70,80	69,87	29,03	-71,41
SN-A_19	40	2082,324	12,54	3,018	3,989	39,50	1234,92	5,79	68,94	68,47	9,23	11,95
SN-A_21	40	2035,597	12,10	3,027	3,987	39,81	1222,16	6,14	69,31	68,46	9,15	15,55
SN-A_22	40	1709,914	10,32	3,021	3,984	39,95	1341,83	5,45	67,30	68,62	9,96	5,84
SN-A_23	0	1911,68	11,62	3,006	3,990	39,61	1280,83	4,69	69,81	69,91	30,76	26,39
SN-A_24	0	1825,3	11,04	3,018	3,989	39,71	1290,34	2,97	71,17	69,92	31,25	-30,03

Werte der SEVNB-Proben mit negativen  $K_I$ -Werten (asym. 4-Punkt-Biegeversuch):

Probe	Rissposition [ $\mu\text{m}$ ]	Bruchkraft [N]	Bruchzeit [sek]	Breite [mm]	Höhe [mm]	Länge [mm]	Kerbtiefe [ $\mu\text{m}$ ]	Kerbradius [ $\mu\text{m}$ ]	Rissablenkwinkel (berechnet) [°]	$K_{II}/K_I$
SN-C_01	-330	1428,082	8,56	3,010	3,988	39,79	1608,52	5,24	61,44	-2,02
SN-C_02	-330	1270,536	7,62	3,030	3,984	39,62	1628,46	5,45	61,41	-2,02
SN-C_03	-630	1665,109	9,30	3,035	3,993	39,57	1726,56	6,14	53,13	-1,00
SN-C_04	-630	2028,011	11,04	3,017	3,984	39,62	1741,40	6,41	53,06	-1,00
SN-C_05	-1275	2581,202	9,98	3,032	3,999	41,01	1634,96	4,97	40,32	-0,50
SN-C_06	-1275	2975,949	11,36	3,023	3,991	40,75	1614,55	5,66	40,28	-0,50
SN-C_07	-1275	2640,464	10,30	3,021	3,992	39,60	1516,45	9,93	40,26	-0,50
SN-C_08	-630	2036,418	11,46	3,016	3,987	39,64	1548,22	9,72	53,21	-1,01

Alle SEVNB-Proben des asym. 4-Punkt-Biegeversuches:

Probe	Rissposition [ $\mu\text{m}$ ]	$K_I/K_{Ic}$	$K_{II}/K_{Ic}$
SN-A_07	260	0,38	0,79
SN-A_08	260	0,37	0,75
SN-A_09	260	0,38	0,76
SN-A_10	550	0,58	0,57
SN-A_11	550	0,49	0,49
SN-A_12	550	0,54	0,54
SN-A_13	1125	0,92	0,43
SN-A_14	1125	0,86	0,41
SN-A_15	1125	0,88	0,43
SN-A_16	0	0,03	0,91
SN-A_17	0	0,04	1,00
SN-A_18	0	0,04	1,03
SN-A_19	40	0,11	0,97
SN-A_21	40	0,10	0,94
SN-A_22	40	0,09	0,89
SN-A_23	0	0,03	0,94
SN-A_24	0	0,03	0,90
SN-C_01	-330	-0,35	0,72
SN-C_02	-330	-0,32	0,64
SN-C_03	-630	-0,91	0,91
SN-C_04	-630	-1,13	1,13
SN-C_05	-1275	-2,74	1,38
SN-C_06	-1275	-3,14	1,57
SN-C_07	-1275	-2,60	1,30
SN-C_08	-630	-0,98	0,98

---

# Literatur

- [1] V. Tikare; Choi, S. R.: *Combined Mode I and Mode II Fracture of Monolithic Ceramics*. In: Journal of the American Ceramic Society, 76 (9)(1993), S. 2265-2272.
- [2] T. Fett; Gerteisen, G.; Hahnenberger, S.; Martin, G.; Munz, D.: *Fracture tests for ceramics under mode-I, mode-II and mixed-mode loading*. In: Journal of the European Ceramic Society, 15 (4)(1995), S. 307-312.
- [3] M. Li; Sakai, M.: *Mixed-mode fracture of ceramics in asymmetric four-point bending: Effect of crack-face grain interlocking/bridging*. In: Journal of the American Ceramic Society, 79 (10)(1996), S. 2718-2726.
- [4] S. Suresh; Shih, C. F.; Morrone, A.; O'Dowd, N. P.: *Mixed-Mode Fracture Toughness of Ceramic Materials*. In: Journal of the American Ceramic Society, 73 (5)(1990), S. 1257-1267.
- [5] M. Kuna: *Numerische Beanspruchungsanalyse von Rissen*. Vieweg + Teubner, Wiesbaden, 2010.
- [6] D. Gross; Seelig, T.: *Bruchmechanik - Mit einer Einführung in die Mikromechanik*. Springer, Berlin Heidelberg, 2011.
- [7] H. Blumenauer; Pusch, G.: *Technische Bruchmechanik*. Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1993.
- [8] R. Danzer; Lube, T.; Supancic, P.; Damani, R.: *Fracture of Ceramics*. In: Advanced Engineering Materials, 10 (4)(2008), S. 275-298.
- [9] T. L. Anderson: *Fracture Mechanics*. Taylor & Francis Group, New York, 2005.
- [10] R. Schöngrundner: *Numerische Studien zur Ermittlung der risstreibenden Kraft in elastisch-plastischen Materialien bei unterschiedlichen Belastungsbedingungen*. Institut für Mechanik, Montanuniversität Leoben, Dissertation, 2010.

- [11] S. Witschnig: *Zähigkeitsmessung an keramischen Kugeln*. Institut für Struktur- und Funktionskeramik, Montanuniversität Leoben, Diplomarbeit, 2010.
- [12] D. Munz; Fett, T.: *Ceramics - mechanical properties, failure behaviour, materials selection*. Springer, Berlin Heidelberg, 2001.
- [13] R. Damani; Gstrein, R.; Danzer, R.: *Critical notch-root radius effect in SENB-S fracture toughness testing*. In: Journal of the European Ceramic Society, 16 (7)(1996), S. 695-702.
- [14] F. Steinhart: *Bruchzähigkeit und R-Kurve einer Siliziumnitridkeramik*. Institut für Struktur- und Funktionskeramik, Montanuniversität Leoben, Diplomarbeit, 2003.
- [15] ISO/FDIS 23146: *Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) -- Test methods for fracture toughness of monolithic ceramics — Single-edge V-notch beam (SEVNB) method*. 2008.
- [16] R. Gstrein: *Vergleich von Methoden zur Bestimmung der Bruchzähigkeit in Keramiken*. Institut für Struktur- und Funktionskeramik, Montanuniversität Leoben, Diplomarbeit, 1996.
- [17] R. J. Damani; Schuster, C.; Danzer, R.: *Polished notch modification of SENB-S fracture toughness testing*. In: Journal of the European Ceramic Society, 17 (14)(1997), S. 1685-1689.
- [18] Y. Murakami: *Stress Intensity Factors Handbook*. Pergamon Press, New York, 1987.
- [19] 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 (ISO 18756, 2003)*. 2005.
- [20] S. Strobl; Supancic, P.; Lube, T.; Danzer, R.: *Surface crack in tension or in bending – A reassessment of the Newman and Raju formula in respect to fracture toughness measurements in brittle materials*. In: Journal of the European Ceramic Society, 32 (8)(2012), S. 1491-1501.
- [21] F. Erdogan; Sih, G. E.: *On the crack extension in plates under loading and transverse shear*. In: Journal of Basic Engineering, 85 (1963), S. 519-527.

- [22] G. C. Sih: *Strain-energy-density factor applied to mixed mode crack problems*. In: International Journal of Fracture, 10 (3)(1974), S. 305-321.
- [23] EN ISO 15732: *Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) -- Test method for fracture toughness of monolithic ceramics at room temperature by single edge precracked beam (SEPB) method (ISO 15732, 2003)*. 2005.
- [24] S. Fünfschilling; 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.
- [25] V. Licht; Huelsmeier, P.; Fett, T.: *Probability of cone crack initiation due to spherical contact loading*. In: Journal of the European Ceramic Society, 24 (10-11)(2004), S. 2907-2915.
- [26] H. Bückner: *A Novel Principle for the Computation of Stress Intensity Factors*. In: Zeitschrift für Angewandte Mathematik & Mechanik, 50 (9)(1970), S. 529-546.
- [27] T. Fett; Munz, D.: *Determination of Fracture Toughness at High Temperatures after Subcritical Crack Extension*. In: Communications of the American Ceramic Society, 75 (11)(1992), S. 3133-3136.
- [28] T. Fett: *Stress Intensity Factors - T-Stresses - Weight Functions (IKM 50)*. KIT Scientific Publishing, Karlsruhe, 2008.
- [29] T. Fett: *Stress intensity factors and weight functions for special crack problems*. Institut für Materialforschung, Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, Wissenschaftlicher Bericht FZKA 6025, 1998.
- [30] H.-J. Bartsch: *Taschenbuch mathematischer Formeln*. Carl Hanser Verlag, München, 2004.