

Bundesministerium für Forschung und Technologie

Forschungsbericht T 84-285

Technologische Forschung und Entwicklung

Hochtemperatur-Bruchmechanik von Siliziumnitrid

von

K. Kriz

**Institut für Werkstoffwissenschaften I
Universität Erlangen-Nürnberg
Erlangen**

Dezember 1984

Bundesministerium für Forschung und Technologie

Forschungsbericht T 84-285

Technologische Forschung und Entwicklung

Hochtemperatur-Bruchmechanik von Siliziumnitrid

von

Dr.-Ing. Karl Kriz

Institut für Werkstoffwissenschaften I
Universität Erlangen-Nürnberg

Institutsleiter:
Prof. Dr. Bernhard Ilchner

Dezember 1984

Berichtsblatt

1. Berichtsnummer BMFT-FB -T 84-285	2. Berichtsart Schlußbericht	3.
4. Titel des Berichts Hochtemperatur-Bruchmechanik von Siliziumnitrid		
5. Autor(en) (Name, Vorname(n)) Kriz, Karel		6. Abschlußdatum des Vorhabens Dezember 1982
		7. Veröffentlichungsdatum Dezember 1984
8. Durchführende Institution (Name, Adresse) Institut für Werkstoffwissenschaften Lehrstuhl I der Universität Erlangen-Nürnberg Martensstr. 5 D-8520 Erlangen		9. Ber. Nr. Durchführende Institution
		10. Förderungskennzeichen 01ZC160A
		11. Seitenzahl 77
		12. Literaturangaben 49
13. Fördernde Institution (Name, Adresse) Bundesministerium für Forschung und Technologie (BMFT) Postfach 200706 5300 Bonn 2		14. Tabellen 7
		15. Abbildungen 30
16. Zusätzliche Angaben		
17. Vorgelegt bei (Titel, Ort, Datum)		
18. Kurzfassung In Fortsetzung des Vorhabens NTS 1011 galt das Hauptinteresse der Erweiterung von Rißausbreitungsmessungen auf Temperaturen bis 1500°C und auf weitere HPSN-Sorten (mit MgO, Y₂O₃, MgO+AlN als Sinterhilfen). Eine neue Versuchstechnik erlaubt Messungen der Rißgeschwindigkeit an Doppel-Torsions-Proben trotz überlagerter Kriechverformung. Messungen anderer Größen - wie Bruchwiderstand, Kriechfestigkeit, elastische Konstanten und Dämpfung - dienen in Verbindung mit REM- und TEM-Untersuchungen der Eingrenzung möglicher Bruchmechanismen. Das Rißwachstum wird in MgO-haltigen Sorten unterhalb von ≈800°C maßgeblich durch den korrosiven Angriff von Wassermolekülen auf die Korngrenzenphase gesteuert. Die Y₂O₃-haltige Sorte bricht bis 1200°C transkristallin und zeigt keinen derartigen Einfluß. Oberhalb von 800°C beeinflusst die lokale Erweichung der Korngrenzenphase zunehmend das Bruchverhalten aller untersuchten HPSN-Sorten, wenn auch die Viskosität der Y₂O₃-haltigen Phase höher liegt. Das Bruchverhalten wird zunehmend durch die Ausbildung einer Prozeßzone um die Rißspitze beeinflusst, in der Kornabgleitungen und Sekundärrißbildungen zunächst zum Anstieg des Bruchwiderstandes führen, bevor die abnehmende Viskosität der Korngrenzenphase diese Effekte überkompensiert. Der Bruchmechanismus ist hier für alle untersuchten Werkstoffe gleich und von der Rißgeschwindigkeit abhängig.		
19. Schlagwörter Keramiken, Siliziumnitrid(HPSN), mechanische und physikalische Eigenschaften, Bruchmechanik, langsame Rißausbreitung, Kriechfestigkeit, elastische Konstanten, Dämpfung, Mikrostruktur, Mikroanalyse, Temperaturbereich 20 - 1500°C		
20	21	22 Preis DM 16,00 + MWSt.

Document Control Sheet

1. Report No. BMFT-FB -T 84-285		2. Type of Report Final Report		3.	
4. Report Title High-Temperature Fracture Mechanics of Silicon-Nitride					
5. Author(s) (Family Name, First Name(s)) Kriz, Karel				6. End of Project December 1982	
				7. Publication Date December 1984	
8. Performing Organization (Name, Address) Institut für Werkstoffwissenschaften Lehrstuhl I der Universität Erlangen-Nürnberg Martensstr. 5 D-8520 Erlangen				9. Originator's Report No.	
				10. Reference No. 01ZC160A	
				11. No. of Pages 77	
				12. No. of References 49	
13. Sponsoring Agency (Name, Address) Bundesministerium für Forschung und Technologie (BMFT) Postfach 200706 5300 Bonn 2				14. No. of Tables 7	
				15. No. of Figures 30	
				16. Supplementary Notes	
17. Presented at (Title, Place, Date)					
18. Abstract The extension of slow crack growth measurements to further HPSN-Grades (MgO, Y₂O₃, MgO+AlN as sintering aids) and up to temperatures of 1500°C represents the main point of the present work, which continues the project NTS 1011. A new testing method created allows indirect determination of crack growth rates despite of superposed creep deformations. Measurements of other properties - like fracture toughness, creep resistance, elastic and attenuation constants seave together with SEM- and TEM-investigations the limitation of possible fracture mechnisms. Below ≈800°C the slow crack growth in MgO-doped HPSN-Grades is dominantly influenced by the corrosion attack of water molecules on the grain boundary phase. The Y₂O₃ doped grade shows not such an effect and breaks up to 1200°C transcrySTALLINE. Above 800°C local softening of the grain boundary phase influences increasingly the fracture behaviour of all investigated HPSN-Grades, although there is a higher viscosity of the Y₂O₃ containing phase. It is suggested here, that the fracture behaviour will be increasingly influenced by the formation of a process-zone near the crack tip. Grain boundary sliding and secondary cracking in this zone lead first to rising crack resistance before the decreasing viscosity of the grain boundary phase overcompensates these effects. In this range the fracture mechanism is similar for all investigated HPSN-Grades and is dependent on crack growth rate.					
19. Keywords ceramics, silicon nitride (HPSN), mechanical and physical properties, fracture mechanics, slow crack growth, creep strength, elastic constants, attenuation, microstructure, microanalysis, temperature range 20 - 1500°C					
20.		21.		22. Price DM 16,00	

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung
2. Grundlagen
3. Experimentelle Methoden
 - 3.1. Probenmaterial
 - 3.2. Torsionskriechversuch
 - 3.3. Bruchmechanische Untersuchungen
 - 3.3.1. Bruchwiderstandsmessungen
4. Ergebnisse und Diskussion
 - 4.1. Allgemeine Charakterisierung der untersuchten Werkstoffe
 - 4.1.1. Chemische Zusammensetzung und Phasenanalyse
 - 4.1.2. Physikalische Eigenschaften
 - 4.1.3. Mikrostruktureller Aufbau
 - 4.1.3.2. Keramographie
 - 4.1.3.2. Durchstrahlungselektronenmikroskopie (TEM)
 - 4.2. Kriechverhalten von HPSN unter Torsionsbeanspruchung
 - 4.2.1. Temperatur- und Spannungsabhängigkeit der Kriechgeschwindigkeit
 - 4.2.2. Kriechverhalten im Langzeitversuch
 - 4.3. Bruchverhalten von HPSN und von Fensterglas
 - 4.3.1. Einfluß der Temperatur und des Umgebungsmediums auf den Bruchwiderstand von HPSN.
 - 4.3.2. Langsame Rißausbreitung
 - 4.3.2.1. Einfluß der Temperatur und des Umgebungsmediums auf die Rißausbreitung im Fensterglas
 - 4.3.2.2. Rißausbreitung in HPSN unter Wasser und unter Siliconöl bei Raumtemperatur.
 - 4.3.2.3. Einfluß der Temperatur auf das langsame Rißwachstum im HPSN
 - 4.3.2.3.1. HPSN mit MgO- bzw. MgO/ALN-Zusätzen
 - 4.3.2.3.2. HPSN mit Y_2O_3 -Zusatz
5. Vergleichende Diskussion der untersuchten Werkstoffeigenschaften und Folgerungen für die Anwendung
6. Schrifttum
7. Tabellen und Abbildungen

1. Einleitung

Keramische Werkstoffe im allgemeinen und Sonderkeramiken im Besonderen gewinnen zunehmend an Bedeutung als Konstruktionswerkstoffe für mechanisch und thermisch hochbeanspruchte Bauteile. So wird zum Beispiel gegenwärtig intensiv versucht einzelne, besonders exponierte Triebwerkskomponenten aus diesen Werkstoffen herzustellen. Die Aktivitäten richten sich vor allem auf die Erhöhung des thermodynamischen Wirkungsgrades von Kfz-Gasturbinen durch Steigerung der Prozeßtemperatur auf 1350°C. Unter den Sonderkeramiken, die sich als Alternative für diesen Anwendungszweck anbieten, wurde besonders eingehend das Siliziumnitrid Si_3N_4 untersucht /1/, wobei die heißgepreßte Qualität ein erhebliches Entwicklungspotential bietet. Die dichten HPSN-Werkstoffe besitzen bei Raumtemperatur hervorragende Festigkeitseigenschaften, die es bis zu Temperaturen von etwa 1400°C zu konservieren gilt. Erschwerend wirken dabei herstellungsbedingte silikatische Korngrenzenphasen, die neben der Kriechfestigkeit und Oxidationsbeständigkeit auch das Bruchverhalten dieser Werkstoffe stark beeinflussen. Letzteres gilt es wegen der bekannten Sprödigkeit bzw. sehr geringen Duktilität insbesondere zu untersuchen, zu charakterisieren und zu verbessern.

Als Beitrag zur Werkstoffkennzeichnung, die gleichermaßen für den Hersteller als auch für den Anwender von Bedeutung ist, wurde im Förderungszeitraum die Ermittlung von Rißausbreitungsdaten und Bruchwiderstandswerten auf weitere HPSN-Qualitäten der Fa. Annawerk und auf weitere Temperaturen (bis 1500°C) ausgedehnt. Parallel dazu wurden andere Größen - wie elastische Konstanten, Dämpfung, Kriechverhalten - untersucht, die in Verbindung mit Fraktographie, Durchstrahlungselektronenmikroskopie und Mikroanalytik der Korngrenzenphasen einen Zusammenhang zwischen dem Bruchverhalten, der chemischen Zusammensetzung und dem Mikrogefüge herstellen. Ferner werden Aktivierungsenergien der Rißausbreitung in HPSN und im Fensterglas - als Modellwerkstoff für die Korngrenzenphase - bestimmt und hinsichtlich möglicher physikalischer Grundvorgänge diskutiert.

2. Grundlagen

Wegen der bekannten Sprödigkeit keramischer Werkstoffe bietet sich für die Beschreibung ihres Festigkeitsverhaltens die linear-elastische Bruchmechanik (LEBM) an, die durch Verwendung von künstlich angerissenen oder an gekerbten Proben eine Abseparierung von Einflüssen durch herstellungs- oder bearbeitungsbedingte Fehler (Risse) gestattet. Dadurch kann die LEBM Festigkeitswerte liefern, die in höherem Maße werkstoffspezifisch sind als solche, die in gängigen Bruchfestigkeitsmessungen ermittelt werden.

Die Spannungsverteilung vor der Spitze eines Risses kann in einem Werkstoff, der sich makroskopisch gesehen linear-elastisch verhält, durch den Spannungsintensitätsfaktor K_I beschrieben werden, der entsprechend der Beziehung /2.1/

$$K_I = \sigma \cdot \sqrt{a} \cdot Y(a/h) \quad (2.1)$$

von der angelegten Spannung σ und von der Rißlänge a abhängt; h ist hier die Probenhöhe und $Y(a/h)$ eine Korrekturfunktion, die neben der Rißgeometrie auch die endlichen Probenabmessungen berücksichtigt. Für Biegeproben mit gerader durchgehender Rißfront ist diese Korrekturfunktion in /2.2/ und /2.3/ angegeben und für Biegeproben mit kleinen halbelliptischen oder halbkreisförmigen Oberflächenanrissen in /2.4/.

Das Bruchverhalten eines spröden Werkstoffes kann näherungsweise durch die Angabe des kritischen Spannungsintensitätsfaktors K_{IC} (auch Bruchwiderstand genannt) charakterisiert werden. Dabei wird K_{IC} als diejenige Spannungsintensität angesehen, bei der der Bruch sehr schnell (kritisch) erfolgt. Da aber bekanntlich in vielen spröden Werkstoffen schon bei z.T. deutlich niedrigeren K_I -Werten die langsame Rißausbreitung einsetzt, gewinnen Untersuchungen zur Abhängigkeit der Rißausbreitungsgeschwindigkeit v von der angelegten Spannungsintensität K_I zunehmend an Bedeutung, zumal der K_{IC} -Wert lediglich einen Punkt der v - K_I -Kurve darstellt.

Zur Beschreibung der langsamen Rißausbreitung als thermisch aktivierter Vorgang werden im wesentlichen zwei Ansätze verwendet. Einerseits der "Exponentialansatz" zwischen v und K_I /2.5/:

$$v = v_0 \exp \left\{ - \frac{\Delta Q_f^0 - K_I}{RT} \right\} \quad (2.2)$$

Mit v_0 als Normierungsgröße, ΔQ_f^0 als Aktivierungsenergie der Rißausbreitung bei $K_I=0$ und als Konstante. Mit Hilfe dieser Beziehung wurde mehrfach versucht, insbesondere die an Glas /2.5/ und am Saphir-Einkristall /2.13/ gewonnenen Rißausbreitungsergebnisse zu beschreiben. Die schlechte Übereinstimmung zwischen der physikalisch begründbaren Gl. (2.2) und dem Experiment mag der Grund für die stärkere Verbreitung des empirischen "Potenzgesetzes" der Rißausbreitung /z.B. 2.6, 2.7/

$$\frac{v}{v_0} = \left(\frac{K_I}{K_I^0} \right)^{n(T)} \exp \left\{ - \frac{\Delta Q_f}{RT} \right\}, \quad (2.3)$$

mit dessen Hilfe die Rißausbreitung im Bereich I der v - K_I -Kurve gekennzeichnet werden kann. Dabei sind v_0 und K_I Normierungsgrößen, $n(T)$ der temperaturabhängige Rißausbreitungsexponent und ΔQ_f^0 die formale Aktivierungsenergie des Rißwachstums. Aufgrund von Kriechresultaten an HPSN /4.5/ ist zu erwarten, daß auch der Rißausbreitungsmechanismus zwischen Raumtemperatur und 1500°C wechseln wird, was sich in einer Änderung von ΔQ_f^0 ausdrücken müßte. Während für den unteren Temperaturbereich (bis etwa 1100°C) keine Untersuchungen zum Rißausbreitungsmechanismus im HPSN bekannt sind, gibt es für hohe Temperaturen einige Ansätze /2.10, 2.11), die daß Rißwachstum als ein diffusionsgesteuertes Zusammenwachsen von Korngrenzenhohlräumen betrachten. Höhere Rißgeschwindigkeiten bewirken Kornabgleitprozesse in unmittelbarer Umgebung der Rißspitze, die bei starren Körnern durch Bildung von Mikrorissen an Korntripelpunkten akkomodiert werden /3.9/. Die damit verbundene zusätzliche Energiestreuung führt zum Anstieg des Bruch- bzw. Rißwiderstandes mit zunehmender langsam erfolgter Rißverlängerung Δa bis zu einem Plateau-Wert, der je nach Werkstoff und Versuchsbedingungen bei unterschiedlichen Δa -

Werten erreicht wird /2.12/.^{*} Ferner ist nach /2.10/ damit zu rechnen, daß bei schneller Reißausbreitung der Meniskus der flüssigen intergranularen Phase instabil wird und daß der Flüssigkeitsfilm in eine fingerartige Struktur aufbricht. Dieser Vorgang besitzt eine gewisse Ähnlichkeit mit spröder Reißausbreitung und könnte daher die stärkere K_I -Abhängigkeit der Reißgeschwindigkeit in diesem Bereich erklären helfen.

3. EXPERIMENTELLE METHODEN UND ANALYSEVERFAHREN

3.1 Probenmaterial

Untersucht wurden fünf kommerzielle HPSN-Qualitäten der Fa. Annawerk/Rödenthal, die sich in der Art und der Menge an zugesetzten Sinterhilfsmitteln unterschieden. Neben zwei Werkstoffen mit jeweils 2,5 Gew. % MgO, die zu verschiedenen Zeitpunkten (1980 bzw. 1981) unter der gleichen Produktbezeichnung NH 206⁺ bezogen wurden, standen HPSN-Qualitäten mit 3,5 - 3,7 Gew. % MgO (NH 202⁺), mit 6,8 - 8,1 Gew. % Y₂O₃ (NH 209⁺) sowie eine mit 2,5 Gew. % MgO zur Verfügung, der zur erleichterten Auskristallisation der Korngrenzenphase 2 Gew. % AlN zugesetzt wurden. Die einzelnen HPSN-Qualitäten werden in den weiteren Abschnitten folgendermaßen bezeichnet:

HPSN + 2,5 Gew. % MgO (1980)	- Sorte 1
HPSN + 2,5 Gew. % MgO (1981)	- Sorte 2
HPSN + 2,5 Gew. % MgO + 2 Gew. % AlN	- Sorte 3
HPSN + 3,5 - 3,7 Gew. % MgO	- Sorte 4
HPSN + 7 - 8 Gew. % Y ₂ O ₃	- Sorte 5

^{*} Derartige Effekte wurden bereits früher an Metallen /2./ und an Al₂O₃-Keramik /2./ bei Raumtemperatur beobachtet und im Sinne der sog. R-Kurve (R-Δa-Kurve) beschrieben.

⁺ Herstellerbezeichnung

Es sollte nicht unerwähnt bleiben, daß die Eigenschaften von HPSN durch kleine Variation der Herstellerparameter - wie Aufbereitung und Reinheit des Ausgangspulvers und des Sinterhilfsmittels sowie Temperatur- und Druckverlauf während des Heißpressens - sehr stark beeinflußt werden können. Diese Herstellungsparameter sind dem Autor im einzelnen nicht bekannt; ihr Einfluß läßt es jedoch verständlich erscheinen, daß die Eigenschaftswerte von 2 Chargen desselben Produktes - 1980 und 1981 hergestellt - nicht übereinstimmen.

Als Modellwerkstoff für die Korngrenzenphase in HPSN mit MgO-Zusatz wurde ferner ein Natronkalkglas (normales Fensterglas) zu Rißausbreitungsmessungen herangezogen.

3.2 Torsionskriechversuche

Als Probenwerkstoffe für die Torsionskriechexperimente dienten die HPSN-Sorten 1 (mit MgO-Zusatz) und 5 (mit Y_2O_3 -Zusatz). Die Messungen wurden an Luft bei $1300^{\circ}C$ in der bereits früher vorgestellten DT-Apparatur durchgeführt /3.1/. Die Proben waren einerseits flache Torsionsstäbe, deren Abmessungen mit $2 \times 10,6 \times 70 \text{ mm}^3$ ziemlich genau den Einzelbalken von DT-Proben entsprachen, wie sie im Abschnitt 3.3.2. und in /3.1/ für bruchmechanische Experimente verwendet wurden. Andererseits kamen auch "DT-Kriechproben" zum Einsatz, die - einer tief angerissenen bruchmechanischen DT-Probe ähnlich - eingesägt wurden, wobei der Kerbgrundradius des Sägeschnittes so groß gewählt wurde, daß kein Rißwachstum während des Kriechversuches auftrat. Die Belastungskonfiguration und die rechnerische Behandlung beider Probenarten läßt sich anhand der Abb. 3.1 erläutern. Es ist leicht nachzuvollziehen, daß bei kleinen Winkeln φ für die Schiebung γ in der Mantelfläche der breiteren Querschnittsseite gilt /3.2/:

$$\gamma = \frac{y}{L_{\text{eff}}} \quad (3.1)$$

Entsprechend ergibt sich durch Differentiation der Gl. (3.1) die Formänderungsgeschwindigkeit in der Oberfläche $\dot{\gamma}$ zu:

$$\dot{\gamma} = \dot{\gamma} / l_{\text{eff}}$$

Für die Schubspannungen in einem flachen Stab mit rechteckigem Querschnitt ergibt sich nach /3.3/ folgendes:

- a) Die Schubspannung entlang der Schmalseite des Balkens τ_{xy} ist vernachlässigbar klein.
- b) Die maximale Schubspannung in der Randfaser herrscht entlang der Balkenbreitseite. Für diese Spannung $\tau_{xz} = \tau_{\text{max}}$ gilt im elastischen Fall:

$$\tau_{\text{max}}(\text{el}) = \varphi \cdot \frac{3 \cdot F \cdot b_m}{2 \cdot b \cdot d^2} \quad (3.3)$$

Dabei ist φ ein Korrekturfaktor, der die relative Stabdicke berücksichtigt.

Bei Berücksichtigung der Spannungsabhängigkeit der Fließgeschwindigkeit (Spannungsabbau durch Fließvorgänge) erhält man die maximale Schubspannung im plastischen Fall /3.2/:

$$\tau_{\text{max}}(\text{plast}) = \frac{3n'+1}{4n'} \cdot \tau_{\text{max}}(\text{el}) \quad (3.4)$$

Dabei ist n' der Spannungsexponent der Kriechgeschwindigkeit (Potenzgesetz).

3.3. Bruchmechanische Untersuchungen

3.3.1. Bruchwiderstandsmessungen

Die Bruchwiderstandsmessungen wurden an 4-Punkt-Biegeproben (Abmessungen: $2,5 \times 3,8 \times 28 \text{ mm}^3$) im Temperaturbereich von 20 bis 1400°C durchgeführt. Als Prüfkörper dienten dabei in diesem Abschnitt vorwiegend Proben mit kleinen natürlichen Anrissen auf der Zugseite, die durch Knoop-Härteeindrücke erzeugt wurden (Verfahrensdetails siehe /3.4/). Mit Hilfe dieser Methode, die u.a. auch von Petrovic et al. /3.5/ und von Ziegler /3.6/ bereits früher angewandt wurde, sollte der Einfluß endlich kleinere Kerbgrundradien sowie der Rißlängeneinfluß (zum Vergleich mit DT-Probe) auf den Bruchwiderstand herausgearbeitet werden. Ebenfalls sollte hiermit untersucht werden, ob ein dem Turbinenabgas /3.7/ ähnliches Gasgemisch die Bruchwiderstandswerte von HPSN bei zwei verschiedenen Prüfungsgeschwindigkeiten ($v_T = 5$ und $100 \mu\text{m}/\text{min}$) und bei hohen Temperaturen beeinflusst. Zur Gegenüberstellung wurde für eine Qualität (NH 202) auch der Bruchwiderstands-Temperatur-Verlauf an Biegeproben ermittelt, die mit schmalen (Breite: ca. $65\text{--}70 \mu\text{m}$) geraden Sägekerben als Ersatzfehler versehen waren, wobei die relative Kerbtiefe stets bei etwa 30% der Probenhöhe lag.

3.3.2. Messungen langsamer Rißausbreitung

Zu Messungen der langsamen Rißausbreitung im HPSN und in Fensterglas wurde fast ausschließlich die Doppel-Torsions-Probe (DT-Probe) /3.8/ verwendet. Bei konstanter Belastung wurden mit dieser Methode folgende Einflüsse untersucht:

- a) Temperaturabhängigkeit der Rißausbreitung in HPSN und Fensterglas an Luft
- b) Einfluß der Wasseraktivität im Umgebungsmedium auf die Rißausbreitung in HPSN

Die für diese Untersuchungen entwickelte Prüfapparatur für Temperaturen bis 1500°C wurde bereit früher vorgestellt /3.1/. Als Proben dienten planparallel geläppte HPSN-Platten (Abmessungen: $2 \times 22 \times 70 \text{ mm}^3$) einer-

seits, sowie Fensterglasplatten (Abmessungen: $3 \times 22 \times 70 \text{ mm}^3$) andererseits, die zum Erzielen langsamer Riausbreitung angerissen werden muten. Zur Erzeugung von Anrissen, deren exakte Mittigkeit und Parallelitt zu den Probenkonstanten von enormer Bedeutung fr die weitere Riausbreitung sind, wurden mehrere Verfahren versucht /3.9/. Die letztlich verwendete mehrstufige Kerbmethode ist aus der Abb. 3.2 ersichtlich. Derart vorprparierte Proben wurden dann in einer Universalprfmaschine bei konstanter Querschnittsgeschwindigkeit von 1 bzw. 50 m/min kontrolliert angerissen.

Durch das aufwendige Kerbverfahren konnte die Ausschubquote der DT-Versuche erheblich gesenkt werden.

Die in Abb. 3.3 schematisch dargestellte DT-Probe kann man sich zusammengesetzt denken aus zwei flachen Balken der Breite $W/2$, der Dicke d und der Lnge a , die jeweils durch die Kraft $F/2$ tordiert werden. Bei kleinen Verschiebungen δy der Lastangriffspunkte (siehe Abb. 3.4) gilt fr die Nachgiebigkeit C :

$$C \quad \delta y / F = \frac{6 \cdot W_m^2 (1 - \nu)}{d^3 W \cdot E \zeta} \cdot a = B \cdot a \quad (3.5)$$

Dabei ist ζ eine Korrekturfunktion fr endlich dnne Platten /3.3/, die Poisson-Zahl und E der Elastizittsmodul. Alle anderen Gren sind der Abb. 3.4 zu entnehmen. Mit $B = dC/da$ ergibt sich aus Gl. (3.5) der Spannungsintensittsfaktor K_I in Anlehnung an Irwin /3.10/ zu:

$$K_I = \frac{F \cdot W_m}{d^2} \sqrt{\frac{3(1 + \nu)}{W \zeta}} \quad (3.6)$$

(Gl. (3.6) gilt unter der Annahme des ebenen Spannungszustandes).

Fr die Rigeschwindigkeit v folgt aus Gl. (3.5) im elastischen Fall und bei $F = \text{const.}$:

$$v = da/dt = dy/dt \cdot B^{-1} \cdot F^{-1} \quad (3.7)$$

Wie bereits angedeutet, fhrt Gl. (3.7) nur dann zu exakten Ergebnissen, wenn sich die Dt-Probe rein elastisch verhlt (Abb. 3.5 a). Eventuell berlagerte anelastische Vorgnge in den tordierten Einzelbalken knnen insofern absepariert werden, als bei lngeren Versuchszeiten ihr Beitrag

zur Gesamtverschiebungsgeschwindigkeit der Lastangriffspunkte $\dot{y}_{ges}$ gegen Null geht.

Tritt neben der Rißausbreitung und den anelastischen Vorgängen bei sehr hohen Temperaturen auch noch die plastische Verformung der tordierten Balken auf, so versagt die herkömmliche indirekte Bestimmung der Rißgeschwindigkeit nach Gl. (3.7), weil der "plastische Beitrag" $\dot{y}_{pl}$ in der Beziehung

$$\dot{y}_{ges} = \dot{y}_i + \dot{y}_{anel} + \dot{y}_{pl} \quad (3.8)$$

innerhalb relevanter Versuchsdauern sehr viel größer ist als die beiden anderen Komponenten. In der Literatur wird das Auftreten makroskopischer Plastizität bei DT-Bruchversuchen im Hochtemperaturbereich nur vereinzelt am Rande erwähnt /2.6/. Karunaratne /2.7/ ist in Anbetracht dieser Problematik dazu übergegangen, die Rißlänge vor und nach jedem Belastungsversuch zu vermessen. Da diese Methode in Anbetracht der Ofenaufheiz- bzw. Abkühlzeiten von je etwa 4-5 Stunden sehr aufwendig erschien, wurde nach anderen Wegen der indirekten Rißlängen- und damit auch der Rißgeschwindigkeitsbestimmung gesucht.

Aus umfangreichen Nachgiebigkeitseichungen der DT-Proben /3.9/ wurde schließlich deutlich, daß bei entsprechend empfindlicher Wegmessung die aktuelle Rißlänge durch Teilentlastungsversuche indirekt bestimmt werden kann, und zwar trotz überlagerter Kriechverformung der Torsionsbalken. Das Prinzip dieses Verfahrens ist in Abb. 3.5b dargestellt.

Ausgegangen wird von isothermen Versuchsbedingungen, bei denen neben der Rißausbreitung auch eine starke plastische Verformung der tordierten Einzelbalken möglich ist. Zu Versuchsbeginn wird eine Last F_i angelegt. Nach kurzer Zeit entlastet man einige Male (Mittelwertbildung) um ein zweckmäßigerweise konstant gehaltenes ΔF . Als Meßgröße interessiert die elastische Rückverformung Δy_{il} . Die genaue Trennung der elastischen und der anelastischen Rückverformung ist experimentell sehr schwer durchführbar. Ohne einen großen Fehler befürchten zu müssen, kann man bei der Auswertung diejenige Rückverformung Δy als elastisch ansehen, die inner-

halb eines sehr kleinen und für alle Teilentlastungen gleichbleibenden Zeitintervalls δt 0,1s nach der eigentlichen Entlastung erfolgt. Danach wird die Probe eine bestimmte Zeit Δt_i unter der Last F_i gehalten. Am Ende der Belastungsperiode erfolgen wieder einige Teilentlastungen um ΔF ; sie liefern die zugehörigen Δy_{ij} -Werte. Aus den so gewonnenen $(\Delta y_{ij}, \Delta F)$ -Wertepaaren können nach der Beziehung

$$C_{ij} = \frac{\Delta y_{ij}}{\Delta F} \quad (j = 1, 2) \quad (3.9)$$

die Nachgiebigkeiten zu Beginn C_{i1} und am Ende C_{i2} der Belastungsperiode ermittelt werden. Mit Hilfe der Gleichung (3.5), die sich als

$$C_{i1} = C_0 \cdot B \cdot a_{i1} \quad (3.10 \text{ a})$$

bzw.

$$C_{i2} = C_0 \cdot B \cdot a_{i2} \quad (3.10 \text{ b})$$

umschreiben läßt, ergibt sich die Rißverlängerung Δa_i zu

$$\Delta a_i = a_{i2} - a_{i1} = \frac{C_{i2} - C_{i1}}{B} \quad (3.11)$$

Aus der Rißverlängerung und der Belastungsdauer Δt_i folgt für die mittlere Rißgeschwindigkeit:

$$v = \frac{\Delta a_i}{\Delta t_i} \quad (3.12)$$

Der zugehörige Spannungsintensitätsfaktor kann entsprechend der Gleichung (3.6), die für rein elastisches Verhalten des Werkstoffs gilt, auch hier mit guter Näherung angegeben werden.

Bei der Anwendung dieses Verfahrens sind im Interesse gesteigerter Meßgenauigkeit folgende Punkte zu berücksichtigen:

- a) An die DT-Probe sollte einige Stunden vor Beginn des eigentlichen Rißausbreitungsversuches eine Last angelegt werden, bei der das Rißwachstum langsam ist, unter der aber die anelastischen Vorgänge in den Torsionsbalken im hohen Maße ablaufen können. Während des Rißausbreitungsversuches selbst empfiehlt es sich mit stufenweise steigender Last zu arbeiten, da anderenfalls die anelastische Rückverformung, die dann besonders schwer von der elastischen zu trennen ist, zu falschen Resultaten führen kann.
- b) Die Rißlängenänderungen Δa_i müssen hinreichend groß sein (etwa 1 bis 2 mm); d.h. bei kleinen Rißgeschwindigkeiten sind die Belastungsdauern Δt_i entsprechend lang zu wählen.
- c) Das Maß der Entlastung ΔF_i sollte an den Elastizitätsmodul des untersuchten Werkstoffs und an die Versuchsgeometrie angepaßt sein (bei der verwendeten Versuchsanordnung erwies sich für HPSN ein $\Delta F=50\text{N}$ als optimal).

Die eben erläuterte Methode zur indirekten Rißlängenbestimmung wurde unter Berücksichtigung der oben aufgeführten Randbedingungen an einigen DT-Proben lichtmikroskopisch überprüft. Die Ergebnisse sind in der Tabelle 3.1 zusammengestellt. Es zeigt sich eine gute Übereinstimmung der indirekt aus der Nachgiebigkeitsänderung berechneten Rißverlängerungen Δa_{ber} mit den lichtmikroskopisch gemessenen Werten Δa_{LM} . Die größte Differenz betrug etwa 10%.