

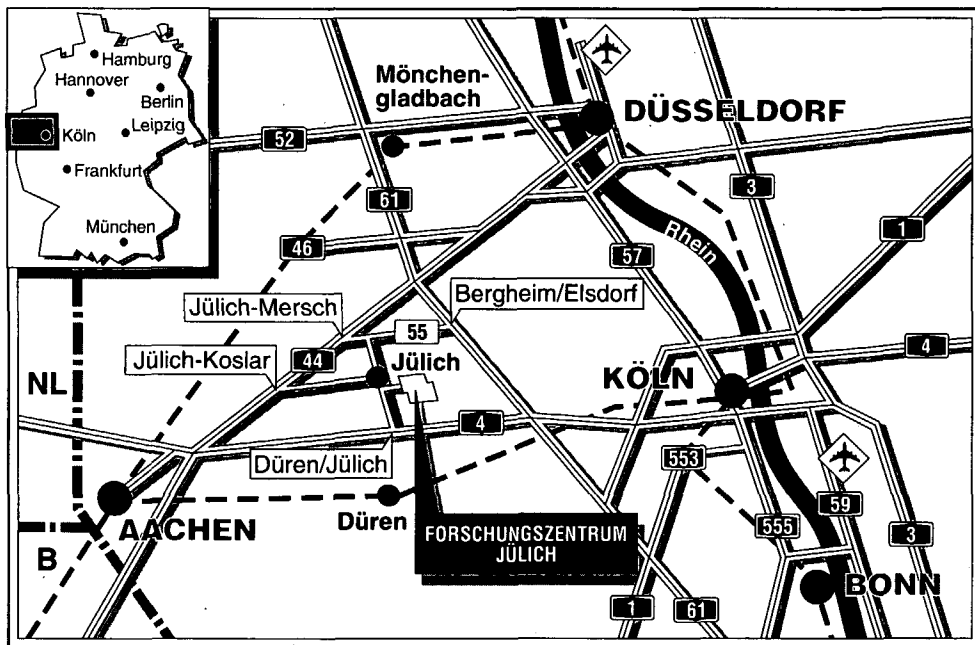
13/6.91



Institut für Reaktorwerkstoffe

**Bruchmechanische Untersuchungen
zum Rißwiderstandsverhalten bei nicht-
umwandlungsverstärkten Keramiken
am Beispiel von Aluminiumoxid**

K.K.O. Bär, G. Kleist, H. Nickel



Berichte des Forschungszentrums Jülich ; 2460

ISSN 0366-0885

Institut für Reaktorwerkstoffe Jül-2460

D 82 (Diss. T.H. Aachen)

Zu beziehen durch: Forschungszentrum Jülich GmbH · Zentralbibliothek

Postfach 1913 · D-5170 Jülich · Bundesrepublik Deutschland

Telefon: 02461/61-6102 · Telefax: 02461/61-6103 · Telex: 833556-70 kfa d

Jül-2460

März 1991

ISSN 0366-0885

Bruchmechanische Untersuchungen zum Rißwiderstandsverhalten bei nicht- umwandlungsverstärkten Keramiken am Beispiel von Aluminiumoxid

K.K.O. Bär*, G. Kleist, H. Nickel

* Dissertation

Fracture mechanical investigations about crack
resistance behaviour in non-transforming ceramics
in particular aluminum oxide

by

K.K.O. Bär*

G. Kleist

H. Nickel

Abstract

The aim of this work is the clarification of R-curve behaviour of non-transforming ceramics, in particular aluminum oxide exhibiting incrySTALLINE fracture.

Investigations of crack growth in controlled bending experiments were performed using 3-Pt- and 4-Pt-bending samples of differing sizes under inert conditions. The fracture experiments were realized using several loading techniques, for example constant and varying displacement rates, load rupture ($P = 0$) and relaxation tests ($\dot{v} = 0$). In addition unloading and reloading experiments were performed to investigate hysteresis curves and residual displacements in accordance with R-curve behaviour.

During the crack-growth experiments, the crack extension was measured in situ using a high resolution immersion microscop. With this technique, the fracture processes near the crack tip (crack activity zone) was observed as well.

The crack resistance as a function of crack extension (R-curve) was determined using differing calculation methods. All of the methods used resulted in approximately identical R-curves, within the statistical error band. The crack resistance at initiation R_0 was 20 N/m. The crack resistance increased during approximately 3 mm of growth to a maximum of 90 N/m. A decrease in the crack resistance was determined for large a/W (crack length normalized with sample height) values, independent of the calculation methods.

The R-curve behaviour was interpreted as due to a functional resistance behind the observed crack tip, which arises from a volume dilatation in the crack activity zone while the crack proceeds.

* Doctoral Thesis

**Bruchmechanische Untersuchungen zum Rißwiderstands-
verhalten bei nicht-umwandlungsverstärkten Keramiken am
Beispiel von Aluminiumoxid**

von

K.K.O. Bär*

G. Kleist

H. Nickel

Kurzfassung

Zielsetzung der Arbeit ist die Klärung der Ursache des R-Kurvenverhaltens nicht-umwandlungsverstärkter Keramiken am Beispiel eines interkristallin brechenden Aluminiumoxidwerkstoffs.

Rißfortschrittsuntersuchungen wurden in kontrollierten Biegeversuchen bei 3-Punkt- und 4-Punkt-Belastungen an Proben unterschiedlicher Größe unter inertten Bedingungen ausgeführt. Dabei wurden unterschiedliche Belastungsabläufe realisiert. Vorgegeben wurden konstante und variable Durchbiegungsraten, mit den Grenzfällen $P = 0$ (Zeitstandversuch) und $v = 0$ (Relaxationsversuch). In weiteren Versuchen mit Entlastungs- und Wiederbelastungszyklen wurden die bleibende Probendurchbiegung und das Hystereseverhalten zur Deutung des R-Kurvenverhaltens herangezogen.

Während der Rißfortschrittsexperimente wurde die Rißverlängerung in situ mit einem hochauflösenden Immersionsmikroskop gemessen und Bruchvorgänge im Rißspitzenbereich (Rißaktivitätszone) beobachtet. Der Rißwiderstand in Abhängigkeit von der Rißverlängerung (R-Kurve) wurde nach verschiedenen Auswerteverfahren bestimmt. Sie führten im Rahmen der Streuung zu einer hinreichend guten Übereinstimmung der R-Kurvenverläufe. Der Rißwiderstand bei Rißinitiierung R_0 beträgt etwa 20 N/m. Während einer Rißverlängerung von ≈ 3 mm steigt der Rißwiderstand bis zu einem Maximalwert von 90 N/m an. Alle Auswerteverfahren ergeben für hohe a/W -Werte einen Abfall der R-Kurve. Das R-Kurvenverhalten in der untersuchten Aluminiumoxidkeramik wird auf einen Reibungswiderstand hinter der optisch gemessenen Rißspitze zurückgeführt. Als Ursache hierfür wird eine Volumendilatation der Rißaktivitätszone bei Rißfortschritt angenommen.

* Dissertation

1.	Einleitung und Problemstellung	1
2.	Literaturübersicht zum Bruchverhalten von Aluminiumoxid bei Raumtemperatur	3
3.	Grundlagen zum Bruchverhalten spröder Werkstoffe	7
3.1	Die Griffith-Theorie	7
3.2	Die linear-elastische Bruchmechanik (LEBM)	9
3.3	Das Dugdale-Modell	12
3.4	Das J-Integral	14
3.5	Das subkritische Rißwachstum	17
3.6	Modelle zum R-Kurvenverhalten für nicht-umwandlungsverstärkte Keramiken	20
3.6.1	Rißflankenmodelle	21
3.6.1.1	Modell von Steinbrech et al.	21
3.6.1.2	Modell von Lawn und Mai	28
3.6.1.3	Modell von Majumdar et al.	32
3.6.2	Modelle zur spannungsinduzierten Mikrorißbildung	36
3.6.2.1	Modell von Evans et al.	36
3.6.2.2	Modell von Pompe und Kreher	40
3.6.2.3	Modell von Buresch und Osterstock	44
3.6.2.4	Theoretische Berechnungen zum Einfluß von Mikrorissen	47
3.7	Zusammenfassende Diskussion zu den bruchmechanischen Untersuchungen zur Bestimmung und Klärung des R-Kurvenverhaltens nicht-umwandlungsverstärkter keramischer Werkstoffe	49
4.	Experimentelle Arbeiten	52
4.1	Notwendige Versuche zur Bestimmung des R-Kurvenverhaltens und weiteren Klärung der hierfür ursächlichen Mechanismen	52
4.1.1	Vergleich der Auswertemethoden	53
4.1.2	Probentyp und Probengrößeneinfluß	54

4.1.3	Einfluß der Versuchssteuerung auf das Rißausbreitungsverhalten	55
4.1.4	Untersuchung auf zeitabhängiges R-Kurvenverhalten	56
4.1.5	Ursache der bleibenden Durchbiegung	56
4.1.6	In situ-Beobachtungen des Rißspitzen- und Rißflankenbereichs während der Rißausbreitung	57
4.2	Werkstoffbeschreibung	57
4.2.1	Chemische und Röntgenfeinstrukturanalyse	58
4.2.2	Gefügeanalyse	62
4.2.3	Dichte und Elastizitätsmodulbestimmung	67
4.3	Versuchsapparatur	68
4.3.1	Versuchsanordnung zur kontrollierten Rißausbreitung	68
4.3.2	Apparatur zur hochauflösenden optischen Rißlängenmessung und zur Beobachtung des Rißspitzen- und Rißflankenbereichs	69
5.	Ergebnisse	74
5.1	Bruchmechanische Untersuchungen	74
5.1.1	Vergleich der Auswerteverfahren bei der Bestimmung des R-Kurvenverlaufs	74
5.1.2	R-Kurvenverlauf bei 3-Punkt-Biegebelastung und 4-Punkt-Biegebelastung verschiedener Probengrößen	78
5.1.3	Untersuchung des Einflusses der Versuchssteuerung	80
5.1.3.1	Kontinuierliche Rißausbreitungsversuche mit unterschiedlichen Durchbiegungsraten	82
5.1.3.2	Rißausbreitungsversuche mit Relaxationsphasen	84
5.1.3.3	Rißausbreitungsversuche bei konstanter Last (Zeitstandversuch)	86
5.1.4	Untersuchungen zur bleibenden Durchbiegung und Hysterese	89
5.2	Hochauflösende in situ-Beobachtungen des Rißspitzen- und Rißflankenbereichs	91
6.	Diskussion	103
7.	Zusammenfassung	119
8.	Literaturverzeichnis	123

1. Einleitung und Problemstellung

Hochreine und dichte Oxid- und Nichtoxidkeramiken, die als "Hochleistungs"- oder "Ingenieurkeramik" bezeichnet werden, zählen zu den Materialien mit zunehmender technischer Bedeutung /1, 2, 3/. Wegen guter elektrischer und thermischer Isoliereigenschaften, der chemischen Resistenz gegenüber korrosiven Medien und des herausragenden Verschleißverhaltens ist der Einsatz zahlreicher ingenieurkeramischer Werkstoffe bereits etabliert. Die im Vergleich zu metallischen Legierungen geringere Dichte und die Eignung für höhere Einsatztemperaturen, selbst unter korrosiven bzw. oxidativen Bedingungen, begründen die derzeitigen Anstrengungen zur Weiterentwicklung keramischer Werkstoffe als Strukturmaterialien in mechanisch, thermisch und korrosiv hochbeanspruchten Bauteilen. Anwendungsmöglichkeiten bestehen für Otto- und Dieselmotoren, Gasturbinen, Hochtemperaturwärmetauscher, für Komponenten im Hochtemperaturreaktor und im Fusionsreaktor und in der Raumfahrttechnik /4, 5, 6, 7, 8/.

Eine große Erschwernis bei allen technischen Anwendungen stellt die Sprödigkeit der Keramiken dar. Aufgrund fehlender Gleitsysteme können lokale Spannungsüberhöhungen nicht wie bei metallischen Werkstoffen, durch plastische Verformung abgebaut werden, so daß materialinhärente Inhomogenitäten wie Einschlüsse, Poren und Risse nach Lage und Größe die Festigkeit keramischer Bauteile bestimmen. Die statistische Verteilung dieser Defekte hinsichtlich Gestalt, Größe und Orientierung bestimmt die Festigkeitsverteilung. Mit der statistischen Festigkeitstheorie nach Weibull /9/ läßt sich die experimentell ermittelte Festigkeitsstreuung keramischer Prüfproben durch die material-spezifischen Parameter "charakteristische Bruchspannung σ_0 " und "Weibullmodul m " beschreiben.

Ausgehend von Untersuchungen des Bruchverhaltens spröder Werkstoffe wurde die linear-elastische Bruchmechanik (LEBM) entwickelt /10, 11/. Hiernach entspricht die bei infinitesimalem Rißfortschritt benötigte Energie pro erzeugte Bruchoberfläche der doppelten spezifischen Oberflächenenergie Γ_0 - dem sogenannten Rißwiderstand R -, die für linear-elastische Werkstoffe einen konstanten Wert hat und unabhängig von der Rißverlängerung ist /12/.

In verschiedenen Untersuchungen an Gesteinen /13/, Beton und Mörtel /14, 15/, Graphiten /16/ und einigen mono- bzw. mehrphasigen keramischen Werkstoffen /17, 18/ wurde festgestellt, daß noch nach dem Einsatz einer kontrollierten Rißausbreitung im Bauteil eine Belastungssteigerung ohne katastrophales Versagen ertragen werden kann. Dies entspricht einem Anstieg des Rißwiderstands während der Rißausbreitung - dem sogenannten R-Kurvenverhalten - das nach der klassischen linearelastischen Bruchmechanik (LEBM) nicht auftreten sollte und mit deren Ansätzen auch nicht erklärt werden kann, wenn nicht zusätzliche Annahmen gemacht werden.

Für die Sicherheitsbewertung keramischer Bauteile werden häufig die Parameter gemessener Festigkeitsverteilungen nach Weibull und die Bruchkennwerte der LEBM herangezogen. Die gemessenen Kennwerte des nominell gleichen Werkstofftyps sind aber oft sehr unterschiedlich und widersprüchlich. Ursache hierfür ist, daß diese Werkstoffe aufgrund unterschiedlicher Gefügeausbildung und Defektstruktur (Eigenspannungen, Fremdphasen, Korngrenzenbelegung) in ihren Festigkeitseigenschaften und dem Bruchverhalten stark variieren können /19, 20/. Die Entwicklung und der zuverlässige Einsatz keramischer Werkstoffe wird dadurch gefördert, daß die Zusammenhänge zwischen den makroskopischen, ingenieurtechnisch verwendbaren Festigkeitsdaten und den mikroskopischen Gefügeparametern zur Beschreibung der Mikrobruchvorgänge bekannt sind. Die Untersuchung dieser mikroskopischen Bruchprozesse ist insbesondere für die Weiterentwicklung und Optimierung der Werkstoffherstellung zu zäheren, "rißtoleranteren" Werkstoffen notwendig /21, 22/.

Die Untersuchungen des Rißwachstumsverhaltens besonders hinsichtlich der Frage wodurch der variable Rißwiderstand eines Werkstoffs beeinflusst wird, haben eine zentrale Bedeutung für die Untersuchung der Mikrobruchvorgänge in Keramiken.

Im ersten Teil dieser Arbeit werden verschiedene, in der Fachliteratur veröffentlichte, physikalisch-mathematische Ansätze (Modellvorstellungen) vergleichend analysiert und auf ihre Anwendbarkeit untersucht:

- Reibung und Verhakung nichtebener Rißflanken (Effekte der Bruchflächentopographie, der Probengeometrie und des Belastungsmodus)
- belastungsinduzierte Ausbildung einer sich mit Rißfortschritt ändernden Mikrorißzone (Prozeßzone).
- Rißflankenwechselwirkung infolge mikrorißbedingter Volumendehnung

Auswertungen der in der Fachliteratur mitgeteilten Versuchsergebnisse zum R-Kurvenverhalten zeigen, daß neben den materialinhärenten Ursachen (z.B. Gefügebildung, Fremdphasenbestand, herstellungsbedingte Eigenspannungen), die versuchstechnischen Parameter und auch die Auswerteverfahren selbst den gemessenen R-Kurvenverlauf beeinflussen können /23/. Bislang liegt eine eindeutige und unwidersprochene Erklärung der ursächlichen Mechanismen des R-Kurvenverhaltens bei nicht-umwandlungsverstärkten Keramiken nicht vor.

Im zweiten Teil der Arbeit werden, ausgehend von der theoretischen Analyse und der Literaturstudie, als geeignet betrachtete Versuche zur weiteren Aufklärung des Rißausbreitungsverhaltens bei gleichzeitigem Anstieg des Rißwiderstandes spezifiziert und experimentell an einem hochreinen, grobkörnigen Aluminiumoxidwerkstoff ausgeführt.

2. Literaturübersicht zum Bruchverhalten von Aluminiumoxid bei Raumtemperatur

Untersuchungen an Aluminiumoxid sind in den vergangenen 20 Jahren in einer derartigen Vielfalt vorgenommen worden, daß eine umfassende und vollständige Literaturübersicht sicherlich den Rahmen dieser Arbeit sprengen würde. Es sei hier daher auf eine umfangreiche Zusammentragung von Untersuchungen zu Herstellung, Eigenschaften und Anwendung von Aluminiumoxid von Dörre und Hübner /24/ und Morrell /25/ hingewiesen. Es werden im folgenden daher nur experimentelle Arbeiten angeführt, die wichtig erscheinende Einflüsse auf das Bruchverhalten von Al_2O_3 studieren.

In nicht-kubischen einphasigen Werkstoffen wie dem hexagonalen α -Aluminiumoxid /26/ treten wegen der anisotropen, thermischen Kontraktion während der Abkühlung von der Sintertemperatur thermisch induzierte Eigenspannungen im Material auf /27/. Eine vollständige Spannungsrelaxation /28, 29/ infolge des Fehlens des plastischen Fließens und des Korngrenzengleitens unterhalb einer kritischen Temperatur ist i.a. nicht möglich /30, 31/. Hieraus resultieren bleibende Eigenspannungen. Die Größe der verbleibenden, thermisch bedingten Eigenspannungen ist sehr stark von der Abkühlrate, der Materialkorngröße und der Anwesenheit von amorphen Korngrenzphasen abhängig /32, 33, 34, 35/. Die Thermoeigenspannungen beeinflussen mit ihrer Wirkung auf das Werkstoffgefüge

(Größe, Verteilung und Orientierung der Körner und Porosität) sehr stark das Bruchverhalten anisotroper keramischer Werkstoffe.

Ausgehend von der Aussage der LEBM (vgl. Kap. 3), daß die Bruchspannung umgekehrt proportional zur Quadratwurzel der Korngröße ist, formulierte bereits 1964 Clarke /27/ eine Modellvorstellung. Hiernach entstehen in anisotropen, spröden Werkstoffen durch die Eigenspannungen an den Poren und Korngrenzen Mikrorisse. Er nahm an, daß im Versagensfall die Mikrorisse durch Relaxation der Eigenspannungen bis zur Kornfacettenlänge angewachsen sind. Mit diesem Modell konnte er eine gute Korrelation mit experimentellen Ergebnissen an Berylliumoxid erreichen. Doch Davidge und Tappin /36/ zeigten, daß bei Annahme einer versagenskritischen Rißlänge gleich dem Korndurchmesser, die Bruchenergie für BeO um eine Größenordnung zu niedrig im Vergleich mit dem experimentellen Ergebnis berechnet wird.

Die Autoren wiesen nach, daß die Eigenspannungen und das Entstehen von Mikrorissen in der Größe der Korndurchmesser für die Höhe der äußeren Bruchspannung maßgeblich sind. Auch für Al_2O_3 konnte keine allgemeingültige, bruchmechanisch begründete, Korrelation zwischen der Bruchspannung und der mittleren Korngröße gegeben werden /24, 37/. Nur für große Korngrößen ($D > 40 \mu\text{m}$) konnte eine $1/\sqrt{D}$ -Abhängigkeit der Bruchspannung abgeleitet werden, wohingegen für Korngrößen $D < 40 \mu\text{m}$ die Bruchspannungen als unabhängig von der Korngröße angesehen werden müssen und andere Effekte, wie z.B. fertigungsbedingte Fehler, für die Festigkeit maßgeblich sind.

In jüngsten Untersuchungen von Kristic /38/ wird aber ein Modell präsentiert, mit dem die Zusammenhänge zwischen der Korngröße und der Festigkeit von nicht-kubischen, spröden Keramiken hergestellt werden. Er führt eine Spannungsintensitätsbetrachtung (vgl. Kap. 3) für Thermoeigenspannungen und äußere Spannungen in einem mit natürlichen Fehlern (Poren, Fehler an Tripelpunkten) behafteten nicht-kubischen Körper durch. Dies führt zu einer Abhängigkeit der Festigkeit von der mittleren Korngröße, dem Verhältnis der Größen inhärenter Fehler zur mittleren Korngröße und von einem Eigenspannungsterm, der seinerseits ebenfalls von dem genannten Größenverhältnis abhängt. Mit einer geeigneten Wahl der Modellparameter läßt sich eine gute Übereinstimmung mit experimentellen Festigkeitsuntersuchungen an Al_2O_3 und TiO_2 erzielen. Wie andere Untersuchungen zeigen, ist die Festigkeit von Al_2O_3 weiterhin von der Textur, der Porosität, von Sinteradditiven und von den elastischen Konstanten (Elastizitätsmodul, Querkontraktionszahl) abhängig /24, 39, 40, 41, 42/. Aus

der Menge der herstellungsbedingten und der materialspezifischen einander beeinflussenden Parameter läßt sich erklären, daß die für den Ingenieur wichtige Bruchfestigkeit für das Verständnis der Bruchmechanismen nur ein unzureichender Kennwert sein kann.

Häufig wird daher statt dessen versucht, das Bruchverhalten durch die Bestimmung bruchmechanischer Kennwerte wie der Bruchzähigkeit K_{IC} , der Bruchenergie Γ und des Rißwiderstandes R zu beschreiben. Aber auch hier zeigen sich gleiche oder ähnlich vielfältige Abhängigkeiten wie bei den Festigkeitsuntersuchungen /39, 40, 43, 44/. Hinzu kommt, daß der interkristalline bzw. transkristalline Verlauf der Bruchfläche als weitere Abhängigkeit erkannt wurde /39, 40, 45/.

Aus verschiedenen Untersuchungen /17, 39, 46-49/ ging hervor, daß vor Einsatz des spontanen Versagens eine Phase stabiler Rißausbreitung erfolgen kann, die durch äußere Einflüsse wie die Prüfgeschwindigkeit und das Prüfmedium gesteuert wird.

Die als kontrolliertes Rißwachstum bezeichnete - hiermit ist nicht das subkritische Rißwachstum infolge der korrosiven Wirkung des Prüfmediums gemeint (Kap. 3.5) -, dem katastrophalen Bruch vorangehende Abfolge lokaler, mikroskopischer Bruchprozesse wird mittlerweile als der für das Bruchverhalten nicht-kubischer, keramischer Werkstoffe maßgebliche Vorgang erachtet. Experimentelle und theoretische Untersuchungen zum langsamen kontrollierten Rißwachstum stellen in den letzten Jahren einen Schwerpunkt in der Schadensforschung keramischer Werkstoffe dar. Dies ist insbesondere darin begründet, daß man bei verschiedenen keramischen Werkstoffen wie bei Al_2O_3 einen Anstieg des Rißwiderstandes bei langsamer Rißausbreitung feststellte /17, 45, 50/. Die Klärung der ursächlichen Mechanismen des Materialverhaltens könnte im Hinblick auf zähere, rißtolerantere keramische Werkstoffe an Bedeutung gewinnen.

Trotz der Vielzahl der durchgeführten experimentellen Untersuchungen zum R-Kurvenverhalten von Aluminiumoxid /37, 45, 47, 50-55/ sind dessen Mechanismen und die quantitative Beschreibung der Einflußgrößen bis heute weder eindeutig geklärt noch mit den derzeitigen Modellen umfassend theoretisch beschrieben. Der Sachverhalt wird in Kap. 3.6 dargestellt.

Eine vom Verfasser vorgenommene Auswertung von veröffentlichten Ergebnissen bruchmechanischer Untersuchungen an Al_2O_3 zeigt, daß neben den bereits beschriebenen materialinhärenten Ursachen, Auswerteverfahren und versuchstechnische Parameter den R-Kurvenverlauf beeinflussen /23/. In Abb. 2.1 sind diese Einflußfaktoren dargestellt. Umfassender wird dies in Kap. 3.6 und 3.7 diskutiert.

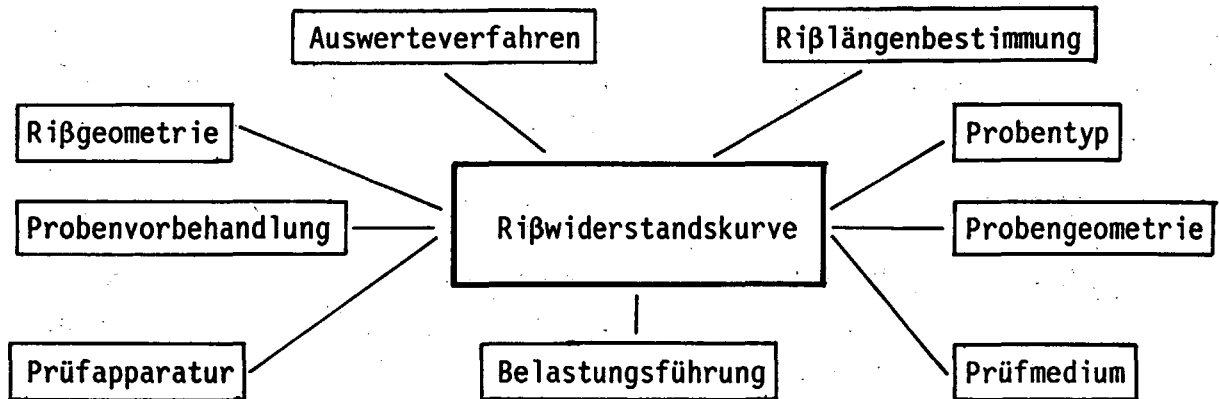


Abb. 2.1: Einflußfaktoren für die Bestimmung des R-Kurvenverlaufs

3. Grundlagen zum Bruchverhalten spröder Werkstoffe

3.1 Die Griffith-Theorie

Aufbauend auf den Untersuchungen von Inglis /56/, der die Spannungserhöhung am Rande eines elliptischen Loches in einer unendlich ausgedehnten Platte, die unter der externen einachsigen Zugspannung σ_y steht, berechnete, führte Griffith /10/ für einen mathematischen scharfen Riß der Länge $2a$, die den Grenzfall des elliptischen Loches ($2b \rightarrow 0$) (Abb. 3.1) darstellt, eine Energiebetrachtung durch:

Die Änderung der potentiellen Energie ΔU durch Einfügung des Risses der Länge $2a$ ist:

$$\Delta U = W - U_e \quad (3.1)$$

wobei W der aufzubringenden Oberflächenenergie zur Schaffung der doppelten freien Oberfläche des Risses entspricht:

$$W = 4 a \Gamma_0 \quad (3.2)$$

und U_e die elastisch freiwerdende Energie bei Einfügung des Risses darstellt:

$$U_e = \frac{\pi a^2 \sigma^2}{E^*} \quad (3.3)$$

mit $E^* = E$ ebener Spannungszustand
 $E^* = E(1-\nu^2)$ ebener Dehnungszustand

Als Kritikalitätsbedingung für Rißausbreitung gilt:

$$\frac{\partial(\Delta U)}{\partial a} = 0 = \frac{\partial(W - U_e)}{\partial a} \quad (3.4)$$

so daß bei Rißausbreitung gilt:

$$\frac{\pi a \sigma^2}{E^*} \geq 2 \Gamma_0 \quad (3.5)$$

Das Griffith'sche Bruchkriterium (Gl. 3.5) ist unter folgenden Annahmen entwickelt:

1. Der betrachtete Körper ist homogen, isotrop und verhält sich linear-elastisch bis zum Bruch
2. Der Körper ist im Gleichgewichtszustand (keine kinetischen oder zeitabhängigen Effekte)
3. Der Riß der Länge $2a$ ist genügend groß ($2a \gg$ Gefügedimension), aber klein gegenüber den Probenabmessungen, und die Rißufer sind überall, außer in der unmittelbaren Nähe der Rißspitze, weiter voneinander entfernt als der Radius der atomaren Wechselwirkung und damit kräftefrei.

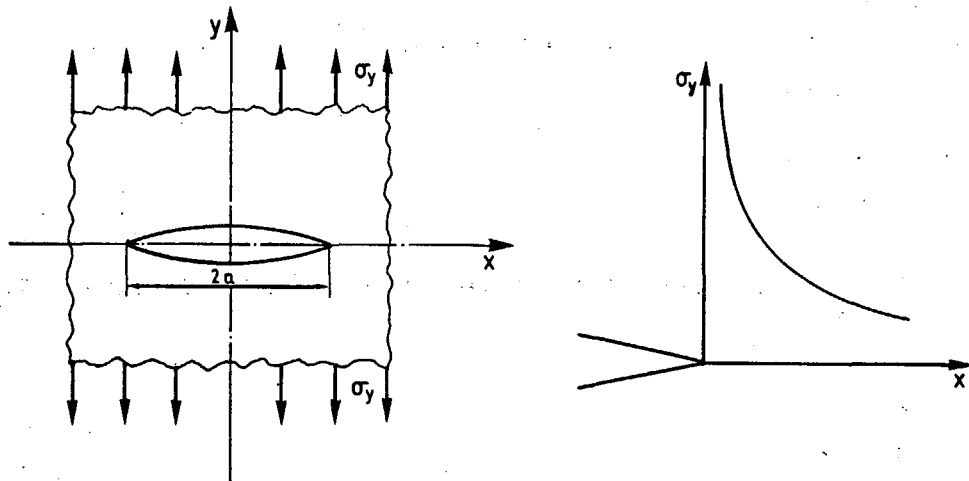


Abb. 3.1: Belastung eines Griffith-Risses

Experimentelle Untersuchungen ergaben allerdings, daß die Griffith-Theorie den Einfluß des Mikrogefüges mit Möglichkeiten der zusätzlichen Energiedissipation im Rißspitzenbereich durch plastische Verformungen und Mikrorißbildungen nicht befriedigend beschreibt.

3.2 Die linear-elastische Bruchmechanik (LEBM)

Eine wesentliche Erweiterung der Griffith-Theorie führte Irwin /11/ mit der Berücksichtigung der plastischen Zone an der Rißspitze aus (Abb. 3.2).

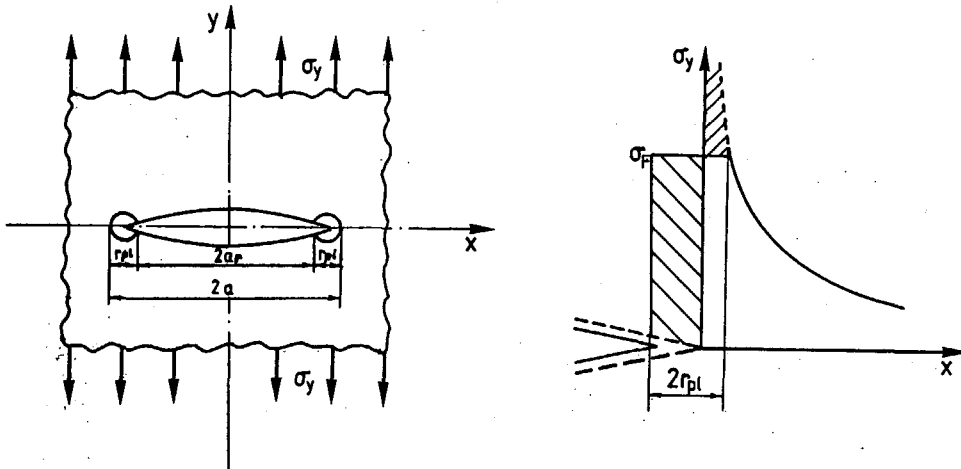


Abb. 3.2: Rißbelastung nach Irwin

Unter der Annahme, daß bei Rißausbreitung im Rißspitzenbereich zusätzlich zur Erzeugung freier Rißoberfläche dA ein weiterer Energiebetrag dissipiert wird, läßt sich die Griffith'sche Bruchbedingung (Gl. 3.4) als örtliche Bedingung für die Rißspitze formulieren. Die benötigte Oberflächenenergie wird durch den gesamten Energiebedarf zur Rißverlängerung ersetzt. Die Instabilitätsbedingung für den spröden Riß erhält man nach Gl. 3.4

$$-\frac{\partial U_e}{\partial a} \geq 2 \Gamma_{\text{eff}} \quad (3.6)$$

Mit der Definition

$$G := -\frac{\partial U_e}{\partial a} \quad (3.7)$$

ergibt sich $G \geq 2 \Gamma_{\text{eff}}$

Die Energiefreisetzungsrate G mit der Dimension einer Kraft pro Länge, d.h. Energie pro Oberfläche, kann als Kraft aufgefaßt werden, die den Riß öffnet und vorantreibt. Sie wird nach Irwin auch als Rißerweiterungskraft G bezeichnet. Nach Irwin erfolgt der Bruch, wenn die Rißerweiterungskraft G einen kritischen Wert G_C übersteigt. Die kritische Rißerweiterungskraft G_C wird mit der Definition

$$R := G_C \quad (3.8)$$

auch als Rißwiderstand R bezeichnet, so daß der Rißwiderstand R eine Materialkenngröße für das Versagen darstellt und für linear-elastisches Verhalten gerade $2 \Gamma_{\text{eff}}$ entspricht.

Irwin zeigte weiter /57/, daß sich eine an der Rißspitze beliebige Beanspruchung durch Superposition von drei Grundmoden darstellen läßt. Unter der Annahme, daß die Rißflanken kräftefrei sind, die Dissipationszone klein gegenüber den Probenabmessungen bzw. der Ligamentlänge ("small-scale yielding") ist, lassen sich die Spannungs- und Dehnungsverteilungen nach den elastischen Lösungen nach Sneddon /58/ darstellen.

Für eine unendlich ausgedehnte Platte ergibt sich hiernach das allgemeine Ergebnis für Spannungsverteilungen im Abstand von der Rißspitze für beliebige Belastungsmoden:

$$\sigma_{i,k} = \frac{K_n}{\sqrt{2 \pi r}} F_{i,k}^n(\Theta) \quad (3.9)$$

mit $i,k = x,y,z$

Belastungsmodusindex $n = \text{I, II, III}$

wobei $F_{i,k}^n(\Theta)$ eine reine Winkelfunktion darstellt.

K_n stellen Konstanten für die jeweiligen Belastungsmoden dar, die nicht von r und Θ abhängen, welche auch als Spannungsintensitätsfaktoren bezeichnet werden und ein Maß für die Spannungserhöhung an der Rißspitze darstellen. Für einen Griffith-Riß unter einer einachsigen Zugspannung σ (Abb. 3.1) beträgt die Spannungsintensität an der Rißspitze nach Gl. (3.9):

$$K = \sigma \sqrt{\pi a} \quad (3.10a)$$

Mit Gl. (3.3) und Gl. (3.7) läßt sich die Äquivalenz der Spannungsintensität nach Gl. (3.10a) und dem Energiekriterium zeigen:

$$G = \frac{K^2}{E^*} \quad (3.11a)$$

und

$$G_C = \frac{K_C^2}{E^*} \quad (3.11b)$$

Nach Gl. (3.8) und Gl. (3.11b) erhält man ein gleichwertiges Bruchkriterium für K , wenn K einen kritischen Spannungsintensitätsfaktor K_C erreicht, der auch als Bruchzähigkeit K_C bezeichnet wird und ebenfalls einen Materialkennwert darstellt. Für die Berechnung Γ von K_C für Proben mit endlichen Abmessungen muß eine geometrieabhängige Korrektur ausgeführt werden, so daß sich mit der Bruchspannung σ_{Br} und der zugehörigen Rißlänge a_C

$$K_C = \sigma_{Br} \sqrt{a_C} f\left(\frac{a}{W}\right) \quad (3.12a)$$

ergibt.

Wie Irwin /59/ zeigte, kann, basierend auf der Kerbspannungslehre von Neuber /60/, eine der Gl. (3.10a) entsprechende Beziehung für K_C abgeleitet werden. Ausgehend von einer flachen Kerbe mit endlichem Radius k (k klein gegen die Rißlänge), kann nach Neuber die Spannungskonzentration im Kerbgrund beschrieben werden:

$$K^* = \frac{1}{2} \sigma_m \sqrt{\pi k} \quad (3.10b)$$

wobei σ_m die maximale Zugspannung im Kerbgrund ist.

Eine dem Spannungsintensitätsfaktor entsprechende Beziehung entsteht mit der Grenzwertbetrachtung $k \rightarrow 0$:

$$K = \lim_{k \rightarrow 0} \frac{1}{2} \sigma_m \sqrt{\pi k} \quad (3.10c)$$

Eine der Gl. (3.12a) äquivalente Form ist aus Gl. (3.10c) erreicht, wenn mit $k \rightarrow 0$ $K = \text{const} = K_C$ ist. Hier gilt dann:

$$K = K_C \frac{1}{2} \sigma_{mc} \sqrt{\pi \psi} \quad (3.12b)$$

Die Ersatzstrukturlänge ψ und die kritische Zugspannung σ_{mc} sind hiernach materialspezifische Parameter, die sich experimentell bestimmen lassen.

Die bisher vorgestellten Formeln zur Berechnung von K gelten streng nur für linear-elastisches Werkstoffverhalten mit der Erweiterung des "small-scale yielding" im unmittelbaren Rispspitzenbereich für genügend große Proben. Der Rißwiderstand R ist konstant unabhängig vom Rißfortschritt Δa .

3.3 Das Dugdale-Modell

Im Unterschied zur LEBM, entwickelte Dugdale ein Modell, das plastische Vorgänge im Bereich des "Small scale Yieldings" beim Bruchvorgang berücksichtigt /61/.

In einem ideal elastisch-plastischen Material wird ein hypothetischer effektiver Riß angenommen, der um 2ρ länger ist als der physikalische Riß (Griffith-Riß) $2a$. Der Teil 2ρ ist nicht wirklich gerissen, das Material kann in diesem Schädigungsbereich noch die Fließspannung σ_{ys} ertragen, so daß im Bereich 2ρ ($\rho \ll a$) die Fließspannung σ_{ys} der äußeren Spannung σ entgegengesetzt gerichtet als Rißschließspannung wirkt (Abb. 3.3).

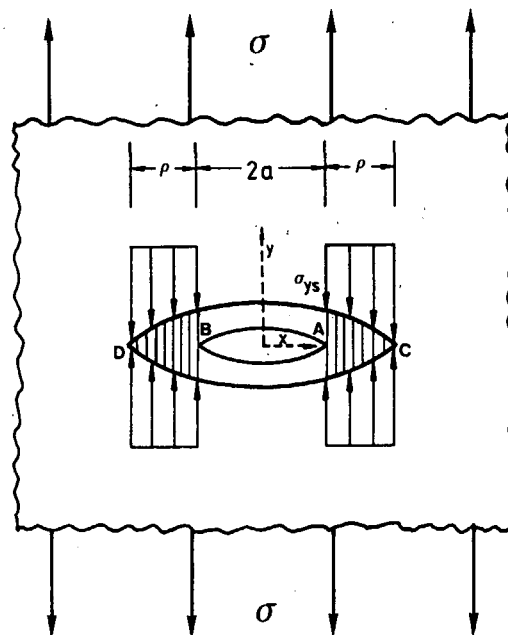


Abb. 3.3: Belastung des Risses nach Dugdale

Die Größe von ρ soll gerade so groß sein, daß an den Rißspitzen des effektiven Risses (Pkt. C bzw. D) die Spannungssingularität verschwindet, das heißt, die Spannungsintensität soll hier gleich Null sein. Die Gleichgewichtsbedingungen an dem Riß sind erfüllt, wenn die durch die äußere Belastung resultierende Spannungsintensität K_{au} durch die im Bereich ρ wirkende abschirmende Spannungsintensität K_ρ kompensiert wird. Es gilt, daß:

$$K_{au} = - K_\rho \quad (3.13)$$

mit

$$K_{au} = \sigma \sqrt{\pi (a + \rho)}$$

und

$$K_\rho = 2 \sigma_{ys} \sqrt{\frac{a + \rho}{\pi}} \arccos\left(\frac{a}{a + \rho}\right) \quad (3.13a)$$

Die Größe der plastischen Zone ist dann:

$$\rho = \frac{\pi \sigma^2 a}{8 \sigma_{ys}^2} = \frac{\pi K_{au}^2}{8 \sigma_{ys}^2} \quad (3.14)$$

Durch Umformung von Gl. (3.14) läßt sich der kritische Spannungsintensitätsfaktor K_C berechnen:

$$K_C = K_{au} = 2 \sigma_{ys} \sqrt{\frac{2}{\pi} \rho} \quad (3.15)$$

so daß der kritische Spannungsintensitätsfaktor mit den Materialkennwerten der Fließspannung σ_{ys} und der Größe der plastischen Zone ρ korrelierbar ist.

Im Dugdale-Modell sind folgende Annahmen impliziert:

1. Das Material ist im Bereich ρ ideal plastisch, sonst ideal elastisch.
2. Die Spannungsverteilung im Körper ist unabhängig von den elastischen Konstanten.
3. Die plastische Zone ρ ist sehr klein gegenüber der Länge des Risses ("small scale yielding")

3.4 Das J-Integral

Bisher wurde implizit angenommen, daß die plastischen Verformungen im Rißspitzenbereich so gering und lokal begrenzt sind, daß die Voraussetzungen für die Anwendung der Gesetzmäßigkeit der linear-elastischen Bruchmechanik weiterhin Gültigkeit besitzen. Bei nicht linear-elastischem oder elasto-plastischem Materialverhalten während der Rißausbreitung läßt sich mit der von Rice /62/ entwickelten J-Integral-Methode eine allgemeine Energiebetrachtung für ein belastetes, rißbehaftetes Kontinuum durchführen. Nach Rice entspricht das J-Integral der Änderung der potentiellen Energie U während der Flächenvergrößerung um $dA = Bda$:

$$J = -\frac{1}{B} \frac{\partial U}{\partial a} = -\frac{1}{B} \frac{\partial}{\partial a} \int_0^v P \, dv \quad (3.16)$$

Die Gültigkeit von Gl. (3.16) ist nicht auf linear-elastisches Werkstoffverhalten beschränkt und auch die Stationarität der Rißausbreitung wird nicht gefordert /63/.

Die Ausführung der Differentiation ergibt:

$$J = -\frac{1}{B} \frac{\partial}{\partial a} \int_0^v P \, dv \quad (3.17)$$

$$= \frac{1}{B} \int_0^P \left(\frac{\partial v}{\partial a} \right)_P dP + \frac{v}{B} \frac{\partial P}{\partial a}$$

0; $P = \text{const}$

Die Gesamtverformung v setzt sich aus einem elastischen Anteil v_{el} und einem bleibenden, irreversiblen Verformungsanteil v_{irr} zusammen.

Mit $v = v_{el} + v_{irr}$ in Gl. (3.17) folgt:

$$J = \frac{1}{B} \int_0^P \left(\frac{\partial v_{el}}{\partial a} \right)_P dP + \frac{1}{B} \int_0^P \left(\frac{\partial v_{irr}}{\partial a} \right)_P dP \quad (3.17a)$$

für $C^* = C_{entl.} = v_{el}/P$ (Abb. 3.4) gilt weiter:

$$J = \frac{1}{B} \int_0^P \left(\frac{\partial (C^* P)}{\partial a} \right)_P dP + \frac{1}{B} \int_0^P \left(\frac{\partial v_{irr}}{\partial a} \right)_P dP$$

$$= \frac{1}{B} \frac{dC^*}{da} \int_0^P P dP + \frac{1}{B} \frac{dv_{irr}}{da} \int_0^P dP$$

$$J_C = - \frac{1}{B} \frac{dU_c}{da} = \frac{1}{2B} P^2 \frac{dC^*}{da} + \frac{1}{B} P \frac{dv_{irr}}{da} \quad (3.18a)$$

Gl. (3.18a) läßt sich aus Last-Entlastungsversuchen aus dem Last-Verschiebungsdiagramm (Abb. 3.4) ermitteln.

Der zum Rißfortschritt notwendige gesamte Energiebedarf ergibt sich somit aus der Summe der Änderung der elastischen Verformungsenergie (1. Term rechte Seite von Gl. (3.18a)) und der Änderung einer irreversiblen Verformungsenergie (2. Term rechte Seite der Gl. (3.18a)).

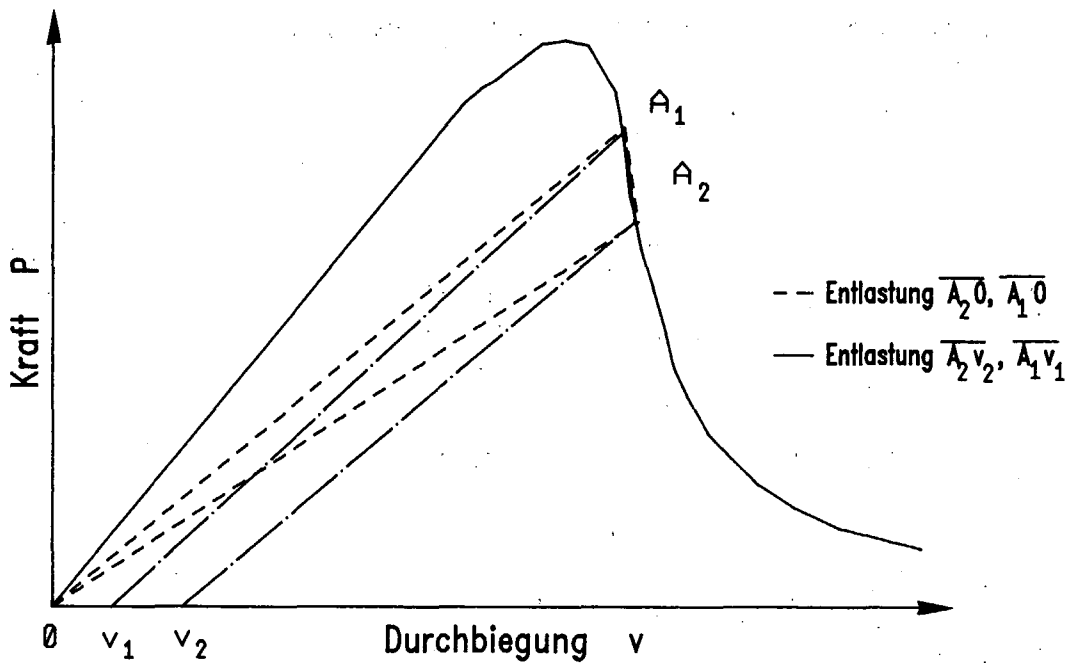


Abb. 3.4: Last-Verschiebungsdiagramm mit Rißausbreitung von a_1 nach a_2

Wenn der irreversible Verformungsenergieterm vernachlässigbar ist, d.h. $\delta v_{irr}/\delta a = 0$, entspricht Gl. (3.18a) dann der linear-elastischen Lösung:

$$R \equiv G_C \equiv J_C = \frac{1}{2B} P^2 \frac{dC}{da} \quad (3.18b)$$

Wird während des Rißfortschritts Δa zunehmend Energie dissipiert, allerdings derart, daß makroskopisch keine bleibende Verschiebungen meßbar sind, d.h. weiterhin die Bedingungen von small-scale yielding erfüllt sind, läßt sich ein Rißwiderstandsanstieg mit Δa mit Gl. (3.18b) beschreiben. Hierbei muß aber die Äquivalenz von Gl. (3.11b) und Gl. (3.18b) weiter gelten. Der Rißwiderstandsverlauf nach der Griffith-Theorie, der LEBM und für nicht linear-elastisches Werkstoffverhalten unter "small scale yielding" Bedingungen sind in Abb. 3.5 schematisch dargestellt.

Ein Rißwiderstandsanstieg bei Rißfortschritt Δa wird bei Metallen mit dem Anwachsen der plastischen Zone erklärt /64/.

Eine Bestimmung des Rißwiderstandsverlaufs für quasistatische Rißausbreitung nicht linear-elastischer Werkstoffe läßt sich daher nach Gl. (3.18a) vornehmen. Hierbei ist Gültigkeit des small scale yieldings nicht notwendig.

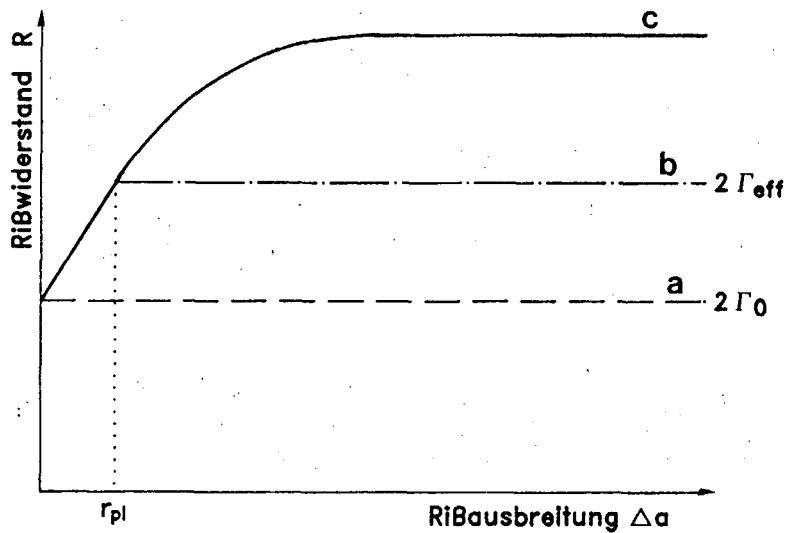


Abb. 3.5: RiBwiderstandsverlauf a) nach Griffith; b) LEBM; c) nicht linear-elastisches Bruchverhalten bei small scale yielding

3.5 Das subkritische RiBwachstum

In den bisherigen Ausführungen wurde der Bruchvorgang quasistatisch betrachtet, zeitabhängige Effekte wurden nicht berücksichtigt. Unter Belastung in nicht-inerter Atmosphäre wird bei Aluminiumoxid, wie bei den meisten keramischen Werkstoffen, bereits bei Raumtemperatur eine zeitabhängige Festigkeit beobachtet [66, 67]. Diese zeitabhängige Festigkeit zeigt sich in dynamischen Versuchen in einer von der Belastungsgeschwindigkeit abhängigen Festigkeit, mit abnehmender Spannungssteigerungsrate sinkt die Bruchspannung. Bei bzw. in statischen Belastungsversuchen wurde festgestellt, daß Prüfkörper bei Spannungen zu Bruch gehen, die sie zunächst über längere Zeiträume hinweg ertragen haben. Die Lebensdauer infolge dieses statischen Ermüdungsphänomens sinkt mit zunehmendem Belastungsniveau.

Die beobachtete Festigkeitsdegradation wird in beiden Fällen mit spannungsabhängigem Rißwachstum vorhandener Risse, dem sogenannten subkritischen Rißwachstum, erklärt. Das subkritische Rißwachstum kann bereits weit unterhalb des kritischen Spannungsintensitätsfaktors K_{IC} , bei dem katastrophaler Bruch erfolgt, einsetzen. Die Ursache hierfür liegt in der "korrosiven" Wirkung des Umgebungsmediums auf das Rißwachstum, die weitgehend auf den in ihm enthaltenen Wassergehalt zurückgeführt wird /49, 67/. Durch die Anlagerung und Wechselwirkung von Wassermolekülen mit der geschädigten Kristallstruktur des Werkstoffs an der Rißspitze wird die für das Rißwachstum notwendige Energie herabgesetzt /49, 68/.

Das subkritische Rißwachstum läßt sich in Abhängigkeit von der Rißfortschrittsgeschwindigkeit $\dot{a}$ und dem durch die äußere Belastung resultierenden Spannungsintensitätsfaktor K_I erfassen.

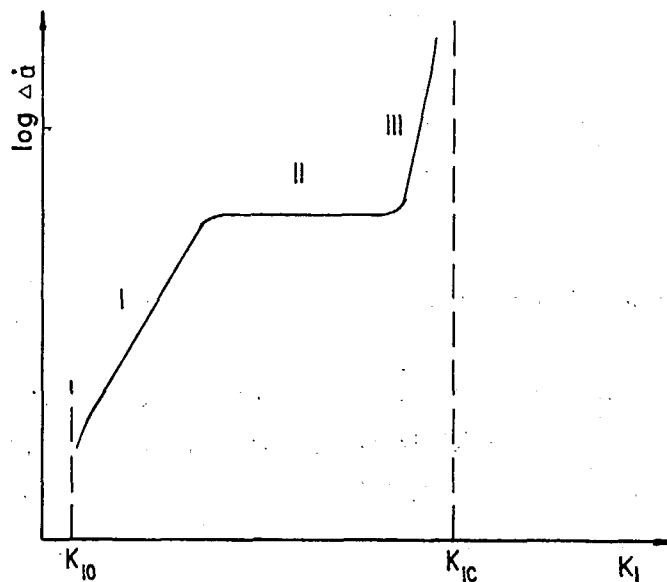


Abb. 3.6: Qualitative Darstellung der Korrelation zwischen Rißfortschrittsgeschwindigkeit $\dot{a}$ und Spannungsintensitätsfaktor infolge subkritischen Rißwachstums

Die logarithmische Auftragung der Rißfortschrittsgeschwindigkeit in Abhängigkeit des Spannungsintensitätsfaktors (Abb. 3.6) zeigt drei verschiedene Geschwindigkeitsbereiche, für die unterschiedliche Mechanismen verantwortlich

sind /49/. Der Grenzwert K_0 , unterhalb dessen kein subkritisches Rißwachstum mehr auftritt, wurde bislang nicht eindeutig nachgewiesen /69/. In Bereich I wird die Rißausbreitung vornehmlich durch die einwirkenden Umgebungsbedingungen bestimmt. Die Rißgeschwindigkeit ist langsamer als die Anlagerungsrate der korrosiven Reagenzien an der Rißspitze /70/, so daß bei Erhöhung der Spannungsintensität das korrosive Potential des Mediums genutzt wird.

Im Bereich II ist die Rißausbreitungsgeschwindigkeit weitgehend unabhängig vom Spannungsintensitätsfaktor. In diesem - auch als Übergangsbereich - bezeichneten, Bereich werden die Reaktionsmoleküle gerade genauso schnell angelagert wie sie bei der Reaktion während des Rißfortschritts verbraucht werden. Die Transportrate des korrosiven Mediums stellt hier den geschwindigkeitsbestimmenden Einfluß dar /49, 70/. Eine vollständige experimentelle Aufklärung dieses Bereiches wurde bis jetzt nicht erreicht /49/.

Der Bereich III ist durch die starke Abhängigkeit der Rißfortschritts- geschwindigkeit vom Spannungsintensitätsfaktor charakterisiert, wobei das Umgebungsmedium einen untergeordneten Einfluß auf die Rißausbreitung besitzt. Die obere Grenze des K-Bereichs stellt den kritischen Spannungsintensitätsfaktor K_{IC} , die Bruchzähigkeit, dar. Im Sinne der LEBM ist er das Bruchkriterium für spontanen Sprödbbruch.

Das subkritische Rißwachstum läßt sich im Bereich I durch den Potenzansatz

$$\Delta a = A K_I^N \quad (3.19)$$

beschreiben, wobei die experimentellen Parameter des subkritischen Rißwachstums (A und N), vom Werkstoff, vom Umgebungsmedium und von der Temperatur abhängig sind /46, 67, 70/.

Neben der geläufigsten Beschreibung mit dem Potenzansatz nach Gl. (3.19) (für eine gegebene Temperatur) wird das subkritische Rißwachstum auch durch einen Arrhenius-Ansatz als thermisch aktivierter Prozeß nach Gl. (3.20) formuliert /49/.

$$\Delta a = \Delta a_0 e^{\frac{-E + b K_I}{RT}} \quad (3.20)$$

Hier bedeuten E die Aktivierungsenergie, b ist ein Maß für das Aktivierungsvolumen an der Rißspitze, R ist die allgemeine Gaskonstante und T die absolute Temperatur.

Unter den Bedingungen subkritischen Rißwachstums im korrosiven Umgebungsmedium ergibt sich nach Gln. (3.19) und (3.20) eine Absenkung der erforderlichen Rißerweitungskraft G . In nicht-inerter Atmosphäre wirken die Mechanismen des subkritischen Rißwachstums zusätzlich zu den Mechanismen für den mit der Rißverlängerung variablen Rißwiderstand R .

In jüngsten Untersuchungen von Gaus und Mohrmann /71/ wurde unter der Annahme, daß das subkritische Rißwachstum und die Mechanismen des R -Kurveneffektes unabhängig voneinander sind, eine Modifikation des Δa - K -Potenzansatzes unter Berücksichtigung eines R -Kurvenverhaltens vorgestellt. Bei einer so ausgeführten Superposition der beiden Mechanismen müßte die R -Kurve in verschiedenen Atmosphären bei ansonst gleichen Versuchsbedingungen zu unterschiedlichen Steigungsverläufen der Rißwiderstandswerte mit Rißfortschritt führen. Dies steht im Widerspruch zu experimentellen Untersuchungen des R -Kurvenverhaltens in verschiedenen Umgebungsmedien, wo eine parallele Verschiebung des R -Kurvenverlaufs zu niedrigeren Werten mit zunehmendem Wassergehalt der Prüfmedien festgestellt wurde /51/. Zur Isolierung des R -Kurveneffektes von den Einflüssen des subkritischen Rißwachstums ist es deshalb zweckmäßig, Basisuntersuchungen zum R -Kurvenverhalten in inerter Umgebung auszuführen.

3.6 Modelle zum R -Kurvenverlauf für nicht-umwandlungsverstärkte Keramiken

Im Unterschied zu Metallen mit R -Kurvenverhalten sind die energiedissipativen Effekte bei Keramiken nicht auf Plastizität und die hierfür ursächlichen Versetzungsmechanismen und Gleitsysteme zurückzuführen /30, 31, 72/.

Mehrere Modelle, die während des Bruchvorgangs bei keramischen Werkstoffen energiedissipative Prozesse berücksichtigen, werden in der Fachliteratur diskutiert. Sie lassen sich grob für monophasige, nicht umwandlungsverstärkte Keramiken, wie Al_2O_3 , in zwei wissenschaftliche Vorstellungen einteilen:

- Die eine Gruppe erklärt den R-Kurveneffekt durch Reibung, Brückenbildung und Partikelverhakungen der rauhen, nicht ebenen Rißflanken während des Rißfortschritts.
- Die andere Hauptgruppe von Modellen führt den Rißwiderstandsanstieg auf den Einfluß und die Wirkung von Mikrorissen und materialinhärenten Eigenspannungen zurück.

Im folgenden werden diese Modelle vorgestellt, wobei insbesondere die modellimmanenten Annahmen und Modellparameter bezüglich ihrer Anwendbarkeit diskutiert werden. Bei der Beschreibung der Modelle wurden die in den jeweiligen Originalarbeiten verwendeten Formeln und Symbolbezeichnungen benutzt.

3.6.1 Rißflankenmodelle

3.6.1.1 Modell von Steinbrech et al.

Steinbrech und Mitarbeiter berichteten in den letzten Jahren über umfangreiche Untersuchungen zum R-Kurvenverhalten von Al_2O_3 /52, 51, 45, 73-79/.

Die Rißwiderstandsbestimmungen erfolgten nach dem Energiekriterium der LEBM:

$$R(a) = \frac{P^2}{2B} \frac{dC}{da} \quad (3.21)$$

Die Kraft P und die Compliance C werden experimentell aus Last-Verformungskurven kontrollierter Rißausbreitungsversuche ermittelt. Die zugehörigen Rißfortschrittsinkremente sind mit dem Compliance-Verfahren (vgl. Kap. 3.7) berechnet, also nicht gemessen.

Folgende Einflußgrößen auf das R-Kurvenverhalten werden untersucht /51, 52/:

- Korngröße als flächengemittelter Korndurchmesser im Bereich $d_A \approx 3 \mu\text{m}$ bis $d_A \approx 24 \mu\text{m}$
- Probentyp: 3-Punkt-Biegeproben, Double Cantilever Beam-Proben (DCB) und Doppeltorsionsproben (DT)
- Probengröße: 3-Punkt-Biegeproben mit unterschiedlichen Probenhöhen im Bereich $W = 4 \text{ mm}$ bis $W = 7 \text{ mm}$
- Kerbtiefe a/w und Kerbbreite K ($a/w = 0,2-0,9$, $K = 0,05-0,7 \text{ mm}$)

- Traversengeschwindigkeit $\dot{v}_T = 2,5 \mu\text{m/min} - 25 \text{ mm/min}$
- Umgebungsmedium: destilliertes Wasser, Silikonöl, Luft

Im variierten Korngrößenbereich wurde festgestellt, daß der Anstieg des Rißwiderstands über einen gegebenen Rißlängenzuwachs mit zunehmender Korngröße zunimmt; für grobkörniges Material bis zum Faktor 10 des Rißwiderstandswertes R_0 bei Rißeinleitung. Der Startwert R_0 steigt hingegen mit abnehmender Korngröße an. Der maximal erreichbare Rißwiderstandswert wird im übrigen auch noch durch die Kerbtiefe beeinflusst. Bei tief gekerbten 3-Punkt-Biegeproben ($a_0/w \geq 0,6$) aus grobkörnigem Material wurde kein konstanter Plateauwert für R festgestellt.

Versuche an DCB- und DT-Proben ergaben einen, mit dem für 3-Punkt-Biegeproben vergleichbaren, maximalen Rißwiderstandswert R_{plateau} . Ein reproduzierbarer, einheitlicher Rißwiderstandswert R_0 bei Rißinitiiierung konnte allerdings nicht gefunden werden. Dies wird auf die probentypspezifische Ausbildung einer gekrümmten Rißfront zurückgeführt /51/.

Eine Abhängigkeit des R -Kurvenverlaufs von der absoluten Rißlänge wurde an 3-Punkt-Biegeproben festgestellt /51, 52, 73, 75/. Wird die Rißlänge auf die Probenhöhe normiert, ergibt sich keine Abhängigkeit mehr /52/.

Wie in /51, 76/ dargestellt, verhält sich grobkörniges Material, das einen vorwiegend transkristallinen Bruchverlauf besitzt, im R -Anstieg wie feinkörniges mit interkristallinem Bruchverlauf. Untersuchungen an 3-Punkt-Biegeproben in unterschiedlichen Umgebungsmedien /51, 52/ ergaben, daß der Rißwiderstandsanstieg unabhängig vom Umgebungsmedium ist. Die untersuchten Prüfmedien beeinflussten aber R_0 , wobei die R_0 -Werte für Proben in Silikonöl über denen in Umgebungsluft (Laborbedingungen) lagen. Die in destilliertem Wasser ermittelten R_0 -Werte lagen unterhalb der an Luft gemessenen Werte. Wegen der Unabhängigkeit des Anstiegsverhaltens der R -Kurve vom Medium wurden die in /51/ berichteten Untersuchungen in destilliertem Wasser ausgeführt. In /52/ wurde die Traversengeschwindigkeit im Bereich $\dot{v}_T = 2,5 \mu\text{m/min}$ bis $\dot{v}_T = 25 \text{ mm/min}$ variiert. Die ermittelten maximalen Rißgeschwindigkeiten waren um jeweils 2 Größenordnungen höher als die vorgegebene Traversengeschwindigkeit. Die Rißgeschwindigkeit ändert sich während eines Rißausbreitungsexperiments bei konstanter Traversengeschwindigkeit um den Faktor 10. Die maximale Rißgeschwindigkeit wurde z.B. in einem Versuch mit $a_0/W = 0,4$ schon bei der relativen Rißlänge $a/W = 0,6$ bis $0,7$ erreicht. Bis zum Ende des Rißausbrei-

tungsexperiments bei $a/W = 0,9$ wurde eine Abnahme bis unterhalb der Anfangsrißgeschwindigkeit beobachtet. Die Abhängigkeit des R-Kurvenverlaufs von der Rißgeschwindigkeit war nur sehr gering und lag innerhalb des Streubereichs (/52/, Abb. 4.8, S. 89).

Ausgehend von diesen experimentellen Untersuchungen wurde eine Modellvorstellung zur Klärung der ursächlichen Mechanismen für das R-Kurvenverhalten entwickelt /45, 51, 52, 73, 77-79/, deren Grundzüge nachfolgend genannt werden.

Bei Rißausbreitung infolge einer äußeren Beanspruchung entwickelt sich eine Wechselwirkungszone der Länge $z(a)$ an den Rißflanken hinter der aktuellen Rißspitze. Die Rißflanken sind daher über die Wechselwirkungslänge $z(a)$ nicht kräftefrei. Vielmehr wirken hier Kohäsionskräfte über Brückenbildungen und Kornverhakungen. Sie müssen durch die äußere Belastung erst überwunden werden, bevor die Spitze des Makrorisses wieder unter bruchwirksame Spannungsintensität gerät. Mit zunehmender Rißausbreitung wächst die Wechselwirkungszone $z(a)$ bis zu einem Maximalwert $z_{\max}$ an. Hieraus resultiert ein zunehmender Energiebedarf für Rißfortschritt und damit ein ansteigender Rißwiderstand.

Die Länge der Wechselwirkungszone ist mit der Rißöffnung korreliert. Bei einer kritischen Rißöffnung, die von der Materialkorngröße abhängig ist, erreicht die Wechselwirkungszone den Wert $z_{\max}$. Die weitere Rißausbreitung erfolgt bei konstanter Wechselwirkungszone $z_{\max}(a_T)$ ohne weiteren Anstieg des Rißwiderstands ($R = R_{\text{plateau}}$) /51, 52, 76/. In Abb. 3.7 ist die Modellvorstellung zum R-Kurvenverhalten qualitativ dargestellt.

Die Modellvorstellung erlaubt eine qualitative Erklärung des Rißwiderstands von einem Startwert R_0 bis auf einen Maximalwert R_{plateau} . Der Wert R_0 ist aber um einen beträchtlichen Faktor (bis zu 4-5) höher als der spezifischen Oberflächenenergie nach der Griffith-Theorie entspricht. Hierfür sind nach /51, 52/ die von anderer Seite /80, 81/ vorgeschlagenen Mikrorißbildungsprozesse an der Rißspitze als Mechanismus erhöhter Energiedissipation vorstellbar.

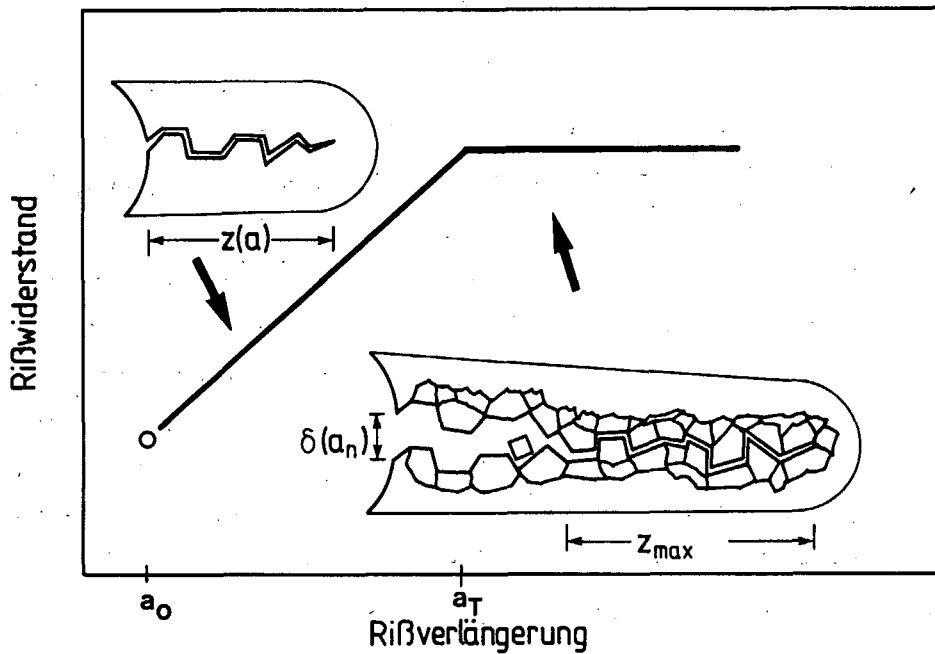


Abb. 3.7: Qualitativer Verlauf des Rißwiderstandanstiegs nach dem Modell von Steinbrech et al.

In /52/ wird ein empirischer linearer Ansatz zur formalen Beschreibung des R-Kurvenverhaltens nach Gl. (3.22) aufgestellt:

$$R(a) = R_0 + \Delta R(\Delta a) = R_0(D, M, \dot{a}) + m(D, a_0) \frac{x - a_0}{W} \quad (3.22)$$

mit $x = a$ für $a < a_T(D, a_0)$
 und $x = a_T$ für $a \geq a_T(D, a_0)$

Parameter sind die Korngröße D , das Umgebungsmedium M , die Rißgeschwindigkeit $\dot{a}$, die Anfangsrißlänge (Kerbtiefe) a_0 , die Probenhöhe W und die Übergangsrißlänge a_T , für die gilt: $z(a_T) = z_{\max} = a_T - a_0$.

Die Länge der Wechselwirkungszone ist nach der Modellvorstellung von der Rißöffnung δ und der Materialkorngröße D abhängig, so daß die R-Kurve auch mit der Rißöffnung korrelierbar sein sollte. Es wird nun vereinfachend angenommen /51, 52, 73/, daß sich die während des Rißfortschritts zunehmende Durchbiegung $d(a)$ einer 3-Punkt-Biegeprobe vollständig in die Öffnung $\delta(a)$ des Risses umsetzt, wobei sich die Rißflanken um eine gedachte Achse an der Rißspitze drehen. Unter dieser Annahme kann die Rißöffnung am Kerb $\delta_{a_0}(a)$ mit der Rißlänge a , der Durchbiegung $d(a)$ und dem Auflagerabstand S einer 3-Punkt-Biegeprobe nach Gl. (3.23) berechnet werden:

$$\delta_{a_0}(a) = 4 d(a) \left[\frac{a - a_0}{S} \right] \quad (3.23)$$

Unterstellt man, daß die Rißflankentrennung zwischen Rißspitze und Kerbrand proportional zu $\delta_{a_0}(a)$ ist, kann der Rißflankenabstand $\delta_x(a)$ an jedem Ort x zwischen a_0 und a nach Gl. (3.23) berechnet werden:

$$\delta_x(a) = 4 d(a) \left[\frac{a - x}{S} \right] \quad (3.24)$$

In /73/ wurde die Gültigkeit von (3.24) experimentell gezeigt.

Mit $d(a) = C(a) P$ in Gl. (3.21) und umgeformt erhält man für $d(a)$:

$$d(a) = C(a) \sqrt{\frac{2 B R(a)}{\frac{dC}{da}}} \quad (3.25)$$

Eine Korrelation der Rißöffnung $\delta_{a_0}(a)$ mit dem Rißwiderstand R läßt sich nach Gl. (3.23) und Gl. (3.25) ableiten /73/:

$$\delta_{a_0}(a) = \frac{4}{S} \sqrt{\frac{2 B R(a) C^2}{\frac{dC}{da}}} (a - a_0) \quad (3.26)$$

Aus Gl. (3.26) läßt sich ableiten, daß der R-Kurvenverlauf von der Rißgeometrie abhängig ist /73/.

Zur Überprüfung der Konsistenz der experimentellen Ergebnisse mit der Modellvorstellung wurden folgende Untersuchungen durchgeführt:

- **Optische Beobachtung an den Rißflanken /51, 52, 79/:**

Während der kontrollierten Rißausbreitungsversuche wurden mit Hilfe eines verfahrbaren Lichtmikroskops optische Beobachtungen bei etwa 250 bis 320-facher Vergrößerung entlang der Rißflanken durchgeführt. Es wurden bei grobkörnigem Material Seitenrisse und Verzweigungen an den Rißflanken bis mehrere Millimeter hinter der Rißspitze lokalisiert. Während der Rißausbreitung wurden nachträgliche Rißpfadänderungen erkannt. Aus Beobachtungen an der Rißspitze wurden keine Hinweise auf die Ausbildung einer, der Rißspitze vorgelagerten, mikrorißbehafteten Prozeßzone gefunden. Diese Aussage steht im Einklang mit Schlußfolgerungen aus optischen Beobachtungen von Lawn et al. (vgl. Kap. 3.6.2.1).

- **Nachkerbversuche /51, 52/ und Gegenkerbversuche /79/**

Durch unterschiedlich tiefes Ausfräsen der Rißflanken eines um Δa im kontrollierten Rißausbreitungsversuch verlängerten Risses wurde der Einfluß der unebenen Rißflanken auf die Rißwiderstandswerte untersucht. Es wurde festgestellt, daß mit zunehmend tief hinterschnittenen Rißflanken von 3-Punkt-Biegeproben und DCB-Proben der Rißwiderstandswert abnahm (vgl. /52/, Abb. 4.21 und /51/, Abb. 5.20 bzw. 5.23).

Darüberhinaus wurde an kurzen DCB-Proben von der Rückseite ein Gegenkerb in die Probe eingebracht. Während des Rißausbreitungsexperiments lief der kontrolliert vorangetriebene Riß auf die Gegenkerbe zu. Beim Erreichen des Gegenkerbs wurde ein Kraftabfall registriert, ohne daß schon eine vollständige Trennung der Bruchflächen erreicht wurde.

Sowohl die Abnahme des Rißwiderstands als Funktion der Nachkerbtiefe als auch die Höhe des Kraftniveaus unmittelbar vor dem Durchbruch der Rißfront bei den Gegenkerbversuchen werden im Hinblick auf Wechselwirkungskräfte der Rißflanken interpretiert.

- **Wechselastversuche /52/:**

An 3-Punkt-Biegeproben wurde zunächst ein Riß um einen Betrag Δa kontrolliert vorangetrieben. Während mehrfacher Entlastungs- und Belastungsversuche bis unterhalb des Lastniveaus vor der Entlastung wurde eine Verschiebung der Entlastungs-Belastungshysterese beobachtet, wobei nach mehreren Entlastungs-Belastungszyklen der Riß auf niedrigerem Lastniveau voranschritt. Die Wechselastversuche führten somit zu einem Rißwiderstandsabfall. Daraus wird gefol-

gert, daß die Wechselbelastung Brückenbildungen und Verhakungen teilweise löst und ähnlich wie eine kurze Nachkerbung der Rißflanken wirkt.

Die R-Kurvenbestimmung erfolgt mittels Berechnung der Energiefreisetzungsrate nach der LEBM, obwohl die Rißflanken modellmäßig als nicht kräftefrei angenommen werden. Die Anwendung der Formeln (Auswertung nach Compliance-Verfahren) setzt kräftefreie Rißufer voraus. Bleibende Durchbiegungen bei Entlastungsversuchen, wie sie in der Literatur /53, 82, 83/ und in den Untersuchungen der Autoren /51, 52/ beobachtet wurden, unterstützen die starken Bedenken hinsichtlich der gültigen Anwendung der Gl. (3.21) zur Berechnung des Rißwiderstandes.

Wie nach Gl. (3.26) gezeigt, ist die Wirkung vorhandener Rißverhakungen hinsichtlich $R(a)$ von der Proben- und Rißgeometrie abhängig. In /52, 76/ wurde festgestellt, daß die Rißwiderstandskurve für Al_2O_3 mit der auf die Probentiefe W bezogenen Rißlänge a/W anwächst. Da die R-Kurve wegen der während der Rißausbreitung ablaufenden dissipativen Prozesse überhaupt erst entsteht, ist eine Darstellung der R-Kurve in Abhängigkeit von der relativen Rißlänge a/W nicht zweckmäßig. Vielmehr sollte die funktionale Abhängigkeit von der Rißverlängerung $R(\Delta a)$ bzw. $R(a_0 + \Delta a)$ untersucht werden. In /23/, (Abb. 7a, S. 177) sind die R-Kurven für 3-Punkt-Biegeproben unterschiedlicher Probenhöhe W ausgehend von /52/ (Abb. 4.9, S. 90) aber in Abhängigkeit von Δa dargestellt. Die $R-\Delta a$ Auftragung ergibt nahezu deckungsgleiche Kurven. R-Kurvenverläufe an 3-Punkt-Biegeproben mit unterschiedlichen Rißanfangslängen, aber sonst gleichen Probenabmessungen, sind ebenfalls in /23/ (Abb. 7b, S. 178) in Abhängigkeit der Rißverlängerung Δa dargestellt (nach /51/, Abb. 5.8, S. 101).

Unabhängig von der Anfangsrißlänge a_0 verlaufen die $R-\Delta a$ -Kurven zu Beginn der Rißausbreitung gleich. Abweichungen treten bei a/W -Verhältnissen von 0,8 - 0,9 auf. Diese Effekte sind vermutlich auf Probenrandeffekte zurückzuführen.

Die Analyse der durchgeführten Versuchsergebnisse zeigt, daß die $R-\Delta a$ -Kurven für 3-Punkt-Biegeproben sowohl unterschiedlicher Größe (W) als auch unterschiedlicher Ligamenthöhen a_0/W gleich verlaufen. Versuche an unterschiedlich tief gekerbten DCB-Proben /53/ führten ebenfalls zu untereinander gleichen $R-\Delta a$ -Kurven.

Die vom Modell geforderten Geometrieabhängigkeiten sind somit aus den bisherigen Versuchsergebnissen nicht widerspruchsfrei ableitbar. Dies wird unterstützt durch Untersuchungen von Osterstock /55/. Durch "leichten Thermochock" wurde der Eigenspannungszustand von Al_2O_3 3-Punkt-Biegeproben verändert. Hierbei wurde ein geringerer Anstieg des Rißwiderstandes mit der Rißverlängerung Δa des thermogeschockten Materials festgestellt. Die Rißtopographie war hiervon unbeeinflusst /55/. In jüngsten Untersuchungen zum Einfluß der Textur auf das Rißwiderstandsverhalten an Al_2O_3 /84/ wurde festgestellt, daß der R-Kurvenanstieg unabhängig von der Orientierung der Körner war. Die Experimente mit unterschiedlich tief hinterschnittenen Rißflanken hatten eine Reduktion sowohl der bleibenden Durchbiegung /85/ als auch der Rißwiderstandswerte /51, 52/ mit zunehmender Nachkerbtiefe zur Folge. Damit wird die Vorstellung unterstützt, daß der R-Kurvenanstieg durch Verhakungen der Rißflanken beeinflusst ist. Aus dem in /51, 52/ ausgeführten Nachkerbexperimenten konnte der Verfasser jedoch eine mit der Nachkerbtiefe stets konsistente Abnahme des Rißwiderstandes entsprechend des Rißwiderstandsanstieges während der vorangehenden Rißausbreitung nicht ableiten /23/.

3.6.1.2 Modell von B.R. Lawn und Y.W. Mai

Die Autoren entwickelten, ausgehend von den Untersuchungen von Steinbrech et al. (vg. Kap. 3.6.1) und eigenen vergleichbaren optischen Beobachtungen der Rißflanken /54, 89, 90, 93/ für Granit und Aluminiumoxid ein Rißverhakungsmodell /91, 92/. Für den stabilen Gleichgewichtszustand wird eine Spannungsintensitätsbetrachtung durchgeführt.

$$K = K_{\text{au}} + \sum_i K_i =: T_0 \quad (3.27)$$

Die materialspezifische Bruchzähigkeit T_0 ergibt sich aus der Summe der infolge äußerer und innerer an der Rißspitze wirkender Kräfte resultierenden Spannungsintensitäten K_{au} und $\sum K_i$. Welche inneren Kräfte hier gemeint sind, wird nicht näher ausgeführt. Wie aus Gl. (3.27) abzuleiten ist, werden für K_i sowohl abschirmende als auch spannungserhöhende Effekte formal erfaßt. Die Autoren berücksichtigen im weiteren Modell allerdings nur einen abschirmenden inneren Spannungsintensitätseffekt $\sum K_i$, der aus einer Kraftverteilung für Materialbrücken, $F(x)$, infolge von nicht vollständig kräftefreien Rißflanken resultiert. Die Bezeichnung T_0 wird von den Autoren zur Unterscheidung von der klassischen LEBM eingeführt. Eine schematische Darstellung des Modells

ist in Abb. (3.8) dargestellt. Während der Rißausbreitung Δc treten Verhakungseffekte auf, die durch punktförmige Brücken (Kreise) symbolisch dargestellt sind. Der Abstand zwischen den Rißflankenkontaktstellen wird mit d bezeichnet und wird als äquidistant angenommen. Doch bevor eine Verhakungswirkung auftritt, muß bei sich ausbreitendem Riß die erste Materialbrücke erreicht sein. Der Riß hat sich hierbei von c_0 auf d_0 ausgebreitet.

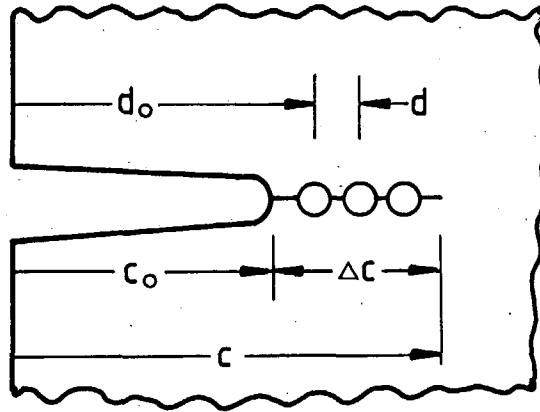


Abb. 3.8: Schematische Darstellung der Rißausbreitung gemäß Modellvorstellung nach Lawn et al.

Nach Erreichen von d_0 nimmt die Ausbildung von abschirmenden Materialbereichen zu. Hier ist:

$$\sum_i K_i = K_\mu = -2 \left(\frac{\psi}{\pi} \right) \sqrt{c} \int_{d_0}^c \frac{P(x)}{\sqrt{c^2 - x^2}} dx \quad (3.28)$$

für $d_0 \leq c \leq c^*$

Die Spannungsintensität K_μ ist in einer Green-Funktionsdarstellung für einen scharfen (Griffith)-Riß ausgeführt. Der Faktor ψ bezeichnet einen numerischen geometrieabhängigen Term ($\approx \pi^{1/2}$) dar. Die Verteilungsfunktion $P(x)$ stellt die auf die "Brückenfläche" d^2 bezogene Verteilung der Kontaktkraft dar. Eine maximale Verhakungswirkung führt zu einem Plateau-Wert der dem Rißwiderstand

entsprechenden kritischen Spannungsintensität, die bei einer kritischen Rißlänge c^* gegeben ist:

$$K_{\mu} = -2 \left(\frac{\psi}{\pi} \right) \sqrt{c} \int_{d+c-c^*}^c \frac{P(x)}{\sqrt{c^2 - x^2}} dx \quad (3.29)$$

für $c > c^*$

Zur Lösung von Gl. (3.28) bzw. (3.29) ist die Kenntnis von $P(x)$ erforderlich. Da die Kraftverteilung $P(x)$ maßgeblich von der zugehörigen Rißöffnungsverteilung $u(x)$ entlang der Rißflanken rißlängenabhängig ist, wurden die Gleichungen (3.28) und (3.29) auf die zugehörige Rißöffnung transformiert, wobei angenommen wurde, daß die kritische Rißöffnung u^* bei Erreichen des Plateauwerts unabhängig von der Rißlänge ist. Die Spannungsverteilung $P(u)$ wird mit einer normierten Verteilungsfunktion beschrieben:

$$P(u) = P^* \left(1 - \frac{u}{u^*} \right)^m \quad (3.30)$$

für $0 \leq u \leq u^*$

Hier stellen P^* die konstante maximale Kontaktspannung und m die Ordnung der Maximalverteilung dar. Die Rißwiderstandskurve läßt sich somit in folgender analytischer Form darstellen.

$$T(\Delta c) = K(\Delta c) = T_0 \quad (3.31a)$$

für $d > \Delta c$

und

$$T(\Delta c) = T_{\infty} - (T_{\infty} - T_0) \left(1 - \sqrt{\frac{c - d_0}{c^* - d_0}} \right)^{m+1} \quad (3.31b)$$

für $d_0 \leq c \leq c^*$

und

$$T(\Delta c) = T_{\infty} \quad (3.31c)$$

für $c > c^*$

Die Gleichungen (3.31a) bis (3.31c) sind, wie die Autoren selbst anmerken /92/, nur für den Gültigkeitsbereich des 'small scale yielding' korrekt abgeleitet.

Zur Korrelation mit experimentellen Versuchsdaten ist die Kenntnis der schwer bestimmbaren Parameter d_0 und m notwendig. Die Autoren führten hierfür eine Anpassung mit "best-fit"-Werten durch. Die Anpassung ergibt, daß mit $m = 0$, d.h. mit einer konstanten Spannungsverteilung im verhakten Rißbereich (vgl. Gl. (3.30)), der aus Versuchen ermittelte R-Kurvenverlauf gut dargestellt werden kann /92/. Wie Messungen der lokalen Rißöffnung an den Rißflanken /51, 76/ ergaben, ist eine Rißöffnung proportional zum Abstand von der Rißspitze beobachtet worden. Das bei diesem Befund trotzdem eine konstante Spannungsverteilung über den Rißflanken vorliegt wie angenommen, ist schwer einzusehen. Wie die Autoren selbst einräumen /92/, sind bei der analytischen Formulierung des Modells Abhängigkeiten nicht ausreichend berücksichtigt worden.

3.6.1.3 Modell von B.S. Majumdar et al.

Das Modell /94/ basiert auf einem von den Autoren entwickelten Modell zum Mechanismus des Sprödbruchs bei Metallen /95, 96/. Mit einer Spannungsintensitätsbetrachtung während der Rißausbreitung wird eine quantitative Beschreibung für den R-Kurvenanstieg formuliert.

Ein scharfer Riß a_0 (= Griffithriß $2a$) wird unter ansteigender einachsiger äußerer Zugspannung σ belastet (Abb. 3.9 Stadium I). Bei Erreichen einer kritischen Spannungsintensität K_{tip} an der Makrorißspitze kommt es lokal vor der Rißspitze zu isolierten Materialtrennungen. Unter weiter ansteigender äußerer Belastung bildet sich ein rißbehafteter Schädigungsbereich vor der Rißfront des kräftefreien Risses aus (Abb. 3.9 Stadium II). Dieser Schädigungsbereich entspricht in anderen Modellen (vgl. Kap. 3.6.2) der frontalen Mikrorißzone. In diesem Modell wird die longitudinale Ausdehnung des Schädigungsbereiches bereits als Rißausbreitung um Δa verstanden. Die Gesamtlänge des Risses beträgt a , mit $a = a_0 + \Delta a$, wobei Δa ein Teilbereich des Risses ist, in dem das Material nur teilweise getrennt ist, der sogenannte verhakte Rißbereich.

Im Rißgrund des kräftefreien Risses weitet sich der Riß um eine Rißöffnung δ auf, wobei auch eine Verlängerung des kräftefreien Risses eintreten kann. Bei Erreichen einer kritischen Rißöffnung δ_{crit} , bei der eine Rißverhakung nicht mehr möglich ist, breitet sich der Riß unter konstanter Rißöffnung aus. Die hier zugehörige Spannungsintensität stellt dann die materialspezifische maximale Bruchzähigkeit K_{p1} des Materials (= Plateauwert der R-Kurve) dar (Abb. 3.9, Stadium III).

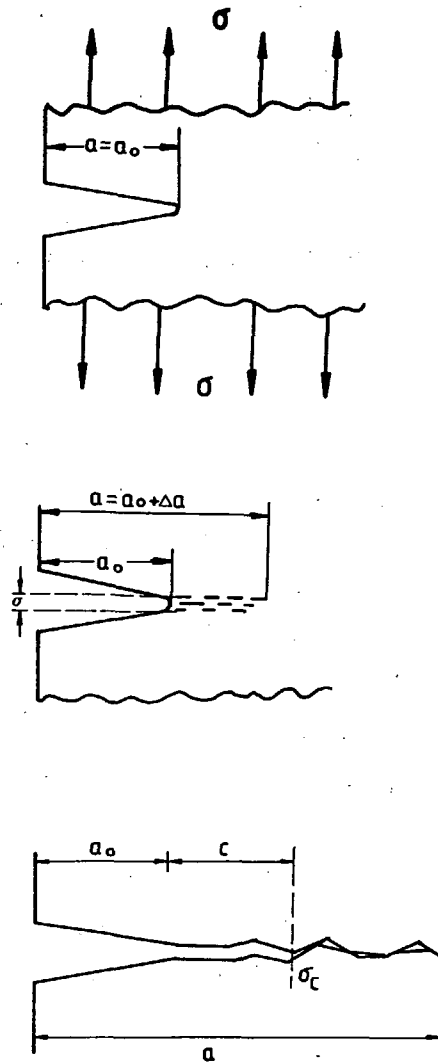


Abb. 3.9: Schematische Darstellung des Rißausbreitungsprozesses nach dem Modell von Majumdar et al.

Analog dem Dugdale-Modell (vgl. Kap. 3.3) formulieren die Autoren die Spannungsintensität für den Riß 2a in einer unendlichen Platte mit dem kräftefreien Riß 2c im Gleichgewichtszustand:

$$K_{au} = K_{tip} + K_L \quad (3.32)$$

wobei K_{au} die rechnerische Spannungsintensität aufgrund der äußeren Spannung σ , K_L die von der Rißverhakung herrührende abschirmende Spannungsintensität und K_{tip} die lokal wirkende Spannungsintensität an der Rißspitze von a darstellen.

Die so ausgeführte Spannungsintensitätsbetrachtung nach Gl. (3.22) impliziert eine Definition des Risses entsprechend dem Dugdale-Modell, d.h. eines um die Größe der plastischen Zone verlängerten Griffith-Riß. Eine derartige Definition ist zulässig, wie jüngst Thoules gezeigt hat /97/, entspricht dann aber nicht mehr der allgemein gebräuchlichen Definition, daß ein Riß als Griffith-Riß betrachtet wird. Eine Rißlängenmessung bei einer derartigen Rißdefinition ist wegen einer nur begrenzten Auflösung der Beobachtungssysteme praktisch nicht möglich.

Die abschirmende Wirkung durch K_L wird gemäß der Formel der abschirmenden Spannungsintensität durch die plastische Zone im Dugdale-Modell (vgl. Gl. (3.13a)) angesetzt, wobei analog der in der plastischen Zone wirkenden Fließspannung eine Restfestigkeit σ_a in dem verhakten Rißbereich unterstellt wird, die abhängig vom Flächenanteil des Verhakungsbereichs von der Gesamtrißfläche angenommen wird.

Ein Anstieg der Bruchzähigkeit (R-Kurvenverhalten) ist durch die Änderung von $K_L(\Delta a)$ bedingt. Zur Berechnung von $K_L(\Delta a)$ werden folgende Annahmen getroffen:

1. die small scale yielding Bedingung ist erfüllt, d.h.
 $a-c/a \ll 1$ mit c dem kräftefreien Anteil des Risses
2. die Änderung der Rißöffnung δ ist proportional der Rißverlängerung des kräftefreien Risses Δc ($\triangleq d\delta/dc = \text{const}$)
3. die Änderung der Gesamtrißverlängerung Δa verhält sich proportional zur Rißverlängerung Δc . ($\triangleq da/dc = \text{const}$)

Mit diesen Annahmen und verschiedenen mathematischen Näherungen leiten die Autoren die Proportionalität ab /94/:

$$K_L(\Delta a) \sim \sqrt{\Delta a} \quad (3.33)$$

Für einen durchgeführten Vergleich des Modells mit experimentellen R- Δa Kurvenverläufen von Al_2O_3 aus der Literatur wurde wegen der endlichen Größe der Proben eine Geometriekorrektur am Modellansatz ausgeführt. Bei geeigneter Wahl der Modellparameter lassen sich die experimentell ermittelten Rißwiderstandskurven mit der modellmäßigen Gleichung (3.33) recht gut anpassen. Die Autoren kommen deshalb zu dem Schluß, daß mit der vorgestellten Modellbetrachtung und quantitativen Beschreibungen gezeigt ist, daß die Rißverhakung

hinter der Rißspitze einen wichtigen abschirmenden Einfluß beim Rißfortschritt besitzt und die Bruchzähigkeit von Al_2O_3 maßgeblich bestimmt.

Die im Modell ausgeführten Annahmen und die Schlußfolgerung der Autoren bezüglich des für den R-Kurvenanstieg verantwortlichen Mechanismus können nicht widerspruchsfrei bleiben.

Daß die Vergrößerung der Rißöffnung δ proportional zum Rißfortschritt Δa bzw. Δc verläuft, steht sowohl zu experimentellen Untersuchungen, z.B. Steinbrech (vgl. Kap. 3.6.1.1), in Widerspruch als auch zur funktionalen Abhängigkeit der von den Autoren ursprünglich abgeleiteten Gleichung für δ (vgl. /94/, S. 690, Gl. (10b)). Unter der Annahme der Autoren, daß $\Delta c/\Delta a = 0,5$ ist, ergibt sich für kleine Rißverlängerungen $\Delta a \ll a$ für δ eine proportional zur Quadratwurzel von Δa Abhängigkeit. Daß während des Rißausbreitungsprozesses das Verhältnis von Rißverlängerung des kräftefreien Risses Δc und der Gesamt-rißverlängerung Δa konstant sein soll ist unerklärlich, denn eine Verhakung kann, ausgehend von der ursprünglich kräftefreien Rißlänge a_0 , erst durch eine Rißverhakung Δa entstehen, so daß gerade bei Rißinitiierung die Annahme 3 auf keinen Fall erfüllt sein kann.

Andererseits werden die für small scale yielding-Bedingungen hergeleiteten Formeln in einem Bereich des Rißfortschritts angewendet, wo diese nicht mehr erfüllt sind (vgl. $\Delta c/\Delta a = 0,5$). Zusätzlich wird bei der mathematischen Herleitung die Abhängigkeit von der Anfangsrißlänge a_0 , die in den Ausgangsgleichungen des Modellansatzes enthalten ist, durch die ausgeführten Approximationen vernachlässigt (vgl. /94/, S. 690-697, Gl. (10a)-(27)).

Die Gl. (3.33) stellt somit nicht mehr die in Gl. (3.32) enthaltenen Abhängigkeiten dar. So spiegelt die Anpassung des experimentellen R-Kurveneffektes nach Gl. (3.33) lediglich eine numerische Approximation der experimentellen Ergebnisse wieder, aus der hervorgeht, daß der R-Kurvenanstieg unabhängig von der Anfangsrißlänge ist. Vielmehr müßte diese Erkenntnis als indirekter Hinweis gewertet werden, daß der R-Kurvenanstieg nicht maßgeblich auf Verhakungseffekten basiert, weil der Verhakungsmechanismus eine Geometrieabhängigkeit impliziert, wie aus Gl. (3.32) abgeleitet werden kann und auch von Steinbrech ausgeführt wurde (vgl. Kap. 3.6.1.1).

3.6.2 Modelle zur spannungsinduzierten Mikrorißbildung

3.6.2.1 Modell von A.G. Evans et al.

Bei anisotropen keramischen Werkstoffen treten bei der Herstellung infolge unterschiedlicher Ausdehnungskoeffizienten in den kristallographischen Hauptachsen Thermoeigenspannungen auf, die lokal zur Bildung von Mikrorissen führen können, insbesondere dann, wenn noch äußere Belastungen hinzukommen (vgl. Kap. 2). Evans und Mitarbeiter entwickelten ein physikalisch-mathematisches Modell zum Einfluß der spannungsinduzierten Mikrorisse auf den Rißwiderstand anisotroper nicht umwandlungsverstärkter keramischer Materialien /80, 98, 99, 100, 101/. Es basiert auf einem Modell für transformationsverstärkte Keramiken /102-104/.

In einem mit Eigenspannungen versehenen linear-elastischen Körper, der einen Makroriß (halbunendlicher Riß: = Griffith-Riß) enthält und im übrigen frei von anfänglichen Mikrorissen sein soll, wird dem inneren Eigenspannungsfeld eine lokale äußere Belastungsspannung überlagert. Dadurch wird bei einer kritischen Spannung σ_c , infolge der Spannungsintensität, vor der Rißspitze des Makrorisses lokal an einigen Korngrenzen die Bruchspannung erreicht. So entsteht eine Mikrorißzone vor der Rißfront, die das Spannungsfeld an der Rißspitze abschirmt. Wenn die kritische Spannungsintensität an der Rißspitze des Makrorisses erreicht wird, ist die Rißinitiierungsbedingung erfüllt. Der Riß breitet sich um ein Rißinkrement Δa aus. Bei Rißinitiierung ist eine kritische Mikrorißdichte f_s (f_s : Volumenanteil von gebrochenen Kornfacetten) im Bereich der rißgesättigten Mikrorißzone, die eine laterale Ausdehnung h_s besitzt, erreicht. Diese Vorstellung bis zur Rißinitiierung entspricht dem erstmals von Buresch /81, 119-126/ (vgl. Kap. 3.6.2.3) formulierten Modell von spannungsinduzierten Mikrorissen. Unter der Annahme, daß die Bedingung des "small scale yielding" für Keramik gültig ist, kann eine linear-elastische Energiebetrachtung nach dem J-Integral ausgeführt werden:

$$\frac{K_c^{\infty 2}}{E} (1 - \nu)^2 = \frac{K_c^{m 2}}{E_m} (1 - \nu_m)^2 \quad (3.34)$$

Hierbei stellen K_c^{∞} den kritischen Spannungsintensitätsfaktor, berechnet aus der äußeren Belastung, und K_c^m die kritische Spannungsintensität in der Mikrorißzone dar. Infolge der Mikrorißbildung ist die kritische Spannungsintensität der Mikrorißzone reduziert. Für diese Absenkung wird angenommen,

daß gilt:

$$K_c^m = K_c^0 (1 - f_s) \quad (3.35)$$

wobei K_c^0 die Bruchzähigkeit eines mikrorißfreien Materials ist.

In der Mikrorißzone sind aber auch die elastischen Konstanten, der Elastizitätsmodul zu E_m und die Querkontraktionszahl ν_m im Vergleich zum ungeschädigten Material reduziert. Die Änderung der Konstanten wurde nach in /105/ ausgeführten Berechnungen angenommen.

$$\frac{E_m}{E} \simeq 1 - \frac{16 (1 - \nu_m^2) (10 - 30m) f_s}{45 (2 - \nu_m)} \quad (3.36a)$$

mit

$$\frac{\nu_m}{\nu} \simeq 1 - \frac{16}{9} f_s \quad (3.36b)$$

Mit Gl. (3.36a) und Gl. (3.36b) in Gl. (3.34) kann die abschirmende Wirkung durch die frontale Mikrorißzone bei Rißinitiierung berechnet werden. Mit $\nu = 0,25$ und einer Mikrorißdichte von 0,3 erhält man für $\nu_m/\nu \sim 0,5$ und $E_m/E \sim 0,46$, so daß sich für $K_c^\infty/K_c^0 \approx 1,03$ ergibt. Für eine kritische Mikrorißdichte von $f_s = 0,5$ bei $\nu = 0,25$ würde man bereits für $K_c^\infty/K_c^0 \approx 1,6$ erhalten, wobei $\nu_m/\nu \approx E_m/E = 0,1$ wären. Ein abschirmender Effekt ergibt sich durch die frontale Mikrorißzone erst bei höheren Mikrorißdichten. Unerklärlich ist die abweichende Berechnung der Abschirmung in /102/, die für $f_s = 0,5$ und $\nu_m = 0,25$, ausgehend von den gleichen Berechnungsformeln, einen Faktor für $K_c^\infty/K_c^0 \approx 0,9$ erhält.

Während des Rißfortschritts bleibt die Mikrorißzone entlang der neu geschaffenen Rißflanken bestehen, was als "wake" bezeichnet wird. Für diesen zusätzlich zur Rißspitzenmikrorißzone sich ausdehnenden Schädigungsbereich wird ein weiterer, wesentlich stärkerer Abschirmeffekt postuliert. Infolge der Mikrorißbildung tritt eine Volumendehnung in der Prozeßzone auf, die bei Rißfortschritt einen Rißschließeffect der Rißflanken und eine Spannungserhöhung vor der Rißspitze bewirken soll, so daß die lokal vor der Makrorißspitze immer wieder neu entstehende Mikrorißzone ebenfalls mit dem Rißfortschritt anwachsen müßte, bevor die jeweilige Kritikalitätsbedingung erreicht wird. Bei einer kritischen Rißverlängerung Δa_c ist die maximale abschirmende Wirkung

des Schädigungsbereichs erreicht. Die laterale Ausdehnung der Wake-Schädigungszone hat dann eine Maximalgröße von h_m erreicht.

In einer Energiebetrachtung für die Phase des Rißfortschritts muß zusätzlich zur Ausbildung der frontalen Mikrorißzone die Energiedissipation durch die Verformungsenergie an den Rißflanken berücksichtigt werden, weil im Bereich des "wake" infolge der Volumendehnung eine bleibende Druckspannung auf die Rißflanken zurückbleibt, die sich in einer bleibenden Durchbiegung in einer Last-Durchbiegungskurve zeigt /102/ (S. 1527). Man erhält als Kritikalitätsbedingung hierbei:

$$\frac{K_c^\infty}{E} (1 - \nu^2) = \frac{K_c^{m2}}{E_m} (1 - \nu_m^2) + 2 \int_0^{h(\Delta a)} U(y) dy \quad (3.37)$$

Ausgehend von der exakten Lösung für die Verformungsenergie /80/ (Gl. (15), S. 258) wurde der gesamte Abschirmeffekt durch frontale Prozeßzone und Rißflankenbereich approximiert durch:

$$\frac{K_c^\infty}{K_c^0} \simeq (1 + 0.4 f_s) + \frac{E f_s \sqrt{h} \Theta}{4 K_c^0} \quad (3.38)$$

Mit der Dilatation θ die der differentiellen thermischen Ausdehnung infolge Anisotropie $\Delta\alpha\Delta T$ entspricht. Der erste Term beschreibt die abschirmende Wirkung durch die Mikrorißzone. Der Wake-Effekt wird durch den zweiten Term beschrieben.

In Abb. 3.10 ist die Ausbildung der Schädigungsbereiche schematisch dargestellt und der R-Kurve zugeordnet.

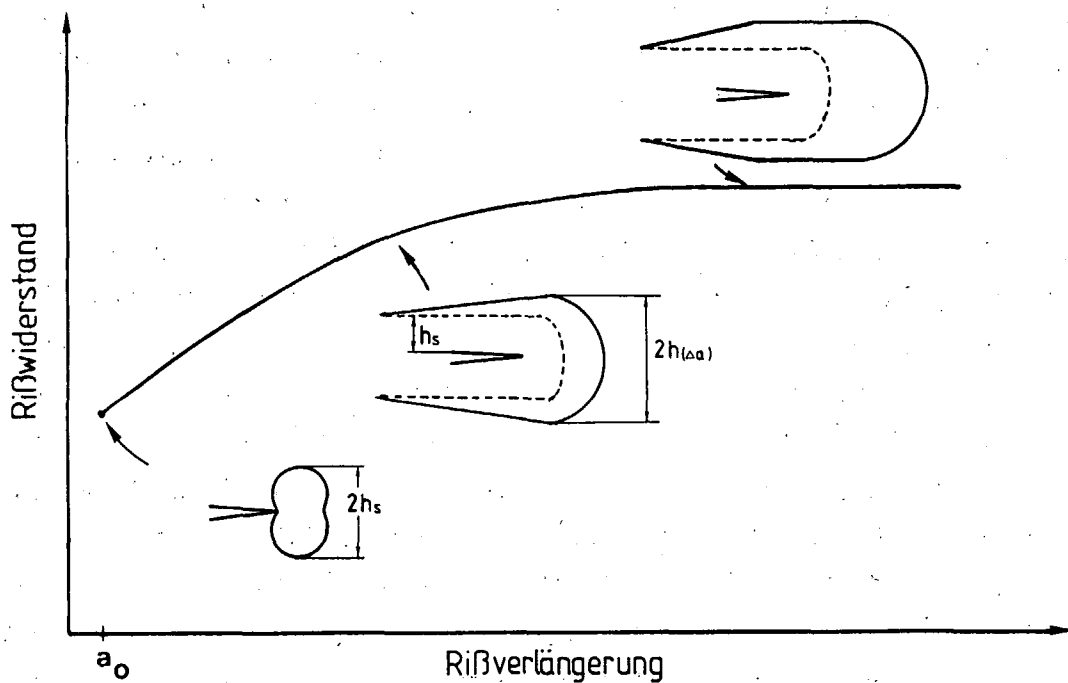


Abb. 3.10: Qualitativer R-Kurvenverlauf nach dem Modell von Evans et al.

Die Ausrechnung für die abschirmende Wirkung durch die frontale Mikrorißzone K_C^m mit $f_s = 0,5$ nach Gl. (3.38) ergibt $K_C^m/K_C^0 = 0,2$. Dieses Ergebnis steht im Widerspruch zu dem Ergebnis aus Gl. (3.34), das bei gleichen Annahmen zu $K_C^m/K_C^0 = 0,6$ führt.

Die Ausrechnung der Abschirmung durch den "Wake" K_w (2. Term in Gl. (3.38)) führt mit $E = 400 \text{ GPa}$, $f_s = 0,5$, $h = 0,1 \text{ mm}$, $\theta = 10^{-3}$ und $K_C^0 = 3 \text{ MPa m}^{1/2}$ zu $K_w/K_C^0 = 0,16$.

Hiernach ist die abschirmende Wirkung durch den "Wake" geringer als durch die frontale Mikrorißzone, was im Widerspruch zur Schlußfolgerung der Autoren /100, 104/ steht, die den wesentlichen Abschirmungseffekt auf die Wirkung des "Wake" zurückführen. Eine Berechnung der Abschirmung des "wake" nach Gl. (3.31), wobei die Verformungsenergie nach der exakten Lösung /100/ (Gl. (7-9), S. 258) mit $K^\infty = 6 \text{ MPa m}^{1/2}$, $h = 0,1 \text{ mm}$, $f_s = 0,5$ und $\theta = 10^{-3}$ ergab eine Abschirmung von $K_w/K_C^0 = 0,1$, so daß sich ein Unterschied beider Berechnungen des Abschirmeffekts zwischen der exakten Lösung des Verformungsenergieterms und der approximierten Lösung von $0,06 K_C^0$ ergibt. Die Inkonsistenz der Ergebnisse konnte nicht erklärt werden.

Unabhängig hiervon sollen einige Annahmen des Modells diskutiert werden. Bei diesem Modell wurde angenommen, daß die Mikrorißzone lediglich die Wirkung eines nachgiebigeren linear-elastischen Bereichs im Material besitzt, der infolge der Mikrorißbildung zusätzlich eine starke Absenkung der lokalen Bruchzähigkeit erfährt (Gl. (3.35)). Sowohl die Änderung der Bruchzähigkeit als auch die Änderung der elastischen Konstanten ($E \rightarrow E_m$, $\nu \rightarrow \nu_m$) sind aus linear-elastischen Berechnungen zur Wirkung von Mikroriß-Makrorißwechselwirkungen entnommen /103/. Der in Kap. 3.6.2.4 dargestellte Vergleich verschiedener, in der Fachliteratur diskutierten, Berechnungsverfahren ergibt, daß die Lösungen stark variieren, je nachdem ob Wechselwirkungen zwischen Mikrorissen berücksichtigt wurden oder nicht und wie die Orientierung und Form der Mikrorisse modellmäßig erfaßt wurden. Welche Bedeutung die Wahl der Modellparameter auf die Berechnung des abschirmenden Effektes der Mikrorißzone besitzt, geht aus einer älteren Veröffentlichung von Evans /98/ hervor. Der abschirmende Effekt für die Mikrorißzone wurde ausgehend von Gl. (3.36) mit ~ 2 abgeschätzt. Hierbei wurden lediglich andere Annahmen für die elastischen Konstanten ausgeführt. Der im Rißflankenbereich wirkende Wake-Effekt ist dem nicht kräftefreien Riß der Rißflankenmodelle analog. Wie die Autoren ausführen, muß die Energiebetrachtung entsprechend der Definitionsgleichung des J-Integrals durchgeführt werden. Das heißt "small scale yielding" a priori ist nicht mehr erfüllt, eine Äquivalenz des Spannungsintensitäts- und des Energieratenkriteriums nach Irwin muß nicht mehr gewährleistet sein.

In /106/ wird in einer theoretischen mathematischen Abhandlung gezeigt, daß bei der Modellableitung von Evans et al. ein Term nicht berücksichtigt wurde, der zu einem abschirmenden Effekt der frontalen Mikrorißzone während der Rißausbreitung führt. Eine Quantifizierung dieses im Modell vernachlässigten Beitrages ist jedoch nicht möglich.

3.6.2.2 Modell von W. Prompe und W. Kreher

Das Modell basiert auf einer Griffith-ähnlichen Energiebilanz /107-112/. Eine Probe der Dicke "1" mit einem makroskopischen ebenen Riß der Länge l wird betrachtet (Abb. 3.11). Während der äußeren Lastaufbringung tritt Energiedissipation in einer, dem Makroriß vorgelagerten, sogenannten Dissipationszone (Radius r_D) auf, wobei gilt:

$r_D \ll$ Proben- und Makrorißabmessungen (small scale yielding)

$r_D \gg$ mikroskopische Dimensionen (Gefüge)

Außerhalb dieser Zone verhält sich die Probe ideal linear-elastisch. In der Dissipationszone wird elastische Energie in Wärme, Bruchflächenenergie der Mikrorisse und Schallenergie der akustischen Emission umgewandelt, die zusammen mit U_D bezeichnet werden. Innerhalb der Dissipationszone, unmittelbar vor der Makrorißspitze wird eine weitere Zone, die Prozeßzone, mit Ausdehnung r_p definiert, in der direkte Wechselwirkungsprozesse der Mikrorisse (Koagulation und Rißverzweigung) mit dem Makroriß auftreten.

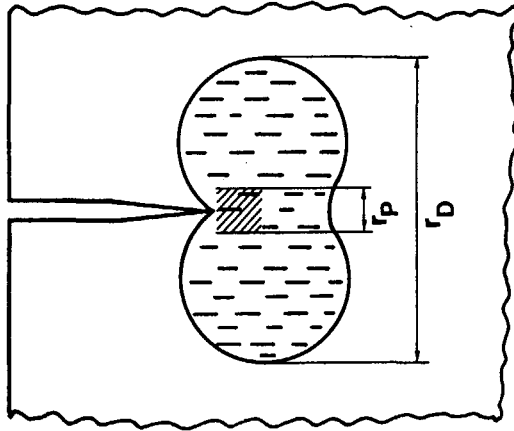


Abb. 3.11: Schematische Darstellung der Rißausbreitung gemäß Modellvorstellung von Pompe et al.

Als Stabilitätskriterium für den Makroriß dient eine Energiebilanz für eine virtuelle infinitesimale Verlängerung dl des Makrorisses. Die durch die Verlängerung dl freigesetzte potentielle Energie dP entspricht der Energiefreisetzungsrate G :

$$-dP = G dl \quad (3.39)$$

Die notwendige Energie um den Riß um dl zu verlängern ist $d\Sigma$, für die gilt:

$$d\Sigma = 2 \Gamma_{\text{eff}} dl + dU_D + dU_s \quad (3.40)$$

In der Dissipationszone kann es zu einer Veränderung des Eigenspannungszustands infolge der nicht reversiblen Prozesse kommen. Dies ist die gespeicherte Energie in Form von Eigenspannungen U_s . Die hier definierte effektive

Bruchflächenenergie Γ_{eff} entspricht der notwendigen Energie zur Erzeugung der Bruchfläche an der Makrorißspitze. Γ_{eff} kann sich von der spezifischen Oberflächenenergie Γ_0 unterscheiden ($\Gamma_{\text{eff}} < \Gamma_0$, falls Koaleszenz von Mikrorissen auftritt, $\Gamma_{\text{eff}} > \Gamma_0$, falls Rißverzweigung bzw. isolierte nicht mit dem Makroriß verbundene Mikrorisse entstehen). Die Kritikalitätsbedingung ist:

$$dP + d\Sigma = 0 \quad (3.41)$$

so daß man, mit Gln. (3.39) und (3.40) in Gl. (3.41) eingesetzt, die kritische Energiefreisetzungsrate G_c , die dem Rißwiderstand R entspricht, erhält.

$$R = G_c = 2\Gamma_{\text{eff}} + \frac{dU_D}{dl} + \frac{dU_s}{dl} \quad (3.42)$$

Mit den Homogenisierungen:

$$dU_D = 2 r_D \eta_D dl$$

und

$$dU_s = 2 r_D (\eta_s - \eta_{so}) dl$$

wobei η_D die pro Volumen dissipierte Energie, $\eta_s - \eta_{so}$ die pro Volumen erfahrene Änderung des Eigenspannungszustands bedeutet; r_D entspricht dem Radius der plastischen Zone bei Metallen.

$$r_D = \frac{\alpha G_c E}{\sigma_c^2}$$

σ_c : kritische lokale Zugspannung zur Initiierung der Energiedissipation ($\hat{=}$ Fließspannung bei Metallen)

Mit $\alpha = 1/3$ ergibt sich aus Gl. (3.42) die Darstellung:

$$R = \frac{\Gamma_{\text{eff}}}{1 - \frac{1}{3} \left(\frac{\eta_D + (\eta_s - \eta_{so})}{\frac{\sigma_c^2}{2E}} \right)} \quad (3.43)$$

Die Gl. (3.43) stellt die kritische Energiefreisetzungsrate für spontane Riausbreitung unter Vernachlssigung der kinetischen Energie und nicht adiabatischer Prozesse dar. Fr die Bestimmung der Modellparameter Γ_{eff} , η_D , η_s - η_{so} und σ_c fr nicht umwandlungsverstrkte Keramik wurden nach /110/ die folgenden Beziehungen angesetzt:

$$\Gamma_{\text{eff}} = \Gamma_0(1 - \omega) \quad (3.44a)$$

$$\eta_D = \frac{\sigma_{mc}^2}{2E} \left(\frac{\omega}{1 - \omega} \right) \quad (3.44b)$$

$$\eta_s - \eta_{so} = - \frac{\sigma_{res}^2 \omega}{2E} \quad (3.44c)$$

mit

$$\omega = \frac{2}{3} \rho$$

und

$$\sigma_c = \sigma_{mc} - \sigma_{res}$$

Hierbei bedeuten ρ die Mikroridichte, σ_{mc} die kritische Spannung, bei der Mikroribildung einsetzt und σ_{res} die im Material vorhandenen Zugeigenspannungen. Hier sei angemerkt, da in den ersten Arbeiten /107-110/ die nderung der Eigenspannungen noch nicht bercksichtigt wurden. Erst nachdem Krell et al. /113-117/ zeigten, da innere Spannungen mit bercksichtigt werden mssen, wurden die oben dargestellten Betrachtungen ausgefhrt. Der Parameter ω wurde aus der nderung des E-Moduls bei Mikroribildung abgeleitet. Hierfr liegen die gleichen Berechnungen /105/ wie bei Evans et al. /80, 98-101/ zugrunde, wobei keine Wechselwirkungen zwischen Mikrorissen untereinander bzw. zwischen Mikrorissen und dem Makrori bercksichtigt werden. Wie in Kap. 3.6.2.4 dargestellt ist, wird bei Bercksichtigung der Wechselwirkungen die nderung des E-Moduls stark beeinflt, was sich fr die Berechnung des Riwiderstands stark auswirkt.

Unter Berücksichtigung dessen, daß σ_{mc} gefügeabhängig ist, wie dies experimentell in /113, 115/ gezeigt wurde, beinhaltet dieses Modell alle experimentell beobachteten Phänomene (Mikrorißbildung, Rißverzweigung, Eigenspannungen, Änderung der elast. Konstanten) die während des quasistatischen Bruchvorganges in anisotropen spröden Werkstoffen ablaufen. Wie in /113/ dargestellt, können abhängig von bestimmten Gefügeausbildungen die experimentell ermittelten Bruchzähigkeiten bei geeigneter Wahl der Modellparameter für Aluminiumoxid theoretisch vorher bestimmt werden. Analysiert man allerdings die Annahmen der Modellparameter und die entsprechenden Berechnungen in /113-117/, so zeigt sich, daß unterschiedliche, teils widersprüchliche Angaben für die materialspezifischen Modellparameter gemacht werden. Dies erklärt sich aus der Schwierigkeit ihrer Bestimmung bzw. aus der Unkenntnis der Mikrorißdichte ρ , der E-Moduländerungen, der Korngrenzenenergie Γ_{gb} und der Spannungen σ_{res} und σ_{mc} .

Die ausgeführte Energiebetrachtung nach Gl. (3.43) ist nach Meinung der Autoren /109, 112, 118/ nur zur Quantifizierung des Maximaleinflusses der Mikrorißbildung geeignet. Das Modell beschreibt somit den in anderen Theorien als Rißinitiierung bezeichneten Zustand, den Initialwert R_0 der R-Kurve. Einen R-Kurveneffekt führen die Autoren auf andere nicht näher spezifizierte Prozesse zurück /118/. Eine vorstellbare Erweiterung auf die Beschreibung des R-Kurveneffekts könnte erreicht werden, wenn man die im Modell beschriebenen Prozesse dynamisch abhängig von der Rißausbreitung beschreibt.

3.6.2.3. Das Modell von F.E. Buresch und F. Osterstock

Das Modell /81, 119-126/ basiert, ähnlich wie das später von Evans et al. /80, 98-101/ entwickelte Modell, auf der Vorstellung, daß in einem mit einem Makroriß versehenen linear-elastischen, eigenspannungsbehafteten Körper infolge einer äußeren Belastung bei einer kritischen Spannung vor der Rißspitze des Makrorisses (der lokalen Korngrenzenbruchspannung), der sogenannten Kohäsionsspannung σ_{mc} , lokal separierte Mikrorisse entstehen. Durch die Mikrorißbildung wird die Spannung vor der Rißspitze relaxiert und das Spannungsfeld an der Rißspitze abgeschirmt. Durch Steigerung der äußeren Belastung entstehen mehr Mikrorisse; eine der Rißspitze vorgelagerte Mikrorißzone, die sogenannte Prozeßzone, bildet sich aus (Abb. 3.12).

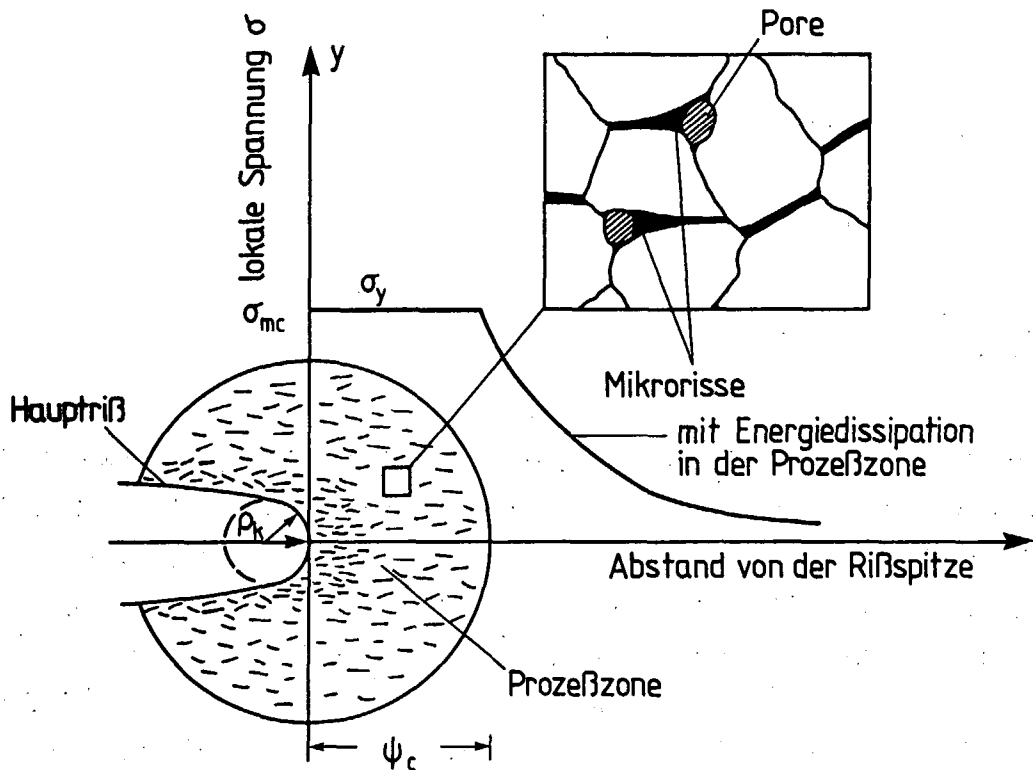


Abb. 3.12: Rißbelastung nach der Modellvorstellung von F.E. Buresch

Instabilität ist erreicht, wenn durch Koagulation von Mikrorissen der Makroriß um die laterale Ausdehnung ψ der Prozeßzone fortschreitet. In Analogie zur Spannungsmittelwerttheorie nach Neuber (vgl. Kap. 3.2) gilt bei Instabilität:

$$K_{IC} = \frac{\sigma_{mc}}{2} \sqrt{\pi\psi} \quad (3.45)$$

Ein R-Kurveneffekt wurde ursprünglich /119/ mit einer, während des Rißfortschritts anwachsenden, frontalen Prozeßzone erklärt. Diese Vorstellung stellt somit die Analogie der Prozeßzone mit der plastischen Zone und die Kohäsionsspannung mit der Fließspannung bei Metallen dar. Eine modifizierte Darstel-

lung für den Rißwiderstand wurde aus dem J-Integral unter der Annahme, daß "small scale yielding" erfüllt ist, abgeleitet /120, 121/:

$$R = J_R = \frac{\sigma_{mc}^2 \psi}{E_0} I_m^2 \quad (3.46)$$

mit

$$I_m^2 = \frac{\beta E_m}{E_0 - E_m}$$

Hierbei ist E_m der infolge Mikrorißbildung reduzierte Elastizitätsmodul in der Prozeßzone und E_0 der im ansonsten linear-elastischen Material wirkende Elastizitätsmodul. Der Mikrorißdichteparameter β beschreibt die material-spezifische kritische Mikrorißanordnung bezüglich Ort, Orientierung und Dichte der Mikrorisse in der Prozeßzone. Gl. (3.46) stellt eine implizite Form des variablen Rißwiderstands von der Rißverlängerung dar, bedingt durch die Abhängigkeit von dem Wechselwirkungsparameter I_m (a) /122/. Nach neueren Vorstellungen von Buresch /123/ ist die Prozeßzonengröße konstant während des Rißfortschritts. Ein Vergleich von Gl. (3.46) mit den ersten Arbeiten ergibt, daß in Gl. (3.46) der Faktor $\pi/4$ vernachlässigt wurde.

In den jüngsten Arbeiten von Buresch werden nicht elastische Energieanteile während des Bruchvorgangs berücksichtigt /124, 125/. Aus der Ableitung des J-Integrals entsprechend Atkins /65/ ergibt sich für den Rißwiderstand:

$$R = \frac{\sigma_{mc}^2}{E_0} \psi I_m^2 + 4 \frac{\sigma_{mc}^2}{E_0} \psi^2 \frac{d I_m^2}{da} \quad (3.47)$$

Eine abschätzende Quantifizierung des Rißwiderstands mit den Modellparametern ist schwierig, weil experimentelle Daten nur für die Kohäsionsspannung σ_{mc} und die Prozeßzonengröße ψ vorliegen.

Ausgehend von den Vorstellungen des Modells von Buresch, d.h. der Ausbildung einer frontalen Mikrorißzone, erklärt Osterstock den R-Kurveneffekt mit einer Vergrößerung der Prozeßzone während der Rißausbreitung /82, 127/. Diese Verformung führt bei entlasteten Proben zu bleibenden Rißöffnungen. Ein Zusammenhang der bleibenden Durchbiegung bei entlasteten 3-Punkt-Biegeproben und der Rißöffnung COD läßt sich aus einer einfachen geometrischen Betrachtung der Vorformung einer gekerbten 3-Punkt-Biegeprobe ableiten /82, 128/, so daß die während der Rißausbreitung um Δa entstehende bleibende Verformung

$u_{diss}(\Delta a)$, die bei Probenentlastung erst erkannt wird, nach Osterstock maßgeblich ist für die mit der Rißausbreitung stattfindenden energiedissipativen Prozesse in der frontalen Prozeßzone /82, 129/. Diese Vorstellung wird durch Be- und Entlastungsversuche während kontrollierter Rißausbreitung an durch leichten Thermoschock geschädigtem Aluminiumoxid unterstützt. Durch den Thermoschock werden Mikrorisse in dem Material induziert, so daß weniger Mikrorisse während der Belastung entstehen müssen, bis die kritische Mikrorißdichte bei Rißfortschritt erreicht ist. Dies führt zu einer im Vergleich zum thermisch ungeschädigten Material geringeren bleibenden Durchbiegung während der Rißausbreitung um Δa /55/. Die derzeitige Modellentwicklung ist noch mehr qualitativ anzusehen; eine formelmäßige Beschreibung ist noch zu entwickeln /130/.

3.6.2.4 Theoretische Berechnungen zum Einfluß von Mikrorissen

Die nachfolgend dargestellten Ergebnisse basieren auf umfangreichen numerisch ausgeführten Berechnungen. Zur genauen Beschreibung der Lösungsverfahren sei auf die zitierten Originalarbeiten verwiesen.

Die Berechnung des E-Moduls für einen rißbehafteten linear-elastischen Körper erfolgte erstmals von Budiansky et al. /105/. Der effektive E-Modul infolge zufallsverteilter, isolierter Mikrorisse wird hierbei mit der sogenannten selbst-konsistenten Methode bestimmt. Mit dieser Methode wird der Energieverlust, der durch das Vorhandensein eines einzelnen, isolierten Risses in einem unendlich ausgedehnten Kontinuum entsteht, berechnet. Der E-Modul-Abfall für n -Mikrorisse wird aus der Superposition der E-Modul-Reduktion des Einzelrisses bestimmt. Eine Wechselwirkung zwischen den einzelnen Mikrorissen wird hierbei nicht berücksichtigt.

In /131, 132/ wurde festgestellt, daß die Änderung des effektiven E-Moduls, ausgehend von der selbst-konsistenten Methode, maßgeblich von der Form und der Orientierung der Mikrorisse abhängig ist. Werden Wechselwirkungen von Mikrorissen untereinander berücksichtigt, so zeigten Aboudi et al. /133/ mit einer modifizierten selbst-konsistenten Methode, dann ist die Änderung des E-Moduls infolge der vorhandenen Mikrorisse wesentlich geringer ausgeprägt als nach /105/ berechnet. Bei einer kritischen Mikrorißdichte, bei der nach /105/ der E-Modul zu Null berechnet wird, wird nach /133/ ein Abfall auf 30 % des rißfreien E-Moduls bestimmt. Werden die Berechnungen des Spannungsintensitätsfaktors infolge der spannungsinduzierten Mikrorißbildung, ausgehend von

den Lösungen von /105/, durchgeführt /80, 134/, ergibt sich kein abschirmender Effekt infolge der frontalen Mikrorißzone.

In jüngsten Untersuchungen /135/ wurde der Abschirmeffekt der frontalen Mikrorißzone durch orientierte Mikrorisse in einem hexagonalen Feld mit der sogenannten "selbst-konsistenten" Methode berechnet. Obwohl hier keine Wechselwirkungsprozesse der Mikrorisse berücksichtigt werden, resultiert ein Abschirmungseffekt von bis zu 50 % gegenüber der Lösung von zufallsverteilten Mikrorissen /80, 134/. Zu einem ähnlichen Ergebnis kommt auch Rose /147/ in seinen Untersuchungen. Er zeigte, daß die Wechselwirkungseinflüsse der Mikrorisse vernachlässigbar sind, wenn die Länge eines Mikrorisses viel kleiner ist als ihr Abstand zur Spitze des Makrorisses.

Dies steht im Einklang mit Untersuchungen von Rubinstein /137/, der feststellte, daß die Wechselwirkung von Mikrorissen, die weiter als ihre zehnfache Länge voneinander entfernt sind, vernachlässigbar ist. Für geringere Abstände, das ergibt sich nach /138, 139, 140-144/, ist die Spannungsintensität am Makroriß stark von der jeweiligen Anordnung und Orientierung der Mikrorisse abhängig. Für geeignete Mikrorißkonfigurationen ergeben sich Abschirmeffekte bis zu 80 % /144/. Allerdings ergaben Berechnungen in /145/, daß bereits wenige Mikrorisse (≥ 2) zur Erzielung des maximalen Abschirmungseffektes ausreichen. Diese Rechnungen basieren auf zweidimensionalen Modellen. Erste Berechnungen für einfache dreidimensionale Mikrorißsysteme deuten an, daß im 3 D-Fall der Abschirmeffekt deutlich geringer ist als im gerechneten 2 D-Fall /145/.

Abschirmungseffekte von Montagut belegen, daß zwischen der Änderung des Elastizitätsmoduls durch die vorhandenen Mikrorisse und der Spannungsintensität am Makroriß keine Korrelation besteht /150/. Die Ausdehnung eines mikrorißbehafteten Bereichs an den Rißflanken während des Rißfortschritts hat nach diesen Berechnungen ebenfalls keinen abschirmenden Effekt zur Folge.

Bei den bisher betrachteten Berechnungen wurde jeweils der Einfluß vorgegebener Mikrorißkonfigurationen auf die Spannungsintensität beschrieben. In den Simulationsrechnungen von Hoagland et al. /146, 148, 149/ wurden quasi-dynamische Berechnungen zur Ausbildung und Wirkung von Mikrorissen vor der Makrorißspitze infolge einer äußeren Belastung ausgeführt. Danach ergibt sich eine Abschirmungswirkung durch die Mikrorißzone auf die Makrorißspitze. Während der Rißausbreitung nimmt dieser abschirmende Effekt durch eine größere Mikrorißzone bzw. und größere Mikrorißdichte zu. Der Effekt der Abschirmung ist bei günstig orientierten Mikrorißanordnungen stärker als bei zufallsverteilten Mikrorissen.

Aus den durchgeführten Berechnungen der Spannungsintensität ergibt sich ganz klar ein abschirmender Effekt infolge der Ausbildung und Wirkung einer frontalen Mikrorißzone. Zu einer genauen Abschätzung des Effekts sind weitere quasi-dynamische Betrachtungen unter Berücksichtigung experimentell ermittelter Mikrorißsysteme und eines Eigenspannungsfeldes, dreidimensional ausgeführt, notwendig.

3.7 Zusammenfassende Disussion zu den bruchmechanischen Untersuchungen zur Bestimmung und Klärung des R-Kurvenverhaltens nicht umwandlungsverstärkter keramischer Werkstoffe

In den vorangehenden Abschnitten wurde dargestellt, daß die Bestimmung der Rißwiderstandswerte nicht einheitlich ausgeführt werden.

Wie aus den beschriebenen grundlegenden Ableitungen der Bruchmechanik hervorgeht, ist ein mit Rißfortschritt Δa ansteigender Rißwiderstand mit den Formeln der linear-elastischen Bruchmechanik nur unter der Bedingung korrekt zu berechnen, daß "small scale yielding" erfüllt ist. Das bedeutet für die energiedissipativen Mechanismen, die bei nicht-umwandlungsverstärkten Keramiken das R-Kurvenverhalten hervorrufen mit den Formeln der LEBM nur beschrieben werden können, wenn sie analog den Mechanismen bei Metallen, unmittelbar in dem lokalen Rißspitzenbereich wirken. Die Gültigkeit dieser a priori Voraussetzung impliziert die Äquivalenz nach Gl. (3.11b), d.h. der nach der Spannungsintensitätsbetrachtung (Gl. (3.12a)) und der Energieratenbetrachtung (Gl. (3.13b)) berechnete R-Kurvenverlauf sind dann gleich.

Eine Beschreibung des R-Kurvenverhaltens bei nicht-umwandlungsverstärkten Keramiken mit der aus dem J-Integral abgeleiteten Formel (Gl. (3.18a)) die bei Gültigkeit des "small scale yieldings" die Lösungen der LEBM ergibt, deren Gültigkeit jedoch nicht erfordert, ist wegen der allgemein gültigen Anwendbarkeit zweckmäßig. Die aus Entlastungsexperimenten bei Rißfortschrittsuntersuchungen beobachteten bleibenden Verformungen /51-53, 82/, werden als Hinweis auf während des Rißfortschritts stattfindende nicht-elastische Energiedissipation gedeutet /65, 80, 124, 127, 148/, die mit den aus dem J-Integral abgeleiteten Formeln beschreibbar sind, jedoch nicht mit denen nach der LEBM.

Sowohl die aus der LEBM, als auch die nach dem J-Integral abgeleiteten Formeln zur Berechnung der Rißwiderstandswerte gelten nur für quasistatische Rißausbreitung. Die bisher durchgeführten kontrollierten Rißausbreitungsversuche wurden entweder

- mit konstanter Traversengeschwindigkeit $\dot{v}_T$ oder
- mit konstanter Durchbiegungsrate $\dot{v}$

durchgeführt. Mit diesen Versuchsführungen ist eine quasi-stationäre Rißausbreitung, d.h. eine konstante Rißfortschrittsgeschwindigkeit $\dot{a}$ nur annähernd gewährleistet /51, 52/ (vgl. Kap. 3.6.1.1). Streng genommen müßten kinetische Energieteile mit berücksichtigt werden. Problematischer, weil unbekannt, ist bei Ausführung von kontrollierten Rißausbreitungsversuchen in nicht-inertem Prüfmedium der hinzukommende Einfluß des subkritischen Rißwachstums auf das R-Kurvenverhalten bei nicht konstanter Rißausbreitungsgeschwindigkeit (vgl. Kap. 3.5).

Der experimentelle Rißwiderstandsverlauf wird aus Lastverformungskurven (P-v-Diagramm) langsamer Rißausbreitungsversuche mit gekerbten Biegeproben (3-Punkt-; 4-Punkt-Biegeproben), Double-Cantilever-Beam-Proben (DCB) oder Double-Torsion-Proben (DT) bestimmt. Werden kontrollierte Rißausbreitungsversuche ohne simultane direkte Rißlängenmessung ausgeführt - was allgemein üblich ist -, besteht die Problematik der Zuordnung der P-v-Kurve zur jeweiligen Rißlänge. Ohne diesen Zusammenhang ist die Berechnung der Rißwiderstandswerte nicht möglich, so daß die Rißlänge über verschiedene indirekte Verfahren ermittelt wird.

Häufig wird das sogenannte Compliance-Verfahren angewendet /51, 52, 82/. Hierbei wird die aus gemessenen Kraftverschiebungswerten v_i und Kräften P_i ermittelte Compliance $C_{exp,i} = v_i/P_i$ der analytisch bestimmbaren, theoretischen Compliance $C_{th} = C_{LEBM}(a)$ gleichgesetzt. Mittels eines Iterationsverfahrens werden dann die Rißlängen berechnet. Für die so berechnete Rißlänge wird impliziert, daß die Änderung der Compliance während des Rißfortschritts bei der Probe des untersuchten realen Werkstoffs identisch ist mit der theoretischen Complianceänderung bei gleicher Probengeometrie mit ideal linear-elastischem Verhalten.

$$\text{Annahme: } \frac{d C_{\text{exp}}(a)}{da} = \frac{d C_{\text{LEBM}}(a)}{da} \quad (3.48)$$

Wie in /51, S. 128, Abb. 8.2/ ausgeführt, wurde für Al_2O_3 eine mit dem Rißfortschritt Δa zunehmende Abweichung zwischen der theoretischen und experimentell bestimmten Compliance festgestellt, die mit zunehmender Korngröße größer wird. In /50/ wurde gezeigt, daß die nach dem Compliance-Verfahren durchgeführte Rißlängenbestimmung, insbesondere bei Werkstoffen, die ausgeprägtes R-Kurvenverhalten aufweisen, im Vergleich mit optisch gemessenen Rißlängen "zu kurz" bestimmt werden.

Sakai /151/ schlägt eine Kalibrierung der Compliance-Kurve $C(a)$ über die Bestimmung der Compliance an kritischen Bruchversuchen mit unterschiedlichen Kerbtiefen vor. Falls, wie die nicht-linear-elastischen Bruchmechanikmodelle unterstellen, während der kontrollierten Rißausbreitung energiedissipative Prozesse ablaufen, kann auch dieses Verfahren zu angenähert richtigen Rißlängen führen.

Die optische Vermessung der Rißlänge an ausgebauten vollständig entlasteten Proben, wie in /51/ vorgeschlagen, birgt einerseits die Gefahr, daß beim Entlasten durch die in der Prüfmaschine gespeicherte Energie noch Rißausbreitung stattfindet, was auch beobachtet wurde /51, 52/ und somit auch zu falschen Rißlängenbestimmungen führt. Andererseits kann die Rißlängenmessung infolge teilweiser optisch nicht erkennbarer Rißschließung zu "zu kurzen" Rißlängen führen.

Zusammenfassend läßt sich feststellen, daß die in der Fachliteratur mitgeteilten Versuchsergebnisse zum R-Kurvenverhalten zeigen, daß neben den materialinhärenten Ursachen die versuchstechnischen und auch die Auswertemethoden selbst den gemessenen R-Kurvenverlauf beeinflussen können. Zur Diskriminierung dieser Einflüsse sind deshalb weitere geeignete bruchmechanische Versuche zum Rißausbreitungsverhalten notwendig. Diese sind insbesondere zur weiteren Aufklärung der ursächlichen Mechanismen des R-Kurvenverhaltens bei nicht umwandlungsverstärkten Keramiken erforderlich, weil bislang keine eindeutige und unwidersprochene Erklärung hierfür existiert.

4. Experimentelle Arbeiten

4.1 Notwendige Versuche zur Bestimmung des R-Kurvenverhaltens und zur weiteren Klärung der hierfür ursächlichen Mechanismen

Im folgenden werden gezielte bruchmechanische Untersuchungen zum Rißausbreitungsverhalten, die bezüglich der weiteren Aufklärung der Ursachen des R-Kurvenverhaltens nicht-umwandlungsverstärkter Keramiken für nötig erachtet werden, spezifiziert und an einem hochreinen, grobkörnigen Aluminiumoxidwerkstoff ausgeführt. Hierfür sind verschiedene notwendige Voraussetzungen, wie folgend dargestellt, erfüllt worden.

- In den für diese Arbeit durchzuführenden Versuchen ist die Untersuchung der materialinhärenten Einflüsse durch Variation der Gefügeausbildung, des Fremdphasenbestandes und der Dichte nicht vorgesehen. Vielmehr muß die Homogenität des verwendeten Al_2O_3 -Werkstoffs sichergestellt sein. Deshalb mußte zu ihrer Überprüfung eine umfangreiche Werkstoffcharakterisierung vorgenommen werden (vgl. Kap. 4.2).
- Um die durch die Probenherstellung und die Bearbeitung bedingte Ausgangseigenspannung auf die Versuchsergebnisse auszuschließen, wurde vor der Ausführung der bruchmechanischen Versuche eine Wärmebehandlung vorgenommen. In Abb. 4.1 ist der ausgeführte Wärmebehandlungszyklus dargestellt. Hierbei wurde sichergestellt, daß keine Gefügeveränderung während der Wärmebehandlung stattfand.
- Zur Verhinderung des subkritischen Rißwachstums sollte der Rißausbreitungsversuch in einem inertem Prüfmedium ausgeführt werden. Hierfür wurde ein Öl verwendet, das nach der chemischen Analyse /152/ einen Wassergehalt von weniger als 80 ppm Gewichtsanteilen aufwies. Um eine Wasseranlagerung während der Probenvorbehandlung auszuschließen, wurde die Wärmebehandlung in hochreiner (99,9999 %) Stickstoffatmosphäre durchgeführt und die Proben im verwendeten Öl im Exsikkator unter Blaugel gelagert.
- Die simultane direkte Rißlängenmessung während der Versuchsführung sollte gewährleistet sein. Hierfür wurde ein verfahrbares, hochauflösendes Ölimmersionsmikroskop für direkte Beobachtung und simultane, video-optische Bildaufzeichnung konzipiert und am Versuchsstand installiert (vgl. Kap. 4.3).

- Während der Versuchsführung werden die folgenden Meßgrößen kontinuierlich registriert:
 - Last $P(t)$
 - Durchbiegung $v(t)$
 - Rißlänge $a(t)$

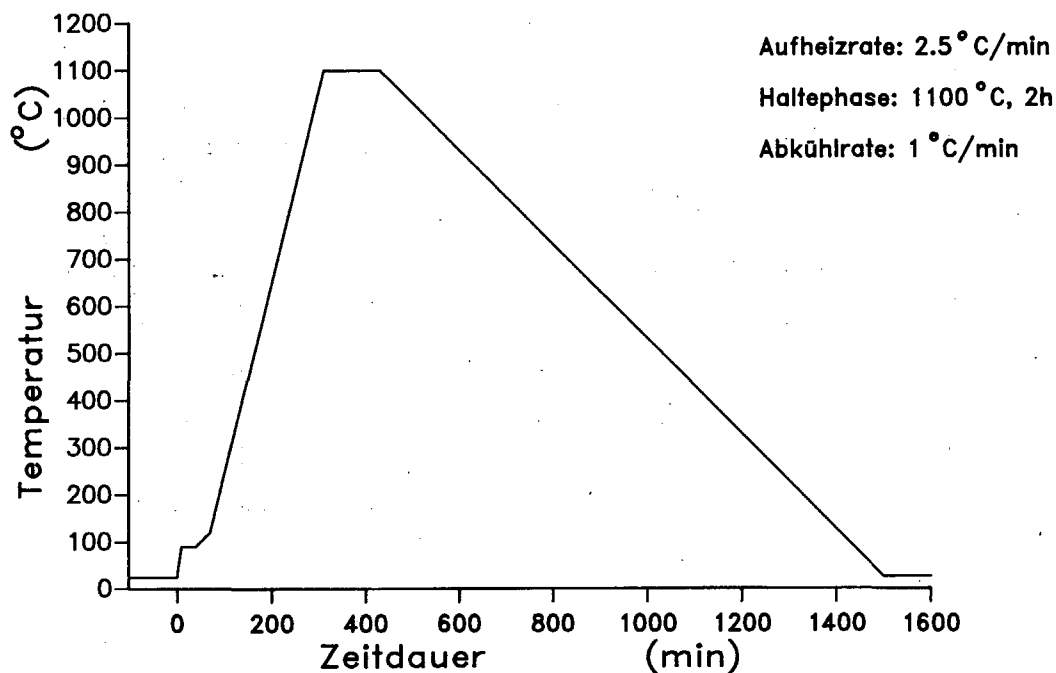


Abb. 4.1: Darstellung des Wärmebehandlungszyklus

4.1.1 Vergleich der Auswertemethoden

Die Bestimmung des von der Rißverlängerung Δa abhängigen Rißwiderstandes $R(\Delta a)$ erfolgt aus kontrollierten Rißausbreitungsversuchen an verschiedenen Probengrößen (vgl. Kap. 4.1.2) mit den in Kap. 3 dargestellten verschiedenen Auswerteformeln. In Tab. 4.1 sind die verwendeten Berechnungsformeln und die in dieser Arbeit zur Unterscheidung benutzten Nomenklaturen für die Rißwiderstandswerte zusammengefaßt. Für die Berechnung der R-Kurven werden mit Ausnahme von $R_{\text{LEBM,ger}}$ (hierfür wird Δa nach dem Compliance-Verfahren berechnet; vgl. Kap. 3.7), die zugeordneten optisch gemessenen Rißlängen $a_{\text{opt.}}$ verwendet. Ein in dieser Weise ausgeführter Vergleich der Auswertemethoden ist bisher nicht bekannt, aber hinsichtlich einer gezielten Untersuchung und Klärung

der während der Rißausbreitung ablaufenden energiedissipativen Prozesse, wie in Kap. 3.7 diskutiert, erforderlich.

Tab. 4.1: Bezeichnung und Berechnungsformeln zur Bestimmung der Rißwiderstandswerte

Kurzbezeichnung bzw. Charakterisierung			
elasto-plastisch	$R_{el-plast.}$	$R = \frac{1}{2B} p^2 \frac{dC^*}{da} + \frac{1}{B} p \frac{dv_{irr}}{da}$	(3.18 a)
linear-elastisch mit exp. Compliance	R_{LEBM}	$R = \frac{1}{2B} p^2 \frac{dC_{exp}}{da}$	(3.18 b)
linear-elastisch nach Compliance-Verfahren	$R_{LEBM, ger}$	$R = \frac{1}{2B} p^2 \frac{dC_{th}}{da}$	(3.48)
linear-elastisch nach K_I -Konzept	R_{KR}	$R = \frac{K_C^2}{E} (1 - \nu^2) = \frac{\sigma_{Br}^2}{E} (1 - \nu^2) a f^2\left(\frac{a}{W}\right)$	(3.11 b)

4.1.2 Variation des Probentyps und der Probengröße

Zur Ermittlung der maßgeblichen Einflußparameter auf den R-Kurvenverlauf ist eine Diskriminierung der versuchstechnischen und materialinhärenten Ursachen notwendig. Hierfür werden Rißfortschrittsversuche an gekerbten Biegeproben (3-Punkt/4-Punkt) verschiedener Probenabmessungen (vgl. Tab. 4.2) durchgeführt.

Tab. 4.2: Liste der verwendeten Probentypen und Probengrößen

Bezeichnung	Probenabmessung (BxWxL, mm ³)	Spannweitegeometrie (innen/außen mm)	Probentyp
B2	5 x 10 x 105	45/90	Biegeprobe (4-Pkt.)
B3	5 x 10 x 105	80	Biegeprobe (3-Pkt.)
B4	5 x 15 x 135	45/120	Biegeprobe (4-Pkt.)
B5	10 x 20 x 210	60/180	Biegeprobe (4-Pkt.)

4.1.3 Einfluß der Versuchssteuerung auf das Rißausbreitungsverhalten

Üblicherweise werden kontrollierte Rißausbreitungsversuche mit konstanter Durchbiegungsrate $\dot{v}$ durchgeführt. In experimentellen Untersuchungen wurde festgestellt, daß hierbei die Rißfortschrittsgeschwindigkeit $\dot{a}$ während der Rißausbreitung nicht konstant bleibt (vgl. Kap. 3.6.1.1). Die Berechnung des Rißwiderstandes nach den Formeln in Tab. 4.1 unterstellt eine quasi-stationäre Rißausbreitung. Mit einer geeignet geregelten zeitlich variablen Durchbiegungsrate $\dot{v}(t)$ soll eine konstante Rißausbreitungsgeschwindigkeit $\Delta\dot{a}(t)$ während des gesamten Rißausbreitungsversuchs erzielt werden. Die experimentell vorzugebende Durchbiegungsrate $\dot{v}(t)$ wird wie folgt berechnet: Aus Versuchen mit konstanter Durchbiegungsrate $\dot{v}(t) = \text{const}$ werden die der Durchbiegungswerte zugehörigen Rißlängen ermittelt. Hiermit erhält man Meßwertepaare $v_i(a_i)$, die durch einen Polynom der Form:

$$v(a) = \sum_{i=0}^N k_i a^i \quad (4.1)$$

mit den Approximationskoeffizienten k_i und N der höchsten Potenz des Fit-Polynoms approximiert werden. Unter der Näherung, daß $\dot{a} = \text{const}$ ist, läßt sich aus Gl. (4.1) die zeitliche Durchbiegungsrate für näherungsweise konstante Rißausbreitungsgeschwindigkeit formulieren:

$$v(t) = \sum_{i=0}^N k_i (\Delta\dot{a})^i t^i = \sum_{i=0}^N k_i^* t^i \quad (4.2)$$

Aus dem Vergleich zwischen Riausbreitungsversuchen, die mit konstanter Durchbiegungsrate und mit einer Durchbiegungsratenfunktion nach Gl. (4.2) durchgefhrt werden, werden Aussagen erwartet ber etwaige notwendige kinetische bzw. zeitabhngige Einflsse auf das R-Kurvenverhalten. Dies ist insbesondere deshalb wichtig, weil Untersuchungen zur spannungsinduzierten Mikroribildung mit der Methode der Rntgenkleinwinkelstreuung (SAXS) /153, 154/ darauf hindeuten, da die Mikroridichte und die Gre der Mikrorizone (vgl. Kap. 3.6.2) von der Rigeschwindigkeit abhngig sind.

4.1.4 Untersuchung auf zeitabhngiges R-Kurvenverhalten

Die Rifortschrittsexperimente werden unter inerten Prfbedingungen durchgefhrt, so da subkritisches Riwachstum infolge einer korrosiven Wirkung des Mediums auszuschlieen ist. Wenn das R-Kurvenverhalten ausschlielich auf Verhakungsmechanismen, der nicht-krftfreie Riflanken basiert, sollte unter zeitlich konstant gehaltenen Belastungsbedingungen:

- zeitlich konstante Kraft P_i
- zeitlich konstante Durchbiegung v_i

keine weitere Riausbreitung erfolgen.

Etwaige Riausbreitungen unter diesen Bedingungen, verbunden mit Relaxationsvorgngen whrend konstanter Durchbiegung bzw. mit einem Probenbruch whrend einer anliegenden zeitlich konstanten Kraft, mten damit indirekt nachweisen, da Mikroriprozesse whrend der Riausbreitung stattfinden. Diese statische "Ermdung" (nicht durch subkritisches Riwachstum), durch Mikroriprozesse bedingt, bedeutet allerdings noch nicht, da Verhakungen bzw. Riflankenwechselwirkungen nicht vorhanden sind.

4.1.5 Ursache der bleibenden Durchbiegung

Vielfach wird angenommen, da die bei Rifortschrittsversuchen whrend der Entlastung beobachteten bleibenden Durchbiegungen durch die Verhakungsprozesse verursacht sind (vgl. Kap. 3.6.1). Eine berprfung dieser Deutung ist bezglich der Klrung der R-Kurvenmechanismen dringend notwendig. Dies soll durch einen Vergleich der R-Kurven aus einem kontinuierlichen Riaus-

breitungsversuch und aus einem Versuch, bei dem während der Riausbreitung Entlastungs- und Wiederbelastungszyklen durchgefhrt werden, untersucht werden. Deutliche Unterschiede der Riwiderstandswerte nach Gl. (3.18a) und (3.18b) (vgl. Tab. 4.1) berechnet, wrden auf Verhakungsprozesse hindeuten. Die gemessenen bleibenden Durchbiegungen und die Unterschiede von R_{LEBM} und $R_{el-plast}$ mten hierbei allerdings zustzlich von der Anzahl der Entlastungszyklen pro Riinkrement abhngig sein. Das heit, je mehr Entlastungen ausgefhrt werden, umso kleiner sollte die gemessene bleibende Durchbiegung und die Differenz der Riwiderstandswerte sein. Die aus Entlastung und Wiederbelastung resultierende Hystereseausbildung mu hierdurch ebenfalls schwcher sein.

4.1.6 In-situ Beobachtungen des Rispitzen- und Riflankenbereichs whrend der Riausbreitung

Wie in Kap. 3.6 berichtet, wurden bei bisher durchgefhrtten optischen Beobachtungen Ribildungs-, bzw. Riverzweigungs- und Seitenriprozesse in den bis zu mehreren Millimetern hinter der aktuellen Rispitze befindlichen Riflankenbereich festgestellt. Eine Deutung hinsichtlich des Ortes und der zeitlichen Entstehung konnte hierbei, wegen dem bei den verwendeten Beobachtungseinrichtungen unzureichenden Auflsungsvermgens, nicht widerspruchsfrei vorgenommen werden. Mit einem hochauflsenden optischen Beobachtungssystem werden whrend des Rifortschrittes der Rispitzen- und Riflankenbereich in-situ beobachtet und als Videobild aufgezeichnet.

4.2 Werkstoffbeschreibung

Die fr die Untersuchungen verwendete Al_2O_3 -Keramik, geliefert als Formplatten in den Abmessungen $230 \times 130 \times 20 \text{ mm}^3$, ist die marktgngige Werkstoffqualitt AF997 /155/ der Firma Demarquest. Die vom Hersteller angegebenen mechanischen und physikalischen Kennwerte der Werkstoffqualitt AF997 sind in Tab. 4.3 zusammengefat.

Stichproben der Platten wurden auf Verunreinigungen und hinsichtlich des Gefges, der Dichte und des Elastizittsmoduls auf Homogenitt untersucht.

Tab. 4.3: Herstellerangaben über mechanische und physikalische Stoffmerkmale der Werkstoffqualität AF997

Stoffmerkmale		Richtwerte
Al ₂ O ₃ -Gehalt	%	99,7
Dichte	g cm ⁻³	3,8 - 3,9
Biegebruchfestigkeit	MPa	300
Elastizitätsmodul	GPa	310
Poisson-Zahl		0,22
Weibull-Modul		25
Bruchzähigkeit	MPam ^{1/2}	4,6

4.2.1 Chemische- und Röntgenfeinstrukturanalyse

An zwei zufällig entnommenen Plattenproben wurde eine chemische Naßanalyse¹ mit der Methode der Atom-Emissions-Spektroskopie mit induktiv angekoppeltem Argonplasma (ICP-AES) durchgeführt. Das Ergebnis der Analyse basiert jeweils auf drei aus den Proben hergestellten Aufschlüssen. Die jeweils ermittelten Phasenanteile mit Standardabweichungen aus den drei Aufschlüssen zeigt Tabelle 4.4. Vergleichend hierzu sind die vom Hersteller ebenfalls mit der ICP-Methode ermittelten Schwankungen der Analyseergebnisse /156/, basierend auf einer großen Anzahl von Herstellungslosen, aufgeführt. Al₂O₃ liegt hier in einer Reinheit von $\geq 99,6$ Gewichtsprozenten vor. Der Fremdphasenanteil von etwa 0,4 % läßt sich hauptsächlich auf die Anteile von MgO, SiO₂ und Na₂O, CaO, die zusammen etwa 0,3 % betragen, zurückführen. Die ermittelten Fremdphasenanteile liegen nicht immer innerhalb der vom Hersteller angegebenen Schwankungsbreiten.

1) 500 mg Probe wurde mit 5 ml konzentrierter H₂SO₄ und 5 ml konzentrierter H₃PO₄ 30 min bei 300 °C in einem Aufschlußgerät (Acidorapid) aufgeschlossen.

Tab. 4.4: Ermittelte Phasenanteile (in ppm) aus der chemischen Naßanalyse an zwei Proben der vorliegenden Al_2O_3 -Sintercharge im Vergleich zu den Herstellerangaben

	Probe 1	Probe 2	Hersteller /156/
MgO	125 ± 50	1142 ± 50	1100 - 1700
SiO ₂	1491 ± 157	706 ± 78	500 - 1500
CaO	476 ± 28	532 ± 28	300 - 500
Na ₂ O	472 ± 67	917 ± 67	450 - 800
Fe ₂ O ₃	415 ± 43	372 ± 43	150 - 300
TiO ₂	67 ± 13	67 ± 13	30 - 150
Cr ₂ O ₃	< 29	< 29	-
K ₂ O	-	-	0 - 40
B ₂ O ₃	-	-	100 - 250

Eine Röntgenfeinstrukturanalyse² an ebenfalls zwei zufällig entnommenen Proben der vorliegenden Al_2O_3 -Keramik wurde durchgeführt. Hiermit sollte festgestellt werden, ob neben dem erwarteten hexagonal-rhomboedrischen α - Al_2O_3 noch andere Modifikationen und weitere kristalline Phasen vorliegen.

Die Identifikation der vorhandenen Substanzen wurde mit der ASTM-Kartei (Joint Committee on Powder Diffraction-Standards: JCPDS) vorgenommen. Die durchgeführte Analyse war nur qualitativ.

In den Abbn. 4.5a und 4.5b sind die gemessenen Intensitätspeaks in Abhängigkeit des Reflexionswinkels der Strahlungsquelle dargestellt. Der Vergleich mit den aus der Vergleichsdatei entnommenen charakteristischen Intensitätspeaks für α - Al_2O_3 (gestrichelte Linien) zeigt die Eindeutigkeit der Identifikation für diese Phase. Neben α - Al_2O_3 zeigte sich keine weitere kristalline Phase.

2) Diffraktometer D500 (Fa. Siemens) Strahlungsquelle: Kupfer-Röhre:
 $\text{Cu}_{K\alpha}$: = 0,154178 nm

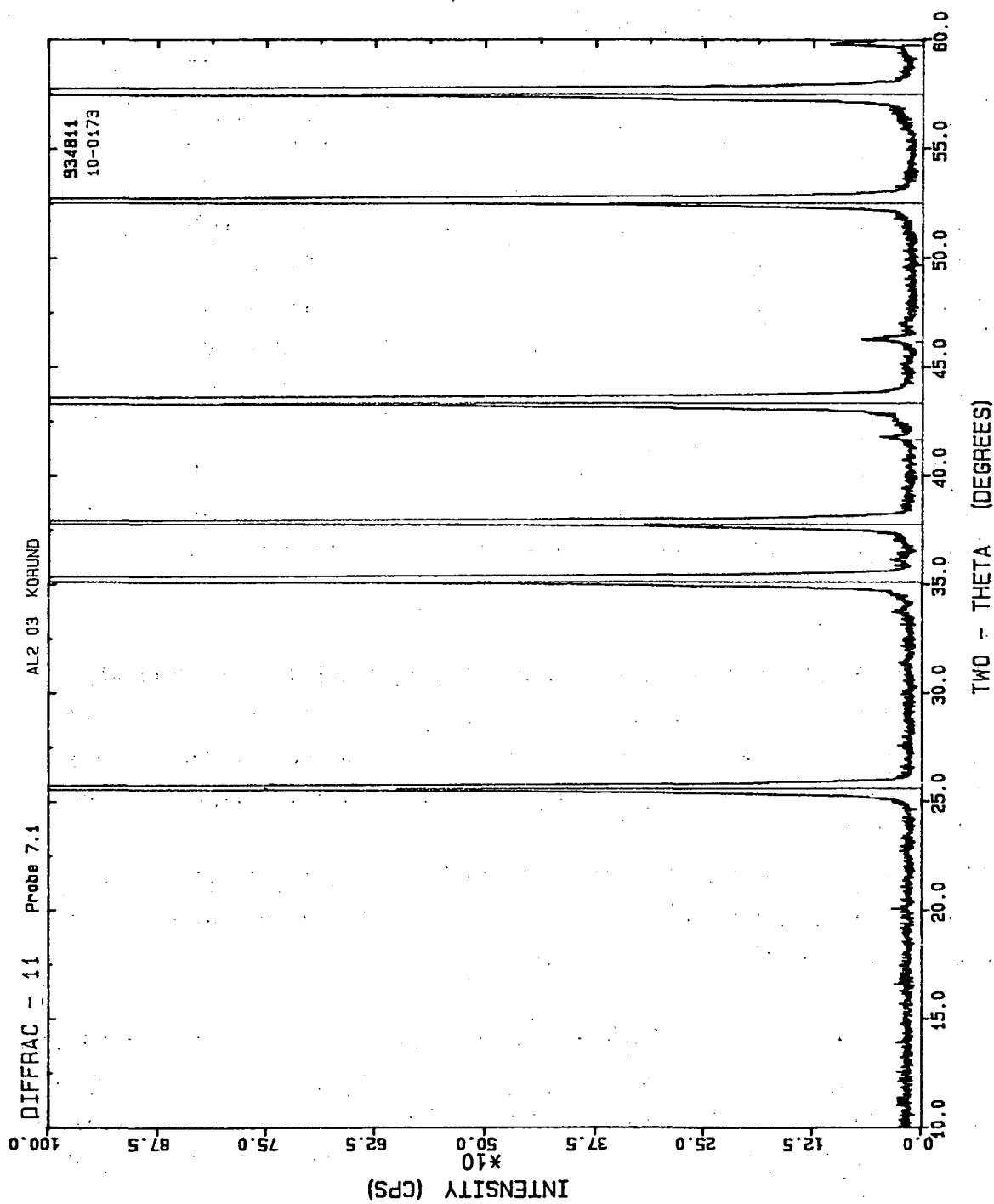


Abb. 4.5a: Röntgenfeinstrukturanalyse für Probe 1 der vorliegenden Al_2O_3 -Sintercharge

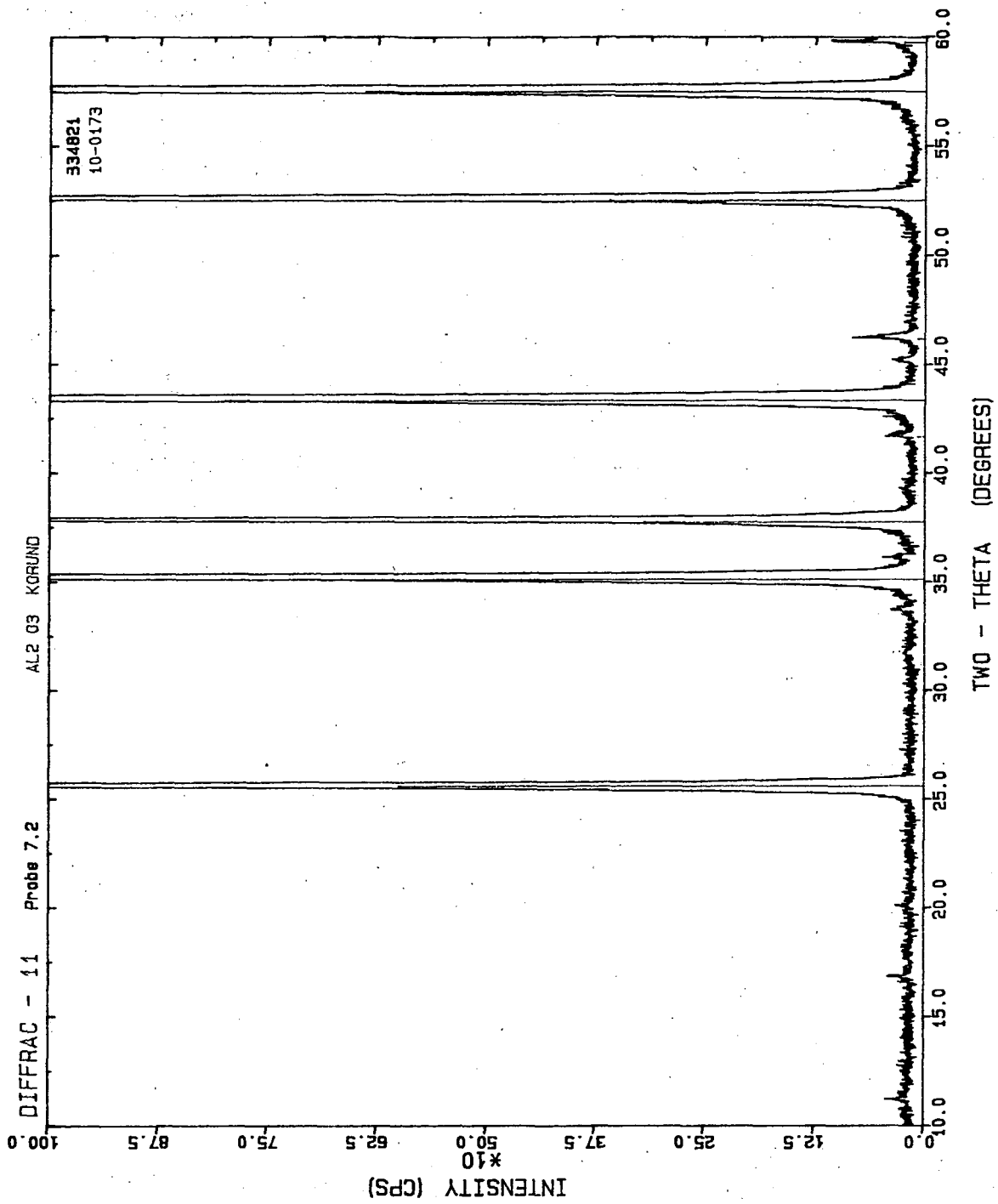


Abb. 4.5b: Röntgenfeinstrukturanalyse für Probe 2 der vorliegenden Al_2O_3 -Sintercharge

4.2.2 Gefügeanalyse

Zur Untersuchung auf Homogenität und etwaige vorhandene Textur wurden für die quantitative Gefügeanalyse an drei willkürlich gewählten Platten jeweils drei zueinander senkrechte keramographische Schriffe angefertigt. Durch 30-minütiges chemisches Ätzen in siedender 85 % H_3PO_4 /157/ wurde die Gefügeausbildung sichtbar gemacht. Die Auswertung der Gefügeschriffe erfolgte mit einem interaktiven Bildanalysesystem³ Zur realitätsnahen Beschreibung des untersuchten Korngefüges (Ellipsoid vgl. Abb. 4.6) wurde für die Durchmesserbestimmung die jeweils größte und kleinste Längsausdehnung eines Kornes $D_{\max,i}$ und $D_{\min,i}$ mittels eines im automatischen Bildanalysator integrierten Tangentenverfahrens gemessen. Die so ausgeführte Durchmesserberechnung wurde deshalb gegenüber dem häufig in der Literatur verwendeten Bestimmungsverfahren von D_{circle} , das die ebenen Kornschliffe als Kreise annähert, bevorzugt. Die mittleren Korndurchmesser $\bar{D}_{N\max}$ und $\bar{D}_{N\min}$ sind anzahlgewichtet bestimmt worden.

$$\bar{D}_{N \max} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N D_{\max,i} \quad (4.5a)$$

$$\bar{D}_{N \min} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N D_{\min,i} \quad (4.5b)$$

Zusätzlich wurde der flächengewichtete mittlere Korndurchmesser $\bar{D}_{A\max}$ zum Vergleich bestimmt.

$$\bar{D}_{A \max} = \frac{1}{\sum_{i=1}^N A_i} \sum_{i=1}^N A_i D_{\max,i} \quad (4.6)$$

Die Berechnung der Kornflächen erfolgte mittels einer im Bildanalysator implementierten Ellipsennäherung. Hierbei werden fiktive elliptische Körner gebildet, die die gleichen Hauptträgheitsmomente besitzen wie die realen untersuchten Körner.

3) IBAS 2 der Fa. Kontron

Der Formfaktor der Körner ist als Verhältnis aus der kleinen Ellipsenhalbachse b zu der großen Halbachse a der bei der Kornflächenbestimmung definierten Ellipsen berechnet worden.

Die Korndurchmesser-Flächenverteilungen bzw., Formfaktorverteilungen wurden bei Platte A und B aus zwei Bereichen, bei Platte C aus drei Bereichen der Gefügeschliffe von jeweils $30000\mu\text{m}^2$ Meßfläche für die drei Orientierungen, längs, hoch, quer bezüglich der Längsachse der Ausgangsplatten, bestimmt. In Tabelle 4.5 sind die gemittelten Korndurchmesser $\bar{D}_{Nmin}$, $\bar{D}_{Nmax}$, $\bar{D}_{Amax}$, die mittlere Kornfläche AREA sowie der mittlere Formfaktor FSHAPE dargestellt für:

- die Einzelmittelwerte in Abhängigkeit der Orientierung und Platte
- die plattengemittelten Werte
- die richtungsgemittelten Werte
- die Mittelwerte aus allen Einzelwerten

Die anzahlgemittelten Durchmesser, über alle drei Platten und drei Orientierungen gemittelt, und die maximalen Abweichungen der Einzelwerte hierzu betragen $\bar{D}_{Nmin} = 6,3\mu\text{m}$ (+0,4 μm ; -0,5 μm) und $\bar{D}_{Nmax} = 10,2\mu\text{m}$ (+1,0 μm ; -0,9 μm). Die Korndurchmesser der Einzelkörner schwanken in Richtung der kleinsten Kornausdehnung ($D_{min,i}$) zwischen 0,7 μm bis 80 μm und in Richtung der größten Kornausdehnung ($D_{max,i}$) zwischen 1,0 μm bis 100 μm .

Der flächengemittelte Korndurchmesser in Richtung der größten Kornausdehnung $\bar{D}_{Amax}$ ist 21,3 (+4 μm ; -3,2 μm), was dem doppelten Wert des anzahlgemittelten Korndurchmessers $\bar{D}_{Nmax}$ entspricht. Die mittlere Kornfläche über alle Einzelflächen gemittelt wurde zu 58 μm^2 bestimmt. Die Einzelflächen differieren zwischen 1 μm^2 und 1600 μm^2 .

Für den mittleren Formfaktor ergab sich $b/a = 0,64$, wobei der Formfaktor der Einzelkörner zwischen 0,3 und nahezu 1, was runde Körner bedeutet, schwankt. Es läßt sich feststellen, daß das Gefüge sowohl in der Form als auch in der Größe eine sehr einheitliche Verteilung aufweist. Dies gilt sowohl hinsichtlich der unterschiedlichen Orientierungen in einer Platte als auch von Platte zu Platte. Berücksichtigt man die jeweiligen zugehörigen Standardabweichungen (2-3 fache der Maximalabweichungen), so liegen die in Tabelle 4.5 dargestellten geringen Unterschiede deutlich innerhalb der Ungenauigkeit der statistischen Auswertung. In den Abb. 4.6-4.10 sind für den untersuchten

Werkstoff ein Gefügeschliff, die Korndurchmesserverteilung $D_{\min,i}$ und $D_{\max,i}$, die Kornflächenverteilung und die Formfaktorverteilung dargestellt.

Tab. 4.5: Zusammenfassung der gemittelten Korndurchmesser, gemittelten Fläche und des gemittelten Formfaktors für die Platten A, B, C und die Raumorientierungen längs, hoch, quer

Platte/Orientierung	$\bar{D}_N \text{ min}$	$\bar{D}_N \text{ max}$	$\bar{D}_A \text{ max}$	Area	Formfaktor
A längs	6,5	10,6	26,3	60,3	0,63
A hoch	6,7	11,2	24,9	67,3	0,63
A quer	6,6	10,8	23,5	65,4	0,63
Σ aus A	6,6	10,9	24,6	64,2	0,63
B längs	6,1	9,8	22,0	54,6	0,64
B hoch	6,6	9,7	19,3	52,1	0,64
B quer	6,1	9,9	10,6	54,0	0,75
Σ aus B	6,1	9,8	20,3	53,5	0,64
C längs	6,4	10,1	20,0	59,2	0,66
C hoch	5,8	9,3	18,1	49,3	0,66
C quer	6,2	9,8	10,0	55,5	0,66
Σ aus C	6,1	9,7	19,0	53,8	0,66
ABC längs	6,3	10,2	22,4	58,0	0,64
ABC hoch	6,2	10,1	20,8	56,2	0,64
ABC quer	6,3	10,2	20,7	58,3	0,65
Σ aus hoch, längs, quer	6,3	10,2	21,3	57,5	0,64

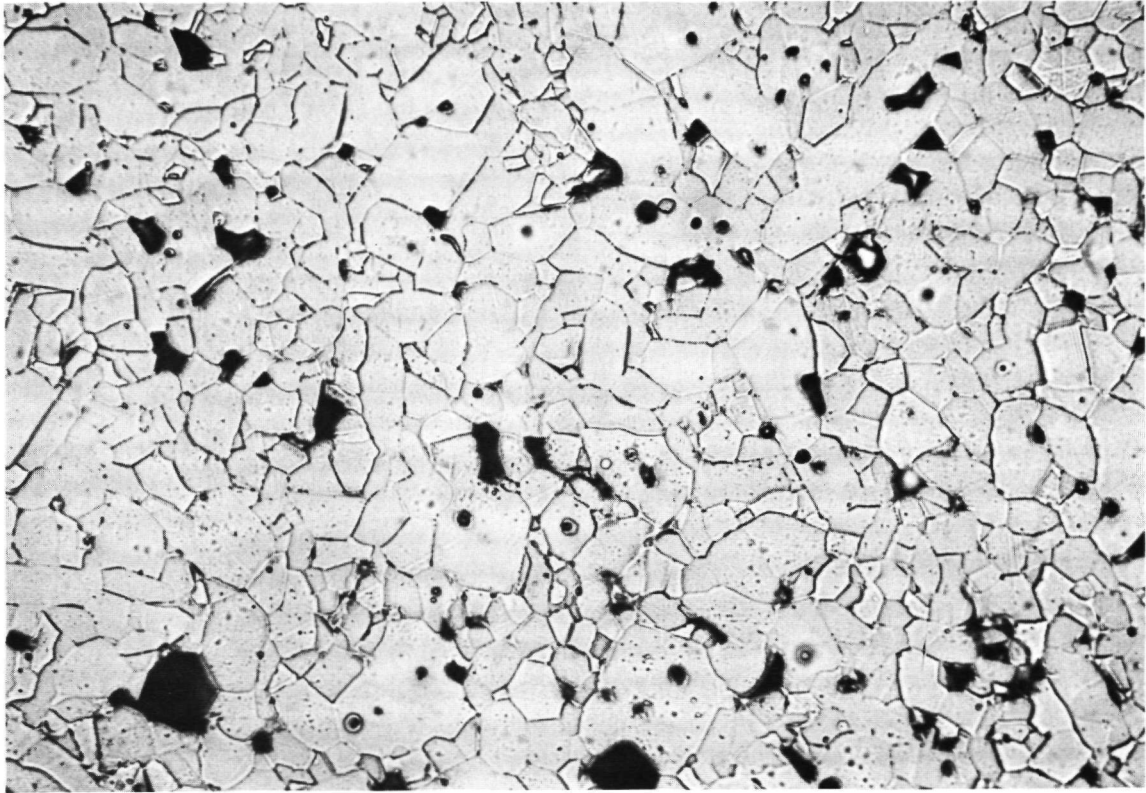


Abb. 4.6: Charakteristisches Gefügeschliffbild der untersuchten Werkstoffqualität AF997. Meßfeld 120 x 200 μm $\overbrace{\hspace{1.5cm}}^{20\mu\text{m}}$

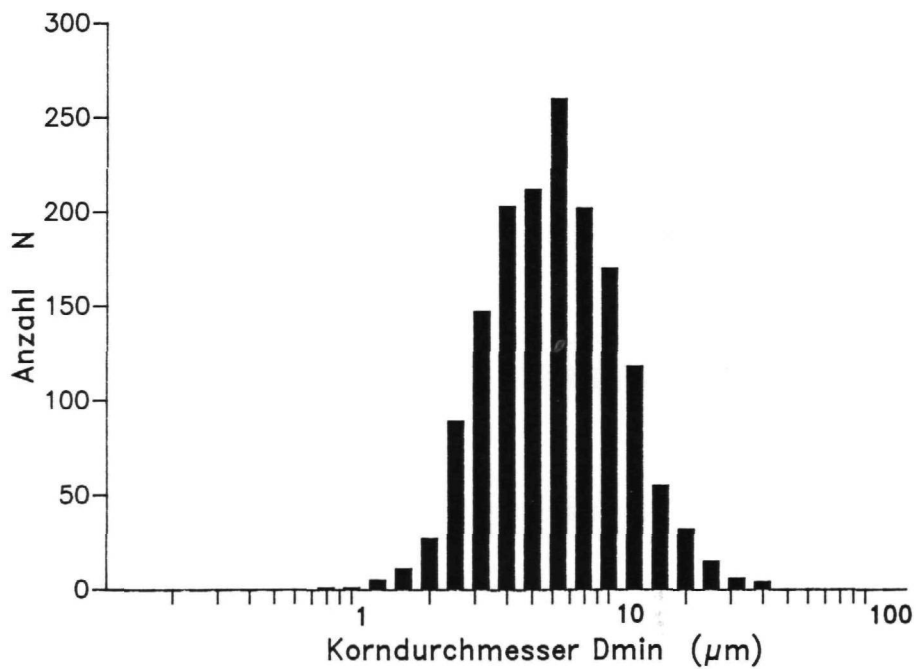


Abb. 4.7: Charakteristische Korndurchmesserverteilung in Richtung der kleinsten Kornausdehnung $D_{\min}$

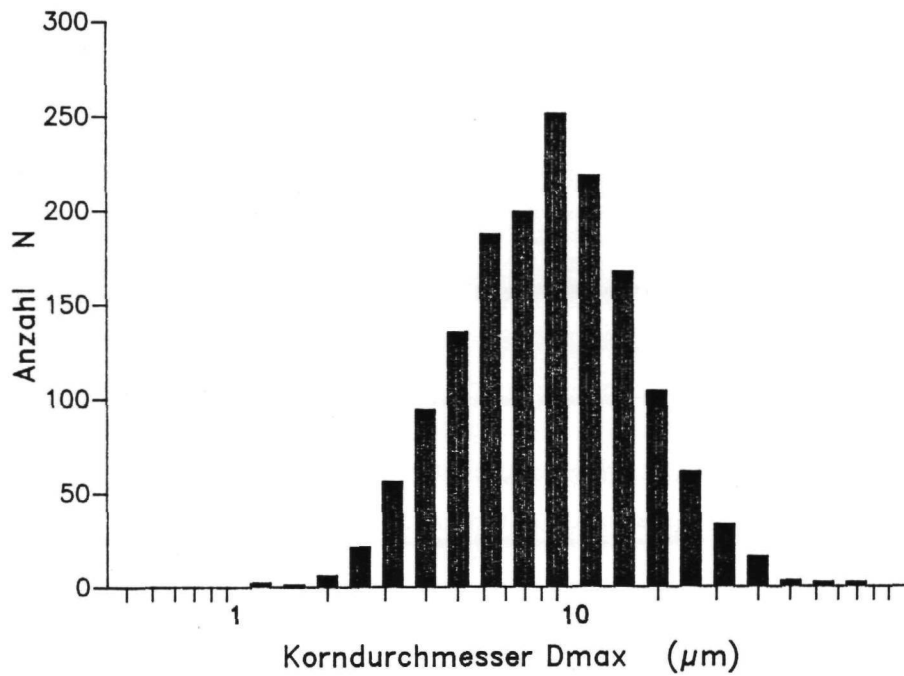


Abb. 4.8: Charakteristische Korndurchmesserverteilung in Richtung der größten Kornausdehnung $D_{\max}$

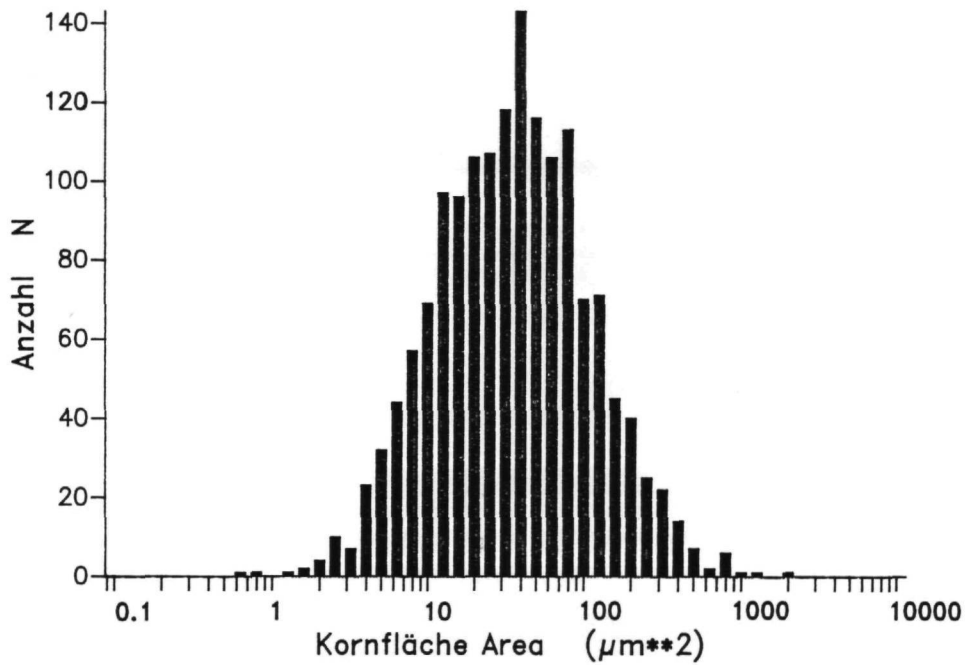


Abb. 4.9: Charakteristische Kornflächenverteilung Area

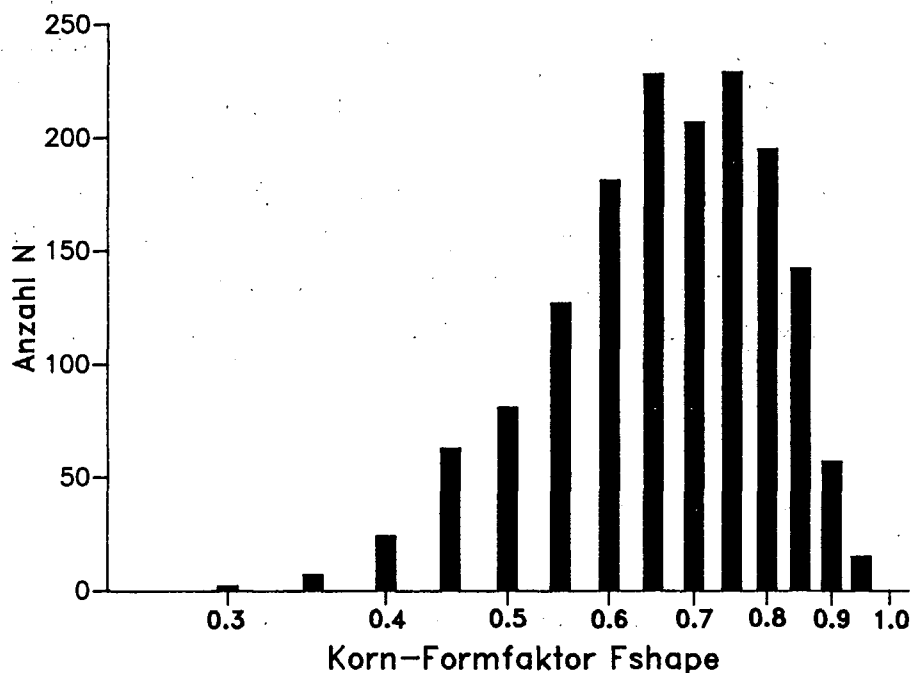


Abb. 4.10: Charakteristische Formfaktorverteilung F_{shape}

4.2.3 Dichte und Elastizitätsmodulbestimmung

An allen Biegeproben (gefertigt aus angelieferten Formplatten) wurden Messungen der Dichte durchgeführt. Die Bestimmung der geometrischen Dichte erfolgte über eine sehr genaue Dimensionsmessung und Wägung der Proben mit einer Genauigkeit der Einzelmessung von $\pm 1 \mu\text{m}$ bzw. $\pm 1 \text{ mg}$. Die Einzelmesswerte der Dichte variierten weniger als 2,5 % zwischen $3,785 \text{ g/cm}^3$ und $3,871 \text{ g/cm}^3$ und liegen innerhalb der vom Hersteller angegebenen Schwankungsbreite (vgl. Tab. 4.3). Innerhalb einer Platte betrugen die Dichteunterschiede weniger als 0,5 %, wobei keine Abhängigkeit der Probenlage zum ermittelten Dichtewert innerhalb einer Platte gefunden wurde.

Der Elastizitätsmodul wurde nach der Resonanzfrequenzmethode bei Verwendung der geometrischen Dichte an einer ausgewählten Platte für alle hieraus gefertigten 33 Proben gemessen. Der mittlere Elastizitätsmodul $\bar{E}$ wurde zu $\bar{E} = 381,2 \text{ GPa}$ bei einer maximalen Abweichung von $+4,0 \text{ GPa}$ und $-4,5 \text{ GPa}$ errechnet. Die Schwankungsbreite von $\pm 1,2 \%$ um den Mittelwert konnte ebenfalls nicht auf die Probenlage innerhalb der Platte zugeordnet werden. Für die

Proben aus den anderen verwendeten Platten wurden an jeweils vier Proben aus einer Platte Elastizitätsmodulmessungen durchgeführt. Der kleinste platten-gemittelte Elastizitätsmodul betrug 362,3 GPa, wobei die Abweichung innerhalb einer Platte bei 0,5 % lag. Die Unterschiede der Elastizitätsmoduli innerhalb der in den Untersuchungen verwendeten Probengesamtheit betrug damit etwa 5 %.

Es bleibt allerdings festzustellen, daß die ermittelten Elastizitätsmodulwerte deutlich über dem vom Hersteller angegebenen Wert der Werkstoffqualität AF997 liegen (vgl. Tab. 4.3), aber vergleichbar sind mit an anderer Stelle nach der Resonanzfrequenzmethode durchgeführten Messungen des Elastizitätsmoduls /158/.

4.3 Versuchsapparatur

4.3.1 Versuchsanordnung zur kontrollierten Rißausbreitung

Die Rißausbreitungsversuche wurden mit einer servohydraulischen Universalprüfmaschine⁴ durchgeführt. Die Experimente wurden an gekerbten Biegeproben vorgenommen. Hierfür wurde eine steife Biegeprüfungsanordnung konstruiert, die durch konstruktive Maßnahmen und genaue Ausführung die systematischen Meßfehler durch mögliche Störeinflüsse (z.B. Reibung, unsymmetrische Kräfteinleitung, Fertigungsfehler) hinreichend klein hielten. Der maximale Fehler bezogen auf die Bestimmung der Biegespannungswerte einer Biegeprobe nach /20, 159, 160/ berechnet, war für die verwendete Biegeprüfanordnung und Proben-testgeometrie kleiner 2 % . Die Last wurde mit einer DMS-Zug/Druckmeßdose⁵ gemessen, deren Steifigkeit ($1/C = 5 \cdot 10^4 \text{ N/mm}$) die Gesamtsteifigkeit der Versuchsapparatur bestimmte.

Zur Durchbiegungsmessung wurde ein DMS-Wegaufnehmer⁶ angebracht, dessen Tastspitze

- für gekerbte 4-Punkt-Biegeproben über der Kerbe an der Probenoberseite

4) Fa. MTS; Lastrahmen 312, Closed Loop PID-Regelsystem: MTS-Microconsole 458.20 mit 4 Meßverstärkern (3 Gleichstrom, 1 Wechselstrom)

5) MTS Zug-Druckkraftmeßdose, Nennkraft 2500 N, Genauigkeitsklasse 0,1 %

6) INSTRON, Meßbereich $\pm 1 \text{ mm}$

- für gekerbte 3-Punkt-Biegeproben an der Kerbe an der Probenunterseite aufsetzte.

Die notwendigen unterschiedlichen zeitlichen Regelgrößenverläufe für die jeweiligen Versuchssteuerungen (vgl. Kap. 4.1) wurden mit einem mit Datenspeicher (zur Speicherung der zeitlichen Regelgrößenfunktion) ausgerüsteten Funktionsgenerator⁷ erzeugt.

Die während der Versuchsdurchführung inkrementelle Registrierung der Meßgrößen:

- Prüflast $P(t)$
- Durchbiegung $v(t)$

erfolgte automatisch mit einem elektronischen Datenerfassungssystem⁸. Mit dem erstellten Datenerfassungsprogramm wurde eine synchrone Meßdatenerfassung bei zeitlichen Veränderungen der Meßgrößen von 10 ms gewährleistet. Eine detaillierte Beschreibung der Konstruktionsausführung und Fehlerbetrachtung ist in /161/ ausgeführt.

4.3.2 Apparatur zur hochauflösenden optischen Rißlängenmessung und zur Beobachtung des Rißspitzen- und Rißflankenbereichs

Zur simultanen direkten Rißlängenmessung während der Versuchsführung wurde ein motorisch verfahrbares hochauflösendes Ölimmersionsmikroskop für direkte Beobachtung und simultane videooptische Bildaufzeichnung in Zusammenarbeit der Firmen Zeiss Wetzlar und Cleveland, Löffingen konzipiert und an die Versuchsanlage angebaut. Mit den mit Gleichstrommotoren angetriebenen Kreuzschlitten⁹ wird eine Positioniergenauigkeit von 1 μm gewährleistet. Die maximale Verfahrgeschwindigkeit beträgt 100 $\mu\text{m/s}$. Die Messung des Verfahrwegs erfolgte mit an den Schlitten angebrachten Glasmaßstäben¹⁰. Die zeitabhängigen Verfahrswege wurden über eine serielle Schnittstelle mit einer elektronischen Datenerfassungsanlage¹¹ registriert.

7) Fa. MTS-Micro-Profilier 458.91

8) Interface Fa. MTS, Testprozessor 468.1 und DEC Micro PDP11/53

9) Fa. Cleveland, Löffingen

10) Fa. Heidenhain, Traunreut

11) Fa. Hewlett-Packard

Mit dem Ölimmersionsmikroskop konnten durch Verwendung verschiedener Objektive optische Vergrößerungen zwischen 200-fach und 1250-fach erreicht werden. Die Leistungsdaten der verwendeten Objektive sind in Tab. 4.6 dargestellt.

Eine zusätzliche simultane videooptische Beobachtung mit einer hochauflösenden CCD-Videokamera¹² und hochauflösendem Monitor¹³ ermöglichte eine Nachvergrößerung ohne Auflösungsverlust um den Faktor 4, so daß Vergrößerungen zwischen 800-fach - 5000-fach variiert werden konnten. Die erreichbaren Vergrößerungen mit der so ausgeführten optischen Beobachtungseinrichtung liegen damit um den Faktor 4-5 über den in der Literatur beschriebenen Beobachtungssystemen und erreichen mit $\sim 0,4 \mu\text{m}$ (berechnet nach /162/) nahezu die optische Auflösungsgrenze.

Bei der videooptischen Bildaufzeichnung sind Auflösungsverluste und Bildqualitätsverluste mit den derzeitig verfügbaren Aufzeichnungsgeräten¹⁴ durch die geringere maximale Zeilenzahl unvermeidbar. Üblicherweise wird die zeitliche Position des Mikroskops während des Rißfortschrittssexperiments mit der zeitlichen Rißlänge gleichgesetzt. Diese Rißlängenzuordnung setzt voraus, daß man zu jedem Zeitpunkt des Experiments die lokale Rißspitze auf einem festen Bezugspunkt innerhalb des Bildausschnitts positioniert, was praktisch nicht möglich ist, so daß ein Fehler von mindestens des halben Bildausschnitts implizit ist. Wenn während der Nachführung die lokale Rißspitze nicht im Bildausschnitt liegt, erhöht sich der Fehler dementsprechend.

Zur Erhöhung der Genauigkeit der zeitlichen Rißlängenbestimmung $a(t)$ wird nach Versuchsende eine "offline"-Auswertung durchgeführt. Die zeitliche Position des Mikroskops wird durch die Position der lokalen Rißspitze im Bildausschnitt korrigiert. Hierdurch wird eine Genauigkeit der Rißlängenbestimmung von 1-2 Korngrößen erreicht ($\sim 20 \mu\text{m}$). Der resultierende Fehler ist damit etwa um eine Größenordnung kleiner als bei den in der Literatur beschriebenen optischen Rißlängenmeßmethoden. Allerdings ist dieses Auswerteverfahren sehr zeitaufwendig. Ein Blockdiagramm und eine Darstellung des gesamten Versuchszustandes zur kontrollierten Rißausbreitung mit adaptierter Rißlängenmeßein-

12) Fa. AVT

13) Fa. Sony

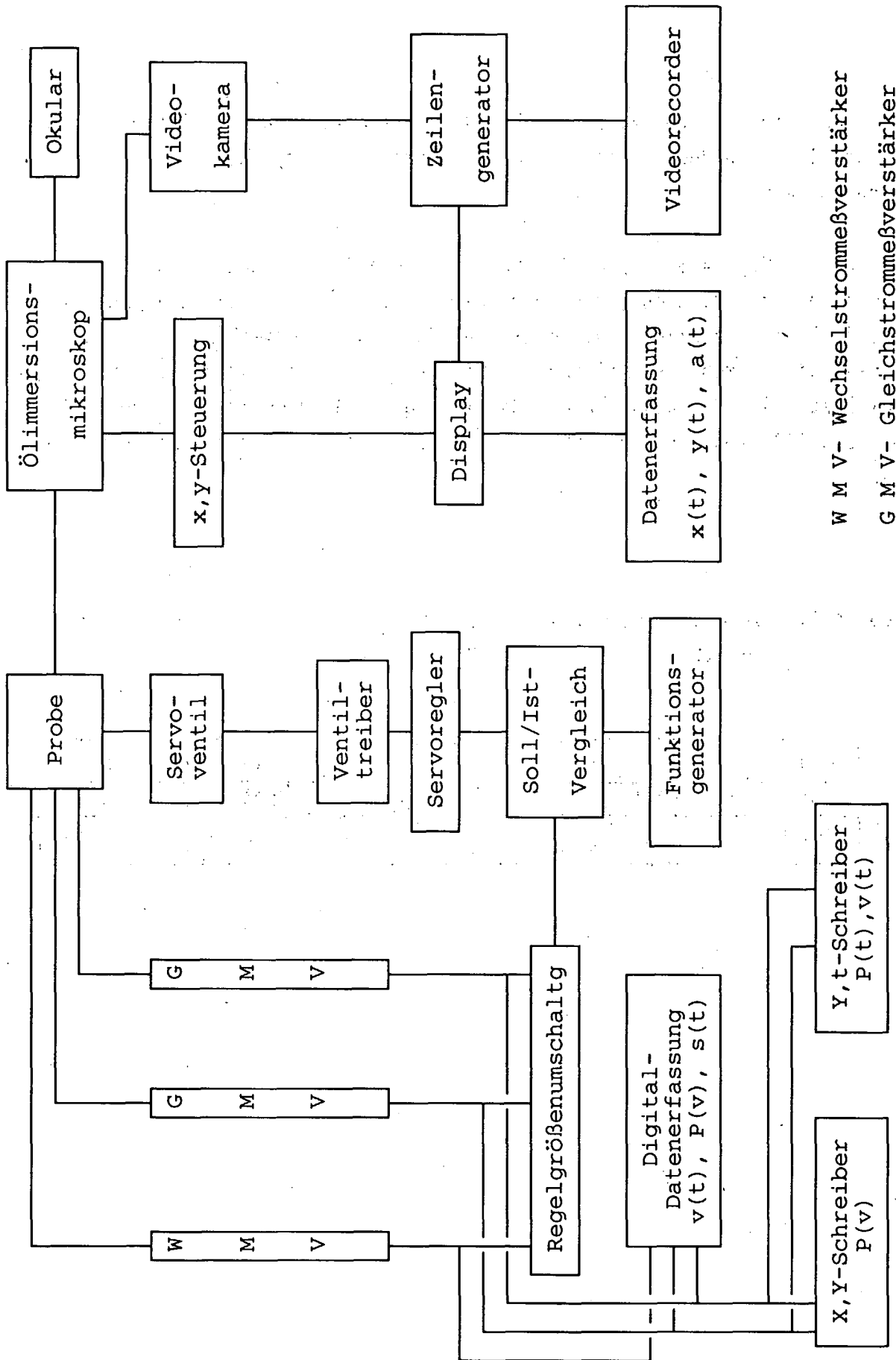
14) Fa. Sony, U-matic Recorder

richtung sind in Abb. 4.11 und Abb. 4.12 enthalten. Abb. 4.13 stellt eine Ausschnittsvergrößerung der Biegeeinrichtung mit optischer Beobachtungseinrichtung dar.

Mit der in Kap. 4.3.2 beschriebenen optischen Beobachtungseinrichtung war simultan zur Rißlängenmessung auch die Beobachtung des Rißspitzenbereichs möglich. In speziellen Experimenten wurden Beobachtungen an den Flanken des Risses bis zu mehreren Millimetern hinter der lokalen Rißspitze durchgeführt. Bei spezieller Versuchsführung, die in Kap. 5 näher erläutert wird, war hiermit ein Rißöffnungsverlauf $COD(\Delta a)$ von der Rißspitze bis zum Kerbgrund möglich.

Tab. 4.6: Vergrößerungen und Auflösungen (nach /162/) der verwendeten Objektive

Objektiv	16	40	100
opt. Vergrößerung	200	500	1250
Auflösung	1,5 μm	0,8 μm	0,4 μm



W M V- Wechselstrommeßverstärker
G M V- Gleichstrommeßverstärker

Abb. 4.11: Blockdiagramm des Versuchsstands

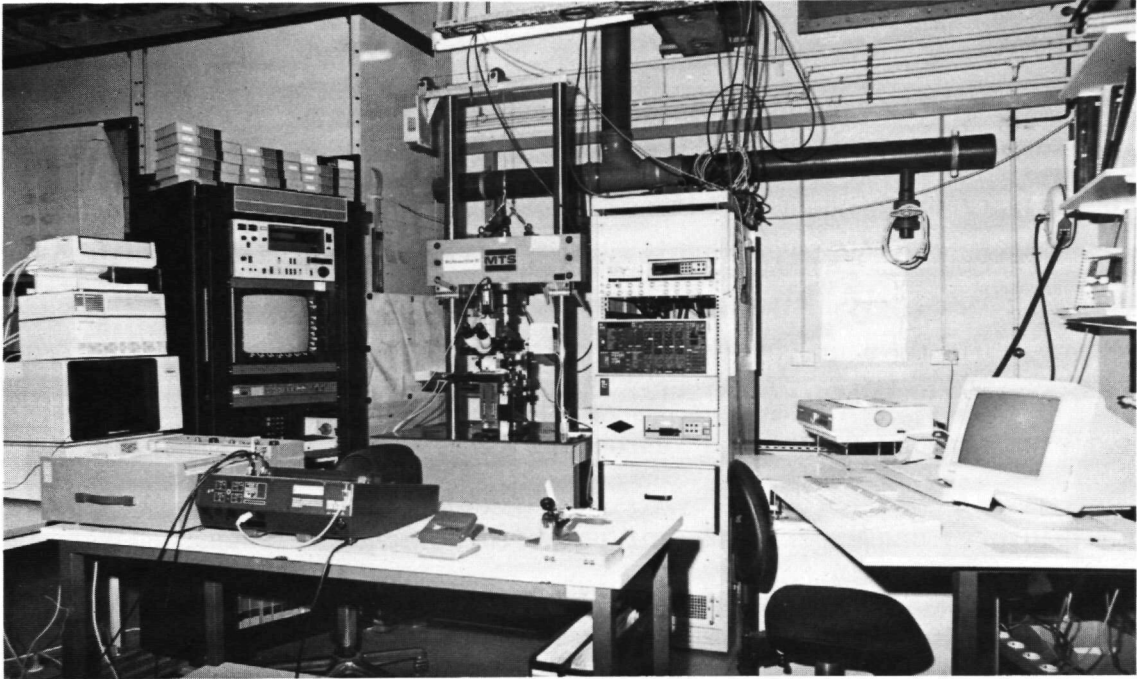


Abb. 4.12: Versuchsstand mit Prüfanordnung, Rißbeobachtungseinrichtung, Regeleinrichtung und Datenerfassung

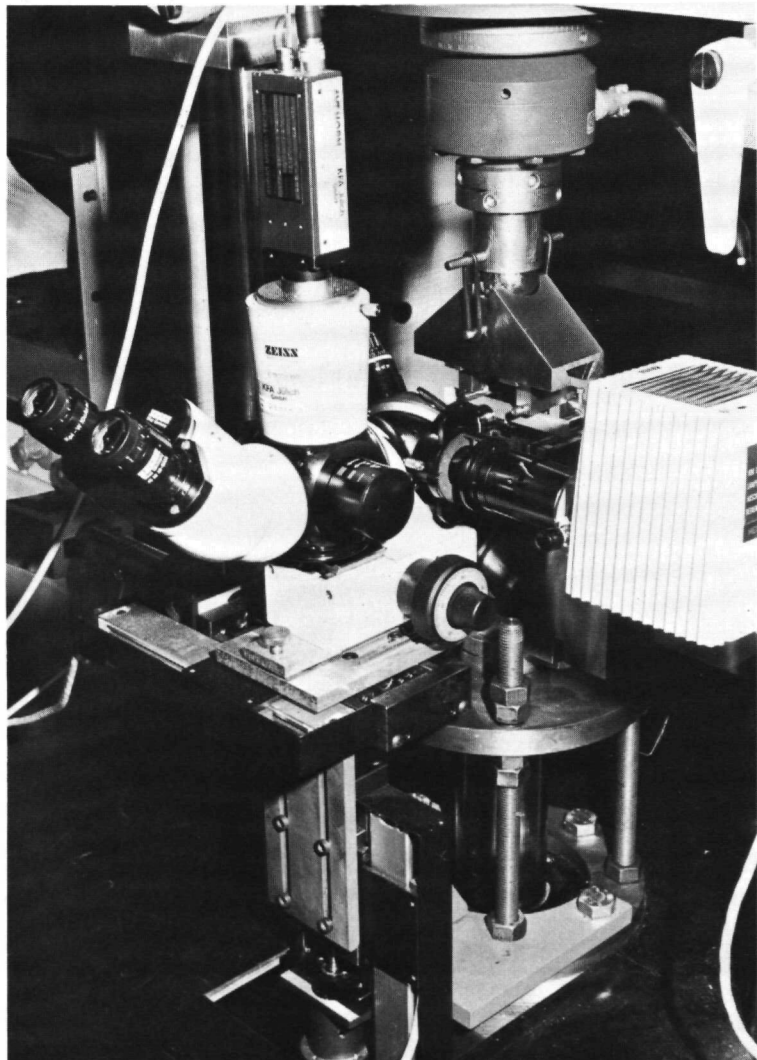


Abb. 4.13:
Biegeprüfanordnung mit
adaptierter optischer
Beobachtungseinrichtung

5. Ergebnisse

5.1 Bruchmechanische Untersuchungen

Alle durchgeführten Rißausbreitungsexperimente wurden an 3-Punkt- und 4-Punkt-Biegeproben, mit Probenabmessungen und Belastungsgeometrie wie in Tab. 4.2 dargestellt, mit (Anfangsrißlängen zu Probenhöhenverhältnis) $a_0/W = 0,4$ bis $0,45$ durchgeführt. Die Anfangsrißlängen a_0 wurden mit diamantbesetzten Kupfersägeblättern mit der Breite $K = 50 \mu\text{m}$ eingebracht. Bei dieser Kerbung wurde eine verrundete Kerbe von $\approx 70 \mu\text{m}$ erreicht.

Die Rißausbreitungsexperimente mit unterschiedlicher Versuchssteuerung wurden an mindestens 3 Proben ausgeführt. Wegen der sehr geringen vorhandenen Streuungen der Meßkurven zwischen den verschiedenen Proben werden die charakteristischen R-Kurvenverläufe jeweils nur von einer Probe dargestellt.

5.1.1 Vergleich der Auswertemethoden bei der Bestimmung des R-Kurvenverlaufs

In der Literatur werden verschiedene Auswertemethoden zur Rißwiderstandsbestimmung (vgl. Kap. 3.7) diskutiert. Die entsprechenden Auswerteformeln sind in Tab. 4.1 dargestellt. Die Gültigkeit und Anwendbarkeit der jeweiligen Auswerteformeln werden, insbesondere wegen ihrer implizierten Deutung der dem R-Kurvenanstieg zugrundeliegenden Mechanismen, kontrovers diskutiert. Bevor eine Interpretation für die Ursachen des R-Kurvenverlaufs vorgenommen wird (Kap. 6), wird formal ein Vergleich der verschiedenen Auswertemethoden ausgeführt.

Die elasto-plastische Auswertemethode $R_{\text{el-plast.}}$ (Gl. 3.18a) und linear-elastische Methode R_{LEBM} (Gl. 3.18b) verwenden ausschließlich die experimentell gemessenen Größen aus einem Belastungs-Entlastungsversuch. Die Auswertung dieser Gleichungen erfolgt durch einen exponentiellen Kurvenfit der gemessenen Größen $v_{\text{irr}}(a)$, $C^*(a)$ bzw. $C(a)$. Die Kurvenapproximationen wurden solange optimiert bis der relative Fehler zwischen Meßkurve und numerischer Approximation kleiner als 2 % betrug. Zur Berechnung der Formeln wurden die jeweiligen Approximationsfunktionen analytisch differenziert, so daß man die erforderlichen Größen $dv_{\text{irr}}(a)/da$, $dC^*(a)/da$ bzw.

$dC(a)/da$ erhielt. Mit den zugehörigen $P(a)$ -Meßwerten und Probengeometrien wurden die Gleichungen (3.18a) bzw. (3.18b) gelöst.

Bei der Auswertung der linear elastischen Auswertemethode nach dem Compliance-Verfahren $R_{LEBM,ger}$ werden aus den gemessenen Kraft- und Verformungspaaren eines kontinuierlichen Experiments, die Rißlängen iterativ, wie in Kap. 3.7 beschrieben, berechnet. Die Zuordnung von $P(a)$ und $dC(a)/da$ über die rechnerische Rißlängenbestimmung impliziert, daß das Material sich ideal-linearelastisch verhält. Eine Berechnung von $R(\Delta a)$ erfolgt dann nach Gl. (3.48).

Die R-Kurvenbestimmung mit der linear-elastischen Auswertemethode nach K_I -Konzept R_{KR} erfolgt mit den experimentell ermittelten Rißlängen und Kräften $P(a)$ (Gl. (3.11b)). Die hierfür notwendige Geometriefunktion impliziert allerdings, daß sich die Nachgiebigkeit der Probe wie bei einer ideal-linearelastischen Probe mit der Rißverlängerung ändert. Zusätzliche Einflüsse bei den teilweise rechnerischen Auswerteverfahren $R_{LEBM,ger}$ und R_{KR} können durch die Verwendung von den tabellierten theoretischen Compliance- bzw. Geometriefunktionen resultieren. In dieser Arbeit sind die für 4-Punkt-Biegeproben gebräuchlichen Compliancefunktionen nach Gross und Srawley bzw. Wilson /in 50/ benutzt worden. Für die 3-Punkt-Biegeproben sind die Funktionen der theoretischen Compliance nach Gross und Srawley /163/ für das Verhältnis Probenhöhe zu Auflagerabstand $s/w = 8$ gewählt worden.

In Abb. 5.1 ist ein Last-Durchbiegungsdiagramm eines Belastungs-Entlastungsversuches einer 4-Punkt-Biegebelastung des Probentyps B2 dargestellt. Hieraus werden die Größen bleibende Durchbiegung $v_{irr}(a)$, die Entlastungscompliance $C^*(a)$ bzw. die der Gesamtdurchbiegung zugehörige Compliance $C(a)$ bestimmt.

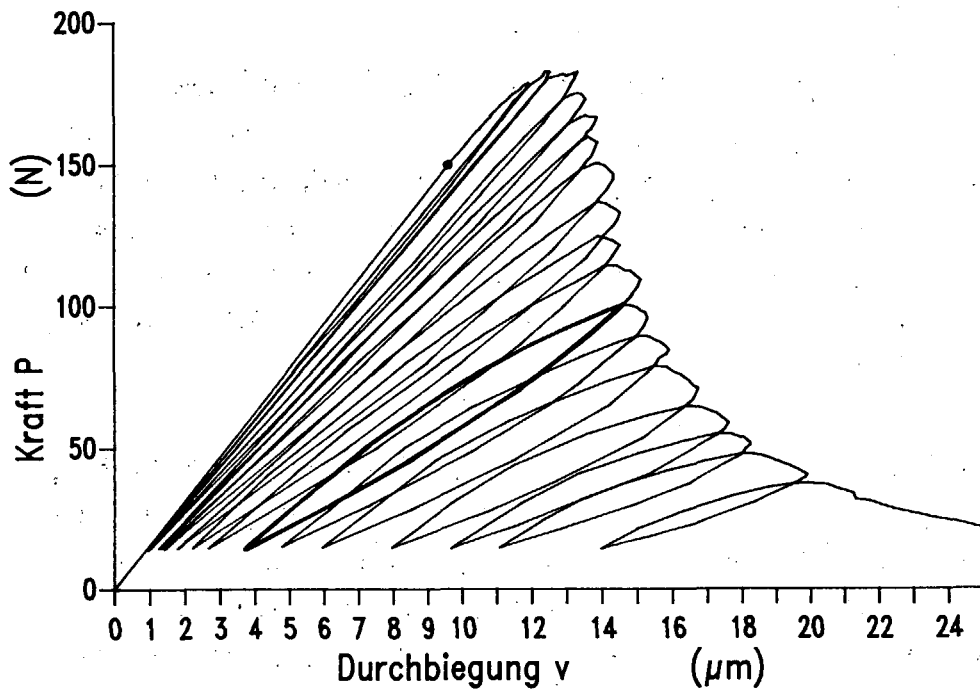


Abb. 5.1: Last-Durchbiegungsverlauf für einen Rißausbreitungsversuch mit Belastungs-Entlastungszyklen

Entsprechend der beschriebenen Auswertevorgehensweise sind in Abb. 5.2 die R-Kurven, mit den verschiedenen Auswertemethoden bestimmt, vergleichend dargestellt.

Unabhängig von den Auswertemethoden beträgt der Rißwiderstandswert bei Rißinitiierung $R_0 \approx 20 \text{ N/m}$ und wächst näherungsweise linear mit der Rißverlängerung von $\sim 3 \text{ mm}$ auf den maximalen Wert von etwa 90 N/m an. Der Vergleich der Auswertemethoden ergibt, daß geringe Unterschiede zwischen der elasto-plastischen Auswertemethode $R_{el.plast.}$ und der R_{KR} -Methode bestehen. Die R_{LEBM} -Methode zeigt Abweichungen im Bereich der Rißverlängerung von etwa $1,5 \text{ mm}$ bis 3 mm im Vergleich zu den anderen Methoden. Das mit der R_{LEBM} -Methode im Vergleich zur $R_{el.-plast.}$ etwas geringere R-Werte bestimmt werden, hängt daran, daß hier der irreversible Anteil nicht berücksichtigt ist. Die leichte Treppe in dem $R(\Delta a)$ -Verlauf der R_{LEBM} -Methode läßt sich auf die Approximationsfunktion, die im Bereich von $1,5 \text{ mm} - 2,8 \text{ mm}$ nicht ganz exakt das Steigerungsverhalten der gemessenen $C(a)$ -Kurve approximiert, zurückzuführen. Dies hat sofort Einfluß auf das Verhalten der R-Kurve. Die Tendenz, daß die R_{KR} -Methode dicht oberhalb der $R_{el.-plast.}$ -Methode liegt, hängt daran, daß die theoretische Compliance-Funktion ab etwa $1,5 \text{ mm}$ Riß-

verlängerung stärker ansteigt als die gemessenen Compliance-Verläufe. Hier-
auf wird in Kap. 6 näher eingegangen. Auch der Verlauf von $R_{LEBM,ger}$ zeigt
im Anfangsbereich keine größeren Abweichungen von den anderen Auswertever-
fahren. Hier wird allerdings das Maximum von R schon nach kürzerer Rißver-
längerung erreicht.

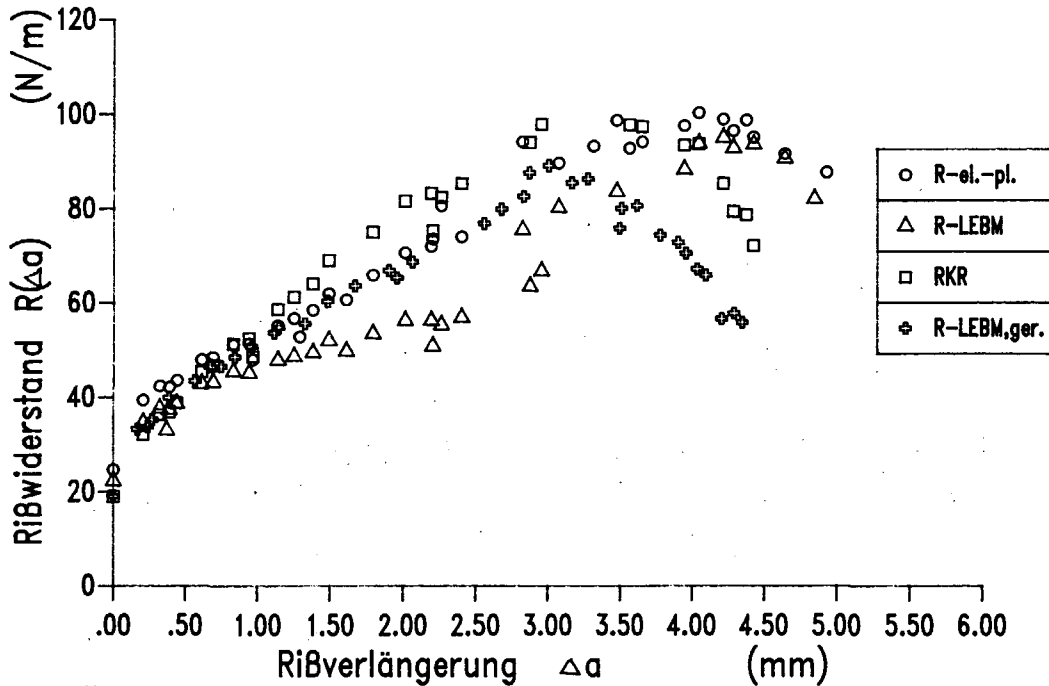


Abb. 5.2: Vergleich der Auswertemethoden für Rißausbreitungsversuch mit Belastungs-Entlastungszyklen

In Abb. 5.3 sind die R-Kurvenverläufe mit den verschiedenen Auswertemethoden für einen kontinuierlichen Rißausbreitungsversuch bei einer konstanten Durchbiegungsrate $\dot{v} = 3 \mu\text{m}/\text{min}$ dargestellt. Hierbei ist bei der elasto-plastischen Auswertemethode unterstellt, daß die irreversible Durchbiegungsanteile $v_{irr}(a)$ und die elastischen Compliance $C^*(a)$ denen entsprechen, die aus dem Belastungs-Entlastungsversuch experimentell ermittelt werden. Der Vergleich der Auswertemethoden zeigt, daß der gesamte R-Kurvenverlauf dem in Abb. 5.2 beschriebenen Verlauf für den Belastungs-Entlastungsversuchs, entspricht.

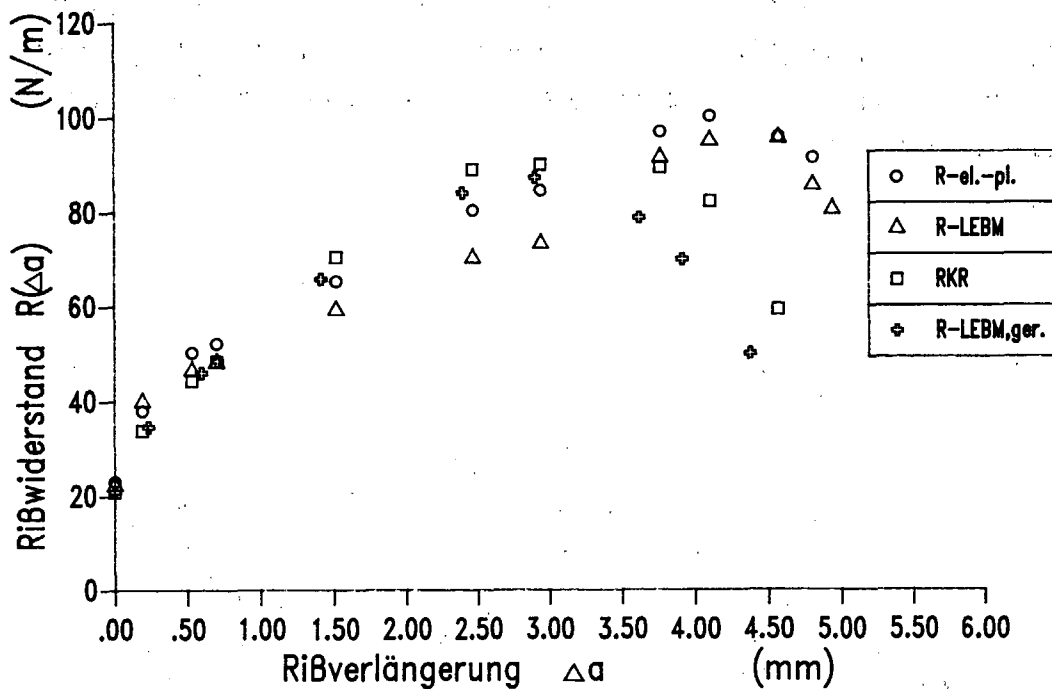


Abb. 5.3: Vergleich der Auswertemethoden für kontinuierlichen Rißausbreitungsversuch mit konstanter Durchbiegerate $\dot{v} = 3 \mu\text{m}/\text{min}$

Der Vergleich ergibt somit, daß die R-Kurvenberechnung mit der elasto-plastischen Auswertemethode mit den übrigen elastischen Methoden hinreichend gut übereinstimmt. Außerdem ergeben der Belastungs/Entlastungsversuch und kontinuierlicher Rißausbreitungsversuch ohne Entlastung den gleichen R-Kurvenverlauf. Welche Bedeutung dies für die Interpretation der ursächlichen Mechanismen für den R-Kurvenanstieg besitzt wird, in Kap. 6 diskutiert. Für die weiteren Versuchsvariationen werden, wegen der grundsätzlichen Übereinstimmung der Ergebnisse verschiedener Auswerteverfahren nur nach der R_{KR} -Methode ausgewertet.

5.1.2 R-Kurvenverlauf bei 3-Punkt-Biegebelastung und 4-Punkt-Biegebelastung verschiedener Probengrößen

Der Einfluß der Belastungsgeometrie auf den Rißwiderstand wurde an den Probentypen B2 (4-Punkt-Biegebelastung) und B3 (3-Punkt-Biegebelastung) aber gleichen Probenabmessungen (vgl. Tab. 4.1) untersucht.

Der nach der R_{KR} -Methode bestimmte R-Kurvenverlauf ist für beide Belastungsgeometrien für einen kontinuierlichen Rißausbreitungsversuch in Abb. 5.4 dargestellt. Der Rißwiderstandsverlauf ist unabhängig von den untersuchten Belastungsgeometrien. Daß der R_0 -Wert bei der 3-Punkt-Biegebelastung oberhalb des R_0 -Wertes der 4-Punkt-Belastung liegt, ist auf den bei diesem Probentyp 0,13 mm breiten Anfangskerf zurückzuführen.

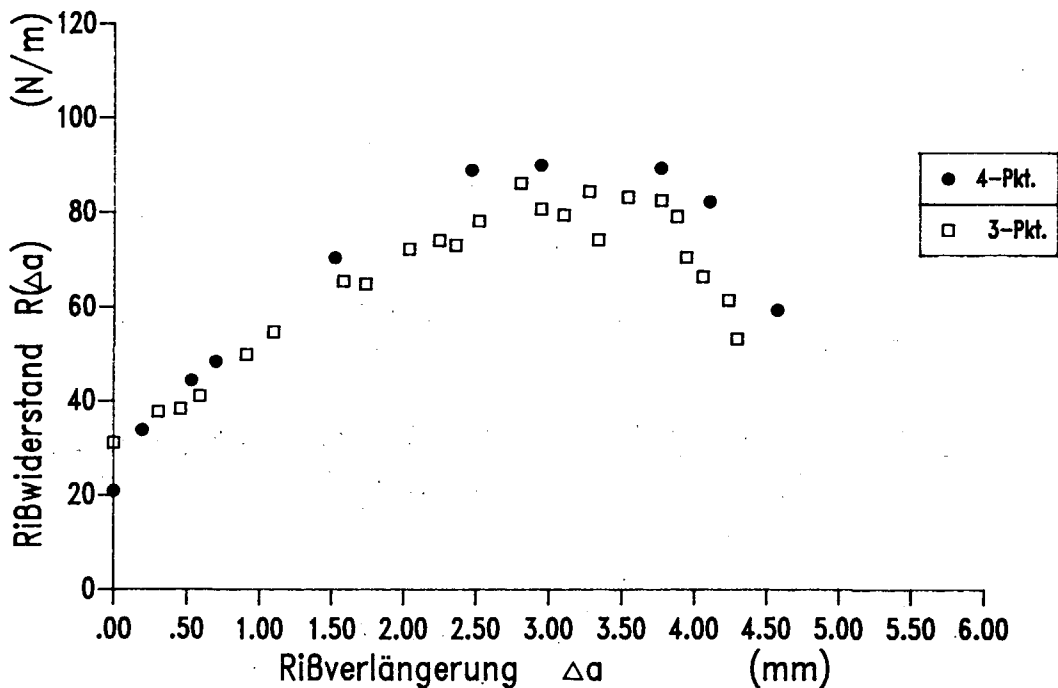


Abb. 5.4: Vergleich des R-Kurvenverlaufs bei 3-Punkt- und 4-Punkt-Biegebelastung (R_{KR} -Auswertung)

Die Rißwiderstandskurven verschiedener Probengrößen bei 4-Punkt-Biegebelastung (vgl. Tab. 4.1) sind in Abb. 5.5 in Abhängigkeit von der Rißverlängerung vergleichend dargestellt.

Der Vergleich zeigt, daß der Rißwiderstand bei Rißinitiierung für alle Probengrößen ungefähr bei $R_0 = 20$ N/m liegt, der maximale Rißwiderstand erreicht etwa 90 N/m. Der ansteigende Verlauf bei den untersuchten Probengrößen ist nahezu gleich. Die Tendenz, daß mit zunehmender Probengröße der Anstieg etwas flacher verläuft, liegt innerhalb der hier auftretenden Streuungen. Allerdings signifikant ist, daß der Plateauwert mit zunehmender Probengröße ausgeprägter ist, d.h. für einen größeren Δa -Bereich gilt.

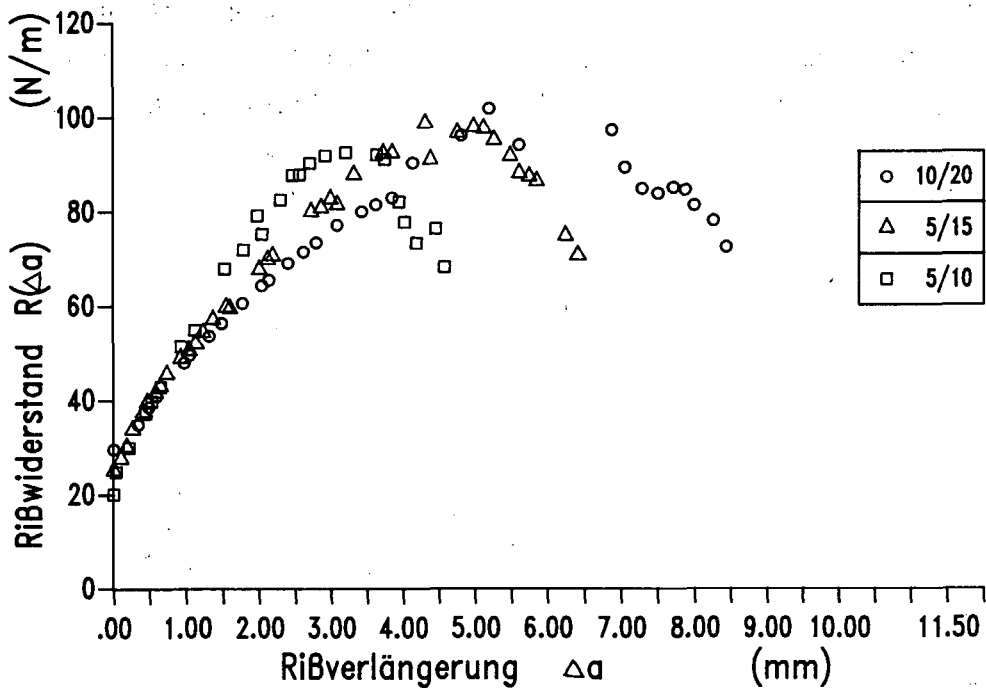


Abb. 5.5: Vergleich des R-Kurvenverlaufs von verschiedenen Probengrößen bei 4-Punkt-Biegebelastung (R_{KR} -Auswertung)

5.1.3 Untersuchung des Einflusses der Versuchssteuerung

Bei der Bestimmung des Rißwiderstandes nach den Formeln in Tab. 4.1 wird quasi-statische Rißausbreitung unterstellt. Mit den nachfolgend beschriebenen variierten Versuchssteuerungen soll untersucht werden, ob der Rißwiderstandsverlauf, bei Versuchsdurchführung in inerter Atmosphäre (vgl. Kap. 4.1), zeitabhängig bzw. durch die Rißkinetik beeinflusst wird.

Zuvor soll noch der Einfluß des Prüfmediums auf den Rißwiderstandsverlauf gezeigt werden. In Abb. 5.6 sind die R-Kurvenverläufe, ermittelt aus kontinuierlichen Rißausbreitungsexperimenten mit konstanter Durchbiegerate $\dot{v}(t) = 3 \mu\text{m}/\text{min}$, in inertem Prüfmedium und in destilliertem Wasser dargestellt.

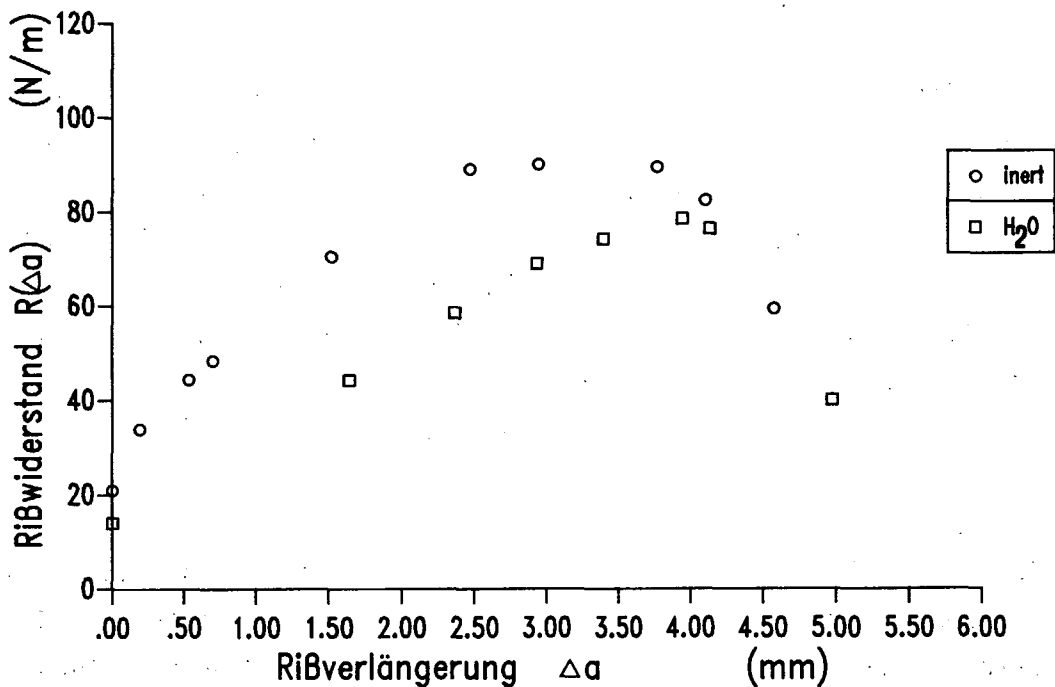


Abb. 5.6: R-Kurvenverlauf in verschiedenen Prüfmedien ($\dot{v}(t) = 3 \mu\text{m}/\text{min}$, R_{KR} -Auswertung)

Der RiBwiderstandswert bei RiBinitiierung R_0 liegt beim Versuch in Wasser um $\leq 10 \text{ N/m}$ niedriger als im inert ausgeführten RiBausbreitungsexperiment. Der maximale RiBwiderstandswert R_{max} wird in beiden Prüfmedien nach etwa 3 mm RiBausbreitung erreicht. Hier ist im Versuch in Wasser ein zwischen 10-15 N/m erniedrigter RiBwiderstandswert zu erkennen. Der R-Kurvenanstieg $\Delta R(\Delta a)$ für den im Wasser ausgeführten Versuch ist von der Tendenz etwas schwächer. Eine Signifikanz kann hieraus allerdings nicht abgeleitet werden.

5.1.3.1 Kontinuierliche Riausbreitungsversuche mit unterschiedlichen Durchbiegungsraten

Zustzlich zu den blicherweise ausgefhrten Riausbreitungsversuchen mit zeitlich konstanter Durchbiegungsrate $\dot{v}(t) = \text{const}$ (hier $3 \mu\text{m}/\text{min}$) wurde eine zeitlich variable Durchbiegungsrate (vgl. Kap. 4.1.3) gewhlt. Die zeitlichen Riverlngerungsverlufe fr die beiden verschiedenen Versuchssteuerungen sind in Abb. 5.7 dargestellt. Bei der $\dot{v} = \text{const}$ Steuerung erfolgt nach Riinitiierung eine sehr ausgeprgte Ribeschleunigungsphase, der nach Erreichung einer maximalen Riausbreitungsgeschwindigkeit eine Phase mit stark abssinkender Riausbreitungsgeschwindigkeit bis zum Versuchsende folgt.

Im Vergleich hierzu ist bei der variablen zeitlichen Durchbiegungssteuerung sowohl die Ribeschleunigungsphase als auch die Verzgerungsphase am Ende des Riausbreitungsversuchs weniger stark ausgeprgt. Die Riausbreitung erfolgt hier vielmehr in zwei aufeinander folgenden Phasen mit jeweils nherungsweise konstanter Riausbreitungsgeschwindigkeit. Mit der zeitlich variablen Durchbiegungsrate wird eine - integral betrachtet - kontinuierlichere Riausbreitung erreicht. Die optischen Beobachtungen ergaben, da die Riausbreitung, streng genommen, stets in Sprngen diskontinuierlicher Riinkremente erfolgt. Hier konnte nun beobachtet werden, da bei der konstanten Durchbiegungsratensteuerung, die Riausbreitung in Inkrementen bis zu mehreren $100 \mu\text{m}$ mit anschließenden Stillstandsphasen erfolgte. Auch bei der variablen Durchbiegungsratensteuerung fand die Riausbreitung zwar auch nicht kontinuierlich statt, aber die Riinkremente pro Sprung waren auf $\leq 100 \mu\text{m}$ beschrnkt und deutlich krzere Riarrestphasen wurden beobachtet.

Die Riwiderstandskurven fr die beiden verschiedenen Durchbiegungsratensteuerungen sind in Abb. 5.8 zu sehen. Der Vergleich zeigt, da der R-Kurvenverlauf von der whrend der Riausbreitung unterschiedlichen Rikinetik bei den beiden Versuchsvariationen unabhngig ist.

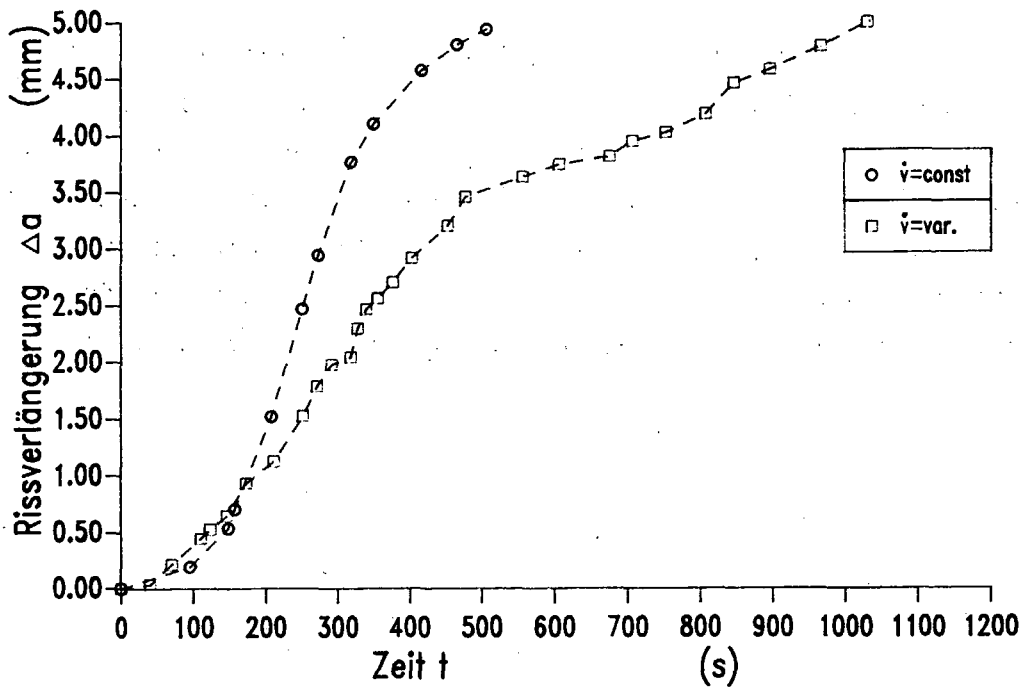


Abb. 5.7: Verlauf der zeitlichen Rißausbreitung für konstante und variable Durchbiegungsrate

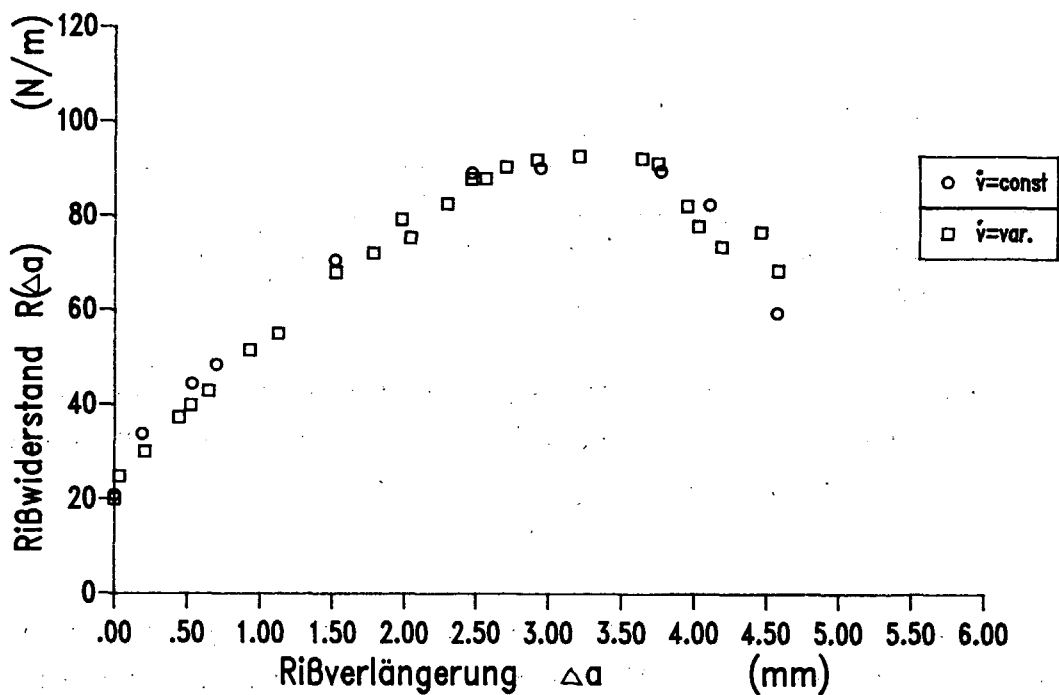


Abb. 5.8: R-Kurvenverlauf für konstante und variable Durchbiegungsrate (R_{KR} -Auswertung)

5.1.3.2 Rißausbreitungsversuche mit Relaxationsphasen

Im folgenden werden die Ergebnisse der Rißausbreitungsexperimente dargestellt, bei denen nach Rißausbreitung mit konstanter Durchbiegungsrate ($3 \mu\text{m}/\text{min}$) die Durchbiegung an verschiedenen Stellen der P-v-Kurve konstant gehalten wurde. In Abb. 5.9 sind der zeitliche Rißlängenverlauf und die zugehörige Last-Durchbiegungskurve dargestellt. Es werden Haltephasen an fünf verschiedenen Durchbiegungsniveaus, von denen auch eine nach der Rißinitiation aber vor dem Lastmaximum und eine am Lastmaximum, durchgeführt wurden.

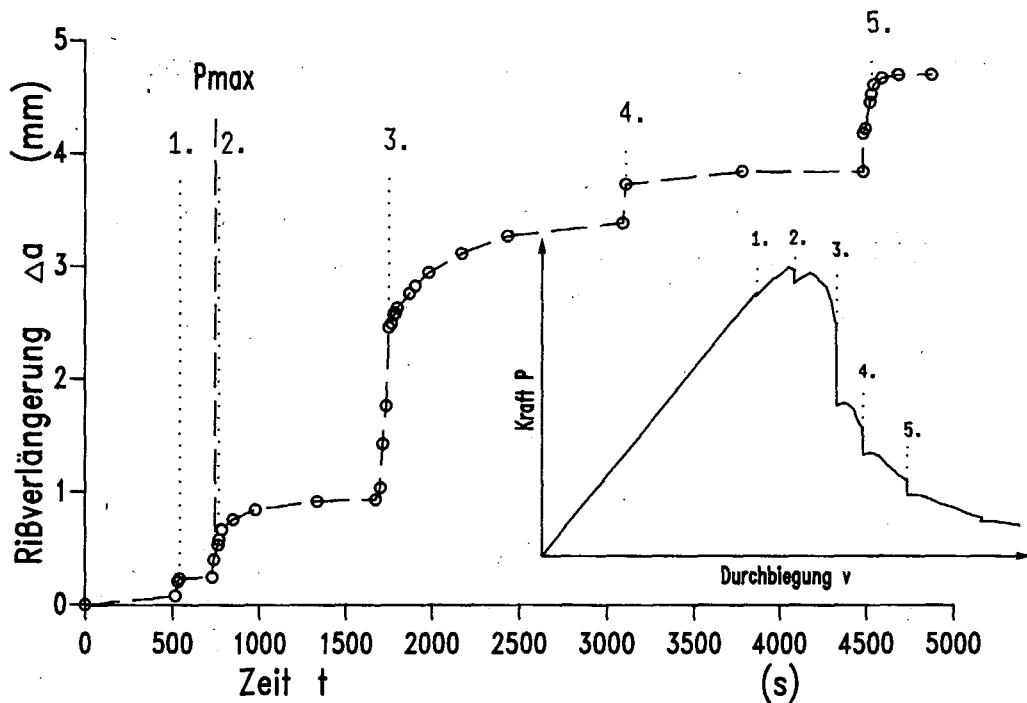


Abb. 5.9: Darstellung der zeitlichen Rißverlängerung und des zugehörigen Last-Durchbiegungsdiagramms für Rißausbreitungsexperiment mit Haltephasen bei konstanter Durchbiegung

Während der Haltephasen bei konstant gehaltener Durchbiegung tritt Kraftrelaxation bei gleichzeitigem Rißfortschritt ein. Nach einiger Zeit wird kein Spannungsabfall und Rißfortschritt mehr beobachtet. Bemerkenswert ist, daß Rißwachstum und Rißarrest auch unter inerten Prüfbedingungen stattfinden. Der zugehörige R-Kurvenverlauf ist in Abb. 5.10 aufgetragen.

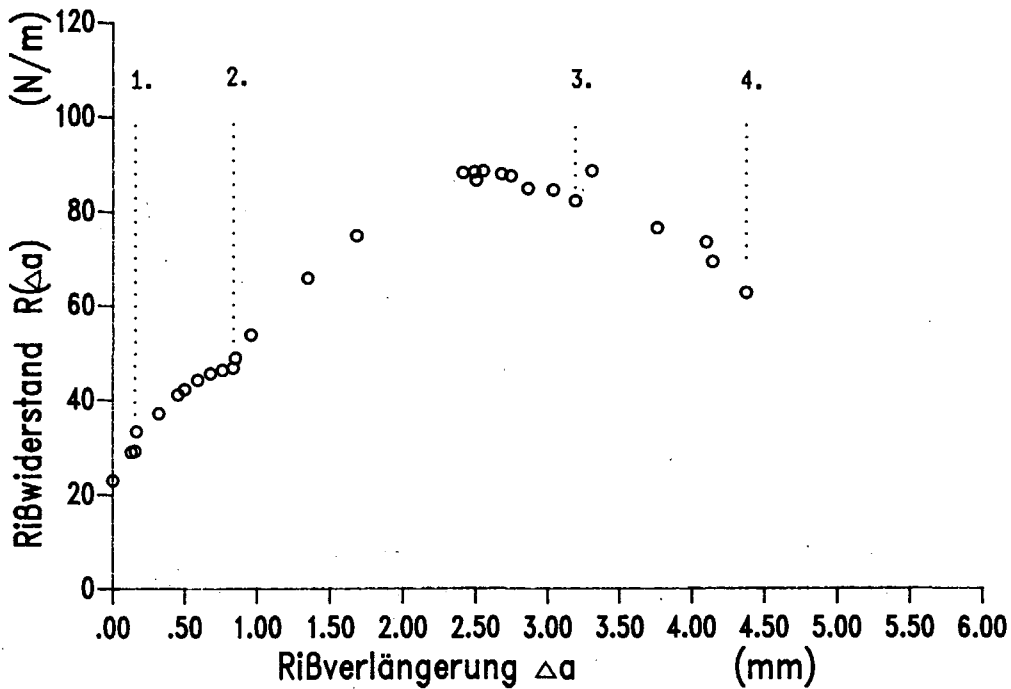


Abb. 5.10: R-Kurvenverlauf bei Riausbreitung mit Haltephasen bei konstanter Durchbiegung (R_{KR} -Auswertung)

Der Riwiderstand nimmt whrend der Relaxationsphasen weiterhin zu, allerdings fllt der Anstieg $\Delta R(\Delta a)$ etwas geringer aus als im kontinuierlichen Experiment. In den Phasen der Riausbreitung mit zunehmender Durchbiegung, entspricht der R-Kurvenverlauf dem eines kontinuierlichen Riausbreitungsexperimentes, wie aus Abb. 5.11 ersichtlich ist. Weiter ist in Abb. 5.11 der nur fr die Rilngen am Ende von Relaxationsphasen berechnete Riwiderstandsverlauf eingetragen.

Der Anstieg der Riwiderstandskurve $\Delta R(\Delta a)$ ist etwas geringer, aber der gleiche $R_{\max}$ wie bei den kontinuierlichen Experimenten wird erreicht. Dieser Befund wird in Kap. 6 diskutiert.

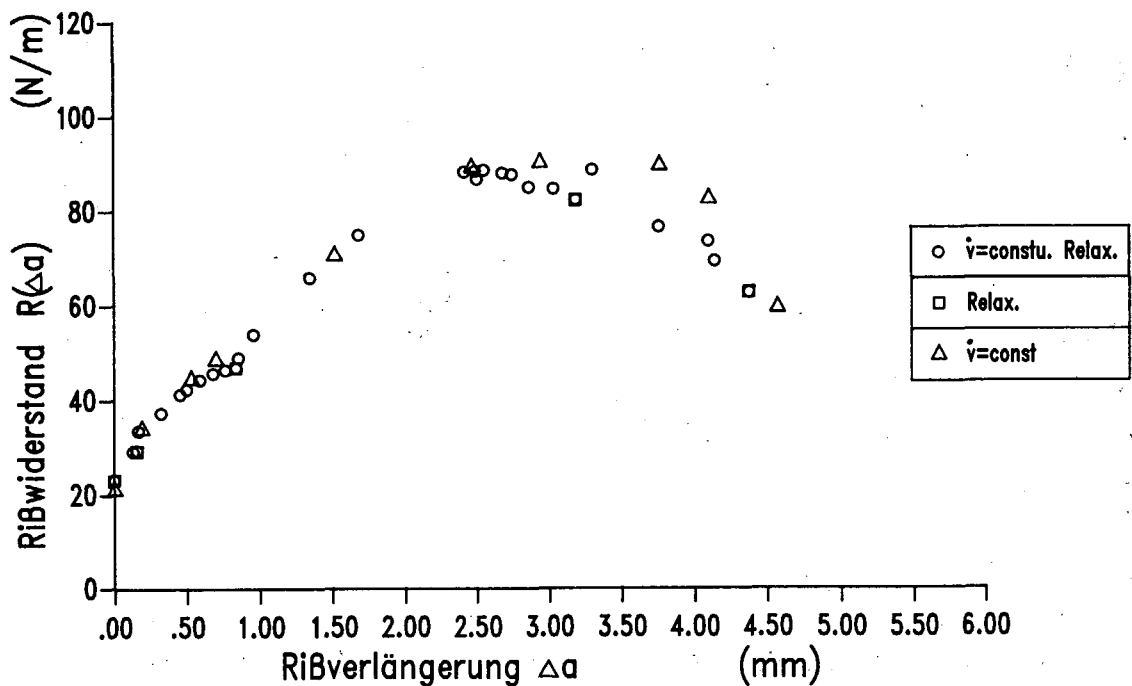


Abb. 5.11: Darstellung der Rißwiderstandsverläufe bei kontinuierlicher Rißausbreitung und Rißausbreitung mit Haltephasen bei konstanter Durchbiegung (R_{KR} -Auswertung)

5.1.3.3 Rißausbreitungsversuche bei konstanter Last (Zeitstandversuche)

Es wurden Rißausbreitungsversuche bei konstanter Kraftsteigerungsrate bis zum Erreichen einer danach konstant gehaltenen Last P durchgeführt, die oberhalb der Last für Rißinitiation, aber unterhalb der Maximallast $P_{\max}$ der kontinuierlichen Versuche lag. In Abb. 5.12 sind die Last-Durchbiegungsdiagramme für Zeitstandversuche bei drei verschiedenen Lastniveaus für Proben gleicher Abmessungen und Anfangsrißgeometrien dargestellt. Die zugehörigen zeitlichen Rißverlängerungsverläufe sind in Abb. 5.13 abgebildet. Bei allen drei Lastniveaus tritt nach einem Bereich kontrollierter Rißausbreitung der spontane Bruch auf. Allerdings nimmt die Zeit bis zum spontanen Probenversagen, bedingt durch abnehmende Rißausbreitungsgeschwindigkeit, mit abnehmender Höhe der Zeitstandbelastung stark zu.

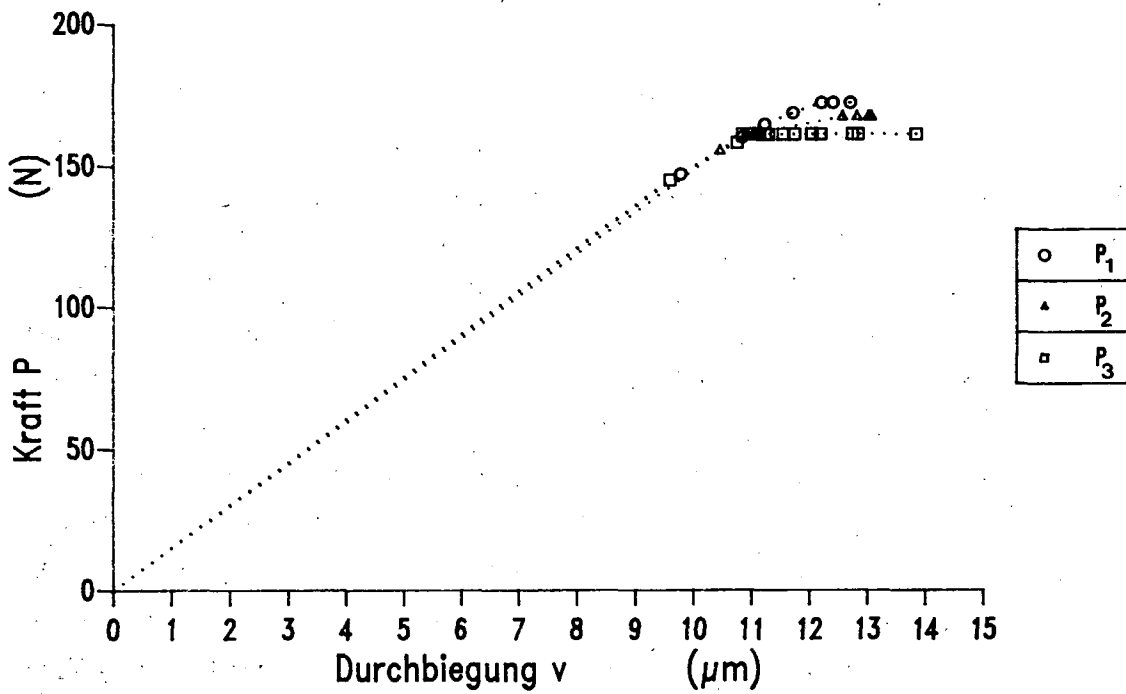


Abb. 5.12: Last-Durchbiegungsdiagramm für Zeitstandversuche bei unterschiedlichen Lastniveaus $P_0 < P_i < P_{\max}$

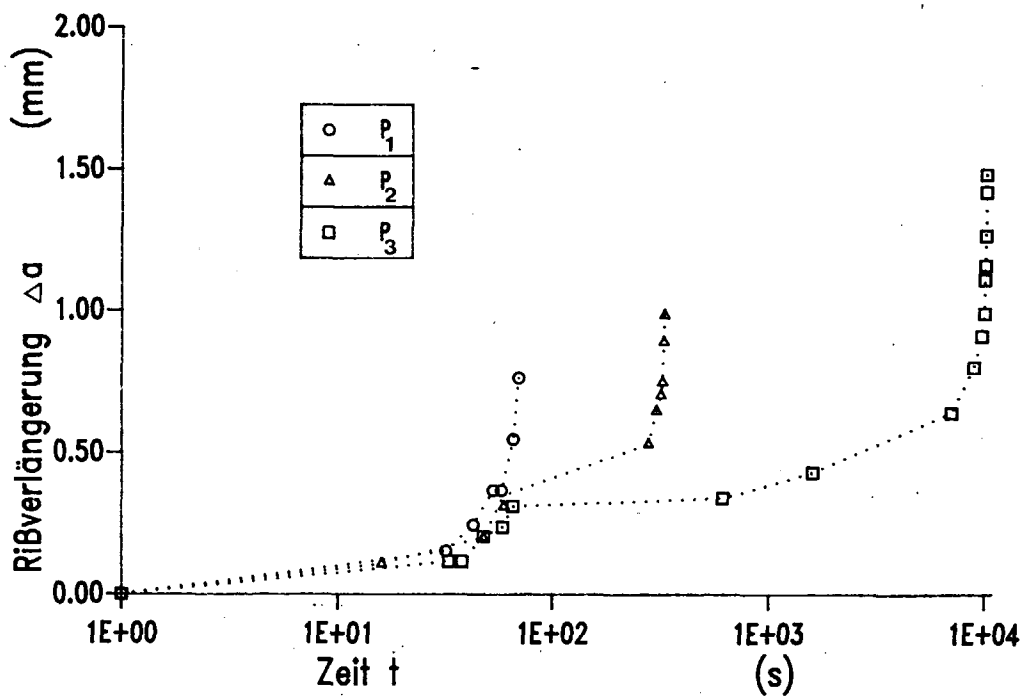


Abb. 5.13: Darstellung der zeitlichen Rißverlängerungsverläufe für Zeitstandversuche bei unterschiedlichen Lastniveaus $P_0 < P_i < P_{\max}$

Die RiBwiderstandsverläufe, die sich aus den drei unterschiedlichen Zeitstandversuchen ergeben, sind in Abb. 5.14 dargestellt.

Man erkennt, daß der R-Kurvenverlauf für alle drei Zeitstandversuche gleich ist. Die unterschiedlichen maximalen RiBwiderstandswerte in den drei Versuchen sind durch die maximale Nachführungsgeschwindigkeit des Mikroskops bedingt. Eine RiBlängenmessung bei sehr schneller RiBausbreitungsgeschwindigkeit ist dann nicht mehr möglich. Die starken Geschwindigkeitsänderungen, die insbesondere bei den Versuchen mit der niedrigsten Haltelast während der RiBausbreitung auftreten (> 4 Größenordnungen), zeigen keinen Einfluß auf den RiBwiderstandsanstieg, was zusätzlich eine Bestätigung der Ergebnisse der Variation der Durchbiegungsraten darstellt. Gleichzeitig ist dies auch eine Bestätigung, für die Auswirkung des inerten Prüfmediums. Der Einfluß von subkritischem RiBwachstum, infolge einer korrosiven Wirkung des Umgebungsmediums müßte, bei Änderung der RiBausbreitungsgeschwindigkeit von mehr als 4 Größenordnungen, auch eine Änderung im R-Kurvenanstieg zeigen, was aber nicht beobachtet wird. Warum trotz konstanter Last RiBausbreitung bei gleichzeitiger Zunahme des RiBwiderstandswertes bis zum spontanen Probenversagen erfolgt, wird in Kap. 6 diskutiert.

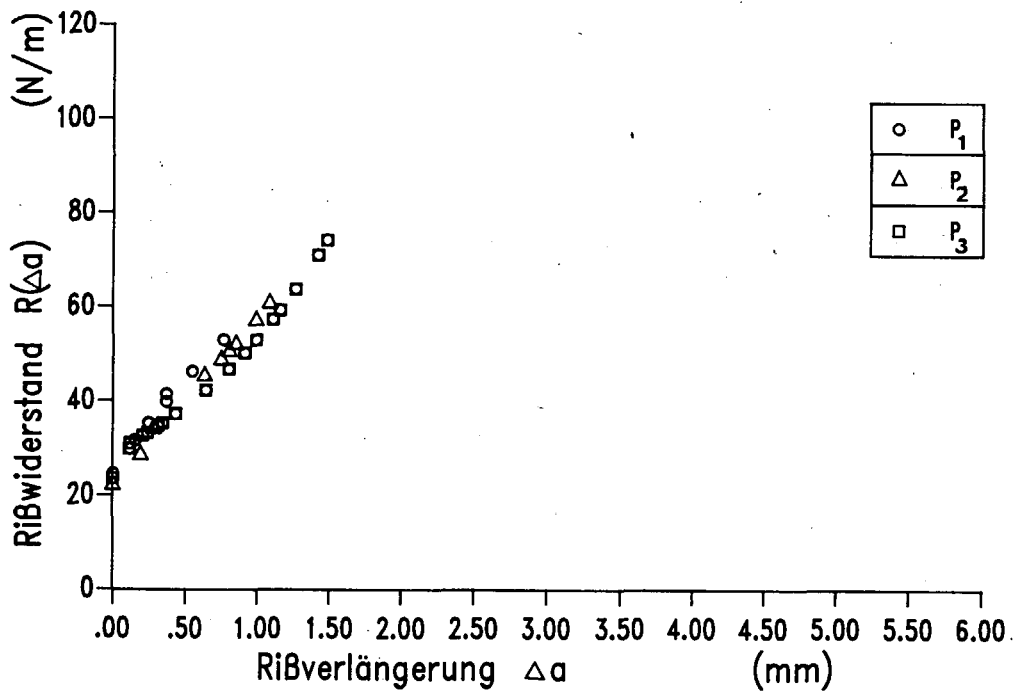


Abb. 5.14: Darstellung der R-Kurvenverläufe für Zeitstandversuche bei unterschiedlichen Lastniveaus $P_0 < P < P_{\max}$, R_{KR} -Auswertung

5.1.4 Untersuchungen zur Hysterese und der bleibenden Durchbiegung bei Probenentlastung

Bei Last-Durchbiegungsdiagrammen von Rißausbreitungsversuchen mit Ent- und Wiederbelastungen (vgl. Abb. 5.1) werden nach Rißausbreitung Hysteresen beobachtet. Die Flächeninhalte dieser Hysteresen stellen die Energiedissipation im Verlauf der Ent- und Wiederbelastung dar. Abhängig von Rißverlängerung nimmt der Hystereseeffekt bis zu einem Maximalwert zu. Bei weiterem Rißfortschritt nimmt der Flächeninhalt der Hysterese wieder ab. Die maximale Hysterese beim Probenotyp B2 (vgl. Tab. 4.1) wird nach einer Rißverlängerung von 3 mm erreicht und bleibt nach einer großen Anzahl der durchgeführten Ent- und Wiederbelastungszyklen. Nach ausgeführter Entlastung wird bei der anschließenden Wiederbelastung das Lastniveau, bei der die Entlastung einsetzte, nicht mehr erreicht. Während der Entlastung tritt weiterer Rißfortschritt auf, wie aus den in situ-Rißebeobachtungen erkannt werden konnte. Führt man hingegen vor dem Entlastungszyklus eine Relaxationsphase durch, so erfolgt hierbei, wie in Kap. 5.1.3.2 bereits beschrieben, weiterer Rißfortschritt. Wird die Ent- und Wiederbelastung nach Relaxationsphasen durchgeführt, nachdem Rißarrest eingetreten ist, wird das Lastniveau bei der Wiederbelastung entsprechend des vorherigen Entlastungszyklus erreicht. Ein Last-Durchbiegungsdiagramm bei dem Ent- und Wiederbelastungszyklen nach ausgeführten Relaxationen erfolgten, ist in Abb. 5.15 dargestellt.

Versuche, bei denen nach der Relaxationsphase 10-15 Ent- und Wiederbelastungszyklen ohne Überschreiten des Lastniveaus der ersten Entlastung durchgeführt wurden, zeigten keine Veränderungen der Hysterese oder der bleibenden Durchbiegung bei Entlastung.

Zusätzlich zu den Hystereseeffekten wurde untersucht, ob die bei Probenentlastung gemessenen bleibenden Durchbiegungen von Probe zu Probe unterschiedlich und daher eher zufällig sind. Weiter wurde ein etwaiger Einfluß der Anzahl der ausgeführten Entlastungs- und Wiederbelastungszyklen auf die bleibende Durchbiegung analysiert.

In Abb. 5.16 sind die gemessenen bleibenden Durchbiegungen in Abhängigkeit von der Rißlänge für drei verschiedene Rißausbreitungsexperimente dargestellt. Die Versuchsführung erfolgte einmal wie in Abb. 5.1 dargestellt,

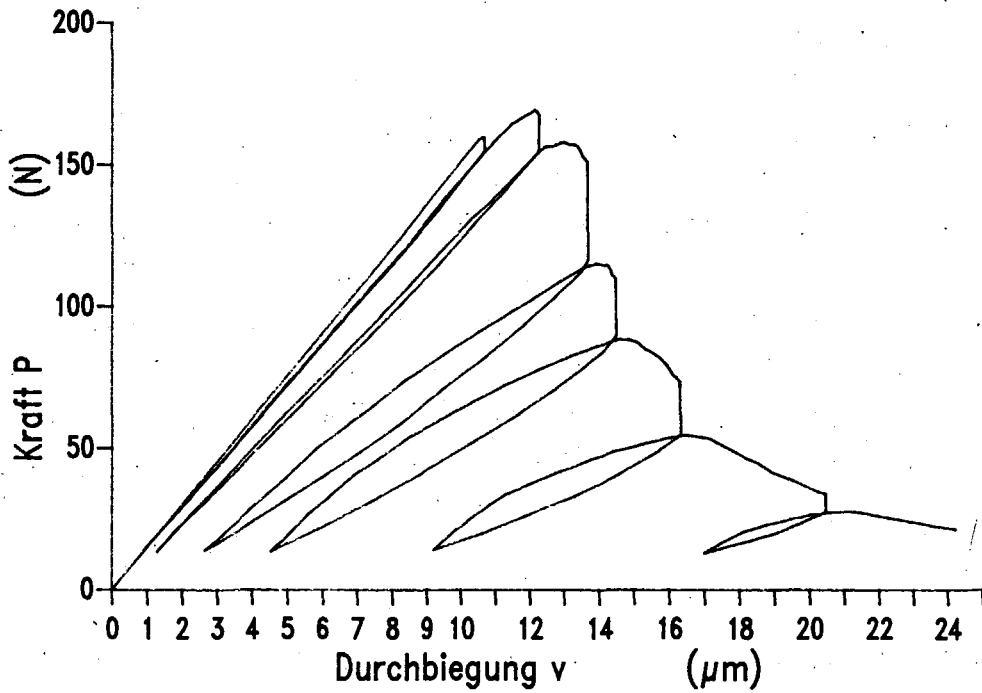


Abb. 5.15: Last-Durchbiegungsdiagramm mit Relaxationen und anschließenden Ent- und Wiederbelastungszyklen

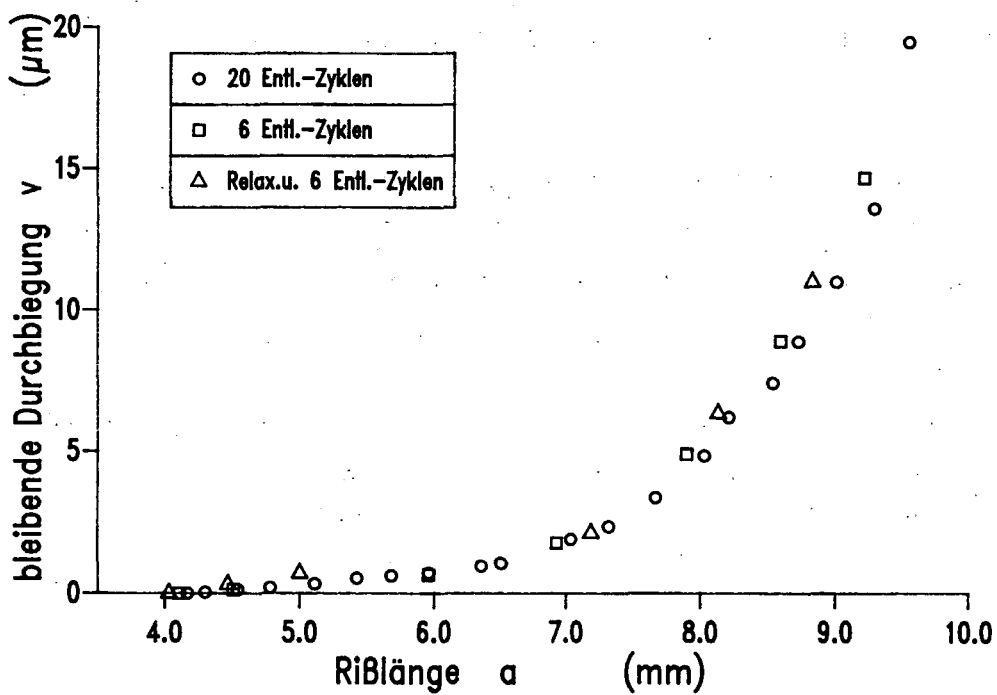


Abb. 5.16: Darstellung der bleibenden Durchbiegung bei Entlastung in Abhängigkeit von der Rißlänge für verschiedene Rißausbreitungsversuche

mit 20 Ent- und Wiederbelastungszyklen über 5 mm Rißverlängerung. Die zweite Variante enthielt dagegen nur 6 Ent- und Wiederbelastungszyklen. Bei der dritten Versuchsführung wurde jeweils vor den insgesamt 6 ausgeführten Ent- und Wiederbelastungszyklen eine Relaxation durchgeführt (vgl. Abb. 5.15). Aus diesen Versuchen ergibt sich eine gesicherte Korrelation der bleibenden Durchbiegung mit der Rißlänge, unabhängig von den Versuchsvariationen.

5.2 Hochauflösende in situ-Beobachtungen des Rißspitzen- und Rißflankenbereichs

Mit dem in Kap. 4.3.2 beschriebenen optischen Beobachtungssystem konnten bei Rißausbreitungsexperimenten gezielt in situ-Beobachtungen des Rißspitzen- und Rißflankenbereichs durchgeführt werden. Im Gegensatz zu den Beobachtungsuntersuchungen mit einem akustischen Mikroskop /164/ ist mit dem verwendeten optischen Beobachtungssystem eine online Beobachtung gegeben.

Wie in Kap. 5.1.3.1 bereits dargestellt, erfolgt die Rißausbreitung in diskontinuierlichen Rißfortschrittssprüngen. Die Rißfortschrittsinkremente sind abhängig von der Versuchssteuerung (vgl. Kap. 5.1.3.1), aber charakteristisch für den Rißfortschrittsprozeß. Im Bereich um die Rißspitze (200-300 μm) werden häufig isolierte Parallelrisse und mehrfache Rißverzweigungen, ausgehend von Tripelpunkten und Kornausbrüchen, beobachtet. Auch Korngrenzentrennungen um einzelne Körner und Korngruppen herum wurden festgestellt. In Abb. 5.17 ist ein lokaler Rißspitzenbereich dargestellt. Die Rißspitze liegt etwa 10 μm links unterhalb des Ausbruchs (Pfeil in Abb. 5.17). Beim nächsten Rißfortschrittsinkrement tritt ein Rißversatz auf, was in Abb. 5.18 zu sehen ist. Nach diesem Vorgang schließt sich der Riß im Rißspitzenbereich aus Abb. 5.17 so stark, daß die erfolgte Materialtrennung als solche nicht mehr zu erkennen ist.

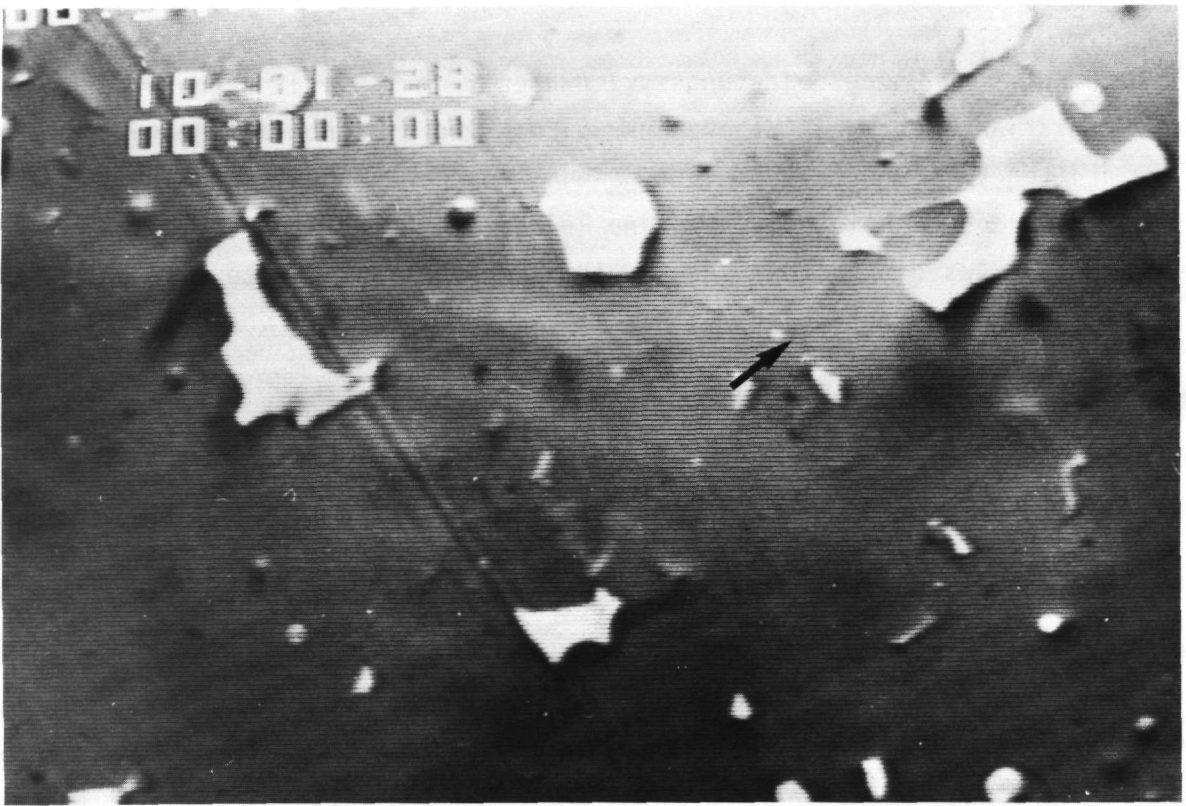


Abb. 5.17: Aufnahme des lokalen Rißspitzenbereichs während der Rißausbreitung

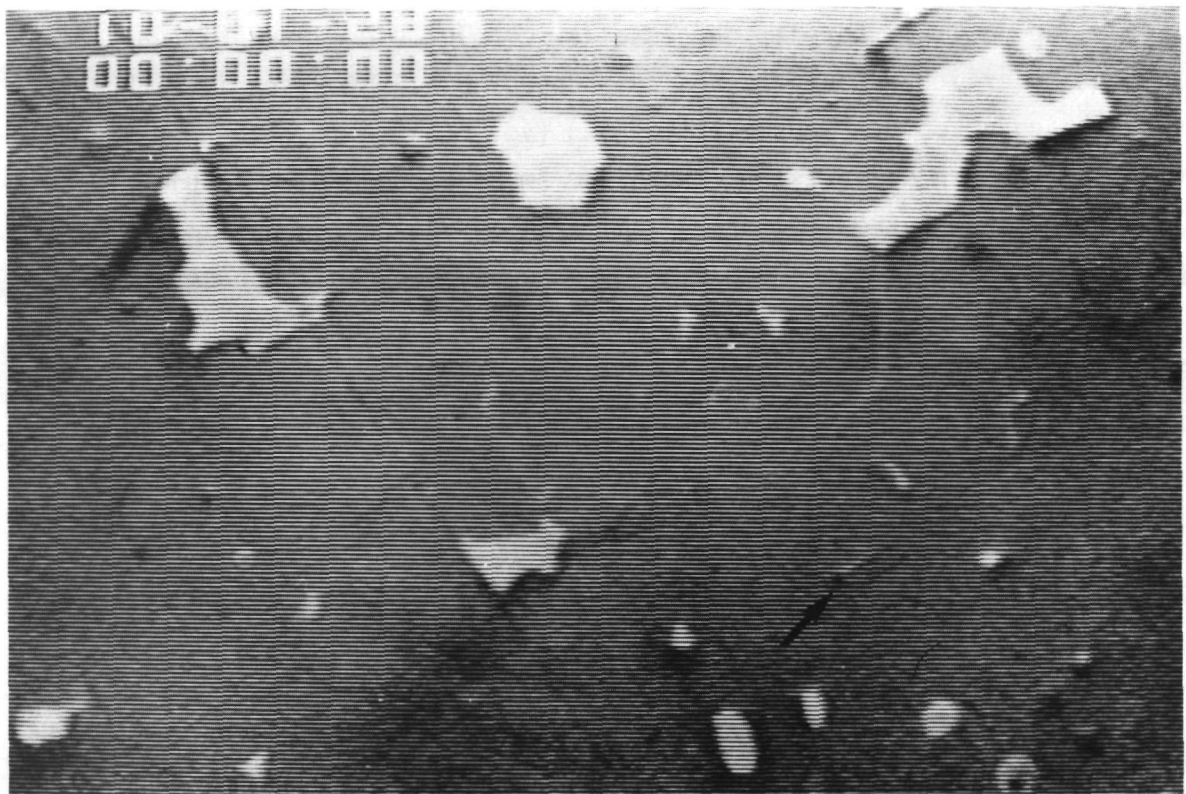


Abb. 5.18: Aufnahme des Rißfortschrittsinkrements im Rißspitzenbereich aus Abb. 5.17

In Abb. 5.19 ist ebenfalls ein lokaler Rißspitzenbereich während eines Rißausbreitungsexperiments zu erkennen. Die Rißspitze steht an einem Tripelpunkt, an dem bereits sichtbar zwei Kornfacetten getrennt sind. Bei weiterem Rißfortschritt, in Abb. 5.20 zu erkennen, ist das Korn, das bereits vorher teilweise getrennt war, transkristallin gebrochen. Die vorher getrennten Kornfacetten sind nur mit Kenntnis von Abb. 5.19 noch als Kornbrüche zu erkennen.



Abb. 5.19: Lokaler Rißspitzenbereich bei Rißausbreitung

20 μm



Abb. 5.20: Aufnahme des Rißfortschrittsinkrements im Rißspitzenbereich aus Abb. 5.19

20 μm

In Abbn. 5.21, 5.22 und 5.23 ist ebenfalls der Rißspitzenbereich für eine Rißfortschrittssequenz dargestellt. Die drei zeitlich aufeinander folgenden Stadien des Rißfortschritts zeigen, daß während des Rißausbreitungssprungs ein Sekundärriß (Pfeil) sichtbar wird (Abb. 5.22), der schließlich am Ende des Rißsprungs zum Hauptriß wird, während der ursprüngliche Hauptriß fast vollständig geschlossen ist (Abb. 5.23). Während dieser Rißsprünge werden zusätzlich stark transiente Grauwert- und Linienschärfekontraste erkannt, die nach dem sprunghaften Rißfortschritt verschwinden.

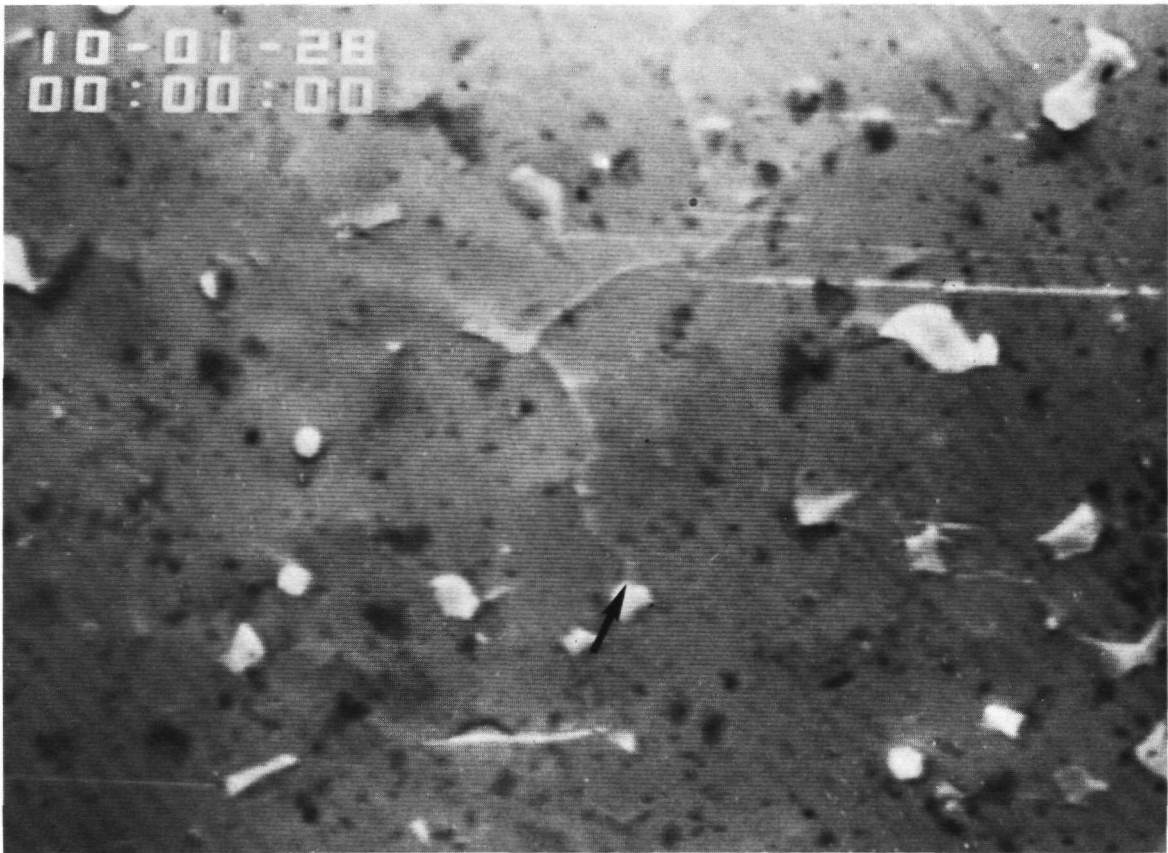


Abb. 5.21: Aufnahme des Rißspitzenbereichs während eines Rißfortschritts-
inkrements (Stadium I)

20 μm

Wie die dargestellten Beobachtungen im Rißspitzenbereich während der Rißausbreitung exemplarisch zeigen, treten während der Rißfortschritts-inkremente transiente, teilweise isolierte, teilweise gekoppelte, Rißbildungs- und Rißwechselwirkungsprozesse auf. Diese, im weiteren als Rißaktivitätsprozesse bezeichnet, finden in einem Bereich von mehreren 100 μm teilweise vor aber auch hinter der beobachteten Rißspitze statt. Dieser Bereich wird als Rißaktivitätsbereich bezeichnet. Eine genauere Quantifizierung dieses Bereichs war wegen der stark transienten Vorgänge und wegen des begrenzten Beobachtungsfeldes infolge der notwendigen sehr hohen Vergrößerungen nicht möglich.



Abb. 5.22: Aufnahme des Rißspitzenbereichs während eines Rißfortschritts-
inkrements (Stadium II)

20 μm

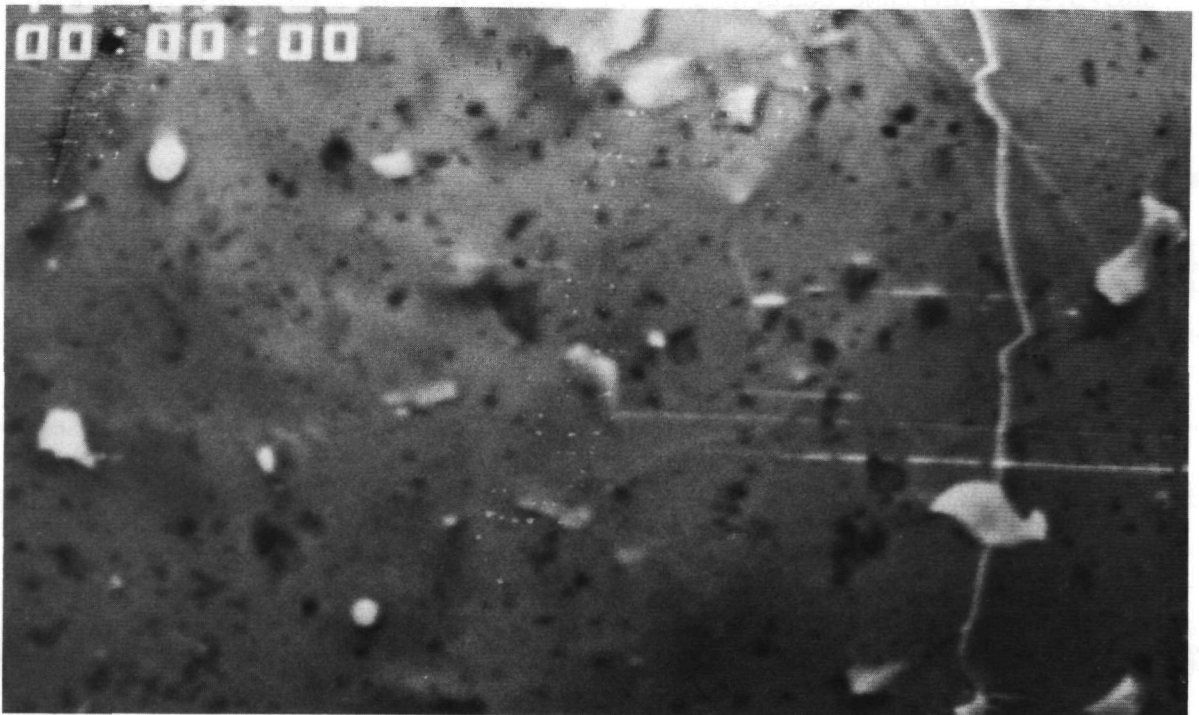


Abb. 5.23: Aufnahme des Rißspitzenbereichs während eines Rißfortschritts-
inkrements (Stadium III)

20 μm

Im folgenden werden die Beobachtungsbefunde beschrieben, die im bis zu mehreren Millimetern hinter der aktuellen Rißspitze befindlichen Rißflankenbereich, durchgeführt wurden. In Abb. 5.24 ist ein Ausschnitt des Rißverlaufs ca. 0,5 mm hinter der aktuellen Rißspitze dargestellt. Dieser Bereich zeichnete sich durch seinen besonders starken "Zick-Zack"-Verlauf aus. Die Ausschnittsvergrößerung dieses Bereichs (Abb. 5.25) zeigt, daß neben dem Hauptriß keine weiteren Materialtrennungen zu erkennen sind. In Abb. 5.26 ist dieser Bereich, nach weiterer Rißverlängerung um 1,5 mm, dargestellt. Das heißt, die aktuelle Rißspitze ist 2 mm von dem abgebildeten Bereich entfernt. Gegenüber Abb. 5.24 sind keine zusätzlichen Materialtrennungen entstanden. Auch sonstige Veränderungen, die auf Wechselwirkungen an den Rißflanken schließen lassen, sind nicht zu erkennen.



Abb. 5.24: Darstellung eines Rißverlaufs in den Rißflanken 0,5 mm hinter der aktuellen Rißspitze

20 μm



Abb. 5.25: Ausschnittsvergrößerung des Rißverlaufs aus Abb. 5.24
 10 µm

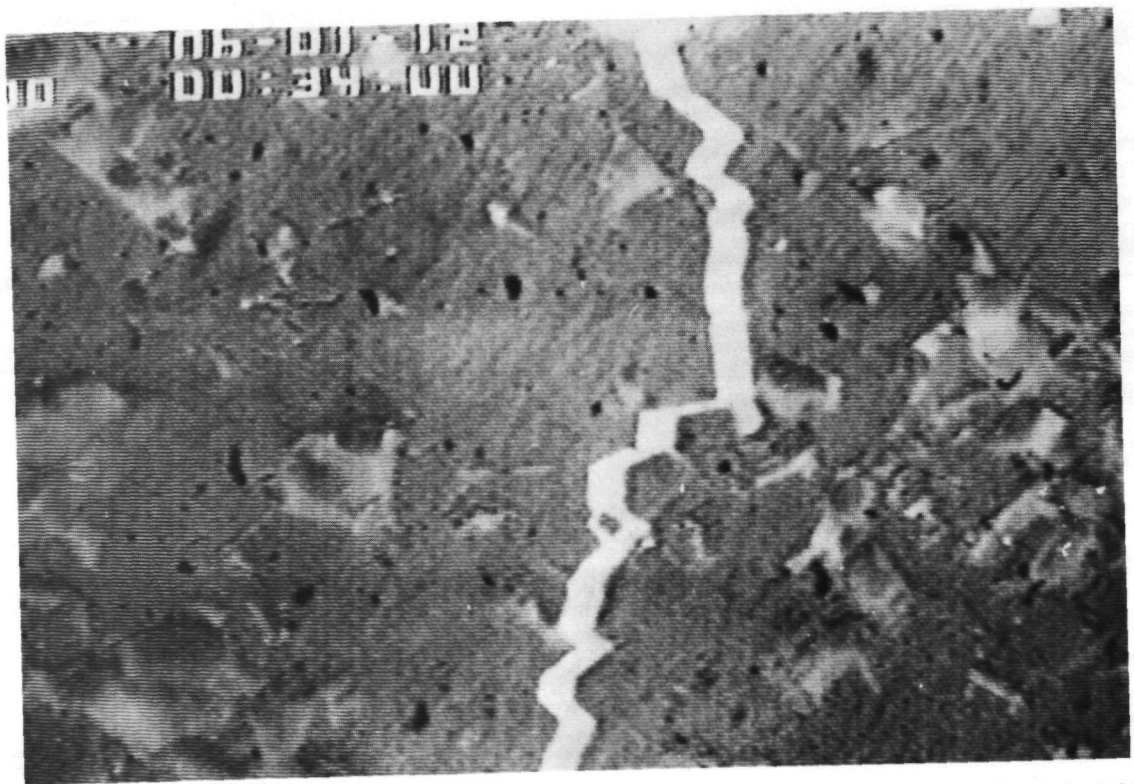


Abb. 5.26: Darstellung des Rißverlaufs aus Abb. 5.24 nach weiterer Riß-
 verlängerung (2 mm hinter aktueller Rißspitze) 20 µm

In den Abb. 5.27, 5.28 und 5.29 sind drei Stadien eines Rißausschnitts während des Rißfortschrittes dargestellt. Dieser Rißbereich liegt 2 mm, 3 mm und 4 mm hinter der jeweiligen aktuellen Rißspitze. Markant ist hierbei das bereits vollständig losgelöste Korn. Mit zunehmendem Rißfortschritt können auch hier keine zusätzlichen Materialtrennungen erkannt werden. Die mit weiterer Rißverlängerung zunehmende Rißöffnung erklärt die besser sichtbare Materialtrennung.

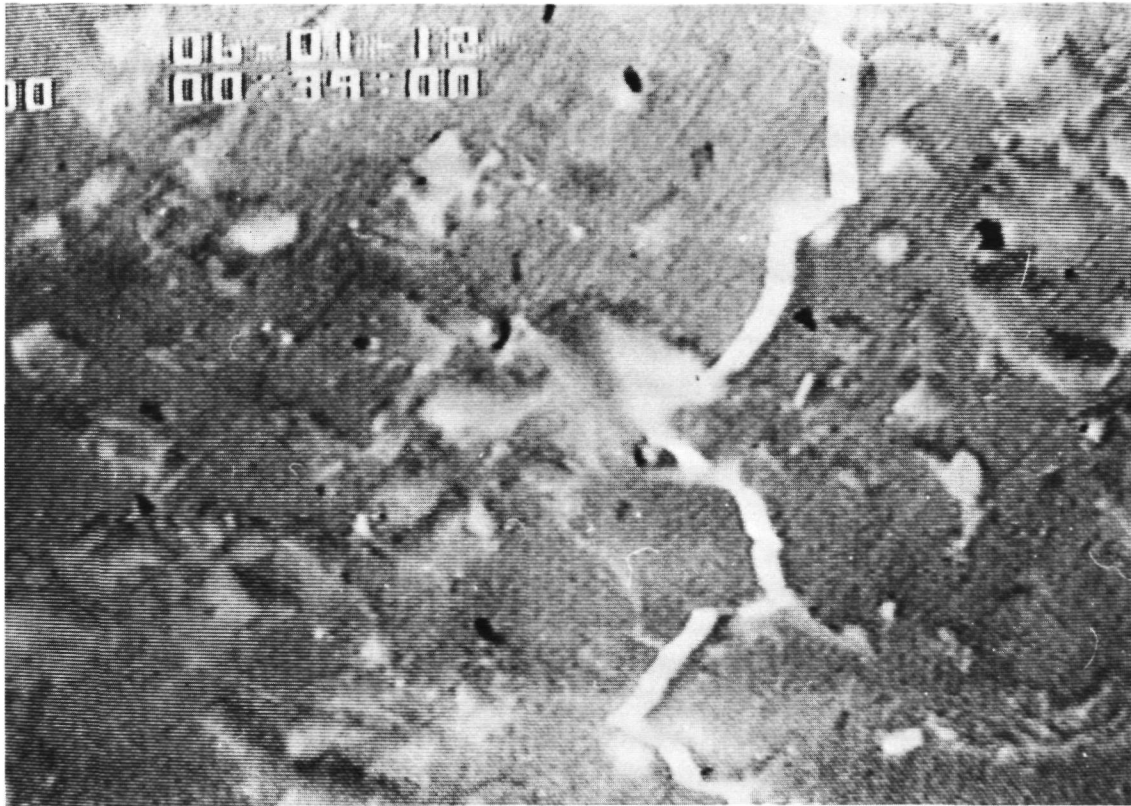


Abb. 5.27: Darstellung eines Rißverlaufs in den Rißflanken 2 mm hinter der aktuellen Rißspitze

20 µm



Abb. 5.28: Darstellung des Rißverlaufs aus Abb. 5.27 nach weiterer Rißverlängerung (3 mm hinter der aktuellen Rißspitze)

20 μm



Abb. 5.29: Darstellung des Rißverlaufs aus Abb. 5.27 nach weiterer Rißverlängerung (4 mm hinter der aktuellen Rißspitze)

20 μm

In den Abb. 5.30, 5.31 und 5.32 ist ein Rißausschnitt dargestellt, in dem zu dem Zeitpunkt als er Rißaktivitätsbereich war, starke Rißverzweigung und Sekundärrißbildung entstanden sind (vgl. Abb. 5.21-5.23). Die Aufnahmen stellen diesen Bereich für ein Rißausbreitungsexperiment dar, bei dem die aktuelle Rißspitze 3 mm, 4 mm und 5 mm entfernt ist. Wie zu erkennen ist, sind während der Rißausbreitung auch in diesem rückwärtigen Bereich, mit fast vollständig umlaufenen Körnern und Korngruppen, keine Beobachtungen zu machen, die auf Wechselwirkungseffekte über die Rißflanken hindeuten könnten.



Abb. 5.30: Darstellung eines Rißverlaufs in den Rißflanken 3 mm hinter der aktuellen Rißspitze

20 μm



Abb. 5.31: Darstellung des Rißverlaufs aus Abb. 5.30 nach weiterer Rißverlängerung (4 mm hinter der aktuellen Rißspitze)

20 μm



Abb. 5.32: Darstellung des Rißverlaufs aus Abb. 5.30 nach weiterer Rißverlängerung (5 mm hinter der aktuellen Rißspitze)

20 μm

Zusätzlich zu den hier beschriebenen optischen Beobachtungen wurden in /161/ sogenannte "Rißpfadmappen" erstellt. In diesen sind die kompletten Rißverläufe (vom Kerbgrund bis zur aktuellen Rißspitze) für unterschiedliche Stadien der Rißausbreitung dargestellt. Auch diese Untersuchungen ergaben, daß zusätzliche nachträgliche Materialtrennungen, im rückwärtigen Rißflankenbereich - außerhalb des Rißaktivitätsbereichs - nicht festgestellt werden konnten.

Zusammenfassend läßt sich feststellen, daß während der Rißausbreitung im Rißspitzenbereich (Rißaktivitätsbereich) vielfach Rißbildungsprozesse, die teilweise zu Parallelrissen und Rißverzweigungen führen, beobachtet werden. Nachträgliche Wechselwirkungseffekte im rückwärtigen Rißflankenbereich außerhalb des Rißaktivitätsbereichs konnten nicht erkannt werden. Aus den dargestellten Befunden ist auch zu erkennen, daß die Güte des Beobachtungssystems (Vergrößerung, Auflösung) entscheidend für die Erkennung und damit für die zeitliche und örtliche Zuordnung der stattfindenden Prozesse ist.

6. Diskussion

Im folgenden werden die in Kap. 5 dargestellten Ergebnisse bewertet und bezüglich möglicher vorhandener Mechanismen (vgl. Kap. 3.6), die ursächlich sind für den Rißwiderstandsverlauf der untersuchten Al_2O_3 -Keramik, diskutiert.

- Auswertemethoden

Der ausgeführte Vergleich der verschiedenen Auswertemethoden (elasto-plastische und elastische Auswertungen) zeigt, daß die ermittelten R-Kurvenverläufe gut übereinstimmen. Die ermittelten R-Kurven aus kontinuierlichen Rißausbreitungsversuchen und Ent- und Wiederbelastungsversuchen führen ebenfalls zu identischen Rißwiderstandsverläufen für alle benutzten Auswertemethoden.

Ausgehend von der Herleitung der Auswertemethoden (Kap. 3.2-3.4) kann somit, in Analogie zum "small scale yielding" bei Metallen, auf "small scale damage" geschlossen werden, d.h. die nicht elastischen ($\cong$ "plastischen") energiedissipativen Effekte finden in einem lokal begrenzten kleinen Be-

reich statt. Deswegen kann der Riausbreitungsproze noch hinreichend gut mit den elastischen Auswertemethoden beschrieben werden.

- Versuchsvariationen

Die Untersuchungen zu den Hystereseeffekten und bleibenden Durchbiegungen bei Entlastung der Ent- und Wiederbelastungsexperimente ergaben, da die beobachteten Effekte unabhngig von den variierten Belastungszyklen sind. Insbesondere die mehrfach ausgefhrten (10-15) zyklischen Ent- und Wiederbelastungen, nach vorheriger Relaxationsphase (vgl. Kap. 5.1.3.3), die zu einer stabilen, unvernderten Hysteresekurve fhren, mit einer zugehrigen bleibenden Durchbiegung bei Entlastung, zeigen, da diese Effekte material- und bruchspezifisch sind.

Fr die durchgefhrten Variationen der Belastungsgeometrie (3-Punkt/4-Punkt-Belastung) und der Probengren (4-Punkt-Belastung) ergab sich, da der R-Kurvenverlauf identisch ist. Rifortschrittsexperimente an dnnen DCB-Proben der selben Aluminiumoxidkeramik durchgefhrt ergaben, wie in /165/ dargestellt ist, da der Riwiderstandsverlauf, dem der hier untersuchten Biegeproben entspricht. Die Versuche mit unterschiedlichen Versuchssteuerungen (vgl. Kap. 5.1.3) fhrten ebenfalls zu gleichen R-Kurvenverlufen. Die geringen berhhungen im Kurvenanstieg $\Delta R(\Delta a)$, ermittelt aus den kontinuierlichen Riausbreitungsversuchen, gegenber den Riausbreitungsexperimenten mit zwischengeschalteten Relaxationen zeigen, da streng genommen nur am Ende der Relaxationsphasen ein fr die jeweilige Riverlngerung bruchspezifisches Energiegleichgewicht in der Probe vorherrscht. Hierdurch wird dann der "wahre" material- und bruchspezifische Riwiderstand in inerter Umgebung charakterisiert.

Allerdings kann aus den durchgefhrten Zeitstandversuchen (vgl. Kap. 5.1.3.3) geschlossen werden, da zeitabhngige Prozesse whrend der Riausbreitung stattfinden, die nicht, wie gezeigt wurde, auf subkritischem Riwachstum beruhen. Untersuchungen an kleinen natrlichen Rissen /86-88/ in Aluminiumoxid ergaben, da whrend eines Zeitstandversuchs ein Feld von anfnglich isolierten Rissen an den Korngrenzen entsteht. Bei weiterer zeitlich konstanter Belastung wurden Koagulationen dieser Risse beobachtet, die letztlich immer zum unkontrollierten Versagen der Proben fhrten.

Wie die eigenen Rispitzenbeobachtungen ergaben (vgl. Kap. 5.2) sind transient sichtbare Ribildungen und Linienschrfekontraste im Riaktivi-

tätsbereich (200-300 μm) zu erkennen. Derartige optische Effekte können als Kornverrückungen gebrochener Körner interpretiert werden. Diese Beobachtungen stützen eindeutig die Vorstellung daß Mikrorißwechselwirkungsprozesse mit teilweisen Koagulationsprozessen im Rißspitzenbereich stattfinden. Derartige, durch lokal vorhandene Eigenspannungen beeinflusste Prozesse, sind zeitabhängig.

- R-Kurvenverlauf bei großem a/W -Verhältnis

Die bisher diskutierten Ergebnisse bezüglich der R-Kurvenverläufe beziehen sich auf Rißverlängerungen bis zur Erreichung des maximalen Rißwiderstandswertes R_{max} . Die Auswertung der R-Kurvenverläufe bis zu auf die Probenhöhe W normierter Rißlängen $a/W > 0,85$ zeigt einen ausgeprägten Abfall des Rißwiderstandswertes, der allerdings auch etwas von der Probengröße und den verwendeten Auswertemethoden abhängig ist. Dies wird auch in /50, 82, 83, 127/ für ebenfalls an Aluminiumoxid durchgeführten Rißfortschrittsexperimenten mit Biegeproben festgestellt. R-Kurvenmessungen an Graphit /166/, mit CT-Proben durchgeführt, führten nach Erreichen eines maximalen Plateauwertes für den Rißwiderstand bei weiterer Rißverlängerung ($a/W > 0,7$) zu einer abfallenden R-Kurve. Andererseits wurden in /51, 52, 167/ an 3-Punkt-Biegeproben für Al_2O_3 R-Kurvenverläufe ermittelt, die bis zu hohen a/W -Verhältnissen $> 0,9$ einen stetigen Anstieg zeigten.

Ein ausgeführter Vergleich /168/ der Auswertemethoden zeigte, daß bis zu einem a/W -Verhältnis von 0,8 ein konsistenter gleicher R-Kurvenverlauf berechnet wurde. Die Auswertung bei hohen a/W -Verhältnissen $> 0,8$ ergab einen von der verwendeten Compliancefunktion abhängigen R-Kurvenverlauf. Hier wurde sowohl ein starker Anstieg als auch ein starker Abfall ermittelt. Dies deutet darauf hin, daß die Rißwiderstandswerte bei hohen a/W -Verhältnissen stark von der benutzten Compliancefunktion abhängt, die hier möglicherweise unsicher ist. Eine ähnliche Problematik besteht bei der numerischen Approximation experimentell gemessener Compliancewerte. Selbst wenn der Compliance-Verlauf gut (Abweichungen $< 2\%$) approximiert wird, können geringe Meßfehler der Rißlänge bei a/W -Verhältnissen $> 0,85$ zu großen Fehlern im Steigungsverhalten der Compliancefunktionen führen, die sich stark auf die Rißwiderstandsbestimmung auswirken.

Wegen der Bedeutung des R-Kurvenverlaufs bei großen a/W -Verhältnissen für die nachfolgend diskutierten möglichen ursächlichen Mechanismen, wird im folgenden eine Analyse vorgestellt, mit der aus den experimentellen Last-

Durchbiegungsdiagrammen $P(v)$ und den zugehörigen durchbiegungsabhängigen Rißlängenverläufen $a(v)$ von Rißfortschrittsexperimenten; Aussagen über den R-Kurvenverlauf möglich sind.

Nach Gl. (3.16) und (3.18b) gilt:

$$R = \frac{1}{B} \frac{\partial U}{\partial a} = \frac{1}{B} \frac{\frac{\partial U}{\partial v}}{\frac{\partial a}{\partial v}} \quad (6.1)$$

Für einen abfallenden Rißwiderstand gilt dann die folgende Bedingung (Gl. (6.2)):

$$\frac{\partial R}{\partial a} = \frac{\partial}{\partial a} \left(\frac{\partial U}{\partial a} \right) = \frac{\frac{\partial^2 U}{\partial v^2} - \frac{\partial^2 a}{\partial v^2} \frac{\partial U}{\partial v}}{B \left(\frac{\partial a}{\partial v} \right)^2} < 0 \quad (6.2)$$

Mit der Näherung $U(v) = 1/2 P(v)$ v ergibt sich für:

$$\frac{\partial U}{\partial v} = \frac{P}{2} + \frac{1}{2} v \frac{\partial P}{\partial v} \quad (6.3a)$$

und

$$\frac{\partial^2 U}{\partial v^2} = \frac{\partial P}{\partial v} + \frac{v}{2} \frac{\partial^2 P}{\partial v^2} \quad (6.3b)$$

Nach dem Wendepunkt des Last-Durchbiegungsdiagramms (vgl. Abb. 3.4) jenseits des Lastmaximums läßt sich die $P(v)$ -Kurve bei jeder Durchbiegung v lokal durch eine Exponentialfunktion

$$P = P_0 e^{-bv} \quad (6.4)$$

annähern, so daß man aus Gl. (6.4) erhält:

$$\frac{\partial P}{\partial v} = -b P_0 e^{-bv} = -b P(v) \quad (6.5a)$$

und

$$\frac{\partial^2 P}{\partial v^2} = b^2 P_0 e^{-bv} = b^2 P(v) \quad (6.5b)$$

Mit Gl. (6.5a), (6.5b), (6.3a), (6.3b) in Gl. (6.2) eingesetzt folgt, daß der Rißwiderstand abnimmt wenn gilt, daß die folgende Ungleichung erfüllt ist (Gl. (6.6)):

$$\frac{\frac{P - v b P}{2}}{\frac{v b^2 P}{2} - b P} \left[\frac{\frac{\partial^2 a}{\partial v^2}}{\left(\frac{\partial a}{\partial v} \right)^2} \right] > 1 \quad (6.6)$$

Wie aus dem durchbiegungsabhängigen Rißlängenverlauf $a(v)$ in Abb. 6.3 zu erkennen ist, ist ab einer bestimmten Durchbiegung v der Term

$$\frac{\partial^2 a}{\partial v^2} < 0,$$

so daß der Klammerausdruck im interessierenden Bereich großer Durchbiegung in Gl. (6.6) negativ wird. Bildet man den Absolutbetrag, muß das Vorzeichen umgekehrt werden und man erhält Gl. (6.7).

$$\frac{v b P - P}{v b^2 P - 2 b P} \left| \frac{\frac{\partial^2 a}{\partial v^2}}{\left(\frac{\partial a}{\partial v} \right)^2} \right| > 1 \quad (6.7)$$

mit dem Steigungsmaß:

$$b = - \frac{1}{P} \frac{\partial P}{\partial v}$$

Bei Erfüllung der Gl. (6.7) sinkt der Rißwiderstand ab. Somit stellt Gl. (6.7) eine Bedingung dar, die aus den experimentellen $P(v)$ - und $a(v)$ -Diagrammen überprüft werden kann. In Abb. 6.1 und 6.2 sind typische $P(v)$ - und $a(v)$ -Diagramme für den Probenotyp B2 (vgl. Tab. 4.1) für einen kontinuierlichen Rißausbreitungsversuch darstellt. Die Auswertung dieser Meßkurven ergab, daß im Bereich $v \geq 16,5 \mu\text{m}$ die Gl. (6.7) erfüllt ist. Bei einer Durchbiegung von $15 \mu\text{m}$ allerdings noch nicht. Das heißt für diesen Versuch

kann gezeigt werden, daß bei der der Durchbiegung $v = 16 \mu\text{m}$ zugehörigen Rißlänge $a \sim 7,5 \text{ mm}$, dies entspricht einer Rißverlängerung von 3 mm , der Rißwiderstandswert wieder absinkt, was auch dem zugehörigen R-Kurvenverlauf entspricht, der in Abb. 6.3 dargestellt ist.

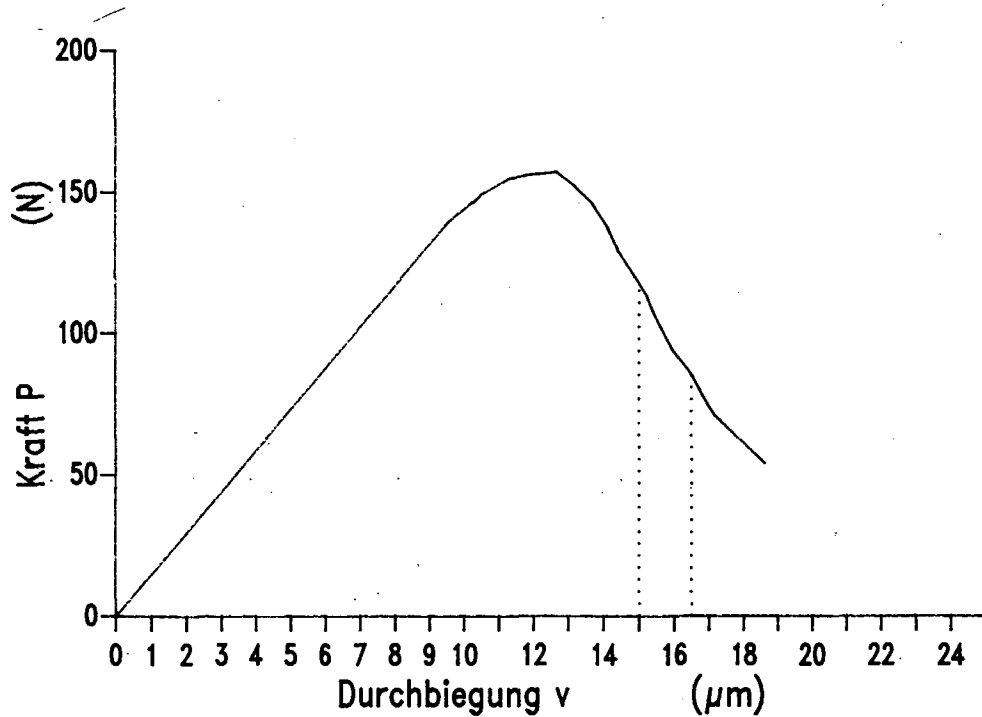


Abb. 6.1: Last-Durchbiegungsdiagramm eines kontinuierlichen Rißausbreitungsexperiments (Probentyp B2, $a_0/W = 0,45$)

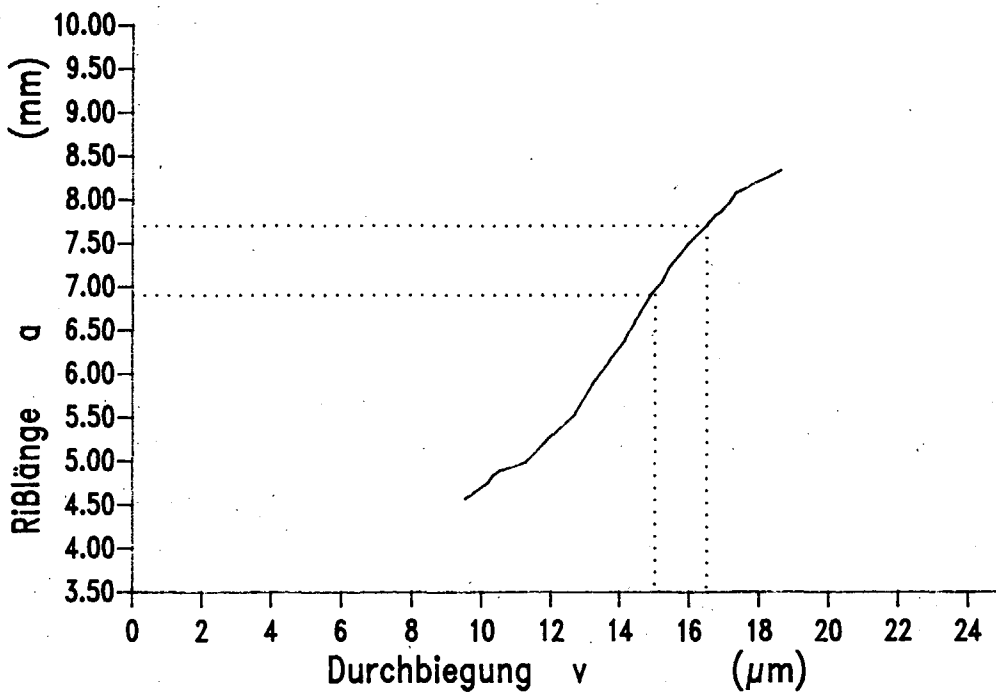


Abb. 6.2: Darstellung des durchbiegungsabhängigen Rißlängenverlaufs für ein kontinuierliches Rißausbreitungsexperiment (Probentyp B2, $a_0 = 0,45$)

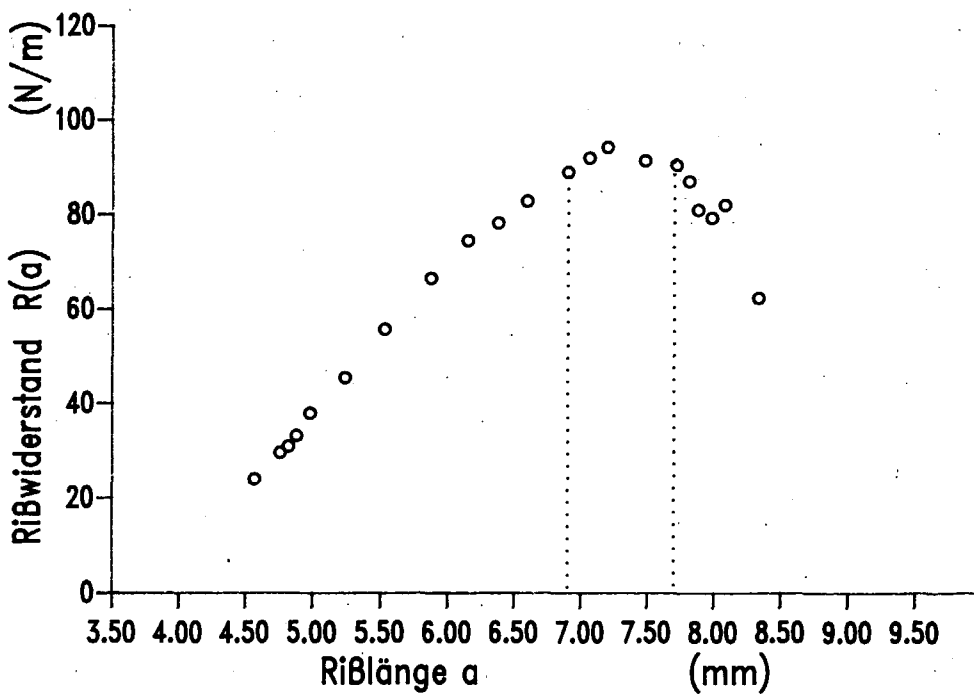


Abb. 6.3: R-Kurvenverlauf für ein kontinuierliches Rißausbreitungsexperiment (Probentyp B2, $a_0 = 0,45$)

Die Auswertung der gemessenen $P(v)$ - und $a(v)$ -Kurven nach Gl. (6.7) für Ent- und Wiederbelastungsexperimente ergab, daß hier ebenfalls die Bedingung aus Gl. (6.7) ab einer Rißverlängerung von 3 mm erfüllt ist, das heißt bei weiterer Rißverlängerung der Rißwiderstandswert absinkt, was auch die R-Kurvenauswertung ergibt (vgl. Kap. 5.1.3.1). Wie bereits in Kap. 5.1.4 beschrieben, nimmt hier der Flächeninhalt der Hystereseschleife einen Maximalwert an (vgl. Abb. 5.1).

Damit ist gezeigt, daß der in dieser Arbeit ermittelte R-Kurvenabfall bei großen Rißlängen für die durchgeführten Rißausbreitungsexperimente charakteristisch ist. Zusätzlich kann geschlossen werden, daß die Hystereseausbildung und deren Flächeninhalt mit der während der Rißausbreitung stattfindenden Energiedissipation korreliert. Im folgenden wird eine Modellbetrachtung zur Klärung des R-Kurvenverlaufs vorgestellt.

- Modellbetrachtung

In dem mit Makroriß versehenen linear-elastischen, eigenspannungsbehafteten Probenkörper, entstehen vor der Rißspitze infolge einer äußeren Belastung bei einer kritischen Spannung lokal separierte Mikrorisse an Korngrenzen mit lokalen Zugeigenspannungen. Durch die Bildung der Mikrorisse, die eine Energiedissipation durch Erzeugung ihrer Bruchflächen darstellt und durch eine abschirmende Wirkung infolge von Mikroriß- Makrorißwechselwirkungen (vgl. Kap. 3.6.2.4), wird der Rißwiderstandswert R_0 für makroskopischen Rißfortschritt (Rißinitiierung) bestimmt.

Während des Rißfortschritts führt ein infolge der Rißbildungsprozesse verursachtes Dilatationsfeld zu Druckspannungen, insbesondere tangential parallel zur Rißausbreitungsrichtung, auch über bereits getrennte Kornfacetten hinweg. Sie bedeuten einen Widerstand gegen weitere lokale Rißöffnung, was zu einem behinderten Aufbau der Spannungsüberhöhung an der "optischen Rißspitze" führt. Das Rißausbreitungsverhalten und damit der R-Kurvenverlauf wird somit durch die Wirkung dieses Reibwiderstandes bestimmt. Wie aus den an der untersuchten Al_2O_3 -Keramik dargestellten R-Kurvenverläufen hervorgeht, steigt der Rißwiderstand zunächst mit Rißverlängerung bis zu einem Maximalwert an und nimmt dann mit weiterer Rißverlängerung wieder ab. Die Abnahme des Rißwiderstandswertes ist allerdings mit zunehmender Probengröße kleiner, wie die Darstellung der R-Kurvenverläufe, an verschiedenen Probengrößen bei 4-Punkt-Belastung ermittelt, zeigt

(Abb. 6.4). Demzufolge muß der Reibwiderstand gemäß Modellbetrachtung bis zu einem Maximalwert zunehmen und bei weiterer Rißverlängerung wieder absinken.

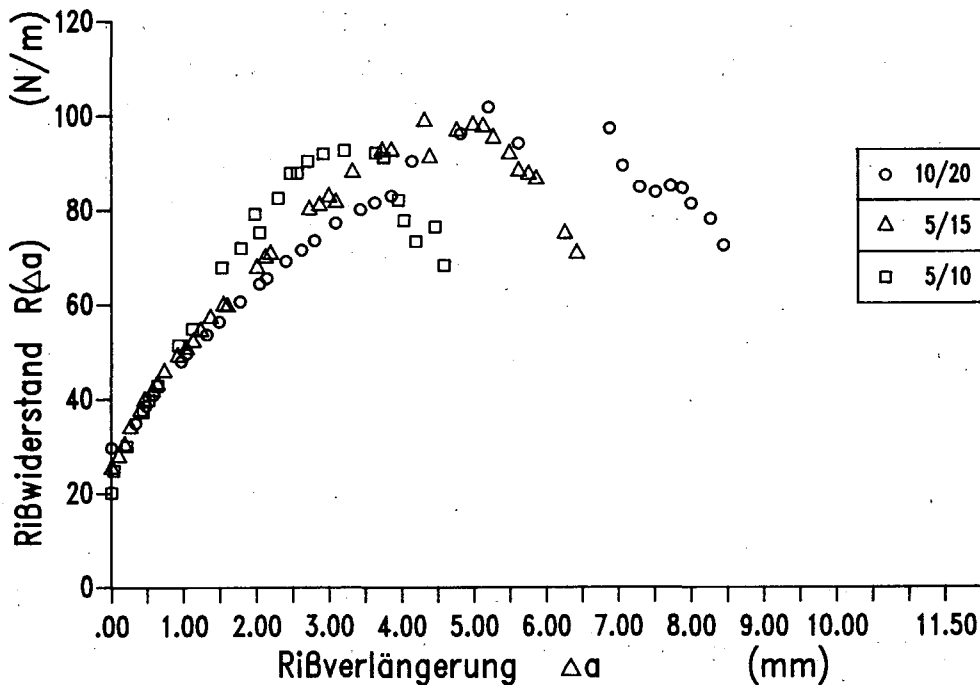


Abb. 6.4: Darstellung des R-Kurvenverlaufs für verschiedene Probengrößen bei kontinuierlicher Rißausbreitung mit 4-Punkt-Belastung (R_{KR} -Auswertung)

- Konsistenzprüfung der Modellannahme

Eine Verifikation bzw. Konsistenzprüfung der Annahmen der Modellbetrachtung wird - basierend auf den Ergebnissen der in dieser Arbeit durchgeführten Experimente und unter Einbeziehung der jüngst veröffentlichten Untersuchungen die im DFG-Forschungsvorhaben "Mikrobruchvorgänge in Al_2O_3 -Keramik" durchgeführt wurden /170/ - im folgenden dargestellt.

Die in Kap. 5.2 beschriebenen optischen Beobachtungen zeigen, daß im Rißspitzenbereich (Rißaktivitätsbereich) vielfache Rißbildungsprozesse vorhanden sind. Aus Untersuchungen zu lastinduzierten Mikrorissen bei der selben Al_2O_3 -Keramik mit der Methode der Röntgenkleinwinkelstreuung /153, 154, 165/ konnte nachgewiesen werden, daß vor der makroskopischen Rißausbreitung in einem Bereich von ca. 200-300 μm vor der Rißspitze Mikrorisse entstehen.

Wie in /165/ ausgeführt, kann mit einer abschätzenden Berechnung der Reißwiderstandswert bei Reißinitiierung durch Energiedissipation über die Erzeugung der entstandenen Bruchfläche der Mikrorißbildung und deren Abschirmung (nach Berechnung aus /145/) erklärt werden. Ausgehend von den Röntgenkleinwinkelstreuungsexperimenten wird die folgende Abschätzung einer Volumendilatation (Mikrorißporosität) in der Prozeßzone durchgeführt. Hierbei wird angenommen, daß pro Korn in der Prozeßzone ein Mikroriß entsteht, der eine Öffnung von $40 \times 10^{-9} \text{ m}$ besitzt und über eine Fläche von $25 \times 10^{-12} \text{ m}^2$ ausgedehnt ist. Dies läßt sich aus den gemessenen Mikrorißöffnungen /165/ und den Korngrößen des verwendeten Werkstoffs ableiten. Somit erhält man ein Volumen pro Mikroriß von 10^{-18} m^3 . Die Prozeßzone kann mit ca. $300 \times 300 \text{ } \mu\text{m}^2$ pro Probenbreite abgeschätzt werden und es ergibt sich die Anzahl von ungefähr 10^5 mittleren Körnern pro Prozeßzone bei der Probenbreite von 1 mm.

Hieraus läßt sich eine Volumendilatation durch die Mikrorißbildung von 10^{-3} berechnen. Dieser Wert stimmt größenordnungsmäßig gut mit der resultierenden Dehnung infolge der Anisotropie der Al_2O_3 -Kristalle von ebenfalls etwa 10^{-3} ($\Delta\alpha\Delta T$) überein. Die Dilatation der Prozeßzone ergibt dann pro Raumrichtung etwa $0,33 \times 10^{-3}$. Bei der Hinzunahme der entsprechenden Prozeßzonenausdehnung von $2 \times 300 \text{ } \mu\text{m}$ ergibt sich eine freigesetzte Dehnung $\sim 0,2 \text{ } \mu\text{m}$. Das heißt wenn die Reißöffnung kleiner als die freigesetzte Dehnung infolge der Dilatation ist, sind die Körner verhaftet und stehen unter Druck. Berücksichtigt man hierbei die Kornform des Gefüges, die als Hexagon mit einem Kornfacettenwinkel von 30° angenähert werden kann (Abb. 6.5), zeigt sich, daß bis zu Reißöffnungen von $\sim 0,35 \text{ } \mu\text{m}$ die Körner infolge der Dilatation verhaftet sein können.

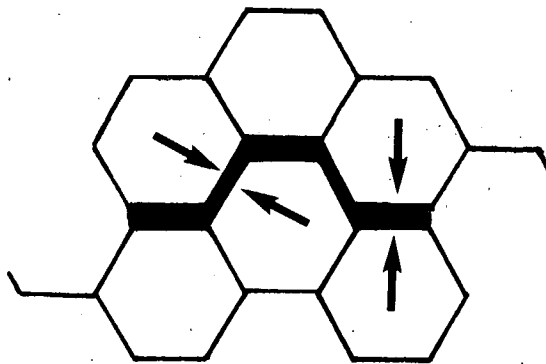


Abb. 6.5: Schematische Darstellung der Kornverhaftungen infolge Dilatation und kleiner Reißöffnung

Durchgeführte Rißöffnungsmessungen während der Rißverlängerung ergaben, daß abhängig von der Rißverlängerung und dem zugehörigen a/W -Verhältnis bis zu $500\text{ }\mu\text{m}$ hinter der Rißspitze kleiner als $0,5\text{ }\mu\text{m}$ waren, allerdings wegen der Auflösungsgrenze der optischen Beobachtungseinrichtung nicht mehr genau meßbar sind. Wie die Abschätzung ergibt sind in diesem Bereich Rißflankenwechselwirkungen (Reibung) sehr wahrscheinlich.

In einer elastischen Finite-Element-Rechnung unter der Annahme, daß während der Rißausbreitung ein konstantes Dilatationsfeld mit einer Volumendehnung von 3×10^{-3} wirkt, ist für die experimentellen Bedingungen des Rißausbreitungsversuchs mit dem Probestyp B2 das Rißöffnungsverhalten unter Last und bei Entlastung berechnet worden. In Abb. 6.6 sind für eine Rißlänge von $7,5\text{ mm}$ ($\hat{=}$ Rißverlängerung von 3 mm) das berechnete Rißöffnungsprofil bei Belastung und Entlastung dargestellt. Zusätzlich sind die zugehörigen optisch gemessenen Rißöffnungsverläufe abgebildet.

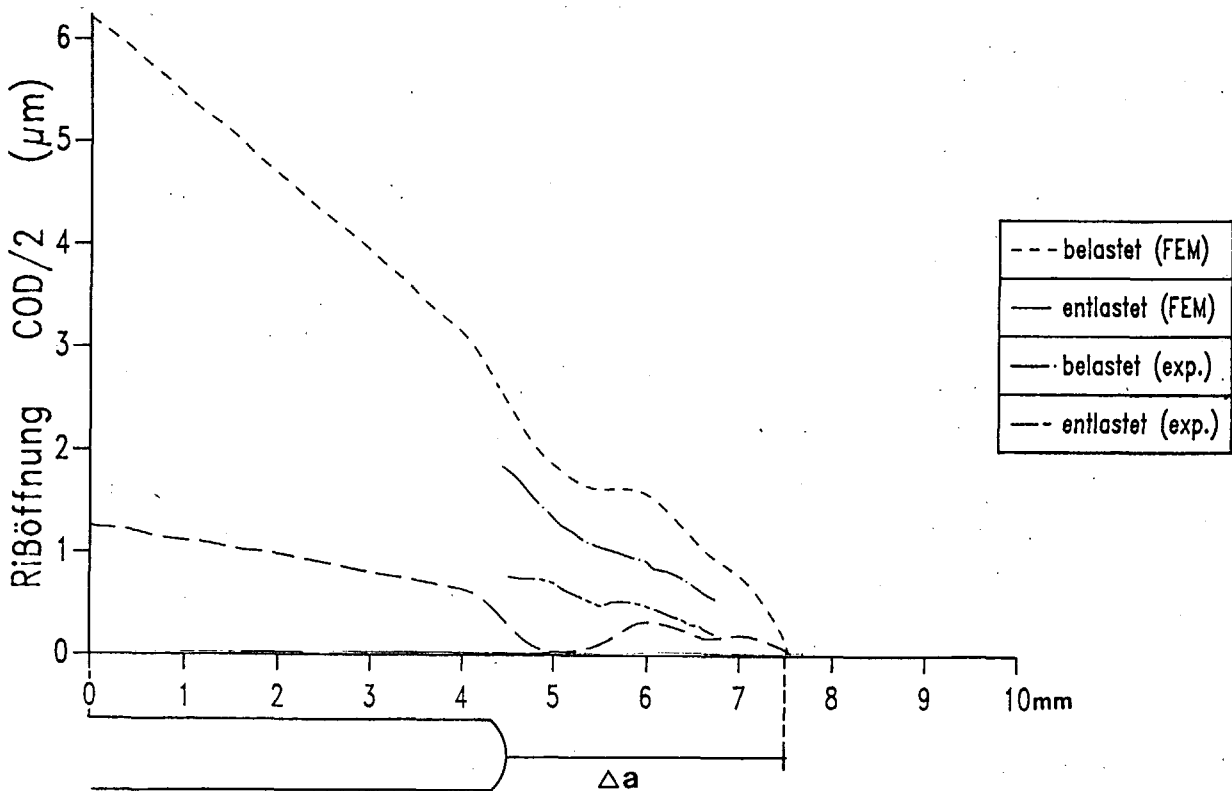


Abb. 6.6: Berechneter und gemessener Rißöffnungsverlauf bei belasteter und entlasteter Probe (Typ B2, $a_0/W = 0,45$, $\Delta a = 3\text{ mm}$)

Die Wirkung des Dilationsfelds in den berechneten Riffnungsverlufen ist an den "Beulen" in den Kurvenverlufen deutlich zu erkennen. An den Riflanken herrscht ein Eigenspannungsfeld mit tangentialer Druckkomponente im entlasteten und belasteten Zustand. Die Rechnung ergibt, da infolge der unterstellten Dilatation ein Kontakt der Riflanken (wenn Riffnung ≤ 0), nur im entlasteten Zustand erreicht wird. Vergleicht man hierzu die gemessenen Riffnungsverlufe, so ergibt sich, da die Riflanken bei Belastung gegenber der Rechnung deutlich geringer geffnet sind, andererseits bei Entlastung weniger stark geschlossen werden. Das heit im Experiment tritt ein Widerstand im Riffnungs- und schlieverhalten auf, der sich aus der Dilatationswirkung, wie in der FE-Rechnung ausgefhrt, nicht erklren lt. Bei der Berechnung ist ein idealer mathematisch scharfer Ri (vgl. Kap. 3.1) modelliert. Im Gegensatz hierzu ist in Realitt durch den vorwiegend interkristallinen Bruchmodus der Ri nicht ideal gerade, sondern verluft um die Krner "zick-zack"-frmig. Dies fhrt dazu, wie vorher abgeschzt, da durch die Dilatation bedingt im Bereich kleiner Riffnungen ($\sim 0,5 \mu\text{m}$) die Krner verhaftet sind und somit einen Reibwiderstand der Riflankenbewegung beim ffnen und Schlieen entgegensetzen. Diese Interpretation wird durch das beobachtete Hystereseverhalten zustzlich untersttzt. Der Flcheninhalt der Hysteresese kann als Energiedissipation durch Reibung gedeutet werden. Die stabile Hysteresese bei wiederholter Ent- und Wiederbelastungszyklisierung ohne Rifortschritt bringt zum Ausdruck, da beim Schlieen und ffnen der Riflanken der Reibwiderstand bei jedem Zyklus neu berwunden werden mu.

Eine Zunahme und Abnahme des wirkenden Reibwiderstandes whrend der Riausbreitung lt sich aus den beobachteten zunehmenden und abnehmenden Flcheninhalten der Hysteresen bei Ent- und Wiederbelastungsexperimenten (vgl. Abb. 5.1) ableiten. Der ermittelte R-Kurvenverlauf (Anstieg, Maximum und Abfall) kann, wie gezeigt, mit dem Hysteresenverhalten korreliert werden. Die Abnahme des Reibwiderstandes nach Erreichung seines Maximalwertes lt sich aus dem starken Anstieg der Riffnung bzw. des Riffnungswinkels bei groem a/W -Verhltnis erklren.

Mit zunehmendem Riffnungswinkel nimmt der Bereich in dem infolge der Dilatation eine Verhaftung der Krner mglich ist ab. Dies erklrt auch, warum mit zunehmender Probengre der Abfall nach Erreichung des maximalen Riwiderstandswertes bei gleicher Riverlngerung geringer ist (vgl. Abb. 6.4). Wie die Zunahme des Reibwiderstandes zu Beginn des Rifortschritts mit der Wirkung des Dilatationsfeldes begrndet werden kann, wird

im folgenden dargestellt. Aus den Röntgenkleinwinkeluntersuchungen geht ebenfalls hervor /165/, daß während der Rißausbreitung im Rißflankenbereich zusätzliche Mikrorisse entstehen. Diese Mikrorißbildungen im Rißflankenbereich führen somit zu einer zusätzlichen Dilatation während der Rißausbreitung. Damit können bei größeren Rißöffnungen, als oben abgeschätzt, Körner verhaftet sein und den Reibwiderstand erhöhen, so daß hiermit, zumindest qualitativ, die Erhöhung des Reibwiderstands erklärt werden kann.

Aus den Rißfortschrittsexperimenten bei konstanter Last (vgl. Kap. 5.1.3.3) trat nach einer Phase kontrollierten Rißwachstums der spontane Bruch ein. Während dieser Rißausbreitung wurde ein Rißwiderstandsanstieg festgestellt, der gemäß Modellbetrachtung durch Erhöhung des Reibwiderstands erklärt wird. Wenn der Reibwiderstand mit Rißverlängerung ansteigt, die außen anliegende Kraft allerdings konstant bleibt und subkritisches Rißwachstum ausgeschlossen werden kann, wie ist dann die Rißverlängerung und letztlich der spontane Bruch zu erklären? Das Dilatationsfeld wird induziert und bestimmt durch die Mikrorißbildungsprozesse im Rißaktivitätsbereich. Im Bereich des Dilatationsfeldes liegt außerdem ein zum Teil hoher Eigenspannungszustand mit Zug-, Druck- und Scherkomponenten vor, so daß Spannungsumlagerungen und Relaxationseffekte, teilweise bedingt durch Mikrorißbildungen, den lokalen Verformungszustand und die Rißöffnung und damit den Reibwiderstand beeinflussen. Hierdurch kann sich kein stabiles Energiegleichgewicht ausbilden, so daß weiterer Rißfortschritt auftritt. Damit sind alle vorher beschriebenen experimentellen Effekte mit der vorgestellten Modellbetrachtung zumindest qualitativ erklärbar und konsistent.

- Vergleich mit anderen Modellen

Im folgenden soll die Modellbetrachtung bezüglich der in der Literatur diskutierten und in Kap. 3.6 dargestellten Modelle zur Klärung des R-Kurvenverhaltens vergleichend diskutiert werden. Die in Kap. 3.6.1 dargestellten Rißflankenmodelle gehen alle davon aus, daß der R-Kurvenverlauf nach Rißinitiiierung infolge von Brückenbildungen nicht gebrochener Körner und Verhakungen und Reibungen an den rauen Bruchflächen im Rißflankenbereich hervorgerufen wird.

Nach Rißinitiiierung steigt der Reibwiderstand infolge einer nicht kräftefreien Wechselwirkungszone im Rißflankenbereich an. Diese Zone der Wechselwirkung ändert sich mit dem Rißfortschritt Δa und hängt von probenspezifischen geometrischen Parametern (Probenabmessungen, Rißlänge, Rißöffnung)

und der materialabhängigen Bruchflächenrauigkeit (Korngröße, Bruchmodus) ab. Aus Untersuchungen in /51, 52, 76, 79/ wird von den Autoren abgeleitet, daß bei lokalen Rißöffnungen kleiner als ein viertel des flächengemittelten Korndurchmessers, die Rißflanken nicht kräftefrei sind. Durch diese geometrische Bedingung wird bei interkristallinem Bruchmodus die Größe der Wechselwirkungszone bestimmt. Für die untersuchte Al_2O_3 -Keramik bei einem flächengemittelten Korndurchmesser von $20\text{ }\mu\text{m}$ (vgl. Kap. 4.2.2), liegt die kritische Rißöffnung bei $5\text{ }\mu\text{m}$, bis zu der Wechselwirkungseffekte über die Rißflanken auftreten sollten. Aus durchgeführten Rißöffnungsmessungen für den Probentyp B2 (vgl. Tab. 4.1) ist, bei einer Rißverlängerung von 4 mm , gerade im Kerbgrund eine Rißöffnung von $5\text{ }\mu\text{m}$ erreicht. Das optisch gemessene Rißöffnungsprofil in Abhängigkeit vom Abstand der Rißspitze ist in Abb. 6.7 dargestellt. Demzufolge müßte sich die Wechselwirkungszone über den gesamten Rißverlängerungsbereich von 4 mm erstrecken.

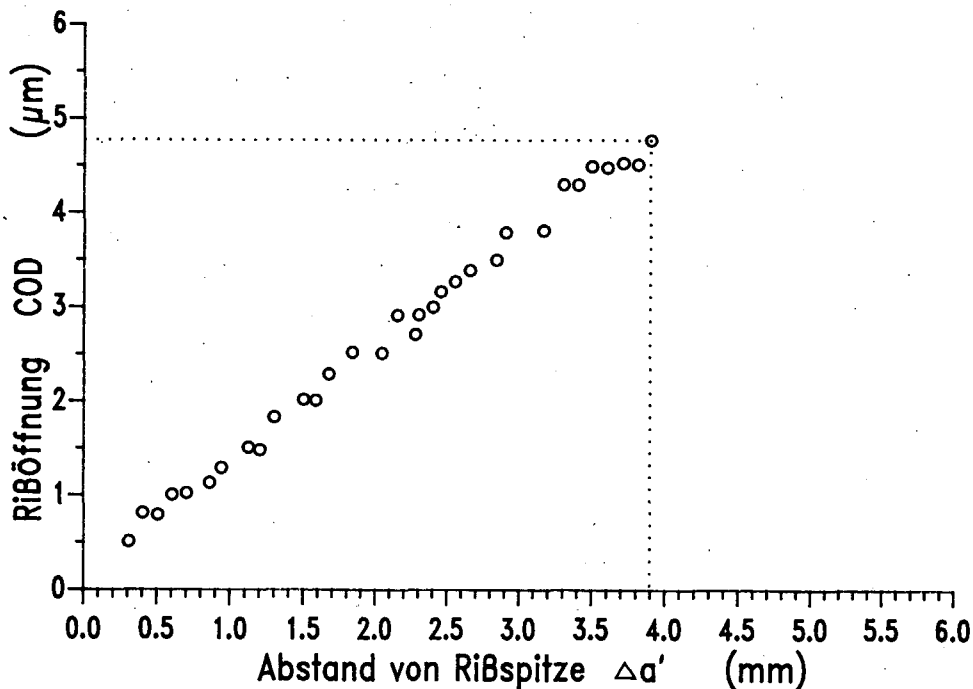


Abb. 6.7: Darstellung des Rißöffnungsprofils in Abhängigkeit des Abstandes der Rißspitze für Rißverlängerung $\Delta a = 3,9\text{ mm}$ (Probentyp B2, $a_0/W = 0,45$)

Bei den durchgeführten optischen Beobachtungen im Rißflankenbereich wurden außerhalb des Rißaktivitätsbereichs keine zusätzlichen Materialtrennungen oder Wechselwirkungen der rauen Bruchflächen erkannt. Hinzu kommt, daß

eine Wechselwirkungszone über mehrere Millimeter einen Unterschied zwischen der elasto-plastischen Auswertemethode und den elastischen Auswertemethoden hervorrufen sollte, da bei einer Wechselwirkungslänge von 4 mm von "small scale damage" nicht mehr ausgegangen werden kann.

In jüngsten veröffentlichten Untersuchungen /167/ wurde gezeigt, daß eine glasphasenhaltige Al_2O_3 -Keramik, bei Raumtemperatur fast ausschließlich transkristallin bricht und damit geringe Bruchflächenrauigkeit aufweist, bei 1000 °C allerdings vorwiegend interkristallin bricht. Bei Raumtemperatur war nur ein geringer R-Kurvenanstieg ($R_{\text{max}}/R_0 \sim 2$) ermittelt worden, während für das Rißausbreitungsexperiment bei 1000 °C ein starker R-Kurvenanstieg ($R_{\text{max}}/R_0 \sim 4$) bestimmt wurde. Hieraus wurde von den Autoren geschlossen, daß der starke Anstieg auf die Änderung des Bruchmodus und der damit veränderten Bruchflächenrauigkeit zurückzuführen ist. Die Rißfortschrittsuntersuchungen bei Raumtemperatur und 1000 °C in /167/ an der auch in dieser Arbeit untersuchten Al_2O_3 -Keramik, zeigten, daß trotz einer 10 %igen Zunahme des interkristallinen Bruchanteils bei 1000 °C der Rißwiderstandsanstieg $\Delta R(\Delta a)$ schwächer war als bei Raumtemperatur. Dies wurde von den Autoren mit der Abnahme des Rißwiderstands infolge thermischer Aktivierung interpretiert. Die thermische Aktivierung bewirkt sicher eine Absenkung des Rißwiderstandwertes. Allerdings wäre zu erwarten, daß dies zu einer Parallelverschiebung der R-Kurvenverläufe mit einem unabhängig von der Rißverlängerung konstanten R-Wert führen würde. Unter der Annahme, daß durch Zunahme des interkristallinen Bruchanteils die Bruchflächenrauigkeit bei 1000 °C höher ist, sollte sogar von der Tendenz ein etwas stärkerer R-Kurvenanstieg bei 1000 °C resultieren.

Die Untersuchungen aus /167/ lassen sich auch wie folgt interpretieren. Die hier verwendete Al_2O_3 -Keramik ist äußerst glasphasenarm (vgl. Kap. 4.2.1). Bei der glasphasenhaltigen Al_2O_3 -Keramik tritt bei 1000 °C Glasphasenerweichung und damit viskoses Fließen unter Last auf. Diese viskosen Effekte beeinflussen das Rißausbreitungsverhalten stark, wie aus Untersuchungen in /169/ hervorgeht. Wie in /169/ auch optisch beobachtet, finden Brückenbildungen durch die an den Korngrenzen angelagerten Glasphasen über die Rißflanken hinweg statt. Dieser Prozeß ist allerdings ein zusätzlicher und bei Raumtemperatur nicht ablaufender Vorgang. Derartige Prozesse können bei der glasphasenarmen (fast freien) Al_2O_3 -Keramik nicht stattfinden. Mit der vorgestellten Modellbetrachtung könnte eine Abnahme des R-Kurvenanstiegs bei 1000 °C qualitativ erklärt werden, muß sogar gefordert werden. Bei 1000 °C sind die Abkühleigenspannungen deutlich geringer als bei Raumtempe-

ratur. Hierdurch wird eine Abnahme von Mikrorißbildungen erwartet, die zu einer geringeren Volumendilatation führt und somit den Reibwiderstand während der Rißausbreitung absenkt. Damit wäre auch der R-Kurvenanstieg schwächer.

Die in Kap. 3.6.2 dargestellten Modelle interpretieren den R-Kurvenverlauf durch die Bildung und Wirkung von lastinduzierten Mikrorissen. Wie bereits ausgeführt, kann durch eine dem Makroriß vorgelagerte Mikrorißzone, wie sie auch experimentell von Babilon /165/ nachgewiesen wurde, der Rißwiderstandswert R_0 bei Rißinitiierung erklärt werden. Eine Mikrorißdichteerhöhung oder Vergrößerung der vorgelagerten Mikrorißzone bei Rißausbreitung findet nicht statt, wie die Röntgenkleinwinkelstreuexperimente zeigen, /165/. Ein nur geringfügiger R-Kurvenanstieg kann infolge Energiedissipation durch Bruchflächenerzeugung von den in den Rißflanken stattfindenden Mikrorißbildungen erklärt werden. Das Modell der vorgelagerten Prozeßzone ist somit nicht hinreichend für die Klärung des R-Kurvenverlaufs. In /80, 98-104/ (vgl. Kap. 3.6.1) wird ein Modell beschrieben, bei dem infolge der Mikrorißbildungsprozesse während der Rißausbreitung eine Dilatation stattfindet, die im Rißflankenbereich zu Druckspannungen führt und somit die Spannungsintensität an der Rißspitze absenkt. Dieses Modell stellte die Grundlage für die beschriebene FE-Rechnung dar. Wie aber gezeigt werden konnte, reicht die Wirkung der in Al_2O_3 stattfindenden Dilatation nicht aus, um bei Belastung der Proben einen für Kraftübertragung notwendigen Rißschließungseffekt an einem scharfen Riß (wie dort angenommen) hervorzurufen. Eine Kraftübertragung über die Rißflanken kann an Al_2O_3 nur durch die in der vorgestellten Modellbetrachtung ausgeführten Erweiterungen (Querverhaftung bereits gebrochener Kornfacetten) erklärt werden. Allerdings ist es möglich, daß bei Materialien mit hinreichend großer Dilatation, wie dies bei umwandlungsverstärkten Keramiken beobachtet wird, der Riß im Bereich der Rißspitze vollständig geschlossen wird.

Zusammenfassend läßt sich feststellen, daß die vorgestellte Modellbetrachtung den R-Kurvenverlauf ebenfalls auf die Wirkung des Reibwiderstands in einem Bereich nahe hinter der Rißspitze zurückführt, und damit keine prinzipiell neue Interpretation für den R-Kurvenanstieg gegenüber den Rißflankenmodellen darstellt. Allerdings werden in der vorgestellten Modellbetrachtung, in Erweiterung zu den Rißflankenmodellen, die bei Rißinitiierung und Rißausbreitung nachgewiesenen material- und bruchspezifischen Effekte

(Mikrorißbildung, Wirkung von Eigenspannungen) berücksichtigt, so daß hiermit mehr eine werkstoffcharakteristische Beschreibung gegeben ist. Es läßt sich zudem vermuten, daß hiervon ausgehend sich auch das Rißausbreitungsverhalten von kurzen und natürlichen Rissen beschreiben und erklären läßt.

7. Zusammenfassung

In verschiedenen mono- bzw. mehrphasigen keramischen Werkstoffen wurde ein R-Kurvenverhalten, d. h. ein von der Rißausbreitung abhängiger Rißwiderstandsverlauf, festgestellt. Die verschiedenen Erklärungen für die hierfür ursächlichen Mechanismen werden in der Fachliteratur kontrovers diskutiert.

In dieser Arbeit wurden die verschiedenen veröffentlichten physikalisch-mathematischen Ansätze vergleichend analysiert und auf ihre Anwendbarkeit untersucht. Die durchgeführte Auswertung der in der Fachliteratur mitgeteilten Versuchsergebnisse zum R-Kurvenverhalten zeigte, daß hiermit eine eindeutige unwidersprochene Verifikation der untersuchten Modelle nicht möglich war. Zusätzlich wurde festgestellt, daß neben den materialinhärenten Ursachen die versuchstechnischen Parameter und auch die Auswertemethoden selbst den gemessenen R-Kurvenverlauf beeinflussen können.

Ausgehend von der theoretischen Analyse und der Literaturstudie wurden verschiedene bruchmechanische Untersuchungen an einer glasphasenfreien, hochreinen (99,6 %), grobkörnigen ($\bar{D}_{\text{Amax}} = 20 \mu\text{m}$) Al_2O_3 -Keramik durchgeführt. Zur Vermeidung des subkritischen Rißwachstums infolge korrosiver Wirkung des Prüfmediums und zum Ausschluß der Beeinflussung des R-Kurvenverhaltens, durch bearbeitungsbedingte Eigenspannungen, wurde an den Proben, vor Ausführung der bruchmechanischen Experimente, eine gezielte Wärmebehandlung in hochreiner Stickstoffatmosphäre vorgenommen.

Die Durchführung der Rißfortschrittsexperimente erfolgte unter einem äußerst wasserarmen Immersionsöl (< 80 gew. ppm), womit inerte Prüfbedingungen, wie gezeigt wurde, gegeben waren. Die simultane direkte Rißlängenmessung während der Versuchsführung wurde mit einem motorisch verfahrbaren, hochauflösenden Ölimmersionsmikroskop (Auflösung $0,4 \mu\text{m}$) gewährleistet. Mit diesem Mikroskop in Verbindung mit einem videooptischen Bildaufzeichnungssystem wurden hochauflösende (max. Vergr. 5000-fach) Rißverlaufsbeobachtungen im Bereich der Rißspitze und im Rißflankenbereich durchgeführt. Die

kontrollierten Rißfortschrittsexperimente erfolgten an sägegekerbten (Kerbbreite $\leq 70 \mu\text{m}$) 3-Punkt- und 4-Punkt-biegebelasteten Proben verschiedener Probengröße. Bei den Rißausbreitungsversuchen wurden Parameter der Versuchssteuerung und verschiedene Belastungsabläufe variiert.

In dieser Arbeit wurde erstmals die Bestimmung des R-Kurvenverlaufs mit der elasto-plastischen und den verschiedenen elastischen Auswertemethoden bei Verwendung der gemessenen Rißlänge durchgeführt. Der ermittelte R-Kurvenverlauf stimmt für die verschiedenen Auswertemethoden hinreichend gut überein. Es wurde ein Rißwiderstandswert bei Rißinitiierung $R_0 = 20 \text{ N/m}$ bestimmt. Während einer Rißverlängerung von 3 mm steigt der Rißwiderstand nahezu linear bis zu einem Maximalwert von $R_{\text{max}} = 90 \text{ N/m}$. Ausgehend von der Herleitung der Auswerteverfahren aus der linear-elastischen Bruchmechanik kann abgeleitet werden, daß in Analogie zum Kleinbereichfließen (small scale yielding) bei Metallen, bei der untersuchten Al_2O_3 -Keramik "small scale damage" unterstellt werden kann. Dies bedeutet, der Bereich in dem die den R-Kurvenverlauf bestimmenden energiedissipativen Mechanismen stattfinden, ist klein gegenüber den Proben und Rißabmessungen. Die durchgeführten Variationen der Versuchssteuerung bei durchbiegungsgesteuerten Versuchen mit unterschiedlichen Durchbiegungsraten ergaben, daß hierdurch ein Einfluß auf die immer diskontinuierlich stattfindenden Rißfortschrittsinkremente besteht, aber diese Variationen zum identischen R-Kurvenverlauf führten. Bei Zeitstandversuchen mit konstant gehaltener Last P

$P_0 < P < P_{\text{max}}$ (P_0 : Last bei Rißinitiierung, P_{max} : maximale Last aus Last-Durchbiegungsdiagramm bei durchbiegungsgesteuertem kontinuierlichem Rißausbreitungsversuch) wurde ebenfalls ein Bereich kontrollierten Rißwachstums mit R-Kurvenanstieg festgestellt. Beim Zeitstandversuch tritt allerdings, abhängig vom Lastniveau P , am Ende der kontrollierten Rißausbreitung spontaner, instabiler Probenbruch auf. Der Befund, daß bei konstanter Last, trotz R-Kurvenanstieg, weiteres Rißwachstum stattfindet, läßt auf zeitabhängige Prozesse während des Rißausbreitungsvorganges schließen. Diese werden mit zeitabhängigen Spannungsumlagerungsprozessen infolge vorhandener hoher Eigenspannungszustände und Mikrorißbildungen in der Umgebung des Risses interpretiert.

Durchbiegungsgesteuerte Rißausbreitungsexperimente, mit Lastrelaxation bei unterschiedlichen konstant gehaltenen Durchbiegungen führten zu weiterem Rißfortschritt bis schließlich Rißarrest eintrat. Der für die Relaxationsphase errechnete R-Kurvenanstieg ist etwas geringer als der für kontinuierlich zunehmende Probendurchbiegung ermittelte R-Kurvenanstieg.

In den zwischen den Relaxationsphasen ablaufenden kontinuierlichen Riausbreitungssequenzen ist der R-Kurvenverlauf vollstndig identisch mit dem aus ausschlielich kontinuierlich ausgefhrten Rifortschrittsexperimenten. Auch der maximale Riwiderstandswert wird bei den mit Relaxationsphasen ausgefhrten Versuchen erreicht. Hieraus wird geschlossen, da streng genommen nur am Ende der Relaxationsphasen ein fr die jeweilige Riverlngerung bruchspezifisches stationres Energiegleichgewicht in der Probe vorherrscht. Fr die durchgefhrten Variationen der Biegebelastung (3-Punkt/4-Punkt) bzw. der Probengren (nur 4-Punkt) wurden gleiche Riwiderstandswerte, ausgehend von R_0 bei Riinitiierung bis zum maximalen Riwiderstandswert $R_{\max}$ nach 3 mm Riverlngerung, bestimmt.

Die Untersuchungen zu den bei Ent- und Wiederbelastungsversuchen beobachteten, von der Riverlngerung abhngigen Hysteresen und bleibenden Durchbiegungen bei vollstndiger Entlastung zeigen, da diese Effekte charakteristisch sind fr das werkstoffabhngige Riausbreitungsverhalten. Die Hystereseausbildung und deren Flcheninhalt kann mit der whrend der Riausbreitung stattfindenden Energiedissipation korreliert werden. Diese Energiedissipation wird als innere Reibung interpretiert, so da die Hystereseausbildung ein Ma des whrend der Riausbreitung wirkenden Reibwiderstandes darstellt. Ausgehend von den Auswertungsbefunden, da nach Erreichen des maximalen Riwiderstandswertes bei weiterer Riverlngerung alle R-Kurvenverlufe - abhngig von der Probengre und den verwendeten Auswerteverfahren - abfallen, wurde eine Analyse durchgefhrt, mit der gezeigt werden konnte, da der ermittelte Riwiderstandsabfall einen realen Hintergrund hat. Dieser Abfall lt sich aus den gemessenen Last-Durchbiegungs-Kurven und durchbiegungsabhngigen Rilngenkurven ableiten und ist somit charakteristisch fr das an Biegeproben untersuchte Riausbreitungsverhalten.

Bei den durchgefhrten optischen in situ-Beobachtungen wurde erstmals festgestellt, da die Riausbreitung immer in diskontinuierlichen Riinkrementen, hufig mit Parallelribildung und Riverzweigungen, erfolgt. Whrend dieser Risprnge werden transient sichtbare, teilweise isolierte Ribildungen und Linienschrfekontraste, die als Kornverrckungen interpretiert werden, in einem Riaktivittsbereich (200-300 μm um die lokale Rispitze) beobachtet. Zustzliche Materialtrennungen - auerhalb des Riaktivittsbereichs - d.h. im Riflankenbereich bis zu mehreren Millimetern hinter der Rispitze - wurden nicht beobachtet.

Im letzten Teil der Arbeit wurde eine Modellbetrachtung zur qualitativen Klärung des Rißwiderstandsverlaufs und dessen ursächlichen Mechanismen vorgestellt.

Die Modellcharakteristika sind: Ausgehend von Mikrorißbildungen in der dem Makroriß vorgelagerten Prozeßzone findet während der Rißausbreitung eine Volumendilatation statt. Diese Dilatation ist abhängig von den Abkühlspannungen im Werkstoff und der Anzahl der gebildeten Mikrorisse. Dieses Dilatationsfeld verursacht an den Kornfacetten bereits gebrochener Körner im Rißspitzenbereich durch Kornverhaftungen Reibung. Die Rißöffnung bzw. Rißausbreitung erfolgt hierdurch unter Wirkung des entstandenen Reibwiderstands. Hierbei können weitere Mikrorißbildungen im Rißflankenbereich zu einer zusätzlichen Dilatation führen, was den Reibwiderstand und damit den Rißwiderstandswert erhöht. Der maximale wirkende Rißwiderstand ist von der Korngröße, der Dilatation und dem lokalen Rißöffnungsverhalten während der Rißausbreitung abhängig.

Basierend auf den Ergebnissen der in dieser Arbeit durchgeführten Experimente und unter Einbeziehung jüngst veröffentlichter Untersuchungen des DFG-Forschungsvorhabens (Deutsche Forschungsgemeinschaft) "Mikrobruchvorgänge in Al_2O_3 -Keramik /170/ wurde die vorgestellte Modellbetrachtung auf Konsistenz der Modellannahmen überprüft. Unter Einbeziehung aller Versuchsergebnisse kann als nachgewiesen gelten, daß lastinduzierte Mikrorißbildungsprozesse in der dem Makroriß vorgelagerten Prozeßzone - die durch vorhandene Eigenspannungszustände bedingt bzw. beeinflusst werden - und wirkende Reibwiderstände in den Rißflanken den R-Kurvenverlauf bestimmen.

Die vorgestellte Modellbetrachtung stellt damit keine prinzipiell neue Interpretation im Vergleich zu den jeweiligen in der Literatur diskutierten Modellen dar. Allerdings ist hiermit eine einheitliche werkstoffcharakteristische Beschreibung, unter Einbeziehung der nachgewiesenen material- und bruchspezifischen Effekte, während der Rißausbreitung gegeben. Der gesamte Rißwiderstandsverlauf ist mit dem Modell reibungsbehafteter Rißflankenbereiche (nahe hinter der Rißspitze) qualitativ erklärbar.

8. Literaturverzeichnis

- /1/ Krockel, H.; Merz, M.; van den Biest, O.
Ceramics in Advanced Energy Technologies
Reidel Publishing Company, Dordrecht, Boston, Lancaster, (1984)
- /2/ "Materialforschung" - Programm des Bundesministeriums für Forschung und Technologie
(Hrsg.), Bundesministerium für Forschung und Technologie Bonn, (1985)
- /3/ Forschungs- und Entwicklungsprogramm der Gemeinschaft über Festigkeitstechnologien und fortgeschrittene Materialien (1989-1992)
Hrsg.: Kommission der europäischen Gemeinschaften, Generaldirektion für Wissenschaft, Forschung und Entwicklung, Brüssel, (1989)
- /4/ Bunk, W.; Böhmer, M.; Kißler, K.
Keramische Komponenten für Fahrzeug-Gasturbinen III
Springer-Verlag, Heidelberg, Berlin, New York, Tokio, (1984)
- /5/ Roberts, I.T.A.
Ceramics Utilization in the Nuclear Industry: Current Status and Future Trends
Powder Met. Int., 11, Part I, S. 24-29, Part II, S. 72-80, Part III, S. 135-129, (1979)
- /6/ Krauth, A.
Keramische Bauteile für Otto- und Dieselmotoren
BMFT-Statusbericht, Entwicklungslinien in Kraftfahrzeugtechnik und Straßenverkehr, Forschungsbilanz 1981
Verlag TÜV Rheinland GmbH, Köln, S. 89-103, (1982)
- /7/ Becker, P.R.
Leading Edged Structural Material System of the Space Shuttle
Am. Ceram. Soc. Bull., 60, S. 1210-1214, (1981)
- /8/ Koizlik, K.; Dienst, W.; Linke, J.; Wallura, E.
Nichtmetallische Strukturwerkstoffe im Bereich der Ersten Wand von Fusionsreaktoren
Berichtsband der Jahrestagung Kerntechnik, Karlsruhe, (1987)
- /9/ Weibull, W.
A Statical Theory of the Strength of Materials
Ingeniorskaps Akademiens Handling, Nr. 51, Stockholm, (1939)
- /10/ Griffith, A.A:
The Phenomena of Rupture and Flow in Solids
Phil. Trans. Roy. Soc. of London, Series A 221, S. 163-197, (1921)
- /11/ Irwin, G.R.
Fracture
Handbuch der Physik, II, (Hrsg.) Flügge, Springer-Verlag, S. 558-590, (1958)
- /12/ Broek, D.
Elementary Engineering Fracture Mechanics
Noordhoff International Publishing, Leyden, (1974)

- /13/ Hoagland, R.G.; Hahn, G.T.; Rosenfield, A.R.
Influence of Microstructure on the Fracture Propagation in Rock
Rock Mech., 5, S. 77-106, (1973)
- /14/ Wecharatana, M.; Shah, S.P.
Double Torsion Tests for Study Slow Crack Growth of Portland Cement
Mortar
Cement and Concrete Research, 10, S. 833-844, (1980)
- /15/ Kotsovos, M.D.; Newman, J.B.
Fracture Mechanics and Concrete Behaviour
Mag. of Concr., 32, S. 103-123, (1981)
- /16/ Rödiger, M.; Kleist, G.; Schuster, H.; Nickel, H.
Beurteilung des Festigkeitsverhaltens von Graphit mit Hilfe der
Bruchmechanik
KFA-Ber.: Jül 1632, Jülich, (1979)
- /17/ Hübner, H.; Jillek, W.
Unterkritische Rißausbreitung und unterkritische K_I -Werte in
polykristallinem Aluminiumoxid
Berichtsband der 7. Sitzung des Arbeitskreises Bruchvorgänge, 8.-
10.10.1975, Aachen, Deutscher Verband für Materialprüfung e.V.
- /18/ Swain, M.V.; Hannink, R.H.J.
R-Curve Behaviour in Zirconia-Ceramics
Advances in Ceramics, 12, Sci. and Techn. of Zirkonia II, (Hrsg.)
Claussen, N.; Rühle, M.; Heuer, A.H., S. 225-231, (1984)
- /19/ Krell, A.; Schulze, D.
Microstructure Dependence of Brittle Fracture of Alumina
Phys. Stat. Sol. (a), 55, S. 537-545, (1979)
- /20/ Bär, K.; Kleist, G.; Lexen, T.
Gefügecharakteristische Untersuchungen an einer Al_2O_3 -Keramik
Anlage 1 zum Arbeitsbericht des DFG-Forschungsantrages NI 178/9--1,
Oktober 1986
- /21/ Darby, J. (Panel Advisor)
Micromechanics and Physics of Fracture
Mat. Sci. and Eng., 94, S. 5-69, (1987)
- /22/ Marshall, D.B.; Ritter, J.E.
Reliability of Advanced Structural Ceramics and Ceramic Matrix
Composites - A Review
Am. Cer. Soc. Bull., 66, S. 309-317, (1987)
- /23/ Bär, K.K.O.; Kleist, G.
Einflüsse auf das R-Kurvenverhalten bei Raumtemperatur
Fortschrittsberichte der dt. keramischen Gesellschaft, Bd. 3, Heft 3,
S. 169-189, (1988)
- /24/ Dörre, E.; Hübner, H.
Alumina
MRE-Materials Research and Engineering, (Hrsg.) Illschner und Grant,
Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New-York, Tokio, (1984)

- /25/ Morrell, R.
Handbook of Properties of Technical and Engineering Ceramics
Part 2, Data Review, Sect. I, High-Purity Alumina Ceramics, National
Physical Laboratory, London, (1987)
- /26/ Petzold, A.; Ulbricht, J.
Tonerde und Tonerdewerkstoffe
VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, (1983)
- /27/ Clarke, F.J.P.
Residual Strain and Fracture Stress-Grainsize Relationship in Brittle
Solids
Acta Met., 12, S. 139-143, (1964)
- /28/ Wiegmann, J.; Krantz, G.
Gefügespannungen in Keramik-Werkstoffen und Möglichkeiten zu ihrer
Messung
Heimsdorfer Technische Mitteilungen, 18, S. 1607-1611, (1978)
- /29/ Blendell, J.E.; Coble, R.L.; Charles, R.J.
On the Relaxation of Stresses arising from thermal expansion
anisotropy during cooling polycrystalline Materials
Fract. Mech. of Ceramics, 4, S. 721-729, (1984)
- /30/ Wiederhorn, S.M.; Hockey, B.J.; Roberts, D.F.
Effect of Temperature on the Fracture of Sapphire
Phil. Mag., 28, S. 783-796, (1973)
- /31/ Lawn, B.R.; Hockley, B.J.; Wiedermann, S.M.
Atomically Sharp Cracks in Brittle Solids: An Electron Microscopy
Study
Journ. Mat. Sci., 15, S. 1207-1223, (1980)
- /32/ Evans, A.G.; Clarke, D.R.
Residual Stresses and Microcracking Induced by Thermal Inhomogeneity
in "Thermal Stresses in Severe Environments", (Hrsg.) Hasselmann,
D.P.H.; Heller, R.A., Plenum Press, Elsevier, (1980)
- /33/ Case, E.D.; Smyth, J.R.; Hunter, O.
Grainsize Dependence of Microcrack Initiation in Brittle Materials
Journ. Mat. Sci., 15, S. 149-153 (1980)
- /34/ Blendell, J.E.; Coble, R.L.
Measurement of Stresses due to Thermal Expansion Anisotropy in Al_2O_3
Journ. Am. Ceram. Soc., 65, S. 174-178, (1982)
- /35/ Kristic, V.D.
Critical Grainsize/Preexisting Flaw Size Relations in Anisotropic
Brittle Solids
Journ. Am. Ceram. Soc., 66, S. 726-729, (1983)
- /36/ Davidge, R.W.; Tappin, G.
International Strain Energy and the Strength of Brittle Materials
Journ. Mat. Sci., 3, S. 297-301, (1968)

- /37/ Steinbrech, R.W.; Schmenkel, O.
R-Kurvenverhalten von kurzen Oberflächenrissen in Aluminiumoxid
Fortschrittsberichte der dt. keramischen Gesellschaft, Bd. 3, Heft 3,
S. 155-167, (1988)
- /38/ Kristic, V.D.
Grain-Size Dependence of Fracture Stress in Anisotropic Brittle Solids
Journ. Mat. Sci., 23, S. 259-266, (1988)
- /39/ Stingl, P.
Einfluß des Gefüges auf das Bruchverhalten keramischer Werkstoffe im
System Al_2O_3 -MgO
Dissertation Technische Universität Berlin, (1983)
- /40/ Mussler, B.
Einfluß von Gefüge, Temperatur und Testmethode auf die
Brucheigenschaften von Al_2O_3
Dissertation Universität Stuttgart, (1981)
- /41/ Wimmer, A.
Probleme des Festigkeitsverhaltens von polykristallinem Aluminiumoxid
bei Raumtemperatur
Dissertation Universität München, (1971)
- /42/ Pabst, R.F.
Konventionelle Festigkeitsbetrachtungen bei keramischen Werkstoffen
und deren Fehlermöglichkeiten
Berichte der deutschen keramischen Gesellschaft, 54, S. 392-395,
(1977)
- /43/ Singh, J.P.; Virkar, A.V.; Shetty, D.K.; Gordon, R.S.
Strength-Grainsize Relations in Polykristalline Ceramics
Journ. Am. Ceram. Soc., 62, S. 179-183, (1979)
- /44/ Rice, R.W.; Freiman, S.W.; (Becker, P. nur Teil I)
Grainsize Dependence of Fracture Energy in Ceramics: I, Experiment
Journ. Am. Ceram. Soc., 64, S. 345-350, (1981)
II, A Model for Noncubic Materials
Journ. Am. Ceram. Soc., 64, S. 350-355, (1981)
- /45/ Steinbrech, R.; Knehans, R.; Schaarwächter, W.
Increase of Crack Resistance During Slow Crack Growth in Al_2O_3
Bendspecimens
Journ. Mat. Sci., 18, S. 265-270, (1983)
- /46/ Fett, T.
Lebensdauervorhersage an keramischen Werkstoffen mit Methoden der
Bruchmechanik bei elastischem und viskoelastischem Materialverhalten
Forschungsbericht DFVLR-FB83 und Dissertation Universität Karlsruhe,
(1983)
- /47/ Kriz, K.; Kleinlein, F.W.
Einfluß der Prüfgeschwindigkeit auf die langsame Rißausbreitung in
Aluminiumoxid unterschiedlicher Korngröße
Berichte der deutschen keramischen Gesellschaft, 57, S. 22-26, (1980)

- /48/ Ritter, J.E.; Oates, P.B.; Fuller, E.R.; Wiederhorn, S.M.
Prooftesting of Ceramics, Part I Experiment
Journ. Mat. Sci., 15, S. 2275-2281, (1980)
- /49/ Wiederhorn, S.M.; Freiman, S.W.; Fuller, E.R.; Simmons, C.J.
Effects of Water and other Dielectrics on Crack Growth
Journ. Mat. Sci., 17, S. 265-270, (1983)
- /50/ Kleinlein, F.W.
Langsame Rißausbreitung in spröden Werkstoffen im Biegeversuch
Dissertation Universität Erlangen, (1980)
- /51/ Deuerler, F.
Bruchverhalten von polykristallinem Aluminiumoxid unter dem Einfluß
von Gefüge, Temperatur und Umgebungsbedingungen
Fortschrittsberichte VDI, Reihe 18: Mechanik/Bruchmechanik, Nr. 38,
VDI-Verlag, Düsseldorf, (1987)
- /52/ Knehans, R.
Charakterisierung des Bruchverhaltens von reinem Aluminiumoxid
Fortschrittsberichte VDI, Reihe 18: Bruchvorgänge und Schadensanalyse,
VDI-Verlag, Düsseldorf, (1984)
- /53/ Swain, M.V.
R-curve behaviour in a polycrystalline alumina material
Journ. Mat. Sci. Letters, 5, S. 1313-1315, (1986)
- /54/ Mai, Y.W.; Lawn, B.R.
Crackstability and Toughness Characteristics in Brittle Materials
Am. Rev. Mat. Sci., 16, S. 419-439, (1986)
- /55/ Osterstock, F.; Moussa, R.
Thermal Shock Resistance of Ceramics: Influence on Fracture Mechanical
Parameters
Fortschrittsberichte der dt. keramischen Gesellschaft, Bd. 3, Heft 3,
S. 71-74, (1988)
- /56/ Inglis, C.E.
Stress in a Plate due to Presence of Cracks and Sharp Corners
Trans. Inst. Naval Architects, 55, S. 219-241, (1913)
- /57/ Irwin, G.R.; Kies, J.
Fracturing and Fracture Dynamics
Welding Journ. Research Supplement, 31, S. 95-100, (1952)
- /58/ Sneddon, I.N.
The Distribution of Stress in the Neighbourhood of a Crack in
Anelastic Solid
Proc. Roy. Soc. of London, Series A 187, S. 229-260, (1946)
- /59/ Irwin, G.R.
Structure Aspects of Brittle Fracture
Appl. Mat. Research, 3, S. 65-81, (1964)
- /60/ Neuber, H.
Kerbspannungslehre - Grundlagen für genauere Festigkeitsberechnung mit
Berücksichtigung von Konstruktionsform und Werkstoff
Springer Verlag, Berlin, Göttingen, Heidelberg, (1958)

- /61/ Dugdale, D.S.
Yielding of Steel Sheets Containing Slits
Journ. Phys. Solids, 8, S. 100-104, (1960)
- /62/ Rice, J.R.
A Path in Dependent Integral and the Approximate Analysis of Strain
Concentrations by Notches and Cracks
Journ. Appl. Mech., 35, S. 379-386, (1968)
- /63/ Rice, J.R.
An Examination of the Fracture Mechanics Energy Balance from the Point
of View of Continuum Mechanics
Proceedings of the First International Conference of Fracture, Sendai,
Japan, 12-17. Sept. 1965, (Hrsg.) Yokobori, T.; Kawasaki, T.; Swedlow,
J.L., Vol. I, (1965)
- /64/ Broek, D.
The Residual strength of Light Alloy sheets containing fatigue cracks
in: Aerospace Proceedings 1966, (Hrsg.) Joan Bradbrooke, London
MacMillan, S. 810-835, (1967)
- /65/ Atkins, A.G.; Mai, Y.W.
Elastic and Plastic Fracture, Metals, Polymers, Ceramics, Composites,
Biological Materials
(Hrsg.) Wiley, J and Sons, New York, (1985)
- /66/ Pearson, S.
Delayed Fracture of Sintered Alumina
Proc. Phys. Soc. of London, 69, S. 1293-1296, (1956)
- /67/ Evans, A.G.
A Method for Evaluation the Time Dependent Failure Characteristics of
Brittle Materials - and its Application to Polycrystalline Alumina
Journ. Mat. Sci., 7, S. 1137-1146, (1972)
- /68/ Michalske, T.A.; Bunker, B.C.
Wie Glas bricht
Spektrum der Wissenschaft, S. 114-121, (1988)
- /69/ Michalske, T.A.
The Stress Corrosion Limit: Its Measurement and Implications
Fract. Mech. of Ceramics, 5, (Hrsg.) Bradt, R.C.; Evans, A.G.;
Hasselmann, D.P.H.; Lange, F.F., Plenum-Press, S. 277-289, (1983)
- /70/ Wiederhorn, S.M.; Bolz, L.H.
Stress Corrosion and Static Fatigue of Glass
Journ. Am. Ceram. Soc., 53, S. 543-548, (1970)
- /71/ Gaus, R.; Mohrmann, R.
Zur Analyse von Rißausbreitungsversuchen an keramischen Werkstoffen
Vortrag zum Festigkeitsseminar über keramische (Verbund)-Werkstoffe am
4./5. April 1989 am MPI Stuttgart, (1989) wird veröffentlicht
- /72/ Heuer, A.H.
Deformation Twinning in Corundum
Phil. Mag., 13, S. 379-392, (1966)

- /73/ Steinbrech, R.W.; Deuerler, F.; Reichl, A.; Schaarwächter, W.
Correlation of Crack Opening Displacement and Crack-Resistance Curve of Alumina
Science of Ceramics, 14, S. 695-664, (1988)
- /74/ Steinbrech, R.W.; Schmenkel, O.
Crack Resistance Curves of Surface Cracks in Alumina
Journ. Am. Ceram. Soc., 71, S. C271-C273, (1988)
- /75/ Knehans, R.; Steinbrech, R.W.
Memory Effect of Crack Resistance during Slow Crack Growth in Notched Al_2O_3 Bend Specimens
Journ. Mat. Sci. Letters, 1, S. 327-329, (1982)
- /76/ Steinbrech, R.W.; Schaarwächter, W.
Rißwiderstandskurven bei kontrollierter Rißausbreitung in keramischen Biegeproben
Zwischenbericht zum DFG-Forschungsvorhaben "Mikrobruchvorgänge",
Dortmund (1986)
- /77/ Steinbrech, R.W.; Knehans, R.
Ursachen des R-Kurvenverhaltens in Al_2O_3 bei Raumtemperatur
Beiträge zum Festigkeitsseminar über Hochtemperaturreaktionen
keramischer Werkstoffe unter besonderer Berücksichtigung nicht-
linearer quasi-plastischer Verformung
Pabst, R.F. (Hrsg.), Stuttgart, (1983), MPI-Stuttgart, S. 264-276,
(1984)
- /78/ Knehans, R.; Steinbrech R.W.
Charakterisierung des subkritischen Bruchverhaltens reiner Al_2O_3 -
Keramiken
Fortschrittsberichte des DKG, Beihefte zur CFI, Ber. DKG, Bd. 1,
Heft 3, S. 59-70, (1985)
- /79/ Reichle, A.; Steinbrech, R.
Determination of Crack Bridging Forces in Alumina
Journ. Am. Ceram. Soc., 71, S. C299-C301, (1988)
- /80/ Evans, A.G.; Faber, K.T.
Crack Resistance of Microcracking Brittle Materials
Journ. Am. Ceram. Soc., 67, S. 255-260, (1984)
- /81/ Buresch, F.E.
Ein Modell für den Rißwiderstand von Keramik und seine Bedeutung für
die kritische Bruchspannung
Science of Ceramics, 7, S. 381-398, (1973)
- /82/ Osterstock, F.
On the Graphical Evaluation of Force-Displacement Curves to Determine
Toughness
Festigkeitsseminar am MPI-Stuttgart, November (1986)
- /83/ Kleinlein, F.W.
Untersuchungen zum Rißwiderstand
in: Bruchverhalten keramischer Werkstoffe, Methoden und Ergebnisse
(Hrsg.) Munz, VDI-Fortschrittsberichte, Reihe 18: Bruchvorgänge und
Schadensanalyse, Nr. 11, VDI-Verlag, Düsseldorf, S. 32-63, (1981)

- /84/ Salem, J.A.; Shannon, J.L.
Crack Resistance of Textured Alumina
Journ. Am. Ceram. Soc., 72, S. 20-27, (1989)
- /85/ Steinbrech, R.W.
persönliche Mitteilung, (1988)
- /86/ Okada, T.
Crack-Growth on Micromechanisms of Slow Crack Growth in the Delayed Fracture of Alumina
Ph. D. Thesis, UCLA, Feb. (1982)
- /87/ Okada, T.; Sines, G.
Prediction of Delayed Fracture from Coalescence-Alumina
Fracture Mechanics of Ceramics, 7, S. 297-310, (1986)
- /88/ Okada, T.; Simes, G.; Green, D.
Crack Origins and Microcracking in Delayed Fracture of Alumina
Journ. Am. Ceram. Soc., 65, S. C64-C65, (1982)
- /89/ Swanson, P.L.
Tensile Fracture Resistance Mechanics in Brittle Polycrystals, An Ultrasonics and insitu Microscopy Investigation
Journ. Geophys. Res., 92, S. 8015-8036, (1987)
- /90/ Fairbanks, C.J.; Lawn, B.R.; Cook, R.F.; Mai, Y.W.
Microstructure and Strenght of Ceramics
Fracture Mechanics of Ceramics, 8, S. 23-37, (1986)
- /91/ Lawn, B.R.; Mai, Y.W.
Crackstability and Toughness Characteristics in Brittle Materials
Ann. Rev. Mat. Sci., 16, S. 415-439, (1986)
- /92/ Mai, Y.W.; Lawn, B.R.
Crack-Interface Grainbridging as a Fracture Resistance Mechanism in Ceramics, II. Theoretical Fracture Mechanics Model
Journ. Am. Ceram. Soc., 70, S. 289-294, (1987)
- /93/ Swanson, P.L.; Fairbanks, C.J.; Lawn, B.R.
Crack-Interface Mechanism in Ceramics: I., Experimental Study on Alumina
Journ. Am. Ceram. Soc., 70, S. 279-289, (1987)
- /94/ Majumdar, B.S.; Rosenfield, A.R. and Duckworth, W.H.
Analysis of R-curve behaviour of non-phase-transforming ceramics
Eng. Fract. Mech., 31, S. 683-701, (1988)
- /95/ Rosenfield, A.R. and Majumdar, B.S.
A micromechanical modell for cleavage crack reinitiation
Metall. Trans. A, 18A, S. 1053-1059, (1987)
- /96/ Rosenfield, A.R. and Majumdar, B.S.
Micromechanisms and toughness for cleavage fracture of steel
Nuclear Engng, Design, 105, S. 51-57, (1987)
- /97/ Thouless, M.D.
Bridging and Damage Zones in Crack growth
Journ. Am. Ceram. Soc., 71, S. 408-413, (1988)

- /98/ Fu, Y.; Evans, A.G.
Microcrack Zone Formation in Single Phase Polycrystals
Acta Met., 30, S. 1619-1625, (1982)
- /99/ Fu, Y.; Evans, A.G.
Some Effects of Microcracks on the Mechanical Properties of Brittle Solids -
I. Stress, Strain Relations
Acta Met., 33, S. 1515-1523, (1985)
- /100/ Evans, A.G.; Fu, Y.
Some Effects of Microcracks on the Mechanical Properties of Brittle Solids -
II. Microcrack Toughening
Acta Met., 33, S. 1525-1531, (1985)
- /101/ Fu, Y.
Mechanics of Microcrack Toughening in Ceramics
Ph. D. Thesis, Lawrence Berkeley Laboratory, University of California, Berkeley, Ca, Sept. (1983)
- /102/ McMeeking, R.M.; Evans, A.G.
Mechanics of Transformation-Toughening in Brittle Materials
Journ. Am. Ceram. Soc., 65, S. 242-246, (1982)
- /103/ Budiansky, B.; Hutchinson, J.W.; Evans, A.G.
Mechanics of Transformation Toughening in Brittle Materials
Int. Journ. Solids Structures, 19, S. 337-355, (1983)
- /104/ Evans, A.G.
Toughening Mechanics in Zirconia Alloys
in: Science and Technologie of Zirconia II
Claussen, N.; Rühle, M.; Heuer, A.H. (Hrsg.)
Am. Ceram. Soc., Columbus, Ohio, S. 193-212, (1985)
- /105/ Budiansky, B.; O'Connell, R.J.
Elastic Moduli of Cracked Solid
Int. Journ. Solids Structure, 12, S. 81-92, (1976)
- /106/ Hoagland, R.G.; Heith, J.P.
Dilatant Center-Crack Tip Interactions Effects
Journ. Am. Ceram. Soc., 69, S. 530-533, (1986)
- /107/ Pompe, W.; Bahr, H.A.; Gille, G.; Kreher, W.
Increased Fracture Toughness of Brittle Materials by Microcracking in an Energy Dissipative Zone at the Crack Tip
Journ. Mat. Sci., 13, S. 2720-2723, (1978)
- /108/ Pompe, W.; Bahr, H.A.; Kreher, W.
Festigkeit und Energiedissipation in Keramiken
in: Proc. of the 5th Symp. "Verformung und Bruch", Magdeburg, DDR, Sept. 1979, Techn. Hochschule Magdeburg, S. 33-36, (1979)

- /109/ Pompe, W.; Kreher, W.
Modell der Energiedissipation im rißspitzennahen Bereich von Keramiken
in: Wissenschaftl. Berichte, Zentralinstitut für Festkörperphysik und
Werkstoffforschung, 19, Akademie der Wissenschaften der DDR, Dresden,
S. 142-176, (1980)
- /110/ Pompe, W.; Kreher, W.
Theoretical Approach to Energy Dissipative Mechanisms in Zirconia and
other Ceramics
Advances of Ceramics, 12, S. 283-292, (1983)
- /111/ Kreher, W.; Pompe, W.
Increased Fracture Toughness of Ceramics by Energy Dissipative
Mechanisms
Journ. Mat. Sci., 16, S. 694-706, (1981)
- /112/ Kreher, W.; Pompe, W.
Fracture Toughness and Energy Dissipative Mechanism
in: Current Topics in Materials Science, (Hrsg.) Kalchis, E. 12, S.
371-391, (1985)
- /113/ Krell, A.; Schulze, D.
Microstructure Dependence of Brittle Fracture of Alumina
Phys. Stat. Sol. (a), 55, S. 537-545, (1979)
- /114/ Krell, A.
Beobachtungen verschiedener Eigenspannungstypen auf Bruchflächen
polykristalliner Al_2O_3 -Keramik
in: wissenschaftliche Berichte Zentralinstitut für Festkörperphysik
und Werkstoffforschung, Akademie der Wissenschaften der DDR (Hrsg.),
Dresden, 19, S. 124-133, (1980)
- /115/ Krell, A.
Aluminastructure with Improved Fracture Properties
Phys. Stat. Sol. (a), 63, S. 183-192, (1981)
- /116/ Krell, A.
Fracture-Induced Photon Emission of Aluminumoxide and its Application
to Fracture Mechanical Investigations
Journ. Mat. Sci., 17, S. 1649-1655, (1982)
- /117/ Krell, A.; Kreher, W.
On Subcritical Crack Growth in Ceramics as Influenced by Grain Size
and Energy Dissipative Mechanisms
Journ. Mat. Sci., 18, S. 2311-2328, (1983)
- /118/ Kreher, W.; Pompe, W.
Comment on a Treatment of Inelastic Deformation Around a Crack Tip due
to Microcracking
Journ. Am. Ceram. Soc., 65, C117, (1982)
- /119/ Buresch, F.E.
About the Process Zone Surrounding the Crack Tip in Ceramics
Fracture 1977, Vol. 3, ICF4, Waterloo, Canada, June 19-24, S. 929-932,
(1977)

- /120/ Buresch, F.E.
 Characterisation of Crack Resistance of Ceramics by Means of Damage Parameters
 Vortrag: The International Conference "Euromech 198", Sept. 1985
 (persönliche Mitteilung)
- /121/ Buresch, F.E.; Nickel, H.
 Influence of Microstructure on the Failure Mechanism and Toughness of Ceramics
 Vortrag "World Congress on High Tech Ceramics", Mailand (I), Juni, (1986)
- /122/ Buresch, F.E.
 Bruchmechanische Aspekte beim Einsatz partikelverstärkter keramischer Bauteile
 Materialprüfung, Bd. 29, S. 261-268, (1987)
- /123/ Buresch, O.; Buresch, F.E.; Hönle, W.; von Schnering, H.G.
 A Decoration Technique for Defect Analysis in Ceramics
 Mikrochim. Acta, Wien, I, S. 219-224, (1987)
- /124/ Buresch, F.E.; Babilon, E.; Kleist, G.
 Influence of Residual Stresses on Cracking of Some Ceramics
 Internat. Conf. of Residual Stresses, Nov. (1988) (wird veröffentlicht)
- /125/ Buresch, F.E.
 Festigkeitsseminar Stuttgart, (1989)
- /126/ Buresch, F.E.
 Macrocrack Extension in Microcracked Dispersion Toughened Ceramics
 Proc. 2nd Conf. on Science and Technology of Zirkonia, Stuttgart, (1983), Hrsg.: N. Claussen, M. Rühle und A.H. Heuer, Advanced in Ceramics, 12, Amer. Ceram. Soc. Columbus (OH) S. 306-321, (1984)
- /127/ Osterstock, F.; Tertel, A.
 On the Fracture Mechanical Parameters Obtained with the Graphical Methods from Stable Crack Propagation Curves
 Poster zur DGM-Jahrestagung, Saarbrücken, (1987)
- /128/ Schwalbe, K.H.
 Bruchmechanik metallischer Werkstoffe
 Hrsg. C. Hanser, München, (1980)
- /129/ Osterstock, F.
 persönliche Mitteilung während eines Forschungsaufenthalts von Sept.-Nov. 1988 am I.S.M.R.A. Caen
- /130/ Osterstock, F.
 persönliche Mitteilung (1988)
- /131/ Hoenig, A.
 Elastic Moduli of a Non-Randomly Cracked Body
 Int. Journ. Solids Structures, 15, S. 137-154, (1979)

- /132/ Laws, W.; Brockenbrough, J.R.
The Effekt of Micro-Cracks Systems on the Loss of Stiffness of Brittle Solids
Int. Journ. Solids Structures, 23, S. 1247-1268, (1987)
- /133/ Aboudi, J.; Benveniste, Y.
The Effective Moduli of Cracked Bodies in Plane Deformations
Eng. Fract. Mech., 26, S. 171-184, (1987)
- /134/ Budiansky, B.; Hutschinson, J.W.; Lampropoulos, ??.
Continuum Theory of Dilatant Transformation Toughening in Ceramics
Int. Journ. Solids Structures, 19, S. 337-355, (1983)
- /135/ Laws, N.; Brochenbrough, J.R.
Microcracking in Polycrystalline Solids
Jpurn. Eng. Mat. Techn., 110, S. 101-103, (1988)
- /136/ Ortiz, M.
A Continuum Theory of Crack Shielding in Ceramics
Journ. Appl. Mech., 54, S. 54-56, (1987)
- /137/ Rubinstein, A.A.
Macrocrack Interaction with a Semiinfinite Microcrack Array
Int. Journ. Fract., 27, S. 113-119, (1985)
- /138/ Chudnovsky, A.; Dolgopolsky, A.; Kachanov, M.
Elastic Interaction of a Crack with Microcracks
Proc. 6th Conf. on Fracture, New-Dehli, India, (Hrsg.) Athuri et. al., Vol. 2, S. 825-833, (1984) in Adv. Fract. Res.
- /139/ Kachanov, M.
A Simple Technique of Stress Analysis in Elastic Solids with Many Cracks
Int. Journ. Fracture, 28, R11-R19, (1985)
- /140/ Kachanov, M.; Montagut, E.
Interaction of a Crack with Certain Microcrack Arrays
Eng. Fract. Mech., 25, S. 625-636, (1986)
- /141/ Kachanov, M.
Interactions of Cracks with Some Microcrack Systems
Fracture Toughness and Fracture Energy of Concrete (Hrsg.) Wittmann, F.H., Elsevier Sci. Publishers B.V. Amsterdam, NL, S. 3-10, (1986)
- /142/ Kachanov, M.
Elastic Solids with Many Cracks: A Simple Method of Analysis
Int. Journ. Solids Structures, 23, S. 23-43, (1987)
- /143/ Wagner, Ch.; Gross, D.
Untersuchungen zur Wechselwirkung zwischen einem Einzelriß und einem Dilatationszentrum
Arbeitsbericht Nr. 2 zum DFG-Forschungsvorhaben Mikrobruchvorgänge, Darmstadt, Juli (1987)
- /144/ Rubinstein, A.A.; Choi, H.C.
Macrocrack Interaction with Transverse Array of Microcracks
Int. Journ. Fracture, 36, S. 15-30, (1988)

- /145/ Wagner, Ch.; Gross, D
Die Wechselwirkung eines Makrorisses mit Mikrorissen und Dilatationszentren
Abschlußkolloquium zum Abschlußkolloquium "Mikrobruchvorgänge in Al_2O_3 -Keramik, Jülich, April (1990), wird veröffentlicht
- /146/ Hoagland, R.G.; Embury, J.D.; Green, D.J.
On the Density of Microcracks Formed During the Fracture of Ceramics
Scripta Met., 9, S. 907-909, (1975)
- /147/ Rose, L.R.F.
Microcrack Interaction with a Main Crack
Int. Journ. Fract., 31, S. 233-242, (1986)
- /148/ Hoagland, R.G.; Embury, J.D.
A Treatment of Inelastic Deformation Around a Crack Tip due to Microcracking
Hourn. am. Ceram. Soc., 63, S. 398-410, (1980)
- /149/ Bowling, G.D.; Faber, K.T.; Hoagland, R.G.
Computer Simulations of R-Curve Behaviour in Microcracking Materials
Journ. Amer. Ceram. Soc., 70, S. 849-854, (1987)
- /150/ Montagut, E.; Kachanov, M.
On Modelling a Microcracked Zone by "Weakened" Elastic Materials on Statistical Aspects of Crack-Microcrack Interactions
Int. Journ. Fract., 37, R55-R62, (1988)
- /151/ Sakai, M.; Bradt, R.C.
Graphical Methods for Determining the Nonlinear Fracture Parameters of Silica and Graphite Refractory Composites
Fracture Mechanics of Ceramics, 7, S. 127-142 (1985)
- /152/ Chemische Analyse ZCH-Nr. 153/88
Zentralabteilung für chemische Analysen der Kernforschungsanlage Jülich GmbH
Analysendienst, Jülich, 02.05.88 (nicht veröffentlicht)
- /153/ Babilon, E.; Kleist, G.; Buresch, F.E.; Nickel, H.
Characterization of Damage in Alumina Ceramics by Small X-Ray Scattering
Sci. of Ceramics, 14, S. 665-669, (1988)
- /154/ Babilon, E.; Bär, K.K.O.; Kleist, G.; Nickel, H.
Investigation of Load Induced Microcracks in Alumina with R-Curve Behaviour
Proc. 1st Europ. Ceram. Soc. Dong. (ECRS '89), 3, S. 3247-3251, (1989)
- /155/ Characteristics of Ceramic Materials
Ceramiques Techniques Desmarquest 27025 Erzux Cedex, France
- /156/ Bronold, C.
Pechiney World Trade (Deutschland) GmbH
persönliche Mitteilung, (1988)

- /157/ Petzow, G.
Metallographisches Ätzen; Metallkundliche Technische Reihe I, 5.
Auflage,
(Hrsg.) Gebrüder Bornträger Berlin, Stuttgart, (1976)
- /158/ Messung am Institut für Werkstoffwissenschaften der Universität
Dortmund
persönliche Mitteilung, (1987)
- /159/ Hoagland, R.G.; Marshall, C.W.; Duckworth, W.H.
Reduction of Errors in Ceramic Bend Tests
Journ. am. Ceram. Soc., 59, S. 189-192, (1976)
- /160/ Bär, K.
Entwurf und Konstruktion einer Biegeprüfanordnung und Durchführung
bruchmechanischer Untersuchungen an Aluminiumoxid
Diplomarbeit an der RWTH Aachen, (1986), (teilweise veröffentlicht in
/20/)
- /161/ Spelthann, R.
Untersuchungen zum Bruchverhalten von Aluminiumoxid
Diplomarbeit an der RWTH Aachen (1990) (wird veröffentlicht)
- /162/ Oettel, W.O.
Grundlagen der Metallmikroskopie
Akademische Verlagsgesellschaft, Leipzig, 1959
- /163/ Gross, G.; Srawley, J.E.
Technical Report NASA TN-3820 (1967)
- /164/ Quinten, A.; Arnold, W.
Observation of Stable Crack Growth in Al_2O_3 Ceramics Using a Scanning
Acoustic Microscop
Vorabdruck aus: Mat. Sci. and Engin., S. A101-1 - A103-5 (erscheint
demnächst)
- /165/ Babilon, E.
Untersuchung von Mikrorißfeldern in der Umgebung eines Makrorisses in
 Al_2O_3 -Keramik mittels der Röntgenkleinwinkelstreuung
Dissertation an der RWTH-Aachen (in Vorbereitung)
- /166/ Sakai, M.; Yoshimura, J.I.; Goto, Y.; Inagaki, M.
R-Curve Behaviour of a Polycrystalline Graphite: Microcracking and
Grain Bridging in the Wake Region
Journ. Am. Ceram. Soc., 71, S. 609-616, (1988)
- /167/ Mundry, G.; Schaarwächter, W.; Steinbrech, R.W.
Bruchflächenrauigkeit und Rißwiderstandsverhalten von Al_2O_3 -Keramik
Abschlußkolloquium zum DFG-Forschungsvorhaben "Mikrobruchvorgänge in
 Al_2O_3 -Keramik, Jülich, April 1990 (wird veröffentlicht)
- /168/ Mundry, G.
Vergleich von R-Kurvenverläufen mit verschiedenen numerischen Codes
von Auswerteverfahren
persönliche Mitteilung, (1990)

- /169/ Kromp, K.; Haug, T.; Bornhauser, A.; Pabst, R.F.
Geschwindigkeits- und zeitabhängige Vorgänge bei hohen Temperaturen in Al_2O_3 und SiSiC und deren Auswirkungen auf das Festigkeitsverhalten
Fortschrittsberichte der Dt. Keramischen Gesellschaft, Bd. 1, Heft 1, S. 73-82, (1985)
- /170/ Abschlußkolloquium zum DFG-Forschungsvorhaben "Mikrobruchvorgänge in Al_2O_3 -Keramik"
9.-10. April 1990, Forschungszentrum Jülich (KFA) (Berichtsband in Vorbereitung)

Danksagung

Die Autoren bedanken sich bei den Herren Dr. F.E. Buresch, Dr. F. Osterstock (I.S.M.R.A. Caen), Dr. H. Schuster und Dr. R.W. Steinbrech für wertvolle Anregungen und Diskussionen.

Zusätzlich gilt unser Dank auch den Kollegen, die bei den experimentellen Arbeiten mit Rat und Tat behilflich waren.

Die vorliegende Arbeit ist im Zusammenhang mit dem DFG-Forschungsvorhaben "Mikrobruchvorgänge in Al_2O_3 -Keramik" entstanden. Die Autoren bedanken sich bei den im Projekt mitwirkenden Kollegen. Der Deutschen Forschungsgemeinschaft gebührt für die Förderung des Vorhabens besonderer Dank.