

Zyklische Ermüdung technischer Keramiken in wässrigen Medien

Cyclic Fatigue of Engineering Ceramics in Aqueous Media

Christina von der Wehd^{a)}, Tanja Lube^{b)}, Iyas Khader^{c)}, Andreas Kailer^{a)},
Ulrich Degenhardt^{d)}, Karl Berroth^{d)}

^{a)} Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik IWM Freiburg, Wöhlerstraße 11, 79108 Freiburg

^{b)} Institut für Struktur- und Funktionskeramik, Montanuniversität Leoben, Peter-Tunner-Straße 5, A-8700 Leoben

^{c)} Department of Industrial Engineering, German Jordanian University, Amman 11180, Jordan

^{d)} FCT Ingenieurkeramik GmbH, Gewerbepark 11, D-96528 Frankenblick

Kurzfassung – Technische Keramiken besitzen hervorragende mechanische und physikalische Eigenschaften. Die außergewöhnlichen Verschleißigenschaften, die hohe Korrosionsbeständigkeit und Dauerfestigkeit von Siliziumnitrid Keramik sind besonders attraktiv für den Einsatz bei hohen Temperaturen, so z.B. in der Umformtechnik. Eine weitere Möglichkeit ist der Einsatz als Wälzkörper für Lager. Um jedoch den Zusammenhang zwischen dem Gefüge und den Anwendungsgrenzen des Werkstoffes zu verstehen, bedarf es experimenteller Untersuchungen, die Informationen zum Degradationsmechanismus liefern. Daraus können Vorhersagemodelle für Multiskalenmodellierungen basierend auf realistischen Arbeitsbedingungen erstellt werden. Damit ist eine Anpassung der keramischen Werkstoffe auch für neue Anwendungen möglich. Ein wichtiger Anhaltspunkt für das Vorhersagemodell ist die Bestimmung der Ermüdung. Hierzu wurden Biegeschwellversuche ($R=0,1$) bei verschiedenen Frequenzen und in unterschiedlichen Medien durchgeführt. Die Biegeschwellversuche wurden im klassischen 4-Punkt-Biegeaufbau nach DIN EN 843 Teil 1 durchgeführt. Versuche in Wasser führten bei deutlich niedrigeren Zyklenzahlen zum Versagen als solche an Luft. Bei erhöhter Versuchsfrequenz deutete sich eine Erhöhung der Lebensdauern an. Die Versuche bei unterschiedlichen Frequenzen weisen auf einen Ermüdungseffekt und unterkritisches Risswachstum (SCCG) hin.

Stichwörter: Siliziumnitrid, Ermüdung, 4-Punkt-Biegung, Medieneinfluss, Frequenzeinfluss

Abstract – Engineering ceramics possess superior mechanical and physical properties. The exceptional wear, corrosion and contact fatigue resistance of silicon nitride ceramics makes them attractive materials for high-temperature metalforming tools and rolling elements for bearings. In order to study the fatigue behavior of ceramics, the effect of frequency and environment must be taken into consideration. Within the FP7 EU-funded project RoliCer (ID: 263476), the damage and degradation of silicon nitride ceramics is being investigated. The experimental tests serve to provide input data for multiscale simulations that will describe the behavior of the material. In this study, cyclic fatigue experiments ($R=0.1$) were carried out using a conventional 4-point-bending configuration. The experiments showed a clear effect of environment on the lifetime of silicon nitride. Experiments carried out under water showed a distinct decrease in number of cycles to failure compared to experiment carried out in lab air. The load frequency also showed an influence, which was however, less pronounced. The results indicate both fatigue effects and sub-critical crack growth SCCG effects. The results of this study will be used to develop a lifetime prediction simulation based on fracture mechanics.

Keywords: Silicon nitride, fatigue, 4-point-bending, influence of environment, load frequency

1 Einleitung

Technische Keramiken wie Siliziumnitrid werden heute universell eingesetzt. Aufgrund ihrer guten Korrosions- und Temperaturbeständigkeit können Keramiken im Gegensatz zu Stahl vielseitig eingesetzt werden. Eine Einsatzmöglichkeit sind Keramikwalzen in der Umformtechnik für die Herstellung von Drähten, Bändern und Profilen [1]. Hier spielt neben den Verschleißigenschaften auch das Ermüdungsverhalten als Funktion des Gefüges eine wichtige Rolle. Die Anforderungen an die Einsatzsicherheit sind jedoch hoch, da im Fall eines Bruchs der Keramikkomponenten hohe Folgeschäden und Stillstandszeiten von Produkti-

onsanlagen entstehen können. Für eine gezielte Optimierung der Werkstoffe im Hinblick auf die gegebenen Anforderungen werden derzeit Simulationsmodelle entwickelt, die für Keramikkomponenten unter rollender Beanspruchung (Kugellager, Walzwerkzeuge) die Schädigungsentwicklung und somit zeitabhängige Zuverlässigkeitsbewertung ermöglichen [2]. Wichtiger Bestandteil sind experimentelle Daten zur Ermüdungsfestigkeit der Werkstoffe unter zyklischer Beanspruchung in verschiedenen Umgebungen. Hierfür wurden im Rahmen des EU-Projekts RoLiCer (www.rolicer.eu) [2] Versuchsmethoden aufgebaut und Werkstoffprüfungen unter unterschiedlichen Belastungen in Wasser und an Luft durchgeführt. Nachfolgend werden der Versuchsaufbau beschrieben und die Ergebnisse der Ermüdungsprüfung an einem Siliziumnitrid-Werkstoff (FSNI, FCT Ingenieurkeramik GmbH, Frankenblick) vorgestellt.

Für den Langzeiteinsatz keramischer Werkstoffe steht unter mechanischen Aspekten das Phänomen des unterkritischen Risswachstums im Mittelpunkt. Keramische Bauteile können im Ausgangszustand die an sie gestellten mechanischen Anforderungen erfüllen. Die in Keramiken vorhandenen typischen Gefügefehler, wie Poren oder Risse, werden unter der gegebenen Last nicht die Spannungsintensität erreichen, die nötig wäre, um Brüche auszulösen. Trotzdem können Risse unter einer solchen Belastungssituation langsam wachsen, bis ihre Länge die kritische Größenordnung für den Bruch erreicht hat. Diese Vorgänge werden durch Feuchtigkeit massiv begünstigt. Die Kurzzeitfestigkeit, die für die Produktcharakterisierung herangezogen wird, berücksichtigt diese Abhängigkeit nicht. Sie wird allein durch die statistische Verteilung der Fehler im Volumen bestimmt [3-4].

2 Probenherstellung

Die statischen als auch die dynamischen Festigkeiten werden von einer Vielzahl von Faktoren bestimmt. Die Kurzzeitfestigkeit kann durch die angewendeten Oberflächenbearbeitungsverfahren beeinflusst werden. Ein weiterer Aspekt ist das Gefüge, da es an produktionsbedingten Inhomogenitäten unter Lasteinwirkung zu Spannungsüberhöhungen kommen kann [4].

Als Werkstoff für die Proben wurde Siliziumnitrid FSNI (FCT Ingenieurkeramik GmbH, Frankenblick) verwendet. Hierfür wurden Proben aus einer Herstellungscharge zur Bestimmung der Festigkeit und zum Biegeschwellversuch gefertigt. Als Probengeometrie wurde die Ausführungsform B nach DIN EN 843 Teil 1 [5] gewählt (**Bild 1**). Die Kanten wurden abgerundet, damit können Kanteneffekte nahezu ausgeschlossen werden.

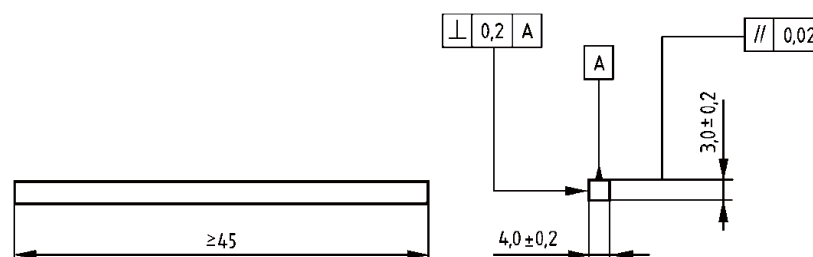


Bild 1: Darstellung der verwendeten Probengeometrie nach DIN EN 843 Teil 1 [5]

Figure 1: Representation of the sample geometry used in accordance with DIN EN 843 Part 1 [5]

3 Versuchsaufbau

Die Untersuchungen dienen der Ermittlung des Degradationsverhaltens technischer Keramik, um Hinweise zur Einsatzsicherheit, Zuverlässigkeit und Lebensdauer zu erhalten. Dazu wurden experimentelle Untersuchungen der zyklischen Biegeermüdung in wässrigen Medien

und an Luft in einem klassischen 4-Punkt-Biegeversuch (**Bild 2**) durchgeführt. Für die Charakterisierung wurde ein Siliziumnitrid FCT-GR12 verwendet. Die eingestellten Parameter sind in **Tabelle 1** zusammengefasst.

Tabelle 1: Parameter für Biegeschwellversuche
Table 1: Parameters for fatigue testing

Parameter			
Schwingspielfrequenz	42 Hz	42 Hz	1 Hz
Medium	Luft	Wasser	Wasser
Bezugsschwingspielzahl	10^7	10^7	10^7
Verhältnis Unter- zu Oberspannung (R)	0,1	0,1	0,1
Auflagerabstand (Stützlager / Drucklager)	40mm/20mm	40mm/20mm	40mm/20mm
Prüftemperatur	23°C	23°C	23°C
Maximalspannung	480 MPa	420 MPa	460 MPa
	520 MPa	460 MPa	480 MPa
	560 MPa	480 MPa	
	600 MPa	500 MPa	
	630 MPa	520 MPa	



Bild 2: Verwendeter Versuchsaufbau
Figure 2: Experimental setup

4 Ergebnisse und Diskussion

Die Biegeschwellergebnisse aus der 4-Punkt-Biegung sind in **Bild 3** dargestellt. Es ist deutlich zu sehen, dass sich das Umgebungsmedium bei der untersuchten Keramik negativ auf die Lebensdauer auswirkt.

Bei einer Frequenz von 42 Hz sind bei einer Spannung von 520 MPa immer noch 9 Durchläufer (Versuch wurde nach 10^7 Zyklen gestoppt) im Medium Luft zu verzeichnen, wobei im Medium Wasser schon bei 500 MPa keine Durchläufer mehr auftreten. Eine weitere Abnahme der Zyklenzahlen bis zum Bruch ist bei Verringerung der Frequenz auf 1 Hz zu beobachten.

Technisch bedeutend ist insbesondere die Spannungsrisskorrosion bei polykristallinen Keramiken mit einer glashaltigen Korngrenze. Durch die Gegenwart von Wassermolekülen erfolgt eine Anlagerung von Hydroxidionen an die Si-O-Bindungen, so dass vergleichsweise kleine Kräfte ausreichen, um das Netzwerk an der Risspitze zu dehnen und schließlich

aufzubrechen. Durch das Zusammenspiel von Umgebungsatmosphäre und der angelegten Spannung wird das Risswachstum erleichtert. Besonders gefährdet sind auf Grund ihrer spannungsüberhöhenden Wirkung oberflächennahe Risse, da bei Feuchtigkeit in der Umgebung das Eindringen von Wassermolekülen und OH-Ionen bis an die Rissspitze erfolgen kann [3-4,6].

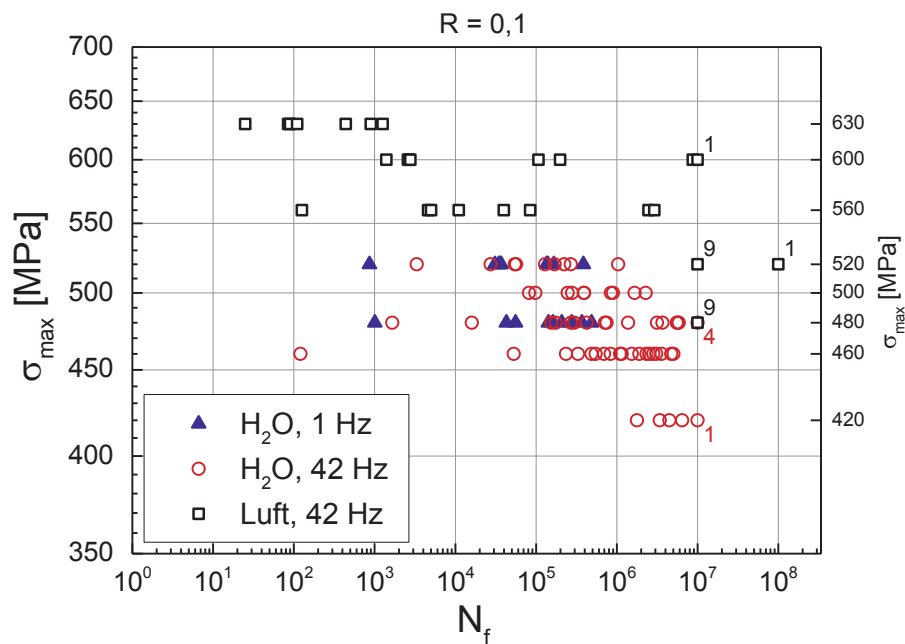


Bild 3: Ergebnisse der Biegeschwellversuche für 4-Punkt-Biegeproben, Spannungsverhältnis $R=0,1$
Figure 3: Results of 4-point-bending fatigue tests, stress ratio $R = 0.1$

Bei fraktographischer Betrachtung der Bruchflächen im Rasterelektronenmikroskop wurden bei den meisten Proben charakteristische Inhomogenitäten in Form von „Schneeflocken“ beobachtet (**Bild 4**). Ausgehend von diesen produktionsbedingten Schädigungskeimen erfolgte während der zyklischen Ermüdungsversuche das weitere Risswachstum.

Der Bruchausgang beim Versagensmuster „Schneeflocke“ (A) sind Poren mit besonders stängeligen Körnern und Mikroporen.

Im Ermüdungsbereich (**Bild 4 links**) und im Restbruchbereich (**Bild 4 rechts**) sind keine Unterschiede zwischen den Bruchflächen zu beobachten. Es gibt, typisch für Siliciumnitrid, trans- und interkristalline Brüche, bzw. Brüche zwischen Bereichen mit viel Glasphase und kleinen eingebetteten Körnern und großen Körnern (B). Die stängelförmigen Körner brechen im Ermüdungs- und Restbruchbereich mit glatten Flächen (C). Die mittelhellen Körner sind TiN, diese sind absichtlich im Material enthalten. Die ganz hellen Flecken stellen Ag Artefakte aus der Probenpräparation dar.

5 Zusammenfassung

Abschließend kann festgestellt werden, dass sowohl das Umgebungsmedium als auch die Schwingspielfrequenz einen Einfluss auf das Ermüdungsverhalten besitzen. In weiteren

Untersuchungen ist zu klären, welche Mechanismen im Gefüge bei den unterschiedlichen Versuchsbedingungen damit verbunden sind. Anhand dieser Ergebnisse sollen zukünftige Materialqualitäten spezifiziert werden.

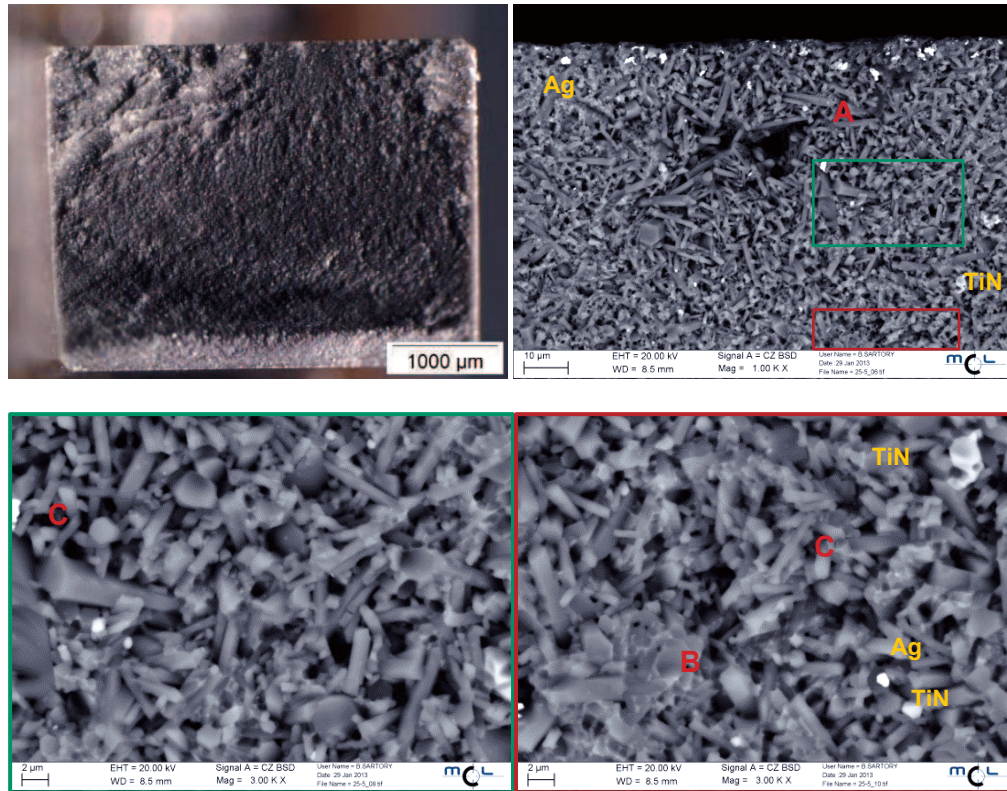


Bild 4: Fraktographische Aufnahmen Versagensbild „Schneeflocke“
Figure 4: Fractographic images showing "snowflakes"

6 Schlussfolgerungen und Ausblick

Im Rahmen dieses Projekts werden numerische und experimentelle Untersuchungen zur Schädigung und Degradation keramischer Werkstoffe durchgeführt. Im Fokus dieser Untersuchungen stehen das zyklische Ermüdungsverhalten, die tribologischen Eigenschaften, sowie die Degradationsmechanismen der keramischen Werkstoffe. Nach einer Reihe von Untersuchungen wird das Ermüdungsverhalten des keramischen Werkstoffs umfassend charakterisiert, um mit Lebensdauerberechnungen mittels Multiskalen-Simulationen verglichen zu werden.

Danksagung - Die Forschungsarbeiten, die zu diesen Ergebnissen geführt haben, wurden gemäß der Finanzhilfvereinbarung Nr. 263476 im Zuge des Siebten Rahmenprogramms der Europäischen Union RP7/2007-2013 gefördert.

Literatur

- [1] A. Kailer (Hrsg.): Walzen mit Keramik, Stuttgart: Fraunhofer Verlag; 2009. ISBN 978-3-8396-0033-7, pp. 95-111.

- [2] Modelling in ROLICER 263476. In: L. Rosso, A.F. de Baas (Hrsg.), What makes a material function? Let me compute the way... Modelling in FP7 NMP Programme Materials projects: Directorate-General for Research and Innovation 2012 Industrial Technologies Materials Unit EUR 25531 EN; 2012, http://ec.europa.eu/research/industrial_technologies/modelling-materials_en.html
- [3] F. Grellner, U. Lohbauer, P. Greil, Mechanisches Ermüdungsverhalten von Glas und Keramik, Biomedical Engineering / Biomedizinische Technik, Volume 42, Issue s2, pp. 47–48, ISSN (Online) 1862-278X, ISSN (Print) 0013-5585, doi: 10.1515/bmte.1997.42.s2.47, Aug. 2009.
- [4] W. Kollenberg, Technische Keramik: Grundlagen, Werkstoffe, Verfahrenstechnik, p. 61 Kap. 2.2.4 unterkritisches Risswachstum; ISBN-10:3-8027-2927-7; EAN:9783802729270, Jan. 2004.
- [5] Hochleistungskeramik–Mechanische Eigenschaften monolithischer Keramik bei Raumtemperatur –Teil 1: Bestimmung der Biegefestigkeit; Deutsche Fassung EN 843-1:2006.
- [6] T.A. Michalske, S.W. Freiman, A molecular mechanism for stress corrosion in vitreous silica, Journal of the American Ceramic Society. 1983, 66, pp. 284-288.