

Sonderbände der
Praktischen Metallographie
Herausgegeben von
Frank Mücklich und Günter Petzow

46

Fortschritte in der Metallographie

Svea Mayer
Michael Panzenböck
Helmut Clemens

DGM

INVENTUM

NOTICE:

This is the author's version of a work that was accepted for publication in
Praktische Metallographie Sonderband 46, Eds: S. Mayer, M. Panzenböck, H. Clemens
INVENTUM GmbH, Bonn, 2014, pp. 353-357

ERMÜDUNGSBRUCH IN SILIZIUMNITRID

T. Lube*, I. Khader****, A. Kailer**, U. Degenhardt****, K. Berroth****

* Institut für Struktur- und Funktionskeramik, Montanuniversität Leoben, A-8700 Leoben, Österreich

** Fraunhofer Institut Werkstoffmechanik IWM, D-79108 Freiburg, Deutschland

*** Department of Industrial Engineering, German Jordanian University, Amman 11180, Jordan

**** FCT Ingenieurkeramik GmbH, D-96528 Frankenblick

KURZFASSUNG

Ermüdungsversuche wurden an Proben aus einem kommerziell erhältlichen Siliziumnitrid mit Spannungsverhältnissen von $R = 0,1$ und $R = -1$ bei verschiedenen Spannungsniveaus durchgeführt, um die nötigen Daten für eine Lebensdaueranalyse von keramischen Walzen für die Metallumformung zu ermitteln. Die Bruchflächen wurden fraktografisch untersucht um Rückschlüsse auf die Mechanismen des Ermüdungsrisswachstum ziehen zu können.

Es wurde ein starker Einfluss des Spannungsverhältnisses auf die Lebensdauer beobachtet. Die Ergebnisse lassen sich für die unterschiedlichen Versuchsbedingungen mit unterschiedlichen Paris-Gesetzen beschreiben. Dieser Befund wird durch die Beobachtungen auf den Bruchflächen bestätigt, wo sich Hinweise auf eine zusätzliche Schädigung durch Druckspannungen fanden.

1. EINLEITUNG

In vorangegangenen Arbeiten und durch Pilotversuche konnte gezeigt werden [1-3], dass sich Siliziumnitrid als Werkstoff für Warmumformwerkzeuge, beispielsweise für Walzen, sehr gut eignet. Es stellte sich heraus, dass beim Walzen von hochfesten Legierungen die Lebensdauer des Werkzeugs hauptsächlich von Risswachstum unter zyklischer Belastung begrenzt wird [4]. Bei der Berechnung der auftretenden Spannungen an den Stellen, die als besonders gefährlich identifiziert wurden, zeigte sich, dass im Betrieb sowohl Belastungen im Zug-Schwellbereich als auch zyklische Zug-Druck-Belastungen auftreten [2, 4, 5].

Im EU-Projekt RoLiCer (www.rolicer.eu) soll zum einen eine makroskopisch-phenomenologisch basierte Lebensdaueranalyse für solche Bauteile erfolgen. Zum anderen soll mithilfe von mikroskopischen Modellen eine gezielte Werkstoff-optimierung für solche Belastungen ermöglicht werden [6].

Das Ermüdungsrisswachstum in Keramiken kann phänomenologisch mit einem Paris-Gesetz beschrieben werden [7]. Um eine Lebensdaueranalyse zu ermöglichen, müssen die Materialparameter dieses Paris-Gesetzes für die relevanten Belastungssituationen ermittelt werden [8]. Dabei ist insbesondere zu klären, ob bei den unterschiedlichen Belastungsszenarien auch unterschiedliche Risswachstumsgesetze gelten. In Hinblick auf eine mikroskopische Modellierung der Ermüdungsschädigung ist es wichtig, zu untersuchen, welche Vorgänge dabei auf Gefügeebene ablaufen: findet das Risswachstum wie bei statischer Belastung im Wesentlichen durch eine Schwächung der Si-O-Bindungen der

interkristallinen Glasphase durch Hydroxidionen aus der Umgebungsfeuchtigkeit statt ("unterkritisches Risswachstum") [9], oder gibt es darüberhinausgehende "echte" Ermüdungseffekte?

2. WERKSTOFF UND VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Die Versuche wurden an diamantbearbeiteten Standard-Biegeproben mit den Abmessungen $3 \times 4 \times 45$ mm aus einem kommerziell erhältlichen Siliziumnitrid (FSNI, FCT Ingenieurkeramik GmbH, Frankenblick) durchgeführt. Besonderes Augenmerk wurde auf eine schonende Bearbeitung der zugbelasteten Flächen und die Fasen an den Kanten dieser Flächen gelegt.

Als Belastungsgeometrie wurde 4-Punkt-Biegung mit 40 mm Stützrollenabstand und 20 mm Lastrollenabstand gewählt. Alle Versuche wurden bei Raumtemperatur an Luft durchgeführt.

Um sinnvolle Spannungsniveaus für die Ermüdungsversuche festlegen zu können, wurde die Festigkeitsverteilung der Proben mit Biegeversuchen bestimmt. 30 Proben wurden nach EN 843-1 [10] mit einer Belastungsrate von 200 N/s geprüft (Instron 8562). Die Ermüdungsversuche im Zugschwellbereich ($R = 0,1$) wurden mit einer Instron 8501 Prüfmaschine durchgeführt. Die Zug-Druck-Belastung ($R = -1$) wurde mittels einer speziell konstruierten Probenhalter auf einer Torsionsprüfmaschine realisiert. Bei beiden Spannungsverhältnissen wurden fünf Spannungsniveaus (Tab. 1) zu je zehn Proben untersucht. Die Versuche wurden mit einem sinusförmigen Spannungsverlauf mit 40 Hz – 42 Hz durchgeführt und nach 10^7 Lastspielen abgebrochen, wenn die Proben bis dahin nicht versagt haben (Durchläufer). Um Informationen über die wirkenden Ermüdungsmechanismen zu erhalten, wurden die Bruchflächen der Proben fraktographisch am Stereomikroskop und Rasterelektronenmikroskop untersucht.

Tab. 1: Maximalspannungen für die Ermüdungsversuche

| Spannungsverhältnis R | Maximalspannungen in MPa |
|-----------------------|-----------------------------------|
| R = 0,1 | 480 / 520 / 560 / 600 / 630 |
| R = -1 | 180 / 300 / 350 / 450 / 540 / 600 |

3. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

Die Kurzzeitfestigkeit des Werkstoffes lässt sich mit einer Weibullverteilung mit der charakteristischen Spannungen $\sigma_0 = 702$ MPa und dem Weibullmodul $m = 18$ beschreiben. Basierend auf diesen Ergebnissen wurden die Maximalspannungen (zwischen 25% und 90% der Kurzzeitfestigkeit, siehe Tab. 1) für die Ermüdungsversuche festgelegt. Die Ergebnisse der Ermüdungsversuche sind in Fig 1 dargestellt. Die Lastspielzahl bis zum Versagen ist in Abhängigkeit der Maximalspannung geplottet. Pfeile mit Zahlen zeigen Durchläufer an.

Die Lebensdauern bei einem Spannungsniveau variieren stark, teilweise um fünf bis sechs Größenordnungen. Es ist deutlich zu erkennen, dass sich das Material bei den zwei untersuchten Belastungsbedingungen grundsätzlich anders verhält. Die Lebensdauer bei gleichen Maximalspannungen ist für Zug-Druck-Belastung kürzer. Im Zugschwellbereich wurde bei einem Lastniveau von etwa 75% der Kurzzeitfestigkeit die Dauerfestigkeit erreicht. Unter Zug-Druck-Belastung versagte bei $0,45 \cdot \sigma_0$ noch immer ein Großteil der Proben, bei etwa $0,25 \cdot \sigma_0$ wurden die Versuche nach 4 Durchläufern abgebrochen.

Das Ermüdungsrisswachstum pro Belastungszyklus da/dN in Keramiken kann mit einem Paris-Gesetz beschrieben werden [7]. Die Risswachstumsgeschwindigkeit da/dN hängt von einer (hohen) Potenz n (Paris-Exponent) der anliegenden Spannungsintensität $K_I = \sigma Y \sqrt{\pi a}$ (anliegende Spannung σ , Rissgröße a , Geometriefaktor Y) ab:

$$\frac{da}{dN} = \frac{da}{dN_0} \left(\frac{K_I}{K_{Ic}} \right)^n \quad (1)$$

$\frac{da}{dN_0}$ und die Bruchzähigkeit K_{Ic} sind Werkstoffkonstanten.

In einem S-N-Diagramm wie in Fig. 1 liegen die Daten dann auf einer Geraden mit der Steigung $-1/n$ [7]. Solche Geraden sind in Fig. 1 durch strichlierte Linien angedeutet. Auch hier zeigen sich die Unterschiede im Verhalten bei $R=0,1$ und $R=-1$. Der Paris-Exponent für die Versuche im Zugschwellbereich liegt bei $n_{R=0,1} \approx 50$. Ähnliche Werte für den Paris-Exponenten wurden an vergleichbaren Siliziumnitriden für das Risswachstum unter statischer Belastung gemessen [11]. Für Zug-Druck-Ermüdung liegt der Exponent bei $n_{R=-1} \approx 20$.

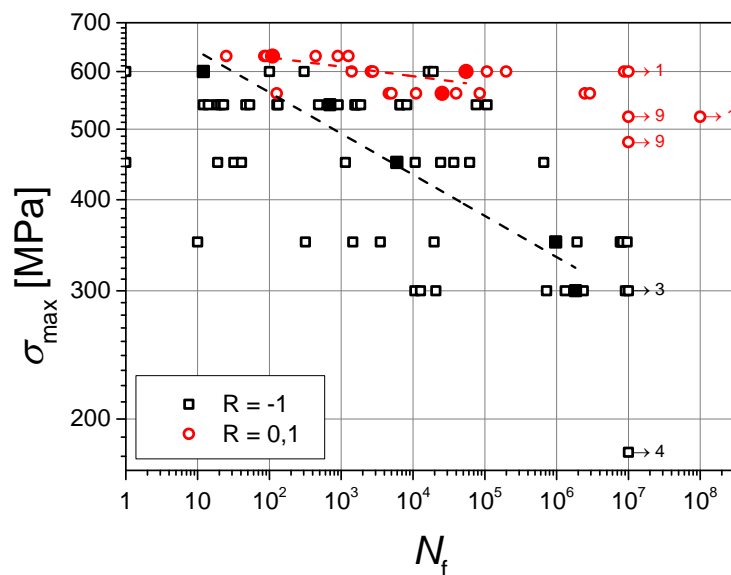


Fig. 1: S-N Daten von FSNI-Siliziumnitrid bei verschiedenen Spannungsverhältnissen. Die offenen Symbole zeigen die einzelnen Messwerte, die gefüllten Symbole geben den Medianwert je Spannungsniveau an.

Fig. 2(a) zeigt das Gefüge des Materials. Die dunklen, stängeligen Siliziumnitridkörner sind von den hellen Säumen einer Glasphase umgeben. In Fig. 2(b-d) sind typische Bruchflächen von Proben beider Belastungsvarianten dargestellt. Auf der Überblicks-

aufnahme, Fig. 2(c), ist der Bruchausgang und der Bereich des Ermüdungsrisswachstums erkennbar. Die Detailaufnahmen Fig. 2(b) und (d) zeigen deutliche Unterschiede in der Morphologie der Bruchflächen.

Die Bruchflächen der unter Zugschwellbelastung gebrochenen Proben (Fig. 2(d)) zeigen klare Merkmale: wie in schnell gebrochenen Festigkeits-Proben verläuft der Bruch entweder zwischen Siliziumnitrid-Körnern und Glasphase oder transkristallin durch größere Körner. Auf der Bruchfläche sieht man dann Bereiche in denen Stege der Glasphase stehengeblieben sind, während die darin eingebetteten Körner herausgezogen wurden (Bereich A) oder glatt, transkristallin gebrochenen Körner (Pfeile).

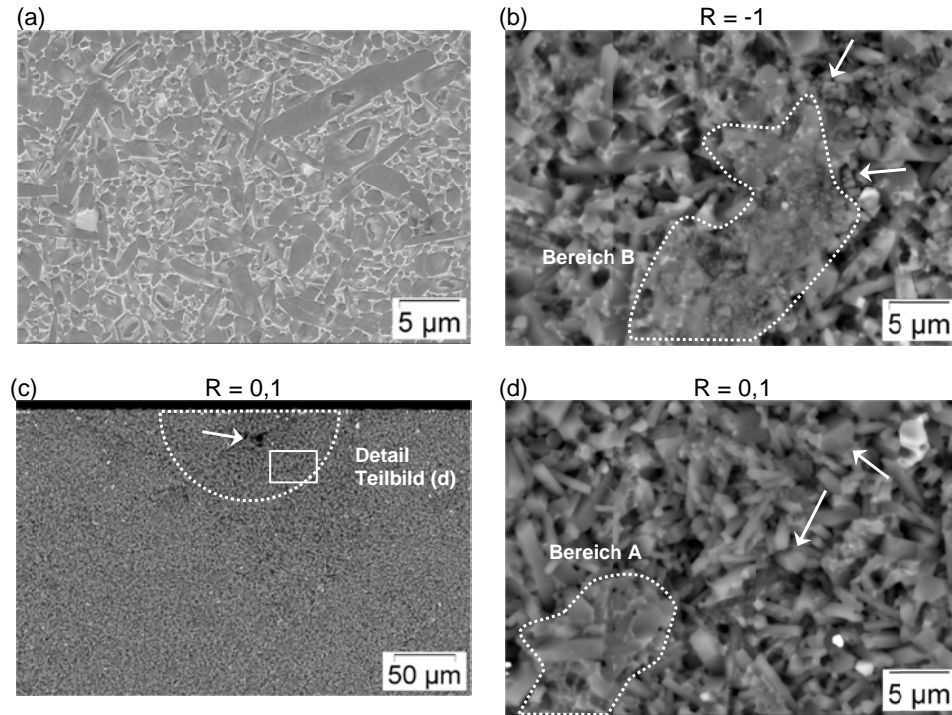


Fig. 2: Gefüge und Bruchflächen. (a) Gefüge des FSNI Siliziumnitrids, (b) Ermüdungsbruchfläche einer Probe aus der R = -1 Serie, (c) Bruchfläche mit Bruchausgang (Pfeil) und Ermüdungsriss (punktierter Halbkreis) einer Probe aus der R = 0,1-Serie, (d) Detail aus (c).

Die Bruchfläche einer Probe, die unter Zug-Druck-Belastung gebrochen ist (Fig. 2(b)), sieht völlig anders aus: statt klar definierter Glasphasenstege findet man Bereiche, in denen die feinen Details verschlissen oder unter Abrieb versteckt sind (Bereich B) und lose Materialpartikel (Pfeile). Während des Ermüdungsrisswachstums kommt es offensichtlich zu einer Zerstörung von Gefügebestandteilen, die aus der Bruchfläche hervorstehen. Diese fehlenden rissüberbrückenden Elemente tragen dann nicht mehr zur Abschirmung der Riss Spitze bei und ermöglichen dort eine erhöhte Belastung. Weiters

können die entstandenen losen Partikel ein Aufkeilen des Risses während der Druckphase bewirken, was dann auch in dieser Belastungsphase zu Risswachstum führt. Diese Beobachtungen decken sich mit Modellen, die für das Ermüdungsrissswachstum in anderen Keramiken entwickelt wurden [12, 13] und erklären die verkürzte Lebensdauer unter Zug-Druck-Belastung.

Die vorliegenden Untersuchungen bei Raumtemperatur sind insofern relevant für Warmumformwerkzeuge, als gezeigt wurde, dass trotz der hohen Temperaturen des Walzgutes (etwa 1000°C) in der Keramik nur moderate Temperaturen (200°C – 300°C) auftreten [4], bei denen die Eigenschaften der Keramik sich nicht wesentlich von den Raumtemperatureigenschaften unterscheiden. Einen wesentlichen Einfluss auf das Risswachstum von Oberflächenrissen hat das verwendete Kühlmittel, wie Ermüdungsversuche in wässrigen Medien zeigten [14]. Für Risse unter der Oberfläche des Werkstücks sind jedoch die hier präsentierten Ergebnisse ausschlaggebend.

4. ZUSAMMENFASSUNG

An einem kommerziellen Siliziumnitrid wurden in 4-Punkt-Biegung zyklische Ermüdungsversuche im Zugschwellbereich und unter Zug-Druck-Belastung durchgeführt. Ergänzende Untersuchungen der Bruchflächen sollen Details zu den Risswachstumsmechanismen liefern.

Während für zyklische Zugbelastung eine hohe Dauerfestigkeit von etwa 75% der Kurzzeitfestigkeit gemessen wurde, zeigte das Material unter Zug-Druck-Belastung ein deutlich verstärktes Risswachstum und daher bei gleicher Maximalspannung eine kürzere Lebensdauer. Untersuchungen der Bruchflächen zeigten auf diesen Proben Hinweise auf Mechanismen, die auch in der Druckphase zu „echtem“ Ermüdungsrissswachstum führen, während die Bruchflächen der Proben mit Zugschwellbelastung keine Hinweis auf Mechanismen geben, die über die Hydrolyse der Si-O-Bindungen hinausgehen. Das wird auch durch die unterschiedlichen Paris-Exponenten für die zwei Belastungsbedingungen bestätigt.

Danksagung

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

BIBLIOGRAPHIE

- [1] Kailer, A.;Kozlowski, J.;Berroth, K.;Wötting, G.;Zleppnig, W.;Danzer, R.;Lengauer, M.: Industrie Diamanten Rundschau 37 (2003), 169-172
- [2] Danzer, R.;Lengauer, M.;Zleppnig, W.;Harrer, W.: International Journal of Materials Research 98 (2007), 1104-1114
- [3] Kailer, A.: Walzen mit Keramik, Fraunhofer Verlag, Stuttgart, 2009
- [4] Lengauer, M.;Danzer, R.: Journal of the European Ceramic Society 28 (2008), 2289-2298
- [5] Lengauer, M.;Danzer, R.;Rubeša, D.;Harrer, W.;Zleppnig, W.: Key Engineering Materials 290 (2005), 94-101

- [6] RoLiCer Consortium: in L. Rosso, A.F. de Baas (Eds.), Modelling in ROLICER 263476, Directorate-General for Research and Innovation 2012 Industrial Technologies Materials Unit EUR 25531 EN, (2012)
- [7] Munz, D.;Fett, T.: Ceramics, Springer, Berlin, Heidelberg, 1999
- [8] Danzer, R.;Lube, T.;Supancic, P.;Damani, R.: Adv. Eng. Mater. 10 (2008), 275-298
- [9] Michalske, T.A.;Freiman, S.W.: J. Am. Ceram. Soc. 66 (1983), 284-288
- [10] EN 843-1: Advanced Technical Ceramics - Mechanical properties of monolithic ceramics at room temperature: Part 1 - Determination of Flexural Strength, 2006
- [11] Lube, T.;Dusza, J.: Journal of the European Ceramic Society 27 (2007), 1203-1209
- [12] Reece, M.J.;Guiu, F.;Sammur, M.F.R.: J. Am. Ceram. Soc. 72 (1989), 348-352
- [13] Jacobs, D.S.;Chen, I.-W.: J. Am. Ceram. Soc. 77 (1994), 1153-1161
- [14] von der Wehd, C.;Lube, T.;Khader, I.;Kailer, A.;Degenhardt, U.;Berroth, K., in: H.-J. Christ (Ed.) Fortschritte in der Werkstoffprüfung für Forschung und Praxis, Verlag Stahleisen GmbH, Düsseldorf, (2013) 379-384