

Diplomarbeit

# Bestimmung der Festigkeit von PTC-Elektrokeramiken in Abhängigkeit von der Temperatur



durchgeführt am  
Institut für Struktur- und Funktionskeramik  
Montanuniversität Leoben, Österreich

von  
**Yusuf Ziya Salik**

unter Betreuung von  
O. Univ. Prof. Dr. Robert Danzer  
Ao. Univ. Prof. Dr. Peter Supancic

begutachtet von  
O. Univ. Prof. Dr. Robert Danzer  
Ao. Univ. Prof. Dr. Peter Supancic

# Danksagung

Hiermit möchte ich mich bei meiner Familie bedanken, die mich ein Leben lang immer in meiner Ausbildung unterstützt und viel Aufopferung gebracht haben...

Damit das Projekt fertig gebracht werden konnte, bedanke mich für jede Hilfe und Unterstützung bei Herrn Prof. Dr. R. Danzer der an mich geglaubt und mich immer unterstützt hat, und auch bei meinem Betreuer Herr Prof. Dr. P. Supancic, der mir eine Zusammenarbeit ermöglicht hat, außerdem auch bei der Frau Prof. Dr. Lube und dem Herrn Dipl.-Ing. W. Harrer möchte ich meinen Dank ebenso ausgesprochen haben. Für die moralische Unterstützung besten Dank auch an meine Freundin Bircan Dogan.

Ich möchte mich speziell bei einer Person bedanken, mit einer ewigen Liebe und Respekt, der die größte Rolle spielt mit seinem Verständnis in meiner Ausbildung und in meinen Abschluss. Für diese Person empfinde ich den gleichen Respekt wie an meiner Familie und werde diese Person meinem Leben lang nie vergessen. Ich werde Sie nie vergessen und habe Sie sehr lieb, Herr Prof. Danzer... Dankeschön...

## **Eidesstattliche Erklärung**

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

## **Affidavit**

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

Leoben, September 2011

---

Yusuf Ziya Salik

# Kurzfassung

Elektrokeramische Kaltleiter (PTC) werden auf der Werkstoffbasis von Bariumtitanat hergestellt. Es handelt sich dabei um einen polykristallinen, ferroelektrischen Werkstoff, der für elektronische Bauteile verwendet wird.

Je nach Temperatur kristallisiert Bariumtitanat in zwei polymorphen Gitter-Typen der Perowskit-Struktur. Bei einer Temperatur über der sogenannten Curie-Temperatur (120 °C) ist es kubisch und unterhalb dieser Temperatur tetragonal.

In diesem Projekt wurde die Festigkeit einer kommerziellen PTC-Keramik aus Bariumtitanat unterhalb und über der Curie-Temperatur untersucht. Dazu wurde die 4-Kugel-Methode verwendet, die auch für kleinvolumige Proben geeignet ist. Weshalb die 4-Kugel-Test-Methode verwendet wurde und welche Vorteile diese hat, wird in der Theorie erklärt und geschildert.

Um die Messung auch bei höheren Temperaturen durchzuführen zu können wurde ein temperaturbeständiges Auflager gebaut und der 4-Kugelversuch für die Messung in einem Ofen adaptiert. Es wurden PTC-Bauteile (kleinvolumige Zylinder mit ca. 8 mm Durchmesser und ca. 1,2 mm Höhe) bei den Temperaturen 20 °C, 100 °C, 120 °C, 150 °C und 200 °C untersucht. Die Temperaturen für die Messung wurden derart gewählt, dass Versuche sowohl deutlich unter als auch deutlich über der Curie-Temperatur ( $T_c=120\text{ °C}$ ) des PTC-Werkstoffs durchgeführt wurden. Als begleitende Analysen wurden Porositätsmessungen sowie fraktographische Untersuchungen an den gebrochenen Proben durchgeführt.

Es wurde gefunden, dass die Festigkeit der PTC-Keramik über der Curie Temperatur signifikant größer (+15 %) ist als unter der Curie Temperatur. Dies ist auf eine entsprechende Änderung der Bruchzähigkeit zurückzuführen. Da sich aber als Folge der Phasenumwandlung auch der Elastizitätsmodul verändert (er ist in der kubischen Phase um etwa 80 % höher als in der tetragonalen Phase), bedeutet dies insgesamt, daß die Bruchenergie in der tetragonalen Phase etwa 24 % größer als in der kubischen Phase ist. Dies dürfte auf nichtelastische Umklappvorgänge von Domänen zurückzuführen sein.

# Abstract

Electroceramic positive temperature coefficient resistors (PTC) are nowadays produced with Barium titanate-based ceramics. These electroceramics are polycrystalline, ferroelectric ceramic materials and are used for electronic components. The Barium titanate lattice (Perowskit structure) shows two polymorphic types of crystal systems depending on the temperature.

At a temperature above the so-called Curie temperature (120 °C) the crystal structure is the cubic and below this temperature it is tetragonal.

In this project, the mechanical strength of PTC components, i.e. cylindrical discs, is investigated studied above and below the Curie temperature. Since the components are relatively small (i.e. diameter: 8 mm, height: 1.5 mm), the so-called “Ball on Three Balls Test” has been chosen as strength testing method. The benefits of this method are described in the theoretical section of this work.

To obtain also strength values at temperatures above room temperature (i.e. 100 ° C, 120 ° C, 150 ° C and 200 ° C) the test has been carried out in an oven.

To interpret the strength results, microstructural and fractographical analysis of the specimens has been carried out.

It has been found, that the strength of the PTC-ceramic is about 15 % higher at temperatures above the Curie temperature compared to the strength at room temperature.

Generally tensile strength of brittle materials is related to the defect distribution and the fracture toughness. The observed change in strength can only be caused due to a change in the fracture toughness, since the defect distribution does statistically not change due to the temperature change. The fracture toughness itself is dependent on the Young`s modulus and the fracture energy release rate. Measurements of the Young`s modulus show an increase of about 80 % at temperatures above the Curie temperature compared to room temperature. This effect itself can not explain the observed result quantitatively. It can be concluded that some contributions to the change in strength have to be related with a temperature dependence of the specific energy release rate, which is probably caused by non-elastic domain wall movement in the tetragonal (low-temperature) phase.

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>EINLEITUNG</b> .....	<b>- 6 -</b>
<b>2</b>	<b>WERKSTOFFEIGENSCHAFTEN</b> .....	<b>- 9 -</b>
2.1	PTC-KERAMIK .....	- 9 -
2.2	BARIUMTITANAT .....	- 10 -
2.3	ELASTIZITÄTSMODUL .....	- 13 -
<b>3</b>	<b>FESTIGKEITSMESSUNG</b> .....	<b>- 15 -</b>
3.1	EINACHSIGE BIEGEVERSUCHE .....	- 15 -
3.2	DER 4-KUGEL-VERSUCH .....	- 16 -
3.2.1	4-KUGEL-VERSUCH: DURCHFÜHRUNG .....	- 18 -
3.3	STANDARDPRÜFBEDINGUNGEN .....	- 18 -
3.4	ABSCHLIEßENDE BEWERTUNG DES 4-KUGEL-VERSUCHES .....	- 22 -
<b>4</b>	<b>EXPERIMENTELLER TEIL</b> .....	<b>- 24 -</b>
4.1	EINLEITUNG .....	- 24 -
4.2	EXPERIMENTELLER AUFBAU FÜR DEN 4-KUGELVERSUCH BEI ERHÖHTEN TEMPERATUREN .....	- 24 -
4.2.1	EINBAU DES OFENS IN DIE ZWICK-BIEGEPRÜFMASCHINE .....	- 26 -
4.3	EXPERIMENTELLE ERGEBNISSE: FESTIGKEITSMESSUNG .....	- 30 -
4.4	EXPERIMENTELLE ERGEBNISSE: MESSUNG DER POROSITÄT .....	- 34 -
4.5	FRAKTOGRAPHIE .....	- 37 -
<b>5</b>	<b>DISKUSSION DER ERGEBNISSE</b> .....	<b>- 45 -</b>
<b>6</b>	<b>LITERATUR</b> .....	<b>- 47 -</b>
<b>7</b>	<b>ANHANG</b> .....	<b>- 49 -</b>

# 1 Einleitung

Wie bekannt gehört Bariumtitanat ( $BaTiO_3$ ) zur Gruppe der elektrokeramischen Kaltleiter (PTC). Viele elektronische Bauteile werden aus halbleitenden polykristallinen Keramiken (zum Beispiel aus  $BaTiO_3$ ) gefertigt. Bariumtitanat kristallisiert in der Perowskitstruktur, wobei mehrere polymorphe Gitter-Typen vorkommen. Für die Anwendung als Kaltleiter sind die tetragonale- und die kubische Struktur von Bedeutung. Die Phasenumwandlung in die kubische Hochtemperaturstruktur erfolgt bei einer Temperatur von 120 °C (Curie-Temperatur). [1]

Mechanische Eigenschaften sind für die Anwendung als Kaltleiterbauteile wichtig, da durch Temperaturunterschiede große Wärmespannungen auftreten können die in den spröden Bauteilen zu vorzeitigen Brüchen führen können. Die mechanischen Eigenschaften wurden bisher vor allem bei Raumtemperatur (unterhalb der Curie-Temperatur) untersucht. Messungen über der Curie-Temperatur sind uns nicht bekannt. Aufgrund dessen wurde in dieser Arbeit die Festigkeit einer Bariumtitanat PTC-Keramik unter- und überhalb der Curie-Temperatur untersucht.

Die Festigkeit von Keramik wird mit zwei Theorien beschrieben. Die Ältere nennt man die Griffith-Theorie (1920) und die Neuere die Irwin-Theorie (1956).

## Griffith-Theorie:

Griffith hat die Veränderung der freien Energie in einem Festkörper bei der Rissausbreitung untersucht. Ein Riss wächst, wenn die Energie dadurch verringert wird. Daraus kann eine Bedingung für die Bruchspannung abgeleitet werden [2]:

$$\sigma_f = \left( \frac{2 \cdot \gamma \cdot E}{\pi \cdot a} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{Gl.1})$$

$\sigma_f$ : Bruchspannung

$\gamma$ : Oberflächenenergie

$E$ : Elastizitätsmodul

$a$ : Risslänge

Die Festigkeit  $\sigma_f$  ist zur Risslänge umgekehrt proportional. Griffith hat für den Energieaufwand, der zur Erzeugung der Bruchflächen benötigt wird, den doppelten Wert (es gibt zwei Bruchflächen) der Oberflächenenergie betrachtet. Inzwischen hat sich herausgestellt, dass aber mehr „Bruchenergie“ aufzubringen ist:  $2\gamma \rightarrow G_c$ . Mit  $G_c$  wird die Energie pro Quadratmeter neuer Bruchfläche (kritischen Energiefreisetzungsrate) bezeichnet. Die Einheit ist  $N/m$ . [2]

$$\sigma_f = \left( \frac{2 \cdot G_c}{\pi \cdot a} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{Gl.2})$$

#### Irwin-Theorie:

Irwin hat die Spannung in der Umgebung der Rissspitze berechnet. Er konnte zeigen, dass die lokale Spannung zum Spannungsintensitätsfaktor ( $K$ ) proportional ist: [2]

$$K = \sigma \cdot \sqrt{\pi a} \quad (\text{Gl.3})$$

$\sigma$ : angelegte Spannung in der Probe ohne Riss. Zum Versagen (Bruch) kommt es, wenn der Spannungsintensitätsfaktor einen kritischen Wert (die Bruchzähigkeit  $K_c$ ) erreicht oder überschreitet:

$$K \geq K_c \quad (\text{Gl.4})$$

Daraus kann die Festigkeit berechnet werden: [2]

$$\sigma_f = K_c / \sqrt{\pi a} \quad (\text{Gl.5})$$

Durch Vergleich mit der Griffith-Formel erhält man:

$$K_c = \sqrt{EG_c} \quad (\text{Gl.6})$$

Dabei ist die Bruchzähigkeit  $K_c$  eine Materialeigenschaft. Um die Bruchzähigkeit  $K_c$  zu messen, wird der Spannungsintensitätsfaktor  $K$  erhöht, bis ein Bruch entsteht

( $K = K_c$ ) und sich der Riss ausbreitet. Entspricht  $K$  dem  $K_c$ , so erweitert sich der Riss und es entsteht ein Bruch. Aus diesem Grund gilt im Augenblick des Bruches: [2]

$$K_c = \sigma \cdot Y \sqrt{\pi \cdot a} \quad (\text{Gl.7})$$

$Y$ : Geometriefaktor, bei kurzen Rissen gilt:  $Y \sim 1$  (Riss und Probengeometrie ist vom Faktor  $Y$  abhängig) [2]

Mit diesen Voraussetzungen und mit diesem Wissen wurde diese Arbeit realisiert.

## 2 Werkstoffeigenschaften

### 2.1 PTC-Keramik

Temperaturabhängige Widerstände kann man in folgende zwei Gruppen unterteilen:

- Kaltleiter
- Heißleiter

Kaltleiter weisen einen positiven Temperaturkoeffizienten (PTC) auf. Im Gegensatz dazu besitzen die Heißleiter einen negativen Temperaturkoeffizienten (NTC). Der Temperaturverlauf des spezifischen Widerstandes einer typischen (donordotierten)  $BaTiO_3$  Keramik ist in Abbildung 1 dargestellt.

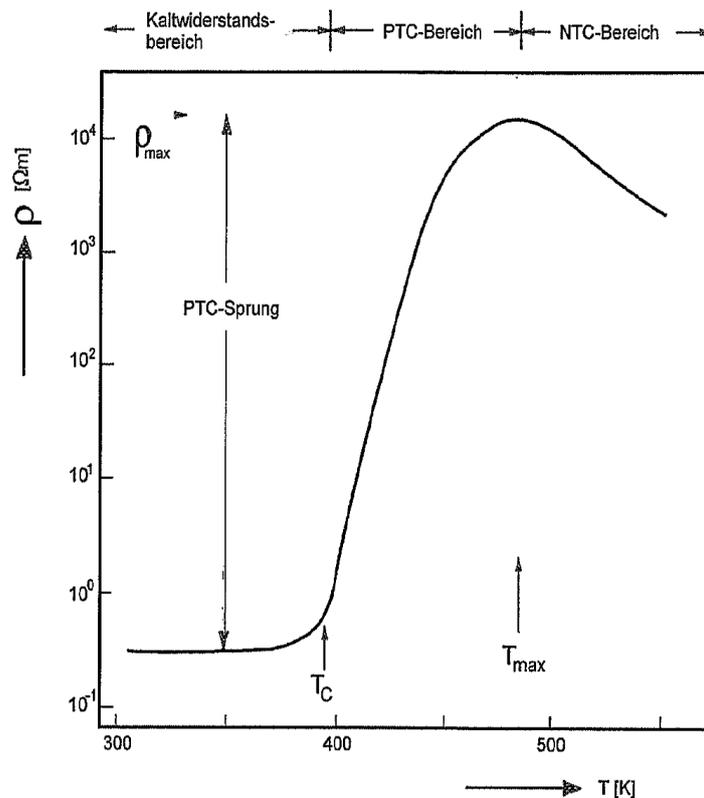


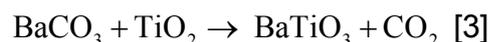
Abbildung 1: Temperaturabhängigkeit des spezifischen Widerstandes für eine PTC- Keramik auf der Basis von donatordotiertem  $BaTiO_3$  [2]

Das Material zeigt im Kaltwiderstandsbereich (bis zur Curie-Temperatur  $T_c$ ) einen für halbleitende Titanatkeramiken typischen niedrigen spezifischen Widerstand. Dieser steigt im PTC-Bereich um bis zu 5 bis 7 Größenordnungen an. Man kann Temperaturkoeffizienten von über 100 % / K erreichen. Die Keramiken zeigen im Kaltleiterbereich ferroelektrische Eigenschaften. Ab der Temperatur  $T_{max}$  beginnt der Bereich des negativen Temperaturkoeffizienten, d.h. der Widerstand nimmt mit steigender Temperatur ab. Das Verhalten (Curie-Temperatur bzw. die PTC-Kurve) kann durch Mischkristallbildung in einem weiten Bereich verschoben werden. Zum Beispiel durch Substitution von Barium durch Sr (im  $BaTiO_3$ ) wird eine Erniedrigung der Curie-Temperatur verursacht. [2]

Kaltleiter können in verschiedenen Einsatzgebieten angewendet werden. Beispielsweise ermöglicht ihr extrem hoher Temperaturkoeffizient den Einsatz als Temperatursensor für eine exakte Temperaturmessung. Eine weitere typische Anwendung ist die Sicherung gegen das Überschreiten einer kritischen Temperatur. Hier wird verwendet, dass der Widerstand ab der Curie-Temperatur stark ansteigt. Ein in Serie geschalteter Kaltleiter schaltet den Strom bei überschreiten der Curie-Temperatur somit quasi ab. Durch Legieren kann die Schalttemperatur eingestellt werden. Solche Kaltleiter werden als Übertemperaturschutz z.B. in Motorwicklungen angewendet. [13]

## 2.2 Bariumtitanat

Bariumtitanat ist ein Oxid des Titans mit der chemischen Formel  $BaTiO_3$ . Es kann bei einer Temperatur von etwa 1200 °C durch Kalzinierung hergestellt werden:



$BaTiO_3$  kristallisiert in der Perowskit, die in Abbildung 2 dargestellt ist.

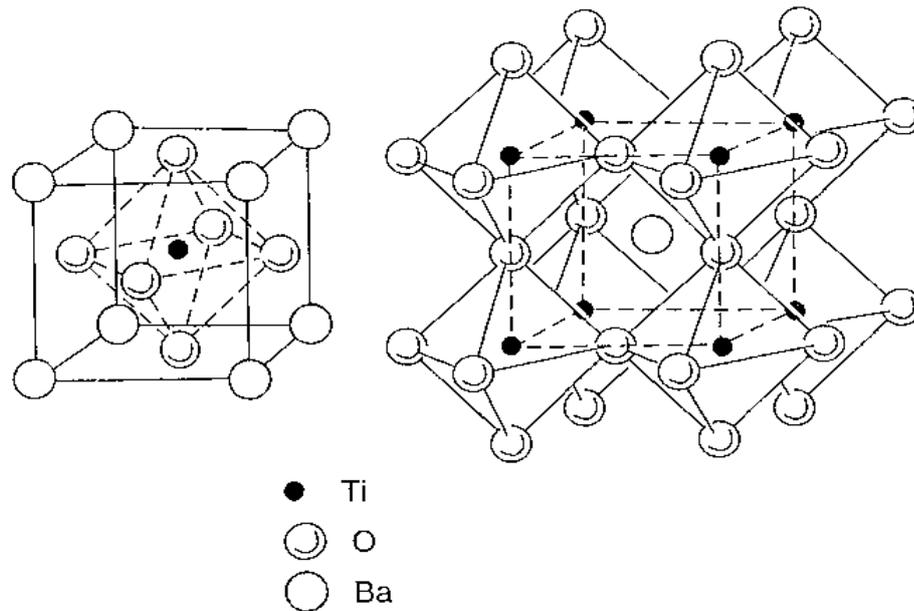


Abbildung 2: Bariumtitanat liegt bei Temperaturen über 120 °C in der Perovskit Struktur vor [1]

Die Sauerstoff-Ionen (in den Flächenzentralen) und die Barium-Ionen (an den Ecken) sind jeweils an den Positionen eines kubisch flächenzentrierten Gitters angeordnet. Die relativ kleinen Titanatome sind in einer der Oktaederlücken (in der Raumzentrale) von sechs Sauerstoff-Ionen umgeben. Jedes der relativ großen Barium-Ionen ist von zwölf Sauerstoff-Ionen umgeben. [1]

Da die  $Ti^{+4}$ -Ionen sehr klein sind, sind sie in der Oktaederposition nicht stabil. Es wird angenommen, dass es in Richtung der sechs Sauerstoff-Ionen jeweils ein Energieminimum gibt. Die  $Ti$ -Ionen sind statistisch in einem dieser sechs möglichen Minima positioniert. Dies führt zur Polarisierung der  $Ti$ -Ionen, wenn ein elektrisches Feld angelegt wird, indem die Titan-Ionen aus ihrer zufälligen Positionen in Feldrichtung ausgerichtet werden. Dies führt zu einer starken Polarisierung und zu einer hohen Dielektrizitätskonstante. [1]

Kristallstruktur und Polarisierung hängen von der Temperatur ab, wie in Abbildung 3 ersichtlich ist. Bei den Temperaturen über 120 °C sind die thermischen Schwingungen stark genug, dass die Titan-Ionen statistisch verteilt sind und die tetragonale Phase verschwindet. Bei Temperaturen unter über 120 °C sitzt das  $Ti$ -Ion in der Oktaederlücke nun in einer Position außerhalb der Mitte. Dies führt zu einem

permanenten Dipol. Die Temperatur der Transformation von der kubischem zur tetragonalen Struktur heißt Curie-Temperatur. [1], [4]

Es sei angemerkt, dass es in polykristalline Werkstoffen aber in der Regel zu keiner makroskopischen Polarisierung kommt, da sich in den ehemals kubischen Kristalliten zufällig orientierte Dipol-Domänen bilden.

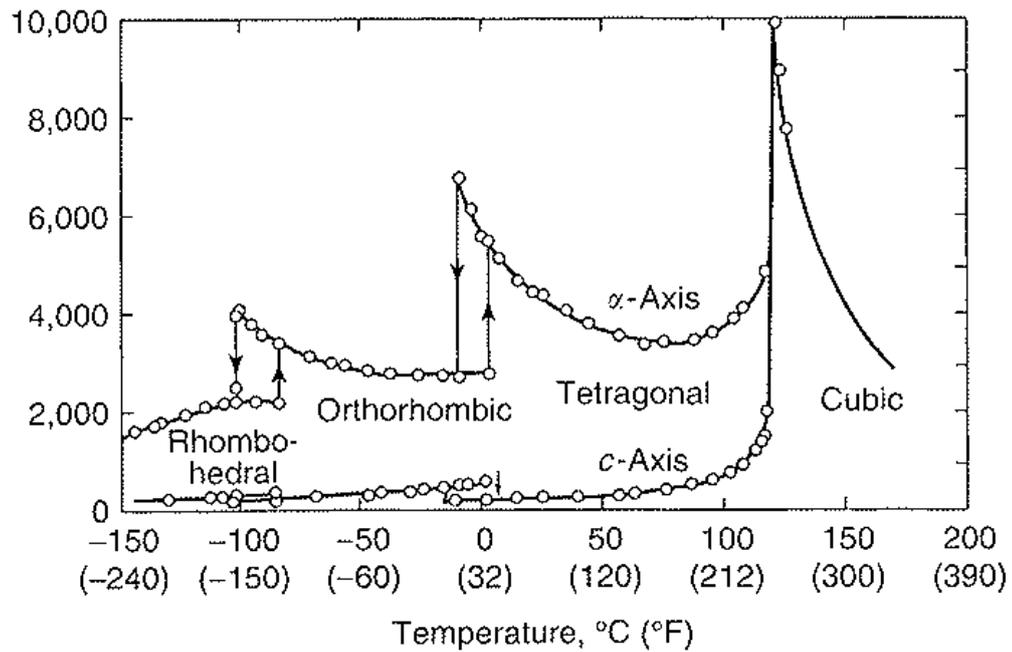


Abbildung 3: Verlauf der dielektrischen Konstanten mit der Temperatur [1], (Merz 1949)

## 2.3 Elastizitätsmodul

Elastizitätsmodul ist ein Materialkennwert aus der Werkstofftechnik, der den Zusammenhang zwischen Spannung und Dehnung bei der Verformung eines festen Körpers bei linear elastischem Verhalten beschreibt. Der Elastizitätsmodul wird mit *E-Modul* oder als Formelzeichen mit *E* abgekürzt und hat die Einheit einer mechanischen Spannung. Der Elastizitätsmodul ist als Steigung des Graphen im Spannungs-Dehnungs-Diagramm bei einachsiger Belastung innerhalb des linearen Elastizitätsbereichs definiert. [10]

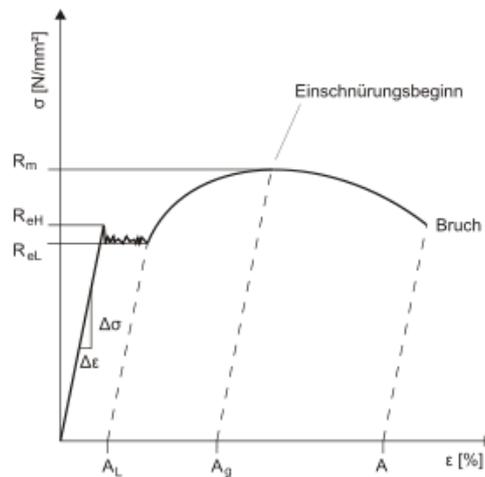


Abbildung 4: Spannungs-Dehnungs-Kurve [10]

$$E = \frac{\sigma}{\epsilon} = \frac{F / A_0}{\Delta L / L_0} = \frac{F \cdot L_0}{A_0 \cdot \Delta L} \quad (\text{Gl.8})$$

Querschnittsfläche  $A_0$ , Länge  $L_0$  und Elastizitätsmodul  $E$ , Spannung  $\sigma$ , Dehnung  $\epsilon$

Der *E-Modul* für keramische Werkstoffe ist im Allgemeinen höher als bei metallischen Werkstoffen. Je stärker die ionische Bindung, umso höher ist

der  $E$ -Modul. Bei kovalenter Bindung ist der  $E$ -Modul höher als bei ionischer Bindung. [11] Typische Werte sind in Tabelle 1 angegeben.

Werkstoff	Bindungstyp	Elastizitätsmodul, $GPa$
$Al_2O_3$	stark ionisch	380
Glas	nicht kristallin	70
$SiC$	kovalent	410
$Si_3N_4$	schwach kovalent	300
$ZrO_2$	schwach ionisch	138
Stahl	metallisch	200 – 220

Tabelle 1 :E-Modul von keramischen Werkstoffen

Im Allgemeinen hängt der Elastizitätsmodul nur sehr schwach von der Temperatur ab. Bei Bariumtitanat zeigt der Elastizitätsmodul bei der Curietemperatur aber einen sprunghaften Anstieg. Er ist in der Hochtemperaturphase etwa doppelt so hoch als in der Tieftemperaturphase (siehe Abbildung 5). [12]

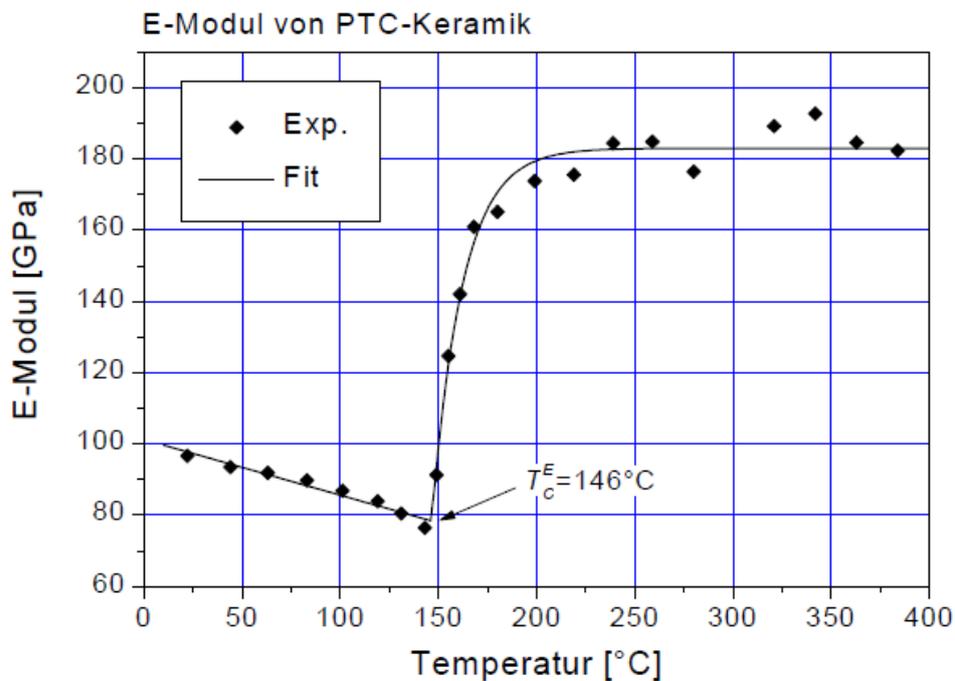


Abbildung 5: Eine Darstellung des experimentell bestimmten Verlaufes des E-Moduls als Funktion der Temperatur. [12]

## 3 Festigkeitsmessung

Die Festigkeit von Keramiken wird in der Regel in einem Biegeversuch (3-Punkt oder häufiger auch 4-Punkt) an balkenförmigen Proben gemessen. In den vergangenen 30 Jahren wurden große Anstrengungen unternommen, um den Biegefestigkeitsversuch zu normieren. Dies hat zu einer europäischen- und auch zu einer ISO-Norm geführt. Als Proben sind quaderförmige Stäbchen mit  $3 \times 4 \times 45 \text{ mm}^3$  vorgesehen.

Die Genauigkeit der Festigkeitsmessung beträgt etwa 2 % des Messwertes. Die Messunsicherheit steigt deutlich an, wenn die Proben kleiner werden [6].

Wie in der Einleitung beschrieben, hängt die Festigkeit von der Größe und der Verteilung von Rissen (Defekten) ab, die immer in der Probe vorkommen. Solche Defekte entstehen durch Inhomogenitäten im Werkstoff oder an seiner Oberfläche. Die Verteilung der Defekte hängt von der Herstellung des Bauteiles bzw. der Probe ab. Deshalb müssen Proben aus den Bauteilen selbst bestehen, oder aus den Bauteilen entnommen werden.

Häufig sind aber die Bauteile so klein, dass der Versuche unter Standardbedingungen nicht durchgeführt werden können.

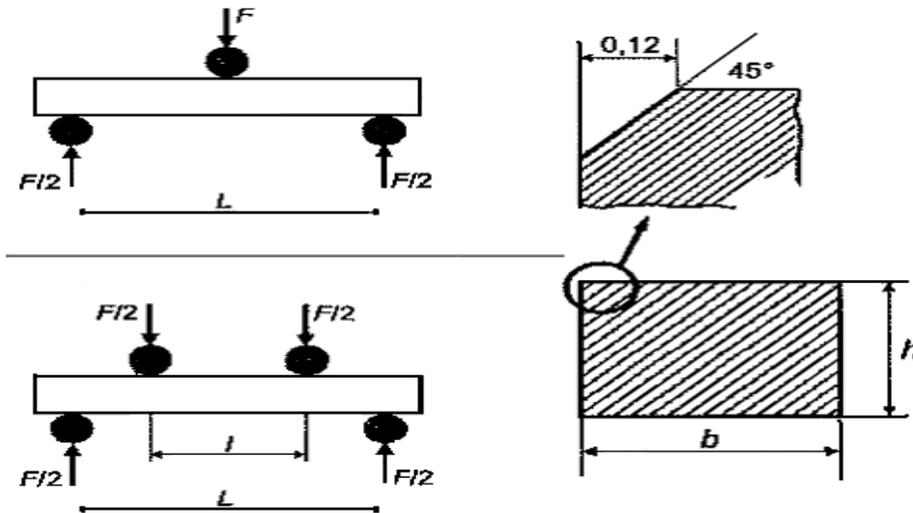
### 3.1 Einachsige Biegeversuche

Die Biegefestigkeit ist als die maximale nominale Randfaserspannung im Moment des Versagens definiert. Es wird angenommen, dass sich die Proben wie dünne, linear-elastische Balken verhalten und nur wenig verformt werden. Wird diese Voraussetzung erfüllt, kann die Berechnung der Bruchspannung aus dem maximalen Biegemoment  $M_{\max}$  und dem Widerstandsmoment der Probe um die Biegeachse  $W$  nach

$$\sigma_b = \frac{M_{\max}}{W} \quad (\text{Gl.9})$$

durchgeführt werden [5].

In Tabelle 2 sind die Formeln zur Berechnung der maximalen Randfaserspannungen für die konkreten Prüfgeometrien angeführt.



$$\text{Form A: } \sigma_b = \frac{3F_{\max} L}{2bh^2} \quad b=2,5 \text{ mm}; h=2 \text{ mm}; lp>5 \text{ mm}; L=20 \text{ mm}; l=10 \text{ mm} \quad (\text{Gl.10})$$

$$\text{Form B: } \sigma_b = \frac{3F_{\max} (L-l)}{2bh^2} \quad b=4 \text{ mm}; h=3 \text{ mm}; lp>45 \text{ mm}; L=40 \text{ mm}; l=20 \text{ mm} \quad (\text{Gl.11})$$

Abbildung 6: Standardisierte Prüfgeometrien und Probenformen für 3 und 4-Punkt-Biegeversuche, sowie Formeln zur Berechnung der jeweiligen Biegefestigkeit.[5]

### 3.2 Der 4-Kugel-Versuch

Der 4-Kugel-Versuch ist ein einfach durchzuführender Versuch, zur Ermittlung der biaxialen Biegefestigkeit. Die scheibenförmige Probe wird zentrisch auf drei gleich große, einander berührenden Kugeln gelegt und dann senkrecht zur gegenüber liegenden Deckfläche mittig über eine vierte Kugel (Last-Kugel) mit zunehmender Kraft belastet, bis der Bruch erfolgt. [6]

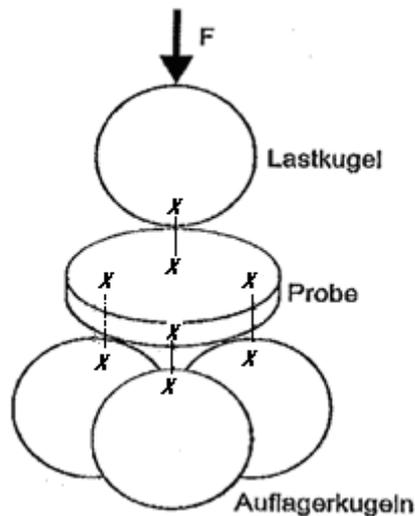


Abbildung 7: Schematische Darstellung des 4-Kugelversuches.

Zur besseren Erkennbarkeit sind Kugeln und Probe auseinandergerückt. Die Krafteinleitung erfolgt längs der Symmetrieachse des Systems. Die scheibenförmige Probe wird auf die drei Auflagerkugeln gelegt und mittig über die Lastkugel belastet [6].

Der größte Vorteil der biaxialen Festigkeitsversuche ist, dass der Probenrand (die Kanten weisen häufig Ausbrüche und Risse auf) keinen Einfluss auf die Festigkeit hat. Weiters können auch sehr kleine Proben mit hoher Präzision geprüft werden. Als Proben kommen vor allem scheibenförmige Körper in Frage. Daher eignen sich die scheibenförmigen PTC-Bauteile für diese Prüfung. Wegen der gut definierten Lasteinleitung (Kugel-Fläche-Kontakt) können auch unbearbeitete Teile (im as-sintered Zustand) geprüft werden, selbst wenn sie nicht exakt planparallele Flächen aufweisen.

### 3.2.1 4-Kugel-Versuch: Durchführung

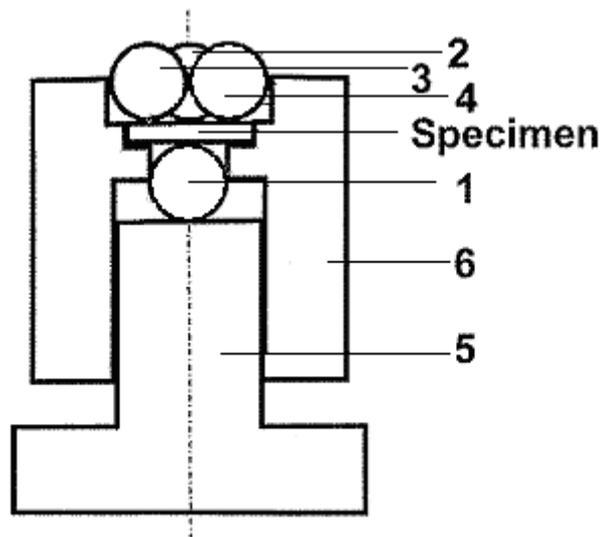


Abbildung 8: Prüfvorrichtung mit Schablone zur exakten Positionierung von Auflagerkugeln und Probe und Lastkugel [7] [8]

Zuerst wird die Belastungskugel (1) auf das Metallteil (5) gestellt und von der Einlegehilfe (6) in der Position gehalten. Danach wird die Probe zentral auf der Belastungskugel (1) platziert und ebenfalls durch die Einlegehilfe gehalten. Folgend werden die Stützkugeln (2, 3 und 4) auf die Probe gelegt und wiederum durch das Teil (6) abgestützt. Beim Test wird zuerst eine Vorbelastung durchgeführt (etwa 10 % der erwarteten Bruchlast) und dann die Einlegehilfe herunter geschoben. Damit werden die Kugeln und die Probe freigesetzt und sie werden nur mehr durch die Reibung zwischen Kugeln und Probe gehalten. Nun kann die Last solange gesteigert werden, bis der Bruch erfolgt. [6] [7]

### 3.3 Standardprüfbedingungen

Die maximale Zugspannung  $\sigma$  (i.e. erste Hauptspannung) in den Proben wird in für verschiedene Proben- und Prüfgeometrien berechnet [6]

$$\sigma_m = f \frac{F}{t^2} \quad (\text{Gl.12})$$

Sie ist proportional zur angelegten Kraft ( $F$ ) und indirekt proportional zum Quadrat der Probendicke ( $t$ ). Auch der Faktor  $f$ , der für typische Situationen zwischen 0,5 und 1 liegt, hängt (schwach) von dem Probendicken ab. Die Probendicke hat somit einen besonders starken Einfluss auf die maximale Spannung in der Probe.

Der Proportionalitäts-Faktor  $f$  hängt im Allgemeinen von einer sehr großen Anzahl von Einflussfaktoren ab, die in der Tabelle 2 (Teil a) zusammengefasst sind. Um diese Zahl zu verringern und damit die Auswertung der Experimente zu erleichtern wurden folgende Vereinfachungen getroffen:

Alle Kugeln sind gleich groß und aus demselben Material. Daher gilt:

$$R_K = R_L, \quad E_K = E_L, \quad \nu_K = \nu_L$$

Die Auflagerkugeln berühren einander (siehe Abb.9):

$$R_a = \frac{2\sqrt{3}}{3} \cdot R_K \quad (\text{Gl.13})$$

Die Durchbiegung ist so klein, dass keine Nichtlinearitäten in der Kraft auftreten. Weiters wird angenommen, dass die Reibung vernachlässigbar ist. Dazu müssen die Auflagerkugeln frei beweglich sein. Damit reduziert sich die Zahl der Parameter von dreizehn auf vier ( $R, t, R_a, \nu$ ). Allerdings gehen nur relative Größen ein. Somit beträgt die Zahl der zu berücksichtigenden Parameter nur mehr drei (siehe Tabelle 2b). [6]

Unter Annahme dieser Bedingungen hängt der Faktor  $f$  nur mehr von den Parametern  $\alpha$ ,  $\beta$  und  $\nu$  ab:  $f = f(\alpha; \beta, \nu)$ ; ( $\alpha = t/R$  das Probendickenverhältnis und  $\beta = R_a/R$  ist das Auflageradienverhältnis, wobei  $R$  der Probenradius und  $R_a$  der Auflageradius sind):

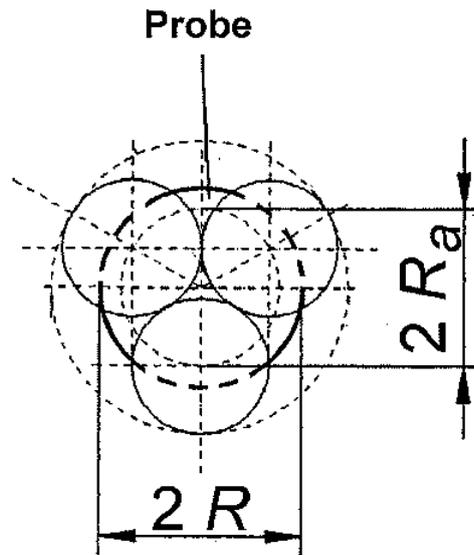


Abbildung 9: Schematischer Aufbau des 4-Kugeltests, Grundriss

Diese Funktion wurde im Parameterbereich  $0.6 \leq \beta \leq 0.9$  und  $0.05 \leq \alpha \leq 0.6$  und  $0,2 \leq \nu \leq 0,35$  numerisch mit mehr als 2000 FE-Rechnungen evaluiert und als analytische Funktion approximiert. Das angegebene Ergebnis hat eine Unsicherheit von  $\pm 2\%$  oder weniger. [6]

In Tabelle 2 sind die Einflussparameter auf den Vorfaktor  $f$  zusammengestellt und für den Versuch günstige Bereiche angegeben. Im Teil b sind die Standardprüfbedingungen definiert.

Tabelle 2: Einflussgrößen auf die maximale Zugspannung in der Probe (Prüfspannung) und Gültigkeitsbereich der Standardprüfbedingungen [6]

<u>2a) Parameter, die Einfluss auf <math>f</math> haben können:</u>			
Parameter	Symbol	Einheit	Gültigkeitsbereich
Radius der Probe	$R$	m	$\geq 1$ mm
Dicke der Probe	$T$	m	$\geq 0,2$ mm
Elastizitätsmodul der Probe	$E$	MPa	$\geq 50$ GPa
Poisson Zahl der Probe	$\nu$	-	$0,1 < \nu < 0,4$
Radius der Auflagerkugeln	$R_K$	m	$R_K \approx 0,6 R - 0,8 R$
Elastizitätsmodul der Auflagerkugeln	$E_K$	MPa	$E = 210$ GPa
Poisson Zahl der Auflagerkugeln	$\nu_K$	-	$\nu = 0,33$
Radius der Lastkugeln	$R_L$	m	$R_K = R_L$
Elastizitätsmodul der Lastkugeln	$E_L$	MPa	$E = 210$ GPa
Poisson Zahl der Lastkugeln	$\nu_L$	-	$\nu = 0,33$
Auflagerradius	$R_a$	M	$R_a = 2\sqrt{3} \cdot R_K / 3$
Reibungskoeffizient zwischen Auflagerkugeln und Probe	$\mu$	-	Rollreibung
Prüfkraft	$F$	N	
<u>2b) Parameter, die unter Standardprüfbedingungen Einfluss auf <math>f</math> haben:</u>			
Relative Dicke der Probe	$\alpha = t / R$		$0,1 \leq \alpha \leq 0,5$
Relativer Auflagerradius	$\beta = R_a / R$		$0,7 \leq \beta \leq 0,9$
Poisson Zahl der Probe	$\nu$		$0,1 \leq \nu \leq 0,4$

### 3.4 Abschließende Bewertung des 4-Kugel-Versuches

Folgend werden die Vor- und Nachteile des 4-Kugel-Versuches besprochen: [3]

- Diese Methode ist einfach anzuwenden.
- Die potentiellen Messungsgenauigkeiten des 4-Kugel-Versuches wurden genauer untersucht, als die Messungsgenauigkeiten bei anderen Festigkeitstests.
- Zur Bestimmung der biaxialen Festigkeit ist die Krafteinleitung eindeutiger definiert als bei allen anderen Verfahren. Dies reduziert sie Messgenauigkeiten.
- Ein weiterer Vorteil des 4-Kugel-Versuches liegt darin, dass für die Bestimmung der biaxialen Festigkeit der Einfluss der Reibung deutlich erniedrigt ist, was für die besseren Messgenauigkeiten notwendig ist.
- Gegen Ungenauigkeiten bei der Zentrierung der Probe ist diese Methode besonders tolerant, was die Prüfung besonders an kleinen Proben ermöglicht.
- Bei kleinen Abweichungen der Probengeometrie von der tatsächlichen Geometrie ist diese Methode sehr vorteilhaft, was die aufwendige Bearbeitung und damit auch die Kostensenkung reduziert.
- Die notwendige hohe Zugspannung für die Bestimmung der Festigkeit tritt nur in einem eng begrenzten Bereich unterhalb der Lastkugel auf. Das ist natürlich von Vorteil, da kleine Absplitterungen an den Probekanten sind, anders als beim standardisierten Biegeversuch keinen Einfluss auf das Messergebnis haben. Damit wird die Zahl ungültiger Versuche reduziert.
- Die entsprechende hohe Konzentration der Zugspannung auf einem engeren Bereich kann auch von Nachteil sein, weil dies ein kleines effektives Volumen der Material bewirkt. Zum Beispiel in der Bruchstatistik ist es meistens notwendig, dass durch viele Versuche und möglichst ein großes effektives Volumen der Proben ein möglichst großes Volumen auf Fehler durchzusuchen.
- Die hohe Zugspannungskonzentration auf einem kleinen Areal kann zur Charakterisierung der Festigkeit an verschiedene Stellen von plattenförmigen Bauteilen angewendet werden (lokale Bestimmung der Festigkeit).
- Die Spannungszustände, die in der Praxis auftreten, sind meistens biaxial. Daher ist die Verwendung des 4-Kugel-Versuches relevanter Methode ist als der standardisierte Biegeversuch.

- Ein biaxialer Spannungszustand ist bei spröden Werkstoffen gefährlicher als ein einachsiger Zustand, weil die Oberflächenrisse hier beliebiger Orientierung bruchauslösend sein können, während im einachsigen Zustand nur Risse gefährlich sind, die quer zur Spannungsrichtung stehen.
- Meistens ist die Spannungsverteilung in der Probe nicht zylindersymmetrisch. Daher wird für ihre Berechnung eine drei-dimensionale Analyse benötigt. Zum Beispiel die Berechnung der Prüfspannung kann nur mehr mit aufwendigen numerischen Verfahren möglich sein.
- „Die Lasteinleitung erfolgt (in der Mitte der Druckseite der Probe) in der Nähe der Stellen, welche zur Ermittlung der Prüfspannung herangezogen wird (die Mitte der Zugseite der Probe) und die Kontaktfläche zwischen der Lastkugel und der Probe ändert sich nicht linear mit der Prüfkraft“. Details der Lasteinleitung können daher Einfluss auf die Prüfspannung bewirken, und dass der Zusammenhang zwischen Prüfspannung und Prüfkraft nicht linear wird. Allerdings ist diese Nichtlinearität im Standardprüfbereich vernachlässigbar.
- Bei hochfesten Materialien, die einen besonders kleinen Elastizitätsmodul besitzen, muss die Versuchsauswertung mit eigenen FE-Modellen unter exakter Berücksichtigung der Kontaktsituation erfolgen.[6]

# 4 Experimenteller Teil

## 4.1 Einleitung

In dieser Arbeit wird das mechanische Verhalten von kleinvolumigen keramischen Bauteilen (PTC) bei unterschiedlichen Temperaturen untersucht. Die Festigkeit der PTCs wird mit Hilfe des 4-Kugel-Versuches bei verschiedenen Temperaturen bestimmt. Dazu wurden kleinvolumige Bauteile mit ca. 8 mm Durchmesser und ca. 2,9 mm Höhe vom Hersteller EPCOS zur Verfügung gestellt.

Die Temperaturen für die Messung wurden derart gewählt, dass sie sowohl deutlich unter (20 °C) als auch deutlich über (200 °C) der Curie-Temperatur (120°C) des PTC-Werkstoffs liegen. Um auch die Festigkeit um den Phasenübergang (der Curie-Temperatur) zu erfassen wurden zusätzlich Versuche bei 100 °C, 120 °C, und 150 °C durchgeführt. Es wurden jeweils zwischen 10 bis 20 Proben pro Temperatur geprüft. Als Zugseite wurde immer eine unbehandelte (nicht bearbeitete) Sinteroberfläche gewählt.

Weiters wurden die Porosität der Bauteile gemessen.

## 4.2 Experimenteller Aufbau für den 4-Kugelversuch bei erhöhten Temperaturen

Es wurde ein temperaturbeständiges 4-Kugelversuchsaufleger (für Proben mit einem Durchmesser von 7,9 mm und einer Probenhöhe von 1 mm bis 4 mm) für die Festigkeitsmessung aus dem hitzbeständigen Edelstahl 14301 gebaut und in einen Ofen integriert. Der Probenstempel wurde aus  $\text{Si}_3\text{N}_4$  gefertigt und durch eine Öffnung in den Ofen eingeführt (siehe Abb. 10 und 11). Der Ofen ist mit dem Rahmen der Prüfmaschine ZWICK® Z010 verbunden.

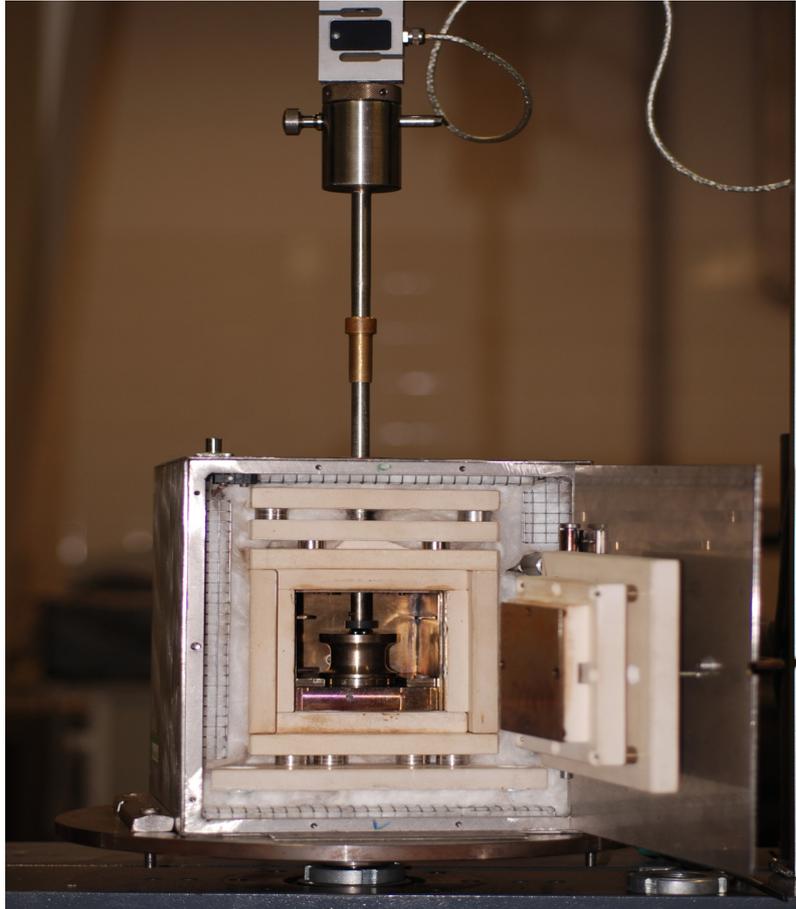


Abbildung 10: Entwickelte Prüfvorrichtung zur Bestimmung der Vierkugelfestigkeit bei erhöhten Temperaturen. Der Prüfstempel aus Siliziumnitrid wird durch den Ofen in den Prüfraum eingeführt.



Abbildung 11: Der Probenstempel aus  $\text{Si}_3\text{N}_4$

#### 4.2.1 Einbau des Ofens in die ZWICK-Biegeprüfmaschine

Beim Versuch wurde eine Stahlplatte am unteren Flansch der Prüfvorrichtung montiert. Dann wurde der Ofen auf die Stahlplatte gestellt und der Stahlprüfstempel am oberen Flansch montiert. Dabei wurde die Bohrung des Ofens mittig unter dem Stempel ausgerichtet. Zur genaueren Positionierung wurde der Stempel mit einer Hülse versehen, die genau in die Bohrung des Ofens passt, siehe Abb. 12. Dann wurde der Stempel langsam absenkt. Die Ausrichtung wurde, kurz bevor der Stempel in die Ofenbohrung eindringt, nochmals kontrolliert. Dann wurde der Stempel weiter absenket, bis er im Inneren sichtbar wird. Danach ist der Stempel positioniert und die Biegeprüfeinrichtung ist betriebsbereit.



Abbildung 12: Stahlhülse zur Positionierung des Ofens in Relation zum Stempel

Der Ofen ist mit einem digitalen Temperaturregler (E5CK) der Firma OMRON ausgestattet. Für die Biegeprüfung hat sich eine Aufheizgeschwindigkeit von ca. 5 °C/Minuten und eine Haltezeit von 20 Minuten bewährt.

Um sicherzustellen, dass diese Prüfanordnung zuverlässig arbeitet, wurden bei Raumtemperatur Messungen an Proben derselben Herstellungsladung mit der neuen (im Ofen befindlichen) und einer bereits lang etablierten Vorrichtung vorgenommen.

Beide Messserien liefern identische Ergebnisse. Sie werden im Abschnitt über Ergebnisse besprochen.

Der Durchmesser der PTCs beträgt 7,9 mm. Es wurden Auflagerkugeln mit einem Radius von  $R_K = 2,7475$  mm gewählt. Dies ergibt einen Auflagerradius  $R_a$  von 3,1725 mm ( $R_a = \frac{R_K}{\cos 30}$ ). Die Poisson-Zahl von PTCs wurde in [9] bestimmt. Sie beträgt  $\nu = 0,29$ . Für den Vorfaktor  $f$  aus Gleichung. 13 ergibt eine Analyse der Ergebnisse aus  $f\left(\frac{t}{R}, \frac{Ra}{R}, \nu\right)$ . [7] [6]

$$f(\alpha, 0,803, 0,29) = 1,689 - 1,921(\alpha - 0,3165) \quad (\text{Gl.14})$$

Die Dicke der zylindrischen Proben ist leicht unterschiedlich. Sie wird für jede Probe separat ermittelt und der Vorfaktor mit Hilfe der obigen Gleichung berechnet. Für die später benützte Probendicke von etwa 1,25 mm ergibt der Vorfaktor etwa  $f \approx 1,69$ .

Die originale Dicke der Bauteile beträgt 2,3 mm, d.h. der Parameter  $\alpha$  ist etwa 0,55 und liegt daher außerhalb des empfohlenen Prüfbereiches (siehe Tabelle 2). Die Teile sind somit zu dick, um mit dem 4-Kugel-Versuch korrekt geprüft zu werden. Es kommt kein gültiger Bruch zustande. Zwei Beispiele dazu sind unten dargestellt (Bild 13).



Abbildung 13.1: Ungültiger Versuch an einem originalen PTC-Bauteil (Höhe ca. 2,26 mm) bei 200 °C. Das Dickenverhältnis der Probe ist zu groß (0,6) und der Bruch geht nicht von der Probenmitte, sondern von einer Kontaktstelle mit einer Kugel aus.

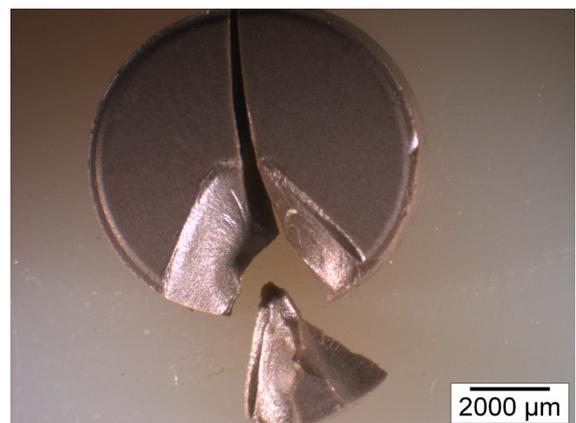
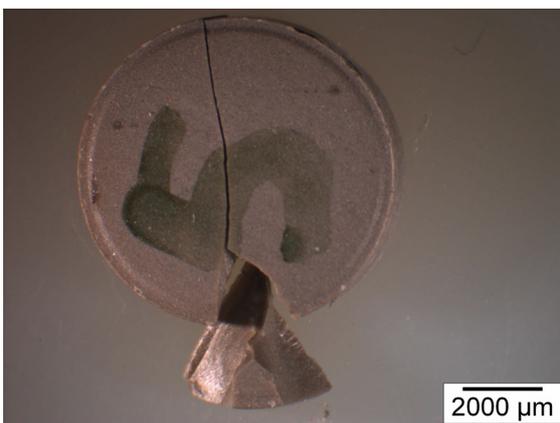


Abbildung 13.2: Ungültiger Versuch bei einer Prüftemperatur von 200 °C. Die Probenhöhe beträgt ca. 2,27 mm. Der Bruch geht nicht von der Probenmitte, sondern von einer Kontaktstelle mit einer Kugel aus.

Um die Prüfkräfte zu verringern und um einen gültigen Versuch mit dem Bruchausgang in der Probenmitte zu erhalten wurden die PTC-Bauteile vor dem Test auf eine Höhe von ca. 1,25 mm abgeschliffen. Damit beträgt das Dicken/Radienverhältnis nur mehr  $\alpha = 0,3$  und liegt somit im empfohlenen Wertebereich. Der Vorfaktor für die Spannung ist nun etwa  $f = 1,97$ . Es sei angemerkt, dass dieser Faktor individuell für jede Probe (entsprechend ihrer tatsächlichen Dicken) nach Gleichung 14 ermittelt wurde. Gültige Versuche, die mit solchen Proben ermittelt

wurden, zeigt Abb. 14. Man kann erkennen, dass sich der Bruchausgang nun in der Mitte der Probe befindet.

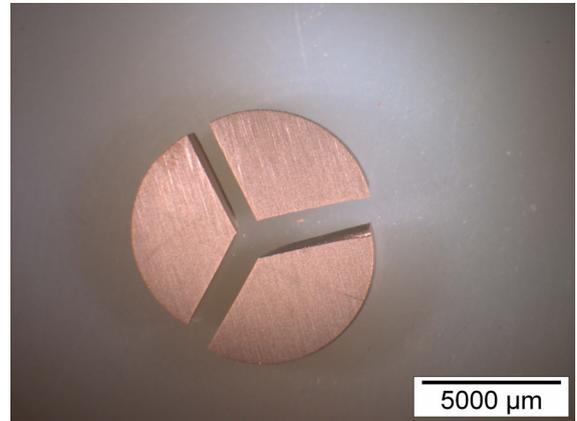
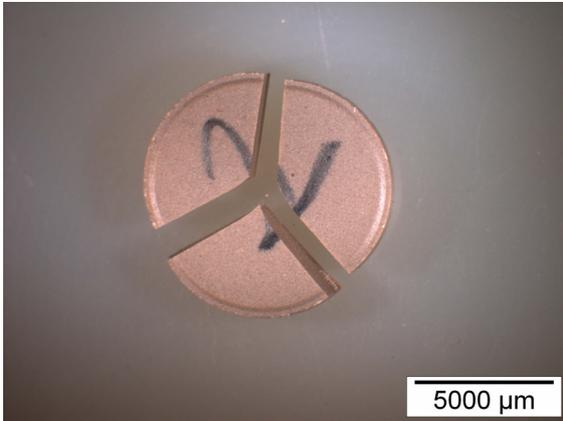


Abbildung 14.1: Gültiger Versuch bei einer Prüftemperatur 200°C. Die Dicke der Probe wurde durch Schleifen auf 1,24 mm reduziert. Das Dickenverhältnis der Probe ist nun nur mehr 0,16.

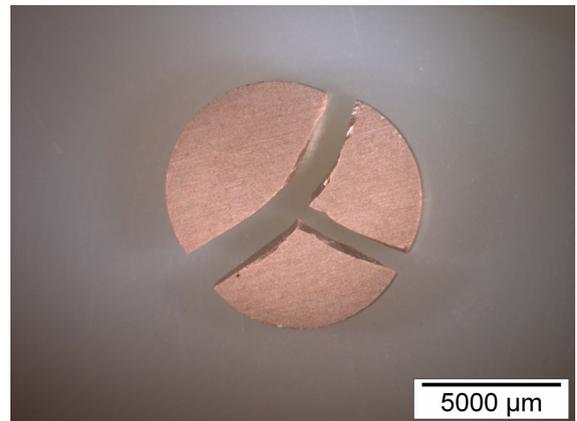
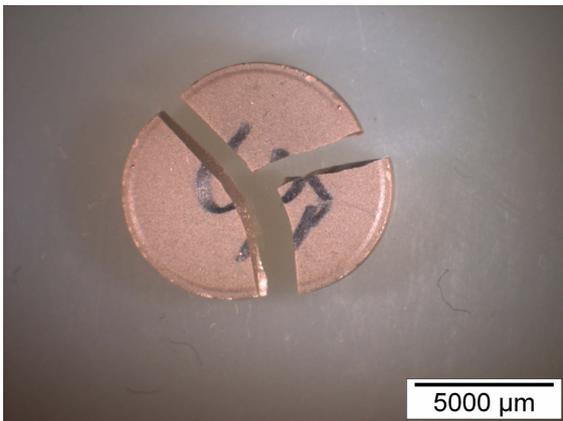


Abbildung 14.2: Gültiger Versuch bei einer Prüftemperatur von 150 °C. Die Dicke der Probe wurde durch Schleifen auf 1,24 mm reduziert.

### 4.3 Experimentelle Ergebnisse: Festigkeitsmessung

Zuerst wurde untersucht, ob der neue experimentelle Aufbau im Ofen dieselben Ergebnisse wie ein schon früher verwendetes Auflager, liefert. Dazu wurde die Festigkeit der PTCs bei Raumtemperatur einmal im Ofen mit dem neuen Auflager und einmal mit dem als Standard verwendeten Messaufbau außerhalb des Ofens bestimmt. Die Ergebnisse beider Messserien sind statistisch nicht unterscheidbar und können daher zusammengefasst werden.

In dieser Arbeit wurden bei Raumtemperatur jeweils 20 Proben und bei erhöhten Temperaturen pro Temperatur jeweils 10 bis 15 Proben geprüft. Als Zugseite wurde immer eine unbehandelte Sinteroberfläche gewählt.

*Tabelle3: Eckdaten der Proben, Prüfparameter und Festigkeitsparameter nach Weibull*

<b>Typ</b>	<b>Temperatur</b>	<b>Ofen</b>	<b>Anzahl der Proben</b>	<b>Charakterist. Festigkeit</b>	<b>Weibull Modul</b>
PTC,Zentrum	20	Nein	10	147 [143 – 152]	21 [12 - 29]
PTC,Zentrum	20	Ja	10	145 [141 - 149]	24 [14 - 33]
PTC,Zentrum	100	Ja	15	137 [131 – 143]	12 [8 - 16]
PTC,Zentrum	120	Ja	15	149 [139 -159]	7.5 [4.8 - 9.7]
PTC,Zentrum	150	Ja	15	173 [165 - 182]	10 [6.6 - 13]
PTC,Zentrum	200	Ja	15	172 [162 - 183 ]	8.5 [5.4 - 11]

Die Festigkeitswerte wurden nach Weibulltheorie ausgewertet [EN843-5]. Es wurden für jede Messserie die charakteristische Festigkeit, der Weibull Modul und die entsprechenden 90 %-Konfidenzintervalle bestimmt. Die Ergebnisse der einzelnen Serien sind in Tabelle 3 angeführt. Ebenso sind die Weibulldiagramme der einzelnen

Serien graphisch zu sehen (Abb. 16). Die Einzelwerte der Messung sind im Anhang angeführt.

Abb. 15 zeigt die charakteristische Festigkeit der Prüfserien als Funktion der Temperatur. In der Hochtemperaturphase findet man einen signifikanten Anstieg der Festigkeit. Sie ist über der Curie-Temperatur typisch um etwa 15 % höher als bei Raumtemperatur. Auffällig ist auch, dass sich der Weibullmodul stark mit der Temperatur verändert: Er liegt bei Raumtemperatur über  $m = 20$  (bei 20 Proben erhält man ein 90 % Konfidenzintervall zwischen 15 und 27). In der Hochtemperaturphase fällt er aber auf  $m = 10$ .

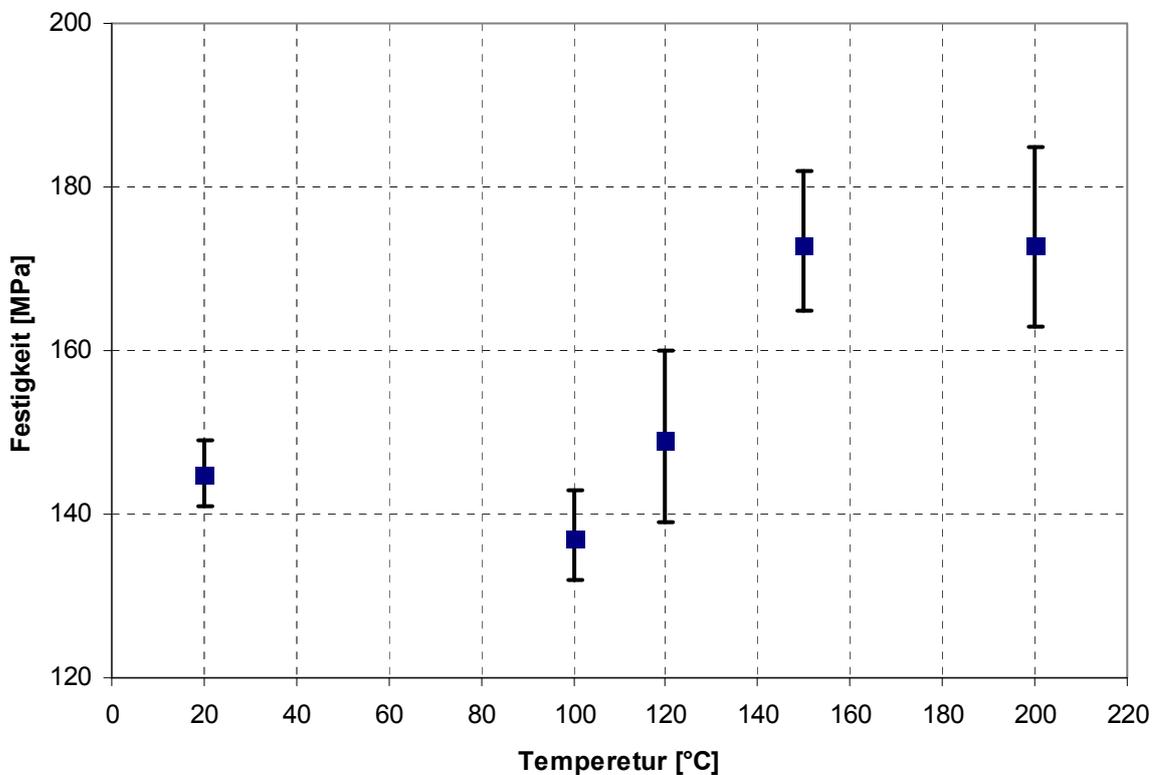


Abb. 15: Charakteristische Festigkeit über der Prüftemperatur. Die Fehlerbalken geben das 90 %-Konfidenzintervall an. Der Festigkeitswert bei Raumtemperatur wurde durch Zusammenlegen der beiden Stichproben mit und ohne Ofen ermittelt, weil beide zur Prüftemperatur von 20 °C gehören. Es fällt auf, dass die Festigkeit bei überschreiten der Curie-Temperatur (i.e. 100 °C bis 120 °C) signifikant steigt.

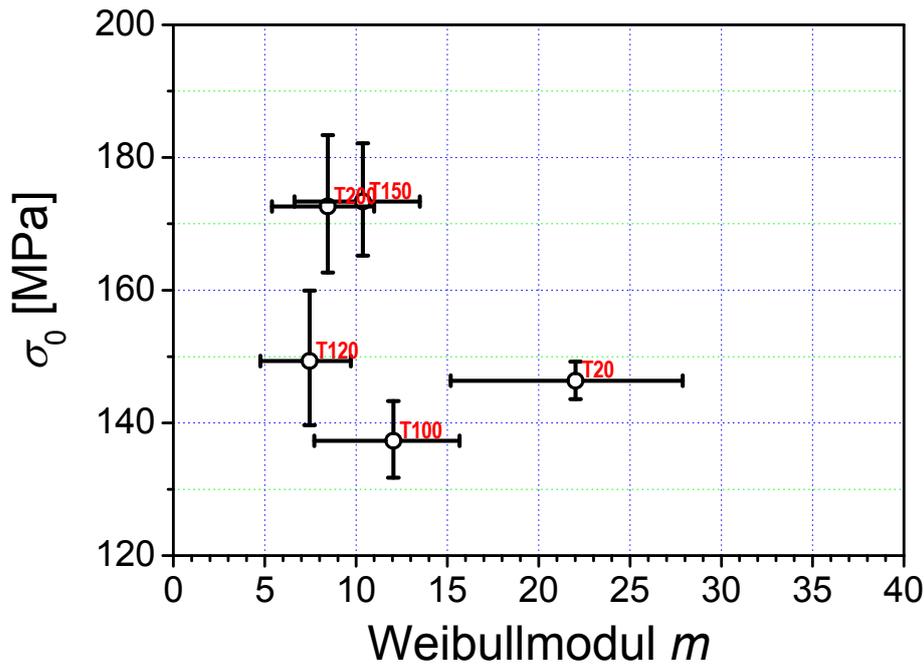


Abb. 16a: Charakteristische Festigkeit über dem Weibullmodul (ebenfalls eingetragen sind die 90 %-Konfidenzintervalle) bei verschiedenen Temperaturen (die Prüftemperatur ist jeweils beim Symbol hinzugefügt).

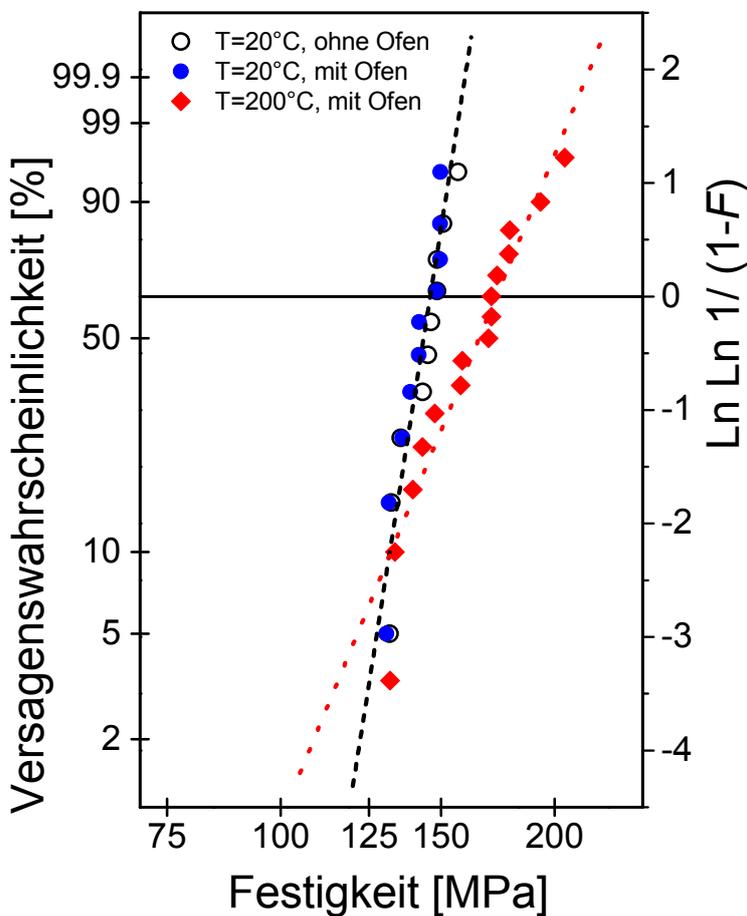


Abb. 16b: Auftragung der Festigkeitswerte für die Festigkeitsmessungen bei Raumtemperatur und bei 200 °C. Die punktierten Linien stellen die entsprechenden Weibullgeraden dar.

Der Festigkeitsanstieg bei 200 °C gegenüber der Messserie bei 20 °C ist statistisch signifikant, gleichzeitig fällt der Weibullmodul.

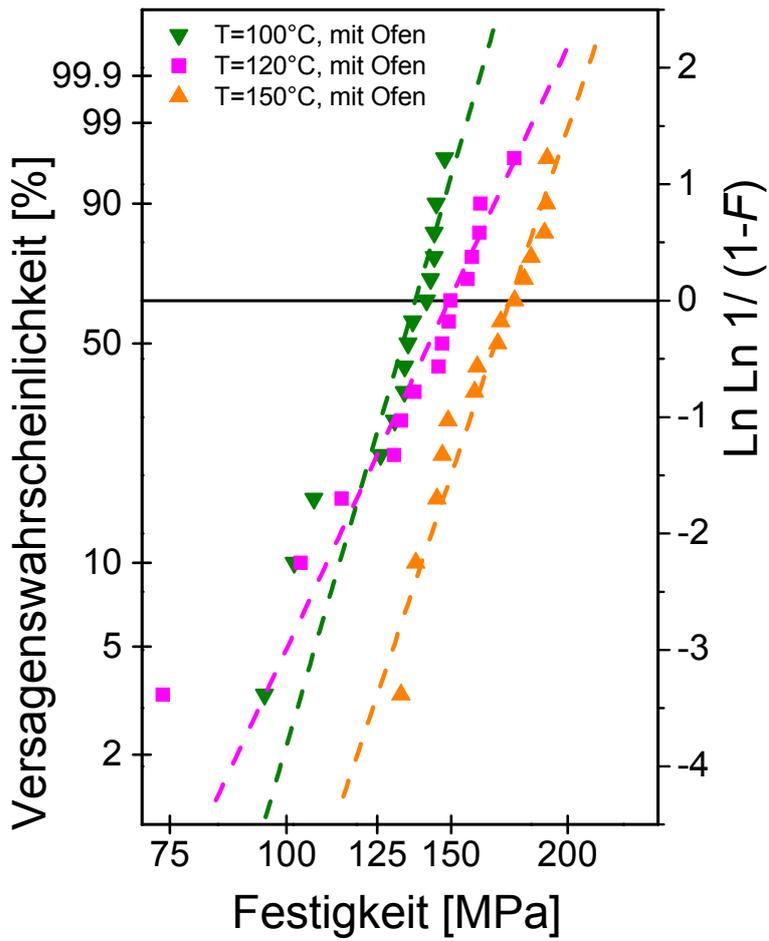


Abb. 16c: Auftragung der Festigkeitswerte für die Messungen im Temperaturbereich um den Phasenübergang bei 100 bis 120 °C. In diesem Temperaturbereich findet man die größte Datenstreuung.

#### 4.4 Experimentelle Ergebnisse: Messung der Porosität

Für die Ermittlung der mittleren Porosität wurden drei Proben auf einem Probenhalter aufgeklebt und zunächst bis zur Bauteilmitte abgeschliffen. Danach wurden die Proben schrittweise bis zu einer Korngröße von 1  $\mu\text{m}$  poliert.

Es wurden ca. 10 Bilder pro Probe mit identischen Belichtungsbedingungen in hoher Auflösung aufgenommen und ausgewertet (Digitalkamera ColorView II, Mikroskop Olympus BX50). Insgesamt wurde eine Schliifffläche von ca. 7,5 mm<sup>2</sup> bewertet. Der untersuchte Bereich entspricht dem Bereich, der bei 4-Kugel-Test bevorzugt am meisten beansprucht wird. Typische Schliiffbilder sind in Abb. 17a bis 17b gezeigt.

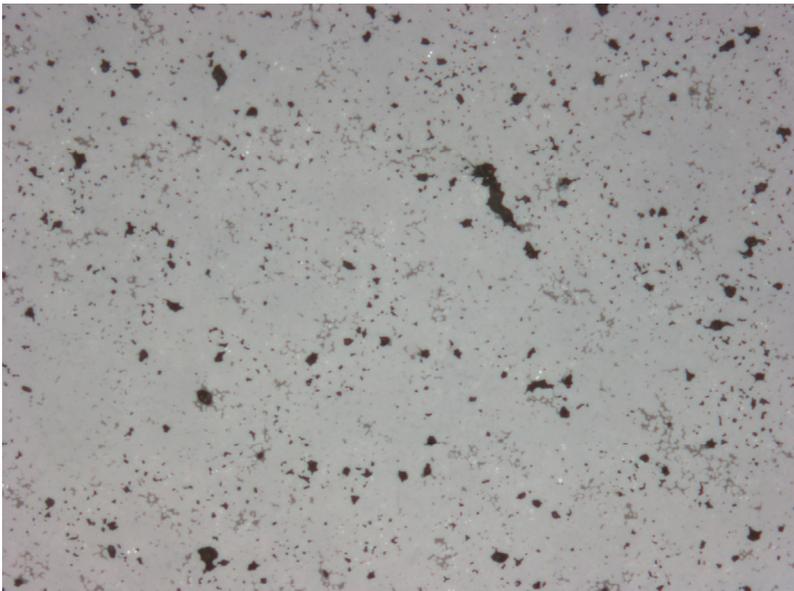
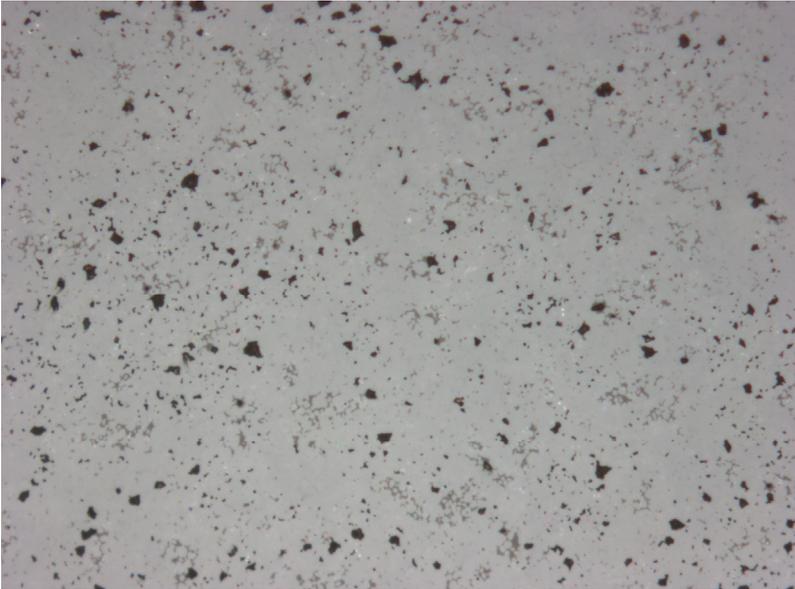


Abb. 17a: Typisches Schliiffbild einer Probe (LIMI, 200 $\times$ )



*Abb. 17b: Typischen Schliffbildes einer Probe (LIMI, 200x)*

Die optisch erkennbaren Poren sind hier größtenteils echte Porosität und kein Präparationsausbruch: Man erkennt dies an den gerundeten Rändern entlang der Hohlraumgrenzen, wie es bei gesinterten Oberflächen der Fall ist. Ausbrüche dagegen zeigen in der Regel scharfkantige Brandungen.

Da die Poren deutlich dunkler erscheinen als das restliche Keramikgefüge, lässt sich die Porosität halbautomatisch mit einer Bildanalyse-Software erfassen. Verwendet wird das System AnalySIS<sup>®</sup> Version 5.

In der Abb. 18a und 18b sind Teilbilder von zwei Stichproben mit den erfassten Poren gezeigt. Die Porosität der Proben beträgt  $2,74 \pm 0,23$  %.

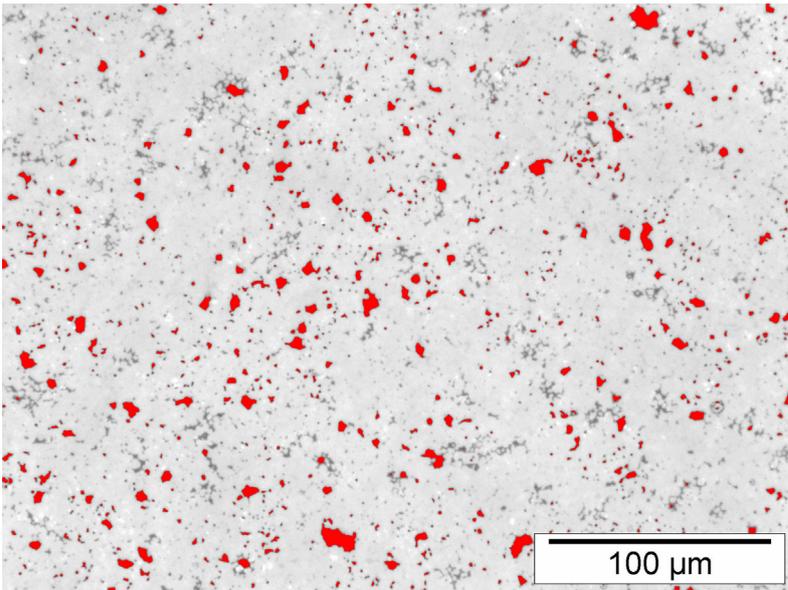


Abb. 18a: Die von der Bildbearbeitungssoftware erfassten Poren sind rot dargestellt (LiMi, 200x).

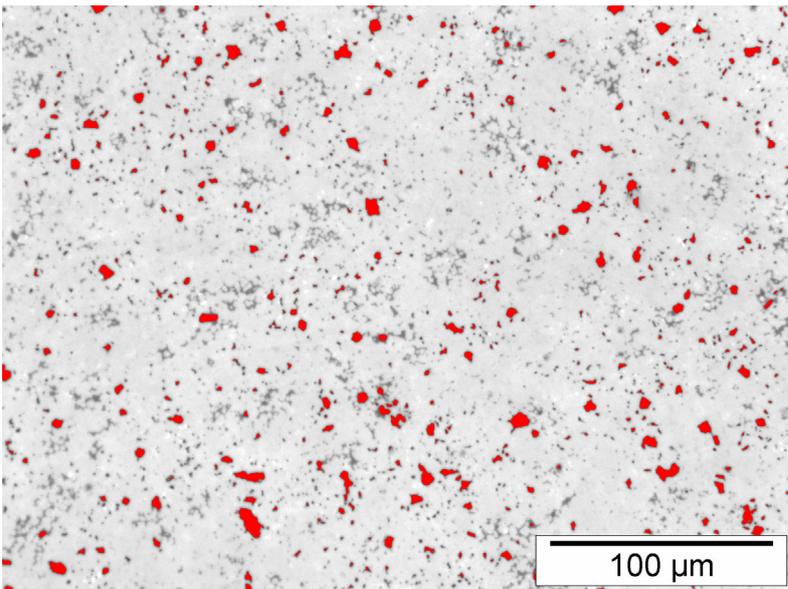


Abb. 18b: Die von der Bildbearbeitungssoftware erfassten Poren sind rot dargestellt (LiMi, 200x).

Die Verteilung der Porengrößen ist in Abb. 19 dargestellt.

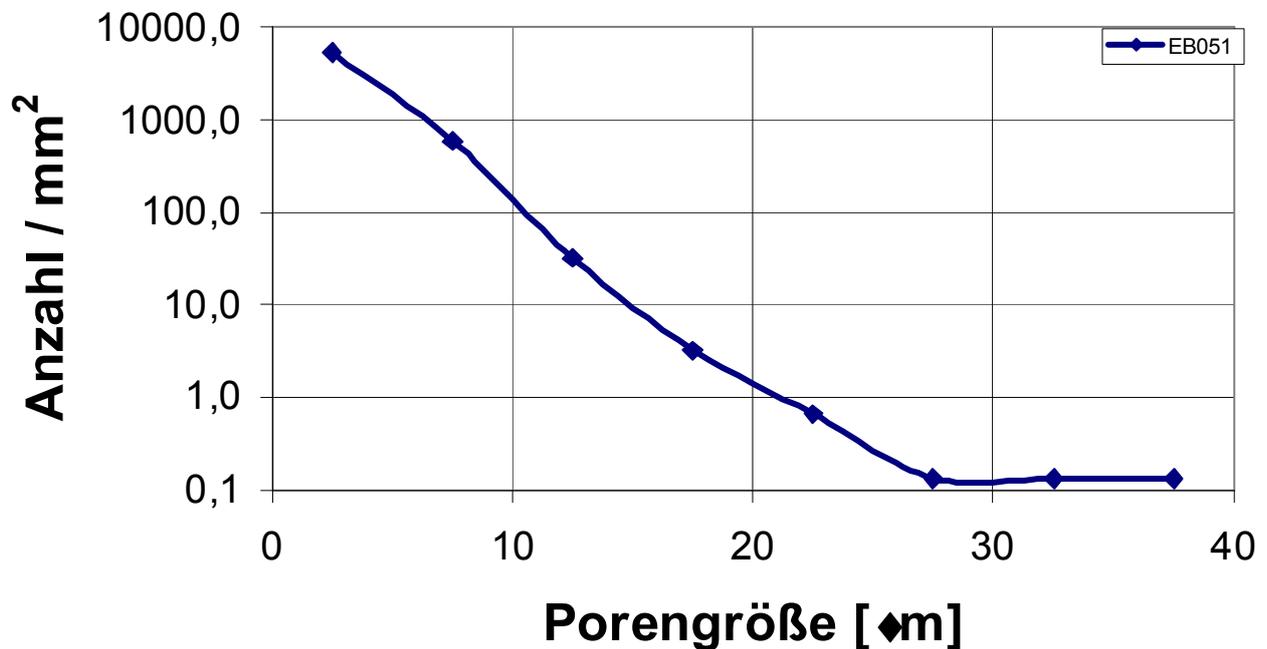


Abb. 19: Häufigkeit der Poren in Abhängigkeit von der Porengröße. Die Klassenbreite beträgt  $5 \mu\text{m}$ . Aufgrund der vorgegebenen Stichprobengröße (Messfläche  $7,55 \text{ mm}^2$ ) ist die Verteilung nur im Bereich unter  $25 \mu\text{m}$  statistisch signifikant.

## 4.5 Fraktographie

Fraktographie ist die wissenschaftliche Beschreibung von Bruchflächen. Dabei sollen der Ursprung des Risses, die Richtung der Rissausbreitung und die Ursache des Versagens aufgeklärt werden. Proben, die bei Raumtemperatur und über die Curie-Temperatur gebrochen wurden (bei  $20$  bzw. bei  $200 \text{ }^\circ\text{C}$ ), wurden im Raster-elektronenmikroskop (REM) fraktographisch untersucht.

Im 4-Kugel-Versuch sind die hohen Zugspannungen auf einen kleinen oberflächen-nahen Bereich in der Mitte der Probe lokalisiert ( $300 \mu\text{m}$  Durchmesser und  $50 \mu\text{m}$  Tiefe). Diese Stelle ist daher im Bruchbild leicht zu finden. Zusätzlich weisen die “

Bruchstrahlen“ sehr klar auf die jeweilige Startposition des Bruches hin, sodass der Ausgangsbereich des Bruchs noch stärker eingeschränkt werden kann (siehe Überblickbilder in Abb. 20a, 21a, 22a, 23a, 24a). Wie aufgrund der Porositätsmessung (Kapitel 4.4) zu erwarten, findet man in derart kleinen Volumen keine großen Poren. Die in der Hochtemperatur Phase untersuchte Probe wies im Bruchausgangsbereich typischen polyedrische Korngefüge auf. Man merkt, dass sich das Bruchbild ab einer bestimmten kritischen Rissausbreitung plötzlich ändert, und von interkristallin auf transkristallin übergeht. Anscheinend wird das Versagen durch einer Überbelastung der Korngrenzen ausgelöst. Wenn so ein Bereich eine kritische Größe erreicht, wirkt er sich wie ein klassischer Defekt aus und es kommt schließlich zum Versagen der Probe. Die Bruchausgänge sind mit einem roten Kreis eingezeichnet. Die mikroskopische Untersuchung wurde von Frau Dr. Dipl.-Ing. Z. Wang durchgeführt.

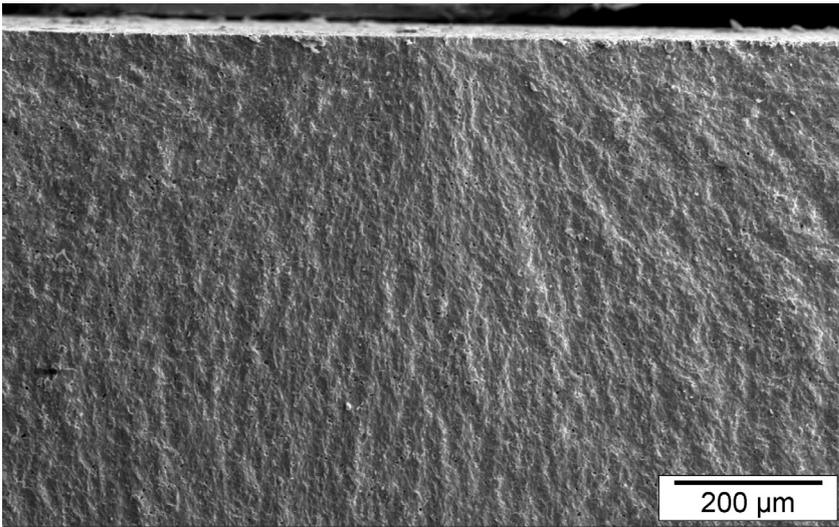


Abb. 20a:  $T=20^{\circ}\text{C}$  (REM, SE). Die Bruchstrahlen sind deutlich zu erkennen. Proben Nr.1

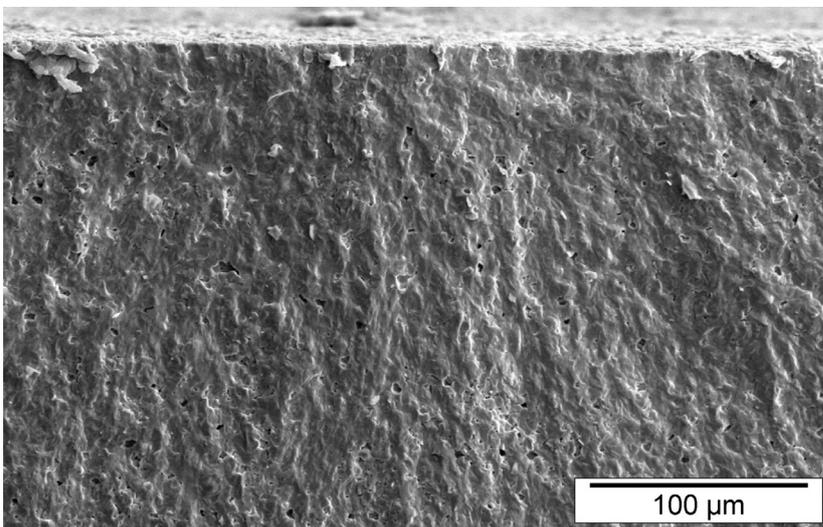


Abb.20b:  $T=20^{\circ}\text{C}$  (REM, SE). Im Bereich des Bruchausganges sind keine Defekte im Gefüge zu erkennen.

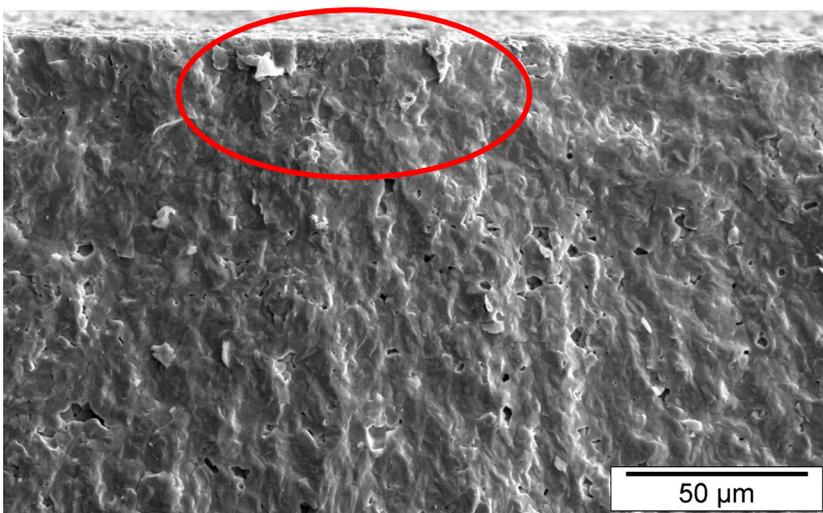


Abb.20c:  $T=20^{\circ}\text{C}$  (REM, SE) Der Bruchausgang ist rot eingefasst. Es ist kein Gefügedefekt zu erkennen. Außerhalb des Bruchausganges ist die Bruchfläche glatt und transkristallin.

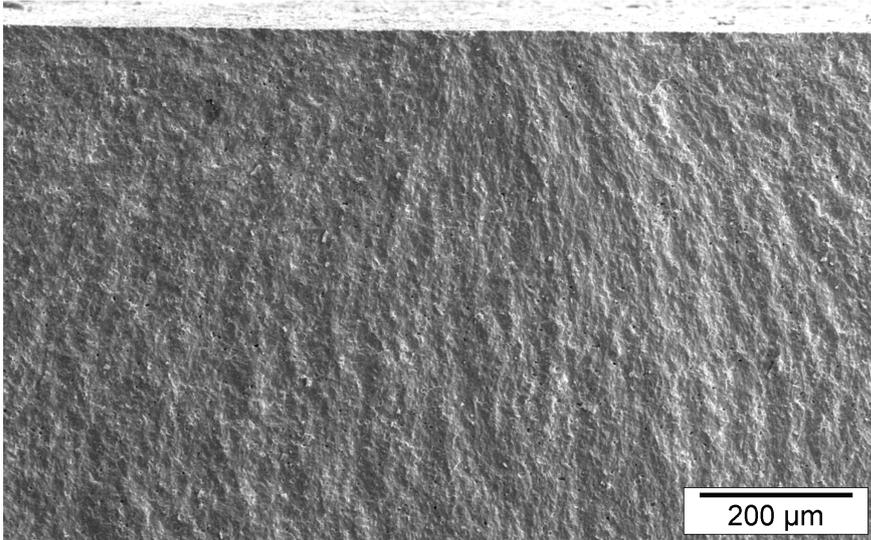


Abb.21a:  $T=20^{\circ}\text{C}$  (REM, SE). Die Bruchstrahlen sind deutlich zu erkennen. Proben Nr.2

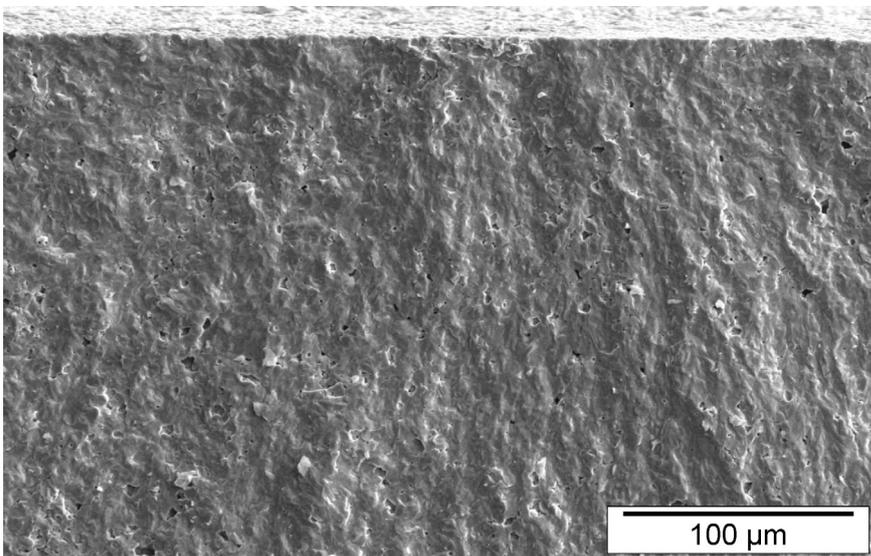


Abb.21b:  $T=20^{\circ}\text{C}$  (REM, SE). Im Bereich des Bruchausganges sind keine Defekte im Gefüge zu erkennen.

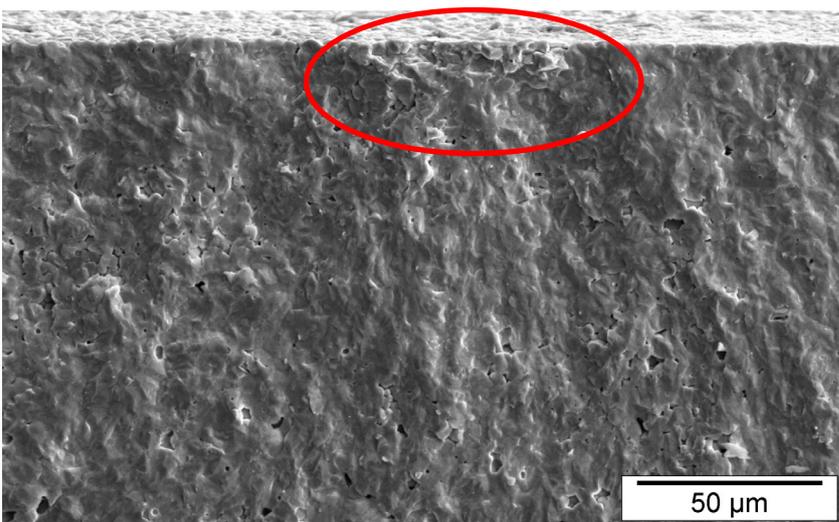


Abb.21c:  $T=20^{\circ}\text{C}$  (REM, SE) Der Bruchausgang ist rot eingefasst. Es ist einzelne Kristallkörner zu erkennen. Außerhalb des Bruchausganges ist die Bruchfläche glatt und transkristallin.

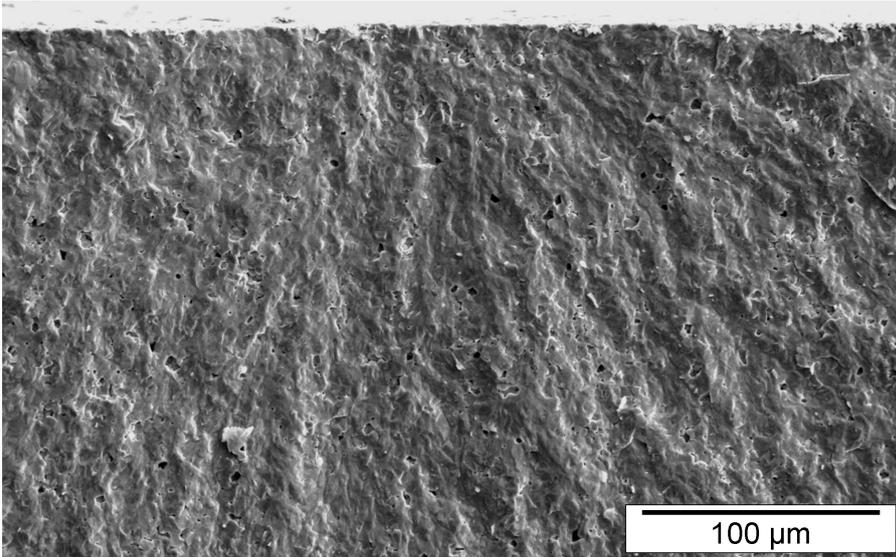


Abb.22a:  $T=20^{\circ}\text{C}$   
(REM, SE). Im Bereich des Bruchausganges sind keine Defekte im Gefüge zu erkennen.  
Proben Nr.3

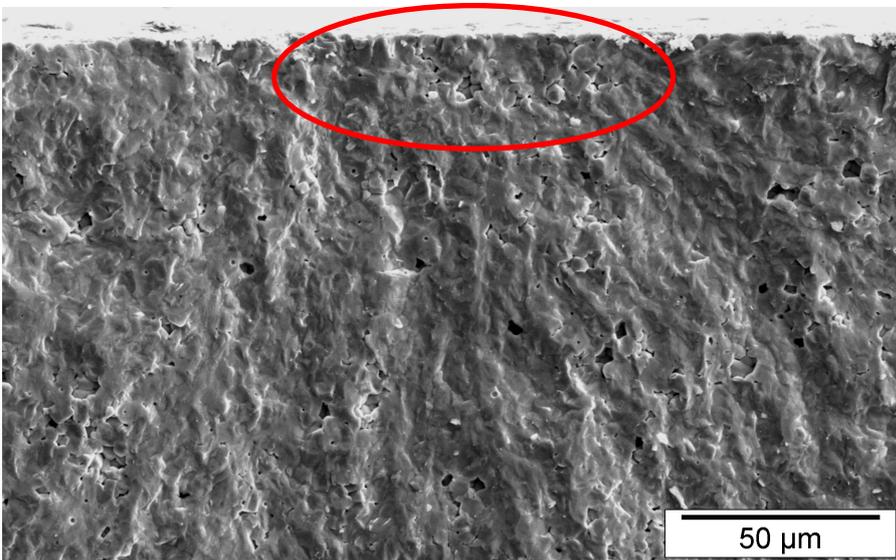


Abb.22b:  $T=20^{\circ}\text{C}$   
(REM, SE) Der Bruchausgang ist rot eingefasst. Es ist einzelne Kristallkörner zu erkennen. Außerhalb des Bruchausganges ist die Bruchfläche glatt und transkristallin.

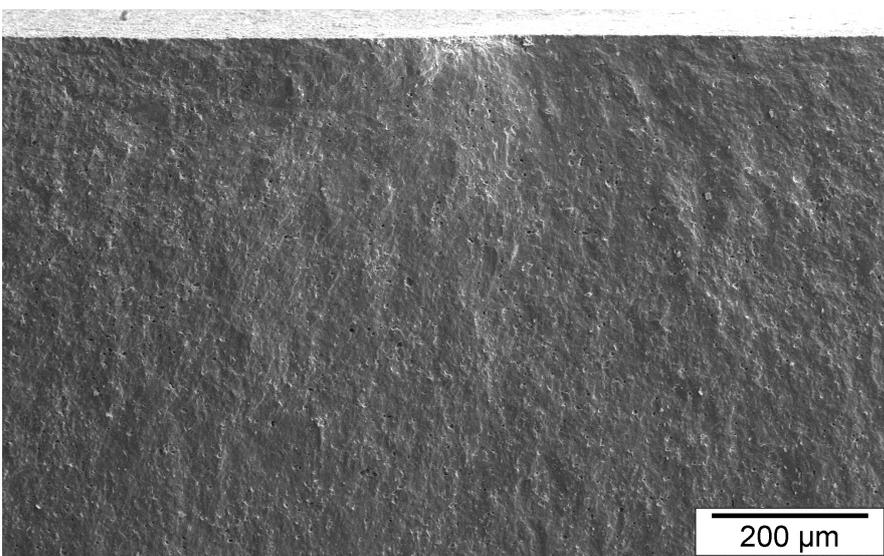


Abb.23a:  $T=200^{\circ}\text{C}$   
(REM, SE). Die Bruchstrahlen weisen auf den Bruchausgang hin.  
Proben Nr.4

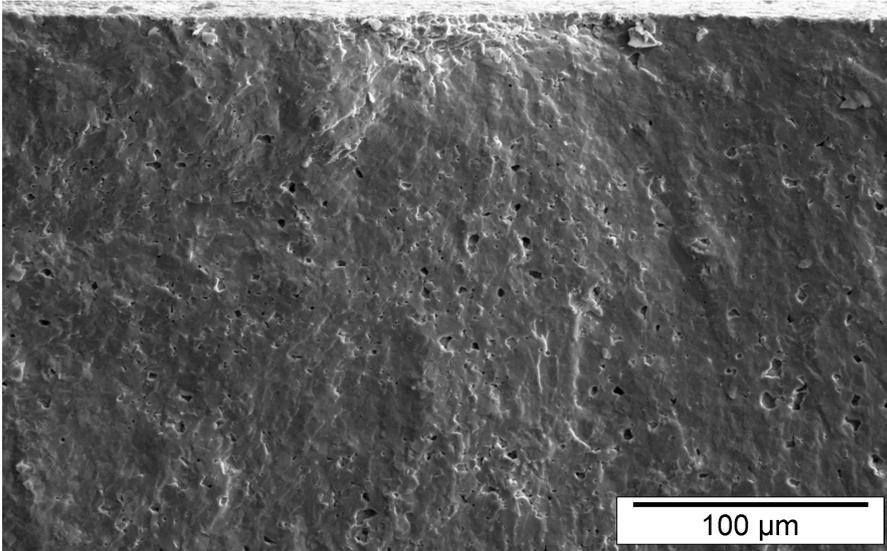


Abb.23b:  $T=200^{\circ}\text{C}$   
(REM). Im Bereich des  
Bruchausganges ist  
das zerrüttete  
Korngefüge zu  
erkennen.

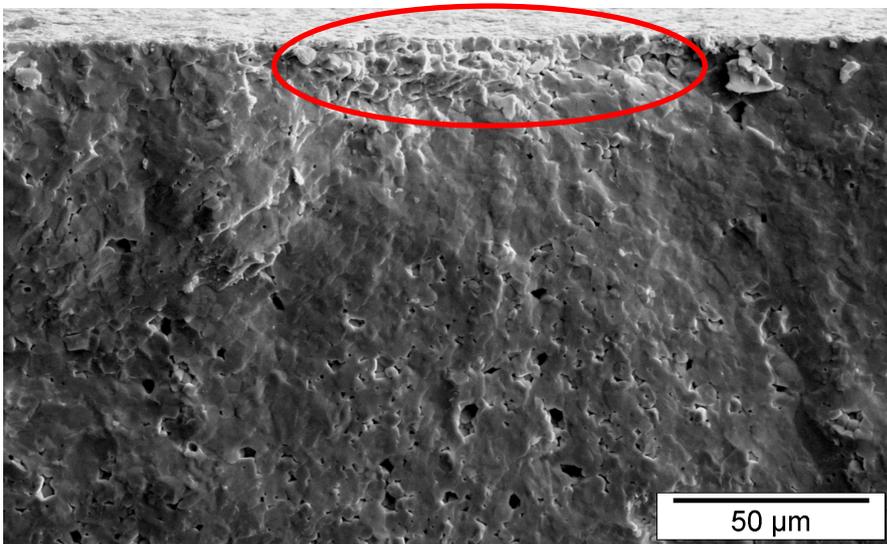


Abb.23c:  $T=200^{\circ}\text{C}$   
(REM) Im Bereich des  
Bruchausganges ist  
das zerrüttete Kornge-  
füge deutlich zu  
erkennen. Außerhalb  
des Bruchausganges  
ist die Bruchfläche glatt  
und transkristallin.

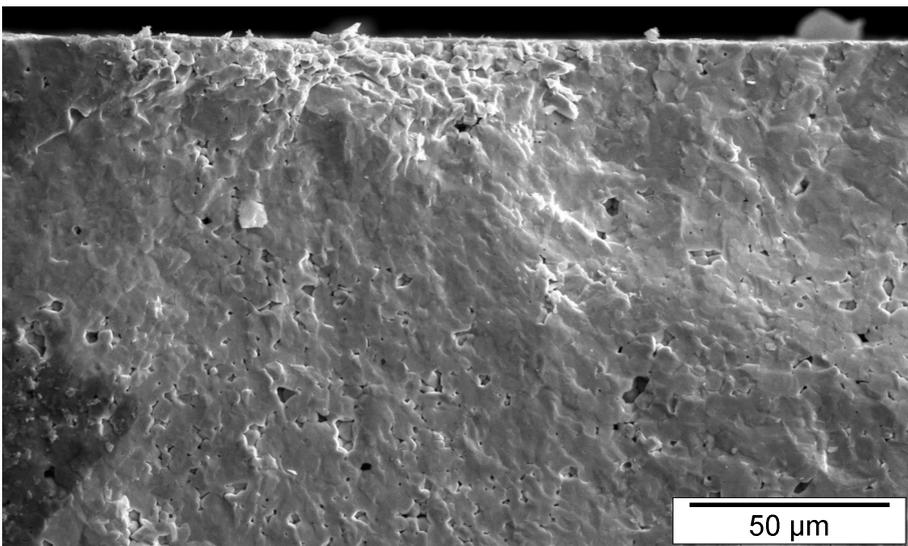


Abb.23d:  $T=200^{\circ}\text{C}$   
(REM). In noch  
stärkerer Vergröße-  
rung ist der inter-  
kristalline Bruchaus-  
gang deutlich zu er-  
kennen..

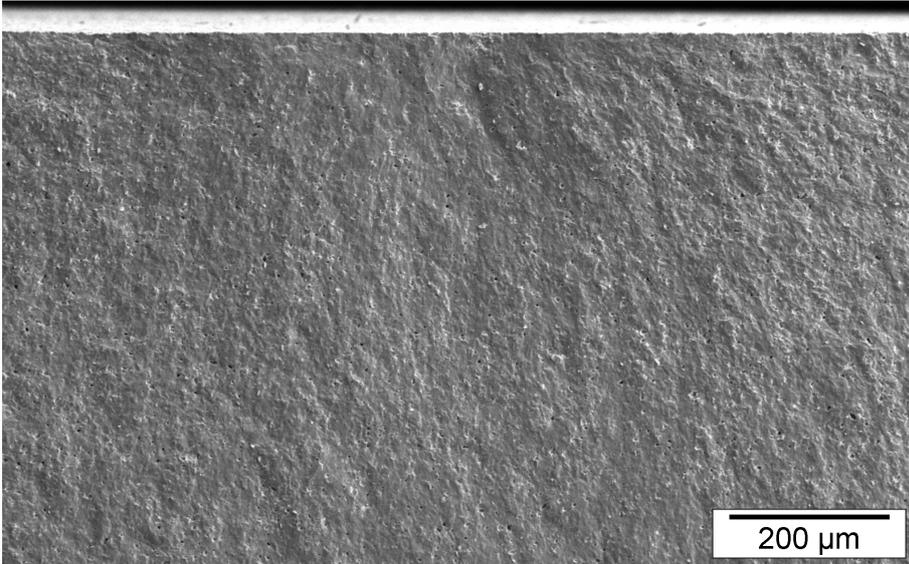


Abb.24a:  $T=200^{\circ}\text{C}$   
(REM, SE). Die Bruchstrahlen weisen auf den Bruchausgang hin.  
Proben Nr.5

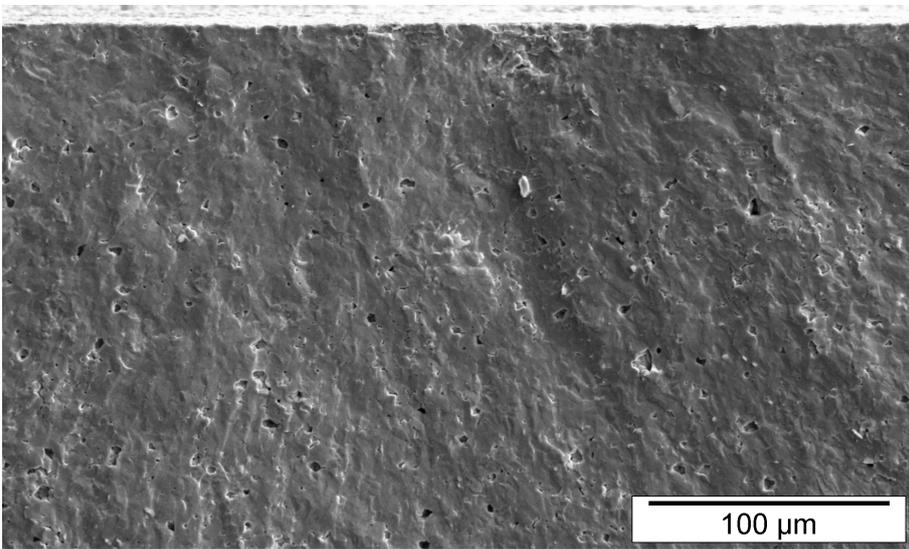


Abb.24b:  $T=200^{\circ}\text{C}$   
(REM, SE). Im Bereich des Bruchausganges ist keine Schädigung zu erkennen.

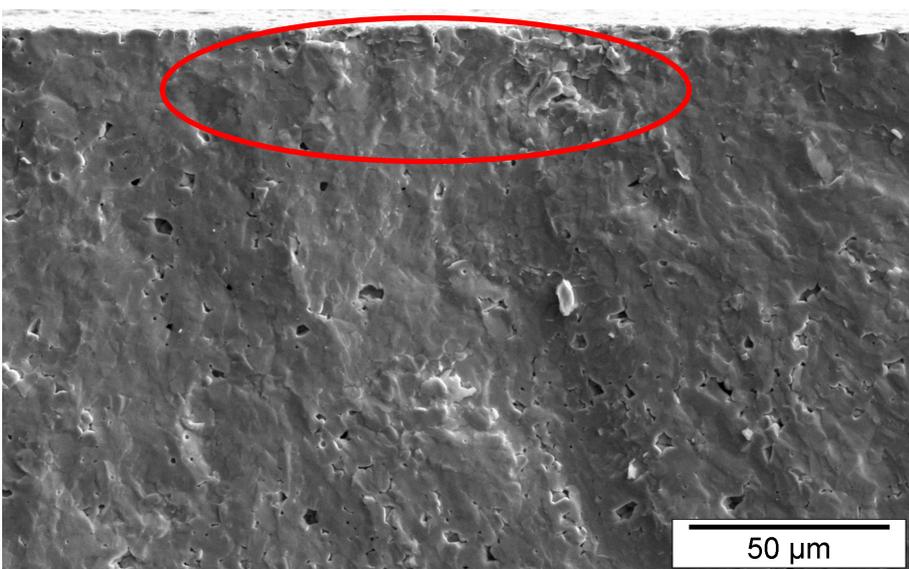


Abb.24c:  $T=200^{\circ}\text{C}$   
(REM, SE). Die Bruchfläche ist glatt und transkristallin,  
Gefügeschäden sind nicht zu erkennen.

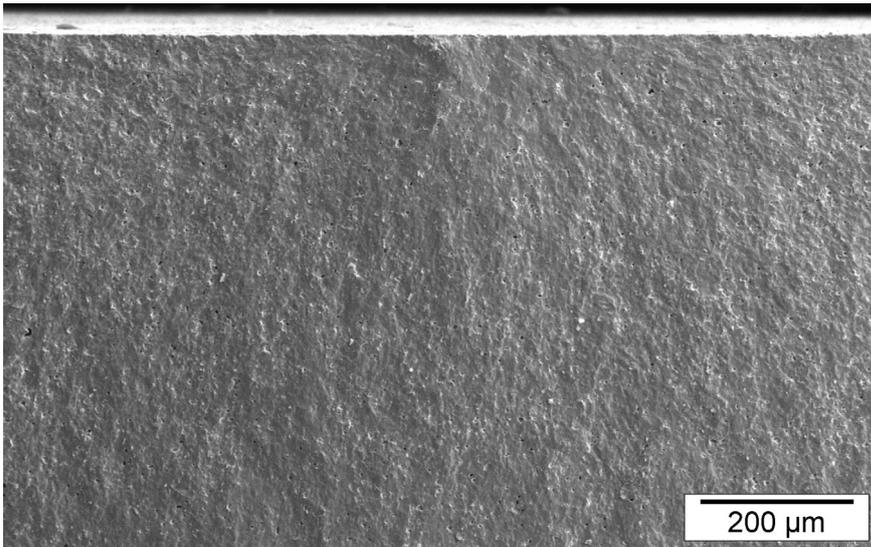


Abb.25a:  $T=200^{\circ}\text{C}$   
(REM). Die Bruchstrahlen weisen auf den Bruchausgang hin.  
Proben Nr.6.

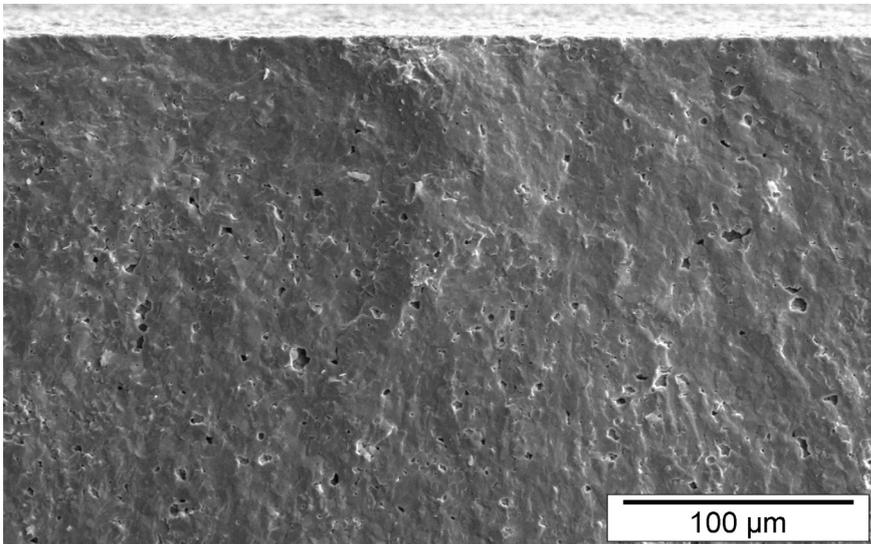


Abb.25b:  $T=200^{\circ}\text{C}$  Im Bereich des Bruchausganges ist zerrüttetes Korngefüge zu erkennen.

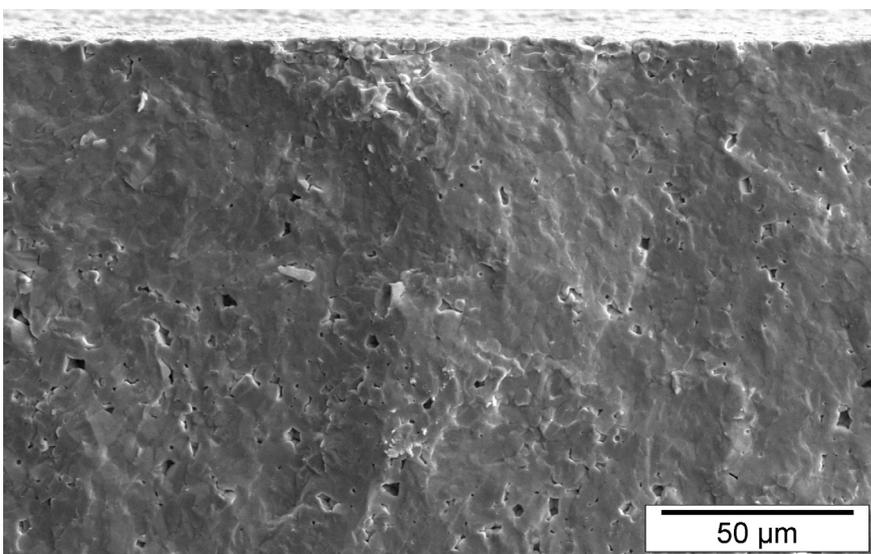


Abb.25c:  $T=200^{\circ}\text{C}$   
(REM). Im Bereich des Bruchausganges ist zerrüttetes Korngefüge zu erkennen. Außerhalb des Bruchausganges ist die Bruchfläche glatt und transkristallin.

## 5 Diskussion der Ergebnisse

Die charakteristische Festigkeit ist über der Curie-Temperatur (120 °C) signifikant höher als bei Raumtemperatur (15 %). Auch das Weibullmodul hängt stark von der Temperatur ab (siehe Abb.16.a), er ist über der Curie-Temperatur deutlich kleiner als bei Raumtemperatur.

Die Proben für die einzelnen Testserien wurden aus einer großen Probenzahl durch das Zufallsprinzip ausgewählt. Daher sollten die bruchauslösenden Fehler bei allen untersuchten Serien ähnlich sein. Auch die fraktographischen Untersuchungen haben keinen Hinweis ergeben, dass der Bruchausgang über und unterhalb der Curie-Temperatur unterschiedlich ist. Nach der Griffith-Theorie erfolgt das Versagen, wenn der Spannungsintensitätsfaktor ( $K$ ) den Wert der Bruchzähigkeit ( $K_C$ ) erreicht:

$K = K_C$  Dies ergibt für die Festigkeit:

$$\sigma_f = \frac{K_C}{Y\sqrt{\pi \cdot a_c}} \quad (\text{Gl.15})$$

Wenn die  $Y, \pi, a_c$  Werte gleich bleiben, so sind  $\sigma_f$  und  $K_C$  zueinander proportional.

Mit diesem Zusammenhang ergibt sich:

$$\frac{K_C(20^\circ\text{C})}{K_C(200^\circ\text{C})} = \frac{\sigma_f(20^\circ\text{C})}{\sigma_f(200^\circ\text{C})} = \frac{145\text{MPa}}{172\text{MPa}} = 0,84 \quad .$$

Die Änderung der Festigkeit entspricht zufolge dieser Annahmen auch einer Änderung der Zähigkeit.

Errechnet man aus der Zähigkeit einen Wert für die kritische Energiefreisetzungsrate ( $K_C = \sqrt{E \cdot G_C}$ ), so ist zu berücksichtigen, dass auch der Elastizitätsmodul stark von der Temperatur abhängt (siehe Abb. 5): [10]

$$E - \text{Modul}(20^\circ\text{C}) = 100\text{GPa}$$

$$E - \text{Modul}(200^\circ\text{C}) = 180\text{GPa}$$

Für das Verhältnis der Energiefreisetzungsraten  $G_c = K_c^2 / E$  erhält man:

$$\frac{G_c(20^\circ\text{C})}{G_c(200^\circ\text{C})} = \left( \frac{K_c(20^\circ\text{C})}{K_c(200^\circ\text{C})} \right)^2 \frac{180}{100} = 0,84^2 \frac{180}{100} \approx 1,24$$

Die Festigkeitssteigerung ist somit vermutlich auf eine Steigerung der kritischen Energiefreisetzungsrate (i.e. der Energie, die zur Erzeugung von Bruchflächen benötigt wird), zurückzuführen. Dies dürfte durch Unklappvorgänge von Domänen, die in der Niedertemperaturphase (aber nicht in der Hochtemperaturphase) auftreten, zurückzuführen sein.

## 6 Literatur

1. David W. Richerson: Modern Ceramic Engineering, (2006) by Taylor&Francis Group, LLC, S. 332-333.
2. Salmang Scholze: Keramik, Springer-Verlag Berlin Heidelberg (2007), S. 393-403, S. 857-858.
3. [http://de .wikipedia.org/wiki/Bariumtitanat](http://de.wikipedia.org/wiki/Bariumtitanat), Arthur R. von Hippel: Ferroelectricity, Domain Structure, and Phase Transitions of Barium Titanate. In: Rev. Mod. Phys. 1950, 22, S. 221–237, doi: 10.1103/RevModPhys. 22.221 (am 22.06.2011).
4. Yet-Ming Chiang, Dunbar Birnie, W. David Kingery: Physical Ceramics, 1997.  
S. 38-41.
5. R. Danzer: Mechanische Eigenschaften Keramischer Werkstoffe Vorlesung (2010), Institut für Struktur- und Funktionskeramik/ Montanuniversität Leoben /AUSTRIA.
6. Jochen Kriegesmann: Technische Keramische Werkstoffe, 113. Ergänzungslieferung,( November 2009).
7. R. Danzer, P. Supancic, W. Harrer, Z. Wang, A. Börger: "Biaxial Strength Testing on Mini Specimens", in: E. E. Gdoutos (Ed.), Fracture of Nano and Engineering Materials and Structures, Springer, Dordrecht, (2006), 589-590.
8. A. Börger, P. Supancic: "Fracture of Brittle Discs under Biaxial Loading", in: A. Neimitz, I.V. Rokach, D. Kocanda, K. Golos (Eds.), Fracture Mechanics Beyond 2000 -Proc. of ECF 14, Vol. I, EMAS Publications, Sheffield, (2002), 345-352.
9. P. Supancic Mechanical stability of BaTiO<sub>3</sub>-based PTC thermistor components; experimental investigation and theoretical modelling, Journal of the European Ceramics Society 20 (2000) 2009-2024.
10. <http://de.wikipedia.org/wiki/Elastizitätsmodul>, (am 22.06.2011).
11. [http://www.uni-kassel.de/fb15/ifw/qualitaet/qveroeff/vorlesung-keramik/keramik\\_I\\_mech\\_charak.pdf](http://www.uni-kassel.de/fb15/ifw/qualitaet/qveroeff/vorlesung-keramik/keramik_I_mech_charak.pdf) , (am 22.06.2011).

12. P. Supancic: Festigkeitsuntersuchungen an Kaltleitermaterialien, Dissertation, (1998), S. 21.

13. Ellen Ivers-Tiffée, Waldermar von Münch : Werkstoffe der Elektrotechnik, Springer Januar 2007, Seite 172-176.

# 7 Anhang

T=20°C (ohne Ofen)

Auflagedurchmesser $D_a$ [mm]:	<b>6.35</b>	Datum:	<b>15.10.06</b>
Probenmaterial:	<b>Serie A-Rt</b>	Prüfer:	<b>ziya</b>
Oberflächenbearbeitung der Probe:	<b>Sinteroberfläche</b>	Prüfmaschine:	<b>Zwick</b>
Probenanzahl n:	<b>10</b>	Belastungsgeschwindigkeit:	<b>1 mm/min</b>
		Temperatur:	<b>25 °C</b>
		Luftfeuchtigkeit:	<b>34 %</b>
		Querdehnungszahl:	<b>0.29</b>

<i>i</i>	Proben bez.	<i>F</i> [N]	<i>h</i> <sub>1</sub> [mm]	<i>h</i> <sub>2</sub> [mm]	<i>h</i> <sub>3</sub> [mm]	<i>D</i> [mm]	Bruchzeit [sec]	<i>h</i> <sub>mittel</sub> [mm]	<i>h</i> <sub>St.abweich.</sub> [mm]	$\sigma_i$ [MPa]	Anzahl Bruchstücke
1	3	124.90	1.257	1.258	1.254	7.886	6.800	1.256	0.002	131.73	2
2	4	129.10	1.270	1.276	1.268	7.931	7.260	1.271	0.003	132.25	2
3	8	125.10	1.245	1.244	1.239	7.875	6.800	1.243	0.003	135.46	2
4	5	133.40	1.246	1.248	1.246	7.905	7.580	1.247	0.001	143.26	2
5	9	139.30	1.265	1.262	1.261	7.888	7.540	1.263	0.002	145.16	2
6	7	138.40	1.253	1.256	1.256	7.916	7.700	1.255	0.001	146.26	2
7	2	143.70	1.266	1.266	1.269	7.892	7.980	1.267	0.001	148.52	2
8	10	136.40	1.241	1.232	1.245	7.897	7.180	1.239	0.005	148.58	2
9	1	142.90	1.253	1.254	1.260	7.931	8.560	1.256	0.003	150.78	2
10	6	150.50	1.262	1.266	1.262	7.890	8.300	1.263	0.002	156.63	3

Ergebnisse	
<b>m</b>	<b>21.44</b>
$m_{\text{korr}}$	18.38
<b><math>\sigma_0</math></b>	<b>147.49 MPa</b>

Konfidenzintervalle			
Konfidenzniveau 1 - $\alpha = 0,9$			
<b>m</b>	<b>11.87</b>	<b>28.99</b>	
$m_{\text{korr}}$	10.18	24.84	
<b><math>\sigma_0</math></b>	<b>143.15</b>	<b>152.12</b>	<b>MPa</b>
$\sigma_0$ für $m_{\text{korr}}$	142.44	152.90	MPa

T=20°C (mit Ofen)

## Kugel auf Kugel-Versuch

Auflagedurchmesser $D_a$ [mm]: <b>6.35</b>	Datum: <b>15.11.06</b>
Probenmaterial: <b>Serie A-Rt (mit Ofen)</b>	Prüfer: <b>ziya</b>
Oberflächenbearbeitung der Probe: <b>Sinteroberfläche</b>	Prüfmaschine: <b>Zwick</b>
Probenanzahl n: <b>10</b>	Belastungsgeschwindigkeit: <b>1 mm/min</b>
	Temperatur: <b>25 °C</b>
	Luftfeuchtigkeit: <b>34 %</b>
	Querdehnungszahl: <b>0.29</b>

<i>i</i>	<i>Proben bez.</i>	<i>F [N]</i>	<i>h<sub>1</sub> [mm]</i>	<i>h<sub>2</sub> [mm]</i>	<i>h<sub>3</sub> [mm]</i>	<i>D [mm]</i>	<i>Bruchzeit [sec]</i>	<i>h<sub>mittel</sub> [mm]</i>	<i>h<sub>St.abweich.</sub> [mm]</i>	<i>σ<sub>i</sub> [MPa]</i>	<i>Anzahl Bruchstücke</i>
1	8	123.10	1.253	1.252	1.254	7.898	8.200	1.253	0.001	130.63	2
2	6	123.00	1.248	1.248	1.252	7.888	8.580	1.249	0.002	131.46	2
3	5	127.90	1.252	1.252	1.250	7.928	8.800	1.251	0.001	136.08	2
4	3	133.00	1.260	1.264	1.261	7.912	8.980	1.262	0.002	138.80	2
5	10	132.50	1.252	1.246	1.246	7.933	9.100	1.248	0.003	141.86	2
6	9	129.80	1.233	1.242	1.236	7.924	8.500	1.237	0.004	141.95	2
7	2	139.80	1.253	1.254	1.249	7.956	9.020	1.252	0.002	148.47	2
8	7	139.40	1.247	1.245	1.249	7.899	8.980	1.247	0.002	149.62	2
9	4	142.60	1.258	1.258	1.260	7.908	10.000	1.259	0.001	149.67	3
10	1	143.80	1.263	1.263	1.262	7.915	9.420	1.263	0.000	149.78	2

Ergebnisse	
<b>m</b>	<b>24.44</b>
<b>m<sub>korr</sub></b>	<b>20.94</b>
<b>σ<sub>0</sub></b>	<b>145.13 MPa</b>

Konfidenzintervalle			
Konfidenzniveau 1 - α = 0,9			
<b>m</b>	<b>13.53</b>	<b>33.04</b>	
<b>m<sub>korr</sub></b>	<b>11.60</b>	<b>28.32</b>	
<b>σ<sub>0</sub></b>	<b>141.38</b>	<b>149.12</b>	<b>MPa</b>
<b>σ<sub>0</sub> für m<sub>korr</sub></b>	<b>140.76</b>	<b>149.79</b>	<b>MPa</b>

T=100°C (mit Ofen)

## Kugel auf Kugel-Versuch

Auflagedurchmesser $D_a$ [mm]: <b>6.35</b>	Datum: <b>1.12.06</b>
Probenmaterial: <b>Serie A-100</b>	Prüfer: <b>ziya</b>
Oberflächenbearbeitung der Probe: <b>Sinteroberfläche</b>	Prüfmaschine: <b>Zwick</b>
Probenanzahl $n$ : <b>15</b>	Belastungsgeschwindigkeit: <b>1 mm/min</b>
	Temperatur: <b>100 °C</b>
	Luftfeuchtigkeit: <b>24 %</b>
	Querdehnungszahl: <b>0.29</b>

<i>i</i>	<i>Proben bez.</i>	<i>F [N]</i>	<i>h<sub>1</sub> [mm]</i>	<i>h<sub>2</sub> [mm]</i>	<i>h<sub>3</sub> [mm]</i>	<i>D [mm]</i>	<i>Bruchzeit [sec]</i>	<i>h<sub>mittel</sub> [mm]</i>	<i>h<sub>Stabweich.</sub> [mm]</i>	<i>σ<sub>i</sub> [MPa]</i>	<i>Anzahl Bruchstücke</i>
1	6	87.10	1.237	1.239	1.243	7.947	5.740	1.240	0.002	94.73	2
2	4	83.30	1.184	1.178	1.179	7.894	5.020	1.180	0.003	101.90	2
3	10	92.10	1.205	1.210	1.204	7.897	6.440	1.206	0.003	106.98	2
4	11	101.20	1.170	1.172	1.172	7.881	7.000	1.171	0.001	126.10	2
5	5	103.30	1.168	1.162	1.163	7.902	6.860	1.164	0.003	130.51	2
6	12	109.70	1.185	1.178	1.184	7.883	7.560	1.182	0.003	133.69	2
7	15	103.10	1.151	1.152	1.150	7.923	6.840	1.151	0.001	133.81	2
8	2	118.60	1.217	1.211	1.222	7.900	7.800	1.217	0.004	134.98	2
9	7	120.00	1.219	1.215	1.216	7.909	7.900	1.217	0.002	136.55	3
10	14	103.90	1.137	1.125	1.125	7.899	6.940	1.129	0.006	141.22	3
11	1	114.40	1.170	1.171	1.172	7.895	7.180	1.171	0.001	142.61	2
12	3	131.60	1.238	1.234	1.241	7.864	8.140	1.238	0.003	143.90	3
13	13	110.00	1.151	1.144	1.146	7.900	7.500	1.147	0.003	144.01	3
14	9	127.60	1.219	1.220	1.217	7.900	8.740	1.219	0.001	144.66	3
15	8	121.00	1.178	1.180	1.185	7.925	8.020	1.181	0.003	147.74	3

Ergebnisse	
<b>m</b>	<b>12.05</b>
<b>m<sub>korr</sub></b>	<b>10.92</b>
<b>σ<sub>0</sub></b>	<b>137.31 MPa</b>

Konfidenzintervalle			
Konfidenzniveau 1 - α = 0,9			
<b>m</b>	<b>7.71</b>	<b>15.67</b>	
<b>m<sub>korr</sub></b>	<b>6.99</b>	<b>14.21</b>	
<b>σ<sub>0</sub></b>	<b>131.73</b>	<b>143.27</b>	<b>MPa</b>
<b>σ<sub>0</sub> für m<sub>korr</sub></b>	<b>131.17</b>	<b>143.90</b>	<b>MPa</b>

T=120°C (mit Ofen)

## Kugel auf Kugel-Versuch

Auflagedurchmesser $D_a$ [mm]: <b>6.35</b>	Datum: <b>1.12.06</b>
Probenmaterial: <b>Serie A-120</b>	Prüfer: <b>ziya</b>
Oberflächenbearbeitung der Probe: <b>Sinteroberfläche</b>	Prüfmaschine: <b>Zwick</b>
Probenanzahl n: <b>15</b>	Belastungsgeschwindigkeit: <b>1 mm/min</b>
	Temperatur: <b>120 °C</b>
	Luftfeuchtigkeit: <b>24 %</b>
	Querdehnungszahl: <b>0.29</b>

<i>i</i>	<i>Proben bez.</i>	<i>F [N]</i>	<i>h<sub>1</sub> [mm]</i>	<i>h<sub>2</sub> [mm]</i>	<i>h<sub>3</sub> [mm]</i>	<i>D [mm]</i>	<i>Bruchzeit [sec]</i>	<i>h<sub>mittel</sub> [mm]</i>	<i>h<sub>St.abweich.</sub> [mm]</i>	<i>σ<sub>i</sub> [MPa]</i>	<i>Anzahl Bruchstücke</i>
1	11	62.80	1.203	1.204	1.196	7.907	4.360	1.201	0.004	73.70	2
2	8	95.90	1.243	1.247	1.243	7.884	6.320	1.244	0.002	103.49	3
3	6	95.50	1.184	1.194	1.192	7.911	6.420	1.190	0.004	114.55	2
4	9	109.70	1.195	1.198	1.192	7.895	6.920	1.195	0.002	130.31	2
5	10	117.00	1.216	1.221	1.219	7.889	7.640	1.219	0.002	132.67	3
6	7	110.10	1.172	1.169	1.174	7.893	7.840	1.172	0.002	137.07	3
7	1	123.70	1.199	1.200	1.201	7.868	7.880	1.200	0.001	145.57	3
8	5	131.50	1.226	1.225	1.229	7.903	8.100	1.227	0.002	146.77	3
9	14	131.50	1.220	1.219	1.217	7.878	8.300	1.219	0.001	149.14	3
10	13	136.30	1.231	1.237	1.237	7.881	8.980	1.235	0.003	149.76	3
11	4	129.90	1.187	1.189	1.189	7.929	8.360	1.188	0.001	156.28	3
12	15	125.40	1.166	1.164	1.167	7.909	7.860	1.166	0.001	157.98	3
13	2	145.00	1.231	1.231	1.228	7.887	9.760	1.230	0.001	160.84	4
14	12	131.30	1.176	1.181	1.178	7.900	8.600	1.178	0.002	161.25	3
15	3	149.50	1.199	1.202	1.204	7.888	9.940	1.202	0.002	175.28	4

Ergebnisse	
<b>m</b>	<b>7.46</b>
<b>m<sub>korr</sub></b>	<b>6.76</b>
<b>σ<sub>0</sub></b>	<b>149.30 MPa</b>

Konfidenzintervalle			
Konfidenzniveau 1 - α = 0,9			
<b>m</b>	<b>4.77</b>	<b>9.71</b>	
<b>m<sub>korr</sub></b>	<b>4.33</b>	<b>8.80</b>	
<b>σ<sub>0</sub></b>	<b>139.64</b>	<b>159.91</b>	<b>MPa</b>
<b>σ<sub>0</sub> für m<sub>korr</sub></b>	<b>138.67</b>	<b>161.04</b>	<b>MPa</b>

T=150°C (mit Ofen)

## Kugel auf Kugel-Versuch

Auflagedurchmesser $D_a$ [mm]: <b>6.35</b>	Datum: <b>15.11.06</b>
Probenmaterial: <b>Serie A-150</b>	Prüfer: <b>ziya</b>
Oberflächenbearbeitung der Probe: <b>Sinteroberfläche</b>	Prüfmaschine: <b>Zwick</b>
Probenanzahl $n$ : <b>15</b>	Belastungsgeschwindigkeit: <b>1 mm/min</b>
	Temperatur: <b>150 °C</b>
	Luftfeuchtigkeit: <b>34 %</b>
	Querdehnungszahl: <b>0.29</b>

<i>i</i>	<i>Proben bez.</i>	<i>F [N]</i>	<i>h<sub>1</sub> [mm]</i>	<i>h<sub>2</sub> [mm]</i>	<i>h<sub>3</sub> [mm]</i>	<i>D [mm]</i>	<i>Bruchzeit [sec]</i>	<i>h<sub>mittel</sub> [mm]</i>	<i>h<sub>St.abweich.</sub> [mm]</i>	<i>σ<sub>i</sub> [MPa]</i>	<i>Anzahl Bruchstücke</i>
1	8	127.30	1.263	1.260	1.265	7.888	8.640	1.263	0.002	132.66	3
2	5	127.30	1.241	1.244	1.245	7.908	8.960	1.243	0.002	137.58	3
3	12	137.30	1.251	1.260	1.256	7.898	9.020	1.256	0.004	144.96	3
4	3	139.30	1.258	1.253	1.259	7.876	9.600	1.257	0.003	146.86	4
5	11	139.60	1.246	1.252	1.253	7.900	8.820	1.250	0.003	148.89	4
6	15	148.50	1.248	1.248	1.249	7.912	9.800	1.248	0.000	158.95	3
7	10	151.10	1.251	1.253	1.258	7.903	9.500	1.254	0.003	160.02	3
8	6	159.90	1.256	1.258	1.257	7.891	10.460	1.257	0.001	168.42	3
9	2	155.10	1.240	1.238	1.234	7.889	10.480	1.237	0.002	169.62	3
10	9	164.90	1.253	1.251	1.250	7.892	10.240	1.251	0.001	175.56	3
11	1	168.40	1.250	1.250	1.251	7.870	11.660	1.250	0.000	179.71	3
12	4	174.10	1.259	1.256	1.259	7.948	11.600	1.258	0.001	182.83	4
13	7	179.00	1.256	1.253	1.260	7.856	11.680	1.256	0.003	188.90	3
14	13	179.40	1.253	1.255	1.255	7.906	11.900	1.254	0.001	189.86	3
15	14	176.60	1.259	1.262	1.216	7.868	11.780	1.246	0.021	190.13	3

Ergebnisse	
<b>m</b>	<b>10.37</b>
<b>m<sub>korr</sub></b>	<b>9.40</b>
<b>σ<sub>0</sub></b>	<b>173.37 MPa</b>

Konfidenzintervalle			
Konfidenzniveau 1 - α = 0,9			
<b>m</b>	<b>6.63</b>	<b>13.49</b>	
<b>m<sub>korr</sub></b>	<b>6.01</b>	<b>12.23</b>	
<b>σ<sub>0</sub></b>	<b>165.22</b>	<b>182.15</b>	<b>MPa</b>
<b>σ<sub>0</sub> für m<sub>korr</sub></b>	<b>164.40</b>	<b>183.08</b>	<b>MPa</b>

T=200°C (mit Ofen)

## Kugel auf Kugel-Versuch

Auflagedurchmesser $D_a$ [mm]: <b>6.35</b>	Datum: <b>15.11.06</b>
Probenmaterial: <b>Serie A-200</b>	Prüfer: <b>ziya</b>
Oberflächenbearbeitung der Probe: <b>Sinteroberfläche</b>	Prüfmaschine: <b>Zwick</b>
Probenanzahl $n$ : <b>15</b>	Belastungsgeschwindigkeit: <b>1 mm/min</b>
	Temperatur: <b>200 °C</b>
	Luftfeuchtigkeit: <b>34 %</b>
	Querdehnungszahl: <b>0.29</b>

$i$	Proben bez.	$F$ [N]	$h_1$ [mm]	$h_2$ [mm]	$h_3$ [mm]	$D$ [mm]	Bruchzeit [sec]	$h_{mittel}$ [mm]	$h_{Stabweich.}$ [mm]	$\sigma_i$ [MPa]	Anzahl Bruchstücke
1	8	124.00	1.252	1.251	1.252	7.912	8.720	1.252	0.000	131.88	2
2	4	125.50	1.252	1.250	1.253	7.886	8.960	1.252	0.001	133.54	2
3	9	134.10	1.264	1.261	1.263	7.883	8.900	1.263	0.001	139.76	2
4	11	134.80	1.254	1.250	1.255	7.867	9.820	1.253	0.002	143.13	3
5	2	137.90	1.249	1.248	1.248	7.887	10.040	1.248	0.000	147.67	3
6	14	150.80	1.261	1.262	1.259	7.909	9.600	1.261	0.001	157.68	4
7	3	152.00	1.261	1.262	1.264	7.926	11.300	1.262	0.001	158.38	3
8	10	156.40	1.242	1.249	1.238	7.888	11.120	1.243	0.005	169.20	3
9	12	161.60	1.257	1.254	1.257	7.920	10.920	1.256	0.001	170.44	3
10	7	161.10	1.255	1.253	1.256	7.877	10.220	1.255	0.001	170.48	3
11	6	165.20	1.264	1.256	1.261	7.898	10.720	1.260	0.003	172.88	3
12	13	166.10	1.249	1.246	1.247	7.895	11.220	1.247	0.001	178.18	3
13	5	165.50	1.245	1.243	1.246	7.878	10.840	1.245	0.001	178.51	3
14	15	181.80	1.251	1.252	1.255	7.882	10.840	1.253	0.002	193.10	3
15	1	189.30	1.242	1.244	1.240	7.887	13.060	1.242	0.002	205.19	4

Ergebnisse	
$m$	<b>8.45</b>
$m_{korr}$	7.66
$\sigma_0$	<b>172.59 MPa</b>

Konfidenzintervalle			
Konfidenzniveau $1 - \alpha = 0,9$			
$m$	<b>5.40</b>	<b>10.99</b>	
$m_{korr}$	4.90	9.96	
$\sigma_0$	<b>162.68</b>	<b>183.38</b>	<b>MPa</b>
$\sigma_0$ für $m_{korr}$	161.70	184.53	MPa