

Lehrstuhl für Struktur- und Funktionskeramik

Masterarbeit

Untersuchung der Kontaktschädigung von Kugellagerkugeln aus Siliziumnitrid

Michael Franz Pasterk, BSc

September 2023



EIDESSTATTLICHE ERKLÄRUNG

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

Ich erkläre, dass ich die Richtlinien des Senats der Montanuniversität Leoben zu "Gute wissenschaftliche Praxis" gelesen, verstanden und befolgt habe.

Weiters erkläre ich, dass die elektronische und gedruckte Version der eingereichten wissenschaftlichen Abschlussarbeit formal und inhaltlich identisch sind.

Datum 11.09.2023

Unterschrift Verfasser/in Michael Franz Pasterk

Danksagung

Mein aufrichtiger Dank geht an die Mitarbeiter des Instituts für Struktur- und Funktionskeramik, dem Vorstand des Instituts Univ. Prof. Dr. Raul Bermejo, meinem Betreuer der Masterarbeit ao. Univ. Prof. Dr. Peter Supancic, sowie Dr. Josef Kreith, die mich stets mit wertvollen Ratschlägen unterstützt haben und immer ein offenes Ohr für Fragen hatten. Ihre Einblicke haben mir geholfen, eine tiefere Perspektive auf mein Forschungsthema zu erlangen und somit wertvolle Erfahrungen zu sammeln.

Ebenso möchte ich mich auch bei meinen Eltern, Elisabeth und Franz Pasterk, bedanken, die mir dieses Studium ermöglicht haben und mir stets mit Rat und Tat zur Seite standen. Weiterer Dank gilt meiner Freundin Simone Blažej, die mich in allen Lebenslagen unterstützt und mich immer motiviert hat.

Abstract

The efficient and reliable operation of machinery and mechanical systems is of highest importance in our technological world. This holds also true for ball bearings, which are the focus of this work. The selection of the right materials for ball bearings is crucial to ensure longevity, wear resistance and optimal performance. In this context, structural ceramic materials such as silicon nitride have established themselves as a promising option due to their outstanding properties, including high hardness, corrosion resistance, thermal shock resistance and low weight.

Despite these promising properties, structural ceramic materials are susceptible to failure due to cracking under load. Contact damage, especially Hertzian ring cracks, is a common damage mechanism in ceramic ball bearings.

This master thesis aims to capture the forces involved in the formation of ring cracks (initial damage) in ball bearing balls and interpret them using the Hertzian contact theory. Instead of the typical contact between a ball and a flat plate, this study examines the contact between two balls under load ("ball-on-ball compression test"). A specially designed measurement setup acoustically detects the occurrence of ring cracks in the balls, reliably determining when contact damage begins in a ball-to-ball contact, making the first step toward the total failure of the ball bearing ball.

To investigate the influence of ball diameter on initial damage and, consequently, on the Hertzian contact theory, balls with different diameters are tested. Additionally, some balls are heat-treated at different temperatures ("annealing") before the test to explore changes in potential residual stresses on initial damage.

The results of this work are intended to contribute to the improvement of silicon nitride ball bearings by providing insights into contact damage and its triggers, potentially leading to the development of more robust and durable components for demanding applications.

Kurzfassung

Die effiziente und zuverlässige Funktion von Maschinen und mechanischen Systemen ist in unserer technologischen Welt von zentraler Bedeutung. Dies gilt natürlich auch für Kugellager, die in dieser Arbeit im Fokus stehen. Die Wahl der richtigen Materialien für Kugellager ist daher entscheidend, um Langlebigkeit, Verschleißfestigkeit und optimale Leistung sicherzustellen. In diesem Kontext haben sich strukturkeramische Werkstoffe wie Siliziumnitrid aufgrund ihrer herausragenden Eigenschaften, einschließlich hoher Härte, Korrosionsbeständigkeit, Thermoschockbeständigkeit und geringem Gewicht, als vielversprechende Option etabliert.

Trotz dieser vielversprechenden Eigenschaften besteht bei strukturkeramischen Werkstoffen die Gefahr des Versagens durch Rissbildung unter Last. Die Kontaktschädigung, insbesondere Hertz'sche Ringrisse, ist ein häufiger Schädigungsmechanismus bei keramischen Kugellagerkugeln.

In dieser Masterarbeit werden die Kräfte bei der Entstehung von Ringrissen (Erstschädigung) in Kugellagerkugeln erfasst und mittels der Hertz'schen Kontakttheorie interpretiert. Statt des üblichen Kontaktes zwischen einer Kugel und einer ebenen Platte wird hier der Kontakt zwischen zwei Kugeln unter Last betrachtet ("Kugel-Kugel-Drucktest"). Ein eigens entwickelter Messaufbau erfasst akustisch das Auftreten von Ringrissen in den Kugeln, um zuverlässig festzustellen, wann die Kontaktschädigung bei einem Kugel-Kugel-Kontakt beginnt und somit der erste Schritt zum Totalversagen der Kugellagerkugel erfolgt.

Um den Einfluss des Kugeldurchmessers auf die Erstschädigung und somit auf die Hertz'sche Kontakttheorie zu untersuchen, werden Kugeln mit unterschiedlichen Kugeldurchmessern getestet. Darüber hinaus werden einige Kugeln vor dem Test bei unterschiedlichen Temperaturen wärmebehandelt ("annealing"), um Änderungen von potenziellen Eigenspannungen auf die Erstschädigung zu erforschen.

Die Ergebnisse dieser Arbeit sollen zu Verbesserung von Kugellagern aus Siliziumnitrid beitragen, indem sie Einblicke in die Kontaktschädigung und ihre Auslöser bieten, was zur Entwicklung robuster und langlebiger Komponenten in anspruchsvollen Anwendungen führen kann.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung und Problemstellung			10	
2		The	oreti	sche Grundlagen	12
	2.	.1	Her	tz´sche Kontakttheorie	12
		2.1.	1	Kontakt zwischen einer Kugel und einem elastischen Halbraum	12
		2.1.	2	Kontakt zwischen zwei elastischen Sphären	16
	2.	.2	Sch	adigungsmechanismen bei Hertz-Kontakt	17
	2.	.3	We	ibull-Theorie	19
3		Exp	erim	entelles	20
	3.	.1	Kor	nzept	20
	3.	.2	Pro	benmaterial	20
	3.	.3	Ver	suchsaufbau	22
	3.	.4	VAI	LEN Acoustic Emission	25
	3.	.5	Ten	npern der Si₃N₄-Kugeln	27
4		Erg	ebni	sse und Diskussion	28
	4.	.1	Ers	tschädigung bei einem Kugel–Kugel-Kontakt	28
		4.1.	1	Si ₃ N ₄ -Kugeln mit einem Durchmesser von 7,9 mm	29
		4.1.	2	Getemperte Si ₃ N ₄ -Kugeln mit einem Durchmesser von 7,9 mm	35
		4.1.	3	Si ₃ N ₄ -Kugeln mit einem Durchmesser von 8,7 mm	38
		4.1.	4	Si ₃ N ₄ -Kugeln mit einem Durchmesser von 11,1 mm	41
		4.1.	5	Si ₃ N ₄ -Kugeln mit einem Durchmesser von 15,9 mm	44
	4.	.2	Ver	gleich der Kugel-Kugel Versuche	47
5		Zus	amn	nenfassung	51
6		Lite	ratur	verzeichnis	53
7		Abb	oildur	ngsverzeichnis	55
8		Tab	eller	verzeichnis	58
9		Anh	ang		59
	9.	.1	Exp	perimentelle Daten der Si₃N₄-Kugeln mit d = 7,9 mm	59
9.2 Experimentelle Daten der getemperten Si_3N_4 -Kugeln mit d = 7,9 mm					61
	9.	.3	Exp	erimentelle Daten der Si₃N₄-Kugeln mit d = 8,7 mm	62

9.4	Experimentelle Daten der Si ₃ N ₄ -Kugeln mit d = 11,1 mm	63
9.5	Experimentelle Daten der Si ₃ N ₄ -Kugeln mit d = 15,9 mm	64
9.6	Einstellungen der VALLEN Acoustic Emission	65

Verwendete Symbole

Symbol:	Einheit:	Bedeutung:
R	[m]	Kugelradius
D	[m]	Kugeldurchmesser
а	[m]	Hertz'scher Kontaktradius
a´	[m]	Rissradius
d	[m]	Maximale Absenkung
Uz	[m]	Verschiebung in z-Richtung
p(r)	[Pa]	Kontaktdruckverteilung über den Radius r
po	[Pa]	Maximaler Kontaktdruck
p _m	[Pa]	Mittlerer Kontaktdruck
E	[Pa]	Elastizitätsmodul
E*	[Pa]	Effektiver Elastizitätsmodul
E1	[Pa]	Elastizitätsmodul des Indenters
E ₂	[Pa]	Elastizitätsmodul der Probe
V	[-]	Querkontraktionszahl
V 1	[-]	Querkontraktionszahl des Indenters
V2	[-]	Querkontraktionszahl der Probe
σr	[Pa]	Radialspannung
σ Zug,Max	[Pa]	Maximale Zugspannung
R _{rel}	[m]	Relativer Krümmungsradius
R ₁	[m]	Krümmungsradius des Indenters
R ₂	[m]	Krümmungsradius der Probe
Р	[N]	Normalkraft

Pc	[N]	Erstschädigungskraft
P(σ,V)	[-]	Versagenswahrscheinlichkeit
V	[m ³]	Volumen
Vo	[m ³]	Normierungsvolumen
σ	[Pa]	Anliegende Spannung
σ ₀	[Pa]	Charakteristische Festigkeit
m	[-]	Weibullmodul
N	[-]	Probenanzahl

1 Einleitung und Problemstellung

Kugellager stellen wichtige Maschinenelemente dar, die im Einsatz möglichst hohe Standzeiten aufweisen sollen. Typischerweise bestehen Kugellager aus Stahl. In Bereichen, die hohen Belastungen, extremen Temperaturen und anspruchsvollen Umgebungen ausgesetzt sind, werden vermehrt Hybridlager eingesetzt. Ein Hybridlager besteht aus einem Stahlring und den sich darin befindlichen keramischen Kugeln.

Die Auswahl geeigneter Materialien für Kugellager ist daher essenziell, um Langlebigkeit, Verschleißfestigkeit und optimale Leistung sicherzustellen. In diesem Zusammenhang haben sich strukturkeramische Werkstoffe, wie zum Beispiel Siliziumnitrid, als vielversprechendes Material etabliert.

Siliziumnitrid findet aufgrund seiner hervorragenden Eigenschaften, wie hohe Härte, Korrosionsbeständigkeit, gute Thermoschockbeständigkeit und geringes Gewicht, in anspruchsvollen Anwendungen, einschließlich Hochleistungskugellagern, vermehrt Verwendung. Ein Nachteil von keramischen Kugeln sind die Kosten. Die keramischen Kugellagerkugeln kosten um ein Vielfaches mehr als die Stahlkugeln. Trotz dieser vielversprechenden Eigenschaften besteht jedoch bei strukturkeramischen Werkstoffen die Gefahr des Versagens durch Risswachstum, wenn sie unter Last stehen. [1]

Modellhaft kann die Drucksituation in den unbeschädigten Kugeln mittels der Hertz'schen Kontakttheorie beschrieben werden. Überschreiten die Kontaktkräfte einen kritischen Wert, so führt dies zu den bekannten Hertz'schen Ringrissen. Kommt es zu einer weiteren Zunahme der Kontaktspannungen, so bildet sich anschließend der Kegelriss. Steigen die Kontaktspannungen danach weiter an, kommt es schlussendlich zum totalen Versagen der Kugeln (Crush-Test). [2] [3] [4]

Hauptaugenmerk dieser Masterarbeit ist die Entstehung von Ringrissen (Erstschädigung) in den Kugellagerkugeln bei einem Kugel-Kugel-Drucktest. Im Zuge des Crush-Testes wird die Schädigung mit einem Kraftabfall charakterisiert. Bei einem Kugel-Kugel-Drucktest ist bei der Entstehung von Ringrissen aber kein Kraftabfall messbar, jedoch kommt es zu einem akustischen Signal. Dieses akustische Signal dient zur Charakterisierung der Erstschädigung.

Im Zuge dieser Masterarbeit soll ein Messaufbau entwickelt werden, der mit Hilfe von akustischer Detektion das Auftreten von Ringrissen in den Kugeln aufnimmt. Dadurch kann eine zuverlässige Einschätzung getroffen werden, wann die Kontaktschädigung mittels Kugel-Kugel-Kontaktes entsteht. Um einen Einfluss des Kugeldurchmessers auf die Erstschädigung und somit auf die Hertz'sche Kontakttheorie aufzeigen zu können, werden unterschiedliche Kugeldurchmesser verwendet. Darüber hinaus werden einige Kugeln vor dem Test bei unterschiedlichen Temperaturen wärmebehandelt ("annealing"), um Änderungen von potenziellen Eigenspannungen auf die Erstschädigung zu erforschen.

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Hertz'sche Kontakttheorie

Die Hertz'sche Kontakttheorie beschäftigt sich mit der Berechnung der Kontaktflächen und der Verteilung der Kontaktkräfte zwischen zwei elastischen Körpern, die miteinander in Kontakt stehen. Flächen im Kontakt müssen endliche Krümmungen aufweisen (i.e. keine Spitzen). Diese Theorie wurde vom deutschen Physiker Heinrich Hertz im 19. Jahrhundert entwickelt und basiert auf linear-elastischer Kontinuumsmechanik. [3] Bei Keramiken wird der Hertz-Kontakt zur Beschreibung von Festigkeit, Bruchzähigkeit oder zur Detektion der Erstschädigung verwendet. [5] [6] Die theoretischen Grundlagen der Hertz-Kontakttheorie beruhen auf bestimmten Annahmen: [3]

a) Die Kontaktkörper sind elastisch, homogen und isotrop.

b) Die Kontaktoberflächen werden als glatt und reibungsfrei betrachtet: nur Normalspannungskomponenten (Druck).

c) Die Verformung erfolgt hauptsächlich senkrecht zur Kontaktfläche.

Um die mathematische Berechnung weiter vereinfachen zu können, ist die Kontaktfläche, die durch die Verformung der beiden Körper entsteht, gegenüber den Körperabmessungen klein. [7]

2.1.1 Kontakt zwischen einer Kugel und einem elastischen Halbraum

In vielen Fragestellungen wird das Verhalten einer Probe mit planer Oberfläche bei Belastung mit einem kugelförmigen Indenter betrachtet. Da das Indentermaterial meist deutlich steifer ist als das Probenmaterial, lässt sich die Eindringkugel als starre Kugel modellieren, die in einen elastischen Halbraum gedrückt wird. Jedoch können die im Folgenden hergeleiteten Ergebnisse einfach auf den interessierenden Fall von zwei elastischen Kugeln im Kontakt erweitert werden.

Eine Kugel mit dem Radius R wird mit der Normalkraft P so in Berührung gebracht, dass die gemeinsame Normale parallel zur Richtung des Druckes ist, welchen die starre Kugel auf die ebene Platte ausüben soll. Weiters müssen beide Körper die Annahmen der Hertz-Kontakttheorie erfüllen. [3] Das entstehende Spannungsfeld in der Probe, resultierend aus der Normalkraft P, ist anfangs elastisch. Wird jedoch eine kritische Normalkraft P_c , die sogenannte Erstschädigungskraft, überschritten, können entweder Hertz-Risse ("spröder Festkörper") oder eine Schädigung der Probe unter der Oberfläche ("quasi-plastischer Festkörper") auftreten. In diesem Kapitel wird ein spröder Festkörper und das Entstehen von Hertz Rissen bei Überschreitung der Erstschädigungskraft angenommen. [8] [9] [10]

Abbildung 1 zeigt beispielhaft die Verschiebung u_z der Oberfläche in z-Richtung, wenn eine Erhöhung der Normalkraft vom anfänglichen Punktkontakt erfolgt. Dabei beschreibt *d* die maximale Verschiebung in z-Richtung, *R* den Kugelradius und *r* den Kontaktradius, der anfangs null ist und mit zunehmender Last immer größer wird. [8]



Abbildung 1: Schematische Darstellung des Kontakts zwischen einer Kugel und einer ebenen Platte [8]

Die Verschiebung u_z kann durch Gleichung (1) analytisch beschrieben werden: [8]

$$u_z = d - \frac{r^2}{2R} \tag{1}$$

Mit Hilfe der Druckverteilung p(r) aus Gleichung (2) kann die Verschiebung u_z noch in einer anderen Form definiert werden: [8]

$$p(r) = p_0 * \left(1 - \frac{r^2}{a^2}\right)^{\frac{1}{2}}$$

$$u_z = \frac{\pi * p_0}{4 * E^* a} (2a^2 - r^2)$$
(2)
(3)

Dabei beschreibt p_0 den maximalen Druck und *a* den Kontaktradius.

Durch Gleichsetzen der beiden Definitionen der Verschiebung aus Gleichung (1) und Gleichung (3) findet man die Parameter *a* und p_0 , die exakt die Verschiebung u_z ergeben: [8]

$$\frac{\pi p_0}{4E^* a} (2a^2 - r^2) = d - \frac{r^2}{2R}$$
(4)

$$a = \frac{\pi p_0 R}{2E^*} \tag{5}$$

$$d = \frac{\pi a p_0}{2E^*} \tag{6}$$

Mit Hilfe einer Umformung der Gleichung (5) und Gleichung (6) kann nun ein Zusammenhang des Kontaktradius *a* mit dem Radius *R* der Kugel hergeleitet werden.

$$a^2 = Rd \tag{7}$$

Nun gilt aufgrund der Beziehung aus Gleichung (7) für den maximalen Druck p_0 folgendes:

$$p_0 = \frac{2}{\pi} E^* \left(\frac{d}{R}\right)^{\frac{1}{2}} \tag{8}$$

Damit man die Normalkraft *P* erhält, muss der Kontaktdruck über die gesamte Kreisfläche integriert werden.

$$P = \int_0^a p(r) 2\pi r dr = \frac{2}{3} p_0 \pi a^2 = \frac{4}{3} E^* R^{\frac{1}{2}} d^{\frac{3}{2}}$$
(9)

Aufgrund der Gleichung (8) und Gleichung (9) kann der Kontaktdruck p_0 und der Kontaktradius *a* als Funktion der Normalkraft *P* berechnet werden: [8]

$$p_0 = \left(\frac{3PE^{*2}}{\pi^3 R^2}\right)^{\frac{1}{3}} \tag{10}$$

$$a = \left(\frac{3PR}{4E^*}\right)^{\frac{1}{3}} \tag{11}$$

Weiters wird ein Zusammenhang zwischen dem Elastizitätsmodul E und der Querkontraktionszahl v benötigt. Dadurch entsteht der effektive Elastizitätsmodul E^* : [8]

$$E^* = \frac{E}{1 - \nu^2}$$
(12)

14

Der mittlere Kontaktdruck p_m lässt sich aus der aufgebrachten Normalkraft P und der projizierten Kontaktfläche πa^2 errechnen. Mit dem mittleren Kontaktdruck p_m oder dem maximalen Kontaktdruck p_0 können die Spannungen in der Probe berechnet werden.

$$p_m = \frac{P}{\pi a^2} \tag{13}$$

Die Spannungsverteilung bei der Hertz'schen Kontakttheorie kann in Abhängigkeit vom Kontaktradius *r* dargestellt werden. Wird eine Kugel auf die Oberfläche einer Platte gedrückt, entstehen Normalspannungen σ_z , Radialspannungen σ_r , Tangentialspannungen σ_{Θ} und Schubspannungen τ_{zr} . Für die Entstehung der Hertz Risse in spröden Werkstoffen spielt hauptsächlich die Radialspannungsverteilung σ_r eine wesentliche Rolle. Für die allgemeine Radialspannungsverteilung gilt Gleichung (14): [7] [8]

$$\frac{\sigma_r}{p_m} = \frac{1-2\nu}{2} \left(\frac{a^2}{r^2}\right) \left[1 - \left(1 - \frac{r^2}{a^2}\right)^{\frac{3}{2}} \right] - \left(1 - \frac{r^2}{a^2}\right)^{\frac{1}{2}}; 0 \le r \le a$$

$$\frac{\sigma_r}{p_m} = \frac{1-2\nu}{2} \left(\frac{a^2}{r^2}\right); r > a$$
(14)

In nachfolgender Abbildung 2 ist der graphische Verlauf der Radialspannung dargestellt:



Abbildung 2: Radialspannungsverteilung an der Oberfläche eines elastischen Halbraumes mit v = 0,27 [10]

Sieht man sich Abbildung 2 genauer an, zeigt sich, dass am äußersten Rand, an der Stelle r = a, das Maximum der Zugspannungskomponente auftritt. Wird das Verhältnis r/a weiter vergrößert, nimmt die Zugspannung wieder ab. Dadurch kann das Maximum der Zugspannung mit nachfolgender Gleichung (15) beschrieben werden:

$$\sigma_{Zug,Max} = \frac{1 - 2\nu}{2} * p_m \tag{15}$$

2.1.2 Kontakt zwischen zwei elastischen Sphären

Der Kontakt zwischen einer starren Kugel und einer elastischen Halbebene dient als Grundlage für die Beschreibung des Kontaktes zwischen zwei Kugeln. Nur die Kontaktschädigung mittels Kugel-Kugel-Kontaktes ist in dieser Arbeit von Bedeutung und wird in diesem Kapitel hergeleitet.

Die zuvor hergeleiteten Gleichungen der Hertz'schen Kontakttheorie für den Kontaktradius *a* (Gleichung (12)), den Kontaktdruck p_m (Gleichung (12)) und die maximale Zugspannung σ_{max} (Gleichung (15)) aus dem Kontakt zwischen einer starren Kugel und einer elastischen Halbebene können durch geringe Modifikationen auch auf den Kontakt zwischen zwei elastischen Sphären angewendet werden.

Folgende Modifikationen werden benötigt:

 a) Wenn beide Körper elastisch sind, kann es auch dazu kommen, dass die Körper unterschiedliche elastische Eigenschaften besitzen. In diesem Fall wird der effektive Elastizitätsmodul *E** verwendet: [8] [9] [11]

$$\frac{1}{E^*} = \frac{(1-\nu_1^2)}{E_1} + \frac{(1-\nu_2^2)}{E_2}$$
(16)

Dabei sind E_1 und E_2 die Elastizitätsmodule und v_1 und v_2 die Poisson-Zahlen (Querkontraktionszahlen) der jeweiligen Körper. [8]

b) Des Weiteren muss ein relativer Krümmungsradius definiert werden, wenn zwei Kugeln mit den Radien R_1 und R_2 in Kontakt sind. [8]

$$\frac{1}{R_{rel}} = \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \tag{17}$$

Diese Beziehung gilt immer, auch dann, wenn der Radius einer der beiden gekrümmten Körper negativ ist. Die möglichen Krümmungsverhältnisse sind in Abbildung 3 dargestellt. [8]



Abbildung 3: Kontakt zwischen zwei sphärischen Körpern [12]

2.2 Schädigungsmechanismen bei Hertz-Kontakt

Bei einem Hertz-Kontakt kommt es bei Keramiken zu zwei Schädigungsmechanismen, nämlich dem Ringriss (*"ring-crack"*), gefolgt vom Kegelriss (*"cone-crack"*). [13] In dieser Arbeit beschäftigt man sich nur mit der Entstehung des Ringrisses, weil nur die Erstschädigung der Proben von Interesse ist. Deswegen bezeichnet man die Kraft, die benötigt wird, um einen Ringriss zu initiieren, in dieser Arbeit als Erstschädigungskraft P_c . Trotzdem wird in diesem Kapitel ein Überblick über den gesamten Schädigungsmechanismus bei einem Hertz-Kontakt gegeben. Die Entstehung der Hertz'schen Kontaktschädigung wird in der nachfolgenden Abbildung 4 dargestellt:



einem Hertz-Kontakt [14]

Sobald die Kugel die Oberfläche der Probe berührt, wird die Kraft erhöht. Dabei entstehen zum einen hohe Zugspannungen an der Außenseite der Kontaktfläche und zum anderen Druckspannungen unterhalb der Kugel (Abbildung 4a). Durch weitere Krafterhöhung wird die Kontaktfläche immer größer und immer mehr bereits vorhandene Oberflächendefekte werden den Zugspannungen ausgesetzt. Sobald ein kritischer Oberflächendefekt den Zugspannungen ausgesetzt ist und das Griffith-Kriterium erfüllt ist, wird der Defekt instabil und dehnt sich kreisförmig aus, immer senkrecht zum Zugspannungsfeld. Dadurch entsteht der Ringriss (Abbildung 4b). Jene Kraft, bei der der Ringriss entsteht, wird als Erstschädigungskraft *P*_c bezeichnet. Durch eine weitere Erhöhung der Belastung kommt es zu einer Ausdehnung der Kontaktzone und zu einem Wachstum des Ringrisses nach unten. Jedoch wächst der Ringriss nach kurzer Zeit nicht mehr gerade nach unten, sondern weicht in einem spitzen Winkel von der Oberfläche ab, um dem Druckspannungsfeld auszuweichen (Abbildung 4c). Bei fortlaufender Belastung bildet sich schlussendlich der vollständige Kegelriss aus (Abbildung 4d). [13] [14] [15]

In den nachfolgenden Abbildungen ist der Schädigungsmechanismus der Hertz´schen Kontakttheorie dargestellt. Abbildung 5 zeigt einen beispielhaften Ringriss bei einer Kontaktschädigung mittels Kugel-Kugel-Kontakt. Abbildung 6 illustriert einen Kegelriss bei einer Kontaktschädigung mittels Kugel-Platte-Kontaktes.



Abbildung 5: Aufnahme eines Ringrisses an einer Si₃N₄-Kugel bei einem Kugel-Kugel-Kontakt (Draufsicht)



Abbildung 6: Aufnahme eines Kegelriss einer Si₃N₄-Probe bei einem Kugel-Platte-Kontakt (Querschliff) [16]

2.3 Weibull-Theorie

Um die Festigkeitswerte von keramischen Werkstoffen beschreiben und interpretieren zu können, hat sich die Weibullverteilung als Verteilungsfunktion bewährt. Diese Verteilung beruht auf der Annahme, dass Keramiken aufgrund von Defekten im Werkstoff versagen. Die Festigkeitsverteilung ist somit ein Abbild der Defektgrößenverteilung. [17]

Die Versagenswahrscheinlichkeit *P* kann mit der folgenden Gleichung (18) beschrieben werden: [18]

$$P(\sigma, V) = 1 - exp\left[-\frac{V}{V_0} \left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right]$$
(18)

V ist das Probenvolumen, *V*₀ das Normierungsvolumen, σ die anliegende Spannung und σ_0 die charakteristische Festigkeit. Der Weibullmodul *m* und die charakteristische Festigkeit σ_0 sind die Parameter der Weibullverteilung. Dabei ist σ_0 ein Maß für die Lage der Verteilung, der Weibullmodul *m* gibt die Breite der Verteilung (i.e. die Streuung) an.

Die Schätzung der Parameter der Weibullverteilung erfolgt mittels der Maximum-Likelihood-Methode. Zur Bestimmung von *m* muss die implizite Gleichung numerisch gelöst werden: [19]

$$\frac{\sum_{i=1}^{N} (\sigma_i)^m \ln(\sigma_i)}{\sum_{i=1}^{N} (\sigma_i)^m} - \frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N} \ln(\sigma_i) - \frac{1}{m} = 0$$
(19)

 σ_0 ist die charakteristische Festigkeit, die bei $V = V_0$ und $\sigma = \sigma_0$ einer Versagenswahrscheinlichkeit von 1 - e⁻¹ = 63,2 % entspricht und kann mittels Gleichung (20) bestimmt werden: [17]

$$\sigma_0 = \left[\frac{1}{N} \left(\sum_{i=1}^N \sigma_i^m\right)\right]^{\frac{1}{m}}$$
(20)

Die Weibullverteilung wird in einem Diagramm dargestellt, bei dem die Achsen so skaliert sind, dass die Daten eine Gerade mit der Steigung m bilden. Dazu wird die Gleichung (18) umgeformt und doppelt logarithmiert: [17]

$$\ln \ln \frac{1}{1-P} = \ln \left(\frac{V}{V_0}\right) m \ln \left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)$$
(21)

19

3 Experimentelles

Dieses Kapitel gibt Auskunft über den Versuchsaufbau der Hertz'schen Kontaktschädigung mittels eines Kugel-Kugel-Kontaktes. Des Weiteren werden die Aufnahme und Detektion der akustischen Signale sowie das Tempern von Si₃N₄-Kugeln erläutert.

3.1 Konzept

Ziel dieses Versuches ist es, die Kontaktschädigung von Si₃N₄-Kugellagerkugeln zu untersuchen. Genauer gesagt, soll die Erstschädigung von Si₃N₄-Kugeln, sprich das Auftreten von Ringrissen, mit Hilfe eines Ultraschallmessgeräts detektiert werden. Dazu soll ein Druckversuch durchgeführt und zeitgleich alle akustischen Signale während des Versuches aufgenommen werden. Sobald das Ultraschallmessgerät eine bestimmte dB-Zahl überschreitet, sich also ein Ringriss bildet, muss der Versuch gestoppt werden, weil sich diese Arbeit nur mit der Erstschädigung von Si₃N₄-Kugellagerkugeln beschäftigt. Anschließend soll mit Hilfe des Stereomikroskops überprüft werden, ob sich tatsächlich ein Ringriss gebildet hat und ob der gemessene Kontaktradius mit den theoretischen Werten übereinstimmt. Schlussendlich werden noch Querschliffe angefertigt und einer mikroskopischen Untersuchung unterzogen.

3.2 Probenmaterial

Siliziumnitrid zählt den Nichtoxidkeramiken weist folgende zu und Werkstoffeigenschaften auf: eine relativ geringe Dichte, sehr gute Thermoschockbeständigkeit, eine für Keramiken hohe Bruchzähigkeit, eine hohe Biegefestigkeit sowie eine hohe Verschleißbeständigkeit. Aufgrund dieser ansprechenden Materialeigenschaften ist Siliziumnitrid bei vielen technischen Anwendungen weit verbreitet. [20] [21]

In dieser Arbeit werden Si₃N₄-Kugellagerkugeln mit unterschiedlichen Durchmessern (Abbildung 7) auf die Erstschädigung und somit auf die Entstehung von Hertz´schen Ringrissen untersucht. Eine Übersicht über die verwendeten Si₃N₄-Kugeln mit unterschiedlichen Durchmessern ist in Abbildung 7 ersichtlich (Durchmesser von links nach rechts aufsteigend). Die Si₃N₄-Kugeln stammen alle vom gleichen Unternehmen. Zusätzlich wurde ein Teil der Kugeln bei unterschiedlichen Temperaturen getempert, um einen möglichen Einfluss von Eigenspannungen auf die Erstschädigungskraft und weiters auf die Festigkeit der Kugeln zu untersuchen.



Abbildung 7: Verwendete Si₃N₄-Kugeln mit unterschiedlichen Durchmessern

In Tabelle 1 findet man eine Übersicht über das zur Verfügung gestandene Probenmaterial:

Kugeldurchmesser D [mm]	Anzahl der Proben [-]
D = 7,9	60
D = 8,7	12
D = 11,1	12
D = 15,9	12

Tabelle 1:Übersicht über das zur Verfügung gestandeneProbenmaterial

Für die rechnerische Auswertung werden folgende Materialkennwerte für Si₃N₄ in Tabelle 2 angenommen:

Tabelle 2: Materialkennwerte für Si₃N₄ [22]

Eigenschaft:	Wert:	Einheit:
Elastizitätsmodul <i>E</i>	306	[GPa]
Querkontraktionszahl v	0,268	[-]

3.3 Versuchsaufbau

Um die Erstschädigung von Si₃N₄-Kugellagerkugeln bestimmen zu können, mussten zuerst Überlegungen gemacht werden, wie ein Kugel-Kugel-Kontakt hergestellt werden kann, der stets reproduzierbar ist. Das bedeutet, die beiden Kugeln dürfen nicht verrutschen und müssen immer genau zentriert übereinander in Kontakt stehen, damit keine Querkräfte auftreten können. Um diese Anforderungen zu erfüllen, wurde für jede Kugelsorte eine Schablone zur Positionierung der Kugeln angefertigt.

Die Kontaktschädigung mittels Kugel-Kugel-Versuch wird an der Universalprüfmaschine des Typs *MIDI* der Firma *Messphysik* durchgeführt (Abbildung 8). Diese Spindelprüfmaschine hat eine sehr hohe Steifigkeit und ist daher perfekt für die Prüfung von Siliziumnitrid geeignet. An der *MIDI* kommt es zu einer Krafteinleitung durch die Verschiebung des oberen Querhauptes. Gesteuert wird die Prüfmaschine über die Steuereinheit *DOLI EDC 580*.



Abbildung 8: Universalprüfmaschine Messphysik MIDI inklusive Steuereinheit EDC 580

Die Positionierschablone besteht aus entsprechenden kugelförmigen Vertiefungen an gegenüberliegenden Stempeln und wurden wie folgt angefertigt: als erstes wurden mit Hilfe von Sekundenkleber zwei gleichartiger Reineisen-Zylinder auf die Stempel der *MIDI* geklebt (Abbildung 9). Die Reineisen-Auflager werden mit einer Kraft von 2 kN für 20 Minuten belastet, damit der Sekundenkleber vollständig aushärtet.



Abbildung 9: Befestigung der Reineisen-Auflager mit Hilfe von Sekundenkleber auf die Stempel der MIDI

Nachdem die Auflager geklebt wurden, werden die Ultraschallmessgeräte an beiden Stempeln möglichst fest mit Hilfe von Klebeband befestigt, um eine optimale Aufnahme aller akustischen Signale zu gewährleisten. Die genaue Funktion der Ultraschallmessgeräte wird in Kapitel 3.4 beschrieben.

Anschließend erfolgt der Kugeleindruck in die beiden Reineisen-Auflagern. Dafür wird eine Si₃N₄-Kugellagerkugel möglichst exakt in der Mitte des Auflagers platziert und die Kraft durch Verschiebung des Querhauptes mit Hilfe der Steuereinheit *DOLI* bis auf 10 kN erhöht. Dadurch entsteht eine Mulde in den Reineisen-Auflagern, wodurch die beiden Si₃N₄-Kugeln immer exakt übereinander ausgerichtet werden können. Somit sind die Versuche reproduzierbar.



Abbildung 10: Durchführung des Kugeleindrucks in die Reineisen-Auflager

Die Steuereinheit *DOLI EDC 580* ist das Bindeglied zwischen der Spindelprüfmaschine und dem PC. Mit Hilfe des Programms *DOLI T&M* wurde eigens ein Skript geschrieben, um den Versuch an den Si₃N₄-Kugeln durchführen zu können. Zunächst werden die beiden Kugeln in den Reineisen-Auflagern ausgerichtet und befestigt. Bei dieser Versuchsanordnung kann die untere Kugel einfach in die Mulde des Auflagers gelegt werden. Die obere Kugel muss mit Hilfe eines Maschinenfettes in die obere Mulde des Reineisens geklebt werden. Die Kugeln haben vor dem Versuch immer denselben Abstand von 0,4 mm (Abbildung 11).

Die Universalprüfmaschine fährt mit einer zuvor definierten konstanten Geschwindigkeit (1 mm/min) aus seiner Ausgansposition nach unten. Sobald die Kugeln sich berühren, steigt die Kraft auf die Kugeln an und es werden die Kraft-Weg-Kurven aufgezeichnet. Wenn die Erstschädigung durch das Ultraschallmessgerät detektiert wird, bricht der Versuch ab, das Querhaupt fährt in seine Ausgangsposition zurück und der nächste Versuch kann durchgeführt werden.



Abbildung 11: Versuchsaufbau für die Untersuchung der Kontaktschädigung von Si₃N₄-Kugeln mittels eines Kugel-Kugel-Drucktest

3.4 VALLEN Acoustic Emission

Die Acoustic Emission (AE) ist eine Methode zur Messung der Schallemission in Werkstoffen. Beispielsweise geben Werkstoffe während der Verformung Geräusche von sich, die mittels der AE aufgenommen werden können. Es können mit Hilfe der Signale zum Beispiel Risswachstum, Phasenumwandlung oder Reibung detektiert werden. [23]

Für die *AE* werden piezoelektrische Sensoren verwendet, die Vibrationen in elektrische Signale umwandeln. Wenn eine *AE*-Welle auf den piezoelektrischen Sensor trifft, verursacht sie eine Verformung des piezoelektrischen Elements, wodurch eine elektrische Spannung induziert wird. [24]

Abbildung 12 zeigt exemplarisch ein *AE*-Signal, wie es von den piezoelektrischen Sensoren aufgenommen und anschließend mit der VALLEN-Software verarbeitet wird. Dabei muss zunächst ein Schwellwert (*"treshold"*) definiert werden, weil die Hintergrundgeräusche, die in einem Labor auftreten können, herausgefiltert werden müssen. Die Detektion eines AE-Signal startet dann, sobald der Schwellwert überschritten wird. Danach erreicht die Amplitude des Signals ein Maximum und nimmt ab, bis der Schwellwert wieder unterschritten wird. Innerhalb des Aufnahmezeitraums wird eine bestimmte Anzahl von Ereignissen (*"counts"*) aufgenommen und in der Software gespeichert.



Abbildung 12: Exemplarische Darstellung eines AE-Signals [25]

Die beiden Ultraschallmessköpfe werden möglichst in der Nähe der Reineisen-Auflager mit Hilfe von Klebeband an den Stempeln der Prüfmaschine befestigt, um eine gute Schallübertragung zu gewährleisten (Abbildung 10). Damit die Erstschädigung der Si₃N₄-Kugeln detektiert werden kann, muss es zu einem Zusammenspiel zwischen der Steuereinheit DOLI und dem VALLEN Programm kommen. Die Signale der Messköpfe werden über einen Messverstärker direkt in das Ultraschallmessgeräts des Typs VALLEN Acoustic Emission weitergeleitet und am PC aufgezeichnet.

Um den Versuch nach Auftreten der Erstschädigung abzubrechen, muss die Steuereinheit *DOLI* mit dem Ultraschallmessgerät verknüpft sein. Sobald nämlich die Ultraschallmessgeräte ein dB-Signal aufnehmen, das über einem gewissen Schwellwert liegt, kommt es zum Abbruch des Versuches und das Querhaupt fährt in seine Ausgangsposition zurück. Das Abbruchkriterium funktioniert, indem die Software des Ultraschallmessgeräts der Steuereinheit DOLI immer eine konstante Spannung von fünf Volt liefert. Sobald jedoch ein Signal über dem Schwellwert des Ultraschallgerätes liegt, kommt es zu einem Alarmsignal und gleichzeitig zum Abbruch des Programmes. Dabei fällt die Spannung in der Steuereinheit DOLI auf null Volt ab. Dadurch erkennt das DOLI-System, dass es zu einer Erstschädigung bei dem Kugel-Kugel-Kontakt der Si₃N₄-Kugeln kommt und bricht den Versuch ab. Die genauen Einstellungen des Ultraschallmessgeräts und der VALLEN Software sind im Anhang ersichtlich.

3.5 Tempern der Si₃N₄-Kugeln

Um einen möglichen Einfluss von Eigenspannungen auf die Erstschädigungskraft P_c nachzuweisen, wird eine Serie von Si₃N₄-Kugeln bei unterschiedlichen Temperaturen wärmebehandelt. Dafür wurde das Dilatometer *DIL 402* verwendet, um die Kugeln definiert auf eine bestimmte Temperatur aufzuheizen und anschließend wieder abzukühlen (Abbildung 13).



Abbildung 13: Tempern von Si₃N₄-Kugeln am Dilatometer DIL 402

Im Zuge dieses Versuches werden jeweils zehn Si₃N₄-Kugeln in den Probenhalter des Dilatometers gelegt. Danach wird das Vakuum aufgebracht und zweimal mit Argon gespült, um eine hinreichende Reinheit in der Probenkammer zu gewährleisten. Die Starttemperatur beträgt bei jedem Versuch 25°C und die Heizrate 5 K/min. Nachdem die gewünschte Temperatur erreicht wird, kommt es zu einer Haltedauer von einer Stunde. Danach kühlt das Dilatometer mit einer Kühlrate von 5 K/min die Kugeln bis zur Starttemperatur ab.

4 Ergebnisse und Diskussion

4.1 Erstschädigung bei einem Kugel-Kugel-Kontakt

Bei der Kontaktschädigung von Si₃N₄ mittels Kugel-Kugel Versuch zur Detektion der Erstschädigung wurde je ein Kugelpaar mit gleichen Durchmessern nicht nur einmal getestet, sondern gleich dreimal an unterschiedlichen Stellen. Dazu werden die Kugeln vor dem Versuch an drei Stellen mit Hilfe eines Permanentmarkers markiert. Alle drei Versuchspunkte haben jeweils einen Winkel von 90 Grad zueinander. Um in der anschließenden Auswertung zu wissen, an welcher Stelle der Kugel getestet wurde, folgte die Positionierung der Kugeln immer nach der gleichen Konvention (Abbildung 14). Für den ersten Versuch des Kugelpaares werden die Kugeln an der als Position 1 markierten Stelle in die Mulde des Auflagers gegeben. Nach diesem Versuch werden beide Kugeln um einen Winkel von 90 Grad im Uhrzeigersinn gedreht und der zweite Versuch kann gestartet werden. Beim letzten Versuch des Kugelpaares werden die Kugelpaares werden die Kugeln von der Position 2 aus um 90 Grad auf die 3. Position gedreht. Durch diese Konvention ist es möglich, jedem Kontaktpunkt die richtigen Messwerte zuzuordnen.



Abbildung 14: Schematische Darstellung des Kugel-Kugel-Drucktests inklusive der verschiedenen Kontaktpunkte

4.1.1 Si₃N₄-Kugeln mit einem Durchmesser von 7,9 mm

Die Kugel-Kugel Versuche mit den 7,9 mm Kugeln verliefen vorwiegend unproblematisch. Zuerst wurde der Eindruck in das Reineisen-Auflager mit 10 kN durchgeführt. Anschließend wurden alle Kugeln jeweils an drei Stellen belastet (siehe Abbildung 14). Die Auswertung der aufgezeichneten Daten erfolgte ausschließlich mittels der Software *Wolfram Mathematica 13.1*. [26] Das für die Versuchsauswertung verwendete Skript befindet sich im Anhang.



Abbildung 15: Kontaktschädigung mittels Kugel-Kugel-Kontakt der Si₃N₄-Kugeln mit d = 7,9 mm

Nach den erfolgreich durchgeführten Versuchen werden mittels *Wolfram Mathematica* die Kraft-Weg-Kurven grafisch dargestellt (Abbildung 16). Aus der Kraft-Weg-Kurve kann die maximal auftretende Kraft, die sogenannte Erstschädigungskraft P_c , bestimmt werden. Mithilfe der Erstschädigungskraft P_c wird nun die zuvor in Kapitel 2.1 beschriebene Hertz-Theorie verwendet, um den Kontaktradius *a*, den Kontaktdruck p_m und die maximal auftretende Zugspannung $\sigma_{Zug,Max}$, berechnen zu können. Um den Kontakt zwischen zwei elastischen Körpern mit gekrümmter Oberfläche beschreiben zu können, muss zunächst der effektive Elastizitätsmodul E_{eff} (Gleichung ((16))) und der relative Krümmungsradius R_{rel} (17) ermittelt werden. Durch Gleichung ((11) berechnet man den Kontaktradius *a* für das jeweilige Kugelpaar. Der Verlauf des Kontaktradius ist in Abbildung 17 schematisch dargestellt. Am Maximum der Kurve befindet sich der Kontaktradius *a* der jeweiligen Kontaktstelle. Mit Hilfe des Kontaktradius *a* können nun der Kontaktdruck p_m und die maximal auftretende

Zugspannung $\sigma_{Zug,Max}$ durch Gleichung ((13)) bzw. Gleichung ((15)) ermittelt werden. Der Verlauf des Kontaktdrucks p_m und der maximal auftretenden Zugspannung $\sigma_{Zug,Max}$ sind in Abbildung 18 und Abbildung 19 schematisch aufgetragen.



In Tabelle 3 sind die experimentell ermittelte Erstschädigungskraft P_c sowie die dazugehörigen Ergebnisse der Hertz-Theorie dargestellt. Die Amplitude des akustischen Signals beschreibt jenen Wert, welcher einen zuvor definierten Schwellwert überschreitet und dadurch den Versuch abbricht. Es wurde je ein Wert

pro Messkopf der *Acoustic Emission* aufgenommen. Aus dem Mittelwert dieser ergibt sich die Amplitude des Signals. Die Werte der Amplitude waren für den gesamten Versuch sehr gleichmäßig.

Des Weiteren wurde die Weibullstatistik verwendet, um sowohl die Ergebnisse der max. Zugspannungen $\sigma_{Zug,Max}$ als auch die Ergebnisse der Erstschädigungskraft P_c übersichtlich darzustellen (Abbildung 20). Die für die Auswertung verwendeten Formeln werden in Kapitel 2.3 beschrieben. Der Weibullmodul *m* kann als Vergleichswert für die Festigkeitsstreuung verwendet werden. Bei typischen Keramiken liegt der Weibullmodul der entsprechenden Festigkeitsverteilungen zwischen 10 und 20. Je höher dieser ist, desto geringer ist die Streuung und desto größer ist die Zuverlässigkeit und somit die Aussagekraft des Versuches. [27] Im Zuge dieses Versuches wurde ein Weibullmodul von ungefähr 76 ermittelt, was als überdurchschnittlich hoch angesehen werden muss.

Kennwert:	Wert:	Einheit:
Anzahl der Kugelpaare:	20	[-]
Anzahl gültiger Versuche:	56	[-]
Erstschädigungskraft Pc:	5775 ± 319	[N]
Amplitude des Signals:	58 ± 4	[dB]
Rissradius <i>a´</i> :	366 ± 17	[µm]
Kontaktradius <i>a</i> :	374 ± 7	[µm]
mittlerer Kontaktdruck <i>p</i> m:	13111 ± 248	[MPa]
max. Zugspannung $\sigma_{Zug,Max}$:	3042 ± 58	[MPa]
Weibullmodul <i>m</i> :	76 [62 - 88]	[-]
charakteristische Festigkeit σ_0 :	3066 [3056 - 3075]	[MPa]

Tabelle 3:Experimentell ermittelte und errechnete Daten für die
Kontaktschädigung beim Kugel-Kugel-Kontakt mit d = 7,9 mm



Abbildung 20: Weibulldiagramm beim Kugel-Kugel-Kontakt mit d = 7,9 mm bezogen auf a) die Erstschädigungskraft P_c und b) die Festigkeit σ mit einem Weibullmodul *m* von 76

Um die rechnerische Auswertung in Mathematica zu überprüfen, wurde der Kontaktradius aller Proben am Stereomikroskop untersucht und vermessen. In Tabelle 3 wird der gemessene Kontaktradius der jeweiligen Kugel als Rissradius a' bezeichnet. Mithilfe von Farbeindringmittel und UV-Licht werden die Ringrisse in Abbildung 21 abgebildet. Dabei ist zu erwähnen, dass das Farbeindringmittel nicht notwendig ist, um die Ringrisse an den Si₃N₄-Kugeln sichtbar zu machen. Auch ohne Farbeindringmittel sind die Ringrisse gut im Stereomikroskop zu erkennen. In einigen weiteren Abbildungen für die Detektion des Rissradius a' am Stereomikroskop wurde daher auf das Farbeindringmittel verzichtet. Die Rissradien a' des Kugelpaares in Abbildung 21 zeigen nur minimale Abweichungen im Vergleich zu den errechneten Kontaktradien a des entsprechenden Kugelpaares. Die Abweichung des gemessenen Rissradius a' im Vergleich zum errechneten Kontaktradius a beträgt 2,9 %. Jedoch ist dabei zu erwähnen, dass der Rissradius a´ in den meisten Fällen kleiner ist als der Kontaktradius a. Laut Literatur ist bei der Kontaktschädigung mittels eines Kugel-Platte Kontaktes für Si₃N₄ der Rissradius a' um 10 bis 20 % größer als der Kontaktradius a. Grund dafür ist, dass das Maximum der entstehenden Zugspannungen nicht an der Kontaktgrenze entsteht, sondern etwas außerhalb der Kontaktgrenze. [10] [28]



Abbildung 21: Detektion der Ringrisse beim Kugel-Kugel-Kontakt mit d = 7,9 mm a) obere Kugel und b) untere Kugel

Weiters ist zu erwähnen, dass im Zuge der Kontaktschädigung mittels Kugel-Kugel-Kontakt sowohl an der oberen als auch an der unteren Kugel Ringrisse entstehen. Bei allen Versuchen konnten bei der anschließenden mikroskopischen Untersuchung am Stereomikroskop Ringrisse an beiden Kontaktstellen des Kugelpaares festgestellt werden.

Da sich diese Arbeit nur mit der Erstschädigung der Si₃N₄-Kugellagerkugeln beschäftigt, muss sichergestellt werden, dass sich nur der Ringriss und nicht zusätzlich ein Kegelriss gebildet hat. Um einen Schliff zu erhalten, werden zuerst die Kugeln in einem eigens angefertigten Probenhalter quergeschliffen. Anschließend werden die Kugeln gesäubert, eingebettet, poliert und am Lichtmikroskop untersucht. Abbildung 22 zeigt den Ringriss einer Si₃N₄-Kugel mit einem Durchmesser von 7,9 mm. Daraus folgt die Schlussfolgerung, dass die von der *Acoustic Emission* aufgenommenen Signale jene der Erstschädigung waren und sich nur der Ringriss gebildet hat. Jedoch kam es im Zuge der Schliffherstellung zu leichten Problemen. Abbildung 23 stellt auch den Ringriss einer anderen Si₃N₄-Kugel mit d = 7,9 mm dar, jedoch kommt es hier zu einem Auftreten eines "Mittelrisses". Um die Ursache für dieses Problem zu ermitteln, wurde ein Schliff von einer weiteren Kugel erstellt. Zuerst wurde jedoch mit Hilfe von Farbeindringmittel sichergestellt, dass an der Kugel nur der Ringriss als einzige Schädigung vorhanden ist (Abbildung 21). Anschließend wurde die Kugel auf die gleiche Weise quergeschliffen.





Abbildung 22: Aufnahme eines Ringrisses einer quergeschliffenen Si₃N₄-Kugel mit d = 7,9 mm

Abbildung 23: Auftreten eines "Mittelrisses" bei einer quergeschliffenen Si_3N_4 -Kugel mit d = 7,9 mm

Nach einer Begutachtung der Kugel am Stereomikroskop sieht man eine weitere Schädigung der Kugel, die zuvor noch nicht vorhanden war. Da die Aufnahmen am Stereomikroskop zu unscharf waren, wurde die Kugel am Rasterelektronenmikroskop genauer untersucht (Abbildung 24). Dabei sieht man das Auftreten eines Risses ausgehend von der Schlifffläche. Der Riss wächst Richtung des Ringrisses und setzt sich in weiterer Folge auch innerhalb des Ringrisses fort. Dadurch ist das Auftreten eines "Mittelrisses" aufgrund der Kontaktschädigung mittels eines Kugel-Kugel-Versuches widerlegt. Grund für das Entstehen des Mittelrisses könnte eine zu große Belastung während des Schleifens oder das Verklemmen der Kugeln in der Schleifvorrichtung sein.



Abbildung 24: REM-Aufnahme des "Mittelrisses" einer Si₃N₄-Kugel mit d = 7,9 mm

4.1.2 Getemperte Si₃N₄-Kugeln mit einem Durchmesser von 7,9 mm

Es wurden jeweils 10 Kugeln bei drei unterschiedlichen Temperaturen (900°C, 1000°C und 1100°C) im Dilatometer getempert, um zu sehen, ob ein Einfluss auf die Erstschädigungskraft und auch auf die Hertz´sche Kontakttheorie nachweisbar ist. Die Kugel-Kugel-Versuche wurden wie im Kapitel 4.1.1 durchgeführt (Abbildung 15). Tabelle 4 zeigt die experimentellen und errechneten Daten aller drei Versuche bei den unterschiedlichen Temperaturen:

Kennwert:		Einheit:		
Temperatur (Tempern)	900	1000	1100	[°C]
Anzahl der Kugelpaare:	5	5	5	[-]
Anzahl gültiger Versuche:	15	15	15	[-]
Erstschädigungskraft <i>P_c</i> :	5856 ± 193	5671 ± 305	5180 ± 179	[N]
Amplitude des Signals:	55 ± 2	54 ± 2	52 ± 3	[dB]
Rissradius <i>a´</i> :	365 ± 11	358 ± 24	343 ± 16	[µm]
Kontaktradius <i>a</i> :	376 ± 4	372 ± 7	361 ± 4	[µm]
Mittlerer Kontaktdruck <i>p_m</i> :	13175 ± 144	13032 ± 232	12647 ± 146	[MPa]
Max. Zugspannung σ _{Zug,Max} :	3057 ± 33	3023 ± 54	2934 ± 34	[MPa]
Weibullmodul <i>m</i> :	90 [58 – 118]	59 [38 – 77]	106 [68 - 138]	[-]
Charakteristische Festigkeit σ₀:	3073 [3056 – 3090]]	3050 [3024 – 3076]	2950 [2936 - 2964]	[MPa]

Tabelle 4: Experimentell ermittelte und errechnete Daten für die Erstschädigung beim Kugel-Kugel-Kontakt der getemperten Si₃N₄-Kugeln mit d = 7,9 mm

Vergleicht man die Daten mit der Tabelle 3, ist zu erkennen, dass die Erstschädigungskräfte einer getemperten Si₃N₄-Kugel bei 900°C und einer getemperten Si₃N₄-Kugel bei 1000°C ungefähr mit einer unbehandelten Si₃N₄-Kugel übereinstimmen. Die Erstschädigungskraft einer getemperten Si₃N₄-Kugel bei 1100°C weist einen signifikanten Abfall im Vergleich zu den vorherigen Temperaturen auf. Daraus kann geschlossen werden, dass über einer Temperatur von 1000 °C durch das Tempern im Dilatometer Eigenspannungen abgebaut werden. Dadurch kommt es zu

einem Abfall der Erstschädigungskraft P_c . Kontaktradius *a*, Kontaktdruck p_m und die maximal auftretende Zugspannung $\sigma_{Zug,Max}$ zeigen niedrigere Werte nach Temperung bei 1100°C im Vergleich zu den bei tieferen Temperaturen getemperten Kugeln.



Abbildung 25: Weibulldiagramm für die Erstschädigung beim Kugel-Kugel-Kontakt der getemperten Si_3N_4 -Proben mit d = 7,9 mm

In Abbildung 25 ist ersichtlich, dass sich die Festigkeitsverteilung der getemperten Kugeln bei 900°C bzw. 1000°C im Vergleich zu den unbehandelten Kugeln minimal unterscheidet. Bei einer Temperatur von 1100°C ist jedoch ein Abfall der Festigkeit eindeutig zu sehen. Weiters ist das Weibullmodul bei allen Versuchen der getemperten Kugeln hoch, was auf eine hohe Zuverlässigkeit und eine geringe Streuung der Ergebnisse deutet.



Abbildung 26: Detektion der Ringrisse der getemperten Si₃N₄-Kugeln mit d = 7,9 mm am Stereomikroskop bei a) 900°C, b) 1000°C und c) 1100°C

Um die Gültigkeit der in *Mathematica* ermittelten Werte zu überprüfen, werden die bei unterschiedlichen Temperaturen getemperten Si₃N₄-Kugeln am Stereomikroskop untersucht (Abbildung 26). Die Rissradien *a*' der bei 900°C bzw. 1000°C getemperten Proben liefern ähnliche Werte wie jene der unbehandelten Proben. Auch hier ist der Rissradius *a*' wieder etwas kleiner als der errechnete Kontaktradius *a* und weist eine Abweichung von 2,9 % bzw. 3,8 % auf. Bei einer Temperatur von 1100°C kommt es zu einer Verkleinerung des Kontaktradius, was auch in der Auswertung des Rissradius ersichtlich ist. Auch hier ist der Rissradius *a*' wieder kleiner als der Kontaktradius *a* und weist eine Abweichung von 4,9 % auf.

4.1.3 Si₃N₄-Kugeln mit einem Durchmesser von 8,7 mm

Die Versuche für den Kugel-Kugel-Kontakt werden analog zu den Versuchen in Kapitel 4.1.1 durchgeführt. Aufgrund des unterschiedlichen Kugeldurchmessers musste ein neues Reineisen-Auflager angefertigt werden. Der Eindruck der Kugel in das Reineisen-Auflager erfolgte mit 10 kN. Abbildung 27 zeigt den entsprechenden Versuchsaufbau.



Abbildung 27: Kontaktschädigung mittels Kugel-Kugel-Kontakt der Si₃N₄-Kugeln mit d = 8,7 mm

In Tabelle 5 sind die Ergebnisse der Kontaktschädigung bei einem Kugel-Kugel-Kontakt für Si₃N₄-Kugeln mit einem Durchmesser von 8,7 mm dargestellt. Wie zu erwarten, steigt die Erstschädigungskraft im Vergleich zu den Versuchen mit kleinerem Durchmesser an. Da der relative Krümmungsradius R_{rel} und die Erstschädigungskraft P_c direkt in die Berechnung der Hertz'schen Kontakttheorie einfließen, nimmt der Kontaktradius *a* zu (siehe Gleichung (11)). Weiters ist der Kontaktdruck p_m (Gleichung (13)) bzw. die maximal auftretende Zugspannung $\sigma_{Zug,Max}$ (Gleichung (15)) indirekt proportional zum Kontaktradius *a*, wodurch der Kontaktdruck p_m bzw. die maximal auftretende Zugspannung $\sigma_{Zug,Max}$ wie zu erwarten abnimmt.

Kennwert:	Werte:	Einheit:
Anzahl der Kugelpaare:	6	[-]
Anzahl gültiger Versuche:	18	[-]
Erstschädigungskraft <i>P_c</i> :	6548 ± 139	[N]
Amplitude des Signals:	56 ± 5	[dB]
Rissradius <i>a´</i> :	393 ± 14	[µm]
Kontaktradius <i>a</i> :	403 ± 3	[µm]
Mittlerer Kontaktdruck <i>p</i> _m :	12863 ± 92	[MPa]
Max. Zugspannung <i>o_{Zug,Max}</i> :	2984 ± 21	[MPa]
Weibullmodul <i>m</i> :	195 [131 - 249]	[-]
Charakteristische Festigkeit σ_0 :	2994 [2987 - 3001]	[MPa]

Tabelle 5:Experimentell ermittelte und errechnete Daten für die
Erstschädigung beim Kugel-Kugel-Kontakt mit d = 8,7 mm

Ein sehr hoher Weibullmodul, welcher auch in der Steilheit der Geraden in Abbildung 28 ersichtlich ist, lässt sich auf die geringe Streuung der Erstschädigungskräfte der Versuchsserie zurückzuführen. Die Standardabweichung der Erstschädigungskraft bei Kugeldurchmesser von 8,7 deutlich geringer einem mm ist als die Standardabweichung vorherigen Versuche der mit einem geringeren Kugeldurchmesser.



Abbildung 28: Weibulldiagramm für die Erstschädigung der 8,7 mm Kugeln beim Kugel-Kugel-Kontakt mit einem Weibullmodul *m* von 195

Abbildung 29 zeigt die Vermessung der Rissradien a' eines Kugelpaares mit einem Durchmesser von 8,7 mm. Auch hier unterscheiden sich wie in den vorangegangenen Versuchen die Rissradien a' von den errechneten Kontaktradien a minimal. Die Abweichung beträgt 2,5 %.



Abbildung 29: Detektion der Ringrisse beim Kugel-Kugel-Kontakt mit d = 8,7 mm a) obere Kugel und b) untere Kugel

4.1.4 Si₃N₄-Kugeln mit einem Durchmesser von 11,1 mm

Die Versuchsdurchführung erfolgt analog zu dem in Kapitel 4.1.1 beschriebenen Versuch. In Abbildung 30 ist der Versuchsaufbau dargestellt. Für diesen Versuch wurden wieder neue Reineisen-Auflager angefertigt. Aufgrund der zu erwartenden höheren Erstschädigungskraft der größeren Kugeln wurde der Eindruck in das Reineisen mit 12 kN durchgeführt, um weitere plastische Verformungen des Eindrucks im Reineisens während des Versuches zu vermeiden.



Abbildung 30: Kugel-Kugel-Kontakt der Si₃N₄-Kugeln mit d = 11,1 mm

In Tabelle 6 ist ein Überblick über die gemessenen und ermittelten Ergebnisse des Kugel-Kugel-Kontaktes von Si₃N₄-Kugeln mit einem Durchmesser von 11,1 mm ersichtlich. Auch hier steigt, wie zu erwarten, die Erstschädigungskraft P_c aufgrund des größeren Kugeldurchmessers deutlich an. Es kommt zu einer Zunahme des Kontaktradius *a* und zu einer Abnahme des mittleren Kontaktdrucks p_m sowie der maximal auftretenden Zugspannung $\sigma_{Zug,Max}$.

Kennwert:	Werte:	Einheit:
Anzahl der Kugelpaare:	6	[-]
Anzahl gültiger Versuche:	18	[-]
Erstschädigungskraft Pc:	9655 ± 404	[N]
Amplitude des Signals:	51 ± 3	[dB]
Rissradius a´:	482 ± 18	[µm]
Kontaktradius <i>a</i> :	497 ± 7	[µm]
Mittlerer Kontaktdruck <i>p</i> _m :	12444 ± 175	[MPa]
Max. Zugspannung $\sigma_{Zug,Max}$:	2887 ± 41	[MPa]
Weibullmodul <i>m</i> :	91 [61 - 116]	[-]
Charakteristische Festigkeit σ_0 :	2905 [2891 - 2920]	[MPa]

Tabelle 6:	Experimentell ermittelte und errechnete Daten für die
Erstschä	adigung beim Kugel-Kugel-Kontakt mit d = 11,1 mm

Abbildung 31 zeigt die Weibullverteilung für die Kontaktschädigung bei einem Kugel-Kugel-Kontakt mit d = 11,1 mm. Aufgrund des Einflusses der Erstschädigungskraft P_c und des relativen Kugelradius R_{rel} auf die Hertz'sche Kontakttheorie kommt es zu einem Abfall der Festigkeit im Vergleich zu kleineren Kugeldurchmessern.



Abbildung 31: Weibulldiagramm für die Erstschädigung der 11,1 mm Kugeln beim Kugel-Kugel-Kontakt mit einem Weibullmodul *m* von 91

Um die ermittelten Ergebnisse in diesem Versuch verifizieren zu können, wurden die Si₃N₄-Kugeln am Stereomikroskop untersucht (Abbildung 32). Auffällig in diesem Versuch ist, dass die ermittelten Rissradien eine hohe Standartabweichung im Vergleich zu den anderen Versuchen aufweisen. Die Abweichung zwischen Rissradius *a*' und Kontaktradius *a* entspricht 2,9 %.



Abbildung 32: Detektion der Ringrisse beim Kugel-Kugel-Kontakt mit d = 11,1 mm a) obere Kugel und b) untere Kugel

4.1.5 Si₃N₄-Kugeln mit einem Durchmesser von 15,9 mm

Eine analoge Versuchsdurchführung zu dem in Kapitel 4.1.1 beschrieben Versuch ist erfolgt. Auch hier wurden wieder neue Reineisen-Auflager verwendet. Da aufgrund des größeren Kugeldurchmessers eine höhere Erstschädigungskraft erwartet wurde, führte man den Eindruck in das Reineisen-Auflager mit einer Kraft von 14 kN durch, um eine weitere mögliche plastische Verformung des Auflagers zu vermeiden. Da in diesem Versuch sehr große Kräfte im Spiel waren, wurde aus Sicherheitsgründen eine Plexiglasscheibe als Schutz vor einem möglichen Versagen der Kugeln verwendet (Abbildung 34).





Abbildung 33: Kugel-Kugel-Kontakt der Si₃N₄-Kugeln mit d = 15,9 mm

Abbildung 34: Schutzvorrichtung für den Kugel-Kugel-Versuch

Alle zuvor beschrieben Versuche verliefen unproblematisch. Bei der Kontaktschädigung mittels Kugel-Kugel-Kontakt kam es jedoch zu leichten Problemen in der Versuchsdurchführung. In den vorherigen Versuchen mit geringerem Kugeldurchmesser wurde immer eine ähnliche Erstschädigungskraft erfasst. Jedoch schwankte in diesem Versuch die Erstschädigungskraft P_c sehr stark, was auch in einer großen Standardabweichung der Erstschädigungskraft in Tabelle 7 ersichtlich ist. Dadurch haben auch die weiteren Ergebnisse der Hertz'schen Kontakttheorie eine größere Streuung als in den zuvor durchgeführten Versuchen.

Kennwert:	Werte:	Einheit:
Anzahl der Kugelpaare:	6	[-]
Anzahl gültiger Versuche:	18	[-]
Erstschädigungskraft Pc:	12283 ± 1443	[N]
Amplitude des Signals:	61 ± 5	[dB]
Rissradius a´:	577 ± 48	[µm]
Kontaktradius <i>a</i> :	606 ± 24	[µm]
Mittlerer Kontaktdruck <i>p</i> _m :	10597 ± 422	[MPa]
Max. Zugspannung $\sigma_{Zug,Max}$:	2458 ± 98	[MPa]
Weibullmodul <i>m</i> :	31 [21 - 39]	[-]
Charakteristische Festigkeit σ_0 :	2503 [2467 - 2540]	[MPa]

Tabelle 7:	Experimentell ermittelte und errechnete Daten für die
Erstschä	idigung beim Kugel-Kugel-Kontakt mit d = 15,9 mm

Aufgrund der starken Schwankung in den Erstschädigungskräften kommt es im Zuge der Weibullauswertung (Abbildung 35) auch zu einem niedrigen Weibullmodul m. Je kleiner das Weibullmodul m ist, desto größer ist die Streuung der Daten. Diese Erkenntnis ist auch in der geringen Steigung der Geraden zu erkennen.



Abbildung 35: Weibulldiagramm für die Erstschädigung der 15,9 mm Kugeln beim Kugel-Kugel-Kontakt mit einem Weibullmodul *m* von 31

Im Zuge der Untersuchung der Si₃N₄-Kugeln am Stereomikroskop wurden Ringrisse entdeckt, welche sich kaskadenförmig ausgebildet haben. Um diese genauer erkennen zu können, wurden die Proben in Farbeindringmittel eingelegt und anschließend mit UV-Licht untersucht (Abbildung 36). Ein möglicher Grund für das Auftreten von mehreren Rissen könnte die hohe Erstschädigungskraft *P_c* sein. Auch bei der Detektion der Ringrisse kam es zu leichten Problemen. Da die Detektion der Ringrisse erst einige Wochen später erfolgte, wurden nicht mehr alle Ringrisse an den Si₃N₄-Kugeln gefunden. Ein möglicher Grund könnte das Phänomen der Rissschließung sein. Die Druckeigenspannungen der Kugeln könnten so groß sein, dass sich der Riss von selbst wieder schließt.



Abbildung 36: Detektion der Ringrisse beim Kugel-Kugel-Kontakt mit d = 15,9 mm a) obere Kugel und b) untere Kugel

4.2 Vergleich der Kugel-Kugel Versuche

Um einen Überblick über die Ergebnisse der unterschiedlichen Kugeldurchmesser zu haben, werden in Tabelle 8 die gemittelten Werte der Erstschädigungskraft P_c , des Kontaktradius *a*, der maximal auftretende Zugspannung $\sigma_{Zug,Max}$ und der charakteristischen Festigkeit σ_0 der jeweiligen Versuche inklusiver der dazugehörigen Standardabweichungen aufgelistet.

Kennwert:	Einheit:	7,9 mm	8,7 mm	11,1 mm	15,9 mm
Erstschädigungskraft <i>P</i> c	[N]	5775 ± 319	6548 ± 139	9655 ± 404	12283 ± 1443
Kontaktradius <i>a</i>	[µm]	374 ± 7	403 ± 3	497 ± 7	606 ± 24
Max. Zugspannung <i>σ_{Zug,Max}:</i>	[MPa]	3042 ± 58	2984 ± 21	2887 ± 41	2458 ± 98
Weibullmodul <i>m</i>	[-]	76	195	91	31
charakteristischen Festigkeit σ₀	[MPa]	3066	2994	2905	2503

Tabelle 8: Vergleich der Ergebnisse bei unterschiedlichen Kugeldurchmessern

In Tabelle 8 ist ersichtlich, dass die Erstschädigungskraft P_c mit steigendem Durchmesser der Si₃N₄-Kugeln zunimmt. Um die Unterschiede in der Erstschädigungskraft P_c bei unterschiedlichen Kugeldurchmesser besser darzustellen, wurde ein Verteilungsdiagramm verwendet (Abbildung 37). Dabei ist ersichtlich, dass sich die Erstschädigungskräfte zwischen den 7,9 mm Kugeln und den 8,7 mm Kugeln nicht stark unterscheiden. Die Si₃N₄-Kugeln mit einem Durchmesser von 11,1 mm bzw. 15,9 mm weisen hingegen eine deutliche höhere Erstschädigungskraft auf. Jedoch sieht man im Diagramm auch, dass die Streuung der Erstschädigungskräfte bei den 15,9 mm Kugeln deutlich größer als die der anderen Versuche mit geringerem Kugeldurchmesser ist.

Dadurch, dass die Erstschädigungskraft P_c auch direkt in die Berechnung der Hertz'schen Kontakttheorie einfließt, ist auch der Anstieg des Kontaktradius laut Gleichung (11) plausibel. Aufgrund des zunehmenden Kontaktradius *a* mit steigendem Durchmesser der Kugeln sinkt der mittlere Kontaktdruck p_m und somit auch die maximal auftretende Zugspannung $\sigma_{Zug,Max}$ (vgl. Gleichung (13) und Gleichung (15)).



Abbildung 37: Vergleich der Erstschädigungskräfte infolge eines Kugel-Kugel-Kontaktes bei unterschiedlichen Kugeldurchmessern

Abbildung 38 zeigt die Veränderung des Rissradius *a*´ aufgrund von verschiedenen Kugelradien. Wie in den Aufnahmen des Stereomikroskop ersichtlich, ändert sich der Rissradius zwischen den Kugeln mit einem Durchmesser von 7,9 mm und 8,7 mm minimal. Es kommt zu einer deutlichen Zunahme des Rissradius bei den beiden Kugeln mit größerem Durchmesser. Diese Steigerung des Rissradius ist auch durch die Hertz´sche Kontakttheorie (Gleichung (11)) plausibel.



Abbildung 38: Vergleich der Rissradien infolge eines Kugel-Kugel-Kontaktes bei unterschiedlichen Kugeldurchmessern

Wie bereits zuvor erwähnt, kommt es aufgrund der Zunahme des Kontaktradius a und des relativen Krümmungsradius R_{rel} zu einer Abnahme der maximal auftretenden Zugspannung $\sigma_{Zug,Max}$. Grund dafür ist, dass der Kontaktradius indirekt proportional zur maximal auftretenden Zugspannung ist. Dadurch nimmt bei einer Zunahme des Kontaktradius die maximal auftretende Zugspannung ab. Diese Tatsache ist in Abbildung 39 grafisch dargestellt. Weiters sieht man, dass die Kurve der Weibullverteilung der Si₃N₄-Kugeln mit einem Durchmesser von 15,9 mm eine deutlich flachere Steigung als die anderen Kurven aufweist. Dies liegt an einem geringeren Weibullmodul *m* der Si₃N₄-Kugeln mit einem Durchmesser von 15,9 mm. Der Grund für die geringe Steigung der Kurve ist eine hohe Streuung in den Erstschädigungskräften dieses Versuches. Die Weibullverteilungen der Si₃N₄--Kugeln mit anderem Durchmesser zeigen eine gewisse Ähnlichkeit in der Steigung der Kurven. Dies lässt auf eine geringe Streuung der Werte und somit eine hohe Zuverlässigkeit der Messungen schließen.



Abbildung 39: Vergleich der Festigkeiten von unterschiedlichen Kugeldurchmessern bei einem Kugel-Kugel-Kontakt

Ausgenommen der Kugel-Kugel-Druckversuche mit den 15,9 mm Kugeln weisen die Kugel-Kugel-Druckversuche mit einem anderen Durchmesser einen sehr hohen Weibullmodul *m* auf.

5 Zusammenfassung

Im Zuge dieser Arbeit kam es zu der Entwicklung eines Messaufbaus, der durch akustische Detektion die Ermittlung der Erstschädigung, also die Entstehung eines Ringrisses, bei einer Kontaktbelastung infolge eines Kugel-Kugel-Drucktestes ermöglicht.

Beim Kugel-Kugel-Versuch wurden Kugeln mit vier unterschiedlichen Durchmessern verwendet, um den Einfluss des Kugeldurchmessers auf die Erstschädigungskraft nachzuweisen. Die Kugeln mit einem Durchmesser von 7,9 mm lieferten die geringste Erstschädigungskraft. Je größer der Kugelradius wurde, umso mehr stieg auch die Erstschädigungskraft an.

Die Erstschädigungskraft und der sich verändernde Kugeldurchmesser bedingen gemäß der Hertz'sche Kontakttheorie unterschiedliche Kontaktbedingungen. Durch die unterschiedlichen Kugeldurchmesser verändert sich der Kontaktradius, der Kontaktdruck sowie die maximal auftretende Zugspannung. Mithilfe von Untersuchungen am Stereomikroskop wurde der tatsächliche Kontaktradius (Rissradius) ermittelt, um zu sehen, ob die rechnerische Auswertung mit der Hertz'schen Kontakttheorie übereinstimmt.

Alle Kugeln wurden nach der Kontaktschädigung lichtmikroskopisch vermessen, wobei folgende Erkenntnisse gewonnen wurden: Bei der Erstschädigung durch Kontaktbelastung von Siliziumnitrid infolge eines Kugel-Kugel-Drucktestes kommt es immer zur Entstehung eines vollständigen Ringrisses. Interessanterweise wird dies an beiden Kugeln des jeweiligen Kugelpaares gefunden. Weiters ist der gemessene Rissradius bei einem Kugel-Kugel-Kontakt immer um wenige Prozent kleiner als der errechnete Kontaktradius. Dieses Phänomen tritt bei allen Versuchen unabhängig vom Kugeldurchmesser auf. Schlussendlich kam es bei der Untersuchung der 15,9 mm Kugeln zu zwei Phänomenen. Einerseits entstanden nur bei den größten Kugeln dieser Arbeit mehrere Ringrisse auf einmal. Die Ringrisse breiteten sich kaskadenförmig aus (Mehrfachrisse). Andererseits verschwanden einige Ringrisse und konnten einige Wochen nach der Versuchsdurchführung am Stereomikroskop nicht mehr gefunden werden. Ein möglicher Grund könnte in den Eigenspannungen der Kugeln liegen, durch die sich der entstandene Riss wieder schließen kann.

Neben den unterschiedlichen Kugeldurchmessern wurden auch bei verschiedenen Temperaturen getemperte Si₃N₄-Kugeln mit einem Durchmesser von 7,9 mm getestet, um festzustellen, ob Temperung (und Annealen) die Erstschädigungskraft verändern oder nicht. Die Si₃N₄-Kugeln wurden im Dilatometer auf drei verschiedene Temperaturen (900°C, 1000°C und 1100°C) erhitzt. Nach einer Temperaturbehandlung von 900°C bzw. 1000°C kam es zu keinen signifikanten Veränderungen in der Erstschädigungskraft im Vergleich zu den unbehandelten 7,9 mm Kugeln. Bei den Versuchen mit den bei 1100°C getemperten Si₃N₄-Kugeln wurde ein Abfall in der Erstschädigungskraft ersichtlich. Dadurch weisen auch die Ergebnisse der Hertz'schen Kontakttheorie Veränderungen im Vergleich zu den nicht behandelten Kugeln auf. Im Zuge dieser Versuchsreihe konnte somit nachgewiesen werden, dass ab einer Temperatur von über 1000°C es zu Änderungen von Eigenspannungen in den Si₃N₄-Kugeln kommt.

Die verschiedenen Kugeldurchmesser haben weiters einen Einfluss auf die Festigkeitsverteilung. Die Kugeln mit einem Durchmesser von 7,9 mm versagen bei den höchsten Zugspannungen und weisen somit die nominell höchsten Festigkeiten auf. Je größer der Durchmesser der Kugeln, desto kleiner wird die ermittelte Festigkeit. Des Weiteren ist der Weibullmodul *m* für alle verschiedenen Versuche sehr hoch, was auf eine geringe Streuung und eine hohe Zuverlässigkeit der Versuche hinweist.

Die Ergebnisse dieser Arbeit zeigen, dass es möglich ist, mit Hilfe der akustischen Detektion die Erstschädigung von Siliziumnitrid bei einem Kugel-Kugel-Kontakt zu messen. Der in dieser Arbeit beschriebene Versuchsaufbau des Kugel-Kugel-Drucktestes kann auch für zukünftige Arbeiten eingesetzt werden. Zum Beispiel könnte die Kontaktschädigung mittels Kugel-Kugel-Kontaktes von Kugeln aus unterschiedlichen Materialien untersucht werden oder es können Kugeln mit unterschiedlichem Durchmesser in Kontakt gebracht werden. Des Weiteren könnte der Frage auf den Grund gegangen werden, warum es bei einem Kugel-Kugel-Kontakt zu einer Schädigung an beiden Kugeln kommt und nicht wie bei einem Kugel-Platte-Kontakt nur die Probe geschädigt wird.

Auffällig ist der exzeptionell hohe Weibullmodul, der bei den Kugel-Kugel-Druckversuchen gewonnen wurde.

Bei konventionellen Festigkeitsprüfungen an Si3N4 wird typischerweise ein Weibullmodul im Bereich zwischen 10 und 20 beobachtet. [27] Daher scheint das Kontaktversagen – zumindest bei den kleineren Kugelvarianten – nicht mit dem Weibullschen Materialverhalten erklärbar zu sein.

Möglicherweise dominieren hier Prozesse der Rissinitiierung, die modellhaft durch die Konzepte der *Finite Fracture Mechanics* erklärt werden können. [29]

6 Literaturverzeichnis

- Härtelt M., Probabilistische Lebensdauervorhersage für keramische Bauteile unter komplexer zyklischer Beanspruchung, Karlsruher Institut für Technologie (2009).
- [2] Danzer R., Lube T., Supancic P., Damani R., Fracture of Ceramics, Adv. Eng. Mater. 10 (2008).
- [3] Hertz H., Über die Berührung fester elastischer Körper, Journal für die reine und angewandte Mathematik (1881).
- [4] D.K. Shetty, V.K. Pujari, Load-Bearing Capacity in Quasi-Static Compression and Bearing Toughness of Silicon Nitride Balls, Tribology Transactions (2004).
- [5] Lawn B.R. Wiederhorn S.M., Johnson H.H., Strength Degradation of Brittle Surfaces: Blunt Indenters, J. Am. Ceram. Soc (1975).
- [6] Warren P.D., Determining the fracture toughness of brittle materials by Hertzian indentation, Journal of the European Ceramic Society (1995).
- [7] Fischer-Cripps A. C., Introduction to Contact Mechanis, Springer Science+Business Media, LLC (2007).
- [8] Popov V. L., Contact Mechanics and Friction, Springer-Verlag Berlin Heidelberg (2010).
- [9] Johnson K. L., Contact Mechanics, Cambridge University Press (1987).
- [10] Rohr J., Akustische Detektion von Erstschädigung in Siliziumnitrid, Montanuniversität Leoben (2012).
- [11] Takadoum J., Materials and Surface Engineering in Tribology, ISTE Ltd (2008).
- [12] Popov V. L., Kontaktmechanik und Reibungsphysik, Polytechnische Universität Tomsk (2009).
- [13] Kocer C., Collins R., Angle of Hertzian Cone Cracks, J. Am. Ceram. Soc (2006).
- [14] Lawn B.R., Marshall D.B., Indentation Fracture and Strength Degradation in Ceramics, Springer US (1978).
- [15] Lawn B.R., Indentation of Ceramics with Spheres: A Century after Hertz, J. Am. Ceram. Soc (1998).
- [16] Azeggagh N., Damage mechanisms in silicon nitride materials under contact loading, INSA de Lyon (2015).
- [17] Munz D., Fett T., Ceramics: Mechanical Properties, Failure Behaviour, Materials Selection, Springer-Verlag Berlin Heidelberg (1999).
- [18] Weibull W., A Statistical Theory of the Strength of Materials, Generalstabens Litografiska Anstalts Förlag (1939).

- [19] ISO 20501, Fine ceramics (advances ceramics, advanced technical ceramics) -Weibull statistics for strength data, 2003.
- [20] Technische Daten Siliziumnitrid. https://www.ceramtecindustrial.com/de/werkstoffe/siliziumnitrid (accessed 23 August 2023).
- [21] Harrer W., Oberflächenzustand und Festigkeit von kommerziellem Siliziumnitrid, Montanuniversität Leoben (2012).
- [22] Witschich S., Zähigkeitsmessung an keramischen Kugeln, Montanuniversität Leoben 2010.
- [23] Chrissochou A., Acoustic Emission System AMSY-5 System Description, München (2009).
- [24] Sikorski W., Acoustic Emission: Research and Applications, IntechOpen (2012).
- [25] Li W., Liu Y., Jiang P., Guo F., Cheng J., Study on Delamination Damage of CFRP Laminates Based on Acoustic Emission and Micro Visualization, Materials (Basel) (2022).
- [26] Torrence B., The Student's Introduction to Mathematica and the Wolfram Language, Cambridge University Press, 2019.
- [27] Weibullmodul Keramiken. http://www.keramverband.de/brevier_dt/5/3/3/5_3_3_4.htm (accessed 17 July 2023).
- [28] Papšík R., Ševeček O., Martin É., Bermejo R., Prediction of ring crack initiation in ceramics and glasses using a stress–energy fracture criterion, J. Am. Ceram. Soc (2023).
- [29] Ševecek O., Leguillon D., Kotoul M., Martin E., Bermejo R., Modelling of fracture in brittle solids using FEM and finite fracture mechanics, 14th International Conference on Fracture (2017).

7 Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1:	Schematische Darstellung des Kontakts zwischen einer Kugel und einer ebenen Platte [8]13
Abbildung 2:	Radialspannungsverteilung an der Oberfläche eines elastischen Halbraumes mit v = 0,27 [10]15
Abbildung 3:	Kontakt zwischen zwei sphärischen Körpern [12]17
Abbildung 4:	Mögliche Schädigungsmechanismen bei einem Hertz-Kontakt [14]17
Abbildung 5:	Aufnahme eines Ringrisses an einer Si ₃ N ₄ -Kugel bei einem Kugel- Kugel-Kontakt (Draufsicht)18
Abbildung 6:	Aufnahme eines Kegelriss einer Si ₃ N ₄ -Probe bei einem Kugel- Platte-Kontakt (Querschliff) [16]18
Abbildung 7:	Verwendete Si ₃ N ₄ -Kugeln mit unterschiedlichen Durchmessern21
Abbildung 8:	Universalprüfmaschine Messphysik MIDI inklusive Steuereinheit EDC 580
Abbildung 9:	Befestigung der Reineisen-Auflager mit Hilfe von Sekundenkleber auf die Stempel der MIDI23
Abbildung 10:	Durchführung des Kugeleindrucks in die Reineisen-Auflager23
Abbildung 11:	Versuchsaufbau für die Untersuchung der Kontaktschädigung von Si ₃ N₄-Kugeln mittels eines Kugel-Kugel-Drucktest24
Abbildung 12:	Exemplarische Darstellung eines AE-Signals [25]25
Abbildung 13:	Tempern von Si₃N₄-Kugeln am Dilatometer DIL 40227
Abbildung 14:	Schematische Darstellung des Kugel-Kugel-Drucktests inklusive der verschiedenen Kontaktpunkte28
Abbildung 15:	Kontaktschädigung mittels Kugel-Kugel-Kontakt der Si ₃ N ₄ - Kugeln mit d = 7,9 mm29
Abbildung 16:	Kraft-Weg-Kurve eines Si₃N₄-Kugelpaares mit d = 7,9 mm30
Abbildung 17:	Verlauf des Kontaktradius <i>a</i> eines Si ₃ N ₄ -Kugelpaares mit d = 7,9 mm
Abbildung 18:	Verlauf des Kontaktdrucks p_m eines Si ₃ N ₄ -Kugelpaares mit d = 7,9 mm
Abbildung 19:	Verlauf der Zugspannung $\sigma_{Zug,Max}$ eines Si ₃ N ₄ -Kugelpaares mit d = 7,9 mm

Abbildung 20:	Weibulldiagramm beim Kugel-Kugel-Kontakt mit d = 7,9 mm bezogen auf a) die Erstschädigungskraft P_c und b) die Festigkeit σ mit einem Weibullmodul <i>m</i> von 7632
Abbildung 21:	a) obere Kugel und b) untere Kugel
Abbildung 22:	Aufnahme eines Ringrisses einer quergeschliffenen Si ₃ N ₄ -Kugel mit d = 7,9 mm34
Abbildung 23:	Auftreten eines "Mittelrisses" bei einer quergeschliffenen Si ₃ N ₄ - Kugel mit d = 7,9 mm
Abbildung 24:	REM-Aufnahme des "Mittelrisses" einer Si ₃ N ₄ -Kugel mit d = 7,9 mm
Abbildung 25:	Weibulldiagramm für die Erstschädigung beim Kugel-Kugel- Kontakt der getemperten Si ₃ N ₄ -Proben mit d = 7,9 mm
Abbildung 26:	Detektion der Ringrisse der getemperten Si ₃ N ₄ -Kugeln mit d = 7,9 mm am Stereomikroskop bei a) 900°C, b) 1000°C und c) 1100°C
Abbildung 27:	Kontaktschädigung mittels Kugel-Kugel-Kontakt der Si ₃ N ₄ - Kugeln mit d = 8,7 mm
Abbildung 28:	Weibulldiagramm für die Erstschädigung der 8,7 mm Kugeln beim Kugel-Kugel-Kontakt mit einem Weibullmodul <i>m</i> von 19540
Abbildung 29:	Detektion der Ringrisse beim Kugel-Kugel-Kontakt mit d = 8,7 mm a) obere Kugel und b) untere Kugel40
Abbildung 30:	Kugel-Kugel-Kontakt der Si₃N₄-Kugeln mit d = 11,1 mm41
Abbildung 31:	Weibulldiagramm für die Erstschädigung der 11,1 mm Kugeln beim Kugel-Kugel-Kontakt mit einem Weibullmodul <i>m</i> von 9143
Abbildung 32:	Detektion der Ringrisse beim Kugel-Kugel-Kontakt mit d = 11,1 mm a) obere Kugel und b) untere Kugel43
Abbildung 33:	Kugel-Kugel-Kontakt der Si₃N₄-Kugeln mit d = 15,9 mm44
Abbildung 34:	Schutzvorrichtung für den Kugel-Kugel-Versuch44
Abbildung 35:	Weibulldiagramm für die Erstschädigung der 15,9 mm Kugeln beim Kugel-Kugel-Kontakt mit einem Weibullmodul <i>m</i> von 3146
Abbildung 36:	Detektion der Ringrisse beim Kugel-Kugel-Kontakt mit d = 15,9 mm a) obere Kugel und b) untere Kugel46
Abbildung 37:	Vergleich der Erstschädigungskräfte infolge eines Kugel-Kugel- Kontaktes bei unterschiedlichen Kugeldurchmessern
Abbildung 38:	Vergleich der Rissradien infolge eines Kugel-Kugel-Kontaktes bei unterschiedlichen Kugeldurchmessern48

8 Tabellenverzeichnis

Tabelle 1:	Übersicht über das zur Verfügung gestandene Probenmaterial21							
Tabelle 2:	Materialkennwe	erte für Si₃N₄	ı [22]					.21
Tabelle 3:	Experimentell	ermittelte	und	errechnete	Daten	für	die	
	Kontaktschädig	jung beim Ki	ugel-Kı	ugel-Kontakt	mit d = 7	,9 mm	۰۰۰۰۰ ۱	.31
Tabelle 4:	Experimentell	ermittelte	und	errechnete	Daten	für	die	
	Erstschädigung	j beim Ku	gel-Ku	gel-Kontakt	der get	empe	rten	
	Si ₃ N ₄ -Kugeln m	nit d = 7,9 mi	m					.35
Tabelle 5:	Experimentell	ermittelte	und	errechnete	Daten	für	die	
	Erstschädigung	j beim Kuge	l-Kugel	-Kontakt mit	d = 8,7 m	nm		.39
Tabelle 6:	Experimentell	ermittelte	und	errechnete	Daten	für	die	
	Erstschädigung	j beim Kuge	l-Kugel	-Kontakt mit	d = 11,1	mm		.42
Tabelle 7:	Experimentell	ermittelte	und	errechnete	Daten	für	die	
	Erstschädigung	g beim Kuge	l-Kugel	-Kontakt mit	d = 15,9	mm		.45
Tabelle 8:	Vergleich d	der Erge	ebnisse	e bei	untersch	niedlic	hen	
	Kugeldurchmes	ssern						.47

9 Anhang

9.1	Experimentelle	Daten der	Si ₃ N ₄ -Kugelr	1 <i>mit d</i> =	7,9 mm
-----	----------------	-----------	--	------------------	--------

Versuch	Erstschädigungskraft
01 1	6068 55
01 2	6228.63
01 3	6101 85
02 1	5801.60
02 2	5776.13
02 3	6262.02
03 1	6191.00
03 2	6151,10
03 3	5385,85
04 1	5945,55
04 2	5504,17
04 3	6030,02
05_1	5720,40
06_1	5837,73
06_2	5962,65
06_3	5805,05
07_1	5935,98
07_2	5836,10
07_3	5096,75
08_1	6032,77
08_2	5561,40
08_3	5928,60
09_1	5832,20
09_2	5637,08
09_3	5774,77
10_1	5922,77
10_2	6122,15
10_3	5490,13
111	5817,92
11_2	5809,30
113	5463,42
12_1	6009,05
12_2	5911,67
12_3	5351,50
13_1	5907,25
13_2	5969,40
13_3	4836,55

14_1	5618,25
14_2	5764,73
14_3	5427,23
15_1	5829,77
15_2	5810,02
15_3	5986,45
16_1	5819,50
16_2	5646,73
16_3	4734,50
17_1	5738,70
17_2	5851,65
17_3	4956,02
18_1	5815,95
18_2	5990,98
18_3	5817,77
19_1	5679,88
19_2	6093,25
19_3	5661,60
20_1	5964,63
20 2	5664,60

9.2 Experimentelle Daten der getemperten Si₃N₄-Kugeln mit d = 7,9 mm

Versuch	Erstschädigungskraft <i>Pc</i> [N]			
	900 °C	1000 °C	1100 °C	
01_1	5878,92	5924,92	5357,83	
01_2	6279,33	5963,50	5133,73	
01_3	5881,15	5427,85	5241,85	
02_1	6054,40	6156,83	5170,27	
02_2	5751,55	5348,33	5212,02	
02_3	5485,70	5396,45	5220,52	
03_1	5876,17	5372,13	5253,88	
03_2	5846,35	5608,25	5424,65	
03_3	5730,90	5492,67	5010,80	
04_1	5844,95	5517,80	4893,15	
04_2	6120,45	5629,58	5091,52	
04_3	5905,63	5847,27	5033,25	
05_1	5794,38	5272,75	4853,33	
05_2	5626,52	5891,35	5392,42	
05_3	5760,52	6209,63	5405,45	

9.3 Experimentelle Daten der Si₃N₄-Kugeln mit d = 8,7 mm

Versuch	Erstschädigungskraft
	<i>P</i> _c [N]
01_1	6315,38
01_2	6481,83
01_3	6642,58
02_1	6532,67
02_2	6647,50
02_3	6664,25
03_1	6517,67
03_2	6378,67
03_3	6284,05
04_1	6378,33
04_2	6657,17
04_3	6680,60
05_1	6679,63
05_2	6714,75
05_3	6414,50
06_1	6602,00
06_2	6624,42
06_3	6648,33

9.4 Experimentelle Daten der Si₃N₄-Kugeln mit d = 11,1 mm

Versuch	Erstschädigungskraft
	<i>P</i> _c [N]
01_1	9344,55
01_2	10222,88
01_3	9783,35
02_1	8932,30
02_2	8930,22
02_3	9890,80
03_1	10185,00
03_2	9620,97
03_3	9636,92
04_1	9279,08
04_2	9925,55
04_3	9711,45
05_1	9310,05
05_2	9905,45
05_3	9864,40
06_1	9975,17
06_2	9189,53
06_3	10085,78

9.5 Experimentelle Daten der Si₃N₄-Kugeln mit d = 15,9 mm

Versuch	Erstschädigungskraft
	<i>P</i> _c [N]
01_1	12004,90
01_2	13552,78
01_3	11222,28
02_1	10260,38
02_2	9913,47
02_3	13510,72
03_1	14682,08
03_2	13069,88
03_3	13068,22
04_1	13040,75
04_2	12923,65
04_3	12941,22
05_1	12242,25
05_2	11197,40
05_3	12539,45
06_1	10274,25
06_2	14285,10
06_3	10360,55

9.6 Einstellungen der VALLEN Acoustic Emission

Param	etrische Um	rechnung: Einst	ellungen (Ka	inal 0)		×		
Parametrischer Kanal 0:								
Na <u>m</u>	<u>n</u> e:	PAOU	<u>E</u> inheit:	[N]				
Off <u>s</u>	et [mV]:	91.3	Eaktor:	1.966	[N] / [mV]			
Langname:		Par. 0 in user units						
Beschreibung:		Par. 0 in user units						
Dars	Darstellung der Parametrischen Umrechnung: PAQU (N) := (PaQ - 91.3) (mV] * 1.966 (N) / (mV)							
z	1E4- Z							
AOU	0- 0- 0-							
<u>م</u>	-2E4							
	-10000 -8000 -6000 -4000 -2000 0 2000 4000 6000 8000 10000							
? Hilfe		< Voriger	Nä	chster >	OK	Abbrechen		

Alarmeigenschaften: Al1					
Alarm Kommentar					
Signal für Warnung (<u>Signal 1</u>) kommt, wenn <u>3</u> oder mehr <u>Hits</u> die folgende Bedingung erfüllen: <u>A [dB] >= 21.5</u>					
Signal für Alarm (<u>Signal 1</u>) kommt, wenn <u>1</u> oder mehr <u>Hits</u> die folgende Bedingung erfüllen: <u>A [dB] >= 21.5</u>					
🥐 Hilfe 🗧 Bericht OK Abbrecher	1				