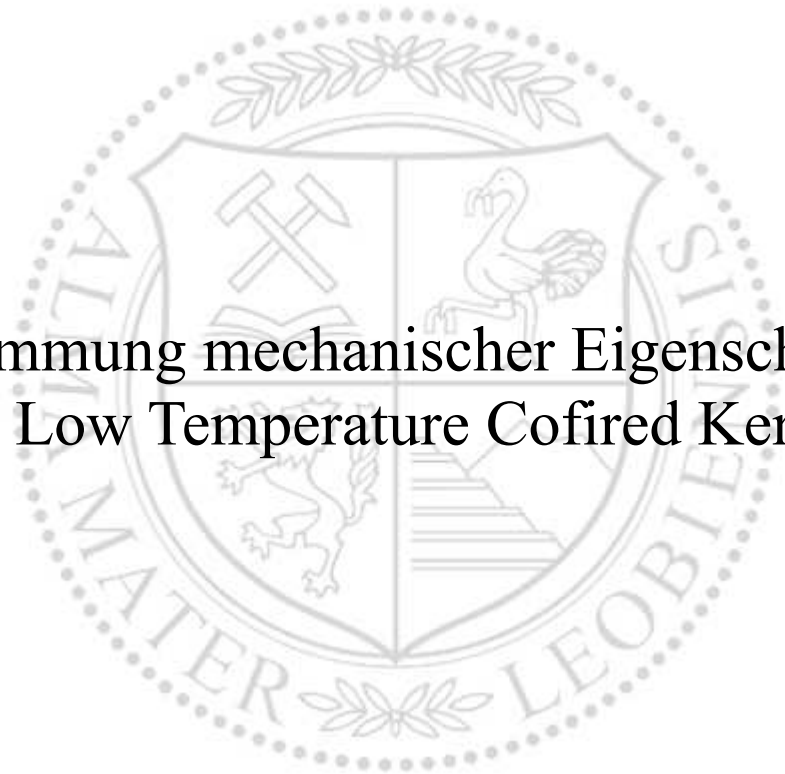




Lehrstuhl für Struktur- und Funktionskeramik

Masterarbeit

Bestimmung mechanischer Eigenschaften
einer Low Temperature Cofired Keramik



Viktoria Anna Waidbacher, BSc

September 2024



EIDESSTÄTLICHE ERKLÄRUNG

Ich erkläre an Eides statt, dass ich diese Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt, den Einsatz von generativen Methoden und Modellen der künstlichen Intelligenz vollständig und wahrheitsgetreu ausgewiesen habe, und mich auch sonst keiner unerlaubten Hilfsmittel bedient habe.

Ich erkläre, dass ich den Satzungsteil „Gute wissenschaftliche Praxis“ der Montanuniversität Leoben gelesen, verstanden und befolgt habe.

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

Datum 03.09.2024

Unterschrift Verfasser/in
Viktoria Anna Waidbacher

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich bei all jenen Personen bedanken, die mich während meiner Masterarbeit unterstützt haben.

Ein herzliches Dankeschön richte ich an das Institut für Struktur- und Funktionskeramik und dessen Vorstand, Univ.-Prof. Dr. Raul Bermejo, der in mich das Vertrauen für eine positive Erledigung der Themenarbeit gesetzt hat und mir die Bearbeitung der vorliegenden Arbeit anvertraut hat. Die angenehme Atmosphäre am Institut haben maßgeblich dazu beigetragen, dass ich diese Arbeit in dieser Form umsetzen konnte.

Mein besonderer Dank gilt meinem Betreuer Ao. Univ. Prof. Dr. Peter Supancic für seine Geduld und fachliche Expertise. Die unzähligen Diskussionen und die Möglichkeit, Fragen zu stellen, haben mir maßgeblich geholfen, einen roten Faden durch die komplexe Materie der Bruchmechanik zu finden. Ich bedanke mich auch für die Endkorrektur dieser Arbeit (Mir ist bewusst, dass die Art und Weise, wie ich Sätze formuliere, selbst Thomas Mann neidisch machen würde).

Ich bedanke mich auch bei den Mitarbeitern des Instituts, Abdullah, Josef, Roman, Irina und Maxi, die stets ein offenes Ohr für mich hatten und mir bei der Durchführung vieler Experimente geholfen haben.

Abschließend will ich mich noch bei meiner Familie und Freunden bedanken. Meinen Eltern gilt mein größter Dank. Sie haben mir in den stressigen Phasen meines Studiums immer den Rücken gestärkt und stets an mich geglaubt.

Abstract

To use functional ceramics successfully, sufficient mechanical reliability must be guaranteed in addition to a clearly defined functional profile. Therefore, knowledge of mechanical properties such as hardness, toughness and strength is essential for the design.

The sample material investigated in this thesis is a commercial "Low Temperature Cofired Ceramic". LTCCs are used in special applications as electrical circuit boards due to their outstanding dielectric and thermophysical properties. Conductor tracks are printed on ceramic foils, stacked and sintered at temperatures between 900° and 1000° Celsius.

A key topic of this thesis is the analysis of the mechanical strength and failure of LTCCs. Empirical evidence shows that the strength of almost all ceramic materials can be described in many load scenarios based on a defect model. In this model, structural components such as pores, microcracks and foreign phases are interpreted as defects that can act as fracture origins. The statistical nature of such defect distributions ultimately also leads to distributions of measured strength values of a sample of nominally similar specimens. The Weibull distribution has proven itself for the mathematical description of strengths. Within the range of validity, this allows extrapolation to other load situations or to other sample geometries, which is why the strengths of "Weibull materials" exhibit a volume effect. Statistically, it can be shown that samples of different sizes have different strengths. In order to test this volume effect or Weibull behavior, the disc-shaped LTCC specimens were initially tested using two different, established test methods with different test volumes: the ring-on-ring test and the ball-on-three-balls test. In order to test the applicability of the Weibull volume effect with extremely small volumes under load, a "Hertzian contact damage test" was developed, which leads to very local, short-range tensile stress fields. The specimen is pressed symmetrically between two spheres with increasing force until ring cracks are induced by the tensile stresses outside the contact surface. These tests were evaluated using a finite element method (FEM) simulation.

It could be shown that the failure of the studied LTCC follows Weibull's statistical approach when tested by the ring-on-ring and the ball-on-three-balls tests. However, the failure in a highly localized stress field (such as in the Hertzian contact damage test) presented in this work, shows significant deviations from the previously determined statistics.

Furthermore, the influence of surface finishes on the strength of ceramics was discussed. After an "industrial" lapping process, the strength of the material was examined using the ring-on-ring- and ball-on-three-balls test.

The presented results revealed that through the machining additional and usually "more dangerous" defects were introduced into the surface, which was reflected in a reduction in strength.

Kurzfassung

Um Funktionskeramiken erfolgreich zu nutzen, müssen neben einem klar definierten Funktionsprofil auch eine ausreichende mechanische Zuverlässigkeit gewährleistet sein. Daher ist das Wissen über mechanische Eigenschaften wie Härte, Zähigkeit und Festigkeit für die Konstruktion unerlässlich.

Das in dieser Arbeit untersuchte Probenmaterial ist eine kommerzielle „Low Temperature Cofired Ceramic“-Keramik. LTCC-Keramiken werden in speziellen Einsatzbereichen aufgrund ihrer herausragenden dielektrischen und thermophysikalischen Eigenschaften als elektrische Leiterplatten verwendet. Auf keramischen Folien werden Leiterbahnen gedruckt, gestapelt und bei Temperaturen zwischen 900° und 1000° Celsius gesintert.

Ein zentrales Thema dieser Arbeit ist die Analyse der mechanischen Festigkeit bzw. des Versagens von LTCC-Keramiken. Empirisch zeigt sich, dass sich die Festigkeit von fast allen keramischen Werkstoffen in vielen Belastungsszenarien auf Basis eines Defektmodells beschreiben lässt. In diesem Modellbild werden Gefügebestandteile wie Poren, Mikrorisse und Fremdphasen als Defekte interpretiert, die als Bruchausgänge fungieren können. Die statistische Natur solcher Defektverteilungen führen schließlich auch zu Verteilungen von gemessenen Festigkeitswerten einer Stichprobe nominell gleichartiger Proben. Für die mathematische Beschreibung von Festigkeiten hat sich die Weibullverteilung bewährt. Innerhalb des Gültigkeitsbereichs erlaubt diese eine Extrapolation auf andere Belastungssituationen bzw. auf andere Probengeometrien, weshalb Festigkeiten von „Weibullmaterialien“ einen Volumeneffekt aufweisen. Statistisch lässt sich zeigen, dass unterschiedlich große Proben unterschiedliche Festigkeiten aufweisen. Um diesen Volumeneffekt bzw. das Weibullverhalten zu überprüfen, wurden die scheibenförmigen LTCC-Proben zunächst mit zwei verschiedenen, etablierten Prüfverfahren mit unterschiedlichen Prüfvolumina geprüft: dem Doppelring- und dem 4-Kugelversuch. Um die Anwendbarkeit des Weibullschen Volumeneffekts bei extrem kleinen belasteten Bauteilvolumen zu testen, wurde ein „Hertzscher Kontaktschädigungsversuch“ entwickelt, der zu sehr lokalen, kurzreichweitigen Zugspannungsfeldern führt. Dabei wird die Probe symmetrisch zwischen zwei Kugeln mit ansteigender Kraft gedrückt, bis durch die Zugspannungen außerhalb der Kontaktfläche Ringrisse induziert werden. Die Bewertung dieser Versuche erfolgte mit Hilfe einer Finite-Elemente-Methode (FEM)-Simulation.

Es konnte gezeigt werden, dass das Versagen der untersuchten LTCC dem statistischen Ansatz von Weibull folgt, wenn es mit dem Doppelring- oder dem 4-Kugelversuch geprüft wird. Das Versagen in einem stark lokalisierten Spannungsfeld (wie bei dem Hertzschen Kontaktschädigungsversuch), das in dieser Arbeit untersucht wurde, zeigt signifikante Abweichungen von der zuvor bestimmten Statistik.

Darüber hinaus wurde der Einfluss der Oberflächengüte auf die Festigkeit von Keramiken erörtert. Nach einem „industriellen“ Läppprozess wurden die Festigkeiten des Materials mittels der Doppelring- und 4-Kugeltests untersucht.

Die präsentierten Ergebnisse zeigten, dass durch die Bearbeitung zusätzliche und meist „gefährlichere“ Defekte in die Oberfläche eingebracht wurden, was sich in einer Verringerung der Festigkeit gezeigt hat.

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung und Problemstellung	1
2. Theoretische Grundlagen	3
2.1. Festigkeit	3
2.2. Weibull Statistik.....	5
2.2.1. Auswertung der Weibullstatistik	8
2.3. Hertzsche Kontakttheorie	10
2.3.1. Morphologie der Hertzian Cone Cracks.....	10
2.4. Härte	11
3. Probenmaterial und experimentelle Durchführung	13
3.1. Low Temperature Cofired Ceramics – LTCC.....	13
3.2. Ring on Ring Versuch	15
3.3. 4-Kugelversuch	16
3.4. Hertzsche Kontaktschädigung.....	18
3.5. Vickers Härte.....	20
3.6. Fraktographie.....	20
4. Ergebnisse	21
4.1. Geschliffene und polierte Oberfläche.....	21
4.1.1. Ring-on-Ring Versuch.....	21
4.1.2. 4-Kugelversuch	31
4.1.3. Gemeinsame Weibull-Auswertung.....	34
4.2. As sintered Oberfläche	37
4.2.1. Ring-on-Ring Versuch.....	37
4.2.2. 4-Kugelversuch	40
4.2.3. Gemeinsame Weibull-Auswertung.....	45
4.2.4. Hertzsche Kontaktschädigungsversuch	47
4.2.5. Vickers Härte.....	54
5. Zusammenfassung und Diskussion	56
6. Ausblicke	62
7. Literaturverzeichnis	63
8. Abbildungsverzeichnis	65
9. Anhang	67

Abkürzungsverzeichnis und verwendete Symbole

Symbol	Einheit	Bedeutung
σ_{th}	[MPa]	Theoretische Festigkeit
E	[GPa]	Elastizitätsmodul
γ	[J/m ²]	Spezifische Oberflächenenergie
r_0	[m]	Abstand benachbarter Ionen
K_I	[MPa m ^{-1/2}]	Spannungsintensitätsfaktor
K_{Ic}	[MPa m ^{-1/2}]	Bruchzähigkeit
σ	[MPa]	Spannung
Y	[-]	Geometriefaktor
a	[mm]	Risslänge
a_c	[mm]	Kritische Defektgröße
$N_{c,S}$	[-]	Mittlere Anzahl kritischer Defekte in der Probe
P_f	[-]	Versagenswahrscheinlichkeit
A	[-]	Werkstoffkonstante
r	[-]	Werkstoffkonstante
n_c	[m ⁻³]	Mittlere Anzahl kritischer Defekte pro Volumseinheit
g(a)	[m ⁻⁴]	Defektgrößendichteverteilung
V	[mm ³]	Volumen
V_0	[mm ³]	Normierungsvolumen
σ_0	[MPa]	Charakteristische Festigkeit
m	[-]	Weibullmodul
V_{eff}	[mm ³]	Effektives Volumen
S_{eff}	[mm ²]	Effektive Oberfläche
σ_{ref}	[MPa]	Referenzspannung
P	[-]	Gesamtwahrscheinlichkeit
p_i	[-]	Versagenswahrscheinlichkeitsdichte für Festigkeitswert σ_i
N	[-]	Probenanzahl
b	[-]	Korrekturfaktor
C_u	[MPa]	σ_0 : oberes Konfidenzintervall
C_l	[MPa]	σ_0 : unteres Konfidenzintervall
D_u	[-]	m: oberes Konfidenzintervall
D_l	[-]	m: unteres Konfidenzintervall
R_C	[μ m]	Kontaktradius
F	[N]	Aufgetragene Last
R_b	[mm]	Kugelradius
E^*	[GPa]	Zusammengesetzter Elastizitätsmodul
E_{Ind}	[GPa]	Elastizitätsmodul der Indenter-Kugel
E_{probe}	[GPa]	Elastizitätsmodul des Probenmaterials
ν_{Ind}	[-]	Poissonzahl der Indenter-Kugel
ν_{probe}	[-]	Poissonzahl des Probenmaterials
σ_{max}	[MPa]	Maximale auftretende Spannung
σ_{min}	[MPa]	Minimal auftretende Spannung
H	[MPa]	Härte
H_0	[MPa]	Härte eines vollständig dichten Körpers
p	[mm ³]	Porenvolumen
R_C	[mm]	Kontaktradius
C	[-]	Korrelationsfaktor (Härteansatz)

d_{Korn}	[μm]	Korngröße
σ_f	[MPa]	Bruchfestigkeit
ν	[-]	Poissonzahl
F	[N]	Kraft
h	[mm]	Probendicke
D_s	[mm]	Auflagerdurchmesser
D_L	[mm]	Lastdurchmesser
D	[mm]	Probendurchmesser
f	[-]	Proportionalitätsfaktor
R	[mm]	Probenradius
R_a	[mm]	Auflagerradius
d	[mm]	Diagonalen-Länge Hertzdruck
c	[-]	Anzahl der Proben, die nicht an bestimmter Defektart versagt haben (censored data)

Abkürzung	Bedeutung
LTCC	Low Temperature Cofired Ceramic
Al_2O_3	Aluminiumoxid
SAW	surface acoustic wave
FEM	Finite Elemente Methode
B3B	Ball on three Balls (4-Kugelversuch)
RoR	Ring on Ring (Doppelringversuch)
REM	Rasterelektronenmikroskop
ÖNORM	Nationale österreichische Norm
ASTM	American Society for Testing and Materials
Si_3N_4	Siliziumnitrid
SiC	Siliziumkarbid

1. Einleitung und Problemstellung

In dieser Arbeit wird das Festigkeitsverhalten einer kommerziellen sogenannten „Low Temperature Cofired Ceramic“ LTCC (DuPont 951) untersucht. Während typische Sintertemperaturen von Keramiken deutlich über 1000 C liegen, können durch Zusatz von Glasphasen die Sintertemperaturen von LTCC-Keramik in einem Bereich zwischen 900° und 1000°C realisiert werden. Damit sind diese grundsätzlich geeignet, gemeinsam mit metallischen Leitermaterialien (e.g. Silber, Kupfer) gesintert zu werden, was ihnen den Namen „Low Temperature Cofired Ceramic“ (auf Deutsch etwa: „Niedertemperatur ko-gesinterte Keramik“) verleiht. Bei einer LTCC handelt es sich normalerweise um einen keramischen Verbundwerkstoff, der von elektrisch leitenden Metallbahnen durchzogen ist. [1, 2]

Eine LTCC-Keramik wird als elektronische Komponente (Leiterplatte) in Mobil- und Automobiltechnologien verwendet, wenn spezielle Anforderungen zu erfüllen sind. Man findet sie in Antennen oder SAW-Filtern (surface acoustic wave – filter), also in Modulen, die hochfrequente Signale (i.e. GHz) verarbeiten können. Im Vergleich zu herkömmlichen Leiterplatten aus Epoxid-Harz zeigen LTCCs einen geringen dielektrischen Verlust bei hohen Frequenzen, eine geringe Wärmeausdehnung (Formbeständigkeit) sowie eine gute Temperaturbeständigkeit. [1, 2]

Jedoch gibt es auch Eigenschaften, die zu Grenzen in ihrer Anwendung führen. Keramiken sind spröde und versagen bei Belastung ohne vorherige plastische Verformung an im Material vorliegenden Defekten. [3] Es kommt an den Rissspitzen der Defekte zu Spannungskonzentrationen, die dazu führen, dass das Material um den Defekt herum höhere Spannungen erfährt als der Rest der Materialmatrix. [4] Defekte können sowohl Poren, Versetzungen, als auch Risse oder Kratzer sein. [2] Diese Unvollkommenheiten lassen sich bei der Produktion nicht verhindern. Defekte verschiedenster Größen und Formen liegen am Ende der Herstellungskette im Bauteil vor und schon ein einzelner minimaler Defekt kann die Festigkeit des Materials erheblich senken. [2, 3] Die Streuung der Defektgrößen im Material führt folglich zu einer Streuung der mechanischen Eigenschaften. [2] Daher ist eine statistische Auswertung unumgänglich, um Aussagen über die Festigkeit einer Keramik bzw. eines Bauteils machen zu können.

Statistisch lässt sich zeigen, dass unter Belastung ein größeres Volumen eine niedrigere Festigkeit hat. Es ist bei gegebener Last wahrscheinlicher einen bruchauslösenden Defekt in einem großen Volumen zu finden als in einem kleinen. [5] Man spricht hierbei von einem Volumeneffekt. Es ist also möglich mit dem Wissen über die Festigkeit bei einer Belastungsart auf andere zu schließen.

Es stellt sich in dieser Arbeit die Frage, ob sich ein Volumeneffekt anhand des Probenmaterials zeigen lässt. Das im gegenständlichen Fall untersuchte Material war eine plattenförmige Bulk-LTCC (ohne Leiterbahnen produziert).

Hierfür wird die Gefügesteifigkeit durch zwei bekannte Prüfverfahren mit verschiedenen großen Prüfvolumina bestimmt. Einerseits mit dem 4-Kugelversuch (Ball-on-three-balls) [6] andererseits mit dem Doppelringversuch (Ring-on-Ring) [7].

Aufbauend auf dem Konzept des Volumeneffekt liegt ein weiterer Fokus auf der Frage, ob das Versagen in kurzreichweitigen Spannungsfeldern (klingen innerhalb weniger Defektgrößen ab) durch die Weibull-Statistik beschrieben werden kann. Solche Spannungsfelder treten häufig bei Lötverbindungen auf. [2]

Zu diesem Zweck wird ein „Hertzscher Kontaktschädigungsversuch“ herangezogen. Das Hertzsche Bruchverhalten ist in der Literatur mehrfach festgehalten. [8–11] Bei diesen Versuchen wird eine Indenter-Kugel in das Prüfmaterial gedrückt. Dabei werden unmittelbar außerhalb der Kontaktfläche starke Zugspannungen an der Oberfläche induziert. Bei den in dieser Arbeit beschriebenen Versuchen wird die Probe von zwei Kugeln, die symmetrisch oberhalb und unterhalb des Probenmaterial angeordnet sind, belastet. Da das untersuchte Probenmaterial im Vergleich zu den Indenter-Kugeln sehr dünn ist, verhindert dieser symmetrische Versuchsaufbau einen möglichen Einfluss einer Probenaufgabe. Dieser Versuch führt zu einem Spannungsfeld, das in dieser Arbeit mit einer Finite-Elemente-Methode (FEM) Simulation analysiert wird.

Anhand des Volumeneffekts kann man für das Probenmaterial eine Defektgrößenverteilung definieren. Man detektiert in unterschiedlich großen Prüfvolumina unterschiedlich große Defekte. [10] Es wird in der Weibullstatistik von einer Homogenität der Defektverteilung ausgegangen. Defekte sind stochastisch im Material verteilt. [10, 12] Das Prüfmaterial soll in dieser Hinsicht überprüft werden. Hierfür werden Biegefestigkeitsversuche analysiert, die sowohl in der Mitte der Probe als auch in Nähe des Randes durchgeführt werden.

Abschließend soll diskutiert werden, ob eine Festigkeitssteigerung des Materials durch eine Oberflächenbehandlung (läppen) möglich ist. Bearbeitungsschritte an Keramikoberflächen erfordern besondere Sorgfalt, da sie nicht nur teuer sind, sondern auch das Risiko besteht, das Material zu verschlechtern. [13]

2. Theoretische Grundlagen

2.1. Festigkeit

Die Festigkeit von Werkstoffen bezieht sich auf die Fähigkeit dieser einer einwirkenden Kraft ohne Versagen standzuhalten. Bei der Bestimmung der Eignung des Materials für verschiedene Anwendungen spielt die Festigkeit oftmals eine entscheidende Rolle. Technischen Keramiken finden ihren Einsatz vor allem in strukturellen- und elektronischen Bauteilen. [5]

Wenn man über die Festigkeit von Werkstoffen spricht, ist es wichtig, zu beachten, dass die unterschiedlichen Klassen von Werkstoffen ein breites Spektrum an Festigkeiten aufweisen. Im Gegensatz zu Metallen, die metallische Bindungen aufweisen, welche durch delokalisierte Elektronen gekennzeichnet sind, und zu Polymeren, die kovalente oder molekulare Bindungen aufweisen, werden Keramiken durch ionische und/oder kovalente Bindungen zusammengehalten. Diese Bindungen sind im Allgemeinen stärker als metallische Bindungen, was zu einer höheren Festigkeit, aber auch geringeren Duktilität von Keramik führt. Diese stark verringerte Fähigkeit sich plastisch zu verformen, führt wiederum dazu, dass ein Festigkeitsversagen bevorzugt durch Sprödbbruch auftritt. [3]

Damit es in einem Festkörper zu einer Trennung kommt, also benachbarte Ionen vom Abstand r_0 getrennt werden, muss eine entsprechende Energie aufgebracht werden, die eine solche Dehnung ermöglicht. Es wird dabei mindestens die Oberflächenenergie $2\gamma \cdot \Delta A$ zur Bildung neuer Oberflächen ΔA benötigt (Anm.: mit γ wird die spez. Oberflächenenergie bezeichnet). Mit dem Elastizitätsmodul E kann man die theoretische Festigkeit σ_{th} folgendermaßen beschreiben [4, 5]:

$$\sigma_{th} = \sqrt{E\gamma/r_0} \quad (1)$$

Jedoch zeigt sich, dass die experimentell ermittelte Festigkeit von Keramiken deutlich unter ihrer theoretischen Festigkeit liegt. [4] Dies liegt daran, dass das Material Defekte aufweist. Selbst sorgfältig hergestellte Keramiken weisen Unvollkommenheiten wie Hohlräume, Versetzungen und Korngrenzen auf, welche die effektive Festigkeit des Materials verringern. Die zuvor angesprochene minimale plastische Verformbarkeit von Keramiken bewirkt, dass die, im Werkstoff vorhandenen, Defekte nicht von dieser entlastet werden können. Außerdem wird beim Rissfortschritt wenig Energie dissipiert. [3] Die vergleichsweise geringe Bruchzähigkeit und somit Sprödigkeit von Keramiken gehört zu den Herausforderungen bei deren Einsatz.

Betrachtet man das Rissausbreitungsverhalten näher, so sieht man, dass es vom Spannungsintensitätsfaktor K_I bestimmt wird. [10]

$$K_I = \sigma Y \cdot \sqrt{\pi a} \quad (2)$$

Hierbei ist Y ein Korrekturfaktor, der von der Defektgeometrie abhängig ist und a die Risslänge. Es ist erkennbar, dass der Spannungsintensitätsfaktor mit zunehmender Belastung bis zu einem kritischen Wert zunimmt, bei dem instabiles Risswachstum einsetzt. [10]
Bruchkriterium nach Griffith-Irwin: [2, 4, 12]

$$K_I \geq K_{Ic} \quad (3)$$

Die zuvor erwähnte Bruchzähigkeit ist jener kritischer Grenzwert K_{Ic} und ist damit eine Werkstoffkenngröße. [2] Mit anderen Worten: Je kleiner die Fehlstellen, desto höher die Festigkeit (Gleichung (4)).

$$a_c = \frac{K_{Ic}^2}{\sigma^2 Y^2 \pi} \quad (4)$$

Der Zusatz I beim Spannungsintensitätsfaktor beschreibt eine reine Normalbeanspruchung. Andere Belastungsmodi sind II: Scher- und III: Torsionsbelastung. Eine besondere Eigenschaft von Keramiken ist ihre hohe Druckfestigkeit. Sie ist typischerweise eine Größenordnung höher als die Zugfestigkeit. Bei Druckbelastung schließen die senkrecht auf den Riss stehenden Spannungskomponenten jenen Riss, er könnte sich also nur in den Modi II und III weiterentwickeln, was durch Reibungseffekte signifikant erschwert wird. [3]

2.2. Weibull Statistik

Wie schon zuvor erwähnt, fehlt Keramiken die Möglichkeit innere Defekte durch plastische Verformung auszugleichen. Da es eine stochastische Verteilung der Defektgrößen und der Defektdichten gibt, reicht die simple Angabe der Versagenslast nicht aus, um eine Aussage über die Festigkeit der Keramik zu machen. Wäre das nicht der Fall, würde das Versagen bei einer Spannung σ_0 eintreten, die Versagenswahrscheinlichkeit P_f würde also sprunghaft vom Wert 0 auf den Wert 1 steigen. Es ist auch nicht möglich mit einem vertretbaren Aufwand die Größe und Position jedes Defektes zu bestimmen, weswegen die Statistik der Defektverteilung genutzt wird, um eine Versagenswahrscheinlichkeit auszudrücken. [3]

Besonders aussagekräftig ist die Weibull-Statistik, die von der sogenannten „weakest link hypothesis“ ausgeht (auf dt: Annahme des schwächsten Gliedes). Diese baut auf der Idee auf, dass Defekte über das gesamte Bauteilvolumen homogen verteilt sind und dass durch das Versagen eines Defektes an einem beliebigen Ort im Volumen, es zu einem Totalversagen des Materials kommt. [4, 5]

Mit der Annahme der „Weakest link“ - Hypothese und der statistischen Unabhängigkeit der Defekte kann eine kumulative Versagenswahrscheinlichkeit definiert werden (Gleichung (5)). $N_{c,s}$ beschreibt in dieser Gleichung die mittlere Anzahl der kritischen Defekte in einer betrachteten Probe, die gemäß dem Griffith Kriterium von der aufgetragenen Last σ abhängt. [10]

$$P_f(\sigma) = 1 - \exp\left(-N_{c,s}(\sigma)\right) \quad (5)$$

Um die Anzahl von kritischen Defekten pro Volumeneinheit n_c zu erhalten, integriert man eine Defektgrößendichtefunktion $g(a)$. Diese beschreibt die Abhängigkeit der Häufigkeit (Dichte) von Defekten von der Defektgröße. Typischerweise nimmt die Häufigkeit eines solchen Defekt mit zunehmender Defektgröße vorzufinden ab. Mit der einfachen und speziellen Wahl einer Dichtefunktion gemäß $g(a) \propto Aa^{-r}$ (A und $r > 1$ sind Werkstoffkonstanten) erhält man schließlich nach Integration folgenden Ausdruck für die Defektdichte: [10, 12]

$$n_c = \int_{a_c}^{\infty} g(a) da = \frac{A}{r-1} (a_c)^{1-r} \quad (6)$$

Mit der Griffith Gleichung kann man sich die Länge des bruchauslösenden kritischen Defektes ausdrücken (siehe Gleichung (4)). Dieser Ausdruck wird in das Ergebnis der Integration eingesetzt:

$$\frac{A}{r-1} (a_c)^{1-r} = \frac{A}{r-1} \left(\frac{K_{Ic}^2}{\sigma^2 Y^2 \pi} \right)^{1-r} \quad (7)$$

Man definiert nun neue Parameter:

$$m = 2(r-1) \quad (8)$$

$$V_0 \sigma_0^m = \frac{m}{2A} \left(\frac{K_{Ic}}{Y\sqrt{\pi}} \right)^m \quad (9)$$

Und erhält somit für die Defektdichte n_c :

$$\frac{A}{r-1} \left(\frac{K_{Ic}^2}{\sigma^2 Y^2 \pi} \right)^{1-r} = \frac{1}{V_0} \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \quad (10)$$

Durch Multiplikation mit dem Probenvolumen, ergibt sich $N_{c,s}$, was in Gleichung (5) eingesetzt, die Versagenswahrscheinlichkeit der Weibull-Statistik ergibt. [10, 12]

Mittels der Weibull-Verteilung kann also die Versagenswahrscheinlichkeit P_f einer Keramik beschrieben werden:

$$P_f = P(V, \sigma) = 1 - \exp \left[- \frac{V}{V_0} \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (11)$$

Hierbei ist m der sogenannte Weibullmodul, σ_0 die charakteristische Festigkeit, V steht für das geprüfte Volumen und V_0 für das von σ_0 abhängige Bezugsvolumen. [3]

Der soeben genannte Weibullmodul ist ein Maß für die Streuung der Festigkeit und eine Werkstoffkonstante. Die charakteristische Festigkeit σ_0 hängt hingegen vom geprüften Probenvolumen und vom Werkstoff ab. [10]

Die Verteilung wird häufig durch Anpassung ihrer Skalierung als Gerade dargestellt. (Gleichungen (12) – (14)). In der daraus folgenden linearen Darstellung wird erkenntlich, dass der Weibullmodul die Steigung der Geraden ist und dass die charakteristische Festigkeit bei einer Versagenswahrscheinlichkeit von 63,3% liegt. [3]

$$\frac{1}{1 - P_f} = \exp \left[\frac{V}{V_0} \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (12)$$

$$\ln \left(\ln \frac{1}{1 - P_f} \right) = m \ln(\sigma) + \ln \left(\frac{V}{V_0} \right) - m \ln(\sigma_0) \quad (13)$$

$$y = kx + d \quad (14)$$

Prüft man einen Werkstoff homogen in einem Zugversuch mit verschiedenen großen Bauteilvolumina, so wird mittels Gleichung (11) folgender Zusammenhang ersichtlich: [4, 5]

$$\frac{\sigma_1}{\sigma_2} = \left(\frac{V_2}{V_1} \right)^{1/m} \quad (15)$$

Man sieht, dass die Festigkeit σ_c (siehe Abbildung 1) mit zunehmendem Prüfvolumen abnimmt und dass jener Effekt stärker bei niedrigen Werten von m ist. [4]

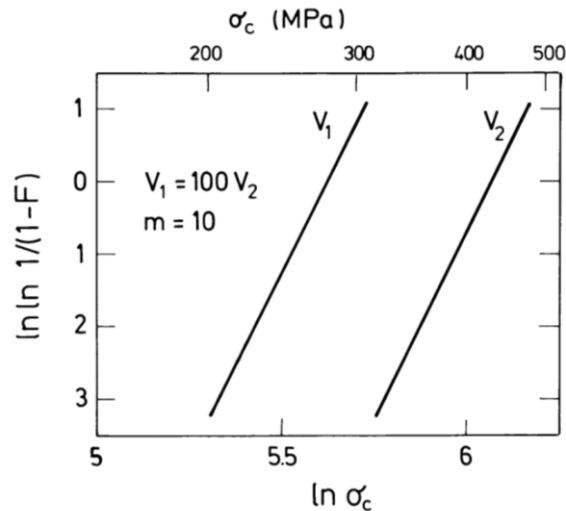


Abbildung 1: Einfluss des Prüfvolumens auf die Verteilung der Festigkeit [2]

Bisher wurde bei der Betrachtung der Versagenswahrscheinlichkeit von einer homogenen Spannungsverteilung ausgegangen. In der praktischen Bauteilanwendung ist diese Annahme selten anzutreffen. Vielmehr muss einer inhomogenen Spannungsverteilung Rechnung getragen werden. Die Weibull-Statistik wird dahingehend modifiziert, indem man V aus Gleichung (11) durch ein Integral der Spannungsverteilung (potenziert mit m) über das Volumen ersetzt. Damit wird es möglich unterschiedliche Belastungszustände an unterschiedlichen Materialvolumina zu beschreiben und schlussendlich eine Gleichung zu generieren, die der ursprünglichen Weibullgleichung adäquat ist: [2]

$$P_f = 1 - \exp \left[-\frac{1}{V_0} \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \int g^m dV \right] \quad (16)$$

$g(x,y,z)$ ist eine reine Geometriefunktion.

Das Integral in Gleichung (16) wird als effektives Volumen V_{eff} bezeichnet. Bei Oberflächenfehlern integriert man das Integral statt nach dV nach dS . Man spricht dann von der effektiven Oberfläche S_{eff} . [2]

Wenn man die Spannungsverteilung $\sigma(x,y,z)$ des Belastungsfalles kennt, kann man das effektive Volumen folgendermaßen berechnen: [14]

$$V_{\text{eff}} = \int_V \left(\frac{\sigma(x,y,z)}{\sigma_{\text{ref}}} \right)^m dV \quad (17)$$

Als σ_{ref} , das zum Normalisieren der $g(x,y,z)$ Funktion verwendet wird, bietet sich die maximale 1. Hauptspannung im Spannungsfeld an. [14]

2.2.1. Auswertung der Weibullstatistik

Für die Abschätzung des Weibullmoduls und der charakteristischen Festigkeit wird die Maximum-Likelihood Methode herangezogen. Mit der Weibull-Verteilung kennt man die Versagenswahrscheinlichkeitsdichte p_i für einen bestimmten Festigkeitswert σ_i . Die Gesamtwahrscheinlichkeit P einen vollständigen Satz an Festigkeitsmessungen zu bekommen ist also folglich: [4]

$$P = \prod_{i=1}^N p_i \quad (18)$$

Üblicherweise wird der Logarithmus von P maximiert: [4]

$$\ln P = \sum_{i=1}^N \ln p_i \quad (19)$$

Für eine Stichprobe mit N Proben und je einem Prüfvolumen $V_{\text{eff},i}$ kann die logarithmierte Likelihood Funktion L folgendermaßen beschrieben werden:

$$\ln L = \sum_{i=1}^N \ln \left(\frac{m V_{\text{eff},i}(m)}{\sigma_0 V_0} \left(\frac{\sigma_i}{\sigma_0} \right)^{m-1} e^{-\frac{V_{\text{eff},i}(m)}{V_0} \left(\frac{\sigma_i}{\sigma_0} \right)^m} \right) \quad (20)$$

Von dieser Funktion wird nun das Maximum bezüglich der beiden Parameter m und σ_0 entweder numerisch oder analytisch durch Differenzieren und anschließendem Nullsetzen der Gleichungen ermittelt. Damit erhält man Abschätzungen für die Weibull-Parameter m und σ_0 .

Prüft man nun von einem Material mit jeder Probe exakt das gleiche Volumen, so vereinfacht sich Gleichung (20). Nimmt man nämlich als Referenzvolumen V_0 , welches frei gewählt werden darf, das effektive Volumen $V_{\text{eff},i}$ an, so kürzen sich alle Volumenterme aus der Likelihood-Funktion.

Diese Annahme wird auch in der ÖNORM EN 843-5 („Hochleistungskeramik - Mechanische Eigenschaften monolithischer Keramik bei Raumtemperatur - Teil 5: Statistische Auswertung“) getroffen. Um σ_0 zu erhalten, wird Gleichung (21) numerisch nach \hat{m} gelöst und in Gleichung (22) eingesetzt. [15]

$$\frac{\sum_{i=1}^N [\ln(\sigma_{B,i}) \cdot \sigma_{B,i}^{\hat{m}}]}{\sum_{i=1}^N \sigma_{B,i}^{\hat{m}}} - \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \ln(\sigma_{B,i}) - \frac{1}{\hat{m}} = 0 \quad (21)$$

$$\sigma_0 = \left[\frac{1}{N} \left(\sum_{i=1}^N \sigma_{B,i}^{\hat{m}} \right) \right]^{\frac{1}{\hat{m}}} \quad (22)$$

Der mittels Gleichung (21) erhaltene Weibullmodul \hat{m} ist grundsätzlich eine Überschätzung und muss noch mit einem Korrekturfaktor b multipliziert werden, um den wahren Wert zu erhalten. [15]

Gleichungen (23) bis (26) werden schließlich zur Berechnung der oberen und unteren Konfidenzintervalle sowohl für die charakteristische Spannung (C_u und C_l) als auch für den Weibullmodul (D_u und D_l) verwendet: [15]

$$C_u = \hat{\sigma}_0 \exp\left(-\frac{t_u}{\hat{m}}\right) \quad (23)$$

$$C_l = \hat{\sigma}_0 \exp\left(-\frac{t_l}{\hat{m}}\right) \quad (24)$$

$$D_u = \hat{m}/l_u \quad (25)$$

$$D_l = \hat{m}/l_l \quad (26)$$

Für die oben beschriebene lineare graphische Darstellung werden jedem ermittelten Festigkeitswert σ_{fi} aus einer Prüferie mit N Proben ein Wahrscheinlichkeitswert P_{fi} zugeordnet: [4]

$$P_{fi} = \left(\frac{i - 0,5}{N}\right) \quad (27)$$

Schließlich erfolgt in einem Graph mit der Ordinate $y_i = \ln[\ln(1/(1-P_{fi}))]$ und der Abszisse $x_i = \ln(\sigma_{fi})$ die Darstellung. Diesen Zusammenhang zwischen linearer Regression und den Weibull Parametern sieht man in Abbildung 2. [4]

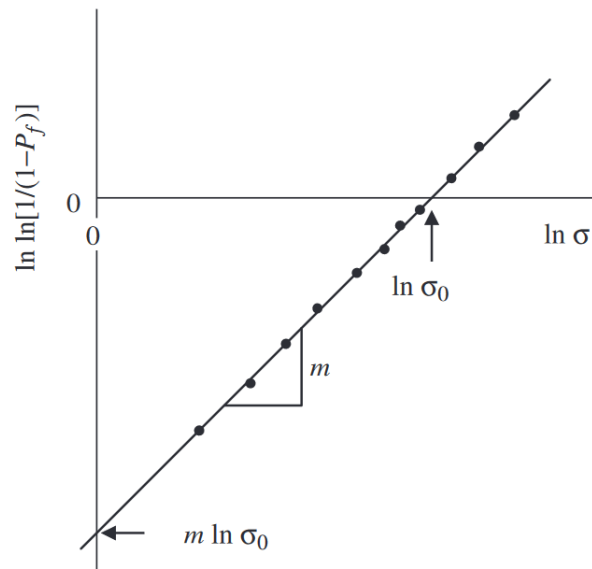


Abbildung 2: schematische Darstellung einer Weibullverteilung [4]

2.3. Hertzsche Kontakttheorie

Die Hertzsche Kontakttheorie beschreibt das elastische Spannungsfeld zwischen zwei isotropen Körpern (z.B.: Kugel auf planer Testfläche), die mit einer Normalkraft zusammengedrückt werden. Während in der Kontaktfläche eine entsprechende Druckspannung aufgebaut wird, wird außerhalb der Kontaktzone oberflächlich eine Zugspannung induziert. [16]

Als Konsequenz der linearen Elastizität liegen folgende Annahmen der Hertzschen Kontakttheorie zu Grunde: [17]

1. Die Krümmungsradien der sich berührenden Körper sind groß im Vergleich zum Kontaktradius
2. Die Dimensionen der einzelnen Körper sind groß im Vergleich zum Kontaktradius
3. Die sich berührenden Körper befinden sich in reibungsfreiem Kontakt

Hertz fand für den Fall, dass eine Kugel auf eine ebene Fläche gedrückt wird, folgenden Zusammenhang für den Kontaktradius R_C : [16, 17]

$$R_C^3 = \frac{3 F R_b}{4 E^*} \quad (28)$$

Hierbei ist F die aufgetragene Last, R_b der Radius der Indenter-Kugel und E^* ein effektiver E-Modul, der aus den elastischen Eigenschaften des Indenters und dem Prüfmaterial zusammengesetzt wird. [16, 17]

$$\frac{1}{E^*} = \frac{(1 - \nu_{Ind}^2)}{E_{Ind}} + \frac{(1 - \nu_{Probe}^2)}{E_{Probe}} \quad (29)$$

Die maximalen Zugspannungen im Prüfmaterial findet man nach Hertz an der Oberfläche am Rande des Kontaktradius. Sie sind sowohl von der Poissonschen Querkontraktionszahl ν , der aufgetragenen Last F und dem Kontaktradius abhängig: [16, 17]

$$\sigma_{max} = (1 - 2\nu) \frac{F}{2\pi R_C^2} \quad (30)$$

2.3.1. Morphologie der Hertzian Cone Cracks

Durch das Auftreten der oben beschriebenen Zugspannungen an der Oberfläche des Testmaterials, kommt es häufig zu sogenannten „Hertzian Cone Cracks“. In Abbildung 3 sieht man schematisch einen solchen Cone Crack, der von der Oberfläche ausgehend einen senkrechten kurzen Ring bildet, und dann zu einem Kegel wächst. [17]

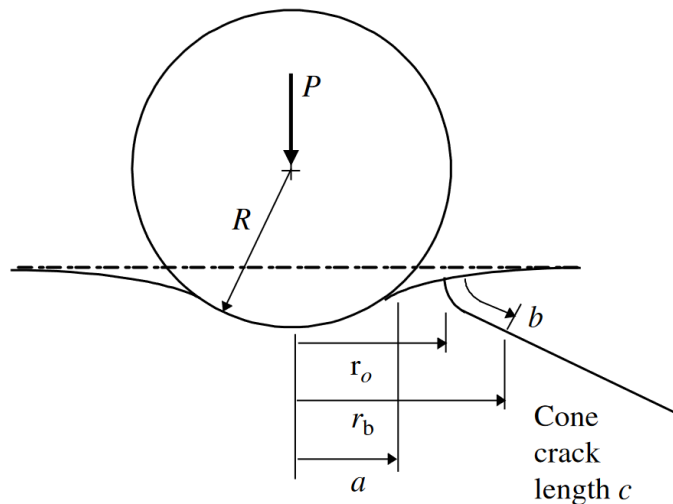


Abbildung 3: Geometrie eines „Hertzian Cone Crack“ [17]

2.4. Härte

Wie schon im Kapitel 2.1 „Festigkeit“ besprochen, weisen Keramiken hohe atomare Bindungskräfte auf, die mit ein Grund für ihre niedrige Elastizität und geringe Zähigkeit sind. Jedoch zeichnen sie sich durch eine hohe Härte aus.

Die Materialeigenschaft „Härte“ definiert man in der Bruchmechanik als „den Widerstand eines Materials gegenüber plastischer Verformung durch einen Prüfkörper“. Man kann diese Eigenschaft durch Ritz- bzw. durch Eindringverfahren ermitteln. [5]

Im Ritzverfahren wird die Härte anhand der Mohsschen Härteskala bestimmt, die die Reihenfolge von Mineralen angibt, die von einem härteren Mineral geritzt werden können. Auf dieser Skala hat Diamant mit einer 10 den höchsten Wert. Dieses Verfahren ist zwar einfach anzuwenden, jedoch wird nicht die Komplexität der Mechanismen des Materialabtrags berücksichtigt. Eine weitere Eigenschaft, die durch die Art der chemischen Bindung von Keramiken erklärt werden kann, ist, dass mit zunehmender Härte auch die Schmelztemperaturen ansteigen. [5]

Um genauere und reproduzierbarere Messwerte für die Härte eines Materials zu erhalten, wurden Eindringverfahren entwickelt. Dabei wird die benötigte Kraft, um einen bleibenden Eindruck zu erhalten, gemessen. Bei der Härtemessung von Keramiken werden gerne Prüfkörper wie Diamantpyramiden (Vickers- und Knoop-Härte) verwendet. [5]

Nach der Entlastung werden die verbleibenden Diagonalen des pyramidalen Eindruckes vermessen, um damit die benötigte Kraft F mit der Eindrucksfläche zu korrelieren. [3, 5]

Bei der Härtemessung mittels Eindringverfahren wird auch Rücksicht auf Einflussfaktoren, wie die Eindringgeschwindigkeit und die Belastungsdauer, genommen. [5] Zu wesentlichen Faktoren, die die Härte beeinflussen zählen sowohl die Korngröße als auch die Porosität des Prüfmaterials. Zudem hat die Härte eine anisotrope Eigenschaft: auf unterschiedlichen Kristallebenen werden unterschiedliche Härtewerte ermittelt. [5]

Einflussgrößen wie die Korngröße und die Porosität des keramischen Testmaterials beeinflussen entscheidend seine Härte. Oberhalb eines Korngrößenintervalls von etwa 1-1,5µm kann die Abhängigkeit der Härte von der Korngröße d_{Korn} durch die Hall-Petch-Beziehung ($H \sim 1/\sqrt{d_{Korn}}$) annähernd beschrieben werden. In Abbildung 4 kann man jene Abhängigkeit anhand von hochreinem Al_2O_3 sehen. [5]

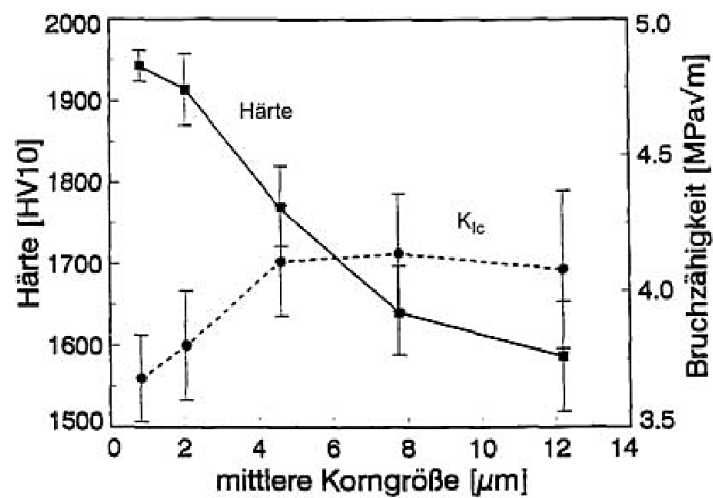


Abbildung 4: Abhängigkeit der Vickers Härte (HV) und der Bruchzähigkeit von der Korngröße bei hochreinem Al_2O_3

Eine erhöhte Porosität verringert hingegen die Härte, da die Poren während der Belastung kollabieren. Mittels des Porenvolumens p kann man folgenden empirischen Ansatz aufstellen:

$$H \sim H_0 \cdot e^{-Cp} \quad (31)$$

Hierbei steht H_0 für die Härte eines vollständig dichten Körpers und C für einen Korrelationsfaktor. [5]

3. Probenmaterial und experimentelle Durchführung

In diesem Kapitel wird das Probenmaterial näher beschrieben. Es wird auf den Herstellungsprozess der LTCC und deren Eigenschaften näher eingegangen.

Desweiteren werden die durchgeführten Versuche thematisiert. Es wird hierbei sowohl die Versuchsdurchführung als auch deren Auswertung behandelt.

Für die Überprüfung des Volumseffekts, der durch die Weibullstatistik beschrieben werden kann, müssen Versuche durchgeführt werden, bei welchen unterschiedlich große Volumina belasten werden. Für diesen Zweck werden in dieser Arbeit, der Doppelring- und der 4-Kugelversuch verwendet.

Der 4-Kugelversuch ermittelt sehr lokal Festigkeitswerte, weswegen dieser weiterführend auch für die Überprüfung der Homogenität der Defektverteilung genutzt wird. Für diese Begutachtung wurde das Probenmaterial mittels des RoR-Tests in der Mitte von kreisrunden Proben geprüft und mittels des B3B-Tests in der Nähe des Probenrandes an Bruchstücken.

Weiterführend soll ein Extremfall des Volumseffekts beschrieben werden. Versagen in sehr lokal auftretenden Spannungsfeldern, wie sie bei Kontakt zwischen einer Kugel und einer planen Fläche auftreten. Der eigens für diese Arbeit entwickelte Versuch, der so ein Spannungsfeld generiert, wurde „Hertzsch Kontakt schädigungsversuch“ betitelt.

Da bei dem „Hertzsch Kontakt schädigungsversuch“ nicht nur sehr hohe Zugspannungen, sondern auch beachtliche Druckspannungen auftreten, wurde abschließend auch die Härte des LTCC-Materials gemessen. Diese Versuche sollen Aufschluss über die Plastizität des Prüfmaterials geben.

3.1. Low Temperature Cofired Ceramics – LTCC

Der in dieser Arbeit untersuchte keramische Werkstoff ist eine konventionelle LTCC (Low temperature cofired ceramic) der Firma DuPont.

Bei der Herstellung der Keramik wird eine Kombination aus keramischen Pulvern (in organischer oder wässriger Lösung), Bindern, Verflüssigern und Plastifizierern zu einem Schlicker angerührt und homogenisiert. Im „Doctor Blade“-Verfahren wird dieser dann auf eine Trägerfolie gegossen, die sich horizontal über zwei Rollen bewegt. Bevor die Keramikfolie weiterbearbeitet werden kann, wird noch auf dem Gießband mit warmer Luft das Lösungsmittel verdampft. Die Folie wird auf eine gewünschte Größe zugeschnitten, dann in Stapeln angeordnet und unter Hitze und Druck zusammen laminiert. Dabei werden Binder und Plastifizierer aus der Keramik entfernt. [1, 5]

Um die niedrigen Sintertemperaturen, aber dennoch eine hohe Dichte des Materials, zu gewährleisten, werden dem Materialsystem amorphes Glas, kristallisiertes Glas oder Oxide mit niedrigem Schmelzpunkt. [1]

In Abbildung 5 sieht man ein Schliffbild der in dieser Arbeit verwendeten LTCC. Zu erkennen sind die Al_2O_3 Körner innerhalb der Glasphase.

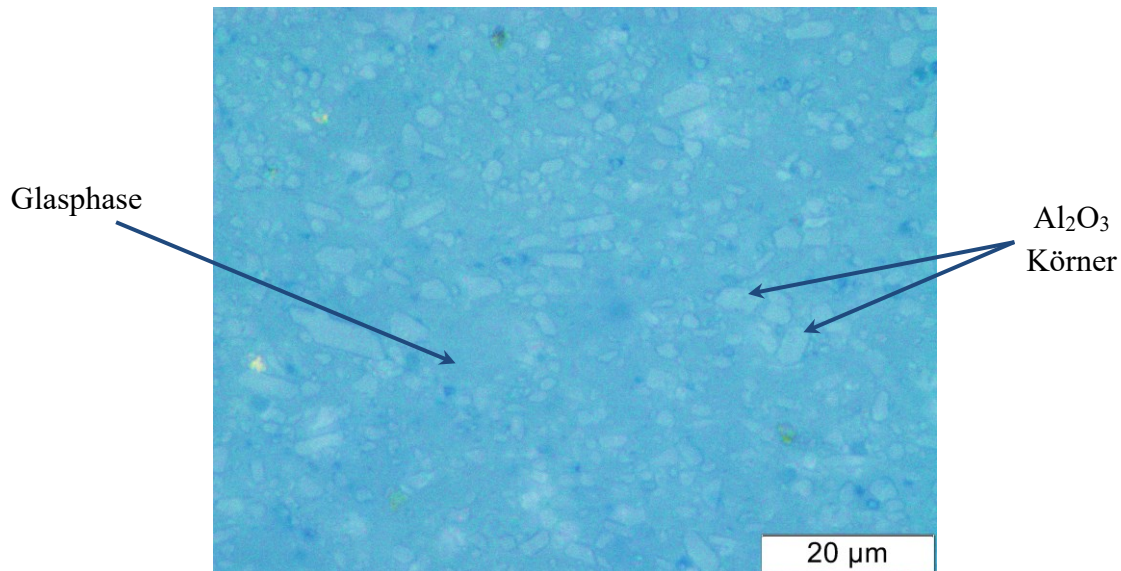


Abbildung 5: Schliffbild des Probenmaterials (Al_2O_3 Körner in einer Glasphase)

Es wurden anhand diesem Schliffbild 60 Aluminiumoxid-Körner vermessen. Im Durchschnitt haben die Körner in der Glasphase eine Größe von $2,5 \pm 1,6 \mu\text{m}$.

Es werden 2 verschieden bearbeitete LTCCs untersucht, die sich in ihrer Probenoberflächenbeschaffenheit unterscheiden:

1. Geschliffen und poliert mit Probenbeschriftung
2. As sintered Oberfläche mit Probenbeschriftung

Folgende Materialeigenschaften wurden dem Datenblatt [18] entnommen:

Tabelle 1: Materialeigenschaften der gesinterten Keramik von DuPont™ Green Tape™ 951

Eigenschaft	Größe
Dichte	3,1 [g/cm^3]
Biegefestigkeit (4 Punkt-Biegung)	230 [MPa]
Elastizitätsmodul	120 [GPa]
Dielektrizitätskonstante @3 GHz	$7,8 \pm 0,2$
Dielektrizitätskonstante @10 GHz	$7,5 \pm 0,2$

3.2. Ring on Ring Versuch

Der Ring on Ring Versuch wird verwendet, um die äquibiaxiale Biegefestigkeit von Hochleistungskeramiken zu bestimmen. [7] Dabei wird eine Probe zwischen zwei symmetrisch gegenüberliegenden Ringen bis zum Bruch belastet. Mittels der Bruchkraft F , der Poissonsche Querdehnungszahl ν und der Probendicke h kann dann die Festigkeit bestimmt werden (siehe Gleichung (32)).

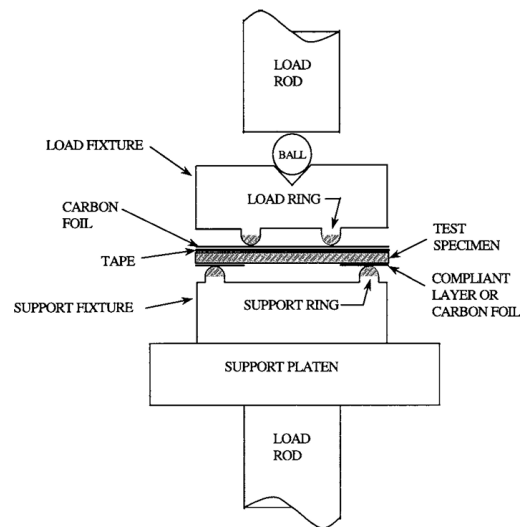


Abbildung 6: Schnittansicht der Prüfvorrichtung und des Prüfkörpers für äquibiaxiale Prüfung [7]

Reibung zwischen der Probe und den Auflagerringen ist zu vermeiden. Dafür wird eine Teflon Folie verwendet. Die Druckseite der Probe wird mit der Folie beklebt. Das Bekleben der Druckseite der Probe erleichtert zusätzlich die fraktographische Untersuchung nach der Versuchsdurchführung. [7]

Die beklebte Probe wird auf den Stützring, der mit einem losen Stück Teflon Folie belegt ist, positioniert. Hierbei ist auf die Orientierung der Probe zu achten, damit die zu untersuchende Seite unter Zugspannung geprüft wird. Der Lastring wird auf die beklebte Seite (Druckseite) gelegt und eine Kugel zur Lasteinbringungen in eine Vertiefung positioniert. Mittels einer Schablone wird während des Aufbaus darauf geachtet, dass sich die Probe sich mittig zwischen den Ringen befindet.

Die Probe wird nun mit konstanter Geschwindigkeit belastet, bis sie bricht. Die Bruchkraft wird notiert und für die Berechnung der max. Zugspannung σ_f herangezogen, die wie folgt lautet: [7]

$$\sigma_f = \frac{3F}{2\pi h^2} \left[(1 - \nu) \frac{D_S^2 - D_L^2}{2D^2} + (1 + \nu) \ln \frac{D_S}{D_L} \right] \quad (32)$$

Hierbei ist D_S der Durchmesser des Stützringes, der bei den durchgeführten Versuchen 17,244 mm betrug. D_L , als Lastring, betrug 8,311 mm.

3.3. 4-Kugelversuch

Ähnlich dem Ring on Ring Versuch wird auch der 4-Kugelversuch dafür verwendet, die Biegefestigkeit von Hochleistungskeramiken zu bestimmen. Dabei wird die scheibenförmige Probe zwischen 3 Auflagerkugeln und einer 4. Kugel, der so genannten Lastkugel, platziert und bis zum Bruch belastet (siehe Abbildung 7). Zur Ermittlung der maximalen Biegespannung wird wieder die auftretende Bruchkraft, die Poissonsche Querkontraktionszahl und die Dicke der Probe benötigt. [6]

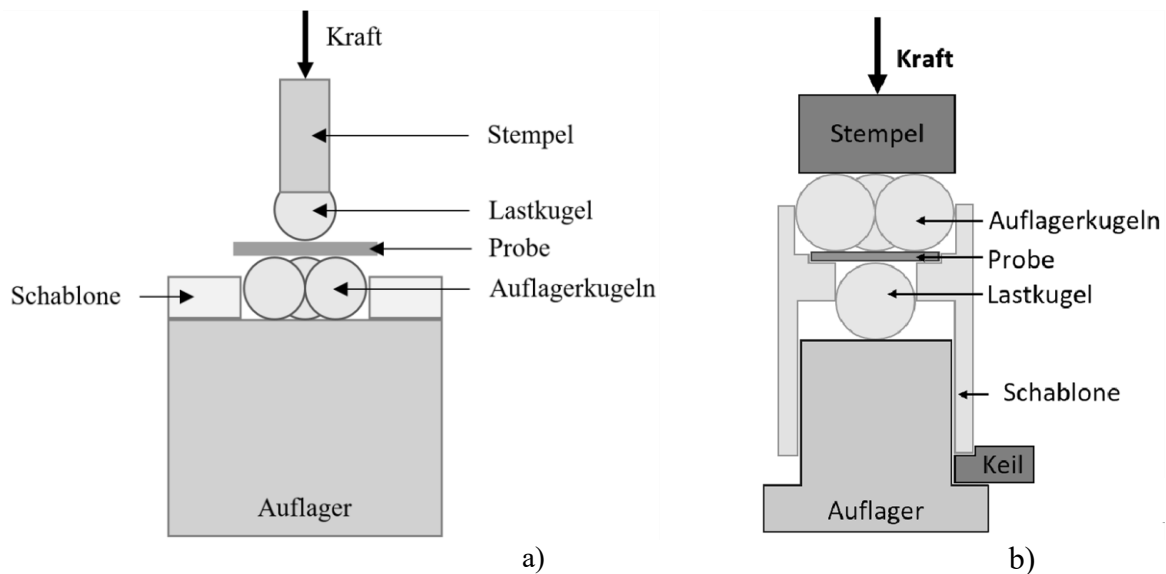


Abbildung 7: schematischer Aufbau des 4-Kugelversuches a) revers b) konventionell [6]

Die 4-Kugelversuche wurden mit 2 verschiedenen Versuchsaufbauten durchgeführt. Einerseits in einem „revers“ Aufbau, andererseits mit einem „konventionellen“ Aufbau (siehe Abbildung 7).

Für den „revers“ Aufbau werden zu Beginn des Versuches die Auflagerkugeln in eine Schablone gelegt. Der Durchmesser der Schablone wird so gewählt, dass die Auflagerkugeln in Kontakt zueinander liegen. In die Mitte der drei Kugeln wird nun die Lastkugel gelegt, welche an der oberen Kante abgeflacht ist. In dieser Position wird die Lastkugel mit Sekundenkleber an den Stempel geklebt. Dies stellt sicher, dass die Kontaktpunkte der Kugeln zueinander immer gleich sind.

Für den „konventionellen“ Aufbau wird die Anordnung der Kugeln umgedreht (Abbildung 7b). Die Lastkugel wird in eine Vertiefung in die Schablone gelegt. Ein Keil, der zwischen Auflager und Schablone eingelegt wird, erleichtert das Auflegen der Probe, da noch keine Berührung zwischen der Probe und der Lastkugel besteht. Nachdem die drei Auflagerkugeln auf die Probe aufgelegt wurden, wird das gesamte Auflager in die Prüfmaschine gestellt und die Schablone partiell abgesenkt, sodass der Kraftfluss nun von der Einzelkugel durch die Probe über die drei Auflagerkugeln „fließt“. Nun wird eine Vorkraft über den Stempel aufgebracht, womit der Aufbau durch Reibung stabilisiert wird. Nun wird der Keil aus dem Aufbau entfernt, damit die

Schablone völlig abgesenkt wird und kein Kontakt zwischen der Schablone und den Kugeln oder der Probe vorliegen kann (Vermeidung Seitenschluss der Kräfte). Damit ist gewährleistet, dass die gesamte Kraft über die Kugeln auf die Probe wirkt.

Nachdem der Versuchsaufbau vorbereitet und die Probe eingebaut wurde, ist der Prüfablauf selbst gleich. Es wird mit einer konstanten Geschwindigkeit eine immer größer werdende Kraft auf die Probe aufgebracht, bis sie versagt. Die Bruchkraft wird dokumentiert.

Für die Berechnung der Biegespannung [19] wird folgende Gleichung herangezogen:

$$\sigma_{max} = f \cdot \frac{F}{h^2} \quad (33)$$

Hierbei ist F die Bruchkraft, h die Dicke der Probe und f ein Proportionalitätsfaktor, der den Einfluss der Prüfbedingungen beschreibt. Dieser ist wiederum abhängig von der Probendicke h, der Poissonzahl ν , dem Probenradius R und dem Auflagerradius R_a , welcher sich aus dem Kugelradius R_b ergibt. Der Faktor f kann wie folgt berechnet werden:

$$R_a = \frac{2R_b}{\sqrt{3}} \quad (34)$$

$$f\left(\frac{h}{R_a}, \frac{R}{R_a}, \nu\right) = \exp\left[0,697 \cdot (1 + \nu) - 0,118 \cdot \ln\frac{h}{R_a} - 0,728 \cdot \sqrt[4]{\frac{Rh^2}{R_a^3}}\right] \quad (35)$$

Bei den Versuchsdurchführungen mittels des konventionellen Aufbaus wurden Auflagerkugeln bzw. eine Lastkugel mit einem Durchmesser von 13,98 mm gewählt. Mit diesem Versuchsaufbau wurden plattenförmige kreisrunde Proben (\varnothing 24,7 mm) geprüft.

Für die 4 Kugelversuche mittels des „revers“ Prüfaufbaus wurden Auflagerkugeln und eine Lastkugel mit einem Durchmesser von 4 mm gewählt, da die Probengeometrie bei dieser Versuchsdurchführung nicht uniform war.

Es wurden Bruchstücke (siehe Abbildung 8) aus zuvor durchgeführten Ring-on-Ring-Versuchen verwendet. Für die Festigkeitsauswertung wurde mittels der Dichte und der zuvor ermittelten Masse der Bruchstücke, jeweils das Volumen errechnet. Unter der Annahme, dass jenes errechnete Volumen eine kreisrunde Scheibe war, wurde der Radius, der in die Gleichung (35) eingeht, ausgedrückt.

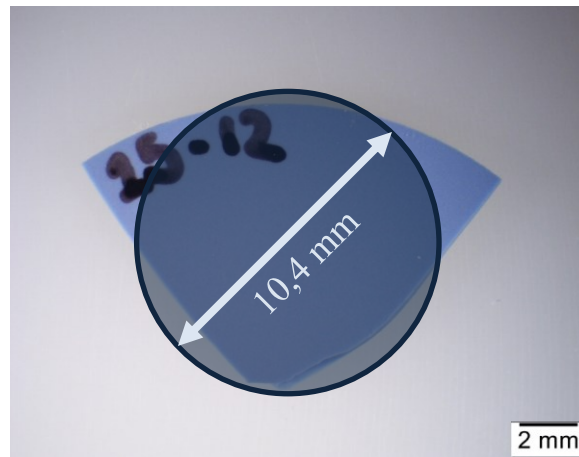


Abbildung 8: Bruchstück „25-12“ inkl. berechneter kreisrunder Probe

Im Durchschnitt hatten die so ermittelten „kreisrunden“ Proben einen Durchmesser von 10,4 mm \pm 1,5 mm und eine Dicke von 0,74 mm.

Unterstützend wurde ein Bruchstück in ANSYS Mechanical APDL 2024R1 maßstabsgetreu modelliert und ein B3B (Ball on three Balls) -Versuch mit der Bruchkraft simuliert. Somit kann der Fehler, der bei der Annahme der Geometrie entsteht, abgeschätzt werden.

3.4. Hertzische Kontaktschädigung

Wie bereits im Kapitel 2.5 beschrieben, kommt es beim Kontakt zwischen einer Kugel und einer planen Fläche zu sehr lokalen Zugspannungen, die in der Probe zu einem Cone Crack führen kann.

Als Probenmaterial wurden Balken aus dem Versuchsmaterial geschnitten, die eine Länge von 25 mm, eine Breite von 4 mm und eine Dicke von 0,74 mm hatten. Auf jedem Balken konnten zwischen 3 und 4 Eindrücke gemacht werden.

Die verwendeten Kugeln bestanden aus Si_3N_4 und hatten einen Durchmesser von 5,6 mm. Die für die Auswertung benötigten Materialkennwerte von Si_3N_4 sind in Tabelle 2 vermerkt:

Tabelle 2: Si_3N_4 Materialkennwerte [20]

Elastizitätsmodul E	306 [GPa]
Poissonzahl ν	0,268 [-]

Damit die auftretenden Cone Cracks dokumentierbar sind, wurde der Bruchversuch nach einer Erstschädigung des Materials gestoppt. Die Erstschädigung konnte mittels Ultraschalldetektoren erfasst werden.

Der Versuch wurde symmetrisch aufgebaut. Das heißt die Probe wurde beidseitig von je einer Kugel belastet. Da die Probe also nur von den Si_3N_4 Kugeln berührt wurde, kann man davon ausgehen, dass es keine Einflüsse von einer möglichen Auflage gab.

Der Versuchsaufbau erfolgte also wie folgt:

Zuerst wurden auf die Stempel der Prüfmaschine MIDI (Firma Messphysik) zwei Reineisen-Zylinder mit Sekundenkleber geklebt. Die Zylinder wurden während des Aushärtens des Sekundenklebers mit einer Kraft von 2 kN belastet. Anschließend wurden die Ultraschallmessgeräte an den Stempeln befestigt (siehe Abbildung 9). Es wurde nun eine Si_3N_4 Kugel genommen, möglichst mittig zwischen die Reineisenzylinder gelegt und mit einer Kraft von 10 kN belastet. Die so entstandenen Mulden in den Reineisenzylindern garantierten, dass die 2 Impakt Kugeln während des Versuches symmetrisch zueinander ausgerichtet waren. In die untere Mulde kann für den Versuch eine Kugel hineingelegt werden, für die obere Mulde verwendet man ein wenig Maschinenfett, um die Kugel zu fixieren.

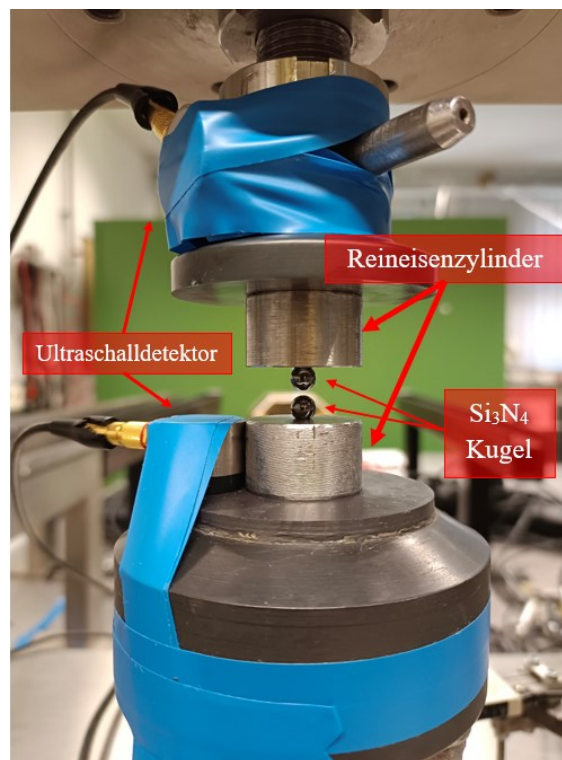


Abbildung 9: Versuchsaufbau für Hertz'sche Kontaktschädigung

Um ein stabiles Auflegen der Probe auf die untere Kugel zu Beginn des Versuches zu gewährleisten, wird ein Distanzstück (im gegenständlichen Fall eine „Mutter“ mit geringerer Höhe als 5,6 mm) neben die Kugel gelegt, auf der die Probe mit aufliegt. Über die Software „Doli Test and Motion“ wird die Traverse der Prüfmaschine angesteuert und eine Vorkraft von 10 N aufgebracht. Die unterstützende Mutter wird entfernt und die Probe mit einer konstanten Geschwindigkeit von 0,1 mm/min belastet.

Die angebrachten Ultraschalldetektoren nehmen während des Versuches die Geräusche der in dem Material stattfindenden Verformung auf. Überschreiten jene Geräusche einen kritischen

dB-Schwellwert [21], so wird der Versuch abgebrochen. Die Schallemissionen werden mittels der „VALLEN“-Software ausgewertet, welche dann die Entscheidung zum Beenden des Versuches an die Steuereinheit weitergibt.

3.5. Vickers Härte

Für die Ermittlung der Vickers Härte wurde die ÖNORM EN 843-5, welche die Härteprüfung nach Vickers, Knoop und Rockwell beschreibt, herangezogen. [15, 22]

Beim Härteprüfverfahren nach Vickers wird ein normierter Diamant-Eindringkörper von quadratischer Pyramidenform mit einer definierten Kraft in die Oberfläche einer Probe gedrückt. [22]

Es wurde für diese Arbeit, die laut Norm vorgeschlagene, HV1 bestimmt. Es wurde also eine Prüfkraft von 1kg (entspricht einer Prüfkraft von 9,807 N) verwendet. Desweiteren wurde darauf geachtet, dass die Prüfkraft innerhalb von 2-5 Sekunden auf die Probe aufgebracht wird und eine Haltezeit von 10 Sekunden eingehalten wird. [22]

Die so entstandenen Eindrücke wurden mit einem Lichtmikroskop dokumentiert und die Diagonalen vermessen.

Mittels Gleichung (36) kann schließlich die Härte berechnet werden. [22]

$$HV(F) = 1,8544 \frac{F}{d^2} \quad (36)$$

Hierbei wird die Prüfkraft F in Newton eingesetzt und d (= arithmetisches Mittel der zuvor vermessenen Diagonalen) in mm.

In der Norm wird des Weiteren auf die Zulässigkeit der Eindrücke eingegangen.

3.6. Fraktographie

Die fraktographischen Untersuchungen erfolgten mittels eines Stereomikroskops der Marke Olympus (SZH10), eines Lichtmikroskops der Marke Olympus (BX50) und eines Rasterelektronenmikroskops (Firma JEOL Typ JCM-6000 plus). Die Bilder an den Mikroskopen der Marke Olympus wurden mit der Software „Stream Motion“ aufgenommen. Dadurch war es möglich Bruchbilder zu dokumentieren, zu beurteilen und Vermessungen durchzuführen.

4. Ergebnisse

Die Versuche wurden mit Hilfe der Software Wolfram Mathematica 13.3 ausgewertet. Für die Festigkeitsauswertungen wurde dafür ein Excel-File mit den Maßen der jeweiligen Probengeometrie und der gemessenen maximalen Kraft importiert, welches von der Software "Doli Test and Motion" automatisch erstellt wurde.

Für die Auswertung der Hertzischen Kontaktschädigungsversuchen wurde zusätzlich der Versuchsaufbau für unterschiedliche Kräfte in ANSYS Mechanical APDL 2024R1 simuliert.

4.1. Geschliffene und polierte Oberfläche

4.1.1. Ring-on-Ring Versuch

Die Doppelringversuche wurden, wie im Kapitel 3.2. beschrieben, durchgeführt und anschließend ausgewertet.

Die Proben wurden zuerst mit einer digitalen Bügelmessschraube der Marke MITUTOYO (Typ IP65) vermessen. Die Dicke wurde drei Mal vermessen und der Mittelwert für die Auswertung berechnet. Anschließend wurden die Proben mit einem Stück Teflon Folie beklebt (siehe Abbildung 10 und 10) und geprüft.



Abbildung 10: eine beklebte Probe auf den Auflagerring aufgelegt



Abbildung 11: zusammengesetztes Doppelringauflager inkl. Probe

Alle Proben wurden nach den Versuchen mit einem Stereomikroskop untersucht und digital dokumentiert. Auf die dabei entstandenen fraktographischen Bilder wird hier eingegangen.

Ein Vorteil bei den RoR-Versuchen für die fraktographische Untersuchung ist die Tatsache, dass die Bruchstücke durch die Klebefolie nach dem Bruch zusammenhängen. Somit kann man das gesamte Bruchbild gut dokumentieren und beurteilen.

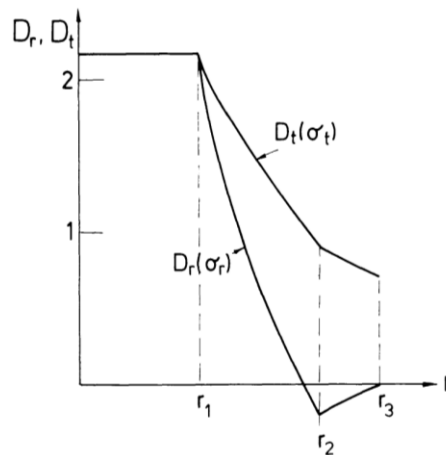


Abbildung 12: radiale Ansicht des Spannungsverlaufes in einer Probe beim Doppelringversuch [2]

Wie in Abbildung 12 zu sehen, wird im Doppelringversuch eine große Fläche der Probe innerhalb des Lastringes (r_1) äquibiaxial belastet. Außerhalb des Lastringes nehmen sowohl die Tangential- als auch die Radialspannung ab, wobei die Tangentialspannung auch am Rand der Probe (r_3) nicht Null ist. [23]

Laut der Norm ASTM-C1499-05 ist ein Versuch gültig, wenn der Bruchausgang innerhalb des Lastringes erkennbar ist. Abbildung 13 zeigt die Normvorgabe für ein mögliches gültiges Bruchbild.

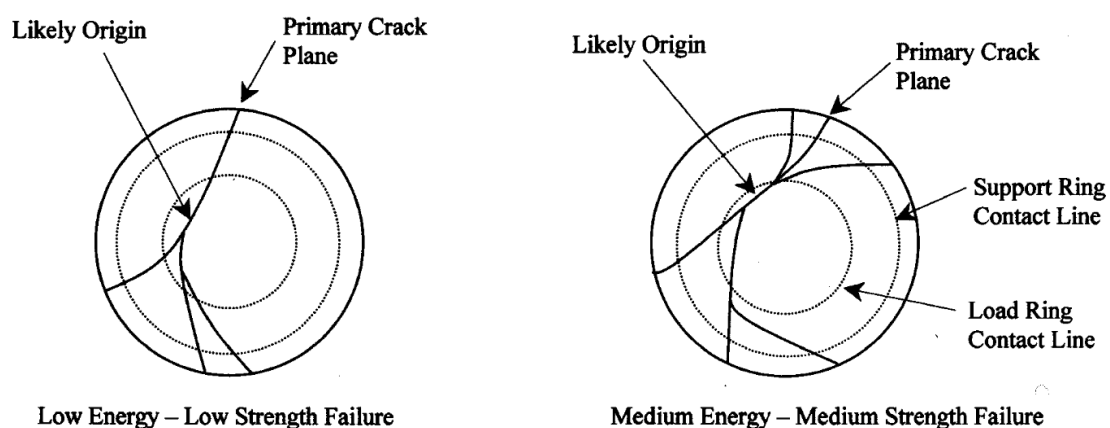


Abbildung 13: gültige Bruchbilder bei Doppelringversuchen laut Norm ASTM C1499-05 (links – bei niedriger Bruchenergie; rechts – bei mittelhoher Bruchenergie) [7]

Auch Bruchausgänge zwischen dem Last- und dem Stützring sind gültig. Bei solchen Proben basiert die ausgewertete Festigkeit jedoch trotzdem auf der maximalen Belastung, mit der die Probe belastet wurde. [7]

Brüche, die jedoch von den Kanten ausgehen, sind als ungültig zu betrachten. Solche Bruchbilder findet man bei Proben, die große Defekte durch ihre Bearbeitung an den Kanten aufweisen. Solche Defekte können durch die, außerhalb des Stützringes, auftretenden Tangentialspannungen zum Versagen führen. [23]

Abbildungen 14 bis 43 zeigen die Bruchbilder der Prüfsreihe „RoR_poliert“. Von den 30 getesteten Proben versagten 27 innerhalb des Lastringes, das sind 90%. Drei Proben (29_10, 34_08 und 35_02) versagten außerhalb des Lastringes. Obwohl der Bruchausgang in den Abbildungen 41, 42 und 43 auch zwischen Last- und Stützring markiert wurde, kann nicht ausgeschlossen werden, dass bei diesen Proben der Bruchausgang nicht an den Rändern der Proben vorliegt. Aus diesem Grund wurden sie für die Festigkeitsauswertung als ungültig angesehen.

Gültige Bruchbilder:

Bereich des Bruchausgangs ist rot eingefasst.



Abbildung 14: Bruchbild RoR Probe 29_01

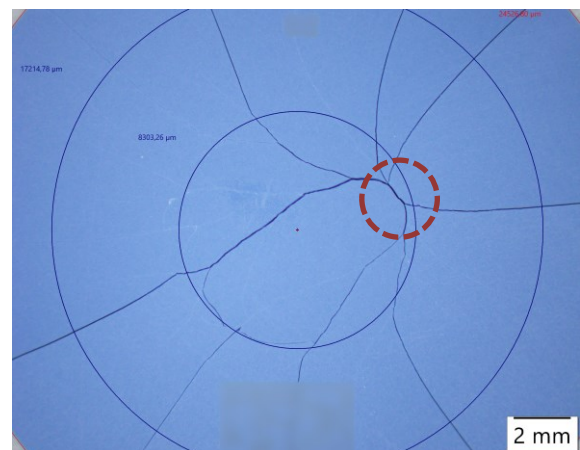


Abbildung 15: Bruchbild RoR Probe 29_02

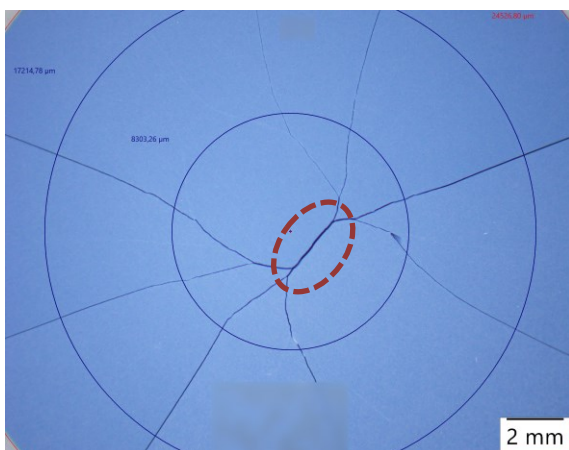


Abbildung 16: Bruchbild RoR Probe 29_03

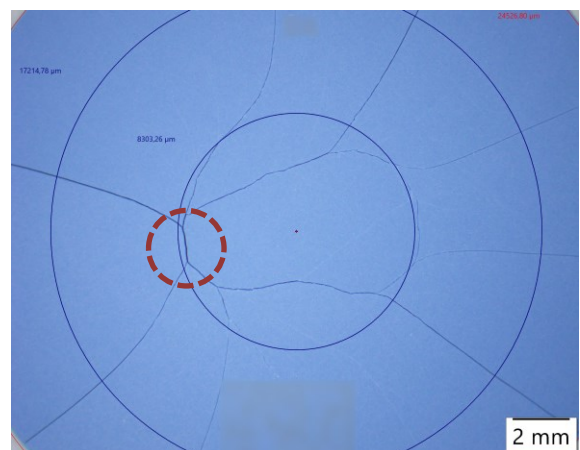


Abbildung 17: Bruchbild RoR Probe 29_04

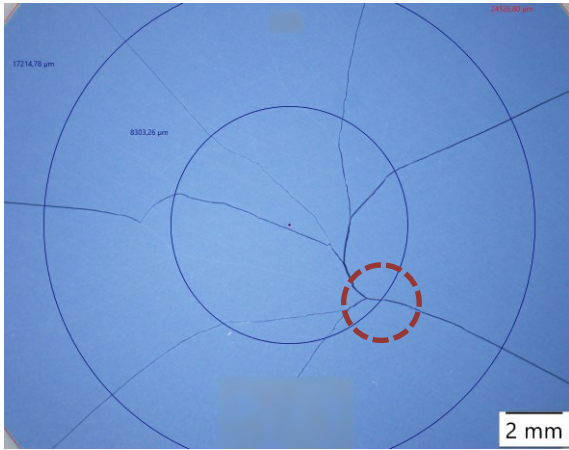


Abbildung 18: Bruchbild RoR Probe 29_08

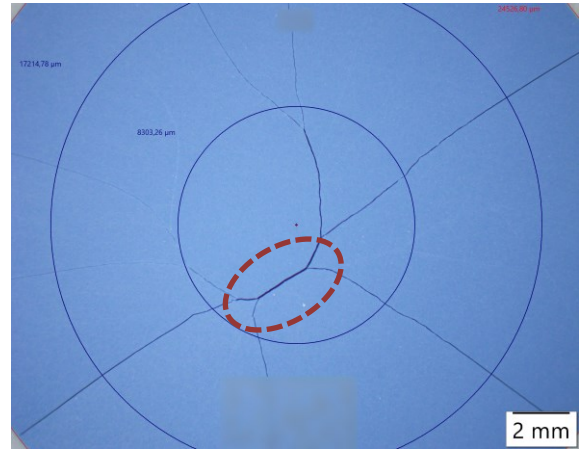


Abbildung 19: Bruchbild RoR Probe 29_09



Abbildung 20: Bruchbild RoR Probe 30_01

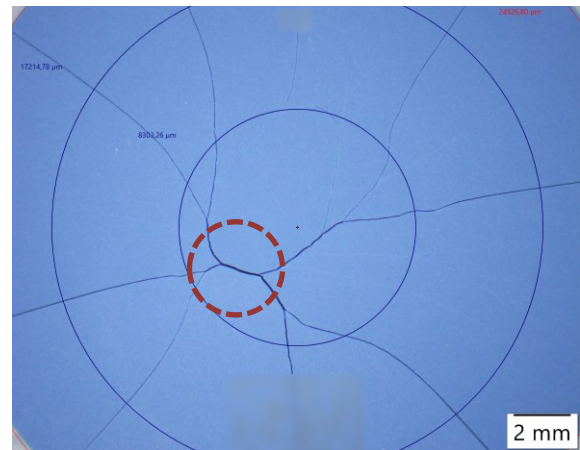


Abbildung 21: Bruchbild RoR Probe 30_02

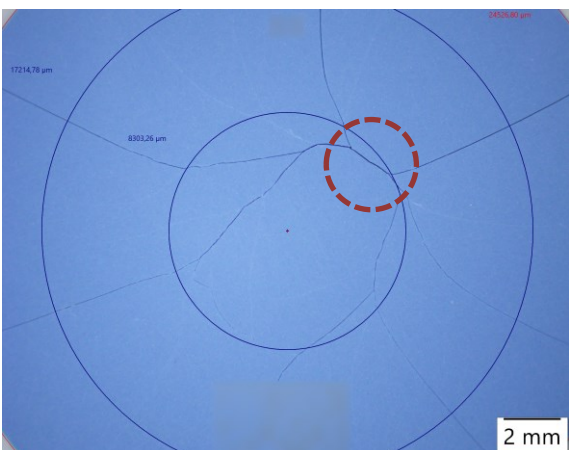


Abbildung 22: Bruchbild RoR Probe 30_03

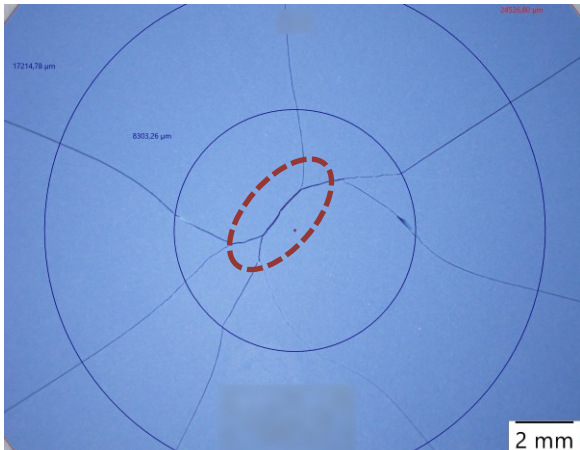


Abbildung 23: Bruchbild RoR Probe 30_04

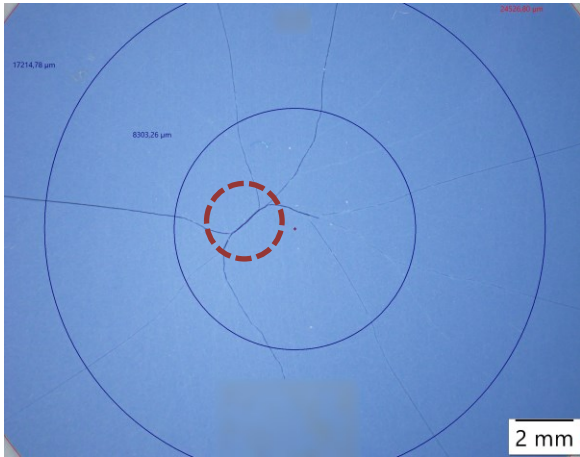


Abbildung 24: Bruchbild RoR Probe 30_08

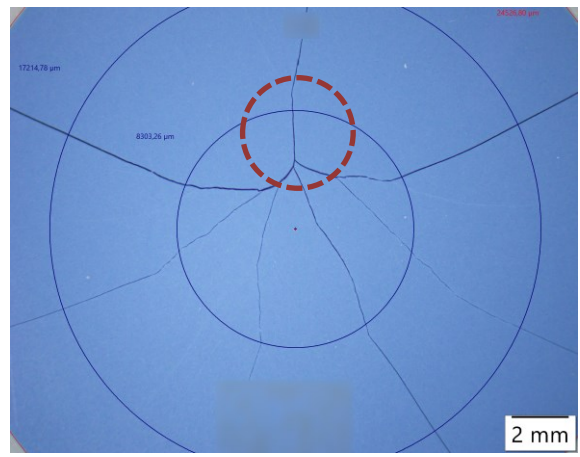


Abbildung 25: Bruchbild RoR Probe 30_09

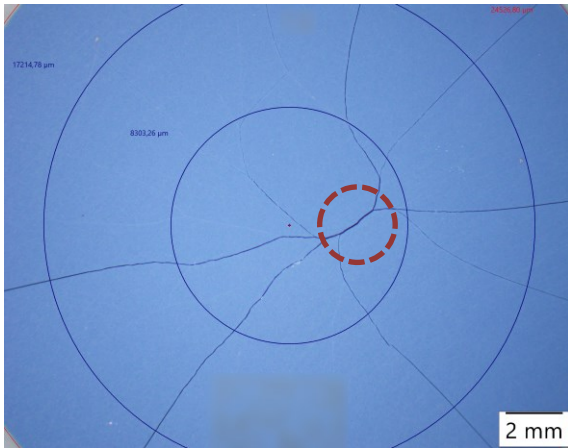


Abbildung 26: Bruchbild RoR Probe 30_10

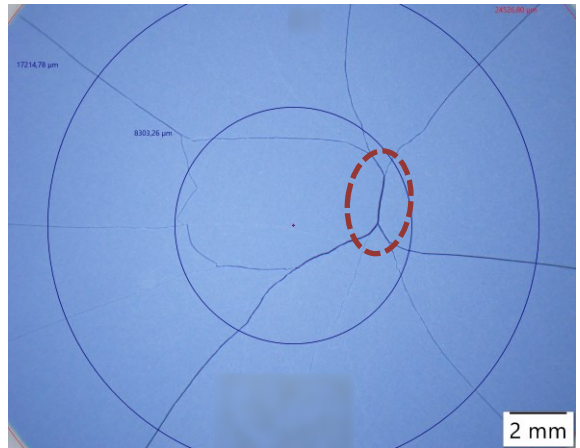


Abbildung 27: Bruchbild RoR Probe 32_01

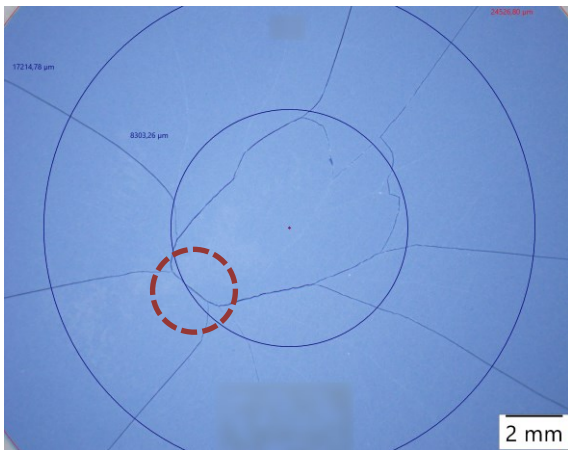


Abbildung 28: Bruchbild RoR Probe 32_02

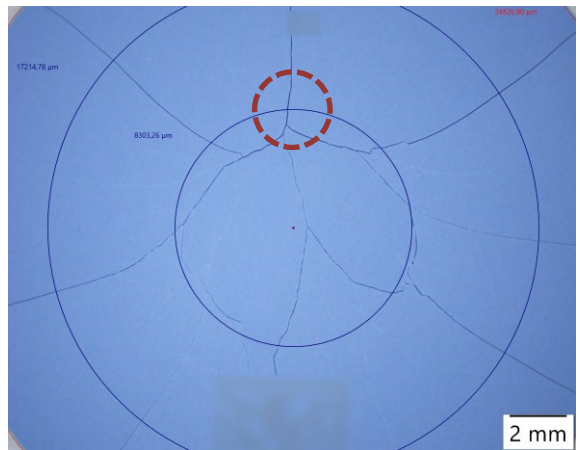


Abbildung 29: Bruchbild RoR Probe 32_03

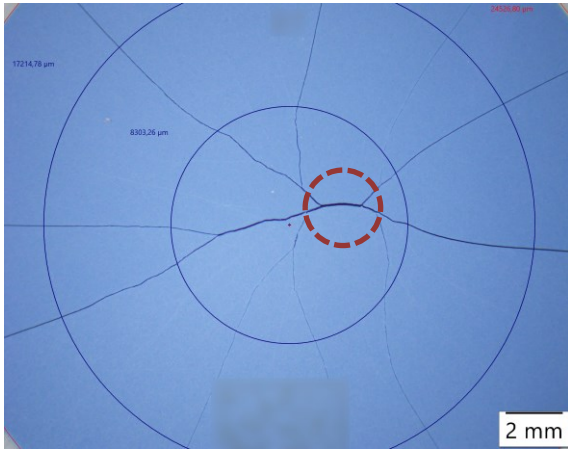


Abbildung 30: Bruchbild RoR Probe 32_07

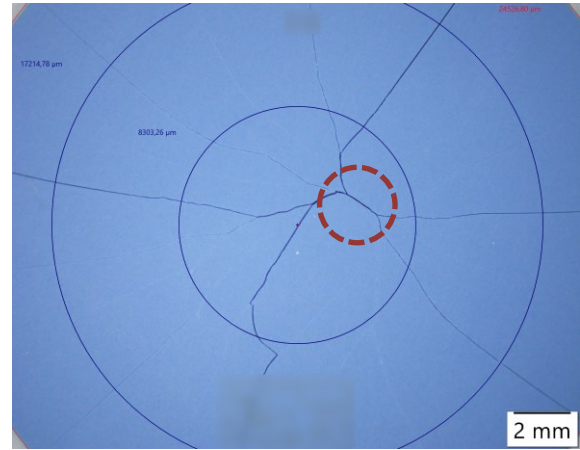


Abbildung 31: Bruchbild RoR Probe 32_08

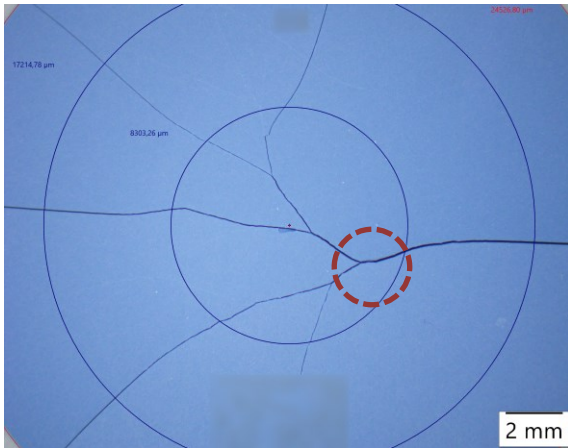


Abbildung 32: Bruchbild RoR Probe 32_09

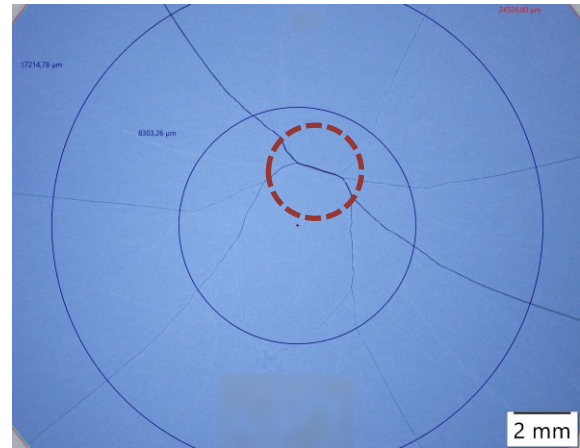


Abbildung 33: Bruchbild RoR Probe 34_01



Abbildung 34: Bruchbild RoR Probe 34_02



Abbildung 35: Bruchbild RoR Probe 34_03

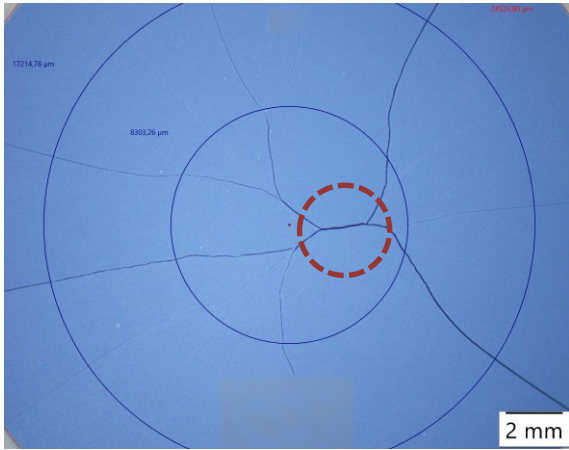


Abbildung 36: Bruchbild RoR Probe 34_07

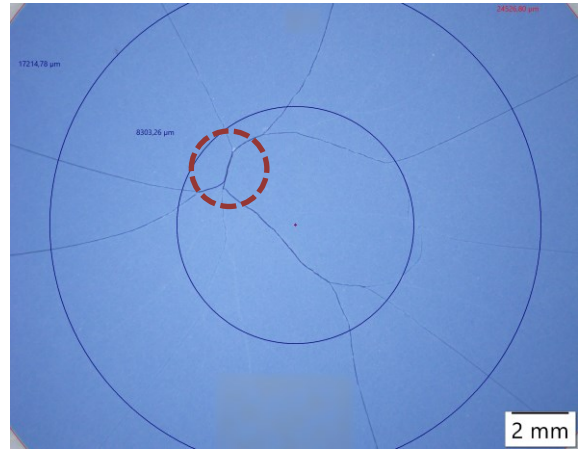


Abbildung 37: Bruchbild RoR Probe 35_01

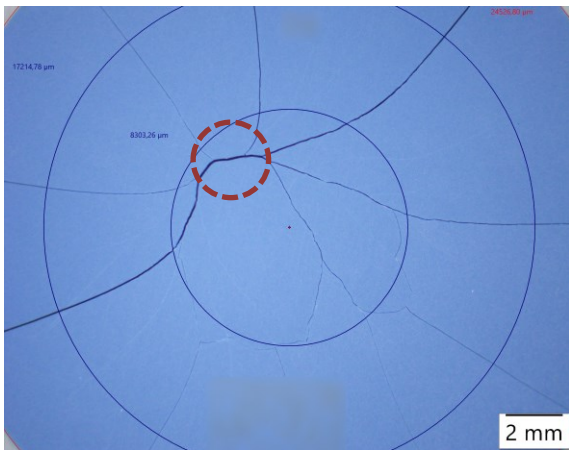


Abbildung 38: Bruchbild RoR Probe 35_06



Abbildung 39: Bruchbild RoR Probe 35_07

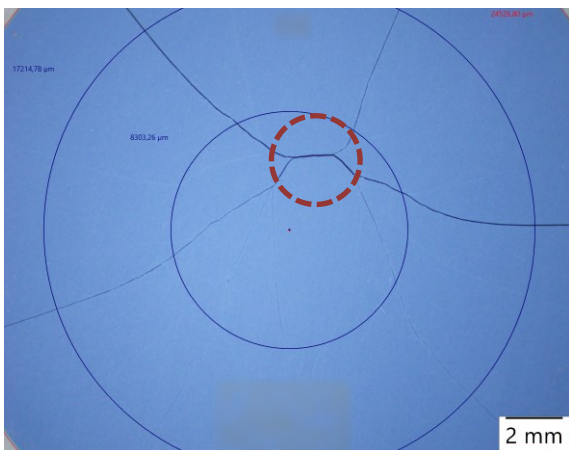


Abbildung 40: Bruchbild RoR Probe 35_09

Ungültige Bruchbilder:

Bereich des Bruchausgangs ist mit roten Pfeilen markiert

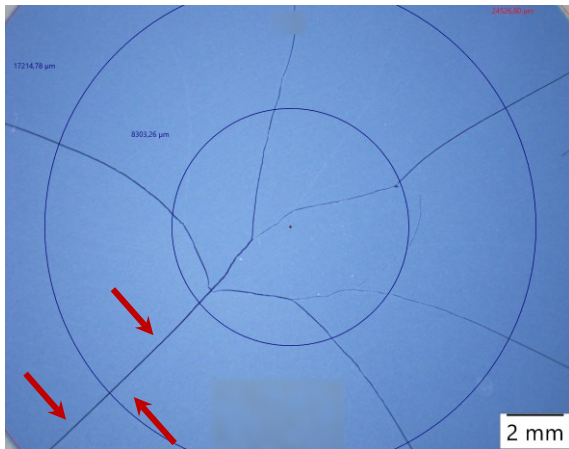


Abbildung 41: Bruchbild RoR Probe 29_10

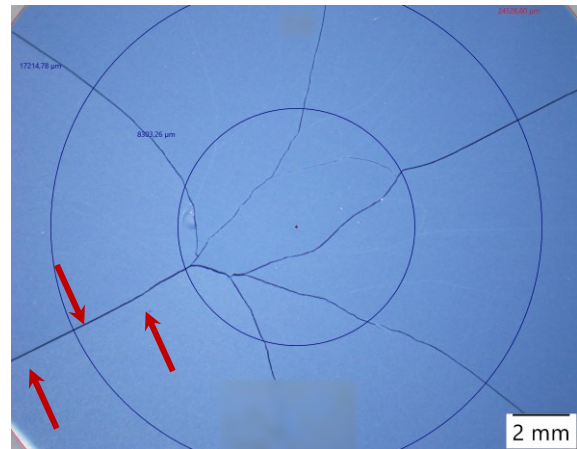


Abbildung 42: Bruchbild RoR Probe 34_08

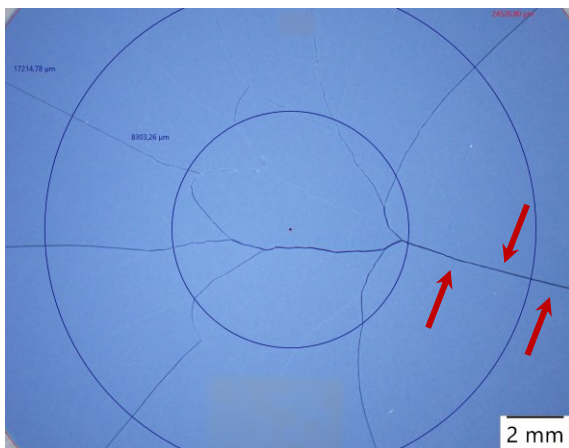


Abbildung 43: Bruchbild RoR Probe 35_02

Aus der maximalen auftretenden Kraft wurde anschließend mit der zuvor ermittelten Probengeometrie die maximale Zugspannung errechnet (siehe Gleichung (32)).

Tabelle 3 gibt einen Überblick über die Prüfparameter, die Probengeometrie, die gemessenen Bruchkräfte und die daraus berechneten Festigkeiten.

Tabelle 3: Experimentell ermittelte und errechnete Prüfparameter für die Serie „RoR_poliert“

Serienname: RoR_poliert		
Belastungsgeschwindigkeit	4	[mm/min]
Temperatur	23,9	[°C]
Relative Luftfeuchtigkeit	40	[%]
Anzahl	27	
Probendicke	0,804	[mm]
Probendurchmesser	24,7	[mm]
F_{\min}	224,4	[N]
F_{\max}	279,2	[N]
σ_{\min}	172	[MPa]
σ_{\max}	213	[MPa]

Für die Weibullauswertung wurden die Festigkeitswert der gültig gebrochenen Proben (i.e. 27 von 30 Versuchen), wie in Kapitel 2.3 beschrieben, ausgewertet. Als das Referenzvolumen, das in die Likelihoodfunktion (Gleichung (20)) eingeht, wurde das effektive Volumen gewählt. Somit kann die Maximum-Likelihood Methode angewendet werden, ohne auf Volumenterme eingehen zu müssen. Die so ermittelten Weibullparameter werden in Tabelle 4 dokumentiert. Der Konfidenzintervall für die Werte wurde mit Wahrscheinlichkeit von 90% angenommen.

Tabelle 4: ermittelte Weibullparameter für die Serie „RoR_poliert“

Weibullparameter RoR_poliert		
m	21 [15,9 - 26,7]	[-]
σ_0	200 [197 - 203]	[MPa]

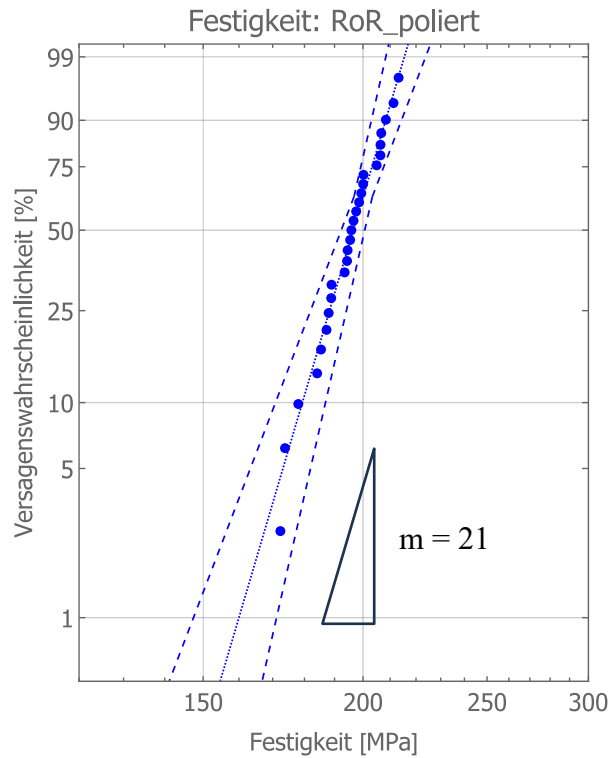


Abbildung 44: Weibulldiagramm der Festigkeitswerte für die Serie RoR_poliert

Wie aus Abbildung 44 ersichtlich, streuen die ermittelten Festigkeitswerte sehr wenig und die Versuchsserie hat mit 21 einen recht hohen Weibullmodul.

Typischerweise liegt der Weibullmodul m für Keramiken zwischen 5 und 20. [5] Im Vergleich dazu, hat zum Beispiel Stahl einen Weibullmodul von ca. 100. [3] Er ist ein Maß für die Streuung der Festigkeitswerte. Je höher m , desto weniger streuen die Werte. [3, 5]

4.1.2. 4-Kugelversuch

Mit demselben Probenmaterial (geschliffene und polierte Oberfläche) wurden 4-Kugelversuche durchgeführt. Für die Bestimmung der Biegefestigkeit wurden die Proben wie in Kapitel 3.3 beschrieben in einem konventionellen Versuchsaufbau getestet.

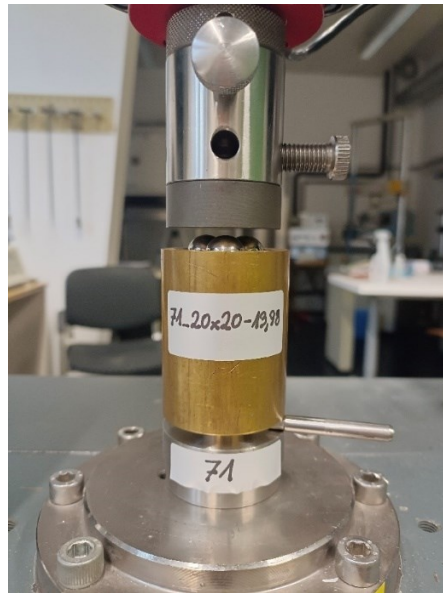


Abbildung 45: konventioneller 4-Kugelversuchsaufbau mit Kugeldurchmesser = 13,98 mm

Bei diesen Versuchen wurden die Proben vor Versuchsbeginn mit einem Lochverstärkungsring auf der Druckseite beklebt. Dies hatte den Vorteil, dass die Bruchstücke nach dem Versuch zusammenhingen und man die Bruchbilder leicht dokumentieren konnte. Die Last- und Auflagerkugeln hatten einen Durchmesser von 13,98 mm.

Abbildungen 46 bis 49 zeigen beispielhaft die entstandenen Bruchbilder der 4-Kugelversuche der Serie „B3B_poliert“. Man kann deutlich die Bruchausgänge in der Mitte der Proben erkennen. Da im Spannungsfeld des 4-Kugelversuches sich die höchsten Zugspannungen in der Mitte befinden, sind solche Bruchbilder auch zu erwarten.

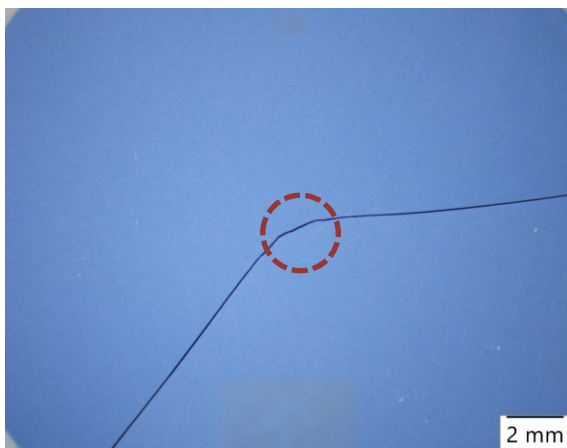


Abbildung 46: Bruchbild der Probe 29_14

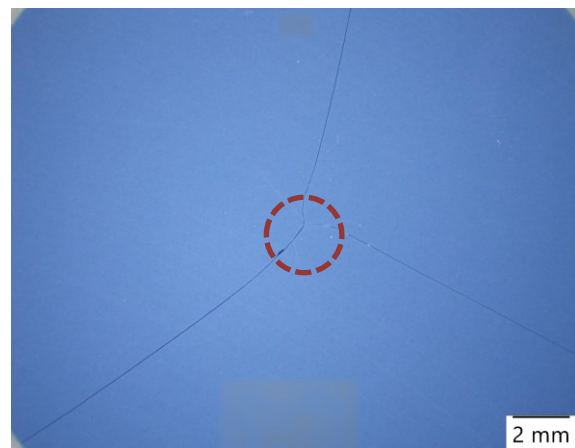


Abbildung 47: Bruchbild der Probe 34_09

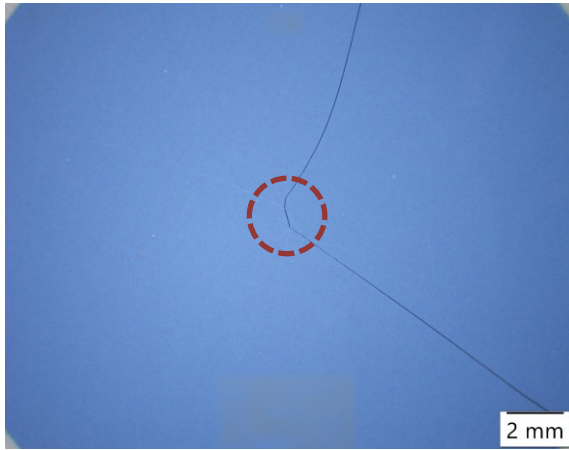


Abbildung 48: Bruchbild der Probe 35_15

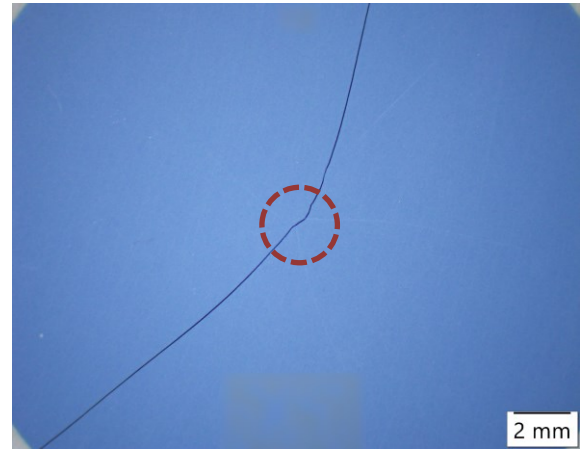


Abbildung 49: Bruchbild der Probe 35_10

Wie auch schon beim Doppelringversuch wird aus der maximalen auftretenden Kraft und der zuvor ermittelten Probengeometrie die maximale Zugspannung errechnet (siehe Gleichungen (33) bis (35)).

Tabelle 5 gibt einen Überblick über die Prüfparameter, die Probengeometrie, die gemessenen Bruchkräfte und die daraus berechneten Festigkeiten.

Tabelle 5: Experimentell ermittelte und errechnete Prüfparameter für die Serie „B3B_poliert“

Seriename: B3B_poliert		
Belastungsgeschwindigkeit	2	[mm/min]
Temperatur	22,6	[°C]
Relative Luftfeuchtigkeit	42	[%]
Anzahl	29 (von 30 Tests)	
Probendicke	0,804	[mm]
Probendurchmesser	24,7	[mm]
F_{\min}	67	[N]
F_{\max}	85	[N]
σ_{\min}	246	[MPa]
σ_{\max}	315	[MPa]

Die Weibullauswertung wurde nach der Norm ÖNORM EN 843-5 ausgewertet. Als Referenzvolumen V_0 wurde wiederum das effektive Volumen V_{eff} gewählt, womit sich die Volumina aus der Likelihoodfunktion kürzen. Tabelle 6 zeigt die so ermittelten Weibullparameter und ihrer Konfidenzlimits.

Tabelle 6: ermittelte Weibullparameter für die Serie „B3B_poliert“

Weibullparameter B3B_poliert		
m	17 [13,2 - 21,7]	[-]
σ_0	287 [281 - 292]	[MPa]

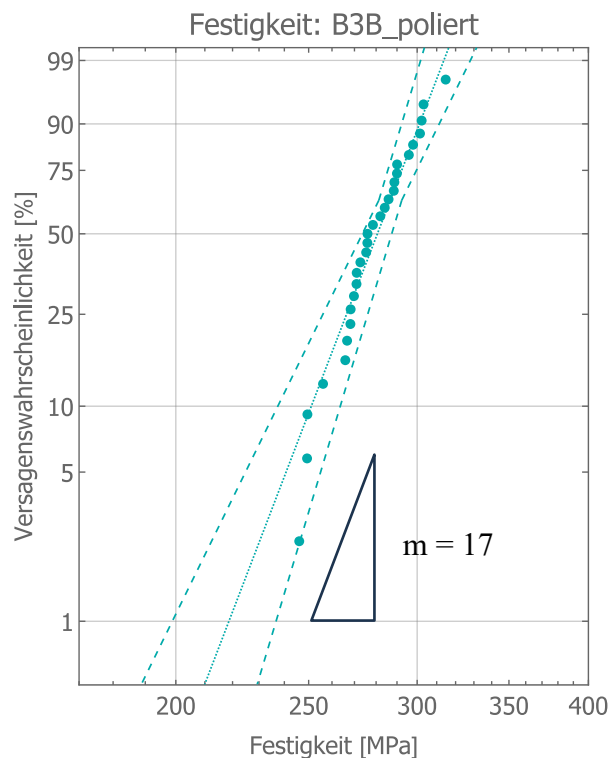


Abbildung 50: Weibulldiagramm der Festigkeitswerte für die Serie B3B_poliert

Auch hier ist der ermittelte Weibullmodul von 17 in einem, für Keramiken, annehmbaren oberen Bereich. Mit einer charakteristischen Festigkeit von 287 MPa scheinen die durch den B3B-Versuch geprüften Proben fester als die mit dem RoR-Versuch geprüften ($\sigma_0 = 200$ MPa).

Dieser Unterschied in den Festigkeiten kann auf die Größe der geprüften Volumina zurückgeführt werden. Im Doppelringversuch wird ein deutlich größeres Volumen bzw. eine deutlich größere Oberfläche getestet. Die Festigkeit sinkt, da es wahrscheinlicher ist in einem größeren Volumen einen versagensauslösenden Defekt zu haben als in einem kleineren (siehe Gleichung (15)).

4.1.3. Gemeinsame Weibull-Auswertung

Wie aus den Tabellen 4 und 6 ersichtlich, gibt es einen Unterschied in den erhaltenen Weibullparametern durch den Doppelring- und den 4-Kugelversuch.

Tabelle 7: Vergleich der ermittelten Weibullparameter für die Serien „RoR_poliert“ und „B3B_poliert“

	RoR_poliert		B3B_poliert	
m	21 [15,9 - 26,7]	[-]	17 [13,2 - 21,7]	[-]
σ_0	200 [197 - 203]	[MPa]	287 [281 - 292]	[MPa]

Man könnte meinen, dass hier ein Fehler vorliegt, denn m, als Materialkennwert, sollte, unabhängig von der Art des Versuches, für das Probenmaterial gleich sein. Jedoch sieht man, dass sich die Konfidenzintervalle beider ermittelten Weibullparameter überschneiden. Statistisch gesehen kann man diese also nicht unterscheiden.

Durch eine gemeinsame statistische Auswertung beider Stichproben wird eine Schärfung des Weibullmoduls erwirkt. Wie auch schon in Kapitel 2.3 beschrieben, benötigt man für die Auswertung inhomogener Spannungsfelder Kenntnis über das effektive Volumen der belasteten Probe.

Für die Berechnung des effektiven Volumens im Doppelringversuch gibt es analytische Formeln. [7] Für die 4-Kugelversuche werden FEM-Simulationen benötigt [14].

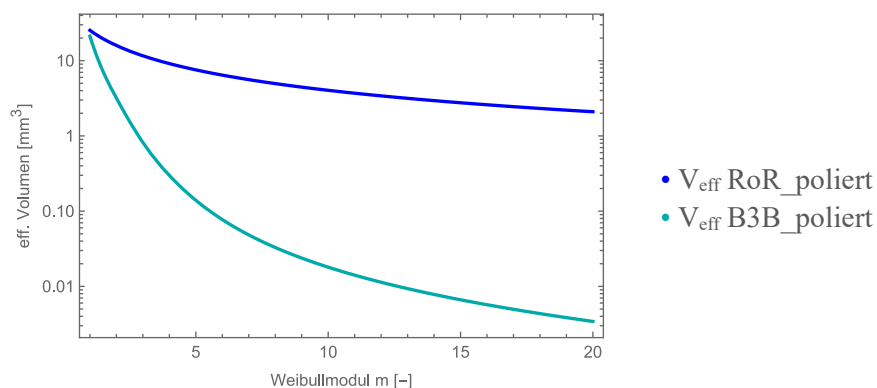


Abbildung 51: Darstellung der effektiven Volumina für die RoR- und B3B-Versuche an den „polierten“ Proben in Abhängigkeit des Weibullmoduls m

Der Weibullmodul durch die gemeinsame Auswertung mittels Maximum Likelihood Methode ergibt 17,5. Damit können die Weibullverteilungen wie in Abbildung 52 dargestellt werden.

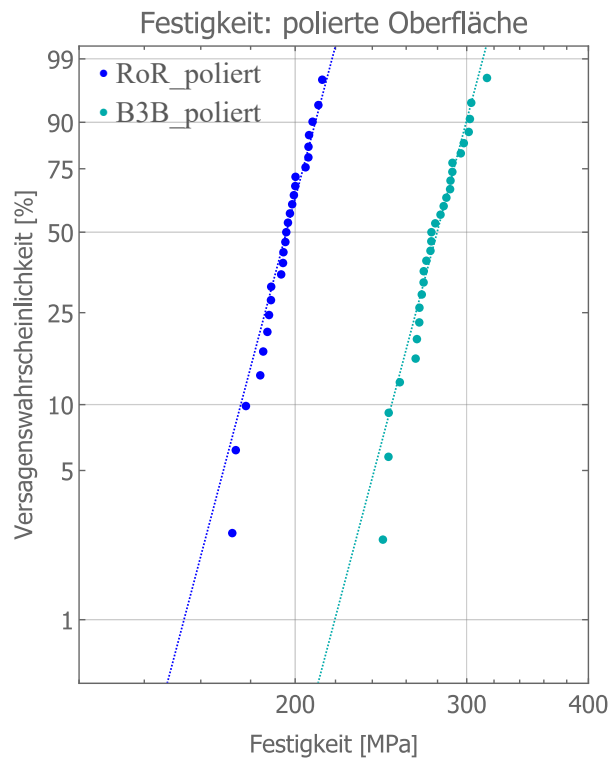


Abbildung 52: Weibulldiagramm der Festigkeitswerte für die polierten Proben

In Tabelle 8 sind die ermittelten effektiven Volumina aufgelistet:

Tabelle 8: ermittelte effektive Volumina der Doppelring- und 4-Kugelversuche der polierten Proben

	Effektives Volumen	
B3B_poliert	0,0046	mm ³
RoR_poliert	2,4	mm ³

Durch Berechnungen der effektiven Volumina kann man nun den Volumeneffekt des Materials betrachten. Dazu werden die Festigkeitsdaten über das effektive Volumen aufgetragen (siehe Abbildung 53). Die rote strichlierte Linie beschreibt den mit der Weibull-Statistik vorhergesagten Trend (vgl. Gleichung (15)). Die schwarz strichlierten Linien begrenzen den 90%-Konfidenzintervall.

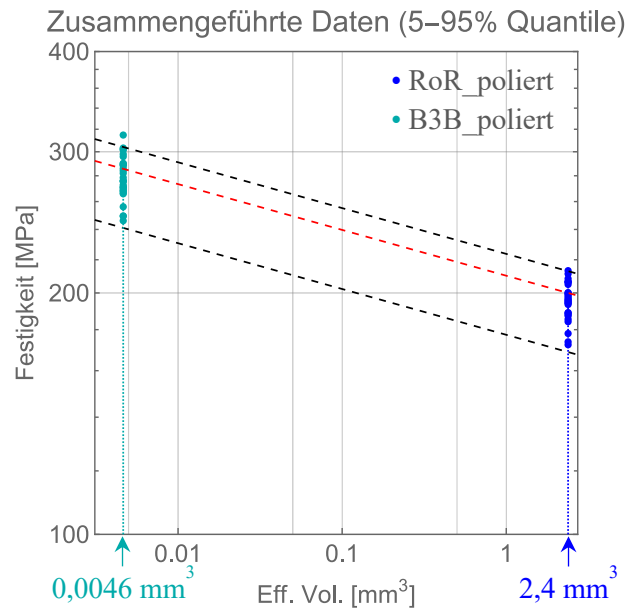


Abbildung 53: Darstellung des Volumseffekts anhand der polierten Proben

4.2. As sintered Oberfläche

4.2.1. Ring-on-Ring Versuch

Für die Doppelring-Versuche an den „as-sintered“ Proben wurde derselbe Prüfaufbau, wie schon bei den „polierten“ Proben beschrieben, verwendet. Die Dicken der Proben wurden vor den Versuchen vermessen und die Druckseite mit einer Teflon Folie beklebt.

Nach den Versuchen wurden die Bruchbilder der Proben dokumentiert und auf ihren Bruchausgang hin untersucht.

Wie auch schon bei den polierten Proben gab es 3 Teststücke, bei denen ein Bruchausgang am Probenrand nicht ausgeschlossen werden konnte (2 von den 3 werden in Abbildung 54 dargestellt). Diese 3 Proben wurden als ungültig angesehen.

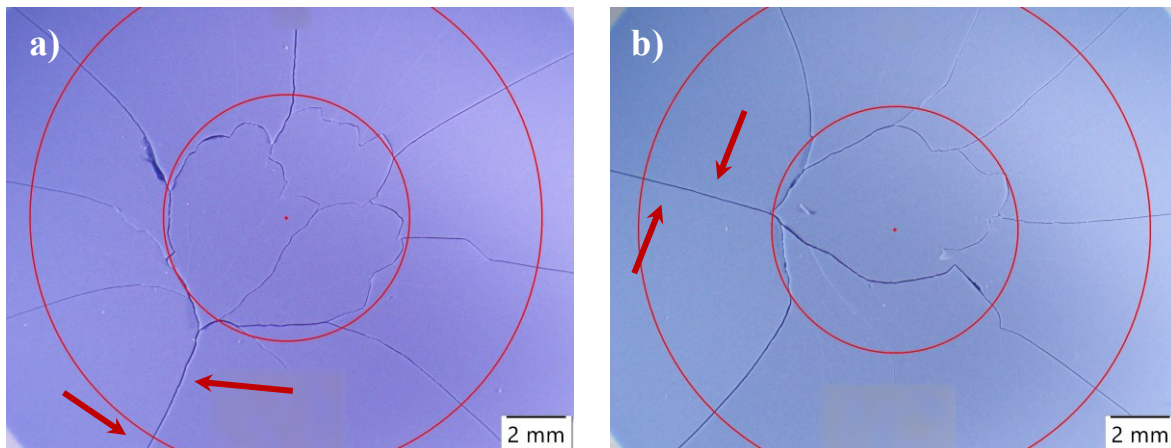


Abbildung 54: Bruchbild der Proben a) 05_09 und b) 12_12, die Pfeile markieren den Startriß

2 weitere Proben waren durch ihre niedrige Bruchkraft auffällig (siehe Anhang). Bei näherer Begutachtung in einem Rasterelektronenmikroskop konnte bei beiden Proben ein verpresstes Silizium Karbid-Korn (Abbildung 55) als Bruchausgang festgestellt werden.

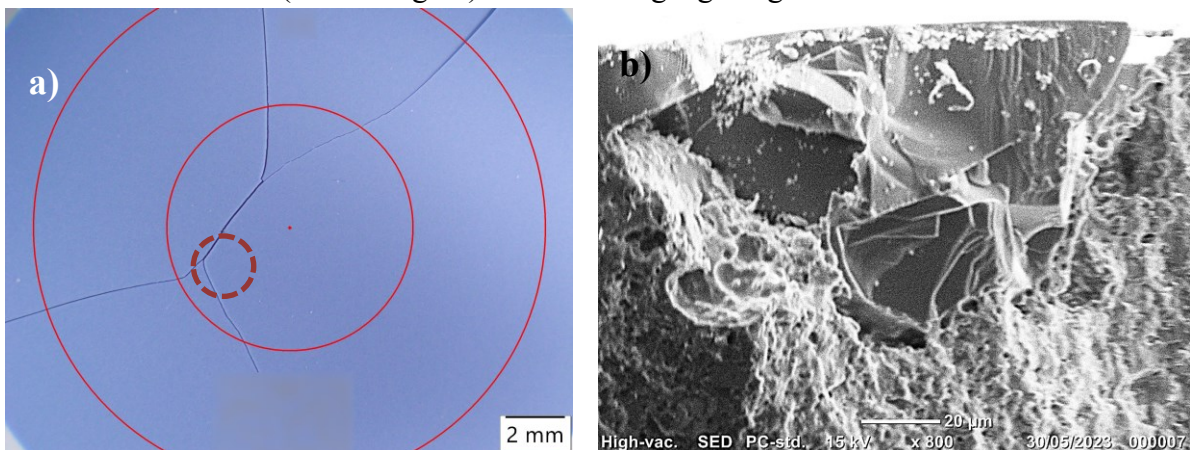


Abbildung 55: a) Bruchbild der Probe 11_09 b) das verpresste SiC-Korn

Auch diese 2 Proben wurden für die Auswertung als ungültig betrachtet, da solche Produktionsfehler in dieser vorliegenden Arbeit nicht als Defekte der keramischen Matrix angesehen werden.

Die Ergebnisse der Festigkeitsauswertung und der statistischen Bewertung mit den somit 25 (83% der durchgeführten Versuche) gültigen Proben sind in Tabelle 9 und 10 dargestellt.

Tabelle 9: Experimentell ermittelte und errechnete Prüfparameter für die Serie „RoR_assintered“

Seriename: RoR_assintered	
Belastungsgeschwindigkeit	4 [mm/min]
Temperatur	24,0 [°C]
Relative Luftfeuchtigkeit	41 [%]
Anzahl	25
Probendicke	0,740 [mm]
Probendurchmesser	24,7 [mm]
F_{\min}	219 [N]
F_{\max}	280 [N]
σ_{\min}	198 [MPa]
σ_{\max}	254 [MPa]

Tabelle 10: ermittelte Weibullparameter für die Serie „RoR_assintered“ nach ÖNORM EN 843-5

Weibullparameter RoR_assintered	
m	19 [14,6 - 25,1] [-]
σ_0	240 [235 - 244] [MPa]

Die hierbei erhaltenen Ergebnisse, $m=19$ und $\sigma_0=240$ MPa, sind in einem für LTCCs üblichen Bereich.

Bei weiterer Betrachtung der Bruchbilder war jedoch auffällig, dass 17 der 25 gültigen Versuche an einer detektierten, produktionsbedingten Fehlstelle versagten. Im Weibulldiagramm in Abbildung 56 sind diese 17 Proben mit einem weißen Punkt markiert.

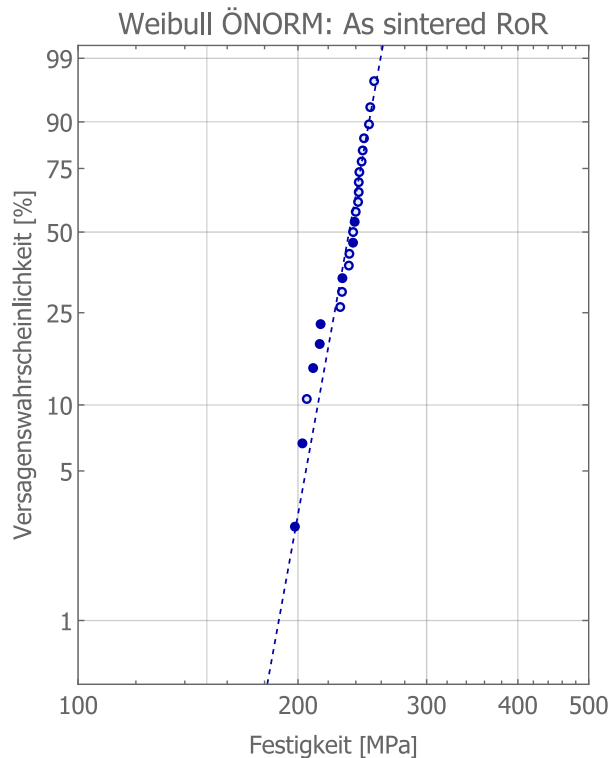


Abbildung 56: Weibulldiagramm der Festigkeitswerte für die Serie RoR_ assintered (Auswertung nach ÖNORM EN 843-5)

Da in dieser Arbeit die Festigkeit der keramischen Matrix im Vordergrund steht, werden diese Festigkeitsdaten nun mittels der in der ASTM 1239 beschriebenen Likelihoodfunktion für ein „censored sample“ ausgewertet. [24]

Man geht hierbei davon aus, dass Proben, die an einer bestimmten Defektart versagten, überlebt hätten, wenn die Defektart nicht vorgelegen hätte. Man ergänzt die in Kapitel 2.3.1 beschriebenen Likelihood Funktion also um die Überlebenswahrscheinlichkeit jener Proben, die an der eingebrachten Defektart versagt haben.

$$L = \left\{ \prod_{i=1}^r \left(\frac{m}{\sigma_0} \right) \left(\frac{\sigma_i}{\sigma_0} \right)^{m-1} \exp \left[- \left(\frac{\sigma_i}{\sigma_0} \right)^m \right] \right\} \underbrace{\prod_{j=c+1}^N \exp \left[- \left(\frac{\sigma_j}{\sigma_0} \right)^m \right]}_{\text{Überlebenswahrscheinlichkeit}} \quad (37)$$

- c... Anzahl der Proben die nicht an, durch Produktionsprozess, eingebrachten Defekten gebrochen sind
- N... Anzahl aller Proben

Durch die so veränderte statistische Auswertung bekommt man nun einen deutlich niedrigeren Weibullmodul als zuvor (siehe Tabelle 11), wodurch auch die Weibullgerade (siehe Abbildung 57) flacher wird. Trotzdem liegt der Weibullmodul noch innerhalb der für Keramiken anzunehmenden charakteristischen Toleranzen.

Tabelle 11: ermittelte Weibullparameter für die Serie „RoR_assintered“ nach ASTM C 1239

Weibullparameter RoR_assintered		
m	10	[-]
σ_0	265	[MPa]

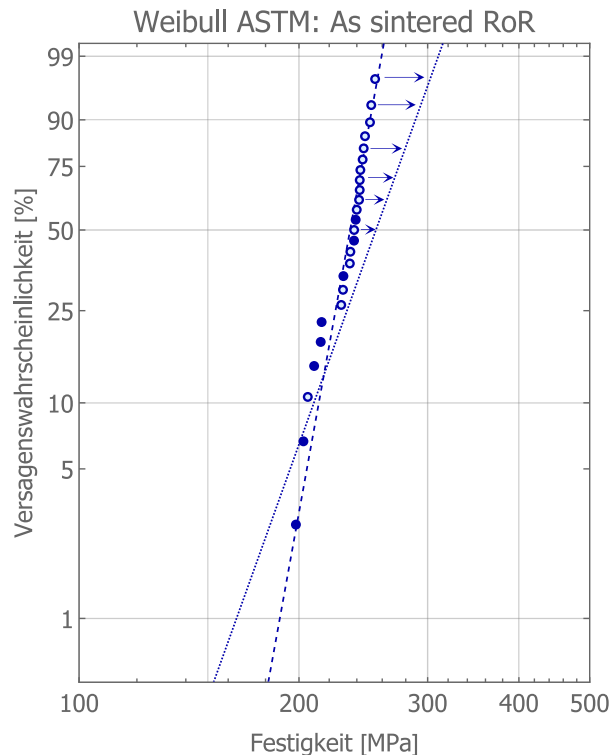


Abbildung 57: Weibulldiagramm der Festigkeitswerte für die Serie RoR_assintered (Auswertung nach ASTM C1239 - 07)

4.2.2. 4-Kugelversuch

Für die 4-Kugelversuche am „as-sintered“ Probenmaterial wurden nicht wie zuvor kreisrunde Scheiben (Durchmesser: 24,7 mm und Dicke: 0,74 mm) verwendet, sondern Bruchstücke aus 4 zuvor getesteten RoR-Versuchsreihen. Diese Bruchstücke wurden in einem, wie in Kapitel 3.3 beschriebenen, reversen B3B-Versuch geprüft.

Mit diesen Proben ist es nicht nur möglich die Festigkeit des Materials zu untersuchen, sondern man kann auch die Frage beantworten, ob die Festigkeit über das gesamte Probenvolumen gleich ist. Im Vergleich zu den vorherigen Versuchsdurchführungen, welche das Probenvolumen in der Mitte der kreisrunden Scheibe geprüft haben, wird hier nämlich das Probenvolumen in Nähe des Randes getestet.

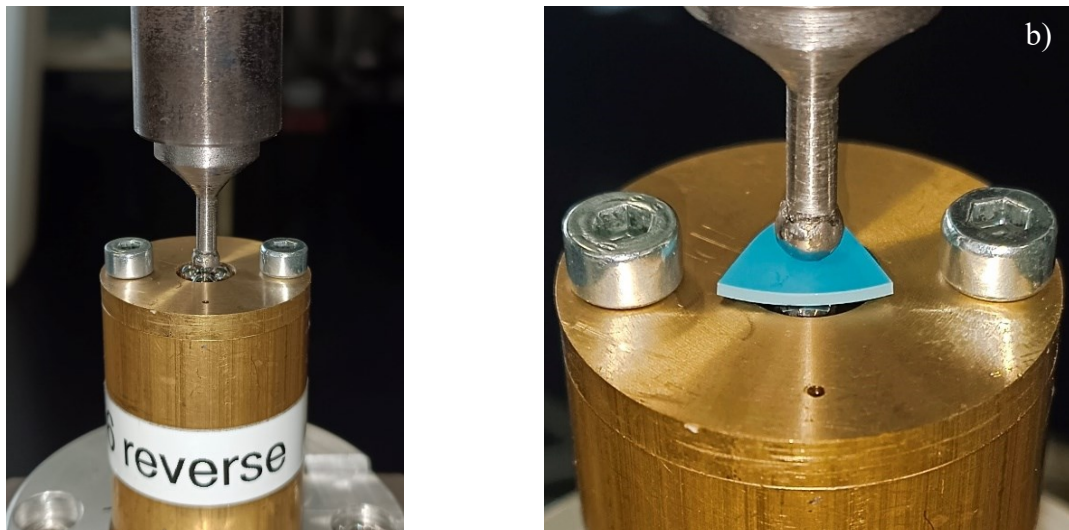


Abbildung 58: reverse 4-Kugelversuchsaufbau mit Kugeldurchmesser = 4 mm a) ohne Probe
b) mit Probe

Die in dieser Prüfserie erhaltenen Prüfparameter und Ergebnisse werden in Tabelle 12 dargestellt. Tabelle 13 gibt den Weibullmodul und die charakteristische Festigkeit wieder.

Tabelle 12: Experimentell ermittelte und errechnete Prüfparameter für die Serie „B3B_assintered“

Seriename: B3B_assintered		
Belastungsgeschwindigkeit	1	[mm/min]
Temperatur	24,1	[°C]
Relative Luftfeuchtigkeit	38	[%]
Anzahl	29	
Probendicke	0,740	[mm]
Probendurchmesser	10,4	[mm]
F_{\min}	105	[N]
F_{\max}	147	[N]
σ_{\min}	305	[MPa]
σ_{\max}	440	[MPa]

Tabelle 13: ermittelte Weibullparameter für die Serie „B3B_assintered“

Weibullparameter B3B_assintered		
m	9 [7,2 - 11,8]	[-]
σ_0	371 [358 - 385]	[MPa]

Bezugnehmend auf den zuvor ermittelten Weibullmodul (censored sample) der Serie „RoR_assintered“ von 10, liegt m dieser Serie mit 9 in einem zu erwarteten Bereich, da es sich um dasselbe Prüfmaterial handelt.

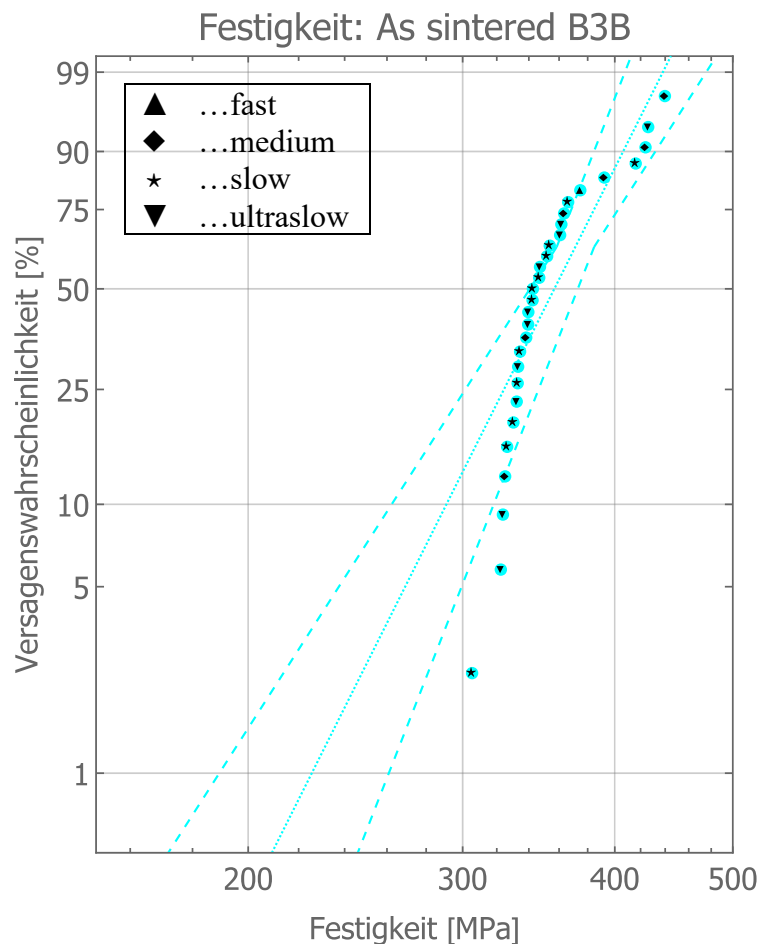


Abbildung 59: Weibulldiagramm der Festigkeitswerte für die Serie B3B_assintered

Wie schon erwähnt, wurden für diese Prüfserie Bruchstücke von zuvor belasteten Proben genommen, die aus RoR-Prüfserien mit unterschiedlichen Belastungsgeschwindigkeiten stammten. „Fast“ steht für die Prüfserie „RoR_assintered“ bei der die Bruchzeiten zwischen 2 und 2,6 s lagen. Die weiteren Serien wurden bei 1/10 („medium“), 1/100 („slow“) und 1/1000 („ultraslow“) der Belastungsgeschwindigkeit durchgeführt. Im Weibulldiagramm (Abbildung 59) wurde die Herkunft der jeweiligen Bruchstücke mit einem Symbol gekennzeichnet. Damit soll ausgeschlossen werden, dass die im B3B-Versuch ermittelten schwachen Bruchstücke ein ausschlaggebendes unterkritisches Risswachstum bei den zuvor durchgeführten RoR-Versuchen erfahren haben.

Abbildungen 60 bis 63 zeigen ausgewählte Bruchbilder der Prüfserie. Bei der Dokumentation wurde der Abstand des Bruchausganges zum Probenrand vermessen. Im Durchschnitt liegt der Bruchausgang $4,384 \pm 0,503$ mm vom Probenrand entfernt.

Durch diese Vermessungen soll sichergestellt werden, dass die Proben nicht in einem zuvor stark belasteten Probenvolumen versagten. Außerdem soll ausgeschlossen werden, dass es an

die Proben trotz Verwendung einer Teflon-Folie beim RoR-Versuch durch den Auflagering beschädigt wurden (strichlierte Linie zeigt die Position des Auflagerings an).

Der Auflagering im RoR-Versuch lag 3,728 mm vom Probenrand entfernt auf der Probe auf. Mit dem Wissen über den Verlauf der Spannungskomponenten (vgl. Abbildung 12, Kapitel 4.1.1) kann man darauf schließen, dass die Proben im Bereich ihres Versagens während des RoR-Versuches hauptsächlich durch Tangentialspannungen belastet wurden, die deutlich niedriger waren als die maximale bruchauslösende Spannungskomponente im RoR-Versuch.

Es wird also davon ausgegangen, dass es während des RoR-Versuches zu keinen erkennbaren Vorschädigungen am Material der Bruchstücke kam.

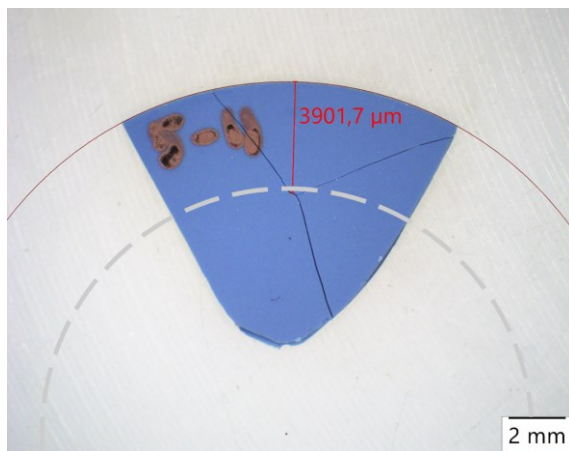


Abbildung 60: Bruchbild der Probe 5-11
(Bruchkraft: 115 N)

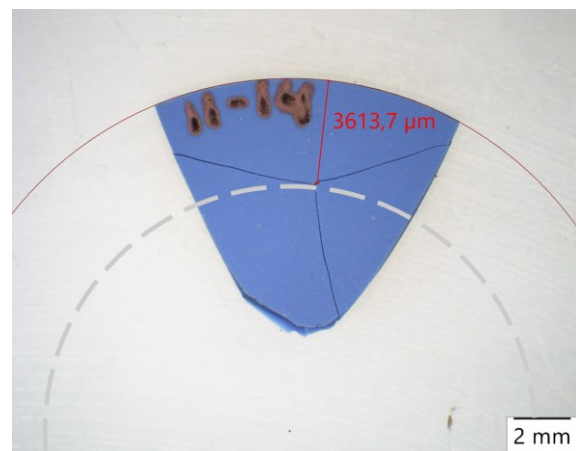


Abbildung 61: Bruchbild der Probe 11-14
(Bruchkraft: 141 N)

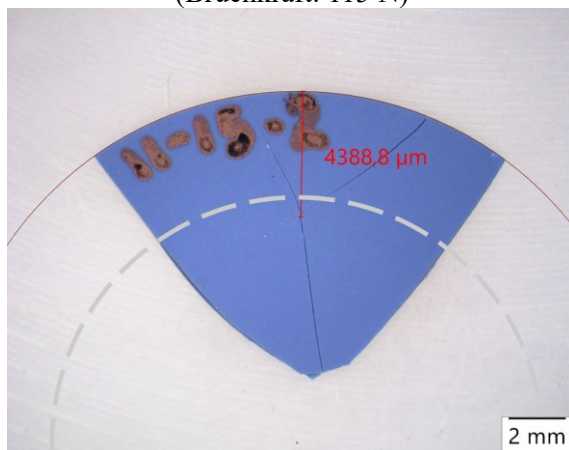


Abbildung 62: Bruchbild der Probe 11-15-2
(Bruchkraft: 114 N)

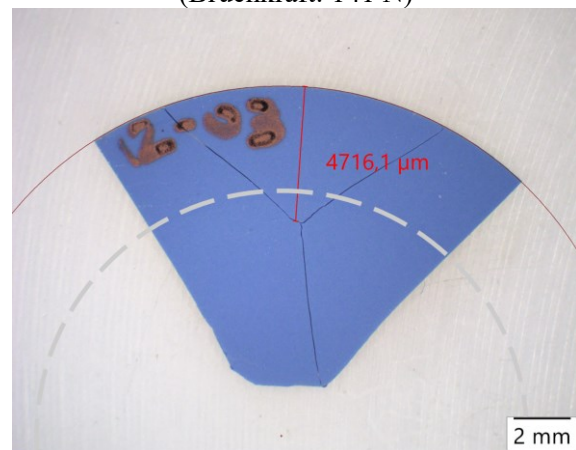


Abbildung 63: Bruchbild der Probe 12-03
(Bruchkraft: 112 N)

Es stellt sich jedoch die Frage, ob die Annahme, dass die Bruchstücke kreisrunde Scheiben seien, für die Auswertung der Festigkeit akzeptabel ist.

Um auf diese Frage einzugehen wurde das Spannungsfeld des Bruchstückes 5-15, bei dem auf dem Bruchbild erkennbar ist, wo die Auflagerkugeln während des B3B-Versuches lagen (Abbildung 64), mit einer FEM-Simulation analysiert.

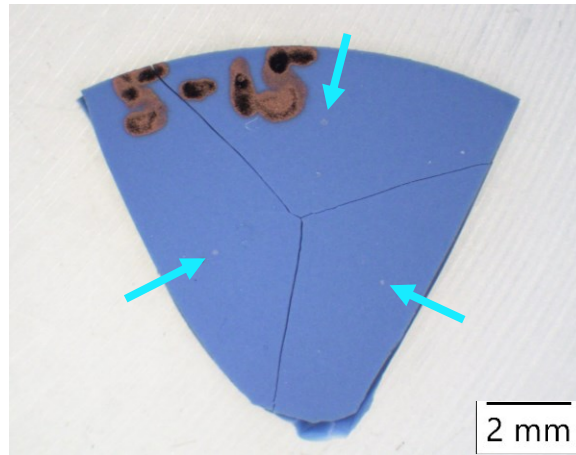


Abbildung 64: Fraktographie des Bruchstück 5-15, die Pfeile markieren die Position der Auflagerkugeln während des Versuches

Das Bruchbild der Probe wurde in AutoCad 2024 maßstabsgetreu eingelesen und die Konturen des Bruchstückes nachgezogen. Anhand von 14 Keypoints dieser Kontur wurde das Bruchstück in ANSYS Mechanical APDL 2024R1 modelliert und das Spannungsfeld mit der zuvor im Versuch erhaltenen Bruchkraft simuliert. (APDL-Code siehe Anhang).

Das so erhaltene Spannungsfeld wird in Abbildung 65 abgebildet. Hierbei ist gut zu erkennen, dass der Bruchausgang im Bereich der maximalen Zugspannungen von 365 MPa liegt.

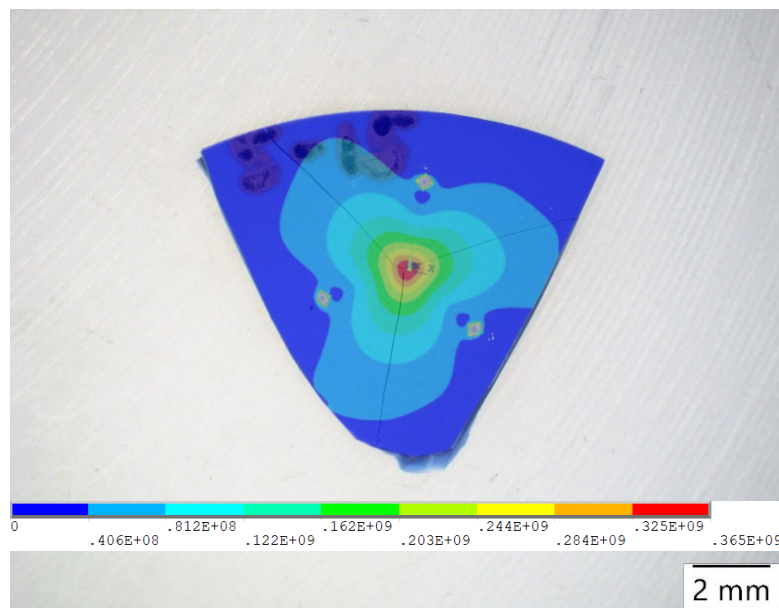


Abbildung 65: FEM-Simulation des Spannungsfeldes des Bruchstückes 5-15 bei einer Bruchkraft von 120,32 N

Analytisch ergibt sich mit Gleichungen (33) - (35) für diese Probe eine Festigkeit von 363,4 MPa. Im Vergleich zu der maximalen Zugspannung aus der FEM-Simulation ist der Fehler mit 0,55% vernachlässigbar.

Ausgehend von dieser einzelnen Simulation kann man jedoch keinen Fehler für die gesamte Stichprobe beschreiben. Dafür wären weitere Analysen notwendig.

Man kann jedoch wiederum eine gemeinsame statistische Auswertung vornehmen, um zu sehen, ob beide Stichproben dasselbe Material beschreiben.

4.2.3. Gemeinsame Weibull-Auswertung

Hierbei wurde in der Maximum Likelihood Methode, wie auch schon in Kapitel 4.2.1 beschrieben, wieder darauf geachtet mit einem „censored sample“ zu arbeiten.

Der somit erhaltenen Weibullmodul ist mit 15 größer als die zuvor erhaltenen Weibullmodule der einzelnen Serien.

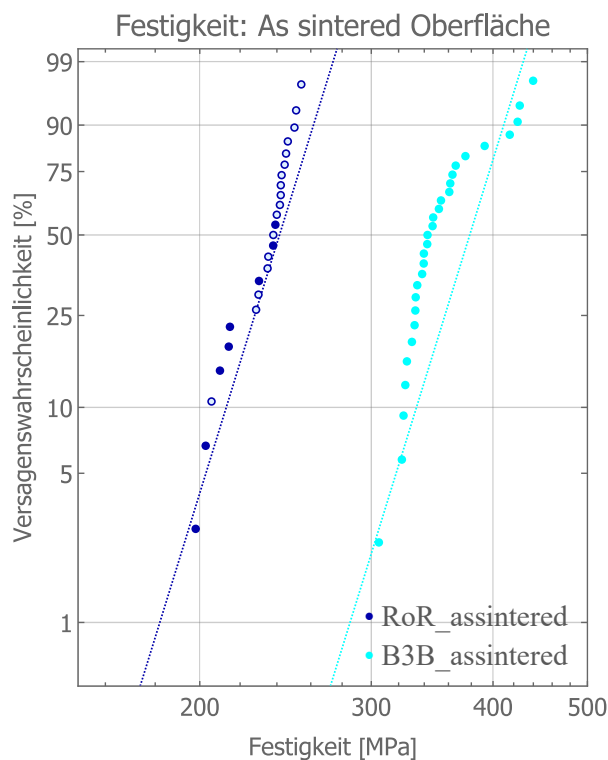


Abbildung 66: Weibulldiagramm der Festigkeitswerte für die as-sintered Proben

Im Zuge der Weibull-Auswertung wurden auch die effektiven Volumina beider Versuche ausgewertet (siehe Tabelle 14)

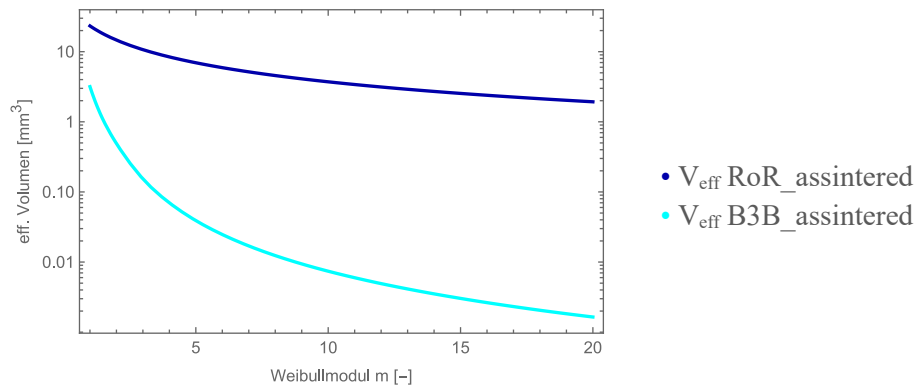


Abbildung 67: Darstellung der effektiven Volumina für die RoR- und B3B-Versuche an den „as-sintered“ Proben in Abhängigkeit des Weibullmoduls m

Tabelle 14: ermittelte effektive Volumina der Doppelring- und 4-Kugelversuche der „as-sintered“ Proben

	Effektives Volumen	
B3B_assintered	0,0030	mm ³
RoR_assintered	2,5	mm ³

Trotz fehlerbehafteter Auswertung der Festigkeit im B3B-Versuch sieht man, dass die Stichproben dem durch die Weibullstatistik beschriebenen Volumeneffekt folgen:

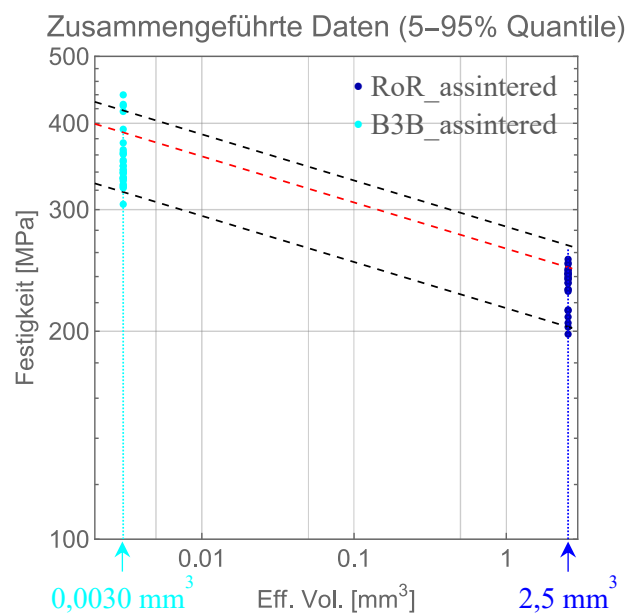


Abbildung 68: Darstellung des Volumeneffekts anhand der „as-sintered“ Proben

In Abbildung 68 beschreibt die rote strichlierte Linie den mit der Weibull-Statistik vorhergesagten Trend (vgl. Gleichung (15)). Die schwarz strichlierten Linien begrenzen das 90%-Konfidenzintervall.

Wie auch schon bei den polierten Materialproben kann der Volumeneffekt anhand der Stichproben RoR_assintered und B3B_assintered gut beschrieben werden.

4.2.4. Hertzische Kontaktschädigungsversuch

Die Hertzischen Kontaktschädigungsversuche wurden, wie in Kapitel 3.4 beschrieben durchgeführt.

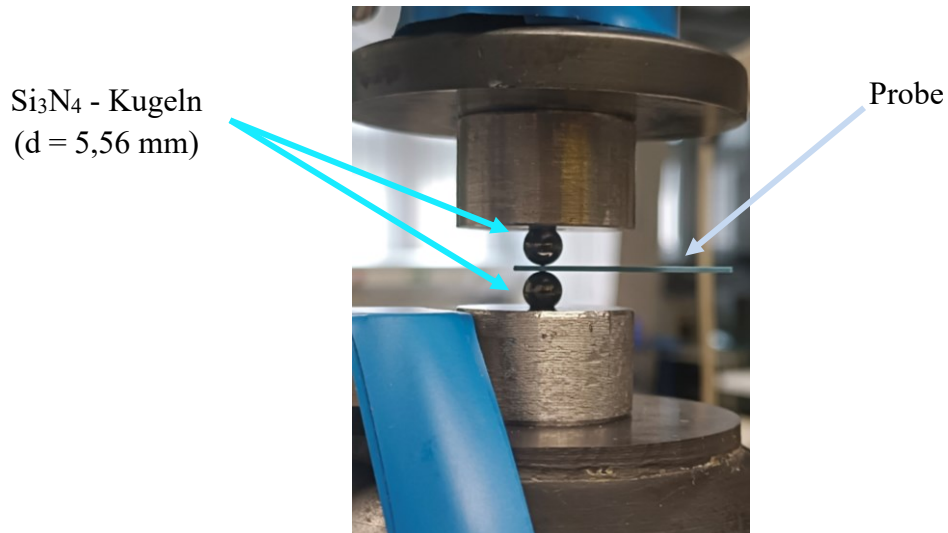


Abbildung 69: Hertzischer Kontaktschädigungsversuch mit eingelegter Probe

Mit Hilfe der von Hertz formulierten Formeln für maximale Zugspannung und Kontaktradius wurden jene berechnet. Diese Ergebnisse sind in Tabelle 15 dargestellt.

Tabelle 15: Experimentell ermittelte und errechnete Prüfparameter für die Serie „Contactdamage_Hertz“

Seriename: Contactdamage_Hertz		
Belastungsgeschwindigkeit	0,1	[mm/min]
Temperatur	23,5	[°C]
Relative Luftfeuchtigkeit	29	[%]
Anzahl	26	
Probendicke	0,740	[mm]
F _{min}	214	[N]
F _{max}	379	[N]
σ _{min}	662	[MPa]
σ _{max}	801	[MPa]
R _{C,min}	170	[μm]
R _{C,max}	205	[μm]

Wie auch schon durch Gleichung (28) beschrieben, nimmt der Kontaktradius mit zunehmender Last zu. Dies führt dazu, dass das unter Druck belastete Material zuvor schon Zugspannungen erfahren hat. Diese Überlegung ist wichtig für die Berechnung der effektiven Oberfläche und somit für die Weibullstatistik. Es muss hier die „Einhüllende“ des Zugspannungsfeldes herangezogen werden. Reimanis und Schaut beschreiben diese Berechnung der effektiven Oberfläche in ihrem Artikel „Hertzian Testing to Obtain Flaw Distribution in High Strength Glasses and Ceramics“. [25]

$$S_{eff} = \frac{3\pi m}{m^2 + m - 2} \left(\frac{3 F R_b}{4 E^*} \right)^{2/3} \quad (38)$$

Unter der Annahme, dass das untersuchte Material homogen verteilte Defekte aufweist und dass das Versagen defektgesteuert ist, ist zu erwarten, dass am Ort der maximalen Zugspannungen das Material versagen wird. Im Fall dieser hier beschriebenen Hertzischen Kontaktschädigungsversuche, ist zu erwarten, dass Schädigungen im Bereich des Kontaktradius auftreten.

Tatsächlich konnte bei 26 von den 32 durchgeführten Versuchen (ca. 81 %) Ringcracks festgestellt und vermessen werden (Abbildung 70 und 71).

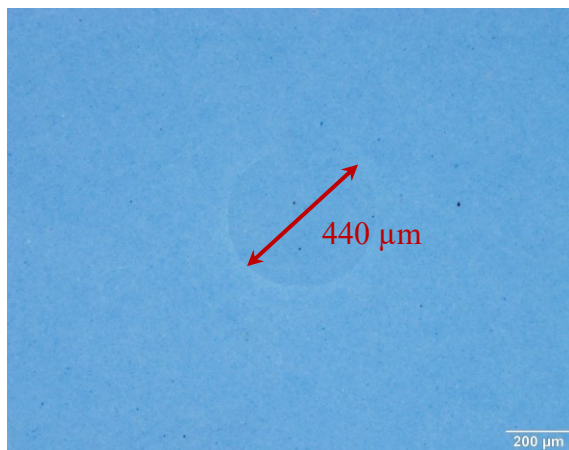


Abbildung 70: Ringcrack der Probe 05_E17

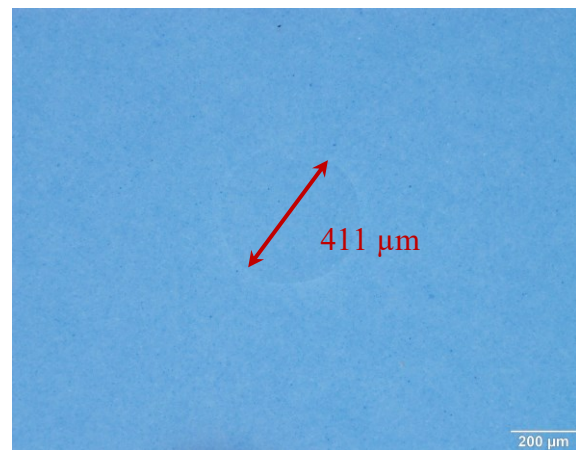


Abbildung 71: Ringcrack der Probe 09_E31

Die vermessenen Ringcracks haben im Durchschnitt einen Radius von $222,6 \pm 18,5 \mu\text{m}$. Im Vergleich zu den analytisch ermittelten Werten für den Kontaktradius (im Mittel: $180,9 \mu\text{m}$), ist dies ein Unterschied von $\sim 23\%$. Dieser Unterschied ist auch in der Abbildung 72 deutlich dargestellt.

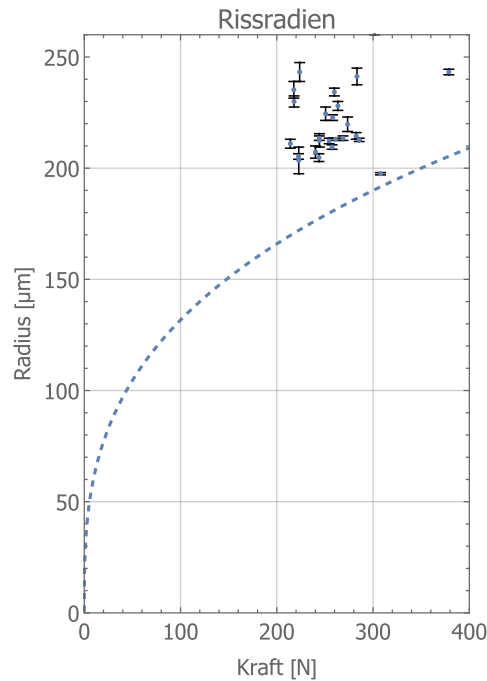


Abbildung 72: Darstellung des Kontaktradius über die aufgebrachte Kraft nach Hertz (strichlierte Linie) und experimentell ermittelte Ringrisse (Punkte)

Solch einen Unterschied von 20% zwischen dem Kontaktradius und dem Ort des Ringrisses wurde schon 1967 von Turner et al. beschrieben. In ihrem Paper „Hertzian Stress Cracks in Beryllia and Glass“ schreiben sie: „It is considered that the Hertz analysis does not give the correct location and value of the maximum tensile stress when finite displacements of material occur.“ [8]

Eine nähere Betrachtung des Spannungsfeldes während des Kontaktschädigungsversuches ist also von großem Interesse.

4.2.4.1. FEM - Simulation

Für die Simulation des Spannungsfeldes bei den Hertzischen Kontaktschädigungsversuchen wurde ein reibungsfreies 2-dimensionales zylindersymmetrisches Modell benützt. Die dafür verwendeten Materialeigenschaften sind in Tabelle 16 angegeben. Der verwendete APDL-Code befindet sich im Anhang.

Tabelle 16: Materialeigenschaften der LTCC und der Si_3N_4 -Kugeln

	E-Modul [GPa]	Poissonzahl ν [-]
LTCC	120	0,22
Si_3N_4	306	0,268

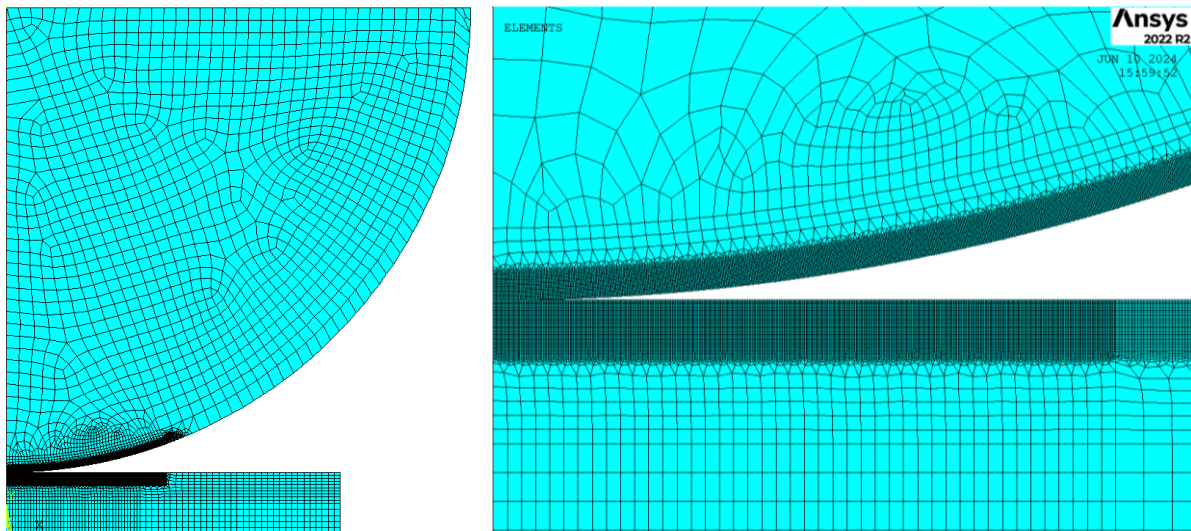


Abbildung 73: vernetztes FEM-Modell: Gesamtes Modell (links) und vergrößerter Bereich des Kontaktbereiches (rechts)

Da der Kontaktbereich zwischen der Si_3N_4 -Kugel und der LTCC-Keramik von besonderem Interesse ist, wurde bei der Vernetzung auf ein sehr feines Mesh geachtet. Dazu wurde ein „Elementtype“ mit 8 Knoten mit einer Größe von $2\ \mu\text{m} \times 2\ \mu\text{m}$ gewählt. Somit konnte in diesem Bereich eine Lösung für die Spannungskomponenten im μm -Bereich bestimmt werden.

Die Simulation wurde in 1 N Schritten, bis zur maximalen Erstschädigungskraft aus den zuvor beschriebenen Versuchen (380 N), durchgeführt. Nach jedem Simulationsschritt wurde die Information über die maximal auftretende Spannung und deren Ort in ein File geschrieben. Desweiteren wurden pro Schritt der Spannungsverlauf der 1. Hauptspannung, der Tangentialspannung und der Spannung in y-Richtung abgespeichert. Für die höchste Belastungskraft von 380 N wurden diese Spannungsverläufe im Querschnitt bzw. an der LTCC-Oberfläche in der Software Mathematica 13.3 geplottet (siehe Abbildung 74).

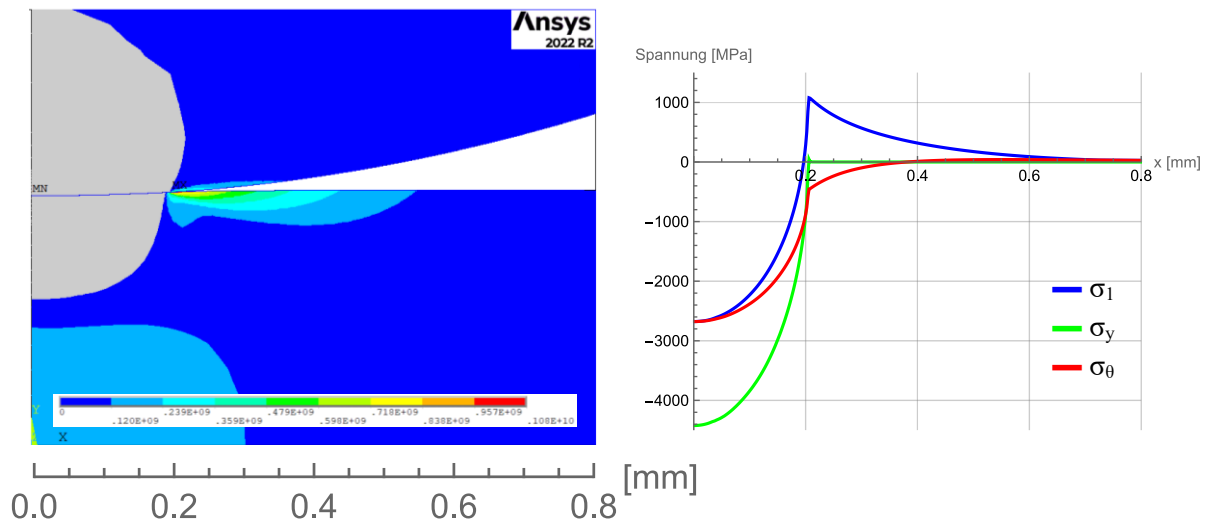


Abbildung 74: Kontourplot der 1. Hauptspannung σ_1 (links) und oberflächliche Spannungsverläufe (rechts) bei einer Kraft von 380 N

Man findet innerhalb des Kontaktradius bei etwa 0,2 mm Druckspannungen (grau dargestellt), die oberflächlich – sowohl in der Kugel als auch auf der LTCC-Platte – das gleiche parabolische Profil aufweisen (σ_y). Es fällt auf, dass unmittelbar außerhalb des Kontaktradiuses an der Oberfläche hohe radiale Zugspannungen auftreten, wobei die Spannungsamplituden in der Platte deutlich höher ausfallen als in der Kugel. In radialer Richtung klingen diese Zugspannungen innerhalb weniger Kontaktradien ab. In die Tiefenrichtung nimmt das Zugspannungsfeld deutlich rascher ab: innerhalb von ca. 50 μm reduziert sich die Amplitude auf 1/10 des oberflächlichen Maximums. Es liegt hier ein starker Spannungsgradient vor. (Abbildung 75). Besonders der Bereich der maximalen Zugspannungen im Bereich von 90-100% begrenzt sich auf wenige μm in die Tiefe.

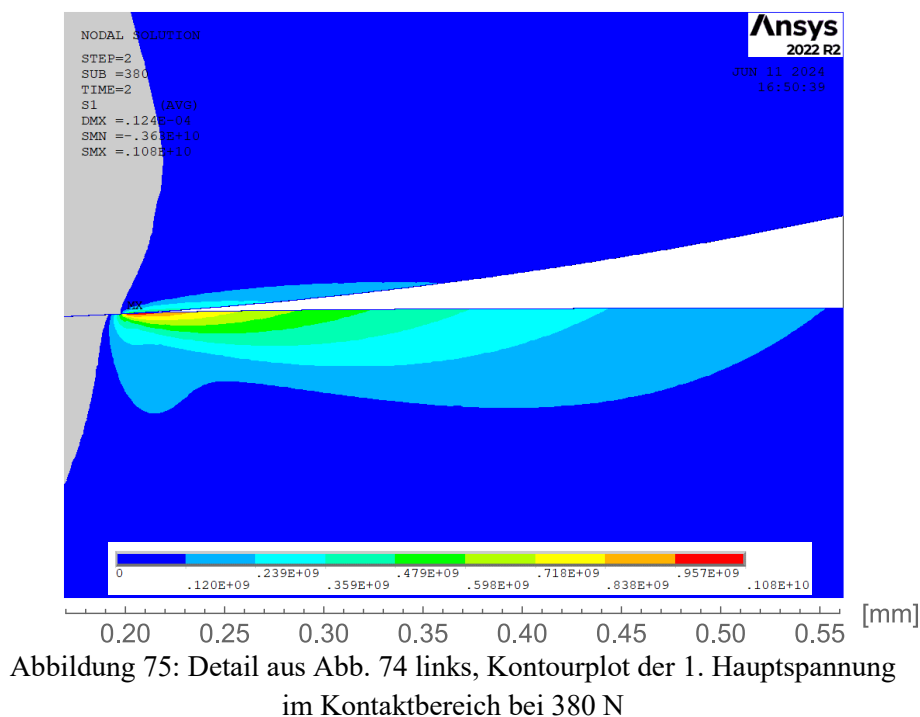


Abbildung 75: Detail aus Abb. 74 links, Kontourplot der 1. Hauptspannung im Kontaktbereich bei 380 N

Auch die Daten der maximalen Zugspannung und deren Ort wurden mittels der Software Mathematica 13.3 ausgewertet (siehe Abbildung 76). Zu den Datenpunkten wurde eine passende Funktion in Abhängigkeit der Kraft gefittet.

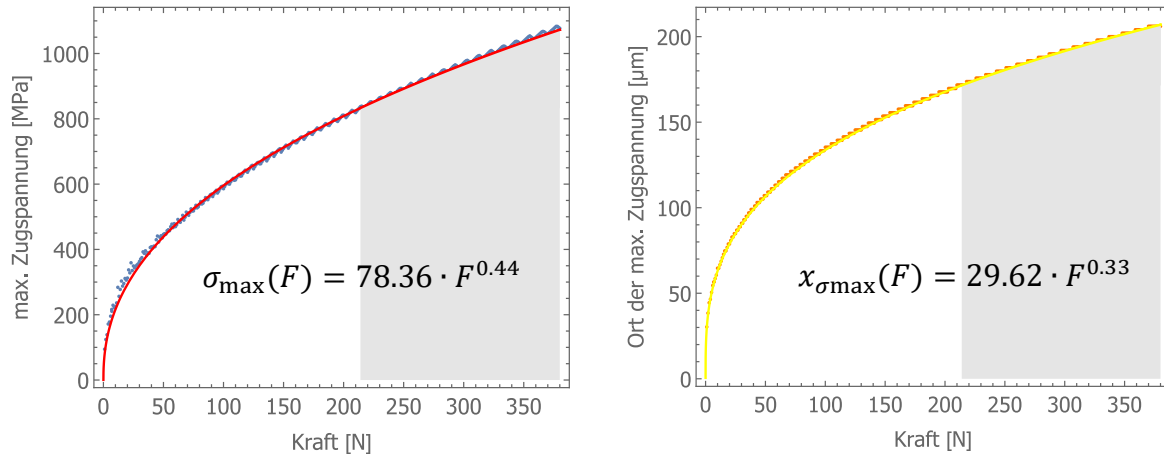


Abbildung 76: maximale Zugspannung (links) und deren Ort (rechts) in Abhängigkeit von Erstschädigungskraft (Bereich der gemessenen Erstschädigungskräfte grau hinterlegt)

Mit den so gefitteten Funktionen wurde für die tatsächlich ermittelten Erstschädigungskräfte die dazugehörige maximale Zugspannung und deren Ort (der Kontaktradius) berechnet. In Tabelle 17 werden jene Ergebnisse (FEM-Fit) den zuvor berechneten analytischen Ergebnissen (Hertzsche Formeln) gegenübergestellt.

Tabelle 17: maximale Zugspannung und Kontaktradius berechnet mit Hertzschen Formeln und mit Fit aus FEM-Simulation für kleinste und größte Bruchkraft (zusätzlich max. Druckspannung)

		Hertzsche Formeln	FEM-Fit
σ_{min}	[MPa]	662	833
σ_{max}		801	1071
$R_{C,min}$	[μm]	170	172
$R_{C,max}$		205	208
$\sigma_{y,min}$	[MPa]	3546	3610
$\sigma_{y,max}$		4289	4420

Bei den Ergebnissen fällt auf, dass der errechnete Ort der maximal auftretenden Spannung (Kontaktradius), der beiden Methoden sich kaum unterscheidet, bei den auftretenden maximalen Zugspannungen jedoch sehr wohl. Die kleinste maximale Zugspannung (bei 214 N) weist einen Unterschied von 171 MPa zwischen den Berechnungsmethoden auf. Die größte maximale Zugspannung (bei 379 N) einen Unterschied von 270MPa.

Dieser Unterschied wird auch deutlich, wenn man beide „Stichproben“ mittels der Weibullstatistik auswertet (siehe Abbildung 77). Denn durch den größeren Unterschied bei „festeren“ Versuchen, ist der Weibullmodul der Serie „Contactdamage_FEM“ niedriger als von der Serie „Contactdamage_Hertz“. (siehe Tabelle 18)

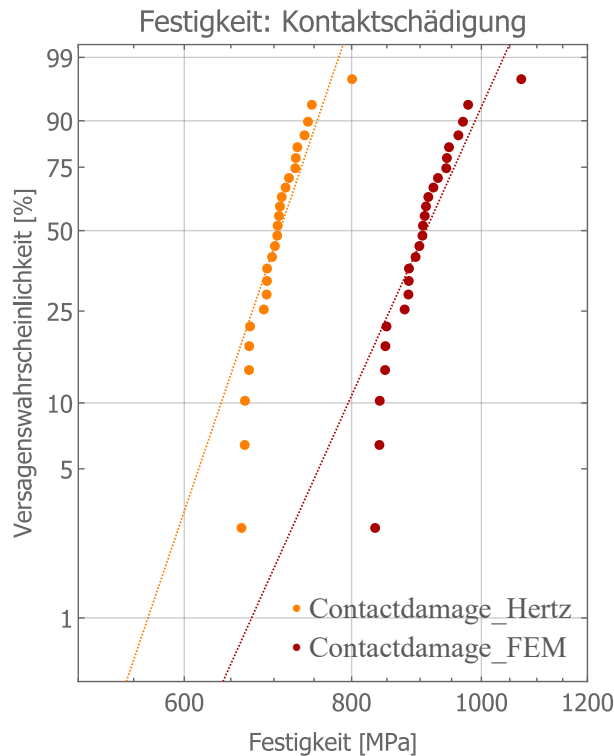


Abbildung 77: Weibulldiagramm der Festigkeitswerte für die Serien „Contactdamage_Hertz“ und „Contactdamage_FEM“

Tabelle 18: Vergleich der ermittelten Weibullparameter für die Serien „Contactdamage_Hertz“ und „Contactdamage_FEM“

Contactdamage_Hertz			Contactdamage_FEM		
m	19 [14,4 – 24,4]	[-]	m	14 [10,9 – 18,4]	[-]
σ_0	721 [708 - 735]	[MPa]	σ_0	933 [910 - 956]	[MPa]

Bei Betrachtung der Weibullparameter ist auffällig, dass der hier ermittelte Weibullparameter der Serie „Contactdamage_FEM“ mit 14 gut zu dem zuvor gemeinsamen Weibullmodul der Serien „B3B_assintered“ und „RoR_assintered“ von 15 passt. Die charakteristische Festigkeit von 933 MPa scheint jedoch im Vergleich sehr groß zu sein.

Man sieht anhand der hier präsentierten Ergebnisse, dass die analytischen Berechnungen für den Kontaktradius gut mit jenen der FEM-Simulation übereinstimmen. Jedoch kann davon ausgegangen werden, dass die analytischen Berechnungen der maximalen Zugspannungen Unterschätzungen der tatsächlich auftretenden Spannungen sind. Dies liegt daran, dass Annahmen, die für die analytischen Lösungen gemacht wurden, im Falle dieser Versuche nicht zutreffen (siehe Kapitel 2.3).

4.2.5. Vickers Härte

Um den Widerstand des Prüfmaterials gegenüber plastischer Verformung durch einen Prüfkörper zu messen, wurde die Vickers Härte bestimmt. Der Versuch wurde, wie in Kapitel 3.5 beschrieben, durchgeführt.

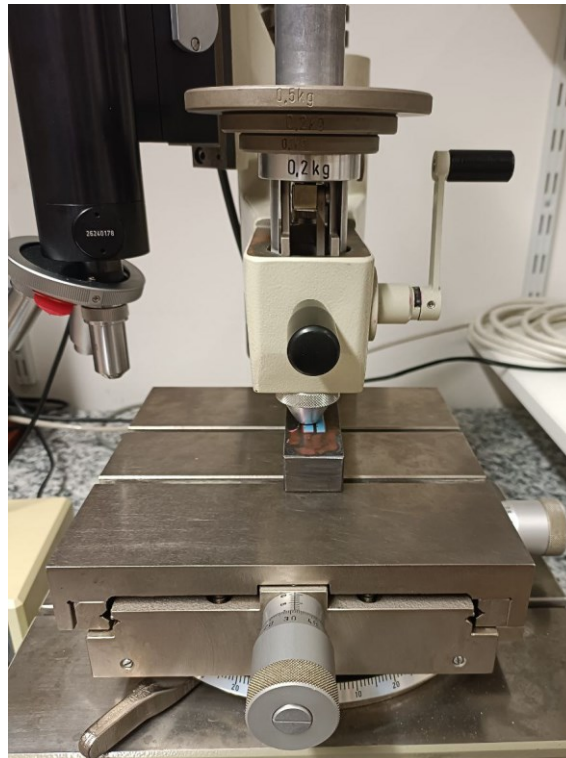


Abbildung 78: Vickers Härte Versuchsaufbau mit Probenmaterial

Laut der ÖNORM EN 843-4 sind mindestens 5 gültige Eindrücke notwendig, um eine Vickers Härte zu bestimmen.

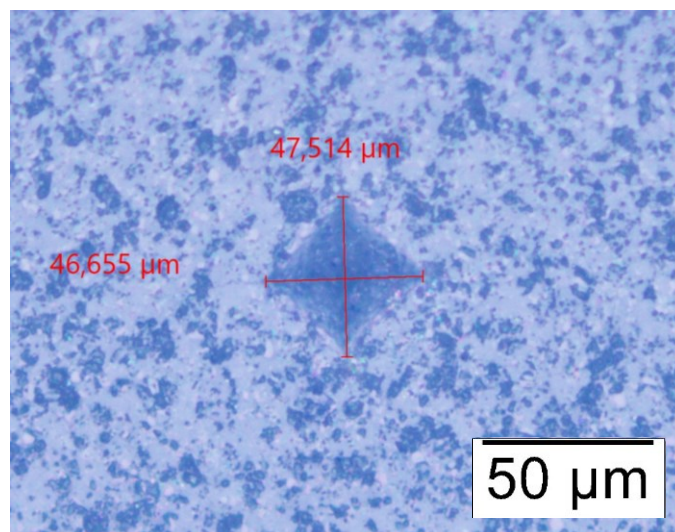


Abbildung 79: Vickers-Härteindruck

Tabelle 19 gibt einen Überblick über die vermessenen Diagonalen der Vickers-Härteeindrücke bei 1 kg.

Tabelle 19: Ergebnisse der Vickers-Härte Versuche

	P [N]	d ₁ [mm]	d ₂ [mm]	d [mm]	HV1 [MPa]
1	9,81	0,046823	0,046293	0,046558	8392
2	9,81	0,046650	0,046115	0,046383	8456
3	9,81	0,047162	0,048206	0,047684	8001
4	9,81	0,047514	0,046655	0,047085	8206
5	9,81	0,048751	0,048916	0,048834	7628

Die hier ermittelte HV1 des Prüfmateri als beträgt somit $8,137 \pm 0,34$ GPa. Dieser Wert für die Vickers Härte ist in einem bekannten Bereich. Zhang et al. fanden für eine DuPont 951 Keramik eine HV1 von ca. 8 GPa. [26]

5. Zusammenfassung und Diskussion

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse der vorliegenden Arbeit zusammengefasst und im Kontext mit den in der Einleitung gestellten Fragen diskutiert. Diese Fragen sollen hier noch einmal konkret gestellt werden:

1. Kann ein durch die Weibulltheorie beschriebener Volumseffekt an dem Prüfmaterial beobachtet werden.
2. Kann Versagen des Prüfmaterials innerhalb kurzreichweitiger Spannungsfelder durch diesen Volumseffekt beschrieben werden
3. Ist die in der Weibullstatistik angenommene Homogenität der Defektverteilung im Prüfmaterial gegeben
4. Kann durch eine zusätzliche Oberflächenbehandlung die Festigkeit des Prüfmaterials verändert werden

Ad 1) Um diese Fragestellung näher zu beleuchten, wurden an dem untersuchten Material zwei verschiedene biaxiale Prüfverfahren durchgeführt, die ein unterschiedlich großes Volumen testen. Anhand des Doppelringversuches wurde ein etwa 1000-mal so großes Probenvolumen geprüft als im durchgeführten 4-Kugelversuch. Besonders im Fall der Versuchsserie „RoR_assintered“ ist die Signifikanz einer fraktographischen Beurteilung aufgefallen. 17 von 30 durchgeführten Versuchen versagten an einer produktionsbedingten Fehlstelle. Durch eine Ergänzung der Likelihoodfunktion wurde diese Serie nach ASTM 1239 normgerecht ausgewertet und ein m von 10 und ein σ_0 von 265 MPa ermittelt. Für die Serie „B3B_assintered“ wurden die Festigkeitsversuche an Bruchstücken vorheriger RoR-Serien durchgeführt und mittels der ÖNORM 843-5 die Materialparameter ($m=9$ [7,2 - 11,8] und $\sigma_0=371$ MPa) berechnet. Für diese Festigkeitsauswertung wurde weiters eine FEM-Simulation durchgeführt, um festzustellen, ob die Auswertung an Bruchstücken unter der Annahme sie seien kreisrunde Scheiben annehmbar ist. Die Prüfserien wurden anschließend zusammengeführt und ausgewertet. Durch diese gemeinsame Auswertung kommt es zu einer Schärfung der Weibullparameter. Der so ermittelte Weibullmodul ist 15 und die charakteristischen Festigkeiten der Serien $\sigma_{0,B3B}=388$ MPa und $\sigma_{0,RoR}=247$ MPa.

Schlussfolgerung: Wie in Abbildung 68 (Kapitel 4.2.3) klar zu erkennen ist, konnte der Festigkeitszusammenhang zwischen unterschiedlichen Prüfvolumina gezeigt werden. Das Material verhält sich so wie durch die Weibullstatistik beschrieben.

Ad 2) Aufbauend auf den Nachweis des Volumseffekts, stellt sich nun die Frage, ob Festigkeiten noch kleinerer Volumina durch die Weibullstatistik abgeschätzt werden können. Hierbei wurde das Material durch zwei symmetrisch angeordnete Si_3N_4 Kugeln beidseitig bis zu einer Erstschädigung belastet. Der Versuchsaufbau wurde in ANSYS Mechanical APDL 2024R1 simuliert und mittels der experimentell festgestellten Kräfte die maximalen Zugspannungen und Kontaktradien ermittelt. Desweiteren wird für diese Fragestellung die Festigkeit in Abhängigkeit der effektiven Oberfläche betrachtet. Besonders für Spannungsfelder, die innerhalb weniger μm unterhalb der Oberfläche abklingen, ist die Betrachtung von oberflächlichen Defekten essenziell. Für die Berechnung der effektiven

Oberfläche des Hertzchen Spannungsfeldes findet man in der Literatur analytische Formeln (siehe Gleichung (38)). Abbildung 80 zeigt die Festigkeitswerte in Abhängigkeit der effektiven Oberfläche.

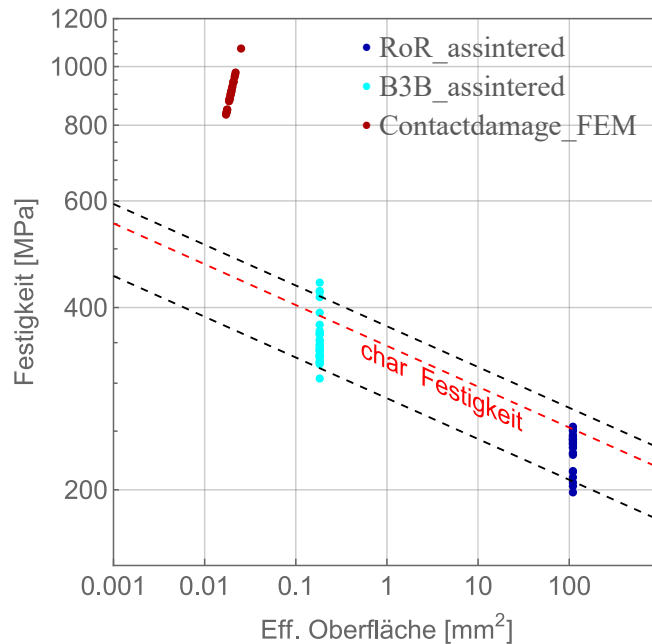


Abbildung 80: Darstellung der Festigkeit in Abhängigkeit der geprüften effektiven Oberfläche

Es ist deutlich zu erkennen, dass die Festigkeitswerte der Hertzchen Kontaktschädigungsversuche nicht dem Trend, der durch die Weibullstatistik beschrieben wird, folgen. Es muss allerdings berücksichtigt werden, dass in vorliegender Arbeit mit einem reibungsfreien Modell gearbeitet wurde. Unter Berücksichtigung von Reibung verringern sich nach Papšík et al. die maximalen Zugspannungen und deren Ort. [27, 28]

Mit den durch die FEM-Simulation erhaltenen Werten für die maximalen Zugspannungen und unter der Annahme, dass oberflächliche Defekte bruchauslösend waren, wurden die kritischen Defektgrößen berechnet und in Abbildung 81 dargestellt.

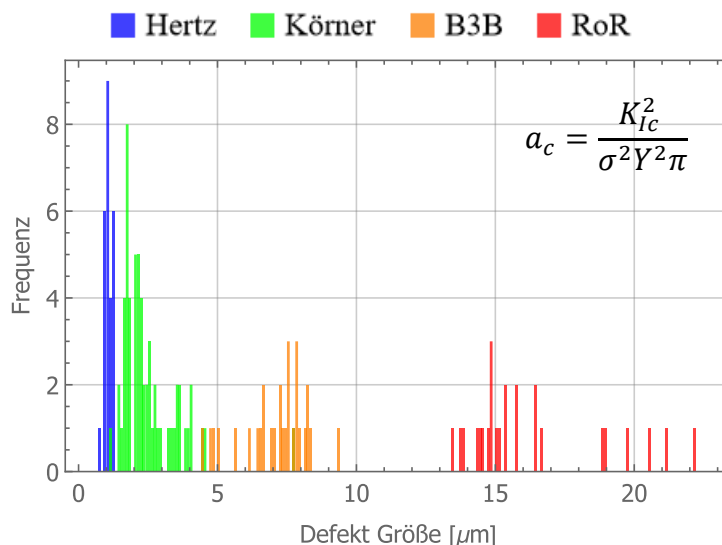


Abbildung 81: Defektgrößenverteilungen des assintered Probenmaterials nach Griffith

Zwischen den Defektgrößenverteilungen der Hertzschen Kontaktschädigungsversuche und den biaxialen Biegeversuchen gibt es keine Überlappung. Die bei den Hertzschen Kontaktschädigungsversuchen beobachteten Defekte treten zwar auch bei den Biegeversuchen auf, bleiben aber inaktiv, da größere Defekte vorhanden sind. Ähnliche Beobachtungen fanden auch Wereszczak et al. [11].

Weiters wurde gezeigt, dass die entstandenen Ringrisse nicht am Ort der größten Spannungen unmittelbar außerhalb des Kontaktradiuses entstanden sind.

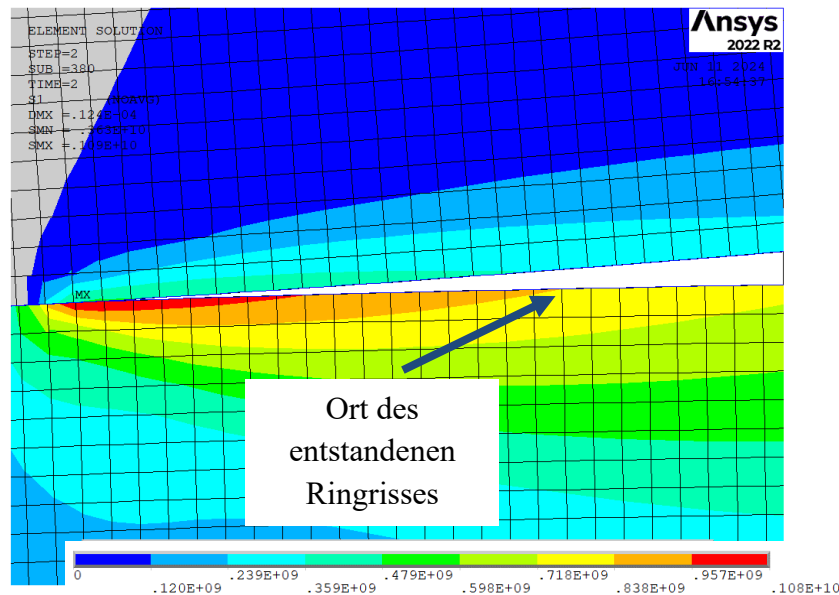


Abbildung 82: Kontourplot der 1. Hauptspannung im Kontaktbereich bei 380 N (das schwarze Raster zeigt die $2 \times 2 \mu\text{m}$ großen Elemente) und Ort des bei dieser Kraft entstandenen Ringrisses

Abbildung 82 zeigt die maximalen Zugspannungen bei einer Kraft von 380 N mit dem Ort der maximalen Zugspannung bei ca. $207 \mu\text{m}$. Weiters ist der Ort des entstandenen Ringrisses (Radius = $243 \mu\text{m}$) eingezeichnet. Eine weitere Annahme der Weibullstatistik ist, dass Defekte homogen belastet werden. [12] Es fällt auf, dass der Spannungsgradient in Nähe der maximalen Zugspannungen stärker ist als am Ort des Ringrisses.

Schlussfolgerung: Das starke Gefälle der Zugspannungen innerhalb weniger μm im simulierten Impaktbereich könnte ein Grund dafür sein, warum das Versagen nicht durch die Weibullstatistik beschrieben werden kann. Außerdem ist die Orientierung der Defekte in diesem Spannungsfeld sehr relevant. Die hohen Zugspannungen treten in radiale Richtung auf. Defekte die im rechten Winkel zu diesen Spannungen liegen werden von jenen geöffnet. Defekte die anders orientiert im Spannungsfeld liegen können potenziell geschlossen werden.

Abschließend sei hier noch erwähnt, dass eine plastische Verformung des Materials im Druckbereich nicht ausgeschlossen werden kann. Die maximalen Druckspannungen an der LTCC-Oberfläche lagen laut FEM-Simulation zwischen 3,6 GPa und 4,4 GPa. Die Fließgrenze eines Materials kann durch die Tabor-Beziehung [4] abgeschätzt werden: sie ist etwa ein Drittel der Härte. Für die ermittelte Härte HV1 von 8 GPa ergibt dies für die Fließgrenze 2,67 GPa.

Ad 3) Um die Frage der homogenen Verteilung der Defekte im Prüfmaterial zu beantworten wurden Biegefestigkeitsversuche analysiert, die einerseits die Festigkeit der Probenmitte („RoR_assintered“) und andererseits die Festigkeit in Nähe des Probenrandes („B3B_assintered“) prüfen. Beide Prüfserien wurden, wie schon im ad 1) dieses Kapitels beschrieben, auf den Volumeneffekt hin untersucht und ein gemeinsamer Weibullmodul von 15 berechnet. Zusätzlich gilt: Mittels dem in Kapitel 2.1 beschriebenen Griffith Kriterium kann man für jede Festigkeit die bruchauslösende kritische Risslänge bestimmen. Mit dem Wissen dieser Parameter kann die Defektgrößendichteverteilung $g(a)$ des Materials (siehe Kapitel 2.2 Gleichung (6)) beschrieben werden. Abbildung 83 zeigt diese Funktion.

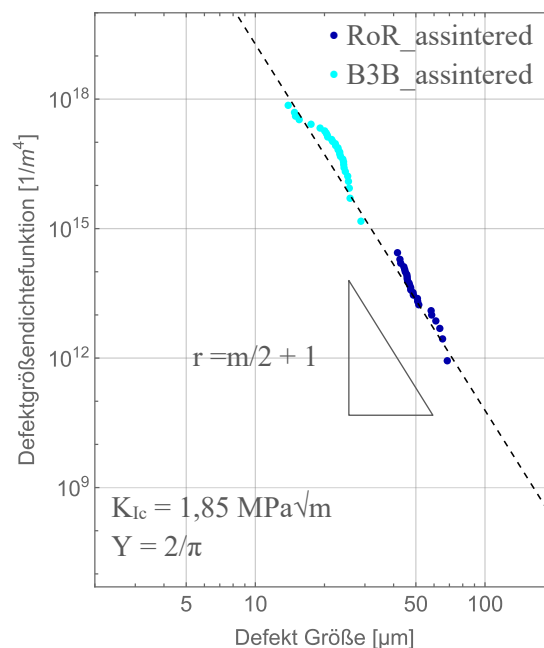


Abbildung 83: Defektgrößendichteverteilung der Serien „RoR_assintered“ und „B3B_assintered“

Schlussfolgerung: Man sieht, dass sowohl die Defekte die in der Mitte der Probe als auch jenen die in Nähe des Randes zum Bruch geführt haben dem Trend der Defektgrößenverteilung folgen. Die Annahme das Defekte homogen im Prüfmaterial verteilt vorliegen kann somit bestätigt werden.

Ad 4) Abschließend wurden Proben untersucht, die einen anderen Oberflächenzustand aufweisen als die zuvor analysierten. Die Probenoberfläche wurde geläppt. Um zu überprüfen, ob es durch diesen Bearbeitungsschritt zu einer Veränderung der Festigkeit des Materials gekommen ist, wurden das geläppten Probenmaterial mittels des Doppelringversuches geprüft und analysiert. Abbildung 84 stellt die Weibullgeraden beider Serien dar.

Der Unterschied der Weibullparameter ist deutlich zu erkennen. Die „assintered“ Proben streuen in ihren Festigkeitswerten etwas stärker (das Material hat einen Weibullparameter von 15) und die charakteristische Festigkeit liegt bei 247 MPa. Die „polierten“ Proben scheinen mit einer charakteristischen Festigkeit von 200 MPa schwächer zu sein. Mit einem m von 18 streuen die Festigkeitswerte jedoch weniger.

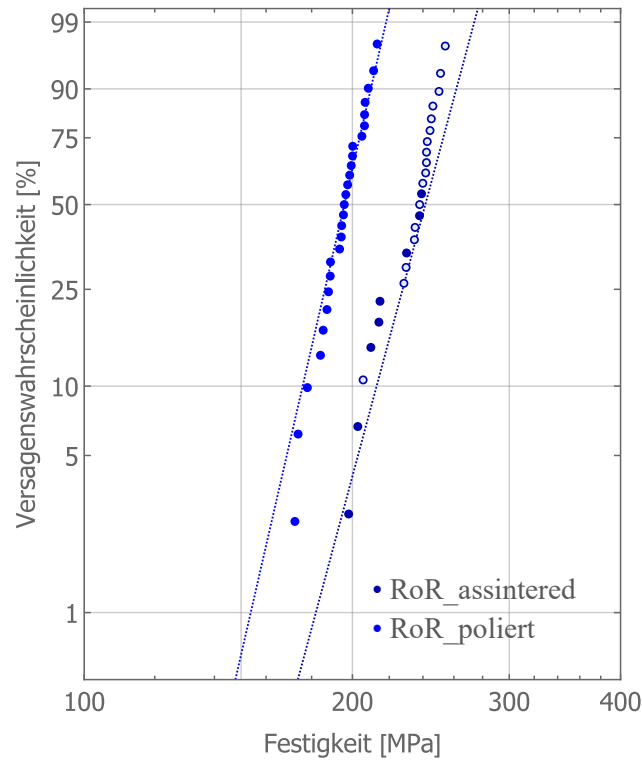


Abbildung 84: Weibulldiagramm der Serien „RoR_assintered“ und „RoR_poliert“ (=geläppt)

Um den Unterschied der Festigkeiten näher zu beleuchten, wurde auch für das „polierte“ Probenmaterial eine Defektgrößendichtefunktion ermittelt. Hierfür wurden auch 4-Kugelversuche am „polierten“ Probenmaterial durchgeführt. Abbildung 85 zeigt den Unterschied der Defektgrößendichtefunktionen beider Prüfmaterialien.

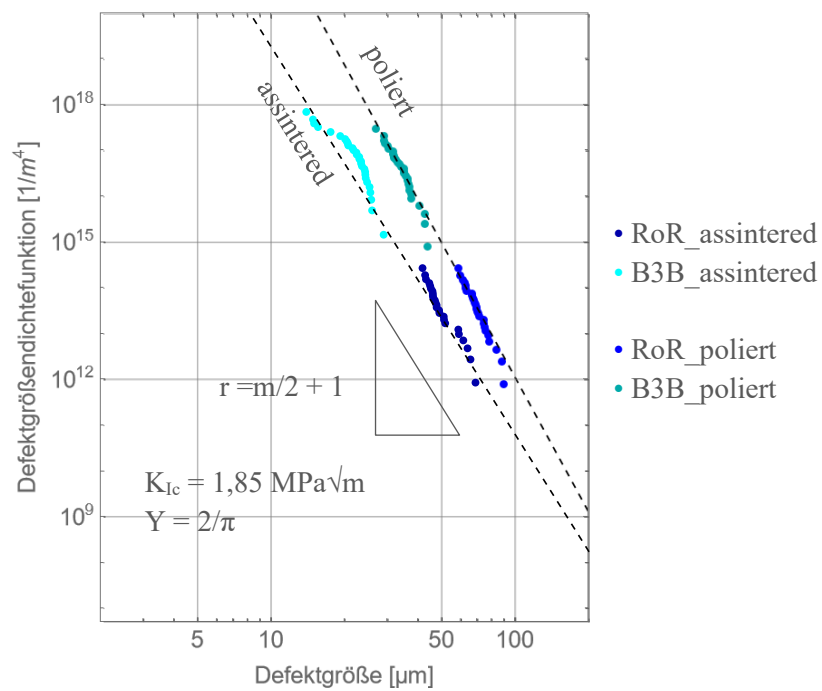


Abbildung 85: Defektgrößendichtefunktionen der Prüfmaterialien „assintered“ und „poliert“

Schlussfolgerung: Es ist erkennbar, dass auch das geläppte Prüfmaterial eine homogene Defektgrößendichtefunktion aufweist. Man sieht jedoch, dass die Verteilungen sich unterscheiden. Es wurden an den „polierten“ Proben größere Defekte detektiert und die verschiedenen Defektgrößen liegen mit einer anderen Dichte im Material vor.

Man kann also davon ausgehen, dass durch den Prozess des Läppens neue Defekte in das Probenmaterial eingebracht wurden, die die Festigkeit gesenkt haben. Diese Beobachtung führt zu der Schlussfolgerung, dass Oberflächenbearbeitungen an keramischen Materialien grundsätzlich zu Festigkeitsänderungen führen können. Gerade in Hinblick auf eine Festigkeitssteigerung (i.e. Reduzierung von Oberflächendefekten) sind die Methode und die Parameter der Bearbeitungsprozesse oft entscheidend und damit mit hoher Sorgfalt zu wählen.

6. Ausblicke

Basierend auf den Ergebnissen vorliegender Arbeit sollen im abschließenden Kapitel mögliche Ansätze und Richtungen für weiterführende Untersuchungen aufgezeigt werden.

Für ein besseres Verständnis der Spannungsamplituden und deren Ort im Hertzchen Spannungsfeld, ist es wichtig die Reibung zu berücksichtigen. Ein vollkommen reibungsfreier Zustand ist auch durch Schmiermittel nicht erreichbar. [28] Messungen oder groben Abschätzungen des Reibungskoeffizienten wären für die in dieser Arbeit beschriebene Problemstellung möglich durchzuführen.

Weiterführend gibt es Ansätze der Finite Fracture Mechanics, die das Versagen im Hertzchen Spannungsfeld nicht defektgesteuert beschreiben. Hierbei wird „die Rissbildung als ein spontanes (Bruch-)Ereignis beschrieben, das eintritt, wenn sowohl die Spannungs- als auch die Energiebedingungen entlang des voraussichtlichen Risses erfüllt sind.“ [28] Es wird vorausgesetzt, dass ausreichend Energie zur Verfügung steht, um einen Riss zu erzeugen und weiters, dass die Spannung senkrecht zu den Rissflächen größer ist als die Materialzugfestigkeit. Durch diese Betrachtung kann gezeigt werden, dass die Bildung eines Risses am Ort des Kontaktradiuses energetisch ungünstig ist. [28]

7. Literaturverzeichnis

- [1] Y. Imanaka, Multilayered Low Temperature Cofired Ceramics (LTCC) Technology, Springer Science Business Media, Inc, Boston, MA, 2005.
- [2] D. Munz, T. Fett, Mechanisches Verhalten keramischer Werkstoffe, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 1989.
- [3] J. Rösler, H. Harders, M. Bäker, Mechanisches Verhalten der Werkstoffe, Springer Vieweg, Wiesbaden, 2012.
- [4] J.B. Wachtman, Mechanical properties of ceramics, Wiley, 2009.
- [5] H. Salmang, H. Scholze, Keramik, Springer, Berlin, Heidelberg, 2007.
- [6] R. Danzer, P. Supancic, W. Harrer, Der 4-Kugelversuch zur Ermittlung der biaxialen Biegefestigkeit spröder Werkstoffe, Technische keramische Werkstoffe (2009) 1–48.
- [7] ASTM C 1499-05, 2006-06-01: Standard Test Method for Monotonic Equibiaxial Flexural Strength of Advanced Ceramics at Ambient Temperature.
- [8] D.N. Turner, P.D. Smith, W.B. Rotsey, Hertzian Stress Cracks in Beryllia and Glass, Journal of the American Ceramic Society 50 (1967) 594–598.
- [9] P.D. Miller, K.J. Bowman, Hertzian fracture of textured Si₃N₄, Acta Materialia 44 (1996) 3025–3034.
- [10] R. Danzer, T. Lube, P. Supancic, R. Damani, Fracture of Ceramics, Adv Eng Mater 10 (2008) 275–298.
- [11] A.A. Wereszczak, T.P. Kirkland, K.T. Strong, O.M. Jadaan, G.A. Thompson, Size scaling of tensile failure stress in boron carbide, Advances in Applied Ceramics 109 (2010) 487–492.
- [12] R. Danzer, A general strength distribution function for brittle materials, Journal of the European Ceramic Society 10 (1992) 461–472.
- [13] Pfeiffer, W., Hollstein, T., Sommer, E., Strength properties of surface-machined components of structural ceramics, Fracture Mechanics: 25th Volume, ASTM STP 1220 (1995).
- [14] M. Staudacher, A. Eggel, P. Supancic, T. Lube, The Ball-on-Three-Balls strength test: Effective volumes and surfaces for Weibull strength scaling, Journal of the European Ceramic Society 44 (2024) 173–183.
- [15] ÖNORM EN 843-5, 2007-08-05: Hochleistungskeramik - Mechanische Eigenschaften monolithischer Keramik bei Raumtemperatur - Teil 5: Statistische Auswertung.
- [16] H. Hertz, Über die Berührung fester elastischer Körper, in: Journal für die reine und angewandte Mathematik 92, 156-171 (1881).
- [17] A.C. Fischer-Cripps, Introduction to contact mechanics, secondnd ed., Springer, New York, 2007.
- [18] DuPont, Green Tape 951 Low Temperature Ceramic System Technical Data Sheet, Information on https://www.etsmtl.ca/uploads/Dupont_951.pdf?v=1710871821 (accessed 19 August 2024).
- [19] M. Staudacher, T. Lube, P. Supancic, The Ball-on-Three-Balls strength test for discs and plates: Extending and simplifying stress evaluation, Journal of the European Ceramic Society 43 (2023) 648–660.
- [20] S. Witschnig, Zähigkeitsmessung an keramischen Kugeln, Leoben, 2010.

- [21] A. Jabr, Contact Damage of Alumina-Based Layered Ceramics with Tailored Microstructure, Leoben, 2021.
- [22] ÖNORM EN 843-5, 2005-08-01: Hochleistungskeramik - Mechanische Eigenschaften monolithischer Keramik bei Raumtemperatur - Teil 4: Härteprüfung nach Vickers, Knoop und Rockwell.
- [23] G.D. Quinn, NIST Recommended Practice Guide Fractography of Ceramics and Glasses, National Institute of Standards and Technology, 2016.
- [24] ASTM C 1239, 2007: Standard Practice for Reporting Uniaxial Strength Data and Estimating Weibull Distribution Parameters for Advanced Ceramics.
- [25] I.E. Reimanis, R.A. Schaut, Hertzian Testing to Obtain Flaw Distributions in High Strength Glasses and Glass-Ceramics, *Journal of the American Ceramic Society* 99 (2016) 3712–3718.
- [26] Y.-F. Zhang, S.-L. Bai, M. Miao, Y.-F. Jin, Microstructure and mechanical properties of an alumina–glass low temperature co-fired ceramic, *Journal of the European Ceramic Society* 29 (2009) 1077–1082.
- [27] M. Andersson, Stress distribution and crack initiation for an elastic contact including friction, *International Journal of Solids and Structures* 33 (1996) 3673–3696.
- [28] R. Papšík, O. Ševeček, É. Martín, R. Bermejo, Prediction of ring crack initiation in ceramics and glasses using a stress–energy fracture criterion, *Journal of the American Ceramic Society* 106 (2023) 4329–4342.

8. Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Einfluss des Prüfvolumens auf die Verteilung der Festigkeit [2].....	7
Abbildung 2: schematische Darstellung einer Weibullverteilung [4]	9
Abbildung 3: Geometrie eines „Hertzian Cone Crack“[17].....	11
Abbildung 4: Abhängigkeit der Vickers Härte (HV) und der Bruchzähigkeit von der Korngröße bei hochreinem Al ₂ O ₃	12
Abbildung 5: Schliffbild des Probenmaterials (Al ₂ O ₃ Körner in einer Glasphase).....	14
Abbildung 6: Schnittansicht der Prüfvorrichtung und des Prüfkörpers für äquibiaxiale Prüfung [7] ...	15
Abbildung 7: schematischer Aufbau des 4-Kugelversuches a) revers b) konventionell [6]	16
Abbildung 8: Bruchstück „25-12“ inkl. berechneter kreisrunder Probe.....	18
Abbildung 9: Versuchsaufbau für Hertzische Kontaktschädigung.....	19
Abbildung 10: eine beklebte Probe auf den Auflagerring aufgelegt	21
Abbildung 11: zusammengesetztes Doppelringauflager inkl. Probe.....	21
Abbildung 12: radiale Ansicht des Spannungsverlaufes in einer Probe beim Doppelringversuch [2]..	22
Abbildung 13: gültige Bruchbilder bei Doppelringversuchen laut Norm ASTM C1499-05 (links – bei niedriger Bruchenergie; rechts – bei mittelhoher Bruchenergie) [7].....	22
Abbildung 14: Bruchbild RoR Probe 29_01	23
Abbildung 15: Bruchbild RoR Probe 29_02	23
Abbildung 16: Bruchbild RoR Probe 29_03	23
Abbildung 17: Bruchbild RoR Probe 29_04	23
Abbildung 18: Bruchbild RoR Probe 29_08	24
Abbildung 19: Bruchbild RoR Probe 29_09	24
Abbildung 20: Bruchbild RoR Probe 30_01	24
Abbildung 21: Bruchbild RoR Probe 30_02	24
Abbildung 22: Bruchbild RoR Probe 30_03	24
Abbildung 23: Bruchbild RoR Probe 30_04	24
Abbildung 24: Bruchbild RoR Probe 30_08	25
Abbildung 25: Bruchbild RoR Probe 30_09	25
Abbildung 26: Bruchbild RoR Probe 30_10	25
Abbildung 27: Bruchbild RoR Probe 32_01	25
Abbildung 28: Bruchbild RoR Probe 32_02	25
Abbildung 29: Bruchbild RoR Probe 32_03	25
Abbildung 30: Bruchbild RoR Probe 32_07	26
Abbildung 31: Bruchbild RoR Probe 32_08	26
Abbildung 32: Bruchbild RoR Probe 32_09	26
Abbildung 33: Bruchbild RoR Probe 34_01	26
Abbildung 34: Bruchbild RoR Probe 34_02	26
Abbildung 35: Bruchbild RoR Probe 34_03	26
Abbildung 36: Bruchbild RoR Probe 34_07	27
Abbildung 37: Bruchbild RoR Probe 35_01	27
Abbildung 38: Bruchbild RoR Probe 35_06	27
Abbildung 39: Bruchbild RoR Probe 35_07	27
Abbildung 40: Bruchbild RoR Probe 35_09	27
Abbildung 41: Bruchbild RoR Probe 29_10	28
Abbildung 42: Bruchbild RoR Probe 34_08	28
Abbildung 43: Bruchbild RoR Probe 35_02	28
Abbildung 44: Weibulldiagramm der Festigkeitswerte für die Serie RoR_poliert	30
Abbildung 45: konventioneller 4-Kugelversuchsaufbau mit Kugeldurchmesser = 13,98 mm	31

Abbildung 46: Bruchbild der Probe 29_14	31
Abbildung 47: Bruchbild der Probe 34_09	31
Abbildung 48: Bruchbild der Probe 35_15	32
Abbildung 49: Bruchbild der Probe 35_10	32
Abbildung 50: Weibulldiagramm der Festigkeitswerte für die Serie B3B_poliert	33
Abbildung 51: Darstellung der effektiven Volumina für die RoR- und B3B-Versuche an den „polierten“ Proben in Abhängigkeit des Weibullmoduls m	34
Abbildung 52: Weibulldiagramm der Festigkeitswerte für die polierten Proben.....	35
Abbildung 53: Darstellung des Volumeneffekts anhand der polierten Proben	36
Abbildung 54: Bruchbild der Proben a) 05_09 und b) 12_12, die Pfeile markieren den Startriss	37
Abbildung 55: a) Bruchbild der Probe 11_09 b) das verpresste SiC-Korn	37
Abbildung 56: Weibulldiagramm der Festigkeitswerte für die Serie RoR_assintered (Auswertung nach ÖNORM EN 843-5)	39
Abbildung 57: Weibulldiagramm der Festigkeitswerte für die Serie RoR_assintered (Auswertung nach ASTM C1239 - 07).....	40
Abbildung 58: reverse 4-Kugerversuchsaufbau mit Kugeldurchmesser = 4 mm a) ohne Probe b) mit Probe.....	41
Abbildung 59: Weibulldiagramm der Festigkeitswerte für die Serie B3B_assintered.....	42
Abbildung 60: Bruchbild der Probe 5-11 (Bruchkraft: 115 N)	43
Abbildung 61: Bruchbild der Probe 11-14 (Bruchkraft: 141 N)	43
Abbildung 62: Bruchbild der Probe 11-15-2 (Bruchkraft: 114 N).....	43
Abbildung 63: Bruchbild der Probe 12-03 (Bruchkraft: 112 N)	43
Abbildung 64: Fraktographie des Bruchstück 5-15, die Pfeile markieren die Position der Auflagerkugeln während des Versuches	44
Abbildung 65: FEM-Simulation des Spannungsfeldes des Bruchstückes 5-15 bei einer Bruchkraft von 120,32 N.....	44
Abbildung 66: Weibulldiagramm der Festigkeitswerte für die as-sintered Proben.....	45
Abbildung 67: Darstellung der effektiven Volumina für die RoR- und B3B-Versuche an den „as-sintered“ Proben in Abhängigkeit des Weibullmoduls m	46
Abbildung 68: Darstellung des Volumeneffekts anhand der „as-sintered“ Proben.....	46
Abbildung 69: Hertzscher Kontaktschädigungsversuch mit eingelegter Probe	47
Abbildung 70: Ringcrack der Probe 05_E17.....	48
Abbildung 71: Ringcrack der Probe 09_E31.....	48
Abbildung 72: Darstellung des Kontaktradius über die aufgebrachte Kraft nach Hertz (strichlierte Linie) und experimentell ermittelte Ringrisse (Punkte)	49
Abbildung 73: vernetztes FEM-Model: Gesamtes Model (links) und vergrößerter Bereich des Kontaktbereiches (rechts).....	50
Abbildung 74: Kontourplot der 1. Hauptspannung σ_1 (links) und oberflächliche Spannungsverläufe (rechts) bei einer Kraft von 380 N.....	51
Abbildung 75: Detail aus Abb. 72 links, Kontourplot der 1. Hauptspannung im Kontaktbereich bei 380 N.....	51
Abbildung 76: maximale Zugspannung (links) und deren Ort (rechts) in Abhängigkeit von Erstschädigungskraft (Bereich der Erstschädigungskräfte grau hinterlegt)	52
Abbildung 77: Weibulldiagramm der Festigkeitswerte für die Serien „Contactdamage_Hertz“ und „Contactdamage_FEM“	53
Abbildung 78: Vickers Härte Versuchsaufbau mit Probenmaterial	54
Abbildung 79: Vickers-Härteindruck	54
Abbildung 80: Darstellung der Festigkeit in Abhängigkeit der geprüften effektiven Oberfläche	57
Abbildung 81: Defektgrößenverteilungen des assintered Probenmaterials nach Griffith	57

Abbildung 82: Kontourplot der 1. Hauptspannung im Kontaktbereich bei 380 N (das schwarze Raster zeigt die 2 x 2µm großen Elemente) und Ort des bei dieser Kraft entstandenen Ringrisses..... 58
Abbildung 83: Defektgrößendichteverteilung der Serien „RoR_assintered“ und „B3B_assintered“ ... 59
Abbildung 84: Weibulldiagramm der Serien „RoR_assintered“ und „RoR_poliert“ (=geläppt)..... 60
Abbildung 85: Defektgrößendichtefunktionen der Prüfmateriale „assintered“ und „poliert“ 60

9. Anhang

Messdaten Serie: RoR_poliert

Probe	FH	h	D	t	vPruef	OK
	N	mm	mm	s	mm/min	
29_01	268,41	0,805	24,7	2,04	4	x
29_02	274,26	0,807	24,7	2,04	4	x
29_03	245,87	0,806	24,7	1,84	4	x
29_04	247,34	0,805	24,7	1,86	4	x
30_01	226,48	0,803	24,7	1,72	4	x
30_02	252,76	0,804	24,7	1,90	4	x
30_03	245,00	0,803	24,7	1,82	4	x
30_04	231,97	0,803	24,7	1,74	4	x
32_01	256,84	0,804	24,7	1,94	4	x
32_02	269,55	0,804	24,7	2,02	4	x
32_03	270,95	0,806	24,7	2,00	4	x
34_01	259,42	0,804	24,7	1,94	4	x
34_02	261,33	0,804	24,7	1,98	4	x
34_03	241,04	0,802	24,7	1,84	4	x
35_01	255,19	0,803	24,7	1,92	4	x
35_02	249,81	0,801	24,7	1,84	4	
35_06	275,99	0,804	24,7	2,02	4	x
29_08	254,49	0,805	24,7	1,98	4	x
29_09	244,17	0,810	24,7	1,84	4	x
29_10	226,70	0,807	24,7	1,68	4	
30_08	254,11	0,804	24,7	1,90	4	x
30_09	248,09	0,806	24,7	1,84	4	x
30_10	261,11	0,805	24,7	1,92	4	x
32_07	269,97	0,804	24,7	2,00	4	x
32_08	279,22	0,805	24,7	2,04	4	x
32_09	224,61	0,803	24,7	1,70	4	x
34_07	254,01	0,802	24,7	1,90	4	x
34_08	255,49	0,801	24,7	1,94	4	
35_07	260,82	0,803	24,7	1,96	4	x
35_09	256,77	0,802	24,7	1,92	4	x

Messdaten Serie: B3B_poliert

Probe	FH	h	D	t	vPruef	OK
	N	mm	mm	s	mm/min	
29_11	79,01	0,805	24,7	2,24	2	x
29_12	76,60	0,804	24,7	1,84	2	x
29_13	68,49	0,808	24,7	1,64	2	x
29_14	73,08	0,805	24,7	1,78	2	x
29_15	73,87	0,803	24,7	1,76	2	x
29_16	73,21	0,802	24,7	1,74	2	x
30_11	74,97	0,804	24,7	1,84	2	x
30_12	73,05	0,807	24,7	1,72	2	x
30_13	74,80	0,804	24,7	1,78	2	x
30_14	74,74	0,803	24,7	1,82	2	x
30_15	76,29	0,807	24,7	1,86	2	x
30_16	78,99	0,805	24,7	1,90	2	x
32_10	78,79	0,806	24,7	1,96	2	x
32_11	83,06	0,807	24,7	2,02	2	x
32_12	81,16	0,805	24,7	1,94	2	x
32_13	69,38	0,803	24,7	1,64	2	x
32_14	72,83	0,807	24,7	1,74	2	x
32_15	67,96	0,805	24,7	1,56	2	x
32_16	73,69	0,806	24,7	1,72	2	x
34_09	81,65	0,802	24,7	1,92	2	x
34_10	80,81	0,806	24,7	1,86	2	x
34_11	78,43	0,804	24,7	1,88	2	x
34_12	78,32	0,807	24,7	1,82	2	x
34_14	73,05	0,805	24,7	1,70	2	x
34_15	73,80	0,805	24,7	1,70	2	x
35_10	85,49	0,804	24,7	2,02	2	x
35_11	66,66	0,803	24,7	1,56	2	x
35_13	57,13	0,802	24,7	1,36	2	x
35_14	81,88	0,804	24,7	1,90	2	x
35_15	77,17	0,804	24,7	1,80	2	x

Messdaten Serie: RoR_ assintered

Anmerkung: die in der Spalte „OK“ mit einem großen X markierten Versuche, sind Proben die an einer definierten Defektgruppe versagt sind.

Probe	FH	h	D	t	vPruef	OK
	N	mm	mm	s	mm/min	
4_11	263,91	0,739	24,7	2,64	4	x
5_09	272,96	0,737	24,7	2,52	4	
5_10	218,60	0,739	24,7	2,04	4	x
10_11	253,53	0,741	24,7	2,34	4	X
10_12	268,77	0,741	24,7	2,44	4	X
11_08	277,19	0,739	24,7	2,50	4	X
11_09	163,49	0,739	24,7	1,58	4	
12_11	266,56	0,738	24,7	2,44	4	X
12_12	248,23	0,738	24,7	2,30	4	
13_05	218,16	0,739	24,7	2,02	4	
13_06	265,51	0,740	24,7	2,36	4	X
16_15	264,77	0,742	24,7	2,34	4	X
17_07	252,52	0,737	24,7	2,22	4	x
17_09	260,94	0,741	24,7	2,26	4	X
18_10	227,48	0,745	24,7	2,00	4	x
18_11	234,66	0,744	24,7	2,02	4	x
19_06	279,83	0,738	24,7	2,42	4	X
19_07	273,60	0,743	24,7	2,36	4	X
20_09	275,82	0,737	24,7	2,40	4	
21_11	259,10	0,747	24,7	2,32	4	X
22_11	266,85	0,735	24,7	2,40	4	X
22_12	273,29	0,748	24,7	2,40	4	X
24_09	268,56	0,740	24,7	2,30	4	X
24_10	236,37	0,739	24,7	2,08	4	x
25_10	261,90	0,743	24,7	2,24	4	X
25_11	261,83	0,738	24,7	2,24	4	x
26_09	237,04	0,739	24,7	2,08	4	x
26_10	275,34	0,738	24,7	2,36	4	X
27_07	227,55	0,740	24,7	2,02	4	X
27_08	271,05	0,738	24,7	2,32	4	X

Messdaten Serie: B3B_assintered

Probe	FH	h	m	t	vPruef	OK	Bruchgang Abstand zum Probenrand
	N	mm	g	s	mm/min		mm
3-16	129,83	0,740	0,1346	0,60	4	x	3,875
4-16-1	120,59	0,740	0,2872	0,56	4	x	4,789
4-16-2	112,10	0,740	0,2917	1,84	1	x	4,413
5-11	114,63	0,741	0,1538	1,90	1	x	3,902
5-12	107,37	0,740	0,3451	1,74	1	x	5,794
5-15	120,32	0,740	0,1346	2,02	1	x	3,990
5-16-1	121,29	0,740	0,1736	1,98	1	x	4,199
5-16-2	113,76	0,740	0,2307	1,80	1	x	4,868
11-14	140,90	0,741	0,1365	2,30	1	x	3,614
11-15-1	109,45	0,738	0,2666	1,80	1		
11-15-2	113,96	0,738	0,1975	1,88	1	x	4,389
12-02	104,84	0,735	0,1125	1,74	1	x	3,394
12-03	112,10	0,736	0,2138	1,86	1	x	4,716
12-14	111,01	0,736	0,1726	1,84	1	x	3,999
16-16	109,33	0,743	0,1406	1,82	1	x	3,766
17-16-1	110,04	0,738	0,2275	1,84	1	x	5,008
17-16-2	116,33	0,738	0,2569	1,92	1	x	4,016
18-10	127,95	0,745	0,1730	2,12	1	x	4,342
18-12-1	115,53	0,746	0,2132	1,84	1	x	4,950
18-12-2	114,50	0,746	0,2104	1,90	1	x	4,592
19-12	124,68	0,739	0,2220	2,06	1	x	3,979
20-10-1	71,60	0,740	0,1409	1,18	1		
20-10-2	118,49	0,740	0,1635	1,90	1	x	4,156
21-15	120,05	0,740	0,2178	1,98	1	x	4,454
24-12-1	121,12	0,742	0,2854	1,96	1	x	4,521
24-12-2	145,65	0,742	0,2941	2,30	1	x	4,845
25-12	115,76	0,739	0,1970	2,00	1	x	5,007
26-15	146,92	0,737	0,1819	2,42	1	x	4,455
26-16	113,14	0,738	0,1648	1,88	1	x	4,179
27-14-1	143,11	0,739	0,1793	2,34	1	x	4,542
27-14-2	120,75	0,739	0,1637	2,00	1	x	4,377

Messdaten Serie: Contactdamage_Hertz

Probe	Fh	vPruef	OK	ANMERKUNG	Ø Min	Ø Max
	N	mm/min			µm	µm
01_E01	259,78	0,1	x		465	472
01_E02	169,08	0,1		LIMI kein Riss		
01_E03	198,15	0,1		LIMI kein Riss		
01_E04	250,70	0,1	x		443	455
02_E05	222,83	0,1	x		395	419
02_E06	217,68	0,1	x		463	478
02_E07	282,55	0,1	x		426	432
03_E08	378,73	0,1	x		484	489
03_E09	214,08	0,1	x		418	426
03_E10	158,48	0,1		LIMI kein Riss		
03_E11	285,63	0,1	x		424	427
04_E12	217,95	0,1	x		455	465
04_E13	268,75	0,1	x		425	429
04_E14	254,40	0,1	x		422	427
05_E15	244,30	0,1	x		419	431
05_E16	223,77	0,1	x		478	495
05_E17	273,55	0,1	x		433	446
05_E18	307,77	0,1	x		394	396
06_E19	244,13	0,1	x		425	429
06_E20	263,48	0,1	x		452	460
06_E21	296,30	0,1	x		544	552
06_E22	258,00	0,1	x		443	448
07_E23	240,20	0,1	x		409	420
07_E24	178,10	0,1		LIMI kein Riss		
07_E25	301,63	0,1	x		520	526
07_E26	190,75	0,1		LIMI kein Riss		
08_E27	93,57	0,1		LIMI kein Riss		
08_E28	257,48	0,1	x		417	421
08_E29	243,80	0,1	x		406	413
09_E30	261,08	0,1	x		425	427
09_E31	222,57	0,1	x		408	413
09_E32	283,30	0,1	x		475	490

APDL Code B3B Simulation Bruchstück 5-15

FINISH \$ /OUT,rubbish \$ /CLEAR \$ /OUT

mm=0.001 !Si [m]

height=0.740*mm

rball=2*mm

*AFUN,DEG

rauf=(2*rball)/(TAN(30)*3)

force=120.32

!Bruchkraft von Probe 5-15 (120.32 N)

emodulLTCC=120E9

!120 GPa

nueLTCC=0.22

/PREP7

K,1,-5.832*mm,2.019*mm,0

K,2,-0.871*mm,4.037*mm,0

K,3,4.477*mm,3.774*mm,0

K,4,3.500*mm,0.046*mm,0

K,5,2.653*mm,-2.576*mm,0

K,6,1.993*mm,-4.341*mm,0

K,7,1.452*mm,-4.601*mm,0

K,8,1.085*mm,-4.707*mm,0

K,9,0.044*mm,-4.657*mm,0

K,10,-0.457*mm,-4.542*mm,0

K,11,-1.506*mm,-3.734*mm,0

K,12,-2.447*mm,-2.796*mm,0

K,13,-3.222*mm,-1.878*mm,0

K,14,-5.195*mm,0.882*mm,0

LARC,1,3,2

LSTR,3,4

LSTR,4,5

LSTR,5,6

LSTR,6,7

LSTR,7,8

LSTR,8,9

LSTR,9,10

LSTR,10,11

LSTR,11,12

LSTR,12,13

LSTR,13,14

LSTR,14,1

AL,ALL

CSYS,1

CYL4,0,0,0,30,rauf,90

AGEN,6,2,,,,,60,,,0,0

APTN,ALL

```

CSYS,0
ET,1,MESH200,7
MP,EX,1,emodulLTCC
MP,NUXY,1,nueLTCC

TYPE,1
MAT,1
esizesurf=height/10
ESIZE,esizesurf

MSHKEY,1
KSEL,S,LOC,X,0, $ KSEL,R,LOC,Y,0 $ LSLK,S,0 $ ASLL,S,0
AMESH,ALL
ALLSEL

KSEL,S,KP,,1 $ LSLK,S,0 $ ASLL,S,0
MSHKEY,0
AMESH,ALL
ALLSEL

esizevolume=height/10
ESIZE=esizevolume
ET,2,186          !20 node brick element
EXTOPT,ESIZE,NINT(height/esize)
TYPE,2
VEXT,ALL,,,0,0,height

!Randbedingungen und Krafteinleitung

! 3.set: Auflagerknoten bei Kugelkontakt
nodefix1=NODE(0,rauf,height)
nodefix2=NODE(rauf*COS(30),-rauf*SIN(30),height)
nodefix3=NODE(-rauf*COS(30),-rauf*SIN(30),height)
D,nodefix1,UZ,0
D,nodefix2,UZ,0
D,nodefix3,UZ,0

!Unterdrückung der Rotation um die z-Achse
D,nodefix1,UX,0

! 4.set: Krafteinleitung am node
forcenode=NODE(0,0,0)
F,forcenode,FZ,force

!Unterdrückung der Translation in x- und y-Richtung
D,forcenode,UX,0
D,forcenode,UY,0

FINISH

```

```
/SOLU  
SOLVE  
FINISH
```

```
/POST1  
PLNSOL,S,1  
*GET,s1max,NODE,NODE(0,0,height),S,1  
/CONT,1,9,0,,s1max  
/REP
```

APDL Code Hertzscher Kontaktschädigungsversuch

```
FINISH $ /OUT,rubbish $ /CLEAR $ /OUT
```

```
!-----BEGIN-----
```

```
!-----PARAMETER-----
```

```
mm=0.001      !Si [m]
```

```
length=25*mm
```

```
height=(0.74/2)*mm
```

```
width=4*mm
```

```
r=(5.56/2)*mm
```

```
emodulLTCC=120E9
```

```
!E-Modul von LTCC: 120 GPa
```

```
emodulSi3N4=306E9
```

```
!E-Modul von Si3N4: 306 GPa
```

```
nueLTCC=0.22
```

```
!Poisson Zahl von LTCC: 0.22
```

```
nueSi3N4=0.268
```

```
!Poisson Zahl von Si3N4: 0.268
```

```
force=380
```

```
![N]
```

```
!-----PREPROCESSOR-----
```

```
/PREP7
```

```
!-----MATERIAL EIGENSCHAFTEN-----
```

```
MP,EX,1,emodulLTCC
```

```
MP,NUXY,1,nueLTCC
```

```
MP,EX,2,emodulSi3N4
```

```
MP,NUXY,2,nueSi3N4
```

```
!-----ELEMENTTYPES-----
```

```
ET,1,PLANE183
```

```
KEYOPT,1,3,1
```

```
!ET,2,TARGE169
```

```
!ET,3,CONTA172
```

```
!-----GEOMETRIE-----
```

```
BLC4,0,0,width/2,height
```

```
!LTCC Probe
```

```
BLC4,0,0.5*height,0.4*width/2,0.5*height
```

```
!Fläche für feineres Mesh
```

```
BLC4,0,0,0.4*width/2,0.5*height
```

```
BLC4,0.4*width/2,0,0.6*width/2,0.5*height
```

```
APTN,ALL
```

```
CYL4,0,height+r,r,-90,0,0
```

```
!Si3N4 Kugel
```

```
CYL4,0,height+r,r-(0.25*height),-90,r,-70
```

```
!Fläche für feineres Mesh
```

```
CYL4,0,height+r,r-(0.25*height),0,r,-70
```

```
!Fläche für gröberes Mesh
```

```
CYL4,0,height+r,r,-90,0,-70
```

```
ASEL,U,LOC,Y,0,height
```

```
APTN,ALL
```

```
ALLSEL
```

```

/PNUM,LINE,1
/PNUM,AREA,1
APLOT

!-----MESHING-----
MSHAPE,0,2D
MSHKEY,1
TYPE,1
MAT,1 ! LTCC
ASEL,S,LOC,X,0,0.4*width/2 $ ASEL,R,LOC,Y,0.5*height,height
ESIZE,height/20      ! 20
AMESH,ALL
narea_act=ARNEXT(0)
ASEL,S,LOC,Y,0,height $ ASEL,U,AREA,,narea_act
ESIZE,height/10      ! 10
AMESH,ALL ! ende meshing LTCC
/COM, Ende meshing LTCC
ALLSEL

MAT,2
LOCAL,1,1,1,0,height+r,0,0 ! lok. KS: center of sphere
KSEL,S,LOC,X,r,(0.25*height) $ LSLK,S,1 $ ASLL,S,1
ASEL,R,LOC,Y,-90,-70
ESIZE,height/20
AMESH,ALL
narea_act=ARNEXT(0)
CSYS,0
MSHKEY,0
ASEL,S,LOC,Y,height,height+r $ ASEL,U,AREA,,narea_act
ESIZE,height/5
AMESH,ALL ! ende meshing sphere
/COM, Ende meshing sphere
ALLSEL

!-----CONTA172 AND TARGE169 ELEMENTS-----

!Selektieren der Targetline
LSEL,S,LOC,Y,height
LSEL,U,LOC,X,0.4*width/2,width/2
CM,G_target_LINE,LINE
LREFINE,ALL, , ,5,4,1,1
ALLSEL

!Selektieren der Contactline
CSYS,11
KSEL,S,LOC,X,r $ KSEL,R,LOC,Y,-90,-70 $ LSLK,S,1
CM,G_contact_LINE,LINE
LREFINE,ALL, , ,5,2,1,1

```

```

ALLSEL

/INPUT,contactPairCreation,inp

!-----BOUNDARY CONDITIONS-----
CSYS,0
NSEL,S,LOC,Y,0
D,ALL,UY,0
CM,Auflagerknoten,NODE
ALLSEL

LSEL,S,LOC,Y,height+r
NSLL,R,1
CP,1,UY,ALL

forcenode=NDNEXT(0)
! F,forcenode,FY,-force
ALLSEL

FINISH
SAVE

!-----SOLUTION-----

/SOLU

NLGEOM,1
D,forcenode,UY,-mm/1000
NSUBST,5,20,4
SOLVE

DDELE,forcenode,UY
F,forcenode,FY,-force
NSUBST,380,390,380
OUTRES,ALL,ALL
SOLVE

FINISH

!-----POSTPROCESSOR-----

/POST1
PLNSOL,S,1
/DSCALE,1,1.0
/REPLOT

LSEL,S,LOC,Y,height
NSLL,R,1
NSORT,S,1

```

*GET,s1max,SORT,,MAX

NSEL,R,S,1,s1max

nmaxact=NDNEXT(0)

*GET,LOCs1max,NODE,nmaxact,LOC,X

/CONT,1,9,0,,s1max

!Path auf Probenoberfläche

ALLSEL

LSEL,S,LOC,Y,height

LSEL,R,LOC,X,0,0.4*width/2

NSLL,R,1

NSEL,R,LOC,X,0

N1=NDNEXT(0)

ALLSEL

NSEL,S,LOC,X,width/2

NSEL,R,LOC,Y,height

N2=NDNEXT(0)

ALLSEL

!PATH,surface,2,5,99

!PPATH,1,N1

!PPATH,2,N2

!PDEF,,S,1,AVG

!PLPATH,S1

!RESULTS FÜR JEDEN SUBSTEP

ALLSEL

*GET,npostset,ACTIVE,0,SET,NSET

*DEL,fy_arra(1),,NOPR

\$ *DIM,fy_arra,ARRA,npostset

*DEL,s1max_arra(1),,NOPR \$

*DIM,s1max_arra,ARRA,npostset

*DEL,LOCs1max_arra(1),,NOPR \$

*DIM,LOCs1max_arra,ARRA,npostset

*DEL,sx_arra(1),,NOPR \$

*DIM,sx_arra,ARRA,npostset

*DEL,sy_arra(1),,NOPR \$

*DIM,sy_arra,ARRA,npostset

*DEL,sz_arra(1),,NOPR \$

*DIM,sz_arra,ARRA,npostset

*DO,iset,1,npostset

SET,,,,,iset

ALLSEL

CMSEL,S,Auflagerknoten

FSUM

*GET,fy_arra(iset),FSUM,0,ITEM,FY

ALLSEL

LSEL,S,LOC,Y,height

NSLL,R,1

```

NSORT,S,1
*GET,s1max_arra(iset),SORT,,MAX
NSEL,R,S,1,s1max_arra(iset)
nmaxact=NDNEXT(0)
*GET,LOCs1max_arra(iset),NODE,nmaxact,LOC,X
*ENDDO

*DO,iset,1,npstset
SET,,,,,iset
ALLSEL
PATH,surface%iset%,2,30,1999
PPATH,1,N1
PPATH,2,N2
PDEF,,S,1,AVG
PDEF,,S,X,AVG
PDEF,,S,Y,AVG
PDEF,,S,Z,AVG
*DEL,ptab(1),,NOPR
PAGET,ptab,TABLE
*CFOPEN,pathrad%iset%,dat
*VWRITE,fy_arra(iset,1)
('Kraft: ',E14.5)
*VWRITE,SEQU,ptab(1,1),ptab(1,5),ptab(1,6),ptab(1,7),ptab(1,8)
(F5.0,' ',5(E14.5,' ', ))
*CFCLOSE
*ENDDO

*CFOPEN,results,dat
*VWRITE,fy_arra(1),s1max_arra(1),LOCs1max_arra(1)
(3(E14.5,' ', ))
*CFCLOSE

```

APDL Code Input File ContactPairCreation

```

/COM, CONTACT PAIR CREATION - START

```

```

CM,_NODECM,NODE
CM,_ELEMCM,ELEM
CM,_KPCM,KP
CM,_LINECM,LINE
CM,_AREACM,AREA
CM,_VOLUCM,VOLU
/GSAV,cwz,gsav,,temp
MP,MU,1,
MAT,1
R,3
REAL,3
ET,4,169

```



```

ET,5,172
KEYOPT,5,9,0
KEYOPT,5,10,0
R,3,
RMORE,
RMORE,,0
RMORE,0

! Generate the target surface
!LSEL,S,,18
!CM,_TARGET,LINE

CMSEL,S,G_target_LINE

TYPE,4
NSLL,S,1
ESLN,S,0
ESURF
CMSEL,S,_ELEMCM

! Generate the contact surface
!LSEL,S,,31
!CM,_CONTACT,LINE

CMSEL,S,G_contact_LINE

TYPE,5
NSLL,S,1
ESLN,S,0
ESURF

!* Create Companion Pair - Start
R,4
REAL,4
ET,6,169
ET,7,172
KEYOPT,7,9,0
KEYOPT,7,10,0
R,4,
RMORE,
RMORE,,0
RMORE,0
TYPE,6
ESEL,S,TYPE,,5
NSLE,S
ESLN,S,0
ESURF
TYPE,7
ESEL,S,TYPE,,4

```

```
NSLE,S
ESLN,S,0
ESURF
!* Create Companion Pair - End
```

```
ALLSEL
ESEL,ALL
ESEL,S,TYPE,,4
ESEL,A,TYPE,,5
ESEL,R,REAL,,3
/PSYMB,ESYS,1
/PNUM,TYPE,1
/NUM,1
EPLLOT
ESEL,ALL
ESEL,S,TYPE,,4
ESEL,A,TYPE,,5
ESEL,R,REAL,,3
ESEL,A,TYPE,,6
ESEL,A,TYPE,,7
CMSEL,A,_NODECM
CMDEL,_NODECM
CMSEL,A,_ELEMCM
CMDEL,_ELEMCM
CMSEL,S,_KPCM
CMDEL,_KPCM
CMSEL,S,_LINECM
CMDEL,_LINECM
CMSEL,S,_AREACM
CMDEL,_AREACM
CMSEL,S,_VOLUCM
CMDEL,_VOLUCM
/GRES,cwz,gsav
CMDEL,_TARGET
CMDEL,_CONTACT
/COM, CONTACT PAIR CREATION - END
/MREP,EPLLOT
```