



Lehrstuhl für Struktur- und Funktionskeramik

Masterarbeit



Vergleich biaxialer Versuchsmethoden zur
Festigkeitsmessung von Keramiken

Maximilian Staudacher, BSc

März 2020

*Meinen Eltern
Michaela und Gerhard*

EIDESSTATTLICHE ERKLÄRUNG

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

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

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

Datum 05.03.2020



Unterschrift Verfasser/in
Maximilian, Staudacher

Danksagung

Zunächst möchte ich dem ehemaligen Vorstand des Lehrstuhls für Struktur- und Funktionskeramik em.O.Univ.-Prof. Mag. Dr.rer.nat. Robert Danzer für die Ermöglichung dieser Arbeit danken. Ebenso danke ich dem aktuellen Vorstand des Lehrstuhls, Univ.-Prof. Dr. Raul Bermejo, für seine Unterstützung und freue mich auf die weitere Zusammenarbeit.

Ganz besonderer Dank gilt Ass.Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Tanja Lube für die Betreuung und Begutachtung dieser Arbeit. Ihre Geduld, die unzähligen Hilfestellungen und fachliche Expertise ermöglichten erst die reibungsfreie Erstellung dieser Arbeit. Ihre außerordentliche Einsatzbereitschaft war insbesondere in den Wochen vor Abschluss der Arbeit eine wichtige Stütze.

Außerdem möchte ich mich herzlich bei meinem zweiten Betreuer, Ao.Univ.-Prof. Mag.rer.nat. Dr.mont. Peter Supancic, für die fachliche Unterstützung und insbesondere für die Hilfestellungen zu den Finite-Elemente-Berechnungen bedanken.

Des Weiteren danke ich Dr.mont. Josef Kreith, Dipl.-Ing. Josef Schlacher und Sarah Kohlbacher für die Hilfe bei Problemstellungen jeglicher Art sowie allen anderen Mitarbeitern des Lehrstuhls für Struktur- und Funktionskeramik.

Meinen Eltern Michaela und Gerhard sowie meiner Schwester Viktoria möchte ich an dieser Stelle meinen unendlichen Dank aussprechen. Eure Unterstützung ermöglichte es mir, mein Studium frei nach meiner Vorstellung abschließen zu können. Das Wissen, jederzeit auf euren Rückhalt zählen zu können, gab mir das dazu nötige Durchhaltevermögen.

Bei meinen langjährigen Freunden Christian, Alex, Peter und Johann möchte ich mich für die unvergessliche Studienzeit bedanken. Die zahlreichen gemeinsamen Mahlzeiten, Feiern, Wanderungen, Schitage und sonstigen Ausflüge machten die letzten Jahre erst zu dem Erlebnis, an das ich mich stets gerne zurückerinnern werde.

Abschließend möchte ich noch Club-Mate für die Unterstützung während intensiver Studienphasen danken.

Abstract

Strength determination is an essential tool to successfully develop and improve ceramic materials. In many cases, samples are available as thin discs or plates. In those cases, biaxial testing offers the opportunity to test these samples without any further preparation. Common biaxial testing methods include the Ball-on-Three-Balls-Test (B3B), the Piston-on-Three-Balls-Test (P3B) and the Ring-on-Ring-Test (RoR).

For this thesis, such tests were conducted on alumina discs as well as square LTCC-plates and compared using Weibull-Theory. The influence of various intermediate layers (Teflon, rubber), which are recommended to reduce friction, was evaluated.

To support these findings, Finite-Element-Analysis was conducted on alumina discs tested by the RoR-method to analyse the effects of possible deviations from ideal conditions. More specifically, the influence of friction between sample and fixture as well as the effects of an inhomogeneous load distribution on the maximum stress were investigated.

The experiments demonstrated that it is possible to measure corresponding strength values with all three testing methods. To properly assess the strength using the RoR-test, intermediate layers have to be used. Teflon-foils are better suited for low fracture forces, whereas rubber is recommended for high fracture forces due to Teflon-foils starting to rupture under high loads. If no intermediate layer is used, the materials strength will be underestimated. Finite-Element-calculations show that this effect cannot be explained by the influence of friction and is rather caused by an inhomogeneous load distribution along the load-ring circumference.

Keywords: Biaxial Testing, Finite Element Analysis, Alumina, LTC-Ceramic

Kurzfassung

Für die Entwicklung und Verbesserung keramischer Werkstoffe ist die Ermittlung der Festigkeit essenziell. Oft liegt Material in Form von dünnen Scheiben oder Platten vor. In diesen Fällen bietet es sich an, die Festigkeit direkt an diesen Körpern mithilfe von biaxialen Versuchen zu bestimmen. Zu diesen Versuchen zählen der Ball-on-Three-Balls-Versuch (B3B), der Piston-on-Three-Balls-Versuch (P3B) und der Ring-on-Ring-Versuch (RoR).

In dieser Arbeit wurden solche Versuche an Scheiben aus Aluminiumoxid und quadratischen Platten aus einer LTC-Keramik durchgeführt und die Ergebnisse auf Basis der Weibulltheorie miteinander verglichen. Der Einfluss von verschiedenen Zwischenschichten (Teflon, Gummi), die zur Reduktion der Reibung empfohlen werden, wurde evaluiert.

Unterstützend wurden Finite-Elemente-Berechnungen (FEM) in ANSYS® für den RoR-Versuch an scheibenförmigen Aluminiumoxid-Proben durchgeführt, um die Effekte von möglichen Abweichungen von den Idealbedingungen zu analysieren. Es wurden der Einfluss der Reibung zwischen den Auflagern und der Probe und die Auswirkungen von Unregelmäßigkeiten in der Krafteinleitung auf die maximal auftretenden Spannungen untersucht.

Die Experimente zeigten, dass mit allen drei Versuchstypen korrespondierende Festigkeitswerte gemessen werden können. Im RoR-Versuch müssen dazu jedenfalls auf der Zug- und Druckseite Zwischenschichten verwendet werden. Im Fall von niedrigen Bruchkräften ist Teflonfolie geeignet, bei hohen Bruchkräften wird Gummi empfohlen, da die Teflonfolie unter diesen Bedingungen reißt. Ohne Verwendung von ausgleichenden Zwischenschichten wird die Festigkeit mit RoR-Versuchen unterschätzt. Wie die FEM-Berechnungen zeigen konnten, kann dieser Effekt nicht durch eine Änderung der Reibungsbedingungen, sondern durch eine ungleichmäßige Belastung über den Umfang des Lastringes erklärt werden.

Schlagwörter: Biaxiale Versuche, Finite Elemente Methode, Aluminiumoxid, LTCC

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung und Problemstellung	1
2. Theoretische Grundlagen	3
2.1. Versagen keramischer Werkstoffe	3
2.1.1. Bruchmechanische Betrachtung.....	3
2.1.2. Statistische Beschreibung der Festigkeit keramischer Werkstoffe	7
2.1.3. Einfluss der Probengröße und des effektiven Volumens oder Oberfläche.....	9
2.2. Biaxiale Versuchsmethoden	13
2.2.1. Ball-on-Three-Balls-Versuch.....	13
2.2.2. Piston-on-Three-Balls-Versuch	18
2.2.3. Ring-on-Ring-Versuch	21
2.2.4. Vergleich der Versuchsmethoden	25
3. Probenmaterial und Vorbereitung	28
3.1. Frialit F99,7	28
3.2. LTC-Keramik	30
3.1. Hilfsmaterialien	31
3.1.1. Teflon-Folie.....	32
3.1.2. Teflon-Tape	33
3.1.3. Gummi-Folie	34
3.1.4. "Blaues Tape"	34
3.1.5. Verstärkungsring	35
4. Versuchsdurchführung	36
4.1. B3B-Versuch	37
4.2. P3B-Versuch	38
4.3. RoR-Versuch	39
5. FEM-Berechnungen	43
5.1.1. RoR mit Reibung.....	43
5.1.2. RoR und Einfluss der Unebenheiten	45
6. Ergebnisse	48
6.1. Festigkeitsmessungen	48
6.1.1. Frialit 17mm Durchmesser	48

6.1.2.	Frialit 28mm Durchmesser	50
6.1.3.	LTC-Keramik Nassgestrahlt	51
6.1.4.	LTC-Keramik Sandgestrahlt	53
6.2.	Einfluss der Reibung und ungleichmäßiger Lastverteilung	55
6.2.1.	RoR mit Reibung	55
6.2.2.	RoR und Einfluss der Unebenheiten	57
7.	Diskussion	65
7.1.	Vergleichbarkeit der Versuchsmethoden	65
7.2.	Einfluss von Zwischenschichten im RoR-Versuch	71
8.	Zusammenfassung und Ausblick	75
9.	Literaturverzeichnis	77
Anhang: Bruchspannungen der Proben.....		83
A1	Frialit 17mm	83
A2	Frialit 28mm	84
A3	LTC-Keramik Nassgestrahlt	85
A4	LTC-Keramik Sandgestrahlt.....	86

Verwendete Symbole und Abkürzungen

Symbol	Einheit	Bedeutung
a	[m]	Risslänge, Defektgröße
a_c	[m]	Kritische Defektgröße
A	[-]	Amplitude der Oszillation
B	[m]	Breite der Probe
$c_0 - c_6$	[-]	Koeffizienten
D	[mm]	Probendurchmesser
D_A	[mm]	Auflagerringdurchmesser
D_L	[mm]	Lastringdurchmesser
E	[MPa]	Elastizitätsmodul
F	[N]	Aufgebrachte Kraft
f	[-]	Faktor
$F(\sigma)$	[-]	Kumulative Wahrscheinlichkeit für Versagen
F_{konst}	[N]	Kraft bei gleichmäßiger Lasteinleitung
F_V	[N]	Vorkraft
$g(a)$	[-]	Defektgrößenverteilung
G_I	[J/m ²]	Energiefreisetzungsrate
G_{Ic}	[J/m ²]	Kritische Energiefreisetzungsrate
K_I	[MPa m ^{1/2}]	Spannungsintensitätsfaktor Mode I
K_{Ic}	[MPa m ^{1/2}]	Bruchzähigkeit Mode I
H	[m]	Höhe der Probe
L_1, L_2	[mm]	Kantenlängen der Proben
LF	[%]	Relative Luftfeuchtigkeit
m	[-]	Weibullmodul
m_{lower}	[-]	Untere Grenze für das 90%-Konfidenzintervall des Weibullmoduls
m_{upper}	[-]	Obere Grenze für das 90%-Konfidenzintervall des Weibullmoduls
N	[-]	Stichprobengröße
$N_c(\sigma)$	[-]	Mittlere Anzahl kritischer Defekte

$n_c(\sigma)$	[-]	Mittlere Anzahl kritischer Defekte pro Volumen
$p(\sigma)$	[-]	Wahrscheinlichkeitsfunktion
$P_f(\sigma)$	[-]	Kumulative Wahrscheinlichkeitsfunktion
R	[mm]	Probenradius
r, Θ	[m], [rad]	Polarkoordinaten
\vec{r}	[mm]	Ortsvektor
R_A	[mm]	Auflagerradius
R_B	[mm]	Kugelradius
R_L	[mm]	Lastringradius
R_P	[mm]	Pistonradius
R_S	[mm]	Supportringradius
S	[m ²]	Rissfläche
S_{eff}	[mm ²]	Effektive Oberfläche
t	[mm]	Probendicke
$t_{\text{max,soll}}$	[mm]	Maximale Probendicke nach ASTM C 1499
$t_{\text{min,soll}}$	[mm]	Minimale Probendicke nach ASTM C 1499
$t_{\text{mittel,ist}}$	[mm]	Mittlere gemessene Probendicke
T	[°C]	Prüftemperatur
U	[J]	Elastisch gespeicherte Energie
V	[mm ³]	Probenvolumen
v	[mm/min]	Prüfgeschwindigkeit
V_0	[mm ³]	Referenzvolumen
V_1	[mm ³]	Volumen der Probe 1
V_2	[mm ³]	Volumen der Probe 2
V_{eff}	[mm ³]	Effektives Volumen
W	[J]	Arbeit externer Kräfte
Y	[-]	Geometriefaktor
z	[mm]	Abstand zur neutralen Faser
Z	[-]	Anzahl der Oszillationen
γ	[J/m ²]	Spezifische Oberflächenenergie
ν	[-]	Poissonzahl

σ	[MPa]	Spannung
σ_I	[MPa]	Erste Hauptspannung
σ_{II}	[MPa]	Zweite Hauptspannung
σ_{III}	[MPa]	Dritte Hauptspannung
σ_0	[MPa]	Charakteristische Festigkeit
σ_{01}	[MPa]	Charakteristische Festigkeit der Probe 1
σ_{02}	[MPa]	Charakteristische Festigkeit der Probe 2
$\sigma_{0,lower}$	[MPa]	Untere Grenze für das 90%-Konfidenzintervall der charakteristischen Festigkeit
$\sigma_{0,upper}$	[MPa]	Obere Grenze für das 90%-Konfidenzintervall der charakteristischen Festigkeit
σ_1	[MPa]	Angelegte Spannung der Probe 1
σ_2	[MPa]	Angelegte Spannung der Probe 2
σ_f	[MPa]	Bruchspannung
σ_{innen}	[MPa]	Spannung im Mittelpunkt der Zugseite der Probe
$\sigma_{max, radial}$	[MPa]	Maximale radiale Spannung
$\sigma_{max, tangential}$	[MPa]	Maximale tangentielle Spannung
σ_{max}	[MPa]	Maximale Spannung
σ_r	[MPa]	Referenzspannung
σ_v	[MPa]	Vergleichsspannung

Abkürzung

Bedeutung

2D	Zweidimensional
3D	Dreidimensional
Al	Aluminium
Al ₂ O ₃	Aluminiumoxid
AlN	Aluminiumnitrid
APDL	Ansys Parametric Design Language
ASTM	American Society for Testing and Materials
AT	Österreich
B3B	Ball-on-Three-Balls
Ca	Kalzium

Cr	Chrom
DE	Deutschland
EDX	Energiedispersive Röntgenspektroskopie
FEM	Finite Elemente Methode
HRC	Härte nach Rockwell-C
ISFK	Lehrstuhl für Struktur und Funktionskeramik
ISO	International Standards Organization
LTC	Low-Temperature-Cofired
LU	Luxemburg
MCL	Materials Center Leoben Forschung GmbH
Mg	Magnesium
MgAl ₂ O ₄	Spinell
MgO	Magnesiumoxid
Mo	Molybdän
O	Sauerstoff
P3B	Piston-on-Three-Balls
PIA	Principle of Independent Action
RoR	Ring-on-Ring
Si	Silizium
Si ₃ N ₄	Siliziumnitrid
USA	Vereinigte Staaten von Amerika

1. Einleitung und Problemstellung

Viele keramische Werkstoffe finden ihre Anwendung in hoch-technologischen und -spezifischen Industriesparten wie Kommunikation, Medizintechnik und Mikroelektronik. Dies ist vor allem auf ihre attraktiven elektrischen, thermischen, chemischen und mechanischen Eigenschaften zurückzuführen [1]. Die größten Nachteile keramischer Werkstoffe stellen jedoch ihr sprödes Versagen und die große Streuung der Festigkeit dar [2]. Werden die dafür relevanten Vorgänge verstanden und kontrolliert, kann Werkstoffversagen bei bekannter Belastung minimiert und vorhergesagt werden [3]. Daher kommt der Prüfung der Festigkeit große Bedeutung zu. Zur Bestimmung der Festigkeit stehen eine Vielzahl verschiedener Verfahren zur Verfügung [4]. Wichtige Kriterien zur Wahl der passenden Methode sind die jeweils notwendige Probenpräparation, die Fehlertoleranz und die Art der aufbrachten Last. Die Probenpräparation keramischer Werkstoffe gestaltet sich aufgrund ihrer hohen Härte als besonders zeit- und kostenintensiv und bringt meist Schäden in den Proben ein. Generell kann bei der Art der aufbrachten Last zwischen ein- und zweiachsigen (uni- und biaxialen) Belastungen unterschieden werden. Ein signifikanter Vorteil biaxialer Versuchsmethoden ist, dass für manche Versuchstypen nur geringe oder keine Probenpräparation benötigt wird. Somit kann die Festigkeit des unveränderten Materials bestimmt werden [5]. Tritt bei einer biaxialen Belastung dieselbe Spannungsamplitude in zwei Richtungen in einer Ebene normal zur Lastaufbringung auf, spricht man von einer äquibiaxialen Belastung. Liegt eine äquibiaxiale Belastung vor, kann die Gleichmäßigkeit des Spannungsfeldes über einen großen Bereich der Probe gewährleistet werden. Infolgedessen kann zusätzlich der Einfluss der Probenorientierung eliminiert werden [6]. Um die Abweichung von der idealen äquibiaxialen Spannungsverteilung gering zu halten, müssen Fehlerquellen wie beispielsweise Abweichungen von der idealen Proben- oder Auflagergeometrie oder Reibung zwischen der Probe und dem Auflager berücksichtigt werden. Eine Elimination der Reibungseinflüsse kann durch bewegliche Auflager oder zusätzliche weiche Schichten (Zwischenschichten) an den Oberflächen der Proben erfolgen [7]. Da jede Methode verschiedene Zugänge für diese Problemstellungen wählt, muss eine Vergleichbarkeit nicht unbedingt gegeben sein.

Ziel der Arbeit ist es, ausgesuchte biaxiale und äquibiaxiale Versuchsmethoden auf ihre Vergleichbarkeit zu prüfen und den Einfluss diverser Zwischenschichten zwischen Probe und dem Auflager zu untersuchen. Dazu werden der Ball-on-Three-Balls-, der Piston-on-Three-Balls- und der Ring-on-Ring-Versuch näher betrachtet. Die Zwischenschichten umfassen lose und selbstklebende Teflon- oder Polyesterfolien sowie lose Gummischichten. Zusätzlich wird der Einfluss ringförmiger selbstklebender Tapes untersucht. Geprüft werden Proben aus zwei verschiedenen Materialien mit variierender Geometrie und Oberflächenbehandlung. Das Ausgangsmaterial liegt in Form von Scheiben aus Al_2O_3 mit geringem MgO -Anteil vor und findet Verwendung in Isolatoren, der Medizintechnik und Sensoren. Zusätzlich werden Versuche an quadratischen Platten aus einer LTC-Keramik durchgeführt. Die Platten weisen zusätzlich zu den geometrischen Unterschieden auch zwei verschiedenen Oberflächenbehandlungen auf. An beiden Materialien wurden bereits interne Untersuchungen durchgeführt und deren Ergebnisse in diese Arbeit miteinbezogen.

Zur Absicherung der gemessenen Ergebnisse und Klärung beobachteter Sachverhalte werden Finite-Elemente-Studien durchgeführt. Zunächst wird der Einfluss der Reibung zwischen den Auflagern und der Probe auf die gemessene Festigkeit untersucht. Darüber hinaus wird die Auswirkung einer Veränderung der Krafteinleitung durch unebene Auflager auf die Spannungsverteilung beurteilt.

2. Theoretische Grundlagen

2.1. Versagen keramischer Werkstoffe

2.1.1. Bruchmechanische Betrachtung

Ein charakteristisches Merkmal keramischer Werkstoffe ist der überwiegende Anteil von ionischen und kovalenten Bindungen [8]. Dies führt zu einer geringen Beweglichkeit von Versetzungen, da dazu diese starken Bindungen aufgebrochen werden müssten und durch die Verschiebung des Gitters eventuell abstoßende Ladungen direkt benachbart wären. Hohe Temperaturen würden diese Versetzungsbewegung ermöglichen, jedoch liegt dieser Temperaturbereich außerhalb der technischen Relevanz [9]. Folglich weisen keramische Werkstoffe eine geringe Plastizität und Bruchzähigkeit sowie eine hohe Härte auf [8]. Typische mechanische Kennwerte sind eine Bruchzähigkeit im Bereich von $1\text{MPa m}^{1/2}$ - $10\text{MPa m}^{1/2}$ sowie eine Bruchdehnung im Bereich einiger Promille [2]. Des Weiteren zeigen keramische Werkstoffe eine hohe Druckfestigkeit, jedoch ist die Zugfestigkeit um einen Faktor von ca. 10 geringer. Die Kombination aus geringer Plastizität und geringen Zugfestigkeit erschwert den Spannungsabbau durch plastische Verformung. Daher wirken sich vor allem lokale Spannungsspitzen auf das Versagen des Werkstoffes aus [10]. Diese können durch Defekte (die als Risse beschrieben werden können) im Inneren des Werkstoffes oder an der Oberfläche verursacht werden. Generell ist das Versagen eines keramischen Bauteils auf folgende Schadensmechanismen zurückzuführen:

- Plötzliches, katastrophales Versagen (spröder Bruch)
- Unterkritisches Risswachstum
- Ermüdung
- Kriechen
- Korrosion oder Oxidation

Für diese Arbeit ist jedoch nur der erste Punkt von Relevanz, daher wird auf die restlichen Schadensmechanismen nicht näher eingegangen [11].

Um plötzliches, katastrophales Versagen durch spröden Bruch beschreiben zu können, müssen einerseits das defektkontrollierte Versagen durch Risswachstum und andererseits die daraus resultierenden statistischen Effekte berücksichtigt werden. Aufgrund der geringen Plastizität keramischer Werkstoffe kann für ersteres die linear elastische Bruchmechanik zur Hilfe genommen werden. Betrachtet wird ein Riss der Länge a an der Kante eines Körpers mit Breite B und Höhe H , wie in Abbildung 1 gezeigt. Es ergeben sich drei Belastungsmöglichkeiten, die zur Rissöffnung führen: Sogenannte Moden, dargestellt in Abbildung 2 [2, 4, 12, 13].

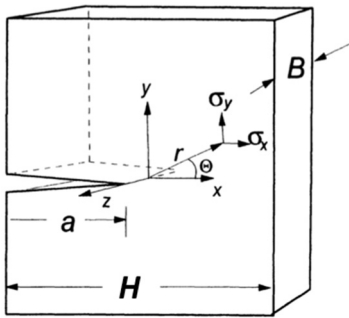


Abbildung 1: Körper mit Kantenriss nach [2]

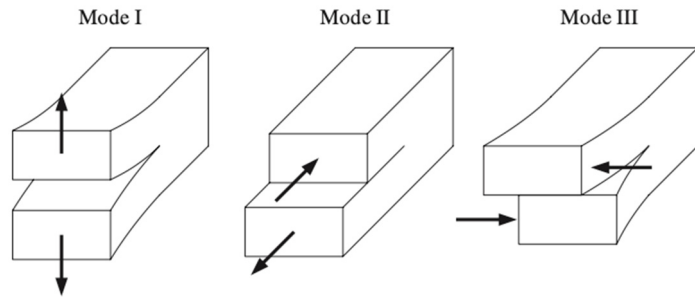


Abbildung 2: Rissöffnungsmoden [4]

Mode 1 beschreibt Zug normal zur Rissebene, Mode 2 Scherspannungen in Rissebene parallel zur Ausbreitungsrichtung des Risses und Mode 3 Scherspannungen in Rissebene normal zur Ausbreitungsrichtung. Die gefährlichste Belastungsart stellt Mode I dar. Das Spannungsfeld eines Punktes mit den Koordinaten r und Θ vor der Risspitze im Mode I kann durch folgende Gleichungen beschrieben werden [2] :

$$\sigma_x = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\Theta}{2} \left(1 - \sin \frac{\Theta}{2} \sin \frac{3\Theta}{2} \right) \quad (1)$$

$$\sigma_y = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\Theta}{2} \left(1 + \sin \frac{\Theta}{2} \sin \frac{3\Theta}{2} \right) \quad (2)$$

$$\tau_{xy} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \sin \frac{\Theta}{2} \cos \frac{\Theta}{2} \cos \frac{3\Theta}{2} \quad (3)$$

K_I wird Spannungsintensitätsfaktor genannt und ergibt sich aus [2, 4, 12, 13] :

$$K_I = Y\sigma\sqrt{\pi a} \quad (4)$$

σ beschreibt die angelegte Spannung im unbeschädigten Körper an der Stelle des Risses, a die Risslänge und Y ist ein Geometriefaktor, der die Art, Größe und Position des Risses beschreiben soll. Für Risse, die klein im Vergleich zu den Abmessungen des Körpers sind ($a \ll H$), ist $Y \approx 1$. Handelt es sich um elliptische ebene Risse im Volumen des Körpers nimmt Y einen Wert von $2/\pi$ an, für Kantenrisse 1.12 [10]. Somit beschreibt K den Spannungszustand vor der Risspitze und kann auch zur Beschreibung des Rissfortschritts herangezogen werden. Nimmt die Spannung im Körper zu, steigt auch K , bis ein instabiler Rissfortschritt bei Erreichen eines kritischen Werts eintritt. Für Mode 1 wird dieser Wert als K_{Ic} oder Bruchzähigkeit bezeichnet, eine Materialeigenschaft, die experimentell durch unterschiedlichste Methoden bestimmt werden kann [4, 10, 14–17]. Eine alternative Beschreibung der Rissausbreitung kann durch eine Energiebetrachtung erfolgen, wie von Griffith bereits 1921 durchgeführt [18]. Für den Fortschritt eines Risses müssen zwei neue Oberflächen im Körper erzeugt und die Energie G_{Ic} aufgewandt werden [2, 4, 12, 13, 18]:

$$G_{Ic} = 2\gamma \quad (5)$$

γ beschreibt die spezifische Oberflächenenergie pro Flächeneinheit für neu gebildete Rissflächen. Für keramische Werkstoffe beträgt sie ungefähr $\gamma = 1\text{J/m}^2$ [10]. Die Energie zur Rissausbreitung kann durch zwei Quellen bereitgestellt werden: Die Arbeit W , die durch externe Kräfte verrichtet wird, und die elastisch gespeicherte Energie U im Körper. Daraus ergibt sich die Energiefreisetzungsrates G_I [2, 4, 12, 13, 18]:

$$G_I = \frac{dW}{dS} - \frac{dU}{dS} \quad (6)$$

Sie beschreibt die Energie pro Flächeneinheit S , die freigesetzt wird, wenn sich der Riss ausbreitet. Typische Werte liegen bei $10\text{J/m}^2 \leq G_I \leq 3000\text{J/m}^2$ [10]. Tritt der Fall

$$G_I \geq G_{Ic} \quad (7)$$

ein, wird durch Ausbreitung des Risses Energie frei und Risswachstum tritt ein [2, 4, 10, 12, 13, 18]. Dies wird als Griffith-Kriterium bezeichnet. Irwin konnte zeigen, dass zwischen Spannungsintensitätsfaktor und Energiefreisetzungsrate ein einfacher Zusammenhang besteht [4, 19]:

$$G = \begin{cases} \frac{K_I^2}{E} & \text{Ebenes Spannungsfeld} \\ \frac{K_I^2}{E}(1-\nu^2) & \text{Ebenes Verzerrungsfeld} \end{cases} \quad (8)$$

E beschreibt den Elastizitätsmodul des Materials. Werden Gleichung (7) und (8) für ein ebenes Spannungsfeld zusammengeführt, erhält man das sogenannte Griffith-Irwin Kriterium [2, 4, 10, 12, 13]:

$$K_I \geq K_{Ic} \quad (9)$$

Wird Gleichung (4) in Gleichung (9) eingesetzt, erhält man einen Ausdruck für die Zugspannung σ_f im Körper zum Zeitpunkt des Bruchs [10]:

$$\sigma_f = \frac{K_{Ic}}{Y\sqrt{\pi a_c}} \quad (10)$$

Daraus leitet sich eine steigende Festigkeit bei steigender Bruchzähigkeit und abnehmender Risslänge ab. Wird Gleichung (10) umgeformt, erhält man die kritische Risslänge a_c , die bei der Bruchspannung σ_f zu Versagen führt [10]:

$$a_c = \frac{1}{\pi} \left(\frac{K_{Ic}}{Y\sigma_f} \right)^2 \quad (11)$$

Durch geeignete Wahl des Geometriefaktors Y können statt kritischer Risslängen auch kritische Defektgrößen berechnet werden. Typische Defekte im Inneren eines kerami-

schen Materials sind Agglomerate, Poren oder Einschlüsse. Beispiele für Oberflächendefekte sind Kontaktschäden und Schleifriefen. Da die Größe dieser Defekte statistisch verteilt ist und als Bruchauslöser wirken können, zeigen keramische Werkstoffe eine Streuung der Festigkeit. Für die meisten keramischen Werkstoffe ergibt das Verhältnis K_{Ic}/σ_f ca. $1/100 \text{ m}^{1/2}$ und die kritische Defektgröße beläuft sich auf ca. $80\mu\text{m}$ [10].

2.1.2. Statistische Beschreibung der Festigkeit keramischer Werkstoffe

Die Streuung der Festigkeit wird durch eine Wahrscheinlichkeitsfunktion $p(\sigma)$ beschrieben, bei der die Wahrscheinlichkeit, eine Festigkeit im Intervall σ bis $\sigma+d\sigma$ durch $p(\sigma)d\sigma$ gegeben ist. Essenziell dabei ist die Normierung der Verteilung [4]:

$$\int_0^{\infty} p(\sigma) d\sigma = 1 \quad (12)$$

Alternativ kann auch die kumulative Wahrscheinlichkeit für das Versagen herangezogen werden. Sie beschreibt die Wahrscheinlichkeit, dass bei einer angelegten Spannung σ ein Versagen eintritt. Der Zusammenhang zu Wahrscheinlichkeitsfunktion ist gegeben durch [4]:

$$P_f(\sigma) = \int_0^{\sigma} p(x) dx \quad (13)$$

Nun werden folgende Annahmen getroffen: Im Material sind viele Defekte, die sich wie Risse verhalten, statistisch verteilt und normal zum Spannungsfeld orientiert. Zusätzlich überlappen die Spannungsfelder der Risse nicht, sie beeinflussen sich also nicht gegenseitig und sind unabhängig voneinander. Außerdem wird von einem einachsigen, homogenen Spannungsfeld im gesamten Körper ausgegangen, der Fall eines inhomogenen Spannungsfeldes wird in einem späteren Kapitel behandelt. Die Annahmen sind äquivalent zur Weakest-Link Hypothese, und beschreiben ein Versagen ausgelöst durch den größten Defekt im Material [10, 20]. Jetzt kann eine Funktion für die kumulative Wahrscheinlichkeit für Versagen $F(\sigma)$ definiert werden:

$$F(\sigma) = 1 - \exp[-N_c(\sigma)] \quad (14)$$

$N_c(\sigma)$ beschreibt die mittlere Anzahl der kritischen Defekte in Abhängigkeit der angelegten Spannung für eine bestimmte Probengröße und -geometrie. Ein Defekt wird als kritisch erachtet, wenn Gleichung (9) erfüllt wird. Folglich ist bei geringer Spannung die Anzahl kritischer Defekte klein ($N_c(\sigma) \ll 1$) und die Versagenswahrscheinlichkeit entspricht ungefähr der Anzahl an Defekten. Wird eine hohe Spannung angelegt, ist $N_c(\sigma) \gg 1$ und die Versagenswahrscheinlichkeit steigt [20]. Um einen analytischen Zusammenhang zwischen angelegter Spannung und Versagenswahrscheinlichkeit schaffen zu können, ist mehr Information zu Verteilung der Defektgrößen a notwendig. Diese kann durch eine Defektgrößenverteilung $g(a)$ bereitgestellt werden. Durch Integration von $g(a)$

$$n_c(\sigma) = \int_{a_c}^{\infty} g(a) da \quad (15)$$

kann die mittlere Zahl kritischer Defekte pro Volumeneinheit $n_c(\sigma)$ bestimmt werden. Multipliziert mit dem Probenvolumen V ergibt sich $N_c(\sigma)$. Die meisten Materialien weisen eine Abnahme der Dichte von Defekten mit zunehmender Größe in der Form $g \propto a^{-p}$ auf, wobei p eine Materialkonstante ist. Diese Form erlaubt einfache Integration und nach Einsetzen in Gleichung (14) erhält man die am häufigsten für keramische Werkstoffe verwendete Verteilung, die Zwei-Parameter-Weibull-Verteilung [10, 20–22]:

$$F(\sigma, V) = 1 - \exp\left[-\frac{V}{V_0} \left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right] \quad (16)$$

V stellt das Probenvolumen dar, V_0 ein festgelegtes Referenzvolumen, um verschiedene Probengrößen vergleichen zu können (siehe folgendes Kapitel). m entspricht dem Weibullmodul, einem Maß für die Streuung der Festigkeitswerte. σ_0 ist die charakteristische Festigkeit, die bei $V = V_0$ und $\sigma = \sigma_0$ einer Versagenswahrscheinlichkeit von $1 - e^{-1} = 63.2\%$ entspricht. Dargestellt wird die Weibullverteilung meist in einem Dia-

gramm, dessen Achsen so skaliert sind, dass die Messdaten eine Gerade mit der Steigung m bilden. Dazu wird Gleichung (16) umgeformt und doppelt logarithmiert [4]:

$$\ln \ln \left(\frac{1}{1-F} \right) = \ln \left(\frac{V}{V_0} \right) + m \ln \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right) \quad (17)$$

Ein Beispiel dazu ist in Abbildung 3 gezeigt.

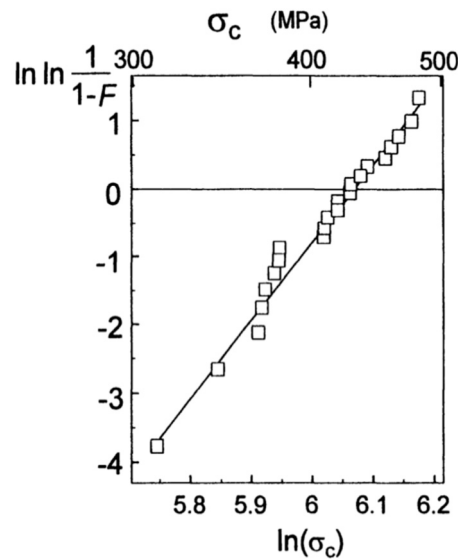


Abbildung 3: Darstellung gemessener Festigkeitswerte in einem Weibulldiagramm [2]

Die Ermittlung der Parameter m und σ_0 folgt aus den Festigkeiten einer Stichprobe von idealerweise 30 oder mehr Proben [23]. Die Auswertung der Ergebnisse der Stichprobe erfolgt mit der Maximum-Likelihood-Methode [2, 4]. Da es sich dabei um eine Schätzung der Parameter aus einer Stichprobe handelt, ist es sinnvoll, Konfidenzintervalle für die Werte von m und σ_0 anzugeben [24]. Typischerweise werden die 90% oder 95% Konfidenzintervalle angegeben.

2.1.3. Einfluss der Probengröße und des effektiven Volumens oder Oberfläche

Für die folgende Herleitung sei anzumerken, dass diese auch auf Basis von Probenoberflächen und Spannungsverteilungen an der Oberfläche der Probe durchführbar ist. Je nach Art der bruchauslösenden Defekte wird entschieden, welche Betrachtung herange-

zogen wird. Gleichung (17) eignet sich auch, um den Einfluss des Probenvolumens auf die Festigkeit zu untersuchen. Eine Probe mit dem Volumen V_1 zeigt bei σ_1 eine bestimmte Versagenswahrscheinlichkeit und eine Probe mit dem Volumen V_2 zeigt dieselbe Versagenswahrscheinlichkeit bei σ_2 . Somit gilt [4]:

$$\ln \ln \left(\frac{1}{1-F} \right) = \begin{cases} \ln(V_1) + m \ln(\sigma_1) - \ln(V_0) - m \ln(\sigma_0) \\ \ln(V_2) + m \ln(\sigma_2) - \ln(V_0) - m \ln(\sigma_0) \end{cases} \quad (18)$$

Da V_0 und σ_0 den gleichen Wert für beide Proben ergeben, fallen sie beim Gleichsetzen weg. Nach Umformen der Gleichung bleibt folgender Ausdruck bestehen [4]:

$$\frac{\sigma_1}{\sigma_2} = \left(\frac{V_2}{V_1} \right)^{1/m} \quad (19)$$

Dies bedeutet, dass unterschiedliche Volumina zu unterschiedlichen Festigkeiten und somit zu einer Verschiebung der Gerade im Weibulldiagramm führen. Gezeigt ist dies in Abbildung 4. Anschaulicher ist dieses Ergebnis nach der Weakest-Link-Hypothese: Ein größeres Volumen führt zu mehr Defekten in der Probe und damit zu einer höheren Wahrscheinlichkeit, einen großen kritischen Defekt (der zum Versagen bei einer niedrigeren Spannung führt) vorzufinden [2, 4]. Die Festigkeit großer Proben ist daher im Mittel geringer als die kleiner Proben.

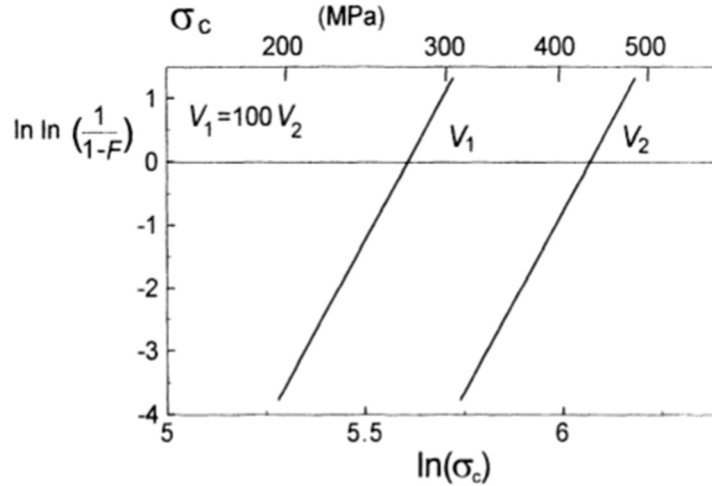


Abbildung 4: Veranschaulichung des Volumeneffekts. $m = 10$, $\sigma_{01} = 270\text{MPa}$, $\sigma_{02} = 430\text{MPa}$ [2]

Bis zu diesem Punkt wurde von einem homogenen Spannungsfeld in der Probe ausgegangen. Unter Berücksichtigung eines inhomogenen Spannungsfeldes wird statt Gleichung (16)

$$F(\sigma, V) = 1 - \exp \left[-\frac{V_{\text{eff}}}{V_0} \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (20)$$

verwendet [10]. V_{eff} entspricht dem effektiven Volumen und ist definiert als das Volumen einer Zugprobe, die bei einer Referenzspannung σ_r die gleiche Versagenswahrscheinlichkeit wie die inhomogen belastete Probe aufweisen würde. Es berechnet sich aus [10]:

$$V_{\text{eff}} = \int_{\sigma > 0} \left(\frac{\sigma(\vec{r})}{\sigma_r} \right)^m dV \quad (21)$$

σ_r ist frei wählbar, wird jedoch häufig gleich der maximalen Spannung im inhomogenen Spannungsfeld der Probe gesetzt. Für mehrachsige Spannungszustände wird statt $\sigma(r)$ eine Vergleichsspannung $\sigma_V(r)$ eingesetzt. Für diese Arbeit wurde dazu das PIA-Kriterium (Principle of Independent Action) verwendet [10]:

$$\sigma_e = \left(\sigma_I^m + \sigma_{II}^m + \sigma_{III}^m \right)^{1/m} \quad (22)$$

Dabei entsprechen σ_I , σ_{II} , σ_{III} der ersten, zweiten und dritten Hauptspannung und m dem Weibullmodul [10]. Da die Druckfestigkeit meist eine Größenordnung über der Zugfestigkeit liegt, wird nur über die Bereiche, die der „gefährlicheren“ Zugspannung ausgesetzt sind, integriert. Bei Werkstoffen, die einen hohen Weibullmodul aufweisen, tragen nur die Bereiche nahe der Maximalspannung signifikant zum effektiven Volumen bei. Für einfache Geometrien, beispielsweise eine 3- oder 4-Punkt-Biegeprobe, können analytische Ausdrücke für V_{eff} gefunden werden, für kompliziertere Spannungsfelder ist eine numerische Berechnung unumgänglich [10]. Auf Basis des zuvor beschriebenen Einflusses des getesteten Volumens auf die Festigkeit kann nun gezeigt werden, dass selbst bei Proben gleichen Gesamtvolumens Unterschiede in der Festigkeit durch die Form des aufbrachten Spannungsfeldes auftreten. Dieses Verhalten gilt unter der Voraussetzung, dass in allen Proben dieselbe Defektpopulation zum Versagen beiträgt und wird in Abbildung 5 gezeigt [2, 10]. In dieser Darstellung sollen die Festigkeitswerte unterschiedlicher effektiver Volumina auf einer Gerade mit der Steigung $-m$ liegen.

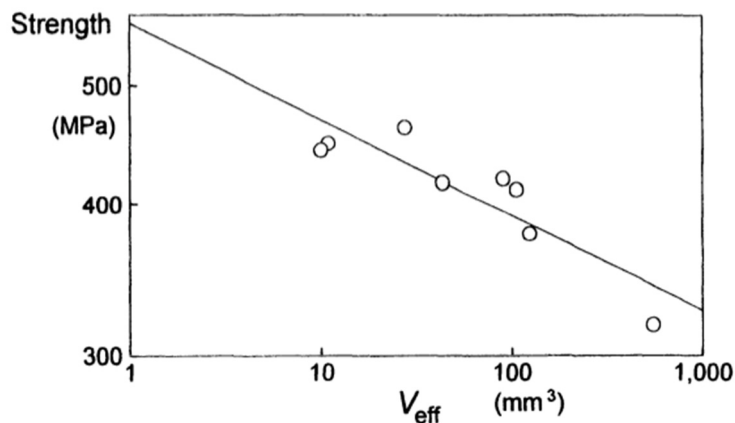


Abbildung 5: Einfluss des effektiven Volumens auf die Festigkeit von S_3N_4 [2]

In dieser Arbeit wird die effektive Oberfläche S_{eff} statt des effektiven Volumens V_{eff} herangezogen, da für biaxiale Versuchsmethoden in vielen Fällen Oberflächendefekte relevant sind [25].

2.2. Biaxiale Versuchsmethoden

Die Festigkeit keramischer Werkstoffe kann durch eine Vielzahl genormter Versuchsmethoden bestimmt werden. Bekannte Beispiele für stabförmige Proben sind der 3- und 4-Punkt-Biegeversuch, bei denen eine uniaxiale Biegebelastung vorliegt [26–28]. Für alternative Geometrien wie Scheiben oder Platten werden biaxiale Versuche herangezogen [5, 28, 29]. Für diese Arbeit werden drei biaxiale Versuchsmethoden verglichen, insbesondere der Ball-on-Three-Balls- und der Ring-on-Ring-Versuch. In dem folgenden Kapitel werden der grundsätzliche Aufbau und die Versuchsauswertung für jede Methode beschrieben, auf die Versuchsdurchführung wird in Kapitel 4 näher eingegangen.

2.2.1. Ball-on-Three-Balls-Versuch

Der Ball-on-Three-Balls- oder 4-Kugel-Versuch (B3B-Versuch) wurde bereits in den 80er Jahren erwähnt und von Börger et al. ausführlich untersucht [30–33]. Ursprünglich für die Messung der Festigkeit funktionskeramischer Bauteile entwickelt, findet er inzwischen auch Anwendung in der Prüfung struktur- und dentalkeramischer Proben oder ganzer Bauteile [34]. Geprüft werden üblicherweise Scheiben, bei ausreichend geringer Abweichung der Probenform von der Idealgeometrie auch ohne jegliche Probenbearbeitung. Zusätzlich erlaubt der Versuch auch die Prüfung quadratischer oder rechteckiger Platten und ist allgemein für eine große Zahl an Probengrößen und Werkstoffen geeignet [35]. Verwendet werden eine einzelne Stahl- oder Hartmetallkugel zur Lastaufbringung in der Mitte der Probe und 3 frei bewegliche, einander berührende Kugeln zur Stützung der Probe, wie in Abbildung 6 und Abbildung 7 gezeigt [34].

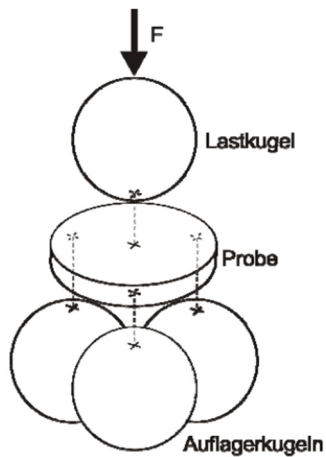


Abbildung 6: Grundsätzlicher Aufbau des B3B-Versuchs [34]

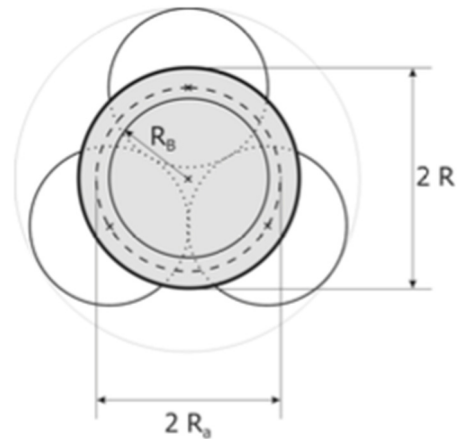


Abbildung 7: Grundsätzlicher Aufbau des B3B-Versuchs bei Blick aus Lastrichtung [36]

In Abbildung 7 ist die Probe mit Radius R grau eingefärbt. Der Kugelradius R_B gibt den Auflagerradius R_A nach folgendem Zusammenhang vor [34]:

$$R_A = \frac{2R_B}{\sqrt{3}} \quad (23)$$

Die Ermittlung der Festigkeit erfolgt auf Basis der größten Zugspannungskomponente zum Zeitpunkt des Versagens. Abbildung 8 gibt einen Überblick über das Spannungsfeld der auf Zug belasteten Probenseite, also der den Auflagerkugeln zugewandten Seite. Eine dreifache Symmetrie (nur bei scheibenförmigen Proben) und ein Spannungsmaximum in der Mitte der Probe charakterisieren das Spannungsfeld des B3B-Versuchs [37, 38, 38].

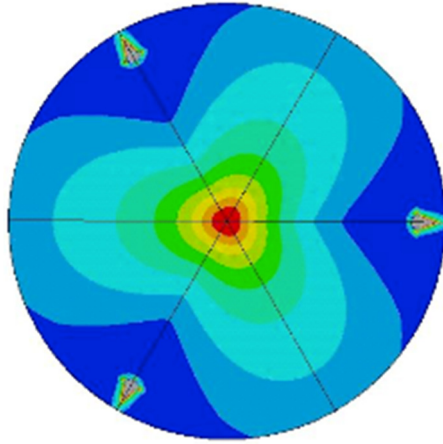


Abbildung 8: Spannungsverteilung (1. Hauptspannung) der Zugseite des B3B-Versuchs [36]

Für kleine Durchbiegungen, Prüfkräfte und Kugelradien sowie steifes Proben- und Kugelmaterial besteht ein annähernd linearer Zusammenhang (Fehler $< 2\%$) zwischen der maximalen Zugspannung und der Prüfkraft. Somit errechnet sich die Spannung in der Mitte der Probe aus [31, 34]:

$$\sigma_{\max} = f\left(\frac{t}{R}, \frac{R_A}{R}, \nu\right) \cdot \frac{F}{t^2} \quad (24)$$

F ist die aufgebrachte Kraft, t die Dicke der Probe. Der dimensionslose Faktor f ist abhängig von der Probengeometrie (Radius R , Dicke t), dem Auflagerradius R_A und der Poissonzahl ν des Probenmaterials. Auf Basis von Finite-Elemente-Berechnungen kann der Faktor f und normierte effektive Volumina sowie Oberflächen berechnet werden. Mittels eines nicht-linearen Fits kann eine analytische Formel zur Bestimmung des Faktors f angegeben werden [31, 34]:

$$f\left(\frac{t}{R}, \frac{R_A}{R}, \nu\right) = c_0 + \frac{\left(c_1 + c_2 \frac{t}{R} + c_3 \left(\frac{t}{R}\right)^2 + c_4 \left(\frac{t}{R}\right)^3\right)}{1 + c_5 \frac{t}{R}} \left(1 + c_6 \frac{R_A}{R}\right) \quad (25)$$

Die Koeffizienten c_0 bis c_6 sind von der Poissonzahl des geprüften Materials abhängig und in Tabelle 1 gelistet. Sie gelten für den Bereich $0.1 \leq t/R \leq 0.5$, $0.7 \leq R_A/R \leq 0.9$ und $0.1 \leq \nu \leq 0.4$ [34].

Tabelle 1: Koeffizienten c_0 bis c_6 aus Gleichung (25) [34]

ν	0.1	0.15	0.2	0.25	0.3	0.35	0.4
c_0	-39.96	-42.09	-42.54	-46.07	-47.82	-46.84	-49.70
c_1	42.24	44.50	45.07	48.72	50.60	49.74	52.72
c_2	499.46	532.09	538.14	592.59	618.42	602.64	645.51
c_3	-11.69	-12.53	-13.07	-14.14	-14.86	-15.22	-16.12
c_4	4.69	5.18	5.49	6.14	6.57	6.76	7.31
c_5	12.34	12.47	12.47	12.68	12.75	12.67	12.79
c_6	0.0242	0.0232	0.0216	0.0216	0.0210	0.0216	0.0206

Falls notwendig, kann für spezielle ν mittels

$$f\left(\frac{t}{R}, \frac{R_A}{R}, \nu\right) = \frac{\nu_2 - \nu}{\nu_2 - \nu_1} f\left(\frac{t}{R}, \frac{R_A}{R}, \nu_1\right) + \frac{\nu - \nu_1}{\nu_2 - \nu_1} f\left(\frac{t}{R}, \frac{R_A}{R}, \nu_2\right) \quad (26)$$

zwischen ν_2 und ν_1 interpoliert werden. Wird innerhalb des eingeschränkten Parameterbereichs getestet, kann von einem Messfehler $\leq \pm 2\%$ ausgegangen werden [34]. Die größten Anteile des Fehlers gehen auf die Messung der Probengeometrie und die Ungenauigkeit von f durch die Annahme eines linearen-elastischen Modells zurück. Abbildung 9 zeigt, dass besonders der Messfehler der Dicke t einen großen Einfluss auf die maximale Zugspannung hat [32]. Auch ist für viele Materialien die Poissonzahl ν nicht exakt bekannt und wird geschätzt. Abweichungen von 20% sind durchaus möglich und würden einen Fehler von ca. 4% verursachen [32]. Der lineare Zusammenhang zwischen f und der maximalen Zugspannung gilt, wenn die Durchbiegung der Probe klein ist. Zusätzlich muss ein kleiner Radius der Kontaktfläche der Lastkugel und der Probe im Vergleich zur Dicke t und dem Auflageradius R_A gegeben sein, da sich sonst die Art der Krafteinleitung und f in Abhängigkeit der Last ändern würden. Innerhalb des schraffierten Bereichs in Abbildung 10 sind diese Bedingungen ausreichend erfüllt und f weist eine Ungenauigkeit $< 2\%$ auf. Bei niedrigen relativen Festigkeiten (σ_{max}/E), die typisch für Funktionskeramiken sind, kann ein breiter Bereich der relativen Dicke (t/R)

mit geringem Fehler abgedeckt werden. Werkstoffe mit hohen relative Festigkeiten sollten mit $t/R \approx 0.3$ geprüft werden [34].

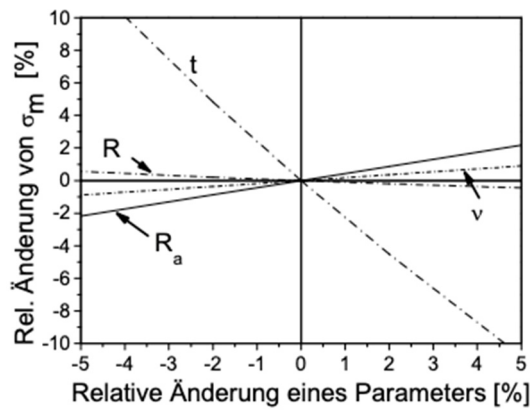


Abbildung 9: Einfluss von Fehlern in der Probengeometrie und v auf die maximale Zugspannung [34]

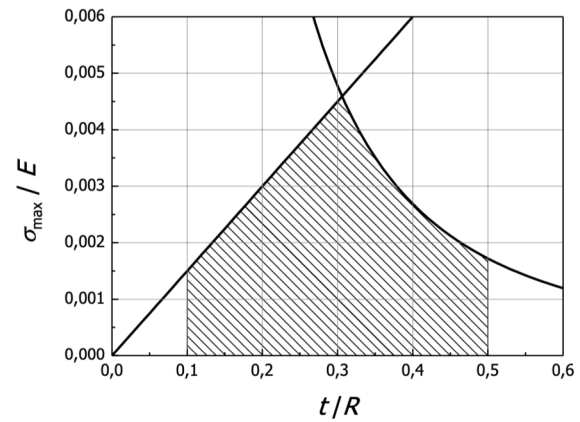


Abbildung 10: Parameterbereich in dem Gleichung (25) für f einen Fehler von $f < 2\%$ aufweist [34]

Die Spannungsauswertung der B3B-Versuche für diese Arbeit erfolgt direkt auf Basis der Finite-Elemente-Berechnungen der Stützstellen für den Fit für Gleichung (25). Verwendet wird dazu eine Interpolation 3. Ordnung in Wolfram Mathematica 12.0. Zusätzlich werden das effektive Volumen und die effektive Oberfläche nach dem PIA-Kriterium mit der gleichen Methode bestimmt. Das verwendete Auflager ist in Abbildung 11 schematisch dargestellt.

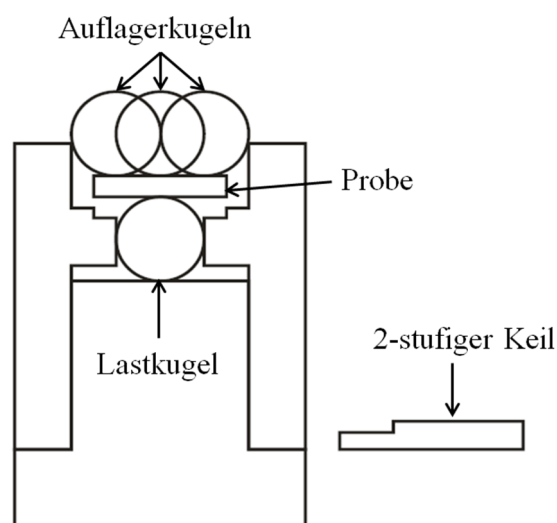


Abbildung 11: Schematische Darstellung des B3B-Auflagers nach [36]

2.2.2. Piston-on-Three-Balls-Versuch

Erste Erwähnungen des Piston-on-Three-Balls- Versuchs (P3B-Versuchs) stammen aus den späten 60er-Jahren [39]. In den 70er-Jahren wurde der Versuch von Wachtmann et al. weiterentwickelt, um unebene Proben zu prüfen [40]. Dies wird, gleich wie bei dem B3B-Versuch, durch 3 Auflagerpunkte und Lasteinleitung in einem sehr kleinen Bereich ermöglicht. Erneut werden Stahl- oder Hartmetallkugeln als Auflager verwendet. Die Krafteinleitung erfolgt durch einen flachen Zylinder auf die Probenoberfläche [5, 6, 26]. Die Normen ASTM F394 (widerrufen 2001) zur Prüfung elektronischer Substrat-Materialien und ISO 6872 zu keramischen Werkstoffen der Zahnheilkunde definieren den Versuch mit fixen, sich nicht berührenden Auflagerkugeln wie in Abbildung 12 und Abbildung 13 gezeigt [6, 26].

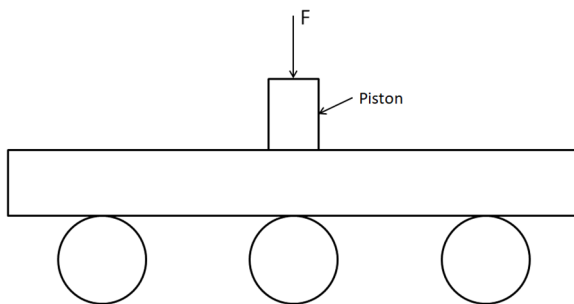


Abbildung 12: Grundsätzlicher Aufbau des P3B-Versuchs

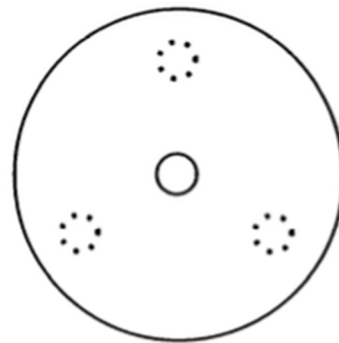


Abbildung 13: Grundsätzlicher Aufbau des P3B-Versuchs bei Blick aus Lastrichtung [29]

In dieser Arbeit wurden die gleichen Auflager mit berührenden, aber während des Versuches frei beweglichen, Auflagerkugeln für den B3B und P3B-Versuch verwendet. Der P3B-Versuch ist somit nicht mehr strikt normgerecht nach ISO 6872 [26]. Es kann erneut Gleichung (23) zur Berechnung des Auflagerradius R_A herangezogen werden. Statt der in Abbildung 11 gezeigten Lastkugel wurde ein Zylinder gleichen Durchmessers in die Bohrung eingesetzt. Auf der Oberfläche des Zylinders ist der Piston vorzufinden, siehe Abbildung 31. Abbildung 14 zeigt das Spannungsfeld der Zugseite der Probe. Wie beim B3B-Versuch ist bei scheibenförmigen Proben eine dreifache Symmetrie und ein Spannungsmaximum in der Mitte der Probe vorzufinden [39, 41]. Der wesentliche Un-

terschied liegt in der Ausdehnung des Bereichs maximaler Zugspannung in der Mitte der Probe [5].

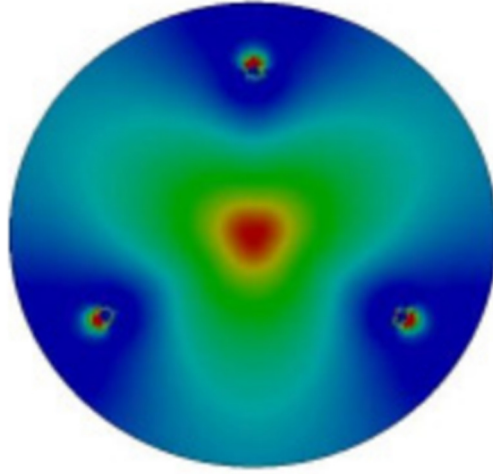


Abbildung 14: Spannungsverteilung (1. Hauptspannung) der Zugseite des P3B Versuchs (nach ISO 6872) [41]

Unter der Annahme eines perfekt flachen Kontakts zwischen Piston und Probenoberfläche und einer Lasteinleitung als konstante Flächenlast über eine kreisförmige Kontaktfläche errechnet sich die maximale radiale und tangential Spannung σ_r und σ_t unter dem Piston aus [29]:

$$\sigma_t = \sigma_r = \frac{3(1+\nu)F}{4\pi t^2} \left[1 + 2 \ln \frac{R_A}{R_p} + \frac{(1-\nu)}{(2+\nu)} \left(1 - \frac{R_p^2}{2R_A^2} \right) \frac{R_A^2}{R^2} \right] \quad (27)$$

Mit F als aufgebrachte Kraft, R_A als Auflagerradius, R_p als Pistonradius, R als Radius der Probe, t als Dicke der Probe und ν als Poissonzahl des Probenmaterials. Die maximale Spannung im Zentrum der Probe ist dabei nicht von der Anzahl der Auflagerkugeln abhängig [39]. Größter Nachteil des Tests ist die große Unsicherheit in Bezug auf die tatsächliche Form des durch den Piston aufgebrachten Spannungsfeldes. Selbst wenn zu Beginn perfekter Kontakt besteht, wird bei Durchbiegung der Probe die Flächenlast tendenziell zu einer Ringlast. Shetty et al. konnte zeigen, dass dadurch eine Abweichung von der theoretisch vorhergesagten Spannung besteht. Diese liegt zwischen $\approx 1\%$ und $\approx 10\%$ und führt stets zu einer Unterschätzung der maximalen Spannung durch Gleichung (27), wie dargestellt in Abbildung 15 [5].

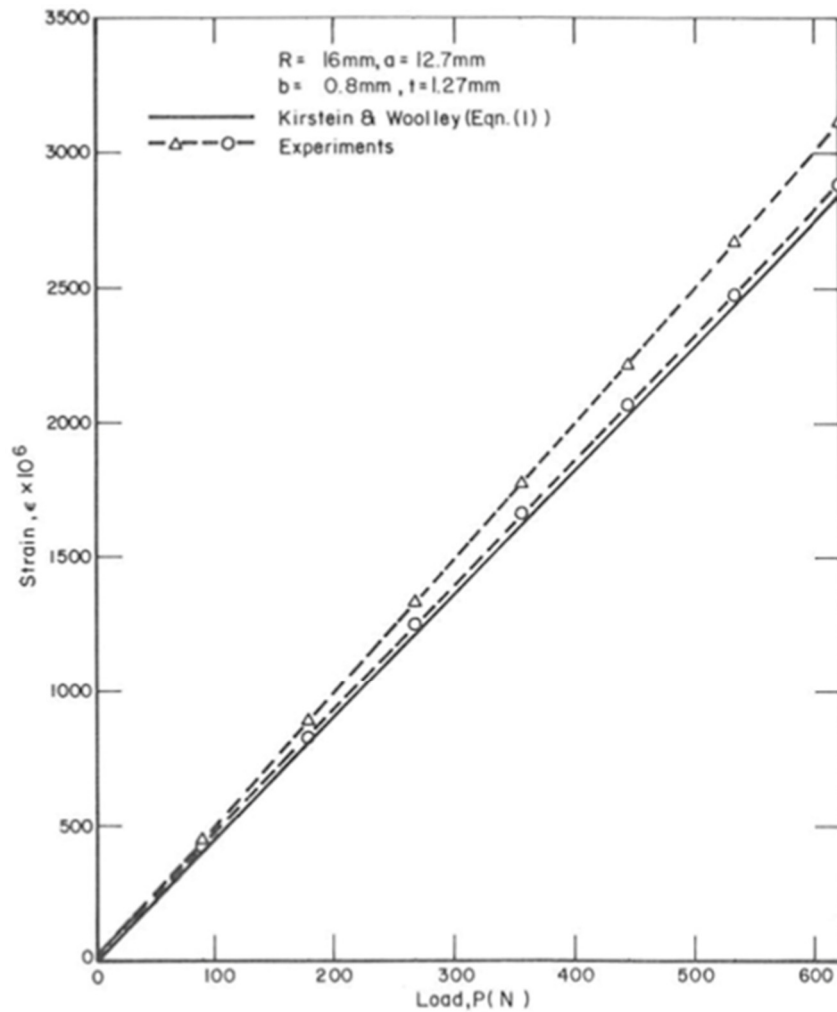


Abbildung 15: Vergleich der experimentellen maximalen Spannung (strichliert) und der theoretischen maximalen Spannung (durchgezogen) [5]

Für das gesamte Spannungsfeld des P3B-Versuchs sind keine analytischen Lösungen vorhanden. Die maximale Spannung wird mit Gleichung (27) berechnet. Bei der Ermittlung des effektiven Volumens und der effektiven Oberfläche wird auf Finite-Elemente-Berechnungen zurückgegriffen [42]. Da die Berechnungen für das relevante Auflager nur für einen Probendurchmesser von 12mm vorhanden sind, wird der Anteil der effektiven Größen jenseits dieses Durchmessers nicht miteinbezogen. Da dieser Bereich der Probe kaum belastet ist, wird angenommen, dass der Einfluss auf die effektiven Größen vernachlässigbar ist. Des Weiteren lag die betrachtete Geometrie leicht außerhalb der Interpolationsgrenzen und eine Extrapolation wurde zur Ergebnisermittlung verwendet.

2.2.3. Ring-on-Ring-Versuch

Eine weitere Möglichkeit zur Bestimmung des Materialverhaltens unter multiaxialer Belastung stellt der Ring-on-Ring-Versuch (RoR-Versuch) wie beispielsweise in der Norm ASTM C1499 beschrieben [43], dar. Erneut können sowohl runde als auch eckige Proben geprüft werden, siehe Abbildung 17. Üblicherweise erfolgt die Lastaufbringung mit einem Stahlring über der Probe und das Auflager wird mit einem Ring größeren Durchmessers unter der Probe verwirklicht [2, 43, 44].

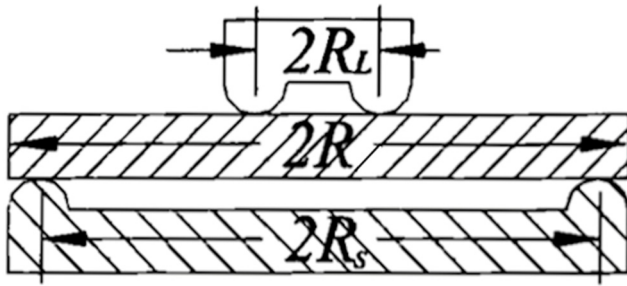


Abbildung 16: Aufbau des RoR-Versuchs mit Lastringradius R_L , Probenradius R_D , Auflagerringradius R_S und Probendicke t nach [44]

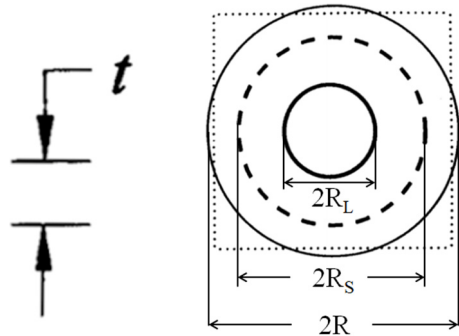


Abbildung 17: Aufbau des Versuchs bei Blick aus Lastrichtung nach [29]

Abbildung 16 und Abbildung 17 zeigen den schematischen Aufbau des Versuchs. Der Lastringradius wird mit R_L , der Auflagerradius mit R_S und der Probenradius mit R bezeichnet. Zur Vereinfachung der folgenden Formeln werden die dimensionslosen Größen

$$a = \frac{R_L}{R_S}, \quad b = \frac{R}{R_S}, \quad \rho = \frac{r}{R_S} \quad (28)$$

definiert, mit ρ als Laufvariable [2]. Im Gegensatz zum B3B- und P3B-Versuch kann eine analytische Beschreibung des Spannungsfeldes erfolgen. Dieses ist rotationssymmetrisch und muss in 3 Bereiche unterteilt werden. Ausgangspunkt bildet

$$\sigma_i = \frac{3Fz}{2\pi t^3} D_i(\rho, a, b, \nu) \quad (29)$$

mit dem Spannungsverlauf D_i , F als aufgebrachter Kraft, t als Dicke der Probe und z als Abstand von der neutralen Faser [2]. Die Kennzeichnung der radialen (r) oder tangentialen (t) Spannungskomponente erfolgt durch das Subskript i , ν bezeichnet die Poissonzahl.

Für $0 \leq r \leq R_L$:

$$D_r = D_t = (1-\nu)\frac{1-a^2}{b^2} - (1+\nu)2 \ln a \quad (30)$$

Für $R_L \leq r \leq R_S$:

$$D_r = (1-\nu)\left[\frac{1-a^2}{b^2} + \frac{a^2}{\rho^2} - 1\right] - 2(1+\nu) \ln \rho \quad (31)$$

$$D_t = (1-\nu)\left[\frac{1-a^2}{b^2} - \frac{a^2}{\rho^2} + 1\right] - 2(1+\nu) \ln \rho \quad (32)$$

Und für $R_S \leq r \leq R$:

$$D_r = (1-\nu)(1-a^2)\left[\frac{1}{b^2} - \frac{1}{\rho^2}\right] \quad (33)$$

$$D_t = (1-\nu)(1-a^2)\left[\frac{1}{b^2} + \frac{1}{\rho^2}\right] \quad (34)$$

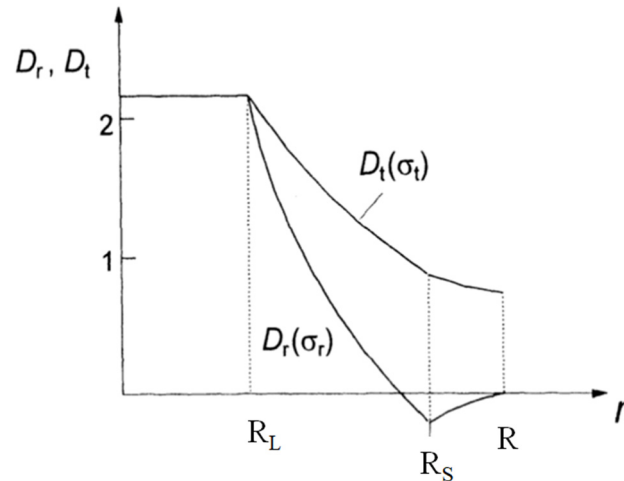


Abbildung 18: Verlauf der radialen und tangentialen Spannungskomponenten im RoR-Versuch nach [2]

Der gesamte Spannungsverlauf auf der Oberfläche der Zugseite (jene dem Auflager zugewandte Seite) für beide Komponenten ist in Abbildung 18 gezeigt [2]. Die Formeln basieren auf Annahmen der Plattentheorie, weshalb eine ausreichend dünne Platte getestet werden sollte. Ist die Platte zu dünn, kommt es zu signifikanter Deformation der Probe und nicht-linearen geometrischen Zusammenhängen [44, 45]. Für die Prüfung sollten folgende Kriterien erfüllt sein [43]:

$$\frac{D_A}{10} \geq t \geq \sqrt{2\sigma_f D_A^2 / 3E} \quad (35)$$

$$2 \leq \frac{D - D_A}{t} \leq 12 \quad (36)$$

Hier entspricht D dem Probendurchmesser, t der Probendicke, D_A dem Auflagerringdurchmesser, σ_f der erwarteten biaxialen Festigkeit und E dem Elastizitätsmodul. Für rechteckige Proben kann D für Gleichung (35) und (36) stattdessen mit

$$D = 0.54(L_1 + L_2) \quad (37)$$

berechnet werden. L_1 und L_2 beschreiben die Länge der Kanten der Platte. Gleichung (35) gibt Grenzen für die Beschreibung durch die Plattentheorie, Gleichung (36) Grenzen für die Größe des Überhangs vor. Innerhalb der Grenzen kann die Möglichkeit des Versagens durch Kantendefekte ausgeschlossen werden, da die Spannung im Kantenbe-

reich mit zunehmendem Überhang abnimmt [43]. Werden diese Bedingungen erfüllt, errechnet sich die Bruchspannung σ_f aus:

$$\sigma_f = \frac{3F}{2\pi t^2} \left[(1-\nu) \frac{D_A^2 - D_L^2}{2D^2} + (1+\nu) \ln \frac{D_A}{D_L} \right] \quad (38)$$

mit F als Last zum Zeitpunkt des Bruches, D_L als Lastringdurchmesser und den restlichen Bezeichnungen wie zuvor. Erneut kann für die Verwendung in Gleichung (38) für rechteckige Proben ein äquivalenter Durchmesser definiert werden [43]:

$$D = \frac{1}{0.90961 + 0.12652 \frac{t}{D_A} + 0.00168 \ln \frac{L - D_A}{t}} \quad \text{mit } L = (L_1 + L_2)/2 \quad (39)$$

Eine essenzielle Aufgabe bei der Prüfung ist es, die Reibung zwischen Probe und den Ringen zu verringern. Wird dies nicht ausreichend berücksichtigt, können Kontakt- oder reibungsinduzierte Spannungen zu lokalem Versagen führen. Dadurch kann die äquibiaxiale Festigkeit sowohl über- als auch unterschätzt werden [37, 43, 46]. Geeignet sind beispielsweise Kohlenstoff- (<0.13mm) oder Kunststoff-Folien (Teflon, <0.07mm), sowie Schichten aus Gummi. Ein weiterer Grund für die Verwendung von Zwischenschichten kann der Ausgleich leichter Unebenheiten der Probenoberfläche sein [29]. Nachteil der Verwendung diverser Zwischenschichten ist eine Veränderung der Lastaufbringung und damit des Spannungsfeldes. Alternativ können flüssige Schmiermittel verwendet werden, die jedoch die fraktographische Auswertung der Bruchflächen signifikant erschweren [43]. Weitere signifikante Einflüsse auf das Messergebnis sind die Ausrichtung der Ringe zueinander und deren Durchmesser Verhältnis. Eine Abweichung der Konzentrität der Ringe von lediglich 1% führt bereits zu 2% Spannungsabweichung [44]. Daher sollten die Ringe zueinander auf eine Abweichung $\leq 0.5\%$, die Probe zu den Ringen $\leq 2\%$ (bezogen auf den Auflagerdurchmesser) ausgerichtet werden. Allgemein sollte $0.2 \leq D_A/D_L \leq 0.5$ für den Auflager- und Lastringdurchmesser gelten. Werden Proben mit hoher relativer Festigkeit σ_f/E getestet, sollte dieses Verhältnis nahe der unteren Grenze liegen.

Die Spannungsauswertung der RoR-Versuche dieser Arbeit erfolgt mit Gleichungen (38) und (39). Das effektive Volumen und die effektive Oberfläche werden in Anlehnung an die Berechnungen von Frandsen ermittelt [47]. Die dabei auftretenden Integrale wurden numerisch mit Wolfram Mathematica 12.0 integriert. Abschließend sei noch ein möglicher Aufbau der gesamten Testapparatur in Abbildung 19 gezeigt [43].

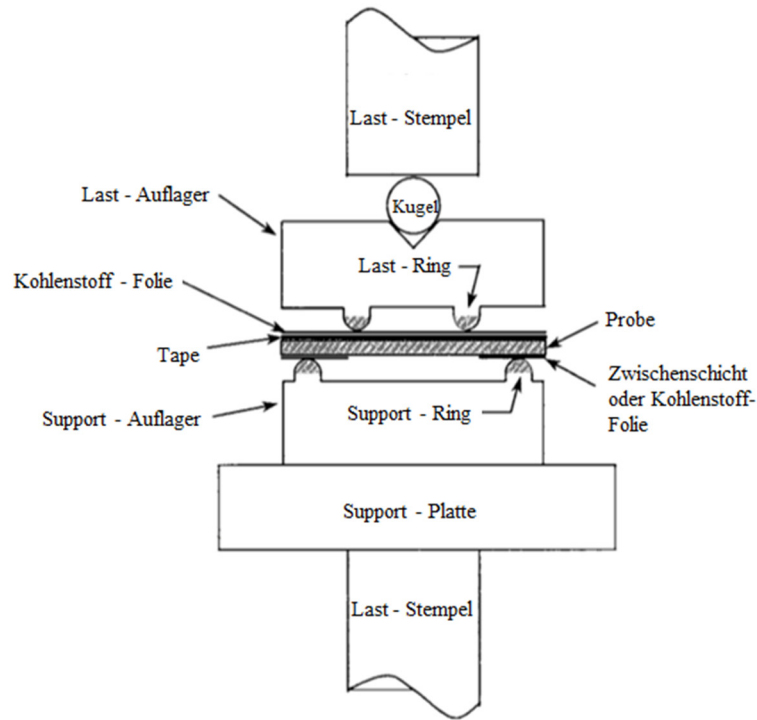


Abbildung 19: Aufbau RoR-Versuch nach [43]

2.2.4. Vergleich der Versuchsmethoden

In Tabelle 2 werden die wichtigsten Aspekte der einzelnen Versuchsmethoden vergleichend zusammengefasst. Die Aussagen gelten für die Verwendung derselben Probengeometrie für jeden Versuch.

Tabelle 2: Vergleich der wichtigsten Aspekte des B3B-, P3B- und RoR-Versuchs

Aspekt	B3B-Versuch	P3B-Versuch	RoR-Versuch
$V_{\text{eff}}, S_{\text{eff}}$	< P3B	-	> P3B
Genauigkeit	< 2% Fehler [32]	Unbekannt	5-14% Fehler [43]

Flexibilität der Geometrie	Hoch, Miniaturisierung möglich [25, 48, 49]	lt. ISO 6872: gering	keine sehr kleine Proben möglich, stärkere Einschränkungen für t/D_A als bei B3B
Praktische Durchführung	Einfach	Einfach	Aufwendig
Versuchsdauer	Gering	Gering	Mittel
Probenvorbereitung	Keine	Keine	Keine/Tape

Effektives Volumen: Die Spannungsverteilung des B3B-Versuchs weist im Gegensatz zu dem P3B- oder RoR-Versuch keine ausgedehnten Bereiche hoher konstanter Spannung auf, weshalb die effektiven Größen (Volumen oder Oberfläche) vergleichsweise sehr klein sind. Das Spannungsfeld des P3B-Versuchs unterscheidet sich von dem RoR-Versuch vor allem durch den Bereich zwischen Lasteinleitung und Auflager. Da die Spannung zwischen den Auflagerkugeln abfällt, weist dieser Versuch kleinere effektive Größen als der RoR-Versuch auf.

Genauigkeit: Die hohe Genauigkeit des B3B Versuchs kann auf mehrere Gründe zurückgeführt werden. Einerseits können bei dem B3B-Versuch aufgrund der frei beweglichen Auflagerkugeln keine Reibungseffekte auftreten. Zusätzlich können Lagerkugeln mit hoher Fertigungsgenauigkeit als Auflager und Lasteinleitung verwendet werden. Des Weiteren spielt die Parallelität der Proben eine geringere Rolle als bei den anderen beiden Versuchen. Daher kann von einem Fehler $< 2\%$ ausgegangen werden. Die Genauigkeit des P3B-Versuchs ist vergleichsweise geringer, da die Lastverteilung unter dem Piston sowie die Reibungszustände nicht bekannt sind. Die unbekannte Verteilung der Last durch die Verwendung von Zwischenschichten sowie die hohe Empfindlichkeit auf die Geometrie der Proben und Auflager (Parallelität, Unebenheit der Probe) führen zu einer vergleichsweise geringen Genauigkeit des RoR-Versuchs.

Flexibilität der Geometrie: Für den B3B-Versuch können eine Vielzahl an Geometrien mit unebener Oberfläche bis hin zur Miniaturisierung verwendet werden, daher ist die Flexibilität der Geometrie hoch. Die Probengeometrie wird durch $0.1 \leq t/R \leq 0.5$ und $0.7 \leq R_A/R \leq 0.9$ begrenzt. Da Gleichung (27) zur Berechnung der Spannung für den P3B-Versuch nur für Geometrien nach der Norm ISO 6872 verwendet werden darf,

ist die Geometrie stark eingeschränkt und die Flexibilität gering. Für den RoR-Versuch ist eine Miniaturisierung nicht möglich und es müssen sehr dünne Platten verwendet werden, da die Obergrenze für das Verhältnis t/R oder t/D_A ungefähr mit der Untergrenze des B3B-Versuchs übereinstimmt. Zusätzlich liegt die Untergrenze für t/D_A vergleichsweise nahe. Für die LTC-Keramik beispielsweise gilt $0.1 \geq t/D_A \geq 0.07$.

Praktische Durchführung, Versuchsdauer und Probenvorbereitung: Der B3B-Versuch ist simpel und schnell durchzuführen, da eine exakte Positionierung der Probe bereits durch das Auflager gewährleistet wird. Außerdem besteht keine Notwendigkeit, Zwischenschichten zu verwenden, weshalb die Versuchsdauer kurz ist und die Probenvorbereitung wegfällt. Gleiches gilt für den P3B-Versuch, da die gleichen Auflager und ebenfalls keine Zwischenschichten verwendet werden. Der RoR-Versuch wird durch die Verwendung der Zwischenschichten und die Positionierung mittels Schablonen deutlich erschwert. Werden keine losen Schichten während des Versuchs verwendet, müssen die Proben zuvor beklebt und das Tape zurechtgeschnitten werden.

3. Probenmaterial und Vorbereitung

3.1. Frialit F99,7

Das Material Frialit F99.7 (im weiteren Text kurz als "Frialit" bezeichnet) besteht zu 99.7% aus Al_2O_3 und 0.3% MgO . Es stammt von der Firma KYOCERA Fineceramics-Solutions GmbH (Mannheim, DE) [50]. Das gesinterte Rohmaterial wurde in Form von Stäben mit zwei unterschiedlichen Durchmessern (~17mm, ~28mm) geliefert. Anschließend wurden die Stäbe am ISFK (Lehrstuhl für Struktur und Funktionskeramik) in Scheiben mit zwei Dicken (0.8mm und 1mm für 17mm Durchmesser, 1mm und 1.7mm für 28mm Durchmesser) pro Stabdurchmesser geschnitten. Einen Überblick über die verwendeten Proben ist in Tabelle 4 vorzufinden. Des Weiteren wurde je Probe eine Oberfläche bis auf Oberflächenqualität D15 mit Diamantwerkzeugen flachgeschliffen und bei Versuchen immer als Zugseite verwendet. Abbildung 20 zeigt das Gefüge von Frialit. Bei den stäbchenförmigen Ausscheidungen handelt es sich um Spinell (MgAl_2O_4), das sich aus Al_2O_3 und MgO gebildet hat [51]. Die Materialkennwerte laut Herstellerangaben sind in Tabelle 3 ersichtlich [50]. Die ungefähre Probengeometrie und Bezeichnungen für zukünftige Serien sind aus Tabelle 4 zu entnehmen.

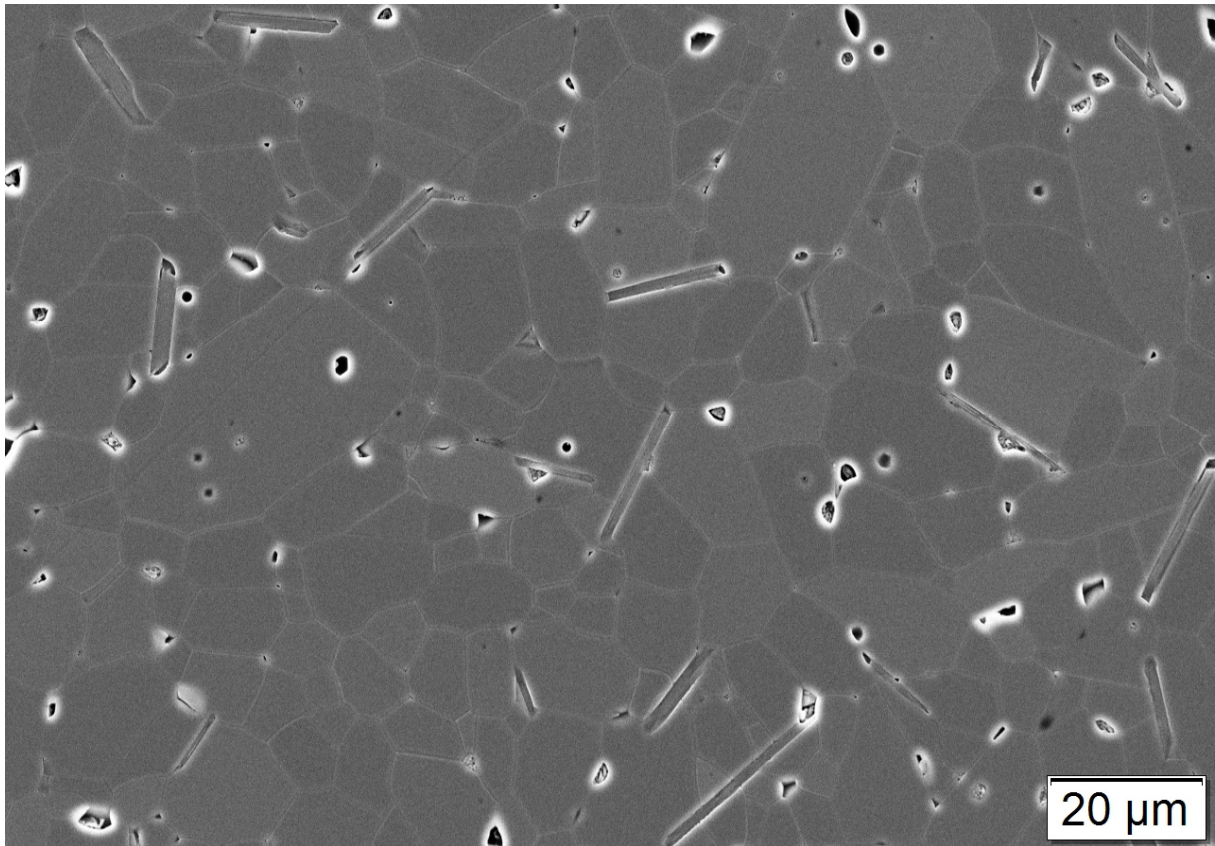


Abbildung 20: Gefügebild Frialit: stäbchenförmige Spinell-Ausscheidungen, Poren und Körner

Tabelle 3: Materialkennwerte Frialit [50]

Kennwert	Einheit	Frialit F99,7
Dichte	[g/cm ³]	≥ 3.90
Reinheit	[Gew.-%]	> 99.5
Offene Porosität	[Vol.-%]	0
Mittlere Kristallitgröße	[μm]	10
Biegebruchfestigkeit DIN-EN 843-1	[MPa]	350
Weibullmodul	[-]	> 10
Bruchzähigkeit K _{Ic} (SEVNB)	[MPa m ^{1/2}]	3.5
Druckfestigkeit	[MPa]	3500
Elastizitätsmodul	[GPa]	380
Poisson-Zahl	[-]	0.22
Vickers Härte HV1	[-]	1760

Tabelle 4: Probenübersicht Frialit

Probengeometrie (D × H)	Verfügbare Probenanzahl	Oberflächen- bearbeitung	Proben- bezeichnung
17.5mm × 0.8mm	26	D15	17-0.8
17.5mm × 1mm	109	D15	17-1
28.5mm × 1mm	135	D15	28-1
28.5mm × 1.7mm	106	D15	28-1.7

3.2. LTC-Keramik

Das zweite untersuchte Material ist eine LTC-Keramik bestehend aus einer Glaskeramik mit Al_2O_3 -Körnern und liegt in dünnen quadratischen Platten vor. Es stehen zwei unterschiedliche Oberflächenzustände "nassgestrahlt" und "sandgestrahlt" zur Verfügung. Die Materialcharakterisierung wurde bereits vor Beginn dieser Arbeit am ISFK und MCL (Materials Center Leoben Forschung GmbH) durchgeführt [52]. Das Gefüge in Abbildung 21 zeigt mehrere Phasen. Die Materialkennwerte sind in Tabelle 5 zu finden.

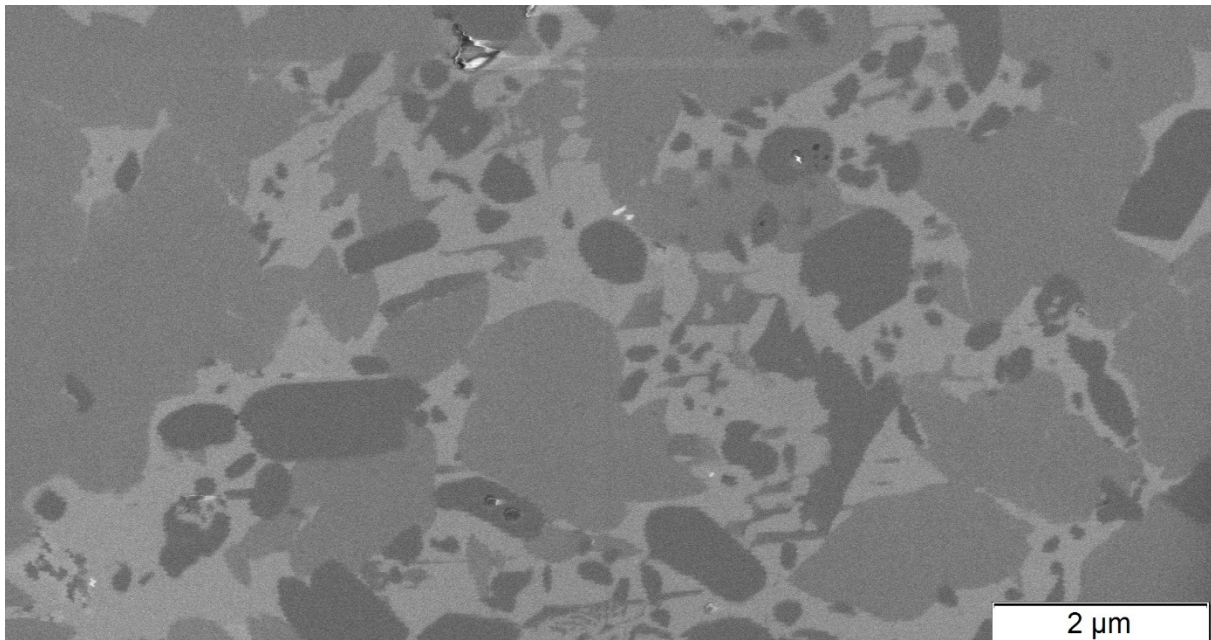


Abbildung 21: Gefügebild LTC-Keramik [52]

Tabelle 5: Materialkennwerte LTC-Keramik [52]

Kennwert	Einheit	LTC-Keramik
Elastizitätsmodul	[GPa]	149.9
Poissonzahl	[-]	0.236
Vickers Härte HV1	[-]	847 ± 22

Die untersuchten Probengeometrien und Oberflächenbearbeitungen sind in Tabelle 6 ersichtlich. Des Weiteren wird die Probenbezeichnung für die kommenden Versuchsserien angegeben.

Tabelle 6: Probenübersicht LTC-Keramik

Probengeometrie (L×B×H)	Verfügbare Probenanzahl	Oberflächen- bearbeitung	Proben- bezeichnung
20mm × 20mm × 0.4mm	97	Nassgestrahlt	20-N
20mm × 20mm × 0.4mm	98	Sandgestrahlt	20-S
13mm × 13mm × 0.4mm	189	Nassgestrahlt	13-N
13mm × 13mm × 0.4mm	132	Sandgestrahlt	13-S

3.1. Hilfsmaterialien

Um normgerecht zu prüfen, wurden diverse Zwischenschichten zur Verringerung der Reibung verwendet. Auch wurde der Einfluss selbstklebender Verstärkungsringe zur einfacheren Handhabung der gebrochenen Proben geprüft. Selbstklebende Folien wurden stets auf der Druckseite der Proben geklebt, um einen Einfluss auf die Festigkeit so gering wie möglich zu halten. Um die Reibung auf der Zugseite zu verringern, wurden lose Tapes zwischen Auflager und Probe gelegt [43].

3.1.1. Teflon-Folie

Diese lose Folie wird von der Firma High-tech-flon® (Konstanz, DE) hergestellt, die wichtigsten Materialkennwerte sind in Tabelle 7 aufgelistet und ein Stück Folie ist in Abbildung 24 gezeigt [53].

Tabelle 7: Diverse Materialkennwerte der Teflon-Folie [53]

Kennwert	Einheit	PTFE virginale Folie 0.05 - 600
Nominelle Dicke	[μm]	50
Breite	[mm]	600
Spezifisches Gewicht	[g/cm ³]	~ 2.18
Temperaturbeständigkeit	[°C]	-150 bis +260

Da High-tech-flon® (Konstanz, DE) kaum Materialparameter angibt, werden zusätzlich die Kennwerte eines vergleichbaren Produkts der Firma DuPont de Nemours (Wilmington, USA) bei Raumtemperatur (23°C) in Tabelle 8 angegeben [54].

Tabelle 8: Diverse Materialkennwerte des Teflon-Tapes [54]

Kennwert	Einheit	Teflon® PTFE
Streckgrenze	[MPa]	9
Zugfestigkeit	[MPa]	31
Bruchdehnung	[%]	400
Poisson-Zahl	[-]	0.46
Härte (Shore D)	[-]	55
Reibungskoeffizient (statisch, gegen Stahl)	[-]	0.05 - 0.08
Reibungskoeffizient (dynamisch, gegen Stahl)	[-]	0.10 - 0.13

3.1.2. Teflon-Tape

Dieses Tape stammt ebenfalls von der Firma High-tech-flon® (Konstanz, DE). Der wesentlichste Unterschied zur Teflon-Folie ist die selbstklebende Schicht, Abbildung 25 zeigt eine beklebte Probe. Durch den Kleber erhöht sich die Dicke der Beklebung von 51µm um 38µm auf 89µm. Zusätzlich ist die Verwendung dieser Folie eingeschränkt, da ein „Durchstanzen“ des Tapes bei hohen Bruchkräften beobachtet wird. Dies führt zu einem kurzzeitigen Einbruch der Kraft, der für die getesteten Proben zufällig im Bereich der Bruchkraft liegt. Folglich wird die Unterscheidung zwischen dem tatsächlichen Bruch und dem „Durchstanzen“ erschwert. Abbildung 22 und Abbildung 23 veranschaulichen dieses Verhalten.

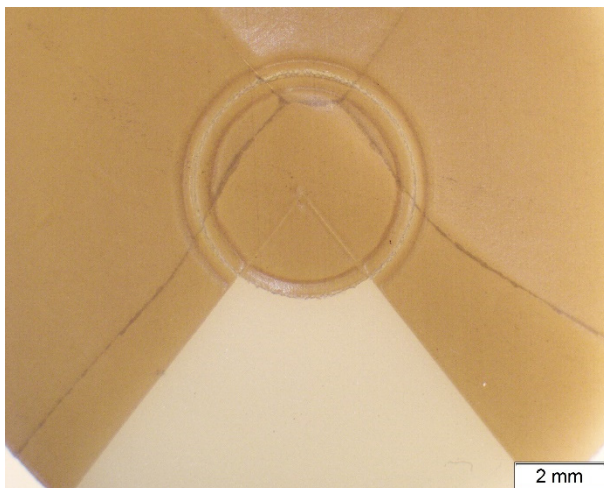


Abbildung 22: Nahaufnahme einer Frialit-Probe mit durchgestanztem Teflon-Tapes

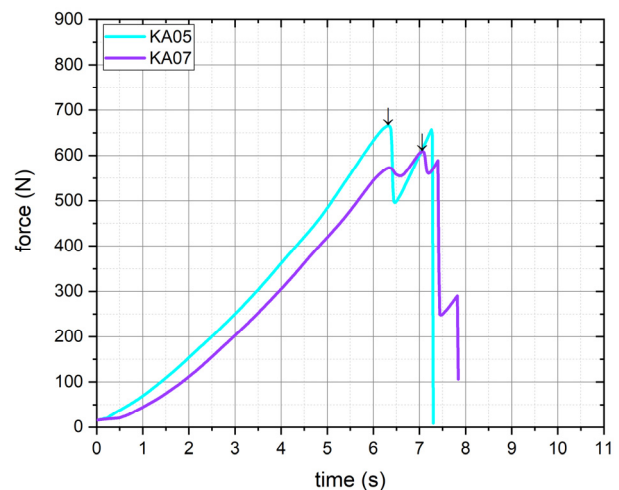


Abbildung 23: Kraftverlauf mit Versagen des Tapes (1. Kraftabfall) und der Probe (2. Kraftabfall)

Die Materialkennwerte des Herstellers sind in Tabelle 9 gezeigt [55]. Ergänzend können dieselben Eigenschaften wie für die zuvor beschriebene Teflon-Folie aus Tabelle 8 herangezogen werden.

Tabelle 9: Diverse Materialkennwerte des Teflon-Tapes [55, 56]

Kennwert	Einheit	PTFE Klebeband 0.08 V SW
Nominelle Dicke	[µm]	51 zzgl. Kleber
Kleberdicke	[µm]	38

Klebertyp	[-]	Silikon
Klebekraft	[N/cm]	5.4
Spezifisches Gewicht	[g/m ²]	111
Temperaturbeständigkeit	[°C]	-70 bis +250

3.1.3. Gummi-Folie

Um auch bei hohen Prüfkräften prüfen zu können, wurde auch ein deutlich dickerer Gummi verwendet, wie in Abbildung 26 dargestellt. Verwendet wurde grünes Theraband® der Firma TheraBand/Performance Health (Warrenville, USA) aus Latex. Die gemessene Dicke beträgt 400µm.

3.1.4. "Blaues Tape"

Um verschiedene Zwischenschichten variieren zu können, wurde auch das blaue selbstklebende Polyestertape Flashbreaker® 1 der Firma Airtech (Differdange, LU) für Druckseiten verwendet. Für die wichtigsten Daten siehe Tabelle 10 [57], eine beklebte Probe ist in Abbildung 27 ersichtlich.

Tabelle 10: Materialkennwerte der blauen Folie [57]

Kennwert	Einheit	Flashbreaker® 1
Gesamte Dicke	[µm]	55
Foliendicke	[µm]	25
Kleberdicke	[µm]	30
Klebertyp	[-]	Silikon
Breite	[cm] / [in]	2.54 / 1
Bruchdehnung	[%]	100
Spezifisches Gewicht	[g/m ²]	111
Temperaturbeständigkeit	[°C]	bis +204

3.1.5. Verstärkungsring

Bei den Verstärkungsringen handelt es sich um selbstklebende Kunststoffringe, die oftmals bei gelochtem Papier rund um das gestanzte Loch geklebt werden, siehe Abbildung 28. Verwendet wurden die Ringe, um den Zusammenhalt der Probe nach dem Bruch zu gewährleisten. Da die Ringe stets auf die Druckseite geklebt und kein Kontakt mit einem lastaufbringenden Körper hergestellt wurde, wird auf die Materialkennwerte nicht näher eingegangen.

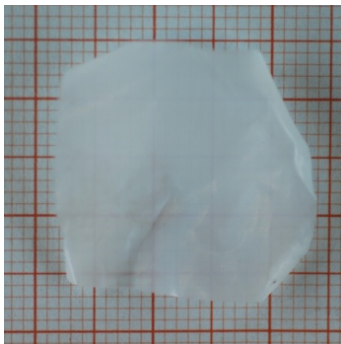


Abbildung 24: Teflon-Folie

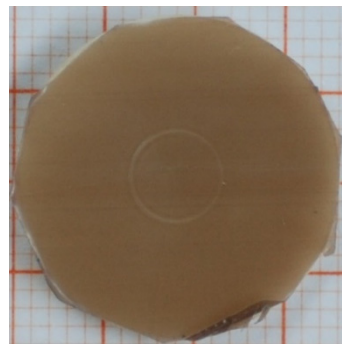


Abbildung 25: Probe mit Teflon-Tape auf der Druckseite

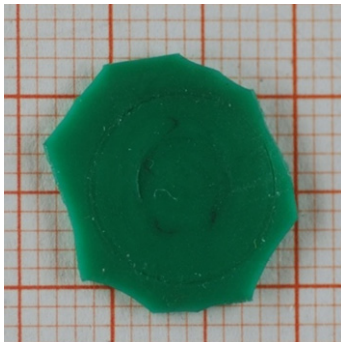


Abbildung 26: Gummi-Tape

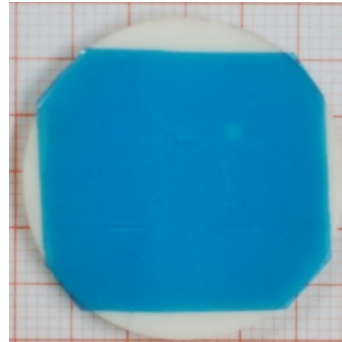


Abbildung 27: Proben mit blauem Tape auf der Druckseite

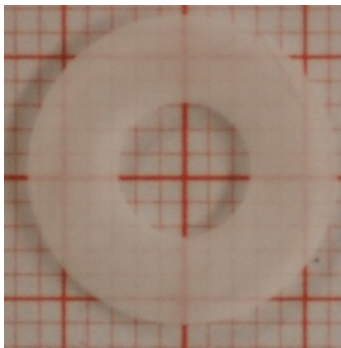


Abbildung 28: Verstärkungsring, geklebt auf Papier

4. Versuchsdurchführung

Da teilweise auch abweichend von den gängigen Normen geprüft wurde, werden die Versuchsdurchführung und der Messablauf für einige Serien jedes Versuchs kurz beschrieben [26, 43]. Tabelle 11 und Tabelle 12 geben die Präfixe, Suffixe und ihre Bedeutung für die Probenserienbezeichnung der folgenden Kapitel wieder.

Tabelle 11: Präfixe der Probenserienbezeichnung und ihre Bedeutungen

Präfix	Bedeutung
B-	Ball-on-Three-Balls-Versuch
P-	Piston-on-Three-Balls-Versuch
R-	Ring-on-Ring-Versuch

Tabelle 12: Suffixe der Probenserienbezeichnung und ihre Bedeutungen

Suffix	Bedeutung
Kein Suffix	Keine Zwischenschicht verwendet
-T	Teflon-Folie/-Tape verwendet
-BT	Blaues Tape auf Druckseite
-2G	Je eine Lage Gummi-Tape auf Zug- und Druckseite
-R	Verstärkungsring auf Druckseite
-EX	Exzentrische Ausrichtung der Ringe beim RoR-Versuch

Alle Festigkeitsversuche wurden mit der Spindelprüfmaschine Zwick Z010 der Firma Zwick/Roell (Ulm, DE) mit EDC Elektronik der Firma Doli (Münsingen, DE) und der Doli Test and Motion Software durchgeführt. Für Frialit-Proben wurde eine 10kN Kraftmessdose verwendet, für LTC-Keramik-Proben eine 200N Kraftmessdose. Die Dicke der Frialit-Proben wurde bereits vor Beginn der Arbeit mit einer Mikrometerschraube bestimmt. Gemessen wurde an 3 Position und der Mittelwert wurde zur Berechnung herangezogen [51]. Die Dicke der LTC-Keramik-Proben wurde in der Mitte der Probe mit einer Mikrometerschraube bestimmt.

4.1. B3B-Versuch

Da das ISFK bereits zahlreiche Publikation zur Durchführung und Ablauf des Ball-on-Three-Balls Versuchs publiziert hat, sei an dieser Stelle nur auf einige davon verwiesen [34, 36, 58]. Abbildung 29 und Abbildung 30 zeigen die verwendeten Auflager. Eingezeichnet ist der Auflagerdurchmesser. Die verwendeten Stahlkugeln weisen einen Durchmesser von 8.731mm bzw. 11/32 Inch (Auflager B3B klein) und 15.08mm bzw. 19/32 Inch (Auflager B3B groß) auf. Der gedrehte Zylinder ist aus Messing gefertigt. Die Probenserienbezeichnung und die Versuchsparameter Vorkraft F_v , Prüfgeschwindigkeit v , relative Luftfeuchtigkeit LF, Prüftemperatur T, Stichprobengröße N und allgemeine Anmerkungen aller durchgeführten B3B Versuche für das Material Frialit und die LTC-Keramik sind in Tabelle 13 und Tabelle 14 ersichtlich.

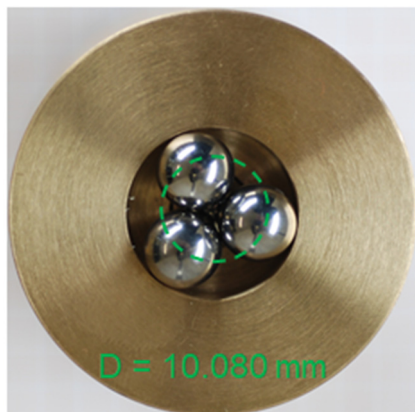


Abbildung 29: Auflager „B3B Klein“

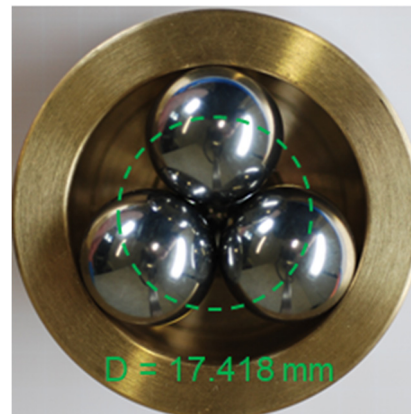


Abbildung 30: Auflager „B3B Groß“

Tabelle 13: Übersicht Versuchsbedingungen zu den Probenserien B3B Frialit

Bezeichnung	F_v [N]	v [mm/min]	LF [%]	T [°C]	N [-]	Anmerkung
B-17-1	20	0.5	49/19	24.8/23.2	15/15	- / bereits geprüft [51]
B-28-1	10	0.5	24	23.2	30	100% bereits geprüft [51]
B-28-1.7	20	2	52	22.6	30	-
B-28-1.7-BT	20	2	51	22.4	32	-

Tabelle 14: Übersicht Versuchsbedingungen zu den Probenserien B3B LTC-Keramik

Bezeichnung	F_v [N]	v [mm/min]	LF [%]	T [°C]	N [-]	Anmerkung
B-13-N	2	0.7	34	23.7	33	-
B-13-N-R	2	0.7	35	24	30	-
B-13-N-BT	2	0.7	35	24.3	30	-
B-20-N	2	1.5	37	24.8	47	-
B-13-S	2	0.7	34	23	33	-
B-20-S	2	1.5	35	24.7	48	-

4.2. P3B-Versuch

Der Piston-on-Three-Balls Versuch läuft nahezu gleich wie der B3B-Versuch ab und verwendet das gleiche aus Messing gefertigte Auflager und Stahlkugeln wie zuvor in Abbildung 29 gezeigt. Der einzige Unterschied liegt in der Verwendung eines Zylinders mit Piston aus Hartmetall zur Lastaufbringung auf der Druckseite. Der Piston und sein Durchmesser sind in Abbildung 31 dargestellt. Zur Durchführung des Versuchs wird zuerst der Keil vollständig zwischen Auflager und Stempel eingebracht und danach der Zylinder mit Piston in die Bohrung des B3B-Auflagers eingebracht. Anschließend folgt die Probe mit 3 Auflagerkugeln. Der Keil wird auf die nächste Stufe herausgezogen, die Vorkraft aufgebracht. Wurde die Vorkraft erreicht, kann der Stab vollständig entfernt werden. Fällt die Vorkraft gar nicht oder kaum ab, kann der Versuch gestartet werden. Tabelle 15 zeigt die Parameter des P3B-Versuchs für das Material Frialit.



Abbildung 31: Zylinder mit Piston

Tabelle 15: Übersicht Versuchsbedingungen zu den Probenserien P3B Frialit

Bezeichnung	F_v [N]	v [mm/min]	LF [%]	T [°C]	N [-]	Anmerkung
P-17-1-R	10	1	50/19	24.3/22.7	14/16	- / bereits geprüft [51] Geometrie liegt außerhalb des Interpolationsbereiches

4.3. RoR-Versuch

Der Ring-on-Ring-Versuch benötigt im Gegensatz zum B3B- und P3B-Versuch zusätzlich Schablonen, um die Proben relativ zu den Auflagern zu zentrieren. Diese sind für runde Proben in Abbildung 32 sowie für rechteckige Proben in Abbildung 33 gezeigt. Das Auflager „RoR Klein“ weist einen Auflagerringdurchmesser von 9.990mm und einen Lastringdurchmesser von 4.973mm auf. Das Auflager „RoR Groß“ weist einen Auflagerringdurchmesser von 17.244mm und einen Lastringdurchmesser von 8.311mm auf. Alle Auflagerteile sind in Abbildung 34 bis Abbildung 37 zu sehen. Der Ringradius der Bestandteile des Auflagers "RoR Groß" beträgt 1.2mm, beim Auflager "RoR Klein" sind es 0.75mm. Die Auflager sind aus dem Vergütungsstahl 42CrMo4 (1.7225) gefertigt und durch Abschrecken im Wasserbad von 800°C - 900°C auf HRC > 40 gehärtet. Mit einer kleinen Kerbe am Rand jedes Auflagers kann eine gleiche Ausrichtung der Auflagerringe zueinander sichergestellt werden. Zusätzlich besitzen die Auflager mit Auflagerring zwei Bohrungen an der Unterseite, um sie mittels zwei Passstiften auf dem Probenstisch zu fixieren. Eine Skizze des verwendeten Aufbaus ist in Abbildung 19 ge-

zeigt. Der Versuch beginnt mit der Positionierung des Auflagers auf den Passstiften des Probentischs. Falls gewünscht, wird anschließend eine lose Folie auf das Auflager gelegt. Danach kann die Probe mithilfe der Schablone positioniert werden. Falls die Probe beklebt ist, sollte diese Seite sichtbar sein. Falls sie nicht beklebt ist und eine Verringerung der Reibung gewünscht ist, wird eine Zwischenschicht auf die Probe gelegt. Anschließend wird das Auflager mit dem Lastring mittels Schablone auf der Probe positioniert und die Kugel zur Lasteinleitung auf das Auflager gelegt. Die Vorkraft wird aufgebracht, die Schablone kann entfernt und der Versuch gestartet werden. Ein Überblick über die Probenserienbezeichnung und Versuchsparameter ist für das Material Frialit und die LTC-Keramik in Tabelle 16 und Tabelle 17 gezeigt.

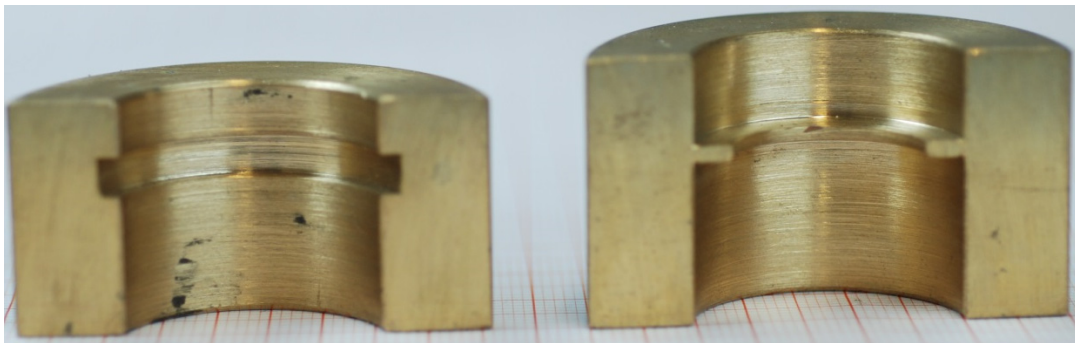


Abbildung 32: Schablonen für runde Proben (links 28mm Durchmesser, rechts 17mm Durchmesser)

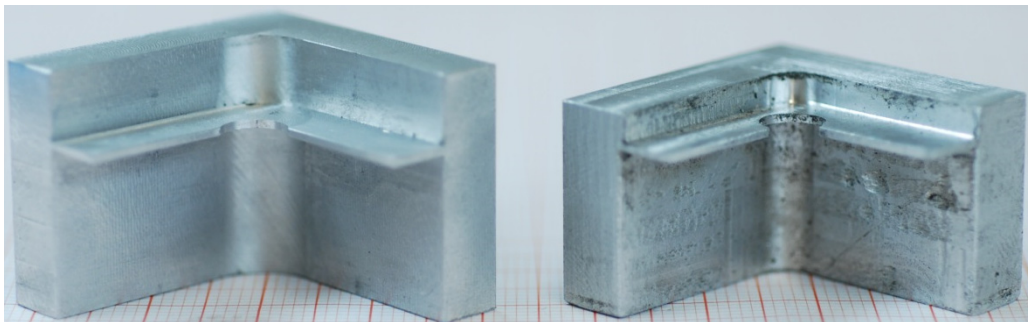


Abbildung 33: Schablonen für quadratische Proben (links 20mm Kantenlänge, rechts 13mm Kantenlänge)

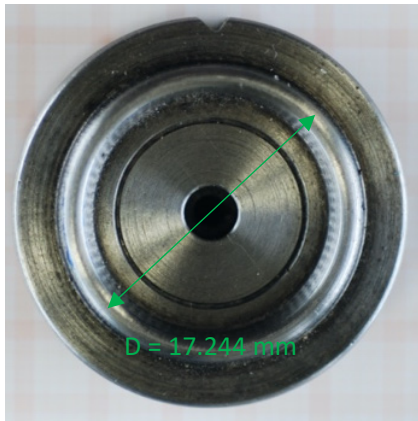


Abbildung 34: Untere Hälfte Auflager "RoR Groß"

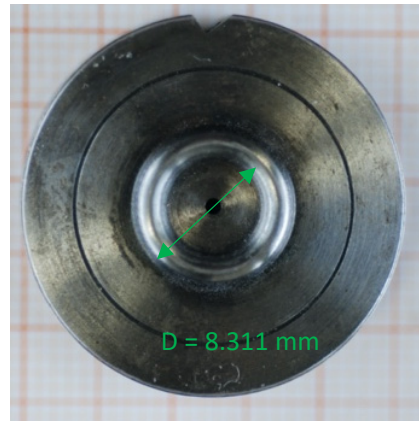


Abbildung 35: Obere Hälfte Auflager "RoR Groß"

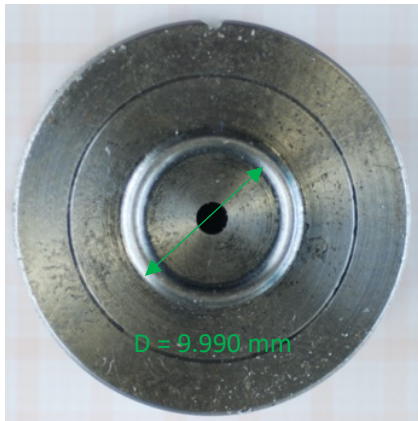


Abbildung 36: Untere Hälfte Auflager "RoR Klein"

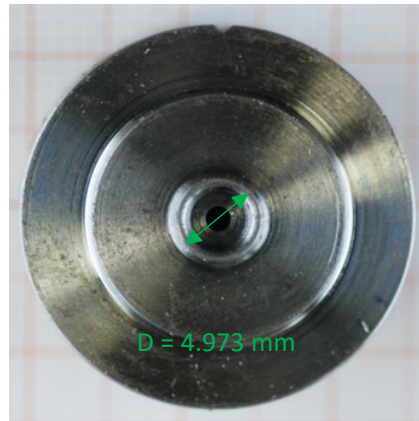


Abbildung 37: Obere Hälfte Auflager "RoR Klein"

Tabelle 16: Übersicht Versuchsbedingungen zu den Probenserien RoR Frialit

Bezeichnung	F_v [N]	v [mm/min]	LF [%]	T [°C]	N [-]	Anmerkung
R-17-0.8-T	20	1.5	21	22.6	26	100% bereits geprüft [51]
R-17-1-T	20	5	21	22.9	11	100% bereits geprüft [51] Ungültig da Tape durchgestanzt Nach ASTM C1499 (Gleichung (35)): $t_{\max, \text{soll}} = 0.999 \text{ mm}$ $t_{\text{mittel, ist}} = 0.996 \text{ mm}$
R-17-1-BT	20	5	52	23.1	13	Dicke siehe R-17-1-T
R-17-1-2G	20	5	21	22.9	17	100% bereits geprüft [51] Dicke siehe R-17-1-T

R-28-1	20	1.5	50	24.5	28	Nicht normgerecht, da keine Zwischenschicht
R-28-1-T	20	1.5	21	22.6	30	100% bereits geprüft [51]
R-28-1-BT	20	8.5	49	21.5	29	-

Tabelle 17: Übersicht Versuchsbedingungen zu den Probenserien RoR LTC-Keramik

Bezeichnung	F_v [N]	v [mm/min]	LF [%]	T [°C]	N [-]	Anmerkung
R-13-N	8	2	37	23.5	29	Nicht normgerecht, da keine Zwischenschicht
R-13-N-T	8	2	37	23.2	32	-
R-13-N-EX	9	1.7	29	23.5	31	Nicht normgerecht, da keine Zwischenschicht und exzentrisch
R-13-S-T	8	2	37	22.7	31	-
R-13-S-EX	9	1.7	29	23.1	34	Nicht normgerecht, da keine Zwischenschicht und exzentrisch
R-20-N-T	9	2	29	24	50	Nach ASTM C1499 zu dünn (Gleichung (35)): $t_{\min, \text{soll}} = 0.680\text{mm}$ $t_{\text{mittel, ist}} = 0.407\text{mm}$
R-20-S-T	9	2	29	23.7	44	Nach ASTM C1499 zu dünn (Gleichung (35)): $t_{\min, \text{soll}} = 0.680\text{mm}$ $t_{\text{mittel, ist}} = 0.414\text{mm}$

5. FEM-Berechnungen

Ergänzend zur Prüfung der Proben wurden Simulationen des RoR-Versuches für das Material Frialit durchgeführt. Dabei wurde der Einfluss der Reibung und der Einfluss von unebenen Last- und Auflage-Ringen auf das Spannungsfeld untersucht. Verwendet wurde das Finite-Elemente Programm ANSYS® R19.1, Academic. Unter Verwendung der APDL (Ansys Parametric Design Language) können mehrere Simulation mit unterschiedlichen Eingabeparametern in einem .inp-File als FORTRAN-Code vorbereitet und eingelesen werden [59].

5.1.1. RoR mit Reibung

Fessler & Fricker untersuchten bereits den Einfluss steigender Reibung an den Auflageringen auf die radiale Spannungskomponente im Zentrum der Probe [37, 38]. Um den Einfluss der Reibung auf das gesamte Spannungsfeld im RoR-Versuch zu untersuchen, wurden verschiedene Extremfälle simuliert. Unter der Annahme, dass die wahre Lösung sich zwischen den Extremfällen befindet, wurden folgende Szenarios behandelt:

- Fall 1: Abrutschen auf beiden Auflagerringen möglich, keine Reibung
- Fall 2: Abrutschen auf dem Support-Auflagerring möglich
- Fall 3: Abrutschen auf dem Last-Auflagerring möglich
- Fall 4: Kein Abrutschen möglich

Verwirklicht wurde das Verhindern des Abrutschens durch das Hinzufügen von geeigneten Randbedingungen, die keine Bewegung in radialer Richtung ermöglichen. Aufgrund der Rotationssymmetrie reicht es aus, nur ein 2D-Element der Probe vom Mittelpunkt bis zum Probenrand zu berechnen. Verwendet wurden PLANE 183 Elemente. Die Größe der gleichseitigen Elemente wurde auf die Dicke der Probe bezogen, sodass diese durch 25 Elemente repräsentiert wird. Auf dieser Basis wird ein Netz bestehend aus 8775 Elemente mit 27078 Knoten kreiert. Für jeden Reibungsfall wurde die Kraft an einem Knoten, der den Lastringradius vom Mittelpunkt entfernt ist, auf der Oberfläche

aufgebracht. Zusätzlich wurde die Bewegung der Probe am Supportringradius in Kraft-richtung verhindert. Für den Fall 1 ohne Reibung wurden keine zusätzlichen Änderungen durchgeführt. Um das Abrutschen auf den Auflagerringen zu verhindern, wurde zusätzlich die Bewegung in radialer Richtung verhindert. Im Fall 4 wurde dies für den Oberflächenknoten der Krafteinleitung und an der Position der bereits bestehenden Randbedingung für den Supportring durchgeführt. Im Fall 2 wurde diese zusätzliche Bedingung nur für den Supportring eingeführt, im Fall 3 nur bei der Lasteinleitung. Das vernetzte Modell für Fall 4 ist in Abbildung 38 dargestellt. Die aufgebrachte Kraft wird als roter Pfeil dargestellt, die Einschränkung der Bewegungen in die entsprechenden Richtungen durch Dreiecke in Cyan. Der Mittelpunkt der Probe befindet sich auf der linken Seite. Tabelle 18 zeigt die verwendeten Geometrie- und Materialparameter. Diese wurden so gewählt, dass der RoR-Versuch für das Material Frialit und die Geometrie 28-1 simuliert wird.

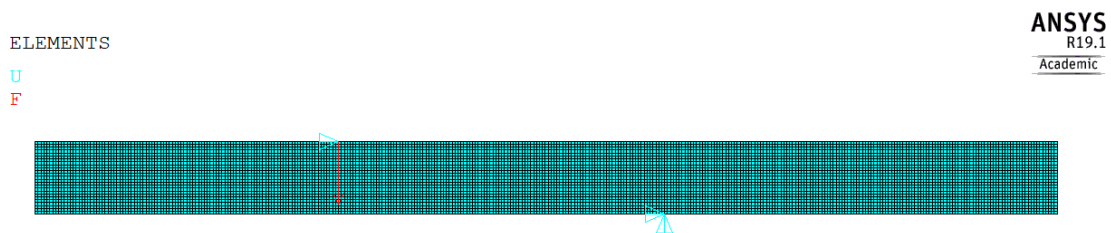


Abbildung 38: Vernetztes 2D-Modell für den RoR-Versuch und Frialit-Proben mit 28mm Durchmesser (Fall 4)

Tabelle 18: Geometrie- und Materialparameter für die Finite-Elemente Berechnungen zum Reibungseinfluss

Kennwert	Größe
Probendurchmesser	28mm
Probendicke	1mm
Supportringdurchmesser	17.244mm
Lastringdurchmesser	8.311mm
Poisson-Zahl	0.22
Elastizitätsmodul	380,000MPa
Aufgebrachte Kraft F	600N

5.1.2. RoR und Einfluss der Unebenheiten

Neben dem Einfluss der Reibung wurde auch der Einfluss von Unebenheiten der Probe und des Lastringes auf das Messergebnis untersucht. Dies beruht auf der Annahme, dass kein perfekter Linienkontakt, sondern eher eine Reihe von Punktkontakten vorliegt. Unterstützt wird diese Annahme durch die Beobachtung eines Abdruckes des Lastringes des RoR-Auflagers „klein“ auf einer AlN-Probe. Die Schwärzung ist nicht gleichmäßig entlang des Umfanges. Diese Veränderung für den Lastring des Auflagers „klein“ wird in Abbildung 39 und Abbildung 40 gezeigt. Es ist an der Linienstärke der Verfärbung deutlich zu erkennen, dass keine konstante Lastverteilung vorliegt.

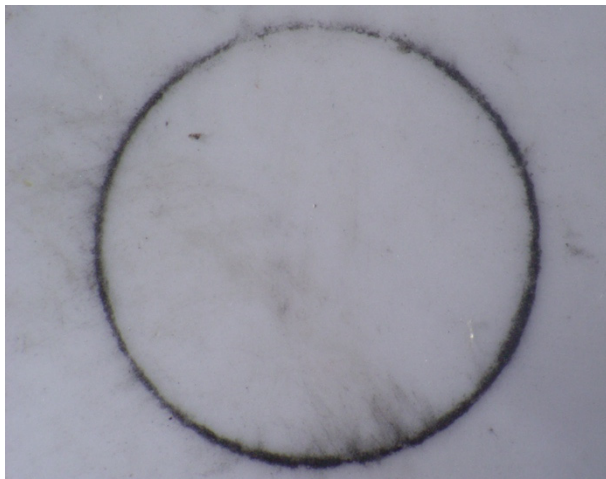


Abbildung 39: Unregelmäßigkeit bei Belastung mit dem RoR-Auflager „klein“

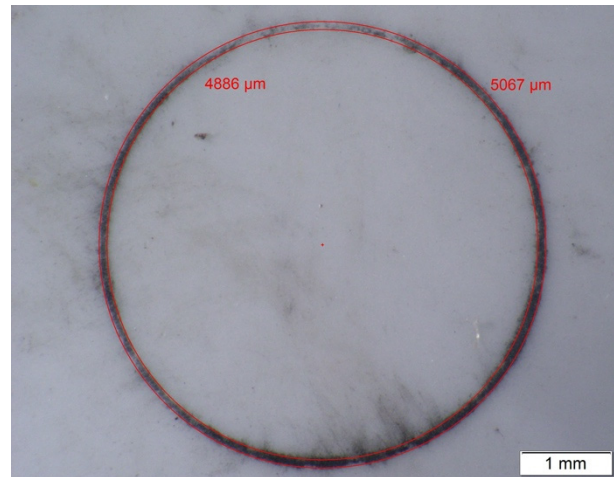


Abbildung 40: Abbildung 39 mit innerem und äußerem Durchmesser

Zur Untersuchung dieses Einflusses wurde erneut die Finite Elemente Methode verwendet. Die ungleichmäßige Belastung wurde durch einen Cosinus-förmigen Kraftverlauf entlang des Lastringes verwirklicht, der einzelne Last-Maxima und -Minima nachstellen soll. Somit ergibt sich die Kraft F , die auf einem Punkt des Lastringes der Probe mit Winkel Θ wirkt, aus folgender Formel:

$$F = F_{konst} + F_{konst} A \cos(\Theta Z) \quad (40)$$

Der Parameter F_{konst} gibt jene Kraft vor, die bei perfekter, gleichmäßiger Krafteinleitung auf die Probe wirkt. Der Parameter A gibt die Amplitude der Oszillation vor. Wird er 0 gesetzt, wirkt keine zusätzliche Kraft zu F_{konst} . Wird er 1 gesetzt, ist die Amplitude der Oszillation so groß, dass an den Stellen der Maxima lokal $2 \cdot F_{konst}$ und an den Stellen der Minima keine Kraft wirkt. Der Parameter Z gibt die Anzahl der Last-Maxima und -Minima vor. Wird er zum Beispiel 3 gesetzt, treten 3 gesamte Schwingungsperioden des Cosinus über den Lastringumfang verteilt auf. Um die Rechendauer zu minimieren, wurde nur die Hälfte der Probe in einem 3D-Modell berechnet. Dies wird durch die Spiegelsymmetrie bei Verwendung ganzzahliger Werte für den Parameter Z ermöglicht. Zusätzlich wird durch die Verwendung ganzzahliger Werte auch die Summe der wirkenden Kraft konstant gehalten. Durch Variation dieser beiden Parameter kann der Belastungszustand von leicht unregelmäßiger Krafteinleitung bis hin zu einzelnen Auflagerpunkten in beliebiger Anzahl simuliert werden. Für die Berechnung wurden SOLID 95 Elemente verwendet. Vernetzt wurde die Probe mit 35266 Elementen mit 140759 Knoten. Die Randbedingungen der Auflager wurden wie bereits im vorherigen Kapitel für den Fall 1 beschrieben festgelegt. Das vernetzte Modell mit einer variablen Belastung ist in Abbildung 41 dargestellt. In diesem Fall wurden $A = 1$ und $Z = 3$ gewählt.

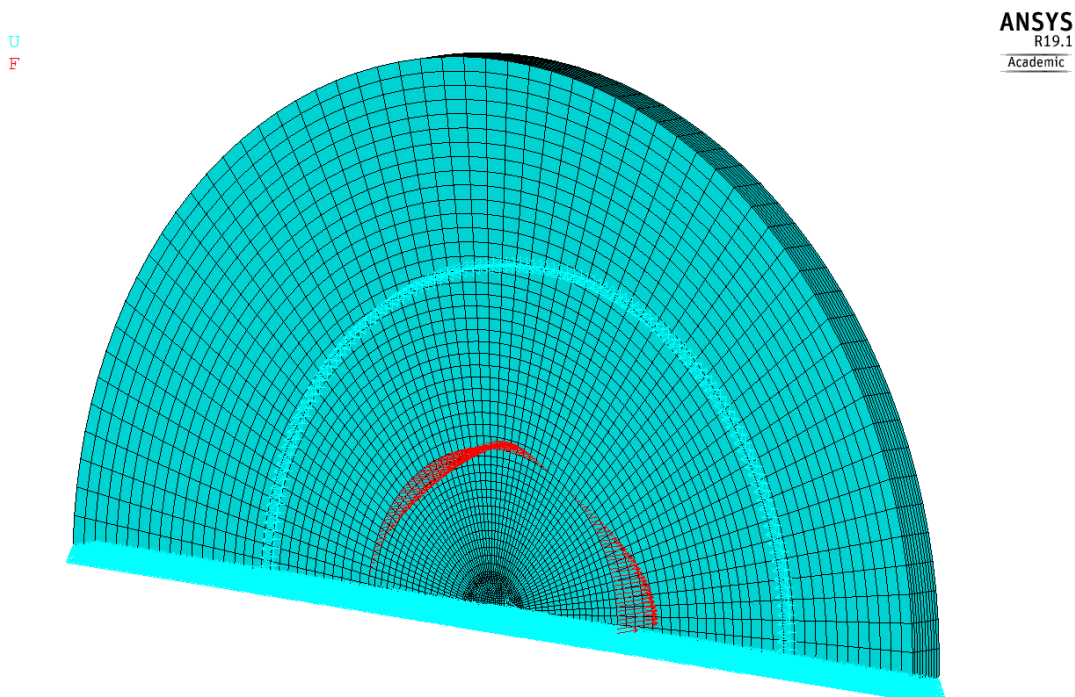


Abbildung 41: Vernetztes 3D-Modell für den RoR-Versuch und Frialit-Proben mit 28mm Durchmesser bei 3 Spannungsmaxima mit $A = 1$

Um eine konstante Elementgröße und ausschließlich hexaedrische Elemente entlang der Krafteinleitungslinie zu gewährleisten, wurde, für den Bereich $r > R_L/4$ „Mapped-Meshing“ verwendet. Der Bereich $r < R_L/4$ wurde von dem Programm frei vernetzt. Die Geometrie der Probe, Materialparameter und aufgebrachte Kraft sind in Tabelle 19 ersichtlich.

Tabelle 19: Geometrie- und Materialparameter für die Finite-Elemente Berechnungen zum Einfluss der Unebenheiten im Lastring

Kennwert	Größe
Probendurchmesser	28mm
Probendicke	1mm
Supportringdurchmesser	17.244mm
Lastringdurchmesser	8.311mm
Poisson-Zahl	0.22
Elastizitätsmodul	380,000MPa
Aufgebrachte Kraft F_{konst}	1N

Um einen Überblick über den Einfluss der beiden variablen Parameter zu bekommen, wurden die in Tabelle 20 gezeigten Parameterkombinationen gerechnet.

Tabelle 20: Parameterkombination zur Untersuchung des Einflusses ungleichmäßiger Lasteinleitung

Datensatz Nr.	A	Z
1	0	-
2-11	10 [%]	1,2,3,4,5,6,7,8,9,10
12-21	25 [%]	1,2,3,4,5,6,7,8,9,10
22-31	50 [%]	1,2,3,4,5,6,7,8,9,10
32-41	80 [%]	1,2,3,4,5,6,7,8,9,10
42-51	100 [%]	1,2,3,4,5,6,7,8,9,10

6. Ergebnisse

6.1. Festigkeitsmessungen

Alle Messwerte, die im Rahmen der Arbeit erzeugt wurden oder bereits vorhanden waren werden in dem folgenden Kapitel zusammengefasst und beschrieben. Da die zwei verschiedenen Durchmesser der Proben des Materials Frialit signifikante Unterschiede bei den Ergebnissen aufwiesen, werden diese separat behandelt.

6.1.1. Frialit 17mm Durchmesser

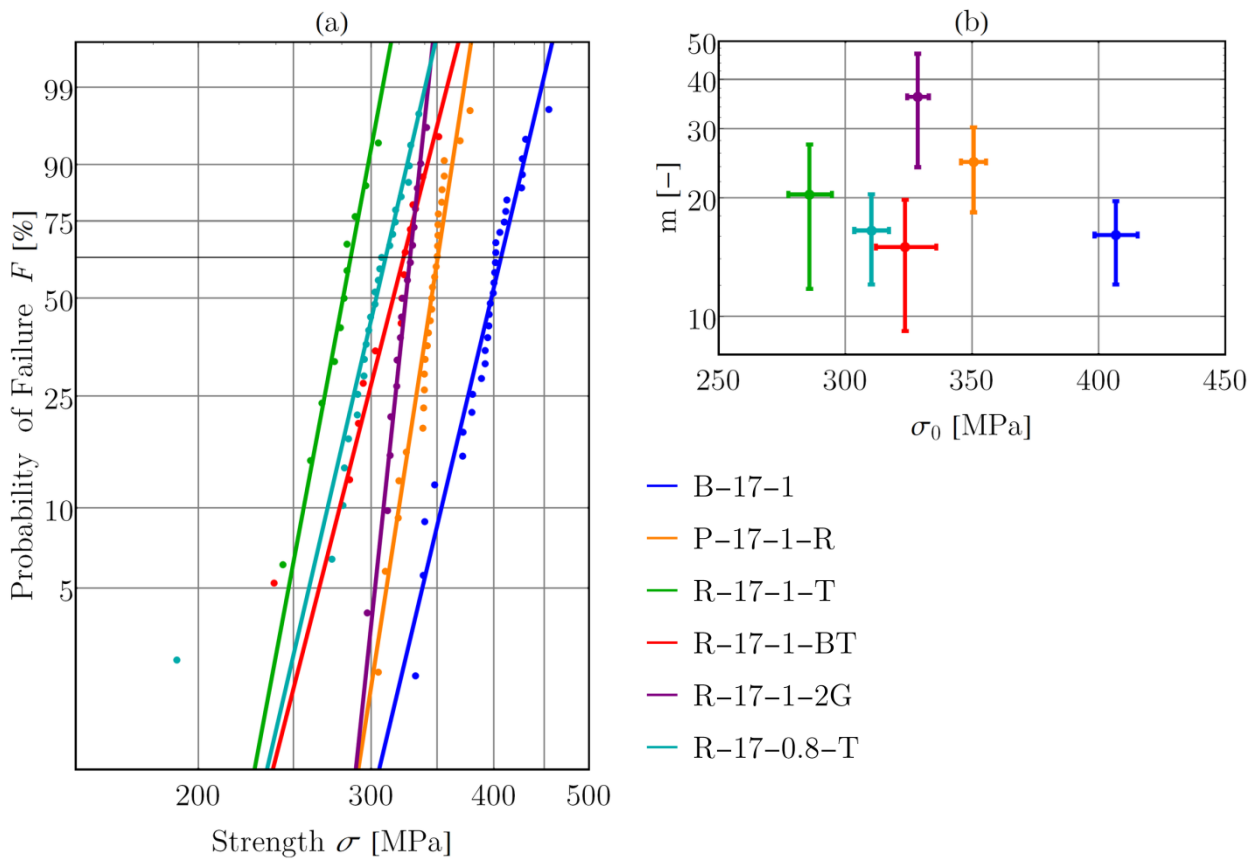


Abbildung 42: Weibulldiagramm und m - σ_0 -Plot der Frialit-Proben mit 17mm Durchmesser

Tabelle 21: Parameter der Weibullverteilungen der Frialit-Proben mit 17mm Durchmesser

Bezeichnung	N	m	m _{lower}	m _{upper}	σ_0	$\sigma_{0,lower}$	$\sigma_{0,upper}$	S _{eff}
	[-]	[-]	[-]	[-]	[MPa]	[MPa]	[MPa]	[mm ²]
B-17-1	30	16.1	12	19.6	406.8	398.4	415.4	0.35
P-17-1-R	29	24.7	18.4	30.2	350.6	345.8	355.5	1.11
R-17-1-T	11	20.4	11.8	27.3	285.9	277.5	294.7	43.5
R-17-1-BF	13	15	9.2	19.8	323.6	312.1	335.9	45.1
R-17-1-2G	17	36.1	23.9	46.5	328.6	324.4	333.0	41.5
R-17-0.8-T	26	16.5	12.1	20.4	310.3	303.5	317.3	44.5

Abbildung 42 (a) zeigt die Messdaten der Frialit-Proben mit 17mm Durchmesser in Weibulldarstellung, Abbildung 42 (b) vergleicht den Weibullmodul und die charakteristische Festigkeit miteinander. Alle aufgetragenen Werte sind in Tabelle 21 ersichtlich. Hier werden die Zahl der geprüften Proben N, der Weibullmodul m, die untere und obere Grenze des 90%-Konfidenzintervalls für m, die charakteristische Festigkeit σ_0 mit denselben Grenzwerten und die effektive Oberfläche S_{eff} dargestellt. Auffallend ist der hohe Weibullmodul von $m = 36.1$ der R-17-1-2G Proben, da für alle anderen Proben ein Weibullmodul von $15 \leq m \leq 20$ gemessen wurde. Von dieser Probenserie abgesehen, stimmen die Konfidenzintervalle für m der restlichen Proben überein. Die Weibullmoduli der unterschiedlichen Probengeometrien können also statistisch nicht unterschieden werden. Die höchste Festigkeit weisen die B-17-1 Proben auf, die auch durch eine deutlich kleinere effektive Oberfläche auffallen. Des Weiteren weisen die Proben des P3B-Versuchs eine Festigkeit und eine effektive Oberfläche zwischen jenen der B3B-proben und RoR-Proben auf. Die Festigkeit der -BT und -2G Proben kann nicht unterschieden werden.

6.1.2. Frialit 28mm Durchmesser

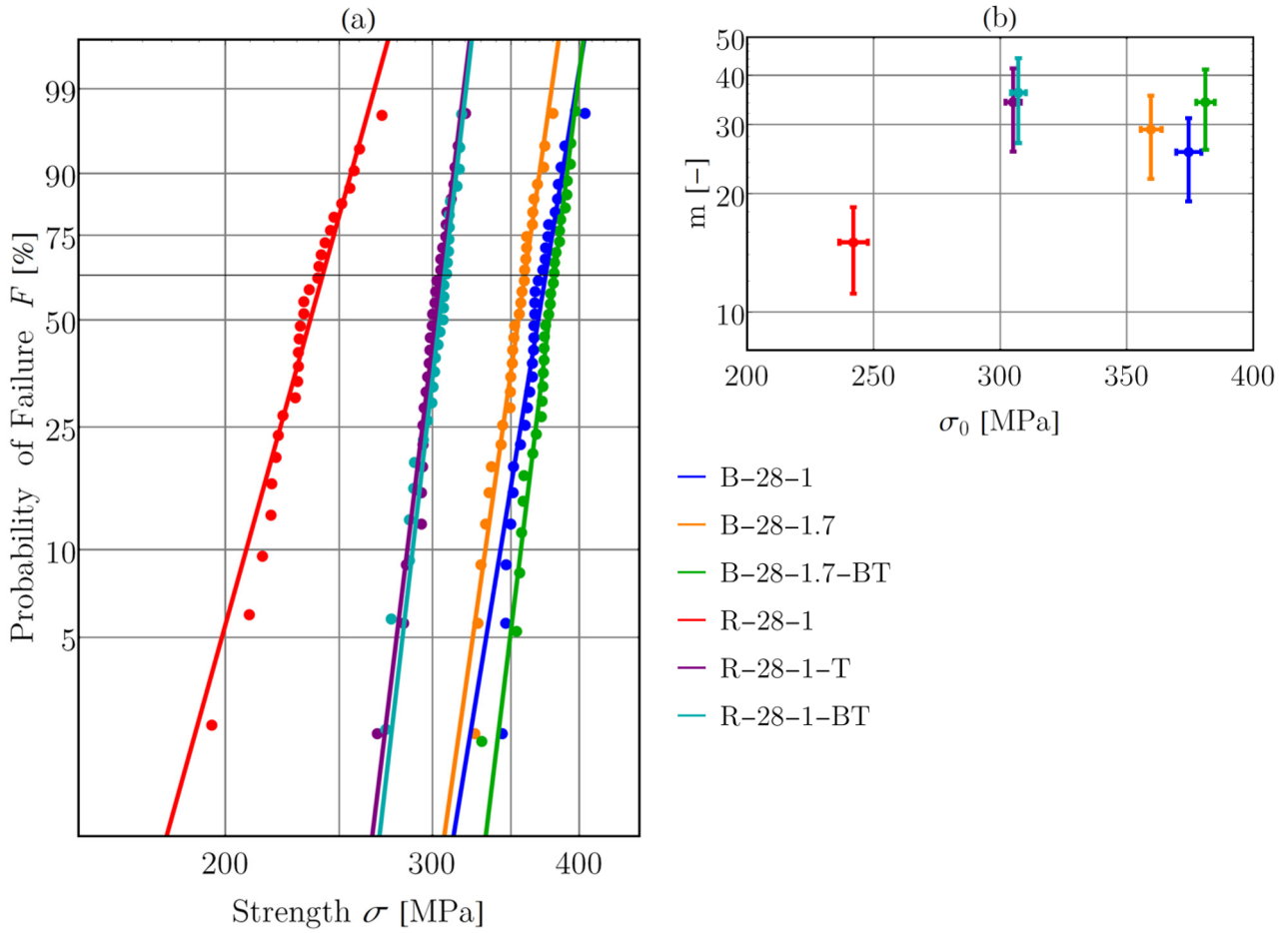
Abbildung 43: Weibulldiagramm und m - σ_0 -Plot der Frialit-Proben mit 28mm Durchmesser

Tabelle 22: Parameter der Weibullverteilungen der Frialit-Proben mit 28mm Durchmesser

Bezeichnung	N	m	m_{lower}	m_{upper}	σ_0	$\sigma_{0,\text{lower}}$	$\sigma_{0,\text{upper}}$	S_{eff}
	[-]	[-]	[-]	[-]	[MPa]	[MPa]	[MPa]	[mm ²]
B-28-1	30	25.5	19.1	31.1	374.5	369.6	379.5	0.245
B-28-1.7	30	29.1	21.8	35.5	359.6	355.5	363.7	0.965
B-28-1.7-BT	32	34.1	25.9	41.4	381.1	377.5	384.7	0.770
R-28-1	28	15.0	11.1	18.5	242.0	236.5	247.7	126.8
R-28-1-T	30	34.2	25.6	41.7	305.1	302.1	308.1	116.8
R-28-1-BT	29	36.1	26.7	44.2	307.2	304.3	310.1	116.4

Die Messdaten der Frialit-Proben mit 28mm Durchmesser werden gleich wie zuvor in Abbildung 43 (a) in der Weibulldarstellung aufgetragen. Zur besseren Unterscheidung

der Weibullmoduli kann Abbildung 43 (b) herangezogen werden. Die exakten Werte sind in Tabelle 22 ersichtlich. Die Probenserie R-28-1 fällt durch besonders niedrigen Weibullmodul und charakteristische Festigkeit im Vergleich zu den anderen Probenserien auf. Der typische Weibullmodul für 28mm Proben aus Frialit liegt bei im Bereich von $25 \leq m \leq 35$. Mit Zwischenschicht geprüfte Proben unterscheiden sich von den anderen Probenserien durch einen Weibullmodul, der stets Werte größer als $m = 30$ annimmt. Jene Serien, die mit dem B3B-Versuch geprüft wurden, weisen eine deutlich höhere Festigkeit und niedrigere effektive Oberfläche als jene des RoR-Versuchs auf. Die Konfidenzintervalle der Probenserien R-28-1-T und R-28-1-BT überlappen nahezu vollständig. Im Vergleich zu den 17mm-Proben werden ähnliche Festigkeiten, jedoch höhere Weibullmoduli gemessen.

6.1.3. LTC-Keramik Nassgestrahlt

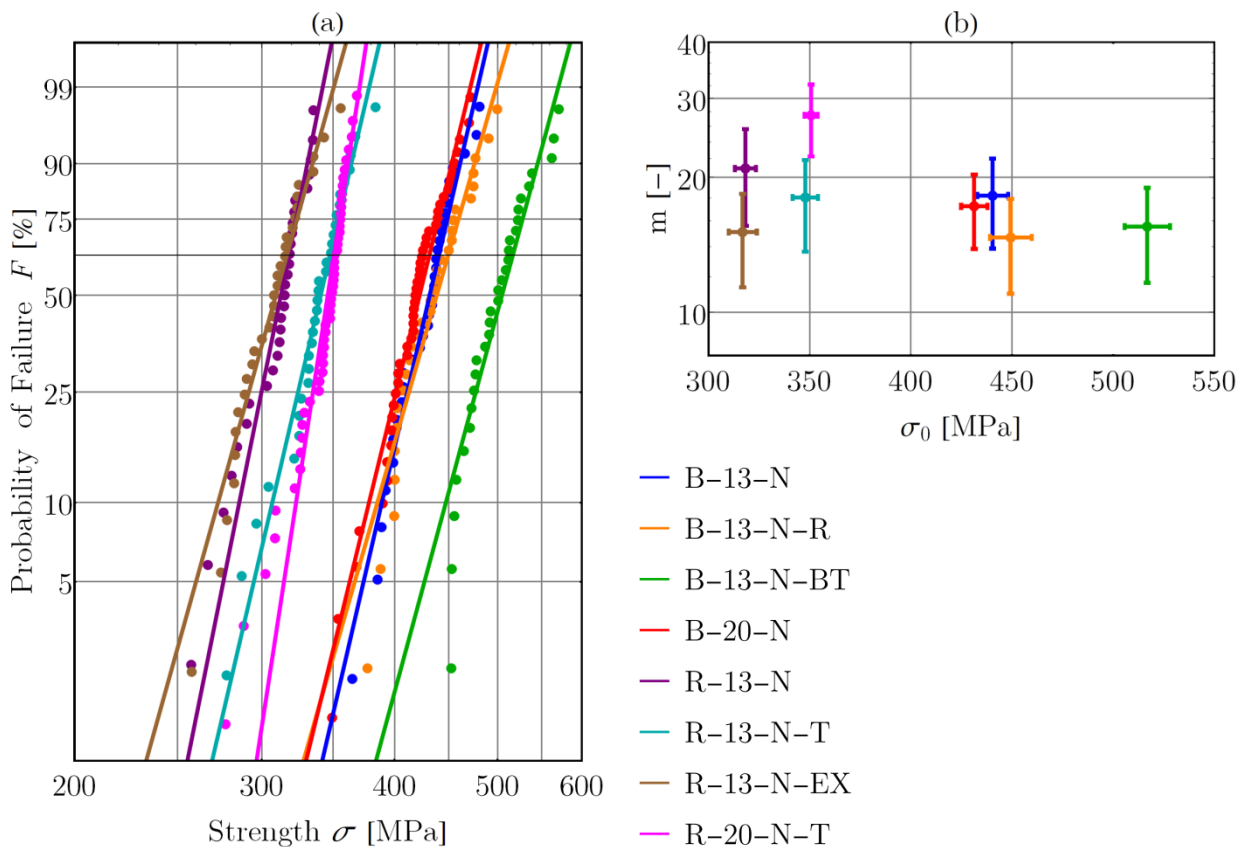


Abbildung 44: Weibulldiagramm und m - σ_0 -Plot der nassgestrahlten LTC-Keramik-Proben

Tabelle 23: Parameter der Weibullverteilungen der nassgestrahlten LTC-Keramik-Proben

Bezeichnung	N	m	m _{lower}	m _{upper}	σ_0	$\sigma_{0,lower}$	$\sigma_{0,upper}$	S _{eff}
	[-]	[-]	[-]	[-]	[MPa]	[MPa]	[MPa]	[mm ²]
B-13-N	33	18.2	13.9	22.0	440.4	432.8	448.2	0.061
B-13-N-R	30	14.7	11.0	17.9	449.3	439.2	459.7	0.084
B-13-N-BT	30	15.5	11.6	18.9	516.7	505.7	528.1	0.076
B-20-N	47	17.2	13.8	20.3	431.3	424.9	437.9	0.074
R-13-N	29	20.9	15.6	25.6	318.2	313.1	323.5	42.94
R-13-N-T	32	18.0	13.6	21.8	347.8	341.6	354.1	43.58
R-13-N-EX	31	15.1	11.4	18.3	316.9	310.0	323.9	44.46
R-20-N-T	50	27.5	22.3	32.2	350.7	347.5	354.0	117.8

Die Messdaten der nassgestrahlten LTC-Keramik-Proben sind in Abbildung 44 ersichtlich. Abbildung 44 (a) zeigt die Daten in der Weibulldarstellung, in Abbildung 44 (b) sind der Weibullmodul und die charakteristische Festigkeit mit ihren Konfidenzintervallen aufgetragen. Tabelle 23 zeigt die exakten Messdaten und die daraus berechnete effektive Oberfläche. Wie zuvor weisen jene Proben, die mit dem B3B-Versuch gemessen wurden, eine höhere Festigkeit und eine deutlich geringere effektive Oberfläche als jene des RoR-Versuchs auf. Mit Ausnahme der Probenserie R-20-N-T kann ein Weibullmodul im Bereich von $14 \leq m \leq 21$ bestimmt werden, mit deutlich überlappenden Konfidenzintervallen. Bei den B3B-Probenserien ist die hohe Festigkeit der B-13-N-BT Serie auffällig, die ca. 15% über der „regulären“ B-13-N Serie ohne Zwischenschicht liegt. Ähnliches Verhalten kann auch in geringerem Ausmaß zwischen den R-13-N und R-13-N-T -Serien beobachtet werden. Zusätzlich liegen die B-13-N und die B-13-N-R -Serien sehr nah beieinander. Die Serien R-13-N und R-13-N-EX unterscheiden sich kaum in ihrer Festigkeit, weisen jedoch nur eine geringe Überlappung hinsichtlich ihres Weibullmoduls auf.

6.1.4. LTC-Keramik Sandgestrahlt

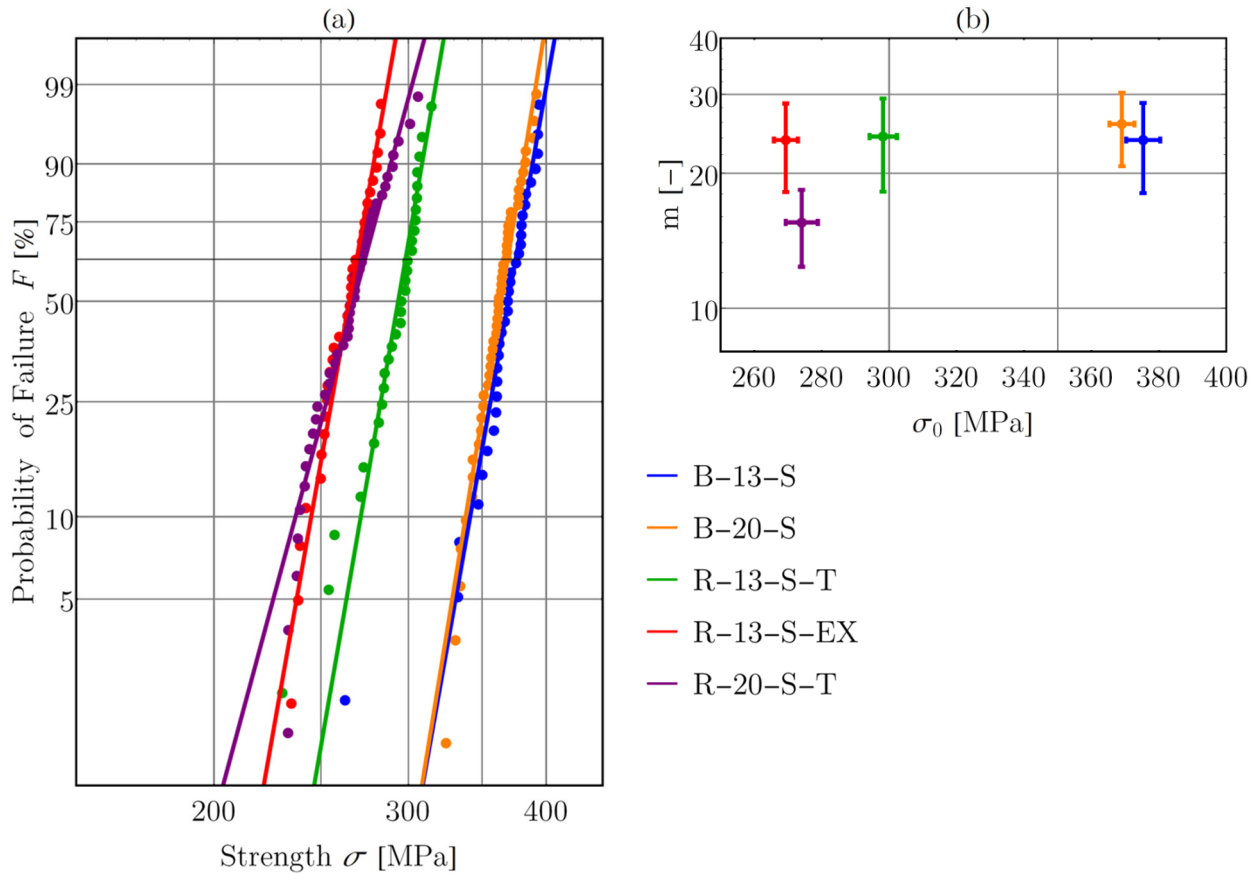
Abbildung 45: Weibulldiagramm und m - σ_0 -Plot der sandgestrahlten LTC-Keramik-Proben

Tabelle 24: Parameter der Weibullverteilungen der sandgestrahlten LTC-Keramik-Proben

Bezeichnung	N	m	m_{lower}	m_{upper}	σ_0	$\sigma_{0,\text{lower}}$	$\sigma_{0,\text{upper}}$	S_{eff}
	[-]	[-]	[-]	[-]	[MPa]	[MPa]	[MPa]	[mm ²]
B-13-S	33	23.7	18.1	28.7	375.3	370.3	380.4	0.044
B-20-S	48	25.7	20.7	30.2	369.0	365.4	372.7	0.412
R-13-S-T	31	24.1	18.2	29.4	298.2	294.2	302.3	42.41
R-13-S-EX	34	23.7	18.1	28.6	269.4	265.9	273.0	42.48
R-20-S-T	44	15.5	12.4	18.4	274.0	269.3	278.9	124.9

Abbildung 45 (a) fasst die Messergebnisse der sandgestrahlten LTC-Keramik-Proben in einer Weibulldarstellung zusammen. In Abbildung 45 (b) werden die Datenpaare aus Weibullmodul und charakteristischer Festigkeit inklusive der jeweiligen Konfidenzintervalle gezeigt. Exakte Werte und die daraus berechnete effektive Oberfläche sind in Tabelle 24 vorzufinden. Erneut zeigen Proben des B3B-Versuchs eine höhere Festigkeit

und eine geringere effektive Oberfläche als die des RoR-Versuchs. Die Weibullmoduli aller Probenserien sind sehr ähnlich und decken einen Bereich von $21 \leq m \leq 23$ ab. Einzige Ausnahme stellt, wie bereits bei der äquivalenten Probenserie der nassgestrahlten LTC-Keramik-Proben beobachtet, die Probenserie R-20-S-T dar. Die beklebten Proben der R-13-S-T-Serie zeichnen sich durch eine höhere charakteristische Festigkeit als die anderen beiden RoR-Serien aus. Im Vergleich zu den nassgestrahlten Proben werden geringere Festigkeiten, jedoch höhere Weibullmoduli gemessen.

6.2. Einfluss der Reibung und ungleichmäßiger Lastverteilung

6.2.1. RoR mit Reibung

Um die Auswirkungen der unterschiedlichen Reibungszustände auf das Prüfergebnis vergleichen zu können, wurde die Spannung im Mittelpunkt der Probe auf der unter Zug stehenden Oberfläche als Ergebnis der FEM-Berechnungen ausgegeben. Diese Spannungen werden als σ_{innen} bezeichnet, und sind in Tabelle 25 zusammengefasst. Da die radiale Spannung innerhalb des Lastringes gleich groß wie die tangentielle Spannung ist, reicht es aus, nur einen Spannungswert anzugeben. Das Ergebnis für den Fall 1 stimmt gut mit der analytisch berechneten Spannung ($\sigma_{\text{innen}} = 287.63\text{MPa}$) überein. Außerdem ist der Spannungsabfall für den Fall 3 deutlich größer als für den Fall 2.

Tabelle 25: Zusammenfassung der Ergebnisse der FEM-Rechnung in verschiedenen Reibungszuständen

Fall	Supportring fixiert	Lastring fixiert	σ_{innen}
1	Nein	Nein	287.7 MPa
2	Nein	Ja	175.4 MPa
3	Ja	Nein	137.7 MPa
4	Ja	Ja	71.9 MPa

Abbildung 46 bis Abbildung 49 zeigen die radiale Spannungskomponente im Querschnitt der Probe für die unterschiedlichen Fälle. Der Mittelpunkt der Probe befindet sich auf der linken Seite. Die schwarze Linie zeigt die ursprüngliche Form der Probe. Zur besseren Nachvollziehbarkeit der Belastungssituation wird die Deformation der Probe stark überzeichnet dargestellt. Es ist deutlich zu erkennen, dass die Ausdehnung der Bereiche hoher Zugspannung bei zunehmender Fixierung der Auflagerpunkte abnimmt. Das Gleiche gilt für Bereiche unter hoher Druckspannung. Zusätzlich bildet sich in Fall 3 und 4 ein Druckspannungsbereich zwischen dem Lasteinleitungspunkt und dem Auflagerpunkt aus. Die Bereiche in direkter Umgebung der Auflager- und Krafteinleitungspunkte zeigen Singularitäten, da hier nur ein einzelner Knoten belastet wurde.

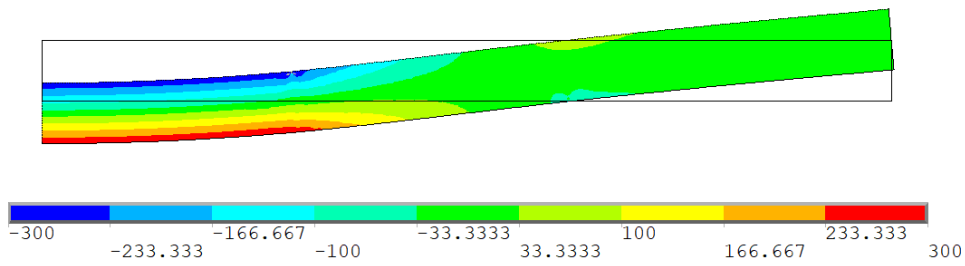


Abbildung 46: Radiale Spannungskomponente (in MPa) für den RoR-Versuch, keine Reibung (Fall 1)

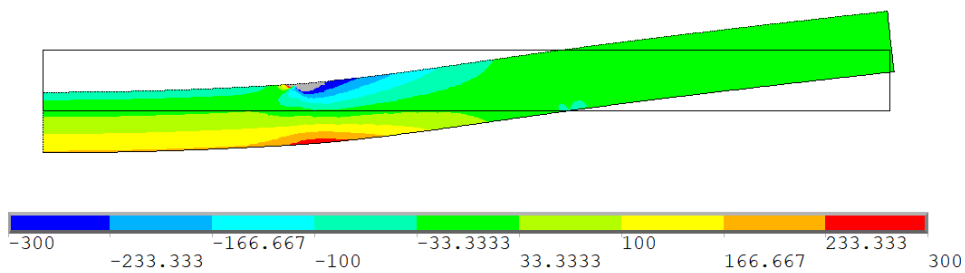


Abbildung 47: Radiale Spannungskomponente (in MPa) für den RoR-Versuch, nur Reibung an Lastring (Fall 2)

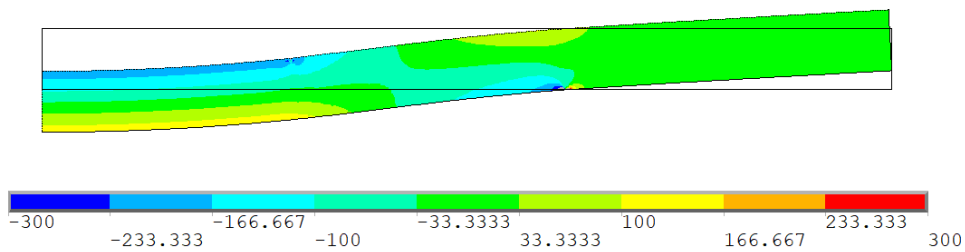


Abbildung 48: Radiale Spannungskomponente (in MPa) für den RoR-Versuch, nur Reibung an Supporttring (Fall 3)

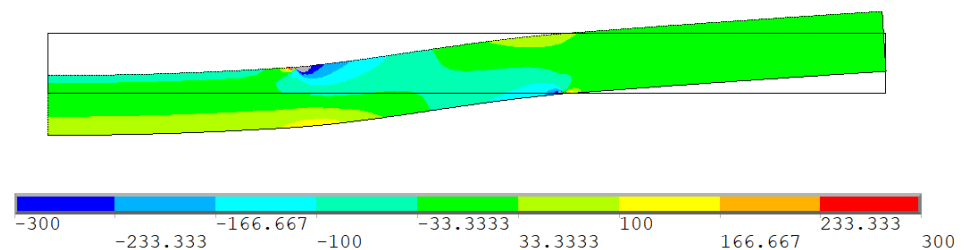


Abbildung 49: Radiale Spannungskomponente (in MPa) für den RoR-Versuch, Reibung an beiden Auflagerringen (Fall 4)

6.2.2. RoR und Einfluss der Unebenheiten

Die Ergebnisse aus der Finite-Elemente-Berechnung wurden sowohl für die radiale als auch die tangentielle Spannungskomponente ausgewertet. Die Spannungsverteilungen der unter Zug stehenden Oberfläche ohne unregelmäßige Last sind in Abbildung 50 und Abbildung 51 gezeigt.

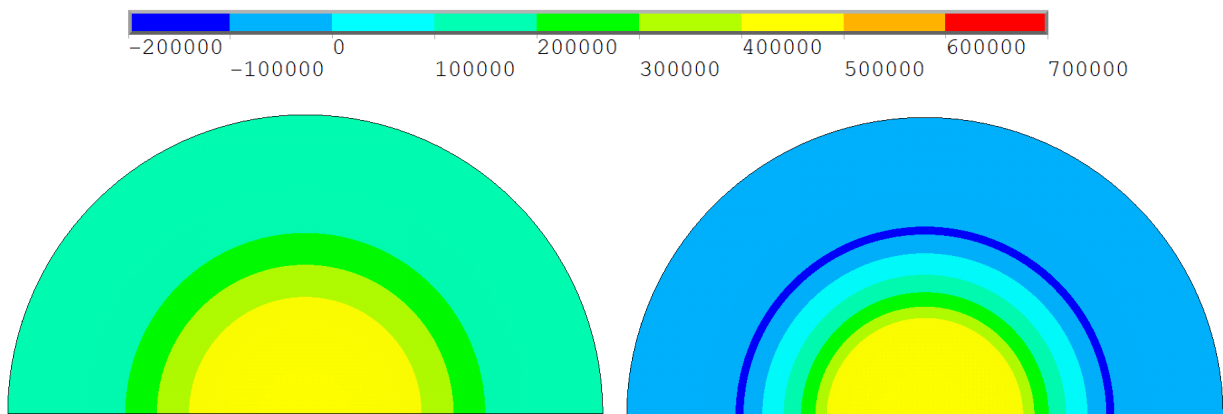


Abbildung 50: Verlauf der Tangentialspannung (in Pa)

Abbildung 51: Verlauf der Radialspannung (in Pa)

Abbildung 52 bis Abbildung 63 zeigen die radiale und tangentielle Spannungsverteilung der Zugseite für 1,2,3,4,5 und 10 Spannungsmaxima. Die Skalierung der Spannungen erfolgt mit der gleichen Abstufung wie bereits in Abbildung 50 gezeigt. Die Spannung des grauen Bereichs in Abbildung 53 liegt über 700000Pa und wurde daher nicht eingefärbt, zur besseren Vergleichbarkeit wurde die Skalierung trotzdem beibehalten. Gleiches gilt für die Bereiche des Supportringes, bei dem die Spannung -200000Pa unterschreitet.

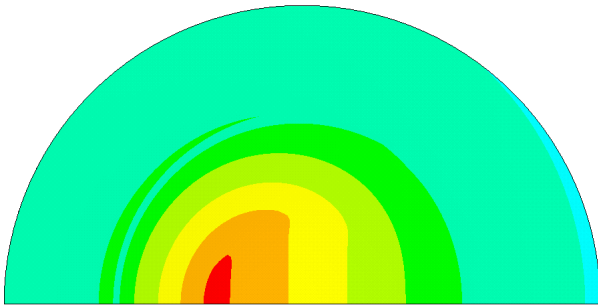
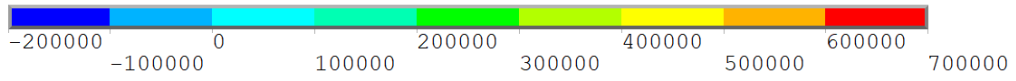


Abbildung 52: Verlauf der Tangentialspannung (in Pa), 1
Spannungsmaximum

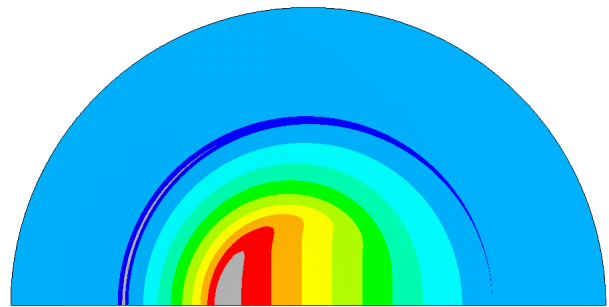


Abbildung 53: Verlauf der Radialspannung (in Pa), 1
Spannungsmaximum

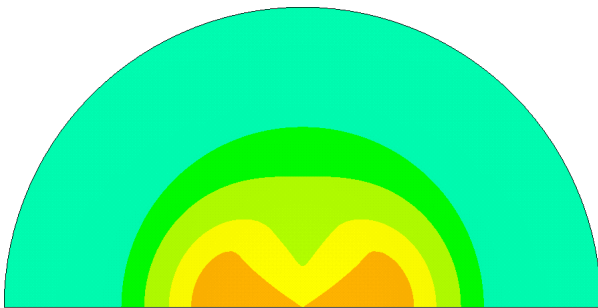


Abbildung 54: Verlauf der Tangentialspannung (in Pa), 2
Spannungsmaxima

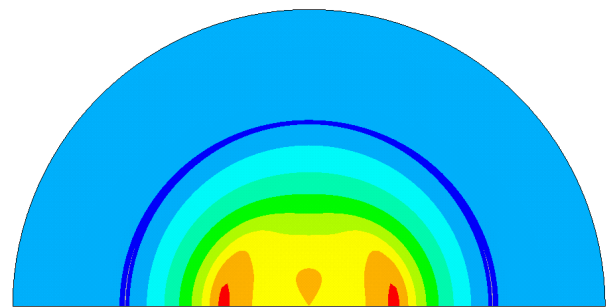


Abbildung 55: Verlauf der Radialspannung (in Pa), 2
Spannungsmaxima

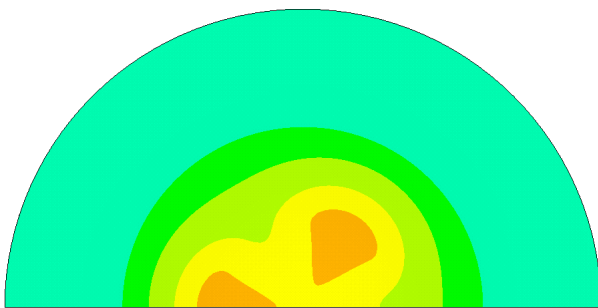


Abbildung 56: Verlauf der Tangentialspannung (in Pa), 3
Spannungsmaxima

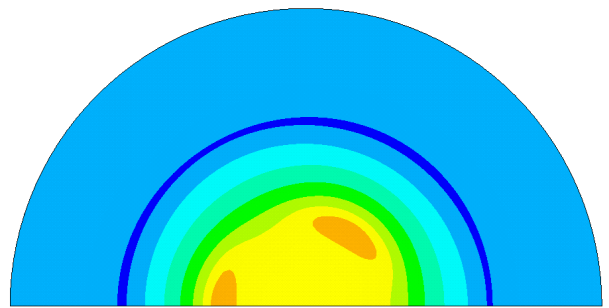


Abbildung 57: Verlauf der Radialspannung (in Pa), 3
Spannungsmaxima

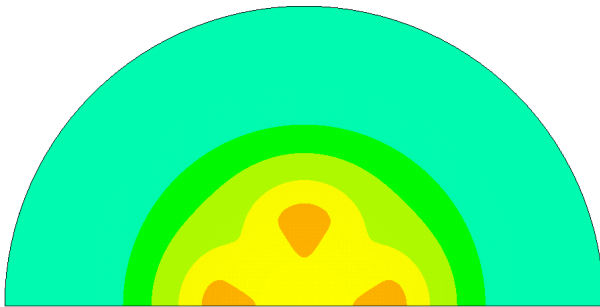
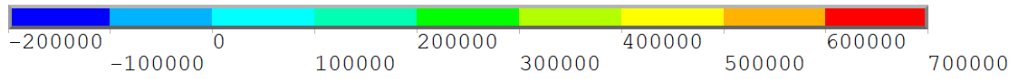


Abbildung 58: Verlauf der Tangentialspannung (in Pa), 4 Spannungsmaxima

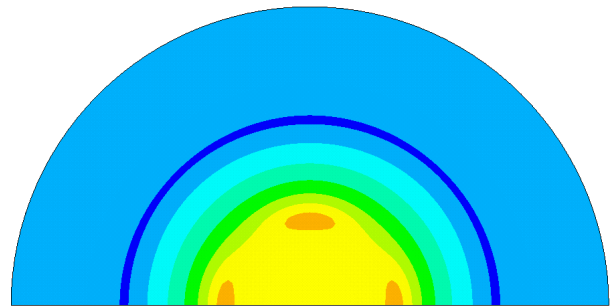


Abbildung 59: Verlauf der Radialspannung (in Pa), 4 Spannungsmaxima

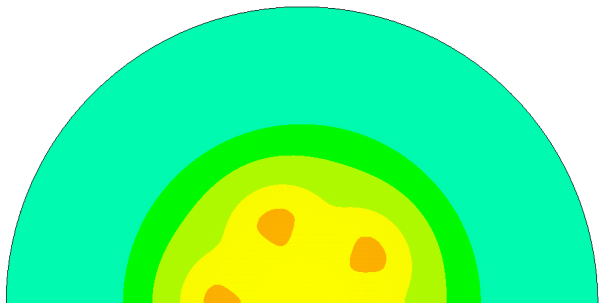


Abbildung 60: Verlauf der Tangentialspannung (in Pa), 5 Spannungsmaxima

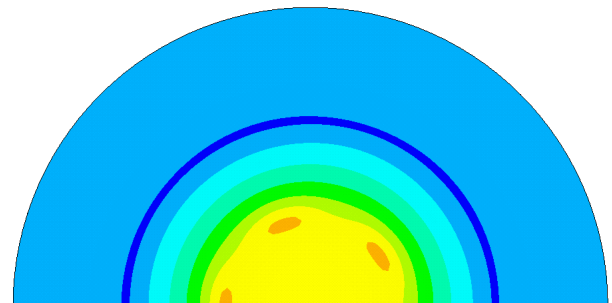


Abbildung 61: Verlauf der Radialspannung (in Pa), 5 Spannungsmaxima

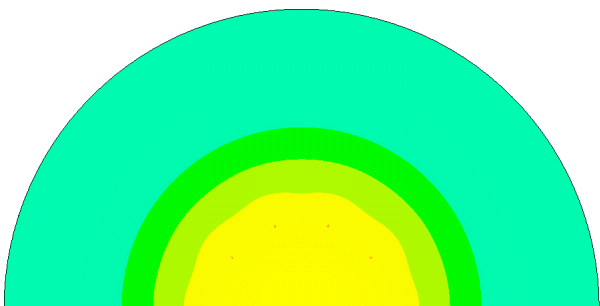


Abbildung 62: Verlauf der Tangentialspannung (in Pa), 10 Spannungsmaxima

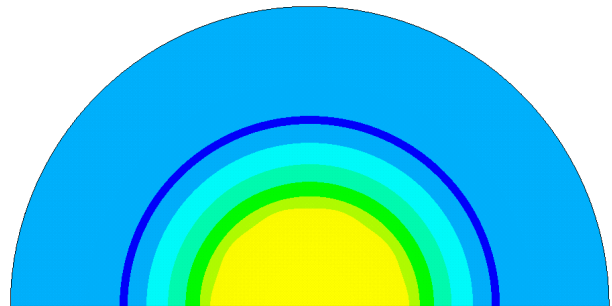


Abbildung 63: Verlauf der Radialspannung (in Pa), 10 Spannungsmaxima

Der Einfluss der unregelmäßigen Belastung ist deutlich in den Spannungsverteilungen ersichtlich. Am deutlichsten ersichtlich sind die Veränderungen des Spannungsfeldes, wenn der Parameter $A = 1$ ist. Die Positionen der lokalen Spannungsmaxima können sowohl in den radialen als auch tangentialen Spannungskomponenten ausgemacht werden. Während bei perfekt regelmäßiger Belastung 500000Pa nicht überschritten werden,

können bei einem Spannungsmaximum über 700000Pa auftreten. Zusätzlich treten auf der gegenüberliegenden Seite des Spannungsmaximums dementsprechend deutlich geringere Zugspannungen auf. Mit zunehmender Anzahl der Spannungsmaxima tritt dieser Effekt in geringerem Ausmaß auf, ist jedoch auch bei 10 Maxima immer noch zu beobachten. Es ist zu erkennen, dass in dem Bereich außerhalb des Supportrings nur eine geringe Änderung der Spannungsverteilung stattfindet, beispielsweise in Abbildung 52. Um eine bessere Vorstellung von der Spannungsverteilung zu bekommen, wurde der Verlauf der radialen und tangentialen Spannungskomponente in Abhängigkeit der Distanz vom Mittelpunkt ausgewertet. Dies erfolgte aufgrund der variierenden Belastung an zwei Pfaden. Einer dieser Pfade, bezeichnet als Max-Path, beschreibt den Spannungsverlauf vom Mittelpunkt durch ein Lastmaximum zum Rand der Probe. Der zweite Pfad, bezeichnet als Min-Path, verläuft vom Mittelpunkt durch ein Lastminimum zum Rand der Probe. Jeder Pfad stellt die ausgelesenen Spannungen an 101 äquidistanten Positionen vom Mittelpunkt der Proben zum Probenrand dar. Die Spannungsverläufe der Zugseite mit konstant verteilter Last sind in Abbildung 64 gezeigt. Zur besseren Vergleichbarkeit mit realen Versuchen wurden die Ergebnisse auf eine Belastung von 600N und in MPa umgerechnet. Die Umrechnung der Belastung erfolgt durch einfache Multiplikation. Die bisherigen Ergebnisse, berechnet für 1N Belastung, wurden mit dem Faktor 600 multipliziert. Da bereits zu Beginn der Rechnung von linear elastischem Verhalten ausgegangen wurde, kann diese Umrechnung erfolgen.

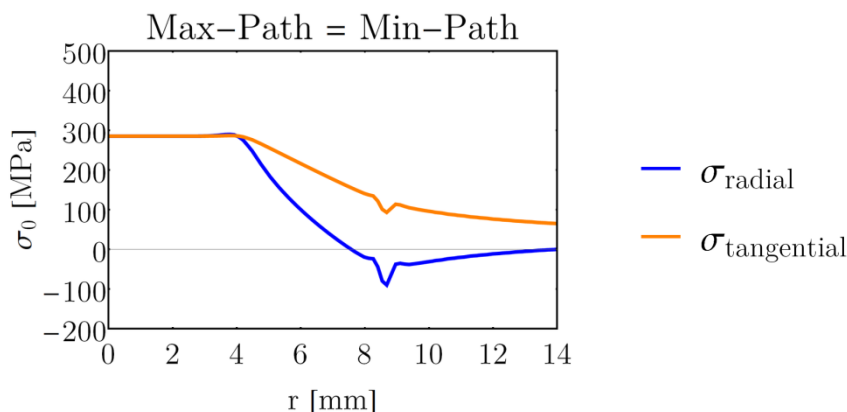


Abbildung 64: Verlauf der radialen und tangentialen Spannungskomponente vom Probenmittelpunkt zum Probenrand für gleichmäßige Belastung.

Abbildung 64 zeigt bereits eine Abweichung von dem theoretischen Spannungsverlauf (vergl. Abbildung 18) im Bereich der Lasteinleitung, da eine leichte Überhöhung der Radialspannung knapp innerhalb des Lastringes vorzufinden ist. Zusätzlich sind die radiale und tangentialen Spannungskomponente nicht exakt gleich groß. Der Spannungsabfall bei ca. 9mm wird durch die linienförmige Auflage und daraus resultierende Singularitäten verursacht. Die Spannungsverläufe für 1,2,3,4,5 und 10 Spannungsmaxima für $A = 1$ sind in Abbildung 65 bis Abbildung 76 gezeigt. Die Farbzuzuweisung entspricht jener aus Abbildung 64.

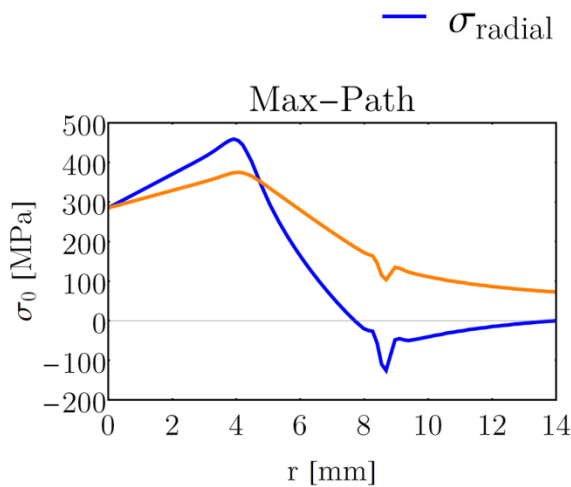


Abbildung 65: Verlauf der radialen und tangentialen Spannungskomponente für 1 Spannungsmaximum

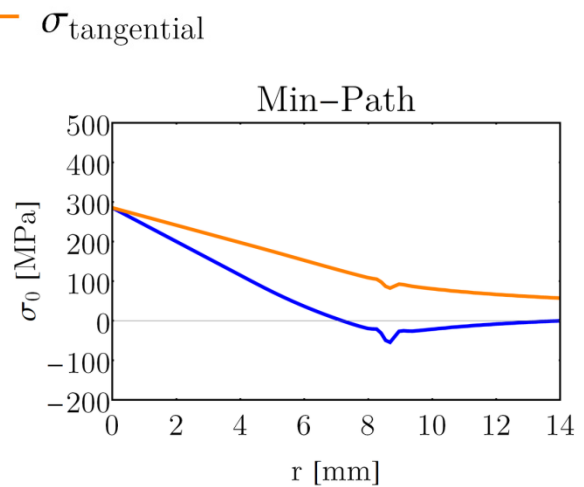


Abbildung 66: Verlauf der radialen und tangentialen Spannungskomponente für 1 Spannungsmaximum

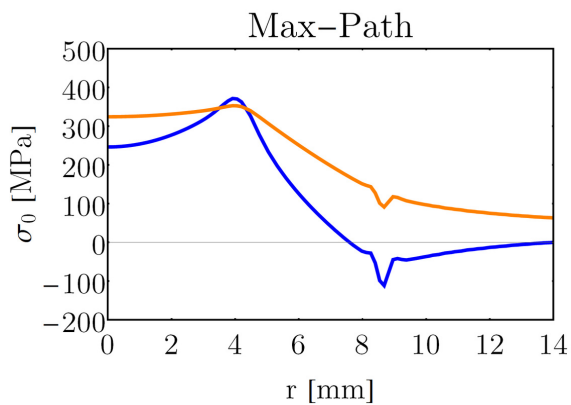


Abbildung 67: Verlauf der radialen und tangentialen Spannungskomponente für 2 Spannungsmaxima

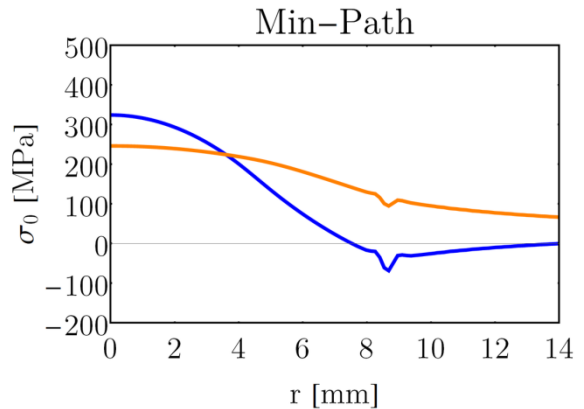


Abbildung 68: Verlauf der radialen und tangentialen Spannungskomponente für 2 Spannungsmaxima

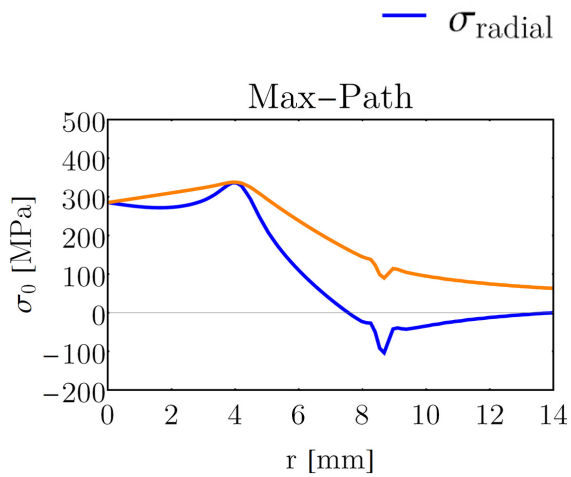


Abbildung 69: Verlauf der radialen und tangentialen Spannungskomponente für 3 Spannungsmaxima

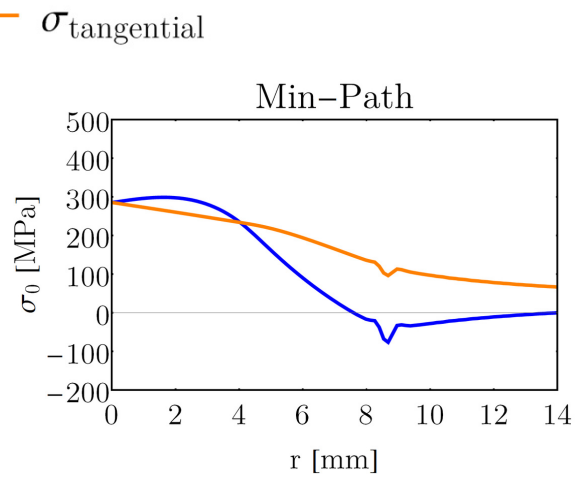


Abbildung 70: Verlauf der radialen und tangentialen Spannungskomponente für 3 Spannungsmaxima

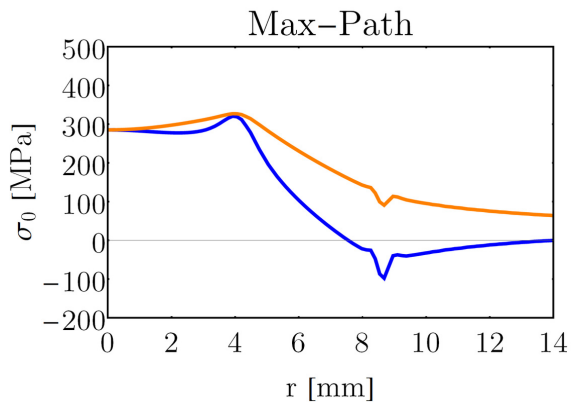


Abbildung 71: Verlauf der radialen und tangentialen Spannungskomponente für 4 Spannungsmaxima

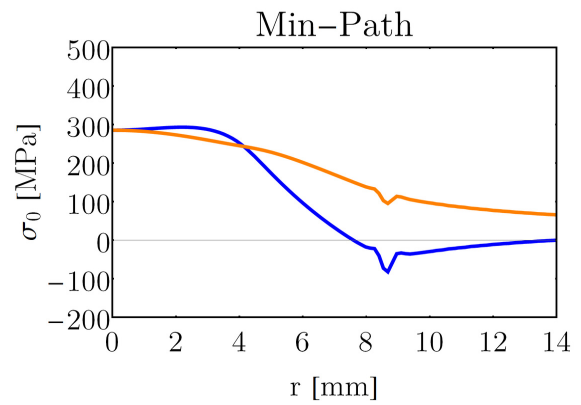


Abbildung 72: Verlauf der radialen und tangentialen Spannungskomponente für 4 Spannungsmaxima

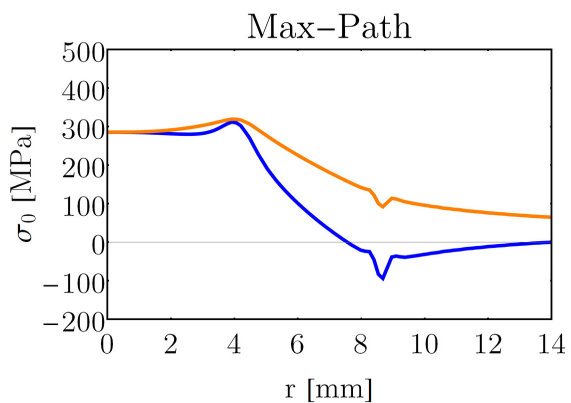


Abbildung 73: Verlauf der radialen und tangentialen Spannungskomponente für 5 Spannungsmaxima

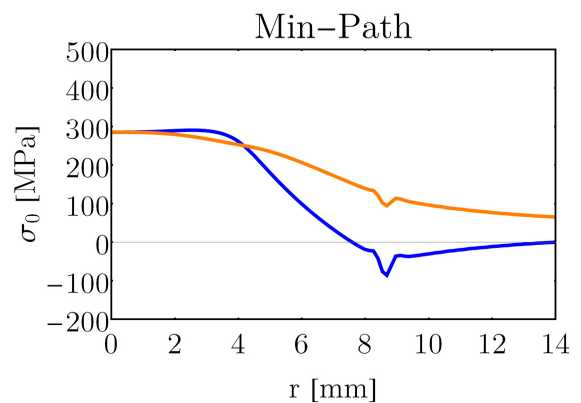


Abbildung 74: Verlauf der radialen und tangentialen Spannungskomponente für 5 Spannungsmaxima

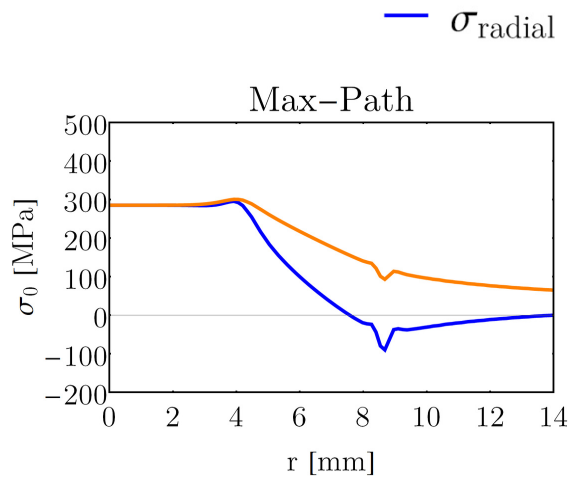


Abbildung 75: Verlauf der radialen und tangentialen Spannungskomponente für 10 Spannungsmaxima

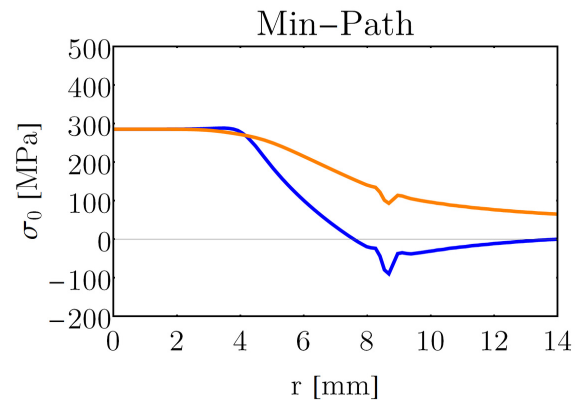


Abbildung 76: Verlauf der radialen und tangentialen Spannungskomponente für 10 Spannungsmaxima

Die maximalen auftretenden Spannungen für den Max-Path sind in Tabelle 26 zusammengefasst.

Tabelle 26: Maximal auftretende Spannungen

Amplitude Osz. [-]	Anzahl Osz. [-]	$\sigma_{\max, \text{radial}}$ [MPa]	$\sigma_{\max, \text{tangential}}$ [MPa]
0	-	289.8	286.8
1	1	459.2	375.0
1	2	371.6	353.0
1	3	336.9	338.2
1	4	320.7	327.2
1	5	311.7	319.2
1	10	295.5	300.6

Bei einem Spannungsmaximum tritt eine besonders starke Verzerrung der Spannungsverläufe auf. Die maximale radiale Spannung nimmt ca. 460MPa an und liegt damit um ca. 60% höher als bei konstanter Belastung. Auffallend ist, dass die radiale Spannung innerhalb des Lastringes größer als die tangentiale ist, da bei allen anderen Max-Paths das Gegenteil der Fall ist. Der Min-Path weist statt einer konstanten Spannung innerhalb des Lastringes eine stetige Abnahme auf. Auch hier tritt eine Abweichung von allen anderen Verläufen auf, da die tangentiale Spannung stets größer als die radiale ist.

Besonders auffallend sind die Verläufe bei 2 Spannungsmaxima. Während bei allen anderen Berechnungen die radiale der tangentialen Spannung im Mittelpunkt entspricht, ist dies hier nicht der Fall. Das Spannungsfeld ist im Ursprung nicht äqui-biaxial. Die Spannungsüberhöhung nimmt deutlich auf ca. 30% ab. Dieses Verhalten wurde auch bei geringeren Amplituden der Oszillation beobachtet. Die Kurven mit 3-10 Spannungsmaxima geben einen allgemeinen Trend besser wieder. Das Spannungsmaximum liegt nun im tangentialen Spannungsverlauf und unterscheidet sich in allen Fällen um weniger als 10MPa vom Spannungsmaximum des radialen Verlaufs. Innerhalb des Lastringes ist für den Max-Path die tangentiale Spannung höher, für den Min-Path jeweils die andere Spannungskomponente. Die Amplitude des Spannungsmaximums sinkt mit zunehmender Anzahl der Spannungsmaxima. Die radiale Spannung des Min-Paths zeigt erst bei 5 Spannungsmaxima eine Überhöhung auf Position des Lastringes, zuvor tritt eine stetige Abnahme oder ein konstanter Spannungswert auf. Die tangentiale Spannung des Min-Paths zeigt selbst bei 10 Spannungsmaxima keine Überhöhung. Eine wichtige Beobachtung ist die Abweichung von einer äquibiaxialen Belastung innerhalb des Lastringes. Die radialen und tangentialen Spannungen sind, abgesehen von der Belastung mit 2 Spannungsmaxima, nur im Mittelpunkt ident. Im Fall eines einzelnen Spannungsmaximums kann dieser Unterschied bis zu ca. 84MPa betragen. Erst ab 10 Spannungsmaxima tritt eine größtenteils äquibiaxiale Spannungsverteilung auf. Das beschriebene Verhalten wird in abgeschwächter Form bei den Berechnungen mit geringerer Oszillations-Amplitude ebenfalls beobachtet.

7. Diskussion

7.1. Vergleichbarkeit der Versuchsmethoden

Um die Vergleichbarkeit der verschiedenen biaxialen Versuchsmethoden beurteilen zu können, wird der Größeneffekt wie in Abschnitt 2.1.3 beschrieben, zur Hilfe genommen. Da von einem Versagen durch Oberflächendefekte ausgegangen wird [25], dient die effektive Oberfläche als Grundlage für die Vergleiche. Da jeder Versuch eine stark unterschiedliche effektive Oberfläche prüft, muss bei gegebener Vergleichbarkeit auch die Festigkeit dementsprechend angepasst sein. B3B-Versuche prüfen die geringste Oberfläche, sollten daher die höchste Festigkeit zeigen. Das Gegenteil gilt für RoR-Versuche, da diese die größten Oberflächen prüfen. Werden die Daten wie in Abbildung 5 dargestellt, sollte der Kehrwert der negativen Steigung der Trendlinie ungefähr dem Weibullmodul der einzelnen Probenserien entsprechen.

Abbildung 77 zeigt die charakteristische Festigkeit und die berechnete effektive Oberfläche für Frialit-Proben mit 17mm Durchmesser. Die Trendlinie berücksichtigt alle Probensätze mit Ausnahme der Probenserie R-17-1-T. Diese Probenserie besteht aus nur 11 Proben und die Bruchkraft konnte durch das Versagen der Teflon-Tapes nicht eindeutig bestimmt werden.

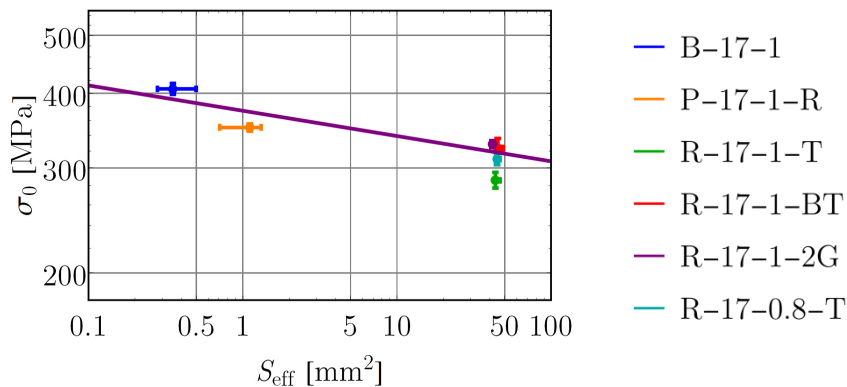


Abbildung 77: Charakteristische Festigkeit in Abhängigkeit der effektiven Oberfläche für die 17mm Frialit-Proben

Es wird eine gute Übereinstimmung mit der Theorie beobachtet. Die B3B-Proben zeigen eine deutlich höhere Festigkeit als die P3B-Proben. Auch zu den RoR-Proben wird erneut ein Festigkeitsabfall beobachtet. Die Steigung der Trendlinie entspricht einem Weibullmodul von $m = 23.6$. Dies liegt knapp über den Konfidenzintervallen für m der

B-17-1, R-17-1-BT und R-17-0.8-T Probenserien, und knapp unter jenem der R-17-1-2G Probenserie. Die B3B-Proben zeigen eine etwas höhere Festigkeit als aus der Trendlinie zu erwarten wäre. Dies kann durch den geringeren Weibullmodul, der zu einer größeren effektiven Oberfläche führt, erklärt werden. Die Probenserie des P3B-Versuchs weist eine etwas geringere Festigkeit als vorhergesagt auf. Der Weibullmodul dieser Serie liegt etwas über jenem der Trendlinie, daher errechnet sich eine vergleichsweise kleine effektive Oberfläche. Die Probenserie R-17-1-T liegt deutlich abseits der Trendlinie und weist eine geringere Festigkeit als der Rest der Probenserien mit gleicher effektiver Oberfläche auf. Alle Probenserien der RoR-Versuche weisen nahezu idente effektive Oberflächen trotz unterschiedlicher realer Volumina auf. Dies deutet auf ein oberflächenkontrolliertes anstelle eines volumenkontrollierten Versagens hin.

Abbildung 78 zeigt die gleiche Darstellung der Ergebnisse für die Frialit-Proben mit 28mm Durchmesser. Für die Ermittlung der Trendlinie wurden die Probenserien B-28-1.7-BT und R-28-1 nicht berücksichtigt.

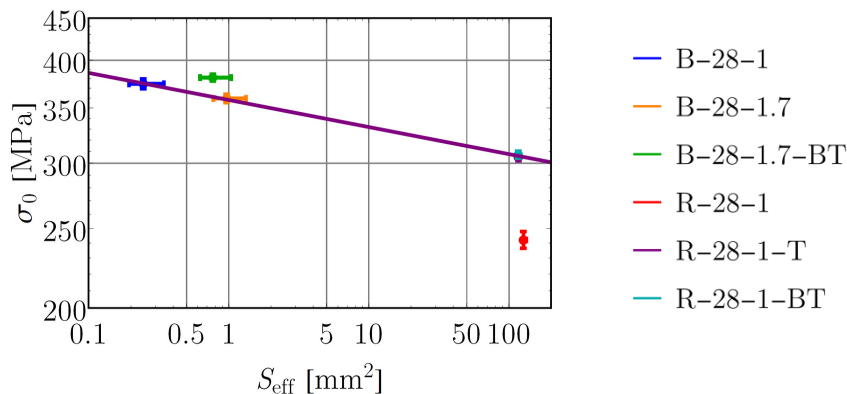


Abbildung 78: Charakteristische Festigkeit in Abhängigkeit der effektiven Oberfläche für die 28mm Frialit-Proben

Erneut stimmt die Reihung der Festigkeiten mit theoretischen Überlegungen überein. Alle B3B-Probenserien weisen eine signifikant höhere Festigkeit als die RoR-Probenserien auf. Die Steigung der Trendlinie entspricht einem Weibullmodul von $m = 30.4$. Dies stimmt ausgezeichnet mit den Konfidenzintervallen der Weibullmoduli der einzelnen Probenserien überein. Einzig die Probenserie R-28-1 weist einen deutlich geringeren Weibullmodul auf. Zusätzlich fällt diese Probenserie durch eine sehr geringe Festigkeit auf. Da ohne Zwischenschichten geprüft wurde, entspricht diese Serie nicht der Norm. Auf Gründe für den Festigkeitsabfall wird in den folgenden Kapiteln noch eingegangen. Die erhöhte Festigkeit der B-28-1.7-BT Probenserie (Blaues Tape unter

der Lastkugel) kann durch eine Veränderung der Krafteinleitungssituation erklärt werden. Da zwischen der Lastkugel und der Druckseite der Probe ein weiches Tape liegt, tritt keine punktförmige Krafteinleitung mehr auf und der Kontaktradius steigt. Abbildung 79 beschreibt die Abhängigkeit des Faktors f für die Berechnung der maximalen Spannung nach Gleichung (24) in Abhängigkeit des Kontaktradius‘ [42].

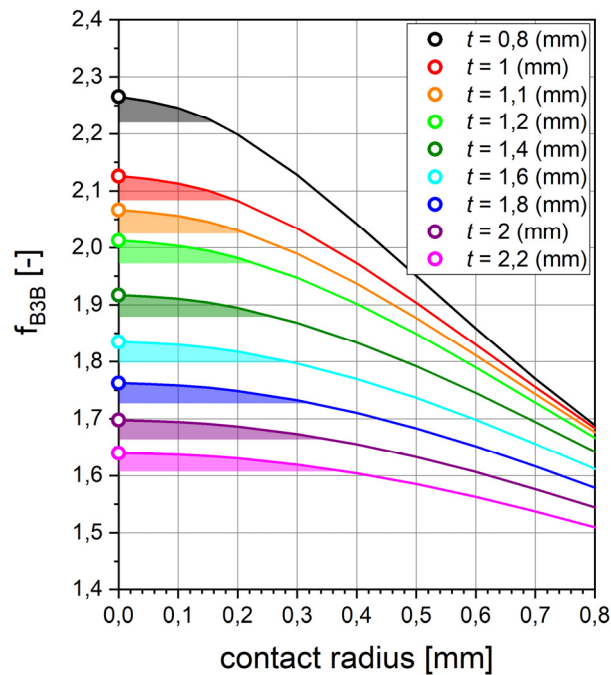


Abbildung 79: Abhängigkeit des Faktors f vom Kontaktradius für die Geometrie $D = 12\text{mm}$, $D_A = 10.08\text{mm}$, $\nu = 0.3$, Dicke = t [42]. Die farbig unterlegten Bereiche geben an, bis zu welchem Kontaktradius der Faktor f um 2% vom Maximalwert absinkt.

Sinkt nun der Faktor f durch den Einfluss der Folie, nimmt auch die maximale Spannung in der Probe ab. Es wird somit eine größere Last benötigt, um den Bruch herbeizuführen. Bei Berechnung der Bruchspannung mit dem Faktor f für eine punktförmige Krafteinleitung wird die Festigkeit demnach überschätzt. Zusätzlich zeigen die Versuchsserien mit beklebten Oberflächen einen deutlich höheren Weibullmodul als der Rest der Proben. Dies legt einen Einfluss der Folien und Tapes auf die Streuung nahe, selbst wenn diese auf die Druckseite geklebt wurden. Die Probenserien R-28-1-T und R-28-1-BT sind nahezu ident, somit werden auch mit unterschiedlicher Beklebung gleiche Ergebnisse erzielt.

Abbildung 80 zeigt die Festigkeit der nassgestrahlten LTC-Keramik-Proben in Abhängigkeit der effektiven Oberfläche für beide Probengeometrien. Die Trendlinie berücksicht-

sichtigt alle Probensätze mit Ausnahme der Probenserien B-13-N-BT, R-13-N und R-13-N-EX.

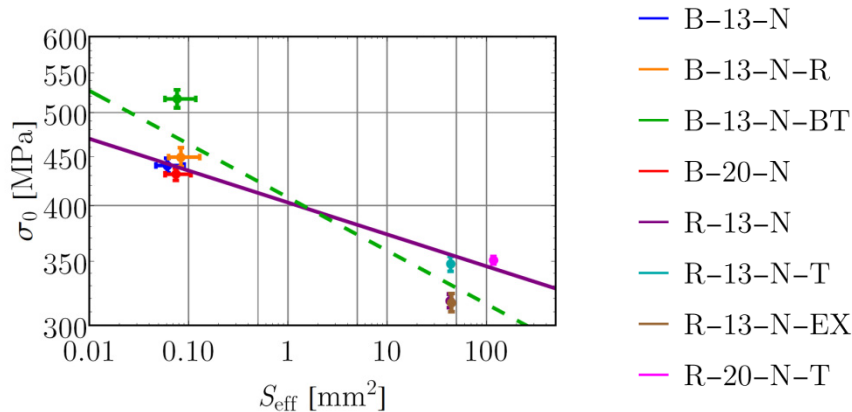


Abbildung 80: Charakteristische Festigkeit in Abhängigkeit der effektiven Oberfläche für die nassgestrahlten LTC-Keramik-Proben

Auch für dieses Material erfolgt die Reihung der Probenserien wie erwartet. Die Festigkeit der B3B-Versuche liegt deutlich über jener der RoR-Versuche. Werden verschiedene Geometrien für den B3B-Versuch verglichen, kann keine eindeutige Reihung nach Probengröße vorgenommen werden, da die Konfidenzintervalle überlappen. Für den RoR-Versuch liegen die Konfidenzintervalle noch näher beieinander, daher ist auch hier keine Unterscheidung möglich. Die Steigung der durchgezogenen Trendlinie entspricht $m = 30.1$. Damit stimmt lediglich die Probenserie R-20-N-T mit dem Weibullmodul der Linie überein. Die Steigung der strichlierten, grünen Linie in Abbildung 80 entspricht einem Weibullmodul von $m = 18$. Dies würde gerade noch innerhalb der Konfidenzintervalle der einzelnen Probenserien liegen. Die Position der Linie wurde so gewählt, dass die Probenserie B-13-N-R erfasst wird und der Abstand zu den RoR-Versuchen möglichst klein ist. Daraus ist zu erkennen, dass die Festigkeit der normgerecht mit Zwischenschichten durchgeführten RoR-Versuche um ca. 10MPa (R-13-N-T) oder 35MPa (R-20-N-T) zu hoch ist, um eine Übereinstimmung mit den B3B-Versuchen zu zeigen. Die gleiche Überlegung, ausgehend von den RoR-Versuchen, deutet auf eine zu geringe Festigkeit der B3B-Probenserien hin. Dieses Verhalten kann eintreten, wenn unterschiedliche Defektpopulationen für das Versagen in B3B- und RoR-Proben verantwortlich sind, die Defektgrößenverteilung nicht einem inversen Potenzgesetz $g \propto a^{-p}$ folgt oder durch das Nassstrahlen Eigenspannungen vorliegen, die in unterschiedlichen Versuchstypen unterschiedlich wirken. Im nassgestrahlte Oberflächenzustand ist die LTC-Keramik somit kein "Weibull-Material". Erneut fällt die B3B-

Probenserie mit Folie auf der Druckseite (B-13-N-BT) durch eine deutlich erhöhte Festigkeit auf. Auch hier kann dies durch die Veränderung des Kontaktradius erklärt werden. Diese Aussage wird durch die Ergebnisse der Probenserie B-13-N-R, die mit einem Verstärkungsring auf der Druckseite beklebt wurde, unterstützt. Bei diesen Proben wurde der Kontakt zwischen Lastkugel und Probe trotz Beklebung nicht beeinflusst. Der Vergleich mit der Probenserie B-13-N zeigt keinen statistisch erfassbaren Einfluss auf das Festigkeitsergebnis. Die Probenserien R-13-N und R-13-N-EX wurden beide ohne Zwischenschicht geprüft und zeigen eine um ca. 10% geringere Festigkeit als die Probenserie R-13-N-T. Auch dieses Verhalten wurde bereits beobachtet. Auffallend sind die nahezu identen Festigkeiten und effektiven Oberflächen dieser Serien, die eine Unterscheidung in Abbildung 80 nicht ermöglichen. Die Probenserie R-13-N-EX wurde mit um ca. 0.5mm exzentrisch angeordneten Auflagerringen geprüft. Dies entspricht einer Abweichung von ca. 5%, bezogen auf den Supportringdurchmesser. In der Literatur wird bei einer Abweichung der Konzentrität von 1% bereits von 2% Spannungsabweichung ausgegangen [44]. Diese starke Exzentrizität würde somit eine um ca. 10% erhöhte Spannung verursachen. Genau diese Festigkeitsdifferenz wird beobachtet. Es ist daher keine eindeutige Ursache für den Festigkeitsabfall dieser Probenserie auszumachen. Beobachtet wird zusätzlich eine Abnahme des Weibullmoduls im Vergleich zu der Probenserie R-13-N. Da jedoch eine geringe Überlappung der Konfidenzintervalle besteht, ist die Aussagekraft dieses Unterschiedes bedingt gegeben.

Die Festigkeit sandgestrahlter LTC-Keramik Proben in Abhängigkeit der effektiven Oberfläche für verschiedene Geometrien ist in Abbildung 81 gezeigt. Die Trendlinie wurde mit Ausnahme der Probenserie R-13-S-EX berechnet.

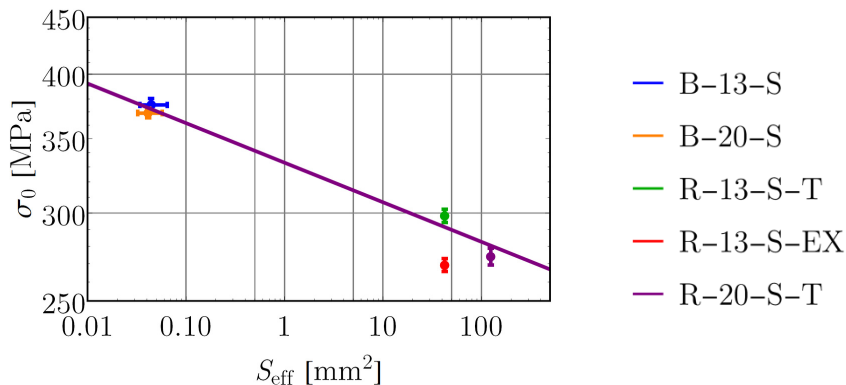


Abbildung 81: Charakteristische Festigkeit in Abhängigkeit der effektiven Oberfläche für die sandgestrahlten LTC-Keramik-Proben

Wie bereits für andere Versuchsreihen beobachtet, kann ein eindeutiger Unterschied zwischen B3B-Probenserien und RoR-Probenserien ausgemacht werden. Die Intervalle der Festigkeit und der effektiven Oberflächen überlappen für die beiden B3B-Probenserien. Dadurch ist keine Reihung nach effektiver Oberfläche möglich. Die Probenserien R-13-S-T und R-20-S-T zeigen hingegen eine deutliche Festigkeitsabnahme mit zunehmender effektiver Oberfläche. Die Steigung der Trendlinie entspricht $m = 28.1$. Mit Ausnahme der Probenserie R-20-S-T stimmt dies im Rahmen der 90%-Konfidenzintervalle mit den Weibullmoduli der Einzelserien überein. Die Probenserie R-13-S-EX wurde ohne Zwischenschicht geprüft und weist auch für dieses Material eine geringere Festigkeit auf.

Zusammenfassend ist für das Material Frialit die Vergleichbarkeit der drei Versuchsmethoden gegeben. Geringe Abweichungen von der Trendlinie treten bei den Proben mit 17mm Durchmesser auf. Die sandgestrahlten Proben der LTC-Keramik zeigen eine gute Vergleichbarkeit und kaum Abweichung von der Trendlinie. Die nassgestrahlten Proben lassen sich zwar gut durch eine Trendlinie beschreiben, jedoch stimmt die Steigung der Linie nicht mit dem Weibullmodul der einzelnen Probenserien überein. Dies wird durch eine zu niedrige Festigkeit der B3B-Proben oder zu hohe Festigkeit der RoR-Proben verursacht.

Generell lässt sich ableiten, dass ein Vergleich zwischen den Methoden für verschiedene Materialien möglich ist. Essenziell dafür ist die Verwendung reibungsreduzierender Zwischenschichten für den RoR-Versuch, da sonst die Festigkeit unterschätzt wird. Außerdem kann eine exzentrische Positionierung der Ringe zueinander den gleichen Effekt hervorrufen. Beide Möglichkeiten werden bei korrekter Prüfung nach der Norm ASTM C 1499 ausgeschlossen [43]. Da für verschiedene Bruchkräfte verschiedene Zwischenschichten notwendig sein könnten, erschwert dies die Vergleichbarkeit verschiedener RoR-Versuche zueinander. Ebenso führt die Verwendung der gleichen Schichten im B3B-Versuch zu einer Überschätzung der Festigkeit und sollte vermieden werden.

7.2. Einfluss von Zwischenschichten im RoR-Versuch

Da in der Norm ASTM C 1499 auf die Verwendung reibungsreduzierender Zwischenschichten explizit hingewiesen wird [43], wurde der Reibungseinfluss als erste Vermutung für den Festigkeitsabfall zwischen RoR-Proben, die mit und ohne Zwischenschicht geprüft wurden, herangezogen. Die Reibungskoeffizienten der geprüften Werkstoffe gegen Stahl sind nicht bekannt, daher konnte keine quantitative Abschätzung durchgeführt werden. Durch die Berechnung der Extremfälle mit perfekter Haftung oder keiner Reibung ist jedoch zumindest eine qualitative Abschätzung möglich. Wie in Abbildung 46 bis Abbildung 49 eindeutig zu erkennen ist, nimmt die maximale Spannung im Zentrum der Probe in jedem Reibungsfall im Vergleich zum Idealzustand ohne Reibung ab. Das würde dazu führen, dass bei Prüfbedingungen, bei denen Reibung vorliegt, die Festigkeit der Proben überschätzt wird. Dies entspricht dem Gegenteil des beobachteten Verhaltens und kann daher als Ursache für den Festigkeitsabfall ausgeschlossen werden. Die gefundenen Ergebnisse stimmen somit gut mit der Untersuchung von Fessler & Fricker überein [37].

Da die Berücksichtigung der Reibung keine zufriedenstellende Erklärung für den Festigkeitsabfall bei RoR-Versuchen ohne Zwischenschichten liefert, wurde der Einfluss einer inhomogenen Krafteinleitung durch Unebenheiten im Lastring auf die Spannungen in der Probe untersucht. In einer ersten Abschätzung wurden diese Unebenheiten durch Spannungsmaxima und -minima in die Simulation miteinbezogen. Um den Einfluss der zuvor variierten Parameter darzustellen, wurde das Verhältnis der maximalen auftretenden Spannung entlang des Max-Paths der Finite-Elemente Rechnung σ_{max} zur analytischen Lösung $\sigma_{analytisch}$ gebildet:

$$\Delta\sigma = \frac{\sigma_{max}}{\sigma_{analytisch}} \quad (41)$$

$\sigma_{analytisch}$ wurde mit Gleichung (29) und (30) berechnet. Abbildung 82 (a) zeigt die Spannungsüberhöhung $\Delta\sigma$ der tangentialen Spannungskomponente in Abhängigkeit der Amplitude der Oszillation, Abbildung 82 (b) jene der radialen Spannungskomponente.

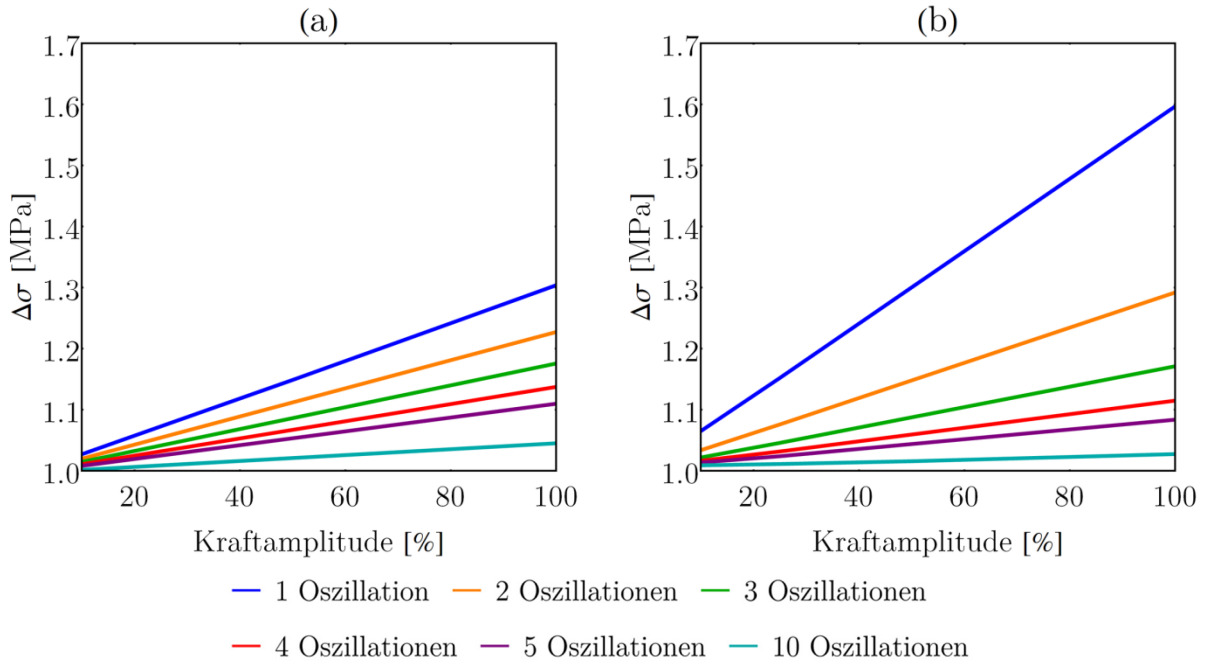


Abbildung 82: Überhöhung der tangentialen (a) und radialen (b) Spannungskomponente in Abhängigkeit der Kraftamplitude der Oszillation

Es ist eindeutig zu erkennen, dass die Spannungsüberhöhung linear mit der Höhe der Kraftamplitude zunimmt und sich stärker auf die radiale Spannungskomponente auswirkt. Da bei einzelnen Punktkontakten eine Kraftamplitude von 100% vorliegen würde, kann dies zu einer lokal um ca. 60% erhöhten Spannung führen. Die Abhängigkeit der Spannungsüberhöhung von der Anzahl der Spannungsmaxima i ist in Abbildung 83 gezeigt. Abbildung 83 (a) zeigt dies für die tangentiale Spannungskomponente, Abbildung 83 (b) für die radiale Spannungskomponente. Es ist zu erkennen, dass eine gleichmäßigere Lasteinleitung zu geringerer Spannungsüberhöhung führt.

Diese Ergebnisse zeigen, dass eine ungleichmäßige Lasteinleitung die Spannungen in den Proben im Vergleich zum Idealfall lokal erhöht. In solchen Fällen rechnet man mit einer Unterschätzung der gemessenen Festigkeit, wie sie auch in den Experimenten ohne Zwischenlagen beobachtet wurde.

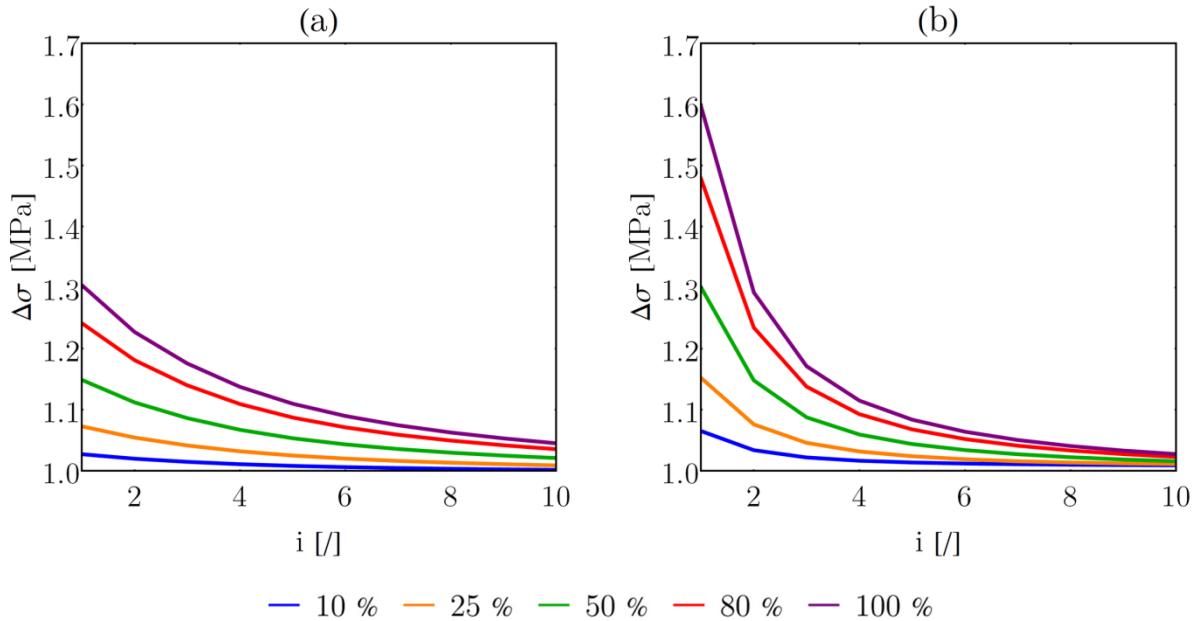


Abbildung 83: Überhöhung der tangentialen (a) und radialen (b) Spannungskomponente in Abhängigkeit der Anzahl an Spannungsmaxima für verschiedene Kraftamplituden

Bei den Experimenten lagen die Abweichungen der Festigkeiten, die in den Versuchen ohne Zwischenschichten gemessen wurden, bei etwa 20% (RoR groß, Frialit) bzw. 10% (RoR klein, LTC-Keramik nassgestrahlt). Eine Überhöhung von etwas weniger als 20% könnte sowohl durch 2 Spannungsmaxima bei 80% Kraftamplitude sowie 3 Spannungsmaxima bei 100% Kraftamplitude erreicht werden. Für eine Überhöhung von ca. 10% kämen für die gleichen Kraftamplituden 4 oder 5 Spannungsmaxima in Frage. Zusätzlich können 3 Spannungsmaxima mit nur 50% Kraftamplitude den gleichen Effekt hervorrufen. Der Fall zweier Spannungsmaxima mit 80% Kraftamplitude kann durch 2 starke Unebenheiten mit leichtem Kontakt am Rest des Ringes zustande kommen. Gleiches gilt für 4 Spannungsmaxima. Die beiden anderen Fälle würden für 3 oder 5 Auflagerpunkte mit nahezu keinem Kontakt zwischen Lastring und Probe sprechen. Beide Annahmen sind plausibel.

Zusätzlich sollte es in den Proben, die ohne Zwischenschichten geprüft wurden, auch zu einer Häufung der Bruchausgänge an den Stellen mit starker Spannungsüberhöhung kommen. Der Effekt der Zwischenschichten scheint daher nicht eine Reduktion der Reibung im Prüfaufbau zu sein, sondern ein Ausgleichen von Unebenheiten zwischen Probe und Lastring. Allerdings kann ein ähnlicher Effekt auch durch zu dünne Proben erzielt werden. Mit Zunahme der Durchbiegung bezogen auf die Probendicke steigt nach Po-

wers et al. auch das Verhältnis der maximalen Spannung bei Lastringradius zur Spannung im Zentrum der Probe [44]. Diese Erkenntnis fließt in die untere Gültigkeitsgrenze für die Dicke der Proben in der Norm ASTM C 1499 ein [43–45]. Die nassgestrahlten Proben mit 20mm Seitenlänge der LTC-Keramik weisen, berechnet nach dieser Norm, ein Verhältnis der Durchbiegung zu Probendicke von ca. 0.45 auf. Demnach tritt nach Powers et al. eine Spannungsüberhöhung von 5% - 6% auf [45]. Dies bedeutet, dass die Festigkeit der Probenserie R-20-N-T aufgrund einer zusätzlichen Spannungsüberhöhung bereits unterschätzt wurde und die Abweichung von der idealen (grünen) Trendlinie umso größer ist.

Alles in allem stellt die harmonische Oszillation jedoch nur eine erste Annäherung an eine durch Unebenheiten verursachte Lastverteilung dar und bildet nicht unbedingt eine reale Verteilung ab. Die exakte Lastverteilung ist zu diesem Zeitpunkt nicht bekannt und müsste idealerweise mittels eines Kontaktmodells in der Finite-Elemente-Berechnung ermittelt werden. Dafür ist eine nähere Untersuchung und exakte Vermessung der Lastring- sowie der Probenoberfläche notwendig, um ein sinnvolles Kontaktmodell zu generieren.

8. Zusammenfassung und Ausblick

In dieser Arbeit wurden der Ball-on-Three-Balls-Versuch (B3B), der Piston-on-Three-Balls-Versuch (P3B) und der Ring-on-Ring-Versuch (RoR) auf ihre Vergleichbarkeit untersucht. Unter Zuhilfenahme der Finiten-Elemente-Methode wurde für den RoR-Versuch zusätzlich der Einfluss der Reibung oder Veränderung der Krafteinleitung durch Zwischenschichten zwischen Probe und Auflager auf die maximale Spannung in der Probe beurteilt. Als Testmaterial standen Scheiben aus Al_2O_3 (Frialit) und quadratische Platten aus einer LTC-Keramik zur Verfügung. Das Material Frialit wies 4 verschiedene Probengeometrien auf: Scheiben mit 17mm Durchmesser (0.8mm und 1mm Dicke) und jene mit 28mm Durchmesser (1mm und 1.7mm Dicke). Ebenso wurden die Proben der LTC-Keramik auf 4 Probentypen aufgeteilt: Nassgestrahlte Proben (13mm und 20mm Kantenlänge) und Sandgestrahlte Proben (13mm und 20mm Kantenlänge). Um den Einfluss der Zwischenschichten zu beurteilen wurden Teflon-Folien und -Tapes, Gummi-Folien, Polyester-Tapes und selbstklebende Verstärkungsringe verwendet. Insgesamt wurden auf Basis dieser Versuchsmatrix über 750 Proben, zusammengefasst zu 24 Versuchsserien, getestet.

Allgemein kann die Aussage getroffen werden, dass sich die verschiedenen biaxialen Versuchsmethoden auf Basis der Festigkeit und effektiven Oberfläche vergleichen lassen. Dies gilt nur unter der Voraussetzung, dass die RoR-Versuche normgerecht (mit Zwischenschichten) durchgeführt wurden und dass es sich dabei um ein Weibullmaterial handelt. Bei den in dieser Arbeit untersuchten Materialien trifft dies auf Frialit und die sandgestrahlte LTC-Keramik zu. Bei diesen Werkstoffen lässt sich die Abhängigkeit der Festigkeit von der effektiv geprüften Probenoberfläche, wie sie nach der Weibulltheorie erwartet wird, an den experimentellen Daten nachweisen. Bei der nassgestrahlten LTC-Keramik kann eine Abweichung vom Weibullverhalten durch Eigenspannungen oder einer Defektgrößenverteilung, die nicht einem inversen Potenzgesetz folgt, verursacht werden.

Im B3B-Versuch verändert eine Folienschicht auf der Druckseite der Probe (also unter der lasteinleitenden Kugel) die Lasteinleitung so, dass bei gleicher Belastung die Span-

nung in der Probe im Vergleich zum Fall ohne Folie verringert wird und daher die Festigkeit überschätzt wird.

Eine Ausnahme von diesem Verhalten stellen Verstärkungsringe dar. Die Lastkugel steht bei diesen Proben nicht in Kontakt mit der Probe und führt dadurch zu keiner Änderung des Kontaktradius. Es wurde keine Festigkeitsdifferenz zu den unbesetzten Proben festgestellt, demnach hat die Beklebung der Druckseite an sich keinen Einfluss auf die gemessene Festigkeit.

Werden im RoR-Versuch keine Zwischenschichten verwendet, wird ein starker Festigkeitsabfall beobachtet. Dies ist nicht auf den Einfluss der Reibung zurückzuführen, da gezeigt werden konnte, dass Reibung die Spannung innerhalb des Lastringes senkt und somit die Festigkeit überschätzt werden würde. Dies steht in Einklang mit den Ergebnissen von Fessler & Fricker [37]. Um die Festigkeitsdifferenz zwischen Proben mit und ohne Zwischenschicht zu erklären, wurde der Einfluss möglicher Unebenheiten zwischen Lastring und Probe herangezogen. Diese Berechnungen ergaben einen deutlichen lokalen Anstieg der Spannung von bis zu 60% und erklären somit den beobachteten Festigkeitsabfall. Ein Festigkeitsabfall von 20% kann durch 3 Spannungsmaxima verursacht werden, während 5 Spannungsmaxima die Festigkeit um ca. 10% senken würden. Demnach müssen zur korrekten Ermittlung der Festigkeit mit dem RoR-Versuch unbedingt Zwischenschichten verwendet werden.

Um den beobachteten Einfluss der Unebenheiten zu bestätigen, müssen alle getesteten Proben fraktographisch untersucht werden und eine Häufung der Bruchausgänge nahe der Lasteinleitung beobachtet werden. Ebenso sollte die Oberfläche der Auflagerringe und der Proben vermessen werden und diese Information in ein Kontaktmodell für die Finite-Elemente-Berechnung eingebaut werden.

9. Literaturverzeichnis

1. Katz RN. Overview of Ceramic Materials, Design, and Application. In: Kutz M, editor. Mechanical engineers' handbook 1: Materials and mechanical design. 3rd ed. Hoboken, N.J: Wiley; 2006. p. 433–449. doi:10.1002/0471777447.ch12.
2. Munz D, Fett T. Ceramics: Mechanical Properties, Failure Behaviour, Materials Selection. Berlin, Heidelberg: Springer; 1999.
3. Brinkman CR, Duffy SF. Life Prediction Methodologies and Data for Ceramic Materials. 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959: ASTM International; 1994.
4. Wachtman JB, Matthewson MJ, Cannon WR. Mechanical properties of ceramics. Hoboken, New Jersey: Wiley; 2009.
5. Shetty D, Rosenfield AR, McGuire P, Bansal GK, Duckworth WH. Biaxial Flexure Test for Ceramics. American Ceramic Society Bulletin. 1980;1193–7.
6. ASTM F394-78: Test Method for Biaxial Flexure Strength (Modulus of Rupture) of Ceramic Substrates (Discontinued 2001) 1996. West Conshohocken, PA: ASTM International. doi:10.1520/F0394-78R96.
7. Morrell R, McCormick NJ, Bevan J, Lodeiro M, Margetson J. Biaxial disc flexure – modulus and strength testing. British Ceramic Transactions. 2013;98:234–40. doi:10.1179/096797899680507.
8. Barsoum MW. Fundamentals of ceramics. Boca Raton, FL: CRC Press, Taylor & Francis Group; 2019.
9. Mitchell TE, Lagerlöf KPD, Heuer AH. Dislocations in ceramics. Materials Science and Technology. 1985;1:944–9. doi:10.1179/026708385790123838.
10. Danzer R, Lube T, Supancic P, Damani R. Fracture of Ceramics. Adv. Eng. Mater. 2008;10:275–98. doi:10.1002/adem.200700347.
11. Danzer R. Mechanical Performance and Lifetime Prediction. In: Encyclopedia of Advanced Ceramics. p. 385–398.
12. Lawn B. Fracture of Brittle Solids: Cambridge University Press; 2010.
13. Gross D, Seelig T. Fracture Mechanics: With an Introduction to Micromechanics. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg; 2011.

14. ISO 23146:2012: Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) - Test methods for fracture toughness of monolithic ceramics - Single-edge V-notch beam (SEVNB) method (ISO 23146:2012); German version EN ISO 23146:2016: International Organization for Standardization.
15. ISO 24370:2005: Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Test method for fracture toughness of monolithic ceramics at room temperature by chevron-notched beam (CNB) method: International Organization for Standardization.
16. ISO 18756:2003: Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) - Determination of fracture toughness of monolithic ceramics at room temperature by the surface crack in flexure (SCF) method: International Organization for Standardization.
17. ISO 15732:2003: Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Test method for fracture toughness of monolithic ceramics at room temperature by single edge precracked beam (SEPB) method: International Organization for Standardization.
18. Griffith A.A. VI. The phenomena of rupture and flow in solids. *Phil. Trans. R. Soc. Lond. A.* 1921:163–98. doi:10.1098/rsta.1921.0006.
19. Irwin G.R. Analysis of Stresses and Strains near the End of a Crack traversing a Plate. *Journal of Applied Mechanics-Transactions of ASME.* 1957;24:351–69.
20. Danzer R. A general strength distribution function for brittle materials. *Journal of the European Ceramic Society.* 1992;10:461–72. doi:10.1016/0955-2219(92)90021-5.
21. Weibull W. A Statistical Distribution Function of Wide Applicability. *Journal of Applied Mechanics.* 1951;18:293–7.
22. Weibull W. *A Statistical Theory of the Strength of Materials.* Stockholm: Generalstabens Litografiska Anstalts Förlag; 1939.
23. DIN EN 843-5 : 2007 :Advanced technical ceramics - Mechanical properties of monolithic ceramics at room temperature - Part 5: Statistical analysis 2007: German Institute for Standardisation (Deutsches Institut für Normung).
24. Danzer R, Lube T, Supancic P. Monte-Carlo Simulations of Strength Distributions of Brittle Materials - Type of Distribution, Specimen- and Sample Size. *Zeitschrift für Metallkunde.* 2001;92:773–83.

25. Danzer R, Supancic P, Harrer W, Lube T, Börger A. Biaxial Strength Testing on Mini Specimens. In: Gdoutos E.E. (eds) Fracture of Nano and Engineering Materials and Structures. Springer, Dordrecht. p. 589–590.
26. EN ISO 6782:2015: Zahnheilkunde - Keramische Werkstoffe 2015. Europäisches Komitee für Normung.
27. ASTM C1161 - 18: Test Method for Flexural Strength of Advanced Ceramics at Ambient Temperature 2018. West Conshohocken, PA: ASTM International. doi:10.1520/C1161-18.
28. DIN EN 843-1:2008-08: Advanced technical ceramics - Mechanical properties of monolithic ceramics at room temperature - Part 1: Determination of flexural strength; German version EN 843-1:2006 2008: German Institute for Standardisation (Deutsches Institut für Normung).
29. Morell R. Biaxial flexural strength testing of ceramic materials: A National Measurement Good Practice Guide No. 12: National Physical Laboratory; 2007.
30. Godfrey DJ, John S. Disc flexure tests for the evaluation of ceramic strength. Proceedings 2nd International Conference of Ceramic materials and Components for Engines. 1986:657–65.
31. Börger A, Supancic P, Danzer R. The ball on three balls test for strength testing of brittle discs: Stress distribution in the disc. Journal of the European Ceramic Society. 2002;22:1425–36. doi:10.1016/S0955-2219(01)00458-7.
32. Börger A, Supancic P, Danzer R. The ball on three balls test for strength testing of brittle discs: Part II: analysis of possible errors in the strength determination. Journal of the European Ceramic Society. 2004;24:2917–28. doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2003.10.035.
33. Danzer R, Börger A, Supancic P, Ruiz Villanueva MA. Ein einfacher Festigkeitsversuch für Scheiben aus spröden Werkstoffen. Mat.-wiss. u. Werkstofftech. 2003;34:490–8. doi:10.1002/mawe.200390098.
34. Danzer R, Supancic P, Harrer W. Der 4-Kugelversuch zur Ermittlung der biaxialen Biegefestigkeit spröder Werkstoffe. Kriegsmann, J. (Hrsg): Technische keramische Werkstoffe. 2009:1–48.

-
35. Danzer R, Harrer W, Supancic P, Lube T, Wang Z, Börger A. The ball on three balls test—Strength and failure analysis of different materials. *Journal of the European Ceramic Society*. 2007;27:1481–5. doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2006.05.034.
 36. Lube T, Harrer W, Supancic P. *Practical Guide to Ball-on-three-Balls (B3B-) Testing*. ISFK; 2019.
 37. Fessler H, Fricker DC. A Theoretical Analysis of the Ring-On-Ring Loading Disk Test. *J American Ceramic Society*. 1984;67:582–8. doi:10.1111/j.1151-2916.1984.tb19598.x.
 38. Lube T. *Fraktographische Auswertung flüssiggeschmierter RoR-Versuche 2019*. ISFK.
 39. Kirstein AF, Woolley RM. Symmetrical bending of thin circular elastic plates on equally spaced point supports. *Journal of Research of the National Bureau of Standards, Section C: Engineering and Instrumentation*. 1967;71C:1. doi:10.6028/jres.071C.002.
 40. Wachtmann J.R. Jr, Capps W, Mandel J. Biaxial flexure tests of ceramic substrates. *Journal of Materials*. 1972:188–94.
 41. Ramos JdS, Fraga S, Vogel GF, May LG. Influence of the geometry of ceramic specimens on biaxial flexural strength: Experimental testing and finite element analysis. *Cerâmica*. 2018;64:120–5. doi:10.1590/0366-69132018643692287.
 42. Lube T, Supancic P. *Vertraulicher Bericht: Biaxiale Festigkeitsversuche an Dentalkeramik: Experimente und Berechnungen*. ISFK; 2017.
 43. ASTM C 1499-05: Test Method for Monotonic Equibiaxial Flexural Strength of Advanced Ceramics at Ambient Temperature 2005. West Conshohocken, PA: ASTM International. doi:10.1520/C1499-05.
 44. Powers LM, Salem JA, Weaver AS. Stresses in Ceramic Plates Subjected to Loading Between Concentric Rings. In: Salem JA, editor. *Fracture resistance testing of monolithic and composite brittle materials*. West Conshohocken, Pa.: ASTM International; 2002. 30-45. doi:10.1520/STP10470S.
 45. Salem JA, Powers L. Guidelines for the Testing of Plates. In: Lin H-T, Kriven WM, editors. *27th International Cocoa Beach Conference on Advanced Ceramics and Composites: January 26-31, 2003, Cocoa Beach, Florida*. Westerville, Ohio: American Ceramic Society; 2003. p. 357–364. doi:10.1002/9780470294826.ch52.

-
46. Adler W, Mihora D. Biaxial Flexure Testing: Analysis and Experimental Results. In: *Fracture Mechanics of Ceramics*. p. 227–245.
 47. Frandsen HL. Weibull statistics effective area and volume in the ball-on-ring testing method. *Mechanics of Materials*. 2014;73:28–37. doi:10.1016/j.mechmat.2013.10.010.
 48. Deluca M, Bermejo R, Pletz M, Supancic P, Danzer R. Strength and fracture analysis of silicon-based components for embedding. *Journal of the European Ceramic Society*. 2011;31:549–58. doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2010.10.029.
 49. Gruber M, Kraleva I, Supancic P, Bielen J, Kiener D, Bermejo R. Strength distribution and fracture analyses of LiNbO₃ and LiTaO₃ single crystals under biaxial loading. *Journal of the European Ceramic Society*. 2017;37:4397–406. doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2017.02.002.
 50. FRIATEC GmbH, Division Keramik (Mannheim, DE). Werkstoffdatenblatt FRIALIT F99,7.
 51. Schlacher J. Messergebnisse biaxialer Versuche an Frialit 2019.
 52. Supancic P, Bermejo R, Kraleva I, Gruber M, Petschenig I, Danzer R. Vertraulicher Bericht: Ermittlung thermophysikalischer Eigenschaften einer LTC-Keramik. ISFK; 2015.
 53. High-tech-flon® films and fabrics (Konstanz, DE). Produktinformation PTFE virginale Folie 0.05 - 600. 2020. <https://shop.hightechflon.com/ptfe-folie-teflon-folie-virginal-0.05mm-wei%C3%9f/Page-16-1-126-176.aspx>. Accessed 18 Feb 2020.
 54. DuPont de Nemours (Wilmington, USA). Teflon PTFE Properties Handbook.
 55. High-tech-flon® films and fabrics (Konstanz, DE). Produktinformation PTFE Klebeband 0.08 V SW. 2020. <https://shop.hightechflon.com/PTFE-Teflon-virginal-Klebeband-0,08-V-SW-0,08mm/Page-16-1-97-71.aspx>. Accessed 18 Feb 2020.
 56. High-tech-flon® films and fabrics (Konstanz, DE). High-tech-flon Rechnung_1841132; 2018.
 57. AIRTECH Europe Sarl (Differdange, LU). Datenblatt Flashbreaker® 1. 2019. https://catalog.airtechintl.com/product_estore.php?product_id=1145&lang=EN. Accessed 18 Feb 2020.
 58. Wagner R, Harrer W, Danzer R. Application of the Ball on Three Balls Test in the Development of a High Strength Partially Stabilised Zirconia Ceramic. *Ceramic Forum International*. 2009;86:50–3.

59. Madenci E, Guven I. The Finite Element Method and Applications in Engineering Using ANSYS®. 2nd ed. Boston, MA, s.l.: Springer US; 2015.

Anhang: Bruchspannungen der Proben

A1 Frialit 17mm

Tabelle A1: Bruchspannung jeder Probe des Materials Frialit mit 17mm Durchmesser. Angaben in MPa

Proben Nr.	B-17-1	P-17-1-R	R-17-1-T	R-17-1-BT	R-17-1-2G	R-17-0.8-T
1	332.918	305.148	243.802	328.735	297.228	315.353
2	338.995	310.094	260.16	338.512	311.744	294.904
3	340.226	319.517	267.374	351.541	313.691	307.465
4	348.265	320.274	275.312	322.292	314.225	281.772
5	371.84	325.598	279.166	323.958	318.392	299.608
6	372.055	338.738	281.473	285.043	318.82	335.473
7	379.83	339.096	283.517	294.308	321.123	302.57
8	380.442	339.725	283.391	238.953	322.023	328.023
9	388.526	339.851	288.924	324.933	322.927	295.206
10	391.928	340.374	296.234	302.969	326.486	313.176
11	391.768	342.141	305.048	321.9	328.705	302.707
12	395.439	343.169		291.156	330.492	284.286
13	396.629	344.559		330.762	331.725	273.453
14	394.163	345.748			332.809	296.321
15	395.254	345.78			334.268	321.768
16	399.282	346.268			336.941	304.908
17	400.17	348.117			341.498	317.706
18	400.579	349.435				329.117
19	401.281	350.349				280.635
20	401.629	350.586				327.281
21	401.891	350.761				290.252
22	405.794	350.974				190.092
23	409.921	351.049				290.661
24	411.141	353.821				306.141
25	412.477	354.116				298.347
26	427.601	355.916				317.378
27	426.734	356.06				
28	427.609	369.578				
29	430.781	378.101				
30	455.103					

A2 Frialit 28mm

Tabelle A2: Bruchspannung jeder Probe des Materials Frialit mit 28mm Durchmesser. Angaben in MPa

Proben Nr.	B-28-1	B-28-1.7	B-28-1.7-BT	R-28-1	R-28-1-T	R-28-1-BT
1	351,384	360,919	384,716	218,657	298,604	276,732
2	374,169	373,888	385,652	215,039	312,823	289,23
3	361,243	327,924	358,486	194,704	293,733	273,893
4	356,455	364,988	373,422	230,853	307,982	286,783
5	383,851	326,094	372,599	240,25	304,895	306,644
6	381,58	351,949	367,861	233,272	293,735	304,588
7	349,864	355,721	380,114	247,494	301,447	310,164
8	365,849	360,809	390,456	220,921	269,381	316,541
9	351,597	336,67	365,242	231,696	296,403	317,643
10	363,063	372,928	380,682	218,957	308,269	289,726
11	366,912	379,837	378,237	245,756	302,777	294,667
12	404,455	349,487	389,28	260,072	299,824	316,387
13	366,038	335,26	373,415	209,676	301,959	300,497
14	386,129	343,176	374,39	231,093	297,211	308,839
15	388,789	350,987	359,056	221,864	298,789	301,279
16	359,663	359,358	378,013	241,253	320,006	286,765
17	366,708	344,191	372,642	257,279	294,483	309,983
18	346,468	366,164	330,38	235,668	285,067	309,688
19	343,941	360,236	397,009	251,25	304,877	310,748
20	372,554	349,706	357,255	239,697	306,099	299,719
21	383,356	352,493	371,908	223,852	298,047	303,454
22	364,826	357,559	373,737	230,343	311,295	306,747
23	366,609	330,074	393,01	233,159	295,168	306,874
24	346,68	350,997	371,248	230,705	308,709	301,739
25	366,115	349,317	380,996	229,35	294,317	297,108
26	364,965	365,221	393,414	271,838	313,694	310,02
27	369,018	359,257	353,807	243,181	294,625	308,406
28	374,403	356,744	390,728	255,26	283,561	306,319
29	376,63	332,995	384,967		315,657	314,748
30	376,205	368,439	355,984		300,102	
31			382,274			
32			376,753			

A3 LTC-Keramik Nassgestrahlt

Tabelle A3: Bruchspannung jeder Probe der nassgestrahlten LTC-Keramik. Angaben in MPa

Proben Nr.	B-13-N	B-13-N-R	B-13-N- BT	B-20-N	R-13-N	R-13-N-T	R-13-N- EX	R-20-N-T
1	446,556	474,701	500,766	416,606	315,425	355,321	274,728	353,21
2	439,111	476,716	564,847	389,798	312,405	349,213	324,926	339,87
3	434,354	420,811	570,911	418,491	318,328	339,635	355,91	302,497
4	441,08	474,62	513,411	393,675	276,06	335,229	305,044	353,895
5	406,367	449,95	470,798	415,025	314,813	348,599	283,073	357,448
6	407,561	471,704	512,464	437,418	320,892	352,033	315,897	329,124
7	437,483	453,041	523,049	422,335	335,262	338,601	257,866	355,516
8	398,609	499,728	490,755	400,917	315,113	355,512	310,503	288,604
9	480,974	454,221	492,456	416,643	320,542	326,726	324,05	349,539
10	385,381	401,656	477,444	411,026	303,352	383,887	324,118	350,81
11	444,098	377,093	457,295	417,978	307,289	296,591	308,187	360,261
12	389,083	438,113	455,105	397,691	330,99	358,679	315,535	348,438
13	398,608	414,741	504,523	397,903	319,286	331,915	312,375	350,246
14	365,137	399,697	562,15	449,184	281,016	363,888	289,143	342,205
15	437,833	456,021	491,583	403,166	310,397	339,207	343,243	350,927
16	449,882	424,543	472,504	354,13	266,942	367,24	293,805	308,792
17	425,566	432,295	538,495	403,16	291,957	321,868	307,966	348,397
18	435,957	400,153	500,818	439,083	311,865	352,752	316,766	350,751
19	431,08	400,002	525,941	370,462	290,322	336,745	320,666	356,688
20	407,674	432,628	452,627	441,508	321,768	350,453	335,61	357,156
21	447,79	410,416	464,797	393,399	257,368	287,184	335,524	351,08
22	429,833	402,838	520,07	427,504	322,512	338,236	282,423	308,972
23	392,313	438,57	486,625	368,064	333,767	344,701	307,472	326,535
24	402,043	407,446	509,217	454,141	335,686	334,304	295,321	364,527
25	416,302	436,123	474,838	444,826	312,675	325,535	322,44	347,738
26	422,57	452,516	522,464	471,509	318,686	362,955	278,257	347,649
27	450,019	388,121	511,646	416,616	284,339	332,386	310,462	357,894
28	433,665	442,644	534,943	452,986	317,169	332,167	300,012	362,095
29	465,993	413,644	452,139	431,018	332,516	345,214	285,199	339,571
30	477,52	490,154	476,744	399,302		304,408	283,537	359,161
31	435,997			425,465		325,386	290,276	277,226
32	442,892			349,199		277,84		365,211
33	453,487			455,121				356,168
34				420,321				343,315
35				424,359				344,395

Anhang

36				470,136				342,671
37				422,786				332,965
38				411,368				344,561
39				460,613				355,132
40				458,308				350,689
41				428,681				353,588
42				419,405				342,362
43				417,15				327,438
44				396,867				343,399
45				423,066				368,391
46				404,542				355,163
47				439,641				356,064
48								322,111
49								327,682
50								326,18

A4 LTC-Keramik Sandgestraht

Tabelle A4: Bruchspannung jeder Probe der sandgestrahlten LTC-Keramik. Angaben in MPa

Proben Nr.	B-13-S	B-20-S	R-13-S-T	R-13-S-EX	R-20-S-T
1	360,168	377,48	230,686	266,286	247,373
2	379,689	362,502	282,01	249,885	287,334
3	361,057	371,329	287,946	264,217	257,511
4	350,081	334,652	303,843	234,99	264,869
5	387,526	334,166	257,114	250,232	284,018
6	393,092	343,129	253,995	282,962	264,858
7	371,103	347,773	284,989	265,508	276,963
8	391,273	391,759	289,786	280,716	266,188
9	366,978	364,395	305,727	272,363	301,063
10	262,889	383,375	298,197	259,74	278,95
11	379,283	361,307	305,587	266,61	254,397
12	369,265	343,218	302,232	278,779	268,621
13	362,633	349,292	305,344	273,941	239,338
14	333,646	368,571	271,679	283,313	271,017
15	393,831	355,297	304,598	238,423	233,656
16	347,186	365,657	285,422	272,247	238,222
17	378,034	356,729	299,168	239,306	306,119
18	371,698	381,447	298,098	251,869	268,237
19	360,838	383,104	279,377	264,193	241,741

Anhang

20	364,504	369,549	308,75	273,532	268,427
21	382,85	360,514	306,97	268,707	265,542
22	383,514	356,251	302,241	256,882	290,703
23	370,068	364,738	304,771	253,238	268,058
24	375,517	350,802	314,927	275,255	293,763
25	379,946	338,219	273,268	266,237	244,094
26	358,624	368,483	295,562	253,441	237,768
27	393,042	369,267	284,01	256,202	274,692
28	369,162	330,926	292,25	254,567	258,517
29	380,744	360,821	295,349	252,229	290,263
30	332,774	379,582	299,418	277,083	272,229
31	362,33	362,335	295,301	275,598	280,674
32	361,149	354,294		267,065	285,888
33	353,752	357,915		242,303	252,079
34		369,394		281,523	242,176
35		362,193			248,215
36		349,641			272,176
37		368,204			264,251
38		351,088			276,119
39		342,683			275,717
40		389,154			261,856
41		389,979			273,63
42		358,3			233,331
43		371,555			245,875
44		324,435			254,588
45		364,038			
46		377,864			
47		377,322			
48		365,52			