

Laserthermoschockversuche - Durchführung und Auswertung für unterschiedliche Hochleistungskeramiken

Vom Promotionsausschuss der
Technischen Universität Hamburg-Harburg
zur Erlangung des akademischen Grades
Doktor Ingenieur
(Dr.-Ing.)

genehmigte Dissertation

von
Dipl.-Ing. Robert Pulz

aus Medewitz/Mark

2014

Gutachter: Prof. Dr. rer. nat. Gerold A. Schneider
Technische Universität Hamburg-Harburg

Prof. Dr.-Ing. Birgit Skrotzki
Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung

Tag der mündlichen Prüfung

11.11.2014

Kurzfassung

In dieser Arbeit wurde eine Laserstrahl-Thermoschockanlage grundlegend für die Durchführung von Aufheizthermoschockversuchen an verschiedenen Hochleistungskeramiken weiterentwickelt. Die Anlage wurde hinsichtlich der Versuchstechnik dahingehend erweitert, dass Versuche an Luft und erstmals auch im Vakuum möglich sind, wobei die Probenenerwärmung kontinuierlich und sehr rasch durch eine vom Probeninneren ausgehende spiralförmige Laserstrahlführung erfolgt.

Die Bestimmung der zeit- und orts aufgelösten Temperaturverteilung mit Hilfe einer Hochfrequenz-Infrarotkamera stellt durch die Auswahl von vier Keramiken mit unterschiedlichen thermischen und optischen Eigenschaften einen hohen Anspruch an die Messtechnik. Eine Möglichkeit für die pyrometrische Hochgeschwindigkeits-Temperaturmessung von Proben mit großen Temperaturgradienten sowie wellenlängen- und temperaturabhängigen Transmissions- und Absorptionsverhalten wurde im Rahmen dieser Arbeit entwickelt und wird detailliert vorgestellt. Dazu gehören die Erstellung einer universellen Kalibrierprozedur sowie die Korrektur der Messdaten hinsichtlich verschiedener Rauscheffekte und messtechnischer Artefakte. Das Temperaturprofil kann mit dieser Technik mit guter Genauigkeit bestimmt und ausgewertet werden. Die Temperatur wird auf der gesamten Probenoberfläche erfasst und die Temperaturerhöhung im Laserspot wird damit ebenfalls ermittelt. Die zusätzliche Installation der Schallemissionsmessung erlaubt eine exakte Bestimmung des Zeitpunkts des Probenversagens. Mit diesen Weiterentwicklungen können nun Keramiken mit optisch und thermisch stark variierenden Eigenschaften in verschiedenen Medien untersucht werden.

Der sich einstellende Temperaturgradient in der Probe ist für die Ausbildung von Druckspannungen im Probeninneren und Zugspannungen im kalten Randbereich der Probe verantwortlich. Beim Erreichen einer kritischen, versagensrelevanten Spannung tritt eine Schädigung der Probe auf, wobei der Laserspot eine, die Bruchursache darstellende lokale Temperatur- und daraus folgende Spannungsüberhöhung in der Nähe des jeweiligen Verweilortes verursacht. Die Bestimmung der sich einstellenden Spannungen wurde von einem eindimensionalen Ansatz zur Berechnung der Tangential- und Radialspannungen erstmals auf eine zweidimensionale, auf der Finite-Elemente-Methode basierende Berechnung erweitert.

Die Streuung der versagensrelevanten Spannungen wird statistisch erfasst und bewertet. Die als Stand der Technik anerkannte Weibullstatistik wurde auf die Anforderungen des Thermoschockversuches angepasst bzw. weiterentwickelt. Hierbei wird in Form von Hüllkurven berücksichtigt, dass das belastete Volumen jeder Probe während des Versuches einem örtlich und zeitlich inhomogenen Spannungszustand unterliegt. Dies stellt eine Erweiterung der statistischen Weibull-Analyse dar, die auf der Annahme konstanter Prüfvolumina basiert. Neben dem versagensrelevanten Spannungszustand kann nun auch die bei Versagen gespeicherte elastische Energie berechnet werden, die sehr gut mit sich ausbildenden Bruchmustern korreliert.

Basierend auf der Kenntnis des Spannungszustandes und der gespeicherten elastischen Energie wurden verschiedene Versagenskriterien abgeleitet. Aus einer vergleichenden Gegenüberstellung dieser Versagenskriterien für die untersuchten Hochleistungskeramiken wird das am besten geeignete, mit vertretbarem Aufwand bestimmbare Kriterium abgeleitet.

Damit steht experimentell eine universelle Methode zur Verfügung, medienabhängige Thermoschockversuche an unterschiedlichen Keramiken durchzuführen und auszuwerten. Die so ermittelte Thermoschockfestigkeit und deren Streuung kann zur Auslegung von keramischen Bauteilen herangezogen werden.

Abstract

In this thesis, a laser beam thermal shock rig was fundamentally enhanced to realize heating-up thermal shock tests on different advanced ceramics. The testing technique of the rig was extended with respect to testing media, i.e. testing in vacuum is possible now in addition to air. Heating takes place continuously and very rapidly by a laser beam, which moves helically from the center of the sample to the outside.

The measurement of the time and space resolved temperature distribution was realized by using a high performance infrared camera. The investigation of four different advanced ceramics with dissimilar optical and thermal properties represented a challenging task regarding measuring instrumentation. A procedure to apply pyrometric high-speed temperature measurements to samples with high thermal gradients as well as wavelength and temperature dependent transmission and absorption behavior was developed and is presented in detail. This includes the generation of a universal calibration procedure as well as the correction of the measured data with respect to different noise effects and measuring artifacts. The temperature profile can be determined and evaluated with good accuracy by this approach. The temperature is recorded on the complete specimen surface and the temperature increase in the laser spot is detected as well. The additional installation of the acoustic emission measurement allows the exact determination of the moment of specimen failure. With these advancements, ceramics with strong variations in optical and thermal properties can be investigated now in different media.

The induced temperature gradient results in the development of compressive stresses in the hot sample interior and of tensile stresses in the cold rim. Damage of the sample occurs when reaching a critical failure relevant stress. The laser spot represents the rupture cause due to a local rising of the temperature and, consequently, a stress rise close to its dwell point. The determination of the resulting stresses was extended for the first time from a one dimensional approach calculating the tangential and radial stresses to a two dimensional calculation, which is based on the Finite-Element-Method.

The scatter of the failure stress was statistically determined and assessed. The statistics of Weibull, which is accepted as a state-of-the-art approach, was adapted and further developed, respectively, for the requirements of thermal shock tests. The loaded volume of each sample during the experiment is subjected to a spatio-temporal inhomogeneous stress condition, which is taken into account in terms of an envelope. This represents an expansion of the statistics of Weibull, which assumes a constant sample volume. In addition to the failure relevant stresses, it is possible now to calculate the stored elastic energy at failure, which correlates very well with the observed fracture pattern.

Based on the calculated stress state and the stored elastic energy, different failure criteria were derived. After a contrasting juxtaposition of these failure criteria of the investigated advanced ceramics, the most suitable criterion was proposed, which can be applied with justifiable effort.

Thus, a universal method to perform and evaluate media dependent thermal shock experiments on ceramics is available now. Such thermal shock resistance data as well as their scatter can be used to design ceramic components.

Danksagung

Diese Arbeit entstand an der BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung Fachgruppe 5.2 Werkstoffmechanik in Berlin im Zeitraum von April 2007 bis September 2010. Mein Dank gilt ganz besonders meiner Betreuerin Frau Dr.-Ing. Birgit Rehmer sowie den Kollegen der Arbeitsgruppe 5.22 Frau Monika Finn und Herrn Steffen Glaubitz.

Herrn Prof. Dr. rer. nat. Gerold A. Schneider von der Technischen Universität Hamburg-Harburg sowie Frau Prof. Dr.-Ing. Birgit Skrotzki von der BAM - 5.2 danke ich für die Übernahme der Begutachtung, für die richtungsweisenden Hinweise und für die interessanten Diskussionen.

Herr Dr.-Ing. Bernard Fedelich (BAM - 5.2) und Herr Dipl.-Math. Cetin Haftoglu (BAM - 5.2) haben maßgeblich zur Entwicklung der statistischen Auswertung in Theorie und Durchführung beigetragen, wofür ich meinen herzlichen Dank aussprechen möchte.

Die verwendeten Werkstoffe und Beschichtungen haben Herr Dr. Rentel (ESK Ceramics), Frau Dr. Wilm (Haldenwanger), Frau Dr. Zimmermann (TU Hamburg-Harburg) und Herr Dr. Bernhard (Rolls Royce Group plc) zur Verfügung gestellt. Die Materialcharakterisierung wurde mit Hilfe von Frau Schlösser (TU Braunschweig), Frau Hille (TU Dresden), Frau Mix (BAM - 6.5), Herrn Mölders (BAM - 5.1), Herrn Schadrack (BAM - 5.4), Herrn Hertwig (BAM - 6.4), Herrn Biermann (BAM - Z.5), Herrn Bohse (BAM - 5.6), Herrn Ziener (BAM - 7.3), Herrn Günther (BAM - 5.4), Herrn Saliwan-Neumann (BAM - 5.1) und Herrn Rüster (BAM - Z.5) durchgeführt.

Herr Dr. Monte (PTB), Herr Prof. Woschke (O.-v.-G. Universität Magdeburg), Herr Prof. Hentschel (BAM - 8.5), Herr Dr. Subaric-Leitis (BAM - 8.1), Herr Kunzmann (BAM - 5.4) und Frau Archie (BAM - 5.2) haben mir durch Diskussionen, Hinweise und administrative Erleichterungen wertvolle Zuarbeit geleistet, durch welche die Durchführung der Experimente und die Anfertigung der Dissertation erheblich erleichtert wurde.

Für die Finanzierung und die Gerätebereitstellung bedanke ich mich bei dem Doktorandenprogramm der BAM vertreten durch Prof. Dr.-Ing. habil. Thomas Böllinghaus.

Inhaltsverzeichnis

KURZFASSUNG	III
ABSTRACT	IV
DANKSAGUNG.....	V
INHALTSVERZEICHNIS	1
SYMBOLVERZEICHNIS	3
ABKÜRZUNGSVERZEICHNIS.....	6
1 EINLEITUNG.....	7
2 STAND DER KENNTNISSE	9
2.1 THERMOSCHOCKMETHODEN	9
2.1.1 Abkühlthermoschock.....	10
2.1.2 Aufheizthermoschock.....	13
2.2 KENNWERTE	15
2.3 BERECHNUNG DER THERMISCH INDUZIERTEN SPANNUNGEN.....	19
2.4 GRUNDLAGEN DER BRUCHMECHANIK	21
2.4.1 Energiebetrachtungen.....	21
2.4.2 Der Spannungsintensitätsfaktor K_I	22
2.4.3 Bestimmung der Bruchzähigkeit K_{Ic}	23
2.5 STATISTIK.....	25
2.6 MEHRACHSIGE BEANSPRUCHUNG.....	29
3 MOTIVATION.....	30
4 EXPERIMENTELLE METHODEN	31
4.1 VERSUCHSWERKSTOFFE	31
4.1.1 SSiC	31
4.1.2 PSZ (teilstabilisiertes Zirkonoxid).....	31
4.1.3 Korund.....	32
4.1.4 $Al_2O_3/Ti(O,C)-ZrO_2$	32
4.2 MIKROSTRUKTUR	32
4.3 MECHANISCHE EIGENSCHAFTEN	33
4.3.1 Biegefestigkeit.....	33
4.3.2 Elastizitätsmodul, Schubmodul und Querkontraktionszahl.....	33
4.3.3 Bruchzähigkeit.....	34
4.4 THERMISCHE EIGENSCHAFTEN	35
4.5 OPTISCHE EIGENSCHAFTEN.....	36
4.6 PROBENPRÄPARATION	37
4.7 LASERSCHOCKAPPARATUR.....	38
4.7.1 Messprinzip	38
4.7.2 Anlage	39
4.7.3 Heiztisch.....	40
4.7.4 Wärmebildkamera S65.....	41
4.7.5 Schallmesstechnik	42
4.7.6 Hochfrequenz - Infrarot Kamera.....	43

4.8	FESTLEGUNG DER VERSUCHSPARAMETER.....	46
4.8.1	Schallemissionsmessung.....	46
4.8.2	Lasereinstellungen.....	47
4.8.3	Kameraeinstellungen.....	47
5	ERGEBNISSE UND DISKUSSION	49
5.1	MATERIALCHARAKTERISIERUNG.....	49
5.1.1	Mikrostruktur.....	49
5.1.2	Mechanische Eigenschaften.....	54
5.1.3	Thermische Eigenschaften.....	59
5.1.4	Optische Eigenschaften.....	60
5.2	THERMOSCHOCKVERSUCHE.....	61
5.2.1	Kalibrierung der Hochfrequenz-Infrarotkamera.....	61
5.2.2	Bestimmung der Messunsicherheit.....	65
5.2.3	Bestimmung des Bruchzeitpunktes.....	67
5.2.4	Temperaturverteilung.....	70
5.2.5	Ermittlung der Thermoschockspannungen.....	80
5.2.6	Berechnung der Energie zum Bruchzeitpunkt.....	82
5.3	FRAKTOGRAPHIE.....	86
5.4	ZWEIDIMENSIONALE TEMPERATURVERTEILUNG.....	89
6	WEITERENTWICKLUNG DER AUSWERTUNG VON THERMOSCHOCKVERSUCHEN.....	92
6.1	VERNETZUNG.....	92
6.2	SPANNUNGSBERECHNUNG.....	93
6.3	STATISTISCHE AUSWERTUNG VON THERMOSCHOCKVERSUCHEN.....	95
6.3.1	Ausfallwahrscheinlichkeit bei inhomogener Belastung.....	95
6.3.2	Anwendung der Hüllkurve auf den radialsymmetrischen Fall.....	99
6.3.3	Anwendung der Hüllkurve auf den zweidimensionalen Fall.....	101
6.3.4	Ermittlung der Weibullparameter mit der Methode der Kleinsten Fehlerquadrate.....	103
6.3.5	Berücksichtigung der Durchläufer in der Binomialverteilung.....	105
6.3.6	Erstellen von Vertrauensbereichen.....	106
6.4	VALIDIERUNG DER METHODE DER KLEINSTEN FEHLERQUADRATE.....	107
6.4.1	Validierung am Datensatz aus der DIN EN 843-5.....	107
6.4.2	Validierung anhand der durchgeführten Biegeversuche.....	109
6.5	ZUVERLÄSSIGKEIT DER ERMITTELTEN PARAMETER.....	112
6.6	ERGEBNISSE DER ANGEWENDETEN VERSAGENSKRITERIEN.....	113
6.6.1	Energiebetrachtungen.....	113
6.6.2	Zusammenfassung der Versagenskriterien und Auswertemethoden 115	
6.7	MEDIENEINFLUSS.....	120
7	ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK	122
	LITERATURVERZEICHNIS	125
	ANHANG	134
	KURZLEBENSLAUF.....	147

Symbolverzeichnis

a	- Risslänge	μm
a	- Absorptionskoeffizient	-
a	- Gitterparameter	nm
A	- Fläche	m^2
A	- fiktive von außen aufgebrachte Last	N
b	- Probenbreite	mm
b	- Gitterparameter	nm
B	- Bauteilabmessung	m
Bi	- Biot-Zahl	-
c	- Fehlergröße, z.B. Risslänge	m
c	- Lichtgeschwindigkeit	m/s
c	- Gitterparameter	nm
c	- gemittelte eingebrachte Risstiefe	μm
c_0	- untere Grenze der Fehlergröße	m
c_p	- spezifische Wärmeleitfähigkeit	$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$
C	- geometrieabhängige Konstante	-
d	- Probendicke	mm
da	- Rissverlängerung	μm
dA	- Abstrahlfläche	m^2
dS	- durch Rissverlängerung neu geschaffene Oberfläche	m^2
d Ω	- Raumwinkelelement	srad
D	- Anzahl der Durchläufer	-
D_{obj}	- Entfernung des Messobjektes von der Kamera	m
E	- Elastizitätsmodul	GPa
E	- Energie	J
f(c)	- Verteilungsdichte der Fehler	-
f_f	- Resonanzfrequenz der Biegegrundschiwingung	Hz
f_t	- Resonanzfrequenz der Torsionsgrundschiwingung	Hz
f(σ_c)	- Verteilungsdichte der Spannung	-
F	- Kraft	N
F	- Versagenswahrscheinlichkeit	$\%$
F_{rel}	- relative Luftfeuchte	$\%$
F_{V_i}	- Versagenswahrscheinlichkeit eines Volumenelementes	$\%$
F(σ_c)	- Verteilungsfunktion oder kumulative Verteilung	-
G	- Gesamtumfang der Proben	-
G	- Schubmodul	MPa
G	- Energiefreisetzungsrate	N/m
G_c	- kritische Energiefreisetzungsrate	N/m
h	- Probenhöhe	mm
H	- Wärmeübergangskoeffizient	$\text{W}/(\text{m}^2 \text{K})$
H	- Plancksches Wirkungsquantum	Js
H	- Überlebenswahrscheinlichkeit	$\%$
H(c)	- kumulative Wahrscheinlichkeit des größten Fehlers c	$\%$
H_{V_i}	- Überlebenswahrscheinlichkeit eines Volumenelementes	$\%$
j	- Anzahl von Proben	-
k	- Temperaturleitfähigkeit	m^2/s
k	- Boltzmann-Konstante	$\text{W}\cdot(\text{m}^2\text{K}^4)^{-1}$

k	- Zählvariable	-
K_c	- kritischer Spannungsintensitätsfaktor	MPa m ^{-1/2}
K_{Ic}	- krit. Spannungsintensitätsfaktor im Mode I, Bruchzähigkeit	MPa m ^{-1/2}
l	- Länge	m
l_0	- Ausgangsrislänge	µm
L	- charakteristische Länge (Wärmeübergang)	m
L	- Länge	m
L_0	- Ausgangslänge z.B. bei Raumtemperatur	mm
$L_{\Omega\lambda}$	- spektrale Strahldichte	J·(m ³ s·sr) ⁻¹
m	- Weibullmodul	-
m	- Masse	kg
M	- reale Fehleranzahl	-
n	- Zählvariable	-
N	- Anzahl der (gebrochenen) Proben	-
P	- Wahrscheinlichkeit der Poissonverteilung	%
P	- Leistung	W
P	- Strahlungsleistung	J/s
P_{atm}	- Strahlungsleistung der Atmosphäre	J/s
P_{obj}	- Strahlungsleistung des Messobjektes	J/s
P_{refl}	- Strahlungsleistung der reflektierenden Oberflächen	J/s
P_{total}	- Gesamtstrahlungsleistung	J/s
r	- Radius	Pixel
r	- Radius	m
R	- Radius	m
R	- Thermoschockgütwert erster Ordnung	K
R'	- Thermoschockgütwert zweiter Ordnung	W·m ⁻¹
R''	- Thermoschockgütwert dritter Ordnung	m ² K·s ⁻¹
R'''	- Thermoschockgütwert vierter Ordnung	m
R_a	- arithmetischer Mittenrauhwert	µm
R_{TS}	- Thermoschockgütwert aus Temperaturprofil	K
R_z	- gemittelte Rauhtiefe	µm
s	- Abklinglänge	m
s	- Transmissionsgrad	-
S_{atm}	- Transmission der Atmosphäre	-
S_{obj}	- Transmission des Messobjektes	-
S_{optik}	- Transmission des optischen Fensters der Kamera	-
S_{refl}	- Transmission der reflektierenden Oberflächen	-
t	- Zeit	s
t_B	- Zeit bis zum Probenbruch	s
t_B	- Belichtungszeit	s
T_{atm}	- Temperatur der Atmosphäre	K
T_{obj}	- Temperatur des Messobjektes	K
T_{refl}	- Temperatur der reflektierenden Oberflächen	K
U	- Gesamtenergie eines Körpers	J
U	- Bauteilabmessung	m
U	- Messspannung durch P	V
U_{atm}	- Messspannung durch P_{atm}	V
U_{ext}	- von außen aufgebraachte Energie	J
U_{int}	- innere Energie eines Körpers	J

U_{obj}	- Messspannung durch P_{obj}	V
U_{refl}	- Messspannung durch P_{refl}	V
U_S	- Oberflächenenergie	J
U_{total}	- Messspannung durch P_{total}	V
V	- Volumen	m^3
V_0	- Ausgangsvolumen	m^3
V_i	- Volumenelement	-
w_{el}	- elastisch gespeicherte Energiedichte	J/m^3
w_c	- kritische Energiedichte	J/m^3
\hat{w}	- zeitliche Hüllkurve der Energiedichte w	J/m^3
\tilde{w}	- positiver Anteil der Energiedichte w	J/m^3
W	- Bauteilabmessung	m
W_{el}	- elastisch gespeicherte Energie	J
W_{TS}	- Thermoschockenergie	mJ
\hat{W}	- zeitliche Hüllkurve der Energie W	J
\tilde{W}	- positiver Anteil der Energie W	J
y	- Abstand zur neutralen Faser im 4 Punkt Biegeversuch	mm
Y	- Geometriekonstante	-
z	- Minimierungswert d. Methode d. Kleinst. Fehlerquadrate	-
z	- Fehlerdichte	$1/m^3$
Z	- mittlere Anzahl der Fehler	-
Z_j	- theoretische Versagenswahrscheinlichkeit einer Probe	%
α	- Ausdehnungskoeffizient	$1/K$
α	- Winkel	°
β	- Winkel	°
γ	- Winkel	°
γ	- spezifische Oberflächenenergie	J/m^2
ε	- Emissionskoeffizient	-
θ	- Winkel	°
λ	- Wärmeleitfähigkeit	$W/(m K)$
λ	- Wellenlänge	μm
ν	- Poissonzahl	-
ρ	- Dichte	g/cm^3
σ	- Spannung	MPa
σ_0	- charakteristische Festigkeit nach Weibull	MPa
σ_{4PB}	- Spannung ermittelt im 4 Punkt Biegeversuch	MPa
σ_c	- kritische Spannung	MPa
σ_{rr}	- Radialspannung	MPa
σ_{TS}	- Thermoschockspannung	MPa
σ_{V_i}	- Spannung in einem Volumenelement V_i	MPa
σ_{zz}	- Spannung in Dickenrichtung	MPa
$\tilde{\sigma}$	- positiver Anteil der Spannung σ	MPa
$\hat{\sigma}$	- zeitliche Hüllkurve der Spannung σ	MPa
$\sigma_{\theta\theta}$	- Tangentialspannung	MPa
ΔT	- Temperaturdifferenz	K
ΔT_c	- kritische Temperaturdifferenz	K
Ω	- Winkel	°

Abkürzungsverzeichnis

2D	Zweidimensional
3D	Dreidimensional
AC	Alternating Current
ASTM	American Society for Testing and Materials
BAM	Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung
BSE	Rückstreuelektronen
CAE	Computer Aided Engineering
CCD	Charge-Coupled Device
CNB	Chevron-Notch-Beam
cw	Continious Wave
DIN	Deutsches Institut für Normung e.V.
DIN EN	europäische Norm
EBSD	Electron Backscatter Diffraction
EDX	Energiedispersive Spektroskopie
ESZ	Ebener Spannungszustand
EVZ	Ebener Verzerrungszustand
FE	Finite Elemente
FEM	Finite Elemente Methode
FPA	Focal Plane Array
FTIR	Fourier Transformations Infrarot Spektrometer
Gl.	Gleichung
HF-IR	Hochfrequenz-Infrarot
IF	Indentation-Fracture
IR	Infrarot
IS	Indentation-Strength
ISO	Internationale Organisation für Normung
LEBM	Linear elastische Bruchmechanik
MLH	Maximum-Likelihood-Methode
mol%	Molarer Anteil
O.-v.-G.	Otto von Guericke
PSZ	Partially Stabilized Zirconia
PTB	Physikalisch Technische Bundesanstalt
PVA	Polyvinylalkohol
REM	Rasterelektronenmikroskop
RT	Raumtemperatur
SCF	Surface-Crack-in-Flexure
SE	Sekundärelektronen
SEPB	Single-Edge-Pre-cracked-Beam
SEVNB	Single-Edge-V-Notched-Beam
TBC	Thermal Barrier Coating
TEM	Transmissionselektronenmikroskop
TS	Thermoschock
vol%	Volumenanteil
wt%	Gewichtsanteil
XRD	Röntgendiffraktion
YAG	Yttrium Aluminium Granat

1 Einleitung

Hochleistungskeramiken weisen auf Grund der chemischen Zusammensetzung und dem damit verbundenen atomaren Aufbau von überwiegend ionischen und kovalenten Bindungen hervorragende Eigenschaften bei hohen Temperaturen, wie hohe Festigkeit und hohen Widerstand gegen Verschleiß, auf. Ein wesentlicher Vorteil gegenüber den bei hohen Temperaturen ebenfalls sehr resistenten Refraktärmetalllegierungen besteht in der geringeren Dichte und höheren Korrosionsbeständigkeit. Diese Eigenschaften sind Ursache und Antrieb vieler Forschungsvorhaben zur Substitution metallischer durch keramische Komponenten in Wärmekraftmaschinen mit dem Ziel der Wirkungsgradverbesserung.

In verschiedenen Anwendungen werden keramische Komponenten bereits erfolgreich eingesetzt. Hochleistungswärmetauscher für korrosive Gase und Flüssigkeiten werden aus Siliziumkarbid hergestellt. Zirkonoxid wird in der Prothetik oder als Basis der Lambdasonde in Ottomotoren zur Regelung des Kraftstoff-Luft Gemisches eingesetzt. Ofenauskleidungen und Laborkeramiken bestehen überwiegend aus Aluminiumoxid, Wendeschneidplatten zur Metallbearbeitung lassen sich aus Mischkeramik (Al_2O_3 , Titanoxikarbid ($\text{Ti}(\text{O},\text{C})$) und ZrO_2) erfolgreich herstellen. In vielen dieser Anwendungen ist mit spontanen Temperaturwechseln (Thermoschock) zu rechnen, welche lokale Spannungsspitzen hervorrufen. Keramiken haben jedoch aufgrund ihrer fehlenden Duktilität und der damit verbundenen niedrigen Schadenstoleranz für diese Belastungszustände eine hohe Ausfallwahrscheinlichkeit und sind daher in industriellen Anwendungen weniger verbreitet als metallische Werkstoffe. Aus diesem Grund kommt der Untersuchung des Verhaltens dieser Werkstoffgruppe im Allgemeinen und der Werkstoffe Zirkonoxid (PSZ- ZrO_2), Aluminiumoxid (Korund- Al_2O_3), Siliziumkarbid (SiC) sowie einer Mischkeramik ($\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}(\text{O},\text{C})\text{-ZrO}_2$) im Speziellen unter Thermoschockbelastung eine besondere Bedeutung zu.

Das Thermoschockverhalten wird überwiegend durch Abschreckversuche in verschiedenen Medien charakterisiert, wobei aufgrund seiner einfachen Versuchsdurchführung meist der Wasserabschreckversuch angewendet wird. Dieser Versuch ist wenig geeignet um das Versagen auslösende mechanische Spannungen in den Proben zu quantifizieren. Ein weiterer Mangel dieser Versuche ist, dass die Ergebnisse wesentlich durch die Versuchsbedingungen wie Probenform, Abschreckmedium sowie Methode der Restfestigkeitsbestimmung beeinflusst werden. Folglich werden nur qualitative Vergleiche im Rahmen von Werkstoffentwicklungsaktivitäten ermöglicht. Um diese Beschränkung zu überwinden und um Thermoschockexperimente unter reproduzierbaren Bedingungen durchführen zu können, wurden verschiedene Methoden für Aufheizthermoschocks z. B. mit Elektronenstrahlheizung, Bestrahlung mit Halogenlampen, Bestrahlung mit Infrarotlampen oder mit einem Hochleistungslaser entwickelt. Diese Verfahren werden mit geeigneten Prüfeinrichtungen zur Erfassung der Temperaturverteilung der Probe z. B. Infrarot-Pyrometern oder Thermokameras kombiniert.

Thermoschockversuche durch Strahlungserwärmung wurden unter anderem durch Schneider [1], Knoblauch [2] und Kirchhoff [3] realisiert. Die Erwärmung von Proben mit Hilfe von Laserstrahlung konnte durch Rettig [4] entschieden verbessert werden. Die vorliegende Arbeit baut auf den von Rettig gelegten Grundlagen zur Realisierung laserinduzierter Thermoschockexperimente auf und verbessert insbesondere die Probenerwärmung und die Temperaturmessung vor allem in Bezug auf optisch semitransparente Probenmaterialien. Eine gezielte Laserstrahlführung konnte im Gegensatz zu den bisher verwendeten Verfahren die zu testende Probe sowohl in der Dicke als auch auf der Oberfläche homogen erwärmen und somit einen scharfen Temperaturgradienten in kürzester Zeit in die Probe einbringen. Dieser Gradient wird hochfrequent als Funktion der Zeit gemessen und steht daher nicht nur als Momentaufnahme vor dem Probenbruch, sondern als „Lebens- bzw. Belastungszeit“

1 Einleitung

Messung zur Verfügung. Die ausführliche statistische Auswertung mit drei verschiedenen Ansätzen führt zu ähnlichen Ergebnissen, die je nach Aufwand zu differenzierten Genauigkeiten führen. Die statistische Auswertung kann daher den Kundenwünschen entsprechend den Thermoschockversuchen angepasst werden, sodass Laser-Thermoschockversuche an jeder Art von Keramik universell und serienmäßig durchgeführt werden können. In der vorliegenden Arbeit wurde der Laserstrahl-Thermoschock zur Charakterisierung des Thermoschockverhaltens verschiedener Keramiken eingesetzt. Die Anlage wird dargestellt und die erzielten Ergebnisse sowie deren Analyse werden beschrieben und diskutiert.

2 Stand der Kenntnisse

2.1 Thermoschockmethoden

Bedingt durch die Zunahme des Abstandes der atomaren Teilchen mit wachsender Teilchenenergie (Temperatur) dehnt sich ein Material aus bzw. zieht sich bei Abkühlung zusammen. Dieses werkstoffabhängige Verhalten wird durch den thermischen Ausdehnungskoeffizienten α quantifiziert. Jedes Material besitzt weitere Kennwerte wie die spezifische Wärmekapazität c_p , Dichte ρ und Wärmeleitfähigkeit λ . Diese intrinsischen Werkstoffparameter ergeben nach Gl. (2.1) die Temperaturleitfähigkeit κ , die ein Maß für die zeitliche Veränderung der räumlichen Verteilung der Temperatur durch Wärmeleitung als Folge eines Temperaturgradienten ist [5].

$$\kappa = \frac{\lambda}{\rho \cdot c_p} \quad (2.1)$$

Denkt man sich einen beidseitig eingespannten – spannungsfreien – Stab und erwärmt diesen homogen, dehnt er sich aus. Wenn die gedachte Einspannung diese Ausdehnung jedoch behindert, verursacht die unterdrückte Dehnung thermische Zug- oder Druckspannungen. Bei Kenntnis von Elastizitätsmodul und thermischen Ausdehnungskoeffizienten sowie der Temperaturdifferenz ΔT ist es möglich, die Spannungen zu berechnen. Dieser Prozess ist zeitunabhängig. Wenn diese Temperaturveränderungen schneller induziert werden, als die Temperaturleitfähigkeit sie abbauen kann, werden in einem realen Bauteil, auch wenn es nicht dehnungsbehindert eingespannt ist, thermische Spannungen entstehen. Der Temperaturgradient führt folglich zu thermisch induzierten Spannungen, deren Größe durch den Ausdehnungskoeffizienten α , den Elastizitätsmodul E sowie die Temperaturdifferenz ΔT bestimmt wird (Gl. (2.2)) [6].

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx} & \tau_{xy} & \tau_{xz} \\ \tau_{yx} & \sigma_{yy} & \tau_{yz} \\ \tau_{zx} & \tau_{zy} & \sigma_{zz} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} E_{xx} & E_{xy} & E_{xz} \\ E_{yx} & E_{yy} & E_{yz} \\ E_{zx} & E_{zy} & E_{zz} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \alpha_{xx} & \alpha_{xy} & \alpha_{xz} \\ \alpha_{yx} & \alpha_{yy} & \alpha_{yz} \\ \alpha_{zx} & \alpha_{zy} & \alpha_{zz} \end{bmatrix} \cdot \Delta T \quad (2.2)$$

Überschreitet in thermoschockempfindlichen Werkstoffen (z.B. Keramiken) die lokale thermisch induzierte Spannung die Werkstofffestigkeit, tritt Schädigung auf. Das Ausmaß der Schädigung hängt vom Temperaturgradienten ab, mit dem die Probe belastet wurde. Ist der Temperaturgradient ΔT klein, tritt keine Werkstoffschädigung auf. Erhöht sich der Gradient auf ein kritisches Niveau $\Delta T = \Delta T_c$, vermindert sich die Festigkeit σ schlagartig. Nach einer solchen Belastung kann die Probe nur noch eine reduzierte Spannung ohne Versagen ertragen [7]. Wird der Temperaturgradient weiter erhöht $\Delta T > \Delta T_c$, bleibt diese Restfestigkeit jedoch erhalten. Erst bei sehr viel größerem Temperaturunterschied $\Delta T \gg \Delta T_c$ fällt die Festigkeit weiter ab. Dieser Zusammenhang wird in Abbildung 2.1 veranschaulicht. Dabei ist die Temperaturdifferenz, bei der eine Festigkeitsminderung von 70 % der Ausgangsfestigkeit bestimmt wird, die kritische Thermoschock-Temperaturdifferenz ΔT_c [8-10].

2 Stand der Kenntnisse

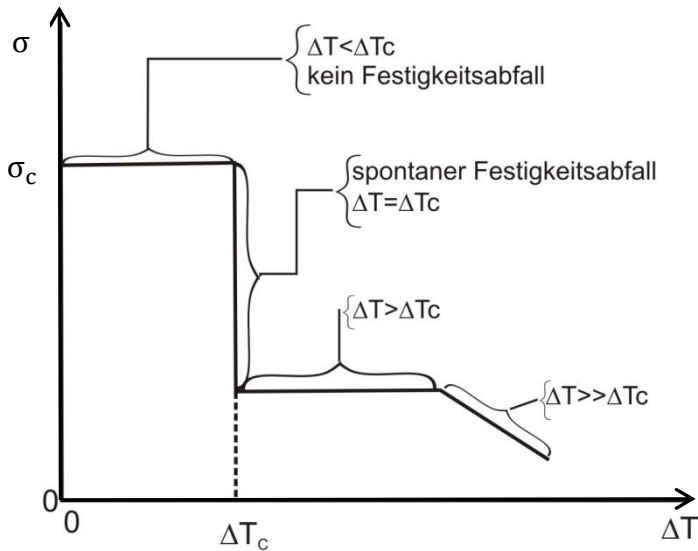


Abbildung 2.1: Schematische Darstellung des Festigkeitsverlaufes σ als Funktion der Thermoschocktemperaturdifferenz ΔT für hochfeste Keramiken. σ_c ist die Ausgangsfestigkeit, ΔT_c die kritische Temperaturdifferenz, die zum Abfall der Festigkeit führt [9, 10].

Eine mögliche Einteilung der verschiedenen Prüfmethoden zur Bestimmung der Thermoschockfestigkeit bzw. einer kritischen Temperaturdifferenz stellt die Art der Einbringung des notwendigen Temperaturgradienten dar. Daher lassen sich die Prüftechniken grundsätzlich in Abkühl- und Aufheizthermoschock einteilen. Erste Arbeiten zum Verhalten von Keramik bei Thermoschockbelastung wurden von Kingery [11] 1955 durchgeführt. Darauf basierende Veröffentlichungen von Hasselman [9, 10, 12-14] behandeln unter anderem bruchmechanische Lösungsansätze, die bis heute grundlegend bzw. abgewandelt verwendet werden. Erste vorgeschlagene Lösungsansätze von Kingery und Hasselman wurden durch den Abkühlthermoschock realisiert.

2.1.1 Abkühlthermoschock

Bei einem Abkühlthermoschock wird ein Prüfkörper langsam von seiner Ausgangstemperatur auf eine gewählte Prüftemperatur erwärmt und in kurzer Zeit auf Ausgangstemperatur abgeschreckt.

Der in der Literatur am häufigsten zitierte Versuch ist der Wasserabschreckversuch [15-21]. Dabei wird eine Probe in einem vertikal angebrachten Rohrofen auf die gewünschte Prüftemperatur erwärmt. Nach der Durchwärmung wird die Probe durch Eintauchen in einem Wasserbad abgeschreckt. Anschließend wird die Restfestigkeit der durch das Abschrecken geschädigten Probe bestimmt. Dieser Versuch wird mit verschiedenen Thermoschock-Temperaturdifferenzen durchgeführt, um die kritische Temperaturdifferenz ΔT_c zu ermitteln, bei der ein signifikanter Festigkeitsabfall auftritt (Abbildung 2.1). Der Wasserabschreckversuch wurde hinsichtlich vergleichbarer Ergebnisse international genormt [8], ist einfach zu realisieren und stellt geringe Ansprüche an die experimentelle Ausstattung. Ein weiterer Vorteil ist eine sichere Bestimmung der evtl. hervorgerufenen Schädigung durch genormte Prüfverfahren (z.B. Vier-Punkt-Biegeversuch).

Die Norm gibt drei mögliche Probenformen vor:

Typ A: 120 mm lange Stäbe mit einem Durchmesser von 10 mm oder Balken mit einer Kantenlänge 10 mm x 10 mm,

Typ B: balkenförmige Proben mit einem Querschnitt von 3 mm x 4 mm sowie
 ≥ 45 mm Länge und

Typ C: komplette Bauteile in geeignetem Fertigungszustand.

Die Probenform Typ A kann für die Bestimmung des Elastizitätsmoduls mit Hilfe der Resonanzmethode [22] verwendet werden, wobei evtl. auftretende Schädigungen des Prüfkörpers hinsichtlich ihres Einflusses auf den Elastizitätsmodul erfassbar sind. Durch die Verwendung von Proben des Typs B lässt sich die evtl. vorhandene Schädigung durch den Drei- bzw. Vier-Punkt-Biegeversuch [23] ermitteln. Bauteile gleicher Abmessungen sind ebenfalls vergleichbar. Die Bestimmung der Schädigung muss an die Probengeometrie angepasst werden. Alle drei Probenformen sind mit dem Farbeindringverfahren [24] hinsichtlich Oberflächendefekte prüfbar.

Die Prüftemperatur muss der Anwendung des Werkstoffes angepasst werden und die Abschrecktemperatur des Wassers ist auf 20 °C festgelegt.

Der einfachen Versuchsführung steht das Problem des unbestimmten Wärmeübergangs entgegen, welches sich aus den folgenden Ausführungen ableitet.

Der Wärmeübergang zwischen heißem Probekörper und kaltem Wasser wird mit Hilfe des Wärmeübergangskoeffizienten h charakterisiert. Die Geometrie- und Temperaturabhängigkeit von h erschwert eine Berechnung des Wärmeübergangs. Weiterhin ist die Prüftemperatur höher als der Siedepunkt von Wasser und die im Probekörper gespeicherte Wärmemenge größer als die Wärmemenge, welche zum Verdampfen der unmittelbaren Umgebung des eingetauchten Körpers notwendig ist. Aus diesem Grund kommt es beim Kontakt des Probekörpers mit dem Abschreckmedium zum Verdampfen von Wasser in der unmittelbaren Umgebung (Abbildung 2.2 a). Durch die Bildung von teilweise anhaftenden Dampfblasen sinkt der Wärmeübergangskoeffizient h_2 zwischen Probe und Wasser undefiniert auf h_1 ab. Daher kann der Wärmeübergangskoeffizient h_1 nicht mehr berechnet werden [17, 18, 25].

Um eine Probe einem Thermoschock aussetzen zu können, muss der Wärmeübergang zwischen Prüfkörper und Abkühlmedium sowie die Wärmeabführung im Abkühlmedium größer sein, als die Wärmeleitfähigkeit vom Probeninneren zum Probenrand. Dieses Verhältnis wird durch die Biot-Zahl Bi beschrieben [2, 5].

$$Bi = \frac{h \cdot L}{\lambda} \quad (2.3)$$

Dabei ist h der Wärmeübergangskoeffizient zwischen Probe und umgebendem Abkühlmedium, L die charakteristische Länge, welche von der Probenform und -dimension abhängt und λ die Wärmeleitfähigkeit der Probe. Da sich der Wärmeübergangskoeffizient h über die Versuchszeit ändert, ändert sich auch die Biot-Zahl, mit der Folge, dass nur Probenreihen mit den gleichen thermischen Eigenschaften, Prüftemperaturen sowie geometrischen Abmessungen vergleichbar abgeschreckt werden und somit einer gleichen Beanspruchung unterliegen. Es ist nur mit sehr großem Aufwand möglich, die Temperatur- bzw. Spannungsverhältnisse im Prüfkörper zu berechnen.

Zur Verringerung des Einflusses des unbestimmten Wärmeübergangs h_1 wurde die Wassertemperatur zwischen 0 °C und 100 °C [18, 26] variiert. In Abbildung 2.2 ist der Abkühlvorgang eines Probekörpers in kaltem und kochendem Wasser dargestellt. In kaltem Wasser (Abbildung 2.2a) haften auf der Probenoberfläche Dampfblasen. In kochendem Wasser (Abbildung 2.2b) werden die isolierend wirkenden Dampfblasen von der Probenoberfläche weggerissen, somit kann der Wärmeübergangskoeffizient h_1 wieder erhöht werden. Die erhöhte Wassertemperatur wirkt sich jedoch nachteilig auf den Versuch

2 Stand der Kenntnisse

aus, da der Temperaturgradient niedriger ist, was zu höheren Prüftemperaturen führt. Eine weitere Möglichkeit ist die Variation des Abschreckmediums. Es kamen Medien wie Polyvinylalkohol (PVA) [17], Öl [27], bewegte Luft [17], geschmolzenes Metall (140 °C - 500 °C) [15] und geschmolzenes Salz (160 °C - 630 °C) [15] zur Anwendung.

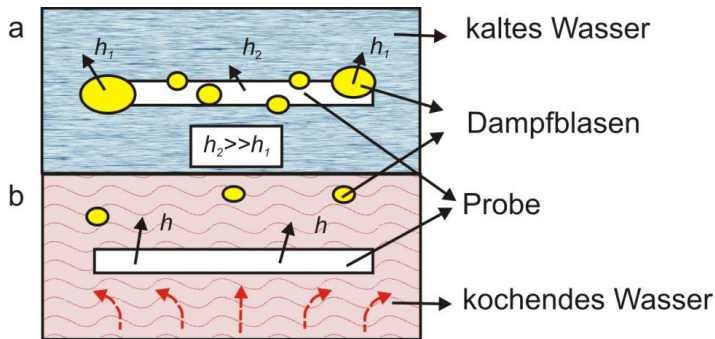


Abbildung 2.2: Schematische Darstellung der Unterschiede des Wärmeübergangskoeffizienten h im Wasserabschreckversuch zwischen a) nicht kochendem und b) kochendem Wasser [18]. In a) beschreibt h_2 den Wärmeübergangskoeffizienten zwischen Probe und kaltem Wasser, der durch die Bildung von Dampfblasen deutlich auf h_1 reduziert wird. In kochendem Wasser werden an der Oberfläche entstehende Dampfblasen weggerissen und der Wärmeübergang somit vergrößert.

Durch verschiedene Verfahren können Proben für weitere Untersuchungen gezielt vorgeschädigt werden. Wird auf einer Probe mit Hilfe eines Vickers Indenters ein Eindruck auf eine polierte Oberfläche eingebracht, entsteht ein halbkreisförmig in die Tiefe gehender Riss – ein Vickers Riss [28-31]. Dieses Verfahren der Vorschädigung wird zur Ermittlung der Risszähigkeit aus der Belastung eines Härteeindrucks und der Länge der auf der Oberfläche entstehenden Risse verwendet und wird in [7] beschrieben. Bei dem Verfahren von Andersson und Rowcliffe [32] werden auf die gleiche Art und Weise Risse in eine oberflächenpolierte Scheibe eingebracht. Dabei werden sog. Palmqvist Risse, Abbildung 2.3, beobachtet. Diese Risse entstehen nach [7] nur bei relativ zähen keramischen Werkstoffen. Dabei bildet sich im Vergleich zu den Vickers Rissen ein anderes Rissssystem aus. Palmqvist Risse sind radiale Risse an der Oberfläche, die sich nicht weit in die Tiefe erstrecken. Die Länge und Tiefe der Risse ist proportional zur Eindringtiefe und durch Vermessen von l_0 (Abbildung 2.3) mit Hilfe eines Lichtmikroskops bestimmbar. Dieser Versuch und Variationen des Abschreckversuches werden auch in verschiedenen Medien durchgeführt [32].

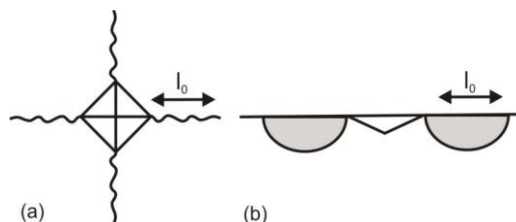


Abbildung 2.3: Schematische Darstellung von Palmqvist Rissen nach einem Vickers Eindruck a) von oben und b) im Schnitt [33].

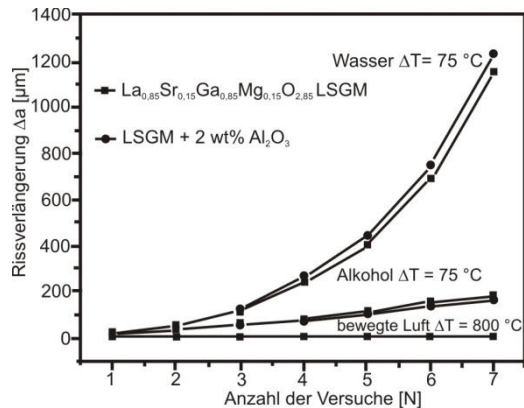


Abbildung 2.4: Rissverlängerung Δa über die Anzahl der Thermoschockversuche für 2 Keramiken in Wasser, Polyvinylalkohol (PVA) und Luft [17]. Die Temperaturdifferenz ΔT beträgt in Wasser und Alkohol 75 °C und in bewegter Luft 800 °C.

Die so vorgeschädigte Probe wird einem Abkühlthermoschock unterworfen. Durch die induzierten thermischen Spannungen findet Risswachstum statt. Bei bestimmten gewählten Abschreckparametern und -medien versagt das Bauteil bzw. die Probe nicht beim ersten Abkühlthermoschock, sondern es kommt zu einer Schädigung, die nicht zum sofortigen katastrophalen Versagen führt [34]. Die Länge des gewachsenen Risses kann dann nach dem Abschreckversuch durch Vermessen bestimmt und zur Ausgangsrisslänge l_0 in Relation gebracht werden. Damit ist es möglich, dieselbe Probe mehrmals zu belasten. In Abbildung 2.4 ist die Rissverlängerung Δa in Strontium und Magnesium dotiertem Lanthanum Gallat mit und ohne Korundverstärkung nach mehreren Abkühlthermoschocks in verschiedenen Abkühlmedien dargestellt. Die Abbildung zeigt das Risswachstum in Abhängigkeit von der Anzahl der Thermoschockversuche sowie der Abschreckmedien Wasser, Alkohol und bewegte Luft. Das Abschreckmedium Wasser verursacht nach Alkohol und Luft ein größeres Risswachstum bei gleicher Wiederholungsrate und ist somit ein vergleichbar "hartes" Abschreckmedium.

Pettersson et al. führten Versuche mit dieser Abschreckmethode an Siliziumnitrid (Si_3N_4) durch [35-37]. Da die Rissverlängerung maßgeblich von experimentellen Parametern wie Ausgangsrisslänge, Wasserbadtemperatur, Abschrecktemperatur und Probenform abhängt, wurden standardisierte Parameter (Durchmesser 12 mm, Höhe 4 mm, $l_0 = 100 \mu\text{m}$ und Wassertemperatur 90 °C) vorgeschlagen [26].

Das Hauptproblem des unbestimmten Wärmeübergangs und damit des nicht quantifizierbaren Belastungszustandes der Thermoschockprobe bleibt jedoch bestehen und beschränkt die Ergebnisse aller vorgestellten Abschreckversuche auf Chargen mit ähnlichen Eigenschaften und gleichen Prüftemperaturen. Aus diesem Grund sind Abschreckversuche nur für Werkstoffentwicklungsaktivitäten geeignet und geben nur begrenzten Aufschluss über das Verhalten von Werkstoffen unter Temperaturwechselbelastung [38, 39]. Ein möglicher Lösungsansatz sind Thermoschocks mit Aufheiztechniken.

2.1.2 Aufheizthermoschock

Die im vorangegangenen Kapitel aufgezeigten Grenzen des Abkühlthermoschocks können im Wesentlichen auf den nicht quantifizierbaren Abkühlvorgang und damit auf nicht vergleichbare Temperaturwechsel verschiedener Proben reduziert werden. Aus diesem

2 Stand der Kenntnisse

Grund wurden Aufheizthermoschockmethoden entwickelt, die die folgenden Aufheiztechniken verwenden.

- hochfrequente Radiowellen:

King [40, 41] fand 1969 eine Möglichkeit, Ringe aus Graphit (Durchmesser außen $\approx 2,5$ cm, innen ≈ 6 mm, Dicke $\approx 1,5$ mm) mit Hilfe der Erwärmung durch von außen induzierte Ströme eines gekühlten hochfrequenten Wechselstromgenerators (400 kHz, 50 kW) zu schädigen. Er untersuchte erfolgreich verschiedene Chargen von Graphit in Vakuum für Anwendungen in Kernreaktoren.

- heißes Gas:

Panda et al. [42-44] konstruierte einen wassergekühlten Probenhalter zur Aufnahme von keramischen Scheiben (Durchmesser 30 mm, Dicke 3 - 5 mm) aus z. B. Si_3N_4 und Al_2O_3 . Ein heißes Brenngas aus Sauerstoff - Wasserstoff erhitzt die Oberfläche der Scheibe auf bis zu 2000 °C. Die Temperatur wird pyrometrisch ermittelt. Der Temperaturgradient wird durch Kontakt zum Probenhalter hergestellt. Die dabei entstandene Schädigung kann sowohl visuell als auch akustisch (Schallemission) aufgezeichnet und ausgewertet werden.

- Lichtbogen Plasma:

Sato et al. [45-47] nutzte die entstehende Erwärmung beim Übersprung eines Lichtbogens zwischen zwei Graphitelektroden. Dabei wird eine Scheibe (Durchmesser 15 mm) aus Graphit zwischen zwei unter Spannung stehenden Elektroden platziert. Durch Erhöhen der Spannung kommt es zum elektrischen Überschlag. Je nach eingestellter Leistung (maximal 30 kW) erwärmt sich die Probe. Die ertragene elektrische Leistung ohne sichtbaren Probenbruch stellt ein Maß für die Thermoschockbeständigkeit dar.

- Elektronenstrahl:

Reiswig et al. und andere [47-50] testeten die Möglichkeit, Proben aus Graphit (Durchmesser außen $\approx 1,23$ cm, Dicke ≈ 2 mm) mit Hilfe eines Elektronenstrahles (in Vakuum) in der Mitte zu erwärmen. Die Erwärmung hatte Schädigungen der Mikrostruktur sowie den Probenbruch zur Folge. Die kritische Temperatur wurde erstmals mit Hilfe von Punkt-Pyrometern bzw. Thermoelementen gemessen.

- Infrarotlampen:

Schneider et al. [1, 51] verbesserte das Verfahren der Elektronenstrahlheizung durch fokussierte Wärmestrahlung (Wellenlänge ≈ 2 μm) zweier Halogenlampen à 150 W, welche mit Hilfe je eines Ellipsoidspiegels auf die scheibenförmige Probe (Durchmesser 12 bis 14 mm, Dicke 0,3 bis 0,7 mm) gelenkt wird. Es sind Aufheizraten von 1000 K/s auf Temperaturen bis 1600 °C realisierbar. Die Messung des radialsymmetrischen Temperaturprofils wird mit einem Infrarotpyrometer (Messbereich 5 bis 20 μm) durchgeführt. Der Zeitpunkt des Probenbruches kann mit Hilfe eines Schallemissionsdetektors bestimmt werden. Der Vorteil dieser Methode besteht in der guten Reproduzierbarkeit der Versuche und der berührungslosen Probenerwärmung bzw. Temperaturmessung.

- Laserstrahl:

Kirchhoff, Rettig et al. und andere [3, 4, 52-54] entwickelten ein Verfahren zur Probenerwärmung mittels Infrarot-Laserstrahlung, mit dem, im Vergleich zur Infrarotlampenerwärmung, ein größerer Temperaturgradient in kürzerer Zeit erreicht werden kann. Dabei sind der Versuchsaufbau, sowie die Probenform ähnlich wie bei der Infrarot-Lampenerwärmung. Die Energie wird jedoch mit Hilfe eines geführten, fokussierten Laserstrahls in die Proben eingebracht.

2.2 Kennwerte

Alle Thermoschockversuche werden mit dem Ziel durchgeführt, Kennwerte zu ermitteln, die es erlauben, verschiedene Werkstoffe oder Bauteile hinsichtlich ihres Thermoschockverhaltens zu vergleichen.

Der einfachste Versuch ergibt sich aus dem Wasserabschreckversuch. Dabei ist die Temperaturdifferenz zwischen aufgeheiztem Probekörper und Abschreckmedium bei der ein Festigkeitsabfall nach Abschrecken von 70 % erreicht wird, die sog. kritische Temperaturdifferenz ΔT_c (Abbildung 2.1).

Kingery [11] hat 1955 den Kennwert R (für Resistance) in Abhängigkeit von Elastizitätsmodul E, Ausdehnungskoeffizient α , Poissonzahl ν und einem Geometriefaktor eingeführt. Hasselman [13, 14] leitete daraus Güterwerte ab und führte die sog. Thermoschockgüterwerte erster, zweiter und dritter Ordnung R, R', R'' Gl. (2.4), Gl. (2.5) und Gl. (2.7) ein. Diese Kennwerte charakterisieren den Widerstand des Werkstoffes gegen Schädigung bzw. Versagen unter Berücksichtigung verschiedener Randbedingungen.

Der Thermoschockgüterwert erster Ordnung beschreibt die maximal ertragbare Temperaturdifferenz ΔT_c bei unendlich großem Wärmeübergang ($h \rightarrow \infty$) ohne Werkstoffschädigung. σ_c ist dabei die maximal ertragbare mechanische Belastung, z. B. die Biegefestigkeit.

$$R = \frac{\sigma_c(1 - \nu)}{E \alpha} = \Delta T_c \quad (2.4)$$

Ist der Wärmeübergang zwischen dem kalten und warmen Körper bzw. Fluid nicht unendlich groß, sind die thermisch induzierten Spannungen eine Funktion der Biot-Zahl [2, 14]. Durch Vernachlässigung der Geometrieabhängigkeit der Biot-Zahl und unter Berücksichtigung der Wärmeleitfähigkeit des Abschreckmediums (bei berührungsloser Erwärmung des Prüfkörpers), kann der Güterwert zweiter Ordnung bestimmt werden als

$$R' = \frac{\sigma_c(1 - \nu)}{E \alpha} \cdot \lambda = R \cdot \lambda \quad (2.5)$$

Im Fall eines nicht unendlich großen Wärmeübergangskoeffizienten sowie bei konstanter Aufheizrate (dT/dt) an der Oberfläche, berechnet sich die thermische Maximalspannung mit einer geometrieabhängigen Konstanten C zu [7]

$$\sigma_{\max} = C \frac{E \alpha}{1 - \nu} \cdot \frac{\rho c_p}{\lambda} \cdot \frac{dT}{dt} \quad (2.6)$$

Die Empfindlichkeit des Bauteils gegen Thermoschock bei einer konstanten Aufheizrate wird durch den Thermoschockgüterwert dritter Ordnung charakterisiert [2, 14]

$$R'' = \frac{\lambda}{\rho c_p} \frac{\sigma_c(1 - \nu)}{E \alpha} = \frac{R'}{\rho c_p} = \frac{\lambda}{\rho c_p} R = \kappa \cdot R \quad (2.7)$$

Der Thermoschockgüterwert vierter Ordnung R''' Gl. (2.8) bezieht die Bruchzähigkeit K_{Ic} des Werkstoffes ein und ist ein Maß für die Schädigung bzw. Rissverlängerung bereits vorhandener Risse [2, 14].

$$R''' = \left(\frac{K_{Ic}}{\sigma_c} \right)^2 \frac{1}{1 - \nu} \quad (2.8)$$

Die vorgestellten Gütewerte sind der Versuch, einen mehrachsigen Spannungszustand mit temperaturabhängigen Materialparametern sowie temperatur-, geometrie- und materialabhängigen Wärmeübergangsbedingungen in einem Wert zum Zwecke der Vergleichbarkeit verschiedener Werkstoffe zusammenzufassen. In zahlreichen Veröffentlichungen wurden Thermoschockuntersuchungen mit teilweise widersprüchlichen Ergebnissen zwischen gemessenen Temperaturgradienten ΔT_c (vgl. Abbildung 2.1) und berechneten Gütewerten R vorgestellt (Tabelle 2.1). Nachfolgend sind ausgewählte Publikationen hinsichtlich der Übereinstimmung von kritischen Abschrecktemperaturen und Gütewerten zusammengefasst. Hierbei ist zu berücksichtigen, dass die Zustände der einzelnen Werkstoffe im Hinblick auf Herstellungsprozess, Gefüge, etc. nicht unbedingt vergleichbar sind.

Tabelle 2.1: Tabellarische Gegenüberstellung von Thermoschockgütwerten erster Ordnung und kritischen Temperaturdifferenzen aus verschiedenen Literaturquellen.

Werkstoff	ΔT_c experimentell	R berechnet	Quelle	
Al ₂ O ₃ 94 % Ø ≈ 2 mm	300-350	460	Hasselman [10]	
Al ₂ O ₃ 94 % Ø ≈ 4,7 mm	300	340		
Al ₂ O ₃ 94 % Ø ≈ 9,5 mm	225-250	250		
Al ₂ O ₃ + 28 % TiO ₂	>950	25	Volkov-Husovic et al. [16]	
Al ₂ O ₃ + 42 % TiO ₂	>950	23		
Al ₂ O ₃ + 60 % TiO ₂	>950	31		
Al ₂ O ₃ + 78 % TiO ₂	>950	48		
ZrO ₂ + 3 mol% Y ₂ O ₃	250	295	Li et al. [39]	
↑ + 15 % LaPO ₄ grob	>250	306		
↑ + 15 % LaPO ₄ fein	>250	275		
↑ + 30 % LaPO ₄ fein	200	251		
Al ₂ O ₃ + 22,5 wt% TiN + 7 wt% TiC	100-120	127	Andersson et al. [32]	
Al ₂ O ₃ + 11 wt% ZrO ₂	120	153		
Al ₂ O ₃ + 25 wt% SiC Whisker	180-200	220		
ZrB ₂ + 20 % SiC	640	235	Zhang et al. [20]	
ZrB ₂ + 20 % SiC + MoSi ₂	385	218		
Al ₂ O ₃	200-250 300-325 207 165-190	50-68 98-119 54 17-59	Lewis [55]	
SiO ₂	400	244-435		
Si ₃ N ₄ (HPSN)	450 780	310-850 811		
Si ₃ N ₄ (RBSN)	390 400	280 330		
B ₂ O ₃ - SiO ₂	310 225	450 185		
SiC	290 265-305	87 88-126		
B ₄ C	160-200	339-356		
Al ₂ O ₃	260	65		Becher et al. [25]
SiO ₂	400	380		
B ₂ O ₃ SiO ₂	310	160		
Si ₃ N ₄	875	360		

2 Stand der Kenntnisse

Tabelle 2.1 verdeutlicht, dass die vorgestellten Güterwerte (Gl. (2.3) bis Gl. (2.7)) nicht zur Bauteilauslegung herangezogen werden können, da die Güterwerte keine sichere Bewertungsgröße hinsichtlich des Thermoschockverhaltens von Keramiken darstellen. Die in der Tabelle 2.1 vergleichend gegenübergestellten Güterwerte charakterisieren den jeweiligen Werkstoff oft passend. In einigen Fällen ist die Belastbarkeit der in der Literatur gegebenen Werte fraglich. Dies liegt an der Natur der Güterwerte selbst, da in ihrer Berechnung Größen, die das Thermoschockverhalten beeinflussen, wie Vorschädigung, Korngröße, temperaturabhängige Kenngrößen oder andere noch nicht betrachtete Einflussgrößen fehlen. Die R-Werte können jedoch als Trend- oder Schätzgröße detaillierte Untersuchungen begleiten. Nachfolgend wird dargestellt, wie das Problem der Genauigkeit bzw. Widersprüchlichkeit der Güterwerte im Allgemeinen in der Literatur diskutiert wurde.

Lewis [55] und Becher et al. [25] diskutierten über die Probleme der Verwendung der Thermoschockparameter von Hasselman. Beide führten mehrere Wasserabschreckversuche mit unterschiedlichen Probenformen und -größen mit dem Ergebnis durch, dass die kritische Temperaturdifferenz durch die unbestimmten Abkühlbedingungen nicht mit dem berechneten Thermoschockgüterwert erster Ordnung übereinstimmt. Es wurden jedoch Randbedingungen, wie Probendimensionen, Abkühlbedingungen und -geschwindigkeiten definiert, bei denen die Abweichung der Kennwerte voneinander klein war. Beide verwenden den Wasserabschreckversuch zum Vergleich von Proben mit unterschiedlichen Dimensionen, aber ähnlichen Temperaturleitfähigkeiten und gleichen Prüftemperaturen.

Liu et al. [17] und Zhang et al. [20] bestimmten durch den Wasserabschreckversuch kritische Temperaturdifferenzen und stellten fest, dass der Thermoschockgüterwert erster Ordnung nicht mit der kritischen Temperaturdifferenz übereinstimmt. Aksel et al. [27] führten Versuche mit der Indentations-Abschreckmethode durch. Sie beschreiben die Güterwerte erster und zweiter Ordnung, finden aber keinen Zusammenhang zwischen Risswachstum ausgehend von der eingebrachten Vorschädigung und der Abschrecktemperatur. Sie schlagen die Verwendung des von Hasselman eingeführten Güterwertes vierter Ordnung vor, welcher die Bruchzähigkeit bzw. die Oberflächenenergie von neu entstandenen Rissen beinhaltet. Es zeigt sich jedoch wiederum keine Übereinstimmung der Theorie mit ihren experimentellen Ergebnissen.

Li et al. [39] und Andersson et al. [32] führten Wasserabschreckversuche an gleichen Proben und mit identischen experimentellen Bedingungen im Rahmen von Werkstoffentwicklung durch, wobei die bestimmten Thermoschockgüterwerte mit den kritischen Temperaturdifferenzen gute Übereinstimmungen zeigen.

Fargas et al. [56] entwickelten 2003 eine Methode zur Bestimmung des Thermoschockgüterwertes vierter Ordnung weiter, indem sie die Risslängendifferenz nach Thermoschock im Indentation-Wasserabschreckversuch durch bestimmte Randbedingungen und Geometriefaktoren verwenden. Trancret [33] bezieht sich 2006 auf diese Berechnungen und widerlegt den von Fargas et al. gefundenen Zusammenhang zwischen Hasselmans Güterwert vierter Ordnung und der Rissverlängerung bei Verwendung der Indentation-Abschreckmethode. Eine endgültige Aussage zur Anwendbarkeit der genannten Thermoschockgüterwerte lassen beide offen.

Hasselman [10] selbst untersuchte den Einfluss der Probengeometrie auf den Thermoschockgüterwert R. Er führte Abschreckversuche an Rundproben mit verschiedenen Durchmessern durch, wobei keine Übereinstimmung des Güterwertes mit der kritischen Temperaturdifferenz gefunden wurde.

Diese Zusammenfassung zeigt, dass verschiedene Autoren über eine mangelnde Übereinstimmung zwischen experimentell bestimmten Kennwerten (ΔT_c) und rechnerisch bestimmten Güterwerte berichten. Sie führen dies auf Ursachen wie z.B. Mängel im

Versuchsaufbau, Inhomogenitäten des Prüfmaterials oder auch Gefügeunterschiede zurück.

2.3 Berechnung der thermisch induzierten Spannungen

Ausgehend von der orts- und zeitaufgelösten Ermittlung der Temperaturverteilung ist es möglich, die Spannungsverteilung in einer Probe zu berechnen. Die Spannungsverteilung in einem dreidimensionalen Bauteil lässt sich in Tensorschreibweise darstellen [57, 58]:

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{xy} & \sigma_{xz} \\ \sigma_{yx} & \sigma_{yy} & \sigma_{yz} \\ \sigma_{zx} & \sigma_{zy} & \sigma_{zz} \end{bmatrix} \quad (2.9)$$

Die folgenden Annahmen können für die vorliegende Probengeometrie (dünne Scheibe) getroffen werden:

- ebener Spannungszustand (d.h. $\sigma_{zz} = 0$), da die Probe dünn und kein Gradient in Dickenrichtung vorhanden ist,
- radialsymmetrisches Temperaturprofil,
- die Auswirkung der Dehnungen auf die Temperaturverteilung aufgrund der Temperaturverteilung selbst wird vernachlässigt,
- der Versuch ist quasistatisch, d. h. Trägheitskräfte werden vernachlässigt,
- die Dehnungen sind in Bezug auf die Probendimensionen klein und
- linear elastisches Materialverhalten auch bei hohen Temperaturen.

Mit Einführung von Polarkoordinaten ergeben sich dann die Tangentialspannung $\sigma_{\theta\theta}$ und die Radialspannung σ_{rr} (Abbildung 2.5) zu [1, 59]:

$$\begin{bmatrix} \sigma_{\theta\theta} & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{rr} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (2.10)$$

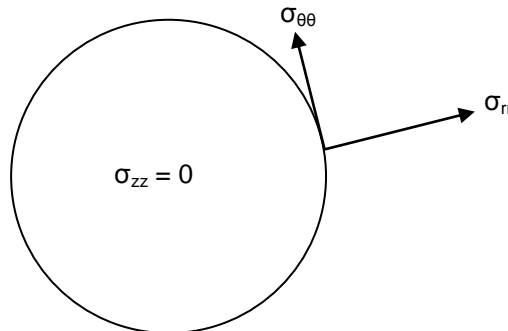


Abbildung 2.5: Schematische Darstellung einer Thermoschockscheibe mit Tangentialspannung $\sigma_{\theta\theta}$ und Radialspannung σ_{rr} . Die Spannung in Dickenrichtung σ_{zz} ist null, da die Probendicke klein ist (ebener Spannungszustand).

Bei Aufheizthermoschockversuchen nach Kirchhoff, Rettig et al. und anderen [3, 4, 52-54] wurden dünne, scheibenförmige Proben verwendet. Unter Zugrundelegung dieser Probengeometrie berechnet sich die Verteilung der Tangentialspannung $\sigma_{\theta\theta}$ entsprechend Gl. (2.11) und die Verteilung der Radialspannung σ_{rr} entsprechend Gl. (2.12). Die Tangential- und Radialspannung ist in Abbildung 2.6 dargestellt [1, 6].

2 Stand der Kenntnisse

$$\sigma_{\theta\theta}(r, t) = E \left[-\alpha T(r) + \frac{1}{R^2} \int_0^R \alpha T(r) r \cdot dr + \frac{1}{r^2} \int_0^r \alpha T(r) r \cdot dr \right] \quad (2.11)$$

$$\sigma_{rr}(r, t) = E \left[\frac{1}{R^2} \int_0^R \alpha T(r) r \cdot dr + \frac{1}{r^2} \int_0^r \alpha T(r) r \cdot dr \right] \quad (2.12)$$

Der Verlauf der Spannung in tangentialer Richtung zum Zeitpunkt des Bruches ist in Abbildung 2.6 dargestellt. Die Tangentialspannung als Funktion des Scheibenradius ist im erwärmten Probeninneren negativ (Druck) und im kalten Probenrand positiv (Zug). Im Bereich des Temperaturgradienten tritt ein ausgeprägter Spannungsgradient auf. Es bilden sich sowohl in tangentialer als auch in radialer Richtung Spannungen aus. Der Verlauf der Radialspannung zum Zeitpunkt des Probenbruches ist in Abbildung 2.6 beispielhaft dargestellt. Die Radialspannungen sind zu jedem Zeitpunkt negativ (Druckspannungen).

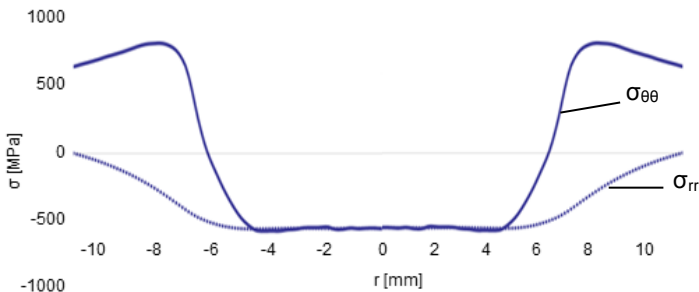


Abbildung 2.6: Verlauf der Radialspannung σ_{rr} (gepunktete Linie) und Tangentialspannung $\sigma_{\theta\theta}$ (durchgezogene Linie) über den Probenradius r kurz vor Ende eines Thermoschockversuches (400 W, $t = 455$ ms, SSiC).

Druckspannungen sind im Allgemeinen für keramische Werkstoffe unkritisch. Knoblauch beobachtete jedoch ein durch Druckspannungen verursachtes Ausbeulen, sog. Buckling, von Thermoschockscheiben [2]. Durch die Erwärmung der Scheibe entstand ein Temperaturgradient in Dickenrichtung, der durch den Versuchsaufbau nicht zu vermeiden war. Daher schlägt er, ohne die Möglichkeit einer homogenen Durchwärmung abschließend zu diskutieren, in Abhängigkeit der Probendimensionen eine Sensibilitätsprüfung durch Finite Elemente Berechnungen vor. Auf diese Simulation kann verzichtet werden, wenn sichergestellt ist, dass die verwendeten Proben homogen durchwärmte werden. Die Temperaturverteilung in Dickenrichtung der in dieser Arbeit verwendeten Proben aus verschiedenen Materialien mit dementsprechend verschiedenen thermischen und optischen Eigenschaften wird in 5.2.4.1 erläutert. Dort wird gezeigt, dass die Temperaturverteilung in Dickenrichtung homogen ist. Durchbiegungen infolge von Druckspannungen werden daher nachfolgend ausgeschlossen. Das Buckling oder die damit verbundenen erhöhten Tangential- bzw. Radialspannungen müssen folglich nicht als Bruchkriterium herangezogen werden.

Ein mögliches Bruchkriterium stellt das Kriterium „maximale Tangentialspannung“ dar. Dabei wird angenommen, dass für das Versagen ausschließlich die maximale Tangentialspannung im Moment bzw. kurz vor Probenbruch verantwortlich ist. Diese wird als Thermoschockspannung σ_{TS} definiert. Bruch tritt ein, wenn

$$\max_{0 \leq r \leq R} \sigma_{\theta\theta}(r, t_B) \geq \sigma_{TS} \quad (2.13)$$

Dieses Kriterium basiert auf der maximalen Hauptspannung, wobei die Tangentialspannung im radialsymmetrischen Fall die Hauptspannung darstellt. Das Versagenskriterium "maximale Tangentialspannungen" aus Gl. (2.13) stellt also ein mögliches Kriterium zur Betrachtung des versagensauslösenden Spannungszustandes einer Thermoschockprobe dar. Diese Betrachtung ist unkompliziert, da der Spannungszustand lediglich aus dem Maximalwert einer Spannungskomponente besteht. Die Auswertung einer ausreichenden Anzahl von Versuchen ist vorteilhaft, da die Weibullauswertung nach dem Stand der Technik angewendet werden kann [60].

2.4 Grundlagen der Bruchmechanik

Die Stärke der atomaren Bindung eines Werkstoffes bestimmt die theoretische Festigkeit eines Körpers. Wird die Festigkeit einer Keramik ermittelt (z. B. im Vier-Punkt-Biegeversuch), bestimmt man die reale Festigkeit eines Bauteils, die weit unterhalb der theoretischen Festigkeit liegt. Die Ursache sind Herstellungsfehler im Material, welche die Festigkeit stark vermindern. Diese Herstellungsfehler (Poren, Risse, Einschlüsse) führen je nach Größe und Orientierung zur äußeren Belastung zu lokalen Spannungskonzentrationen. Übersteigen diese die Festigkeit des Werkstoffes tritt Versagen ein [61]. Das Gebiet der Bruchmechanik beschäftigt sich daher mit dem Verhalten fehlerbehafteter Bauteile.

2.4.1 Energiebetrachtungen

1920 hat Griffith eine Energiebilanz zur Beschreibung des Einflusses der Fehler auf die Festigkeit des Bauteils formuliert [62]. Die Energiezufuhr U_{ext} infolge der äußeren mechanischen Belastung entspricht gemäß dem 1. Hauptsatz der Thermodynamik der Summe der Formänderungsenergie U_{int} und der Oberflächenenergie U_s , die zur Schaffung neuer Rissflanken benötigt wird

$$U_{\text{ext}} = U_{\text{int}} + U_s \quad (2.14)$$

Hierbei werden die kinetische Energie sowie die Wärmeenergie vernachlässigt. Wenn der Riss um das Inkrement da verlängert wird, ergibt sich der folgende Zusammenhang

$$\frac{d(U_{\text{ext}} - U_{\text{int}})}{da} = \frac{dU_s}{da} \quad (2.15)$$

Die linke Seite beschreibt die bei einem Rissfortschritt zur Verfügung stehende Energie. Diese setzt sich aus der Energie zusammen, die von der äußeren Belastung bereitgestellt wird sowie der im Körper gespeicherten Formänderungsenergie.

In [62] wurde durch Griffith diese Größe als Energiefreisetzungsrates G eingeführt. Mit dem Ansatz für die Oberflächenenergie

$$U_s = 2a\gamma \quad (2.16)$$

stellt diese Größe einen Kennwert dar

$$G_c = 2\gamma \quad (2.17)$$

2 Stand der Kenntnisse

Für eine Scheibe unter Zug mit dem Riss $2a$ ermittelte Griffith [62] die Energiefreisetzungsrate

$$G = \frac{2\pi a \sigma^2}{E'} = 4\gamma \begin{cases} E' = E & \text{für ESZ} \\ E' = \frac{E}{(1-\nu)^2} & \text{für EVZ} \end{cases} \quad (2.18)$$

woraus man die kritische Spannung

$$\sigma_c = \sqrt{\frac{2 E' \gamma}{\pi a}} = \frac{K_{Ic}}{\sqrt{\pi a}} \quad (2.19)$$

erhält. Bei Überschreitung dieser Spannung tritt Risswachstum ein. K_{Ic} ist hierbei der Spannungsintensitätsfaktor, der in diesem Fall der Bruchzähigkeit als Kennwert entspricht.

Gleichung (2.19) beschreibt die Abhängigkeit der Festigkeit σ_c von der Größe des Fehlers a . Für konstante von außen aufgebrachte Spannungen σ , die kleiner sind als σ_c , wird der Riss nicht größer. Wird $\sigma > \sigma_c$, vergrößert sich der Riss instabil (spontan) ohne zu stoppen.

2.4.2 Der Spannungsintensitätsfaktor K_I

Für spröde Werkstoffe wie Keramiken wird die linear-elastische Bruchmechanik (LEBM) herangezogen. Dazu wird das elastische Spannungsfeld in der Umgebung einer Risspitze einer Platte betrachtet, wie sie in Abbildung 2.7 dargestellt ist. Die Platte besitzt eine Breite W und eine Dicke B , die Risslänge ist a . Vor der Risspitze liegen im Abstand r und unter dem Winkel θ die Spannungscomponenten σ_x und σ_y vor. (Im ebenen Spannungszustand (dünne Platte) ist $\sigma_z = 0$.)

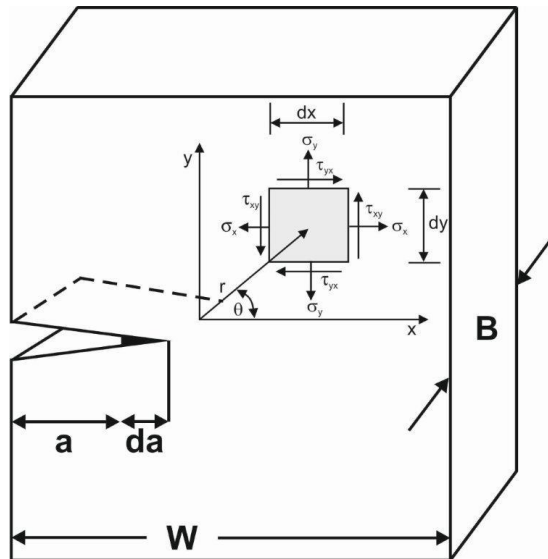


Abbildung 2.7: Außenriss in einer Platte mit der Breite W und der Dicke B . Der Riss hat die Länge a und die Rissverlängerung beträgt da . An der Risspitze wirken die Spannung σ_x in Rissrichtung X und σ_y senkrecht dazu.

Es wird in der Bruchmechanik zwischen drei Grundbelastungsarten unterschieden: Normal-, Längsschub- und Querschubbeanspruchung. Diese führen zu den in Abbildung 2.8 gezeigten Rissausbreitungsmoden.

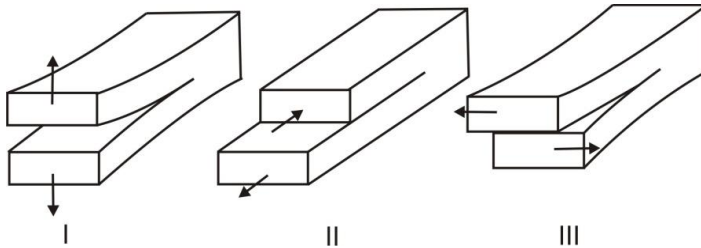


Abbildung 2.8: Rissausbreitungsmoden: Mode I: Zugbeanspruchung senkrecht zur Rissebene, Mode II: Scherbeanspruchung in Rissebene, Mode III: Scherbeanspruchung quer zur Rissebene [63].

Mode I ist für die Rissausbreitung technisch der Wichtigste. Ein Riss versucht immer senkrecht zur maximalen Spannung weiter zu laufen, um die Scherspannungen zu minimieren. Daher ist Mode I die bestimmende Art der Rissbeeinflussung und somit versagensbestimmend.

Die Spannungen an einem Punkt vor der Rissspitze (Abbildung 2.7) werden nach Irwin [64] für den Mode I in Abhängigkeit von der Entfernung r und dem Winkel θ in Polarkoordinaten wie folgt berechnet:

$$\begin{bmatrix} \sigma_x \\ \sigma_y \\ \tau_{xy} \end{bmatrix} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \begin{bmatrix} \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \left\{ 1 - \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \sin\left(\frac{3\theta}{2}\right) \right\} \\ \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \left\{ 1 + \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \sin\left(\frac{3\theta}{2}\right) \right\} \\ \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \cos\left(\frac{3\theta}{2}\right) \end{bmatrix}. \quad (2.20)$$

K_I wird als Spannungsintensitätsfaktor bezeichnet und hängt von der Höhe der äußeren Last, der Dimension des Risses und den Abmessungen des Bauteils ab:

$$K_I = \sigma \sqrt{\pi a} \cdot Y\left(\frac{a}{w}\right). \quad (2.21)$$

$Y\left(\frac{a}{w}\right)$ ist eine dimensionslose Korrekturfunktion, die die Änderung von K_{IC} im Fall einer Abweichung von der vorausgesetzten unendlich ausgedehnten Scheibe erfasst. Erreicht der Spannungsintensitätsfaktor einen kritischen Wert, K_{IC} , die Bruchzähigkeit in Mode I, wird der Riss instabil. Das Bruchkriterium lautet damit

$$K_I \geq K_{IC}. \quad (2.22)$$

K_{IC} ist ein Werkstoffkennwert.

2.4.3 Bestimmung der Bruchzähigkeit K_{IC}

Zur Messung der Bruchzähigkeit wird eine mit einem definierten Riss behaftete Probe mit zunehmender Kraft beansprucht, bis es zu einer spontanen Ausbreitung des Risses kommt [65]. Aus der Geometrie der Probe und des Risses und aus der „kritischen“ Spannung kann die Bruchzähigkeit errechnet werden Gl. (2.21). Auf der Basis dieses im Prinzip einfachen Vorgehens wurden mehrere Methoden für die Prüfung von

2 Stand der Kenntnisse

Keramiken vorgeschlagen [7]. Eine grundsätzliche Schwierigkeit bei Keramiken ist das Erzeugen eines Risses. In Metallen geschieht dies häufig durch Anschwingen von kerbbehafeten Proben, was bei Keramiken aber nicht zielführend ist.

Verschiedene Methoden verwenden Startrisse, die im Versuch durch „stabile“ Rissausbreitung erzeugt werden [66-69]. Ein Beispiel sind Chevron-Kerben, die in der Praxis allerdings nur selten verwendet werden. Bei der Brückenmethode zur Erzeugung der Startrisse wird zunächst ein kleiner Anriss mit einem Vickers- oder Knoop-Eindruck erzeugt [70-72] und dann durch eine sogenannte Brücke so verlängert [2, 73], dass er einen erheblichen Anteil des Probenquerschnitts einnimmt. Bei diesen Versuchen erwiesen sich die experimentellen Schwierigkeiten allerdings als so groß, dass nur bei wenigen Prozent der Versuche die erforderlichen Bedingungen eingehalten werden konnten. Bei vielen Methoden werden die Startrisse durch einen Härteeindruck erzeugt [31, 74]. Aus der neu geschaffenen Bruchfläche kann auf die Bruchzähigkeit geschlossen werden. Beim Belasten des Eindringkörpers kommt es zur Deformation der Keramik. Beim Entlasten entstehen erhebliche Eigenspannungen, die zur Rissbildung führen können. Die Form und das Volumen der deformierten Zone und damit auch das Eigenspannungsfeld und die Form der sich bildenden Risse hängen von Details des Verformungsverhaltens der Keramik ab. Auch wenn die Länge der Härteeindrucksrisse zweier Keramiken an der Oberfläche gleich ist, kann ihre Rissfläche verschieden sein. Daher sind die Parameter in den Beziehungen über die Zusammenhänge zwischen Endlast, Härte (Fließgrenze), Elastizitätsmodul und Länge der Risse an der Probenoberfläche nur für "verwandte" Werkstoffe und nicht allgemein gültig.

Bei der SENB-Methode ist es das Ziel, dünne Kerben als Anfangsrisse zu induzieren. Solche Kerben in z. B. 4-Punkt-Biegeproben, die durch Trennschleifen erzeugt werden, haben eine Tiefe von etwa 2 mm und eine Breite von ca. 100 µm. Der an solchen Proben bestimmte Zähigkeitswert nimmt mit der Kerbbreite zu. Daher wird die SENB Methode heute kaum mehr verwendet. Bei der SEVNB-Methode [75] wird eine Kerbe mittels eines mit Diamantpaste bestrichenen Metallkeils (im allgemeinen eine Rasierklinge) so auspoliert, dass der Kerbradius nur wenige µm beträgt. Der eigentliche Startriss ist dann im Allgemeinen eine Korngrenze im Kerbgrund. Wenn der Korndurchmesser kleiner oder gleich dem Kerbradius ist, werden „wahre“ K_{Ic} – Werte bestimmt, d.h. Werte, die unabhängig vom Kerbradius sind.

Unterschiedliche Methoden hinsichtlich ihres "Startrisses" sind in Abbildung 2.9 zusammengefasst [76, 77]. Die SEVNB Methode wird allgemein als Stand der Technik (DIN EN 14425-5:2004 [75]) anerkannt und daher auch in dieser Arbeit als Methode zur Bestimmung der Bruchzähigkeit verwendet.

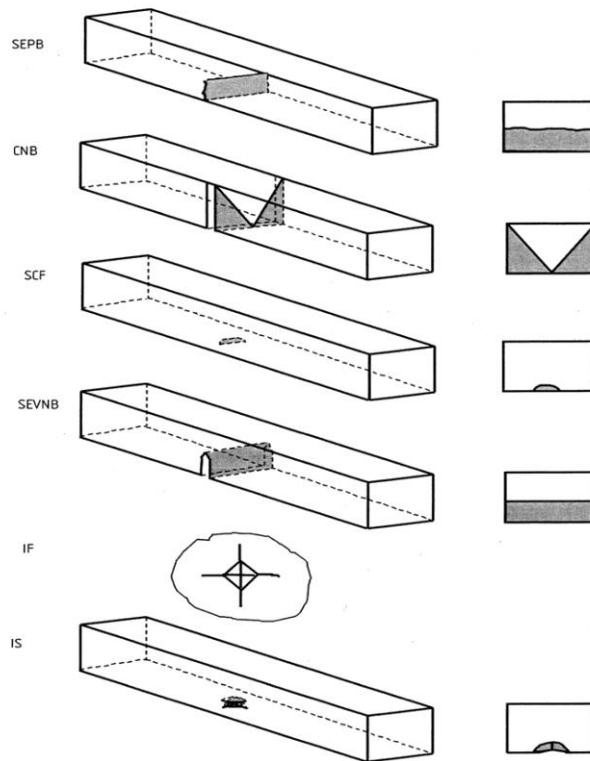


Abbildung 2.9: Verschiedene Ausführungsformen von Proben zur Bestimmung der Bruchzähigkeit, SEPB: Single-Edge-Pre-cracked-Beam, CNB: Chevron-Notch-Beam, SCF: Surface-Crack-in-Flexure, SEVNB: Single-Edge-V-Notched-Beam [75], IF: Indentation-Fracture, IS: Indentation-Strength. Die Proben unterscheiden sich in der Form des eingebrachten Kerbs (grau hinterlegt). Die SEVNB Methode wird nach DIN EN 14425-5:2004 angewendet.

2.5 Statistik

Die Festigkeiten von Keramik mit identischer Beschaffenheit und Geometrie streuen im Vergleich zu den Festigkeiten von Metallen stark. Die Verteilungsdichte, dargestellt als Versagenshäufigkeit gegen die Versagensspannung, ist beispielhaft in Abbildung 2.10 gezeigt. Die Verteilungsdichte $f(\sigma_c)$ wird für Keramiken durch die Weibull-Verteilung beschrieben.

2 Stand der Kenntnisse

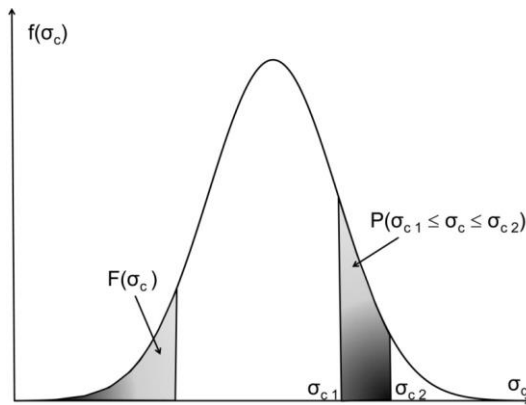


Abbildung 2.10: Verteilungsdichte der Festigkeit bei einer Reihe gemessener Proben [34].

Die Verteilung der Festigkeiten hat drei wichtige Eigenschaften:

1. Das Integral über den gesamten Bereich der Festigkeit σ_c ist gleich eins, folglich ergibt sich

$$\int_0^{\infty} f(\sigma_c) d\sigma_c = 1 . \quad (2.23)$$

2. Das Integral zwischen zwei Werten σ_{c1} und σ_{c2} entspricht der Wahrscheinlichkeit P , dass die Festigkeit zwischen diesen beiden Werten liegt:

$$P(\sigma_{c1} < \sigma_c < \sigma_{c2}) = \int_{\sigma_{c1}}^{\sigma_{c2}} f(\sigma_c) d\sigma_c \quad (2.24)$$

3. Die Wahrscheinlichkeit, dass die Festigkeit kleiner als σ_c ist, lautet

$$F(\sigma_c) = \int_0^{\sigma_c} f(\sigma_c) d\sigma_c . \quad (2.25)$$

Dabei ist $F(\sigma_c)$ die Verteilungsfunktion oder kumulative Verteilung (Abbildung 2.10). Es existiert ein Zusammenhang zwischen der Streuung der Festigkeit und der Streuung der Fehlergröße [34]: Die Festigkeit eines Bauteils wird durch den größten Fehler im Werkstoff bestimmt. Diese Fehlergröße a ist nicht in allen Bauteilen der gleichen Geometrie gleich groß, sondern unterliegt einer Größenverteilung. Die Streuung der Fehlergröße in einem Bauteil wird daher ebenfalls durch eine Verteilungsdichtefunktion $f(a)$ beschrieben [34]:

$$\int_0^{\infty} f(a) da = 1 . \quad (2.26)$$

1939 hat Weibull eine Methode entwickelt, welche die Streuung der Festigkeiten beschreibt [34, 78, 79]. Betrachtet man ein Bauteil mit dem Volumen V , das eine bestimmte Anzahl Fehler pro Volumeneinheit hat (Fehlerdichte z), dann ist die mittlere Anzahl Z der Fehler im Gesamtvolumen [34]

$$Z = z V. \quad (2.27)$$

Die reale Fehleranzahl M kann größer oder kleiner als die mittlere Fehleranzahl Z sein. Die Wahrscheinlichkeit P , dass ein Bauteil M Fehler besitzt, lässt sich nach [34] durch Gl.(2.28) beschreiben.

$$P(M) = \frac{e^{-Z} Z^M}{M!} \quad (2.28)$$

Durch Umformen und unter Hinzunahme der Verteilung der maximalen Fehler Gl. (2.26) ergibt sich die kumulative Verteilung $H(a)$ [34]:

$$H(a) = \exp[-zV(1 - F(a))]. \quad (2.29)$$

$H(a)$ ist die Wahrscheinlichkeit, dass der größte Fehler in einem Bauteil kleiner als a ist. In die geometrieabhängige Funktion $Y\left(\frac{a}{w}\right)$ aus Gl. (2.21) wird nachfolgend der Term a/w einbezogen und als Y fortgeführt. Aus dem Bruchkriterium in Gl. (2.22) folgt

$$\sigma_c = \frac{K_{IC}}{\sqrt{\pi a} \cdot Y}. \quad (2.30)$$

Damit lässt sich jeder Fehlergröße a eine entsprechende Festigkeit σ_a zuordnen [34] bzw. der kritischen Fehlergröße (oder dem größtem Fehler) die Festigkeit σ_c (Abbildung 2.11). Daher entspricht die eingefärbte Fläche links vom betrachteten Wert a der Fläche rechts des zugehörigen Festigkeitswerts σ_c [34]. Es gilt daher:

$$1 - F(\sigma_c) = H(a) \quad (2.31)$$

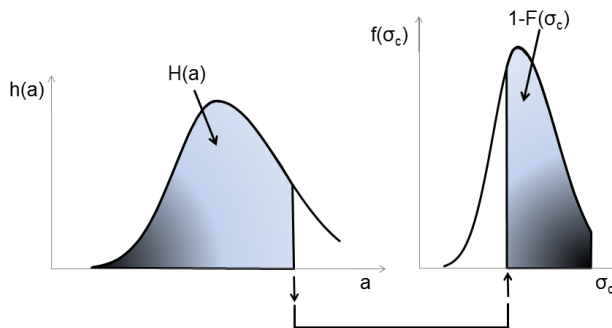


Abbildung 2.11: Verteilungsdichte des maximalen Fehlers (links) und der Festigkeit (rechts) nach [34].

Nach Umformen von Gl. (2.31) nach $F(\sigma_c)$ und nach Einsetzen von $H(a)$ aus Gl. (2.29) erhält man

$$F(\sigma_c) = 1 - \exp[-zV(1 - F(a))]. \quad (2.32)$$

2 Stand der Kenntnisse

Für die Verteilung der Fehlergröße a und der Festigkeit σ_c ist der Verlauf der Verteilungsdichte der Fehlergröße $f(a)$ bei großen Werten von a entscheidend. Dieser Bereich kann durch ein Potenzgesetz angenähert werden [34]:

$$f(a) \sim \frac{1}{a^r} \quad (2.33)$$

Die Verteilungsfunktion $F(a)$ der Fehlergröße a ist dann für $a > a_0$ gegeben durch:

$$F(a) = 1 - \left(\frac{a_0}{a}\right)^{r-1}, \quad (2.34)$$

wobei a_0 die untere Grenze der Fehlergröße ist.

Nach Gl. (2.21) ist

$$a = \left(\frac{K_{Ic}}{\sigma_c \cdot Y}\right)^2. \quad (2.35)$$

Durch Einsetzen in Gl. (2.34) erhält man

$$F(a) = 1 - \left[\frac{a_0 \sigma_c^2 Y^2}{K_{Ic}^2}\right]^{r-1}. \quad (2.36)$$

Setzt man nun Gl. (2.36) in Gl. (2.32) ein, so folgt:

$$F(\sigma_c) = 1 - \exp\left[-zV \left(\frac{a_0 \sigma_c^2 Y^2}{K_{Ic}^2}\right)^{r-1}\right] \quad \text{oder} \quad (2.37)$$

$$F(\sigma_c) = 1 - \exp\left[-\left(\frac{\sigma_c}{\sigma_0}\right)^m\right]. \quad (2.38)$$

Die Verteilung aus Gl. (2.38) ist die Weibull-Verteilung [34]. Die Weibullparameter m und σ_0 sind ein Maß für die Streuung (m) der charakteristischen Materialfestigkeit (σ_0), bei der 62,3 % aller Proben versagen, wobei die Parameter

$$m = 2(r - 1) \quad \text{und} \quad (2.39)$$

$$\sigma_0 = \frac{K_{Ic}}{Y \sqrt{a_0} (zV)^{1/m}} \quad (2.40)$$

sind. Grundlegende Voraussetzungen zur Gültigkeit von Gl. (2.38) sind:

- Datensatz aus einer Prüfreihe unter identischen Bedingungen,
- es existiert nur eine einzige die Festigkeit begrenzende Fehlergrundgesamtheit,
- die Belastung ist einachsrig und
- das belastete Volumen einer jeden Probe ist konstant.

Die Weibullparameter können durch die Maximum-Likelihood-Methode (MLH) iterativ ermittelt werden. Bei dieser Methode wird die MLH Funktion L [60] durch Differenzieren von $\ln(L)$ nach m und σ_0 und Gleichsetzen mit Null in die Form zur iterativen Ermittlung der Schätzwerte \hat{m} und $\hat{\sigma}_0$ überführt. Die berechneten Schätzwerte weisen systematische Fehler auf, die durch einen tabellierten Korrekturfaktor [60] in die wahren Parameter der Weibullverteilung umgerechnet werden.

Diese korrigierten Parameter sind durch den begrenzten Stichprobenumfang mit einer Unsicherheit behaftet. Ein Maß für die Unsicherheit der einzelnen Weibullparameter ist das Vertrauensintervall (z. B. 90 % Vertrauensbereich). Dieser Wert gibt eine Wahrscheinlichkeit an, mit der die Weibullparameter einer definierten Abweichung unterliegen. Es gibt somit ein Intervall für m und σ_0 . In [60] sind zusätzlich zur MLH Funktion drei Vertrauensintervalle (80 %, 90 % und 95 %) für die charakteristische Festigkeit tabelliert. Damit lässt sich im Weibull-Plot ein Vertrauensbereich als Maß für die Unsicherheit der ermittelten Weibullparameter darstellen.

Die Anwendung dieser Prozedur ist für die Festigkeitsermittlung von 3- bzw. 4-Punkt-Biegeversuchen anerkannt und Stand der Technik.

2.6 Mehrachsige Beanspruchung

In Laborversuchen beschäftigt man sich in der Regel mit einachsigen Spannungszuständen. Beispiele dafür sind der Zug- und der Druckversuch. Hier tritt Fließen bei Erreichen der Streckgrenze auf bzw. Bruch beim Überschreiten der Zugfestigkeit ein. Reale Bauteile sind im Betrieb allerdings in der Regel komplexeren Belastungen unterworfen, z.B. biaxialer Zug- und/oder Druckbelastung, Biegung überlagert mit Torsion oder auch Innendruck. Diese Belastungen können sowohl statisch, als auch dynamisch vorliegen [80]. Selbst in Probenkörpern, die einer einachsigen Beanspruchung ausgesetzt werden, können bei Vorhandensein von (äußeren oder inneren) Kerben mehrachsige Spannungszustände auftreten [81]. Auch thermisch induzierte Spannungen sind in der Regel mehrachsig.

Zur Beschreibung eines mehrachsigen Spannungszustands und zur Beantwortung der Frage, wann dieser zum Versagen eines Bauteiles führt, wurden verschiedene Festigkeitshypothesen entwickelt [82]. Dabei handelt es sich um Berechnungsvorschriften, die einen mehrachsigen Spannungszustand in einen äquivalenten einachsigen Spannungszustand σ_v überführen. Diese Vergleichsspannung wird dann mit Werkstoffkennwerten aus einachsigen Versuchen verglichen. Die wichtigsten Festigkeitshypothesen sind [82]:

Normalspannungshypothese (für spröde Werkstoffe bzw. sprödes Werkstoffverhalten)

Schubspannungshypothese nach Tresca (für duktile Werkstoffe bzw. duktilen Werkstoffverhalten)

Für den statischen Festigkeitsnachweis bei der Auslegung von Bauteilen muss die Maximalspannung kleiner als die zulässige Spannung („Beanspruchbarkeit“) sein. Bei Vorliegen mehrachsiger Beanspruchung wird als Maximalspannung die maximale Vergleichsspannung herangezogen, die dann kleiner als die zulässige Spannung sein muss [83]. Da die in dieser Arbeit herangezogene Untersuchungsmethode des Laserthermoschocks zu thermisch induzierten mehrachsigen Spannungszuständen führt, werden dementsprechend die Tangential- und Radialspannungen in der scheibenförmigen Probe berechnet (vergleiche Kapitel 2.3).

Die Autoren aus [34] kommen zu dem Schluss, dass verschiedene Bruchkriterien zu unterschiedlichen Ergebnissen führen. In [34] werden neben den oben genannten spannungsbehafteten Mehrachsigeitskriterien auch Energiekriterien diskutiert. Ein für duktile Werkstoffe gängiges Energiekriterium stellt die Bruchhypothese nach Kuhn dar [34]. Dabei wird die Verformungsenergie in Volumenänderungs- und Gestaltänderungsenergie aufgeteilt. Beide Energieunterteilungen sind auf keramische Werkstoffe nicht übertragbar. Bei ausschließlich sprödem Materialverhalten kann eine sogenannte elastisch gespeicherte Energie durch die thermische Dehnung berechnet werden, was in Kapitel 5.2.6 untersucht wird.

3 Motivation

Aufheizthermoschockversuche wurden wegen undefinierter Abkühlbedingungen der Abkühlthermoschockversuche entwickelt (Kapitel 2.1). Bei der Aufheiz - Versuchsführung muss ein lokaler Temperaturgradient schneller eingebracht werden, als er durch Wärmeleitung abgebaut werden kann. Dazu eignet sich Laserstrahlung besonders gut. Diese Art der Einbringung eines Temperaturgradienten ist abhängig von diversen Materialeigenschaften. Um Laser-Thermoschockversuche zu realisieren, müssen die Probleme der mangelnden Absorption der Laserstrahlung sowie das Vorhandensein von Transparenz bei der Laserwellenlänge bzw. bei der Wellenlänge der infraroten Temperaturmesseinrichtung gelöst werden.

Des Weiteren ist die hochfrequente-infrarote Temperaturmessung aufgrund von Störgrößen problematisch. Die optische Bestimmung der Temperatur ist von den nur schwer messbaren optischen Eigenschaften des Prüfwerkstoffes abhängig. Eine von diesen Eigenschaften unabhängige Kalibriermethode muss entwickelt werden, um die Temperaturmessung durchführen zu können.

Ziel eines Thermoschockversuches ist es, eine auslegungsrelevante Kenngröße zu ermitteln. Der in Kapitel 2.2 vorgestellte Thermoschockgütwert R ist nur als Trend- bzw. Schätzgröße relevant. Zielführender ist die Berechnung des während des Probenbruches vorliegenden Spannungsprofils aus dem Temperaturprofil. Diese Berechnung erfolgt bisher ausschließlich analytisch (Kapitel 2.3) und vernachlässigt Inhomogenitäten im Spannungsprofil durch die punktuelle Erwärmung des Laserspots. Es wird vermutet, dass gerade diese Spannungsüberhöhung ursächlich für den Probenbruch ist. Dieser Unzulänglichkeit in der bisher publizierten Auswertung [84] muss durch eine zweidimensionale Betrachtung Rechnung getragen werden.

Die bisher zur Auswertung verwendete maximale tangentielle Zugspannung zum Zeitpunkt des Probenbruches vernachlässigt neben der erwähnten Spannungsüberhöhung den zeitlichen Verlauf der Beanspruchung einer Thermoschockprobe. Diesem Problem muss durch eine Einbeziehung des zeitlichen Verlaufs in der zweidimensionalen Spannungsfunktion begegnet werden.

Um das Ziel der Ermittlung einer Thermoschock-Auslegungsgröße einer Keramik zu erreichen, müssen statistische Analysen durchgeführt werden. Stand der Technik ist dabei die Auswertung eines Maximalspannungswertes nach DIN EN 843-5 [85]. Die bei Thermoschockversuchen nicht gebrochenen Proben (sog. Durchläufer) werden in dieser statistischen Auswertung vernachlässigt. Die vorhergehenden Betrachtungen einer (ein- bzw. zweidimensionalen) versagensauslösenden Spannungsfunktion sowie evtl. vorhandene Durchläufer müssen in die statistische Auswertung integriert werden, um verlässliche Thermoschockfestigkeiten zu ermitteln.

Die während des Thermoschockversuches induzierten hohen Temperaturen können in Verbindung mit Sauerstoff und Luftfeuchtigkeit durch Diffusion und Reaktion an der Rissspitze eine Beeinflussung des Rissfortschrittes verursachen. Dieser Medieneinfluss wird durch einen Vergleich von Thermoschock-Versuchen an Luft und in Vakuum für die untersuchten Werkstoffe charakterisiert.

4 Experimentelle Methoden

4.1 Versuchswerkstoffe

Die für die Thermoschockuntersuchungen zur Verfügung stehenden Werkstoffe sind:

- | | |
|---|--|
| - gesintertes Siliziumkarbid EKasic® C | SSiC, |
| - mit Magnesiumoxid teilstabilisiertes Zirkonoxid | PSZ, |
| - 99,7 % reines Aluminiumoxid | Korund und |
| - Schneidkeramik [86, 87] aus Aluminiumoxid,
30 wt % Titancarbid/-oxid und 5 wt % Zirkonoxid | Al ₂ O ₃ /Ti(O,C)-ZrO ₂ . |

4.1.1 SSiC

Der größte Teil der Weltproduktion von Siliziumkarbid erfolgt nach dem Acheson-Verfahren, wobei Quarzsand (SiO₂) bei ca. 2400 °C mit Petrolkoks (Kohlenstoff) zu SiC und Kohlenmonoxid (CO) reagiert. SiC tritt in α - und β -Modifikation auf, wobei β bis 1600 °C eine kfz (kubisch flächenzentrierte) Struktur aufweist. Darüber hinaus wandelt sich β -SiC in den α -Typ um. α -SiC tritt ebenfalls bei RT auf und weist eine Vielzahl möglicher Modifikationen mit ungeordneter Abfolge von Bereichen mit kfz und hexagonaler Struktur auf, die alle unter dem Begriff α -SiC zusammengefasst werden. Das entstandene α -SiC kann in Form von feinem Pulver mit ca. 1 % Bor und Kohlenstoff durch Sintern bis auf eine Dichte von 99 % verdichtet werden. Der entstandene Werkstoff trägt die Bezeichnung "sintered Siliconcarbide" (SSiC).

4.1.2 PSZ (teilstabilisiertes Zirkonoxid)

In den meisten Fällen wird im Herstellungsprozess das Mineral Zirkon (ZrSiO₄) verwendet. Es besteht zu 67,1 Gew.% aus Zirkonoxid und zu 32,9 Gew.% aus Siliziumoxid. Durch Reaktionen mit Chlorgas, Destillation der dabei entstehenden Tetrachloride und anschließendes Kalzinieren wird ZrO₂ extrahiert.

Zirkonoxid besitzt die Fähigkeit, die Energie eines laufenden Risses durch eine diffusionslose Phasenumwandlung aufzufangen bzw. zu verringern. Reines Zirkonoxid hat die Eigenschaft, aus der Schmelze bei 2680 °C kubisch zu erstarren, bei weiterer Abkühlung (2370 °C) in eine tetragonale Phase umzuwandeln und unterhalb von 1170 °C in einer monoklinen Tieftemperaturphase zu verbleiben. Die diffusionslose Umklappung von der tetragonalen zur monoklinen Struktur ist mit einer Volumenzunahme von 3 - 5 % verbunden. Diese Tatsache führt dazu, dass keine Bauteile aus reinem Zirkonoxid hergestellt werden können, ohne dass sie beim Abkühlen auf RT zerspringen. Um diese Phasenumwandlung im gesamten Bauteil zu verhindern, wird die vorliegende Zirkonoxidmodifikation mit 3 wt % Magnesiumoxid (MgO) dotiert. Dieses Oxid verschiebt die Umwandlung zu Temperaturen unterhalb der typischen Einsatztemperaturen. Die Umwandlung in allen Körnern zu unterdrücken bringt aber nicht den erwünschten Effekt der Zähigkeitssteigerung durch spannungsinduzierte Umwandlung, die durch die damit verbundene Volumenzunahme zu Druckspannungen an der Risspitze führt und den Riss behindert [88].

4.1.3 Korund

Aluminiumoxid wird aus Bauxit, einem Sedimentgestein aus Oxiden und Hydroxiden von Aluminium und Eisen, sowie aus verschiedenen Silikaten, extrahiert. Die Oxide und Hydroxide des Aluminiums kommen in verschiedenen Formen vor. Alle Formen sind jedoch bei RT metastabil und wandeln sich bei einer Wärmebehandlung in α - Al_2O_3 (Korund) mit einer rhomboedrischen Kristallstruktur um.

4.1.4 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}(\text{O,C})\text{-ZrO}_2$

Der Werkstoff dient als Bearbeitungsmaterial für gehärteten Stahl, z. B. für Wendeschneidplatten und ist Gegenstand der aktuellen Forschungen an der TU-Hamburg Harburg. Dabei kann die Oberfläche des Werkstoffes durch eine Wärmebehandlung in Ar-CO_2 Atmosphäre gezielt beeinflusst werden. Die Porosität des Materials beträgt 0,1 %.

Der Werkstoff $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}(\text{O,C})\text{-ZrO}_2$ wurde von Zimmermann et al. entwickelt und ausführlich charakterisiert [86, 87]. Die Proben werden durch Mischen, Mahlen, Pressen und anschließendes Reaktionssintern von Al, TiO_2 , Al_2O_3 und TiC Pulvern hergestellt. Al wird durch TiO_2 zu Al_2O_3 oxidiert. Dabei wird TiO_2 zu kubischem TiO reduziert, welches in allen Konzentrationen in TiC lösbar ist. Auf diese Weise wird eine Ti(O,C) Phase in den Verhältnissen 50/50 und eine Al_2O_3 -Phase gebildet. Während des vorangegangenen Mahlprozesses in einer Kugelmühle (Attritor) wird die Mischkeramik durch Abrieb der Kugeln und des Behälters mit ca. 5 wt% ZrO_2 verunreinigt. Somit liegen die Ausgangsbestandteile bzw. die durch Reaktion entstandenen Bereiche in drei Phasen im Werkstoff vor.

4.2 Mikrostruktur

Die Versuchswerkstoffe wurde in der Keramikwerkstatt der BAM für die Mikrostrukturuntersuchung vorbereitet, indem aus dem Probenmaterial Quader mit den Abmessungen 3 mm x 6 mm x 3 mm getrennt wurden. Die Oberflächenbearbeitung wurde in der Keramographie durch Schleifen mit Schleifscheiben abnehmender Körnung in einer Suspension mit SiO_2 Partikeln durchgeführt. Nach einer Reinigung im Ultraschallbad wurden die Proben poliert und thermisch geätzt. Die verschiedenen Ätzmittel und -zeiten wurden u.a. nach [89] angewendet.

Die Mikrostrukturdarstellung erfolgte in einem REM von Typ Carl Zeiss Gemini 1530 VP an polierten und geätzten Proben. Die Proben wurden gekippt, um mit einem Rückstreuielektronendetektor (BSE) sowohl die Materialkontraste als auch Topographieeffekte sichtbar zu machen. Die Phasen der Werkstoffe wurden mit Hilfe der Energiedispersiven Röntgenspektroskopie (EDX – Fa. Oxford Instruments) sowie der Elektronen-Rückstreuung (EBSD – Fa. HKL Channel 5) untersucht.

Die Porosität, Porengröße und Korngröße des Materials wurden durch Vermessen von lichtmikroskopischen Aufnahmen mit dem Linienschnittverfahren bestimmt [90]. Dazu wurden Mikroskope des Typs Neophot 32 (Auflicht, Auflösung 3,3 MPixel) sowie Axioplan 2 (Auflicht, Auflösung 1,3 MPixel) verwendet. Beim Linienschnittverfahren werden Rasterlinien über eine Aufnahme gelegt und die Schnittpunkte zwischen der Linie und den Korngrenzen gezählt. Dieses Verfahren wurde mit Hilfe der Bildanalysesoftware Olympus a4i Flächen- oder Linearanalyse Version 5.10a Lev. 637 angewendet. Die Porosität oder die Porengröße ergibt sich aus dem Quotient der Gesamtlänge der Schnittsehnern durch den Gefügebestandteil und der Länge der Meßlinie.

4.3 Mechanische Eigenschaften

4.3.1 Biegefestigkeit

Die Messung der 4-Punkt-Biegefestigkeit [23] erfolgte in einer INSTRON-Prüfmaschine mit einer 5 kN Kraftmeßdose. Die Prüfmaschine erfüllt die Anforderungen der DIN EN 10002-2 [91] Klasse 1. Für die Messungen wurde eine Belastungsvorrichtung mit einer Stützweite der äußeren Auflager von 40 mm und der inneren Auflager von 20 mm verwendet. Um die Belastung weitgehend reibungsfrei aufzubringen, wurden die Auflager- und Belastungsrollen durch Magnete fixiert, die eine Bewegung der Rollen (Reibungsminimierung) bei Lastaufbringung gewährleisten.

Nach Einlegen und Ausrichten der Proben (3 mm x 4 mm x 45 mm, gefaste Kanten) in die Belastungseinrichtung wurde eine Vorlast aufgebracht. Anschließend wurden die Proben bis zum Bruch belastet und die Maximalkraft protokolliert. Die Beanspruchungsgeschwindigkeit wurde so gewählt, dass der Bruch in einem Zeitraum zwischen 5 und 15 Sekunden erfolgte. Nach dem Bruch wurden die Bruchstücke zusammengesetzt und die Risslagen dokumentiert. Die Bruchspannung bzw. die Biegefestigkeit σ_{4PB} berechnet sich nach

$$\sigma_{4PB} = \frac{3 F d}{2 b h^2} \cdot \quad (4.1)$$

F ist die maximale Kraft in N, b die Breite und h die Höhe der Probe und d der Mittelwert der Abstände zwischen den Achsen der inneren und äußeren Auflagerrollen. Die bei der Bestimmung der Biegefestigkeit verwendeten Proben wurden auch zur Ermittlung der Dichte durch Vermessen verwendet [92].

Die gemessenen Biegefestigkeiten wurden einer Weibullanalyse [60] unterzogen. Die ermittelten Weibullparameter m und σ_0 werden im einem Weibull-Plot dargestellt.

4.3.2 Elastizitätsmodul, Schubmodul und Querkontraktionszahl

Die Bestimmung von Elastizitätsmoduls E, Schubmodul G und Querkontraktionszahl μ erfolgte mit der Resonanzmethode [22]. Hierbei werden an der in Kohlefaserschlaufen aufgehängten Probe mit den Abmessungen 5 mm x 5 mm x 110 mm mittels eines piezoelektrischen Sender-Empfängersystems die Resonanzfrequenzen der Biegeschwingung für die Bestimmung des Elastizitätsmoduls und der Torsionsschwingung zur Ermittlung des Schubmoduls G gemessen. Die Hochtemperaturmessungen wurden im Vakuum in einem Graphitheizer durchgeführt, der gegen die piezoelektrischen Sender- und Empfängersysteme isoliert war. Beginnend bei RT wurde die Temperatur mit einer Aufheizrate von 10 K/min erhöht. Bei Erreichen der Prüftemperatur wurde nach einer Haltezeit von 10 bis 15 Minuten die Messung gestartet. Die Abmessung des Werkstoffes $Al_2O_3/Ti(O,C)-ZrO_2$ betrug abweichend von der Norm 4 mm x 4 mm x 44 mm. Der Elastizitätsmodul E berechnet sich nach

$$E = 0,946 \left[\left(\frac{m f_f^2}{b} \right) \left(\frac{1}{h} \right)^3 \left(1 + 6,585 \left(\frac{h}{l} \right)^2 \right) \right] \cdot \quad (4.2)$$

Der Schubmodul G berechnet sich nach

$$G = \frac{4 l m f_t^2}{b h} \left[\frac{\frac{h}{b} + \frac{b}{h}}{4 \frac{h}{b} - 2,52 \left(\frac{h}{b}\right)^2 + 0,21 \left(\frac{h}{b}\right)^6} \right]. \quad (4.3)$$

m ist die Masse der Probe in kg, b die Breite, h die Höhe und l die Länge in m, f_r die Resonanzfrequenz der Biegegrundschwingung und f_t die Resonanzfrequenz der Torsionsgrundschwingung.

Die Querkontraktionszahl μ berechnet sich aus E- und Schubmodul nach

$$\mu = \frac{E}{2 G} - 1. \quad (4.4)$$

4.3.3 Bruchzähigkeit

Für die Ermittlung der Bruchzähigkeit [75] wurden Probekörper gleicher Geometrie und Dimension wie zur Ermittlung der 4-Punkt-Biegefestigkeit verwendet, siehe Kapitel (4.3.1). Zusätzlich wurden in die Proben Kerben eingebracht. Zur Erzeugung des Kerbs wurden jeweils 5 Proben mit einem Heißkleber auf einer glatten und planparallelen Platte nebeneinander aufgeklebt. Neben den äußeren Proben wurden zwei weitere Körper der gleichen Höhe, so genannte Opferproben aufgeklebt. Senkrecht zur Längsachse der Proben, wurde in der Mitte mit einer Diamanttrennscheibe eine Nut der Tiefe von 0,5 mm gesägt. Mit Hilfe einer Spannvorrichtung und eines Linearantriebes erfolgte durch die Relativbewegung einer Rasierklinge in der Nut die Erzeugung des Kerbs, wobei eine Diamantsuspension als Abbrasivmittel verwendet wurde. Das "Anschärfen" des Kerbs erfolgte in mehreren Stufen, bei denen die Korngröße der verwendeten Diamantsuspension reduziert wurde. Während des Prozesses gewährleisteten die Opferproben einen gleichmäßigen Abtrag und verhinderten ein Ausbrechen am Probenrand. Der Fortschritt des Abtrages konnte mit einer Mikrometermessuhr an der Rasierklingenthalterung ermittelt werden.

Nach erfolgter Kerbeinbringung wurden Winkel und Radius des Kerbes mit einem kalibrierten Lichtmikroskop bestimmt (Abbildung 4.1).

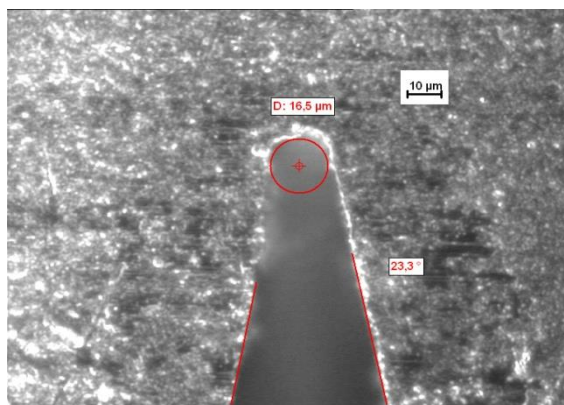


Abbildung 4.1: Beispiel eines Kerbs mit Kerbradius $8 \mu\text{m}$ und Öffnungswinkel 23° zur Bestimmung der Bruchzähigkeit von SSiC.

Die fertig präparierten Proben wurden mit dem Kerb auf der Zugseite in die Prüfmaschine eingelegt und bis zum Bruch belastet. Es wurde hierbei dieselbe Prüfmaschine verwendet, wie bei der Ermittlung der Festigkeit (4.3.1). Der Vorschub erfolgte bei Raumtemperatur weggeregelt mit einer Geschwindigkeit von 0,3 mm/min.

Eine Bestimmung der Bruchzähigkeit des Werkstoffes $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}(\text{O,C})\text{-ZrO}_2$ konnte nicht durchgeführt werden, da nicht ausreichend Material zur Verfügung stand.

Die Bruchzähigkeit mit der SEVNB Methode berechnet sich nach [75] zu

$$K_{Ic} = \frac{F}{b} \frac{d}{\sqrt{l}} \frac{3\sqrt{\frac{c}{l}}}{2\left(1 + \frac{c}{l}\right)^{1,5}} \cdot Y \quad \text{mit} \quad (4.5)$$

$$Y = 1,9887 - 1,326 \frac{c}{l} - \frac{\left(3,49 - 0,68 \frac{c}{l} + 1,35 \left(\frac{c}{l}\right)^2\right) \frac{c}{l} \left(1 - \frac{c}{l}\right)}{\left(1 + \frac{c}{l}\right)^2}$$

Wobei b und l das Abmaß der Probe, d der Mittelwert der Abstände zwischen den Achsen der inneren und äußeren Auflagerrollen, c die eingebrachte gemittelte Risstiefe und F die zum Bruch notwendige Kraft ist.

Um das bruchmechanische Verhalten bei höheren Temperaturen zu charakterisieren, wurde bei den SSiC-Proben die Bruchzähigkeit bei 450 °C und bei 825 °C ermittelt. Dafür wurde eine Prüfeinrichtung verwendet, bei der die Versuchstemperatur mit einem Heizstrahler aufgebracht wird. Mit einem Thermoelement erfolgte die Ofenregelung. Für die Hochtemperaturversuche wurde der Vorschub kraftgeregelt gewählt. Die Vorschubgeschwindigkeit betrug 15 N/s.

4.4 Thermische Eigenschaften

Zur Bestimmung des mittleren thermischen Ausdehnungskoeffizienten α an einem stabförmigen Prüfkörper (5 mm x 4 mm x 23,75 mm bzw. 3 mm x 4 mm x 25 mm) wurde mit Hilfe eines elektronischen Schubstangen-Dilatometers 402C der Fa. Netzsch Gerätebau GmbH die thermische Dehnung der Prüfkörper bei konstanter Temperaturerhöhung erfasst. Die Heizrate betrug 5 K/min. Der untersuchte Temperaturbereich lag zwischen Raumtemperatur und 1000 °C. Die Probe wurde mehrmals nacheinander von Raumtemperatur auf 1000 °C aufgeheizt und die Längenänderung der Probe $dL(T) = L_0 - L(T)$ als Funktion der Temperatur T erfasst. Die Messergebnisse werden als relative Längenänderung dL/L_0 ausgegeben, wobei L_0 die Anfangslänge der Probe bei Raumtemperatur ist.

Aus diesen Daten wird für einen ausgewählten Temperaturbereich T_1 bis T_2 der mittlere (technische) Ausdehnungskoeffizient α nach [93] zu

$$\alpha(\Delta T) = \frac{1}{L_0} \left(\frac{L(T_2) - L(T_1)}{T_2 - T_1} \right) \quad (4.6)$$

errechnet. Der physikalische Ausdehnungskoeffizient entspricht der Steigung der relativen Längenänderungskurve dL/L_0 bei der jeweiligen Temperatur [93].

$$\alpha(T) = \frac{1}{L_0} \left(\frac{dL(T)}{dT} \right) \quad (4.7)$$

4 Experimentelle Methoden

Die Bestimmung des linearen Ausdehnungskoeffizienten α erfolgte nach DIN 51045-1 [93] und DIN 51045-2 [94]. Die Kalibrierung und Fehlerabschätzung erfolgten unter Verwendung einer Al_2O_3 -Normalprobe.

Die Wärmeleitfähigkeit und die spezifische Wärmekapazität konnten experimentell nicht bestimmt werden. Daher wurden die jeweiligen Herstellerangaben bzw. Literaturangaben verwendet.

4.5 Optische Eigenschaften

Da die Erwärmung des Aufheizthermoschocks sowie die Temperaturmessung während dieses Vorgangs mit Hilfe von Strahlung realisiert werden, ist es notwendig, das optische Emissionsverhalten ϵ (sowie Absorption a bzw. Transmission s) des Probenmaterials zu charakterisieren. Die Erfassung der optischen Eigenschaften im gesamten Wellenlängenbereich ist gerätetechnisch anspruchsvoll. In dieser Arbeit wird die Probenerwärmung bei der Laserwellenlänge $1,064 \mu\text{m}$ und die Temperaturmessung bei den Kamerawellenlängen $4,474 \mu\text{m}$ sowie von $7,5$ bis $13 \mu\text{m}$ durchgeführt. Daher werden im folgendem die optischen Eigenschaften nur in diesen Bereichen ermittelt.

Zur Verfügung standen Geräte der spektralen Ellipsometrie [95], wie das Mapping-Ellipsometer M-2000 (Woollam) für die Wellenlängen 192 nm bis 1694 nm , das Laser Sentech Einwellenlängen-Ellipsometer bei $632,8 \text{ nm}$ sowie drei verschiedene Fourier Transformations Infrarot Spektrometer (FTIR) z. B. das SE-900 von Sentech für Wellenlängen von $1,65 \mu\text{m}$ bis $25 \mu\text{m}$.

Des Weiteren wurden an der TU Dresden (Fakultät für Maschinenwesen / Institut für Wasserstoff- und Kernenergietechnik) Messungen mit dem Verfahren der IR-Strahlungstemperaturmessung sowie der synchronen Reflexion und Transmission an zwei Ulbricht'schen Kugeln durchgeführt [96]. Diese Verfahren werden nachfolgen erläutert.

Das Verfahren der IR-Strahlungstemperaturmessung beruht auf dem physikalischen Phänomen, dass Körper mit einer Temperatur oberhalb des absoluten Null-Punktes von 0 K ($-273,15 \text{ }^\circ\text{C}$) elektromagnetische Strahlungen aussenden, die als Grundlage zur berührungslosen Ermittlung ihrer Temperatur genutzt werden. Da die zu untersuchenden Keramiken Emissionswerte besitzen, die sich von denen des schwarzen Strahlers ($\epsilon = 1$) unterscheiden, ist es für eine genaue pyrometrische Temperaturmessung unerlässlich, die Emission dieser Werkstoffe für den vorgesehenen Temperaturarbeitsbereich zu ermitteln. Die zu untersuchende Keramik-Probe wird auf der Oberfläche eines Silberbades positioniert, das mit einer konstanten Aufheizgeschwindigkeit bis $1050 \text{ }^\circ\text{C}$ erwärmt wird. Auf die Keramikprobe wird ein Silberplättchen gelegt, das bei definierter Temperatur ($T_s = 960,5 \text{ }^\circ\text{C}$) in die flüssige Phase übergeht. Dieser Phasenübergang bewirkt eine Änderung der Oberflächenspannung des Silbers. Das Plättchen zieht sich zu einer Kugel zusammen was optisch sehr gut wahrgenommen werden kann. Durch die Aufnahme der Oberflächentemperatur der Keramik kann der spektrale Emissionskoeffizient für den Messbereich der Thermokamera ($7,5 \mu\text{m} < \lambda < 13 \mu\text{m}$) bei $960,5 \text{ }^\circ\text{C}$ bestimmt werden.

Die Höhe der Probe von $300 \mu\text{m}$ erfüllt die Bedingung, dass der Temperaturunterschied zwischen der unteren Auflagefläche auf dem Silberbad und der oberen Messfläche so gering wie möglich ist. Im Vorfeld durchgeführte Messungen haben gezeigt, dass der für die Temperaturmessung verwendete Wellenlängenbereich eine Beeinflussung der Messergebnisse durch transmittierte Strahlung aus dem Silberbad ausschließt. Der kalkulierte Wert der Emission entspricht $0,80$ (bei $7,5 \mu\text{m} < \lambda < 13 \mu\text{m}$).

Das Verfahren zur Bestimmung der synchronen Reflexion R und Transmission T erfolgte an zwei Ulbricht'schen Kugeln, die senkrecht übereinander angeordnet und miteinander durch eine Probenhalterung verbunden sind [97]. Auf der Probenhalterung wird die Probe

10° zur Waagerechten geneigt positioniert. Für die Messungen sind alternativ zwei Laserdioden (Wellenlänge 808 nm und 940 nm) vorgesehen, die eine theoretische Leistung von 100 mW aufweisen. Durch die bewusst gewählte Neigung der zu messenden Probe wurde die Möglichkeit geschaffen, die Anteile der direkten und der diffusen Reflexion bzw. Transmission getrennt voneinander zu bestimmen.

Um eine maximale diffuse Lichtstreuung im Inneren der beiden Kugeln zu gewährleisten, wurden diese mit einer BaSO₄-Beschichtung versehen. Diese Beschichtung enthält neben den BaSO₄-Kristallen eine polymere Bindekomponente, die thermisch bis 85 °C stabil ist. Die Datenaufnahme und –auswertung erfolgt mit Hilfe einer speziellen Software und erlaubt die Berechnung der spezifischen Absorption a der Keramik bei den untersuchten Wellenlängen als Funktion der Emission ε und der Transmission s nach [5, 98] zu

$$a = 1 - (\varepsilon + s) . \quad (4.8)$$

4.6 Probenpräparation

Die zu untersuchenden keramischen Materialien werden je nach Prüfmethode unterschiedlich präpariert. Dabei sind die in den jeweiligen Normen aufgeführten Probenmaße und Oberflächenzustände (inkl. der Toleranzen) eingehalten worden. Die Herstellung der Proben und deren Bearbeitung aus den Ausgangswerkstoffen erfolgte in der mechanischen Werkstatt der BAM.

Die Herstellung von Thermoschockproben für Laserthermoschockversuche unterliegt keinem allgemeinen Standard, daher wird im Folgenden detailliert auf die Präparation von kreisscheibenförmigen Proben durch Rundschleifen, Trennen, Schleifen und Läppen eingegangen.

Das Ausgangsmaterial wird auf einer Rundschleifmaschine (Fa. Overbeck) mit einer Diamantscheibe (mittlere Körnung 46 μm) auf 20 mm \pm 0,1 mm rundgeschliffen. Die Oberflächenrauheit der Mantelfläche kann durch die vorhandene Messtechnik nicht erfasst werden. Da der Schleifvorgang jedoch oszillierend stattfindet, stellt sich ein R_z kleiner 32 μm ein. In [73] wurde durch Simulationen nachgewiesen, dass die maximale Zugbelastung nicht am Probenrand auftritt und damit Kanteneffekte erst durch makroskopische Inhomogenitäten ab einer Größe von mehreren hundert Mikrometer auftreten.

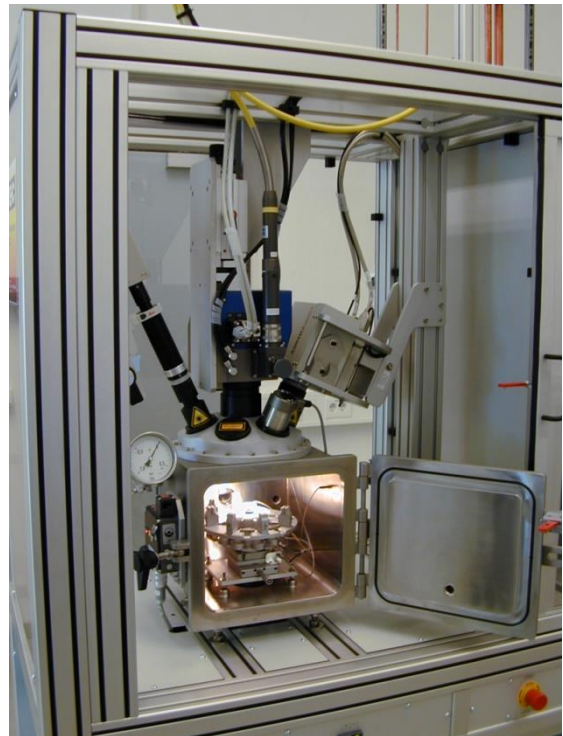
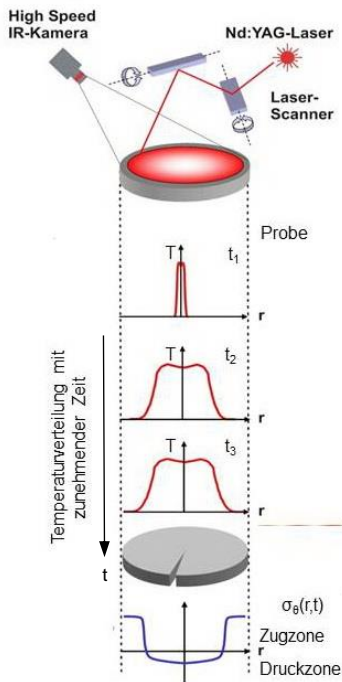
Von den rundgeschliffenen Probestäben werden mit einem Trennautomat vom Typ TU-64 der Fa. Boccadero Probenrohlinge mit einer Dicke von 1 mm abgetrennt. Anschließend werden die Rohlinge mit einem Schmelzkleber auf eine Trägerplatte geklebt und mit einer CNC Flachsleifmaschine (Fa. Geibel und Hotz) auf 0,6 mm planparallel geschliffen. Um eine gleichmäßig kleine Oberflächenrauheit einzustellen werden die geschliffenen Rohlinge auf einer Einseiten-Läppmaschine vom Typ F 400 (Fa. Draesner) mit Borkarbid Läpppulver (mittlere Körnung 16,3 - 18,3 μm) geläppt. Durch Läppen wird eine gleichmäßige Oberflächenrauheit von $R_z \approx 2,5 \mu\text{m}$ (mittlere Rautiefe) und $R_a \approx 0,3 \mu\text{m}$ (mittlere Rauheit) erreicht. Die Oberflächenrauheit wird mit Hilfe eines Testers T 1000 (Fa. Hommel, Tastspitze mit 2 μm Radius und 90° Flankenwinkel) an vier verschiedenen Stellen einmal pro Trägerplatte ermittelt. Somit kann eine gleichbleibende Oberflächengüte garantiert werden. Anschließend werden die einseitig geläppten Scheiben bei 130 °C mit Aceton von der Trägerplatte abgelöst, mit einem Kaltreiniger (Hebrosol 75) sowie im Ultraschallbad gereinigt und auf die andere Seite umgeklebt. Nun werden die Proben auf 0,35 - 0,4 mm flachgeschliffen und auf das Fertigmaß 0,3 mm \pm 0,01 mm geläppt.

4.7 Laserschockapparatur

4.7.1 Messprinzip

Die Erwärmung dünner, kreisscheibenförmiger Proben wird durch fokussierte Laserstrahlung eines Nd:YAG-Lasers realisiert [84, 99, 100], die über einen programmierbaren Laserscanner spiralförmig von der Mitte beginnend über die Probenoberfläche geführt wird. Dadurch erwärmt sich die Probe lokal schneller, als der Werkstoff den entstandenen Temperaturgradienten durch Wärmeleitung abbauen kann. Eine gezielte Steuerung der Laserleistung und der Geometrie der Spirale bietet die Gewähr für die Einstellung reproduzierbarer definierter Temperaturprofile. Diese Temperaturprofile werden mit einer Hochfrequenz-Infrarotkamera (HF – IR - Kamera) aufgenommen. Aus den gemessenen lokalen Temperaturverteilungen werden die Tangential- und Radialspannungen in der Probe berechnet. Die Anlage ist mit einer vakuumdichten Prüfkammer ausgestattet und ermöglicht so die medienabhängige Durchführung von Thermoschockexperimenten. Die beschriebene Thermoschock-Prüfanlage ist in Abbildung 4.2 dargestellt.

Prinzip



(a)

(b)

Abbildung 4.2: a) Schematische Darstellung der Probenerwärmung (oben), der Verteilung der Temperatur (mitte) und der Tangentialspannung (unten). b) Foto der Thermoschockanlage mit geöffneter und beleuchteter Probenkammer.

4.7.2 Anlage

Die Hauptkomponenten der Anlage sind schematisch in Abbildung 4.3 dargestellt sowie nachfolgend stichpunktartig aufgelistet.

Nd:YAG-Hochleistungslaser mit Strahlführungseinrichtung

- 1 kW maximal nutzbare Laserleistung (Gehäuse mit ZnSe Fenster)
- $\lambda = 1064 \text{ nm}$
- durchgängige Laserbestrahlung (cw-mode)
- beliebige Laserstrahlführung in einer 26 mm x 26 mm Ebene
- gaussverteilte Energiedichte TEM_{00} [101]
- Spotdurchmesser $\approx 1,2 \text{ mm}$ bei 86 % der Leistungsdichte
- maximale Geschwindigkeit der Spotbewegung 830 mm/s

Hochfrequenz-Infrarotkamera

- InSb Focal Array
- Belichtungszeit von 2 μs bis 14 ms anpassbar
- 256:256 Pixel, Auflösung 12 Bit
- Messwellenlänge 3 bis 5 μm
- Peakfilter mit 70 % Transmission bei 4,474 μm [102]
- maximale Bildwiederholungsrate 1500 Hz
- Neigungswinkel $\beta = 20^\circ$

Schallemissions-Messanlage

- 150 kHz triggerfähiger Resonanzsensor mit 5 MHz Abtastfrequenz
- 32 MB Speichertiefe

Thermoschock-Prüfkammer

- grobvakuumdicht bis $4 \times 10^{-3} \text{ mbar}$
- Argon-, Stickstoff-, Luft- und Formiergasatmosphäre realisierbar
- CCD-Kamera bis 488 Hz, monochrom, bis 1,1 μm darstellbar
- dehnungsfreie Probenaufnahme

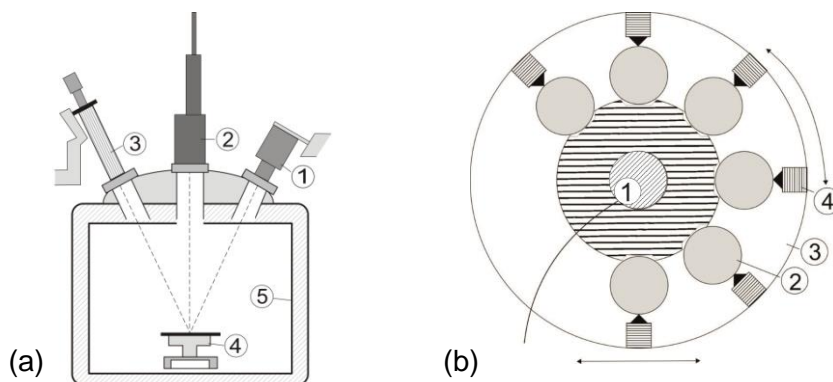


Abbildung 4.3: Schematischer Aufbau a) der Thermoschockprüfanlage mit Hochfrequenz-Infrarotkamera (1), Laser (2), CCD-Kamera (3), Probenteller (4) und Probekammer (5) sowie b) des Probentellers mit Schallemissionssensor (1), Proben (2), Probenteller (3) und Haltestift (4).

4.7.3 Heiztisch

Um eine definierte Erwärmung von zu testenden Keramikscheiben zur Kalibrierung der HF – IR - Kamera zu realisieren, wird ein keramischer Heiztisch verwendet. Der Probenhalter in der Probenkammer kann durch diesen ersetzt werden. Der Heiztisch hat eine Auflagefläche von 15 x 50 mm und besteht aus heiß gepresstem Si_3N_4 .

Durch die geringe Wärmekapazität von $0,75 \text{ J}\cdot\text{g}^{-1} \text{ K}^{-1}$ der Keramik des Heiztisches können bei niedrigen Energieaufnahmen hohe Aufheizraten von bis zu $150 \text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$ auf Temperaturen zwischen $80 \text{ }^\circ\text{C}$ und $1.000 \text{ }^\circ\text{C}$ realisiert werden [103]. Der Heiztisch besteht aus einer Hülle aus isolierender Keramik sowie im Inneren aus einer elektrisch leitenden Heizwendel (Abbildung 4.4) und einem kalibriertem Thermoelement Typ K (bis $1000 \text{ }^\circ\text{C}$). Diese Komponenten sind zu einem kompakten Körper versintert und ermöglichen eine homogene Temperaturverteilung auf einer Fläche von $15 \text{ mm} \times 15 \text{ mm}$. Dieser Bereich ist durch zwei Bohrungen markiert.

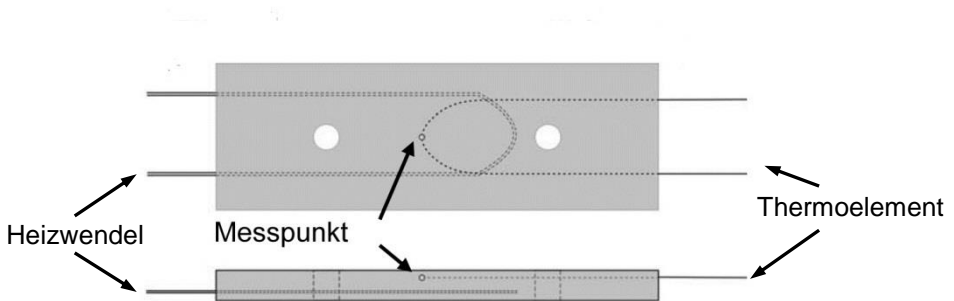


Abbildung 4.4: Schematische Darstellung des Heiztisches, (unten: Seitenansicht, oben: Draufsicht).

Das Material des Heiztisches zeigt ein Maximum des Emissionskoeffizienten zwischen $7 \mu\text{m}$ und $11 \mu\text{m}$ (Abbildung 4.5).

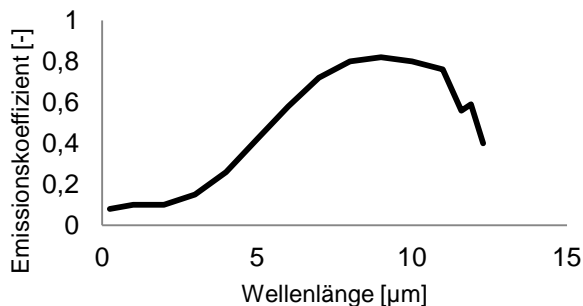


Abbildung 4.5: Spektraler Emissionskoeffizient des Heiztisches bei $800 \text{ }^\circ\text{C}$ [103].

4.7.4 Wärmebildkamera S65

Zur pyrometrischen Temperaturbestimmung von Thermoschockscheiben mit verschiedenen optischen Eigenschaften wird zusätzlich eine Wärmebildkamera, die einen anderen spektralen Messbereich als die HF-IR-Kamera besitzt, verwendet.

Die Wärmebildkamera ThermoCAM™ S65 (Fa. FLIR Systems) misst die von einem Objekt abgestrahlte Wärmestrahlung mit einer Frequenz von 50 Hz im Wellenlängenbereich von 7,5 µm bis 13 µm. Da die Wärmestrahlung eine Funktion der Oberflächentemperatur eines Objektes ist [5, 57], kann die Kamera diese durch Vergleich mit einer Kalibrierkurve darstellen.

Die Kamera verfügt über ein ungekühltes Mikrobolometer Focal Plane Array (FPA) mit einer Auflösung von 320:240 Pixel. Sie kann Temperaturbereiche von minus 40 bis plus 1500 °C darstellen. Durch die herstellerseitig gespeicherte Temperatur-Strahlungsleistungskurve eines Schwarzkörpers ist eine Genauigkeit von ± 2 °C oder ± 2 % zu erreichen [104].

Voraussetzung für eine Temperaturmessung ist die Eingabe folgender Parameter:

- Emissionskoeffizient ε des Objektes in Abhängigkeit von Messwinkel, Messwellenlänge, Oberflächenbeschaffenheit, Objekttemperatur
- relative Luftfeuchtigkeit F_{rel}
- absolute Temperatur der Atmosphäre T_{atm}
- Objektentfernung D_{obj}
- Temperatur der Materialien in der Objektumgebung T_{refl}
- Transmission eines evtl. verwendeten optischen Fensters s_{optik} bzw. die Transmission der Atmosphäre s_{atm}

Die empfangene Strahlungsleistung P von einem Körper der Temperatur T bei einer kurzen Entfernung gibt eine Ausgabespannung U des FPA der Kamera, welche proportional zum Leistungseingang ist.

$$U = C \cdot P; C = \text{const.} \quad (4.9)$$

Die einfallende Strahlungsleistung wird in drei Strahlungsquellen bzw. –senken unterteilt (Abbildung 4.6) [5, 98, 104]:

- Emission des Objekts: $\varepsilon \cdot s_{\text{atm}} \cdot P_{\text{obj}}$
- an dem Objekt reflektierte Emission der Umgebung: $(1-\varepsilon) \cdot s_{\text{atm}} \cdot P_{\text{refl}}$, wobei $1-\varepsilon$ die Reflexion des Objektes unter der Annahme ist, dass das Objekt keine Strahlung transmittiert (Gl. (4.8)): $s_{\text{obj}} = 0$. Die Umgebung hat die Temperatur T_{refl} .
- Emission der Atmosphäre: $(1-s_{\text{atm}}) \cdot P_{\text{atm}}$. Wobei $1-s_{\text{atm}}$ die Abstrahlung der Atmosphäre bei der Temperatur T_{atm} ist.

Die Transmission der Atmosphäre s_{atm} leitet sich aus der relativen Luftfeuchtigkeit, der Objektentfernung und der Temperatur der Atmosphäre aus werkseitigen Vergleichsmessungen ab. Damit ergibt sich die gesamte einfallende Strahlungsleistung zu [104]

$$P_{\text{total}} = \varepsilon s_{\text{atm}} P_{\text{obj}} + (1 - \varepsilon) s_{\text{atm}} P_{\text{refl}} + (1 - s_{\text{atm}}) P_{\text{atm}} \quad (4.10)$$

4 Experimentelle Methoden

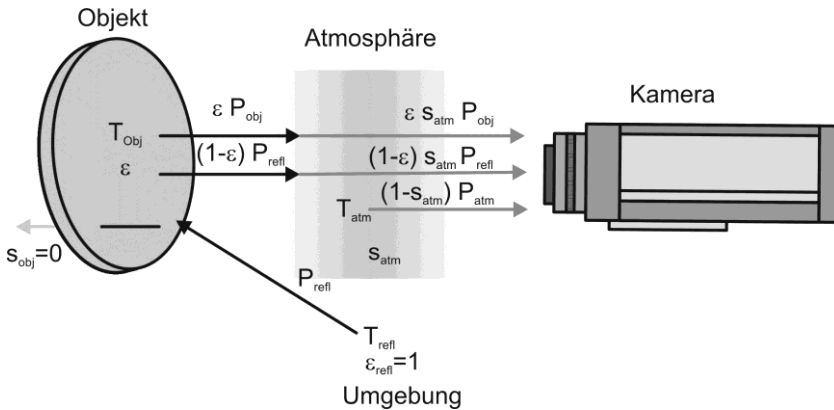


Abbildung 4.6: Schematische Messsituation der Wärmebildkamera [105].

Wird jeder Ausdruck mit der Konstanten C multipliziert und $C \cdot P$ durch U gemäß (4.9) ersetzt, erhält man die Zusammensetzung der Messspannung

$$U_{\text{total}} = \epsilon s_{\text{atm}} U_{\text{obj}} + (1 - \epsilon) s_{\text{atm}} U_{\text{refl}} + (1 - s_{\text{atm}}) U_{\text{atm}} . \quad (4.11)$$

U_{refl} bzw. U_{atm} sind die theoretischen Ausgabespannungen der Kamera für einen Schwarzkörper der Temperatur T_{refl} bzw. T_{atm} entsprechend einer werkseitigen Kalibrierung. Somit lässt sich mit der gemessenen Spannung U_{total} die theoretische Spannung U_{obj} berechnen, welche der Strahlungsleistung eines Körpers mit der Temperatur T_{obj} entspricht.

$$U_{\text{obj}} = \frac{1}{\epsilon s_{\text{atm}}} U_{\text{total}} - \frac{(1 - \epsilon)}{\epsilon} U_{\text{refl}} - \frac{(1 - s_{\text{atm}})}{\epsilon s_{\text{atm}}} U_{\text{atm}} \quad (4.12)$$

Die Wärmebildkamera S65 unterscheidet sich von der zu kalibrierenden HF - IR - Kamera zum einen im Messwellenlängenbereich und zum anderen in der Möglichkeit, die gemessene Spannung eines schwarzen Körpers bei idealen Messbedingungen durch eine werkseitig gespeicherte Kalibrierkurve in eine Temperatur umzuwandeln. Durch Eingabe der oben genannten Parameter kann nach Gl. (4.12) bei realen Bedingungen aus der gemessenen Spannung U_{total} die Spannung U_{obj} errechnet und als Temperatur ausgegeben werden.

4.7.5 Schallmesstechnik

Der Zeitpunkt des Probenbruchs wird in der Thermoschockanlage durch Schallemission detektiert [106]. Der während des Versuches entstehende Körperschall verursacht in der Thermoschockscheibe eine Druckschwankung als Funktion der Zeit, die sich mit Schallgeschwindigkeit in dem jeweiligen Medium ausbreitet. Diese Geschwindigkeit ist abhängig von der Schwingungsfrequenz und der Art der jeweiligen Welle. In der Thermoschockscheibe treten Plattenwellen auf (Wellenlänge ist ca. 5-mal größer als die Scheibendicke), deren Signalfont durch die frequenzabhängige Schallgeschwindigkeit mit zunehmendem Abstand vom Entstehungsort auseinanderläuft. Diese gespreizte Welle durchläuft anschließend den punktförmigen Übergang zwischen Scheibe und Probenhalter. Da dieser Übergang thermisch isolierend sein soll, ist die Kontaktfläche der Materialien klein und somit die Kopplung schlecht. Die so gedämpfte und reflektierte Welle wird in dem Probenhalter als Tansversal- oder Longitudinalwelle mit einem piezokeramischen Sensor (Nummer 1 in Abbildung 4.3b) als Wechselspannung aufgezeichnet [107]. Da die Scheibe und der Probenhalter rund sind, werden Mehrfachreflexionen der Wellenfronten erwartet.

4.7.6 Hochfrequenz - Infrarot Kamera

Die in der Thermoschockanlage integrierte HF – IR - Kamera kann bis zu 1500 Aufnahmen pro Sekunde im Wellenlängenbereich von 3 bis 5 μm aufzeichnen. Für Aufnahmen bei hohen Temperaturen wird wegen der hohen Intensität der Wärmestrahlung ein optischer Peak-Filter eingesetzt, dessen Wellenlänge 4,474 μm mit einer Transparenz von $70 \pm 1 \%$ beträgt. Die Kamera verfügt über ein gekühltes InSb Focal Plane Array (FPA) mit einer Auflösung von 256:256 Pixel. Zur Reduktion des Grundrauschens bei niedrigen Temperaturen und zur Datenmengenbegrenzung werden jeweils vier Pixel in einem Quadrat arithmetisch gemittelt und als ein Wert ausgegeben. Somit ergibt sich eine laterale Auflösung von 128:128 Pixel. Die Belichtungszeit der Kamera kann von 2 μs bis 14 ms den Versuchsbedingungen angepasst werden. Mit steigender Proben temperatur muss die Belichtungszeit verkürzt werden, um ein Übersteuern des FPA zu verhindern. Das FPA misst die Energie des einfallenden Lichts einer strahlenden Probe und gibt somit ein Maß für die Temperatur dieser Probe aus.

Die Energie, welche pro Fläche, pro Wellenlänge und pro Belichtungszeit in ein Raumwinkelement abgestrahlt wird, ist die spektrale Strahldichte $L_{\Omega\lambda}$ nach Planck, welche explizit die Richtungsabhängigkeit und die Frequenz- bzw. Wellenlängenabhängigkeit der abgegebenen Strahlung beschreibt Gl. (4.13) [98]. Wobei λ die Wellenlänge, $d\Omega$ ein Raumwinkelement, h das Plancksche Wirkungsquantum, c die Lichtgeschwindigkeit, k die Boltzmann-Konstante, T die Temperatur und $L_{\Omega\lambda}$ die spektrale Strahldichte ist.

$$L_{\Omega\lambda} = \frac{2hc^2}{\lambda^5} \frac{1}{\left(\frac{hc}{e\lambda kT}\right) - 1} \quad (4.13)$$

Die HF – IR - Kamera detektiert die einfallende Strahlung auf einer Fläche von vier Pixeln, welche dem Raumwinkelement $d\Omega$ entsprechen, bei einem Messwellenlängenbereich $d\lambda$ von 4,471 bis 4,478 μm in der Belichtungszeit t_B . Die Integration über die Abstrahlfläche, den Raumwinkel, die Wellenlänge und die Belichtungszeit ergibt die in die Kamera einfallende Energie E . Diese verringert sich durch die Transmissivität s des eingesetzten Filters und den Emissionskoeffizienten ε der zu messenden Probe bei den Wellenlängen des Filters, der Proben temperatur und des Einfallswinkels [102, 108]

$$E = \int_{dt} \left(\iiint_{dA d\lambda d\Omega} L_{\Omega\lambda} \cos(\beta) dA d\lambda d\Omega \varepsilon s \right) dt . \quad (4.14)$$

Die HF - IR - Kamera ist in einem Winkel von 20° zur Flächennormalen der Probe angeordnet (Abbildung 4.3). Der Kosinusfaktor in (4.14) berücksichtigt den Umstand, dass bei Einstrahlung unter einem Winkel β nur die Projektion $\cos(\beta) dA$ der Abstrahlfläche dA als effektive Abstrahlfläche auftritt. Damit berechnet sich die in die Kamera einfallende Energie E nach (4.15) [98] zu

$$E = \int_{d\lambda} \frac{2hc^2}{\lambda^5} \frac{1}{\left(\frac{hc}{e\lambda kT}\right) - 1} d\lambda \cdot \cos(\beta) \cdot A \cdot \Omega \cdot \varepsilon \cdot s \cdot t_B . \quad (4.15)$$

Wobei E die Energie, t_B die Belichtungszeit, $\cos(\beta)dA$ die Projektion der Abstrahlfläche, ε der Emissionskoeffizient und s die Transmissivität des optischen Fensters ist.

4 Experimentelle Methoden

Trägt man die Energie des einfallenden Lichtes Gl. (4.15) als Funktion der Temperatur auf und invertiert den Kurvenverlauf, erhält man eine Größe für die Empfindlichkeit der Kamera. Unabhängig von den Kameraeinstellungen ist die Genauigkeit der Temperaturbestimmung bei niedrigen Temperaturen schlechter als bei hohen (Abbildung 4.7).

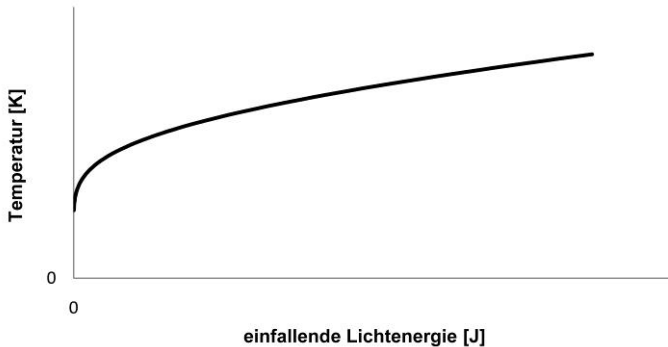


Abbildung 4.7: Schematischer Temperatur - Energieverlauf nach (4.15).

Die einfallende Lichtenergie wird binarisiert und als Digits von 12 Bit ausgegeben. Die Auftragung der gemessenen Digits über der berechneten einfallenden Lichtenergie ergibt einen linearen Zusammenhang.

Es ist technisch nicht realisierbar den Detektor derart zu kühlen, dass er keine eigene messbare Wärmestrahlung abgibt. Daraus resultiert ein Offset der Digits bei Raumtemperatur. Da die Probe in alle Richtungen strahlt, wird ein Teil der Wärmestrahlung von den Wänden der Probenkammer in Probenrichtung zurückgeworfen. Diese Strahlung wird mit einem von eins verschiedenen Emissionskoeffizienten in die Kamera reflektiert. In der Folge wird die abgestrahlte Energie und somit die Proben temperatur überschätzt.

Daraus und aus der Unkenntnis des spektralen Emissionskoeffizienten ergibt sich die Notwendigkeit, die HF – IR - Kamera für jeden Werkstoff und für jede Kameraeinstellung zu kalibrieren, wobei jedem Digit eine Temperatur zugewiesen werden muss. Hierfür muss die Temperatur der Probenoberfläche bekannt und einstellbar sein. Daraus resultieren einige weitere Arbeitsschritte, die im Folgenden beschrieben werden.

4.7.6.1 Beschichtung

Um die Temperatur der Scheibe pyrometrisch zu bestimmen, wird auf je eine Scheibe, fortan Kalibrierscheibe genannt, ein optischer Lack He23 halbseitig aufgebracht (Abbildung 4.8). Diese Beschichtung weist über den Temperaturbereich RT bis 1000 °C bei einer Wellenlänge von 7,5 bis 13 μm einen gemittelten Emissionskoeffizienten von $\varepsilon = 0,9 \pm 0,04$ auf. Der Emissionskoeffizient wurde durch Messungen der Reflektivität bei einem Messwinkel von 30 ° mit einem Fourier-Transformations-Infrarot-Spektrometer bestimmt. Der Lack hat eine Schichtdicke von 20 bis 40 μm und eine Wärmeleitfähigkeit von $0,2 \text{ W} \cdot (\text{mK})^{-1}$.

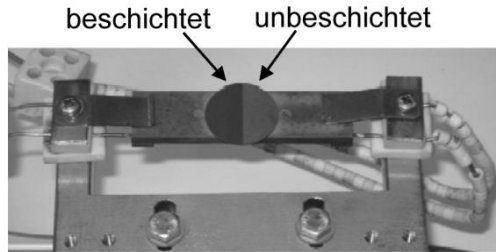


Abbildung 4.8: Heitztisch bei RT mit aufgelegter SSiC Kalibrierscheibe.

Durch die nachfolgend beschriebenen Messungen kann die Transmission der Strahlung in diesem Wellenlängenbereich ($7,5 \mu\text{m}$ bis $13 \mu\text{m}$) für alle verwendeten Keramiken ausgeschlossen werden. Weiterhin wurde der optische Lack bei kürzeren Wellenlängen von Brandt et al. [109] mit gleichem Ergebnis untersucht. Der optische Lack wird bei der Physikalisch Technischen Bundesanstalt und Rolls-Royce Deutschland einem Ringversuch unterzogen, dessen Veröffentlichung noch aussteht [110].

4.7.6.2 Bestimmung der Transmission

Die zu testende halbseitig beschichtete Probe wird auf dem Heitztisch auf Korundrollen derart in der Probenkammer positioniert, dass evtl. transmittierte Wärmestrahlung des angeschalteten Heiztisches in die Kamera fallen kann (Abbildung 4.9). Die Probenkammer wird evakuiert. Eine Probenerwärmung und das damit verbundene Aussenden von Wärmestrahlung der Probe ist durch das fehlende Umgebungsmedium (Konvektion), den Abstand zum Heitztisch mit isolierenden Rollen (Wärmeleitung) und durch die kurze Versuchszeit von $0,8 \text{ s}$ (Wärmestrahlung) ausgeschlossen. Bei transparenten Keramiken fällt Wärmestrahlung des Heiztisches durch die Probe in die Kamera. Die transmittierte Strahlungsintensität wird auf diejenige des Heiztisches ohne Probe normiert und als Transmissionskoeffizient der Kalibrierprobe ausgegeben. Die Messungen ergaben, dass die Keramiken Korund und PSZ sowohl mit als auch ohne Beschichtung bei der Wellenlänge $4,474 \mu\text{m}$ (HF-IR-Kamera) teiltransparent und bei $7,5$ bis $13 \mu\text{m}$ (Wärmebildkamera) nahezu undurchlässig sind (Abbildung 4.10). Dadurch scheidet die Möglichkeit aus, die HF – IR - Kamera für diese beiden Werkstoffe direkt durch Erwärmung mit dem Heitztisch zu kalibrieren.

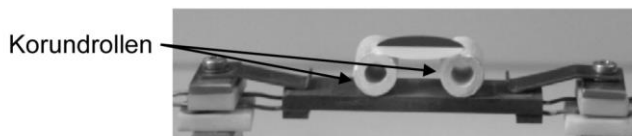


Abbildung 4.9: Halbseitig beschichtete Korund-Thermoschockscheibe auf Korundrollen ($d = 10 \text{ mm}$) in Seitenansicht.

Die Bestimmung der Transmission ergab für die Keramiken SSiC und $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}(\text{O,C})\text{-ZrO}_2$ bei den verwendeten Messwellenlängen keine Durchlässigkeit, sodass die Kalibrierung der HF-IR-Kamera in diesen Fällen unter Verwendung des Heiztisches erfolgen kann.

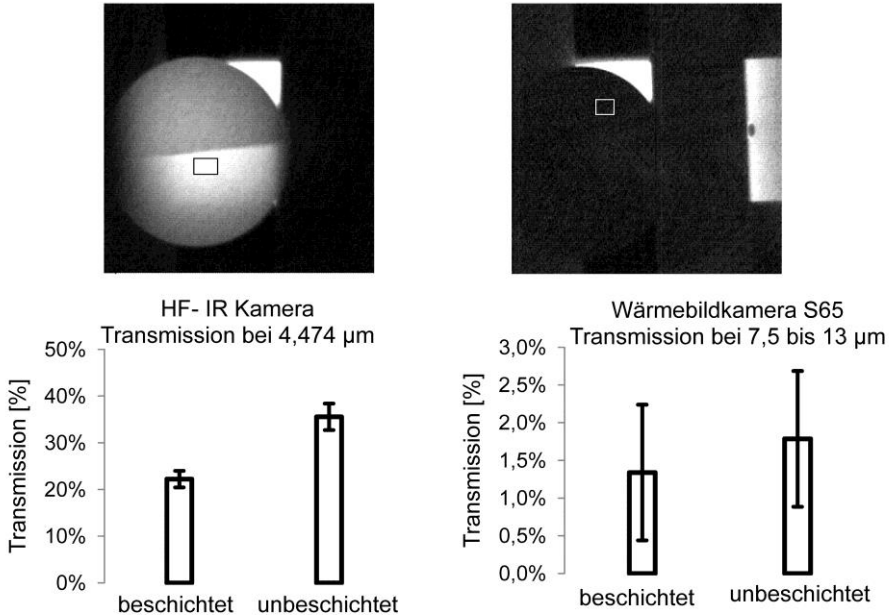


Abbildung 4.10: Halbseitig beschichtete Kalibrierscheibe aus Al_2O_3 wie in Abbildung 4.9 von oben auf Korundrollen und Heiztisch bei $250\text{ }^\circ\text{C}$ mit gemessenen Transmissivitäten. Links: Bei $4,474\text{ }\mu\text{m}$ ist Transmission vorhanden; Rechts: Bei $7,5$ bis $13\text{ }\mu\text{m}$ ist Transmission vernachlässigbar.

4.8 Festlegung der Versuchsparameter

4.8.1 Schallemissionsmessung

Wichtige, die Aufnahme begrenzende Größen, sind die Bandbreite des Sensors, die Abtastfrequenz und die Speichertiefe der Messwerterfassungskarte des Messcomputers. Die Bandbreite des Sensors beträgt 20 bis 500 kHz [111] und hat eine maximale Empfindlichkeit von -62 dB bei 150 kHz. Bei anderen Frequenzen beträgt die Empfindlichkeit ca. -70 dB . Messungen bei Frequenzen von mehr als 500 kHz sind grundsätzlich möglich, die Amplitude des Ergebnisses kann jedoch aufgrund der nicht bestimmten Empfindlichkeit nicht quantifiziert werden. Das Messsignal wird durch einen Vorverstärker mit einer Leistung von 100 dB aufbereitet. Die Messwerterfassungskarte kann das Messsignal mit bis zu 5 MHz abtasten. Das darstellbare Amplitudenbild als Funktion der Aufnahmezeit enthält somit Signale mit einer maximalen Frequenz von 2,5 MHz (Kotelnikow Abtasttheorem) [112]. Die Speichertiefe erlaubt eine Aufnahme von bis zu 16 MBit woraus sich eine Aufnahmedauer von bis zu 3,35 s bei 5 MHz ergibt. Die Software stellt die Amplitude in positiven und negativen Spannungskomponenten (AC) in einem Spannungsbereich zwischen 100 mV und 100 V dar. Eine Software ermöglicht das Triggern auf bestimmte Ereignisse, wie z. B. den Beginn der Laserbestrahlung oder das Bruchsignal, indem eine Spannungsschwelle (Triggerpegel) eingestellt wird. Durch eine kontinuierliche Ablage der Daten in einem Ringspeicher ist es möglich, eine zeitliche Triggerverzögerung (Pretrigger) einzustellen. Die Einstellungen für jeden Versuchswerkstoff sind durch Vorversuche empirisch gewählt worden (Tabelle 4.1). Sinnvolle Einstellungen ermöglichen das Aufzeichnen des gesamten Thermoschockversuches inkl. Rauschen vor und nach dem Beginn der Bestrahlung mit einer Auflösung, die sowohl klein genug für den Beginn und das

Ende der Bestrahlung als auch groß genug für das Bruchsignal ist. Das Triggern auf den Beginn der Bestrahlung erfordert genaue Triggereinstellungen. Störgeräusche wie das Hochfahren des Lasers und Geräusche des magnetischen Sicherheitsschalters, der pneumatischen Ventile bzw. der Vakuumpumpe mussten gefiltert werden.

Tabelle 4.1: Schalltechnische Einstellungen zur Erfassung des Bruchsignals eines Thermoschockversuches.

	SSiC	PSZ	Korund	Al ₂ O ₃ /Ti(O,C)-ZrO ₂
Abtastrate [MHz]	5	5	5	5
Blocklänge [MWorte]	4	8	16	4
Aufnahmedauer [ms]	839	1678	3356	839
Spannungstyp	AC	AC	AC	AC
Spannungsbereich [mV]	± 100	± 50	± 10	± 50
Triggerpegel [mV]	1	2	2	1
Triggerverzögerung [%]	25	20	20	20

4.8.2 Lasereinstellungen

Die Laserparameter wurden durch Vorversuche bestimmt. Dabei sollte ein möglichst homogenes Temperaturprofil in so kurzer Zeit wie möglich induziert werden. Besonders wurde auf die Einstellung eines steilen Temperaturgradienten geachtet. Die Bestrahlung muss exakt in der Probenmitte beginnen und muss so stark sein, dass die Probe nicht zu früh (ausschließliche Erwärmung der Probenmitte) und nicht zu spät (Laserstrahl ist so nahe am Probenrand, dass dieser sich erwärmt bzw. die Probenmitte schon abkühlt) bricht. In Tabelle 4.2 sind die verwendeten Einstellungen des Lasers zur Erwärmung der vier verschiedenen Keramiken zusammengefasst.

Tabelle 4.2: Lasertechnische Einstellungen zur Erwärmung einer Thermoschockscheibe.

	SSiC	PSZ	Korund	Al ₂ O ₃ /Ti(O,C)-ZrO ₂
Laserleistung [W]	400	400	1000	120
Spiral-Geschwindigkeit [mm/s]	830	252	151	635
Spiral-Bahnabstand [mm]	0,5	0,5	0,75 bzw 0,5	0,5
Spiral-Durchmesser [mm]	16	16	16	14
maximale Versuchsdauer [s]	0,455	1,5	2,5	0,455

4.8.3 Kameraeinstellungen

Die HF-IR Kameraeinstellungen erfolgten nach den maximal verfügbaren Leistungsparametern der Kamera. Bei einer Auflösung von 256:256 4:1 gemittelten Pixel kann die Kamera 500 Bilder pro Sekunde aufnehmen. Es wurde ein Peakfilter eingesetzt, der ausschließlich Licht der Wellenlänge $4,474 \pm 0,005 \mu\text{m}$ transmittiert. Diese Einstellungen blieben für alle Probenreihen gleich. Die Belichtungszeit (Integrationszeit) wurde der jeweiligen Emissivität des Versuchswerkstoffes angepasst (Tabelle 4.3).

4 Experimentelle Methoden

Tabelle 4.3: HF-IR Kameraeinstellungen der Thermoschockversuche.

	SSiC	PSZ	Korund	Al ₂ O ₃ /Ti(O,C)-ZrO ₂
Integrationszeit [μs]	50	100	1000	50

5 Ergebnisse und Diskussion

5.1 Materialcharakterisierung

5.1.1 Mikrostruktur

5.1.1.1 SSiC

Die Porosität des untersuchten Materials beträgt 2 Vol.%. Die Korngröße wurde zu $2\ \mu\text{m} \pm 1,1\ \mu\text{m}$ ermittelt (vgl. Kap.4.2). Die Korngröße ist bimodal verteilt, sodass die Korngrößenbestimmung einen Durchschnitt über zwei Bereiche der Korngrößenverteilung angibt. Die Porosität sowie große platten- bzw. nadelförmige Körner verschiedener Größen sind in Abbildung 5.1 zu erkennen.

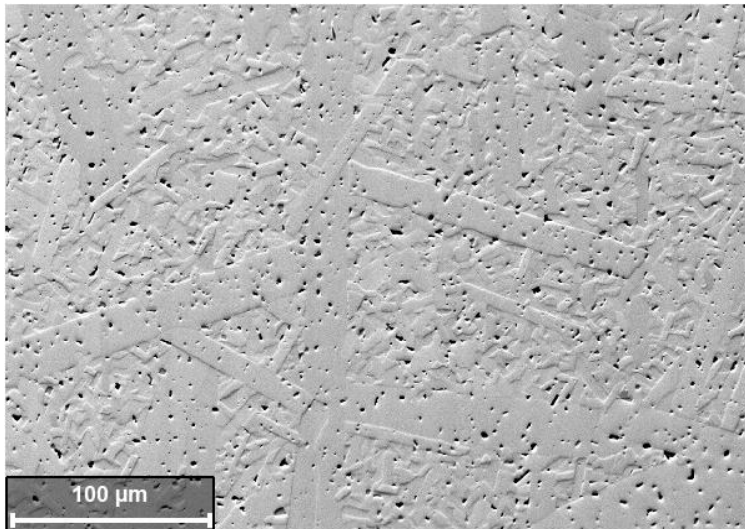


Abbildung 5.1: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme von SSiC mit Rückstreuelektronendetektor an einer gekippten, polierten und geätzten Probe. Die Porosität (dunkel) und die plattenförmigen Körner verschiedener Größen sind erkennbar.

5.1.1.2 PSZ (teilstabilisiertes Zirkonoxid)

Die vorliegende Modifikation ist teilstabilisiert. Der Werkstoff PSZ hat eine kubische Matrix mit tetragonalen Anteilen, die spannungsinduziert zur monoklinen Phase transformieren können. Die Porosität und Porengröße des Materials betragen 2,5 Vol.% bzw. $2\ \mu\text{m} \pm 1\ \mu\text{m}$. Die Korngröße beträgt $35\ \mu\text{m}$ (Abbildung 5.2).

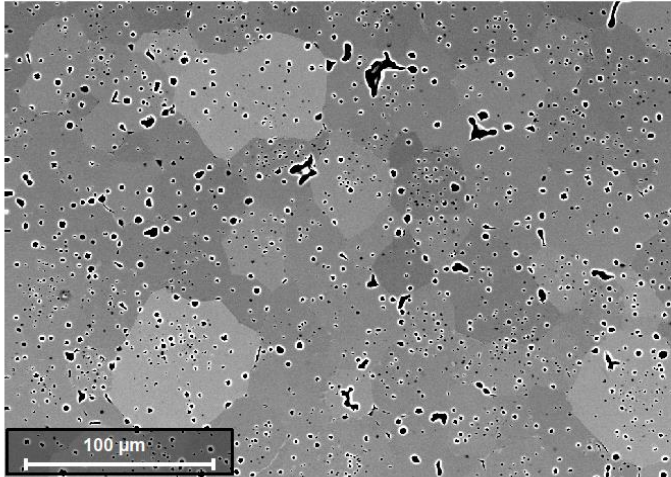


Abbildung 5.2: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme von PSZ mit Rückstreuelektronendetektor an einer gekippten, polierten und geätzten Probe. Die Porosität (dunkel) und einzelne Körner sind im BSE-Kontrast sichtbar.

Der kubische Gittertyp der Matrix konnte durch EBSD nicht hinreichend bestätigt werden (Abbildung 5.3, EBSD Pattern 2). Die tetragonale Phase hat im Vergleich zur kubischen Phase eine Gittervergrößerung in nur einer Richtung ($\alpha = \beta = \gamma$, $a = b \neq c$). Die Vergrößerung in c -Richtung des Gitters kann nur genau bestimmt werden, wenn das Gitter mit der c -Achse parallel zur Probenoberfläche liegt. Da die Körner jedoch in verschiedene Richtungen orientiert sind beinhaltet das Gesamtsignal nur die Mittelung der tetragonalen Verzerrung in c -Richtung. Diese ist kleiner als die Differenz der Gitterparameter in c -Richtung zwischen kubischer und tetragonaler Phase und liegt unterhalb des Auflösungsvermögens der EBSD-Methode [113, 114]. Folglich kann die EBSD Analyse nicht zur Differenzierung von kubischer und tetragonaler Phase angewendet werden. Eine monokline Matrix konnte jedoch zweifelsfrei ausgeschlossen werden. Die Zusammensetzung der Matrix besteht hauptsächlich aus den Elementen Zirkon, Sauerstoff und Magnesium (Abbildung 5.4, „kubisches Spektrum“). An den Korngrenzen konnten monokline Bereiche (Abbildung 5.3, EBSD Pattern 3), welche nur aus Zirkon und Sauerstoff bestehen (Abbildung 5.4, „monoklines Spektrum“), identifiziert werden. Die dritte Phase des Werkstoffes hat einen orthorhombischen Gittertyp (Abbildung 5.3, EBSD Pattern 1) und besteht aus Sauerstoff, Magnesium, Silizium und geringen Mengen an Zirkon. Die orthorhombischen Bereiche an den Korngrenzen sind kleiner als das durch den Elektronenstrahl angeregte Volumen (Birne), so dass der Zirkonpeak im orthorhombischen Spektrum in Abbildung 5.4 aus der Umgebung stammen könnte. Unter diesen Voraussetzungen kommt für das gemessene EBSD Pattern und EDX Spektrum das Mineral Forsterit ($Mg_2(SiO_4)$) in Frage. Die Ursache für das Vorhandensein dieses Minerals kann nicht vollständig geklärt werden. Vermutlich wurde im Herstellungsprozess das Silizium aus dem Rohstoff Zirkoniumsilicat $ZrSiO_4$ (tetragonal) nicht vollständig entfernt. Anschließend reagierte die Siliziumverunreinigung möglicherweise mit der MgO-Dotierung zu Forsterit.

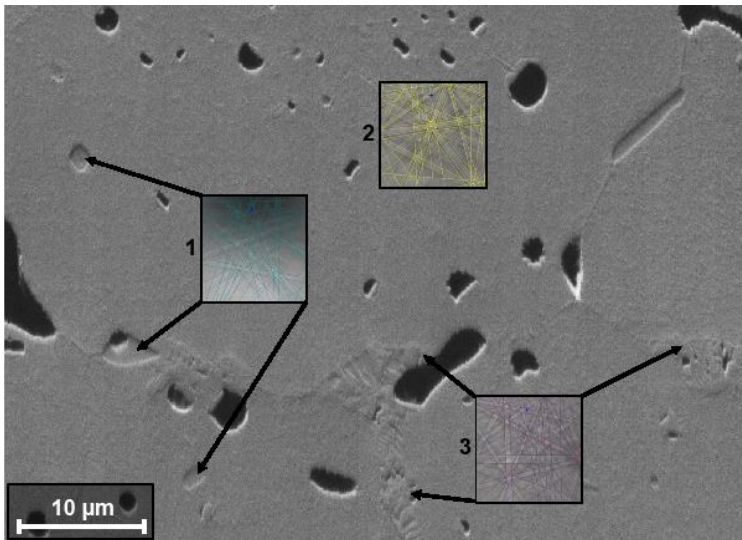


Abbildung 5.3: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme von PSZ mit Rückstreuelektronendetektor an einer gekippten, polierten und geätzten Probe. Die Porosität und EBSD Bilder der folgenden Gittertypen sind erkennbar: 1. orthorhombisches Gitter (Forsterite $Mg_2(SiO_4)$); 2. kubisches Gitter (MgO dotiertes ZrO_2); 3. monoklines Gitter (ZrO_2).

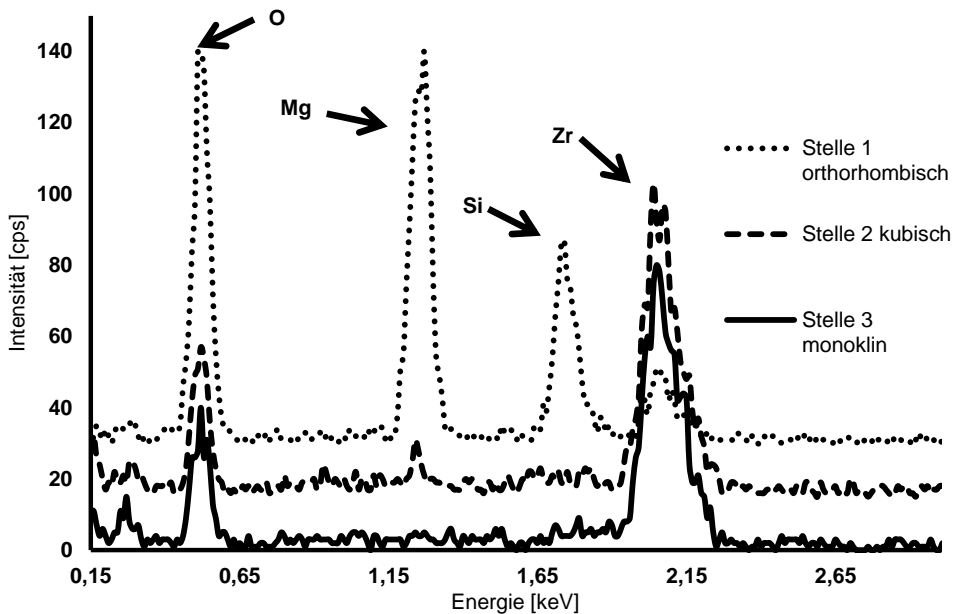


Abbildung 5.4: EDX Spektren von PSZ aus Abbildung 5.3 mit folgenden Elementen und Phasen: Stelle 1. orthorhombische Phase mit Si, Mg und O (Zr vermutlich aus Umgebung) (Forsterite $Mg_2(SiO_4)$); Stelle 2. kubische Matrix mit O, Mg und Zr (MgO dotiertes ZrO_2); Stelle 3. monokline Phase mit Zr und O (ZrO_2).

5 Ergebnisse und Diskussion

Röntgendiffraktometrische Untersuchungen von MgO dotiertem PSZ ergaben kristalline Phasen mit monokliner, tetragonaler und kubischer Struktur. Das Vorhandensein der monoklinen Phase weist auf eine Behinderung des spannungsinduzierten Umwandlungsmechanismus hin, da diese Phase ohne eine äußere Belastung nicht präsent sein sollte. Das zur Umwandlungshemmung notwendige MgO wurde teilweise durch Forsterit gebunden, was durch EBSD Messungen (Abbildung 5.3) nachgewiesen wurde.

5.1.1.3 Korund

Die Porosität und Porengröße des Materials betragen 2 Vol.% bzw. $2,5 \mu\text{m} \pm 2 \mu\text{m}$. Die Mikrostrukturdarstellung erfolgte im Lichtmikroskop im Hellfeld (Abbildung 5.5). Die Korngröße beträgt ca. $25 \mu\text{m}$.

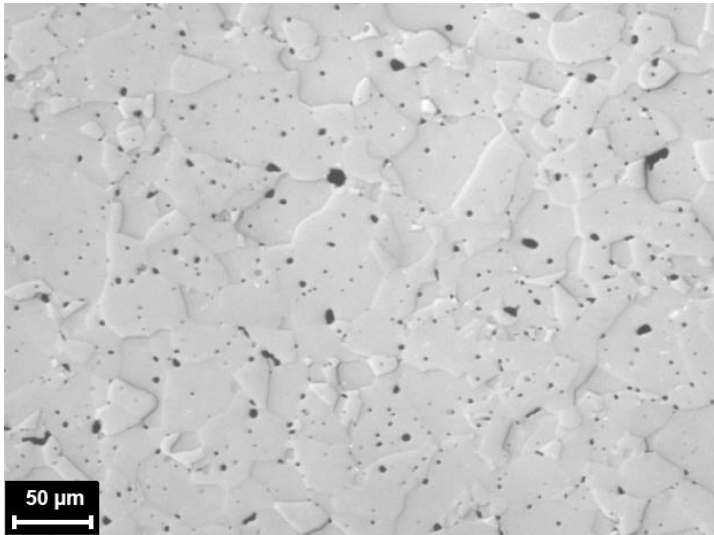


Abbildung 5.5: Lichtmikroskopische Aufnahme von Korund an einer polierten Probe. Die Porosität (dunkel) und einzelne Körner sind erkennbar.

5.1.1.4 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}(\text{O,C})\text{-ZrO}_2$

Die Mikrostrukturdarstellung erfolgte im REM. Die helle Phase (Stelle 1 in Abbildung 5.6 und Spektrum ZrO_2 in Abbildung 5.7) konnte als Zirkonoxid identifiziert werden. Aluminiumoxid ist dunkel (Stelle 2 in Abbildung 5.6 und Spektrum Al_2O_3 in Abbildung 5.7) und $\text{Ti}(\text{O,C})$ ist grau (Stelle 3 in Abbildung 5.6 und Spektrum $\text{Ti}(\text{O,C})$ in Abbildung 5.7).

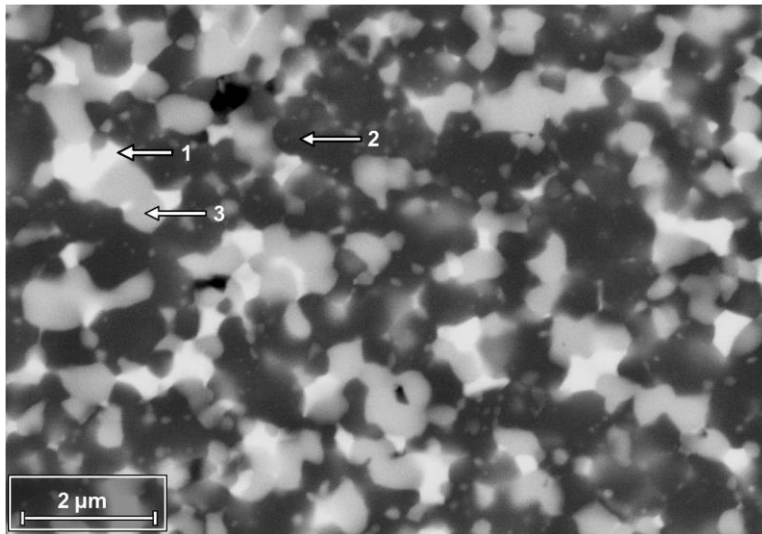


Abbildung 5.6: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme von $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}(\text{O,C})\text{-ZrO}_2$ mit Rückstreuelektronendetektor an einer gekippten, polierten und geätzten Probe. Folgende Phasen sind erkennbar: 1. ZrO_2 ; 2. Al_2O_3 ; 3. $\text{Ti}(\text{O,C})$.

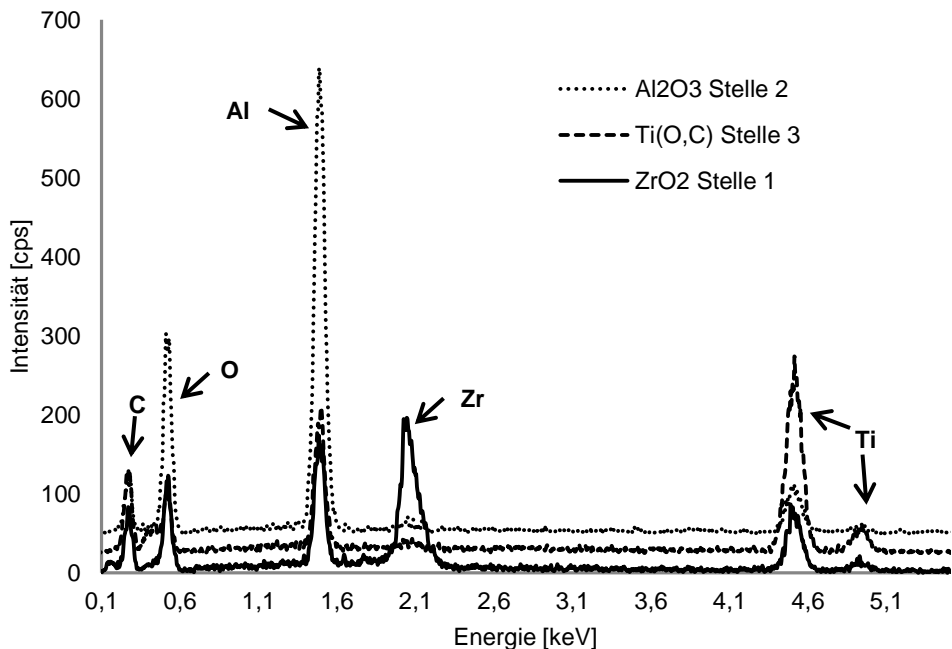


Abbildung 5.7: EDX Spektren von $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}(\text{O,C})\text{-ZrO}_2$ aus Abbildung 5.6 mit folgenden Elementen und Phasen: Stelle 1: ZrO_2 (C, Al, Ti aus Umgebung); Stelle 2: Al_2O_3 (C, Ti aus Umgebung); Stelle 3: $\text{Ti}(\text{O,C})$ (Al aus Umgebung).

Die Bestimmung der Phasen mit Hilfe von EDX ist ungenau, da die Korngröße kleiner als das durch den Elektronenstrahl angeregte Volumen ist und daher Elemente aus den benachbarten Körnern mit gemessen werden. Eine verlässliche Identifizierung der Phasen

5 Ergebnisse und Diskussion

war jedoch durch die Kenntnis der Zusammensetzung möglich. Die ermittelten Phasen stimmen mit den Erkenntnissen von Zimmermann et al. überein [86]. Das Verfahren der Röntgendiffraktometrie (XRD), welches einen sicheren Aufschluss über das Vorhandensein von kristallinen Phasen gegeben hätte, konnte aufgrund der geringen verfügbaren Probenmenge nicht angewendet werden.

5.1.2 Mechanische Eigenschaften

5.1.2.1 Biegefestigkeit und Dichte

Die Ergebnisse der 4-Punkt-Biegeversuche bei RT wurden nach Gl. (4.1) berechnet und sind in Tabelle 5.1 zusammengefasst. Zur Bestimmung der Biegefestigkeit wurden die Probenbreite, -länge und -höhe vermessen. Anschließend wurde die Masse der Probe durch Wiegen bestimmt, um die Dichte zu berechnen. Nachfolgend sind ausgewählte Publikationen hinsichtlich der Übereinstimmung von Biegefestigkeit und Weibullparameter zusammengefasst. Hierbei ist zu berücksichtigen, dass die Zustände der einzelnen Werkstoffe im Hinblick auf Herstellungsprozess, Gefüge, etc. nicht unbedingt vergleichbar sind.

Tabelle 5.1: Biegefestigkeit, Weibullparameter und Dichte der verwendeten Werkstoffe bei RT. Die Festigkeit und die Weibullparameter von $Al_2O_3/Ti(O,C)-ZrO_2$ wurde an der TU-HH bestimmt [86].

	SSiC	PSZ	Korund	$Al_2O_3/Ti(O,C)-ZrO_2$
Biegefestigkeit σ_0 [MPa]	434	436	263	490
Anzahl der Versuche	29	92	26	10
Weibullparameter m mit 90 % Vertrauensintervall	$8 \pm 0,8$	$15 \pm 1,5$	$9 \pm 0,9$	9
Dichte [g/cm ³]	3,1	5,6	3,8	4,3
Literaturangabe σ_0 [MPa]	500 [115, 116]	300-700 [115-118]	400 [119, 120]	-
Literaturangabe m [-]	10 [115, 116]	15 - 25 [115-118]	10 [119, 120]	-
Literaturangabe Dichte [g/cm ³]	3,2 [115, 116].	5,9 [115-118]	4,0 [119, 120]	-

Die nach DIN EN 843-5 ermittelten Weibull-Plots sind im Anhang 1 bis Anhang 4 und beispielhaft für SSiC in Abbildung 5.8 dargestellt. In der Abbildung ist die obere und untere Grenze des 90 % Vertrauensbereichs von σ_0 als graue Fläche eingefügt. Dieser wird nach DIN EN 843-5 bestimmt und stellt den Bereich dar, in den min. 90 % der Grundgesamtheit fällt.

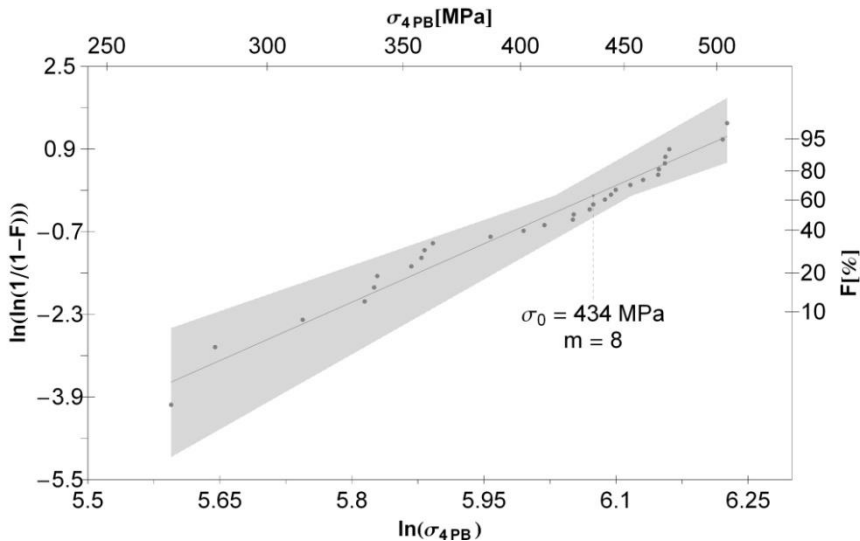


Abbildung 5.8: Weibullplot der Biegeversuche an SSiC. $\sigma_0 = 434 \text{ MPa}$, $m = 8 \pm 0,8$

SSiC weist hinsichtlich Festigkeit, statistischer Streuung der Festigkeit und Dichte keine Abweichungen im Vergleich zu Literaturangaben [115, 116] auf. SSiC kann auf dem Markt als standardmäßig vorhandene Nichtoxid-Keramik mit gleichbleibenden Chargeneigenschaften erworben werden. Die ausstehenden Untersuchungsergebnisse sind daher mit marktüblichem SSiC reproduzierbar.

Die Festigkeit von Korund ist im Literaturvergleich [119, 120] unterdurchschnittlich. Ursächlich dafür ist die leicht niedrigere Dichte und damit leicht höhere Porosität des Werkstoffes im Vergleich zu Literaturangaben. Weiterhin sind die Körner mit einer Größe von mehreren $10 \mu\text{m}$ größer als der Entwicklungsstand der Herstellung es ermöglicht. Um eine maximale Festigkeit zu erreichen, muss Korund möglichst dicht mit möglichst kleinen Körnern hergestellt werden. Ursächlich dafür ist die Annahme, dass in einem „fehlerfreien“ Material eine Pore oder die Korngröße die Anrisslänge darstellt, welche mit der Festigkeit über die Formel von Griffith proportional ist (Gl. (2.19)). Das in dieser Arbeit verwendete Korund ist daher als marktunterdurchschnittlich anzusehen. Die ausstehenden Ergebnisse sind weder mit SSiC als Nichtoxidkeramik noch mit marktüblichen Oxidkeramiken vergleichbar.

PSZ weist ebenfalls eine reduzierte Festigkeit im Vergleich zu marktüblichem PSZ auf. Auch bei diesem Werkstoff ist eine leicht erhöhte Porosität dafür ursächlich [115-118]. Als Hauptursache der Festigkeitsverminderung kann ein Defekt im festigkeitserhöhenden Umwandlungsmechanismus festgestellt werden (Kapitel 5.1.1.2). Die ausstehenden Untersuchungsergebnisse sind daher weder mit PSZ Produkten aus Industrie und Forschung noch mit anderen Oxidkeramiken vergleichbar.

Die in Tabelle 5.1 genannte Biegefestigkeit von $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}(\text{O,C})\text{-ZrO}_2$ wurde an der TU-HH im Vier-Punkt-Biegeversuch mit 10 Proben abweichend von der Norm ermittelt. Der äußere bzw. innere Auflagerabstand betrug 16 bzw. 8 mm und die Proben hatten die Dimensionen ca. $4 \text{ mm} \times 5 \text{ mm}$ mit unbekannter Länge. Angaben zur Toleranz der Probendimensionen bzw. des Oberflächenzustandes sowie zu den Versuchsparametern wie Vorlast oder Prüfgeschwindigkeit waren nicht verfügbar. In der Literatur sind keine Vergleichswerte für

5 Ergebnisse und Diskussion

diesen Werkstoff zu finden, da diese offenbar zum Zeitpunkt dieser Arbeit noch nicht weiter publiziert wurden. Aufgrund der vollständig verschiedenen Zusammensetzung kann dieser Werkstoff nur bedingt mit Korund und PSZ verglichen werden.

5.1.2.2 Elastizitätsmodul, Schubmodul und Poissonzahl

Der Elastizitätsmodul, der Schubmodul und die Poissonzahl wurden nach Gl. (4.2) bis Gl. (4.4) ermittelt. Die ermittelten Ergebnisse sind in Tabelle 5.2 zusammengestellt. Der Elastizitätsmodul bei Raumtemperatur wird mit Literaturangaben verglichen. Der Elastizitätsmodul von PSZ konnte im Literaturvergleich [115-118] bestätigt werden obwohl PSZ eine unterdurchschnittliche Dichte aufweist. Der negative Einfluss der Porosität auf den Elastizitätsmodul scheint sich bei PSZ in den vorhandenen Verhältnissen nicht messbar auszuwirken. Der Modul von Korund ist 5 % niedriger [119, 120] als veröffentlicht. Im Gegensatz zu PSZ scheint die niedrigere Dichte den Elastizitätsmodul negativ zu beeinflussen. SSiC weist einen 12 % höheren Elastizitätsmodul als in der Literatur veröffentlicht auf. Möglicherweise liegt SSiC in besserer Qualität als in [115, 116] vor. Für $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}(\text{O,C})\text{-ZrO}_2$ sind keine Literaturangaben verfügbar. Hierbei ist analog zur Biegefestigkeit zu berücksichtigen, dass die Zustände der einzelnen Werkstoffe im Hinblick auf Herstellungsprozess, Gefüge, etc. nicht unbedingt vergleichbar sind.

Tabelle 5.2: Elastizitätsmodul, Schubmodul und Poissonzahl der verwendeten Werkstoffe.

	SSiC	PSZ	Korund	$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}(\text{O,C})\text{-ZrO}_2$
Elastizitätsmodul RT [GPa]	437	196	379	355
Elastizitätsmodul 1300 °C [GPa]	413	143	315	291
Anzahl der Versuche	2	2	2	1
Literaturangaben Elastizitätsmodul RT [GPa]	390 [115, 116]	200 [115-118]	400 [119, 120]	-
Poissonzahl bei RT [-]	0,17	0,3	0,23	0,3
Schubmodul RT [GPa]	188	76	158	76
Schubmodul 1300 °C [GPa]	177	55	133	-

Die Temperaturabhängigkeit der Elastizitätsmoduli der untersuchten Werkstoffe im Bereich von RT bis 1300 °C ist in Abbildung 5.9 dargestellt. Für alle Werkstoffe tritt eine signifikante Abnahme des Moduls mit steigender Temperatur auf, die für SSiC geringer ausgeprägt ist als für die anderen drei Werkstoffe.

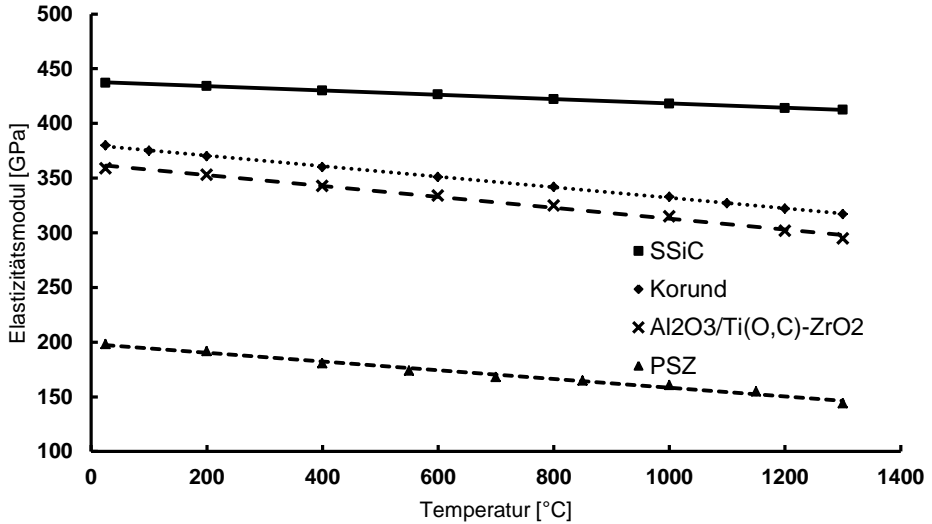


Abbildung 5.9: Elastizitätsmodul als Funktion der Temperatur der untersuchten Werkstoffe.

Die Temperaturabhängigkeit der Schubmoduli der untersuchten Werkstoffe ist in Abbildung 5.10 dargestellt. Messungen des Schubmoduls an Al₂O₃/Ti(O,C)-ZrO₂ konnten nur bei RT durchgeführt werden. Der Schubmodul sinkt für alle drei Werkstoffe mit steigender Temperatur, wobei analog zum Elastizitätsmodul SSiC eine geringere Abnahme zeigt als PSZ.

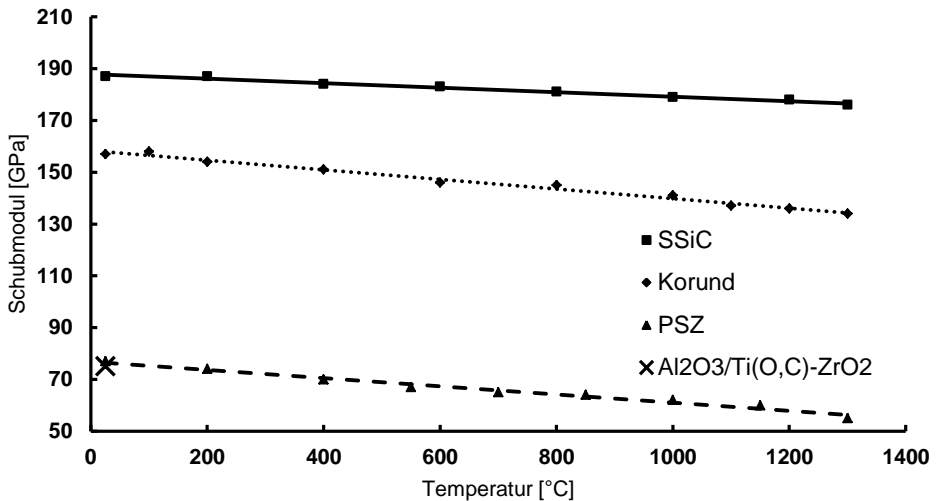


Abbildung 5.10: Schubmodul als Funktion der Temperatur der untersuchten Werkstoffe.

Die Temperaturabhängigkeit der Poissonzahl der untersuchten Werkstoffe wurde aus Elastizitäts- und Schubmodul berechnet und kann daher für Korund, SSiC, und PSZ als Funktion der Temperatur angegeben werden (Abbildung 5.11). Auffällig ist eine konstante Poissonzahl für SSiC, wohingegen die Werte für PSZ und Korund um ca. 10 % schwanken.

5 Ergebnisse und Diskussion

Es ist jedoch kein signifikanter Trend der Poissonzahl als Funktion der Temperatur ersichtlich. Für $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}(\text{O,C})\text{-ZrO}_2$ ist nur der Wert für Raumtemperatur verfügbar.

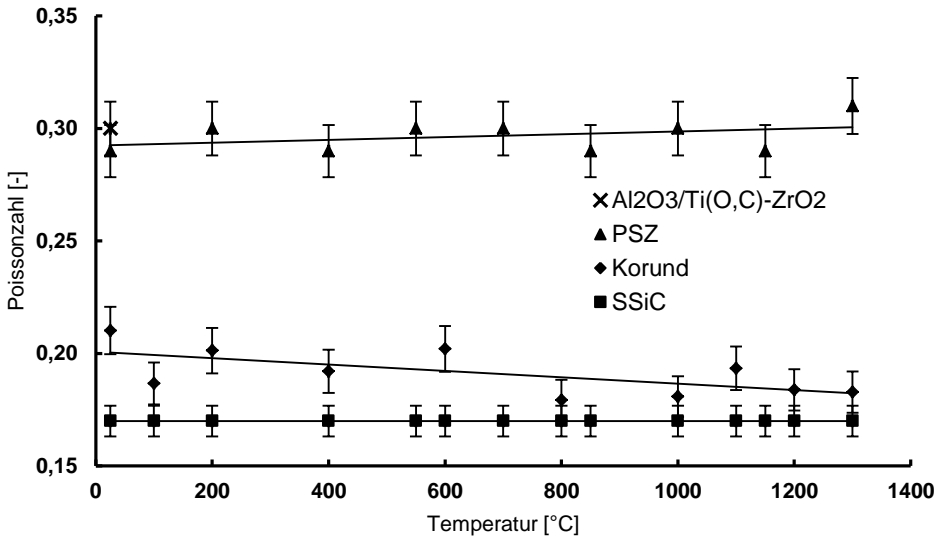


Abbildung 5.11: Poissonzahl als Funktion der Temperatur der untersuchten Werkstoffe.

Vergleichende Werte des Elastizitätsmoduls, des Schubmoduls und der Poissonzahl als Funktion der Temperatur für Korund, PSZ und SSiC sind zum Zeitpunkt der Erstellung dieser Arbeit nicht in der Literatur publiziert, was auf den hohen Prüfaufwand und die unikale Prüfapparatur der BAM zurückgeführt werden kann. $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}(\text{O,C})\text{-ZrO}_2$ ist aktueller Forschungsgegenstand. Die Publikation temperaturabhängiger Kennwerte steht noch aus.

5.1.2.3 Bruchzähigkeit

Die nach Gl. (4.5) ausgewerteten Bruchzähigkeiten sind in Tabelle 5.3 zusammengefasst. Es wurden je 5 Proben getestet. SSiC [115, 116], PSZ [115-118] und Korund [119, 120] wurden hinsichtlich vergleichbarer Literaturdaten verglichen. Hierbei ist analog zum Elastizitätsmodul zu berücksichtigen, dass die Zustände der einzelnen Werkstoffe im Hinblick auf Herstellungsprozess, Gefüge, etc. nicht unbedingt vergleichbar sind. Für $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}(\text{O,C})\text{-ZrO}_2$ konnten keine vergleichenden Werte ermittelt werden.

Tabelle 5.3: Bruchzähigkeit mit Standardabweichung der untersuchten Werkstoffe bei RT [121] sowie Literaturvergleich. SSiC wurde zusätzlich bei höheren Temperaturen getestet.

	SSiC	PSZ	Korund	$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}(\text{O,C})\text{-ZrO}_2$
RT: K_{Ic} [$\text{MPa m}^{-1/2}$]	$2,5 \pm 0,13$	$6,3 \pm 0,06$	$3,4 \pm 0,17$	4,5 [86, 87]
Literaturangaben RT: K_{Ic} [$\text{MPa m}^{-1/2}$]	2 - 5 [115, 116]	6 - 10 [115-118]	3 - 4 [119, 120]	-
450 °C K_{Ic} [$\text{MPa m}^{-1/2}$]	$2,2 \pm 0,4$	-	-	-
825 °C K_{Ic} [$\text{MPa m}^{-1/2}$]	$2,3 \pm 0,42$	-	-	-

Die Bruchzähigkeit von SSiC bleibt bis 825 °C konstant und ist im Vergleich mit Literaturwerten im üblichen Bereich. PSZ und Korund zeigen ebenfalls durchschnittliche

Werte bezüglich der Literaturangaben, wobei PSZ im Vergleich der Werkstoffgruppe eine besonders geringe Bruchzähigkeit aufweist. Diese Erkenntnis korreliert mit der Biegefestigkeits- und Mikrostrukturbetrachtung. Dabei zeigte PSZ eine geringe Festigkeit als Folge eines Defektes im festigkeitssteigernden Umwandlungsmechanismus seiner tetragonalen und monoklinen Phasen aufgrund eines erhöhten Gehaltes an Silizium (Kapitel 5.1.1.2). Eine Bruchzähigkeit von $6,3 \text{ MPa m}^{-1/2}$ trägt diesem Umstand Rechnung.

5.1.3 Thermische Eigenschaften

Die ermittelten Ausdehnungskoeffizienten als Funktion der Temperatur sind in Abbildung 5.12 für die vier untersuchten Werkstoffe dargestellt.

Der Ausdehnungskoeffizient von SSiC, PSZ und Korund liegt im Vergleich zu Literaturangaben der jeweiligen Werkstoffgruppen im erwarteten Bereich. Der Wendeschneidplattenwerkstoff kann weder hinsichtlich des Ausdehnungskoeffizienten noch der Wärmeleitfähigkeit bzw. der spezifischen Wärmekapazität in Relation zur Literatur gesetzt werden, da dieser Werkstoff aktueller Forschungsgegenstand ist.

Die Wärmeleitfähigkeit von SSiC ist mit $125 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\text{K}^{-1}$ deutlich höher, als vergleichbare SiC Werkstoffe, deren λ mit $70 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\text{K}^{-1}$ angegeben wird und ist durch die hohen Anforderungen an den Werkstoff im Einsatz als Wärmetauschermaterial begründet. Korund weist mit $25 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\text{K}^{-1}$ eine niedrigere Wärmeleitfähigkeit als vergleichbare Al_2O_3 Keramik mit $36 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\text{K}^{-1}$ [119, 120] auf. Diese Tatsache kann auf die leicht erhöhte Porosität zurückgeführt werden.

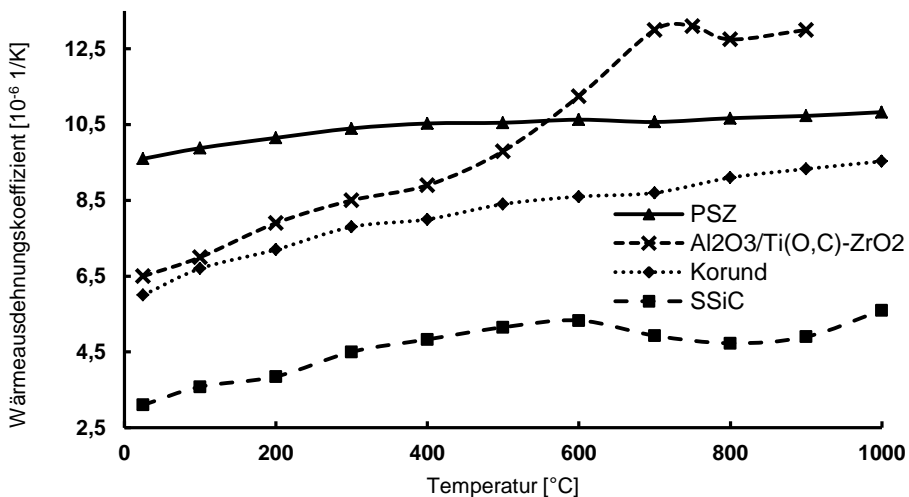


Abbildung 5.12: Wärmeausdehnungskoeffizient α als Funktion der Temperatur der untersuchten Werkstoffe.

5 Ergebnisse und Diskussion

Tabelle 5.4: Wärmeausdehnungskoeffizient, Wärmeleitfähigkeit und spezifische Wärmekapazität der untersuchten Werkstoffe. Die mit einem * markierten Kennwerte beziehen sich auf Herstellerangaben.

	SSiC	PSZ	Korund	Al ₂ O ₃ /Ti(O,C)-ZrO ₂
mittlerer Wärmeausdehnungskoeffizient α [10 ⁻⁶ K ⁻¹] RT bis 1000 °C	5,6	10,8	9,5	13 (RT bis 900 °C)
Literaturangabe für Wärmeausdehnungskoeffizient α [10 ⁻⁶ K ⁻¹] RT bis 1000 °C	4,5 [115, 116]	10 [115-118]	5,5 - 10 [119, 120]	-
Wärmeleitfähigkeit λ [W·m ⁻¹ ·K ⁻¹]	125* [122]	2 [115-118]	25*	-
spezifische Wärmekapazität c_p [J·g ⁻¹ ·K ⁻¹]	0,6* [123]	0,5 [117]	0,99*	-

5.1.4 Optische Eigenschaften

Wie schon in 4.5 erläutert, ist die Bestimmung der optischen Eigenschaften der verwendeten Prüfmateriale bei allen Wellenlängen aufgrund der hohen Anforderungen an die Prüftechnik nicht möglich [124-126]. Die wichtigsten werkstoff- und oberflächenabhängigen Eigenschaften hinsichtlich Laserbestrahlung ($\lambda = 1,064 \mu\text{m}$) und pyrometrischer Temperaturbestimmung ($\lambda = 4,474 \mu\text{m}$ und $7,5 \mu\text{m} < \lambda < 13 \mu\text{m}$) sind Emission bzw. Absorption, Transmission und Reflektion. Der Werkstoff Korund wurde beispielhaft mit den zur Verfügung stehenden Geräten untersucht. Hintergrund der Ermittlung der optischen Eigenschaften ist eine mögliche Verifizierung der Kalibriermethode für die HF – IR Kamera. Eine derartige Untersuchung wäre für industrielle Serienprüfungen hinsichtlich des Aufwandes unwirtschaftlich. Daher wird die Bestimmung der optischen Eigenschaften von Korund in dieser Arbeit zur Verifizierung einer universellen Kalibriermethode verwendet (Kapitel 5.2.4). Dazu wurde gezielt der Werkstoff Korund ausgewählt, da er (schon optisch ersichtlich) teiltransparent ist. Teiltransparente Werkstoffe stellen erhöhte Anforderungen an die Versuchsdurchführung.

Die Ergebnisse der Messungen der Reflexion, Emission und Transmission sind in Abbildung 5.13 zusammengefasst dargestellt. Wichtige Ergebnisse sind die optischen Eigenschaften bei der verwendeten Laserwellenlänge $1,064 \mu\text{m}$. Der Emissionskoeffizient wurde zu ca. 7 % bestimmt und stellt somit hohe Anforderungen an die Thermoschockanlage hinsichtlich der zur Probenerwärmung notwendigen Laserleistung. Ein großer Teil der Laserstrahlung wird diffus reflektiert (ca. 50 %) bzw. transmittiert (ca. 45 %). Eine weitere Information liegt in der Quantifizierung der Transmission bei der HF-IR Kamerawellenlänge ($4,474 \mu\text{m}$) mit ca. 35 %. Da die Probe Wärmestrahlung bei dieser Wellenlänge durchlässt, scheiden alle Kalibriermöglichkeiten mit einer herkömmlichen Wärmequelle, wie z. B. einem Heiztisch aus. Der dritte Bereich ist der Messbereich der Wärmebildkamera zwischen $7,5$ und $13 \mu\text{m}$. In diesem Bereich findet keine Transmission mehr statt, die Probe reflektiert sehr wenig Wärmestrahlung und emittiert mit einem sehr hohen Koeffizienten von ca. 80 %. Der Umstand des wellenlängen- und temperaturabhängigen Emissionskoeffizienten findet bei der Kalibrierung der HF-IR Kamera z.B. in Abbildung 5.14 Berücksichtigung.

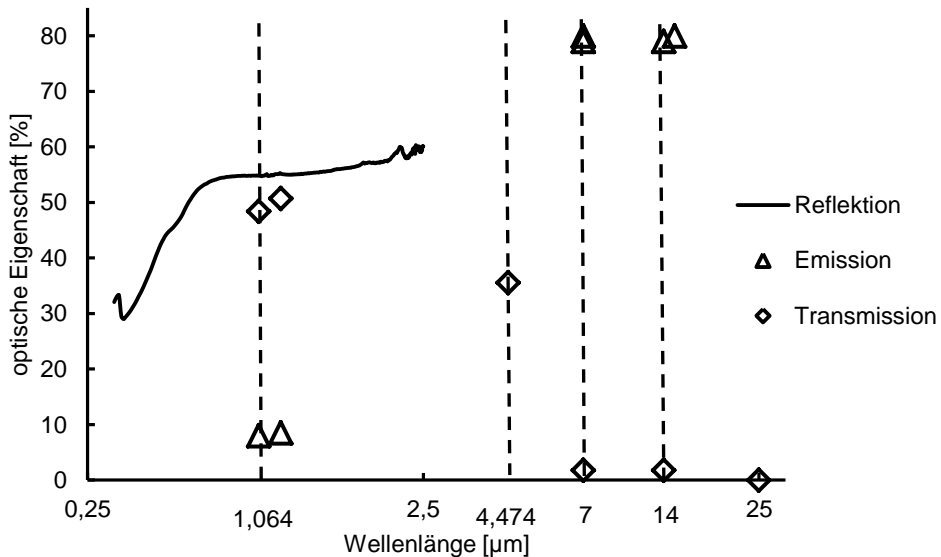


Abbildung 5.13: Optische Eigenschaften Reflektion, Emission und Transmission von Korund als Funktion der logarithmierten Wellenlänge bei Raumtemperatur. Die Eigenschaften wurden mit verschiedenen Geräten bestimmt und zusammengefasst. Die Wellenlänge des Lasers beträgt 1,064 μm , die der HF-IR Kamera 4,474 μm und der Messbereich der Wärmebildkamera S65 liegt zwischen 7 und 14 μm (gerundet).

Für die weitere Kalibrierprozedur ist es wichtig festzuhalten, dass Korund im Messbereich der Wärmebildkamera (7,5 μm bis 13 μm) keine Wärmestahlungsdurchlässigkeit aufweist und dass der Emissionskoeffizient in diesem Bereich bekannt ist. Die Temperaturbestimmung ist somit mit dieser Kamera eindeutig durchführbar. Diese separate, von der Thermoschockanlage (Laserwellenlänge und HF-IR Kamerawellenlänge) unabhängige Temperaturbestimmung kann zur Kontrolle der nachfolgenden Kalibriermethode verwendet werden.

5.2 Thermoschockversuche

5.2.1 Kalibrierung der Hochfrequenz-Infrarotkamera

Die Kamera muss für jeden zu untersuchenden Werkstoff und für jede Prüftemperatur im jeweiligen Versuchsmedium kalibriert werden. Zur Kamerakalibrierung muss die Oberflächentemperatur einer Scheibe bekannt und einstellbar sein. Die Temperaturmessung mit einem Thermoelement auf der Probenober- oder -unterseite scheidet aus, da der Wärmeübergang zwischen Thermoelement und Probe undefiniert und abhängig vom Umgebungsmedium ist. Eine weitere Möglichkeit wäre die Temperaturbestimmung durch Messen mit einem Thermoelement in einer Bohrung nahe der Oberfläche. Diese Methode ist aber aufgrund der Transparenz verschiedener Werkstoffe bei den verwendeten Probendicken nicht geeignet.

Daher wird eine halbseitig beschichtete Kalibrierscheibe auf den in Kapitel 4.7.3 beschriebenen Heiztisch positioniert. Die Temperatur an der Probenoberfläche ist durch die unbekannte Wärmeleitfähigkeit der Probe von der Heiztischtemperatur verschieden und folglich unbekannt.

5 Ergebnisse und Diskussion

Wird die Kalibrierung in einem von Luft verschiedenen Medium durchgeführt, muss die Transmission des optischen Fensters der Probenkammer in den Einstellungen der Wärmebildkamera berücksichtigt werden.

Der Heitzisch wird im realisierten Prüfmedium auf verschiedene Leistungen eingestellt und die sich einstellende Temperatur der Beschichtung wird mit der Wärmebildkamera S65 bestimmt. Das ist möglich, da der Emissionskoeffizient der Beschichtung bekannt ist. Da die Beschichtung maximal 40 μm stark ist, wird angenommen, dass die Temperatur der Beschichtung der Temperatur der Probenoberfläche entspricht. Diese Annahme findet in der Messunsicherheitsbetrachtung Berücksichtigung.

Bei gleichbleibender Heizleistung des Heitzisches und daher gleichbleibender Temperatur der Probe wird nun die Wärmebildkamera S65 auf den unbeschichteten Probenbereich fokussiert. Zur Anzeige der Temperatur ist die Eingabe des Emissionskoeffizienten zwingend erforderlich. Der Emissionskoeffizient der unbeschichteten Probenseite ist jedoch unbekannt. Daher wird in der Kamera der Emissionskoeffizient derart justiert, dass die durch die Kamera angezeigte Temperatur mit der vorher gemessenen Temperatur der Beschichtung übereinstimmt. Somit lässt sich der Emissionskoeffizient der unbeschichteten Seite der Kalibrierscheibe als Funktion der Temperatur durch jeweiliges Justieren und Ablesen ermitteln. Beispielhaft ist der so gemessene Emissionskoeffizient in Abbildung 5.14 gezeigt.

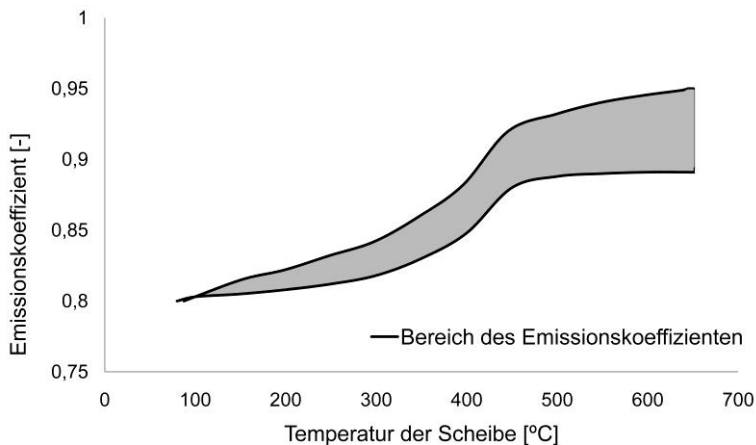


Abbildung 5.14: Emissionskoeffizient der Wellenlänge zwischen 7,5 und 13 μm von Korund als Funktion der Temperatur.

Die mit dieser Versuchsanordnung gemessenen Emissivitäten von Korund konnten durch die Messungen an der TU Dresden (Professur für Wasserstoff- und Kernenergietechnik) bestätigt werden.

Anschließend wird der Heitzisch aus der Probenkammer entfernt und eine Probenscheibe ohne optische Beschichtung aus dem Material der Kalibrierscheibe im Probenhalter positioniert. Die Erwärmung der Probenscheibe erfolgt nun mit Laserstrahlung, die durch die programmierbare Fokussieroptik spiralförmig von der Probenmitte beginnend über die Probenoberfläche geführt wird. Die gewählten Parameter zur Laserstrahlung betragen 0,5 mm Bahnabstand der Spirale und 32 Umdrehungen pro Spirale mit einer Bahngeschwindigkeit von 830 mm/s. Der Laserstrahl wird über den gesamten Probenradius geführt. Die dabei absorbierte Laserstrahlung wird in einer materialabhängigen Tiefe, der Absorptionstiefe, in Wärme umgewandelt [100]. Die Absorptionstiefe ist meist unbekannt. Somit ist auch Transmission neben Absorption und

Reflexion von Laserstrahlung möglich. Durch ständiges Wiederholen der spiralförmigen Laserstrahlführung stellt sich über den Probenradius eine homogene Temperaturverteilung ein. Die Kamerakalibrierung muss bei laufendem Laserstrahl erfolgen, da die Probe ansonsten inhomogen abkühlen würde.

Die kontinuierliche Laserstrahlerwärmung hat zur Folge, dass keine weitere Strahlung als die Wärmestrahlung der Probe selbst (U_{obj} aus Gl. (4.12)) und die reflektierte Wärmestrahlung der Probe an den Kammerwänden (U_{refl} aus Gl. (4.12)) von der zu kalibrierenden HF – IR - Kamera erfasst wird. Die reflektierte Wärmestrahlung bleibt bis zur Auswertung der Theroschockversuche als systematischer Messfehler unberücksichtigt. Während der Kalibrierung wird die Kalibrierprobe kontinuierlich in Vakuum ($U_{atm} = 0$, $s_{atm} = 1$ aus Gl. (4.12)) erwärmt und die Proben temperatur mit dem vorher ermittelten Emissionskoeffizienten durch die Wärmebildkamera S65 gemessen. Die HF – IR - Kamera liefert als Messgröße die Spannung U_{total} (aus Gl. (4.12)) in Digits von 12 Bit. Die Kalibrierung erhält man dann durch Auftragen der mit der Wärmebildkamera gemessenen Temperatur über der Spannung U_{total} (Abbildung 5.15). Wenn in einem Medium, wie z.B. Luft oder Stickstoff kalibriert werden soll, muss vorher die Transmission der Atmosphäre (s_{atm} aus Gl. (4.12)) bestimmt werden. Um diese zu ermitteln wird der Heitzisch ohne Probe in Vakuum erwärmt und die Oberflächentemperatur mit der Wärmebildkamera S65 gemessen. Dazu wird ein frei gewählter Emissionskoeffizient (z.B. $\epsilon = 0,9$) in der Kamera eingestellt. Anschließend wird die Probenkammer mit dem gewünschtem Medium geflutet und die Oberflächentemperatur des Heitzisches wird erneut gemessen. Verringert sich die gemessene Oberflächentemperatur, absorbiert die Atmosphäre einen Teil der emittierten Strahlung. Das Verhältnis zwischen den jeweiligen gemessenen Temperaturen ergibt die Transmission der Atmosphäre s_{atm} . Dieser Versuch ist unabhängig vom Emissionskoeffizienten.

Nach Kenntnis des Emissionskoeffizienten des zu kalibrierenden Werkstoffs und, falls erforderlich, des Transmissionskoeffizienten einer Kalibrierprobe kann die eigentliche Kalibrierung erfolgen. Dazu wird die zu kalibrierende Scheibe in kleinen Schritten (z.B. alle 15 K) erwärmt, die Temperatur gehalten und mit der HF – IR Kamera gemessen. Die gemessenen Digits von 12 Bit Auflösung werden gegen die eingestellte Temperatur aufgetragen. Abbildung 5.15 zeigt eine Kalibrierkurve für SSiC bei einer gewählten Belichtungszeit von 100 μ s. Die Kalibrierkurven in Stickstoff, Vakuum und Umgebungsluft zeigen keine Abhängigkeit vom Umgebungsmedium. Die ermittelten Kalibrierkurven bestätigen den schematisch Kurvenverlauf aus Abbildung 4.7 (Gl. (4.13)) und zeigen das erwartete Problem der geringeren Temperaturauflösung bei niedrigen Temperaturen. Eine Verlängerung der Belichtungszeit würde die Messgenauigkeit erhöhen, jedoch den abbildbaren Temperaturbereich verkleinern. Bei einer Veränderung der Belichtungszeit muss erneut kalibriert werden.

5 Ergebnisse und Diskussion

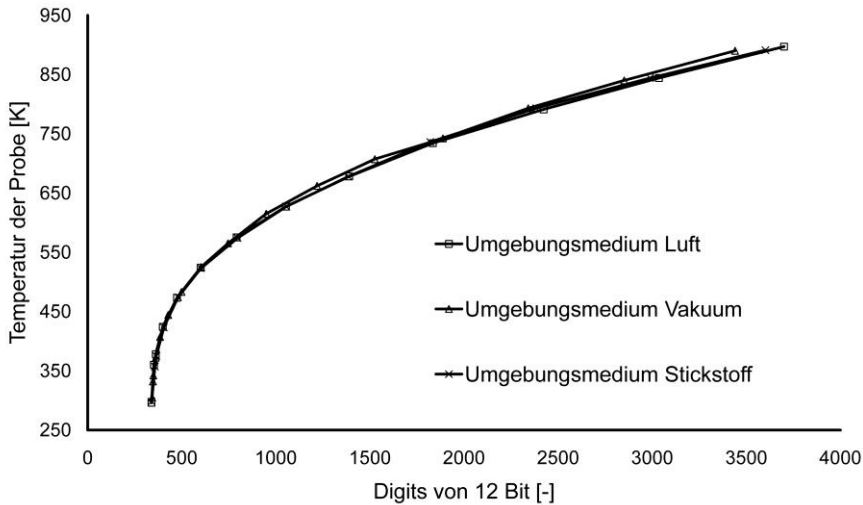


Abbildung 5.15: Kalibrierkurve für SSiC bei 100 μ s Belichtungszeit in drei verschiedenen Medien.

Da die Umgebungsmedien Stickstoff, Luft und Vakuum keinen messbaren Einfluss auf die Kalibrierkurve haben, werden die verbleibenden Werkstoffe zur Vereinfachung ausschließlich in Vakuum kalibriert. Für PSZ sind in Abbildung 5.16 beispielhaft zwei Belichtungszeiten gezeigt. Bei kürzerer Belichtungszeit vergrößert sich der auflösbare Temperaturbereich und verkleinert sich die Genauigkeit bei niedrigen Temperaturen. Für Thermoschockversuche wird für eine Belichtungszeit von 100 μ s kalibriert, da dadurch der für Thermoschockversuche notwendige Temperaturbereich ausreichend abgedeckt wird.

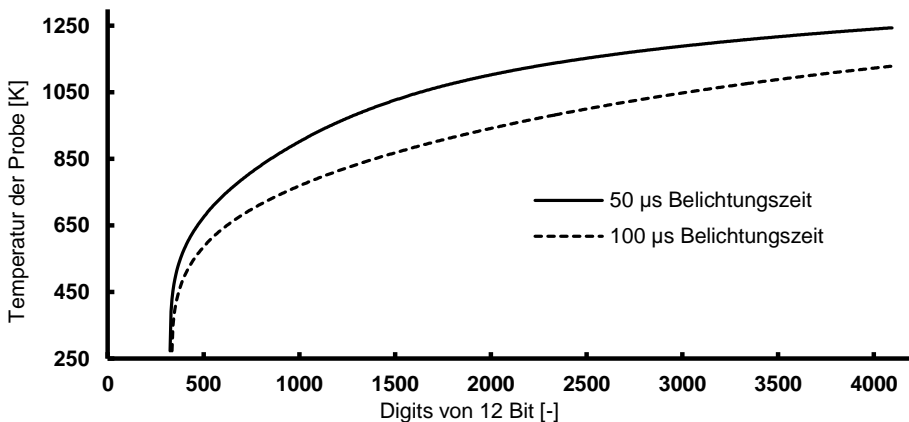


Abbildung 5.16: Kalibrierkurve für PSZ bei 100 μ s und 50 μ s Belichtungszeit in Vakuum.

In Abbildung 5.17 ist die Kalibrierkurve für Korund bei einer Belichtungszeit von 1 ms dargestellt. Durch die optischen Eigenschaften (sehr hohe Transparenz) von Korund ist zur Auflösung der Temperatur des Thermoschockversuches eine im Vergleich zu den anderen in dieser Arbeit verwendeten Werkstoffen hohe Belichtungszeit notwendig. Damit ist eine schlechtere Auflösung der Temperatur bei niedrigen Proben temperaturen verbunden. Da Korund hinsichtlich der Kalibrierung die höchste Anforderung an die Messtechnik stellt, wird dieser Werkstoff im Kapitel 5.1.4 besonders betrachtet. Der Werkstoff $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}(\text{O,C})\text{-ZrO}_2$

ist hingegen hinsichtlich der optischen Eigenschaften vergleichbar mit SSiC und kann daher mit 50 μ s Belichtungszeit kalibriert werden (Abbildung 5.18).

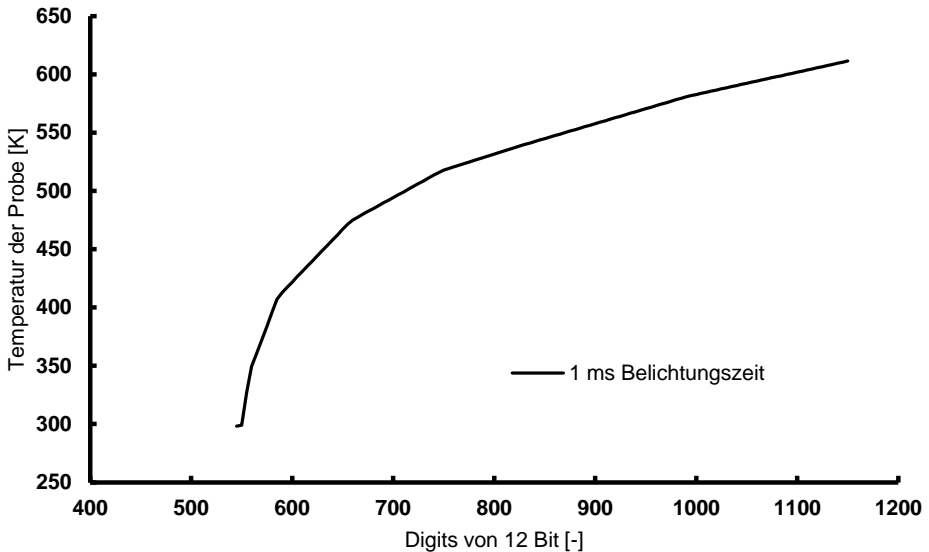


Abbildung 5.17: Kalibrierkurve für Korund bei 1 ms Belichtungszeit in Vakuum.

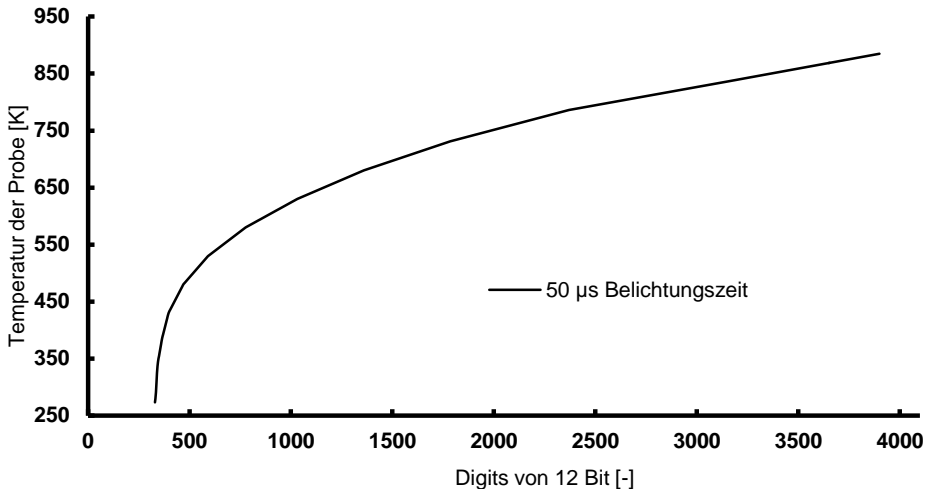


Abbildung 5.18: Kalibrierkurve für $Al_2O_3/Ti(O,C)-ZrO_2$ bei 50 μ s Belichtungszeit in Vakuum.

5.2.2 Bestimmung der Messunsicherheit

Die Messunsicherheit bei der Temperaturbestimmung setzt sich aus der Messunsicherheit der ausgegebenen Digits der HF – IR - Kamera sowie der Bestimmung der Probentemperatur zusammen.

Die Messunsicherheit der ausgegebenen Digits der HF – IR - Kamera kann vernachlässigt werden, da evtl. auftretende Abweichungen einzelner Pixel durch die

5 Ergebnisse und Diskussion

Mittelung von 4 zu 1 Pixel reduziert werden. Weiterhin wird der Messfleck in dem Messbereich durch eine „Area of Interest“ auf den homogen erwärmten Probenbereich begrenzt. In diesem Messbereich werden mindestens 20 mal 20, 4 zu 1 gemittelte Pixel gemessen und als ein Wert ausgegeben.

Eine homogene Probendurchwärmung kann durch eine ständige Wiederholung der Laserstrahlführung für 15 min bei jeder Temperatur gewährleistet werden.

Der systematische Fehler der Temperaturüberschätzung durch Reflexion ausgesendeter Wärmestrahlung an den Probenkammerwänden bleibt bei der Ermittlung der Kalibrierkurven unberücksichtigt und wird bei der Auswertung von Thermoschockversuchen durch experimentelle und mathematische Betrachtungen berücksichtigt.

Die Messung der Probenoberflächentemperatur beinhaltet folgende Unsicherheitsfaktoren, die in Tabelle 5.5 für drei ausgewählte Scheibentemperaturen dargestellt sind.

- Änderung der Transmissivität des ZnSe Fensters durch Erwärmung während des Versuches
- Messunsicherheit der Wärmebildkamera S65
- Luftfeuchtigkeit
- Objektentfernung
- Messunsicherheit des Thermoelementes des Heiztisches für die Bestimmung des Emissionskoeffizienten
- Messunsicherheit des Thermoelementes im Labor für die Raumtemperaturmessung
- Abweichung des Emissionskoeffizienten des optischen Lacks bei Wellenlänge 7,5 μm bis 13 μm im Temperaturbereich von RT bis 1000 $^{\circ}\text{C}$
- Verfälschung der Temperatur der Probenoberfläche durch den optischen Lack

Tabelle 5.5: Messunsicherheitsbetrachtung der Temperaturbestimmung.

Temperatur der Scheibe	$^{\circ}\text{C}$	25	400	800
Transmissivität des Fensters	K	$\pm 0,5$	$\pm 0,5$	$\pm 0,5$
Messunsicherheit der S65	K	± 2	± 8	± 16
Luftfeuchtigkeit	K	$\pm 0,1$	$\pm 0,2$	$\pm 0,3$
Objektentfernung	K	0	0	0
Umgebungstemperatur	K	$\pm 0,2$	$\pm 0,2$	$\pm 0,2$
Emissionskoeffizient der Lackes	K	± 1	± 8	± 16
Annahme $T_{\text{Scheibe}} = T_{\text{Lack}}$	K	+ 2	+ 2	+ 2
Gesamtmessunsicherheit der Temperaturbestimmung	K	+ 3,1	+ 11,5	+ 22,7
	K	- 2,3	- 11,3	- 22,6

Die Gesamtmessunsicherheit berechnet sich abschließend aus der Quadratwurzel der Summe der Fehlerquadrate [127] und beträgt für eine Prüftemperatur von 800 $^{\circ}\text{C}$ maximal 22,7 K.

5.2.3 Bestimmung des Bruchzeitpunktes

Die Genauigkeit der Bestimmung des Bruchzeitpunktes wird durch die Anzahl der Infrarotaufnahmen bestimmt. Bei einer Aufnahme­frequenz von 500 Hz und einer Integrationszeit im μs Bereich beträgt die Zeitdifferenz zwischen zwei Infrarotaufnahmen 2 ms. Durch den Bruch wird die Probe in der Regel aus dem Halter geschleudert. Dieser Vorgang ist im Infrarotbild trotz der geringen Auflösung von 128×128 Pixel genau bestimmbar (siehe IR Bildfolge im Anhang 5). Die Versuchszeit in Sekunden ergibt sich direkt aus der Anzahl der aufgenommenen Bilder durch die Aufnahme­frequenz in Hz.

Brüche, bei denen die Bruchenergie nicht ausreicht, um die Probe aus der Dreipunkthalterung zu schleudern, sind im Infrarotbild aufgrund der begrenzten Auflösung nicht erkennbar. Die Bestimmung des Probenbruches ist für die Berechnung der Spannung bzw. der Energie unabdingbar, daher wird parallel zu jedem Thermoschockversuch ein Schallemissionsspektrum aufgenommen (siehe Kap. 4.7.5 und 4.8.1). Die Aufnahme erfolgt getriggert und wird automatisiert gefiltert. Der Probenbruch ist im Aufnahmespektrum deutlich erkennbar und stellt die Bestimmung des Bruchzeitpunktes sicher (Abbildung 5.19).

Wenn der Probenbruch die Laserstrahlerwärmung nicht automatisch beendet, indem die Probe den Probenhalter verlässt, wird die bereits gebrochene Probe weiter bestrahlt. Dabei treten vermehrt unregelmäßige Peaks mit verschiedenen Frequenzen nach dem Probenbruch auf. Die Signale resultieren:

- aus der Wärmedehnung, die beim Abkühlen bzw. bei weiterer Erwärmung zu Reibungen der Rissflanken führt und
- aus reflektierten Echos des Bruchsignals am Probenteller.

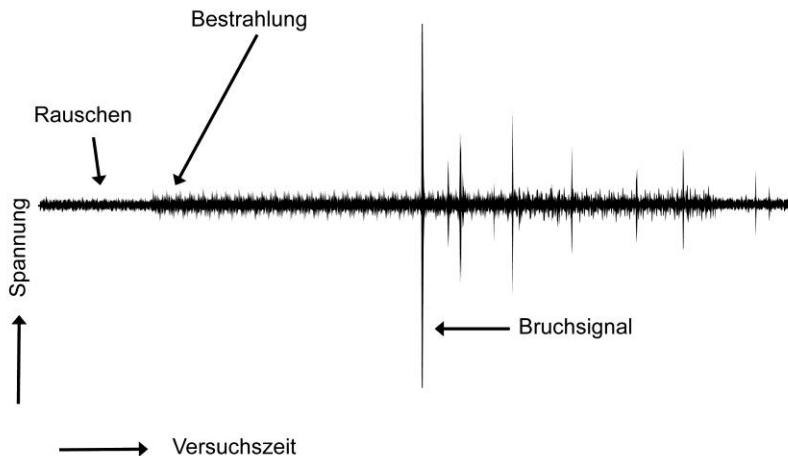


Abbildung 5.19: Schalldruckamplitude als Wechselspannung über der Versuchszeit des Thermoschockversuches an SSiC bei 400 W Laserleistung. Die Peaks nach dem Bruchsignal entstehen durch Echos des Bruchsignals am Probenteller sowie durch Reibung der Rissflanken beim Erwärmungs- bzw. Abkühlprozess.

In Abbildung 5.19 ist ein Thermoschockversuch an SSiC bei 400 W Laserleistung und einem Probenbruch nach 220 ms abgebildet. Die Laserbestrahlung endete in diesem Fall nicht nach dem Probenbruch, so dass die gebrochene Probe weiterer Belastung ausgesetzt war. Durch eine automatisierte Filterung des Schallemissionssignals der

5 Ergebnisse und Diskussion

Thermoschockversuche kann Beginn und Ende eines Thermoschockversuches mit einer Genauigkeit von ca. 1 ms bestimmt werden. Bei derartigen Versuchen ist das Schallspektrum maßgeblich zur Bestimmung des Versuchsendes.

Die Bruchzeiten der getesteten Werkstoffe in den Umgebungsmedien Vakuum und Luft sind in Tabelle 5.6 dargestellt. Die jeweiligen Werkstoffe wurden wie in Tabelle 4.2 angegeben belastet. In dieser Zusammenfassung ist zu erkennen, dass sich die minimalen und maximalen Bruchzeiten um bis zu einen Faktor 10 unterscheiden. Die Ursache dafür ist in den optischen Eigenschaften der Werkstoffe zu finden. Materialien wie SiC und $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}(\text{O},\text{C})\text{-ZrO}_2$ können durch ihren hohen Emissionskoeffizienten schnell (ca. 200 ms) erwärmt werden, wohingegen Korund und PSZ durch ihren niedrige Koeffizienten bis zu 1 bzw. 2 Sekunden Aufheizzeit benötigen. Weiterhin ist die Streuung der jeweiligen Versuchsdauer eines Werkstoffes als Standardabweichung angegeben sowie die kürzeste und längste Versuchsdauer. Alle drei Werte zeigen bei jedem Werkstoff eine signifikante Streuung der Belastungszeit (annähernd Faktor 2).

Tabelle 5.6: Mittelwerte der Bruchzeiten aller untersuchten Werkstoffe in Vakuum und/oder Luft mit Standardabweichung, Minimal- und Maximalwert für die Laserparameter aus Tabelle 4.2.

Werkstoff	SiC		PSZ		Korund		$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}(\text{O},\text{C})\text{-ZrO}_2$
	Vakuum	Luft	Vakuum	Luft	Vakuum	Luft	
Medium	Vakuum	Luft	Vakuum	Luft	Vakuum	Luft	Vakuum
Mittelwert d. Zeit bis zum Bruch [ms]	216 ± 50	244 ± 64	1105 ± 150	1187 ± 164	1970 ± 245	2003 ± 268	199 ± 45
Min. Bruchzeit [ms]	140	126	622	669	1277	1214	89
Max. Bruchzeit [ms]	318	364	1345	1398	2201	2277	303
Anzahl d. Versuche	25	23	12	25	27	26	30

Die Feststellung, dass Thermoschockversuche einer Serie unterschiedlich lange Belastungszeiten bis zum Probenbruch benötigen, wird im Kapitel 6.3.2 bei der statistischen Auswertung berücksichtigt.

Die Untersuchung des abgegebenen Körperschalls einer Thermoschockprobe kann über die Bestimmung des Probenbruches hinaus zu einem Erkenntnisgewinn beitragen. Das Amplitudenspektrum zeigt mit und ohne Hochpassfilter systematische Peaks vor dem Probenbruch. Die Zuordnung dieser Signale zu Schädigungsereignissen konnte bisher nicht vorgenommen werden. Verschiedene Störeffekte im Messsignal überlagern die Aufnahme. Quellen wie die Vakuumpumpe bei ca. 25 kHz und die Wechselspannung bei 50 Hz (mit Oberwellen von 50 Hz bis 150 kHz) konnten durch Filtersysteme wie z. B. Hochpassfilter erfolgreich ausgeblendet werden.

Abbildung 5.20 zeigt beispielhaft ein Spektrum einer Thermoschockscheibe die mit 350 W Laserleistung über eine Zeit t von 0,455 s bestrahlt wurde, wobei kein Probenbruch auftrat. Das Messsignal (Kurve 5) wird durch verschiedene Hochpassfilter bearbeitet. Die Ergebnisse nach Verwendung verschiedener Filter zwischen 100 und 175 kHz sind in verschiedenen Farben dargestellt (Kurven 1 bis 4).

Die Frequenzfilter verringern allerdings sowohl Störsignale als auch Signale von evtl. auftretenden Schädigungen. Dies hat jedoch keinen Einfluss auf die Bestimmung des

Bruchsignals (Abbildung 5.21), da jeder Probenbruch (wie beispielhaft in (Abbildung 5.19) gezeigt) ein akustisches Spektrum hervorruft, welches alle messbaren Frequenzen mit hoher Amplitude enthält.

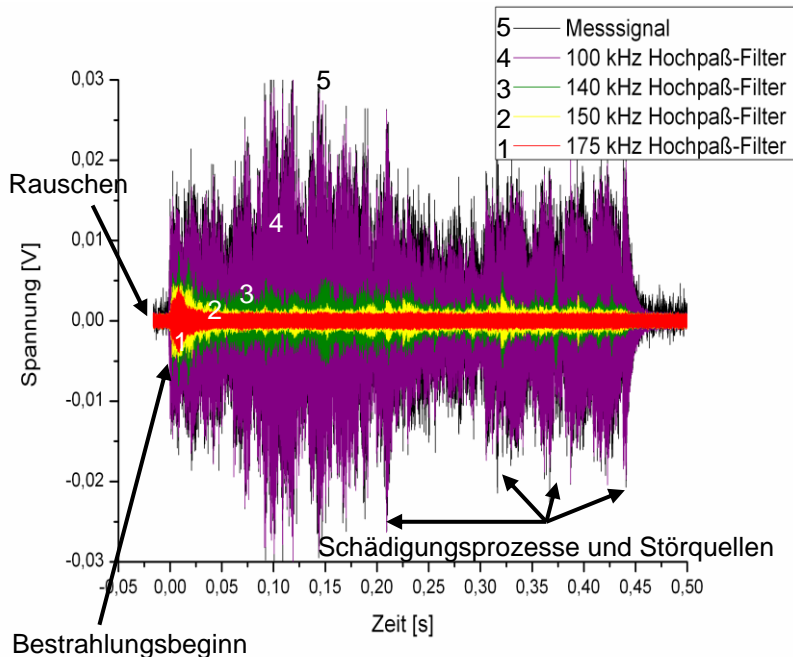


Abbildung 5.20: Schalldruckamplitude als Wechsellspannung über der Versuchszeit eines Thermoschockversuches an SSiC mit 350 W Laserleistung. Durch die verschiedenen Filter werden Stör- und Schädigungssignale verringert.

Eine durchgeführte Frequenzanalyse des Amplitudenverlaufes durch Fourier-Transformation brachte durch die gerätetechnische Begrenzung der Aufnahme Frequenz keine weiteren Erkenntnisse. Möglicherweise können durch höhere Aufnahme Frequenzen, Sensoren mit anderen Kennlinien und Aufnahmen mit mehreren Messköpfen bessere Ergebnisse erzielt werden. Die Lokalisierung des Bruchortes durch Laufzeitmessungen mehrerer Messköpfe stellt einen separaten Forschungsgegenstand dar. Anschließend könnte durch Fraktographie der Bruchort mit dem ermittelten Schallsignal korreliert werden. Ein weiterer Vorteil der "in situ" Lokalisierung des Bruchortes wäre die Korrelation von thermischer Spannung und Bruchort. Da die Spannungsverteilung zum Zeitpunkt des Bruches orts aufgelöst vorhanden ist (durch die zweidimensionale Temperaturmessung), könnte somit die reale Spannung am Bruchort in die statistische Auswertung einbezogen werden. Ausfallkriterien könnten präzisiert werden.

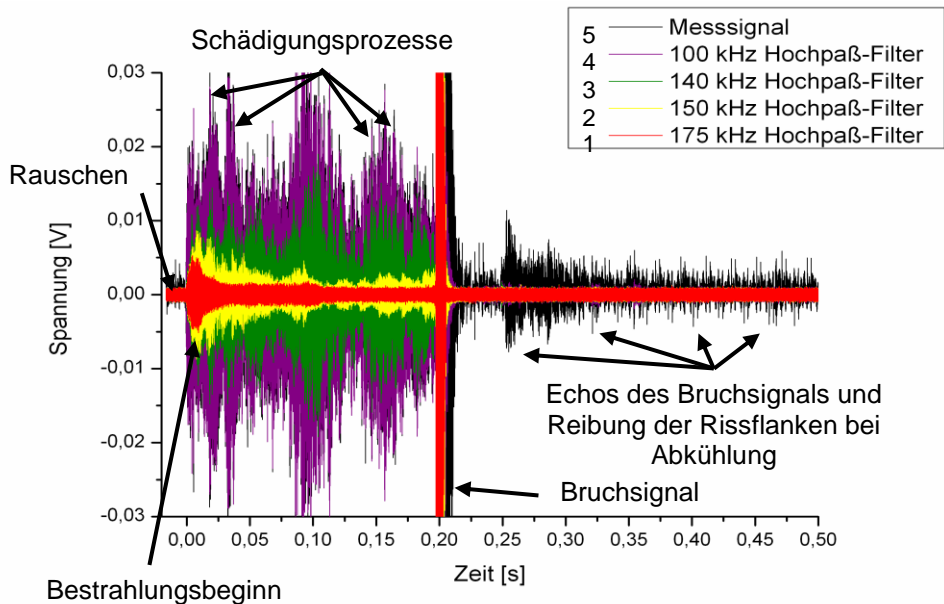


Abbildung 5.21: Schalldruckamplitude als Wechsellspannung über der Versuchszeit eines SSiC Thermoschockversuches mit 400 W und 220 ms bis zum Probenbruch. Die Peaks nach dem Bruchsignal entstehen durch Echos des Bruchsignals selbst sowie durch Reibung der Rissflanken beim Erwärmungs- bzw. Abkühlprozess. Durch die verschiedenen Filter werden Stör- und Schädigungssignale verringert, das Bruchsignal jedoch nicht.

Zusammenfassend soll festgestellt werden, dass durch eine einfache Aufnahme des Schallemissionsspektrums (ohne z. B. Hochpass-Filter) mit einem handelsüblichen Messkopf und einer preiswerten Messwerterfassungskarte die Bruchzeitpunktbestimmung hinreichend genau realisiert werden kann. Die hier durchgeführten Untersuchungen hinsichtlich der Signalfilterung mit z. B. einem 175 kHz Hochpass-Filter ergeben "glatte", leicht auszuwertende und damit für die Serienprüfung geeignete Amplitudenspektren (Abbildung 5.19), bergen aber die Gefahr der Vernachlässigung von evtl. auftretenden Vorschädigungen, da diese Schädigungssignale mit den Störsignalen zusammen herausgefiltert werden.

5.2.4 Temperaturverteilung

Die Ermittlung der Temperaturverteilung während des Thermoschockversuches setzt aufwendige Kalibriermethoden voraus (Kapitel 5.2.1). Die Verwendung der Kalibrierkurve aus Abbildung 5.15 führt jedoch zu Temperaturprofilen, die nicht der tatsächlichen, realen Temperaturverteilung entsprechen können. So wird z.B. mit Beginn der Laserbestrahlung in der Probenmitte eine sofortige signifikante Erhöhung der Temperatur des Randes der Proben Scheibe gemessen, was nicht real sein kann und u.a. auf reflektierte Wärmestrahlung zurückgeführt werden kann.

Dieses Artefakt führt zu der Notwendigkeit, die durch die Kalibrierkurve ermittelten Temperaturen zu korrigieren, um sie in reale Temperaturen zu überführen. Die notwendigen Korrekturen werden nachfolgend erläutert.

5.2.4.1 Temperaturverteilung in Dickenrichtung

Die Herleitung des Spannungszustandes der Probe aus der Temperaturverteilung setzt eine konstante Temperatur in Dickenrichtung voraus. Nachfolgend wird untersucht, ob diese Annahme zutreffend ist.

Die Werkstoffe Korund und PSZ haben geringe Wärmeleitfähigkeiten, was die Durchwärmung negativ beeinflusst. Beide Werkstoffe sind aber für die Laserwellenlänge semitransparent, d. h. die Laserenergie wird nicht nur an der Oberfläche, sondern auch im Volumen absorbiert [101, 128, 129]. Damit findet die Probenerwärmung im Volumen statt und eine Durchwärmung der Proben aus diesen beiden Werkstoffen kann sichergestellt werden. Für den Werkstoff SSiC gilt das Gegenteil. Dieser Werkstoff ist intransparent für die Laserwellenlänge, so dass die gesamte Strahlungsenergie an der Oberfläche absorbiert wird bzw. die gesamte Erwärmung an der Probenoberfläche stattfindet. Dieser negative Einfluss auf die Durchwärmung wird durch die gute Wärmeleitfähigkeit der optisch dunkleren Keramiken kompensiert. Für $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}(\text{O,C})\text{-ZrO}_2$ liegen keine Werte der Temperaturleitfähigkeit vor. Eine Abschätzung der Durchwärmung ist daher nicht möglich.

Um die Durchwärmung einer Probe während des Versuches abzuschätzen, kann die Wärmeleitungsgleichung für eine punktförmige Wärmequelle zur Berechnung einer charakteristischen Abklinglänge s eines Temperaturfeldes für den Temperaturausgleich herangezogen werden [2, 57, 59].

$$s = 2 \sqrt{\frac{\lambda}{\rho c_p} t} \quad (5.1)$$

In Abhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit λ , Dichte ρ und der spezifischen Wärmekapazität c_p eines Werkstoffes kann in einer Zeit t die Durchwärmung als Abklinglänge berechnet werden. Eine mögliche Zeit, in der Durchwärmung stattfinden kann, ist die Verweildauer des Laserspots auf einem Punkt der Oberfläche. Die maximale Bewegungsgeschwindigkeit des Laserspots mit einem Durchmesser von 1,2 mm beträgt 830 mm/s. Die Verweildauer, d.h. die Zeit in der der Laserstrahl 1,2 mm voranschreitet, beträgt etwa eine Millisekunde. Eine Berechnung der durchwärmbaren Probendicke in dieser Zeit mit den Parametern von SSiC ergibt 520 μm und liegt somit über der verwendeten Dicke von 300 μm . Die homogene Temperaturverteilung in Dickenrichtung von SSiC Thermoschockscheiben während des Versuches kann folglich vorausgesetzt werden. Für $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}(\text{O,C})\text{-ZrO}_2$ sind die Parameter λ und c_p nicht verfügbar und somit kann die durchwärmbare Probendicke nicht abgeschätzt werden. Die Frage der Durchwärmung von $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}(\text{O,C})\text{-ZrO}_2$ kann somit nicht beantwortet werden.

Knoblauch [2] untersuchte den Einfluss der Probenparameter Durchmesser und Dicke bei einem inhomogen ausgeprägtem Temperaturprofil in Dickenrichtung der Probe (z. B. eine unzureichende Durchwärmung der Probe im Laserspot) auf den radialsymmetrischen Spannungszustand. Bei ungünstig gewählten Abmessungen (z. B. eine sehr dicke Probe) ist eine "hutförmige" Ausbeulung – das sog. Buckling - der symmetrischen Spannungen bzw. Dehnungen zu erwarten, welche die auftretende Maximalspannung erhöht und somit bei radialsymmetrischer Spannungsberechnung das Ergebnis beeinflussen würde.

Bei den in dieser Arbeit verwendeten Abmessungen (Durchmesser 20 mm für SSiC, Korund, PSZ und 15 mm für $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}(\text{O,C})\text{-ZrO}_2$) wird eine Sensibilitätsprüfung durch Finite Elemente Methoden vorgeschlagen [2]. Da die Durchwärmung jedoch durch eine einfache Abschätzung der charakteristischen Abklinglänge nach Gl. (5.1) für SSiC bzw. durch die im Volumen stattfindende Erwärmung der teiltransparenten Werkstoffe (PSZ und Korund) sichergestellt wurde, wird eine Sensibilitätsprüfung nicht durchgeführt. Die Korrekturmethode zur Bestimmung der Probentemperatur als Funktion der Ort und der Zeit wird im Auswerteprogramm Mathematica [130] durchgeführt und nachfolgend erläutert.

5.2.4.2 Bestimmung der Randtemperatur

Durch eine von der Probenmitte ausgehende spiralförmige Führung des Prüflasers soll ein radialsymmetrisches Temperaturprofil erzeugt werden, wie es schematisch in Abbildung 5.22 dargestellt ist.

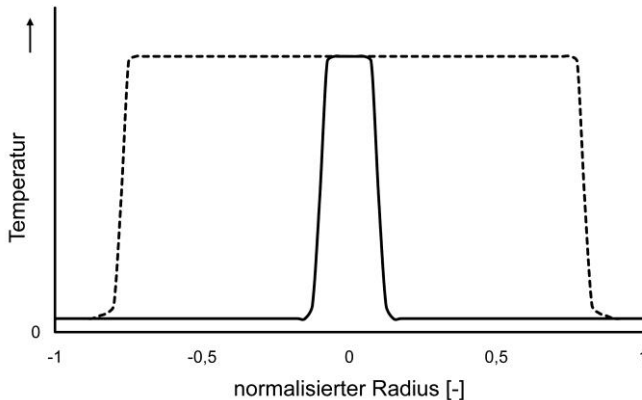


Abbildung 5.22: Schematischer Temperaturverlauf zum Versuchsbeginn (durchgezogene Linie) und kurz vor Versuchsende (gestrichelte Linie).

Bei Materialien mit niedriger Wärmeleitfähigkeit, $\lambda < 80 \text{ W/(mK)}$, wie sie in Keramiken im Allgemeinen vorliegt, ist die Laserstrahlführung schnell genug, um die Probe nur in dem bestrahltem Bereich aufzuwärmen. In diesem Fall stellt sich ein Temperaturprofil wie in Abbildung 5.22 dargestellt ein. Bei der Auswertung der Temperaturprofile zeigt sich für alle untersuchten Werkstoffe trotzdem eine Randtemperaturerhöhung. Diese Erhöhung kann nicht real sein, da die Wärmeleitung der Probe die Wärme aus dem erwärmten, bestrahlten Bereich nicht in signifikanter Menge in den kalten, unbestrahlten Bereich transportieren kann.

Die pyrometrische Bestimmung der Randtemperatur ist fehlerbehaftet, denn die heiße Probenmitte emittiert Wärmestrahlung in alle Richtungen. Diese Strahlung wird an den Wänden der Probenkammer teilweise zur Probe zurückreflektiert. Anschließend wird die zurückreflektierte Strahlung mit den von verschiedenen Emissionskoeffizienten wieder von der Kamera registriert, sodass bei einer pyrometrischen Messung die Temperatur des Probenrandes überschätzt wird. Im Kapitel 5.2.1 wurde bereits erwähnt, dass die Kamera einen systematischen Fehler beinhaltet. Neben der Wärmestrahlung des Objektes selbst (mit U_{obj} aus Gl. (4.12)) wird die reflektierte Wärmestrahlung der Probe an den Kammerwänden (U_{refl} aus Gl. (4.12)) von der zu kalibrierenden HF – IR - Kamera erfasst. Dieser Messfehler äußert sich in einer scheinbaren Randtemperaturerhöhung (Randtemperatur steigt sofort bei Bestrahlungsbeginn). Daher muss folgende Korrektur durchgeführt werden.

Es wird ein Thermoschockversuch durchgeführt, bei dem das Messfeld der Kamera auf den Probenhalter ausgerichtet ist (Abbildung 5.23 Messpunkt 2). An dieser Stelle kann eine Temperaturerhöhung dieses unbestrahlten Bereiches während des anschließenden Thermoschockversuches ausgeschlossen werden. Die Veränderung der Wärmestrahlung des Probentellers, die durch das Strahlungsrauschen einer heißen Thermoschockprobe (Abbildung 5.23 Messpunkt 1) entsteht, wird als Funktion der Versuchszeit gemessen (Abbildung 5.24 gestrichelte Linie).

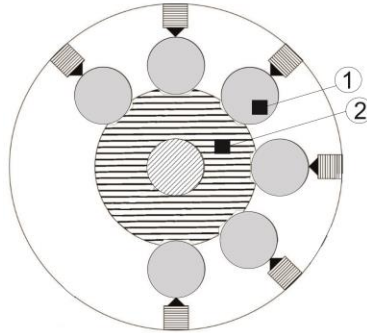


Abbildung 5.23: Schematische Darstellung des Probentellers der Thermoschockanlage mit 1: Messpunkt der HF-IR-Kamera direkt auf der Probe und 2: Messpunkt auf dem kalten Probenteller (Probenhalter) selbst.

Die wahre Randtemperatur der bestrahlten Probe als Funktion der Versuchszeit kann aus der Differenz der an einer laserbestrahlten Probe gemessenen Randtemperatur (Abbildung 5.23 Messpunkt 1) und dem Strahlungsrauschen (Abbildung 5.23 Messpunkt 2) ermittelt werden. Dieser Zusammenhang ist in Abbildung 5.24 dargestellt.

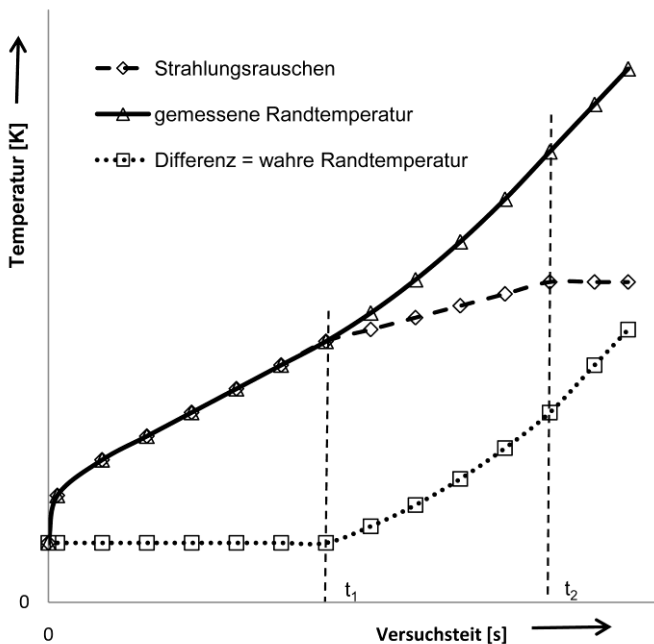


Abbildung 5.24: Schematische Darstellung der Korrektur der Temperatur des Probenrandes mit t_1 = wahrer Beginn der Temperaturerhöhung und t_2 = Bestrahlungsende.

Zum Zeitpunkt $t = 0$ hat die Scheibe und somit auch der Probenrand Raumtemperatur. Mit dem Beginn der Erwärmung in der Probenmitte steigen das Strahlungsrauschen und die gemessene Randtemperatur gleichmäßig an. Die Differenz ergibt eine gleichbleibende Randtemperatur bis zum Zeitpunkt $t = t_1$. Ab diesem Moment ist die Randtemperatur durch

5 Ergebnisse und Diskussion

Wärmeleitung von Raumtemperatur verschieden. Der Probenrand emittiert dann Wärmestrahlung, die sich mit dem Strahlungsrauschen zur gemessenen Randtemperatur addiert. Die Differenz ergibt ab t_1 eine steigende Randtemperatur. Die Probenerwärmung durch den Laserstrahl findet nur bis zum 0,8 fachen des Radius statt. Nach dem Erreichen dieses Radius schaltet der Laser ab. Infolgedessen bleibt das Strahlungsrauschen konstant. Dieser Zeitpunkt ist in Abbildung 5.24 mit t_2 markiert. Über diesen Zeitpunkt hinaus erwärmt sich der Probenrand durch Wärmeleitung jedoch weiter. Die in Abbildung 5.24 dargestellte Differenz entspricht einer Randtemperatur-Korrekturkurve als Funktion der Versuchszeit. Mit dieser werkstoffabhängigen Korrekturkurve wird die reale Randtemperatur der Probe zu jeder Versuchszeit bestimmt und in den weiteren Berechnungen berücksichtigt.

5.2.4.3 Interpretation der Infrarotaufnahmen

Die HF - IR - Kamera ist in der Lage, das Temperaturprofil der Thermoschockscheibe in Digits von 12 Bit (4096) dreidimensional in einer Fläche von 128 x 128 Pixel darzustellen. Diese Darstellungsmöglichkeit beinhaltet auch den jeweiligen Verweilort sowie die Spur des Laserspots und die damit verbundene lokale Temperaturüberhöhung (Abbildung 5.25).

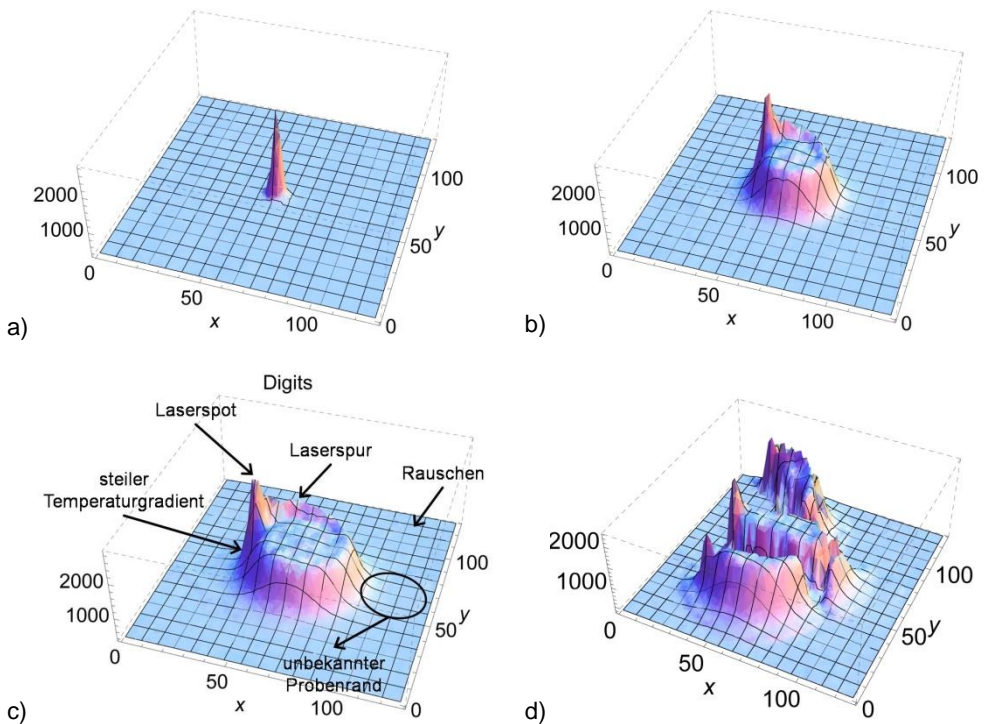


Abbildung 5.25: Vier repräsentative Zeitintervalle eines Thermoschockversuches an SSiC; x und y Richtung in Pixel der HF - IR - Kamera, in z Richtung die Wärmestrahlungsintensität in Digits: a) $t = 0$ ms, b) $t = 162$ ms, c) $t = 282$ ms und d) $t = t_{\text{Bruch}} = 324$ ms.

Für radialsymmetrische Spannungsberechnungen ist die Kenntnis der Koordinaten des Probenrandes und der Probenmitte im IR-Bild notwendig. Die Probenmitte wird mit dem Laserspotmaximum im ersten Bild korreliert (Abbildung 5.25a). Der Probenrand bleibt während des Thermoschockversuches weitestgehend auf Umgebungstemperatur und ist

folglich im Infrarotbild nicht zu erkennen (Abbildung 5.25c). Für jeden Werkstoff wurde eine Probe mit geringerer Laserleistung bis zum Probenrand bestrahlt, um die Randkoordinaten zu ermitteln. Die Probenmitte, der Probenrand sowie die einzelnen Positionen des Laserspots im Abstand von 2 ms sind in Abbildung 5.26 beispielhaft dargestellt. Die Infrarotaufnahme hat eine Auflösung von 128 x 128 Pixel und gibt die Wärmestrahlungsintensität in Digits wieder. Zusätzlich ist der Abbildung ein Schnittgeradenetz überlagert dargestellt, welches nachfolgend zur Verifizierung des radialsymmetrischen Temperaturprofils benötigt wird.

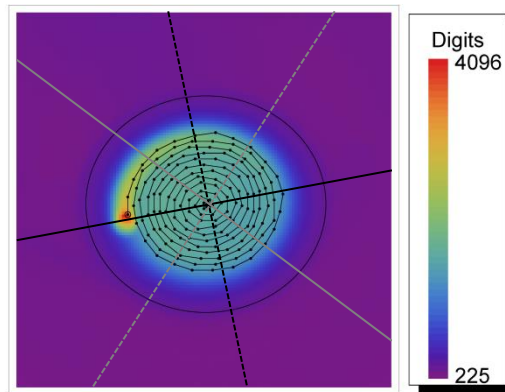


Abbildung 5.26: SSiC Thermoschockprobe nach 350 ms. Die Probenmitte, der Probenrand, die einzelnen Temperaturmaxima sowie die in Abbildung 5.27 verwendeten Schnittgeraden sind dem Infrarotbild überlagert dargestellt.

Durch die gewählte Probendimension einer dünnen Scheibe ist es möglich, sich einer radialsymmetrischen Temperaturverteilung anzunähern, da die Temperatur in Dickenrichtung als konstant anzusehen ist. Diese Darstellung vereinfacht die Auswertung eines Thermoschockversuches erheblich und reduziert die zu verarbeitende Datenmenge, es ist jedoch zu berücksichtigen, dass dadurch Informationen verloren gehen.

Um das sich einstellende radialsymmetrische Temperaturprofil verifizieren zu können, wurden die Profile der Wärmestrahlungsintensität aus Abbildung 5.25 zu den dort dargestellten Zeitintervallen und unmittelbar vor dem Probenbruch geschnitten. Die so entstandenen, um jeweils 45° gedrehten Schnittgeraden sind aus Abbildung 5.26 zu entnehmen und nachfolgend einander überlagert dargestellt (Abbildung 5.27).

Es ist zu erkennen, dass zum Zeitpunkt $t = 0$ ms die Temperaturprofile nicht ganz deckungsgleich übereinander liegen. Da der Laserstrahl die Probenoberfläche gerade erst berührt hat und noch nicht weiter geführt wurde, wäre dies jedoch zu erwarten gewesen. Ursächlich dafür ist der Verlauf der Schnittgeraden, die nicht pixelgenau durch den Probenmittelpunkt verlaufen können, da die „ungenau“ Auflösung der HF - IR Kamera von 128 x 128 Pixeln und der „Blickwinkel“ von 20° zur Probennormalen (vgl. Kapitel 4.7.2) dies nicht ermöglichen. Durch diesen Effekt wird ein Kreis als Oval dargestellt, was beim Schneiden mit Geraden zu dem beschriebenen Effekt führt.

Weiterhin ist zu erkennen, dass zu allen anderen Zeitpunkten das Temperaturprofil – hier dargestellt als Wärmestrahlungsprofil – als in jede Richtung gut radialsymmetrisch bezeichnet werden kann. Lediglich der Laserspot zeigt eine lokale Temperaturüberhöhung. Diese Überhöhung ist maximal, wenn der Laserspot direkt auf der Schnittgeraden liegt. Je weiter der Schnitt vom Laserspot entfernt ist, desto geringer ist die Temperaturüberhöhung. Wenn der Laserspot die weiteste Entfernung von der Schnittgeraden hat (kurz vor einer erneuten „Überrundung“) ist keine Temperaturüberhöhung mehr messbar.

5 Ergebnisse und Diskussion

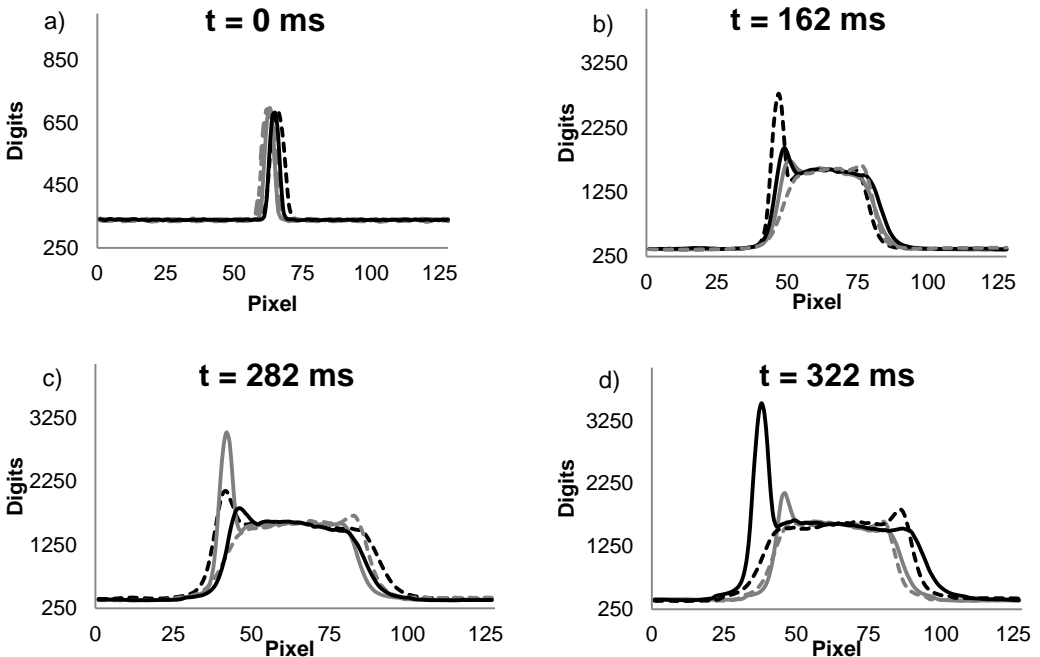


Abbildung 5.27: Vier repräsentative Schnitte des Thermoschockversuches aus Abbildung 5.25 an SSiC; Digits der Wärmestrahlungsintensität der HF - IR – Kamera aufgetragen über Pixel. Jedes Zeitintervall (a) bis d)) zeigt die vier konstant bleibenden Schnittgeraden durch den Probenmittelpunkt aus Abbildung 5.26, welche um jeweils 45° gedreht sind (—: Hauptachsen, - - - : 45° im Uhrzeigersinn gedreht, vgl. Abbildung 5.26).

Da für die bisher verwendete Spannungsberechnung aus Kapitel 2.3 eine radialsymmetrische Temperaturverteilung Grundvoraussetzung ist, wird nun nachfolgend erläutert, wie dem realen Temperaturprofil (aus der Abbildung 5.25 und Abbildung 5.27) lediglich der radialsymmetrische Anteil, ohne den „Störeinfluss“ des Laserspots, zur Spannungsberechnung entnommen werden kann.

Für eine radialsymmetrische Darstellung ohne den Laserspot wird die 2-D Aufnahme aus Abbildung 5.25 entlang einer Symmetriegeraden geschnitten. Eine feste, nicht veränderliche Schnittlinie wird aufgrund des umlaufenden Laserspots nicht festgelegt. Eine um 180° zum jeweiligen Laserspot verschoben rotierende Auswertegeraden ermöglicht die Erfassung des Temperaturschnittes ohne den Einfluss der Temperaturüberhöhung durch den Laserspot. Zusätzlich wird die runde Thermoschockprobe aufgrund des Messwinkels der HF - IR Kamera von 20° zur Normalen elliptisch verzerrt dargestellt. Die Länge der rotierenden Schnittgeraden wird als Funktion des Umlaufwinkels einer Ellipsenkorrektur unterworfen, d. h. der Abstand zwischen der Mitte ($r = 0$) und dem Probenrand ($r = R$) wird je nach Umlaufwinkelposition verändert. Des Weiteren wird ein Teil des Probenrandes aufgrund des Messwinkels der Kamera durch die Dreipunkthalterung verdeckt. Dadurch wird die radialsymmetrische Darstellung der winkelabhängigen Schnittgeraden am Probenrand verfälscht. Die fehlenden Temperaturinformationen dieses verdeckten Bereiches werden durch benachbarte Pixel interpoliert. Die drei Korrekturmöglichkeiten (umlaufende Schnittgerade, Ellipsenkorrektur der Schnittgeraden und Interpolation der fehlenden Daten) zur Bestimmung eines radialsymmetrischen Temperaturprofils werden für jede Probe alle 2 ms berechnet und zur Weiterberechnung gespeichert.

Einige repräsentative Beispiele für so korrigierte Temperatur- bzw. Wärmestrahlungsprofile sind in Abbildung 5.28 dargestellt. Dabei weitet sich der heiße Bereich der Probenmitte (wie erwartet) mit fortschreitender Versuchsdauer radial aus. Die Temperatur des entstandenen Plateaus bleibt weitestgehend konstant. Zwischen erwärmten Plateau und kaltem Rand hat sich ein Temperaturgradient ausgebildet, der mit zunehmender Versuchszeit radial Richtung Probenrand verschoben wird.

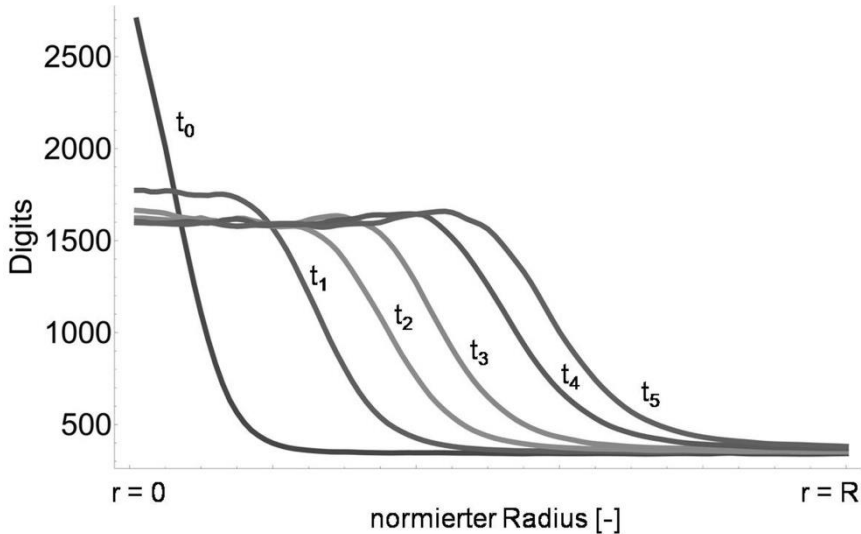


Abbildung 5.28: Sechs repräsentative Zeitintervalle eines Thermoschockversuches an SSiC; Wärmestrahlung in Digits als Funktion des normierten Radius r : $t_0 = 0$ ms, $t_1 = 64$ ms, $t_2 = 128$ ms, $t_3 = 192$ ms, $t_4 = 256$ ms und $t_5 = 320$ ms.

5.2.4.4 Berücksichtigung von Störeinflüssen auf die Kalibrierkurve

In Kapitel 5.2.1 wurde die Aufnahme einer zeitunabhängigen Kalibrierkurve beschrieben. Durch die genannten messtechnischen Probleme Rauschen und Randtemperaturerhöhung, die beide zeitabhängig sind, sowie die geringe Genauigkeit der HF - IR Kamera bei niedrigen Temperaturen wird die Kalibrierkurve als Funktion der Versuchszeit rechnerisch verändert. Aus den ortsaufgelösten Digits der HF - IR Kamera ergibt sich durch eine zeitabhängig veränderte Kalibrierkurve die reale Temperaturverteilung der Probe.

Die Wärmestrahlungsintensität einer Probe bei null Kelvin ist null. Die HF - IR Kamera würde null Digits von 12 Bit ausgeben, da keine Wärmestrahlung in die Kamera fällt. Die Probenkammer ist nicht kühlbar, so dass die Raumtemperatur die minimale Temperatur darstellt. Daher wird die Kalibrierkurve bei Raumtemperatur abgeschnitten, so dass ein Plateau entsteht, auf dem alle Digit-Werte der Raumtemperatur zugeordnet werden. Dieser Bereich ist in Abbildung 5.29 zwischen null und ca. 400 Digits in Kurve 1 dargestellt. Diese Kurve ist die Kalibrierkurve für den Zeitpunkt $t = 0$ ms und ist mit der aufgenommenen Kurve aus Kapitel 5.2.1 identisch. Mit zunehmender Versuchszeit steigt die Randtemperatur der Thermoschockscheibe (SSiC) an. Dieser Umstand wurde bereits messtechnisch erfasst (Abbildung 5.24) und erhöht den Offset der Kalibrierkurve als Funktion der Zeit (Kurven 2 und 3 in Abbildung 5.29).

Im Verlauf des Thermoschockversuches steigt für alle Werkstoffe das Strahlungsrauschen mit zunehmender Versuchszeit (Abbildung 5.24). Dieses Strahlungsrauschen entsteht durch die mit Verlauf des Versuches zunehmend erhitzte

5 Ergebnisse und Diskussion

Fläche der Scheibe, welche dann zunehmend Wärmestrahlung an den Probenkammerwänden u.a. auf den kalten Probenrandbereich zurück reflektiert. Dieses zeitlich zunehmende Strahlungsrauschen bewirkt in dem ungenauen Bereich der Kalibrierkurve (in der Nähe von Raumtemperatur) eine größere Temperaturschwankung, als die Messunsicherheit der Temperaturbestimmung aus Kapitel 5.2.2 und ist somit signifikant. Der Anstieg des Strahlungsrauschens in Verbindung mit der Ungenauigkeit der Kalibrierkurve bei niedrigen Temperaturen führt zu gemessenen Temperaturen des kalten Probenbereiches, die höher als real sind. Um diesen Messfehler zu vermeiden, wird ein sogenannter Kalibrierkurvenshift eingeführt.

Dabei wird die Kalibrierkurve ab ihrem Ansteigen nach dem zeitabhängigen Plateau bis zu einem "Genauigkeitsminium" abgeschnitten. Der ungenaue Bereich der Kalibrierkurve erstreckt sich vom Anstieg der Kurve bis zu einem Genauigkeitsminimum. Das Minimum ergibt sich aus Addition des Digitwertes am Ende des Plateaus und aus dem zeitabhängigen Strahlungsrauschen in Digits abzüglich dem Strahlungsrauschen zum Versuchsbeginn. Da das Strahlungsrauschen mit der Versuchszeit ansteigt, verschiebt sich das Genauigkeitsminimum mit steigender Versuchszeit zu höheren Temperaturen bzw. Digits (Abbildung 5.29).

Der abgeschnittene Bereich zwischen dem Beginn des Ansteigens der Kalibrierkurve und dem Genauigkeitsminimum wird gemäß der in Gleichung (4.13) hergestellten Beziehung als Exponentialfunktion gefittet.

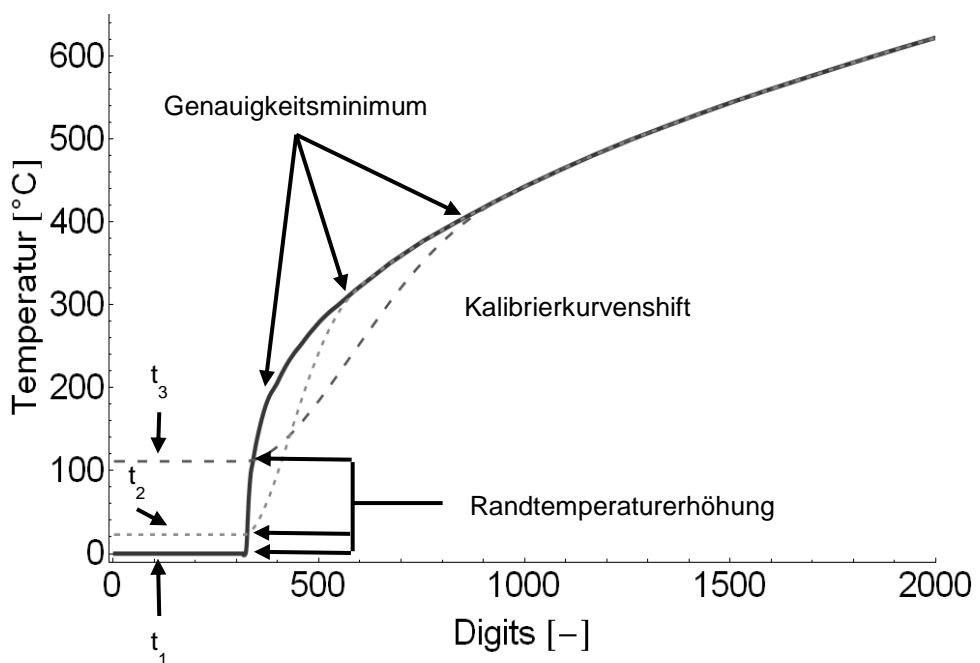


Abbildung 5.29: Korrektur der aufgenommenen Kalibrierkurve (Kurve 1 $t_1 = 0$ ms) aus Kapitel 5.2.1 durch Randtemperaturerhöhung und Kalibrierkurvenshift als Funktion der Zeit zu den Versuchszeiten $t_2 = 100$ ms (Kurve 2) sowie $t_3 = 455$ ms (Kurve 3).

Durch die beschriebenen Korrekturen ist es möglich, die ausgegebenen Digits der HF-IR Kamera in Temperaturen umzurechnen. In Abbildung 5.30 sind die Aufnahmen aus Abbildung 5.25 mit den entwickelten Korrekturverfahren von Digits in Temperaturen umgerechnet worden. Der Thermoschockversuch aus Abbildung 5.25 ist zu sechs

repräsentativen Zeiten dargestellt. In dieser Abbildung sind mit zunehmender Versuchszeit die erhöhte Randtemperatur sowie ein Temperaturplateau in der Probenmitte zu erkennen. Dieser Temperaturverlauf entspricht dem theoretischen Verlauf in Abbildung 5.22. Durch die Kenntnis der Koordinaten von Probenmitte und Probenrand im Infrarotbild ist eine radialsymmetrische Darstellung möglich.

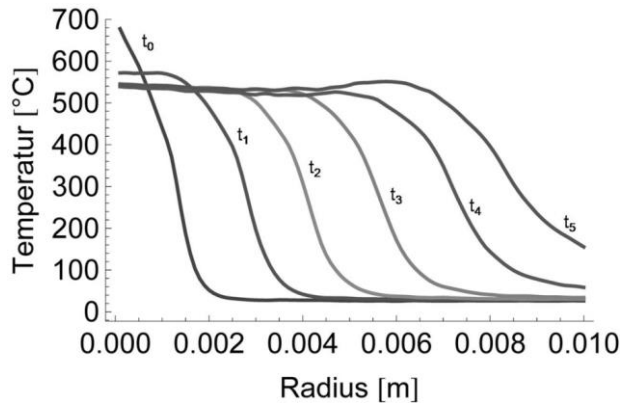


Abbildung 5.30: Sechs repräsentative Zeitintervalle eines SSiC Thermoschockversuches; Temperatur in °C als Funktion des Radius r in m: $t_0 = 0$ ms, $t_1 = 64$ ms, $t_2 = 128$ ms, $t_3 = 192$ ms, $t_4 = 256$ ms und $t_5 = 320$ ms. Die (korrigierte) Randtemperatur erhöht sich mit steigender Versuchszeit.

Die Mittelwerte der Plateautemperaturen aller Werkstoffe sind in Tabelle 5.7 dargestellt. Die Messunsicherheit der Temperaturbestimmung aus Kapitel 5.2.2 stimmt mit der Standardabweichung der Messergebnisse gut überein. Die Plateautemperatur während des Thermoschockversuches ist von der Versuchszeit unabhängig. Thermoschockversuche in Luft haben durch Konvektionskühlung im Mittel eine geringfügig niedrigere Plateautemperatur als Versuche mit gleichen Belastungsparametern in Vakuum. Die jeweilige Versuchszeit ist dementsprechend länger.

Tabelle 5.7: Mittelwerte der Plateautemperaturen aller Werkstoffe zum Zeitpunkt des Probenbruches mit Standardabweichung, Minimal- und Maximalwert sowie der Messunsicherheit der Temperaturbestimmung aus Kapitel 5.

Werkstoff	SSiC		PSZ		Korund		Al ₂ O ₃ /Ti(O,C)-ZrO ₂
	Vakuum	Luft	Vakuum	Luft	Vakuum	Luft	
Mittelwert der Plateautemperatur [°C]	549 ± 14	543 ± 10	395 ± 12	391 ± 11	168 ± 6	163 ± 6	240 ± 6
Messunsich. [K]	± 15	± 15	± 12	± 12	± 5	± 5	± 7
Min [°C]	533	525	375	369	140	138	215
Max [°C]	579	561	415	411	188	179	259
Anz. d. Versuche	25	23	12	25	27	26	30

5.2.5 Ermittlung der Thermoschockspannungen

Die Berechnung der Spannungen für Thermoschockversuche in tangentialer und radialer Richtung wurde in Kapitel 2.3 erläutert und wird nun hier um die Temperaturabhängigkeiten der Parameter Ausdehnungskoeffizient und Elastizitätsmodul erweitert. Ausgehend von Gl. (2.11) und Gl. (2.12) ergibt sich für die Tangential- und Radialspannung:

$$\sigma_{\theta\theta}(r, t) = E(T(r)) \left[-\alpha(T(r))T(r) + \frac{1}{R^2} \int_0^R \alpha(T(r))T(r)r \cdot dr + \frac{1}{r^2} \int_0^r \alpha(T(r))T(r)r \cdot dr \right] \quad (5.2)$$

$$\sigma_{rr}(r, t) = E(T(r)) \left[\frac{1}{R^2} \int_0^R \alpha(T(r))T(r)r \cdot dr + \frac{1}{r^2} \int_0^r \alpha(T(r))T(r)r \cdot dr \right] \quad (5.3)$$

In Abbildung 5.31 ist beispielhaft die Tangential- bzw. Radialspannung eines SSiC Thermoschockversuches bei 400 W, berechnet nach Gl. (5.2) und Gl. (5.3), dargestellt. Beide Kurven verlaufen wie in Kapitel 2.3 beschrieben (vgl. Abbildung 2.6). Alle durchgeführten Versuche wurden in dieser Weise ausgewertet.

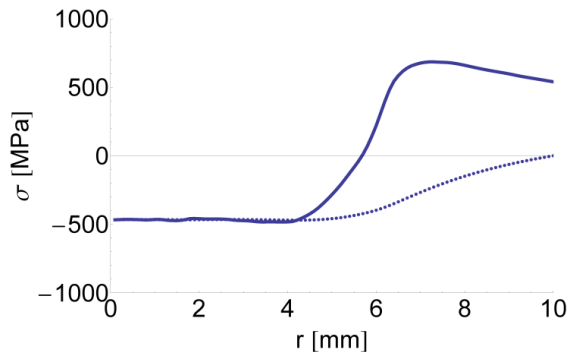


Abbildung 5.31: Tangentialspannung (durchgezogene Kurve) und Radialspannung (gestrichelte Kurve) eines Thermoschockversuches an SSiC bei 400 W nach 455 ms.

Die berechneten maximalen Tangentialspannungen aller Versuche werden einer statistischen Betrachtung unterworfen, (vgl. Gl. (2.13)). Die statistische Auswertung der Thermoschockversuche ist beispielhaft für SSiC in Abbildung 5.32 in Form eines Weibull-Plots dargestellt. Dabei ist F die Versagenswahrscheinlichkeit bei der Spannung σ_{TS} (Gl. (2.13)), σ_0 die charakteristische Thermoschockfestigkeit und m der Weibull-Modul. Dieser lässt sich als Steigung der Geraden im Weibull-Diagramm bei einer Auftragung von $\ln(\ln(1/(1-F)))$ gegen $\ln(\sigma_{TS})$ bestimmen. Auf die statistische Auswertung wird in Kapitel 6 noch näher eingegangen.

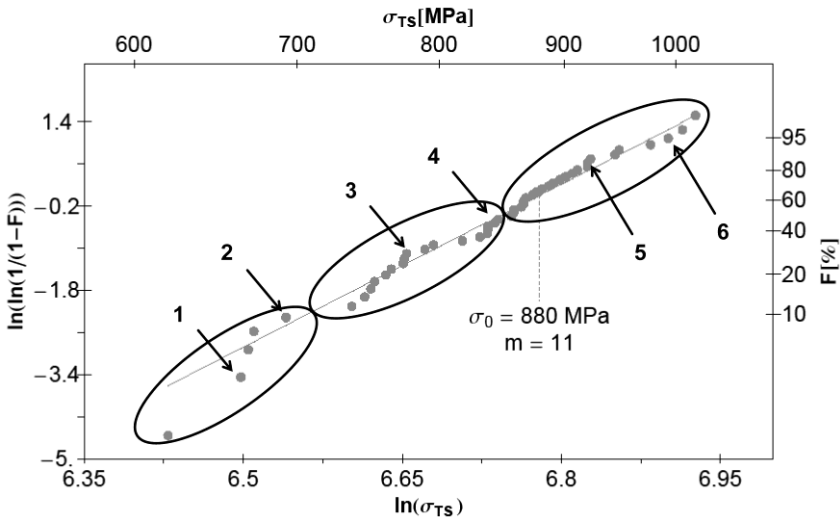


Abbildung 5.32: Weibull-Plot der zusammengefassten Thermoschockergebnisse von SSiC Versuchen in Vakuum und Luft in einem Plot sowie Einteilung der Einzelfestigigkeiten σ_{TS} in drei Festigkeitsgruppen [99] (vgl. Kapitel 5.3).

Die statistische Auswertung der Thermoschockversuche nach DIN EN 843-5 [60] ist ein vereinfachtes Verfahren zur Analyse der statistischen Streuung. Dabei wird von jeder Probe einer Prüferie die maximal auftretende Zugspannung (Tangentialspannung) zum Zeitpunkt des Probenbruchs als versagensrelevante Spannung in die MLH-Funktion aus Kapitel 2.5 eingesetzt. Diese Auswertung entspricht dem Stand der Literatur hinsichtlich der statistischen Analyse von Thermoschockversuchen und wurde daher auch in dieser Arbeit als erster Ansatz durchgeführt und als Methode der „maximalen Tangentialspannung“ bezeichnet. Die Ergebnisse der statistischen Auswertung der einzelnen Thermoschockfestigkeiten der untersuchten Werkstoffe in den Medien Vakuum und Luft sind in Tabelle 5.8 zusammengefasst.

Tabelle 5.8: Weibull Parameter der getesteten Werkstoffe bestimmt nach DIN EN 843-5.

Werkstoff	SSiC		PSZ		Korund		Al ₂ O ₃ /Ti(O,C)-ZrO ₂
	Vakuum	Luft	Vakuum	Luft	Vakuum	Luft	Vakuum
σ_0 [MPa]	895	862	641	584	382	392	444
m [-]	10	11	7	8	4	4	10

SSiC zeigt mit 895 MPa (Vakuum) bzw. 862 MPa (Luft) die höchste charakteristische Thermoschockfestigkeit. Ursächlich für so hohe induzierte Thermoschockspannungen ist der hohe Temperaturgradient (d.h. Differenz zwischen Mittelwert der Plateautemperatur und RT) von über 500 K (Tabelle 5.7). Dieser führt zusammen mit dem hohen Elastizitätsmodul (Tabelle 5.2) zu hohen Spannungen, obwohl der Ausdehnungskoeffizient der geringste von allen vier untersuchten Werkstoffen ist.

Korund zeigt die niedrigste charakteristische Thermoschockfestigkeit von 392 MPa (Luft) bzw. 382 MPa (Vakuum). Die Ursache der niedrigen Thermospannungen liegt in dem niedrigen Temperaturgradienten obwohl Korund vergleichsweise hohe Werte für den E-Modul und den Ausdehnungskoeffizienten aufweist (Gleichung 5.4).

5 Ergebnisse und Diskussion

$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}(\text{O},\text{C})\text{-ZrO}_2$ hat einen mit Korund vergleichbaren Elastizitätsmodul, einen 30 % höheren Ausdehnungskoeffizienten sowie einen höheren Temperaturgradienten von ca. 215 K und zeigt daher eine höhere charakteristische Thermoschockfestigkeit als Korund. Zusätzlich kann der im Kapitel 5.1.1.2 beschriebene spannungsinduzierte Umwandlungsmechanismus von ZrO_2 für die hohe Festigkeit ursächlich sein. Dieser Analogie folgend, sollte sich der spannungsinduzierte Umwandlungsmechanismus positiv auf die charakteristische Festigkeit von PSZ auswirken. PSZ zeigt jedoch nur Werte von 641/584 MPa (Vakuum/Luft). Der erwartete Umwandlungsmechanismus wirkte sich jedoch schon bei den Biegeversuchen nicht festigkeitssteigernd aus. Die Ursache dafür wurde in Kapitel 5.1.1.2 diskutiert. Die dennoch hohe Thermoschockfestigkeit ist auf den hohen Temperaturgradienten von ca. 380 K zurückzuführen.

Betrachtet man die in Tabelle 5.8 dargestellten Weibull-Moduli, stellt man fest, dass es keinen Einfluss des verwendeten Mediums gibt. SSiC und $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}(\text{O},\text{C})\text{-ZrO}_2$ zeigen mit 11 bzw. 10 den höchsten Weibull-Modul, Korund mit einem Wert von 4 den geringsten Modul und PSZ liegt mit einem Wert von 7 dazwischen. Korund weist im Medium Luft eine um 2 % höhere charakteristische Festigkeit als im Vakuum auf, was statistisch nicht relevant ist. Die charakteristische Festigkeit σ_0 ist bei den untersuchten Werkstoffen SSiC und PSZ im Medium Luft geringer als in Vakuum. SSiC zeigt einen Festigkeitsabfall von 4 %, welcher ebenfalls nicht signifikant ist. Dieser geringe Festigkeitsabfall ist auf die experimentelle Methode zurückzuführen. Bei Versuchen in Luft ist bedingt durch die bessere Kühlleistung von Luft im Gegensatz zu Vakuum die mittlere Versuchsdauer bei allen untersuchten Werkstoffen länger (Tabelle 5.6). Damit ergibt sich bei Versuchen in Luft eine geringere mittlere Plateautemperatur (Tabelle 5.7) als bei Versuchen in Vakuum, was wiederum zu geringeren induzierten Spannungen führt. PSZ hingegen weist bei Versuchen in Luft einen Abfall der Festigkeit von 9 % auf. Dieser signifikante Abfall kann nicht auf die zuvor genannten Effekte zurückgeführt werden. Eine Analyse der Ursache der geringeren Festigkeit von PSZ bei Versuchen in Luft steht noch aus.

Der Werkstoff mit dem höchsten Widerstand gegen Thermoschock ist nach der statistischen Auswertung SSiC, wohingegen Korund die geringste Thermoschockfestigkeit aufweist. PSZ und $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}(\text{O},\text{C})\text{-ZrO}_2$ liegen dazwischen. Die Ergebnisse für SSiC und Korund stimmen tendenziell mit Literaturquellen (Tabelle 2.1) überein [10, 16, 32, 55]. Für die hier durchgeführte Analyse war die Ermittlung von temperaturabhängigen Materialkennwerten wie Elastizitätsmodul und thermischer Ausdehnungskoeffizient notwendig. Weiterhin wurde die Kalibrierung der HF-IR Kamera für jeden Werkstoff durchgeführt, um die radialsymmetrische Temperaturverteilung zu ermitteln. Die Bestimmung dieser Temperaturverteilung stellte einen großen Anspruch an die Experimente dar. Die statistische Auswertung der einzelnen Thermoschockfestigkeiten erfolgte mit der MLH-Funktion. Dabei wurde die zum Bruchzeitpunkt auftretende maximale Tangentialspannung als kritische Spannung und somit als Ausfallkriterium verwendet. Die ausgegebenen Parameter Weibullmodul und charakteristische Festigkeit dienen zur Bewertung der Thermoschockbeständigkeit der einzelnen Werkstoffe. Hinsichtlich der Bestimmung von Thermoschockfestigkeiten konnte bisher gezeigt werden, dass Werkstoffe, die in ihren mechanischen und optischen Eigenschaften unterschiedlich sind, erfolgreich getestet werden können. Eine wissenschaftliche Untersuchung der Thermoschockversuche unter Berücksichtigung von thermoschockspezifischen Fragestellungen wird nachfolgend durchgeführt.

5.2.6 Berechnung der Energie zum Bruchzeitpunkt

Eine weitere Analyse des versagensauslösenden Belastungszustandes kann mit Hilfe einer Energiebetrachtung durchgeführt werden. Die zuvor betrachteten Spannungshypothesen aus Kap. 2.6 sollen nun durch eine Energiehypothese erweitert

werden. Hintergrund dieses Ansatzes ist die Tatsache, dass verschiedene Spannungshypothesen zu unterschiedlichen Ergebnissen führen [34]. Daher stellt eine Energiehypothese genau wie die bisher verwendeten Spannungshypothesen eine weitere Möglichkeit der Auswertung von Thermoschockversuchen dar. In diesem Abschnitt wird der Gedanke aus Kapitel 2.4.1 realisiert, in dem eine von außen auf ein Bauteil wirkende mechanische Energie in Form von elastischer Energie gespeichert wird. Wenn diese elastisch gespeicherte Energie, die Energie, die zur Schaffung neuer Oberflächen benötigt wird, übersteigt, wird sie durch Risswachstum abgebaut. Es wird unterstellt, dass weder unterkritisches Risswachstum (aufgrund der sehr kurzen Belastungszeit) noch Abbau der elastischen Energie durch Umwandlung (z.B. chemische Reaktionen oder Erwärmung durch Druck) stattfindet. Im Fall des Thermoschocks wird die von außen wirkende Energie durch Wärmedehnung induziert. Diese thermischen Dehnungen während des Thermoschockversuches werden in der Probe als elastische Energie gespeichert [7], die sich mit fortschreitender Versuchszeit ändert. Die gespeicherte elastische Energiedichte w_{el} berechnet sich ausgehend von den im Kapitel 2.3 berechneten Spannungen nach folgender Gleichung [131]:

$$w_{el}(r, t) = \frac{1}{2} \left[\frac{1 + \nu}{E(T(r, t))} (\sigma_{\theta\theta}^2(r, t) + \sigma_{rr}^2(r, t)) - \frac{\nu}{E(T(r, t))} (\sigma_{\theta\theta}(r, t) + \sigma_{rr}(r, t))^2 \right] \quad (5.4)$$

Unter Berücksichtigung der scheibenförmigen Probengeometrie mit der Probendicke d kann zu jeder Zeit die jeweils gespeicherte elastische Energie W_{el} als Funktion des Radius berechnet werden.

$$W_{el}(r, t) = 2\pi d \int_0^R \left[\frac{1 + \nu}{2 E(T(r, t))} (\sigma_{\theta\theta}^2(r, t) + \sigma_{rr}^2(r, t)) - \frac{\nu}{E(T(r, t))} (\sigma_{\theta\theta}(r, t) + \sigma_{rr}(r, t))^2 \right] dr \quad (5.5)$$

Die gespeicherte elastische Energie wird durch Integration aus den Verläufen der Spannungen berechnet. Dabei fließen im ersten Term nach dem Integral die Druckspannungen durch das Quadrat in die Gesamtenergie ein und im zweiten Term reduzieren die negativen Spannungen die elastische Energie. Da Druckspannungen nicht versagensrelevant sind, wird der Spannungsverlauf hinsichtlich der elastisch gespeicherten Energie nur berücksichtigt, wenn die Spur der Spannungsmatrix in Gl. (2.9) positiv ist, d.h. es gehen in die Energieberechnung nur diejenigen Spannungsanteile (Tangential plus Radial) ein, deren Summe positiv ist. In Bereichen hoher (negativer) Druckspannungen und kleiner (positiver) Zugspannungen ist die Summe der Spannungen und damit die berechnete elastisch gespeicherte Energie negativ. Druckspannungen bzw. negative elastische Energie führen jedoch nicht zu einer Probenschädigung. Bei Einbeziehung negativer Energieanteile in einem Energieintegral würden die negativen Anteile einen positiven (schädigenden) Einfluss ausgleichen und damit zu einer abgeschwächten bzw. verfälschten Betrachtung führen. Daher werden nur positive Spannungen ($\sigma_{\theta\theta} + \sigma_{rr} > 0$) in die Berechnung der elastisch gespeicherten Energie einbezogen:

$$\tilde{W}(r, t) = \begin{cases} 0, & \text{wenn } \sigma_{\theta\theta}(r, t) + \sigma_{rr}(r, t) \leq 0 \\ W_{el}, & \text{wenn } \sigma_{\theta\theta}(r, t) + \sigma_{rr}(r, t) > 0 \end{cases} \quad (5.6)$$

5 Ergebnisse und Diskussion

Die lokale Belastung eines Teiles des Probenvolumens, die Energiedichte, nimmt mit der Versuchszeit zu (Abbildung 5.33). Die für Thermoschockexperimente beschreibende Hüllkurve (dicke Linie) aus Abbildung 5.33 wird durch Gl. (5.7) beschrieben.

$$\hat{w}(r) = \max_{0 \leq t \leq t_B} \tilde{w}(r, t) \quad (5.7)$$

Die Energiedichte wird nach Gl. (5.4) aus den Tangential- und Radialspannungen berechnet.

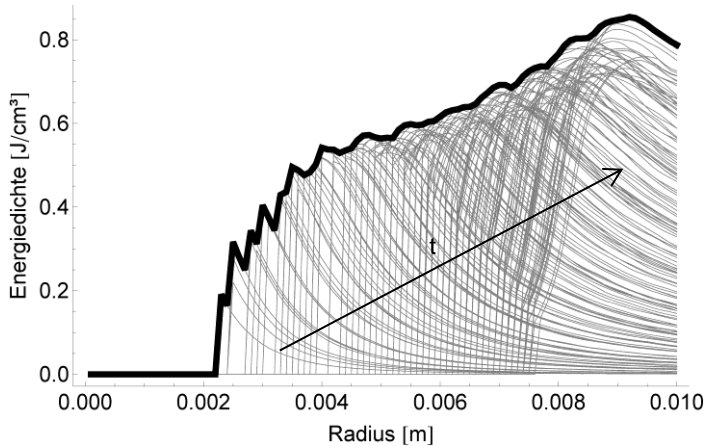


Abbildung 5.33: Energiedichte als Funktion des Probenradius über ausgewählte Versuchszeiten bis zum Bruch. Die jeweiligen Energiedichtemaxima für einen Punkt des Radius sind durch die dickere Linie gekennzeichnet und werden als Hüllkurve der Energiedichte bezeichnet. Die Abbildung zeigt den Thermoschockversuch aus Abbildung 5.34.

Die Energiedichte zum Zeitpunkt des Probenbruches berechnet sich aus der Radial- und Tangentialspannungsverteilung nach Gl. (5.4). Somit spiegelt die Energiedichte als Bruchkriterium den gesamten in der Probe auftretenden Spannungszustand wider (d.h. Tangential- und Radialspannungen), während das Bruchkriterium „maximale Tangentialspannung“ (Gl. (2.13)) das Vorhandensein bzw. den Verlauf der Radialspannungen vernachlässigt. Dieser Ansatz als Versagenshypothese wurde bisher so nicht betrachtet und ist neben den in Kap. 2.6 genannten spannungsabhängigen Versagenshypothesen eine weitere Möglichkeit, den Belastungszustand einer Probe zu beschreiben. Das nun hier eingeführte Versagenskriterium "elastisch gespeicherte Energiedichte" stellt somit eine Alternative zum Kriterium der maximalen Tangentialspannungen aus Kapitel 2.3 dar. Ein Vergleich einer Serie von Thermoschockversuchen mit Literaturwerten ist nahezu ausgeschlossen, da keine Quelle bis dato die elastisch gespeicherte Energiedichte als Versagenskriterium angewendet hat und im Ingenieurbau die Energiedichte keine gängige Auslegungsgröße ist.

Die gesamte, über den Probenradius integrierte, elastisch gespeicherte Energie wird in Abbildung 5.34 als Funktion der Zeit dargestellt. Bei Erreichen eines kritischen Wertes der Energiedichte findet das Probenversagen statt. Bruch tritt ein, wenn

$$\hat{w}(r) \geq w_c \quad (5.8)$$

mit w_c als kritischer Energiedichte. Die zu diesem Zeitpunkt freiwerdende Energie wird in Wärme, Körperschall und kinetische Energie sowie in Oberflächenenergie umgewandelt. Die Größe der jeweiligen Anteile der einzelnen Energieformen an der Gesamtenergie, die

sog. Energieumsetzungsrate, ist unbekannt. Dieser Faktor (die Energieumsetzungsrate liegt zwischen null und eins) bestimmt den Teil der Energie, der z. B. zur Schaffung neuer Oberflächen (Bruchflächen) beiträgt [7].

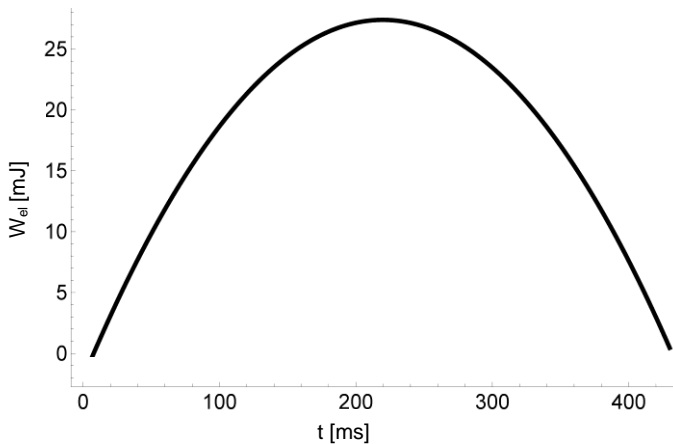


Abbildung 5.34: Berechneter, geglätteter Verlauf der für das Versagen relevanter gespeicherten elastischen Energie als Funktion der Versuchszeit (bis zum Probenbruch) eines Thermoschockversuches an SSiC.

Die elastisch gespeicherte Energie in Abbildung 5.34 nimmt mit zunehmender Versuchszeit bis zu einem Energiemaximum zu. Bei fortschreitender Versuchszeit fällt die elastisch gespeicherte Energie bis zum Versuchsende wieder ab. Der Verlauf der gespeicherten elastischen Energie bei fortschreitender Belastung (abfallende Energie) resultiert aus der Abnahme des unter Zugspannung stehenden Volumens bei steigender lokaler Energiedichte (Energie pro Volumen). Daraus resultierend fällt die gesamte elastisch gespeicherte Energie der Thermoschockscheibe, wobei ein Probenbereich (der Rand) hoher lokaler Energiedichte ausgesetzt ist. Die Gesamtenergie gibt keinen Aufschluss über eine mögliche lokale Überbeanspruchung und kann somit nicht als Bruchkriterium dienen.

Um dennoch die ermittelten Energien in Relation setzen zu können, wird nachfolgend ein Thermoschockversuch einem 4-Punkt-Biegeversuch gegenübergestellt. In Abbildung 5.35 ist die elastisch gespeicherte Energie eines Biegeversuches dargestellt Gl. (5.9).

$$W(x, y, z, t) = \int_V \frac{1}{2} \left[\frac{1+\nu}{E} \sigma_{4PB}^2(x, t) - \frac{\nu}{E} \sigma_{4PB}^2(x, t) \right] dV \quad (5.9)$$

Im Gegensatz zum Thermoschockversuch steigt beim 4-Punkt-Biegeversuch die gespeicherte Energie mit der Versuchszeit bzw. der Durchbiegung bis zum Probenbruch immer an (Abbildung 5.34 – die gespeicherte Energie einer Thermoschockscheibe fällt mit der Zeit nach Erreichen eines Maximums wieder ab). Da gemäß Gl. (5.9) die elastisch gespeicherte Energie immer positiv sein muss, entfällt für den Biegeversuch die Unterscheidung nach Gl. (5.6).

Weiterhin unterscheidet sich der 4-Punkt-Biegeversuch vom Thermoschockversuch hinsichtlich der Energiedichte. Diese ist in der Randfaser zwischen den inneren Auflagern konstant, da der Spannungsverlauf in diesem Bereich homogen ist. Bei 4-Punkt-Biegeversuchen ist der Verlauf ($f(t)$) der Energiedichte (in der Randfaser) mit dem Verlauf der Energie ($f(t)$) identisch.

5 Ergebnisse und Diskussion

Der Betrag der Energien beim Thermoschock ist mit den Biegeversuchen vergleichbar. Beide Versuche haben ein Maximum der gespeicherten Energie von wenigen Millijoule (mJ).

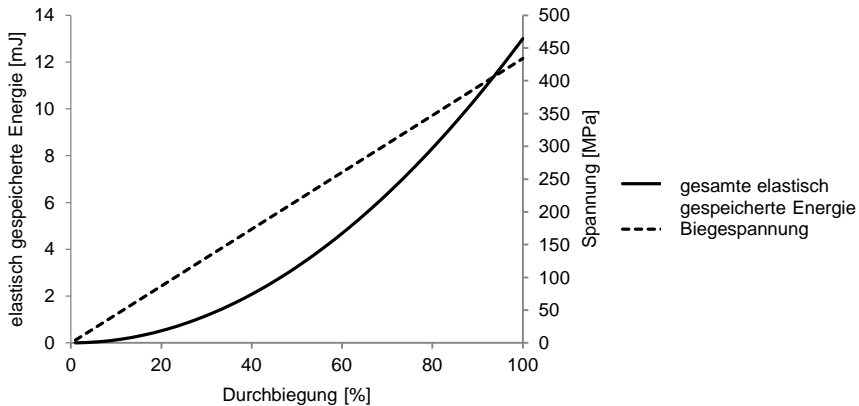


Abbildung 5.35: Berechnete, gespeicherte elastische Energie und Randfaserspannung als Funktion der Durchbiegung eines Biegeversuches an SSiC.

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass die Energie für den 4-Punkt-Biegeversuch im Gegensatz zum Thermoschockversuch als Bruchkriterium geeignet ist.

5.3 Fraktographie

Nach der Ermittlung der Thermoschockfestigkeiten und ihrer statistischen Auswertung wurden alle Proben einer visuellen Untersuchung hinsichtlich ihres Bruchmusters unterzogen. Typische Bruchmuster sind in Abbildung 5.36 dargestellt. Für diese Darstellung wurden jeweils zwei Vertreter aus den Bereichen niedriger, mittlerer und hoher Bruchfläche (Risslänge x Probendicke x 2) ausgewählt. Die Zunahme der Bruchfläche der Proben 1 bis 6 ist an der zunehmenden Risslänge zu erkennen. Neben der Bruchfläche als quantitativen Bruchmerkmal sind Rissverzweigungen, wie sie bei den Proben 3 bis 6 zu beobachten sind, ein wichtiger Befund, da Rissverzweigungen zum Bruchsprung hinführen und wichtige Rückschlüsse auf den versagensauslösenden Spannungszustand geben können [7, 99, 132]. Die Bruchsprünge sind in Abbildung 5.36 mit Pfeilen gekennzeichnet.

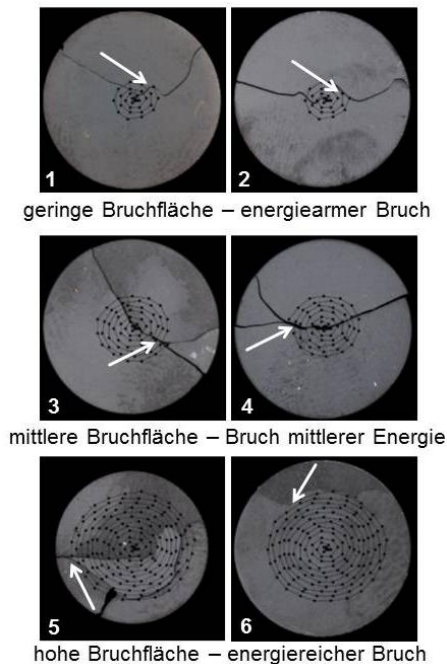


Abbildung 5.36: Bruchmuster, Bruchursprung (Pfeil) und Laserspotpositionen (überlagerte Darstellung) ausgewählter Proben [99].

Die Proben mit niedriger, mittlerer und hoher Bruchfläche wurden hinsichtlich ihrer Thermoschockfestigkeit qualitativ in Gruppen eingeteilt. Die Einteilung erfolgte empirisch und ist beispielhaft in Abbildung 5.32 an SSiC Thermoschockversuchen dargestellt. Die anderen drei Werkstoffe zeigen ähnliche Bruchmuster, teilweise jedoch mit über 20 Bruchstücken, sodass ihre lückenlose Zusammensetzung erschwert war.

Proben mit niedriger Bruchfläche besitzen eine niedrige maximale Tangentialspannung und umgekehrt. Die maximale Tangentialspannung der Proben und die nach dem Probenbruch entstandene Bruchfläche korrelieren.

Die Berechnung der elastisch gespeicherten Energie einer Thermoschockprobe während des Versuches wurde in Kapitel 5.2.6 beschrieben. In Abbildung 5.37 ist die nach dem Probenbruch entstandene Bruchfläche in Abhängigkeit von der elastisch gespeicherten Energie zum Zeitpunkt des Versagens aufgetragen. Die in Abbildung 5.32 und Abbildung 5.36 gekennzeichneten ausgewählten Proben sind markiert. Die Bruchfläche wurde durch die optische Vermessung der Risslänge und Multiplikation mit der zweifachen Probendicke, quantitativ bestimmt. Die Risslängenmessung erfolgte ausgehend von fotografischen Aufnahmen der zusammengesetzten Probenscheiben durch „Nachfahren“ der Risskontur. Abbildung 5.37 verdeutlicht, dass bei Proben mit kleinen Beträgen der bei Probenbruch freiwerdenden elastischen Energie nur wenig Bruchfläche entsteht. Bei Proben mit hohen Beträgen der gespeicherten elastischen Energie entsteht sowohl viel als auch wenig Bruchfläche, da der Anteil anderer bei Probenbruch freiwerdender Energien wie z. B. Wärme, Körperschall oder kinetische Energie variiert. In keinem Fall wird beobachtet, dass geringe Energiebeträge viel Bruchfläche erzeugen.



Abbildung 5.37: Rissoberfläche als Funktion der elastisch gespeicherten Energie von SSiC [99].

In [23, 132] werden Brüche von keramischen Biegeproben nach Versagen in Vier-Punkt-Biegeanordnung in Niedrig-, Mittel- und Hochenergiebruch eingeteilt. In Abbildung 5.38 sind die drei zugehörigen Bruchmuster schematisch dargestellt. Bei allen Proben geht der Bruch von der mit dem Pfeil gekennzeichneten Stelle an der Probenunterseite aus, da die Biegebelastung einen Spannungszustand erzeugt, der durch ein Zugspannungsmaximum an der Probenunterseite und Druckspannungen an der Probenoberseite gekennzeichnet ist. Mit zunehmender Energie bzw. Festigkeit nehmen die Risslänge und damit die erzeugten Bruchoberflächen zu. Diese Beobachtung an keramischen Werkstoffen konnte bei der Untersuchung von thermisch belasteten Glasplatten bestätigt werden. Dabei wurden Glasplatten mit einem Brenner in der Probenmitte erhitzt, während der Probenrand kalt blieb [132]. Bei Proben mit niedriger Festigkeit trat der Bruch in einer ähnlichen Erscheinungsform auf wie bei den Proben 1 und 2 in Abbildung 5.36 bei energiearmem Bruch. Glasplatten mit hoher Festigkeit zeigen ein vergleichbares Bruchbild wie die Thermoschockproben 5 und 6 bei energiereichem Bruch. Für verschiedene Festigkeitsprüfverfahren einschließlich der Thermoschockprüfung kann damit verallgemeinernd festgestellt werden, dass ausgehend von den sich einstellenden Bruchmustern ein Rückschluss auf das Festigkeitsniveau der Proben möglich ist. Proben, bei denen im Versagensfall viel Bruchfläche entsteht, haben einen hohen Betrag elastischer Energie gespeichert und erreichen deutlich höhere Festigkeitswerte als Proben mit wenig Bruchfläche.

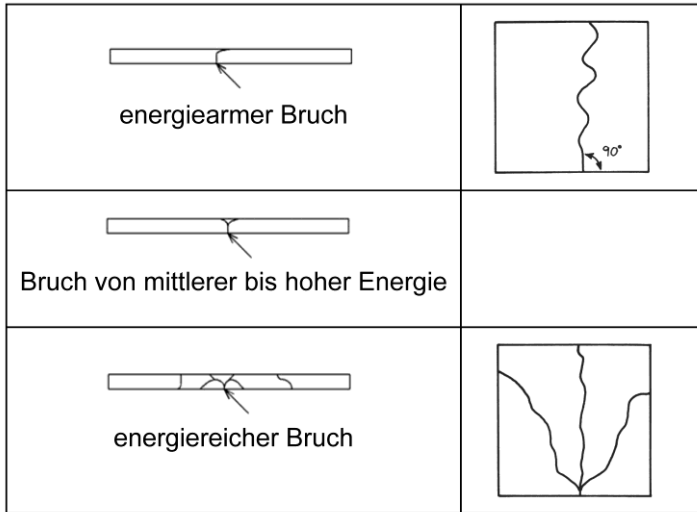


Abbildung 5.38: Schematische Bruchbilder von Vier-Punkt-Biegeproben und Glasplatten [23, 132].

Bei einer Überlagerung der Laserspiralen mit den Bruchmustern der Thermoschockscheiben in Abbildung 5.36 wird deutlich, dass der mit Pfeilen gekennzeichnete Bruchursprung und die Position des Laserspots zum Bruchzeitpunkt oft korrelieren. Bei genaueren Untersuchungen ergab sich, dass der Bruchursprung zum Bruchzeitpunkt mehrheitlich neben (oder in radialer Richtung vor) dem Laserspot zu finden war. Es ist folglich davon auszugehen, dass die durch den Laserspot verursachte Temperaturüberhöhung bzw. die daraus resultierende Spannungsüberhöhung versagensrelevant ist. Die bisherige Auswertung der radialsymmetrischen Temperatur- und Spannungsverteilung berücksichtigt diesen Umstand allerdings nicht. Daher wird in Kapitel 6 die Spannungsüberhöhung durch eine Finite-Elemente Betrachtung untersucht. Voraussetzung einer solchen Betrachtung ist die Kenntnis der Temperaturverteilung an jedem Ort und zu jedem Zeitpunkt des Thermoschockversuches. Die dafür notwendige Ermittlung der zweidimensionalen Temperaturverteilung wird im nächsten Kapitel erläutert.

5.4 Zweidimensionale Temperaturverteilung

Die radialsymmetrische Darstellung aus Abbildung 5.30 lässt sich mit den beschriebenen Methoden aus Kapitel 5.2.4.3 und aus den Infrarot-Rohdaten in eine zweidimensionale Temperaturverteilung umrechnen. Die Temperatur in Dickenrichtung wird als konstant angesehen. Durch die Kenntnis der Koordinaten der Probenmitte und des Probenrandes ist es möglich, die Temperaturverteilung in Zylinderkoordinaten darzustellen (Abbildung 5.39). In dieser Darstellungsform ist die Temperaturüberhöhung des Laserspots zu erkennen. Die dreidimensionalen Temperaturverteilungen basieren wie die radialsymmetrischen Profile auf den gleichen Rohdaten. Daher sind die Plateautemperaturen und die Temperaturgradienten in Richtung Probenrand identisch. Durch die dreidimensionale Betrachtung der Temperaturverteilung wird aber die lokale Temperaturüberhöhung durch den Laserspot mitberücksichtigt. Die Laserspottemperaturen zum Bruchzeitpunkt aller Werkstoffe sind in Tabelle 5.9 dargestellt. Die Standardabweichung der Laserspottemperaturen ist geringer als die Messunsicherheit der Temperaturbestimmung aus Kapitel 5.2.2 (vgl. Tabelle 5.5).

5 Ergebnisse und Diskussion

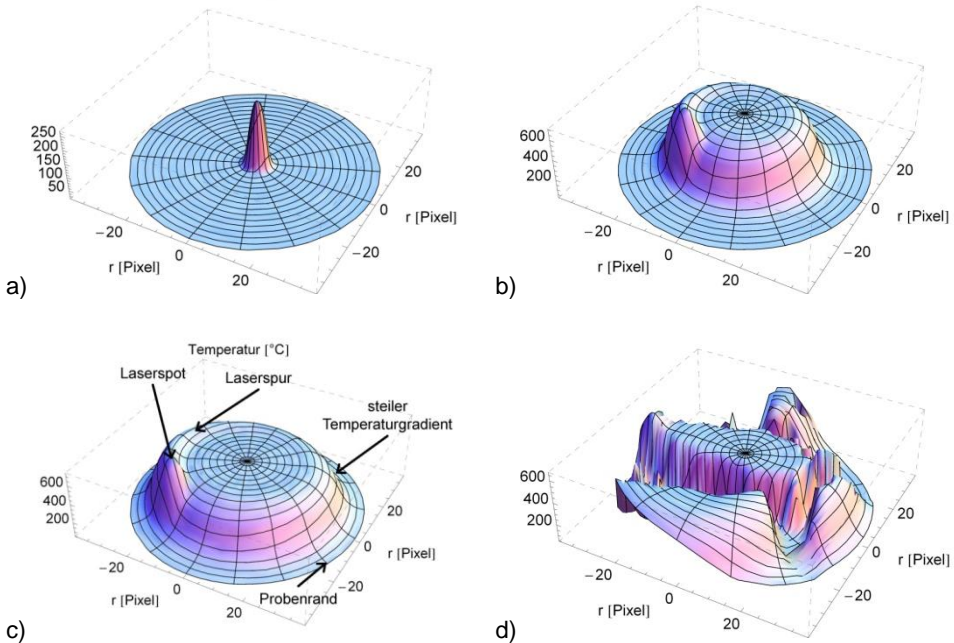


Abbildung 5.39: Vier repräsentative Zeitintervalle eines Thermoschockversuches an SSiC; Radius r in Pixel der HF-IR-Kamera, in z Richtung die Temperatur in $^{\circ}\text{C}$: a) $t=0$ ms, b) $t=162$ ms, c) $t=282$ ms und d) $t=t_{\text{Bruch}}=324$ ms (Laserleistung 400 W, Vakuum).

Die Temperatur im Laserspot bei Versuchen in Luft stimmt mit der von Vakuumversuchen überein. Die Laserspottemperaturüberhöhung ist je nach Werkstoff unterschiedlich ausgeprägt. Bei SSiC, PSZ und Korund ist die Spottemperatur um das 1,25 fache höher, als die jeweiligen Plateautemperaturen (Tabelle 5.7 in Kapitel 5.2.4.4). Bei $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}(\text{O,C})\text{-ZrO}_2$ erreicht die Überhöhung den Faktor 1,5, was auf die optischen und thermischen Eigenschaften (hoher Emissionskoeffizient und niedrige Wärmeleitfähigkeit) zurückgeführt werden muss.

Tabelle 5.9: Mittelwerte der Laserspottemperaturen aller Werkstoffe zum Zeitpunkt des Probenbruches mit Standardabweichung, Minimal- und Maximalwert sowie der Messunsicherheit der Temperaturbestimmung aus Kapitel 5.2.2.

Werkstoff	SSiC		PSZ		Korund		$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}(\text{O,C})\text{-ZrO}_2$
	Vakuum	Luft	Vakuum	Luft	Vakuum	Luft	
Medium	Vakuum	Luft	Vakuum	Luft	Vakuum	Luft	Vakuum
Mittelwert [$^{\circ}\text{C}$]	697 ± 8	695 ± 8	490 ± 5	488 ± 6	195 ± 3	194 ± 3	360 ± 4
Min [$^{\circ}\text{C}$]	681	680	482	479	191	189	354
Max [$^{\circ}\text{C}$]	712	712	501	500	201	198	367
Messunsich. [K]	± 20	± 20	± 13	± 13	± 5	± 5	± 11

Diese zweidimensionalen Temperaturverteilungen unterscheiden sich von den radialsymmetrischen Verteilungen aus Kapitel 5.2.4 durch die Berücksichtigung der

Temperaturüberhöhung des Laserspots (vgl. Abbildung 5.30 und Abbildung 5.39) und bilden den Ausgangspunkt für die nachfolgende zweidimensionale Spannungsanalyse.

6 Weiterentwicklung der Auswertung von Thermoschockversuchen

Im Kapitel 5.3 wurde ausgehend von fraktographischen Analysen festgestellt, dass der Bruchsprung mit dem Verweilort des Laserspots zum Bruchzeitpunkt korreliert. Eine mögliche Ursache dieses Zusammenhangs kann nur eine in der Nähe des Laserspots auftretende Spannungsüberhöhung sein. Diese "Spannungsspitze" muss folglich in der Spannungsberechnung berücksichtigt werden. Diese Problemstellung ist jedoch mit einem radialsymmetrischen analytischen Ansatz, wie er bisher verwendet wurde, nicht zu lösen.

Eine orts aufgelöste (2 dimensionale) Berechnung der Spannungsverteilung lässt die Ermittlung der zum Bruch führenden Spannungsspitze zu. Um diese Berechnung durchführen zu können, wurde die Methode der Finiten Elemente (FEM) eingesetzt [2, 124, 133-135]. Die FE-Berechnungen für die hier durchgeführten Untersuchungen wurden im Fachbereich 5.2 [136] durchgeführt. Es wurde eine Thermoschockscheibe mit Finiten Elementen mit dem FE-Programm ABAQUS/CAE 6.9 [137] vernetzt und die anschließende Belastungssimulation mit ABAQUS/Standard 6.9 [138] durchgeführt. Wie bei der analytischen Lösung wurden die Trägheitskräfte vernachlässigt, d. h. der Versuch wurde als quasi-statisch simuliert. Dabei wird die Temperaturverteilung der gesamten Probe eines Thermoschockversuches inkl. der Temperaturüberhöhung im Laserspot sowie der Laserspur berücksichtigt. Dieser Ansatz stellt eine Erweiterung der Analyse von Thermoschockversuchen dar.

6.1 Vernetzung

Die Thermoschockprobe wird als unendlich dünne Scheibe simuliert. Dazu wird die Probe in 10256 dreieckige, isoparametrische Elemente mit jeweils einem Schwerpunkt (Integrationspunkt) unterteilt. Es wurde die gesamte Scheibe vernetzt wie in Abbildung 6.1 dargestellt.

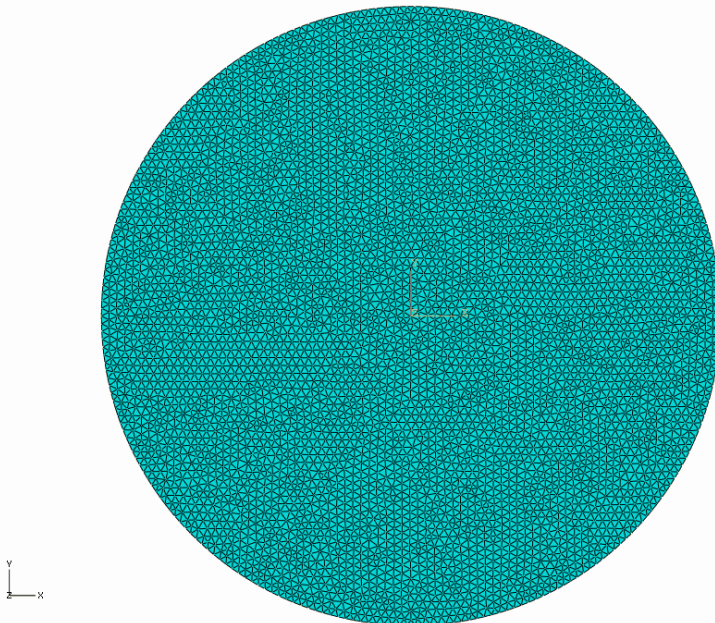


Abbildung 6.1: Vernetzung der Thermoschockscheibe in ABAQUS.

Jedes Element ist um ein Vielfaches kleiner als die Größe der durch die Auflösung der HF - IR Kamera ausgegebenen Pixel. Die Abweichung zwischen der simulierten Fläche der Scheibe und der durch die Kreisflächenformel berechneten Oberfläche beträgt 0,105 ‰.

6.2 Spannungsberechnung

Die zur Spannungsberechnung benötigten Größen wie Elastizitätsmodul, Schubmodul, Querkontraktionszahl, Dichte und Ausdehnungskoeffizient sind bekannt (Kapitel 5.1). Die Ausgabe der Temperatur an den Integrationspunkten zu jedem Zeitpunkt eines Versuches setzt die Kenntnis der Koordinaten des Probenmittelpunktes bzw. Probenrandes und eine Interpolation der Temperaturverteilung voraus. Eine Korrektur der durch den Kamerawinkel verursachten elliptischen Verzerrung der Infrarotbilder muss ebenfalls durchgeführt werden. Diese Korrekturmaßnahmen wurden in Kapitel 5.2.4.3 beschrieben. Die Aufbereitung und Weiterverarbeitung der Infrarotdaten erfolgte in MATHEMATICA [130].

Zur Berechnung des Spannungszustandes einer Thermoschockscheibe muss die Spannungsmatrix aus Gl. (2.10) durch die nun fehlende Radialsymmetrie um die beiden Schubspannungen $\sigma_{yx} = \sigma_{xy}$ erweitert werden und ergibt sich zu

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{xy} & \sigma_{xz} \\ \sigma_{yx} & \sigma_{yy} & \sigma_{yz} \\ \sigma_{zx} & \sigma_{yy} & \sigma_{zz} \end{bmatrix} \Rightarrow \begin{bmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{xy} & 0 \\ \sigma_{yx} & \sigma_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}. \quad (6.1)$$

Die Achsen des Koordinatensystems zur Beschreibung eines radialsymmetrischen Spannungsprofils sind Radius r und Winkel θ . Im nun nicht mehr achsensymmetrischen Fall wird x und y in Pixel anstelle von r und θ als Koordinaten der Scheibenebene gewählt. Die drei Spannungskomponenten aus Gl. (6.1) lassen sich durch Gl. (6.2) und Gl. (6.3) in Tangential- und Radialspannungen umrechnen.

$$\sigma_{\theta\theta}(x, y, t) = \frac{1}{x^2 + y^2} (y^2 \sigma_{xx} + x^2 \sigma_{yy} - 2xy \sigma_{xy}) \quad (6.2)$$

$$\sigma_{rr}(x, y, t) = \frac{1}{x^2 + y^2} (x^2 \sigma_{xx} + y^2 \sigma_{yy} + 2xy \sigma_{xy}) \quad (6.3)$$

Die Darstellung dieser Spannungen erlaubt einen qualitativen und quantitativen Vergleich der Spannungsverteilung einer Thermoschockscheibe aus der FE-Rechnung (Abbildung 6.2) sowie aus dem radialsymmetrischen Ansatz (Abbildung 6.3). Die durch die FE-Rechnung entstehenden Darstellungen sind quantitativ und qualitativ mit den analytisch berechneten radialsymmetrischen Spannungsprofilen aus Kapitel 5 ähnlich und ergeben keine signifikante Abweichung der Form der Tangential- und Radialspannung. Jedoch kann, wie erwartet, eine Spannungsüberhöhung in der Nähe des Laserspots durch die FE-Rechnung bestimmt werden. Die berechneten Spannungsprofile in Abbildung 6.2 berücksichtigen die Temperaturüberhöhung des Laserspots. Diese Überhöhung hat an der Stelle des Laserspots erhöhte Druckspannungen (durch Wärmedehnung) zur Folge. Sowohl die Tangential- als auch die Radialspannungen zeigen neben dem Laserspot eine Spannungsüberhöhung. In der Radialspannungsverteilung (Druck) erreicht diese Überhöhung jedoch den Nulldurchgang nicht und ist somit unschädlich. Die Tangentialspannungen neben dem Laserspot zeigen ein ausgeprägtes Zugspannungsmaximum, das mit dem Pfeil in Abbildung 6.2 gekennzeichnet ist.

Die Belastung der Thermoschockscheibe kann mit der FE-Methode wie im radialsymmetrischen Fall zeitabhängig beschrieben werden. Diese FE-Betrachtung erweitert die kritische Thermoschockbelastung um eine Dimension in der Ebene und berücksichtigt somit die zweidimensionale Spannungsverteilung. Zur Berechnung wird gemäß der Hauptspannungshypothese im ebenen Spannungszustand nur $\sigma_{\theta\theta}$

6 Weiterentwicklung der Auswertung von Thermoschockversuchen

herangezogen. Dies wird zur Vereinfachung angenommen, da die Schubspannung mehrere Größenordnungen kleiner als die Hauptspannung ist und die Probe in Dickenrichtung so gut durchwärmt wird, dass keine Spannungen durch einen Temperaturgradienten in dieser Richtung entstehen können.

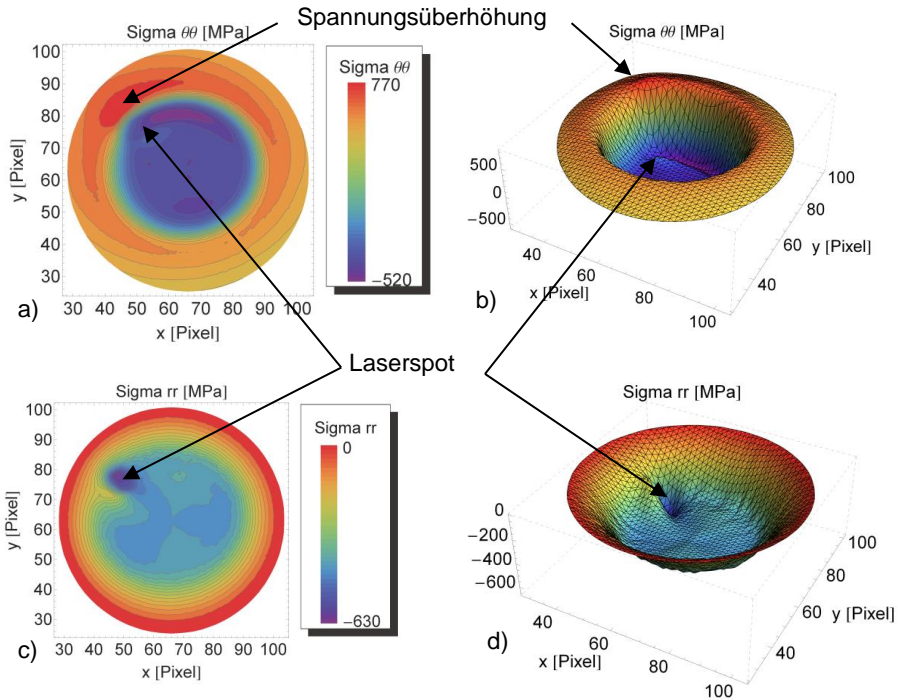


Abbildung 6.2: a) und b) Spannungskomponenten $\sigma_{\theta\theta}$ sowie c) und d) σ_{rr} des SSiC Thermoschockversuches aus Kapitel 5.2.4.3. Die jeweiligen Spannungsüberhöhungen durch den Laserspot bzw. die Laserspur sind durch Pfeile gekennzeichnet. In den jeweils linken Abbildungen sind die Spannungen als äquidistante Höhenlinien und rechts dreidimensional dargestellt.

Zur Veranschaulichung der Unterschiede der Spannungsberechnung durch Radialsymmetrie und FEM wurde die Tangential- bzw. Radialspannung aus Kapitel 5.2.5 in Abbildung 5.31 um 2π gedreht und zweidimensional in Abbildung 6.3 dargestellt. Die lokale Temperaturüberhöhung und deren Verlauf, verursacht durch den Laserspot sind in Abbildung 6.2 zu erkennen. Der Verlauf und die Höhe der Spannungen in Abbildung 6.2 und Abbildung 6.3 sind vergleichbar, jedoch ist der Einfluss des Laserspots auf die Spannungsverteilung in Abbildung 6.3 durch die radialsymmetrische Darstellung vernachlässigt. Der quantitative Vergleich beider Spannungsverläufe der Abbildungen zeigt bis auf die Temperaturüberhöhung des Laserspots eine sehr hohe Übereinstimmung.

Die ortsaufgelöste und somit zweidimensionale Spannungsverteilung ist also der radialsymmetrischen, eindimensionalen Spannungsverteilung aus Kapitel 5.2.5 ähnlich, beinhaltet aber mehr Informationen bezüglich der Belastung der Thermoschockscheibe. Der größte Informationsgewinn - die tatsächliche Spannungsüberhöhung durch den Laserspot - stellt eine Erweiterung der radialsymmetrischen Belastungsannahme dar und muss somit einen Einfluss auf die statistische Auswertung haben. Dieser Einfluss wird im nachfolgenden Kapitel untersucht und analysiert.

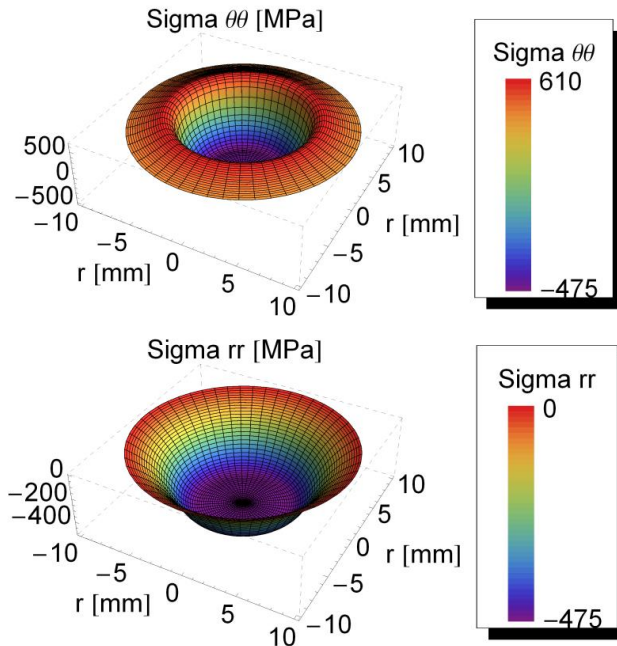


Abbildung 6.3: Radialsymmetrische analytisch berechnete Tangential- (oben) und Radialspannung (unten) aus Abbildung 5.31 zur zweidimensionalen Darstellung um 360 ° gedreht.

6.3 Statistische Auswertung von Thermoschockversuchen

Zur besseren Nachvollziehbarkeit wird die Einführung der statistischen Auswertung zunächst auf die Spannungsbetrachtung des radialsymmetrischen Falls beschränkt.

6.3.1 Ausfallwahrscheinlichkeit bei inhomogener Belastung

Die Darstellung der Tangential- und Radialspannungsverläufe eines SSiC Thermoschockversuches zu verschiedenen Zeiten ist, wie in Kapitel 5.2.5 berechnet, in Abbildung 6.4 gezeigt. Die Belastung $\sigma = f(x, y, t)$ als Funktion der Zeit t über das Prüfvolumen V ist beim Thermoschockversuch inhomogen (Abbildung 6.4), das bedeutet z.B. dass ein beliebiger Punkt der Probe am Anfang des Versuches Zugspannungen und zum Versuchsende Druckspannungen ausgesetzt war. Mit der Versuchszeit ändern sich die Höhe einer lokalen Spannung (steigend, als auch fallend), der gesamte Spannungsverlauf und damit das unter Spannung stehende Probenvolumen. Die Voraussetzungen für eine Weibullanalyse nach DIN EN 843-5 sind damit nicht erfüllt. Diese Tatsache ist unabhängig von der radialsymmetrischen bzw. der zweidimensionalen Betrachtung.

Daher muss die bisher verwendete Weibullstatistik, die nur für homogene Belastungen – z.B. den maximalen Tangentialspannungswert - gültig ist, an den Fall einer inhomogenen Belastung angepasst werden.

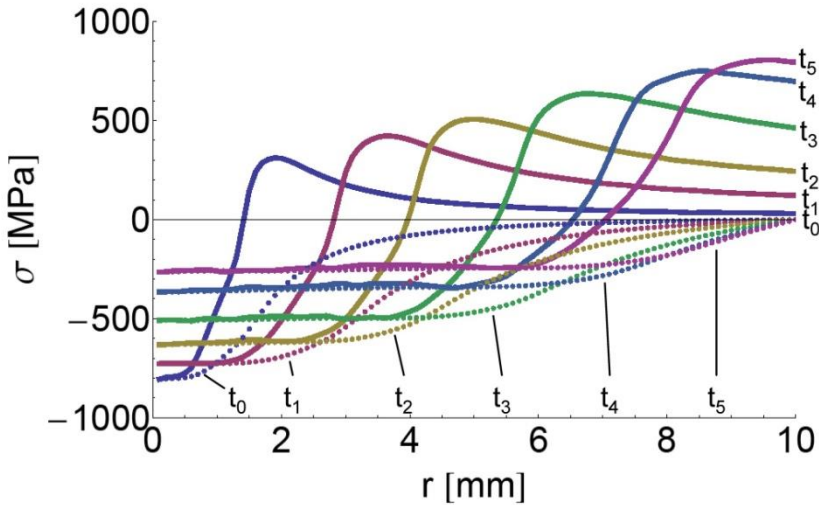


Abbildung 6.4: Spannungsverlauf eines SSiC Thermoschockversuches aus Kapitel 5.2.5 zu verschiedenen Zeiten. Durchgehende Graphen zeigen den Verlauf der Tangentialspannung, gestrichelte Graphen den der Radialspannung.

Die Problematik der Vergleichbarkeit von verschiedenen Probenreihen wurde in der Literatur diskutiert [2, 7, 139]. Dabei wurden zur Vergleichbarkeit von statistischen Analysen Probenreihen mit unterschiedlichem Prüfvolumen herangezogen. Bei Thermoschockversuchen wird aus Gl. (2.37) geschlossen, dass die charakteristische Festigkeit σ_0 einer Prüfserie volumenabhängig und der Weibullmodul m volumenunabhängig ist. Daher können die charakteristischen Festigkeiten von Probenreihen mit unterschiedlichem belasteten Volumen durch Gl. (6.4) [7] ineinander umgerechnet werden.

$$\frac{\sigma_{0,V_1}}{\sigma_{0,V_2}} = \left(\frac{V_2}{V_1}\right)^{\frac{1}{m}} \quad (6.4)$$

Gl. (6.4) geht jedoch von konstantem Prüfvolumen (unter Zugspannung stehendes Volumen) jeder einzelnen Probe einer Serie aus. Diese notwendige Bedingung ist bei Thermoschockversuchen jedoch nicht erfüllt. Eine genauere Betrachtung des Spannungszustandes wird im Folgenden durchgeführt. Da Druckspannungen nicht versagensrelevant sind, werden diese im Folgenden nicht berücksichtigt:

$$\tilde{\sigma}(r,t) = \begin{cases} \sigma(r,t), & \sigma(r,t) \geq 0 \\ 0, & \sigma(r,t) < 0 \end{cases} \quad (6.5)$$

D.h. positive Spannungen (Zugspannungen) bleiben unverändert. Negative Spannungen (Druckspannungen) werden Null gesetzt und in der statistischen Auswertung nicht weiter berücksichtigt. Die Spannungen zur Berechnung der Ausfallwahrscheinlichkeit werden im Folgenden immer nach Gl. (6.5) behandelt. In Abbildung 6.5 wird der Unterschied des belasteten Volumens verdeutlicht.

6 Weiterentwicklung der Auswertung von Thermoschockversuchen

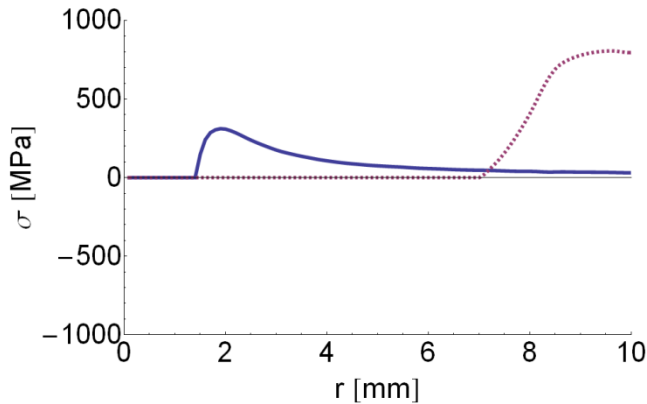


Abbildung 6.5: Positiver Anteil der radialsymmetrischen Tangentialspannungen von zwei SSiC Thermoschockversuchen. Die Bruchzeit des durchgehenden Graphen betrug 130 ms und des gestrichelten Graphen 368 ms.

Diese Darstellung verdeutlicht am Beispiel SSiC, dass Thermoschockversuche mit kurzer Bruchzeit (durchgehender Graph) ein größeres Volumen mit Zugspannungen belasten als Thermoschockversuche mit langer Bruchzeit (gestrichelter Graph).

Um eine statistische Auswertung einer unter einer inhomogenen Spannungsverteilung stehenden Probe durchführen zu können, wird die Weibullanalyse aus Gl. (2.38) unter Verwendung von Gl. (6.4) wie folgt erweitert: Für den Fall des homogenen Spannungsbereiches einer beliebigen Probe gilt für ein Volumenelement V_i (mit V_0 als Normvolumen), das mit einer homogenen Spannung σ_{vi} beansprucht wird

$$F_{V_i} = 1 - \exp \left\{ - \left[\frac{\tilde{\sigma}_{V_i}}{\sigma_0} \right]^m \frac{V_i}{V_0} \right\} . \quad (6.6)$$

Dabei ist F die Versagenswahrscheinlichkeit. Die Wahrscheinlichkeit, dass in dieser Zeit kein Versagen eintritt ist [7]

$$H_{V_i} = 1 - F_{V_i} = \exp \left\{ - \left[\frac{\tilde{\sigma}_{V_i}}{\sigma_0} \right]^m \frac{V_i}{V_0} \right\} . \quad (6.7)$$

Um die Tatsache einer inhomogenen Spannungsverteilung zu berücksichtigen, wird eine Thermoschockscheibe mit dem Volumen V in n elementare Volumina unterteilt ($V = \sum_{i=1}^n V_i$). Die Wahrscheinlichkeit, dass in der Versuchszeit in der ganzen Probe kein Versagen eintritt (H) ist das Produkt der Wahrscheinlichkeiten der einzelnen Volumenelemente ($\prod_{i=1}^n H_{V_i}$) [7]

$$H = \prod_{i=1}^n H_{V_i} = \exp \left\{ - \sum_{i=1}^n \left[\frac{\tilde{\sigma}_{V_i}}{\sigma_0} \right]^m \frac{V_i}{V_0} \right\} . \quad (6.8)$$

Die radialsymmetrische Spannungsverteilung einer Thermoschockscheibe ist $\tilde{\sigma}(r)$. Im Grenzfall, wenn $V_i \rightarrow dV$, folgt:

$$H = \exp \left\{ - \int_V \left[\frac{\tilde{\sigma}(r)}{\sigma_0} \right]^m \frac{dV}{V_0} \right\} . \quad (6.9)$$

Daher ist die Wahrscheinlichkeit für Versagen in der Versuchszeit [7]

$$F = 1 - \exp \left\{ - \int_V \left[\frac{\tilde{\sigma}(r)}{\sigma_0} \right]^m \frac{dV}{V_0} \right\} . \quad (6.10)$$

Diese Berechnung bezieht die Spannungsfunktion eines Thermoschockversuches in die Ausfallwahrscheinlichkeit ein und wird in dieser Arbeit als Methode der „gesamten Tangentialspannungsfunktion“ bezeichnet.

Die inhomogene Spannungsverteilung $\tilde{\sigma}(r)$ ist zusätzlich zum Radius r eine Funktion der Zeit t . Um den Umstand einer zeitabhängigen Ausfallwahrscheinlichkeit zu veranschaulichen, wird der Spannungsverlauf einer fiktiven Probe in Abbildung 6.6 gezeigt und diskutiert.

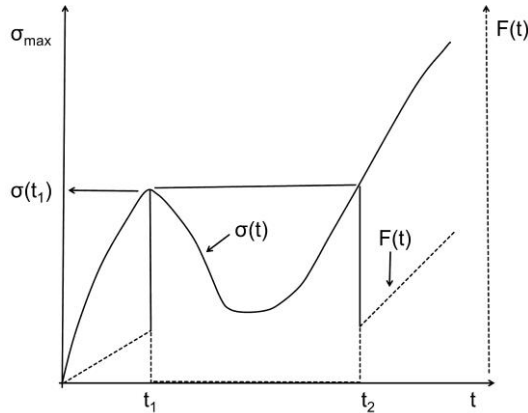


Abbildung 6.6: Beispielhafter inhomogener Verlauf der Spannung einer Probe (durchgezogene Linie) mit der dazugehörigen Ausfallwahrscheinlichkeit F (gestrichelte Linie) als Funktion der Versuchszeit t .

In dieser fiktiven Betrachtung nimmt die Ausfallwahrscheinlichkeit F mit zunehmender Versuchszeit bis zu t_1 zu, da die Spannung σ ebenfalls bis zu t_1 ansteigt. Nach dem Zeitpunkt t_1 sinkt die Spannung, die Ausfallwahrscheinlichkeit wird null. Die Wahrscheinlichkeit, dass die Probe zwischen t_1 und t_2 versagt ist gleich null, da die anliegende Spannung kleiner als die bisher angelegte Maximalspannung (Zeitpunkt t_1) ist. An dem Zeitpunkt t_2 , bei dem die wieder ansteigende Spannung das Maximum von t_1 erreicht hat, steigt die Ausfallwahrscheinlichkeit wieder ausgehend von ihrem vorher erreichtem Niveau an. Der Spannungsverlauf ist somit für die Ausfallwahrscheinlichkeit nur zwischen null und t_1 sowie ab t_2 bestimmend und entspricht dem maximalen Verlauf (der Einhüllenden) der Spannungsfunktion. Dieser Verlauf wird im Folgendem Hüllkurve genannt und durch ein Dach über dem Symbol gekennzeichnet. Beim Thermoschockversuch wird die Ausfallwahrscheinlichkeit als Funktion der Versuchszeit wie folgt erweitert [140]:

$$F(t_B) = 1 - \exp \left\{ - \int_V \left[\frac{\hat{\sigma}(r, t_B)}{\sigma_0} \right]^m \frac{dV}{V_0} \right\} \quad (6.11)$$

mit $\hat{\sigma}(r, t_B) := \max_{0 \leq t \leq t_B} \tilde{\sigma}(r, t)$

Wenn in Gl. (6.11) der Spannungsverlauf $\tilde{\sigma}(r, t)$ anstatt der Funktion $\hat{\sigma}(r, t_B)$ eingesetzt wird, würde die Wahrscheinlichkeit für Versagen mit einem Abfall der Belastung wieder kleiner werden. Dass dies nicht so ist, kann durch den Proof Test [7] bewiesen werden. Dabei wird ein Bauteil bis zu einer gewünschten Beanspruchung belastet. Nach Entlastung ist die Ausfallwahrscheinlichkeit (ohne Berücksichtigung von unterkritischem Risswachstum) bis zum Erreichen der zuvor aufgetragenen Prüflast gleich null [7]. Ziegler

[139] bewertet die Zuverlässigkeit bei zeitlich veränderlichen Spannungen in gleicher Art und Weise, jedoch unter Berücksichtigung des unterkritischen Risswachstum. Da in dieser Arbeit die Belastungszeiten sehr kurz sind (Tabelle 5.6), wird auf eine Betrachtung des unterkritischen Risswachstums verzichtet.

Als Belastungsfunktion für Thermoschockversuche wird daher die einhüllende Spannungsverteilung nach Gl. (6.11) bis zum Bruchzeitpunkt t_B verwendet. Diese Methode wird in dieser Arbeit als „Hüllkurve der Tangentialspannungsfunktion“ bezeichnet. Zur anschaulichen Erläuterung der Verwendung von Hüllkurven bei der Auswertung von Thermoschockversuchen, wird auf den Biegeversuch zurückgegriffen. Im Gegensatz zum Thermoschockversuch ist beim Biegeversuch die einhüllende Spannungsverteilung gleich der Spannungsverteilung zum Probenbruch (Abbildung 6.7). Die Belastung als Funktion der Zeit t über das Prüfvolumen V $\sigma = f(x, y, z, t)$ ist beim Biegeversuch monoton steigend (Abbildung 6.7). Somit ändert sich die Höhe der Spannung stetig, das unter Spannung stehende Probenvolumen jedoch nicht. Die maximale Biegespannung tritt immer zum Zeitpunkt des Probenbruches auf und ist über einen weiten Probenbereich konstant. Die kritische Spannung σ_c entspricht der Randfaserspannung zwischen den inneren Auflagerrollen zum Zeitpunkt des Probenbruches. Bei Verwendung dieser Spannung zur Auswertung der Biegeversuche, wie z. B. in der DIN EN 843-5, wird daher die Hüllkurve des zeitlichen Spannungsverlaufes zur statistischen Auswertung herangezogen.

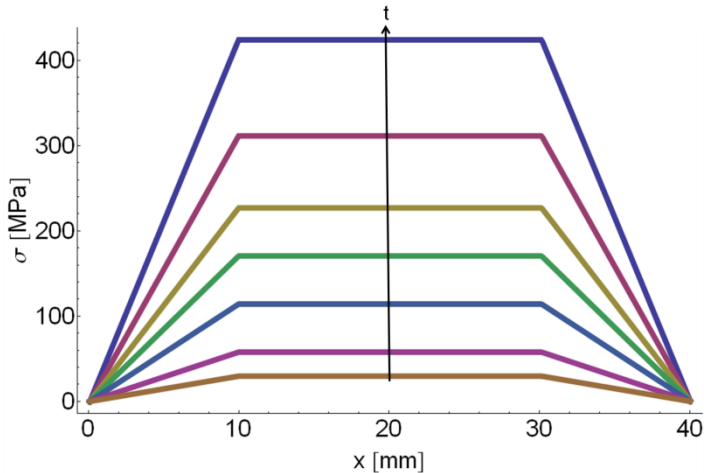


Abbildung 6.7: Spannungsverlauf der Randfaser eines Biegeversuches von SSiC bei verschiedenen Zeiten t .

6.3.2 Anwendung der Hüllkurve auf den radialsymmetrischen Fall

In Kap. 6.3.1 wurde gezeigt, dass bei Thermoschockversuchen die Ausfallwahrscheinlichkeit durch Verwendung von Hüllkurven zeitabhängig beschrieben werden kann. Daher haben die unterschiedlichen Bruchzeiten der Thermoschockproben eine Auswirkung auf das Ergebnis der statistischen Analyse. In Abbildung 6.8 sind die Tangentialspannungshüllkurven zweier Thermoschockversuche zum Zeitpunkt des Probenbruches dargestellt. Es wird ersichtlich, dass durch die Verwendung der einhüllenden Belastungsfunktion die versagensauslösende Spannungsfunktion von der Tangentialspannungsfunktion aus Abbildung 6.4 verschieden ist. Zum Zeitpunkt des Probenbruchs stellt die Kurve t zum Zeitpunkt t_B die Tangentialspannung in Abbildung 6.4 dar, deren Verlauf sich dahingehend von der Hüllkurve unterscheidet, dass das belastete Probenvolumen deutlich kleiner ist. Die Konsequenz der Verwendung der Hüllkurve äußert

6 Weiterentwicklung der Auswertung von Thermoschockversuchen

sich in einer höheren Belastung über das Probenvolumen (vgl. Abbildung 6.4 und Abbildung 6.8).

Diese Darstellung der Belastung berücksichtigt den Umstand, dass auf die Probe ein zeitlich inhomogenes Spannungsprofil bis zum Bruch einwirkt. Dabei werden der Spannungszustand zum Zeitpunkt des Probenbruches sowie alle Maximalbelastungen während des Versuches berücksichtigt. Letzteres ist notwendig, da auftretende Spannungsmaxima an einem Punkt der Probe mit zunehmender Versuchszeit wieder kleiner werden bzw. in Druckspannungen umwandeln.

Die sich ergebende Hüllkurve der Tangentialspannungsbelastung über die Zeit ist ein Maß für die Gesamtbelastung der Probe. Diese Spannung geht nach der Nullsetzung der Druckspannungen durch Gl. (6.5) in die statistische Auswertung ein.

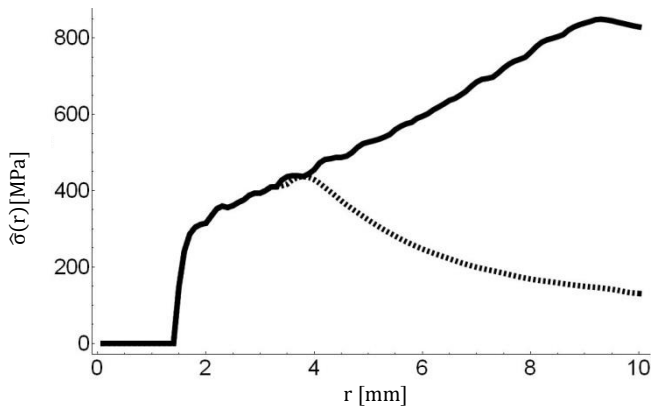


Abbildung 6.8: Hüllkurven der Tangentialspannung von SSiC Thermoschockversuchen. Die Bruchzeit des durchgehenden Graphen betrug 368 ms und die des gestrichelten Graphen 130 ms.

Der Problematik der zeitabhängigen Ausfallwahrscheinlichkeit wurde also mit der Hüllkurve der Spannung begegnet. Diese Hüllkurve kann neben dem Versagenskriterium "maximale Tangentialspannung" und "Energie" als weiteres Kriterium herangezogen werden. Nachfolgend wird dieser Umstand diskutiert.

Die Spannungsverläufe in Abbildung 6.9 und Abbildung 6.10 sind die bis zum Bruchzeitpunkt berechneten Hüllkurven aus den Spannungsverläufen der Abbildung 6.4. Diese Spannungsverläufe stellen somit die Belastungen aller geprüften Thermoschockproben einer Serie dar und fließen (nach der Nullsetzung der Druckspannungen durch Gl. (6.5)) in die statistische Auswertung ein (siehe Kap. 6.3.4). Für die Betrachtung der Schädigung einer Probe ist ausschlaggebend, dass tangential Druckspannungen zwischen 250 und 580 MPa in der Scheibenmitte, in einem engen Bereich des Radius mit einem Spannungsgradienten in Zugspannungen von ca. 350 MPa übergehen. Mit zunehmendem Radius steigt die Zugspannung auf ein Maximum von 575 bis 850 MPa an. In keinem Fall tritt die maximale Zugspannung am Probenrand auf. Diese Darstellung der Beanspruchung berücksichtigt ein nicht konstantes Probenvolumen mit instationärer Spannungsverteilung der an jedem Ort der Probe aufgetretenen Maximalbelastung.

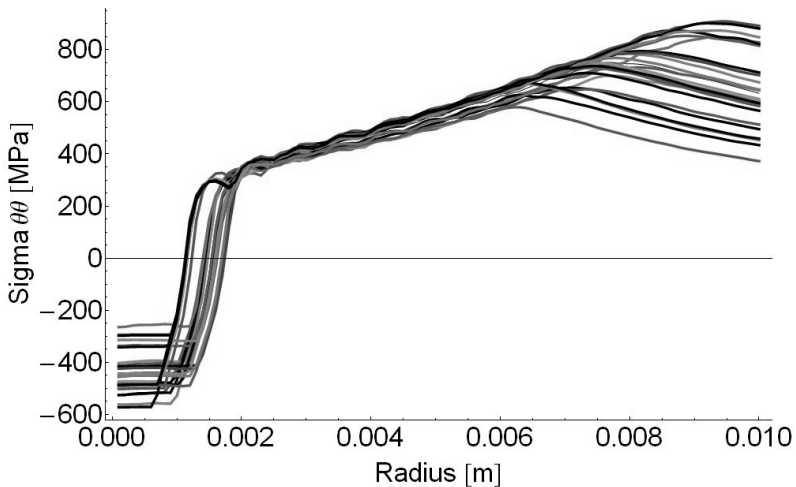


Abbildung 6.9: Hüllkurven der Tangentialspannung unter Annahme von Radialsymmetrie aller im Vakuum durchgeführten Thermoschockversuche von SSiC bei 400 W Laserleistung.

Die Hüllkurve der Radialspannungen als Funktion des Radius der Probe (Abbildung 6.10) ist immer negativ und am Probenrand null. Die Druckspannungen nehmen mit zunehmender Versuchszeit zu, sodass die Hüllkurve der Druckspannungsverteilung gleich der Belastung zum Zeitpunkt des Probenbruches ist. Da jedoch diese Spannungsverteilung nach der Nullsetzung der Druckspannungen durch Gl. (6.5) gleich null ist, trägt sie nicht zur Berechnung der Versagenswahrscheinlichkeit bei und ist hier nur der Vollständigkeit halber erwähnt.

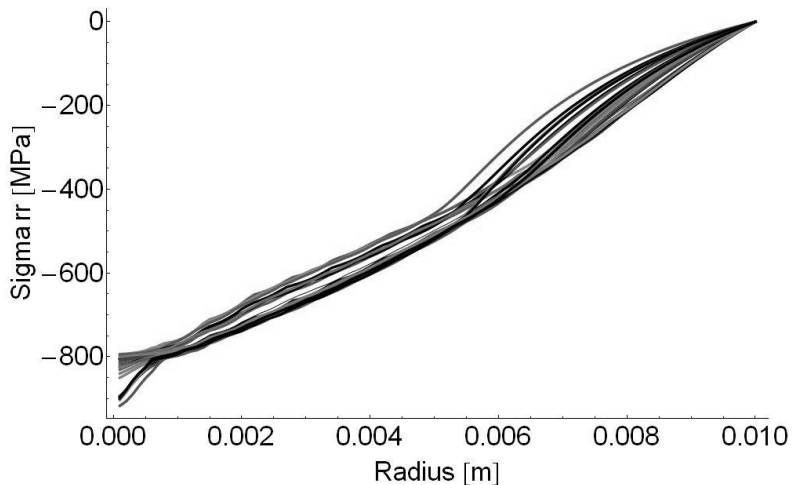


Abbildung 6.10: Hüllkurven der Radialspannung unter Annahme von Radialsymmetrie aller in Vakuum durchgeführten Thermoschockversuche von SSiC bei 400 W Laserleistung.

6.3.3 Anwendung der Hüllkurve auf den zweidimensionalen Fall

Die Tangential- und Radialspannung der zweidimensionalen FEM Analyse wird nun analog zum radialsymmetrischen Fall für jede Versuchszeit aus den Spannungskomponenten berechnet. Das jeweilige Spannungsmaximum an einem Ort der

6 Weiterentwicklung der Auswertung von Thermoschockversuchen

Thermoschockprobe über die gesamte Zeit wird als Hüllkurve der Tangentialspannung ausgegeben und ist ein Maß für die Belastung der Scheibe als Funktion der Versuchszeit (Abbildung 6.11). Der Einfluss der Tangentialspannungsüberhöhung des Laserspots als Funktion der Zeit ist durch die Verwendung der einhüllenden Spannungsfunktion berücksichtigt. Die berechneten Hüllkurven aller durchgeführten Versuche an SSiC sind im Anhang 6 und Anhang 7 dargestellt.

Die Betrachtung der Hüllkurve der zweidimensionalen Tangentialspannungsverteilung berücksichtigt bei Verwendung von Gl. (6.12) die Belastung der Probe über die gesamte Versuchszeit und beinhaltet die jeweiligen Überhöhungen des Spannungsprofils durch den Laserspot. Diese Spannung geht nach der Nullsetzung der Druckspannungen durch Gl. (6.5) in die statistische Auswertung der zweidimensionalen Betrachtung ein und wird in dieser Arbeit nachfolgend als Methode der „Hüllkurve der 2D-Tangentialspannungsfunktion“ bezeichnet. Bei zweidimensionaler Betrachtung von Thermoschockversuchen ist der Winkel θ neben dem Radius r der zweiter Parameter, sodass

$$\hat{\sigma}(r, \theta, t_B) := \max_{0 \leq t \leq t_B} \tilde{\sigma}_{\theta\theta}(r, \theta, t) \quad (6.12)$$

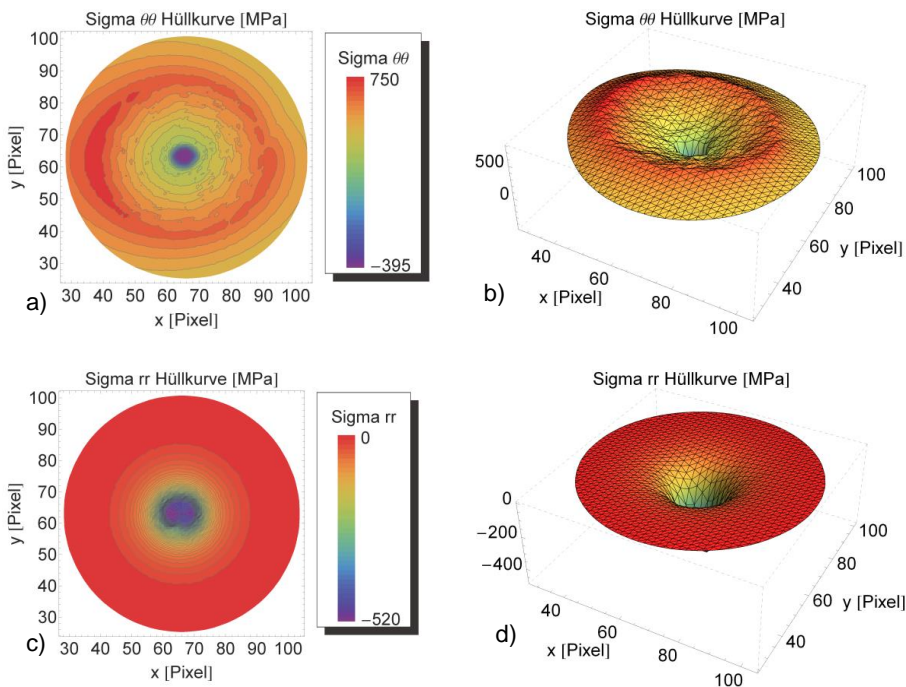


Abbildung 6.11: a) und b) Tangentialspannung sowie c) und d) Radialspannung als Funktion des Probenradius in Pixel über alle Versuchszeiten bis zum Bruch. Die jeweiligen Spannungsmaxima für einen Punkt des Radius sind überlagert und werden als Hüllkurve der Tangentialspannung bezeichnet. Die Abbildung zeigt den Thermoschockversuch von SSiC bei 400 W Laserleistung und einer Bruchzeit von 324 ms aus Kap. 5.2.4.3 und Kap. 6.2. In den jeweils linken Abbildungen sind die Spannungen als äquidistante Höhenlinien und rechts dreidimensional dargestellt.

Abbildung 6.11 zeigt die Hüllkurve des Versuches aus Kap. 5.2.4.3. Das mit tangentialen Zugspannungen belastete Probenvolumen unter Verwendung der Hüllkurve ist deutlich größer als in Abbildung 6.2 ohne Anwendung der Hüllkurve, was sich auf die Ausfallwahrscheinlichkeit negativ auswirkt (siehe Kap. 6.3.4). Die maximale tangentiale

Zugspannung und die maximale radiale Druckspannung bleiben unverändert (in Abbildung 6.2 und Abbildung 6.11 nicht visualisiert).

6.3.4 Ermittlung der Weibullparameter mit der Methode der Kleinsten Fehlerquadrate

Durch Gl. (6.11) kann nun für Thermoschockversuche die theoretische Versagenswahrscheinlichkeit berechnet werden. Dazu müssen die Parameter der Weibullfunktion berechnet werden. Ein Ansatz zur Berechnung ist neben der Maximum-Likelihood-Methode die Methode der Kleinsten Fehlerquadrate [141].

Zur Herleitung der Ermittlung der Weibullparameter aus Gl. (6.11) wird eine theoretische Versagenswahrscheinlichkeit Z (Z ist von der „praktischen“ Ausfallwahrscheinlichkeit $F(\sigma, m)$ aus Kapitel 6.3 verschieden) sowie die Binomialverteilung als statistisches Hilfsmittel eingeführt. Diese diskrete Wahrscheinlichkeitsverteilung beschreibt die Anzahl der Erfolge in einer Serie von gleichartigen und unabhängigen Versuchen, die jeweils nur zwei mögliche Ergebnisse haben („Treffer“ oder „Nichttreffer“). Die Wahrscheinlichkeit für Versagen vor einer Versuchszeit t einer Probe ist $Z(t)$. Die Wahrscheinlichkeit, dass in einer Probenserie vor einer Zeit t von N Proben genau j Proben versagt haben, ist [142]

$$Z_j(t) = \binom{N}{j} Z(t)^j (1 - Z(t))^{N-j} \text{ mit} \quad (6.13)$$

$$\binom{N}{j} = \frac{N!}{j!(N-j)!} .$$

Die Wahrscheinlichkeit, dass eine Anzahl $j+$ größer gleich j Proben versagt, ist somit durch die Binomialverteilung mit "Treffer" oder "Nichttreffer" definiert.

$$Z_{j+}(t) = \sum_{k=j}^N Z_k(t) = \sum_{k=j}^N \binom{N}{k} Z(t)^k (1 - Z(t))^{N-k} \quad (6.14)$$

Die Wahrscheinlichkeit, dass weniger als j Proben versagen, ist

$$Z_{j-}(t) = \sum_{k=0}^{j-1} Z_k(t) = \sum_{k=0}^{j-1} \binom{N}{k} Z(t)^k (1 - Z(t))^{N-k} . \quad (6.15)$$

Die Wahrscheinlichkeit, dass zwischen 0 und N Proben versagen, ist zu jeder Versuchszeit in der Summe 100 % (also gleich 1).

$$\sum_{k=0}^N Z_k(t) = \sum_{k=0}^N \binom{N}{k} Z(t)^k (1 - Z(t))^{N-k} = 1 \quad (6.16)$$

Der Median Rank ist eine Annahme zur Abschätzung von $Z(t)$, bei der die j -te Probe zum Zeitpunkt t_j mit

$$Z_{j+}(t_j) = Z_{j-}(t_j) = \frac{1}{2} \quad (6.17)$$

versagt. Mit anderen Worten: die Wahrscheinlichkeit, dass zu diesem Zeitpunkt mehr oder weniger als j Proben versagt haben, ist gleich groß. Z_j berechnet sich durch die Lösung der nicht-linearen Gleichung (6.18) ($Z_j = Z_j(t_j)$).

$$\frac{1}{2} = \sum_{k=j}^N \binom{N}{k} Z_j^k (1 - Z_j)^{N-k} \quad (6.18)$$

Die theoretische Versagenswahrscheinlichkeit Z einer Probe j zum Zeitpunkt t_j ist nur von der Anzahl der getesteten Proben N abhängig (und nicht wie die durch Weibull errechnete Versagenswahrscheinlichkeit F von m , σ_0 und der Belastungsfunktion).

6 Weiterentwicklung der Auswertung von Thermoschockversuchen

Beispielhaft sind 30 theoretische Versagenswahrscheinlichkeiten Z_j in Tabelle 6.1 dargestellt.

Die gesuchte Versagenswahrscheinlichkeit F_j mit $F_j = F_j(t_j)$ Gl. (6.11) der Weibullverteilung ist neben einem festzulegenden Normierungsvolumen V_0 und der gegebenen Spannungsverteilungsfunktion $\hat{\sigma}(r)$ von den Weibullparametern m und σ_0 abhängig. Die Weibullparameter sind unbekannt und müssen ermittelt werden. Dafür wird die Summe der Fehlerquadrate über den Wahrscheinlichkeitsfunktionen minimiert Gl. (6.19). Zusammengefasst bedeutet das, um die Versagenswahrscheinlichkeit F einer Thermoschockprobe zu berechnen, benötigt man m und σ_0 (sowie die Belastungsfunktion). Diese beiden Parameter lassen sich durch Gleichsetzen von Z und F bzw. durch die Minimierungsfunktion nach Gl. (6.19) berechnen.

$$\min_{m, \sigma_0} \sum_{j=1}^N \{Z_j - F_j\}^2 \quad (6.19)$$

Somit ergibt sich die Methode der Kleinsten Fehlerquadrate aus der tabellierten theoretischen Versagenswahrscheinlichkeit Z_j sowie F_j aus Gl. (6.11) und Gl. (6.12)

$$\min_{m, \sigma_0} \sum_{j=1}^N \left\{ Z_j - \left[1 - \exp \left\{ - \int_V \left[\frac{\hat{\sigma}_j(r, \theta)}{\sigma_0} \right]^m \frac{dV}{V_0} \right\} \right] \right\}^2 \quad (6.20)$$

Zur Minimierung sind die Weibullparameter in "kleinen Schritten" zu variieren. Da das Volumenintegral in Gl. (6.20) bei jedem Iterationsschritt neu berechnet werden muss, erfordert die Bestimmung erhöhte Rechenkapazitäten. Wenn der Wert der Minimierungsfunktion am kleinsten ist (absolutes Minimum), gelten die Weibullparameter für das gewählte Normierungsvolumen als bestimmt.

Der Wert der Minimierungsfunktion ist zur Ermittlung der Weibullparameter unerheblich. Für noch folgende Betrachtungen wird diesem Minimierungswert die Variable z nach

$$z = (Z - F)^2 \quad (6.21)$$

zugewiesen. In die Berechnung der Weibullparameter mit der Methode der Kleinsten Fehlerquadrate sollen später auch die nicht gebrochenen Thermoschockproben einfließen. Daher wird Gl. (6.20) im Kapitel 6.3.5 noch angepasst.

6 Weiterentwicklung der Auswertung von Thermoschockversuchen

Tabelle 6.1: Theoretische Versagenswahrscheinlichkeiten nach Gl. (6.18) für 30 Proben.

Nr.	Z _(Nr) [%]	Nr.	Z _(Nr) [%]	Nr.	Z _(Nr) [%]
1	1,67	11	35,00	21	68,33
2	5,00	12	38,33	22	71,67
3	8,33	13	41,67	23	75,00
4	11,67	14	45,00	24	78,33
5	15,00	15	48,33	25	81,67
6	18,33	16	51,67	26	85,00
7	21,67	17	55,00	27	88,33
8	25,00	18	58,33	28	91,67
9	28,33	19	61,67	29	95,00
10	31,67	20	65,00	30	98,33

6.3.5 Berücksichtigung der Durchläufer in der Binomialverteilung

Durch die Streuung der Thermoschockfestigkeit versagen pro Probenserie nicht alle Proben, d. h. einige Proben erfahren eine Belastung, die nicht bruchauslösend ist. Diese Proben werden Durchläufer genannt. In Tabelle 6.2 sind die Anzahl gebrochener Proben einer Probenserie und die Durchläufer aufgelistet.

Tabelle 6.2: Anzahl der gebrochenen Thermoschockproben, der Durchläufer und des gesamten Probenumfangs der getesteten Werkstoffe.

Werkstoff	SSiC		PSZ		Korund		Al ₂ O ₃ /Ti(O,C)-ZrO ₂
	Vakuum	Luft	Vakuum	Luft	Vakuum	Luft	
gebrochen	25	23	12	25	27	26	30
Durchläufer	11	8	2	4	3	2	1
gesamt	36	31	14	29	30	28	31

Durchläufer haben eine unbekante Thermoschockfestigkeit, da die Thermoschockspannung aufgrund der zu kleinen Belastung nicht ermittelbar war. Jedoch muss die Thermoschockfestigkeit über der induzierten Spannung liegen. Analog dazu ist die Ausfallwahrscheinlichkeit nicht quantitativ bestimmbar, kann aber nicht unter der Ausfallwahrscheinlichkeit der Probe mit der höchsten Thermoschockfestigkeit liegen.

In der Binomialverteilung können die Durchläufer D wie folgt berücksichtigt werden

$$\frac{1}{2} = \sum_{k=j}^G \binom{G}{k} z(t_j)^k (1 - z(t_j))^{G-k} \quad (6.22)$$

mit $G = N + D$.

In (6.22) wurde der Probenumfang G um die Anzahl der Durchläufer D anstelle der gebrochenen Proben N aus Gl. (6.18) erweitert. Es führt zu einer theoretischen

6 Weiterentwicklung der Auswertung von Thermoschockversuchen

Versagenswahrscheinlichkeit $Z(t_i)$ nach Gl. (6.22), in der die Durchläufer die oberen Reihenwerte der Binomialverteilung einnehmen. Ein Beispiel für einen Stichprobenumfang von 40 Proben bei 10 Durchläufern ist in Tabelle 6.3 dargestellt.

Tabelle 6.3: Theoretische Versagenswahrscheinlichkeiten nach (6.22) für 30 gebrochene Proben und 10 Durchläufer. Die maximale Wahrscheinlichkeit beträgt 73 % anstatt 98 % aus Tabelle 6.1.

Nr.	$Z(t_{Nr})$ [%]	Nr.	$Z(t_{Nr})$ [%]	Nr.	$Z(t_{Nr})$ [%]
1	1,25	11	26,25	21	51,25
2	3,75	12	28,75	22	53,75
3	6,25	13	31,25	23	56,25
4	8,75	14	33,75	24	58,75
5	11,25	15	36,25	25	61,25
6	13,75	16	38,75	26	63,75
7	16,25	17	41,25	27	66,25
8	18,75	18	43,75	28	68,75
9	21,25	19	46,25	29	71,25
10	23,75	20	48,75	30	73,75

Die Probe mit der höchsten ermittelten Thermoschockfestigkeit hat eine theoretische Versagenswahrscheinlichkeit von ca. 73 % anstatt 98 % ohne Berücksichtigung der Durchläufer (vgl. Tabelle 6.1 und Tabelle 6.3). Da alle Durchläufer eine höhere Thermoschockfestigkeit als diese Probe haben (sonst wären sie vorher gebrochen), nehmen die Durchläufer im Ranking die höchsten Plätze ein.

Die Durchläufer werden durch Verwendung der Gl. (6.22) anstatt Gl. (6.18) in die Ermittlung der Weibullparameter nach Gl. (6.20) aus Kapitel 6.3.4 integriert. Diese aufwendige Auswertung wurde nur für den Werkstoff SSiC durchgeführt. Das Ergebnis der Berechnung für Versuche an SSiC ist in Tabelle 6.4 gegenübergestellt und mit allen ermittelten Weibullparametern in Tabelle 6.8 zusammengefasst. Zur Erstellung eines Weibullplots gehört neben der Ermittlung der Weibullparameter das Erstellen von Vertrauensbereichen, was im nächsten Kapitel beschrieben wird.

Tabelle 6.4: Ergebnis der Ermittlung der Weibullparameter nach Kapitel 6.3.4 unter Berücksichtigung der Durchläufer sowie Nullsetzen der negativen Spannungsanteile nach Gl. (6.5) von Thermoschockversuchen an SSiC.

Versuchsreihe	ermittelte Weibullparameter	
	m [-]	σ_0 [MPa]
SSiC Vakuum	6	825
SSiC Luft	8	820

6.3.6 Erstellen von Vertrauensbereichen

Eine Möglichkeit, die Unsicherheit von statistischen Analysen zu quantifizieren, wurde in Kapitel 2.5 kurz beschrieben und behandelt einzelne tabellierte Vertrauensintervalle für die Weibullparameter m und σ_0 . Diese drei unterschiedlichen Vertrauensintervalle stellen eine

Möglichkeit dar, die Streuung (gerade bei geringem Stichprobenumfang) darzustellen. Die Ermittlung dieser Vertrauensintervalle basiert jedoch, wie die Ermittlung der Weibullparameter selbst, auf der Maximum-Likelihood-Methode. Da in diesem Kapitel die Methode der Kleinsten Fehlerquadrate zur Ermittlung von m und σ_0 angewendet wird, können die genannten Vertrauensintervalle nicht berechnet werden.

Wilker [143] beschreibt einen Vertrauensbereich der Weibullgeraden selbst (im Gegensatz zu Vertrauensintervallen der einzelnen Weibullparameter). Die aus dem zur Verfügung stehenden Stichprobenumfang ermittelte Weibullgerade stellt eine mittlere Gerade aus der Grundgesamtheit des getesteten Materials dar, d. h. die Messwerte streuen um die Weibullgerade. Da diese letztendlich durch einen Median (Mittelwert im Ranking bei der Ermittlung von Z Gl. (6.18) bzw. Gl. (6.22)) ermittelt wird, kann geschlussfolgert werden, dass die Messwerte zu 50 % ober- bzw. unterhalb der Weibullgeraden streuen können.

Um von dem vorliegenden Stichprobenumfang auf die Grundgesamtheit zu schließen, werden Vertrauensbereiche der einzelnen Ausfallwahrscheinlichkeiten eingeführt und somit ein Vertrauensbereich der Weibullgeraden selbst. Der 90 % Vertrauensbereich gibt den Bereich an, in dem die nächstfolgende Stichprobe mit 90 % Wahrscheinlichkeit (ohne eine erneute Ermittlung der Weibullparameter) zu finden ist. Die Grenzen des Vertrauensbereiches sind somit die 5 % bzw. die 95 % Vertrauensgrenzen Gl. (6.23) und Gl. (6.24).

$$0,05 = \sum_{k=j}^G \binom{G}{k} z(t_j)^k (1 - z(t_j))^{G-k} \quad (6.23)$$

$$0,95 = \sum_{k=j}^G \binom{G}{k} z(t_j)^k (1 - z(t_j))^{G-k} \quad (6.24)$$

Der Umstand vorhandener Durchläufer kann durch die Prozedur aus Kapitel 6.3.5 berücksichtigt werden.

6.4 Validierung der Methode der Kleinsten Fehlerquadrate

Eine Überprüfung auf Plausibilität der Methode der Kleinsten Fehlerquadrate zur Ermittlung der Weibullparameter kann anhand des Datensatzes aus der DIN EN 843-5 und anhand von Biegeversuchen durchgeführt werden.

6.4.1 Validierung am Datensatz aus der DIN EN 843-5

Die DIN EN 843-5 beinhaltet einen Referenzdatensatz zur Validierung von Computerprogrammen, mit denen Weibullparameter einer Prüfsérie berechnet werden können. Dieser Datensatz besteht aus 30 Biegebruchspannungen einer Al_2O_3 Keramik.

6 Weiterentwicklung der Auswertung von Thermoschockversuchen

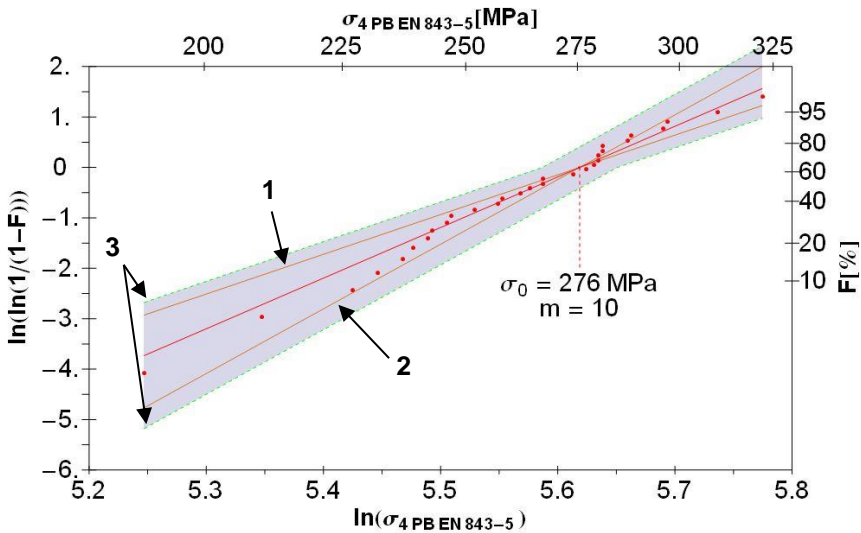


Abbildung 6.12: Weibullplot der Referenzdaten aus DIN EN 843-5 nach der Maximum-Likelihood Methode. 1) und 2) 5 % bzw. 95 % Vertrauensgrenze des Weibullmoduls m . 3) gestrichelte Linien 5 % bzw. 95 % Vertrauensgrenze und der dazwischenliegende 90 % Vertrauensbereich der charakteristischen Festigkeit σ_0 (grau hinterlegt).

Der Weibull Plot dieser Referenzdaten aus der DIN EN 843-5 ist in Abbildung 6.12 dargestellt. Die Weibullparameter betragen nach der Maximum-Likelihood-Methode (MLH) $m = 10$ und $\sigma_0 = 276$ MPa. Diese Darstellung wird wie in der DIN beschrieben mit der MLH-Methode und dem Versagenskriterium "maximale Biegespannung" berechnet. Die Vertrauensintervalle der Weibullparameter sind ebenfalls nach dieser Rechenvorschrift ermittelt.

Die Ermittlung der Weibullparameter nach der Methode der Kleinsten Fehlerquadrate anhand Gl. (6.20) durch Einsetzen der Referenzspannungen (aus der DIN EN 843-5) in $\hat{\sigma}_j(r, \theta)$ und die Bestimmung der Vertrauensgrenzen durch Gl. (6.23) und Gl. (6.24) führt zu den Weibullparametern $m = 11$ und $\sigma_0 = 275$ MPa. Die Darstellung der Referenzdatenauswertung durch die Methode der Kleinsten Fehlerquadrate und dem Versagenskriterium "maximale Biegespannung" ist in Abbildung 6.13 dargestellt. Der grau hinterlegte Vertrauensbereich der Weibullgeraden ist wie in Kapitel 6.3.6 beschrieben errechnet worden.

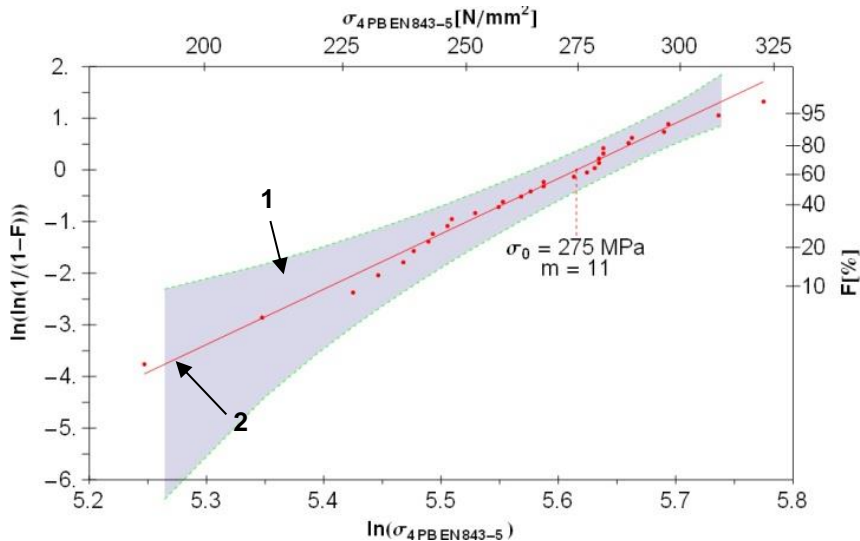


Abbildung 6.13: Weibullplot der Referenzdaten aus DIN EN 843-5 ermittelt mit der Methode der Kleinsten Fehlerquadrate. Der 90 % Vertrauensbereich 1) (Grau hinterlegt) der Weibullgeraden 2) ist nach Kapitel 6.3.6 berechnet worden.

Die Weibullparameter aus dem Datensatz der DIN ($m = 10$ und $\sigma_0 = 276$ MPa) und die Parameter aus der Berechnung mit der Methode der Kleinsten Fehlerquadrate nach Kapitel 6.3.4 bis Kapitel 6.3.6 ($m = 11$ und $\sigma_0 = 275$ MPa) weisen eine sehr gute Übereinstimmung auf, die Abweichung ist vernachlässigbar. Dies bedeutet, dass die in dieser Arbeit beschriebene Methode plausible Werte liefert.

6.4.2 Validierung anhand der durchgeführten Biegeversuche

In diesem Kapitel soll die Methode der Kleinsten Fehlerquadrate anhand der durchgeführten Biegeversuche validiert werden.

Die Ergebnisse der Biegeversuche, die zur Charakterisierung für jeden Werkstoff ermittelt wurden, sind in Kapitel 5.1.2.1 dargestellt. Kurz zusammengefasst: Zur Ermittlung der Weibullparameter nach DIN EN 843-5 wird die maximale Biegespannung im Randfaserbereich nach Gl. (2.38) als kritische Spannung σ_c eingesetzt. Die so ermittelte charakteristische Festigkeit σ_0 hängt direkt von der Spannungsfunktion Gl. (2.37) durch das Volumen V und Geometriefunktion Y des Biegebalkens ab. Da bei Biegeversuchsserien in jedem Versuch und zu jeder Zeit das gleiche Volumen belastet wird bzw. die Spannungsfunktionen sich lediglich um ihren Maximalbetrag ändern und somit zum Zeitpunkt des Probenbruches im Randfaserbereich zwischen den inneren Auflagern homogen sind, kann die volumenunabhängige Berechnung der charakteristischen Festigkeit nach Gl. (2.38) durchgeführt werden.

Für die Validierung der Methode der Kleinsten Fehlerquadrate können daher auch diese durchgeführten Biegeversuche dienen. Durch die bekannten Abmessungen der Biegeproben, Auflagerabstände der Biegevorrichtung, Kräfte und Versuchszeiten kann die Spannungsverteilung als Funktion des Ortes und der Zeit $\sigma_{4PB}(x, y, t)$ errechnet werden. Diese Belastung $\sigma_{4PB}(x, y, t)$ ist in Abbildung 6.14 dargestellt. Im Biegeversuch ist $\sigma_{4PB}(x, y, t_B)$ (zum Zeitpunkt des Probenbruches t_B) gleich der zeitlichen Hüllkurve $\hat{\sigma}_{4PB}(x, y)$ vgl. Abbildung 6.7.

6 Weiterentwicklung der Auswertung von Thermoschockversuchen

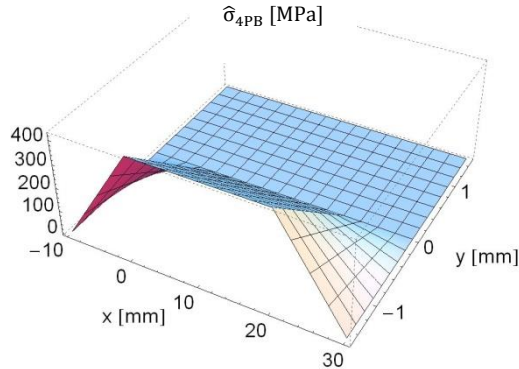


Abbildung 6.14: Zugspannungsverteilung eines Vier-Punkt Biegebalkens in MPa. Die x-Richtung ist die Längsrichtung (40 mm) und die y-Richtung die Höhe (3 mm) des Biegebalkens.

Die Spannungsverteilung $\hat{\sigma}_{4PB}(x, y)$ geht in Gl. (6.20) als $\hat{\sigma}(r, \theta)$ ein. Im Vergleich mit den ermittelten charakteristischen Festigkeiten aus den Gl. (2.38) vernachlässigt diese Berechnung die Geometrieabhängigkeit der Belastung, während Gleichung Gl. (6.20) diese berücksichtigt. Die charakteristischen Festigkeiten aus Gl. (2.38) können jedoch ineinander überführt werden.

Zur Validierung der Methode der Kleinsten Fehlerquadrate wird σ_0 aus der DIN EN 843-5 als $\sigma_{0\text{ DIN}}$ bezeichnet. Dazu wird Gl. (2.38) mit dem Volumenintegral aus Gl. (6.20) gleichgesetzt.

$$\int_V \left[\frac{\hat{\sigma}_{4PB}(x, y)}{\sigma_0} \right]^m \frac{dV}{V_0} = \left(\frac{\sigma_{\max 4PB}}{\sigma_{0\text{ DIN}}} \right)^m \quad (6.25)$$

Die Belastung zum Zeitpunkt des Probenbruches ist im Biegeversuch zwischen den inneren Auflagerrollen (Abstand ist $2d$) nur eine Funktion von y (Abstand zur neutralen Faser).

$$\sigma(y) = \frac{\sigma_{\max 4PB} \cdot y}{h/2} \quad (6.26)$$

Die Breite der Biegeprobe ist b . Das Volumenintegral aus Gl. (6.25) wird durch die Abmessungen des Biegebalkens aufgelöst.

$$\left(\frac{\sigma_{\max 4PB}}{\sigma_{0\text{ DIN}}} \right)^m = \frac{2db}{V_0} \int_0^{h/2} \left(\frac{2\sigma_{\max 4PB} y}{h \sigma_0} \right)^m dy \quad (6.27)$$

$$\left(\frac{\sigma_{\max 4PB}}{\sigma_{0\text{ DIN}}} \right)^m = \frac{2db}{V_0} \left(\frac{2\sigma_{\max 4PB}}{h \sigma_0} \right)^m \left[\frac{1}{m+1} y^{m+1} \right]_0^{h/2} \quad (6.28)$$

$$\left(\frac{\sigma_{\max 4PB}}{\sigma_{0\text{ DIN}}} \right)^m = \frac{dbh \sigma_{\max 4PB}^m}{(m+1) V_0 \sigma_0^m} \quad (6.29)$$

6 Weiterentwicklung der Auswertung von Thermoschockversuchen

$$\sigma_{0 \text{ DIN}} = \left(\frac{(m+1) V_0}{d b h} \right)^{\frac{1}{m}} \sigma_0 \quad (6.30)$$

Beispielhaft ist ein Weibullplot der angepassten Methode mit Umrechnung nach Gl. (6.30) in Abbildung 6.15 gezeigt.

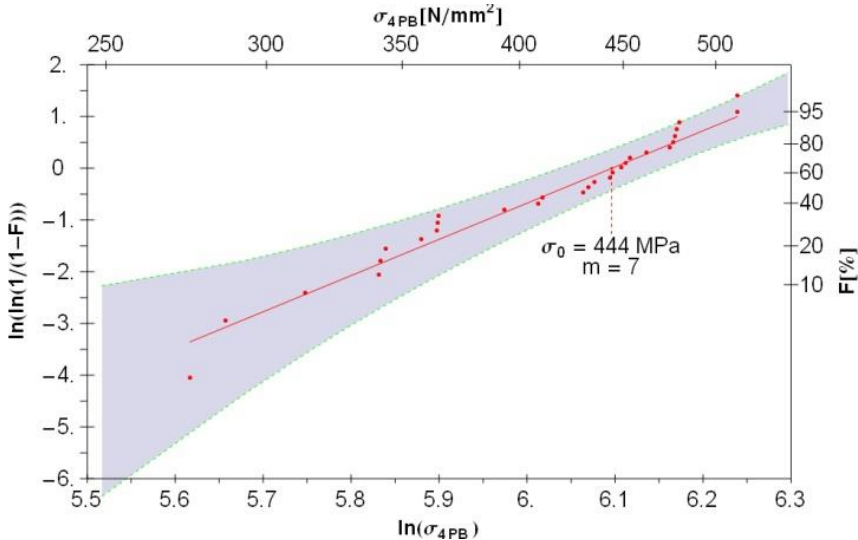


Abbildung 6.15: Weibullplot der Biegeversuche von SSiC. Die Versuche wurden durch die Methode der Kleinsten Fehlerquadrate ausgewertet und durch Gl. (6.30) umgerechnet. Die Weibullparameter stimmen mit den Parametern der Auswertung nach DIN EN 843-5 überein (vgl. Abbildung 5.8).

Die Ergebnisse der Validierungen sind in Tabelle 6.5 zusammengefasst. Die Validierung der Methode der Kleinsten Fehlerquadrate anhand des Datensatzes aus der DIN EN 843-5 sowie die Validierung anhand der einzelnen Biegeversuche führte in beiden Fällen zu Übereinstimmung (maximale Abweichung der charakteristischen Festigkeiten ca. 2 %). Daraus kann geschlossen werden, dass die entwickelte Auswertemethode zu korrekten Ergebnissen führt. Daher wird die Methode in Kap. 6.6.2 auf die Thermoschockversuche angewendet.

Tabelle 6.5: Vergleich der ermittelten Weibullparameter zur Validierung der Methode der Kleinsten Fehlerquadrate anhand von durchgeführten Biegeversuchen und eines Referenzdatensatzes.

Datensatz	Ermittlung nach DIN EN 843-5		Methode d. Kleinsten Fehlerquadrate	
	m [-]	σ_0 [MPa]	m [-]	σ_0 [MPa]
SSiC Biegeversuche	8	434	7	444
Korund Biegeversuche	8	263	8	263
PSZ Biegeversuche	15	436	15	439
Referenzdatensatz DIN	10	276	11	275

6.5 Zuverlässigkeit der ermittelten Parameter

Die Weibullparameter werden wie beschrieben durch eine Minimierungsaufgabe (Gl. (6.19), Kleinste Fehlerquadrate) ermittelt. Es werden die Parameter ausgegeben, bei denen das Fehlerquadrat z zwischen theoretischer (Z) und spannungsabhängiger Wahrscheinlichkeit (F) am kleinsten ist, Gl. (6.21). Es lässt sich eine dreidimensionale Fläche dieser Funktion mit den Achsen x - Weibull Modul, y - charakteristische Festigkeit und z - Wert der Minimierungsfunktion darstellen. Ein absolutes und scharfes Minimum bei den ermittelten Weibullparametern entspricht einer genauen Bestimmung und somit einer großen Zuverlässigkeit der Parameter. Die Thermoschockversuche wurden hinsichtlich der Zuverlässigkeit der ermittelten Weibullparameter geprüft. Die Prüfung ergab für alle untersuchten Werkstoffe unabhängig von Versuchsmedium eine hohe Zuverlässigkeit der charakteristischen Festigkeit und eine niedrigere Zuverlässigkeit der Streuung m (Abbildung 6.16). Die hohe Zuverlässigkeit der charakteristischen Festigkeit ist durch das Vorhandensein eines absoluten Minimums und durch dessen hohe Schärfe begründet, d. h. eine geringe Abweichung vom Minimum in y - Richtung (σ_0) hat eine große Abweichung im Fehlerquadrat zur Folge. Die geringe Zuverlässigkeit des Weibullmoduls ist durch die niedrige Schärfe in Abbildung 6.16 begründet, d. h. eine geringe Abweichung vom Minimum in x - Richtung (m) hat nur eine geringe Änderung des Fehlerquadrates zur Folge. Der Weibullmodul weist zwar eine geringere Zuverlässigkeit aus, ist jedoch durch das Vorhandensein eines absoluten Minimums eindeutig bestimmbar.

Die Bestimmung der Weibullparameter ist eindeutig durchführbar, wobei der Modul m im Verhältnis zur charakteristischen Festigkeit bei einem Stichprobenumfang von ca. 30 Proben mit einer größeren Unsicherheit belegt ist. Kleine Änderungen in den Spannungen (durch z. B. zusätzliche Messdaten) haben kleine Änderungen in der charakteristischen Festigkeit, aber größere Änderungen in der Streuung zur Folge.

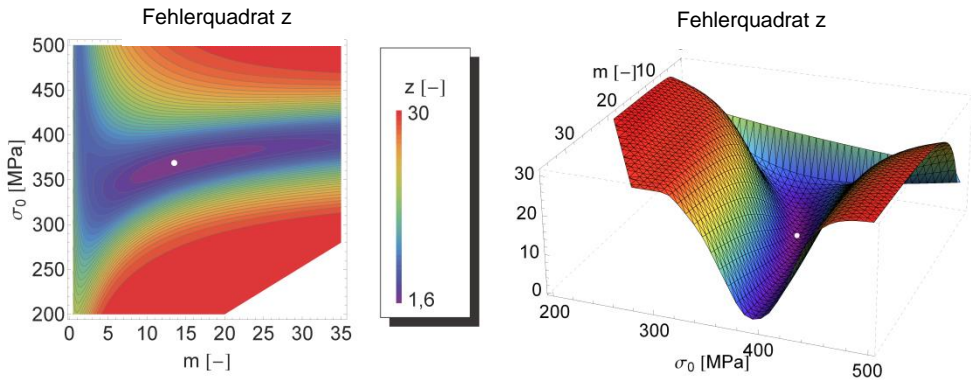


Abbildung 6.16: Minimierungsfunktion der Fehlerquadrate von 92 Biegeversuchen an MgO - PSZ. Der Punkt markiert das Minimum bei $m = 15$ und $\sigma_0 = 369$ MPa. In der linken Abbildung sind die Fehlerquadrate z (Gl. (6.21)) als äquidistante Höhenlinien und rechts dreidimensional dargestellt.

Um den Zusammenhang zwischen Ausfallwahrscheinlichkeit F (oder theoretischer Versagenswahrscheinlichkeit Z) und Festigkeit σ linear darstellen zu können, wird σ logarithmiert und F in der Form $\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-F}\right)\right)$ dargestellt. Die Rechenzeit zur Lösung der Minimierungsfunktion aus Gl. (6.20) wird unter Ausnutzung der Doppellogarithmierung reduziert Gl. (6.31).

$$\min_{m, \sigma_0} \sum_{j=1}^N \left\{ \ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-Z(t_j)}\right)\right) - \ln\left(\int_V \left[\frac{\hat{\sigma}(r, t_j)}{\sigma_0}\right]^m \frac{dV}{V_0}\right) \right\}^2 \tag{6.31}$$

Die Weibullparameter wurden für alle Biegeversuche mit Gl. (6.20) und Gl. (6.31) ermittelt und ergaben vernachlässigbare Abweichungen. Die charakteristische Festigkeit und der Weibullmodul sind somit unabhängig von der Logarithmierung. Die Ermittlung des Weibullmoduls durch die Doppellogarithmierung zeigt kein schärferes Minimum und ist daher keine zuverlässigere Methode zur Bestimmung der Weibullparameter (Abbildung 6.17).

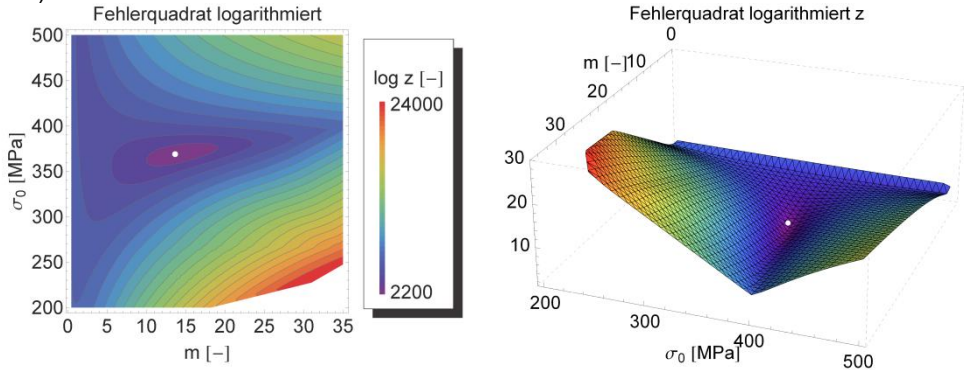


Abbildung 6.17: Doppelt logarithmische Minimierungsfunktion der Fehlerquadrate von 92 Biegeversuchen an MgO - PSZ. Der Punkt markiert das Minimum bei $m = 15$ und $\sigma_0 = 369$ MPa. In der linken Abbildung sind die Fehlerquadrate z als logarithmierte äquidistante Höhenlinien und rechts dreidimensional dargestellt.

Da die Ermittlung der Weibullparameter durch Logarithmierung und die Methode der Kleinsten Fehlerquadrate zu keinem anderen Ergebnis und zu keiner verbesserten Zuverlässigkeit des Ergebnisses führt, wird diese Methode im Folgenden nicht angewandt.

6.6 Ergebnisse der angewendeten Versagenskriterien

Die Ergebnisse der Thermoschockversuche an den Versuchswerkstoffen hinsichtlich der verschiedenen Auswertemethoden und Versagenskriterien werden nachfolgend zusammengefasst und diskutiert.

6.6.1 Energiebetrachtungen

Die elastisch gespeicherte Energie zum Bruchzeitpunkt ist neben dem Spannungszustand ein mögliches Kriterium, um die Belastung bei eintretender Schädigung zu quantifizieren. Sie wird durch Integration der lokalen Energiedichte über das Probenvolumen zum Zeitpunkt des Probenbruches (Kapitel 5.2.6) ermittelt.

Die elastisch gespeicherte Energie während eines Thermoschockversuches wurde in Kapitel 5.2.6 theoretisch hergeleitet. Sie wurde als Funktion der Versuchszeit von realen Thermoschockversuchen aus den Messdaten sowohl aus der radialsymmetrischen Betrachtung (unter Vernachlässigung des Lasersports), als auch aus der FEM-Simulation (unter Berücksichtigung des Lasersports) berechnet (Abbildung 5.34). Der Verlauf der Energiefunktion über das Probenvolumen ist in beiden Fällen vergleichbar. Die Temperaturüberhöhung durch den Laserspot wirkt sich messbar, jedoch nicht maßgeblich auf die Gesamtenergie aus. Die Betrachtung der lokalen Energiedichte weist hingegen eine Energiedichteüberhöhung auf (Abbildung 6.18). Diese Überhöhung der lokalen Energiedichte kann auf die Berechnungsvorschrift aus Gl. (5.4) zurückgeführt werden. Druckspannungen in einer Spannungskomponente der Spur der Spannungsmatrix, durch den Laserspot verursacht, gehen in die Berechnung der Energiedichte quadratisch ein. Die Berechnung der dreidimensionalen Energiedichte beinhaltet folglich einen signifikanten

6 Weiterentwicklung der Auswertung von Theroschockversuchen

Anteil an Druckspannungen, die wie Zugspannungen positiv in die Energiedichte eingehen. Die elastisch gespeicherte Energie stellt als Gesamtenergie ein mögliches Versagenskriterium dar und wird (analog zur Theroschockspannung σ_{TS}) Theroschockenergie W_{TS} genannt.

$$W_{TS}(r, \theta) = W(r, \theta, t_B) \quad (6.32)$$

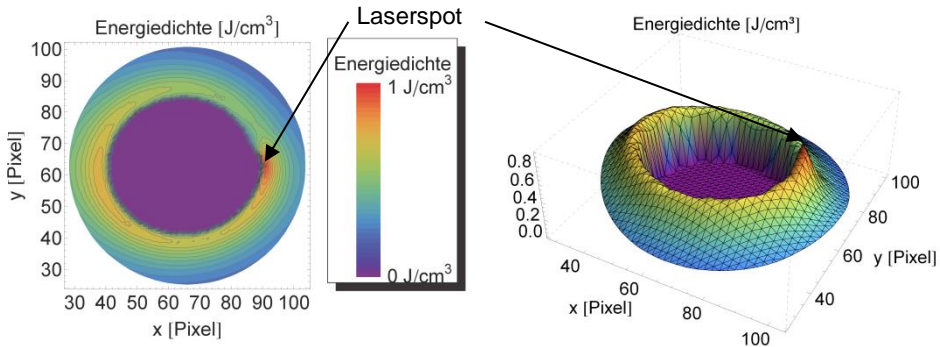


Abbildung 6.18: Energiedichte als Funktion des Probenradius zum Bruchzeitpunkt eines SSiC Theroschockversuches.

Die Energien der Theroschockscheiben zum Zeitpunkt des Probenbruches, ermittelt durch die radialsymmetrische Berechnung sowie durch die FEM-Simulation, sind in Tabelle 6.6 zusammengefasst. Wie bei der Theroschockfestigkeit sind die Mittelwerte der gespeicherten Energien der Theroschockscheiben, bedingt durch die Berücksichtigung des Laserspots, bei der Finiten Elemente Analyse etwas höher, als die Energien der radialsymmetrischen Auswertung. Allerdings bewegen sich die Unterschiede in der Größenordnung der Standardabweichung der Mittelwerte. Die Versuche im Umgebungsmedium Luft weisen unabhängig von der Auswertemethode eine geringere Energie auf, als Versuche im Vakuum. Ursächlich dafür ist die Wärmeabfuhr (Konvektion) durch das Umgebungsmedium.

Tabelle 6.6: Mittelwerte sowie Extremwerte der elastisch gespeicherten Energien W_{TS} der Theroschockversuche von SSiC an Luft und in Vakuum für die radialsymmetrische und zweidimensionale Betrachtung.

	Radialsymmetrie		Finite Elemente Methode	
	Vakuum	Luft	Vakuum	Luft
W_{TS} Mittelwert [mJ]	31 ± 4	26 ± 4	34 ± 4	29 ± 5
Min [mJ]	21	18	23	17
Max [mJ]	35	32	39	35
Anzahl der Versuche	25	23	25	23

Im Folgenden wird als neuer Ansatz eine statistische Analyse der elastisch gespeicherten Energie durchgeführt und als Methode der „2D-elastisch gespeicherten Energie“ bezeichnet. Wie bei der Spannungsbetrachtung kann ein Weibullplot die Parameter Ausfallwahrscheinlichkeit und Energie darstellen. Durch diesen Plot können analog zum bekannten Weibullplot die Weibullparameter m und W_0 dargestellt werden. Wie schon diskutiert, stellt die Energie als Maß für die Belastung eines Volumens keine gängige Größe dar. Daher hat die Betrachtung der Energie in dieser Arbeit nur informativen

Charakter. Es war jedoch möglich, die Energie mit der Bruchfläche einer Thermoschockscheibe zu korrelieren (Abbildung 5.37).

6.6.2 Zusammenfassung der Versagenskriterien und Auswertemethoden

In Tabelle 6.7 sind die in dieser Arbeit verwendeten Versagenskriterien zusammengefasst.

Tabelle 6.7: Zusammenfassung der Versagenskriterien.

Nr.	Versagenskriterium
I.	<u>Maximale Tangentialspannung</u> unter Verwendung der Radialsymmetrie zum Zeitpunkt des Probenbruches (Kapitel 5.2.5)
II.	<u>Gesamte Tangentialspannungsfunktion</u> unter Verwendung der Radialsymmetrie zum Zeitpunkt des Probenbruches (Kapitel 6.3.1)
III.	<u>Hüllkurve der Tangentialspannungsfunktion</u> aus dem II. Kriterium (Kapitel 6.3.2)
IV.	<u>Hüllkurve der 2D-Tangentialspannungsfunktion</u> unter Verwendung der FEM (Kapitel 6.3.4 bis Kapitel 6.3.6)
V.	<u>Elastisch gespeicherte Energie</u> unter Verwendung der Radialsymmetrie zum Zeitpunkt des Probenbruches (Kapitel 5.2.6)
VI.	<u>2D-elastisch gespeicherte Energie</u> unter Verwendung der FEM zum Zeitpunkt des Probenbruches (Kapitel 6.6.1)

Das Kriterium I ist Stand der Technik und wird in der DIN EN 843-5 auf Biegeversuche angewendet. Das II. Kriterium stellt eine maßgebliche Erweiterung dieses Kriteriums auf Versuche mit inhomogener Spannungsverteilung zum Zeitpunkt des Probenbruches dar. Dieser „Schritt“ stellt einen erheblichen rechentechnischen Aufwand dar. Kriterium II wird durch die Berücksichtigung der zeitlichen inhomogenen Belastungen zu Kriterium III erweitert. Da Kriterium III somit auch die Erweiterung von I auf II beinhaltet, wird auf die separate Anwendung des II. Kriteriums verzichtet.

Um nicht symmetrische Spannungszustände auszuwerten, wurde eine FE Rechnung an den SSiC Proben durchgeführt. Das III. Kriterium wurde auf den so ermittelten zweidimensionalen Spannungszustand angewendet (Kriterium IV). Aus experimenteller und statistischer Sicht ist Kriterium IV dasjenige mit der höchst möglichen Genauigkeit, da der gesamte in der Probe vorliegende Spannungszustand und die statistische Auswertung die örtlich und zeitlich inhomogene Belastungssituation inklusive der Durchläufer berücksichtigt. Es ist also davon auszugehen, das Kriterium IV die genauesten Werte für m und σ_0 liefert.

In Tabelle 6.8 sind die Ergebnisse für m und σ_0 unter Verwendung der vorgestellten Kriterien sowie die verwendeten statistischen Auswertemethoden für alle Versuchsmaterialien und Versuchsmedien zusammengefasst.

Die Energiebetrachtung als Versagensgröße wurde im vorangegangenen Abschnitt diskutiert und wird zum Vergleich ebenfalls tabellarisch aufgeführt. Kriterium V stellt die radialsymmetrische Belastung dar, Kriterium VI die zweidimensionale Erweiterung.

Die Auswertung der Thermoschockversuche anhand der MLH-Methode und des Kriteriums I. stellt eine einfache und schnelle Methode zur Auswertung von Thermoschockversuchen dar. Durch die Annahme einer konstanten Spannung und eines konstanten Prüfvolumens wird jedoch in allen Fällen die Streuung unter- sowie die Festigkeit überschätzt (vgl. Kriterium IV). Das Ergebnis ist also nicht konservativ.

6 Weiterentwicklung der Auswertung von Thermoschockversuchen

Das Kriterium III mit der Methode der Kleinsten Fehlerquadrate berücksichtigt den inhomogenen Spannungsverlauf über den Ort und die Zeit sowie die Durchläufer und ist daher genauer jedoch aufwendiger als das Kriterium I. Durch die Annahme einer radialsymmetrischen Spannungsverteilung wird die Spannungsüberhöhung des Laserspots nicht berücksichtigt. Diese Auswertung führt zu konservativen Festigkeiten und Streuungen hinsichtlich der MLH-Methode und des I. Kriteriums (bis auf die Streuung von $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}(\text{O}, \text{C})\text{-ZrO}_2$). In Abbildung 6.19 bis Abbildung 6.22 sind die Ergebnisse der Weibullauswertung mit der Methode der Kleinsten Fehlerquadrate und dem III. Kriterium für jeden untersuchten Werkstoff dargestellt.

Eine Auswertung des Spannungszustandes der SSiC Versuche durch eine FE-Rechnung mit der Methode der Kleinsten Fehlerquadrate und des Kriteriums IV beschreibt das Thermoschockverhalten detailliert. Die so ermittelten charakteristischen Festigkeiten liegen über der konservativen Methode (III.) und unter der einfachen Methode (I.). Die Streuungen sind analog zur konservativen Methode.

FEM Rechnungen (Kriterium IV) wurden aufgrund des Rechenaufwandes nur für die SSiC Versuche in Vakuum und Luft durchgeführt.

Tabelle 6.8: Zusammenfassung der Versagenskriterien und statistische Auswertemethoden für die verwendeten Werkstoffe und Umgebungsmedien.

Versagenskriterium	Werkstoff	Methode zur Ermittlung der Weibullparameter			
		Maximum-Likelihood		Kleinste Fehlerquadrate	
		Vakuum m / σ_0 [-]/[MPa]	Luft m / σ_0 [-]/[MPa]	Vakuum m / σ_0 [-]/[MPa]	Luft m / σ_0 [-]/[MPa]
I. $\max \sigma_{\theta\theta}(r, t_B)$	SSiC	10 / 895	11 / 862	/	/
	PSZ	7 / 641	8 / 584	/	/
	Korund	4 / 382	4 / 392	/	/
	$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}(\text{O}, \text{C})\text{-ZrO}_2$	10 / 444	/	/	/
II. $\sigma_{\theta\theta}(r, t_B)$	/	nicht berechnet			
III. $\max_{0 \leq t \leq t_B} \sigma_{\theta\theta}(r, t)$	SSiC	/	/	6 / 760	9 / 725
	PSZ	/	/	6 / 516	6 / 494
	Korund	/	/	4 / 329	3 / 319
	$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}(\text{O}, \text{C})\text{-ZrO}_2$	/	/	17 / 387	/
IV. $\max_{0 \leq t \leq t_B} \sigma_{\theta\theta}(r, t)$	SSiC	/	/	6 / 825	8 / 820
Energiebetrachtungen				m / W_0 [-] / [mJ]	m / W_0 [-] / [mJ]
V. $W_{el}(r, t_B)$	SSiC	/	/	6 / 35	9 / 30
VI. $W_{el}(r, \theta, t_B)$	SSiC	/	/	6 / 38	8 / 30

Nachfolgend sind die Ergebnisse, ermittelt mit der Methode der Kleinsten Fehlerquadrate und dem Kriterium III, in Abbildung 6.19 bis Abbildung 6.22 dargestellt. Zusätzlich wurde der Werkstoff SSiC mit der gleichen Methode und dem Kriterium IV ausgewertet (Abbildung 6.23).

6 Weiterentwicklung der Auswertung von Thermoschockversuchen

Die Auswertung der vier Versuchswerkstoffe ergibt verschiedene Weibullparameter. In allen Fällen liegen die einzelnen Datenpunkte der Thermoschockspannungen in den Vertrauensbereichen und um die Weibullgeraden, was hinsichtlich des Probenumfangs und der Streuung für die Weibullstatistik als Auswerteroutine spricht. In keinem Fall treten unrealistisch große Abweichungen von der Weibullgeraden auf.

In der Abbildung 6.23 ist das Ergebnis der Weibullauswertung mit der Methode der Kleinsten Fehlerquadrate und dem IV. Kriterium aus der FE Simulation an SSiC dargestellt. Durch die Berücksichtigung der Spannungsüberhöhung des Laserspots in dieser Methode kann eine sichere Thermoschockfestigkeit ausgegeben werden, da der tatsächliche Spannungszustand erfasst wird. Der erhöhte Rechenaufwand resultiert in einer höheren charakteristische Festigkeit im Vergleich zum Kriterium III aus Abbildung 6.19.

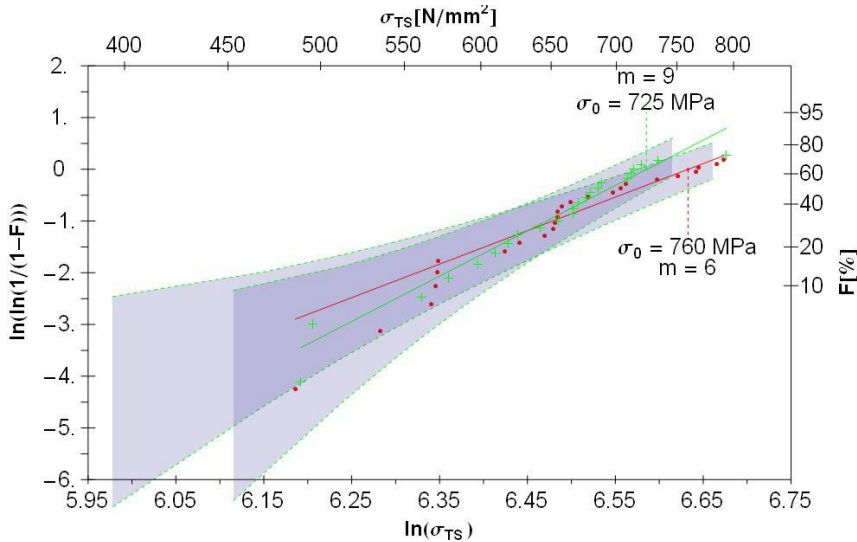


Abbildung 6.19: Weibull-Plot der Thermoschockversuche an SSiC. +- Versuche an Luft, •-Versuche in Vakuum. Die Berechnung erfolgte mit der Methode der Kleinsten Fehlerquadrate und Kriterium III.

6 Weiterentwicklung der Auswertung von Thermoschockversuchen

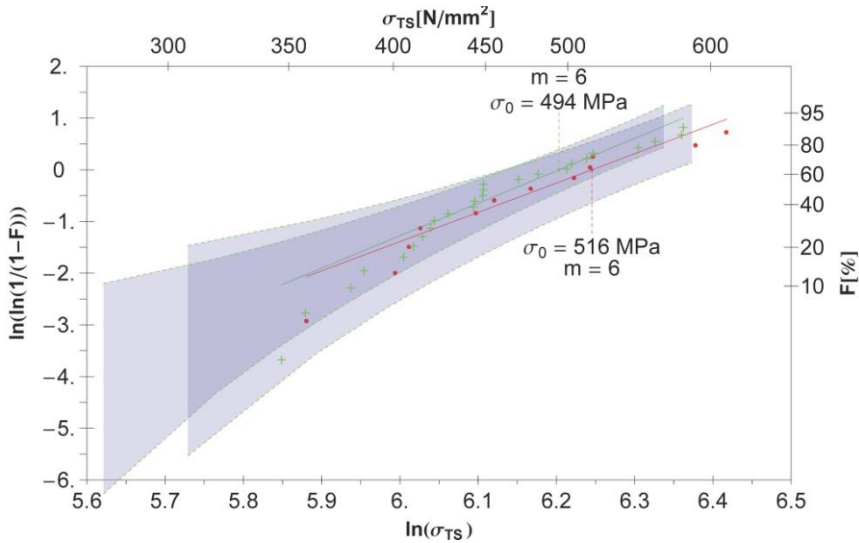


Abbildung 6.20: Weibull-Plot der Thermoschockversuche an PSZ. +- Versuche an Luft, ●-Versuche in Vakuum. Die Berechnung erfolgte mit der Methode der Kleinsten Fehlerquadrate und Kriterium III.

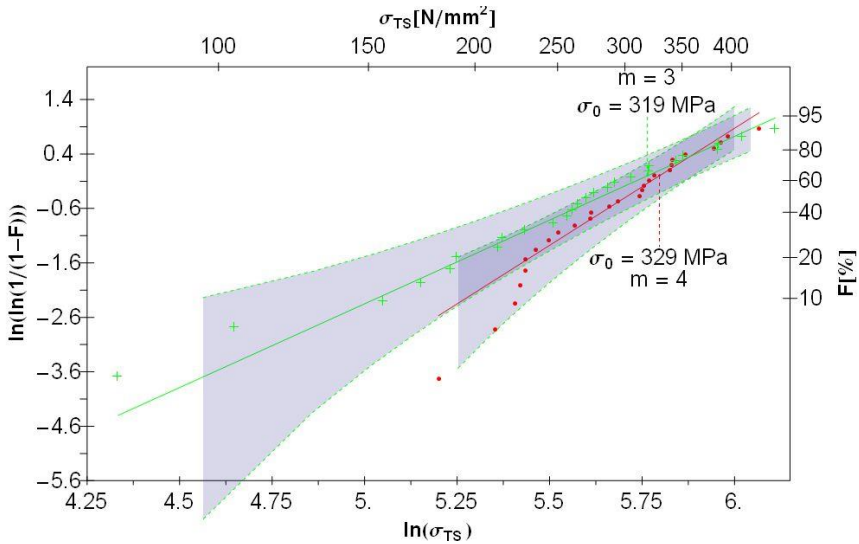


Abbildung 6.21: Weibull-Plot der Thermoschockversuche an Korund. +- Versuche an Luft, ●-Versuche in Vakuum. Die Berechnung erfolgte mit der Methode der Kleinsten Fehlerquadrate und Kriterium III.

6 Weiterentwicklung der Auswertung von Thermoschockversuchen

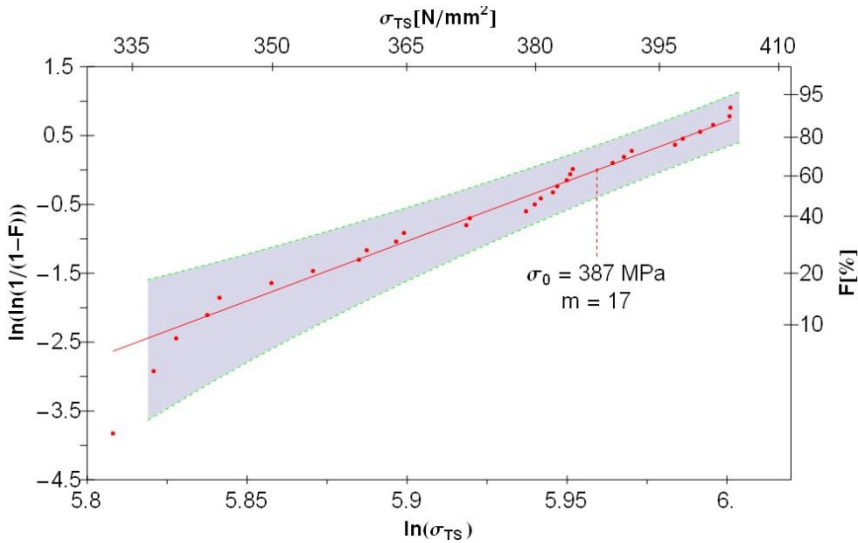


Abbildung 6.22: Weibull-Plot der Thermoschockversuche in Vakuum an $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}(\text{O,C})\text{-ZrO}_2$. Die Berechnung erfolgte mit der Methode der Kleinsten Fehlerquadrate und Kriterium III.

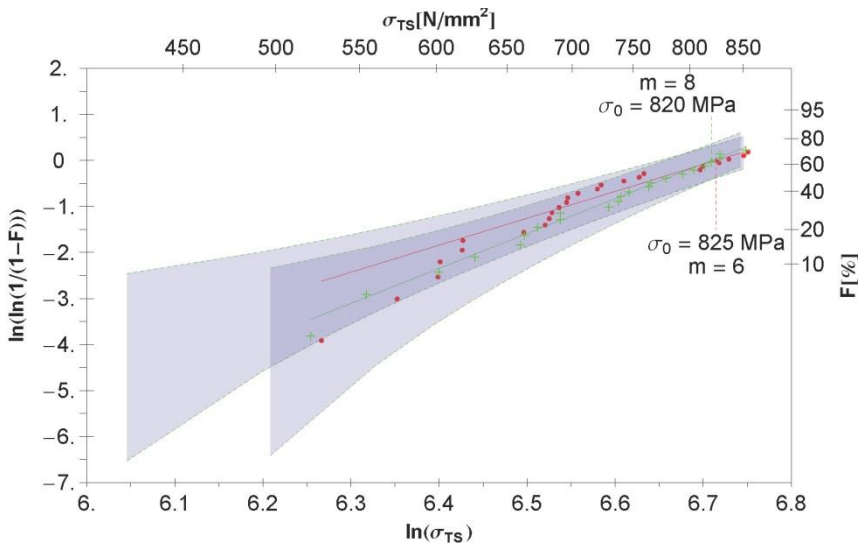


Abbildung 6.23: Weibull-Plot der Thermoschockversuche an SSiC durch Simulation der Spannungen aus dem 3D-Temperaturprofil. + sind Versuche an Luft, • - Versuche in Vakuum. Die Berechnung erfolgte mit der Methode der Kleinsten Fehlerquadrate und Kriterium IV.

Eine wissenschaftliche und detaillierte Auswertung von Thermoschockversuchen durch Simulation (Kriterium IV) stellt allerdings trotz der damit ermittelten exakteren Weibullparameter (Abbildung 6.23) einen erheblichen Aufwand dar, der nicht zur Serienprüfung geeignet ist.

Kriterium I (mit der MLH Methode) stellt im Gegensatz zu Kriterium IV (mit der Methode der Kleinsten Fehlerquadrate) die einfachste Art, Thermoschockversuche auszuwerten, dar. Bei diesem Verfahren wird jedoch die charakteristische Festigkeit am Beispiel von SSiC um

6 Weiterentwicklung der Auswertung von Thermoschockversuchen

7,3 % (Vakuum) bzw. 4,5 % (Luft) und der Weibullmodul um 83 % (Vakuum) bzw. 38 % (Luft) überschätzt. Eine Überschätzung der Parameter hat für die Bauteilauslegung bzw. die Bauteilsicherheit negative Auswirkungen, da sie nicht konservativ ist.

Bei Kriterium III (mit der Methode der Kleinsten Fehlerquadrate zur Ermittlung der Weibullparameter) wird die induzierte Spannungsfunktion, die Belastung über der Versuchszeit sowie evtl. vorhandene Durchläufer berücksichtigt. Diese Methode stellt einen Mehraufwand bezüglich der bisher verwendeten Auswerteroutine (Kriterium I und MLH Methode) dar. Diesem Aufwand kann durch gängige Programme, wie Mathematica oder Matlab vertretbar begegnet werden. Der Rechenaufwand des Kriteriums III liegt jedoch weit unter dem des Kriteriums IV. Bei einem Vergleich des III. mit dem IV. Kriterium werden für die Bauteilauslegung konservative Ergebnisse ermittelt. Für SSiC beträgt die Unterschätzung der charakteristischen Festigkeit 7,3 % (Vakuum) bzw. 12,1 % (Luft). Der Weibullmodul führt in beiden Fällen zu guten Übereinstimmungen. Konservativ bestimmte charakteristische Festigkeiten sowie sichere Streuungen führen zu einer risikoarmen Bauteildimensionierung.

Die Verwendung der elastisch gespeicherten Energie, wie in Kriterium V (radialsymmetrisch) und VI (zweidimensional), führt zu gleichen Weibullmodulen wie die jeweils vergleichbaren Kriterien III (radialsymmetrisch) und IV (zweidimensional) bezüglich der Spannungsfunktion. Die ermittelten Werte W_0 aus Kriterium V und VI sind allerdings in der Bauteildimensionierung bzw. im Maschinenbau im Allgemeinen nicht gebräuchlich und werden mangels Vergleichbarkeit mit anderen Werkstoffen keine serienreife Anwendung finden.

Zusammenfassend ist die radialsymmetrische Auswertung nach Kriterium III mit der Methode der Kleinsten Fehlerquadrate die optimale Lösung zur serienmäßigen Analyse von Thermoschockversuchen, da die Weibullparameter mit vertretbarem Aufwand erheblich sicherer als bisher bestimmt werden können.

6.7 Medieneinfluss

Die Thermoschockversuche an den Werkstoffen SSiC, PSZ und Korund wurden sowohl in Vakuum als auch in Umgebungsluft durchgeführt. Ein Einfluss des Mediums Luft auf das Thermoschockverhalten durch Reaktionen des Sauerstoffes oder der Luftfeuchtigkeit mit dem Material bei Thermoschocktemperatur ist grundsätzlich denkbar [144]. Dabei könnte die Luftfeuchtigkeit durch höhere Absorption des Laserstrahls auf der Probe einen Beitrag zum schnelleren Probenbruch leisten oder durch Reaktionen des Materials bei hohen Temperaturen z.B. an einer Inhomogenität zur Rissinitiierung führen. Nach Entstehung eines Risses könnte die Luftfeuchtigkeit an der Rissspitze den Rissfortschritt beeinflussen.

Die Umgebungsmedien Luft und Vakuum zeigten jedoch keinen messbaren Einfluss auf die Thermoschockfestigkeit der untersuchten Materialien Korund und SSiC. Die Festigkeiten unterscheiden sich um jeweils drei Prozent (Abbildung 6.19 und Abbildung 6.21), was nicht signifikant ist. PSZ zeigt einen scheinbaren Anstieg der Thermoschockfestigkeit beim Test in Vakuum um neun Prozent (Abbildung 6.20). Ein Trend lässt sich jedoch daraus nicht ableiten.

Eine mögliche Ursache des fehlenden Einflusses von Sauerstoff und Luftfeuchtigkeit auf die Versuchsergebnisse ist die geringe Diffusionszeit. Da Thermoschockversuche in sehr kurzer Zeit (0,2 bis 2 s) ablaufen, diffundiert nur wenig Luftsauerstoff oder Luftfeuchtigkeit an die vorhandenen Inhomogenitäten. In jedem Fall ist der Einfluss des Umgebungsmediums auf die Festigkeit kleiner als die statistische Streuung und somit mit Thermoschockversuchen nicht nachweisbar. Des Weiteren konnte in Kapitel 5.3 gezeigt

6 Weiterentwicklung der Auswertung von Thermoschockversuchen

werden, dass der Bruchort nicht der Ort der maximalen Temperatur zum Bruchzeitpunkt (Laserspot) ist, sondern in radialer Richtung vor dem Laserspot (Ort der maximalen Spannung) liegt. Das hat zu Folge, dass der Rissstart trotz der Abhängigkeit von der Thermoschock-Plateautemperatur durch die damit verbundene induzierte Spannung bei Raumtemperatur stattfindet. Dadurch werden die temperaturabhängigen Diffusionsprozesse an der entstandenen Risspitze weiter verlangsamt.

Bei thermischen Ermüdungsversuchen könnte das Umgebungsmedium jedoch einen Einfluss auf die Festigkeit haben, da die Diffusionszeit, bedingt durch die längere Versuchsdauer, größer ist und die gesamte Thermoschockscheibe am Ende jeder Einzelbelastung (ohne Bruch) die Plateautemperatur aufweist. Der irgendwann zu wachsen beginnende Ausgangsriß unterläge somit einer längeren Diffusionszeit sowie einer höheren Temperatur.

Die elastisch gespeicherten Energien von Versuchen in Vakuum sind um 10 % höher, als die Energien der Versuche an Luft (Tabelle 6.6), was jedoch durch die Abkühlung durch Konvektion bei Versuchen in Luft erklärt werden kann. Die Energiebetrachtung liefert somit keinen weiteren Beitrag zur Analyse des Medieneinflusses bei Thermoschockversuchen.

7 Zusammenfassung und Ausblick

Es wurden Thermoschockuntersuchungen an drei handelsüblichen keramischen Materialien (SSiC, PSZ, Korund) sowie an dem neu entwickelten Material $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}(\text{O,C})\text{-ZrO}_2$ durchgeführt. Der Ausgangszustand der Versuchswerkstoffe wurde hinsichtlich Mikrostruktur, mechanischen, thermischen und optischen Eigenschaften charakterisiert. Die verwendeten Werkstoffe sind in ihren optischen und thermischen Eigenschaften derart gegensätzlich, dass die vielseitige Anwendung der Laserthermoschockmethode hinsichtlich ihrer Realisierungsmöglichkeiten und -grenzen gezeigt werden konnte.

Die Realisierung eines zum Probenbruch notwendigen induzierten Temperaturgradienten mittels Nd:YAG-Laserstrahlung war für die untersuchten Werkstoffe in einer Zeit von 0,2 bis 2 s möglich. Dabei wurde ein Laserspot mit bis zu 1 kW Laserleistung spiralförmig von der Mitte beginnend über die Probenoberfläche bis zum Rand geführt, wobei sich ein radialsymmetrisches Temperaturprofil ausbildete. Zur in situ Temperaturmessung wurde eine Hochfrequenz-Infrarotkamera verwendet. Diese Messtechnik erfordert eine temperaturabhängige Kalibrierung für jeden Versuchswerkstoff. Da einige der verwendeten Werkstoffe für Wärmestrahlung transparent sind, wurde in dieser Arbeit eine universelle Kalibriermethode entwickelt, welche die benannten Probleme berücksichtigt. Die anschließende orts- und zeitaufgelöste Bestimmung der Temperaturverteilung erforderte neben der Kalibrierung zahlreiche Korrekturen der Rohdaten hinsichtlich verschiedener Rauscheffekte und messtechnischer Probleme, wie Streustrahlung, des nicht senkrechten Messwinkels der Kamera und der extrem guten Wärmeleitung von SSiC. Der Zeitpunkt des durch die Bestrahlung induzierten Probenversagens konnte exakt mit Hilfe von Schallemission detektiert werden.

Nach Vorliegen des kompletten Temperaturverlaufes als Funktion des Ortes und der Zeit konnten Berechnungen des Spannungszustandes sowie der in der Probe gespeicherten elastischen Energie durchgeführt werden. Die Energie zum Bruchzeitpunkt korreliert mit den verschiedenen auftretenden Bruchmustern. Die lokale Energiedichte zum Zeitpunkt des Probenbruches zeigte, dass der Bruchsprung mit dem Ort der lokalen Spannungsüberhöhung übereinstimmt. Diese Spannungsüberhöhung als Folge der Temperaturüberhöhung ist räumlich von dem Ort des Laserspots getrennt.

Diese Überhöhung im radialsymmetrischen Spannungsprofil konnte durch eine Finite-Elemente Berechnung genauer untersucht werden. Beide Belastungsdarstellungen während eines Thermoschocks - die Radialsymmetrie bzw. die FEM Betrachtung - wurden anschließend einer statistischen Analyse unterzogen.

Die als Stand der Technik anerkannte Weibullstatistik wurde auf die speziellen Anforderungen eines Thermoschockversuches angepasst, indem zur Ermittlung der Weibullparameter die Methode der Kleinsten Fehlerquadrate verwendet wurde. Die Spannungsverteilung als Funktion der Zeit und des Ortes einer Probe ist im Gegensatz zum Vier-Punkt-Biegeversuch im Thermoschockversuch inhomogen. Diese zeitabhängigen Spannungsfunktionen konnten in eine zweiparametrische Weibull-Funktion elementiert werden. Die Berücksichtigung von nicht gebrochenen Proben, sog. Durchläufern, und die Erstellung von Vertrauensbereichen wurde durch die Weibullanalyse realisiert. Die Ermittlung der Weibullparameter wurde unter anderem durch den in der DIN EN 843-5 vorhandenen Datensatz validiert und durch eine Zuverlässigkeitsanalyse abgesichert.

Durch das Vorliegen der orts- und zeitabhängigen Temperaturverteilung und daraus folgend die berechenbare Spannungs- und Energiedichteverteilung konnten mehrere versagensbestimmende Kriterien hinsichtlich der auftretenden inhomogenen Belastung vorgestellt und diskutiert werden. Mögliche Bruchkriterien sind:

- I. Maximale Tangentialspannung unter Verwendung der Radialsymmetrie zum Zeitpunkt des Probenbruches (ein Wert),
- II. Gesamte Tangentialspannungsfunktion unter Verwendung der Radialsymmetrie zum Zeitpunkt des Probenbruches (Spannungsfunktion eindimensional),
- III. Hüllkurve der Tangentialspannungsfunktion aus dem II. Kriterium (Spannungsfunktion eindimensional über die Zeit) und
- IV. Hüllkurve der 2D-Tangentialspannungsfunktion unter Verwendung der FEM (Spannungsfunktion zweidimensional über die Zeit).

Die orts- und zeitaufgelösten Temperaturdaten ermöglichen zusätzlich zur Spannungsanalyse eine Berechnung der in der Probe gespeicherten elastischen Energie. Daraus ergeben sich zwei weitere Bruchkriterien:

- V. Elastisch gespeicherte Energie unter Verwendung der Radialsymmetrie zum Zeitpunkt des Probenbruches und
- VI. 2D-elastisch gespeicherte Energie unter Verwendung der FEM zum Zeitpunkt des Probenbruches.

Die letztgenannten Kriterien führen zu übereinstimmenden Ergebnissen, liefern jedoch neben dem Weibullparameter m (Streuung) eine charakteristische Energiedichte W_0 anstatt der charakteristischen Festigkeit σ_0 . Diese Parameter (m , W_0) eignen sich zwar zur Auslegung von Bauteilen hinsichtlich Temperaturwechselbelastung, sie sind jedoch in der Industrie unbekannt und werden wegen mangelnder Vergleichswerte in der Literatur vermutlich nicht verwendet. Daher wurden die Spanningskriterien I bis IV näher betrachtet.

Das einfachste und schnellste Auswertekriterium I führt zu einer Überschätzung der Weibullparameter. Das detaillierteste und aufwendigste Kriterium IV liefert exakte Parameter der Weibullverteilung. Das geeignetste Kriterium, um Thermoschockversuche hinreichend genau mit vertretbarem rechentechnischem Aufwand serienmäßig auszuwerten zu können, ist das Kriterium III.

Dies wurde am Beispiel von vier Werkstoffen gezeigt. Die ermittelten Parameter (m , σ_0) sind geeignete Auslegungsgrößen für Bauteile unter Thermoschockbedingungen. Im Gegensatz dazu ist die Festigkeit aus dem Vier-Punkt-Biegeversuch $\sigma_{0,4PB}$ und der daraus berechnete Thermoschockgütwert R nur als Trend bzw. Schätzgröße geeignet. Beide Parameter ($\sigma_{0,4PB}$, R) treffen keine detaillierte Aussage über das Verhalten von Werkstoffen unter Thermoschockbelastung.

Zusätzlich zur Bestimmung der Thermoschockfestigkeit und deren Streuung wurde der Einfluss des Umgebungsmediums Luft auf die Weibullparameter untersucht. Die verwendeten Medien Vakuum und Luft haben keinen messbaren Einfluss auf das Thermoschockverhalten. Der nicht nachweisbare Einfluss von Sauerstoff und Luftfeuchtigkeit auf die Rissausbreitung ist auf die extrem kurze Versuchszeit und die damit verbundenen niedrigen Diffusionsraten zurückzuführen. Des Weiteren wurde festgestellt, dass der Bruchursprung jeder Probe trotz Temperaturgradient im kalten Randbereich zu finden war, was die Diffusion bzw. die Reaktion von Sauerstoff und/oder Luftfeuchtigkeit zusätzlich erschwert.

Thermoschockversuche durch Infraroterwärmung wurden bereits durch Schneider [1] und Knoblauch [2] realisiert. Die Erwärmung von Thermoschockproben mit Hilfe von Laserstrahlung konnte durch Rettig [4] entwickelt werden. Die vorgelegte Arbeit basiert auf den von Rettig gelegten Grundlagen zur Realisierung laserinduzierter Thermoschockexperimente. Die Laserthermoschockversuche von Rettig verursachten durch dessen technisch bedingte, langsame Temperatureinbringung einen schwachen Temperaturgradienten. Die eindimensionale Temperatureinflösung in dessen Arbeit vernachlässigt Inhomogenitäten im Temperaturprofil durch den Laserspot. Die bisher

7 Zusammenfassung und Ausblick

vorhandenen Möglichkeiten hinsichtlich des Laser-Thermoschocks wurden in folgenden Punkten grundlegend erweitert:

- **Probenerwärmung:**
Die Erwärmung kann kontinuierlich und in einer Zeit zwischen 0,2 und 2 s realisiert werden. Es gibt keinen zweiten Erwärmungszyklus, sodass unterkritisches Risswachstum nahezu ausgeschlossen werden kann.
- **Temperaturprofil:**
Das entstandene Temperaturprofil kann durch pyrometrische Messungen in guter Genauigkeit bestimmt und ausgewertet werden. Die Temperaturbestimmung erfolgt auf der gesamten Probenoberfläche, somit ist der Einfluss des Laserspots messbar.
- **universelle Anwendbarkeit:**
Die Erwärmung und die Temperaturmessung kann für Keramiken mit optisch und thermisch stark variierenden Eigenschaften realisiert werden.
- **Medieneinfluss:**
Ein Einfluss von Umgebungsmedien auf das Thermoschockverhalten kann untersucht werden.
- **Statistik:**
Die statistische Auswertung wurde an die Anforderungen von Thermoschockversuchen angepasst.
- **Energiebetrachtung:**
Die in einer Probe gespeicherte elastische Energie während des Versuches kann mit Bruchmustern korreliert werden.
- **Akustik:**
Die Schallemissionsmessungen während des Thermoschockversuches sind möglich, das Potential dieser Methode ist aber noch nicht ausgeschöpft.

Zukünftig könnten weitere Untersuchungsschwerpunkte auf andere Medien und/oder zyklische Thermoschockbelastungen gelegt werden. Ermüdungsversuche mit 10^4 Zyklen sind bereits in Vorversuchen realisiert worden und eine aktive Kühlvorrichtung der zyklisch zu belastenden Proben wurde in die Anlage integriert [145].

Thermoschock oder thermische Ermüdung rufen in jedem Fall einen Probenbruch an einem Ort bei Raumtemperatur hervor. Ein Vorheizen der Probe auf eine erhöhte Ausgangstemperatur würde den Umstand der temperaturabhängigen Festigkeit und den Einfluss von Umgebungsmedien auf das Thermoschockverhalten berücksichtigen.

Thermoschockuntersuchungen an Verbundwerkstoffen mit richtungsabhängiger Festigkeit und Streuung könnten durchgeführt und in die Weibullstatistik implementiert werden. Tests an Thermal Barrier Coatings (TBC) aus aktuellen Forschungsprojekten [146, 147] oder an Baustoffen zur Visualisierung von Transport- und Schädigungsprozessen [148-151] sind ebenso realisierbar wie Untersuchungen von optischen Beschichtungen der Dünnschichttechnologie und wurden im Rahmen von Industrie- bzw. Forschungsaufträgen bereits durchgeführt.

Bei den in dieser Arbeit durchgeführten Versuchen, bei Untersuchungen an Verbundwerkstoffen sowie bei thermischen Ermüdungsexperimenten kann die Schallemissionstechnik wichtige Hinweise auf eine entstandene Schädigung liefern. Durch schnellere Aufzeichnungsgeräte für Laufzeitmessungen könnte der Bruchort mit der infrarotgemessenen Temperatur korreliert werden.

Literaturverzeichnis

1. Schneider, G.A., *Thermoschockverhalten von Hochleistungskeramik. Dissertation*, Max Planck Institut, Universität Stuttgart, 1989.
2. Knoblauch, V., *Thermoschockprüfung und bruchmechanische Charakterisierung hochtemperaturbelasteter Keramiken und Composite. Dissertation*, TU Hamburg-Harburg, 2000.
3. Kirchhoff, G., *Thermal Shock Fracture by Laser Irradiation* in: Thermal Shock and Thermal Fatigue Behaviour of Advanced Ceramics, Book Part IV, ed. G.A. Schneider. Vol. 241, Springer, Netherlands, S. 245 - 251, 1993.
4. Rettig, U., *Laserschock - Messmethode - Ein quantitatives Verfahren zur Charakterisierung der Temperaturwechselbeständigkeit hochfester keramischer Werkstoffe. Dissertation*, TU Dresden, 1997.
5. Stroppe, H., *Physik für Studenten der Natur- und Technikwissenschaften*. Vol. 11, Fachbuchverlag Leipzig, 1999.
6. Rüdiger, D. und A. Kneschke, *Technische Mechanik Lehrbuch für Studierende der Ingenieurwissenschaften*. Vol. 2 Festigkeitslehre, B.G. Teubner Verlagsgesellschaft Leipzig, 1962.
7. Munz, D. und T. Fett, *Ceramics: Mechanical Properties, Failure Behaviour, Materials Selection* in: Springer Series in Materials Science. Vol. 36, Springer, Berlin, 1999.
8. DIN EN 820-3:2004, *Hochleistungskeramik, Prüfverfahren für monolithische Keramik, Thermomechanische Eigenschaften, Teil 3: Bestimmung der Thermoschockbeständigkeit mit dem Wasserabschreckversuch*, DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, 2004.
9. Hasselman, D.P.H., *A Unified Theory of Thermal Shock Fracture Initiation and Crack Propagation in Brittle Ceramics*. Journal of the American Ceramic Society, **52**(11): S. 600-604, 1969.
10. Hasselman, D.P.H., *Strength Behavior of Polycrystalline Alumina Subjected to Thermal Shock*. Journal of the American Ceramic Society, **53**(9): S. 490 - 495, 1970.
11. Kingery, W.D., *Factors of Affecting Thermal Shock Resistance of Ceramic Materials*. Journal of the American Ceramic Society, **38**(1): S. 3 - 15, 1955.
12. Hasselman, D.P.H., *Elastic Energy at Fracture and Surface Energy as Design Criteria for Thermal Shock*. Journal of the American Ceramic Society, **46**(11): S. 535 - 540, 1963.
13. Hasselman, D.P.H., *Thermal Stress Resistance Parameters for Brittle Refractory Ceramics: A Compendium*. Ceramic Bulletin, **49**(12): S. 1033-1037, 1970.
14. Hasselman, D.P.H., *Figures-of-Merit for the Thermal Stress Resistance of High-Temperature Brittle Materials: a Review*. Ceramurgia International, **4**(4): S. 147 - 150, 1978.
15. Swindeman, R.W., *Thermal Shock Tests on Beryllia*. Journal of Nuclear Materials, **14**: S. 404 -415, 1964.

Quellen

16. Volkov-Husovic, T., et al., *Thermal Shock Behavior of Alumina Based Refractories: Fracture Resistance Parameters and Water Quench Test*. Materials Letters, **38**(5): S. 372 - 378, 1999.
17. Liu, N., et al., *Thermal Shock and Thermal Fatigue Study of Sr- and Mg- Doped Lanthanum Gallate*. International Journal of Fatigue, **28**: S. 237 - 242, 2006.
18. Zhang, X., et al., *Thermal Shock Behavior of SiC-Whisker-Reinforced Diboride Ultrahigh-Temperature Ceramics*. Scripta Materialia, **59**: S. 55 - 58, 2008.
19. Zhang, X., et al., *Microstructure, Mechanical Properties and Thermal Shock Resistance of Hot-Pressed ZrO₂(3Y)-BN Composites*. Materials Science and Engineering A, **497**: S. 195 - 199, 2008.
20. Zhang, X.H., et al., *Mechanical Properties and Thermal Shock Resistance of ZrB₂-SiC Ceramic Toughened with Graphite Flake and SiC Whiskers*. Scripta Materialia, **61**: S. 809 - 812, 2009.
21. Masashi, M. und I. Takayoshi, *Thermal Shock Testing of Dense SiC by Water-Quenching*. International Journal of High Technology Ceramics, **2**(3): S. 241 - 242, 1986.
22. DIN EN 843-2:2006, *Hochleistungskeramik - Mechanische Eigenschaften monolithischer Keramik bei Raumtemperatur - Teil 2: Bestimmung des Elastizitätsmoduls, Schubmoduls und der Poissonzahl*, DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, 2006.
23. DIN EN 843-1:2008, *Hochleistungskeramik, Mechanische Eigenschaften monolithischer Keramik bei Raumtemperatur, Teil 1: Bestimmung der Biegefestigkeit*, DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, 2008.
24. DIN EN 623-1:2008, *Monolithische Keramik; Allgemeine und strukturelle Eigenschaften - Teil 1: Prüfung auf Anwesenheit von Oberflächenfehlern durch Farbstoffeindringtests*, DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, 2006.
25. Becher, P.F., et al., *Thermal Shock Resistance of Ceramics: Size and Geometry Effects in Quench Tests*. Ceramic Bulletin, **59**(5): S. 542 -548, 1980.
26. Pettersson, P., M. Johnsson, und Z. Shen, *Parameters for Measuring the Thermal Shock of Ceramic Materials with an Indentation-Quench Method*. Journal of the European Ceramic Society, **22**: S. 1883 - 1889, 2002.
27. Aksel, C., P.D. Warren, und F.L. Riley, *Fracture Behaviour of Magnesia-Spinel Composites before and after Thermal Shock*. Journal of the European Ceramic Society, **24**: S. 2407 - 2416, 2004.
28. Anstis, G.R., et al., *A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I, Direct crack measurements*. Journal of the American Ceramic Society, **64**(9): S. 533 - 538, 1981.
29. Evans, A.G. und E.A. Charles, *Fracture toughness determination by indentation*. Journal of the American Ceramic Society, **59**: S. 371-372, 1976.
30. Lawn, B.R., A.G. Evans, und D.B. Marshall, *Elastic /plastic indentation damage in ceramics: The median /radial crack system*. Journal of the American Ceramic Society, **63**: S. 574-581, 1980.
31. Niihara, K., R. Morena, und D.P.H. Hasselman, *Evaluation of K_{IC} of brittle solids by the indentation method with low crack-to-indent ratios*. Journal of Materials Science Letters, **1**: S. 13-16, 1982.

32. Andersson, T. und D.J. Rowcliffe, *Indentation Thermal Shock Test for Ceramics*. Journal of the American Ceramic Society, **79**(6): S. 1509 - 1514, 1996.
33. Tancret, F., *Comments on "Thermal Shock Resistance of Yttria-Stabilized Zirconia with Palmqvist Indentation Cracks" by G.Fargas, D. Casellas, L. Llanes, M. Anglada [J. Eur. Ceram. Soc. 23 (2003) 107-114]*. Journal of the European Ceramic Society, **26**: S. 1517 - 1522, 2006.
34. Munz, D. und T. Fett, *Mechanisches Verhalten keramischer Werkstoffe*. Springer, Berlin, Heidelberg, 1989.
35. Pettersson, P., et al., *Thermal Shock Resistance of Alpha/Beta-Sialon Ceramic Composites*. Journal of the European Ceramic Society, **21**: S. 999 - 1005, 2001.
36. Pettersson, P., et al., *Thermal Shock Properties of Beta-Sialon Ceramics*. Journal of the European Ceramic Society, **22**: S. 1357 - 1365, 2002.
37. Pettersson, P. und M. Johnsson, *Thermal Shock Properties of Alumina Reinforced with Ti(C,N) Whiskers*. Journal of the European Ceramic Society, **23**: S. 309 - 313, 2003.
38. Wang, J.L.Y., G. Fang, und J. Han, *Research on Thermal Shock Resistance of ZrB₂-SiC-AlN Ceramics using an Indentation-Quench Method*. Journal of Alloys and Compounds, **493**(1-2): S. 695-698, 2008.
39. Li, Z., et al., *Thermal Shock Resistance of Dense Zirconia Matrix Composites evaluated by Indentation Techniques*. Materials Science and Engineering A, **517**: S. 154 - 159, 2009.
40. King, C.R., *150. Development of a Technique to Thermally Shock Graphites*. Carbon, **7**(6): S. 732, 1969.
41. King, C.R., *Development of an Experimental Technique to Thermally Shock Graphites*. Carbon, **8**(4): S. 479-482, 1970.
42. Panda, P.K., et al., *Thermal Shock and Thermal Fatigue Study of Ceramic Materials on a Newly Developed Ascending Thermal Shock Test Equipment*. Science and Technology of Advanced Materials, **3**: S. 327-334, 2002.
43. Panda, P.K., et al., *Thermal Shock and Thermal Fatigue Study of Alumina*. Journal of the European Ceramic Society, **22**: S. 2187 - 2196, 2002.
44. Panda, P.K., V.A. Jaleel, und G. Lefebvre, *Thermal Shock Study of Alpha-Alumina Doped with 0.2% MgO*. Materials Science and Engineering A, **485**: S. 558-561, 2008.
45. Sato, S., et al., *Determination of the Thermal Shock Resistance of Graphite by Arc Discharge Heating*. Carbon, **13**: S. 309, 1975.
46. Sato, S., et al., *Evaluations of the Thermal Shock Resistance and Fracture Toughness of Graphite and C/C Composites by Arc Discharge Heating*. Thermal Shock and Thermal Fatigue Behavior of Advanced Ceramics by G.A. Schneider and G. Petzow, **241**(4.1): S. 253-269, 1992.
47. Linke, J., A. Akiba, und I. Mazul, *Performance of Ceramics and Fiber Composites under Severe Thermal Shocks Applied by Energetic Elektron Beam or Accelerated Plasmas*. Thermal Shock and Thermal Fatigue Behavior of Advanced Ceramics by G.A. Schneider and G. Petzow, **241**(4.1): S. 343-355, 1992.

Quellen

48. Schubert, C., H.-A. Bahr, und H.-J. Weiss, *Crack Propagation and Thermal Shock Damage in Graphite Disks Heated by Moving Electron Beam*. Carbon, **14**: S. 21-28, 1986.
49. Pompe, W., et al., *Mechanical Properties of Brittle Materials - Modern Theories and Experimental Evidence*. Zentralinstitut für Festkörperphysik und Werkstofforschung, Dresden, 1986.
50. Reiswig, R.D., P.E. Armstrong, und L.S. Levinson, *Thermal Shock Testing using Focused Electron Beam Heating*. Carbon, **7**(151): S. 732-736, 1969.
51. Schneider, G.A. und G. Petzow, *Thermal Shock Testing of Ceramics- A New Testing Method*. Journal of the American Ceramic Society, **74**(1): S. 98-102, 1991.
52. Kirchhoff, G., et al., *Thermal Shock and Thermal Cycling Behavior of Silicon Nitride Ceramics*. Key Engineering Materials, **89-91**: S. 605-609, 1994.
53. Rettig, U., et al., *Die Lebensdauer von Si₃N₄-Keramik, ermittelt mit der Laserschock-Methode* in: Technische Keramische Werkstoffe, ed. J. Kriegesmann. Vol. 40. Erg.-Lfg., Deutscher Wirtschaftsdienst, Köln, 1997.
54. Zhou, Y.C., Z.P. Duan, und Q.B. Yang, *Failure of SiC Particulate-Reinforced Metal Matrix Composites Induced by Laser Thermal Shock*. Metallurgical and Materials Transactions A, **29A**: S. 685-692, 1998.
55. Lewis, D., *Comparison of Critical Delta T_c Values in Thermal Shock with the R Parameter*. Journal of the American Ceramic Society, **63**(11 - 12): S. 713 -714, 1980.
56. Fargas, G., et al., *Thermal Shock Resistance of Yttria-Stabilized Zirconia with Palmqvist Indentation Cracks*. Journal of the European Ceramic Society, **23**: S. 107 - 114, 2003.
57. Gottstein, G., *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*. Springer Verlag, Aachen, 1998.
58. Schatt, W. und H. Worch, *Werkstoffwissenschaft, 8. Auflage*, ed. W. Schatt. Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie Stuttgart, 1996.
59. Magerl, F., *Thermoschock- und thermisches Ermüdungsverhalten von keramischen Werkstoffen unter bruchmechanischen Aspekten*. Vol. 18, Fortschritt-Berichte VDI, Düsseldorf, 1994.
60. DIN EN 843-5:2006, *Hochleistungskeramik - Mechanische Eigenschaften monolithischer Keramik bei Raumtemperatur - Teil 5: Statistische Auswertung; Deutsche Fassung EN 843-5:2006*, DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, 2006.
61. Aurich, D., *Bruchvorgänge in metallischen Werkstoffen*. Werkstofftechnische Verlagsgesellschaft m.b.H., Karlsruhe, 1978.
62. Griffith, A.A., *The phenomena of rupture and flow in solids*. Philosophical Transactions of the Royal Society of London, **Series A**(221): S. 163-198, 1920.
63. Gross, D. und Selig, *Bruchmechanik, 4. Auflage*. Springer, Berlin, 2007.
64. Irwin, G.R., *Fracture, in: Handbuch der Physik, Bd. IV*. Springer, Berlin, Heidelberg, S. 551, 1958.
65. Danzer, R. und T. Lube, *Werkstoffprüfung keramischer Werkstoffe - ein Überblick*. Montanuniversität Leoben und Materials Center Leoben - Österreich, 2004.

66. Fujii, T. und T. Nose, *Evaluation of Fracture Toughness for Ceramic Materials*. The Iron and Steel Institute of Japan **29**(9): S. 717-725, 1989.
67. Damani, R.J., C. Schuster, und R. Danzer, *Polished Notch Modification of SENB-S Fracture Toughness Testing*. Journal of the European Ceramic Society, **17**: S. 1685-1689, 1997.
68. Kübler, J., *Fracture Toughness Using the SEVNB-Method: Preliminary Results*. Ceramic Engineering and Science Proceedings, **18**(4): S. 155-162, 1997.
69. Axaji, H. und Y. Sakaida, *V-Notch Technique for Single-Edge Notched Beam and Chevron Notch Methods*. Journal of the American Ceramic Society, **73**(11): S. 3522-3523, 1990.
70. Quinn, G.D., R.J. Gettings, und J. Kübler, *Fractography and the Surface Crack in Flexure (SCF) Method for Evaluating Fracture Toughness of Ceramics*. Journal of the American Ceramic Society, **64**: S. 107-144, 1996.
71. Choi, S.R., A. Chulya, und J.A. Salem, *Analysis of Precracking Parameters for Ceramic Single-Edge-Pre-cracked Specimens*. Fracture Mechanics of Ceramics, **10**(73-88), 1992.
72. Nose, T. und T. Fujii, *Evaluation of Fracture Toughness for Ceramic Materials by a Single-Edge-Pre-cracked-Beam Method*. Journal of the American Ceramic Society, **71**(5): S. 328-333, 1988.
73. Knoblauch, V., et al., *Evaluation of the Thermal Shock Behaviour of Tape Cast Ceramic Substrates by Means of Lamp Irradiation*. Journal of the European Ceramic Society, **20**: S. 57-66, 2000.
74. Anstis, G.R., et al., *A Critical Evaluation for Indentation Techniques for Measuring Toughness: II, Direct Crack Measurements*. J. Am. Ceram. Soc., **64**(9): S. 533-538, 1981.
75. DIN CEN/TS 14425-5:2004, *Hochleistungskeramik - Prüfverfahren zur Bestimmung der Bruchzähigkeit von monolithischer Keramik - Teil 5: Verfahren für Biegeproben mit V-Kerb (SEVNB-Verfahren)*, DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, 2004.
76. ASTM PS 070-97, *Standard Test Methods for the Determination of Fracture Toughness of Advanced Ceramic Materials at Ambient Temperature*, CEN, 1997.
77. JIS R 1607-1990, *Testing Methods for Fracture Toughness of High Performance Ceramics*, Japanese Industrial Standard, 1995.
78. Weibull, W., *A statistical theory of the strength of materials*. Ingeniors Vetenskaps Akademien, Handlingar, **151-3**: S. 45-55, 1939.
79. Weibull, W., *A statistical distribution function of wide applicability*. Journal of Applied Mechanics, **18**: S. 293-297, 1951.
80. Suresh, S., *Fatigue of Materials*. Vol. 2, Cambridge University Press, 1998.
81. Szabo, I., *Höhere technische Mechanik*. Vol. 6, Springer, Berlin, 2001.
82. Läßle, V., *Einführung in die Festigkeitslehre*. Vol. 2, Vieweg-Verlag, Wiesbaden, 2008.
83. Sander, M., *Sicherheit und Betriebsfestigkeit von Maschinen und Anlagen*. Springer, Berlin, 2008.

Quellen

84. Pulz, R. und B. Rehmer, *Thermal Shock Behaviour of Ceramics under Different Testing Conditions*. Journal of Physics: Conference Series, **240**(012162), 2010.
85. DIN EN 843-5:2006, *Advanced technical ceramics - Mechanical properties of monolithic ceramics at room temperature - Part 5: Statistical analysis*, DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, 2006.
86. Zimmermann, K., et al., *Surface Modification of Al₂O₃/TiC Cutting Ceramics*. Journal of the American Ceramic Society, **90**(12): S. 3773-3778, 2007.
87. Bhattacharya, A.K., et al., *Influence of Surface Modification on the Cutting Performance of Reaction-Sintered Al₂O₃-TiOC Ceramics*. Journal of the American Ceramic Society, **91**(9): S. 2982-2986, 2008.
88. Hannink, R.H.J., P.M. Kelly, und B.C. Muddle, *Transformation Toughening in Zirconia-Containing Ceramics*. Journal of the American Ceramic Society, **83**(3): S. 461-487, 2000.
89. Petzow, G., *Metallographisches, Keramographisches, Plastographisches Ätzen*, 6. Auflage, Technische Reihe 1. Gebrüder Borntraeger, Berlin und Stuttgart, 2006.
90. DIN EN 623-3:2003-01, *Hochleistungskeramik - Monolithische Keramik; Allgemeine und strukturelle Eigenschaften - Teil 3: Bestimmung der Korngröße und der Korngrößenverteilung (Linienschnittverfahren)*, DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, 2003.
91. DIN EN 10002-2:1993-07, *Metallic materials; tensile testing; part 2: verification of the force measuring system of the tensile testing machines*, DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, 1993.
92. DIN 1306:1984, *Dichte; Begriffe, Angaben*, DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, 1984.
93. DIN 51045-1:2005, *Bestimmung der thermischen Längenänderung fester Körper - Teil 1: Grundlagen*, DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, 2005.
94. DIN 51045-2:2007, *Bestimmung der thermischen Längenänderung fester Körper - Teil 2: Prüfung gebrannter feinkeramischer Werkstoffe nach dem Dilatometerverfahren*, DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, 2007.
95. Koltunski, C., *Verfahren zur Charakterisierung ultradünner Schichten: Abbildende Ellipsometrie kombiniert mit orts aufgelöster Reflexionsspektroskopie zur Untersuchung von ultradünnen Schichten*. Vdm Verlag Dr. Müller, Saarbrücken, 2008.
96. Leute, U., *Optik für Medientechniker: Optische Grundlagen der Medientechnik*. Fachbuchverlag Leipzig im Hanser Fachbuchverlag, 2011.
97. Börner, F.-D., W. Lippmann, und A. Hurtado, *Ermittlung optischer Eigenschaften von Keramiken bei den Wellenlängen 808 nm bzw. 940 nm eines Diodenlasers*. DKG Jahrestagung und Symposium Hochleistungskeramik, Hermsdorf, 2010.
98. Stahl, K. und G. Miosga, *Infrarottechnik*. Vol. 2, Hüthig, Heidelberg, 1986.
99. Pulz, R., B. Rehmer, und B. Skrotzki, *Thermoschock - Interpretation von makroskopischen Bruchmerkmalen*. Praktische Metallographie, **47**(6): S. 302-312, 2010.

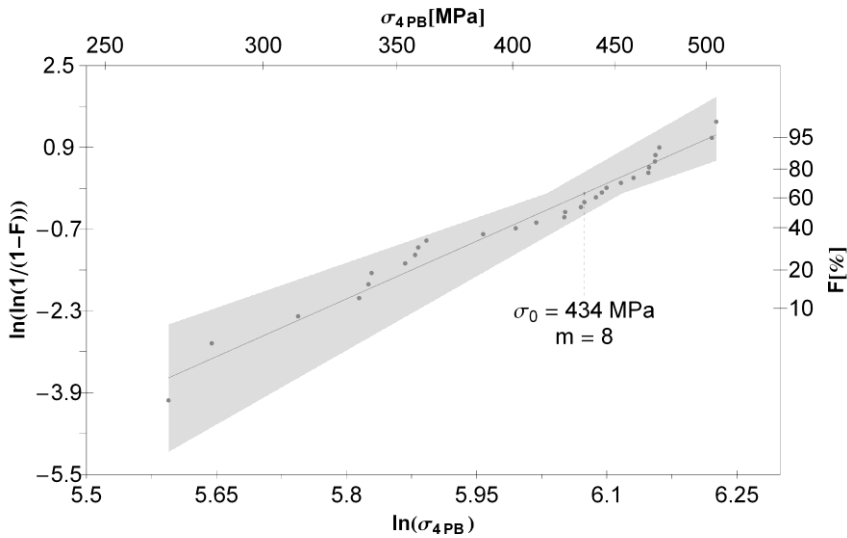
100. Panzer, S., *Die Anwendung des Lasers für die Materialbearbeitung*. Proceedings of the International Symposium on Laser-Physics and Applications: S. 138-155, 1965.
101. Beyer, E. und K. Wissenbach, *Oberflächenbehandlung mit Laserstrahlung*; in: Laser in Technik und Forschung. Springer, Berlin, Heidelberg, 1998.
102. Optische Filter - Begriffe und Definitionen / LOT Oriel Group Europe, Im Tiefen See 58, D-64293 Darmstadt, 2010.
103. Bach, J.P. *Bach Resitor Ceramics*. 2001; Available from: <http://www.bachrc.de>.
104. SystemsTM. F., *Bedienungsanleitung ThermoCamTM S65*. Vol. Publ. No. 1557991 Rev.a62, www.flirthermography.de, 2004.
105. *FLIR Systems Manual ThermoCamTM S65*. 2004 [cited Publ. No. 1557991 Rev.a62; 137-139].
106. Konsztowicz, K.J., *Crack Growth and Acoustic Emission in Ceramics During Thermal Shock*. Journal of the American Ceramic Society, **73**(3): S. 502-508, 1990.
107. Hefetz, M. und S.I. Rokhlin, *Thermal Shock Damage Assessment in Ceramics Using Ultrasonic Waves*. Journal of the American Ceramic Society, **75**(7): S. 1839-1845, 1992.
108. Hecht, E., *Optik, verbesserte Auflage*. Oldenbourg Wissenschaftsverlag, München, 2009.
109. Brandt, R., C. Bird, und G. Neuer, *Emissivity Reference Paints for High Temperature Applications*. Measurement, **41**: S. 731 - 736, 2008.
110. Monte, C., *Reference Paints*, 2008, PTB, AG 7.32, Infrarot-Strahlungsthermometrie: Berlin.
111. Vallen-Systeme GmbH / The Acoustic Emission Company Test Certificate VS150-M No.3355 und 3356 / Schäfflerner Weg 26, D-82057 Icking München, 2000.
112. Kotelnikow, W.A., *On the transmission capacity of "ether" and wire in electrocommunications*. Izd. Red. Upr. Swjasi RKKA, 1933.
113. Saliwan-Neumann, R., *EBSD - persönliche Mitteilung*, 2008, BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Abteilung 5, Fachgruppe 1 "Struktur und Gefüge von Werkstoffen": Berlin.
114. Humphreys, J., *Review: Grain and subgrain characterisation by electron backscatter diffraction*. Journal of Materials Science, **36**: S. 3833 - 3854, 2001.
115. Michalowski, L., *Neue keramische Werkstoffe*. Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig und Stuttgart, 1994.
116. Cahn, R.W., P. Haasen, und E.J. Krauer, *Structure and Properties of Ceramics, Vol. 11*; in: Materials Science and Technology. Wiley-VCH Weinheim, 1994.
117. Stevens, R., *An Introduction to Zirconia; Zirconia and Zirconia Ceramics*. Magnesium Elektron Ltd, Ed. 2, 1986.
118. Heuer, A. und M. Rühle, *On the Nucleation of the Martensitic Transformation in Zirconia (ZrO₂)*. Acta Metallurgica, **33**: S. 2101, 1985.

Quellen

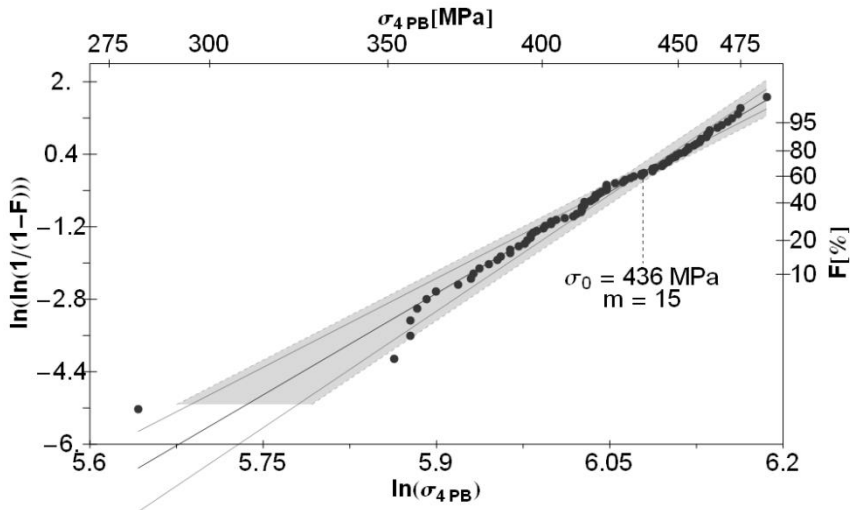
119. Hart, L.D., *Alumina Science and Technology Handbook*. The American Ceramic Society, Westerville, Ohio, 1990.
120. Dörre, E. und H. Hübner, *Alumina*. Springer, Berlin, Heidelberg, 1984.
121. Priestel, K., *Praktikum - Belegarbeit: Auswertung und Interpretation von Thermoschockuntersuchungen an drei Hochleistungskeramiken*, 2009, BAM Berlin und TU Bergakademie Freiberg, Institut für Werkstofftechnik: Berlin.
122. DIN EN 821-2:1997, *Hochleistungskeramik - Monolithische Keramik, Thermophysikalische Eigenschaften - Teil 2: Messung der Temperaturleitfähigkeit mit dem Laserflash (oder Wärmepuls-) Verfahren*, DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, 1997.
123. DIN EN 821-3:2005, *Hochleistungskeramik - Monolithische Keramik - Thermophysikalische Eigenschaften - Teil 3: Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität*, DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, 2005.
124. Abuhamad, A. und U. Netzelmann, *Impuls- und Lock-in Thermographie an infrarottransparenten Werkstoffen*. Thermographie-Kolloquium 2009 - Vortrag 02 / Fraunhofer-Institut für zerstörungsfreie Prüfverfahren IZFP, Saarbrücken, 2009.
125. Maturilli, A., *The Berlin Emissivity Database (BED)*. Planetary and Space Science, **56**: S. 420 -425, 2008.
126. Meola, C. und G.M. Carlomagno, *Recent Advances in the Use of Infrared Thermography*. Measurement Science and Technology, **15**: S. R27-R58, 2004.
127. DIN 1319-4:1999, *Grundlagen der Meßtechnik - Teil 4: Auswertung von Messungen; Meßunsicherheit*, DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, 1999.
128. Benz, A., *Zur Bestimmung der Belastungsgrenzen verschiedener nichtmetallischer Materialien mittels Laserbestrahlung unterschiedlicher Leistungsdichte und Pulsdauer*. **Dissertation**, RWTH Aachen, 1992.
129. Bergs, T., *Analyse der Wirkmechanismen beim laserunterstützten Drehen von Siliziumnitridkeramik*. **Dissertation**, Fakultät für Maschinenwesen, RWTH Aachen, 2001.
130. Wolfram Research Europe Ltd. Mathematica 7.0.1, 10 Blenheim Office Park, Lower Road, Long Hanborough, Oxfordshire OX29 8RY, UNITED KINGDOM, 2010.
131. Magnus, K. und H.H. Müller, *Grundlagen der technischen Mechanik, 2. Auflage*. B.G. Teubner, Stuttgart, 1979.
132. Quinn, G.D., *Fractography of Ceramics and Glasses in: Surface and Coatings Technology*. Vol. Special Publication 960-17, National Institute of Standards and Technology, Washington, 2007.
133. Dai, Z.-J., Y. Mutoh, und S. Sujatanond, *Numerical and Experimental Study on the Thermal Shock Strength of Tungsten by Laser Irradiation*. Materials Science and Engineering A, **472**(1 - 2): S. 26 - 34, 2007.
134. Saouma, V.E., S.-Y. Chang, und O. Sbaizero, *Numerical Simulation of Thermal Residual Stress in Mo- and FeAl-Toughened Al₂O₃*. Composites B, **37**: S. 550-555, 2006.

135. Allaire, P.E., *Basics of the Finite Element Method*. Wm. C. Brown Publishers, Dubuque, 1985.
136. Fedelich, B., *Fachbereich 5.2 der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung*. 2010.
137. SIMULIA World Headquarters ABAQUS/CAE 6.9, 166 Valley Street Providence, RI 02909 USA, 2009.
138. SIMULIA World Headquarters ABAQUS/Standard 6.9, 166 Valley Street Providence, RI 02909 USA, 2009.
139. Ziegler, C., *Bewertung der Zuverlässigkeit keramischer Komponenten bei zeitlich veränderlichen Spannungen und bei Hochtemperaturbelastung*. **Dissertation**, Institut für Zuverlässigkeit und Schadenskunde im Maschinenbau, Universität Karlsruhe, 1998.
140. Dillström, P. und F. Nilsson, *Probabilistic Fracture Mechanics*. Comprehensive Structural Integrity, **7**: S. 465-489, 2003.
141. Bronstein, I.N., et al., *Taschenbuch der Mathematik 8. Auflage*. Verlag Harri Deutsch GmbH, Frankfurt am Main, 2012.
142. Kühlmeyer, M., *Statistische Auswertemethoden für Ingenieure: mit Praxisbeispielen*. Springer - VDI Reihe, Düsseldorf, 2001.
143. Wilker, H., *Weibull-Statistik in der Praxis, Vol. 3*. Books on Demand GmbH, Norderstedt, 2004.
144. Salmang, H. und H. Scholze, *Keramik*, ed. R. Telle. Springer, Heidelberg, 2007.
145. Nies, D., et al., *Testing of Thermal Barrier Coatings by Laser Excitation*. Advanced Engineering Materials, **DOI:10.1002/adem. 12**(Special Issue MSE 2010), 2010.
146. Schlösser, J., et al., *Oxidation Behavior of Thermal Barrier Coatings on Copper Substrates*. Advances in Science and Technology, **66**: S. 74-79, 2010.
147. Feigl, M., M. Nofz, und R. Pulz, *Vorversuche an Sol-Gel-Aluminiumoxidschichten für den Oxidationsschutz von Hochtemperaturlegierungen hinsichtlich Schädigung durch extreme Temperaturwechsel*. Persönliche Mitteilung, 2010.
148. Harrer, A., et al., *Untersuchung von Transport- und Schädigungsprozessen mittels lokal angeregter aktiver Thermografie*. Beitrag zu einem Sammelwerk: DGZfP-Jahrestagung, **DGZfP-BB 122 (P36), 1-9** (Hrsg.: Deutsche Gesellschaft für Zerstörungsfreie Prüfung e.V. (DGZfP)), 2010.
149. Harrer, A., et al., *Visualisation of Transport Processes in Building Materials by Laser Induced Active Thermography*. Proc. of 10th European Conference on Non-Destructive Testing, Moscow, 7.-11.June 2010.
150. Kramer, A., et al., *Laser induced active thermography for the visualization of transport processes in building materials*. Beitrag zu einem Sammelwerk: DGZfP-Jahrestagung **122 (P36)**(Hrsg.: Deutsche Gesellschaft für Zerstörungsfreie Prüfung e.V. (DGZfP)): S. 1 - 9, 2010.
151. Maierhofer, C., et al., *Untersuchung von Transport- und Schädigungsprozessen in Keramiken und mineralischen Baustoffen mit lokal und global angeregter aktiver Thermografie*. Sensoren und Messsysteme 2010 - 15. ITG/GMA-Fachtagung, **Paper 116** (Hrsg.: VDE Verlag GmbH): S. 658-663, 2010.

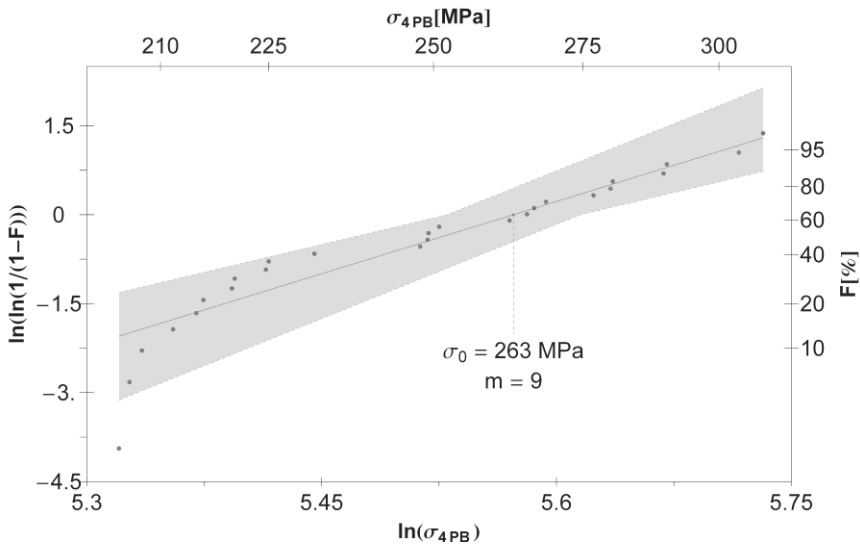
Anhang



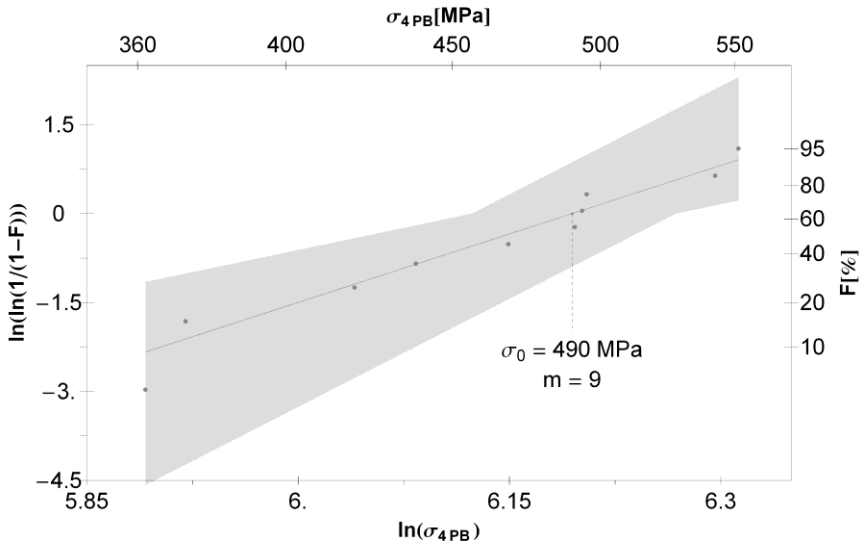
Anhang 1: Weibull Darstellung der durch den Biegeversuch ermittelten Festigkeiten von SSiC. Die charakteristische Festigkeit beträgt 434 MPa und der Weibull Modul 8.



Anhang 2: Weibull Darstellung der durch den Biegeversuch ermittelten Festigkeiten von Zirkonoxid. Die charakteristische Festigkeit beträgt 436 MPa und der Weibull Modul 15.



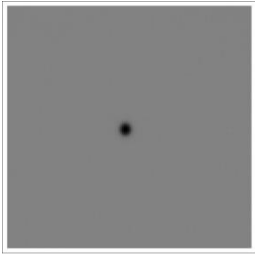
Anhang 3: Weibull Darstellung der durch den Biegeversuch ermittelten Festigkeiten von Korund. Die charakteristische Festigkeit beträgt 263 MPa und der Weibull Modul 9.



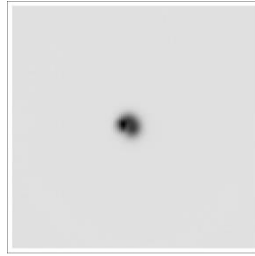
Anhang 4: Weibull Darstellung der durch den Biegeversuch ermittelten Festigkeiten von $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}(\text{O,C})\text{-ZrO}_2$. Die charakteristische Festigkeit beträgt 490 MPa und der Weibull Modul 9.

Anhang

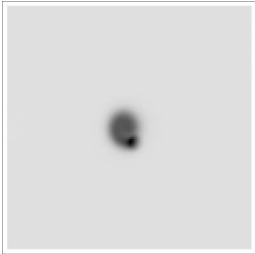
1 ms



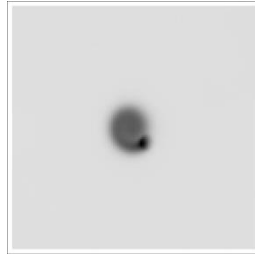
11 ms



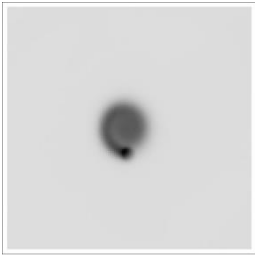
21 ms



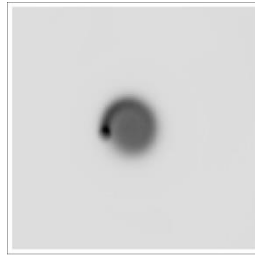
31 ms



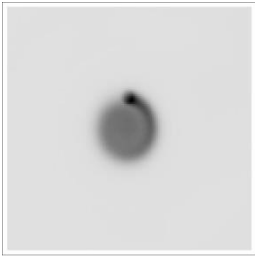
41 ms



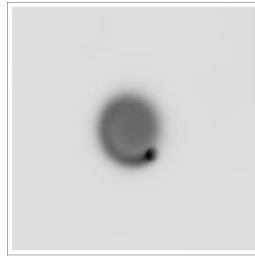
51 ms



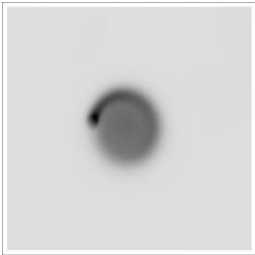
61 ms



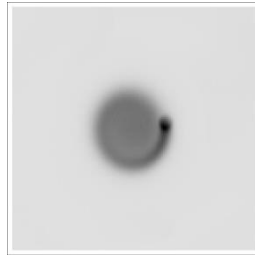
71 ms



81 ms

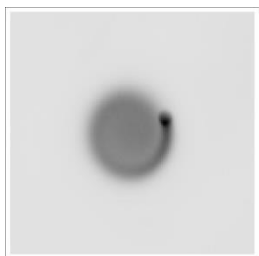


91 ms

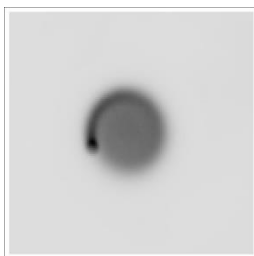


Anhang 5: Thermoschockversuch von SSiC in Vakuum bei 400 W Laserleistung. Die Probe ist 322 ms nach Versuchsbeginn gebrochen. Die Aufnahmen sind Rohbilder der HF - IR Kamera in Digits mit einer Auflösung von 128 x 128 Pixel.

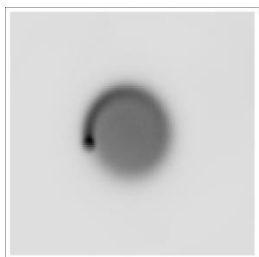
101 ms



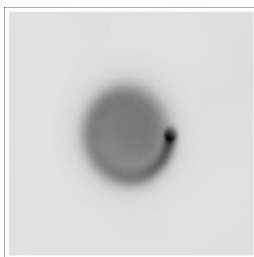
111 ms



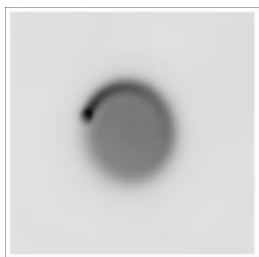
121 ms



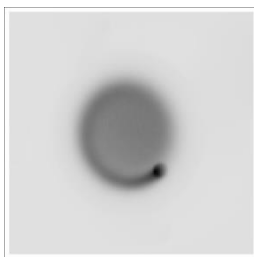
131 ms



141 ms

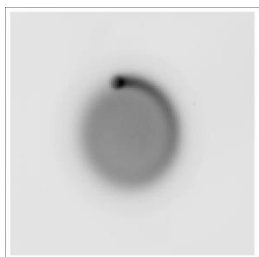


151 ms

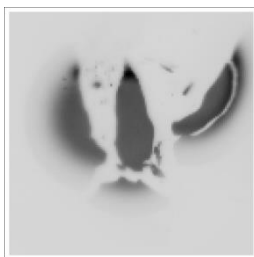


161 ms

letztes
Bild



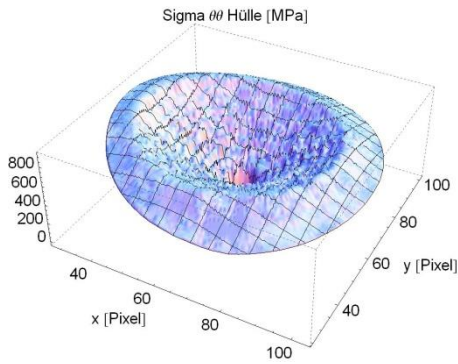
162 ms



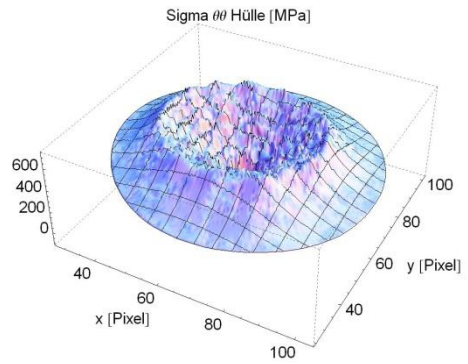
Anhang 5: Fortsetzung

Anhang

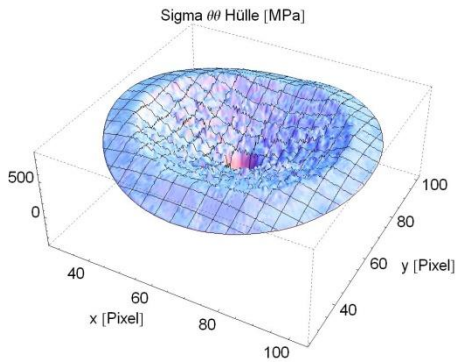
SSiC Probe 01 Vakuum - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



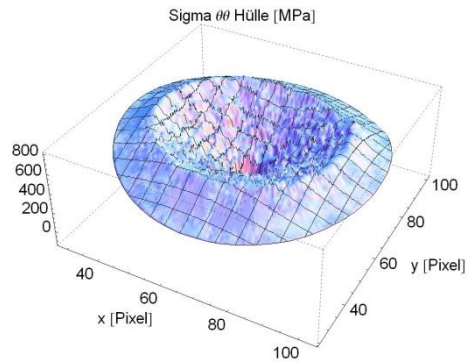
SSiC Probe 02 Vakuum - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



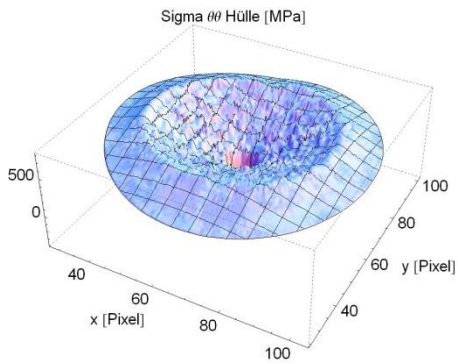
SSiC Probe 03 Vakuum - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



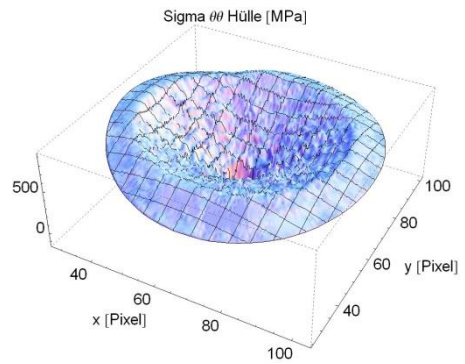
SSiC Probe 04 Vakuum - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



SSiC Probe 05 Vakuum - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$

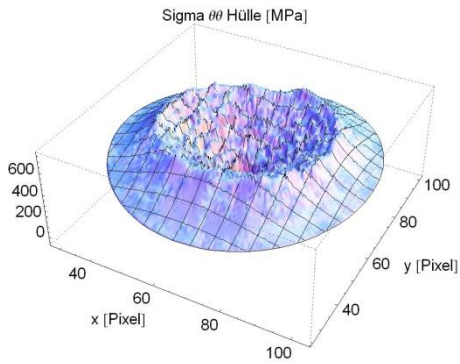


SSiC Probe 06 Vakuum - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$

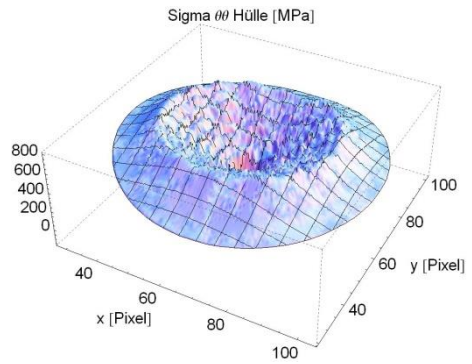


Anhang 6: Hüllkurven der Tangentialspannung aus der FE-Rechnung von SSiC Thermoschockversuchen in Vakuum für Probe 1 bis 25.

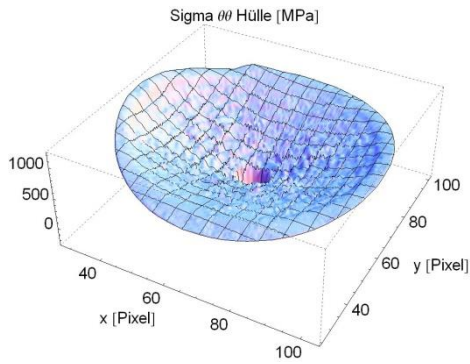
SSiC Probe 07 Vakuum - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



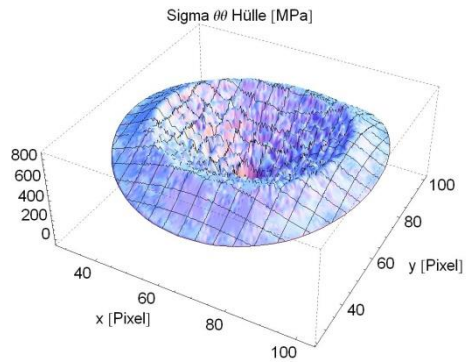
SSiC Probe 08 Vakuum - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



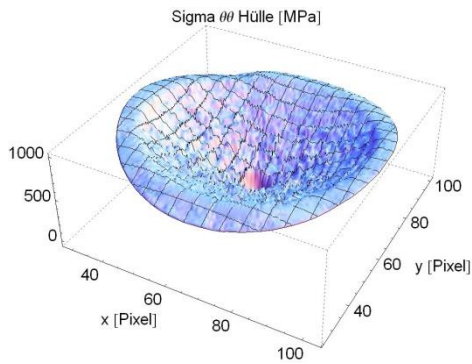
SSiC Probe 09 Vakuum - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



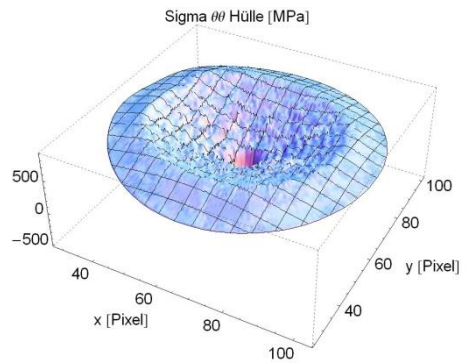
SSiC Probe 10 Vakuum - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



SSiC Probe 11 Vakuum - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



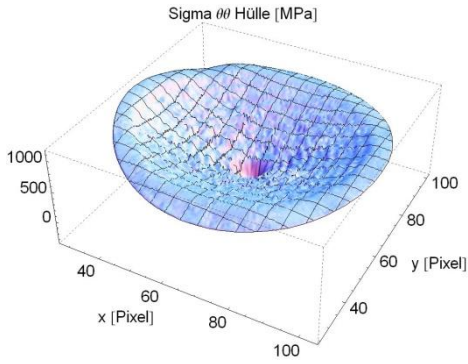
SSiC Probe 12 Vakuum - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



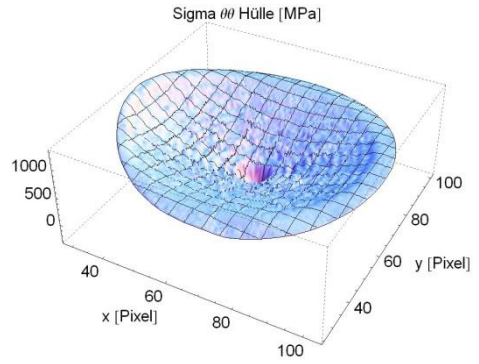
Anhang 6: Fortsetzung

Anhang

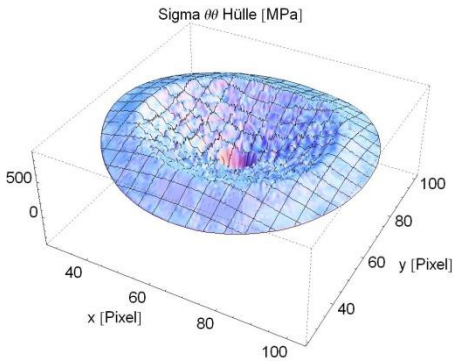
SSiC Probe 13 Vakuum - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



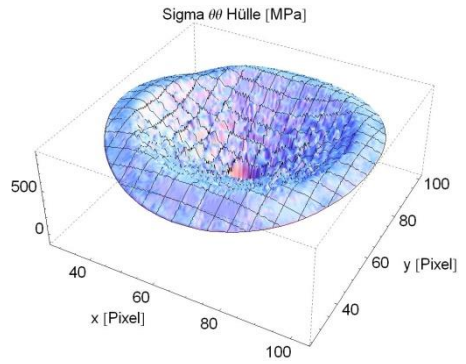
SSiC Probe 14 Vakuum - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



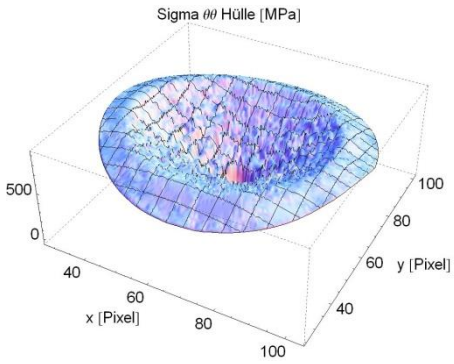
SSiC Probe 15 Vakuum - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



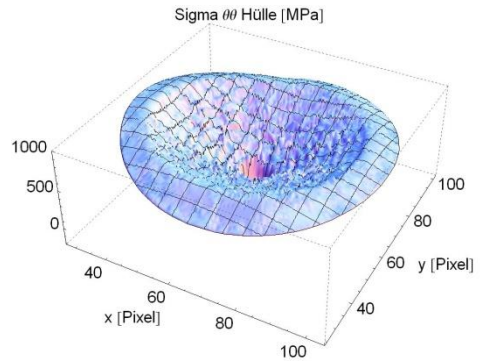
SSiC Probe 16 Vakuum - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



SSiC Probe 17 Vakuum - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$

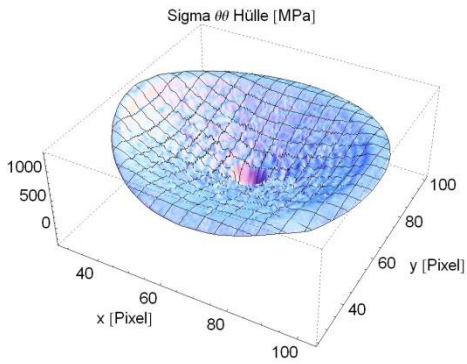


SSiC Probe 18 Vakuum - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$

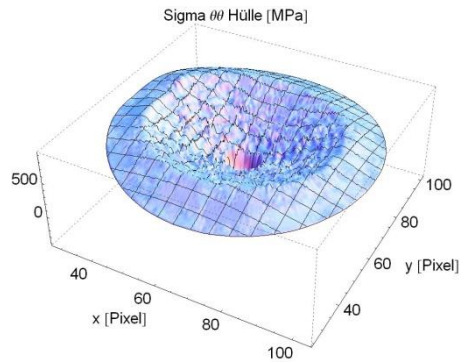


Anhang 6: Fortsetzung

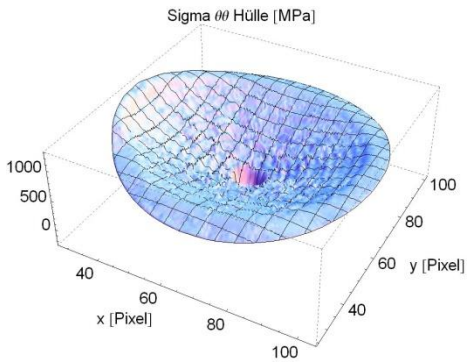
SSiC Probe 19 Vakuum - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



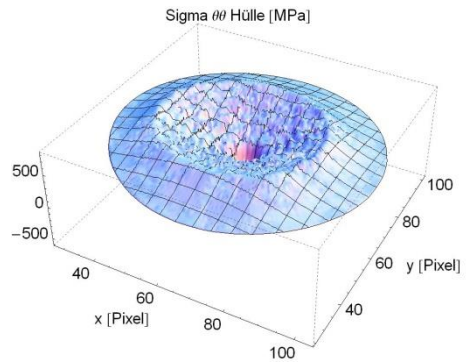
SSiC Probe 20 Vakuum - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



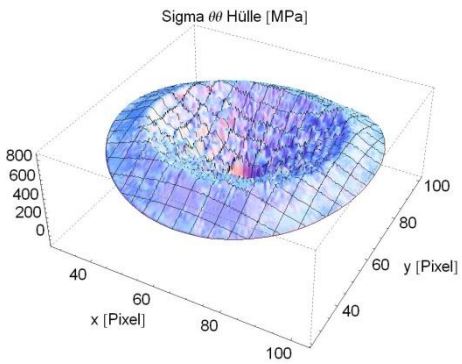
SSiC Probe 21 Vakuum - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



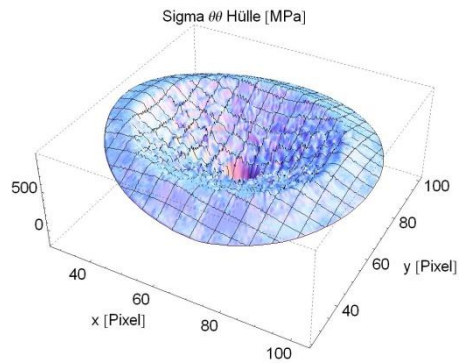
SSiC Probe 22 Vakuum - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



SSiC Probe 23 Vakuum - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



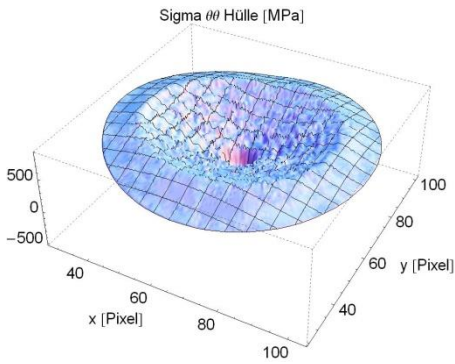
SSiC alle Proben Vakuum - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



Anhang 6: Fortsetzung

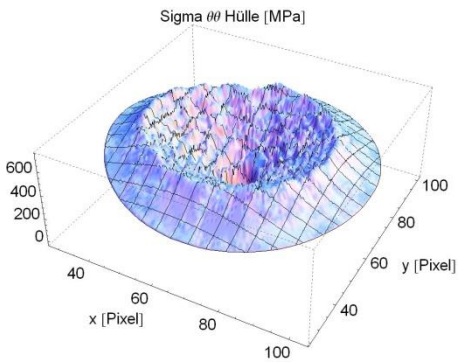
Anhang

SSiC Probe 25 Vakuum - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$

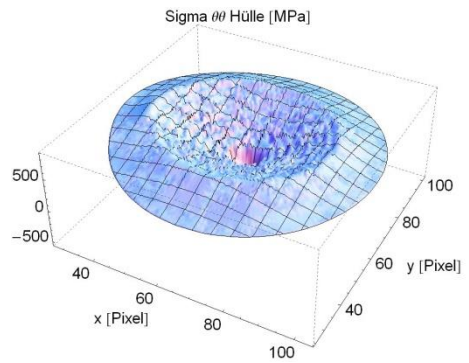


Anhang 6: Fortsetzung

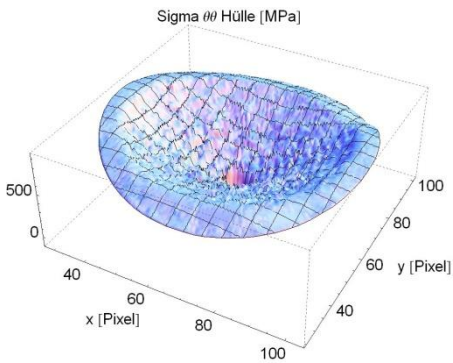
SSiC Probe 01 Luft - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



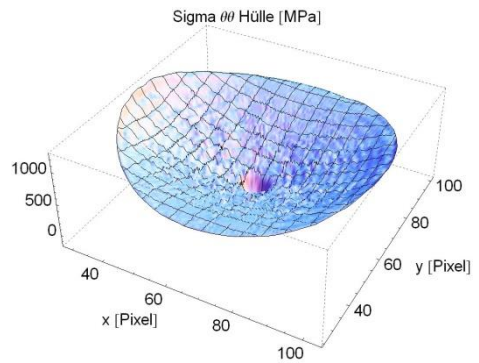
SSiC Probe 02 Luft - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



SSiC Probe 03 Luft - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$

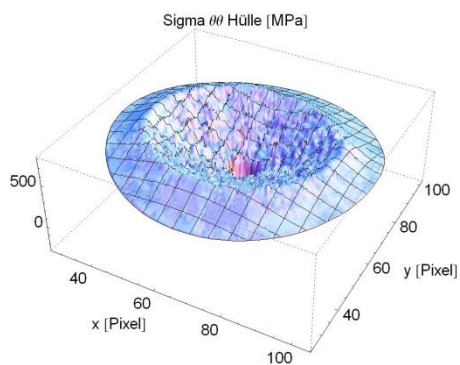


SSiC Probe 04 Luft - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$

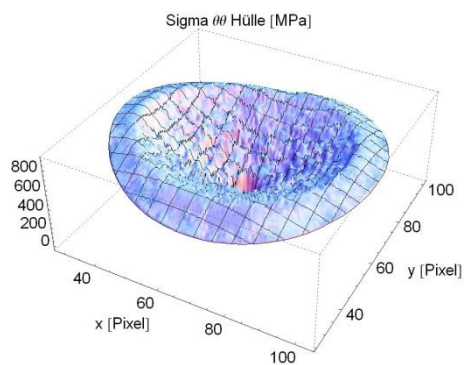


Anhang 7: Hüllkurven der Tangentialspannung aus der FE-Rechnung von SSiC Thermoschockversuchen in Luft für Probe 1 bis 23.

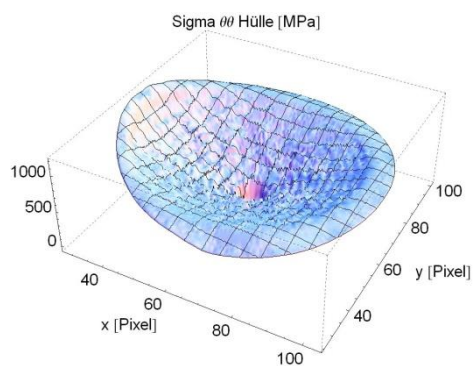
SSiC Probe 05 Luft - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



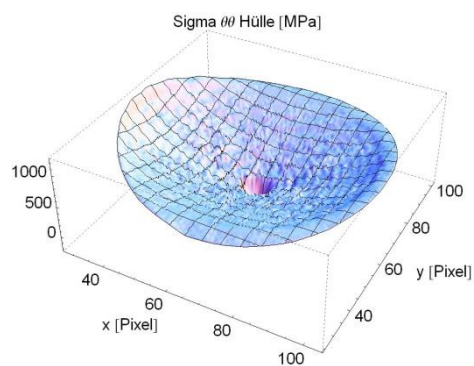
SSiC Probe 06 Luft - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



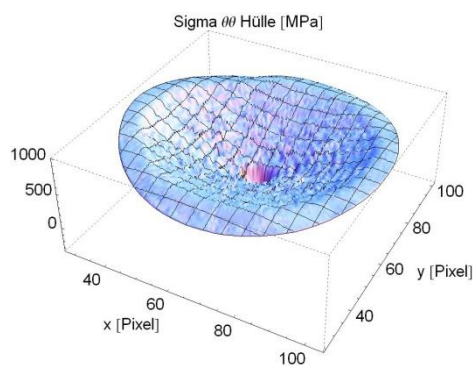
SSiC Probe 07 Luft - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



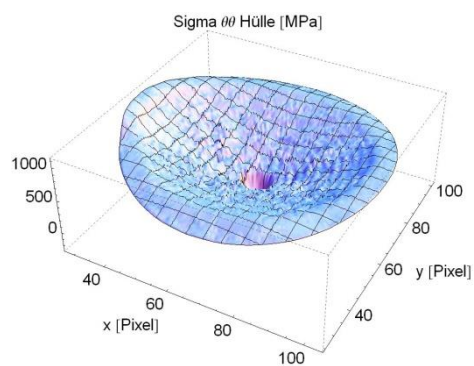
SSiC Probe 08 Luft - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



SSiC Probe 09 Luft - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



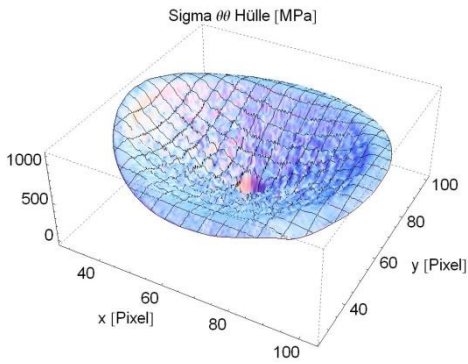
SSiC Probe 10 Luft - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



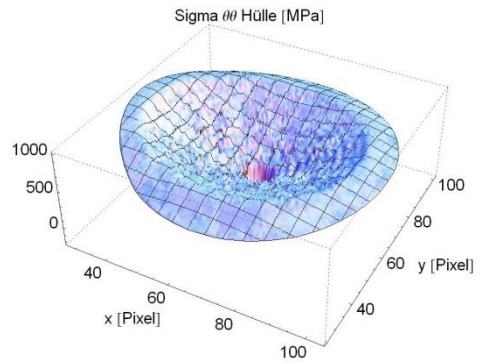
Anhang 7: Fortsetzung

Anhang

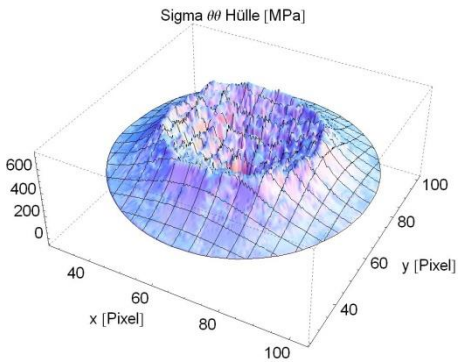
SSiC Probe 11 Luft - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



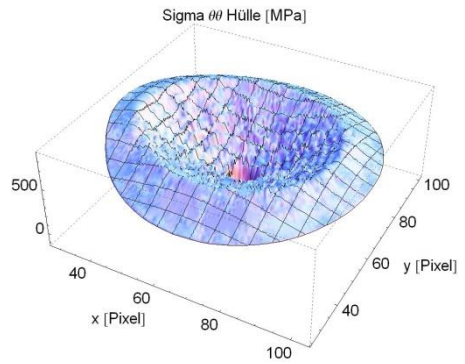
SSiC Probe 12 Luft - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



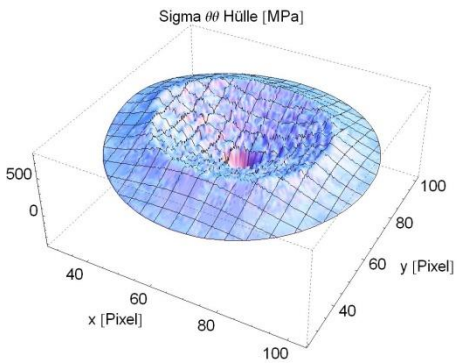
SSiC Probe 13 Luft - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



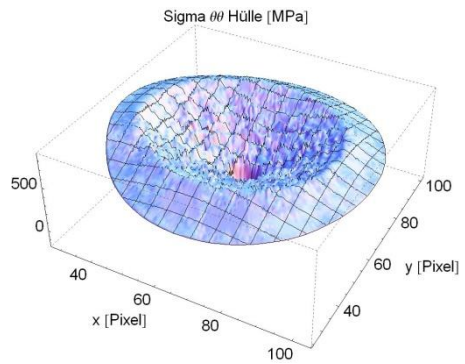
SSiC Probe 14 Luft - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



SSiC Probe 15 Luft - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$

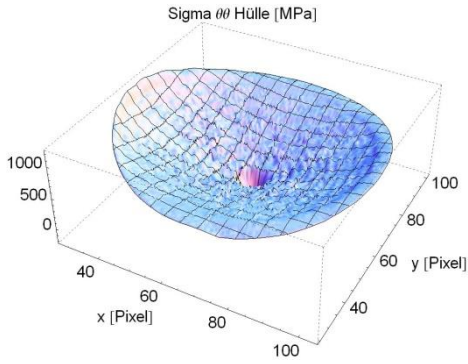


SSiC Probe 16 Luft - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$

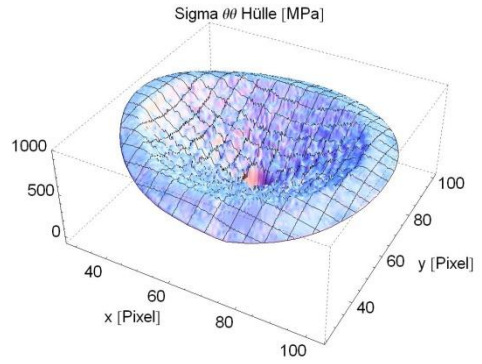


Anhang 7: Fortsetzung

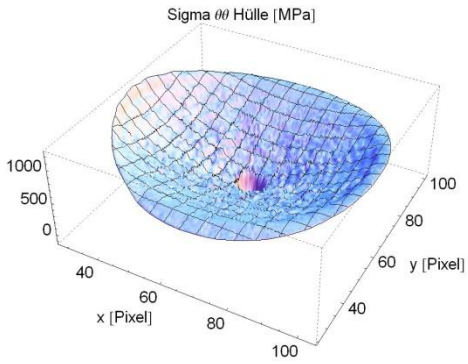
SSiC Probe 17 Luft - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



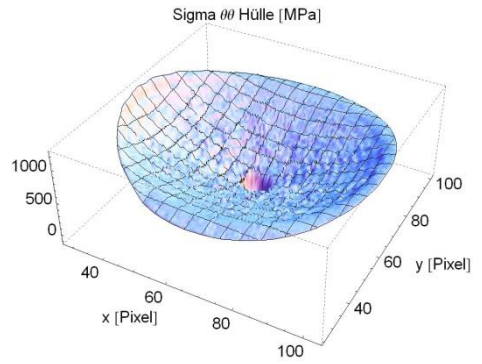
SSiC Probe 18 Luft - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



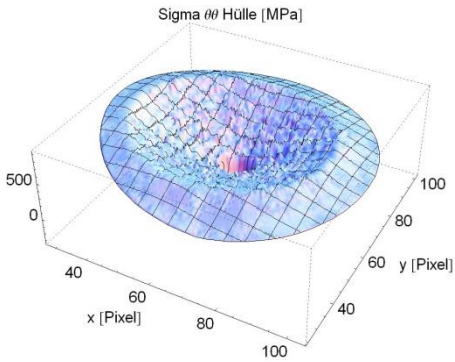
SSiC Probe 19 Luft - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



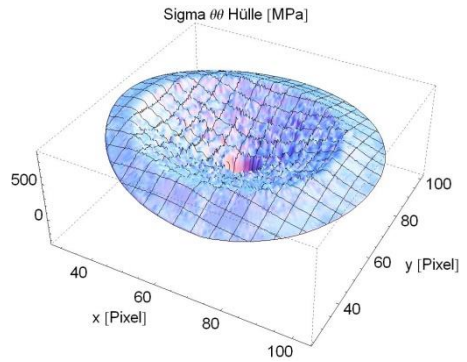
SSiC Probe 20 Luft - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



SSiC Probe 21 Luft - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



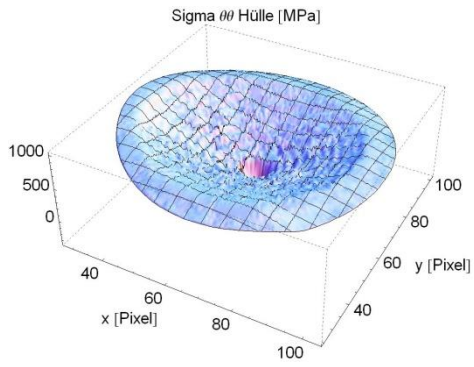
SSiC Probe 22 Luft - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



Anhang 7: Fortsetzung

Anhang

SSiC Probe 23 Luft - $\max(\sigma_{\theta\theta}(r,\theta,t))$



Anhang 7: Fortsetzung

Kurzlebenslauf

- 01.01.1982 geboren in der Lutherstadt Wittenberg
 - Sept. 1988 - Juli 1994 Grundschule Wiesenburg/Mark (Hanno - Günther)
 - Aug. 1994 - Juli '01 Fläming - Gymnasium Belzig
- Abschluss: **Abitur**
- Okt. '01 - Dez. '06 Studium Maschinenbau an der Otto - von - Guericke - Universität Magdeburg
- Vertiefung: Werkstofftechnik u. Werkstoffprüfung
- Nov. '04 - Apr. '05 Fachpraktikum bei ONERA Paris (FR) über Bewertung von Mo-Nb-Si-B-Legierungen
 - März '06 - Dez. '06 Diplomarbeit bei der PLANSEE SE Reutte (A) Thema: „Eine Parameterstudie zur pulvermetallurgischen Herstellung von Mo-Si-B Legierung“
- Abschluss: **Diplomingenieur**

Weiterführende Ausbildung / Berufserfahrung

- Januar '07 – März '07 Visiting Researcher an der University of Waterloo (CDN) Thema: „Wasserstoffspeicherung in Metallen“
 - April '07 - Februar '11 Doktorand an der BAM Bundesanstalt für Materialforschung und –prüfung in Berlin mit dem Thema: „Laserthermoschockversuche an Hochleistungskeramik“
 - März '11 Wissenschaftlich - Technischer Mitarbeiter am WTZ Wissenschaftlich-Technisches Zentrum für Motorenforschung in Roßlau/Elbe
 - April '11 - März '13 Brandreferendar des Landes Brandenburg
- Abschluss: **2. Staatsexamen Brandassessor**
- April '13 - Okt. '13 Elternzeit für Fritz Pulz, Geb. am 04.08.2012
 - Nov '13 – März '14 stellv. Leiter der Werkfeuerwehr Bitterfeld-Wolfen
 - Seit April '14 stellv. Leiter der Feuerwehr Halle (Saale)