



INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY
UNITED NATIONS EDUCATIONAL, SCIENTIFIC AND CULTURAL ORGANIZATION



INTERNATIONAL CENTRE FOR THEORETICAL PHYSICS
34100 TRIESTE (ITALY) - P.O.B. 586 - MIRAMARE - STRADA COSTIERA 11 - TELEPHONE: 3360-1
CABLE: CENTRATOM - TELEX 460392-1

SMR/388 - 13

SPRING COLLEGE IN MATERIALS SCIENCE
ON
"CERAMICS AND COMPOSITE MATERIALS"
(17 April - 26 May 1989)

PLASTICITY AND FRACTURE OF CERAMIC MATERIALS
(Lectures III & IV + background material)

Karl KROMP
Institut für Werkstoffwissenschaft
Max-Planck-Institut für Metallforschung
Seestrasse 92
Stuttgart 7000
Federal Republic of Germany

These are preliminary lecture notes, intended only for distribution to participants.

Energy Concept, controlled crack growth and J-Concept

linear - elastic:

G energy release rate [J/m^2]
("load dependent parameter")

→ energy, set free by the creation of new surfaces (original Griffith-criterion)
Griffith 1921

$$G = \frac{dU}{dA} = \frac{d}{dA}(W - U_{el}) = \frac{d\Gamma}{dA} = R$$

W work performed by external force

U_{el} elastic energy stored in the specimen

A surface area ($dA = B da$)

Γ energy for creation of new surface

R crack resistance
("materials dependent parameter")

for plain strain R is constant (if a plastic zone in front of the crack is built up, it remains the same for every increment of the crack!),

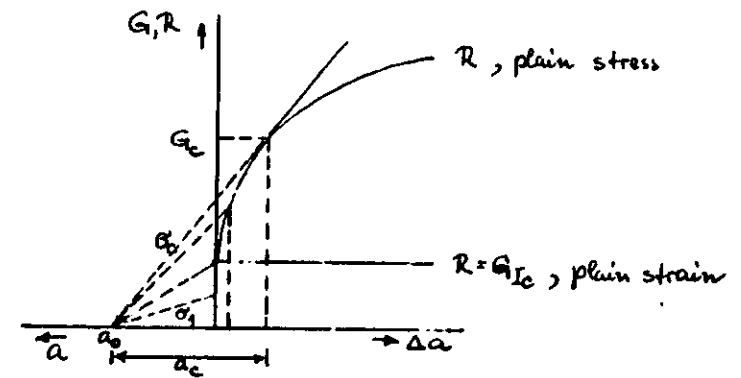
$$\rightarrow R = G_{Ic}$$

with $G_{Ic} = (1 - \nu^2) K_{Ic}^2 / E$ Irwin-equation 1957

E Young's modulus, ν Poisson's ratio

the Irwin equation connects the energy-concept with the K -concept!

for plain stress the crack resistance can rise - the R -curve rises.



fracture occurs, when

$$\frac{\partial G}{\partial A} = \frac{\partial R}{\partial A} \rightarrow R = G_{Ic}$$

- Ceramics are in plain strain condition, but can exhibit rising R -curves too → before and behind the crack front energy-absorbing processes are to presume!
- for controlled crack growth, the experiment must be performed in a way that the condition $\frac{\partial G}{\partial A} = \frac{\partial R}{\partial A}$ is fulfilled for every point of the R -curve!

Controlled crack growth

how to perform controlled crack growth experiments with ceramics?

for 3-point bending experiments:

- closed loop system for displacement control
- (ideal) hard machine ($C_H = 20 \text{ nm/N}$)
- loading system of high response (servohydraulic)
- notches (cracks) as crack starters of a depth to height ratio $a/W \leq 0.5$ at a span $S = 30 \text{ mm}$
- low, constant displacement rates
($200 \mu\text{m/min} \rightarrow 20 \text{ nm/min}$)
- stability of the system at high temperatures
(several days)

○ ○

energy-concept: J-concept

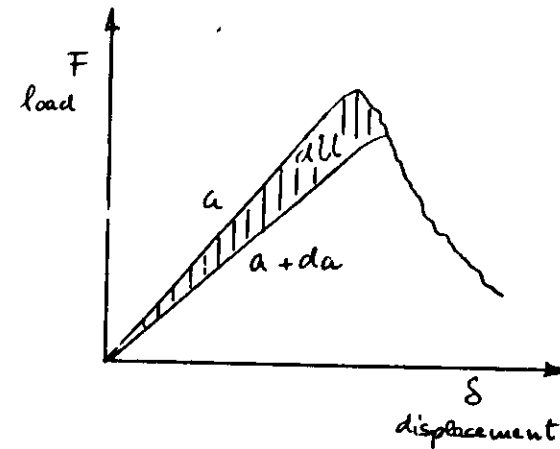
nonlinear: elastic-plastic for metals and alloys
? elastic-viscoelastic for ceramics

the energy interpretation of the J-integral:
(Rice 1968, Landes-Bogley 1974)

$$J = \frac{dU}{dA}$$

"energy for creation of new surface"
[J/m²]

linear-elastic: $J = G = R$



J: crack extension parameter like K

$$v \sim J^{n/2}$$

n: subcritical crack extension exponent

○

? Irreversible parts in the energy for crack extension, i.e. permanent zero displacement in the load-displacement curve for unloading-reloading cycles →

evaluation method of Sakai (Sakai et al., 1983)

linear-elastic:

$$G_I = \frac{d}{dA} (W - U_{ee}) = \frac{d\Gamma}{dA} = R$$

additional irreversible parts:

$$\frac{\partial}{\partial A} (W - U_{ee}) = \frac{\partial U_{ir}}{\partial A} + \frac{\partial \Gamma}{\partial A}$$

for the case of crack extension a "nonlinear energy release rate" $\tilde{G}$ is defined (Eftis and Liebowitz, 1975)

$$\tilde{G}_c := \frac{\partial}{\partial A} [W - (U_{ee} + U_{ir})]_c = \frac{\partial \Gamma}{\partial A}$$

for the linear-elastic case $\Delta U_{ir} \rightarrow 0 \Rightarrow \tilde{G}_c \rightarrow G_c$

irreversible parts of crack extension energy can include:

- "processing-zone" in front of the crack; when the crack propagates, in the wake microcracks remain ⊙
- "friction" between grains and "bridging" by the second phase or "pull out" of grains and fibres behind the crack front

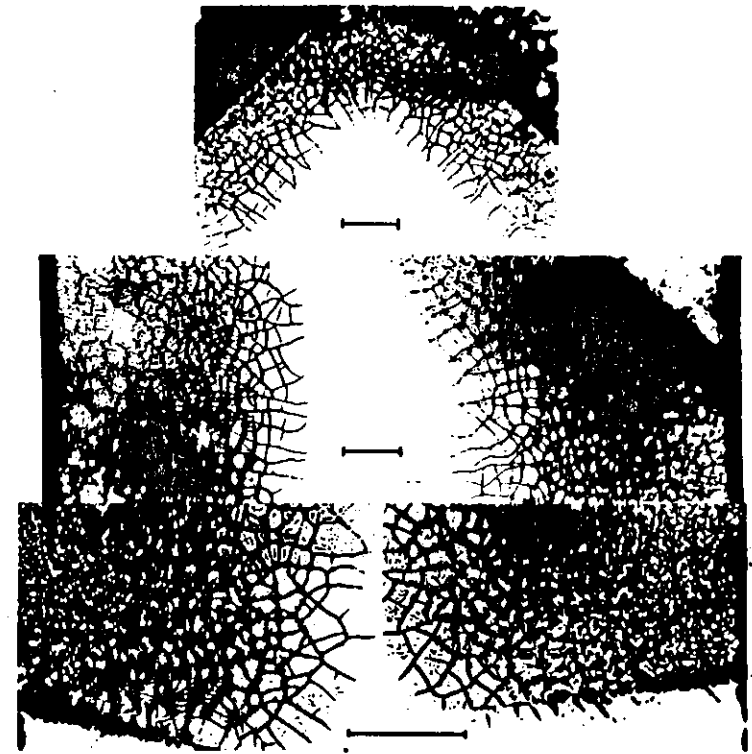
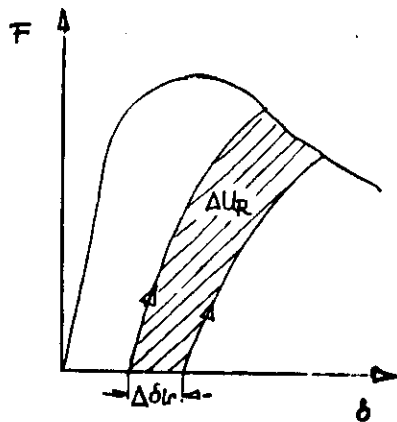


Fig. 4: Microcracking on the fracture surface of the Chevron notched Zerodur specimen "11" at increasing crack velocity $\dot{a} = 0,1 - 0,6$ mm/sec and a rising $J_R = 10 - 60$ J/m², distance of marker 100 μm

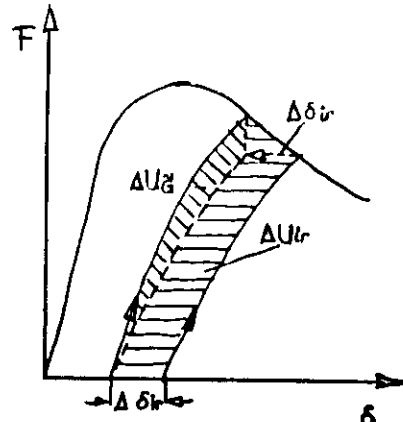
The area between two loading cycles, ΔU_R , is a measure for the crack resistance R :

$$R_c = \frac{\partial}{\partial A} (W - U_{el})_c = \frac{\partial U_{ir}}{\partial A} + \frac{\partial \Gamma}{\partial A}$$

$$(R_c \geq \tilde{G}_c!)$$



ΔU_R : total energy for crack extension Δa



ΔU_G : nonlinear-elastic part
 ΔU_{ir} : irreversible part

the irreversible part in the crack resistance is defined as

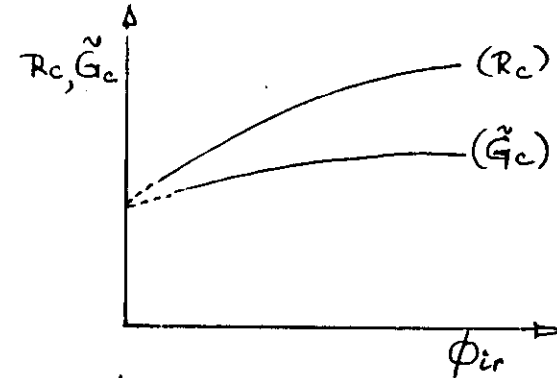
$$\phi_{ir} = \frac{\partial U_{ir}}{\partial A}$$

then $R_c = \tilde{G}_c + \phi_{ir}$

obviously with $\phi_{ir} \rightarrow 0$ $\lim R_c \rightarrow \tilde{G}_c$ and $\lim \tilde{G}_c \rightarrow G_c$

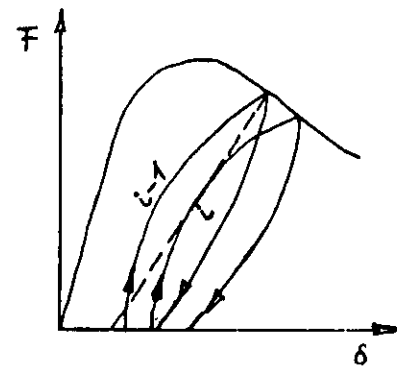
→ by extrapolation of $R_c(\phi_{ir})$ and $\tilde{G}_c(\phi_{ir})$ curves to $\phi_{ir} = 0$ a value for G_c and thus by the Irwin equation for K_{Ic} can be obtained!

- by extrapolation of $R_c(\phi_{ir})$ - and $\tilde{G}_c(\phi_{ir})$ -curves to $\phi_{ir} = 0$ a value for G_c and thus by the Irwin equation for K_{Ic} can be obtained; R_c , $\tilde{G}_c$ and ϕ_{ir} are evaluated from the areas under the load-displacement cycles:

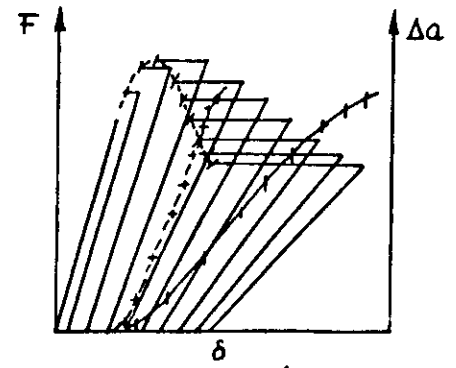


$$\phi_{ir} \rightarrow 0 \Rightarrow G_c \sim K_{Ic}^2$$

- by graphic separation a $\tilde{G}_{cR}$ -curve and with the Irwin equation an approximative K_{IR} -curve are evaluated, the extrapolation of the K_{IR} -curve to crack growth $\Delta a = 0$ gives a value for K_{Ic} :



linearisation



separation of irreversible part

→ $\tilde{G}_{cR}$ and K_{IR} -curve, extrapolation

2. nonlinearity at very low loading rates,
 "long time solution" $\rightarrow$ creep crack growth

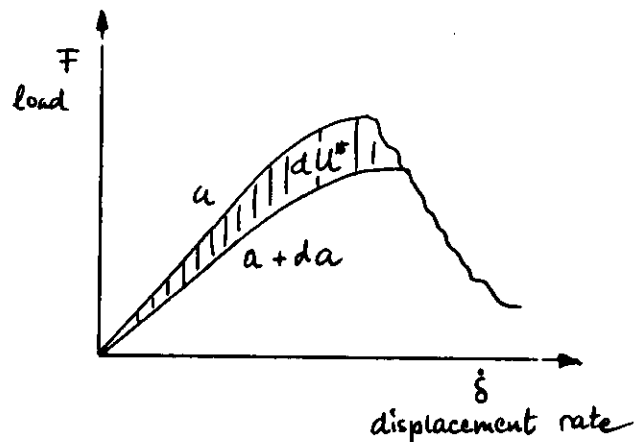
(30)

C^* - concept: power concept

nonlinear: steady state creep, exponential creep
 the power interpretation of the C^* -integral
 formally: $u^* \rightarrow \dot{u}$

$$C^* = \frac{d\dot{u}}{dA}$$

"power for creation
 of new surface"
 $[J/m^2h]$



C^* : crack extension parameter like K, J
 $v \sim C^* n_{n+1}$
 n : creeping exponent

○

R-curve evaluation with ceramic materials at elevated temperatures by an energy approach using direct observation and compliance calculation of the crack length

A. BORNHAUSER

Institut für Nichtmetallische Werkstoffe, Technische Universität, D-1000 Berlin 12, West Germany

K. KROMP

Institut für Festkörperphysik, Universität Wien, Austria

R. F. PABST

Max-Planck-Institut für Metallforschung, Institut für Werkstoffwissenschaften, Stuttgart, West Germany

An experimental procedure is presented which allows the direct visual observation and measurement of crack extension in ceramic materials at high temperatures. The directly measured crack lengths, gained from displacement-controlled three-point bend tests, are compared to those calculated from the compliance. An energy approach is presented to calculate R -values from the load-displacement curves. These R -values for a pure alumina and an alumina containing a glassy phase, for which the load-displacement curves show non-linearity at high temperatures, are compared to K -values and J -values. The stress intensity approach, based on traction-free surfaces, gives unrealistic data for the non-linear behaving material owing to adhesive effects behind the actual crack front. The J -values, calculated by two methods developed for investigations with moving cracks, are identical to those from the energy approach.

1. Introduction

Ceramic materials are becoming increasingly important as high performance materials for engineering purposes. The successful application of ceramics, however, requires a knowledge of material characteristic crack extension properties which enable the designer to reasonably predict the material behaviour in service. Owing to their brittleness, ceramic materials seem best suited for linear elastic fracture mechanics measurements, the analytical developments coming through a continuum approach. At a linear elastic stage the LEFM-concept, therefore, yields reasonable material constants (K_{IC} data, v - K_I relationship) and often results in good agreement between dif-

ferent methods (e.g. DT test, bend test). Two main objections may be raised, however, in using the continuum linear elastic approach. First, the dangerous flaws in ceramic materials are as large as the microstructural components. From this it may be questioned whether continuum equations characterize their strength behaviour. Second, the stress-strain behaviour may become non-linear and applying linear elastic fracture mechanics could be problematic.

Observations suggest that the appearance of non-linearity is neither accompanied by a plastic zone, well defined in front of a crack tip, nor by macroscopic blunting effects as is the case with metallic materials. Consequently, the cracked

surfaces behind the crack tip keep close together and are not traction free. It seems rational, therefore, to consider friction effects and adhesive forces at the crack surfaces.

"Plasticity" effects are mostly found at elevated temperatures. It should be mentioned, however, that even at room temperature, pronounced macroscopic non-linear stress-strain behaviour may be detected if coarse-grained materials with high internal stresses or high microcrack densities are slowly loaded.

Most of the plasticity effects can be attributed to the phenomenon of slow crack growth accompanied by secondary crack formation. In addition, at high temperatures "plasticity" effects due to viscous second-phase reactions may influence the stress-strain behaviour. Moreover, the strength and deformation not only depends on temperature but heavily on loading rate.

The susceptibility to secondary crack formation makes it difficult to define a reliable crack length. As for instance the stress intensity is defined only for a single well-defined crack, its applicability may be questioned if long parallel cracks develop.

The difficulties in defining an equivalent crack length and the "plasticity" effects summarized as: secondary crack formation, friction effects, adhesive forces with viscous reactions, seem to be obstacles for any evaluation of reliable critical or subcritical crack extension parameters.

Owing to the uncertainty in the definition of crack length together with friction and adhesive effects, the measured crack resistance values may depend not only on temperature and loading rate but also on the crack length itself, forming a so-called R -curve.

2. Energy concept and crack resistance

Referring to the "plasticity" effects, a J -integral formalism should be used to obtain relevant fracture parameters. This was done in a previous paper [1]. The methods established were quite analogous to those introduced with metallic materials [2, 3]. The single specimen compliance method (SSPCM) with partial and total unloading and the multiple specimen method (MSPM) both resulted in rising crack resistance curves, J_R , at elevated temperatures (J as a function of the normalized crack length, a/W) if an alumina with a glassy phase was used.

In the case of unloading this was attributed to crack closure due to viscous reactions and referring

to the MSPM-method to subcritical crack extension as a function of crack length [1-3]. Those effects bring about that the recommended J -integral methods and the philosophy behind them may become problematic.

The J -value is defined for a stationary crack (excluding subcritical crack extension) where the non-linear stress-strain behaviour is traced back to a plastic zone in front of the crack and not to viscous, adhesive reactions eventually behind the actual crack front.

To avoid crack closure effects due to unloading, a completely deflection-controlled load-displacement curve should be performed which guarantees a stationary crack growth. The definition, calculation and measurement of crack length is then decisive.

Crack lengths may be calculated by the change in compliance, which includes both, subcritical crack elongation and viscous plasticity reactions. To separate the effects, direct visual observation and measurement of the crack length during the continuous loading process should be performed. The presumption is that the direct observation detects the separation of cracked surfaces but one cannot decide whether the cracked surfaces immediately behind the crack front are traction free or not.

In the following sections an analytical background is presented to define a parameter R characterizing the crack resistance of a stationary moving crack. R is chosen instead of a J -concept interpretation to avoid discussions concerning the definition of the J -integral.

Consider an elastic-plastic body (in this case a three-point bending specimen) containing a single plane crack of length a which has a traction free crack surface area $A = aB$ (a = crack length, B = specimen thickness). The crack may be propagated by energy supply in a stable, slow way, so that the crack acceleration is small and the kinetic energy of the body is negligible. In general, the energy to propagate the crack from a to $a + da$ consists of two contributions:

1. the energy to create the new crack surfaces Γ ;
 2. the energy dissipating in a certain volume around the crack front, U_d .
- The energy contribution, U_d , usually highly exceeds the energy necessary for creation of the surfaces, Γ . The crack resistance, R which designates the total energy investment to create a unit area

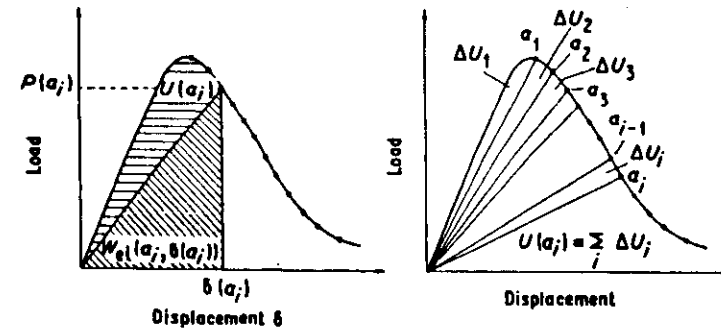


Figure 1 Energy evaluation method (schematic illustration).

of crack surface will be defined as [4]:

$$R = \frac{\partial U_d}{\partial A} + \frac{\partial \Gamma}{\partial A} = \frac{\partial U}{\partial A} \quad (1)$$

For the linear-elastic case as analysed by Griffith [5] that means, when

1. linear and time-independent relations exist between stress and strain at the crack front;
2. the crack surfaces are traction free;
3. using the remote stress, σ_c , and the crack length, a_c , a unique stress intensity value, K_c , can be defined, which represents a material constant in case of critical fracture, the crack resistance R reduces to

$$R_c = \frac{\partial U}{\partial A} = \frac{\partial \Gamma}{\partial A} = G_c.$$

G is the Griffith energy release rate.

In this case the relation holds:

$$R_c = \frac{\partial U}{\partial A} = G_c = \frac{K_{c,eff}^2}{E'} \quad (2)$$

(E' = Young's modulus, $E' = E$ for plane stress, $E' = E/(1 - \nu^2)$ for plane strain. According to Equation 2, R , G -curves for the linear elastic case can be calculated

1. by combining corresponding stress values and crack lengths with (K -concept):

$$K_c = \sigma_c a_c^{1/2} Y(a/W) \quad (3)$$

(σ_c = remote stress in case of crack propagation, $Y(a/W)$ = geometrical correction function)

2. from measured or calculated changes in compliance by

$$G_c = \frac{P_c^2}{2B} \frac{dC}{da} \quad (4)$$

(P_c = load for stable crack extension, C = compliance).

If the material behaves in a non-linear elastic or elastic plastic manner, that means, if an energy dissipating zone exists at the crack front, e.g. Irwin's plastic zone [6] and with the definition of an effective crack length, a_{eff} , and a non-linear energy release rate G^* , Equation 2 still holds:

$$R_c = \frac{\partial U}{\partial A} = \frac{\partial U_d}{\partial A} + \frac{\partial \Gamma}{\partial A} = G_c^* = \frac{K_{c,eff}^2}{E'} \quad (5)$$

$K_{c,eff}$ is a K -value calculated from that effective crack length, a_{eff} , thus Equation 3 can still be applied for calculation of R , G^* curves.

The great advantage of an energy consideration is that R -values can be calculated independently of material behaviour by Equation 5, even when the actual crack length and the energy dissipating processes going on at the crack front or in the volume around the crack front are not well known.

2.1. Energy evaluation method

The total energy investment $U(a_i)$ to create crack surfaces for a crack of length a_i in Equation 5 can be evaluated from load-displacement curves, gained in a displacement-controlled experiment (see Fig. 1):

$$U(a_i) = W[\delta(a_i)] - W_{a1}[a_i, \delta(a_i)] \quad (6)$$

with

$$W[\delta(a_i)] = \int_0^{\delta(a_i)} P[\delta(a_i)] d\delta$$

(P = load, δ = displacement)

For a crack growth, Δa_i , from a_{i-1} to a_i , the energies ΔU_i are given by the areas included from the extrapolation lines back to the origin (compliance lines). The R -values according to

Equation 5 are then found with the slope of a plot of normalized energies U_i/B over crack lengths, a_i .

Sometimes at high temperatures ceramic materials do not show linear elastic but non-linear elastic or "quasiplastic" behaviour [1, 7, 8]. The question arises, whether the calculation method described above holds for the non-linear elastic (quasiplastic) behaviour of ceramics at high temperatures.

In the special case if creep deformation can be excluded, no zero offset of the compliance lines occurs – the lines always can be extrapolated to the origin. Experimentally this fact cannot be realized, because in real unloading experiments extrusion of second phase [1] or bursting out of grains [9] causes a "crack closure effect" and thus a zero offset of unloading lines.

It should, therefore, be emphasized that the described calculation method can be applied not only to ceramic materials with linear elastic but also to those with non-linear elastic (quasiplastic) behaviour.

3. Experimental details

3.1. Equipment

All experiments were performed in air with a three-point bending device in a closed loop hydraulic testing machine (Fig. 2). The displacement could be directly measured and controlled at the lower surface of the specimen near the notch by a Si_3Ni_4 pushrod (Fig. 3). The various displacement rates ($0.02 \mu\text{m min}^{-1} < \delta < 30 \mu\text{m min}^{-1}$) could be produced by a function generator.

By some improvements to earlier constructions [1], the compliance of the system could be held very low at $C_M = 0.023 \pm 0.003 \mu\text{m N}^{-1}$. In all

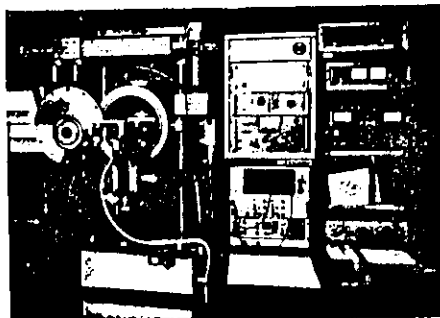


Figure 2 Loading equipment.

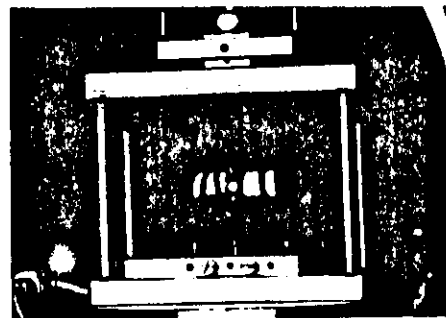


Figure 3 Displacement control unit.

calculations this system compliance is accounted for. Vibrations of the hydraulic system could be almost completely removed.

A microscope with photographing, filming or video equipment is attached in such a way that the crack tip could be observed on the specimen surface during the experiments (Fig. 4).

The span of the bending device was 30 mm, the high temperatures were achieved by induction heating of a MoSi_2 tube surrounding the specimen. The specimen dimensions were $35 \text{ mm} \times 7 \text{ mm} \times 25 \text{ mm}$.

3.2. Crack length evaluation

3.2.1. Compliance calculation

Crack lengths are calculated from the extrapolated compliance lines by, at least for the linear elastic case, an experimentally well established formula [1, 7, 8, 10]:

$$a_i = a_{i-1} + \frac{W - a_{i-1}}{2} \frac{C_i - C_{i-1}}{C_i} \quad (7)$$

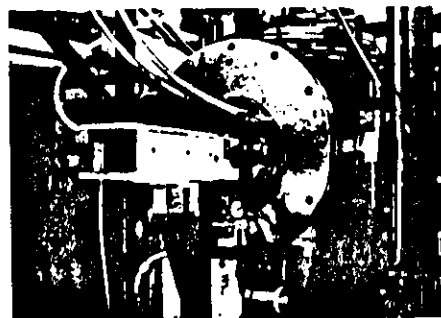


Figure 4 Travelling microscope with video equipment.

TABLE I

	$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-r}$	$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-s}$
Purity (%)	99.7 + 0.3 MgO, SiO ₂	97.0 + 3.0 glassy phase
Grain size (μm)	2	11
Density (kg m^{-3})	3.92×10^3	3.68×10^3
Young's modulus (20°C , GPa)	385	342
$K_{IC}(20^\circ\text{C})$ ($\text{MPa m}^{1/2}$)	3.8 ± 0.4	4.2 ± 0.5

Experimentally the crack lengths are measured directly by watching the crack tip on the specimen surface. At high temperatures this procedure requires rather complicated experimental equipment (see Section 3.1.).

3.2.2. Direct observation

The expanding crack is pursued by a travelling microscope. The crack lengths can be measured directly by a micrometer or on photographs.

Before the maximum load is reached, photographs from the crack tip are taken at a constant time spacing by means of a time switch (in the case of photographing 5 to 50 pictures min^{-1} depending on the loading rate, δ ; in the case of filming, a picture is taken every second). This procedure is carried on until the specimen is completely broken. The time spacings are chosen so that a minimum of twenty photographs of the crack tip are available for every experiment. The photographs were put together to obtain an overall view of the complete crack and to fix and measure the actual crack lengths. The observation of the crack tip at the specimen surface involves the problem of crack front curvature over the specimen thickness. This problem was investigated separately [11, 12]. The maximum error in crack length measurement was estimated to be $\pm 2\%$ from the overall crack length (notch depth plus sharp crack length) and no remarkable crack curvature was found. This backs the opinion that no plastic zone in front of the crack exists as it was found in metallic materials in cases of plain stress and plain strain.

4. Materials

To show the problems arising at high temperatures, two different aluminas were investigated. Their properties are listed in Table I.

A debased alumina containing 3 wt% glassy phase ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-s}$) was used which served as a model material for non-linear "plastic" reactions at temperatures higher than 800°C . For comparison, measurements were performed with a commercially

pure alumina ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-r}$) which exhibits a linear stress-strain behaviour up to 1000°C .

5. Experiments

5.1. Experiments referring to linear elastic behaviour

The applicability of the energy evaluation method is demonstrated on the fine-grained pure alumina material ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-r}$ in Table I). This material behaves in a completely linear-elastic manner up to high temperatures [1, 7].

Figs. 5a to c give the original load-displacement curves at 20, 900 and 1000°C (unbroken lines). As an example, the broken line in Fig. 5b shows this curve corrected for the system compliance, C_M .

The crack lengths, evaluated by compliance and direct observation (see Section 3.2), coincide for all three temperatures. In the range $10 < \delta < 12 \mu\text{m}$, a small scatter in directly measured crack lengths occurs (Fig. 5b).

For comparison, both crack length evaluation methods where used to calculate the R -curves from the load-displacement curve of Fig. 5b using Equation 4 (Fig. 6). The scatter in the directly measured crack length effects a scatter in R . Both crack length measurements result in a horizontal R -curve. In addition, if linear elastic behaviour exists, both methods give equal results.

Again for the load-displacement curve of Fig. 5b, the R -curve calculated from the energy concept (Equation 2) is compared in Fig. 7 to the R -curve gained from the stress intensity concept (Equation 3). The K_I -values are calculated from load and corresponding crack lengths, the crack lengths for both curves being the calculated ones. The R -curves for both methods coincide and the values remain constant with increasing crack lengths such as in Fig. 6, as is expected for a linear-elastic material [13].

In conclusion it should be noticed that in the case of linear elastic behaviour

1. the application of the energy and the stress intensity concept results in coinciding R -curves;

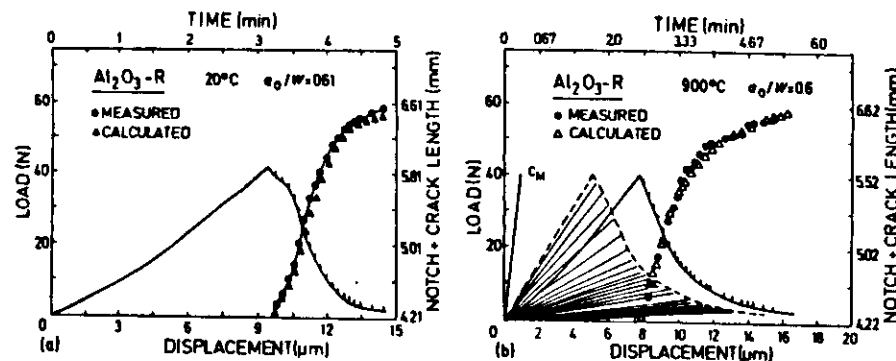
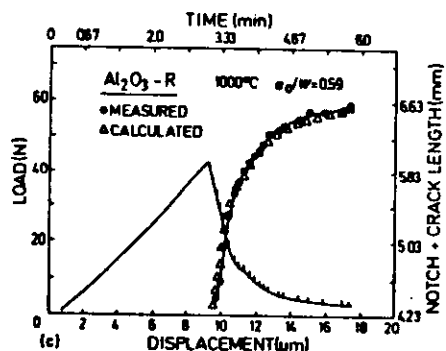


Figure 5 (a) to (c) Load-displacement curves and crack lengths for pure alumina.



5.2. Experiments referring to non-linear elastic (quasiplastic) behaviour

Up to this point in the discussion the behaviour of the materials can be described either by the energy approach in connection with directly measured crack lengths, or with a stress intensity approach if an a_{eff} can be defined (Equation 5).

Linear-elastic behaviour as described above is found for many ceramic materials and glasses at room temperature, for pure alumina materials up to high temperatures of $\approx 1000^\circ\text{C}$ [1, 7, 9]. The reasons for a deviation from linear-elastic behaviour with ceramic materials are different from those found with metals and alloys. Time-dependent creep deformation, which was found, for instance,

- the R -values are independent of crack length;
- for experimental reasons the calculated crack lengths may be preferred to the directly measured ones.

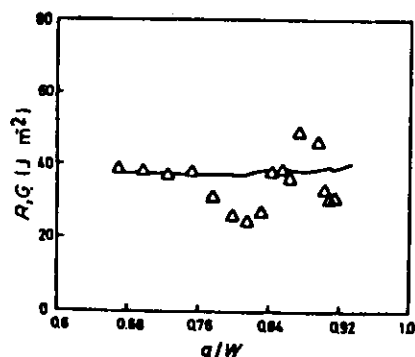


Figure 6 R -curves for the load-displacement curve of Fig. 5b, gained from calculated (unbroken line) and observed crack lengths (triangles).

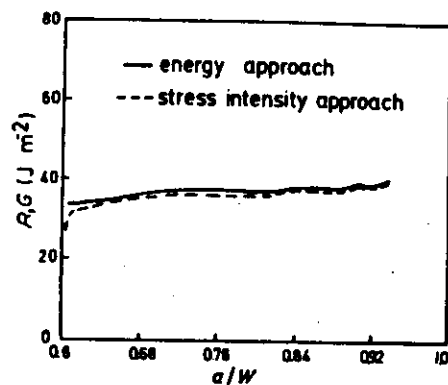


Figure 7 Comparison between the R -curves gained from Fig. 5b, by energy concept (unbroken line) and stress intensity concept (broken line) with calculated crack lengths.

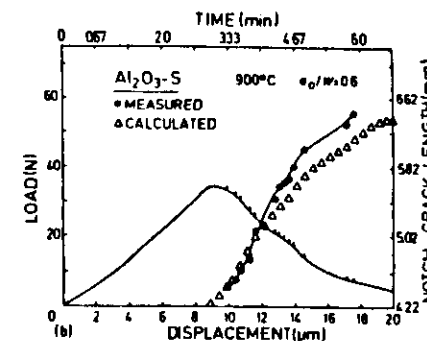
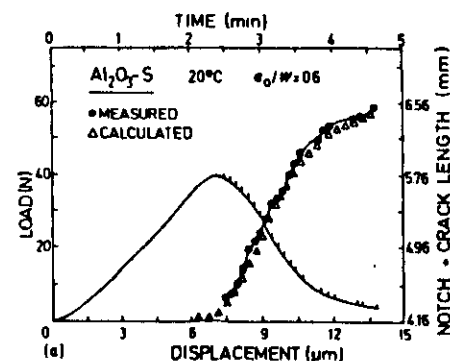
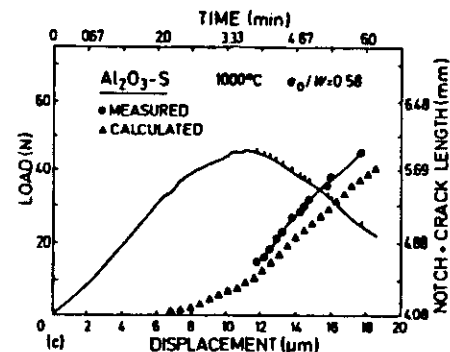


Figure 8 (a) to (c) Load-displacement curves and crack lengths for alumina containing 3% glassy phase.



mechanisms caused by friction and microcracking are acting behind the crack front. The R -curves for these materials show a crack length dependence (rising R with crack length) even at room temperature. This behaviour is temperature independent [9, 11, 17];

2. in ceramics containing second phase, for which these phases become viscous at high temperatures, the crack sides adhere together and additional energy investment is to be bought up for crack opening [1, 7].

In both cases, "plastic zones" or "processing zones" in a classical sense cannot be defined, because the energy dissipation processes are treated *behind* the crack front rather than in front of the crack. Nevertheless, although the crack front is in a linear elastic stage, the macroscopic behaviour of these materials seems best described by the energy concept in connection with directly measured crack lengths, as the expression for the stress intensity is actually not known.

Figs. 8a to c show the load-displacement curves at 20, 900 and 1000°C for alumina material containing 3% glassy phase, ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-s}$ in Table I) at a displacement rate of $3\ \mu\text{m min}^{-1}$. In comparison to Figs. 5a to c (curves for the linear-elastic behaving material), the curves show no sharp load maximum. For the further considerations, Fig. 8a is an exception, because at 20°C the material $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-s}$ behaves in a linear-elastic manner like the $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-r}$ material in Fig. 5a. The curves in Figs. 8b and c include a larger area than those in Figs. 5b and c. This larger area results from energy dissipating processes during crack extension.

in special SiSiC materials at high temperatures [14], may be excluded.

According to recent investigations deviations from linear-elastic behaviour in ceramics are caused by the fact that the crack surfaces are found to be not traction free, e.g. for materials containing a second phase, although a linear elastic field in front of the crack still exists [1, 7-9, 15, 16]. If the influence of the tractions can be accounted for - this could be done by a correction of crack length to $a_{eff} = a_0 + d$ (a_0 = visually measured crack length, d = perturbation zone length) - the stress intensity concept could still be applied.

For the case discussed here, d has to be subtracted and the fictive crack front is to be transferred from the continuum back behind the visually measured actual crack front.

Two effects may be mainly responsible for forces acting between the crack surfaces behind the crack front:

1. according to direct observations using coarse-grained alumina materials [17], energy dissipative

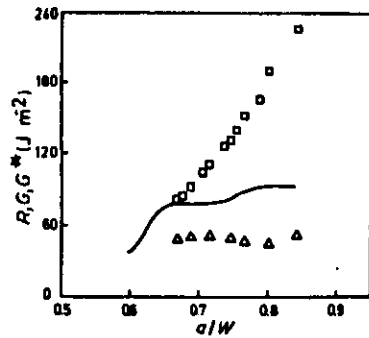


Figure 9 R -curves for the load-displacement curve of Fig. 8c: unbroken line, energy concept; squares, stress intensity concept, linear elastic case; triangles, stress intensity concept, effective crack length, a_{eff} .

The two crack-length evaluation methods result in different crack lengths. For a certain displacement the calculation from compliance "sees" a shorter crack than the direct measurement. This fact indicates that the crack surfaces may not be traction free (see Figs. 8b and c).

As an example, using the load-displacement curve of Fig. 8c, with directly measured crack lengths, the R -curve is calculated from the energy values according to Equations 5 and 6 (Fig. 9). The unbroken line represents the R -curve.

At small crack lengths, a value of 40 J m^{-2} is calculated which corresponds to the value for linear elastic behaviour (see Figs. 6 and 7). The crack starts at the first departure from the straight line in the displacement curve (see Fig. 8c). At the maximum load a crack length of $\approx 0.5 \text{ mm}$ has developed.

Correspondingly, the R -data increase from 40 J m^{-2} up to 90 J m^{-2} (Fig. 9) and then remain constant at that level. When the R -curve reaches its plateau, the adhesive zone behind the crack front has developed its full size and external load and tractions are in a type of dynamic equilibrium. Referring to the example of Fig. 9, the adhesive zone has grown to a length of 0.5 mm . This behaviour is reproducible. For $a/W > 0.8$ disturbances of the ligament by the upper load bearing may occur [7, 18].

If the stress intensity concept for linear-elastic behaviour (Equation 3), again with directly measured crack lengths, is applied, the $R(G)$ values rise to levels that, at least for that special material, cannot be physically justified (square symbols in

Fig. 9). If an a_{eff} (measured crack length minus length of adhesive zone) is used, one obtains $R(G^*)$ values on a level of the linear elastic case, independent of crack length (triangular symbols in Fig. 9).

In this special case the crack is transferred back from the continuum to a disturbed zone – the energies necessary for building up the adhesive zone are not accounted for (the triangular symbols in Fig. 9 are on a lower level than the unbroken line). Thus the insert of effective crack lengths and corresponding loads results in K -values for a material without an adhesive zone (Fig. 9). According to this difference in the energy levels evaluated by the energy approach in connection with directly measured crack lengths and alternatively with a stress intensity approach, it can be stated that the special non-linear elastic behaviour cannot be described by a calculated a_{eff} .

6. Comparison of the energy concept to other concepts of non-linear fracture mechanics used for metals

The J -integral concept of elastic-plastic fracture mechanics as was developed for metals in the linear-elastic case leads to a formula corresponding to Equation 2 [19]:

$$|R| = |G_C| = |J| \quad (8)$$

This concept can be extended to the elastic-plastic region up to the full plastic state, if no unloading occurs. A non-linear elastic deformation is assumed to be interchangeable with the elastic-plastic deformation [20].

Earlier investigations concerning the applicability of this concept to ceramic materials at high temperatures were performed for different J -evaluation methods [1–3]. The methods failed for a ceramic material containing a glassy phase, because unloading procedures were necessary for crack length evaluation, which activated the adhesive zones behind the crack front ("crack closure effect") and resulted in rising J_R -curves [1]. In the present case, the theoretical presumptions for J -calculation again do not seem to be fulfilled because:

1. the measurements are performed with a moving crack where relaxation processes at the crack tip may occur;
2. the plastic zone is situated behind the crack front;
3. time dependency cannot be excluded.

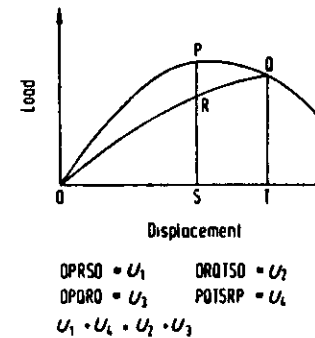


Figure 10 J -evaluation method of Garwood (schematic illustration).

Nevertheless the J_R -calculation procedure proposed by Garwood *et al.* [21] for bend specimens was applied to the material Al_2O_3 -s:

$$J_i = J_{i-1} \frac{BW - A_i}{BW - A_{i-1}} + \frac{2U_4}{BW - A_{i-1}} \quad (9)$$

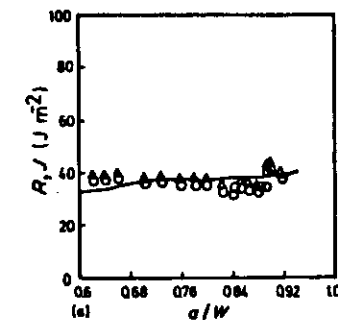
The advantage of the calculation of J by this iterative formula is that a determination of the slope $\partial U / \partial A$ in Equation 2 can be avoided. The area U_4 can be seen from Fig. 10.

For the realistic experimental case Equation 2 can be expressed (see Fig. 10) as:

$$R = \frac{\partial U}{\partial A} = \frac{U_3}{A_1 - A_0} \quad (10)$$

For small crack surface increments, ΔA , there holds [21]:

$$\frac{J_1 + J_0}{2} = \frac{U_3}{A_1 - A_0} \quad (11)$$



If the simple formula for J , though applicable only for deep cracked bend specimens, is used [22]:

$$J = \frac{2U}{BW - A} \quad (12)$$

U_1 and U_2 are expressed by this formula:

$$U_1 = \frac{J_0(BW - A_0)}{2}; U_2 = \frac{J_1(BW - A_1)}{2} \quad (13)$$

and U_1 and U_2 from Equation 13 and U_3 from Equation 11 are substituted in the sum given in Fig. 10:

$$U_1 + U_4 = U_2 + U_3 \quad (14)$$

one obtains Equation 9.

For these considerations it is presumed that the value of J is not affected by the way in which Q is reached in Fig. 10. This seems plausible for plastic deformation exceeding the elastic one in front of the crack.

For the present ceramic material Al_2O_3 -s, referring to the reasons mentioned above, the application of Equation 9 seems dubious. In spite of these doubts, a comparison of the calculation by Garwood's formula with the energy concept used here, in Figs. 11a and b shows convincing agreement. According to further investigations, Garwood's formula presents a useful numerical method for the evaluation of R -curves with ceramic materials [23, 24].

The J_R -calculation procedure given by Garwood is based merely on geometrical considerations. A more general analytical concept for J_R -calculation from a single load-displacement curve with a

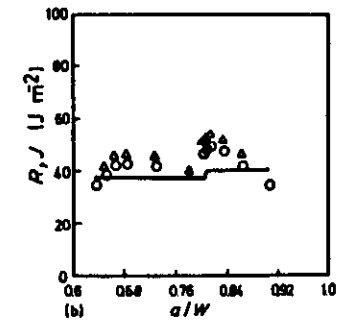


Figure 11 Comparison between the J -evaluation methods of Garwood (triangles), Ernst (circles) and the energy concept (unbroken line), (a) for pure alumina at 900°C , gained from calculated crack lengths of Fig. 5b, (b) for alumina containing 3% glassy phase at 900°C , gained from observed crack lengths of Fig. 8b.

moving crack is given by Ernst *et al.* [25]:

$$J_i = J_{i-1} + \left(\frac{\eta}{b}\right)_{i-1} A_{i-1,i} \left[1 - \left(\frac{\gamma}{b}\right)_{i-1}\right] (a_i - a_{i-1}) \quad (15)$$

$A_{i-1,i}$ represents the same area U_4 of Fig. 10 for the i th step, normalized for thickness B .

With $b_{i-1} = W - a_{i-1}$ and the factors $\eta = 2$ and $\gamma = 1$ for three-point bending specimens [25] one obtains the equation:

$$J_i = J_{i-1} \frac{BW - A_i}{BW - A_{i-1}} + \frac{2U_4}{BW - A_{i-1}} \cdot \frac{BW - A_i}{BW - A_{i-1}} \quad (16)$$

Obviously Equation 15 for three-point bending specimens is identical to Garwood's formula, Equation 9, besides a factor $\eta' = BW - A_i / (BW - A_{i-1})$. If the measuring points are chosen close together, this η' differs only slightly from unity ($0.95 < \eta' < 1$) and shows nearly no dependency on normalized crack length a/W .

In Figs. 11a and b this fact is demonstrated, for the values calculated by Ernst's formula are somewhat smaller than those calculated by Garwood's.

In summarizing the results above it should be mentioned that:

1. the energy concept and the J -evaluation methods of Garwood and Ernst give comparable results (see Figs. 11a and b) for ceramic materials containing a second phase at high temperatures in bending experiments;

2. the J -evaluation methods have the advantage of being easily calculable, because they are based on iterative addition of areas, no differentiation is necessary as it is the case with the energy concept;

3. the results by the J -evaluation methods cannot be interpreted according to the definition of the J -integral, because essential presumptions for the J -integral calculation are violated.

7. Conclusions

An apparatus has been developed which allows the direct visual observation of crack extension in ceramic materials at elevated temperatures. The specimens were fractured in a completely displacement-controlled three-point bend test.

The directly measured crack lengths were then compared with those calculated from compliance. From the area under the load-displacement curves and the crack lengths (directly measured and com-

pliance calculated), a crack resistance parameter, R , was evaluated and plotted as a function of normalized crack lengths.

An energy approach R was chosen rather than a stress intensity factor to account for non-linear "plasticity" effects at higher temperatures. The notation J -integral was avoided as the experiments were performed with a moving crack where a stress relaxation process takes place at the crack tip.

In the case of linear elastic behaviour at room temperature and for commercially pure alumina at 900 and 1000°C, flat R -curves were measured. The R -data evaluated from a compliance calculation and the directly measured crack lengths are identical. In these cases the energy approach proves to be equivalent to a stress intensity concept which is based on traction free surfaces.

At elevated temperatures and pronounced plasticity reactions (alumina containing a glassy phase), the two different crack length estimations give values which are no longer identical. The R -data with different evaluation methods are therefore also different.

The R -curve, calculated by the energy approach using directly measured crack lengths, rises to a certain level at small crack lengths, and then remains flat. This initial increase in R is attributed to an adhesive zone of constant size and length developed behind the actual crack tip. A "plastic" zone ahead of the crack tip is excluded and stress and strains in front of the crack prove to be linear elastic.

It is important to note that the crack surfaces are now no longer traction free, as is the case with a Griffith crack with no "plasticity" reactions.

The traction free stress intensity approach in this case is, therefore, no longer valid and gives unrealistic data which increases steeply with increasing crack length (rising crack resistivity curve). Nevertheless, as the field in front of the crack tip may be described by linear elastic equations, an effective stress intensity, K_{eff} , may be formulated whose definition is not yet known. In the simplest case, K_{eff} may be formulated by introducing an effective crack length, a_{eff} .

The comparison of R -data evaluated by the energy approach with J -integral expressions developed for metals give nearly identical values. These J -integral tests for metals mentioned were also performed using a controlled load-displacement device with a stationary moving crack.

References

1. K. KROMP and R. F. PABST, *J. Amer. Ceram. Soc.* 66 (1983) 107.
2. *Idem*, *Z. Materialpruf.* 22 (1980) 241.
3. *Idem*, *Met. Sci.* 3 (1981) 125.
4. I. EFTIS and H. LIEBEWITZ, *Eng. Fract. Mech.* 7 (1975) 101.
5. A. A. GRIFFITH, *Phil. Trans. Roy. Soc., London, Ser. A* 221 (1921) 163.
6. G. R. IRWIN, Proceedings 7th Sagamore Materials Conference, Syracuse University Research Institute (1960) Vol IV, p. 63.
7. A. C. BORNHAUSER, PhD thesis, University of Stuttgart, West Germany (1983).
8. T. HAUG, PhD thesis, University of Stuttgart, West Germany (1984).
9. R. STEINBRECH, R. KNEHANS and W. SCHAARWÄCHTER, *J. Mater. Sci.* 17 (1982).
10. G. A. CLARKE, W. R. ANDREWS, P. C. PARIS and D. W. SHMIDT, *ASTM STP* 590 (1976) 27.
11. H. WIENINGER, PhD thesis, University of Vienna, Austria (1984).
12. H. WIENINGER and R. F. PABST, Proceeding 4th European Conference on Fracture, Leoben, Austria (1982) p. 84.
13. J. M. KRAFT, A. M. SULLIVAN and R. W. BOYLE, Proceedings Crack Propagation Symposium, Cranfield, College of Aeronautics (1961) Vol. 1.
14. K. KROMP, A. C. BORNHAUSER, T. HAUG and R. F. PABST, Fortschritte der Deutschen Keramischen Gesellschaft. I (1985), in print.
15. T. HAUG, H. G. SCHMID, A. C. BORNHAUSER and V. GEROLD, 2nd International Conference on Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures, Swansea, UK (1984) p. 473.
16. F. W. KLEINLEIN, PhD thesis, University of Erlangen, West Germany (1983).
17. H. WIENINGER, K. KROMP and R. F. PABST, *J. Mater. Sci.* to be published.
18. T. HAUG, personal communication, (1983).
19. J. R. RICE, "Fracture", Vol. 2, edited by H. Liebowitz (Academic Press, New York, 1968) p. 191.
20. D. EFTIS, L. JONES and H. LIEBEWITZ, *Eng. Fract. Mech.* 17 (1975) 491.
21. S. J. GARWOOD, J. N. ROBINSON and C. E. TURNER, *Int. J. Fract.* 11 (1975) 528.
22. J. R. RICE, P. C. PARIS and G. MERKLE, *ASTM STP* 536 (1973) 241.
23. T. HAUG and A. C. BORNHAUSER, *J. Mater. Sci.* to be published.
24. W. VOGEL, personal communication, (1984).
25. H. A. ERNST, P. C. PARIS and J. D. LANDES, *ASTM STP* 743 (1981) 476.

Received 31 July
and accepted 8 October 1984

Keramische (Verbund-) Werkstoffe

Seminar in Stuttgart
9./10. März 1988

Zum Einfluß der Porenform auf die Materialfestigkeit P. Paulini

C.T. Bodur*, K. Kromp*

Kurzfassung

Es wird eine Methode vorgestellt, die gestattet, aus Dreipunkt-Biegeexperimenten mit gleichzeitiger in situ Beobachtung und -Messung des Rißfortschrittes Aussagen über das nichtlineare R-Kurvenverhalten von zweiphasigen Keramiken bei hohen Temperaturen zu machen und auf den K_{IC} -Wert rückzuschließen.

Als Modellmaterial wird Yttrium-dotiertes HPSN herangezogen, dessen Festigkeitsverhalten bei 1200°C nach verschiedenen Temperaturbehandlungen, bei denen die zweite Phase teilweise auskristallisiert, verglichen werden soll. Die aus den R-Kurven extrapolierten K_{IC} -Werte werden mit den im schnellen Test gewonnenen verglichen.

Abstract

A method is proposed, which enables to describe the non-linear R-curve behaviour of two phase ceramics at high temperatures by three-point bending experiments with in situ observation and measurement of the controlled crack growth. By means of this method an extrapolation back to the linear elastic fracture toughness is possible.

The method is applied in order to investigate possible variations in the strength of Yttria-doped HPSN at 1200°C, arising due to the different heat treatments used for the recrystallization of the second phase. The K_{IC} values obtained by this method are compared to those obtained by the rapid test.

* Max-Planck-Institut für Metallforschung, Institut für
Werkstoffwissenschaften, Seestraße 92, D-7000 Stuttgart 1

1. Einleitung

Bei der Entwicklung und Verbesserung keramischer Materialien sind die Bestimmung und der Vergleich der mechanischen Eigenschaften wesentlich. Die Testproben aus keramischem Material müssen mit Diamantwerkzeugen geschnitten und beschliffen werden, deren Herstellung ist daher zeitaufwendig und teuer. Soll die Festigkeit durch die Biegebeanspruchung charakterisiert werden, sind große Probenzahlen notwendig, da für jede Charge eine Weibullverteilung gemessen werden muß. Auch eine Charakterisierung mit Hilfe der Bruchzähigkeit erfordert pro Charge mehrere Testproben.

Es soll hier eine Methode vorgestellt werden, die im günstigsten Fall gestattet, an einer einzigen Testprobe das mechanische Verhalten vom linear-elastischen über das nichtlinear-elastische bis hin zu nichtlinearem, visco-elastischem (bzw. elastisch-plastischem) Verhalten zu charakterisieren.

Die Aufgabe bestand zunächst darin, Yttrium-dotiertes, heißgepreßtes Si_3N_4 verschiedenen Wärmebehandlungen zu unterziehen, dadurch den Zustand der Korngrenzphase zu verändern und nachfolgend die Festigkeit bzw. das Ermüdungsverhalten des Materials zu charakterisieren. Um den Aufwand an Testproben möglichst gering zu halten, wird die oben angesprochene und im folgenden darzustellende Methode der Festigkeitscharakterisierung vorgeschlagen.

2. Modellmaterial

Zur Untersuchung des Ermüdungsverhaltens von nichtoxidischen Keramiken bei hohen Temperaturen wurde HPSN mit Y_2O_3 und Al_2O_3 als Zweitphasen herangezogen. Nach Angaben des Herstellers (ESK Kempten) wurden dem Material 8% Y_2O_3 und 2% Al_2O_3 als Sinterhilfe (Glasphase) zugesetzt. Die Herstellung von dichtem Si_3N_4 läuft über einen Flüssigphasen-Sinterprozeß. Verdichtung und Mikrostruktur und damit die mechanische Festigkeit sind daher weitgehend von den Eigenschaften der zur Herstellung verwendeten Ausgangspulver abhängig. Einige Eigenschaften der Ausgangspulver sind in Tab.1 aufgelistet (Angaben des Herstellers). Feine Ausgangspulver mit hoher spezifischer Oberfläche bringen das Material nahe an seine theoretische Dichte heran. Feine Ausgangspulver bringen aber den Nachteil höheren Sauerstoffgehalts mit sich, der in einem höheren Gehalt an Glasphase resultiert. Ein höherer Gehalt an Glasphase wiederum bewirkt, daß im Hochtemperaturbereich der Abfall in der Festigkeit bei niedrigeren Temperaturen einsetzt.

Die spezifische Oberfläche für das Ausgangspulver ist mit $6,1 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ relativ gering, das heißt, daß das Korn nicht besonders fein, dafür aber der Gehalt an Sauerstoff mit 1,9 Gew.% niedrig (siehe Tab.1). Die Dichte des Materials wurde mit $3,277 \pm 0,002 \times 10^3 \text{ kg m}^{-3}$ mit der Auftriebsmethode in CCl_4 gemessen. Dieser Wert liegt nahe an der theoretischen Dichte, die Restporosität müßte daher sehr gering sein.

An der Bruchoberfläche des Materials sind längliche, hexagonale Si_3N_4 -Körner gut zu erkennen (Bild 1, Ausgangszustand, 1200°C). Es handelt sich um die Hochtemperaturmodifikation $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$.

Die länglichen $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ -Kristallite entstehen nur, wenn bei der Herstellung von α -reichem Pulvermaterial ausgegangen wird. Das ist hier der Fall, das Ausgangspulver hat 96% α -Anteil (siehe Tab.1). Das $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ wird bei Temperaturen oberhalb von 1400°C thermodynamisch instabil und wandelt sich in $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ um. Diese Umwandlung begünstigt den Verdichtungs Vorgang beim Flüssigphasensintern /1,2/.

Die längliche Form der β -Kristallite, d.h. deren Längen- zu Dickenverhältnis und die Korngröße sind für die mechanischen Eigenschaften des Materials von großer Bedeutung. Mit Vergrößerung des Längen- zu Dickenverhältnisses bei klein gehaltenem Korn steigen die Festigkeitswerte (σ_B , K_{IC}) /3/.

Das Längen- zu Dickenverhältnis der β -Kristallite und die Korngröße werden stark von den beigegebenen Sinterhilfen und vom Herstellungsablauf beeinflusst. Gerade die Festigkeitseigenschaften oberhalb 1000°C variieren stark mit den Sinterzusätzen, d.h. mit deren Erweichungstemperatur.

Es ist allgemein bekannt, daß HPSN mit Y-Si-O-N Glasphase dem mit Mg-Si-O-N Phase überlegen ist. Der Abfall der Festigkeit bei hohen Temperaturen erfolgt bei Y_2O_3 -gedoptem Material später als bei MgO-gedoptem /4/.

Ein Y_2O_3 -gedoptes Material bietet den Vorteil, durch eine geeignete Wärmebehandlung einen Teil der Sinterphase auszukristallisieren. Durch diesen Mechanismus wird der Anteil an Glasphase erniedrigt und die mechanischen Eigenschaften können zu höheren Temperaturen hin erhalten bleiben.

Die Aufgabe in der vorliegenden Abhandlung war, das Y_2O_3 -gedopte Modellmaterial verschiedenen Wärmebehandlungen zu unterziehen und das Ermüdungsverhalten bei hohen Temperaturen mit dem des Ausgangsmaterials zu vergleichen. Als Referenztemperatur wurde 1200°C gewählt, eine Temperatur, die praxisnah dem Einsatz des Materials entspricht (Gasturbine etc.).

Die Kriecheigenschaften des Materials, die für den Hochtemperatureinsatz von wesentlicher Bedeutung sind, werden hauptsächlich über die Sinterphasen kontrolliert. Das Kriechen erfolgt über Korngrenzgleiten, ermöglicht durch die amorphen Sinterphasen, die in dünnen Schichten der Größenordnung nm die Körner überziehen. Im folgenden wird daher eine Methode vorgestellt, die ermöglicht, das Ermüdungsverhalten vom linear-elastischen Rißwachstum bis hin zum Kriech-Rißwachstum zu charakterisieren.

3. Methode zur Charakterisierung des Ermüdungsverhaltens bei hohen Temperaturen

Ausgegangen wird von 3-Punkt-Biegeexperimenten mit gekerbten Proben. Die Belastung erfolgt bei niedrigen Belastungsraten, um ein vollständig kontrolliertes Experiment zu gewährleisten. Eine niedrige konstante Verschiebungsrate ($\delta = 5 \mu\text{m/min}$) wird vorgegeben und jeweils bis zum (Wieder-)Einsetzen der Rißausbreitung beibehalten, der Rißfortschritt über ein Videosystem direkt durch ein verschiebbares Mikroskop gemessen. Danach wird die Probe wieder entlastet und erneut belastet. In Bild 2a ist ein Originalschrieb eines Last-Verschiebungsdiagramms für diese Experimente bei 1200° dargestellt. Gleichzeitig wird der Rißfortschritt über der Verschiebung, jeweils im Lastmaximum des Belastungszyklus mitgeschrieben, die Entlastungsvorgänge erscheinen im Δa - δ -Mitschrieb als horizontale Linie, die tatsächlichen Rißlängen sind auf diesen Linien durch Punkte gekennzeichnet (Bild 2b).

Zu bemerken ist hier, daß das Rißwachstum System-kontrolliert in Argonatmosphäre erfolgt und nicht über ein korrosives Medium (Luft), wie das unterkritische Rißwachstum in einem v-K Experiment. Die K-Werte in den einzelnen Lastmaxima sind daher jeweils als K_c -Werte aufzufassen!

Der Entlastungs- und Wiederbelastungsvorgang kann mit der gleichen niedrigen Verschiebungsrate wie der gesamte Belastungsversuch oder mit einer höheren Verschiebungsrate erfolgen.

Der Wiederbelastungsvorgang erfolgte bis zum Wiedereinsetzen des Rißwachstums, das direkt über den Monitor verfolgt und gemessen wird. Die Belastungskurve kann, wie in Bild 2a, ein relatives Maximum erreichen, bei dem die Rißausbreitung wieder einsetzt, oder fortgesetzt werden, bis ein meßbarer Lastabfall in der P- δ -Kurve eintritt.

Die Be- und Entlastungsvorgänge zeigen eine gewisse Hysterese, die auf Reibungsvorgänge an den Auflagern /5/, auf Reibungsvorgänge hinter der Rißfront zwischen den Rißflanken und auf das viskose Verhalten der zweiten Phase zurückgeführt werden können (siehe Bild 2a und Kapitel 6.)

Wie aus dem Experiment bei der Referenztemperatur von 1200°C in Bild 2a weiters ersichtlich ist, enden die Be- und Entlastungslinien nicht im Ursprung, sondern es tritt eine irreversible Nullpunktverschiebung auf. Die folgende Darstellung folgt im wesentlichen einer Darstellung von Sakai /6,7/, die ursprünglich auf Eftis und Liebewitz zurückgeht /8/. Die von den äußeren Kräften geleistete Arbeit (ΔW) wird beim Belastungsvorgang bis zu einem Rißfortschritt Δa nicht nur in die Energie zur Erzeugung neuer Bruchoberflächen ($\Delta \Gamma$) und in die (reversible) elastische Verformung (ΔU_{el}) der Probe investiert, sondern enthält auch einen irreversiblen Anteil (ΔU_{ir}) (Glg.(1)).

$$\frac{\partial W}{\partial A} = \frac{\partial U_{el}}{\partial A} + \frac{\partial U_{ir}}{\partial A} + \frac{\partial \Gamma}{\partial A} \quad (1)$$

$A = B a$ = Bruchfläche; B = Dicke; W = Probenhöhe; $a = a_0 + \Delta a$ = Tiefe des Starterkerbs + Rißfortschritt.

Der irreversible Anteil ΔU_{ir} kann aus mehreren Anteilen bestehen:

- (i) aus einer Art "Prozeßzone" vor der Rißfront, in der nach Vorrücken der Front Mikrorisse zurückbleiben /9/;
- (ii) aus einer "Reibung" hinter der Rißfront, gegeben durch Verhakung von Körnern bzw. Brücken aus viskoser zweiter Phase /10/ oder durch Herausziehen von Körnern bzw. Fasern /11/.

Für den Fall der Rißausbreitung (Index "c") kann aus Glg.(1) eine "nichtlineare Energiefreisetzungsrate" $\tilde{G}_c$ definiert werden

$$\tilde{G}_c := \frac{\partial}{\partial A} [W - (U_{el} + U_{ir})]_c = \frac{\partial \Gamma}{\partial A} \quad (2)$$

Im linear-elastischen Falle, d.h. $\Delta U_{ir} \rightarrow 0$, geht diese in die linear-elastische Freisetzungsrate über, $\tilde{G}_c \rightarrow G_c$.

Die Flächen zwischen zwei aufeinanderfolgenden Kurven der Wiederbelastung (Bild 2a) mit nachfolgendem Rißfortschritt Δa stellen ein Maß für den Rißwiderstand R im nichtlinearen, irreversiblen Fall dar:

$$R_c := \frac{\partial}{\partial A} [W - U_{el}]_c = \frac{\partial U_{ir}}{\partial A} + \frac{\partial \Gamma}{\partial A} \quad (3)$$

Diese Fläche, die eine Energie darstellt, ist in der Skizze a in Bild 3 mit ΔU_R bezeichnet. Diese Fläche ΔU_R kann in den Anteil zerlegt werden, der im nichtlinearen Fall zur Rißausbreitung zur Verfügung steht, $\Delta U_{\tilde{G}}$, und in den oben diskutierten irreversiblen Anteil ΔU_{ir} , siehe Skizze b in Bild 3. Der irreversible Rißparameter sei:

$$\Phi_{ir} = \frac{\partial U_{ir}}{\partial A}$$

Aus (2) und (3) folgt der Zusammenhang

$$R_c = \tilde{G}_c + \Phi_{ir} \quad (4)$$

offensichtlich gilt $\lim R_c \rightarrow \tilde{G}_c$ und $\lim \tilde{G}_c \rightarrow G_c$ mit $\Phi_{ir} \rightarrow 0$.

Ziel dieser bruchmechanischen Untersuchung ist, Festigkeitskennwerte zur Charakterisierung des Ermüdungsverhaltens des Modellmaterials zu gewinnen. Ist G_c bekannt, so kann mit $E' = E/(1-\nu^2)$ für den Fall ebener Dehnung bei kera-

mischen Werkstoffen K_{IC} über die Irwin-Gleichung $G_C E' = K_{IC}^2$ berechnet werden. Zwei Wege werden zur Auswertung der Last-Verschiebungsexperimente vorgeschlagen:

3.1 Separation

Bei den vorliegenden Experimenten werden die Be- und Entlastungslinien und der Rißfortschritt gleichzeitig registriert.

In einer ersten Näherung werden die Belastungslinien durch eine Tangente linearisiert, die jeweils vom Endpunkt der Belastung (bzw. vom relativen Lastmaximum wie in Bild 2a) des (i-1)-ten Schrittes an die i-te Wiederbelastungskurve gelegt wird /12/. Der Vorgang und die Tangente (strichliert) sind für den i-ten Zyklus in Bild 4a eingezeichnet. Die linearisierten Belastungslinien werden dann so parallel verschoben, daß sie durch den Ursprung verlaufen. Die oberen Endpunkte der erhaltenen Nullpunktgeraden ergeben die Last-Verschiebungskurve für den nichtlinearen Fall, wobei der irreversible Anteil $\Delta\phi_{ir}$ durch die Verschiebung der Tangente abgetrennt ist (strichliert in Bild 4b).

Die gemessenen Rißlängen in der Rißlänge-Verschiebungskurve werden ebenfalls verschoben und werden den entsprechenden verschobenen P_{max} -Werten der einzelnen Zyklen zugeordnet (strichlierte Rißlänge in Bild 4b). Der Vorgang ist in der Skizze in Bild 4b dargestellt. Für die durch Separation gewonnene Kurve können die G_C -Werte berechnet und eine G_{CR} -Kurve bzw. über die Irwin-Gleichung eine K_{IC} -Kurve für den nichtlinear-elastischen Fall dargestellt werden.

Die Extrapolation dieser Kurven zum Rißfortschritt $\Delta a \rightarrow 0$, d.h. zur Kerbtiefe a_0 ergibt den Wert G_C bzw. K_{IC} .

3.2 Extrapolation

Der Vorgang folgt dem Vorschlag von Sakai /6/, nach dem mit Hilfe der Flächenanteile aus Bild 3b die Werte R_C , G_C und ϕ_{ir} für alle Belastungszyklen berechnet werden. Eine Extrapolation von $\phi_{ir} \rightarrow 0$ in der Auftragung von R_C bzw. G_C über ϕ_{ir} liefert G_C , woraus wieder K_{IC} berechnet werden kann.

Außer der indirekten Berechnung von K_{IC} können also mit Hilfe der zyklischen Belastung R-Kurven für den irreversiblen Fall, d.h. für Zonenbildung vor und hinter der Rißfront, und G_{CR} - bzw. K_{IC} -Kurven für den nichtlinear-elastischen Fall aufgestellt werden.

Weiters können für diese Fälle die direkt gemessenen Rißlängen mit den aus der Änderung der Nachgiebigkeit berechneten verglichen werden. Die Rißlängen werden aus der Änderung der Tangenten-Steigungen (Bild 4a) nach folgender Beziehung, ausgehend von der Kerbtiefe a_0 , berechnet /13/:

$$a_i = a_{i-1} + \frac{W-a_{i-1}}{2} \frac{C_i-C_{i-1}}{C_i} \quad (5)$$

wobei

$$a_1 = a_0 + \frac{W-a_0}{2} \frac{C_1-C_0}{C_1}$$

a_0 = Kerbtiefe; W = Probenhöhe; C_i = Kehrwert des Anstieges der i-ten Tangente; C_0 = Kehrwert des Anstieges der Erstbelastung.

Ein Vergleich dieser gerechneten Rißlänge mit der experimentell gemessenen liefert Aufschluß über Vorgänge vor bzw. hinter der Rißfront. Es kann versucht werden, den irreversiblen Anteil in Anteile aufzuschlüsseln, die in Vorgänge vor und hinter der Rißfront investiert werden und diese den entsprechenden Prozessen zuzuordnen.

Schließlich kann für den nichtlinearen, irreversiblen Fall versucht werden, C^* -Integralwerte zu berechnen und auf den Wert des Kriechexponenten zu schließen.

4. Experimentelle Ausrüstung und experimentelle Bedingungen

Die HPSN-Proben der Dimension $3,5 \times 7 \times 35 \text{ mm}^3$ wurden zur Beobachtung des Rißfortschrittes an einer der Flachseiten poliert und dann ausgelagert. Die Auslagerung erfolgte in einem evakuierbaren Kessel mit Sichtfenster zur pyrometrischen Temperaturmessung. Die Beheizung erfolgte induktiv und indirekt über einen Kohlenstoffsuszeptor in der Spule eines Mittelfrequenzgenerators. Der Kohlenstoffsuszeptor wurde durch Bornitridhülsen von der wassergekühlten Kupferspule isoliert. Der Kessel wurde auf $\sim 5 \times 10^{-6}$ mbar evakuiert, das System einschließlich der jeweils 4 Stück auszulagernden Proben zur Entgasung kurz auf die Auslagerungstemperatur gebracht. Nach neuerlichem Evakuieren wurde der Kessel mit Ar der Reinheit 99.999 bis zu einem Druck von ~ 1200 mbar gefüllt.

Die Belastungsexperimente wurden in einer verschiebungsgeordneten 3-Punkt-Biegeanordnung mit einem Auflagerabstand von $S = 30 \text{ mm}$ in einem evakuierbaren Kessel durchgeführt. Die Krafteinleitung erfolgte über Siliziumkarbid-Stempel in einer servohydraulischen Prüfmaschine. Die Proben wurden hochkant belastet und mit einem Rißstartkerb der Breite $\sim 60 \mu\text{m}$ und einem Kerbtiefe zu Probenhöhe-Verhältnis $a_0/W = 0.6$ versehen.

Die Verschiebung wird, wie schon mehrfach beschrieben /14/, durch einen Tastfühler aus Siliziumkarbid direkt an der Probenunterseite abgenommen und über diesen Tastfühler wird der Versuch gesteuert (Verschiebungsgeschwindigkeit $\dot{\delta} = \text{konst.}$) /13/. In diesem Fühler ist direkt an der Probenunterseite ein Pt-PtRh Thermoelement untergebracht, das die Temperatur mißt und regelt.

Die hohen Temperaturen werden ebenfalls durch indirekte induktive Beheizung über einen Kohlenstoffsuszeptor eingestellt, wie oben bereits beschrieben. Die Beobachtung, Messung und Aufzeichnung des Rißfortschrittes erfolgte durch ein Mikroskop mit großer Objektivbrennweite durch ein Fenster in der Vakuumkammer. Der Rißfortschritt kann durch das Mikroskop fotografiert bzw. auf Videoband aufgezeichnet werden. Die Belastungsanordnung bzw. die Beobachtungseinrichtung sind in den Bildern 5 und 6 dargestellt.

Zur Messung gelangen die Last über die Verschiebung δ bei einer konstanten Verschiebungsrate $\dot{\delta} = \text{konst.}$ Bei der vorliegenden Untersuchung wurde eine niedrige Rate von $\dot{\delta} = 5 \mu\text{m/min}$ eingestellt. Der Rißfortschritt Δa , beginnend vom Starterkerb a_0 wird ebenfalls über der Verschiebung aufgezeichnet.

Bei Raumtemperatur wurde zunächst über der justierten Probe auf $\sim 2 \times 10^{-5}$ mbar evakuiert und etwa 15 min im Vakuum auf der Meßtemperatur von 1200°C ausgeheizt. Nach dem Abkühlen wurde der Kessel mit Ar der Reinheit 99.999 auf ~ 1200 mbar gefüllt, aufgeheizt und das Belastungsexperiment gestartet. Die Entlastungs- und Belastungszyklen erfolgten teils mit einer höheren Verschiebungsrate von $\dot{\delta} = 100 \mu\text{m/min}$, teils mit der gleichen Rate von $5 \mu\text{m/min}$ wie die Belastung. In den relativen Lastmaxima (P_{max}) wurde jeweils vor dem Beginn der Entlastung der Rißfortschritt aufgezeichnet. Die aufgezeichneten $P-\delta$ und $\Delta a-\delta$ Kurven wurden anschließend digitalisiert und in einem HP-Rechensystem ausgewertet.

5. Ergebnisse der bruchmechanischen Untersuchungen

5.1 Ermüdungsexperimente

Für das Material im Ausgangszustand und für die Auslagerung 1400°C , 10 h und 1300°C , 40 h wurden Belastungsexperimente bei der Referenztemperatur von 1200°C zu den in Kap.4. erwähnten Bedingungen durchgeführt.

Für das Material im Ausgangszustand wurden bei 1200°C zunächst einige Experimente mit verschiedenen Verschiebungsraten 1, 5, 7.5, 10 $\mu\text{m/min}$ und verschiedenen Raten für die zyklischen Zwischenentlastungen 5, 50, 75, 100 $\mu\text{m/min}$ erprobt, um günstige experimentelle Bedingungen zu finden und kontrolliertes Rißwachstum zu garantieren. Als günstigste Bedingung wurde die Verschiebungsrate von $5 \mu\text{m/min}$ für die Belastungen ebenso wie für die Zwischenentlastungen gefunden.

Bei 1 $\mu\text{m/min}$ war der Anteil an Kriechvorgängen zu hoch (zu starke Nichtlinearität der Zyklen), bei 10 $\mu\text{m/min}$ konnte die Stabilität nicht garantiert werden.

Die verschiedenen Geschwindigkeiten für die zyklischen Zwischenentlastungen bewirkten eine geringfügige Änderung in der Steigung der Zwischenentlastungskurven.

In den Bildern 7 a,b sind noch einmal eine zyklische Last-Verschiebungskurve und die zugehörige optische Rißfortschrittmessung für den Auslagerungszustand (1400°C , 10 h) gezeigt. Der allmähliche Anstieg der Kurve bei der Erstbelastung ist systembedingt und wird mit der Systemnachgiebigkeit im Rechner jeweils subtrahiert. Die Entlastung erfolgt nicht bis $P = 0$ sondern bis zu einer geringen Restlast von $P = 5\text{N}$, um die Stabilität des Experiments zu erhalten.

Durch die jeweils bei P_{max} in jedem Zyklus optisch gemessenen Rißfortschritte wird eine glatte Kurve gelegt, um die durch die Messung bedingte Streuung zu mitteln (die δ -Achse ist im gleichen Maßstab wie in Bild 7a, die tatsächlichen Rißlängenwerte sind nachträglich durch Punkte markiert).

In Bild 8 sind als Beispiel für Probe HPSN 56 (Auslagerung 1400°C , 10 h) unter a,b,c,d,e die im folgenden aufgelisteten Auswertungsergebnisse in Form von Kopien der Originalplots gegeben:

- die Last-Verschiebungskurve aus den P_{max} -Werten der einzelnen Belastungszyklen (Kreise) mit dem optisch in situ gemessenen Rißfortschritt Δa (Rauten) und dem Rißfortschritt, berechnet aus der Änderung der Nachgiebigkeit nach Glg.(5) (Dreiecke); auffällig ist, daß die aus der Änderung der Nachgiebigkeit berechnete Rißlänge wesentlich kürzer erscheint, als die optisch gemessene;
- der Rißwiderstand R nach Glg.(3), über der relativen Rißtiefe a/W für den nichtlinearen Fall mit irreversiblen Anteil (d.h. für die Original-Belastungskurve), berechnet mit Hilfe der optisch gemessenen Rißlängen;
- die Last-Verschiebungskurve für den nichtlinear-elastischen Fall (Kreise) nach Separation ($\Delta\delta_{\text{ir}} \rightarrow 0$, Methode in Bild 4b) mit dem optisch gemessenen Rißfortschritt nach Separation (Rauten) und dem nach Glg.(5) berechneten Rißfortschritt für den nichtlinear-elastischen Fall (Dreiecke); die Nachgiebigkeit zur Berechnung des letzteren wird jeweils durch Verbinden jedes P_{max} -Punktes der Last-Verschiebungskurve mit dem Ursprung gewonnen; wie zu erwarten ist, fallen die beiden Rißlängenkurven zusammen;
- die nichtlinear-elastische Energiefreisetzungsrates $\dot{G}$ über der relativen Rißtiefe a/W , berechnet mit der optisch gemessenen Rißlänge (Rauten) und berechnet mit den nichtlinear-elastischen Rißlängen (Dreiecke); es ist zu erwarten, daß die Kurven zusammenfallen, die $\dot{G}$ -Werte (und ebenso die R -Werte) sind Differenzenquotienten (siehe Glgn.(2) und (3)) und unterliegen daher gewisser Streuung;
- die K_{IC} -Werte, die aus den $\dot{G}$ -Werten von d) über die Irwin-Gleichung berechnet werden; die K_{IC} -Werte sind

über der relativen Rißtiefe für beide Rißlängen (Rauten und Dreiecke) im gegenständlichen Diagramm eingetragen; die K_C -Werte dieser K_R -Kurven sind nicht als linear-elastische K-Werte aufzufassen, nur in der Grenze $\Phi_{ir} \rightarrow 0$, d.h. für $\Delta a \rightarrow 0$ (Rißlänge = Kerbtiefe a_0) kann dieser Wert als linear-elastisch, sogar als K_{IC} -Wert aufgefaßt werden (Extrapolation der K_R -Kurven zur K-Achse).

Eine Extrapolation nach 3.2 wurde bisher nicht vorgenommen.

5.2 Bestimmung der Bruchzähigkeit

Die Bruchzähigkeit K_{IC} wurde auf drei verschiedene, unten aufgelistete Arten bestimmt und mit den aus der Extrapolation der Ermüdungsexperimente gewonnenen Werten verglichen:

Zunächst wurden das Maximum der P_{max} -Werte der Last-Verschiebungskurven und die Kerbtiefe a_0 zur Berechnung von " K_{max} " herangezogen. Bei Raumtemperatur wurden ebenfalls K_{max} -Werte mit Proben im Ausgangszustand mit einer Verschiebungsrate von 0,24 $\mu\text{m}/\text{min}$ bestimmt.

Des weiteren wurden die relativen P_{max} -Werte der einzelnen Belastungszyklen und die zugehörigen optisch gemessenen Rißlängen zur Berechnung von K_R -Kurven verwendet. Diese K_R -Kurven werden dann auf die Ausgangskerbtiefe a_0 ($\Delta a \rightarrow 0$) extrapoliert und man erhält ebenfalls " K_{IC} "-Werte (Extrapolation der K_R -Kurve zur K-Achse). Als Beispiel ist in Bild 9 diese K_R -Kurve für den in den Bildern 8a-e gezeigten Versuch dargestellt.

Zuletzt wurde K_{IC} im schnellen 3-Punkt-Biegeversuch bei einer Spannungsrate von 10^4 MPa/s mit Starterkerben der Breite $\sim 60 \mu\text{m}$ und einer relativen Kerbtiefe $a_0/W \sim 0,15$ bestimmt (je 3 Versuche für einen Zustand). Diese Werte stellen, da in Vakuum von $1 \cdot 10^{-4} \text{ mbar}$ gemessen, wegen der hohen angewandten Spannungsrate "Inertwerte" dar. Die kurze Aufheizdauer von 5 min bis auf 1200°C hat verschwindenden Einfluß.

Die Mittelwerte der nach den vier Methoden bestimmten kritischen K-Werte sind für das Ausgangsmaterial bei Raumtemperatur und 1200°C und für die Auslagerungszustände 1400°C , 10 h und 1300°C , 40 h in Tabelle 2 zusammengefaßt.

5.3 Bestimmung des E-Moduls

Für die Umrechnung von G in K nach der Irwin-Gleichung wird der Elastizitätsmodul im Falle ebener Dehnung, $E' = E/(1-\nu^2)$ benötigt. Der Elastizitätsmodul E und der Schubmodul G wurden mit dem Resonanzverfahren von Förster in der in diesem Band beschriebenen Apparatur /15/ im Bereich zwischen Raumtemperatur und 1250°C bestimmt. Aus $E = 2G(1+\nu)$ wurde der Querkontraktionskoeffizient ν und damit schließlich E' berechnet. In Tabelle 2 sind die Werte von E und E'

angegeben (die Werte sind ohne Fehlergrenzen eingetragen, da die Messung nur an jeweils einer Probe vorgenommen wurde).

6. Diskussion der Ergebnisse

In den Bildern 10 und 11 werden zum Vergleich mit den zyklischen Belastungsexperimenten kontrollierte Last-Verschiebungsexperimente mit kontinuierlicher Belastung gezeigt. Bei Raumtemperatur mußte die Probe (Ausgangszustand) bis zu einer relativen Kerbtiefe $a_0/W = 0,7$ angekerbt werden, um ein kontrolliertes Experiment zu ermöglichen - sogar bei der sehr niedrigen Verschiebungsrate von $\dot{\delta} = 0,24 \mu\text{m}/\text{min}$ konnte ein scharfes Maximum der Last-Verschiebungskurve beobachtet werden (Bild 10), das Material verhält sich also bei Raumtemperatur linear-elastisch. Bei 1200°C wurde die Probe in der Regel auf $a/W \sim 0,6$ angekerbt, um stabile Verhältnisse zu gewährleisten.

In Bild 11 ist eine Probe im Ausgangszustand bei 1200°C mit einer Rate von $\dot{\delta} = 5 \mu\text{m}/\text{min}$ belastet, jener Rate, die für die Experimente mit Zwischenentlastung verwendet wird. Die Kurve zeigt ein breites Maximum, wie es auch bei den Experimenten mit Zwischenentlastungen gefunden wurde. Der stark nichtlineare Verlauf der Kurve deutet auf die bereits oben diskutierten reversiblen und irreversiblen Anteile in der Rißausbreitungsenergie hin.

Die bisher durchgeführten Experimente konnten in der in Kap.5.1 vorgestellten Form mit Zwischenentlastungen durchgeführt und ausgewertet werden. Die Bilder 8a-e zeigen ein Beispiel der Auswertung eines Versuches bei 1200°C nach Auslagerung bei 1400°C , 10 h.

Die in Bilde 8a gezeigte Original-Last-Verschiebungskurve ergibt mit ihren P_{max} -Werten der einzelnen Belastungszyklen die gleiche Nichtlinearität wie die kontinuierliche Kurve von Bild 11 (Kreise in Bilde 8a). Die aus der Nachgiebigkeit berechnete Rißlänge (Dreiecke) bleibt weit hinter der optisch gemessenen (Rauten) zurück. Die beiden Kurven sollten zusammenfallen, die Nachgiebigkeit sollte also wesentlich größer sein.

Der Rißwiderstand R für diese nichtlinearen Last-Verschiebungskurven liegt im Vergleich zu den δ -Werten sehr hoch aufgrund des offensichtlich hohen irreversiblen Anteiles Φ_{ir} (vergleiche Bilder 8b und 8d). Der hohe irreversible Anteil resultiert hier offensichtlich von Energie-verzehrenden Vorgängen hinter der Rißfront, wie schon aus dem Unterschied zwischen der optisch gemessenen und der aus der Nachgiebigkeit berechneten Rißlänge erwartet werden kann. Als Energie-verzehrende Vorgänge kommen Verhakungen, Rißverzweigung und die Zugwirkung von Brücken aus viskoser zweiter Phase zwischen den Rißflanken in Frage.

Bilder 12 und 13 zeigen einen Blick in den Riß, der sich nach Wegnahme der Last nicht mehr vollständig schließt,

direkt hinter der Rißfront (1200°C; Auslagerung 1400°C, 10 h). Verhakung und Rißverzweigung sind deutlich zu sehen. Bei Raumtemperatur fand keine Rißverzweigung statt und die Verhakung trat in diesem Ausmaß nicht auf, Bild 14. Die Zugwirkung durch Brücken der zweiten Phase konnte nicht direkt beobachtet werden, der viskose Zustand der zweiten Phase ist aber indirekt der Grund für die Verhakung und Rißverzweigung: bei 1200°C ist die bei Raumtemperatur spröde und daher linear-elastische zweite Phase niedrig viskos und bewirkt im Bereich des langsamen, kontrollierten Bruches vorwiegend interkristallines Rißwachstum. Diese Tatsache kann auch an den Bruchoberflächen beobachtet werden, Bilder 15a,b,c: in Bild 15a sind der Kerbgrund, der Bereich des langsamen, kontrollierten und der Bereich des schnellen Bruches gut zu erkennen (im Bild von unten nach oben); in Bild 15b erscheint der Bereich des kontrollierten Bruches vorwiegend interkristallin (langgestreckte β - Si_3N_4 -Kristallite) und in Bild 15c jener des schnellen Bruches vorwiegend transkristallin.

Die durch Separation (Kap.3.1) gewonnenen nichtlinear-elastischen Last-Verschiebungskurven (Bild 8c) resultieren in $\bar{G}_{CR}$ -Kurven für die nichtlinear-elastische Energiefreisetzungsrates $\bar{G}_C$, die mit der Rißtiefe stark ansteigen (Bild 8d). Es wird angenommen, daß dieser Anstieg vom viskoelastischen Verhalten der Korngrenzphase bei 1200°C abhängt (im Gegensatz zu metallischen Werkstoffen, wo dieses Verhalten von der Ausbildung einer plastischen Zone und vom Übergang vom Zustand ebener Dehnung zu ebener Spannung herrührt). Als Beweis dienen Voruntersuchungen, die am gleichen Material unter sinusförmiger zyklischer Druck-Schwellbeanspruchung im Dreipunkt-Biegeversuch vorgenommen wurden: bei diesen zyklischen Beanspruchungen zwischen 0,1 - 150 Hz konnte bei 1200°C bei ~ 1 Hz eine Phasenverschiebung zwischen Last und direkt gemessener Verschiebung gefunden werden, die bei niedrigeren und höheren Frequenzen wieder verschwindet. Die Höhe dieser Frequenz verschiebt sich mit der Temperatur /16/.

Die nichtlinear-elastischen $\bar{G}_C$ -Werte wurden nach der Irwin-Gleichung in K-Werte umgerechnet und in Bild 8e als K_R -Kurve dargestellt. In der Grenze $\Delta a \rightarrow 0$ sollten diese K-Werte in den linear-elastischen Wert K_{IC} übergehen und dann mit K_{IC} aus dem schnellen K_{IC} -Test vergleichbar werden.

Die K_R -Kurve wurde andererseits auch durch Verknüpfen der relativen P_{max} -Werte aus den einzelnen Belastungszyklen mit den zugehörigen optisch gemessenen Rißlängen (das heißt Werten aus der originalen Last-Verschiebungskurve) nach der üblichen K_{IC} -Formel (Korrekturfunktion von Srawley /17/) dargestellt. Diese K_R -Kurve stimmt mit der nach der Irwin-Gleichung aus $\bar{G}$ dargestellten gut überein (vergleiche Bilder 8e und 9). Die für $\Delta a \rightarrow 0$ extrapolierten K_{IC} -Werte stimmen mit den aus den $\bar{G}_C$ -Werten extrapolierten annähernd überein (vergleiche die viertletzte und die vorletzte Spalte in Tab. 2). Das Ansteigen der K_R -Kurven in den Bildern 8e und 9 wird, wie schon diskutiert, durch Effekte

hinter der Rißfront bewirkt - diese Kurven können mit K_R -Kurven verglichen werden, die aus einem Satz von Proben mit natürlichen Anrissen abgestufter Tiefe und nachfolgend durchgeführtem schnellem K_{IC} -Test gewonnen werden /18/. Das Ergebnis in /18/ ist das gleiche: der extrapolierte K_{IC} -Wert und die Aussage über Vorgänge hinter der Rißfront. Der Vorteil der hier diskutierten Methode liegt darin, daß nur eine einzige Probe zu dieser Aussage benötigt wurde.

Zum Vergleich wurde noch K_{max} aus dem Maximum der P_{max} -Werte und a_0 berechnet (drittletzte Spalte in Tab. 2). Wie zu erwarten, liegen die K_{max} , da nicht durch Extrapolation gewonnen, zu hoch, Tabelle 2. Nur der Wert bei Raumtemperatur bildet eine Ausnahme: offensichtlich geriet das "langsame" Rißwachstum zunächst außer Kontrolle, um sich dann wieder zu stabilisieren (siehe den ersten Steilabfall nach dem Lastmaximum in Bild 10). Im Fall vollständiger Kontrolle wäre die Last vor Einsetzen des kontrollierten Rißwachstums noch weiter angestiegen, damit wäre auch K_{max} auf entsprechend höherem Niveau.

Schließlich sind in der letzten Spalte in Tab. 2 K_{IC} -Werte aus dem schnellen Test eingetragen: diese Werte liegen, da sie Inertwerte darstellen, geringfügig höher als die aus dem langsamen kontrollierten Versuch extrapolierten Werte (vergleiche die viertletzte mit der letzten Spalte in Tab. 2). Die aus den R-Kurven extrapolierten K_{IC} -Werte sind daher als konservatives Ergebnis einzustufen.

7. Zusammenfassung

Die ursprüngliche Aufgabe war, in einem Y-dotierten Si_3N_4 über die Beeinflussung der Korngrenzphase durch geeignete Auslagerung bei hoher Temperatur die Festigkeit zu verändern bzw. zu verbessern. Aufgrund der hohen Kosten für die Probenherstellung und -Präparation wurde nach einer Methode gesucht, die gestattet, mit Hilfe weniger Proben die Festigkeit des Materials zu erfassen.

Zur Charakterisierung der Festigkeit wurden Ermüdungsexperimente bei 1200°C in verschiebungskontrollierter Form mit totaler Zwischenentlastung und gleichzeitiger direkter, optischer Rißfortschrittsmessung durchgeführt. Eine Methode der Auswertung der zyklischen Last-Verschiebungskurven wurde vorgeschlagen, die gestattet, Aussagen über das nichtlineare, visco-elastische Verhalten bis hin zum linear-elastischen Verhalten des Materials unter Last zu machen. Es können mit dieser Methode Vorgänge vor und hinter der Rißfront erfaßt und durch ihre Energiebeiträge charakterisiert werden. Bei den durchgeführten Experimenten konnten Verhakung und Rißverzweigung, bewirkt durch die bei 1200°C viskose Korngrenzphase als Energie-verzehrende Vorgänge hinter der Rißfront erkannt werden. Es wurde demonstriert, wie aus den Ermüdungsexperimenten K_R -Kurven rückgerechnet werden, aus denen schließlich die Bruchzähigkeit K_{IC} durch Extrapolation gewonnen wird. Es konnte gezeigt werden, daß die hier aus einer einzigen Probe gewonnenen K_R -Kurven die

gleichen Aussagen liefern, wie K_R -Kurven, die aus einer größeren Anzahl von Proben gewonnen werden.

Die Autoren danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft für die Unterstützung dieser Arbeit im Vorhaben Kr 970/2.

Literatur:

- /1/ Bowen, L.J., R.J. Weston, T.G. Carruthers, R.J. Brook:
Hot pressing and the α - β phase transformation in silicon nitride; J. Mater. Sci. 13 (1978) 341-350.
- /2/ Knoch, H., G.E. Gazza:
On the α to β phase transformation and grain growth during hot-pressing of Si_3N_4 containing MgO; Ceramurgia Int. 6 (1980) 51-56.
- /3/ Ziegler, G.:
Microstructural effects on properties and new processing techniques of silicon nitride, Part I: Microstructural effects on mechanical, thermal and thermo-mechanical properties of silicon nitride; Z. Werkstofftech. 14 (1983) 147-156.
- /4/ Gazza, G.E.:
Effect of Yttria additions on hot-pressed Si_3N_4 ; Ceram. Bull. 54/9 (1975) 778-781.
- /5/ Mohrmann, R., H. Riedel:
Dieser Band.
- /6/ Sakai, M., K. Urashima, M. Inagaki:
Energy principle of elastic-plastic fracture and its application to the fracture mechanics of a polycrystalline graphite; J. Am. Ceram. Soc. 66/12 (1983) 868-874.
- /7/ Sakai, M., R.C. Bradt:
Graphical methods for determining the nonlinear fracture parameters of silica and graphite refractory composites; Fourth International Symposium on the Fracture Mechanics of Ceramics; Virginia Polytechnic Institute and State University, June 1985.
- /8/ Eftis, J., H. Liebewitz:
On fracture toughness evaluation for semi-brittle fracture; Engng. Fracture Mech. 7 (1975) 101-135.
- /9/ Buresch, O., M. Müller, K. Kromp, F.E. Buresch:
Crack resistance of a glass ceramic and direct exposure of the microcrack zone at the crack front; Conference proc. of the 7th European Conference on Fracture, Budapest, Sept. 1988; EMAS-publ.
- /10/ Kromp, K., T. Haug, R.F. Pabst, V. Gerold:
 C^* for ceramic materials? Creep crack growth at extremely low loading rates at high temperatures using two-phase ceramic materials; Proc. of the Third Int. Conf. on Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures, Swansea 1987, ed. by B. Wilshire and R.H. Evans. The Institute of Metals, London 1987, pp. 1021-1032.

- /11/ Marshall, D.B., B.N. Cox, A.G. Evans:
The mechanics of matrix cracking in brittle matrix
fiber composites; Acta Met. 33/11 (1985) 2013-2021.
- /12/ Gomina, M.:
Habilitationsschrift, Université de Caen, Nov. 1987.
- /13/ Bornhauser, A., K. Kromp, R.F. Pabst:
R-curve evaluation with ceramic materials at elevated
temperatures by an energy approach using direct
observation and compliance calculation of the crack
length; J. Mater. Sci. 20 (1985) 2586-2596.
- /14/ Kromp, K., R.F. Pabst:
Application of the J-concept to alumina at high
temperatures; J. Am. Ceram. Soc. 66 (1983) 106-110.
- /15/ Wanner, A., K. Kromp.
Dieser Band.
- /16/ Rief, C., K. Kromp:
Max-Planck-Institut Stuttgart 1987, noch unveröffent-
licht.
- /17/ Srawley, J.E.:
Wide range stress intensity factor expression for ASTM
E399 standard fracture toughness specimens; Int. J. of
Fracture 12 (1976) 475-476.
- /18/ Wieninger, H., K. Kromp, R.F. Pabst:
Crack resistance curves of alumina at high
temperatures; J. Mater. Sci. 22 (1987) 1352-1358.

Tabelle 1: Daten des zur Herstellung des HPSN verwendeten Pulvers

Zusammensetzung des Ausgangspulvers:								
Element	N ₂	O ₂	C	Ca	Al	Fe	Mg	Si
Gew. %	37,9	1,9	0,3	0,25	0,22	0,2	0,08	Rest
Korngröße des Ausgangspulvers:								
97% < 10,6 µm,			50% < 1,6 µm,			6% < 0,6 µm		
spezifische Oberfläche: 6,1 m ² g ⁻¹								
Modifikation: 96% α-Si ₃ N ₄ , 4% β-Si ₃ N ₄								
Sinterhilfen: 8 Gew. % Y ₂ O ₃ , 2 Gew. % Al ₂ O ₃								

Tabelle 2: E-Moduli und kritische K-Werte

Auslagerung	Versuchs- temperatur (°C)	Pro- ben- zahl	E (GPa)	E' (GPa)	K _{IC} (extrapoliert aus Gc) (MPa·m)	K _{max} (aus P _{max} und a ₀) (MPa·m)	K _{IC} (aus relat. P _{max} und a _a) (MPa·m)	K _{IC} (schneller K _{IC} -Test) (MPa·m)
Ausgangs- zustand	20	6	309	343	-	6,37±0,38	-	8,39±0,01
Ausgangs- zustand	1200	9	273	305	5,02±0,28	6,43±0,16	4,76±0,14	5,85±0,08
1400°C, 10 h	1200	6	273	306	5,59±0,10	5,70±0,22	4,93±0,19	5,66±0,11
1300°C, 40 h	1200	4			5,39±0,14	5,69±0,46	4,76±0,13	5,65±0,06

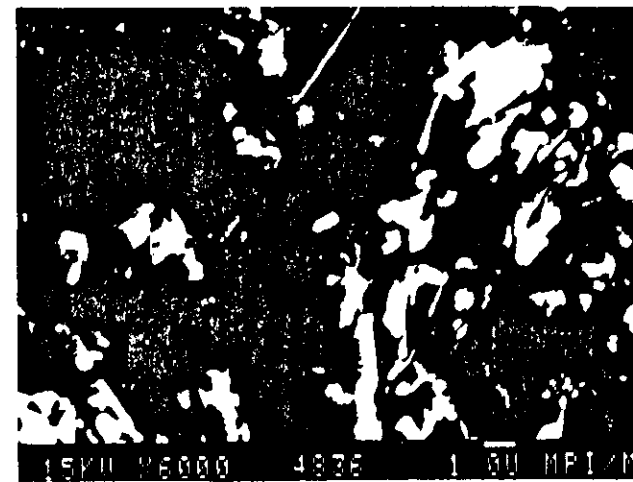


Bild 1: Bruchfläche: Bereich des kontrollierten, langsamen Rißfortschritts; Ausgangszustand, 1200°C.

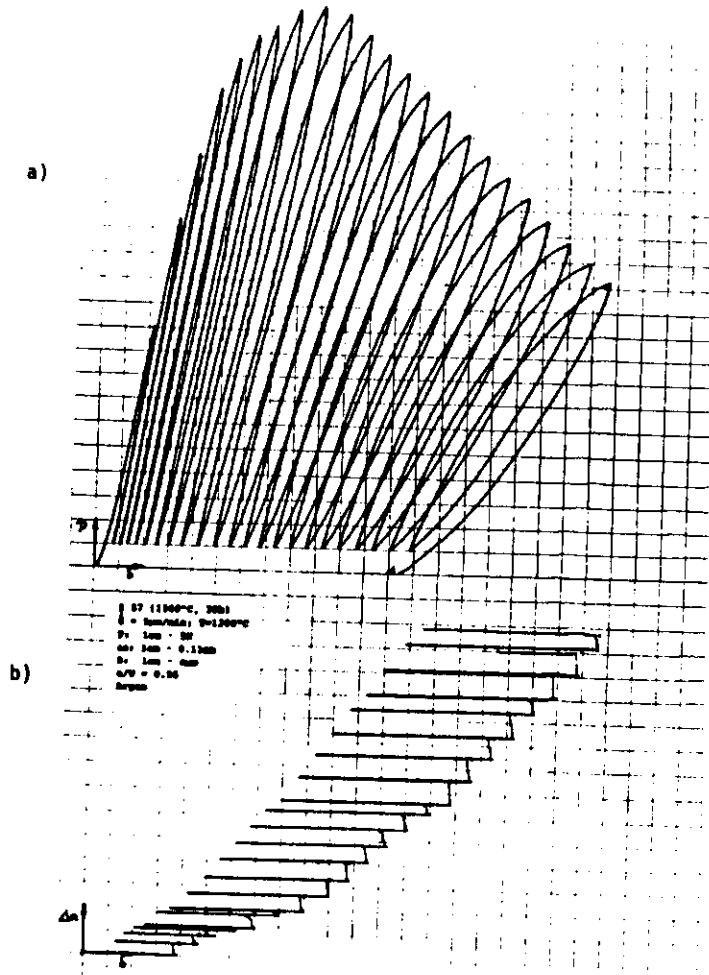


Bild 2: Originalschrieb über der Verschiebung bei 1200°C, Ausgangszustand:
 a) Belastung mit Zwischenentlastungen
 b) optisch direkt gemessener Rißfortschritt.

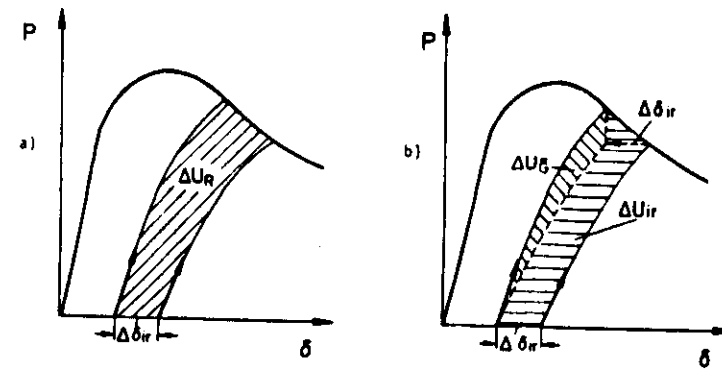


Bild 3: Last-Verschiebungskurve mit irreversiblen Anteil an Verschiebung δ :
 a) gesamte Energie (ΔU_R) zur Rißausbreitung Δa
 b) nichtlinear-elastischer (ΔU_G) und irreversibler Anteil (ΔU_{ir}) der Energie zur Rißausbreitung Δa .

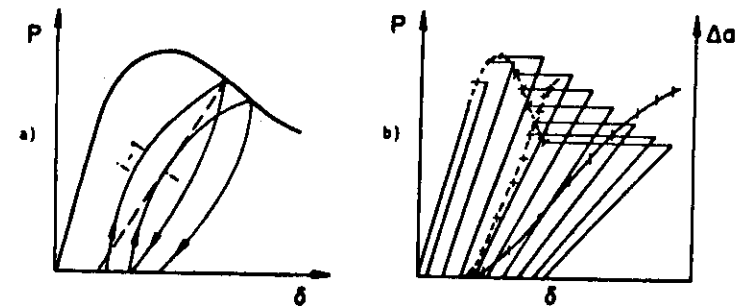


Bild 4: Separation des irreversiblen Anteiles an Verschiebung δ in einer Last-Verschiebungskurve:
 a) Linearisierung der Belastungszyklen durch Anlegen einer Tangente
 b) Belastung P und Rißfortschritt Δa nach Abtrennen des irreversiblen Anteiles an Verschiebung δ .

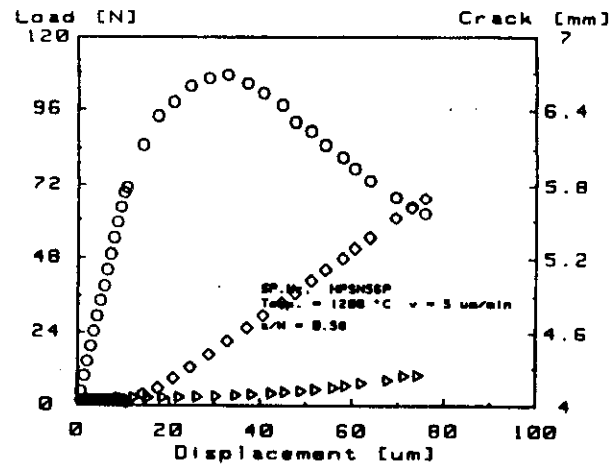


Bild 8a: Last-Verschiebungskurve aus den P_{max} -Werten der Zwischenentlastungen (Kreise) mit optisch gemessenem Rißfortschritt (Rauten) und aus der Änderung der Nachgiebigkeit berechnetem Rißfortschritt (Dreiecke); Auslagerung: 1400°C, 10 h.

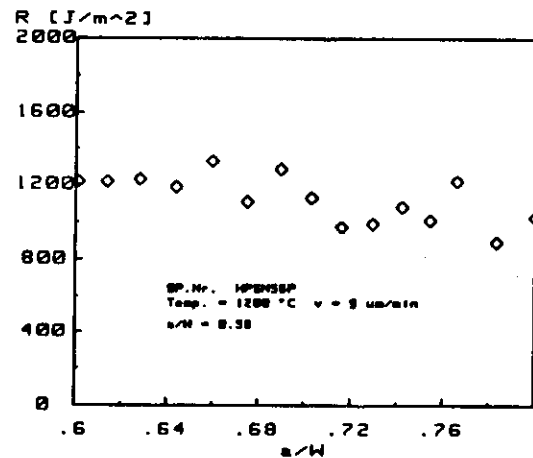


Bild 8b: Rißwiderstand über der relativen Rißtiefe für den Fall mit irreversiblen Anteil an Rißausbreitung; Auslagerung: 1400°C, 10 h.

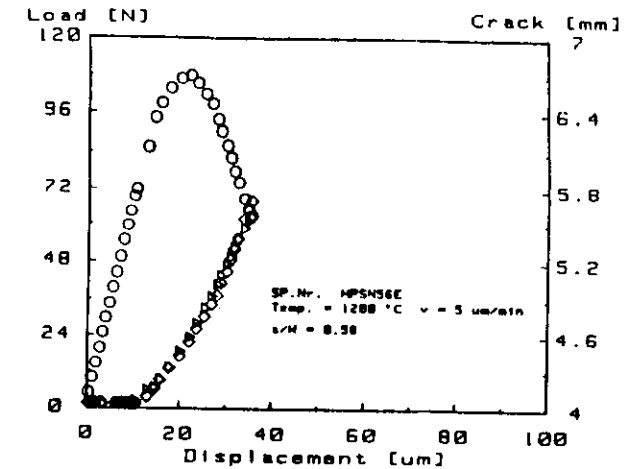


Bild 8c: Last-Verschiebungskurve (Kreise) mit optisch gemessenem Rißfortschritt (Rauten) und aus der Änderung der Nachgiebigkeit errechnetem Rißfortschritt (Dreiecke) nach Separation des irreversiblen Anteils; Auslagerung: 1400°C, 10 h.

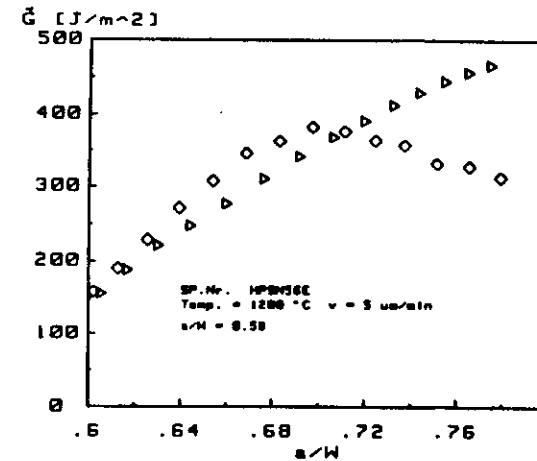


Bild 8d: Nichtlinear-elastische Energiefreisetzungsrate über der relativen Rißtiefe, berechnet aus dem optisch gemessenen Rißfortschritt (Rauten) und berechnet aus der Änderung der Nachgiebigkeit (Dreiecke); Auslagerung: 1400°C, 10 h.

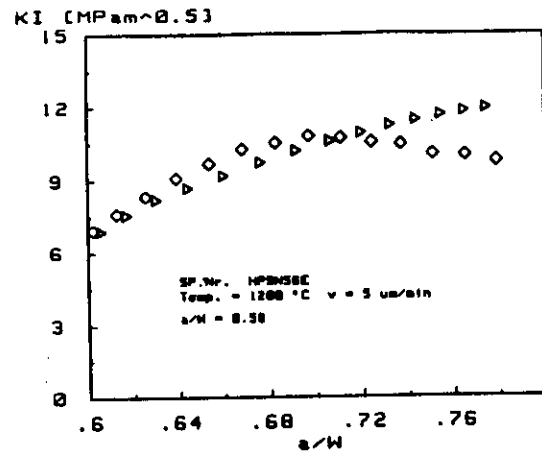


Bild 8e: Aus der nichtlinear-elastischen Energiefreisetzungsrates errechnete K_I -Werte über der relativen Rißtiefe für den optisch gemessenen Rißfortschritt (Rauten) und den aus der Änderung der Nachgiebigkeit berechneten Rißfortschritt (Dreiecke); Auslagerung: 1400°C, 10 h.

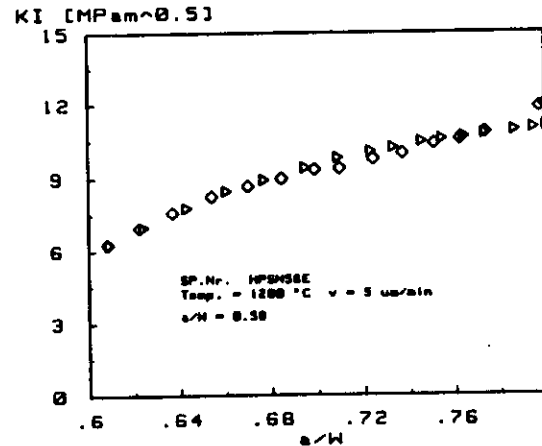


Bild 9: Aus den relativen P_{max} -Werten und der zugehörigen optisch gemessenen Rißtiefe (Rauten) bzw. der errechneten Rißtiefe (Dreiecke) berechnete K_I -Werte über der relativen Rißtiefe; Auslagerung: 1400°C, 10 h.

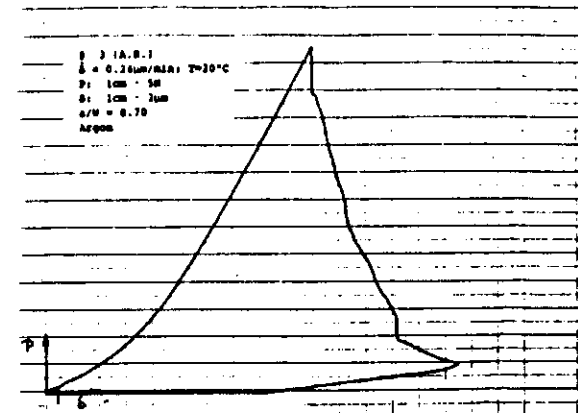


Bild 10: Originalschrieb der kontinuierlichen Last-Ver-schiebungskurve; $\delta = 0,24 \mu\text{m/min}$; Ausgangszu-stand, 20°C.

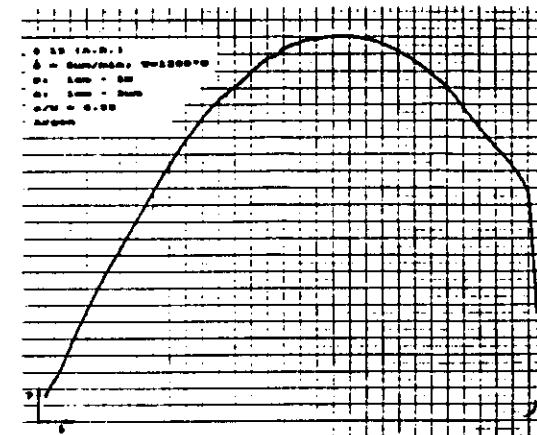


Bild 11: Originalschrieb der kontinuierlichen Last-Ver-schiebungskurve; $\delta = 5 \mu\text{m/min}$; Ausgangszustand, 1200°C,

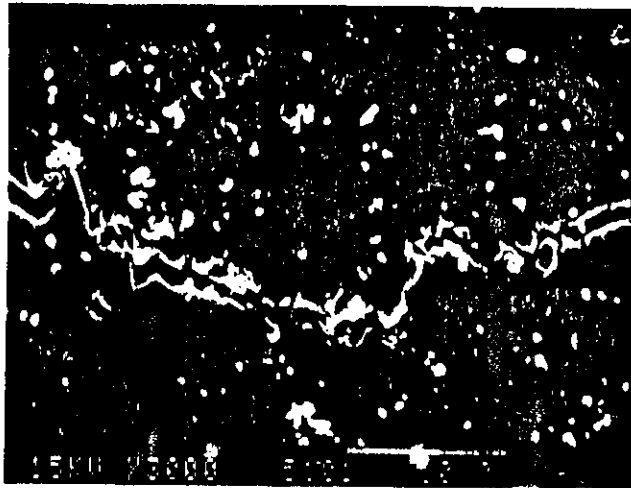


Bild 12: "Verzahnung" direkt hinter der Rißfront; 1200°C; nach Auslagerung bei 1400°C, 10 h.

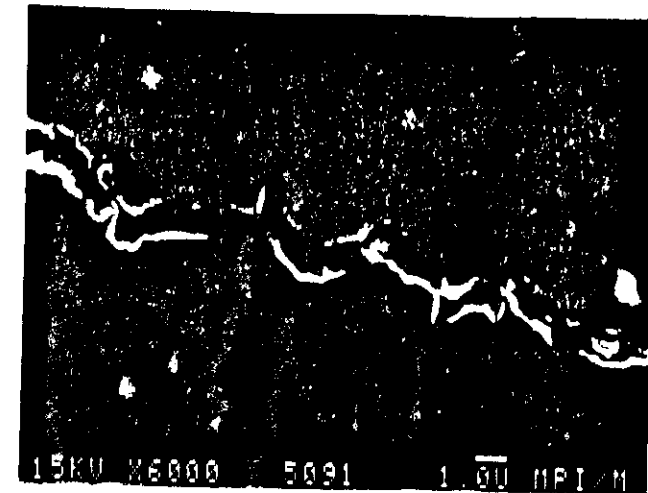


Bild 14: Detailbereich aus der Mitte des Rißverlaufes; Raumtemperatur; as received.



Bild 13: Detailbereich aus der Mitte des Rißverlaufes; 1200°C; nach Auslagerung bei 1400°C, 10 h.

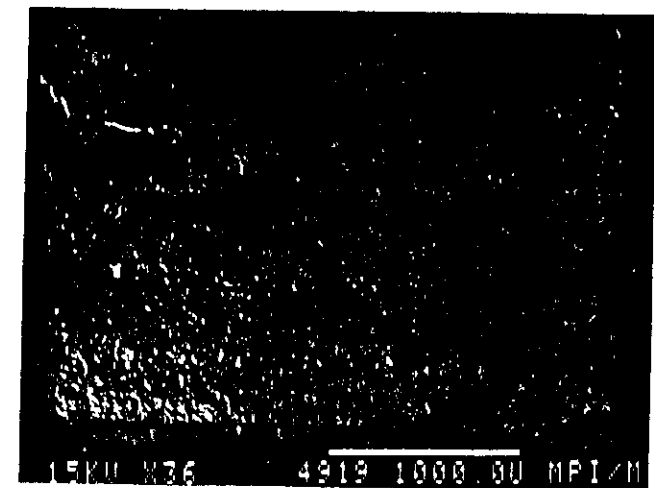
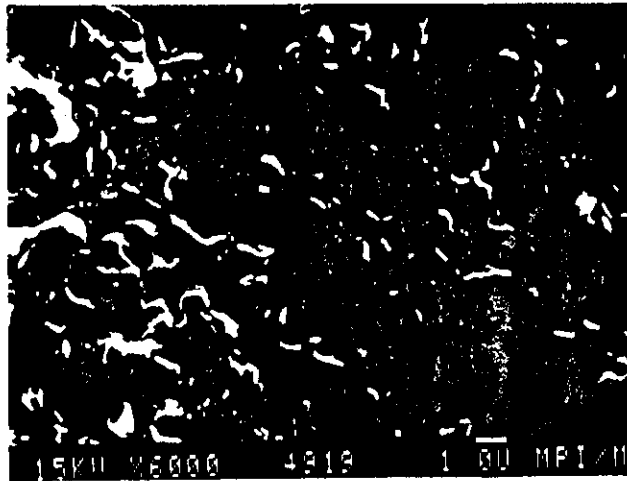


Bild 15: Bruchflächen; Ausgangszustand, 1200°C; $\delta=5\mu\text{m}/\text{min}$:
a) Übersicht, von unten nach oben:
Kerbgrund - kontrollierter, langsamer Rißfortschritt - schneller Rißfortschritt.

c)



b)

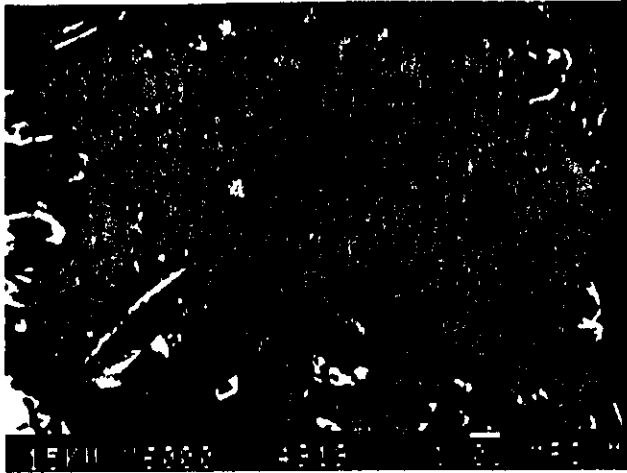
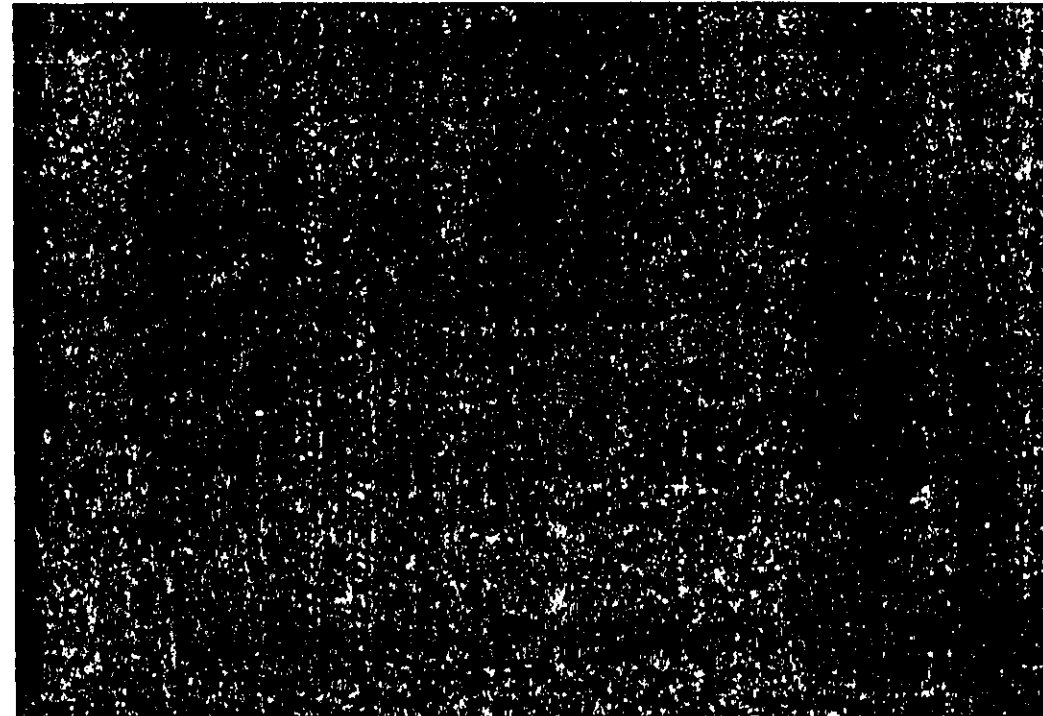


Bild 15: Bruchflächen; Ausgangszustand, 1200°C; $\delta=5\mu\text{m}/\text{min}$;
b) Bereich des kontrollierten, langsamen Rißfortschrittes
c) Bereich des schnellen Rißfortschrittes.



C* FOR CERAMIC MATERIALS? CREEP CRACK GROWTH AT EXTREMELY LOW LOADING RATES AT HIGH TEMPERATURES USING TWO-PHASE CERAMIC MATERIALS

K. Kromp, T. Haug, R.F. Pabst and V. Gerold

Max-Planck-Institut für Metallforschung, Institut für Werkstoffwissenschaften und Institut für Metallkunde, Universität Stuttgart, Seestrade 92, D-7000 Stuttgart 1, FRG

ABSTRACT

Two ceramic materials, a siliconized silicon carbide and an alumina containing glassy phase were loaded at high temperatures (1200°C and 1000°C respectively) at very low loading rates, where creep crack growth was supposed to occur.

At the lowest loading rates, cavity nucleation and growth was observed. By the multiple specimen method of Landes and Begley, relations a/C were found and a creep exponent of $n = 2$ could be evaluated.

1. INTRODUCTION AND PROBLEMATIC

1.1 Fracture mechanics and crack extension parameters

Under high performance conditions at high temperatures, the question of life time prediction becomes especially important for ceramic materials. Essential for such a prediction is the knowledge of the crack extension parameters and of the laws of crack extension under the specific loading conditions.

The question is, are the formalisms developed for metals and alloys applicable to ceramic materials at low loading rates? The present situation for metals may be shown by the following scheme:

linear-elastic:

stress-intensity concept

K-concept

→ crack extension parameter K

$\dot{a} \sim K^n$, n : subcrit. crack ext. exp.

nonlinear (elastic→plastic):

energy-concept

J-concept

→ crack extension parameter J

$\dot{a} \sim J^{n/2}$

nonlinear (plastic):

power-concept

C^* -concept

→ crack extension parameter C^*

$\dot{a} \sim (C^*)^{n/(n+1)}$, n : creep exponent

"short time solution"

limiting cases

"long time solution"

It should be remarked that time independence is valid only for high loading rates (K-concept) and again for very low loading rates, when time independence is reached again by a stationary state (C^* -concept). So the K and C^* -concepts represent opposite limiting cases /1/.

The question considered in the present investigation will be how two-phase ceramic materials will behave when loaded at lowest loading rates at high temperatures.

1.2 Crack extension parameters for two-phase ceramics at high temperatures

The application of the K-concept to two-phase ceramics at high temperatures produced strange results at low loading rates as demonstrated in Figs. 1 and 2. An extreme dependence of K_{IC} -values on loading rate was found for a silicon infiltrated silicon carbide material /2/, and for an alumina containing glassy phase /3,4/. The same materials will be investigated in the present study.

The problem could be partly solved for these loading rates by using an energy approach equivalent to the J-integral /3,5/. The "R"-values gained by this energy concept (equivalent to J-values) could be transformed back to equivalent K-values by the Irwin-relation $|J| = K^2/E'$. It was shown that the anomalously high K_{IC} -values, calculated using the K-concept, and the strongly nonlinear load displacement behaviour were caused by effects behind the crack front. Behind the crack front, the second phase causes tractions as demonstrated in Figs. 3,4 for the materials used in this investigation. The figures show a view into the open crack directly behind the crack front.

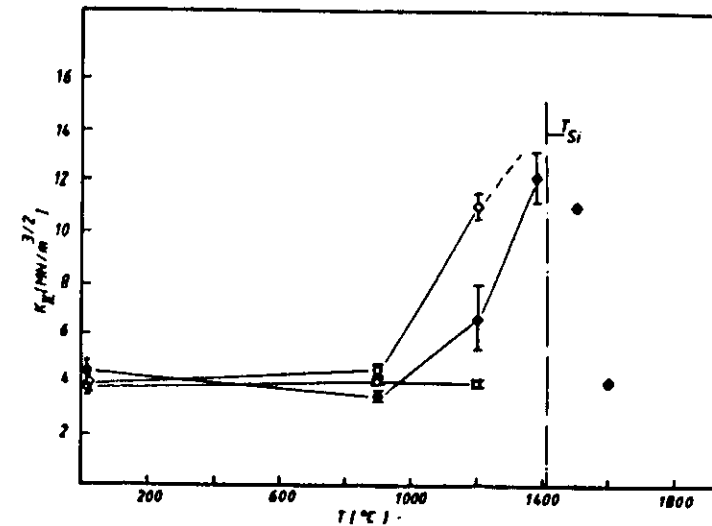
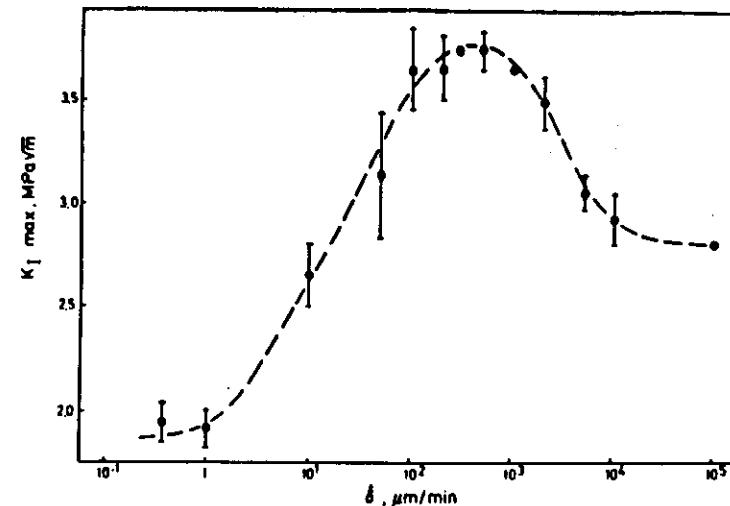


Fig. 1: K_{IC} -dependence on temperature and different cross head speeds /2/ for silicon infiltrated SiC (SiSiC-RE):

- ◆ vacuum 0.024 mm/min
- ◇ air 0.024 mm/min
- air 1260 mm/min



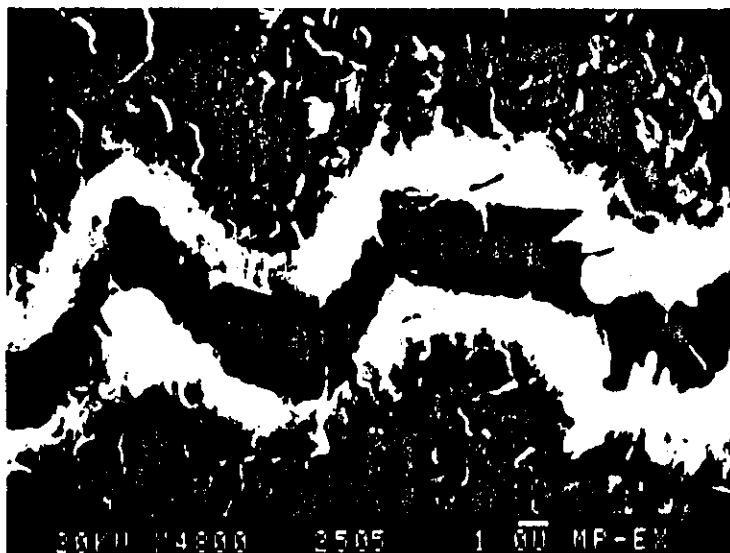


Fig. 3: SiSiC-RE, view into the open crack behind the crack front at 1200°C, displacement rate 0.08 $\mu\text{m}/\text{min}$

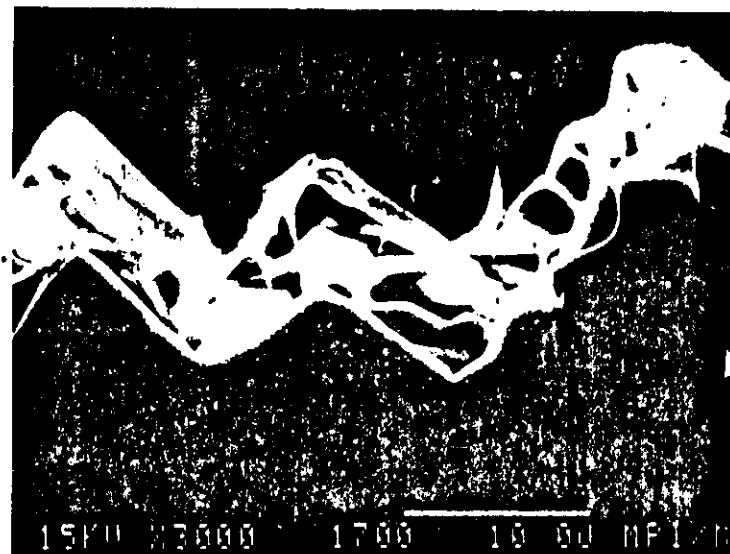


Fig. 4: $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-S}$, view into the open crack behind the crack front at 1000°C, displacement rate 1.74 $\mu\text{m}/\text{min}$

When even lower loading rates were applied, the proposed energy concept deviated strongly from the J-concept and neither K nor J seemed to be the right crack extension parameter anymore. It was supposed that time dependence arose and processes similar to creep in metals were taking place in ceramics and C^* was then supposed to be a valid crack extension parameter [6].

2. MATERIALS

For the loading investigation at lowest loading rates the two ceramic materials containing second phases mentioned above were chosen. The first was a high performance siliconized silicon carbide (material SiSiC-RE, Table 1) containing 15 vol.% free silicon, the second an alumina, containing 3 wt.% glassy phase (material $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-S}$, Table 1).

Table 1

Materials				
material	composition	grain size	density	Young's mod., 20°C
SiSiC-RE	15,4 $\pm$ 0.5 vol.% Si	2,7 μm	3.1 $\times 10^3$ kg/m ³	418 GPa
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-S}$	$\sim$ 3 wt.% glassy phase	10 μm	3.8 $\times 10^3$ kg/m ³	342 GPa

Both materials could be expected to behave as two-phase materials at high temperatures.

3. EXPERIMENTAL CONDITIONS

The loading experiments were performed at 1200°C for material SiSiC-RE, a temperature well below the nominal melting point of the Si phase at 1406°C. The $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-S}$ material was loaded at 1000°C, a temperature above the glass transition temperature of $\sim$ 800 - 900°C.

The loading was performed in completely displacement controlled manner in a three point bending device. The displacement could be measured and controlled by a SiC rod in contact with the lower face of the specimen. Inside a vacuum vessel, the three point bending device was mounted onto a hydropulsing system, which guaranteed short reaction times in the case of a sudden crack extension during loading.

The high temperatures were achieved by indirect heating via a carbon susceptor in Argon atmosphere for SiSiC-RE material and a MoS_2 -susceptor for $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-S}$ material. The temperature was controlled by a thermocouple, located at the speci-

Essential for these experiments is the high stiffness of the loading system, which guarantees controlled subcritical crack extension. The compliance of the device could be maintained at $C_M = 0.02 \pm 0.003 \mu\text{m/N}$.

The specimen dimensions were $35 \times 7 \times 3.5 \text{ mm}^3$, the span 30 mm. A saw cut $60 - 80 \mu\text{m}$ wide to a depth of $a/W \geq 0.5$ (a = notch depth, W = specimen height) was used as a crack starter. The crack could be watched through a hole in the susceptor and a window in the vacuum vessel by means of a travelling microscope with high working distance. The crack extension was monitored on a video screen by a video system or photographed /5/.

Simultaneously, the crack extension a and the load P were measured and plotted over the displacement δ at different constant displacement rates $\dot{\delta}$. In this manner the relationships $P(\delta)$ and $a(\delta)$ were obtained at different constant displacement rates $\dot{\delta} = \text{const.}$

4. DISPLACEMENT CONTROLLED EXPERIMENTS

Under the experimental conditions described in the preceding section, displacement controlled experiments were performed at different displacement rates down to very low rates in the range of supposed creep crack extension. In this range for the SiSiC-RE material two types of load displacement curves were seen: those with a broad maximum (example in Fig. 5) and those with a nearly horizontal range up to $\delta > 100 \mu\text{m}$ and then a gradual decrease. For the $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-S}$ material only the type with a broad maximum was found.

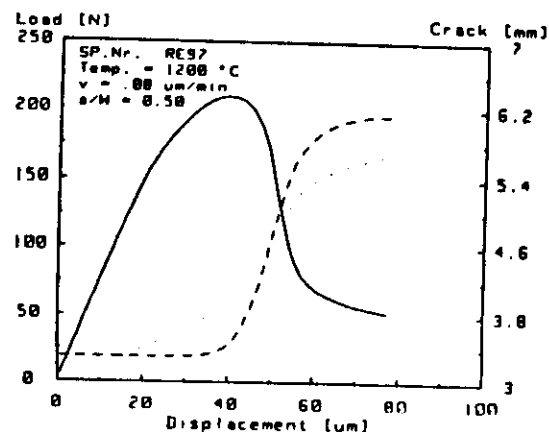


Fig. 5: SiSiC-RE, load displacement curve at 1200°C.

The different load displacement behaviours in the SiSiC-RE material came from inhomogeneities in the distribution of the silicon phase at the crack front. For the C^* evaluation both types showed equivalent results (section 6.).

5. STRUCTURAL INVESTIGATIONS

The crack extension was visualized and measured in situ with the travelling microscope. For that purpose the surfaces had been previously polished. Additionally, especially at the lowest loading rates, the specimens were ground perpendicular to the crack surface at the crack sides and in front of the crack and investigated by SEM. TEM-investigations were included with material SiSiC-RE.

In Figs. 6a,b one can see cavities (Fig. 6a) and grain boundary cracks (Fig. 6b) in $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-S}$ at the lowest applied displacement rate ($\dot{\delta} = 0.3 \mu\text{m/min}$) that corresponds to a crack extension rate $\dot{a} = 3.6 \times 10^{-2} \text{ m/h}$. Both figures are taken from a section perpendicular to the fracture surface at the side of the crack.

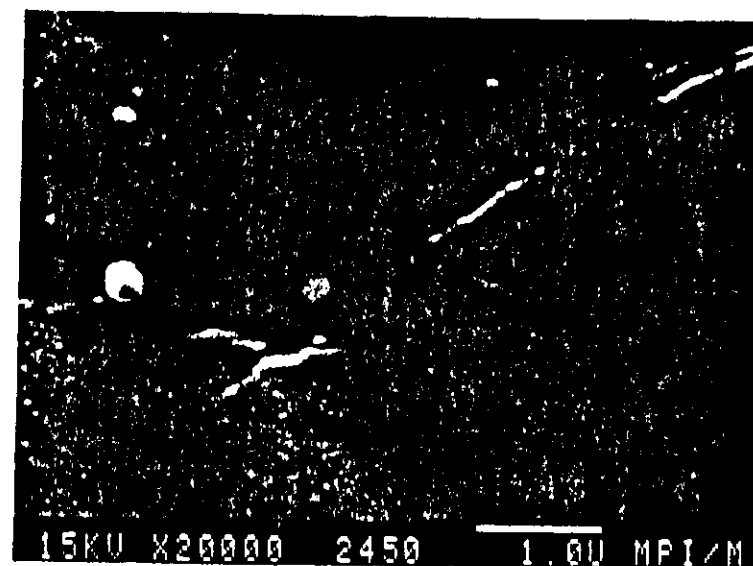


Fig. 6a: Cavities joined by a microcrack, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-S}$, 1000°C (SEM)

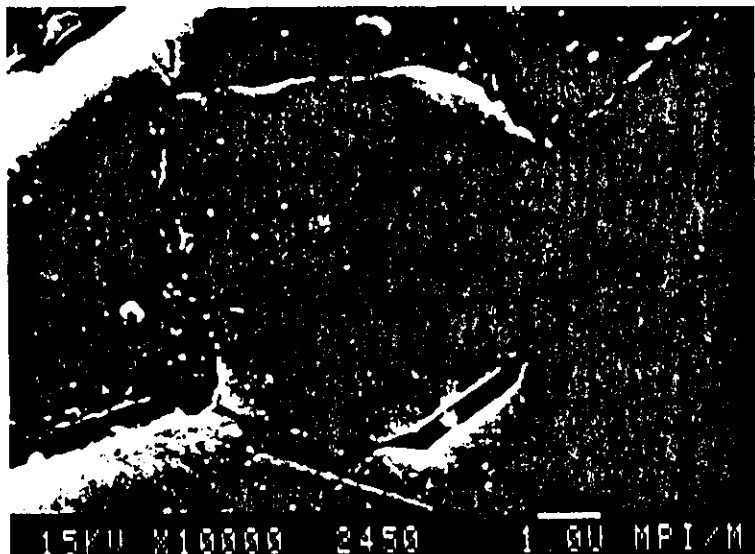


Fig. 6b: Grain boundary cracks, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-S}$, 1000°C (SEM)

In Fig. 7 cavity nucleation is shown by an electron microscopic investigation of SiSiC-RE at a distance of 1.5 mm from the crack surface, perpendicular to the surface [7].



Fig. 7: Cavity nucleation, SiSiC-RE, 1200°C (TEM)

In Fig. 8 cavities joined to a crack, photographed at the specimen surface. Both the Figs. 7,8 are taken from specimens loaded at the lowest displacement rate ($\dot{\delta} = 0.017 \mu\text{m}/\text{min}$), corresponding to a crack extension rate $\dot{a} = 8 \times 10^{-5} \text{ m/h}$.

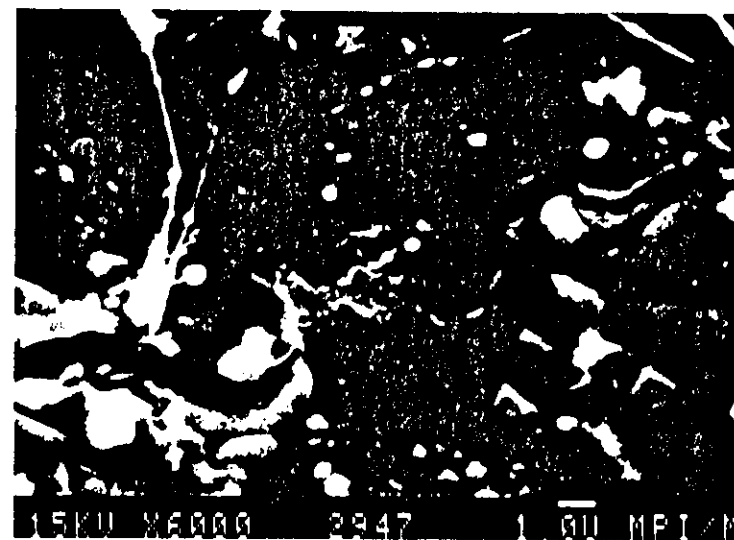


Fig. 8: Cavities linked to form a crack, SiSiC-RE, 1200°C (SEM)

6. C^* -EVALUATION

For both materials, sets of loading experiments at different displacement rates, down to very low rates were performed. Then the data reduction procedure proposed by Landes and Begley was applied [8]. The procedure is depicted in Figs. 9, 10a,b,c,d respectively. From Figs. 9c and 10c the different displacement rates can be seen.

In the $\dot{a}(\dot{\delta})$ relations (Figs. 9b, 10b) the crack velocity values $\dot{a}$ were taken from the $\dot{a}_{\text{max}}$ values in the linear part of the $\dot{a}(\dot{\delta})$ curves (example in Fig. 5).

For both materials a relationship $\dot{a}(C^*)$ was found (Figs. 9d, 10d). If cavity growth obeys a power law, for alloys $\dot{a} \sim (C^*)^n/n+1$ with n = creep exponent [9]. In the limit of the lowest applied crack extension rate, $\dot{a}(C^*)$ results for both materials in a slope of approximately 2/3 and thus in a creep exponent $n = 2$ (Figs. 9d, 10d).

For the SiSiC-RE material in creep experiments transient creep was found with a creep exponent n between 1 and 5 [10]. Stationary creep, as would be presumed for a relationship $\dot{a} \sim (C^*)^n/n+1$ could not be found. With the $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-S}$ material no

