



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 - TELEPHONES: 224281/2/3/4/5/6  
CABLE: CENTRATOM - TELEX 460392 - I

**SMR/388 - 20**

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

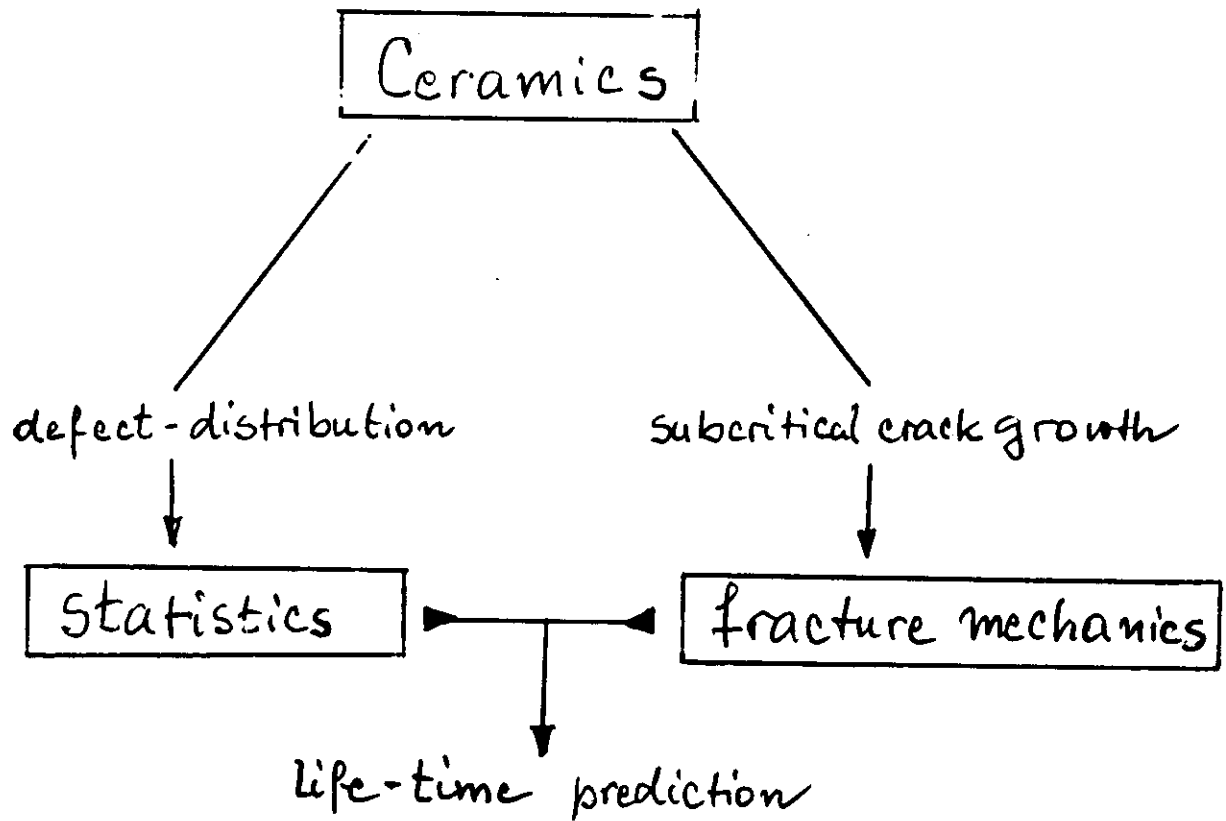
---

**PLASTICITY AND FRACTURE OF CERAMIC MATERIALS  
(Lectures IX- X)**

**K. KROMP**  
Max-Planck-Institut Fur Metallforschung  
Institut Fur Werkstoffwissenschaften  
Seestrasse 92  
Stuttgart 7000  
Federal Republic of Germany

---

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



"statistics - mechanics synthesis"  
("S-M synthesis")

$$K_I = \sigma \cdot Y \cdot a^{1/2}$$

$$K_{Ic} = S \cdot Y \cdot a^{1/2}$$

$$\dot{a} = A \cdot K_I^n$$

Combination

$$\dot{S} = -\frac{1}{B(n-2)} \sigma^n S^{3-n}$$

$$B := \frac{2}{A Y^2 (n-2) K_{Ic}^{n-2}}$$

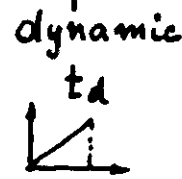
$\int$

$$S(t) = \sqrt[n-2]{S(0)^{n-2} - \frac{1}{B} \int_0^t \sigma^n(t) dt}$$

Lifetimes:



cyclostatic



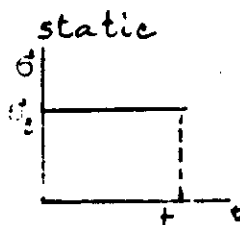
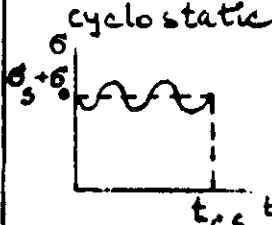
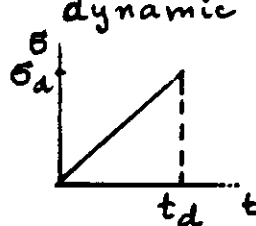
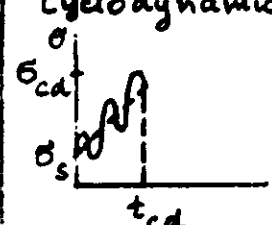
cyclodynamic



SPT  
(STP)

With:

$S(0)$ : Strength at time  $t=0$  ("inert strength");  $S(t)$ : strength at time  $t$ ;  
 SPT: strength-probability-time diagram  
 $K_{Ic}$ : "inert  $K_{Ic}$ "

| loading                                                                                                |                                                                   | life time                                          |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------|
| <p>static</p>         | $\sigma(t) = \sigma_s$                                            | $t_s = B C(0)^{n-2} \sigma_s^{-(n-1)}$             |
| <p>cyclostatic</p>    | $\sigma(t) = \sigma_s + \sigma_0 \sin(\omega t)$                  | $t_{cs} = \bar{q}^{-1} t_s$                        |
| <p>dynamic</p>        | $\dot{\sigma}(t) = \dot{\sigma}$                                  | $t_d = (n+1) t_s$<br>with<br>$\sigma_s = \sigma_d$ |
| <p>cyclodynamic</p>  | $\sigma(t) = \sigma_s + \dot{\sigma} t + \sigma_0 \sin(\omega t)$ | $t_{cd} = \bar{q}_{cd}^{-1} t_d$                   |

(Laur, 1984)

$$q(n, \xi) = \sum_{l=0}^{n/2} \frac{n!}{(n-2l)!(l!)^2} \left(\frac{\xi}{2}\right)^{2l} \quad (\text{Evans, Fuller 1974})$$

$$q_{cd} = \left\{ \int_0^{t_{cd}} \sigma_{cd}^n(t) dt / \int_0^{t_d} \sigma_d^n(t) dt \right\}^{1/(n+1)}$$

(Bornhauser, Trudnik, Pabst 1984)

$$1.1 \quad K_I = \sigma Y a^{1/2}$$

$$1.2 \quad K_{Ic} = s Y a^{1/2}$$

$$1.3 \quad \dot{a} = A K_I^n$$

$$2. \quad \dot{a} = A \left[ \sigma Y a^{1/2} \right]^n$$

$$3. \quad (1.2) \quad s = \frac{K_{Ic}}{Y} a^{-1/2} \rightarrow \dot{s} = \frac{K_{Ic}}{Y} \frac{-1}{2} a^{-3/2} \dot{a}$$

$$(2) \quad \dot{s} = \frac{K_{Ic}}{Y} \frac{-1}{2} a^{-3/2} A \sigma^n Y^n a^{n/2}$$

$$\dot{s} = \frac{-1}{2} K_{Ic} Y^{n-1} A \sigma^n a^{(n-3)/2}$$

$$4. \quad (1.2) \quad a^{1/2} = K_{Ic} Y^{-1} s^{-1}$$

$$a^{(n-3)/2} = K_{Ic}^{n-3} Y^{3-n} s^{3-n}$$

$$5. \quad (3,4) \quad \dot{s} = \frac{-1}{2} K_{Ic} Y^{n-1} A \sigma^n, K_{Ic}^{n-3} Y^{3-n} s^{3-n}$$

$$\dot{s} = \frac{-1}{2} K_{Ic}^{n-3} Y^2 A \sigma^n s^{3-n}$$

$$6. \quad B = \frac{2}{A Y^2 (n-2) K_{Ic}^{n-2}} \rightarrow \frac{1}{2} K_{Ic}^{n-2} Y^2 A = \frac{1}{B(n-2)}$$

$$7. \quad \dot{s} = - \frac{1}{B(n-2)} \sigma^n s^{3-n}$$

8.

$$s^{n-3} \dot{s} = - \frac{1}{B(n-2)} \sigma^n \quad \Big| \quad \int_0^t$$

$$\int_0^t s^{n-3} \dot{s} dt = - \frac{1}{B(n-2)} \int_0^t \sigma^n dt$$

$$\frac{s^{n-2}}{n-2} \Big|_0^t = - \frac{1}{B(n-2)} \int_0^t \sigma^n dt$$

$$\frac{1}{n-2} \left( s^{n-2}(t) - s^{n-2}(0) \right) = - \frac{1}{B(n-2)} \int_0^t \sigma^n(t) dt$$

$$s^{n-2}(t) - s^{n-2}(0) = - \frac{1}{B} \int_0^t \sigma^n(t) dt$$

$$s(t) = \sqrt[n-2]{s^{n-2}(0) - \frac{1}{B} \int_0^t \sigma^n(t) dt}$$

static loading  $\sigma(t) = \sigma_s$

$$\int_0^t \sigma^n(t) dt = \int_0^t \sigma_s^n dt = \sigma_s^n t$$

$$t = t_s \rightarrow s(t_s) = 0$$

$$0 = s(0)^{n-2} - \frac{1}{B} \sigma_s^n t_s$$

$$\rightarrow \underline{t_s = B s(0)^{n-2} \sigma_s^{-n}}$$

dynamic loading,  $\sigma(t) = \dot{\sigma} t$

$$\int_0^t \sigma^n(t) dt = \int_0^t \dot{\sigma}^n t^n dt = \dot{\sigma}^n \frac{t^{n+1}}{n+1}$$

$$t = t_d \rightarrow s(t_d) = 0$$

$$0 = s(0)^{n-2} - \frac{1}{B} \dot{\sigma}^n \frac{t_d^{n+1}}{n+1}$$

$$s(0)^{n-2} = \frac{1}{B(n+1)} \dot{\sigma}^n t_d^{n+1}$$

$$t_d^{n+1} = B(n+1) s(0)^{n-2} \dot{\sigma}^{-n}$$

$$\rightarrow \underline{t_d = B(n+1) s(0)^{n-2} \dot{\sigma}^{-n}} \quad \bullet \quad \underline{A = (n+1) t_d}$$

for "mean-value" plotting to determine material parameters  $n, A$ :

$$s(0)^{n-2} = \frac{1}{B(n+1)} \dot{\sigma}^n t_d^{n+1} = \frac{1}{B(n+1)} \frac{A^{n+1}}{\dot{\sigma}^{n+1}}$$

$$s(0)^{n-2} = \frac{1}{B(n+1)} \frac{\dot{\sigma}^{n+1}}{\dot{\sigma}}$$

$$\underline{\dot{\sigma}^{n+1} = B(n+1) s(0)^{n-2} \dot{\sigma}}$$

Strength - probability - time (SPT) and  
Strength - time - probability (STP) diagrams

The static and the cyclostatic experiments are insufficient in respect to reliable results: because of the high exponent  $n$  in the equation basing the lifetime prediction,  $v = A K_I^n$ , there is only a narrow range of stresses  $\sigma_i$  where a result can be achieved at all - with dynamic loading every single experiment is "successful".

the procedure to predict lifetime for static loading thus is the following: from a strength distribution measured by dynamic loading a fictive distribution for static loading is calculated, by means of which the lifetime diagrams can be constructed;

presumptions:

- subcritical crack growth parameter  $n$ ;
- Weibull distribution for dynamic loading;
- $\sigma_s = \sigma_d$ , the specimens break at the same load level in static and in dynamic loading;

remark: the inert strength  $S(0)$  must not be known!

The statistical distribution for static loading is related to that for dynamic loading:

$$\sigma_s \rightarrow t_s \quad ; \quad \sigma_d \rightarrow t_d$$

$$(1) \quad t_s = \frac{1}{n+1} t_d \quad (\text{see page 82})$$

fictive distribution for static loading (subscript N):

$$(2) \quad \frac{t_s}{t_N} = \left( \frac{\sigma_N}{\sigma_d} \right)^n \quad t \sim \sigma^{-n} \text{ (see page 82)}$$

observe:  $\sigma_s = \sigma_d$

$$\sigma_N = \left( \frac{t_s}{t_N} \right)^{1/n} \cdot \sigma_d$$

$$(1) + (2) \rightarrow (3) \quad \sigma_N = \left( \frac{\sigma_d}{(n+1) \dot{\sigma} t_N} \right)^{1/n} \cdot \sigma_d \quad \text{with } \sigma_d = \dot{\sigma} t_d$$

( $t_s \rightarrow t_d = \sigma_d / \dot{\sigma}$ )

(4) the surviving probability-function (approximate two-parametric form):

$$P_s = \exp \left[ - \left( \frac{\sigma_d}{\sigma_0} \right)^m \right]$$

(5) for the scale factor  $\sigma_0$  the equation is analogous to that given in (3) for  $\sigma_d$ :

$$\sigma_{N0} = \left( \frac{\sigma_0}{(n+1) \dot{\sigma} t_N} \right)^{1/n} \cdot \sigma_0$$

division of (5) by (3)  $\rightarrow$

$$\frac{\sigma_N}{\sigma_{N0}} = \left( \frac{\sigma_d}{\sigma_0} \right)^{\frac{n+1}{n}} \rightarrow \frac{\sigma_d}{\sigma_0} = \left( \frac{\sigma_N}{\sigma_{N0}} \right)^{\frac{n}{n+1}}$$

inserting in (4) results in the surviving probability for static loading with the presumed lifetime  $t_N$ :

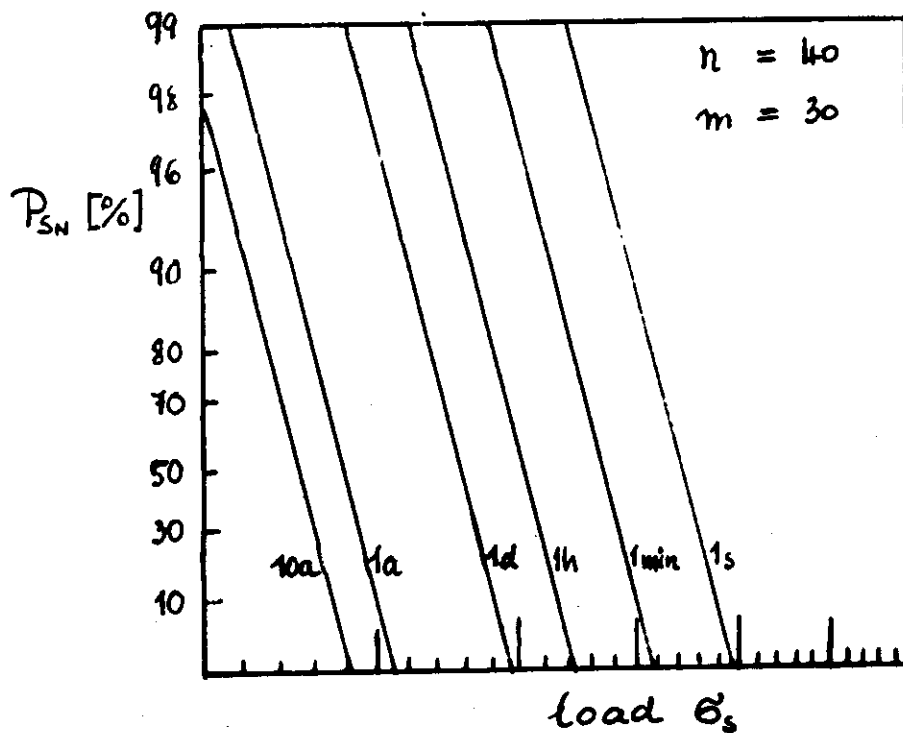
$$(7) \quad P_{sN} = \exp \left[ - \left( \frac{\sigma_N}{\sigma_{N0}} \right)^{m_N} \right] \quad \text{with } m_N = m \cdot \frac{n}{n+1}$$

$\rightarrow$  the Weibull parameter  $m_N$  of the static fictive distribution is smaller by the factor  $\frac{n}{n+1}$  than that of the dynamic distribution!

results in the SPT diagram :

$$(8) \ln \ln \frac{1}{P_{SN}} = m_N (\ln \sigma_N - \ln \sigma_{N0})$$

a variation of lifetime by a factor  $k$ ,  $t'_N = k t_N$  results in a parallel-shifting of the lines in the diagram by  $\Delta = -\frac{1}{n} \ln k$

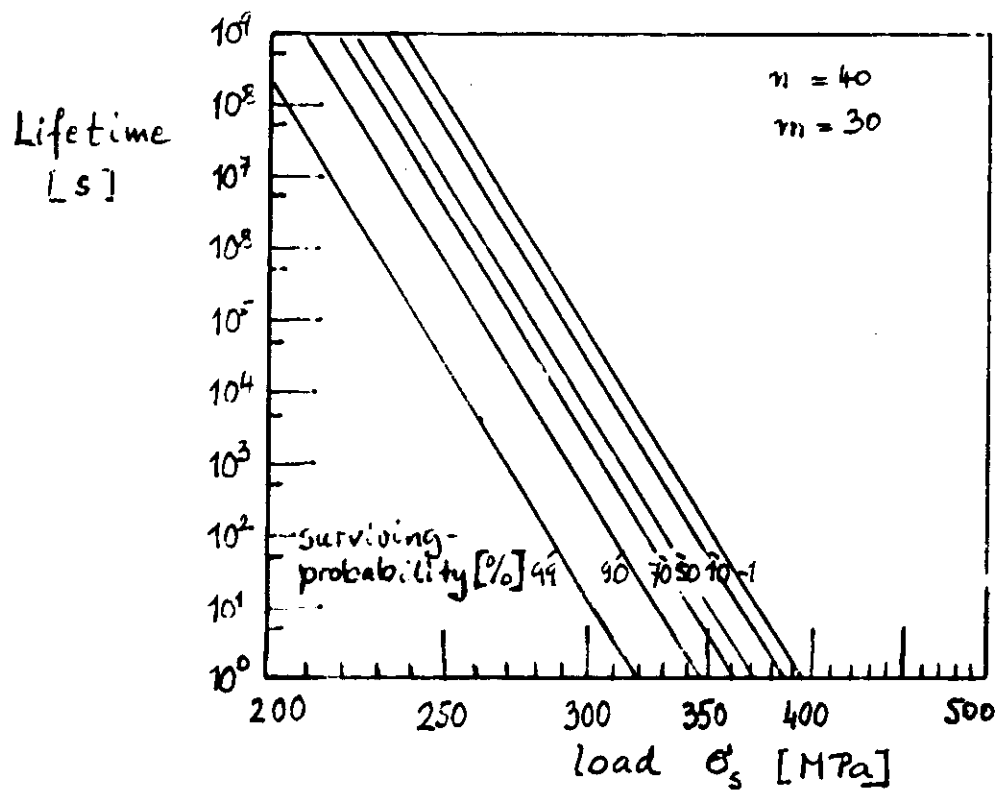


stress - probability - time (SPT) diagram

(5) inserted in (8)  $\rightarrow$  the STP diagram:

$$(9) \ln t_N = -n \ln \sigma_N + \frac{n}{m_N} \ln \ln \frac{1}{P_{SN}} + \ln \frac{\sigma_0^{n+1}}{(n+1)\sigma}$$

plotting of  $\ln(t_N)$  against  $\ln(\sigma_N)$  results in lines with negative slope;

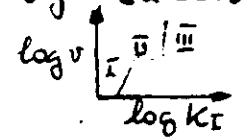


stress - time - probability (STP) diagram

These extrapolations in the SPT (STP) diagrams are only justified, if the critical-, subcritical parameters and the parameters in the distribution do not change during loading and with time;

crack extension parameters  $n, A$

as already discussed: the dependence of strength on loading rate and the dependence of lifetime on the load level in static loading are caused by "subcritical crack extension";  $v = \dot{a} = A \cdot K_{Ic}^n$



indirect determination of  $n, A$ :

dynamic loading (1)  $\dot{\sigma}^{n+1} = B(n+1) \sigma(0)^{n-2} \dot{\sigma}$

static loading (2)  $t_s = B \sigma(0)^{n-2} \sigma_s^{-n}$

with  $B = \frac{2}{A Y^2 (n-2) K_{Ic}^{n-2}}$

for dynamic loading  $\dot{\sigma}$ ,  $\sigma(0)$  and  $\sigma$  and for static loading  $t_s$ ,  $\sigma(0)$  and  $\sigma_s$  can be measured  $\rightarrow$   $B$  (and thus  $A$ ) and  $n$  could be measured from two different loading rates ( $\dot{\sigma}_1$  and  $\dot{\sigma}_2$ ) or at two different loads ( $\sigma_{s1}$  and  $\sigma_{s2}$ ) !

the "mean value" plot (median value plot):

for dynamic loading:

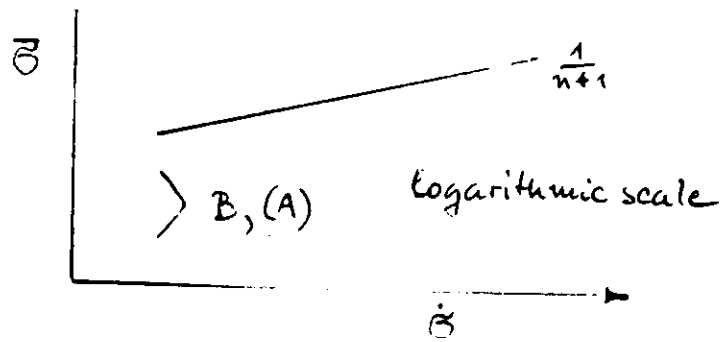
equation (1), logarithmic for the mean (better the median) values

(3)  $\log \bar{\sigma} = \frac{1}{n+1} (\log B + \log(n+1) + (n-2) \log \bar{\sigma}(0) + \log \dot{\sigma})$

plotting  $\bar{\sigma}$  versus  $\dot{\sigma}$ , regression analysis for  $\bar{\sigma}$  and  $\dot{\sigma}$ :

slope  $\rightarrow \frac{1}{n+1}$  ;

axial intercept  $\frac{1}{n+1} (\log B + \log(n+1) + (n-2) \log \bar{\sigma}(0)) \rightarrow B, (A)$



(examples, measured with silicon infiltrated SiC (SiSiC) in pages 89, 90 ; Bodur, Rief and Kromp ; unpublished)

for static loading:

equation (2), logarithmic

$$(4) \log E_s = \log B + (n-2) \log \bar{\sigma}(0) - n \log \bar{\sigma}_s$$

regression analysis for  $\log E_s$  and  $\log \bar{\sigma}_s$ :

slope  $\rightarrow -n$ , axial intercept  $\rightarrow \log B + (n-2) \log \bar{\sigma}(0) \rightarrow B, (A)$

the "homologous stress ratio"

gives a better exploiting of the data material ;

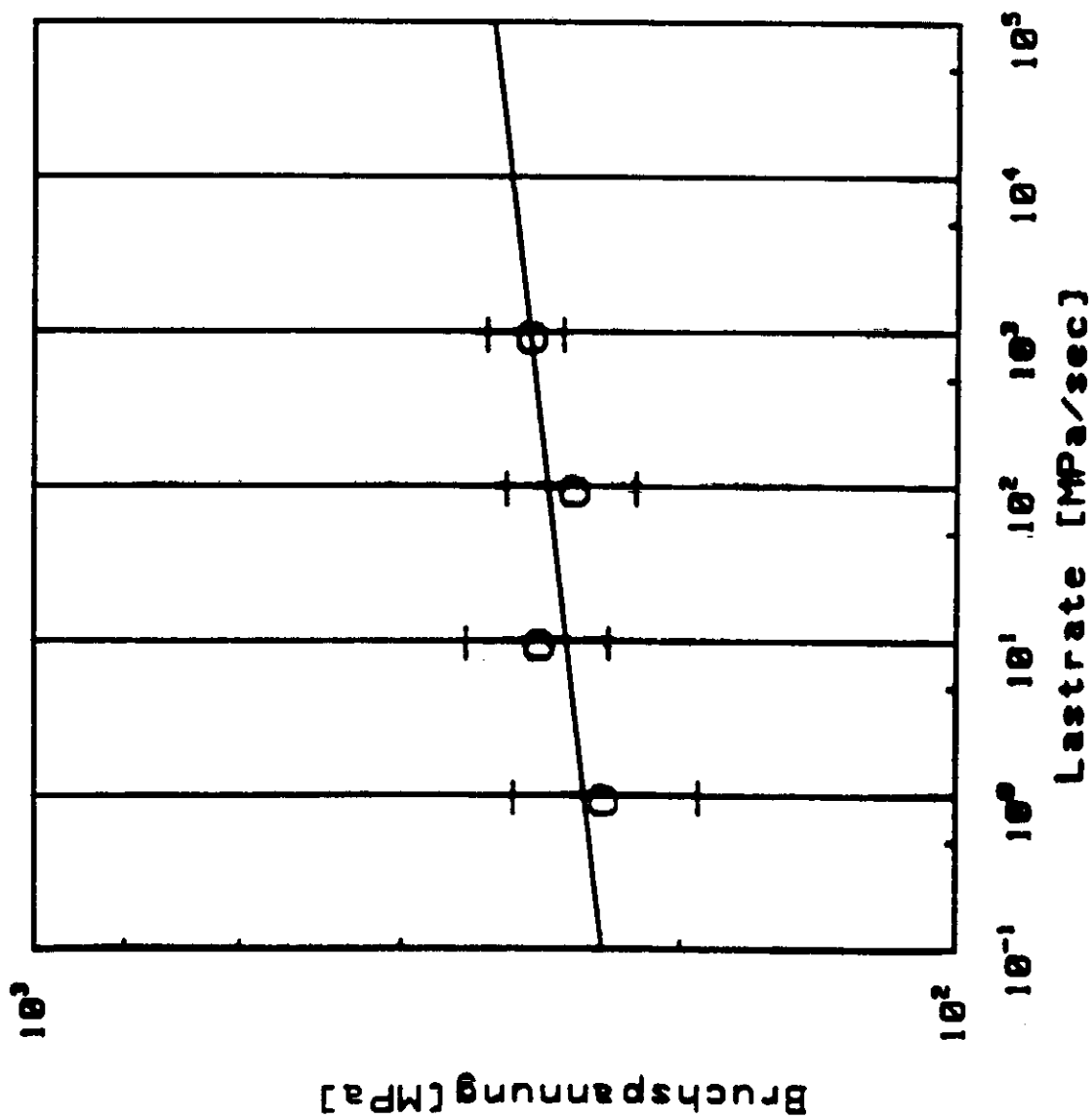
for dynamic loading:

homologous stress ratios taken at the same fracture probabilities:

$$\bar{\sigma}_{hd} = \frac{\bar{\sigma}}{\bar{\sigma}(0)} \quad (h: \text{homologous}, d: \text{dynamic})$$

Procedure: ranking of the strength values at a constant loading rate and for the inert strength values, couples  $(\bar{\sigma}, \bar{\sigma}(0))$  at the same level of fracture probability ; equation (1) expressed with  $\bar{\sigma}_{hd}$ :

# n-Plot



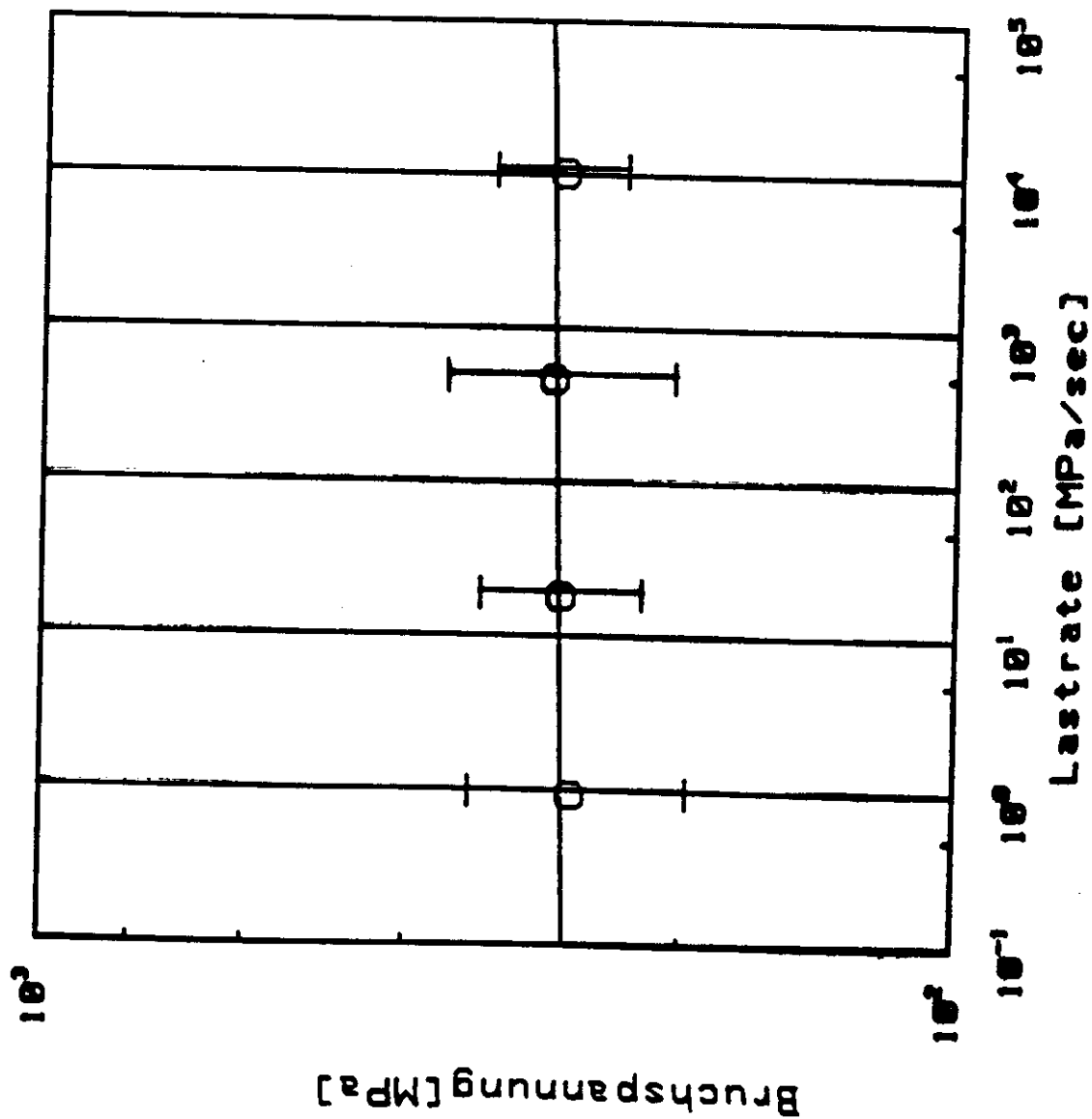
S1S1C

n = 49 +/- 35

B = 6.92 [MPa<sup>2</sup> s]

T = 20 °C

# n-Plot



SISIC

$n = 235 \pm 149$

$B = 1.03$  [MPa $\cdot$ s]

$T = 1200$  °C

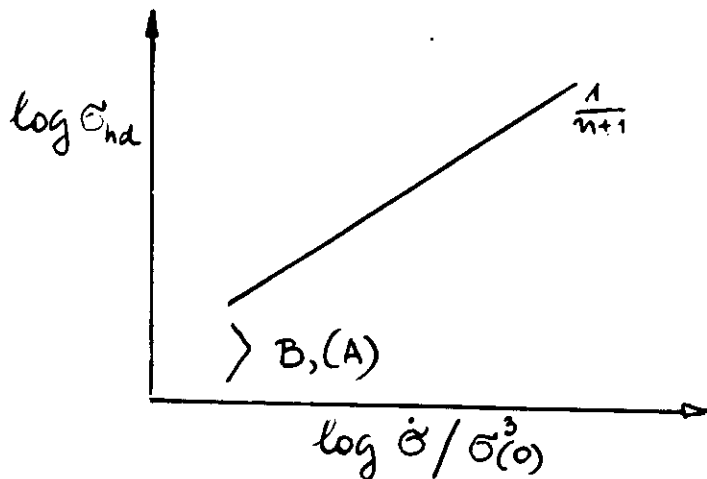
$$\sigma_{hd} = B(n+1) \frac{\dot{\epsilon}}{\sigma_c^3}$$

taking the logarithm

$$(5) \log \sigma_{hd} = \frac{1}{n+1} [\log B + \log(n+1) + \log(\dot{\epsilon}/\sigma_c^3)]$$

regression analysis for  $\sigma_{hd}$  and  $\sigma_c^3$ :

slope  $\rightarrow \frac{1}{n+1}$ , axial intercept  $\rightarrow B, (A)$



for static loading:

$$\sigma_{hs} = \frac{\sigma_s}{\sigma_c} \quad (s: \text{static})$$

for every  $\sigma_s$  the lifetimes  $t_s$  are ranked, coupled to  $\sigma_c$  of same fracture probability; with these couples  $(t_s \sigma_c^2)$  are calculated; equation (2) rearranged:

$$(6) \log(t_s \sigma_c^2) = \log B - n \log \sigma_{hs}$$

regression analysis for  $\log(t_s \cdot \sigma_c^2)$  and  $\log \sigma_{hs}$ :

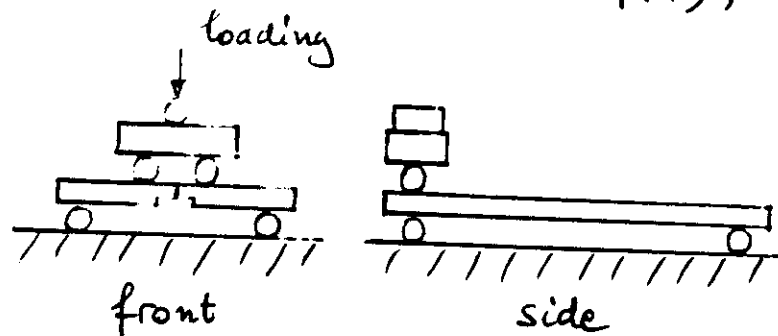
slope  $\rightarrow -n$ , axial intercept  $\rightarrow B, (A)$

direct determination of  $n, A$ :

### the double - torsion test (DT-test)

constant  $K$ -test - for constant load  $K_I$  remains constant, that means independent of crack lengths  $\rightarrow v = \dot{a}$  can be controlled by the load;

(Evans 1972, Evans and Wiederhorn 1974);



methods:    constant load     $F = \text{const}$   
                 linear load ramp     $F = \dot{F} \cdot t$

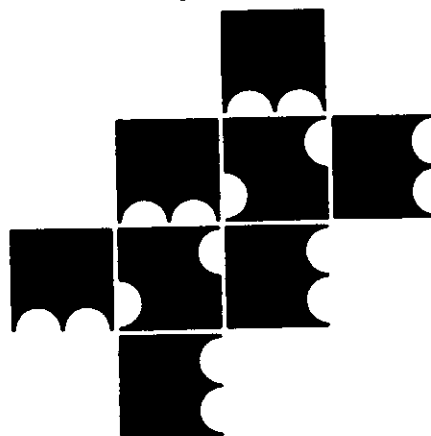
Lit.:    Outwater, J.O. et al : Double torsion technique as a universal fracture toughness method; in: Fracture toughness and slow stable cracking; ASTM STP 559 (1974), pg. 127-138.

Evans, A.G. : A method for evaluating the time dependent failure characteristics of brittle materials - and its application to polycrystalline materials; J. Mater. Sci. 7(1972) 1137-1146.

Evans, A.G. and S.M. Wiederhorn : Crack propagation and failure prediction in silicon nitride at elevated temp.; J. Mater. Sci 9(1974) 270-278.

# **MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING**

**an international journal**



**Editor-in-Chief**  
**Professor Robert Maddin**

## **Advisory Board**

M. Cohen (U.S.A.)  
Sir Alan Cottrell, F.R.S. (Gt. Britain)  
Sir Hugh Ford, F.R.S. (Gt. Britain)  
P. Haasen (F.R.G.)  
N. B. Hannay (U.S.A.)  
J. J. Harwood (U.S.A.)  
A. Kelly, F.R.S. (Gt. Britain)  
J. Takamura (Japan)

## **Associate Editors**

G. M. Bartenev (U.S.S.R.)  
P. Beardmore (U.S.A.)  
L. H. Bennett (U.S.A.)  
R. C. Bradt (U.S.A.)  
D. Brandon (Israel)  
D. J. Burns (Canada)  
G. Champier (France)  
G. Y. Chin (U.S.A.)  
A. G. Evans (U.S.A.)  
H. Fischmeister (Austria)  
W. G. French (U.S.A.)  
L. M. Gillin (Australia)  
H. Gleiter (F.R.G.)  
J. R. C. Guimarães (Brazil)  
T. C. Hansen (Denmark)  
F. Jovane (Italy)  
B. H. Kear (U.S.A.)  
H. Kimura (Japan)  
T. Ko (China)  
C. Laird (U.S.A.)  
J. Van Landuyt (Belgium)  
C. M. Libanati (Argentina)  
U. Messerschmidt (G.D.R.)  
L. Meyer (F.R.G.)  
H. J. Pick (Gt. Britain)  
D. E. Polk (U.S.A.)  
B. Rånby (Sweden)  
P. Rama Rao (India)  
P. Rys (Czechoslovakia)  
S. Wojciechowski (Poland)

**Volume 56**



**ELSEVIER SEQUOIA S.A.**  
**LAUSANNE**

## A Combination of Statistics and Subcritical Crack Extension

W. TRADINIK and K. KROMP

*Institut für Festkörperforschung, Universität Wien, Vienna (Austria)*

R. F. PABST

*Max-Planck-Institut für Metallforschung, Institut für Werkstoffwissenschaften, Stuttgart (F.R.G.)*

(Received April 6, 1981; in revised form February 4, 1982)

### SUMMARY

*The change in fracture probability after a subcritical crack extension process within a ceramic material is demonstrated. The theoretical treatment of the problem is based on four assumptions which include the initial fracture probability and a materials function concerning the subcritical crack extension behaviour. Concepts such as the "initial defect strength", the "strength function" and "statistics-mechanics-synthesis" are introduced and explained. An experimental verification is given to enable the theoretical predictions to be compared with the data evaluated from ceramic materials. Good agreement between theory and experiment was found.*

### 1. INTRODUCTION

When statistics in brittle materials are dealt with, the subcritical crack extension (SCE) prior to fracture is normally ignored. It is usually assumed that the strength distribution is not altered by the SCE. The change in mean value, which is found by testing in different media, is usually attributed to a change in strength which does not take into account the true reason for this change (*i.e.* the existence of SCE and the change in fracture energy). The aim of this paper is therefore to combine statistics with SCE to account for the change in defect strength distribution after a subcritical loading process in a reactive environment. To do this, the following properties should be known for complete strength characterization of a brittle material: (1) the

stress field around the crack tip; (2) the change in fracture energy as a function of environment; (3) a materials function characterizing the SCE; (4) the fracture probability.

Property (1) gives the stress concentration and the stress intensity at defects if the remote stress is known. Property (2) is related to the influence of the environment, which may be gaseous or liquid, or the temperature which changes the surface energy and consequently the defect strength of the material. Property (3) should account for the time-dependent strength behaviour of the material. Property (4) describes the initial (or inert) defect strength (IDS) distribution of the as-received material.

The time-dependent fracture behaviour is then described by combining all four properties together. The combination is illustrated in Fig. 1. If the IDS is known, then property (2) specifies the strength reduction due to the environment and temperature. The function which links the IDS to the strength reduction due to the environment is called the "strength function" (SF). The setting-up of an IDS distribution and an SF, together with their combination, is called the "statistics-mechanics-synthesis" (SMS). The synthesis incorporates all contributions to the material strength. It is obvious that the accuracy of the results depends on properties (1) - (4). If the resulting distribution functions for fracture probability are fitted to a Weibull function, then the Weibull parameters depend on the load, the temperature and the environment, and consequently on the time. In Section 2 the formation of the SMS combining statistics and SCE and the effect on standard deviation and the median value of strength is given.

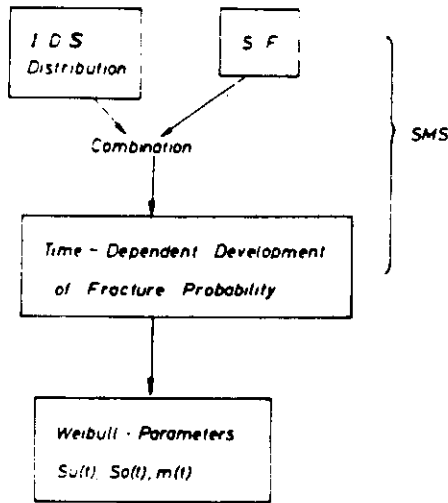


Fig. 1. Illustration of the SMS.

## 2. THE INFLUENCE OF SUBCRITICAL CRACK EXTENSION ON THE FRACTURE PROBABILITY OF BRITTLE MATERIALS

### 2.1. Derivation of the strength function

Four basic assumptions are made related to the four properties introduced in Section 1.

(1) The stress field around the defect is uniquely [1] determined by the stress intensity factor  $K_I$ :

$$K_I = \sigma Y a^{1/2} \quad (1)$$

where  $\sigma$  is the applied stress,  $a$  the defect length and  $Y$  the correlation function. In addition, it is assumed that a constant  $K$  exists which satisfies the relationship

$$K = s Y a^{1/2} \quad (2)$$

where  $s$  is the defect strength which is the minimum of all applied stresses causing fracture.

(2) In the following discussion the influence of the environment on the defect strength (i.e. the critical fracture) is neglected.

(3) The SCE is influenced by the environment when the following relation exists between the crack velocity  $\dot{a}$  and the stress intensity  $K_I$ :

$$\dot{a} = A K_I^n \quad (3)$$

where  $A$  and  $n$  are SCE parameters.

(4) The IDS distribution is given by a Weibull distribution  $P_0$  [2 - 5]

$$P_0(s) = \begin{cases} 1 - \exp\left\{-\frac{v}{v_0}\left(\frac{s-s_u}{s_0}\right)^m\right\} & s \geq s_u \\ 0 & s \leq s_u \end{cases} \quad (4)$$

where  $s_u$ ,  $s_0$  and  $m$  are the Weibull parameters,  $v$  is the volume under load and  $v_0$  is the characteristic volume.

Figure 2 shows the assumed relation between the crack velocity  $\dot{a}$  and the stress intensity  $K_I$ . Regions I and II are related to the SCE due to the environment. Region III shows the critical crack extension which is in agreement with assumption (2); let us define  $K$  as the stress intensity at the beginning of region III. If for a defect length  $a$  and an applied stress  $\sigma$  the relation

$$\sigma \geq K Y^{-1} a^{-1/2} \quad (5)$$

holds, then from eqn. (1) it is found that

$$K_I \geq K \quad (6)$$

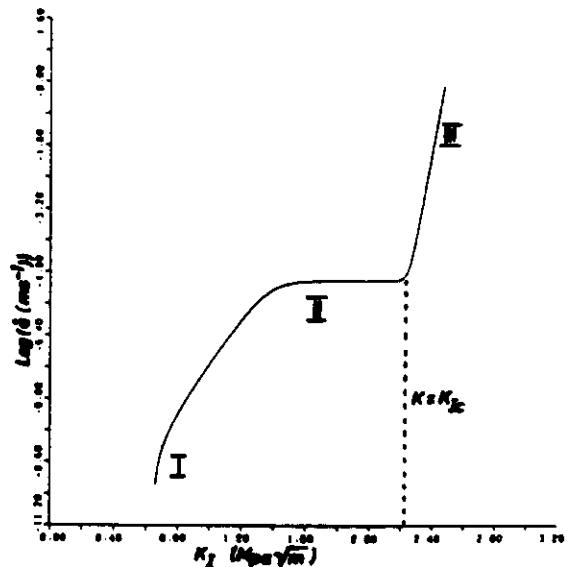
and the crack extends with a critical crack extension velocity. The defect strength  $s$  therefore yields

$$s = K Y^{-1} a^{-1/2} \quad (7)$$

It seems reasonable to assume that

$$K = s Y a^{1/2} \quad (8)$$

If we locate the fracture toughness  $K_{IC}$  at the transition from region II to region III, we assume that

Fig. 2. SCE  $\dot{a}$  as a function of  $K_I$ . The data for the computer plot are from ref. 6.

$$K \approx K_{IC} \quad (9)$$

To describe the SMS it is first necessary to derive the SF using the assumptions (1) - (3). Equations (2) and (9) give the time-dependent defect strength  $s(t)$ :

$$s(t) = K_{IC} Y^{-1} a^{-1/2}(t) \quad (10)$$

and hence

$$\dot{s}(t) = K_{IC} Y^{-1} \left( -\frac{1}{2} \right) a^{-3/2}(t) \dot{a}(t) \quad (11)$$

Now eqns. (1), (3) and (11) yield

$$\dot{s}(t) = K_{IC} Y^{-1} \left( -\frac{1}{2} \right) a^{-3/2}(t) A \sigma^n(t) Y^n a^{n/2}(t) \quad (12)$$

and from eqn. (10) we obtain

$$\dot{s}(t) = -\frac{1}{2} K_{IC}^{n-2} Y^2 A \sigma^n(t) s^{3-n}(t) \quad (13)$$

We define

$$C = \frac{n-2}{2} K_{IC}^{n-2} Y^2 A \quad (14)$$

and therefore, from eqn. (13),

$$s^{n-3}(t) \dot{s}(t) = -\frac{C}{n-2} \sigma^n(t) \quad (15)$$

Integration yields

$$\begin{aligned} \frac{1}{n-2} \{s^{n-2}(t) - s^{n-2}(0)\} \\ = -\frac{C}{n-2} \int_0^t \sigma^n(t') dt' \end{aligned} \quad (16)$$

and

$$s(t) = \left\{ s^{n-2}(0) - C \int_0^t \sigma^n(t') dt' \right\}^{1/(n-2)} \quad (17)$$

We denote the SF by  $S_t(s)$  where the argument  $s$  means the IDS and  $S_t(s)$  the defect strength after a time  $t$ . Equation (17) may then be rewritten as

$$S_t(s) = \left\{ s^{n-2} - C \int_0^t \sigma^n(t') dt' \right\}^{1/(n-2)} \quad (18)$$

The next step will be the development of the defect strength distribution  $P_t(s)$  at a time  $t$  from an IDS distribution  $P_0(s)$  with the assumption that a crack extension mechanism

exists which can be described by the SF in eqn. (18).

$P_t(s)$  denotes the probability of finding a defect at a time  $t$  with a strength less than  $s$ ; then  $S_t^{-1}(x)$  denotes the IDS (i.e. the defect strength at  $t = 0$ ) with a defect strength  $x$  at a time  $t$ . So

$$P_t(s) = P_0\{S_t^{-1}(s)\} \quad (19)$$

The probability that the defect strength at a time  $t$  is less than  $s$  is equivalent to the probability that the IDS is less than  $S_t^{-1}(s)$ . Equation (19) shows how an IDS distribution  $P_0$  and an SF  $S_t(s)$  can be combined to yield the time-dependent strength distribution. From eqn. (18) the inverse function of the SF  $S_t(s)$  is found to be

$$s = \left\{ S_t^{n-2}(s) + C \int_0^t \sigma^n(t') dt' \right\}^{1/(n-2)} \quad (20)$$

and

$$S_t^{-1}(s) = \left\{ s^{n-2} + C \int_0^t \sigma^n(t') dt' \right\}^{1/(n-2)} \quad (21)$$

Let us consider the special case

$$\sigma(t) = \sigma = \text{constant} \quad (22)$$

Hence

$$S_t^{-1}(s) = (s^{n-2} + C \sigma^n t)^{1/(n-2)} \quad (23)$$

From eqns. (4), (19) and (23) the time-dependent defect strength distribution can be obtained:

$$\begin{aligned} P_t(s) \\ = 1 - \exp \left[ -\frac{\nu}{\nu_0} \left\{ \frac{(s^{n-2} + C \sigma^n t)^{1/(n-2)} - s_u}{s_0} \right\}^m \right] \end{aligned} \quad (24)$$

Equation (24) follows from the four basic assumptions and the application of SMS.

## 2.2. The mean value and the deviation of the strength distribution

Figure 3 shows the function  $S_t(s)$  obtained from eqns. (13) and (22) using  $n = 30$  and  $C \sigma^n = n - 2 \text{ MPa}^{n-2} \text{ s}^{-1}$ . The effect of SCE on the mean value and the deviation can be seen from eqns. (18) and (22) and the derivation of eqn. (18) from  $s$  and  $t$ .

$$S_t(s) = (s^{n-2} - C \sigma^n t)^{1/(n-2)} \quad (25)$$

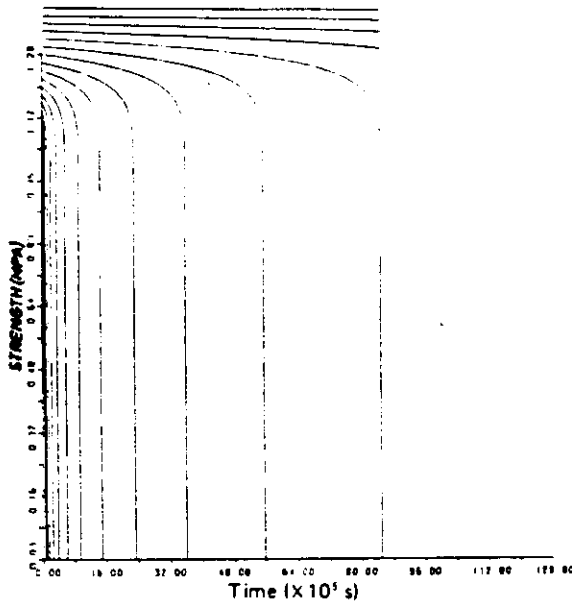


Fig. 3. The SF from eqn. (25) ( $n = 30$ ;  $C\sigma^n = n - 2$   $\text{MPa}^{n-2} \text{s}^{-1}$ ). Each curve describes the time-dependent strength development of a single crack.

$$\frac{\partial}{\partial s} \{S_t(s)\} = (1 - C\sigma^n t s^{2-n})^{-(n-3)/(n-2)} \quad (26)$$

$$\begin{aligned} \frac{\partial}{\partial t} \frac{\partial}{\partial s} \{S_t(s)\} &= \frac{n-3}{n-2} C\sigma^n s^{2-n} (1 - C\sigma^n t s^{2-n})^{-(2n-5)/(n-2)} \\ &\quad (27) \end{aligned}$$

From eqn. (26),

$$\frac{\partial}{\partial s} \{S_0(s)\} = 1 \quad (28)$$

From eqn. (27),

$$\frac{\partial}{\partial t} \frac{\partial}{\partial s} \{S_t(s)\} \geq 0 \quad (29)$$

Therefore

$$\frac{\partial}{\partial s} \{S_t(s)\} \geq 1 \quad (30)$$

Using eqn. (30) the following holds for two arbitrary strengths  $s_1$  and  $s_2$ :

$$\begin{aligned} S_t(s_2) - S_t(s_1) &= \int_{s_1}^{s_2} \frac{\partial}{\partial s} \{S_t(s)\} ds \\ &\geq \int_{s_1}^{s_2} ds = s_2 - s_1 \end{aligned} \quad (31)$$

Differentiating eqn. (25) with respect to  $t$  and using eqn. (15) gives

$$\frac{\partial}{\partial t} \{S_t(s)\} = -\frac{C}{n-2} \sigma^n S_t^{3-n}(s) \quad (32)$$

Hence

$$\frac{\partial}{\partial t} \{S_t(s)\} \leq 0 \quad (33)$$

and therefore

$$s \geq S_t(s) \quad (34)$$

Equations (31) and (34) are shown in Fig. 3. To account for the mean value let us consider the following:

$$\begin{aligned} \frac{\partial}{\partial s} \{P_0(s)\} ds &= \frac{\partial}{\partial s} (P_0[S_t^{-1}\{S_t(s)\}]) d[S_t^{-1}\{S_t(s)\}] \\ &= P_0'[S_t^{-1}\{S_t(s)\}] \frac{\partial}{\partial s} [S_t^{-1}\{S_t(s)\}] dS_t(s) \\ &= \frac{\partial}{\partial s} [(P_0 S_t^{-1})\{S_t(s)\}] dS_t(s) \\ &= \frac{\partial}{\partial s} [P_t\{S_t(s)\}] dS_t(s) \end{aligned} \quad (35)$$

Let  $M_t$  denote the mean value of the defect strength at an arbitrary time  $t$  and  $M_0$  the initial mean value. Equations (34) and (35) then yield

$$\begin{aligned} M_0 &= \int_0^{\infty} s \frac{\partial}{\partial s} \{P_0(s)\} ds \\ &\geq \int_0^{\infty} S_t(s) \frac{\partial}{\partial s} \{P_0(s)\} ds \\ &= \int_0^{\infty} S_t(s) \frac{\partial}{\partial s} [P_t\{S_t(s)\}] dS_t(s) \\ &= M_t \end{aligned} \quad (36)$$

$D_t$  is denoted as the deviation of the defect strength at time  $t$  and  $D_0$  as the initial deviation. Using the mathematical theorem [7] that, for all random variables with a distribution  $f$  and a mean value  $E$  and for all real values  $b$ ,

$$\begin{aligned} & \int_{-\infty}^{+\infty} (x-b)^2 \frac{\partial}{\partial x} \{f(x)\} dx \\ & \geq \int_{-\infty}^{+\infty} (x-E)^2 \frac{\partial}{\partial x} \{f(x)\} dx \end{aligned} \quad (37)$$

Then from eqns. (31) and (35) we find that

$$\begin{aligned} D_0^2 &= \int_0^{+\infty} (s-M_0)^2 \frac{\partial}{\partial s} \{P_0(s)\} ds \\ &\leq \int_0^{+\infty} \{s-S_t^{-1}(M_t)\}^2 \frac{\partial}{\partial s} \{P_0(s)\} ds \\ &\leq \int_0^{+\infty} \{S_t(s)-M_t\}^2 \frac{\partial}{\partial s} \{P_0(s)\} ds \\ &= \int_0^{+\infty} \{S_t(s)-M_t\}^2 \frac{\partial}{\partial s} [P_t\{S_t(s)\}] dS_t(s) \\ &= D_t^2 \end{aligned} \quad (38)$$

and hence

$$D_0 \leq D_t \quad (39)$$

Equations (36) and (39) may be interpreted as follows. Provided that assumptions (1) - (4) are true (the effect of environment on the critical fracture is neglected) then SCE causes a decrease in the mean value and an increase in the deviation of the defect strength distribution. The results are shown in Fig. 3. Because the SF decreases monotonically with time for all IDS values  $s$ ,  $M_t$  decreases with time.

All curves in Fig. 3 intersect the vertical axis ( $t = 0$ ) equidistantly. The intersection corresponds to a uniform distribution of the IDS; the "character" of the defects is the same. Moving the vertical axis to the right causes the distances between the various intersection points to increase. Consequently the deviation of the defect strength increases with time.

Figure 4 shows the shape of the defect strength distribution using the following data and assumptions.

- (1) The IDS is of a Weibull type with  $s_u = 3$  MPa,  $s_0 = 2$  MPa,  $m = 3$  and  $v/v_0 = 1$ .
- (2) The SF is equal to that in Fig. 3, but now with  $n = 6$  (because no effect was detected with  $n = 30$ ).

Figure 4 therefore illustrates the time dependence of the mean value and the deviation of the defect strength.

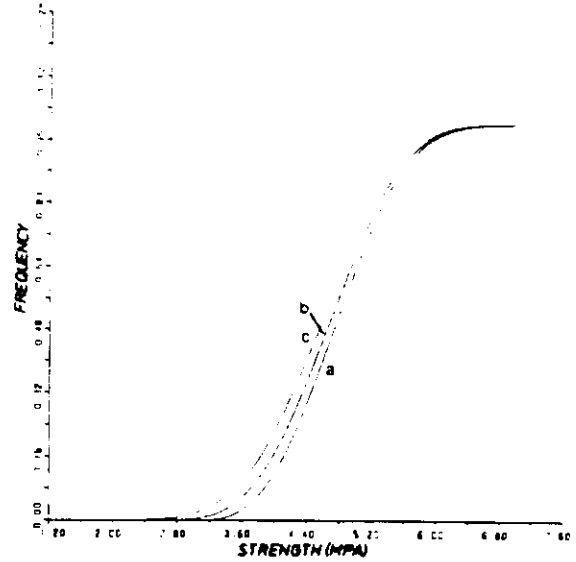


Fig. 4. Time-dependent development of the strength distribution (curve c was computed for  $s_u = 3$  MPa,  $s_0 = 2$  MPa and  $m = 3$ , using the SF from Fig. 3 with  $n = 6$ ): curve a,  $t = 0$ ; curve b,  $t = 0.45t_L$ ; curve c,  $t = 0.9t_L$  (where  $t_L$  is the lifetime).

### 2.3. Time dependence of the Weibull parameters and the correlation coefficients

The conventional meaning of the Weibull parameters is that they are constants which describe the material's strength independent of SCE. If the distribution function, eqn. (24), is fitted to a Weibull function, the Weibull parameters  $s_u$ ,  $s_0$  and  $m$  become time dependent; these parameters are shown in Figs. 5, 6 and 7 respectively. The parameters for the SF and the IDS distribution shown in Figs. 5 - 7 are the same as those used in Fig. 4.

Figure 8 illustrates the time dependence of the correlation coefficient which shows how well the Weibull function describes the defect strength distribution. If the IDS distribution is chosen as a Weibull function, the correlation coefficient should be  $r(0) = 1$  at time  $t = 0$ . However, the limited accuracy of the computer gives  $r(0) \neq 1$  (Fig. 8). As the correlation coefficient is always near to unity, the actual measured distribution may be fitted to a Weibull function for all times. However, the shape of eqn. (24) reveals that the actual distribution never agrees exactly with a Weibull function except for  $t = 0$ . Consequently the Weibull shape of the IDS distribution is unstable if SCE occurs. The Weibull shape is not reached for  $t > 0$ .

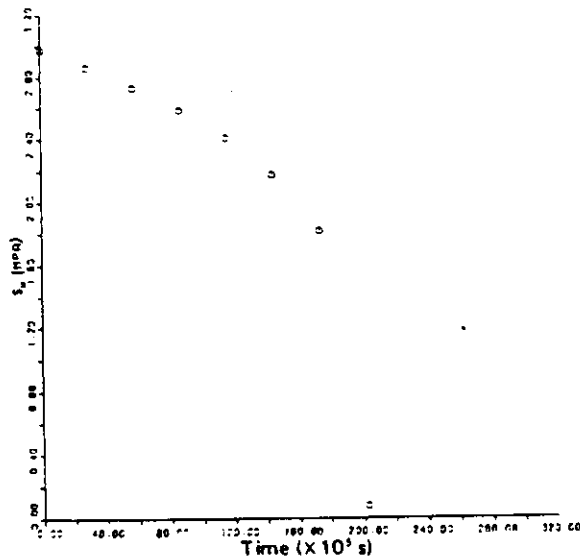


Fig. 5.  $s_u(t)$  as a function of time, evaluated by fitting the curves from Fig. 4 to a Weibull function.

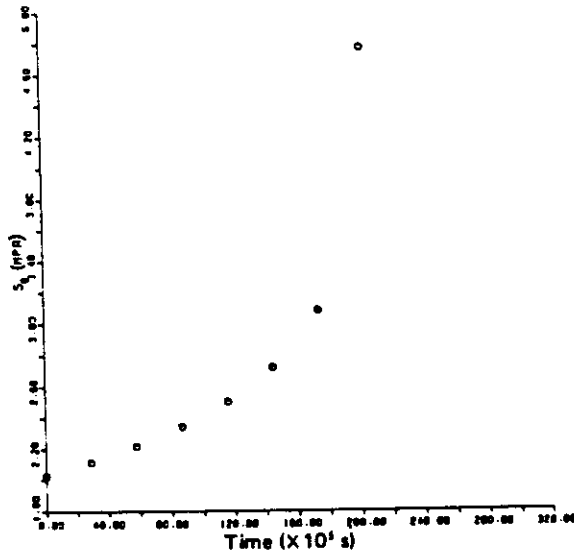


Fig. 6.  $s_0(t)$  as a function of time, evaluated by fitting the curves from Fig. 4 to a Weibull function.

Additionally, Fig. 7 shows that the Weibull parameter  $m$  does not determine the relative deviation of the defect strength distribution. If this should happen,  $m$  must decrease with increasing time and not increase as is shown in Fig. 7. In order to fit the curve in Fig. 7, all three Weibull parameters  $s_0$ ,  $s_u$  and  $m$  are used instead of only two parameters  $s_0$  and  $m$  as is usual in the literature. This suggests that the relative deviation is determined by  $m$  only if  $s_u = 0$ . A similar conclusion may be drawn that not only  $s_0$  but also the sum

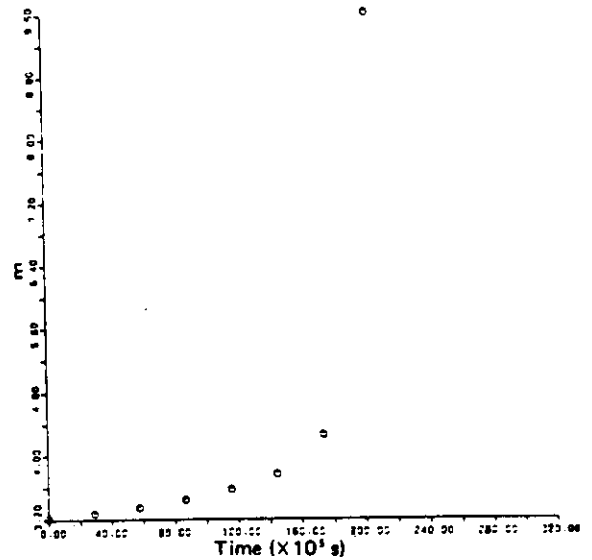


Fig. 7.  $m(t)$  as a function of time, evaluated by fitting the curves from Fig. 4 to a Weibull function.

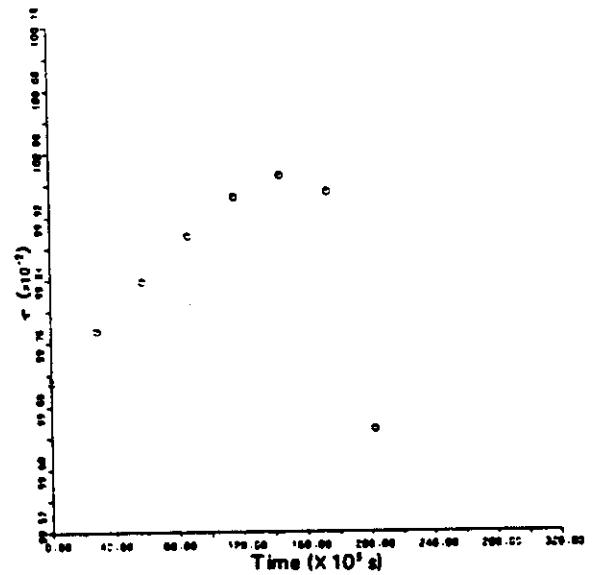


Fig. 8. Time-dependent development of the correlation coefficient  $r$ .

$s_0 + s_u$  determines the mean value of the strength.

Figures 5, 6 and 7 reveal that the values of  $s_u$ ,  $s_0$  and  $m$  respectively for  $t = 0$  do not agree with the values which were initially chosen (for  $t = 0$ ,  $s_u = 3$  MPa,  $s_0 = 2$  MPa and  $m = 3$ ). This is due to the limited accuracy of the computer.

As the results discussed above are based on assumptions about the material behaviour an experimental verification should be useful. This will be given in Section 3.

TABLE 1  
Experimental results

| Group <sup>a</sup> | Mean value of strength (MPa) | Deviation of strength (MPa) | $s_u$ (MPa) | $s_0$ (MPa) | $m$ | Correlation coefficient $r$ | Number $z$ of specimens |
|--------------------|------------------------------|-----------------------------|-------------|-------------|-----|-----------------------------|-------------------------|
| 1                  | 219.6                        | 29.5                        | 94.4        | 137.1       | 4.5 | 0.982                       | 39                      |
| 2                  | 245.7                        | 29.5                        | 143.1       | 114.7       | 3.3 | 0.977                       | 18                      |
| 3                  | 265.7                        | 38.5                        | 226.5       | 41.7        | 1.0 | 0.986                       | 14                      |
| 4                  | 245.7                        | 40.7                        | 100.6       | 161.3       | 3.6 | 0.995                       | 25                      |
| 5                  | 223.2                        | 38.6                        | 101.3       | 136.0       | 3.3 | 0.993                       | 42                      |
| 2'                 | 258.4                        | 25.5                        | 227.1       | 34.6        | 1.1 | 0.987                       | 18                      |
| 3'                 | 265.6                        | 24.6                        | 242.4       | 21.4        | 0.6 | 0.989                       | 14                      |
| 4'                 | 247.3                        | 28.3                        | 207.7       | 44.7        | 1.2 | 0.978                       | 25                      |

Material, 99.7%  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ; density,  $3.95 \text{ g cm}^{-3}$ ; grain size,  $3 \mu\text{m}$ ; modulus  $E = 391 \text{ GN m}^{-2}$ .

<sup>a</sup> Loading modes: group 1, water, no preload; group 2, *n*-hexane, 10 min preload of 80 MPa in water; group 3, *n*-hexane, 10 min preload of 77.5 MPa in water; group 4, *n*-hexane, 10 min preload of 75 MPa in water; group 5, *n*-hexane, no preload; groups 2', 3' and 4', modifications of group 5.

### 3. EXPERIMENTAL VERIFICATION

The following experiments were conducted (Table 1).

(1) A total number of 200 four-point compact bend specimens were used. The specimens were split into five groups, groups 1 - 5, of 40 each.

(2) Group 1 was used to determine the strength distribution in water.

(3) Groups 2 - 4 were tested in water for 10 min under different preloads (the utmost care was taken to avoid fracture).

(4) After specimens in groups 2 - 4 had been preloaded to determine their IDS distributions, these specimens, together with group 5 specimens (which had not been preloaded), were fractured in *n*-hexane. It is assumed that *n*-hexane simulates vacuum conditions in which SCEs are suppressed.

Four-point bend specimens 7 mm wide, 3 mm thick, 30 mm long and of inner diameter 7 mm were used at a loading speed of  $120 \text{ MPa s}^{-1}$ . An alumina ceramic of purity 99.7% was chosen. High preloads had to be used to obtain measurable differences between the various deviations. Hence only 50% - 70% of each group of specimens did not break during the preloading process (Table 1). Elimination of the weakest specimens by preloading causes the mean value to increase, and the strength deviation to decrease. To obtain comparable conditions, the weakest specimens of group 5 (which were not preloaded) were eliminated. Thus the number of remain-

ing specimens in this group was equal to the number of specimens in groups 2 - 4. The elimination process yielded three new groups 2', 3' and 4' from group 5. The new groups which were not preloaded were then compared with groups 2 - 4. The results are summarized in Table 1.

A comparison of the mean values and the deviations of the preloaded groups 2 - 4 with each other should reveal an effect equal to that of groups 2' - 4', which were not preloaded. If group 2' is compared with group 2, group 3' with group 3, and group 4' with group 4, the effect of SCE is obvious. As shown in Table 1, the experimental verification yields qualitative agreement with the theoretical results based on the SMS.

### 4. SUMMARIZING REMARKS

SCE causes a time dependence of the defect strength distribution. On the assumption of an IDS distribution, an SF is deduced which describes the effect of SCE. Combining IDS and SF results in an SMS which describes the time-dependent defect strength distribution. Fitting a Weibull distribution to the theoretical curves results in a decrease in the mean value of strength and an increase in the deviation with time. The theory agrees well with the experimental results for alumina four-point bend specimens tested in various media.

## REFERENCES

- 1 I. N. Sneddon, *Proc. R. Soc. London, Ser. A*, 187 (1946) 229 - 260.
- 2 T. T. Shih, *Eng. Fract. Mech.*, 13 (1980) 257 - 271.
- 3 S. B. Batdorf, *Tech. Rep. SAMSO-TR-74-210*, October 10, 1974 (Laboratory Operations, The Aerospace Corporation, El Segundo, CA 90245).
- 4 M. N. Giovan and G. Sines, *J. Am. Ceram. Soc.*, 62 (9 - 10) (1979) 510 - 515.
- 5 D. P. H. Hasselmann and G. Ziegler, *Ceramurgia*, 4 (1) (1978) 38 - 39.
- 6 S. D. Brown, in R. C. Bradt, D. P. H. Hasselmann and F. F. Lange (eds.), *Crack Growth and Microstructure*, Vol. 4, Plenum, New York, 1978, pp. 597 - 621.
- 7 J. A. Rosanow, *Stochastische Prozesse*, Akademie, Berlin, 1975, p. 53.

Fatigue Reactions and Time Effects of High Performance Ceramic  
Materials at Elevated Temperatures

S. Lauf

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

1. Introduction

Today ceramic materials are used with increasing degree in structural design. Their high strength coupled with their other desirable properties such as wear resistance, dimensional stability, hardness, electrical and thermal insulation, high temperature capability, and corrosion resistance, makes them invaluable.

The successful use of ceramic construction parts requires stability in the strength of the ceramic material at operation temperature. Special interest is given for long time tensile loading and coupled question about fatigue behaviour of ceramic material.

2. Statistical variations in strength

If one performs a controlled strength test with a batch of normally identical test pieces of a brittle material, it is found that the strength values lie on some distribution curve about average value. This value is usually the one quoted as strength.

The narrower the distribution, the more reproducible the strength of the material, and the more reliable the material will be under load. If the distribution is wide, particularly if there is a tail down to low strength, the material has highly unreliable strength and should be used with great caution.

Many factors affect the distribution width, including the way the material is made, the surface finish produced, and the frequency of occurrence of large microstructural defects, the last, of course, having a profound effect on material reliability.



UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI TRIESTE  
ISTITUTO DI CHIMICA APPLICATA E INDUSTRIALE

**MATERIALI CERAMICI  
TENACI**

**GIORNATA DI STUDIO  
29 giugno 1984**

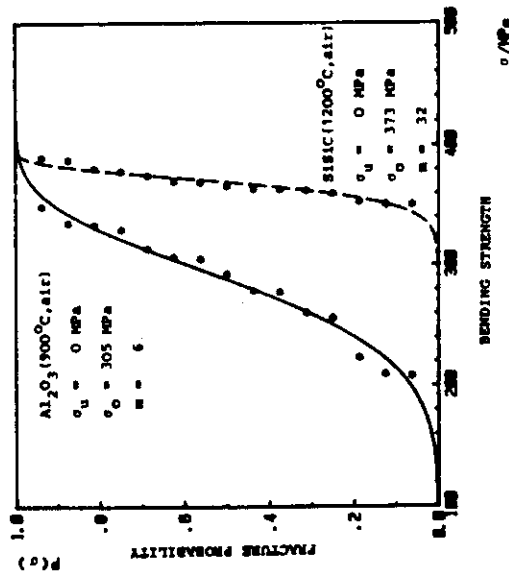


fig. 1 Fracture probability versus bending strength

It has been found that the distribution function which describes the test results best is that due to Weibull.

The basic Weibull equation describing the probability of failure,  $P_f$ , as a function of fracture stress,  $\sigma_f$ , is given by the equation

$$P_f(\sigma) = 1 - \exp \left\{ - \frac{V}{V_0} \left( \frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_o - \sigma_u} \right)^m \right\} \quad (1)$$

$V_0$  characterizes the lower level of stress at which the probability of failure falls to zero.  $\sigma_o$  is a scaling factor and  $m$  is known as the Weibull modulus, describing the width of the distribution. The higher  $m$  is the smaller the scatter of the distribution. The ratio  $V/V_0$  describes the influence of volume under uniform stress. The larger the volume under stress, the greater is the chance of there being a large flaw in it. Usually the lower stress parameter  $\sigma_u$  is set zero and for a batch of identical test samples the volume factor is set equal one. Setting  $\sigma_u$  equal zero follows for practical reasons.

An equivalent statistical description uses the survival probability.

$$P_s = 1 - P_f \quad (2)$$

### 3. Fatigue in ceramic materials

Brittle materials, particularly glasses and polycrystalline ceramics containing an intercrystalline glassy bonding phase, weaken with time under load. Therefore life time under constant stress is 1

This behaviour is called "static fatigue" as opposed to metals fatigue is a cyclic effect.

The physical explanation is that cracks or flaws grow slowly with time under subcritical stress until the crack reaches a critical length.

Slow crack growth occurs as a result of a stress-aided thermal activated event and by chemical attack from the environment with the crack.

The rate of crack propagation,  $v$ , with a stress intensity factor  $K_I$  at the crack tip can be represented by following equation:

$$v = v_0 \exp \left\{ - \frac{E_0 - BK_I^2}{kT} \right\}$$

With  $E_0$  as an effective activation energy, the Boltzmann factor  $k$ , while  $v_0$  and  $B$  denote crack extension parameters.

For materials which show significant slow crack growth the relationship may not be as simple as presented.

Fig. 2 shows schematically the type of relationship between  $v$  and  $K_I$  in a logarithmic plot.

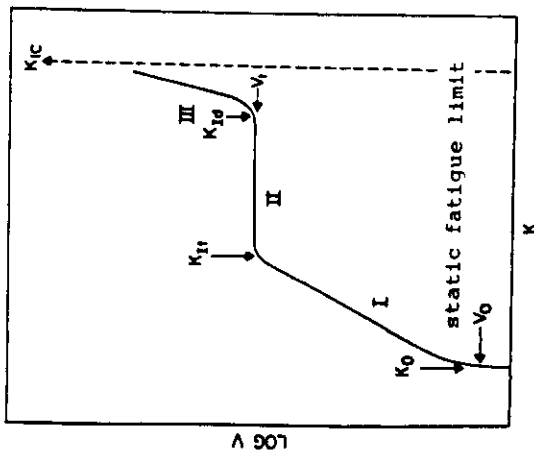


Fig. 2 Schematic relationship between crack velocity  $v$  and stress intensity factor  $K_I$

In the general case there are a number of distinct regions as shown in the figure.

- a) Region I is governed by slow crack growth and is highly dependent on environment.
- b) In region II crack growth is limited by diffusion of the environment.
- c) In region III crack growth is independent of environment.

The stress intensity factor has nearly the magnitude of fracture toughness  $K_{IC}$ , the crack accelerates very fast and instantaneous failure occurs.

The slow crack growth limit or static fatigue limit,  $K_0$ , occurs at such low velocities in ceramic materials, smaller than  $10^{-10}$  m/sec, that its existence has not been generally proven.

Real ceramics often show only region I behaviour over the range of velocity. The velocity is highly dependent on the intensity factor  $K_I$ . Therefore the exponential function is imated by one term of the exponential series and yields the crack extension,  $v$ , is given by

$$v = AK_I^n$$

with the crack extension parameters  $A$  and  $n$ .

Most data are plotted as  $\log v$  versus  $\log K$  giving a slope crack extension parameter  $n$  indicates how liable the material is to fatigue. The lower the value of  $n$  the more susceptible the material is to slow crack growth.

Therefore it is desirable to have a high  $n$  value for high performance structural ceramics. For fatigue calculations it is usual to make the following assumptions:

- a) Subcritical crack extension is given by the power law of
- b) No or negligible creep reactions occur and therefore linear elastic fracture mechanics is valid to calculate the stress distribution at material defects.
- c) For basic calculations a simple shaped crack with the length  $2a$  and sharp crack tips is considered (see Fig. 3).

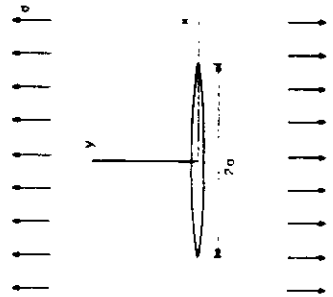


Fig. 3 Mode I crack

#### 4. Fatigue testing and life time prediction

The most common used loading types are shown schematically in Fig. 4. The figure explains what is understood under static, cyclo-static, dynamic and cyclo-dynamic fatigue-testing. If we calculate the time-integral for the different loadings we get corresponding times of fracture.

##### 4.1. Static fatigue

Static fatigue occurs when a static loading condition is applied

$$\sigma(t) = \text{const} = \sigma_a$$

Together with eq. (2) gives

$$t_{fst} = B \sigma_{IC}^{n-2} \sigma_a^{-n}$$

Static fatigue life time  $t_{fst}$  is calculable if the inert defect strength  $\sigma_{IC}$ , fracture toughness  $K_{IC}$  and subcritical crack parameters  $A$  and  $n$  are known. To determine these characteristic parameters further testing is necessary. In section 4.6 it is shown that dynamic testing is sufficient to calculate static fatigue life times.

To study cyclic effects (supporting fatigue in metals) cyclostatic loading is combined with static loading.

##### 4.2. Cyclostatic fatigue

Cyclostatic loading is given by

$$\sigma(t) = \sigma_a + \sigma_0 \sin \omega t$$

Calculating the cyclic-static life time yields, that it is related to the static life time by the so called cyclostatic  $q$ -function

Plane stress conditions are assumed. This means the applied stress  $\sigma$  is perpendicular to the crack surface. The stress intensity factor  $K_I$  is described by [2/

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

$\sigma$  is the applied stress,  $a$  half the crack length and  $Y$  a geometrical factor.

Failure occurs when the critical condition is reached.

$$K_I = K_{IC} \quad (5)$$

This is either if the crack length reaches a critical value  $a_c$  or by performing an inert strength test, where no crack extension occurs.

$$K_{IC} = \sigma \sqrt{a_c} Y \quad (6)$$

$$K_{IC} = \sigma_{IC} \sqrt{a} Y$$

d) For all conceivable applied stresses the same subcritical crack extension mechanism is valid.

From these assumption it follows that the time of failure  $t_f$  is given by the upper limit of the time integral over the applied stress.

$$B \sigma_{IC}^{n-2} = \int_0^{t_f} \sigma^n(t) dt \quad (7)$$

This integral must be equal a constant which contains subcritical and critical parameters of the considered material.

$$B = 2/(n-2) A Y^2 K_{IC}^{n-2} \quad (8)$$

|  |                                                                                                                                                                                                                  |                                                                                             |
|--|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------|
|  | <p>Loading</p> <p><math>\sigma(t) = \sigma_a + \sigma_m \sin(\omega t)</math></p>                                                                                                                                | <p>Lifetime Times of fracture</p> <p><math>t_{fst} = B \sigma_a^{n-2} \sigma_m^n</math></p> |
|  | <p><math>\sigma(t) = \sigma_a</math></p> <p><math>g_c(n, \tau) = \frac{n/2}{1 - 0(n-2)} \frac{n!}{(1!)^2} (\tau/2)^{21}</math></p>                                                                               | <p><math>t_{fc} = g_c^{-1} t_{fst}</math></p>                                               |
|  | <p><math>\sigma(t) = \dot{\sigma} t</math></p>                                                                                                                                                                   | <p><math>t_{fd} = (n+1) f_{fst}</math><br/>with <math>\sigma_a = \sigma_{fd}</math></p>     |
|  | <p><math>\sigma(t) = \sigma_a + \dot{\sigma} t + \sigma_m \sin(\omega t)</math></p> <p><math>g_{cd} = \left[ \int_0^{t_{cd}} \sigma_{cd}^n(t) dt / \int_0^{t_{cd}} \sigma_d^n(t) dt \right]^{1/(n+1)}</math></p> | <p><math>t_{fcd} = g_{cd}^{-1} t_{fd}</math></p>                                            |

Fig. 4 - Comparison of fatigue testing modes

$$t_{fc} = g^{-1}(n, \tau) t_{fst}, \quad \tau = \sigma_a / \sigma_m \quad (1)$$

$$g = \sum_{k=0}^{n/2} \frac{n!}{k! (n-2k)!} (\tau/2)^{2k} \quad (2)$$

This function depends on the n-value and the ratio of stress amplitude to static stress level and shows no dependence on frequency (Fig. 5).

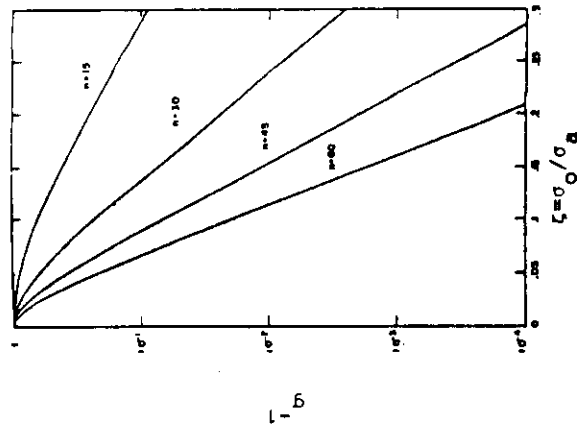


Fig. 5 Inverse g-function versus ratio of stress amplitude to static stress level

However there are some disadvantages occurring for static or cyclic testing.

1. There is only a small amount of samples which can be used for calculating and verifying the fatigue behaviour /4/. While some

mples break immediate at the moment of loading to the test  
ress another part withstands even long loading times.

. At high temperature in air where oxidation processes take  
ace a short dynamic test procedure is necessary if the time  
pendence of critical and subcritical parameters is not known.

e determination of the time dependence is only possible in a  
ort test. During the test time no change in microstructure should  
cur. Therefore it is advantageous to replace the static and  
clo-static test by a short dynamic or cyclodynamic test.

### 3. Dynamic fatigue

der dynamic loading, i.e.

$$\sigma(f) = \dot{\sigma} t \quad (14)$$

th constant loading rate  $\dot{\sigma}$ , equation (2) yields

$$B\sigma_{IC}^{n-2} = \dot{\sigma}^n t_{fd}^{n+1} / (n+1) \quad (15)$$

$t_{fd}$  is the dynamic time to fracture.

arranging and considering that the dynamic failure stress is  
ven by

$$\sigma_{fd} = \dot{\sigma} t_{fd} \quad (16)$$

. (14) can be written as

$$\sigma_{fd}^{n+1} = B(n+1)\dot{\sigma}^n t_{fd}^{n+1} \quad (17)$$

is relation gives a simple method for determination of the  
value. Plotting the logarithmic mean strength versus logarithmic  
ading rate gives a line with the slope  $1/(n+1)$

Fig. 6 shows the good agreement between theory and experiment.

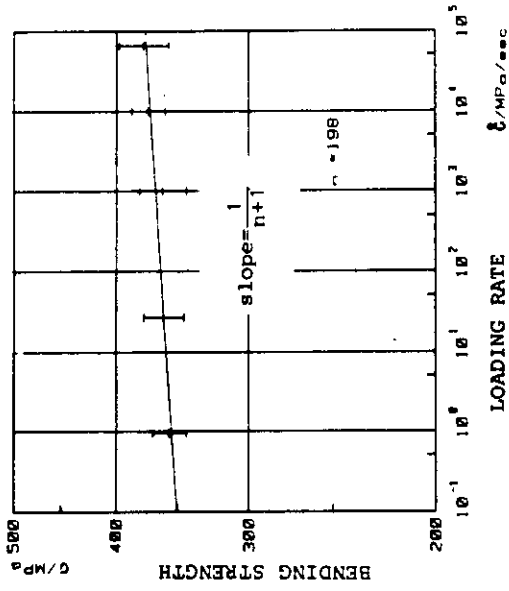


Fig. 6 Logarithmic plot of mean strength versus loading rate

The used material was a silicon infiltrated silicon carbide. The  
test temperature was 1200°C. The slope gives an n-value of about  
200. To get a reliable n-value the variation of loading rate sho  
be in the range of at least 3-4 orders of magnitude.

Dynamic testing has a further advantage in that the dynamic time  
to fracture  $t_{fd}$  and static life time  $t_{fst}$  are related if the sam  
failure stress is assumed (Sec. 4.5).

As in the case of static loading it may be of interest to superp  
a cyclic component to study cyclic fatigue effects /4/.

### 4.4. Cyclodynamic fatigue

Cyclodynamic loading is described by the expression

$$\sigma(t) = \dot{\sigma} t + \sigma_0 \sin \omega t \quad (18)$$

Integration according eq. (7) and a simple extension yields a similar relation as it is found in the cyclostatic case. The relation between cyclodynamic and dynamic time of fracture is given by the so called cyclo-dynamic g-function /5/.

$$t_{fcd} = g_{cd}^{-1}(t, \sigma_0/\dot{\sigma}, n) t_{fd} \quad (19)$$

$$g_{cd} = \left[ \frac{\int_0^{t_{cd}} \sigma_{cd}^n(f) df}{\int_0^{t_{fd}} \sigma_a^n(t) dt} \right]^{1/n+1} \quad (20)$$

The cyclodynamic time of fracture shows formally a relation similar to that found in the cyclostatic case. The cyclodynamic g-function is independent of frequency and dependent on time, the ratio of amplitude  $\sigma_0$  to loading rate  $\dot{\sigma}$  and the n-value.

The relation between cyclodynamic failure time  $t_{fcd}$  and dynamic failure time  $t_{fd}$  for a given set of loading rate, loading amplitude and n-value is shown by Fig. 7.

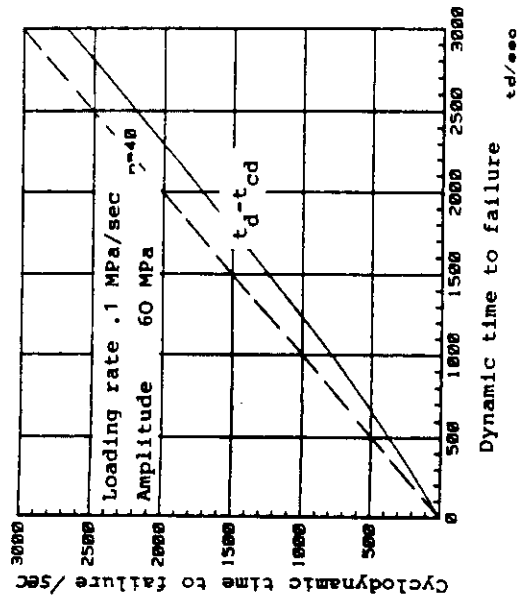


Fig. 7 Relationship between cyclodynamic and dynamic time of fracture

#### 4.5. SPT-Diagram (Strength-Probability-Time)

With the knowledge of n and a dynamic strength distribution possible to predict static life times /6/. This is done by called SPT-diagram /7/. Fig. 8 shows the survival probability plotted versus static stress for selected life times.

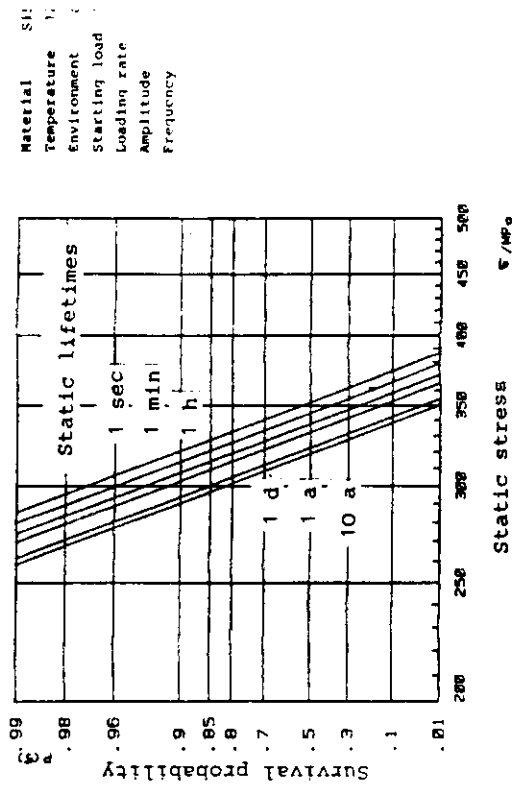


Fig. 8 SPT-diagram with life time as parameter

SPT-diagram does not account for variations of the Weibull with time /8/ but they are a useful tool for first life time considerations.

An example: For a static stress of 285 MPa the survival probability decreases from 99% at 1 sec to about 95% at a life time of 1 year. This is a high probability of surviving 1 year. This is due to high n-value because the higher the n-value the more the time lines shift together.

Another presentation of the SPI-relation is plotting static life time versus static stress for selected survival probabilities is shown in Fig. 9.

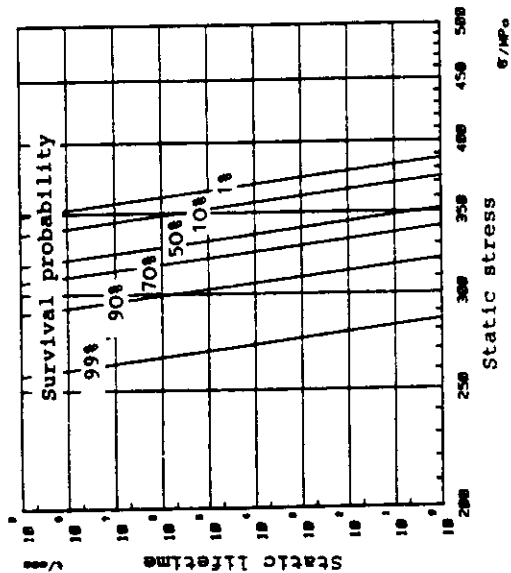


Fig. 9 SPT-diagram with survival probability as parameter

The slope of the survival lines are given by -n.

#### 5. Experimental

The fatigue-testing results of Sec. 6 were carried out with compact bending specimens, in a three point bending test of 24 mm span width. Specimen dimension were 30 x 7 x 3.5 mm<sup>3</sup>.

Fig. 10 gives a view over the experimental equipment. In the middle thy hydraulic drive with bending device mounted within an evacuable vessel is visible. On the left and right side is electrical and electronic equipment for driving, monitoring and data recording. Obviously the vessel can be filled with any gases which may not damage any exposed part. A look into the vessel (Fig. 10) shows the 3-point-bending-device with alumina bearings.

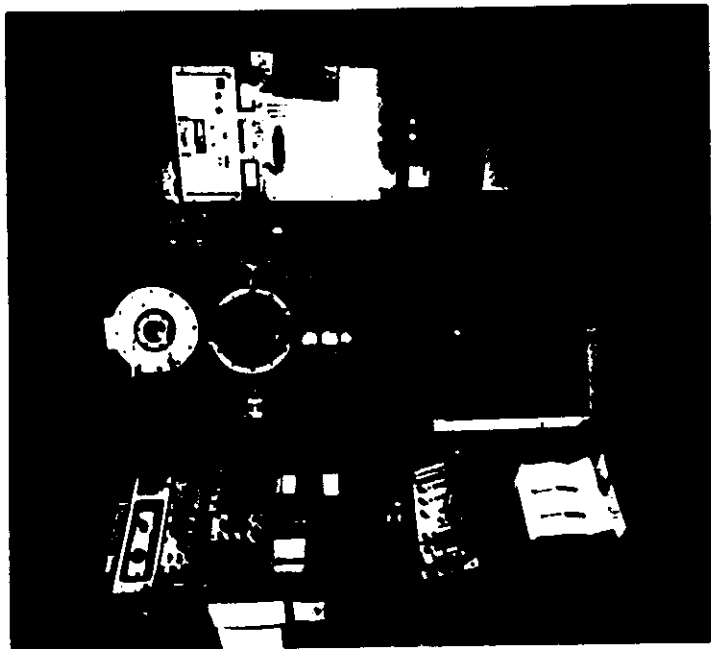
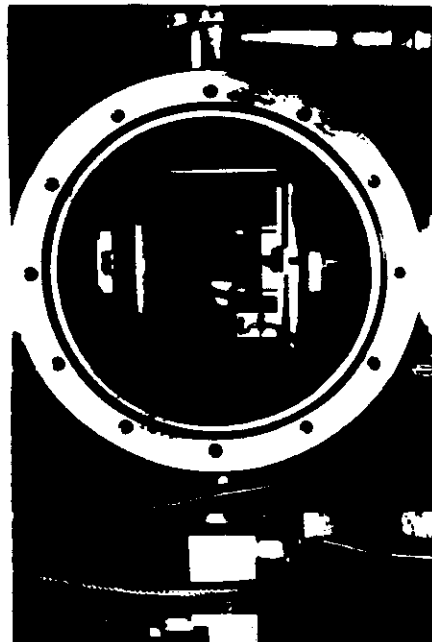


Fig. 10 Experimental equipment

Fig. 11 View into the vacuum vessel with water-cooling bending device



High temperatures are achieved by induction heating. The induction coil, bending device and other parts are water cooled.

## 6. Results

The presented results shall give an impression over the problems which occur with real ceramic materials under testing conditions. The selection is not complete in the sense that for each loading type of section 4 an example is shown and the scope of the presentation is not to discuss the results in detail.

### 6.1. Comparison of dynamic and cyclodynamic fatigue /9/

As an example for cyclodynamic fatigue testing Fig. 12-14 shows the fracture probability of four batches of alumina test specimens at 900°C in air. Three cyclodynamic strength distributions with the frequencies of 2, 20 and 200 Hz are compared with the one calculated from the measured dynamic strength distribution according eq. (18).

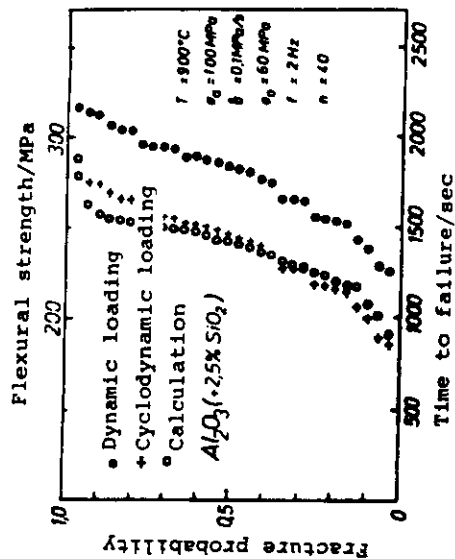


Fig. 12 Comparison of measured and calculated cyclodynamic times to failure

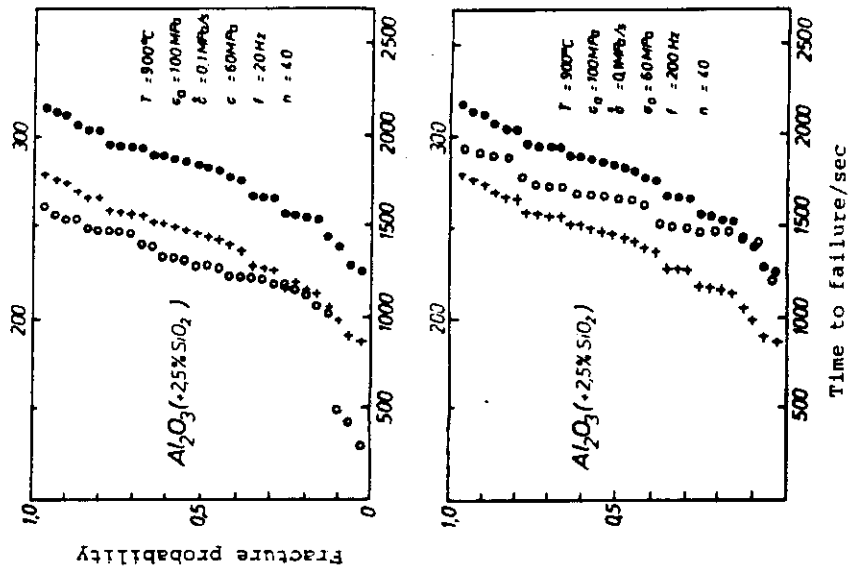


Fig 13,14 Comparison of measured and calculated cyclodynamic times to failure

Except for cyclic loading all the loading parameters were For cyclodynamic and dynamic fatigue testing the starting (t=0) was 100 MPa with a loading rate of 0.1 MPa/sec.

As can be seen, only at 2 Hz the calculated and measured s distributions agree fairly well. For the frequencies of 20 200 Hz prediction does not coincide with measurement. Devi cyclodynamic strength distribution to lower values at 2 Hz

higher ones at 200 Hz may be explained by viscoelastic reactions of the glassy phase at 900°C.

### 6.2. Time-dependent n-value

For non-oxide material the subcritical crack extension behaviour may be influenced at high temperatures and in certain environments by the change of microstructure parameters due to relaxation and oxidation processes during the time in service. Therefore the influence of exposure time on subcritical crack extension parameter for a Si-infiltrated SiC at 1200°C in air was examined. Fig. 15 shows the measured n-values as a function of exposure time.

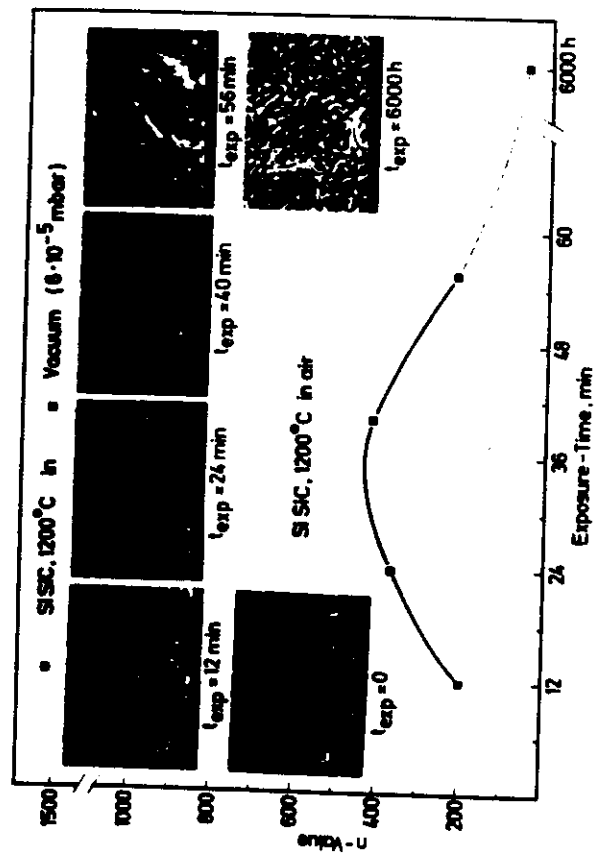


Fig. 15 n-value dependency on oxidation time

As can be seen, n increases to a maximum at about 36 min and then decreases. This behaviour can be explained by surface-oxidation and an interface reaction between glassy surface layer and the SiC-grains [10].

The time dependence of the n-value should be taken into account in a calculated cyclostatic strength distribution according to eq. 1, which is compared with a measured distribution for the same material, temperature and equilibrium.

### 6.3. Dynamic and cyclostatic fatigue of SiSiC

In Fig. 16 dynamic and cyclostatic strength distribution for the same material, temperature and equilibrium is shown in Fig. 14 presented. The calculated cyclostatic distribution is added.

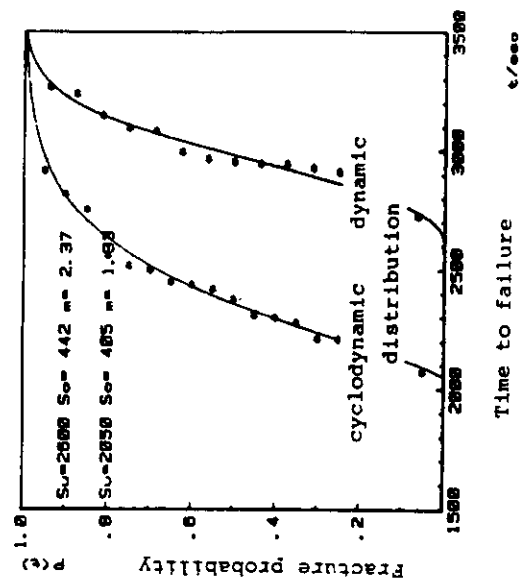


Fig. 16 Dynamic and cyclostatic strength distributions

For calculation, however, a constant n-value was used and the difference between dynamic and calculated cyclodynamic time of fracture is nearly constant. In this case the n-value decreases between 35 min and 1 hour. The result is an decreasing difference between dynamic and cyclodynamic times of fracture /11/. This is qualitatively verified by the measurement.

## 7. Conclusion

The fatigue behaviour of structural ceramics can be quantified on empirical and LEFM basis. At room temperature the predictions based on this semiempirical theory are in good agreement with measured data. At high temperature fatigue reactions occur which are dependent on material, equilibrium and loading type. If creep reaction can be neglected, fatigue behaviour may depend on viscoelastic reactions of a second phase or a change in the mechanism of subcritical crack extension. If time dependencies of subcritical or critical parameters are expected to change at high temperature, they should be well examined. If this is done life time predictions can be made more reliable.

## References

- /1/ W. Weibull  
A Statistical Theory of the Strength, Ingenieurwissenschaften, demien, Handl. Nr. 151 (1939).
- /2/ J.A. Griffith  
Philosophical Transactions of the Royal Society of London Series A, 221 (1920) 163-198
- /3/ A.G. Evans, E.R. Fuller  
Crack Propagation in Ceramic Materials Under Cyclic Loading Conditions, Met. Trans. 5 (1974) 27-33
- /4/ J. Mencik  
Rationalized Load and Life Time of Brittle Materials Comm. Am. Cer. Soc.; March 1984, 37-40
- /5/ A. Bornhauser, W. Tradinik, R.F. Pabst  
Zyklodynamische Messungen an Keramik als neue, effektivere Methode zur Messung von Frequenz- und Amplitudeneinflüssen bei zyklischer Belastung, Vorträge 13. Sitzung des Arbeitskreises für Bruchvorgänge, Hannover 1981

- /6/ R.W. Davidge, J.R. McLaren, G. Tappin  
Strength-Probability-Time (SPT) Relationships in Ceramics, J. Mat. Sc. 8 (1973) 1699-1705
- /7/ R.F. Pabst  
Möglichkeiten zur Charakterisierung der langsamen Rissbreitung bei keramischen Werkstoffen  
Ber. Dt. keram. Ges. 57 (1980) Nr. 1
- /8/ W. Tradinik, K. Kromp, R.F. Pabst  
A Combination of Statistics and Subcritical Crack Extension, Mat. Sc. Eng., 56 (1982) 39-46
- /9/ S. Lauf, V. Gerold, R.F. Pabst  
Über die dynamische und zyklodynamische Ermüdung bei keramischen Werkstoffen im Raum- und Hochtemperaturbereich, Abhandlungen des DVM, Darmstadt, 1983, 35-70
- /10/ S. Lauf, R.F. Pabst, G. Popp, W. Heider  
Änderung des Ermüdungsverhaltens durch Oxidationsreaktionen bei hohen Temperaturen in SiSiC  
Fortschrittsberichte der DKG 1
- /11/ S.  
Dissertation, Universität Stuttgart, 1985



**DVM**

**DEUTSCHER VERBAND FÜR MATERIALPRÜFUNG E. V.**

Geschäftsstelle Unter den Eichen 87 1000 Berlin 45 ☎ 10 309 811 37 66

**ÜBER DIE DYNAMISCHE UND ZYKLODYNAMISCHE ERMÜDUNG BEI KERAMISCHEN WERKSTOFFEN IM RAUM- UND HOCHTEMPERATURBEREICH**

S. LAUF, V. GEROLD, R.F. PABST

Max-Planck-Institut für Metallforschung und Institut für Metallkunde, Seestraße 75, 7000 Stuttgart 1

### 1. Einleitung

Der erfolgreiche Gebrauch keramischer Werkstoffe hängt unter anderem von der materialspezifischen Kennzeichnung der Festigkeit ab. Es ist gerade der Mangel an zuverlässigen Daten, die den Einsatz von Keramiken zu einem Risiko werden lassen. Zudem zeigen diese Werkstoffe eine große Streuung der Festigkeitswerte, wobei unterkritisches Rißwachstum während der Belastung eine Rolle spielt. Dies bewirkt eine große Unsicherheit in der Bestimmung der Lebensdauer keramischer Konstruktionen. Phänomenologisch kann man den kritischen oder katastrophalen Bruch von der unterkritischen Rißausbreitung unterscheiden, die im allgemeinen dann in einen katastrophalen Bruch übergeht, wenn der Riß eine kritische Größe erreicht hat.

Im Raumtemperaturbereich wird die unterkritische Rißausbreitung auf die Einwirkung eines polaren Umgebungsmediums wie Wasser oder Wasserdampf auf die Rißspitze zurückgeführt [1]. Bei hohen Temperaturen spielen zunehmend Vorgänge in der Bindephease zwischen den Keramikkörnern eine Rolle, die durch Oxidation, Diffusion oder Kriechen hervorgerufen werden und das unterkritische Rißwachstum zusätzlich beeinflussen.

Unterkritisches Rißwachstum kann z. B. an DT-Proben direkt untersucht werden [2]. Hier handelt es sich um eine Makrorißausbreitung. Die unterkritische Rißausbreitung findet jedoch auch an Mikrorissen statt. Sie verringert die Lebensdauer einer belasteten Probe. Im Gegensatz zu den Metallen kann man für die Ermüdung vier Belastungsfälle unterscheiden:

- a) konstante Last (statische Ermüdung),
- b) zeitlich ansteigende Last (dynamische Ermüdung),
- c) konstante Last mit überlagerter Wechsellast (zyklostatische Ermüdung).

Deutscher Verband für Materialprüfung e.V.

55

### FESTIGKEIT KERAMISCHER WERKSTOFFE

Abschlußkolloquium im Schwerpunktprogramm  
der

DEUTSCHEN FORSCHUNGSGEMEINSCHAFT

in Zusammenarbeit mit dem  
DEUTSCHEN VERBAND FÜR MATERIALPRÜFUNG E. V.

am 24. und 25. Februar 1983  
an der Technischen Hochschule Darmstadt

### Bibliothek

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

- d) zeitlich ansteigende Last mit Überlagerter Wechsellast (zyklodynamische Ermüdung).

Dabei kann angenommen werden, daß bezüglich der Art der Schädigung (Ermüdung) kein prinzipieller Unterschied zwischen zyklischer und nicht-zyklischer Belastung besteht. Dies geht beispielsweise aus der Untersuchung der Rißausbreitung an einer DT-Probe hervor, in der die Geschwindigkeit eines sich ausbreitenden makroskopischen Risses bei statischer Belastung mit und ohne Überlagerung einer Wechsellast untersucht wurde [3]. Die durch die Wechsellast hervorgerufene Erhöhung der Rißgeschwindigkeit konnte mit Hilfe der Daten der konstanten Belastung berechnet und sehr genau vorhergesagt werden.

Das Ziel der vorliegenden Untersuchungen war es, zunächst für den Fall der Ermüdung von ungekerbten Proben festzustellen, ob hier ebenfalls die durch die Überlagerung einer zyklischen Last hervorgerufene Änderung der Lebensdauer einer belasteten Probe vorhergesagt werden kann und ob dies für die Verhältnisse bei hoher Temperatur ebenfalls noch der Fall ist.

## 2. Wahl der Versuchsführung

Wegen der Sprödigkeit des Materials lassen sich von den vier genannten Möglichkeiten die statische und zyklostatische Ermüdung relativ schlecht untersuchen. Im allgemeinen brechen die Proben meist sofort bei der Belastung oder sie halten für eine sehr lange Zeit der Belastung stand. Daraus folgt, daß eine sehr große Probenzahl getestet werden muß, wenn eine genaue Verteilung der Bruchzeiten erfaßt werden soll. Für die folgende Untersuchung wurde daher die dynamische und die zyklodynamische Ermüdung verwendet [4]. Neben der Probenökonomie besteht der wesentliche Vorteil darin, daß es sich bei diesen Methoden um Kurzzeitversuche (< 2000 s) handelt, wodurch andere Einflüsse wie Oxidation, Gefügeveränderungen oder Kriechprozesse gering gehalten werden können. Bild 1 zeigt schematisch die Versuchsführung und die zu erwartenden Effekte. Bei der dynamischen Ermüdung werden die Proben mit konstanter Belastungsgeschwindigkeit im Dreipunkt-Biegeversuch bis zum Bruch getestet. Dabei

wird in allen Diagrammen die Last in die dabei auftretende maximale Zugspannung  $\sigma$  der ungekerbten Biegeprobe umgerechnet. ergibt sich in Bild 1 die folgende Versuchsführung: Die Proben werden mit einer kleinen Spannung  $\sigma_a$  vorbelastet und anschließend mit konstanter Belastungsgeschwindigkeit ( $\dot{\sigma}$ ) bis zum Bruch belastet und die Bruchzeit  $t_d$  statistisch erfaßt. Der Index steht dabei für die dynamische Versuchsführung. Aus  $\sigma_a$ ,  $\dot{\sigma}$  und  $t_d$  kann die Bruchspannung  $\sigma_{B,d}$  berechnet werden [4]. Nehmen wir an, daß in den Proben während der Belastung keine unterkritische Rißausbreitung stattfindet, so wird die Probe im Bereich der Linie 1'-2' in Bild 1 brechen, die durch das horizontale Streuband A der Bruchfestigkeit der Proben charakterisiert ist. Jedoch während der Belastung ein unterkritisches Rißwachstum statt, so wird das Streuband A in das Streuband B übergehen, dessen Lage von der Versuchszeit abhängt. Die Bruchspannung in Abhängigkeit von der Versuchsgeschwindigkeit ( $\dot{\sigma}$ ) erniedrigt sich und die Probe geht längs der Linie 1-2 zu Bruch. Selbstverständlich ist das Diagramm nur schematisch zu verstehen, da die Senkung der Bruchspannung nicht nur von der Zeit sondern vor allem von der dabei auftretenden Belastung abhängt. Ein unterkritisches Rißwachstum von Mikrorissen wird erst bei Belastungen unmittelbar vor Erreichung von  $\sigma_{B,d}$  auftreten und diesen Wert geringfügig verringern. Daraus folgt beispielsweise, daß  $\sigma_{B,d}$  mit abnehmender Belastungsgeschwindigkeit deutlich kleiner wird, wenn unterkritisches Rißwachstum auftritt. Dabei müssen sich allerdings die Belastungsgeschwindigkeiten um einen Faktor 10 bis 100 unterscheiden.

Im vorliegenden Fall soll jedoch nicht diese Abhängigkeit untersucht werden, sondern vielmehr die Änderung der Bruchzeit bzw. der Bruchspannung, wenn während des Versuchs zusätzlich eine Wechsellast aufgebracht wird, die eine Spannungsamplitude  $\sigma_a$  hat (Bild 1). Dabei sei die Frequenz so groß, daß mindestens 1000 Zyklen während der Versuchszeit stattfinden. Ohne unterkritisches Rißwachstum würde man erwarten, daß die jetzt auftretenden Bruchzeiten  $t_{2,d}$  ( $t_d$  = zyklodynamisch) durch die Linie 3'-4' in Bild 1 bestimmt werden. Diese Linie ist im Vergleich

Linie 1'-2' um das Zeitintervall

$$\Delta t_0 = \sigma_0 / \dot{\sigma} \quad (1)$$

verschoben.

Durch das unterkritische Ribwachstum vor dem Bruch wird die Linie 3'-4' jedoch in die Position 3-4 verschoben. Durch die Krümmung des Streubandes B in Bild 1 entstehen jetzt die Zeitintervalle  $\Delta t_1$  an der unteren und  $\Delta t_2$  an der oberen Bandgrenze, wobei  $\Delta t_1 < \Delta t_2 < \Delta t_0$  sein müßte.

Ziel der Untersuchungen ist es, das zyklodynamische Verhalten der Proben auf Grund der Kenntnisse des dynamischen Verhaltens und der Gesetzmäßigkeit des unterkritischen Ribwachstums vorherzusagen und mit den experimentellen Ergebnissen zu vergleichen.

### 3. Zusammenhang zwischen dynamischer und zyklodynamischer Ermüdung

Zum Verständnis des Einflusses der unterkritischen Ribausbreitung auf die dynamische Ermüdung wird von dem Zusammenhang zwischen Ribgeschwindigkeit  $v$  und Spannungsintensitätsfaktor  $K_I$  für einen makroskopischen Rib Gebrauch gemacht. Dieser Zusammenhang kann wie folgt formuliert werden:

$$v = AK_I^n \quad (2)$$

Dabei sind  $A$  und  $n$  Parameter der Ribausbreitung. Bei Keramiken liegt  $n$  zwischen 20 und  $\infty$ .  $K_I$  ist definiert als  $K_I = \sigma \sqrt{a}$ , wobei  $\sigma$  die Spannung,  $a$  die Riblänge und  $\sqrt{}$  eine Korrekturfunktion ist, die von der Probengeometrie abhängt. Überträgt man formal diese Abhängigkeit auf Mikrorisse einer unbekannten Ausgangsriblänge  $a_0$ , so kann für einen Dreipunkt-Biegeversuch ein Zusammenhang hergestellt werden zwischen dem Parameter  $n$ , der Belastungsgeschwindigkeit  $\dot{\sigma}_1$  und der Bruchspannung  $\sigma_{B1}$ , der lautet [5]

$$\ln(\sigma_{B1}/\sigma_{B2}) = \ln(\dot{\sigma}_1/\dot{\sigma}_2)/(n+1) \quad (3)$$

Deutscher Verband für Materialprüfung e.V.

58

Für die Zahlenwerte  $n+1 = 50$  und  $\dot{\sigma}_1/\dot{\sigma}_2 = 100$  erhält man beispielsweise  $\sigma_{B1}/\sigma_{B2} = 1.095$ . Wendet man diese Zusammenhänge in ähnlicher Weise auf die dynamische und zyklodynamische Ermüdung an, so erhält man in Anlehnung an Evans und Fuller [3] eine g-Funktion, die den Zusammenhang zwischen den Bruchzeiten  $t_{zd}$  und  $t_d$  der zyklodynamischen und der dynamischen Versuchsführung beschreibt:

$$t_{zd} = t_d/g \quad (4)$$

Die Größe  $g$  ist definiert als

$$g = \left[ \frac{t_{zd}}{\int_0^{t_{zd}} \sigma_{zd}^n(t) dt} \right]^{1/n+1} \int_0^{t_{zd}} \sigma_d^n(t) dt \quad (5)$$

Für den dynamischen und den zyklodynamischen Versuch gelten jeweils die Beziehungen (Bild 1)

$$\sigma_d(t) = \sigma_a + \dot{\sigma} t \quad (6)$$

$$\sigma_{zd} = \sigma_a + \dot{\sigma} t + \sigma_0 \sin \omega t \quad (7)$$

Für den Fall  $\omega t_{zd} \gg 1$  hat die Frequenz  $\omega$  auf die Lebensdauer keinen Einfluß. Es läßt sich zeigen, daß die Funktion  $g$  nur von den drei Parametern  $n$ ,  $\sigma_0/(\dot{\sigma} t_{zd})$  und  $\sigma_a/(\dot{\sigma} t_{zd})$  abhängt. Als Beispiel ist in Bild 2 der Zusammenhang zwischen der Differenz  $\Delta t = t_d - t_{zd}$  als Funktion von  $t_{zd}$  für verschiedene  $n$ -Werte wiedergegeben. Dabei sind  $\sigma_0/\dot{\sigma} = 600$  s und  $\sigma_a/\dot{\sigma} = 1000$  s gesetzt worden. Wie man sieht, ist die zeitliche Verschiebung  $\Delta t$  wesentlich kleiner als  $\Delta t_0 = \sigma_0/\dot{\sigma} = 600$  s. Dieser Wert wäre ohne unterkritisches Ribwachstum zu erwarten ( $n \rightarrow \infty$ ).

### 4. Werkstoffe und experimentelle Methode

Für die Untersuchungen wurde einmal  $Al_2O_3$  mit etwa 2,5 Vol.-%  $SiO_2$ , zum anderen ein Si-infiltriertes reaktionsgebundenes SiC-Material (sogen. Refel) verwendet. Nähere Einzelheiten finden sich in Tabelle 1. Beide Werkstoffe lassen bei hohen Tempera-

Deutscher Verband für Materialprüfung e.V.

59

turen wegen der Glasphase  $\text{SiO}_2$  bzw. des Siliziums plastische Vorgänge in der Keramik erwarten, die viskosem Fließen bzw. Kriechvorgängen vergleichbar sind. Es ist daher zu erwarten, daß die im vorherigen Abschnitt dargestellten Zusammenhänge nicht mehr gelten. Es ist vielmehr ein Einfluß der Frequenz auf die Bruchzeit  $t_{\text{zd}}$  des zyklodynamischen Versuchs zu erwarten.

Die für die Versuche verwendeten Proben hatten eine Abmessung von  $35 \times 7 \times 3,5 \text{ mm}^3$ . Sie wurden im Dreipunkt-Biegeversuch mit konstanter Belastungsgeschwindigkeit gebrochen. Wegen der Streuung der Meßergebnisse wurde jeder Versuch mit etwa 15 bis 25 Proben durchgeführt und die Versuche statistisch erfaßt.

Zunächst wurde das Refel-Material bei Raumtemperatur und bei  $1200^\circ\text{C}$  studiert. Die Proben wurden jeweils zu Beginn mit  $\sigma_a = 105 \text{ MPa}$  vorbelastet und anschließend mit einer Belastungsgeschwindigkeit von  $0,22 \text{ MPa/s}$  gebrochen. Die Bruchzeit  $t_d$  wurde jeweils registriert. Bei den zyklodynamischen Versuchen betrug die Amplitude der überlagerten Wechsellastung  $\sigma_0 = 21 \text{ MPa}$ . Es wurden jeweils drei solche Versuchsserien mit den Frequenzen 2, 20 und  $180 \text{ Hz}$  durchgeführt.

Nach Gl. (1) ergibt sich eine maximal mögliche zeitliche Verschiebung  $\Delta t_0$  zwischen den dynamischen und zyklodynamischen Versuchen von etwa  $95 \text{ s}$ . Um diese Zeitdifferenz auf  $600 \text{ s}$  zu erhöhen, wurde bei  $\text{Al}_2\text{O}_3$  mit einer geringeren Belastungsgeschwindigkeit von  $\dot{\sigma} = 0,1 \text{ MPa/s}$  und einer höheren Amplitude  $\sigma_0 = 60 \text{ MPa}$  gearbeitet. Die Anfangsbelastung betrug  $\sigma_a = 100 \text{ MPa}$ . Die Versuche wurden nur bei  $900^\circ\text{C}$  durchgeführt.

Der für die unterkritische Rißausbreitung charakteristische Parameter  $n$  wurde in unabhängigen dynamischen Versuchen mit unterschiedlichen Geschwindigkeiten  $\dot{\sigma}$  entsprechend Gl. (3) bestimmt. Die Meßergebnisse sind in Tabelle 1 mit aufgeführt.

## 5. Versuchsergebnisse

### 5.1 SiC(IF) bei Raumtemperatur

Die Ergebnisse der vier Versuchsserien sind in Bild 3 dargestellt. Die dynamischen Versuche sind durch die ausgefüllten Punkte und die ausgezogene Kurve wiedergegeben. Da bei diesem Material keine unterkritische Rißausbreitung nachgewiesen werden konnte ( $n = \infty$ ), sollten die Ergebnisse der zyklodynamischen Versuche um das in Gl. (1) angegebene Zeitintervall  $\Delta t_0 = 95 \text{ s}$  verschoben sein. Die gestrichelte Linie stellt diese Verschiebung dar. Wie man sieht, streuen alle experimentellen Ergebnisse unabhängig von der benutzten Frequenz um diese gestrichelte Kurve. Es läßt sich keine systematische Abweichung feststellen. Zum Vergleich sind an der Oberkante des Diagramms die zugehörigen Bruchspannungen eingetragen. Für die zyklodynamischen Proben sind dies jedoch nur die Mittelspannungen. Die erreichten maximalen Spannungen liegen um  $\sigma_0 = 21 \text{ MPa}$  höher.

### 5.2 SiC(IF), Messungen bei $1200^\circ\text{C}$

Die Ergebnisse dieser Versuchsserien sind in Bild 4 wiedergegeben. Da in diesem Fall eine unterkritische Rißausbreitung vorhanden ist ( $n = 56$ ), werden die zyklodynamischen Versuchsergebnisse längs einer gestrichelten Kurve erwartet, deren Abstand von der ausgezogenen Kurve kleiner ist als  $\Delta t_0$  (gepunktete Kurve). Im Gegensatz zu den Raumtemperaturexperimenten findet man hier einen deutlichen Einfluß der Frequenz und damit eine Aufspaltung der Versuchsergebnisse. Bei  $2 \text{ Hz}$  ist die Streuung der Meßpunkte sehr groß. Bei  $20 \text{ Hz}$  liegen fast alle Punkte zwischen der gestrichelten und der gepunkteten Linie. Die meisten Proben brechen früher, als der gestrichelten Kurve entspricht. Im Gegensatz dazu brechen die mit  $180 \text{ Hz}$  beanspruchten Proben etwa zur gleichen Zeit wie die nur dynamisch beanspruchten (ausgefüllte Punkte), also bei erheblich größeren Zeiten als bei den anderen beiden Frequenzen.

### 5.3 $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2$ , Messungen bei $900^\circ\text{C}$

Die Ergebnisse sind in Bild 5 zu sehen. Die Darstellung ist analog wie in Bild 4. Auch hier ist ein deutlicher Einfluß der

Frequenz festzustellen. Bei 2 Hz streuen die Punkte um die gestrichelte Kurve, bei 20 Hz sind sie zu kleineren Zeiten und bei 200 Hz zu größeren Zeiten verschoben.

## 6. Diskussion

Zur Vereinfachung der Diskussion wurde aus jeder Versuchsserie eine mittlere Bruchzeit und die damit korrespondierende Bruchspannung berechnet und in Bild 6 dargestellt. Für das bei Raumtemperatur untersuchte Si-SiC wurde im Rahmen der beschränkten Meßgenauigkeit entsprechend den Vorhersagen keine Frequenzabhängigkeit der Lebensdauer gefunden. Die im Vergleich zur Vorhersage zu niedrigen experimentellen Bruchzeiten liegen vermutlich noch im Bereich der Streuung. Bei der Versuchstemperatur 1200°C ergibt sich bereits ein Einfluß der Frequenz auf die Lebensdauer, der bei  $Al_2O_3$  (900°C) wegen der anderen Versuchsführung noch deutlicher zum Ausdruck kommt. In beiden Fällen findet man für 180 bzw. 200 Hz die längsten Lebensdauern, die deutlich größer sind, als die Berechnung ergibt. Dies deutet darauf hin, daß eine überlagerte Wechsellast bei dieser hohen Frequenz nur einen geringen Einfluß auf die Lebensdauer und damit auf die unterkritische Rißausbreitung hat. Die Ursache hierfür dürfte bei den mikroplastischen Vorgängen zu suchen sein, die für die unterkritische Rißausbreitung geschwindigkeitsbestimmend sind. Bei 20 Hz scheint die unterkritische Rißausbreitung dagegen durch die Wechsellast beschleunigt zu werden. Weiterhin fällt vor allem in Bild 5 auf, daß die Verteilungskurven der zyklodynamischen Versuche im Vergleich zum dynamischen Versuch alle steiler verlaufen. Ein genaueres Verständnis dieser Phänomene wird jedoch erst dann möglich sein, wenn der Einfluß einer Schwingung auf das unterkritische Rißwachstum an einem makroskopischen Riß direkt beobachtet werden kann [6].

## Literatur

- [1] R.F. Pabst, G. Wichmann, G. Elssner, Mechanical Properties of Biomaterials, Chap. 17, 219-226, Ed. W. Hastings, D.F. Williams 1980
- [2] Li-shing Li, J.M. Welck, R.F. Pabst, Berichte der DKG 5/, 5-9, 1980
- [3] A.G. Evans, E.R. Fuller, Met. Trans. 5 (1974) 27-33
- [4] A. Bornhauser, W. Tradinik, R.F. Pabst, Bruchvorgänge 13, DVM, 72-82, Hannover 1981
- [5] R.J. Charles, W.B. Hillig, Symposium on Mechanical Strength, Florence, Italy, 1961, p. 25-29
- [6] A. Bornhauser, H. Schmid, K. Kromp, R.F. Pabst, Proc. 4th European Conference on Fracture, Leoben, Österreich, 1982, p. 625-634

Tabelle 1. Untersuchte keramische Werkstoffe

| Material        | Vol. %   | d            | $K_{IC}$ (23°C) | n-value       |
|-----------------|----------|--------------|-----------------|---------------|
| 1. Phase        | 2. Phase | $\mu m$      | $MN/m^{3/2}$    | $n(I)$        |
| SiC (IF)        | 13,1     | { 3,1<br>7,3 | 4,2             | $\infty$ (RI) |
| Refel           |          |              |                 | 56 (1200°C)   |
| $Al_2O_3+SiO_2$ | 2,5      | 9            | 3,8             | 40 (900°C)    |

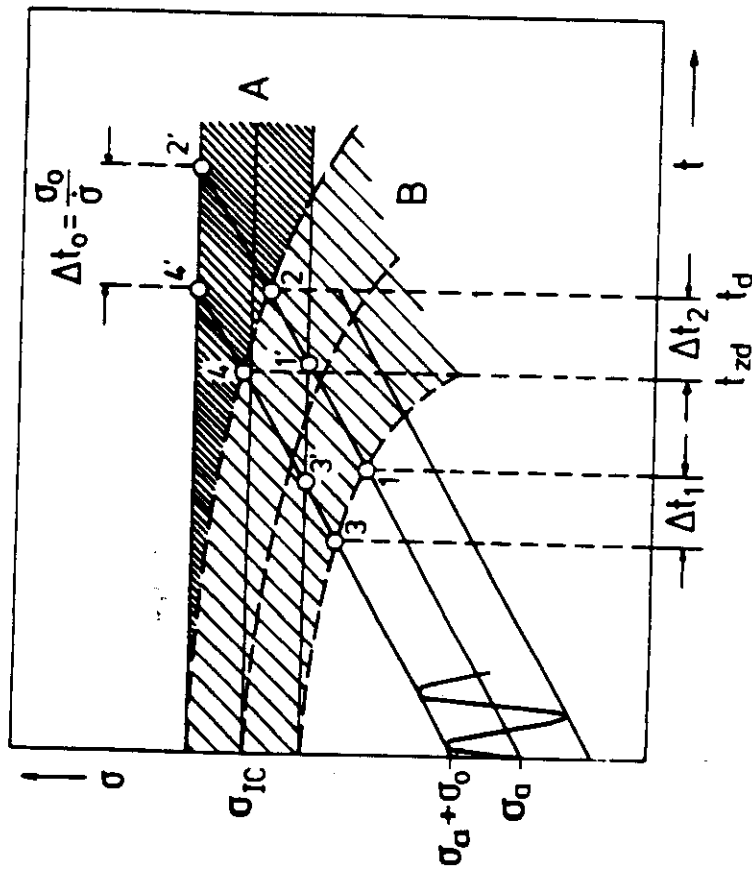


Bild 1. Schematische Darstellung des Einflusses der unterkritischen Riausbreitung auf die Lebensdauer bei dynamischen bzw. zyklodynamischen Versuchen.

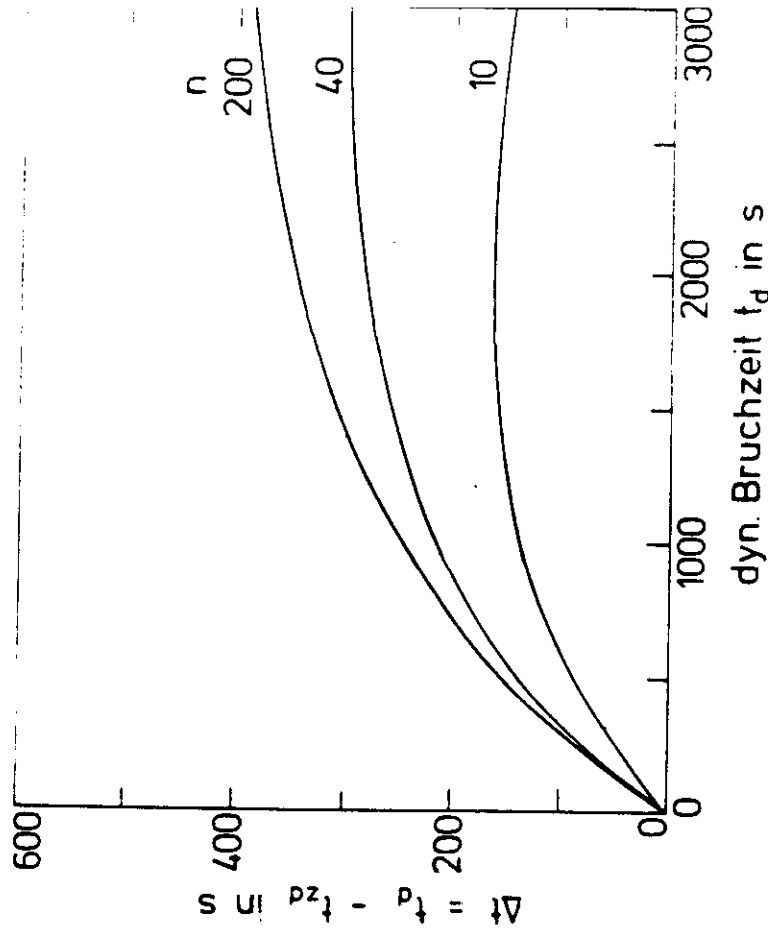


Bild 2. Zeitdifferenz  $\Delta t$  zwischen dynamischem und zyklodynamischem Versuch als Funktion der dynamischen Lebensdauer  $t_d$  und dem Riausbreitungsparameter  $n$ . Fr  $n = \infty$  ist  $\Delta t = 600$  s.

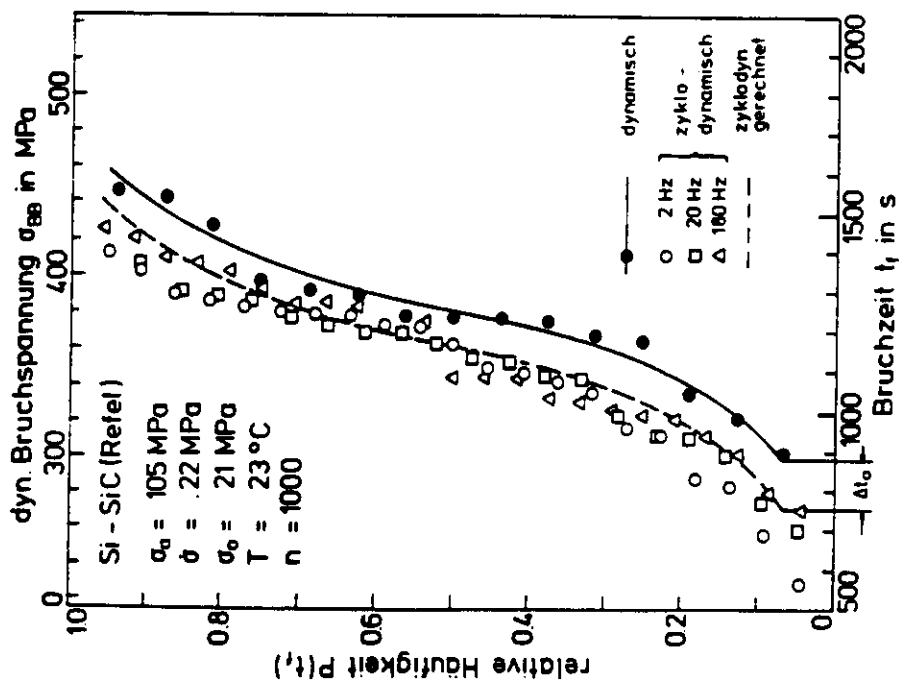


Bild 3. Dynamische und zyklusdynamische Ermüdung von Si-SiC bei Raumtemperatur

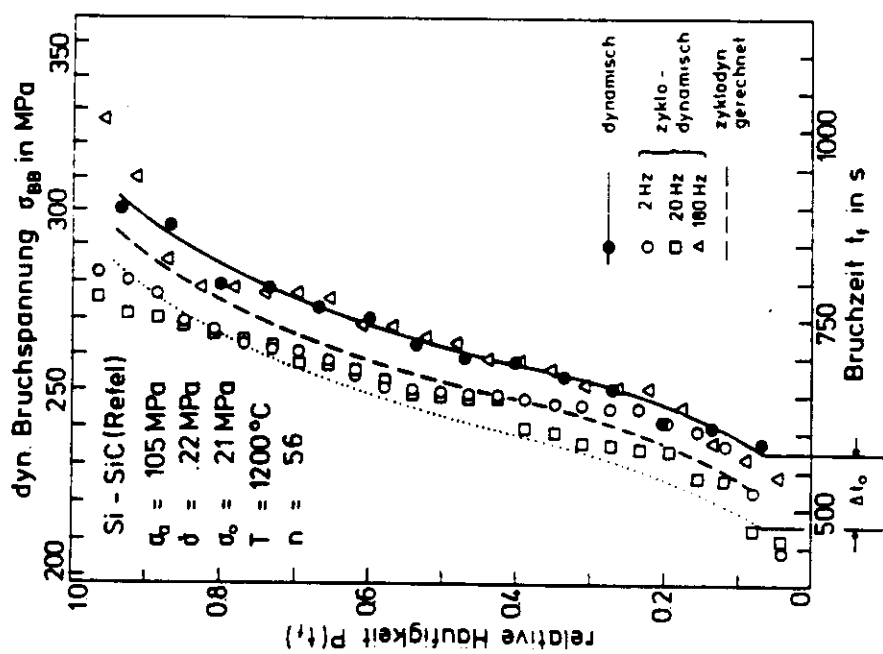


Bild 4. Dynamische und zyklusdynamische Ermüdung von Si-SiC bei 1200 °C.

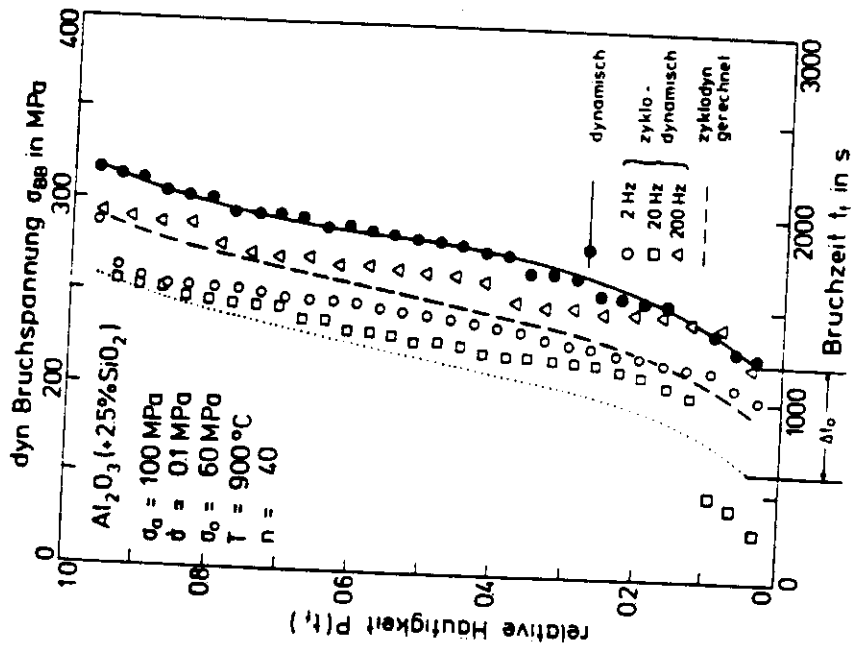


Bild 5. Dynamische und zyklodynamische Ermüdung von  $Al_2O_3$  bei  $900^\circ\text{C}$ .

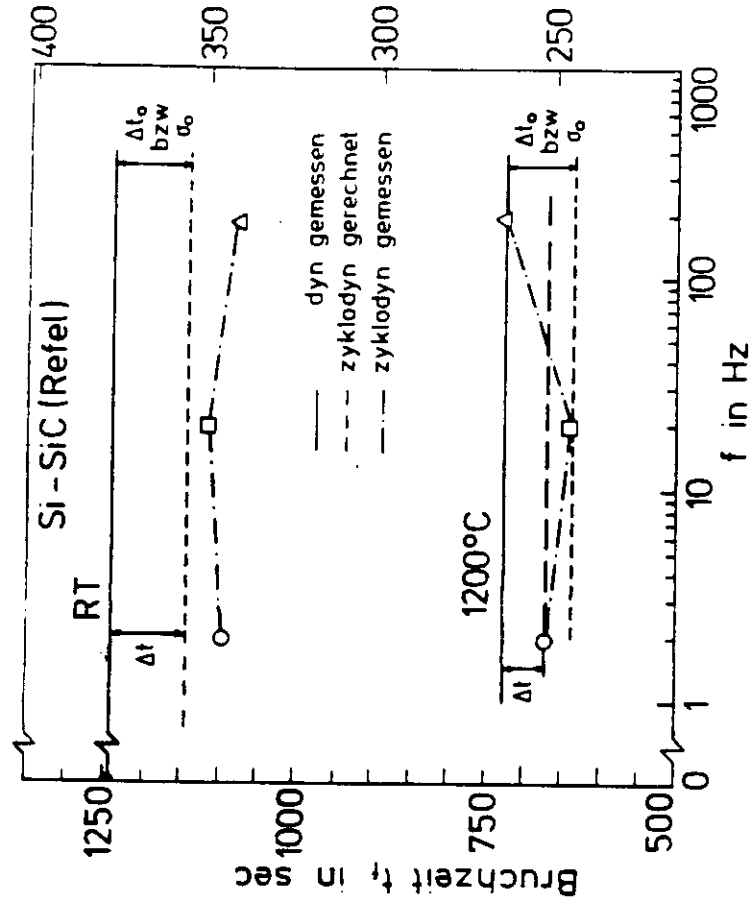


Bild 6a. Mittelwerte der Bruchzeiten aus den Bildern 3 und 4.

Über die Abhängigkeit bruchmechanischer Kenngrößen keramischer Werkstoffe von Verformungsverhalten und Belastungsgeschwindigkeit  
R.F. Fabst, T. Haug, G. Popp und K. Kromp, Max-Planck-Institut für Metallforschung, Stuttgart

# 1. Einleitung

Auch bei keramischen Werkstoffen läßt sich ein nichtlineares Verformungsverhalten feststellen. Analog zu ähnlichem Verhalten bei metallischen Werkstoffen kann man fragen, inwieweit die im spröden Zustand gültigen linear-elastischen Beziehungen anwendbar bleiben bzw. ob der linear-elastische Formalismus weiterhin die Ermittlung materialspezifischer Kenngrößen erlaubt. Hiermit verbunden ist die Frage nach der Existenz einer plastischen Zone mit wohldefinierter Begrenzung im Zusammenhang mit ebener Dehnung und ebener Spannung. Ließe sich beispielsweise eine Streckgrenze definieren, so könnte man nach Maßgabe der Größe der plastischen Zone eine Rißlängenkorrektur einführen, so daß die linear-elastischen Beziehungen formal weiter gültig bleiben. Bisherige Untersuchungen, etwa anhand von Rißfrontkrümmungen bei stark nichtlinearem Verformungsverhalten  $/1/$ , weisen jedoch darauf hin, daß keine plastischen Zonen analog zu metallischen Werkstoffen angenommen werden dürfen. Es wird praktisch immer eine annähernd gerade Rißfront gefunden. Damit wird es fraglich, ob man bei keramischen Werkstoffen wie bei Metallen von ebener Dehnung und ebener Spannung und entsprechenden plastischen Zonen reden darf. Es handelt sich vielmehr um einen irreversiblen Verformungsvorgang.

Im weiteren sollen unter nichtlinearem Verhalten plastischer Verformung und quasi-plastische Verformung zusammengefaßt werden - unter plastischer Verformung seien Versetzungsgleiten, Kriechmechanismen und viskosen Fließen, unter quasi-plastischer Verformung Mikrorißausbreitung und spannungsinduzierte Umwandlung verstanden.

Nichtlineares Verhalten kann als Energiestreuereproß an der Rißfront aufgefaßt werden. Das Ausmaß der Energiestreuung kann durch Einführen spezieller Versuchsbedingungen untersucht werden. Als Maß für diese Energiestreuung kann der Rißwiderstand herangezogen werden - mit ansteigender Rißwiderstandskurve wächst die Energiestreuung. Die Versuchsbedingungen können so variiert werden, daß sie die Energiestreuung nahezu unterdrücken ( $K_{IC}$ -Test, bzw. querhauptge-

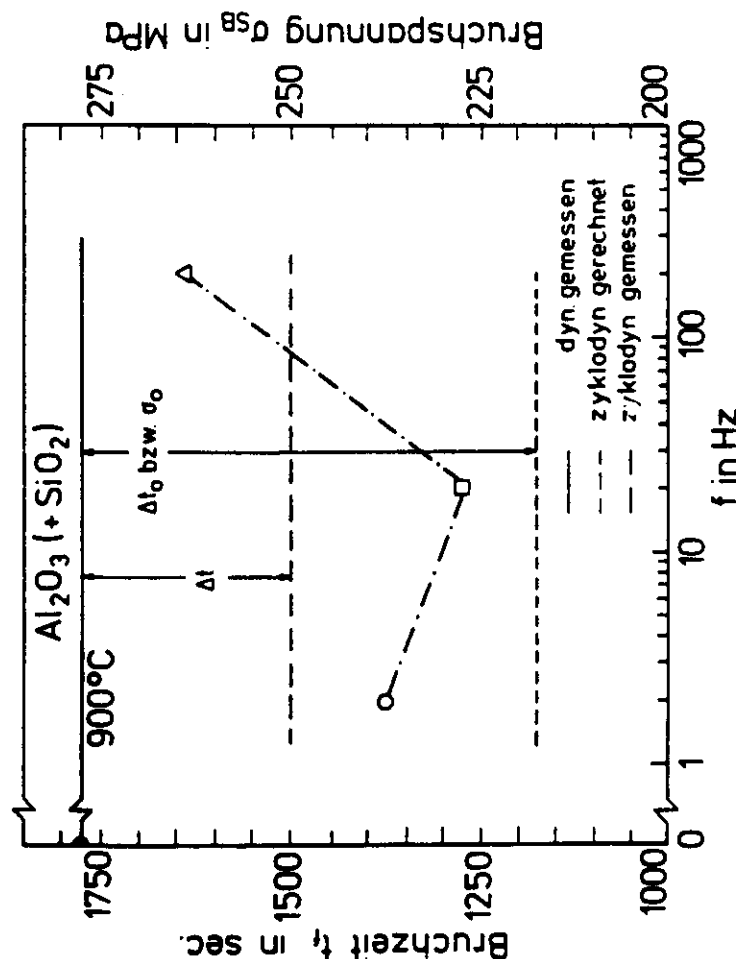


Bild 6b. Mittelwerte der Bruchzeiten aus Bild 5.

EVALUATION OF CRITICAL AND SUBCRITICAL CRACK  
EXTENSION PARAMETERS WITH BIO CERAMICS

A. Bornhauser, K. Kromp and R.F. Pabst

Max-Planck-Institut fuer Metallforschung, Institut  
fuer Werkstoffwissenschaften, Stuttgart, F.R.G.

SUMMARY

Subcritical ( $n, A$ ) and critical ( $K_{IC}$ ) crack extension parameters were measured with an  $Al_2O_3$  bioceramic to determine the life time  $t_f$  under an applied load  $\sigma_a$ . The subcritical parameters were evaluated from double torsion experiments (macrocrack extension) and, for comparison, by dynamic fatigue in a compact bending test (microcrack extension).  $K_{IC}$  were measured in vacuum in a four-point-bending-test. The high standard deviation of the results is due to the inhomogeneous microstructure of the ceramic used. Life time predictions must therefore be cautiously handled.

INTRODUCTION

The use of bioceramic joint substitutes requires a material specific strength characterisation which is independent of specimen size and test procedure. This is best effected by using fracture mechanics, where the strength behaviour is described by stress intensity factors (Pabst 1972).

Although ceramic materials are very brittle, subcritical crack extension in moist environments is of great importance. In order to obtain life time predictions of ceramic joint substitutes under load in a physiological environment, the subcritical crack extension parameters  $n$  and  $A$  and the critical stress intensity  $K_{IC}$  are needed. This paper deals with the determination of  $n$ ,  $A$  and  $K_{IC}$  and the life time  $t_f$  for an applied stress  $\sigma_a$ .

MATERIAL

The material properties are given in table 1.

TABLE 1: Material Properties

| Quality                          | Density           | $\bar{d}$ | Youngs Modulus E  |
|----------------------------------|-------------------|-----------|-------------------|
| % Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | g/cm <sup>3</sup> | μm        | GN/m <sup>2</sup> |
| 99.7                             | 3.95              | 3         | 391               |

$\bar{d}$  = average grain size

A pure, dense commercial material was used. This material contains holes of average diameter 30 μm which influenced the homogeneity of the microstructure (Fig. 1).

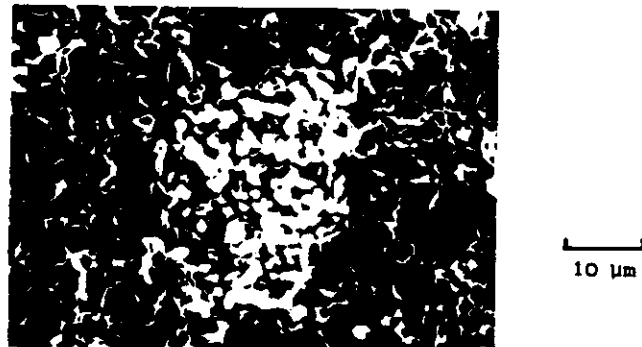


Fig. 1. Material with hole.

FORMALISM

The following relations were used to characterize strength behaviour and life time (Bornhauser, 1980).

1. For subcritical crack extension

$$v = AK_I^n \quad (1)$$

$v$  = crack velocity,  $K_I$  = stress intensity factor

$A, n$  = subcritical crack extension parameters

2. For critical crack extension

$$K_{IC} = \sigma_{IC} \sqrt{a_c} \cdot Y \quad (2)$$

$K_{IC}$  = critical stress intensity factor,

$\sigma_{IC}$  = inert strength (vacuum strength),

$a_c$  = critical crack length,  $Y$  = geom. correction function.

3. For life time

$$t_f = \frac{2 \cdot \sigma_a^{-n}}{(n-2) \cdot A \cdot Y^2} \cdot \left( \frac{\sigma_{IC}}{K_{IC}} \right)^{n-2} \quad (3)$$

$\sigma_a$  = applied stress

#### EXPERIMENTAL

The crack extension parameters were obtained in two different ways (Bornhauser, 1980).

1. Directly, by observing a single, well defined macroscopic crack in a double torsion specimen (DT specimen) (Evans, 1972; Outwater, 1974). Fig. 2 shows a DT specimen.

9 DT specimens were used and tested in distilled water.

$$K_I = \left[ \frac{2F^2 b a^2}{\sigma^2 b^2} \cdot 2(1+\nu) \right]^{1/2}$$

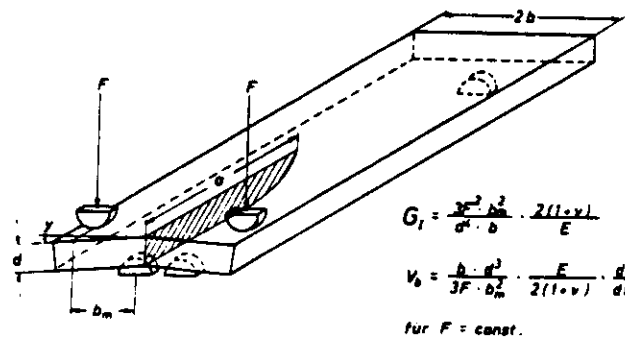


Fig. 2. Double torsion specimen.

2. Indirectly, by measuring the extension of undefined microcracks in compact bending specimens by dynamic fatigue.

34 specimens were used and tested in distilled water at five different loading rates  $\dot{\gamma}$  (Jakus, 1978).

The inert strength  $\sigma_{IC}$ , needed for evaluating  $t_f$ , was obtained by measuring the bend strength in vacuum ( $2 \times 10^{-5}$  Torr).

14 four-point-bend-specimens were used in this experiment.

The  $K_{IC}$  values were measured in a four-point-bend-test where a well-defined slit of length  $a_c = 0.5 - 1.0$  mm and width of  $80 \mu\text{m}$  was introduced with a diamond saw.

9 specimens were used and tested in vacuum.

The dimensions of the specimens were: a) DT specimens:  $L = 80$  mm,  $2b = 25$  mm,  $d = 2$  mm. b) Four-point-bend-specimens:  $L = 40$  mm,  $b = 7$  mm,  $d = 2$  mm.

#### RESULTS AND DISCUSSION

1. Results of  $n$ ,  $A$ ,  $K_{IC}$  and  $\sigma_{IC}$  measurements.

The results of  $n$  and  $A$ , evaluated from a DT-test are given in Fig. 3.

$A$  and  $n$  may be determined from a  $v$ - $K_I$  diagram in a logarithmic plot:

$$\log v = n \cdot \log K_I + \log A.$$

The values  $n = 50 \pm 17$  and  $\log A = -29 \pm 14$  show a high standard deviation, revealing an inhomogeneous microstructure. For comparison the parameters  $n$  and  $A$  were also determined by a "mean-value-plot", measured with four-point-bending-specimens. The results are:  $n = 56$  and  $A = 3 \times 10^{-26}$  (Fig. 4).

The value of  $n$  is higher than with DT specimens, indicating a difference in the extension behaviour between microcracks and macrocracks, but nevertheless within the errors of the DT test.

The four-point-bend-test in vacuum gives  $K_{IC}$  values of  $5.8 \pm 0.6$   $\text{MN/m}^{3/2}$ .

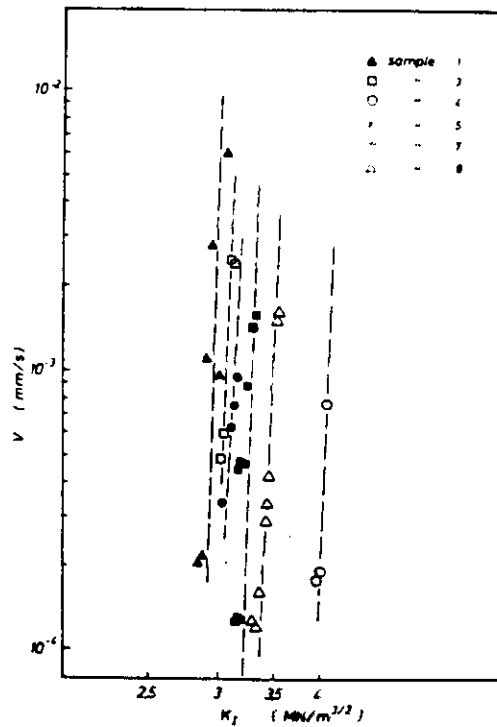
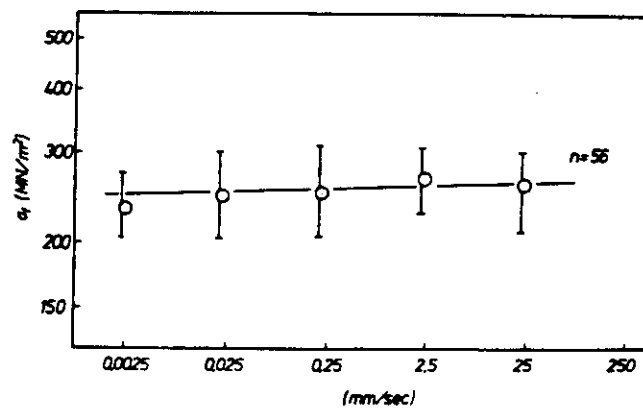
2. Life time prediction.

The results of life time  $t_f$  as a function of the applied stress  $\sigma_a$  are given in Fig. 5.

The following data were used to evaluate  $t_f$ :

$K_{IC} = 5.8 \pm 0.6 \text{ MN/m}^{3/2}$ ,  $\sigma_{IC} = 497.5 \pm 35 \text{ MN/m}^2$ ,  $n = 50 \pm 17$ ,  
 $\log A = -29 \pm 14$ . For Y the correction factor of a four-point-  
 bending-specimen was inserted.

The deviation of life time  $t_f$  corresponds to the standard deviation  
 of  $n$  and  $K_{IC}$ . It indicates the difficulties in life time prediction  
 if an inhomogeneous ceramic material is used.

Fig. 3.  $v-K_I$  diagramFig. 4.  
Mean-value-plot

### CONCLUSION

The strength characterisation of an alumina bioceramic material reveals critical and subcritical strength parameters with high standard deviations. This is due to an inhomogeneous microstructure of the material used, which leads to irrational predictions of the life time  $t_f$ .

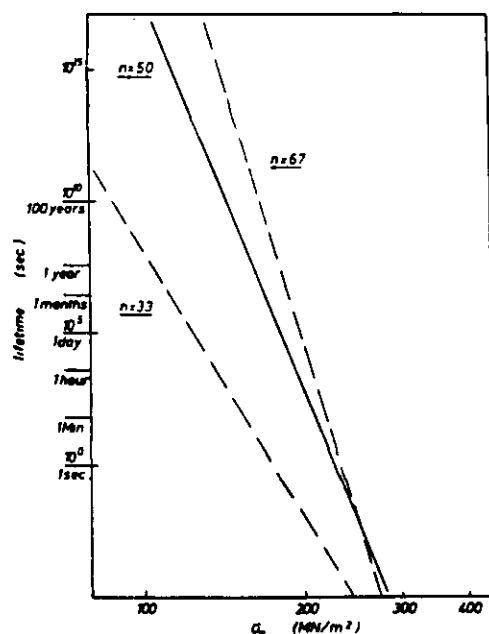


Fig. 5.  
Life time diagram

### REFERENCES

- Bornhauser, A. (1980) Master Thesis, Univ. Stuttgart  
 Evans, A.G. (1972) A method for evaluating the time dependent failure characteristics of brittle materials... J.Mat.Sc. 7 1137-46  
 Jakus, K. (1978) Analysis of fatigue data for life time predictions for ceramic materials. J.Mat.Sc. 13  
 Outwater, J.O. (1974) Double torsion technique as a universal fracture toughness test method. ASTM, STP, 2071-2080.  
 Pabst, R.F. (1972) Dissertation, Univ. Stuttgart.

## BRUCHMECHANIK UND FESTIGKEITSVERHALTEN VON KERAMISCHEN VERBUNDWERKSTOFFEN

K. Kromp

Max-Planck-Institut für Metallforschung,  
Institut für Werkstoffwissenschaften,  
Seestr. 92, D-7000 Stuttgart 1, BRD

### 1. Einführung

In den letzten Jahren wurden vermehrt Anstrengungen unternommen, "zähe" keramische Werkstoffe zu entwickeln, die nicht die bekannten Eigenschaften der üblichen spröden keramischen Werkstoffe ausweisen, bei Schlagbeanspruchung oder unter Last vornehmlich an Kerben oder aufgrund von Herstellungsfehlern zu versagen. Speziell in der Raumfahrtindustrie werden von den Werkstoffen Widerstand gegen hohe Temperaturen und hohe Zähigkeit gefordert, Eigenschaften, die wahrscheinlich nur von keramischen Verbundwerkstoffen erfüllt werden können.

Das bekannte Problem der keramischen Werkstoffe ist ihre extreme Sprödigkeit. Ziel ist, diese Werkstoffe zu "duktilisieren", das heißt ihre Bruchzähigkeit zu erhöhen. Verschiedene Methoden, die Zähigkeit zu verbessern, sind bekannt, so der Einbau zweiter Phasen, von Whiskern oder von umwandlungsfähigen Zirkonoxid-Teilchen. Diese Maßnahmen erhöhen die Zähigkeit um den Faktor 2-3. Die bisher erfolgreichste Methode, die Bruchzähigkeit zu erhöhen, ist, die Matrix mit keramischen Endlos-Fasern zu verstärken. Die Bruchzähigkeit kann dadurch um nahezu eine, die Bruchenergie um mehrere Größenordnungen erhöht werden, so daß diese Eigenschaften an die metallischer Legierungen heranreichen.

Viel Erfahrung existiert seit längerer Zeit auf dem Gebiet der Kohlenstoff-faserverstärkten Polymere und auf dem Gebiet der Verbundwerkstoffe mit metallischer Matrix. Die Bemühungen gehen dahin, diese Erfahrungen für die hochtemperaturfesten Werkstoffe zu übernehmen. Die Kohlenstoff-faserverstärkten Kohlenstoffe waren ein Schritt in diese Richtung, diese Werkstoffe haben leider den Nachteil, daß sie in oxidierender Umgebung nur mit Oberflächenbeschichtung eingesetzt werden können. Neue Impulse kamen durch die Entwicklung neuartiger Fasern, von denen die organometallische SiC-Faser das bekannteste Beispiel ist.

Der Schlüssel zur Entwicklung der durch Faserverstärkung "duktilisierten" Keramik scheint in der Anwendung all der langjährigen Erfahrung zu liegen, die an Verbundwerkstoffen mit metallischer und polymerer Matrix bereits vorliegt.

## 2. Das Problem der "Duktilisierung" keramischer Werkstoffe

Wie schon von den Verbundwerkstoffen mit Metall- und Polymermatrix bekannt ist, sollten Fasern mit hohem Elastizitätsmodul in Matrixwerkstoffe mit niedrigerem Modul eingebaut werden, um Verstärkung und "duktilen" Verhalten zu erreichen. Glas und Glaskeramik, die derzeit als aussichtsreiche Kandidaten für die Anwendung bei hohen Temperaturen gelten, werden mit Fasern hohen Moduls wie mit der bereits wohlbekannten Nicalon-SiC Faser verstärkt. Glas und Glaskeramik bieten den Vorteil, daß ihre Verbunde analog zu den für die Polymermatrix Verbunde bekannten Verfahren hergestellt werden können. Glaskeramik hat den speziellen Vorteil, daß sie im glasartigen Zustand verdichtet und anschließend durch geeignete Wärmebehandlung auskristallisiert werden kann ("ceraming"). Fasern und Matrixmaterialien, die für diese Anwendungen diskutiert und getestet werden, sind in den Tabellen I und II angeführt [1].

Table I. Materials Used to Reinforce Glass and Glass-Ceramic Matrices

| Material                               | Diameter (µm) | Density (g/cm <sup>3</sup> ) | E (GPa) | Ultimate tensile strength (GPa) | Thermal expansion coefficient (10 <sup>-6</sup> /°C) |
|----------------------------------------|---------------|------------------------------|---------|---------------------------------|------------------------------------------------------|
| Boron monofilament                     | 100-200       | 2.5                          | 400     | 2.75                            | 4.7                                                  |
| Silicon carbide monofilament           | 140           | 3.3                          | 425     | 3.45                            | 4.4                                                  |
| Carbon yarn                            | 7-10          | 1.7-2.0                      | 200-700 | 1.4-5.5                         | -0.4 to -1.8                                         |
| Silicon carbide yarn*                  | 10-15         | 2.55                         | 190     | 2.4                             | 3.1                                                  |
| FP alumina yarn                        | 20            | 3.9                          | 380     | 1.4                             | 5.7                                                  |
| Alumina-borosilicate yarn <sup>†</sup> | 10            | 2.5                          | 150     | 1.7                             |                                                      |
| VLS-SiC whisker <sup>‡</sup>           | 6             | 3.3                          | 580     | 8.4                             |                                                      |

\*Nicalon, Nippon Carbon Co., Tokyo, Japan. <sup>†</sup>E. I. Du Pont de Nemours & Co., Inc., Wilmington, DE. <sup>‡</sup>Nasol 312, 3M Co., St. Paul, MN. <sup>§</sup>Las Alamos National Lab, Los Alamos, NM.

Table II. Glass and Glass-Ceramic Matrices of Interest

| Matrix type          | Major constituents                                                                                         | Minor constituents                                | Major crystalline phase | Maximum use temp. in atmosphere (°C) |
|----------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------|-------------------------|--------------------------------------|
| Glasses              |                                                                                                            |                                                   |                         |                                      |
| 7740 Borosilicate    | B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , SiO <sub>2</sub>                                                           | Na <sub>2</sub> O, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> |                         | 600                                  |
| 1723 Aluminosilicate | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , MgO, CaO, SiO <sub>2</sub>                                                | B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , BaO               |                         | 700                                  |
| 7930 High Silica     | SiO <sub>2</sub>                                                                                           | B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>                     |                         | 1150                                 |
| Glass-ceramics       |                                                                                                            |                                                   |                         |                                      |
| LAS-I                | Li <sub>2</sub> O, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , MgO, SiO <sub>2</sub>                                  | ZnO, ZrO <sub>2</sub> , BaO                       | β-Spodumene             | 1000                                 |
| LAS-II               | Li <sub>2</sub> O, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , MgO, SiO <sub>2</sub> , Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> | ZnO, ZrO <sub>2</sub> , BaO                       | β-Spodumene             | 1100                                 |
| LAS-III              | Li <sub>2</sub> O, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , MgO, SiO <sub>2</sub> , Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> | ZrO <sub>2</sub>                                  | β-Spodumene             | 1200                                 |
| MAS                  | MgO, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , SiO <sub>2</sub>                                                     | BaO                                               | Corundum                | 1300                                 |
| BMAS                 | BaO, MgO, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , SiO <sub>2</sub>                                                |                                                   | Barium ceriumite        | 1250                                 |
| Tertiary mullite     | BaO, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , SiO <sub>2</sub>                                                     |                                                   | Mullite                 | ~1300                                |
| Hexacelsian          | BaO, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , SiO <sub>2</sub>                                                     |                                                   | Hexacelsian             | ~1700                                |

Neben der Voraussetzung für eine "duktiler" Keramik mit hoher Bruchzähigkeit, daß die Bruchdehnung der Faser wesentlich höher sein sollte als die der Matrix, sollte die Bindung zwischen Faser und Matrix nicht stark sein, sie sollte nur durch Reibungskräfte bewirkt werden. In den letzten Jahren, seit die Nicalon-Faser hergestellt wird [2], wurde das Problem der "Duktilisierung" vor allem am System Lithium-Aluminium-Silikat, verstärkt mit SiC-Fasern (Nicalon), kurz LAS/SiC, untersucht (siehe Tabellen I und II). Die allgemeinen Probleme werden im folgenden an diesem Material mit unidirektionaler Faserverstärkung (1-D Material) dargestellt.

### 3. Unidirektional verstärkte Verbundwerkstoffe mit keramischer Matrix

Das typische Verhalten eines unidirektional verstärkten keramischen Verbundwerkstoffes unter Last wird in Bild 1 am System LAS/SiC gezeigt [3].

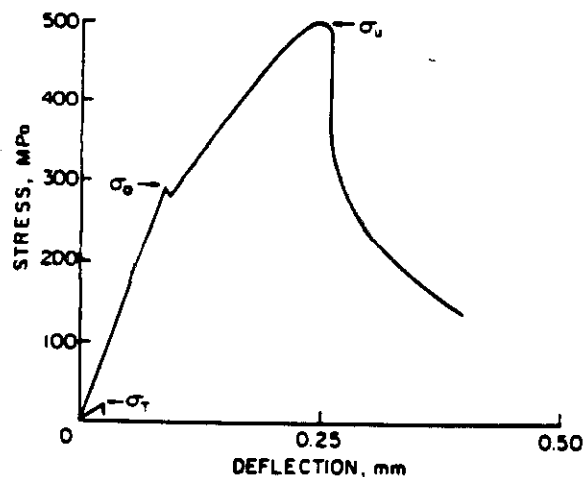


Bild 1: Schematische Last-Verschiebungskurve eines unidirektional verstärkten Verbundwerkstoffes nach longitudinaler und transversaler Zugbeanspruchung

Bei longitudinaler Beanspruchung tritt zunächst ein linear elastischer Bereich auf, der an einer Spannung  $\sigma_0$  endet, die durch das Auftreten von Matrixrissen gekennzeichnet ist. Dieser Punkt entspricht der Streckgrenze von metallischen Legierungen, und wird hier durch periodische Matrixrisse verursacht. An den linear elastischen Bereich schließt sich ein nichtlinearer Bereich an, der vom Reibungswiderstand

der Fasern in der Matrix abhängt. Dieser Bereich beginnt mit vielfach-Matrixrissen, wobei die Fasern intakt bleiben, und wird zunehmend von Faserausziehung (pullout) begleitet. Bei der Spannung  $\sigma_u$ , der Bruchspannung, tritt Faserbruch ein. Dann fällt die Last allmählich ab - kein spröder, sondern ein verzögerter Bruch wird beobachtet.

Der linear elastische Anteil wird in guter Näherung durch die Mischungsregel gegeben, wobei gleiche Dehnung in Faser und Matrix vorausgesetzt wird:

$$E_c = E_f \cdot f + E_m \cdot (1-f) \quad , \quad (1)$$

wobei  $E_f$ ,  $f$  und  $E_m$ ,  $(1-f)$  jeweils die E-Moduli und Volumenanteile an Faser und Matrix darstellen (die Mischungsregel wurde erfolgreich bei der Werkstoffoptimierung eingesetzt, wie am Beispiel des Systems Pyrex-Glas/SiC in [4] gezeigt wurde).

Ursprünglich mit Hilfe einer Energiebetrachtung [5] und nachfolgend durch eine bruchmechanische Näherung [6,7,8] wurde eine Beziehung zwischen der Bruchspannung der Matrix,  $\sigma_0$ , und mikrostrukturellen Parametern hergeleitet:

$$\sigma_0 = [6(1-\nu^2)K_{mc}^2 E_f f^2 (1-f)(1+\eta)^2 / E_m R]^{\frac{1}{3}} \quad , \quad (2)$$

wobei  $K_{mc}^2$  die Bruchzähigkeit der Matrix,  $\nu$  die Poisson-Konstante,  $\eta = E_f f / E_m (1-f)$ ,  $R$  der Radius der

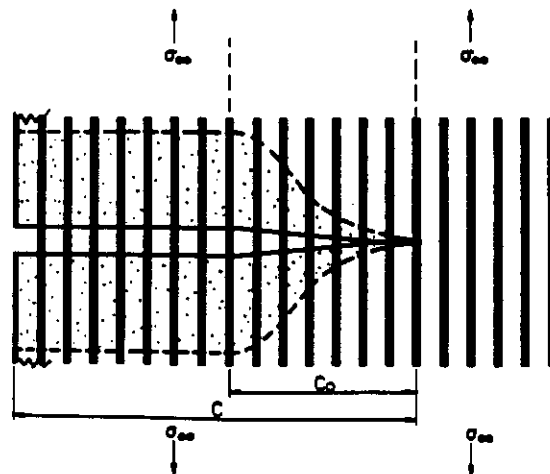


Bild 2: Riß senkrecht zu den Fasern. Im punktierten Bereich haben Gleitprozesse zwischen Matrix und Faser stattgefunden (schematisch).

Faser und  $\tau$  die Reibspannung am Interface Faser-Matrix darstellen.

Die Situation unterscheidet sich wesentlich von der unverstärkter Materialien, in denen die Spannung an der Rißfront mit der Rißlänge ansteigt: das wichtige Resultat ist, daß in diesen Verbundsystemen die Spannung an der Rißfront unabhängig von der Rißlänge wird, sobald der Riß eine gewisse Länge  $c_0$ , die Gleichgewichtslänge, erreicht hat, Bild 2. Dies gilt, solange die Fasern hinter der Rißfront intakt bleiben.

Die Funktion Gleichgewichtsspannung - Rißlänge ist für ebene Risse in Bild 3 dargestellt (für ebene Risse gilt  $\sigma_0/\sigma_m = 1,02$  und  $c_0/c_m = 1,88$ , [6]).

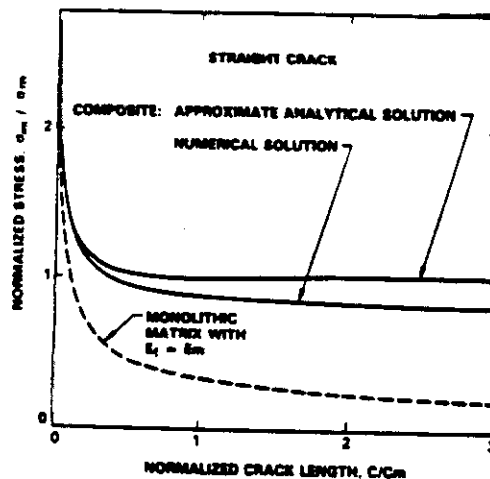


Bild 3: Gleichgewichtsspannung als Funktion der Rißlänge für Matrixrisse in keramischen Faser-verbunden und in monolithischer Keramik [6].

Aus Bild 3 ist ersichtlich, daß für ebene Risse ab einer "Gleichgewichtsrißlänge"  $c_m/3$  die Spannung, die diesen Riß vorantreibt, unabhängig von der Rißlänge wird. Das Rißverhalten unterscheidet sich damit wesentlich von dem monolithischer Keramik, in denen diese Spannung mit  $c^{-1/2}$  abfällt, Bild 3.

Die Größe von  $c_m/3$  wurde zu mehreren Faserabständen abgeschätzt. Das läßt erwarten, daß die Spannung für Matrixrißwachstum durch größere Fehler, die bei der Herstellung oder im Einsatz entstehen, nicht wesentlich herabgesetzt wird.

Aus der analytischen Lösung des Problems geht hervor, daß das Erreichen stationärer Rißausbreitungsbedingungen auf hohem Spannungsniveau einem engen Bereich des mikrostrukturellen Aufbaus vorbehalten bleibt. Die einschränkende Größe ist das Niveau der Spannung  $\sigma_0$ , das erreicht werden kann, ohne daß Faserbruch eintritt: optimale Werte von  $K_{mc}$ ,  $\tau$  und  $f$  heben alle das Niveau von  $\sigma_0$ , Gleichung (2); zusätzlich muß noch der Einfluß dieser Größen auf  $c_m$  berücksichtigt werden. Eine wesentliche mikrostrukturelle Einschränkung betrifft den Volumengehalt an Fasern  $f$  - optimale Eigenschaften können nur mit unidirektionaler Verstärkung erreicht werden, in bi- oder multidirektionalen Systemen ist der erreichbare Volumengehalt an Fasern in jedem Fall geringer.

In Biegeversuchen ist das Last-Verschiebungsverhalten ähnlich dem in einsinniger Dehnung: in Bild 4, [3], ist eine Skala für die "apparent stress" (scheinbare Spannung) eingetragen, denn für Biegung wurde die Spannung für einen isotropen, linear elastischen Biegebalken berechnet, für Dehnung aus Last und Querschnitt.

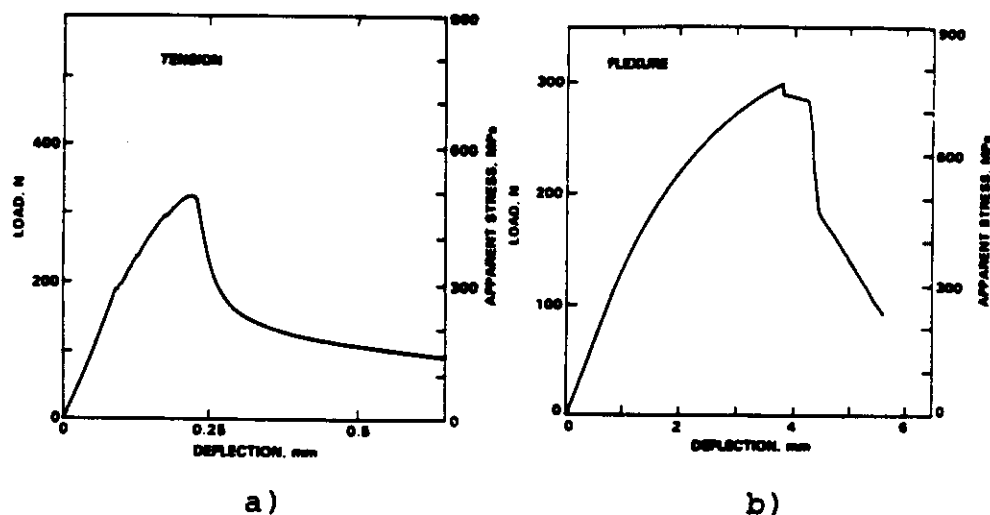


Bild 4: Last-Verschiebungskurven für Zug (a) und 4-Punkt-Biegung (b) von unidirektional verstärktem LAS/SiC, [3].

In beiden Belastungsarten setzt der nichtlineare Bereich im gleichen (scheinbaren) Spannungsniveau ein, das mit der Bildung von Einzelrissen in der Matrix zusammenfällt, wie schon anhand von Bild 1 erwähnt wurde.

Mit fortschreitender Belastung treten bei einsinniger Dehnung Matrixrisse auf, die regelmäßigen Abstand haben, wobei die Fasern intakt bleiben und die Matrix überbrücken. Im weiteren Belastungsverlauf tritt Faserausziehung (pullout) auf. Im Biegeversuch ist der Ablauf ähnlich, außer daß die Matrixrisse nur bis zur neutralen Achse des Biegebalkens vordringen können und die Rißöffnung an der Zugseite nicht so groß werden kann, daß vollständige Faserausziehung eintreten kann. Bei beiden Belastungsarten tritt im Lastmaximum Faserbruch ein, wobei die scheinbaren Spannungen unterschiedlich sind (vergleiche die Bilder 4a und b).

Für die folgende Beschreibung des Verhaltens von Laminaten unter Last ist wichtig festzustellen, daß bei Biegeversuchen mit großem Auflagerabstand zu Probenhöhe-Verhältnis  $S/W$ , Matrixbruch und Aufwölben (buckling) an der Druckseite beobachtet wurden, bei Tests mit kleinem  $S/W$ , Rißwachstum entlang der neutralen Ebene beobachtet wurde.

Hohe Bruchdehnungen und Kerbunempfindlichkeit sind charakteristisch für diese Verbunde. Diese Eigenschaften werden mit Gleitprozessen bzw. mit der Reibspannung  $\tau$  an der Grenzfläche Faser/Matrix erklärt [3,6]. Dieses Verhalten wird anhand eines Bruchmechanismen-Schaubildes für unidirektional verstärkte Verbunde mit keramischer Matrix veranschaulicht, Bild 5 [9].

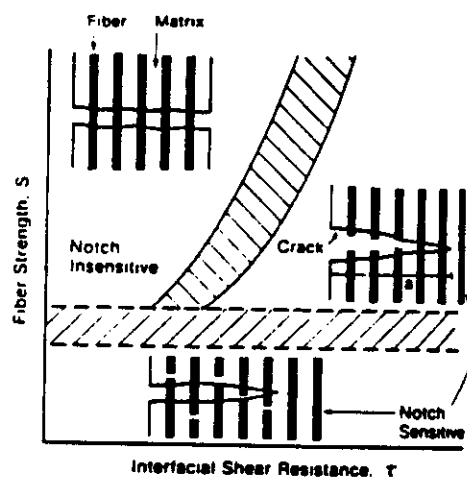


Bild 5: Bruchmechanismen-Schaubild für unidirektional verstärkte Verbunde mit keramischer Matrix, [9].

Die Modellvorstellungen für die Rißausbreitung sagen in diesem Werkstoff einen Übergang von Kerb-unempfindlichem zu Kerb-empfindlichem Verhalten voraus [5]. Dieser Übergang ist im Bruchmechanismen-Schaubild von Bild 5 veranschaulicht.

#### 4. Hochtemperaturverhalten und Versprödung

Bei speziellen Verbundwerkstoffen mit keramischer Matrix scheint das Niveau der Festigkeit durch hohe Temperaturen nicht beeinflusst zu werden, bis Temperaturen erreicht werden, bei denen die restliche Glasphase in der Matrix niedrig viskos wird. Beispiele für das System LAS-I/SiC (siehe Tabellen I,II) sind in den Bildern 6a und b dargestellt.

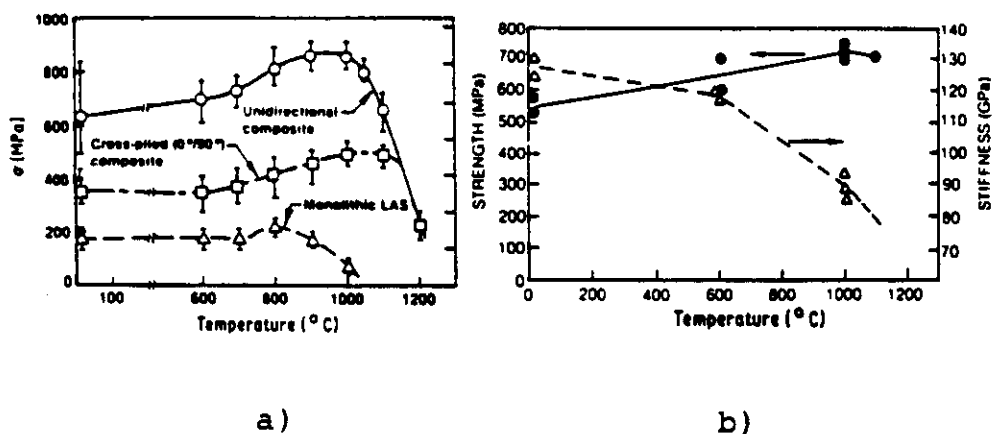


Bild 6: Biegebruchspannungen in Abhängigkeit von der Temperatur für das System LAS-I/SiC, 3-Punkt in Argon (a), [10] und 4-Punkt in Luft (b), [11].

Die Proben waren im keramisierten Zustand, der durch eine spezielle Wärmebehandlung eingestellt wird [10]. Bei den Messungen in Argon (Bild 6a) kann sogar ein Anstieg der Festigkeit mit der Temperatur beobachtet werden. Der Grund ist, daß die Viskosität der Rest-Glasphase in der Matrix mit der Temperatur fällt und damit die Aufnahmekapazität der Matrix für Dehnung ansteigt. Die Messungen in Luft (Bild 6b) scheinen die Festigkeit nicht wesentlich herabzusetzen. Allerdings ändert sich das Brucherscheinungsbild in Luft vollständig: von einer "bürstenartigen" Bruchoberfläche mit großem Anteil an Faserausziehung bei Raumtemperatur zu einer eher spröden Erscheinungsform an der Zugseite mit wenig Faseraus-

ziehung bei hoher Temperatur [10,11,1 ]. Diese Veränderung in der Bruchmorphologie geht mit einer Veränderung im Last-Verschiebungsverhalten vor sich, das heißt mit einer Versprödung bei hohen Temperaturen in Luft [9]. Sogar kurze Haltezeiten bei hohen Temperaturen in Luft können das Material verspröden. Diese Vorgänge wurden an einem 2-D "unitape"-Laminat in (0°/90°) Schichtung des Systems LAS-II/SiC eingehend untersucht [12,13,14,15] (Lamine werden erst in Kap.6 behandelt, aber die Erscheinungen an der Grenzschicht Faser/Matrix nach der Auslagerung bei hohen Temperaturen sind an og, zu beachten ist, daß die Festigkeiten im Laminat auf niedrigerem Niveau liegen).

Diese Untersuchungen demonstrieren die entscheidende Bedeutung einer Veränderung in der Grenzschicht zwischen Faser und Matrix. Für das spezielle Material tritt nach Auslagern bei 800°C in Luft eine "Versprödung" ein. Diese "Versprödung" wird in Bild 7 durch das Ansteigen des Spannungsniveaus  $\sigma_D$  demonstriert, das der ersten Abweichung von der Linearität im Spannungs-Dehnungsdiagramm entspricht. Dieses Ansteigen von  $\sigma_D$  geht mit dem Übergang von stationärem Matrixbruch und darauffolgendem Faserausziehen zu einem spröden Bruch mit abnehmendem Anteil an Faserausziehen nach den Wärmebehandlungen in Luft einher [12,13].

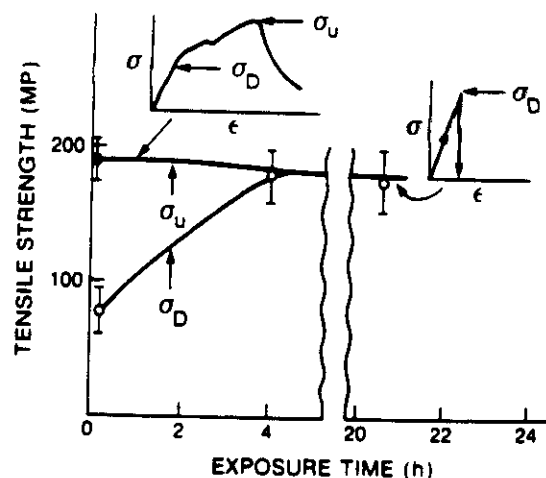


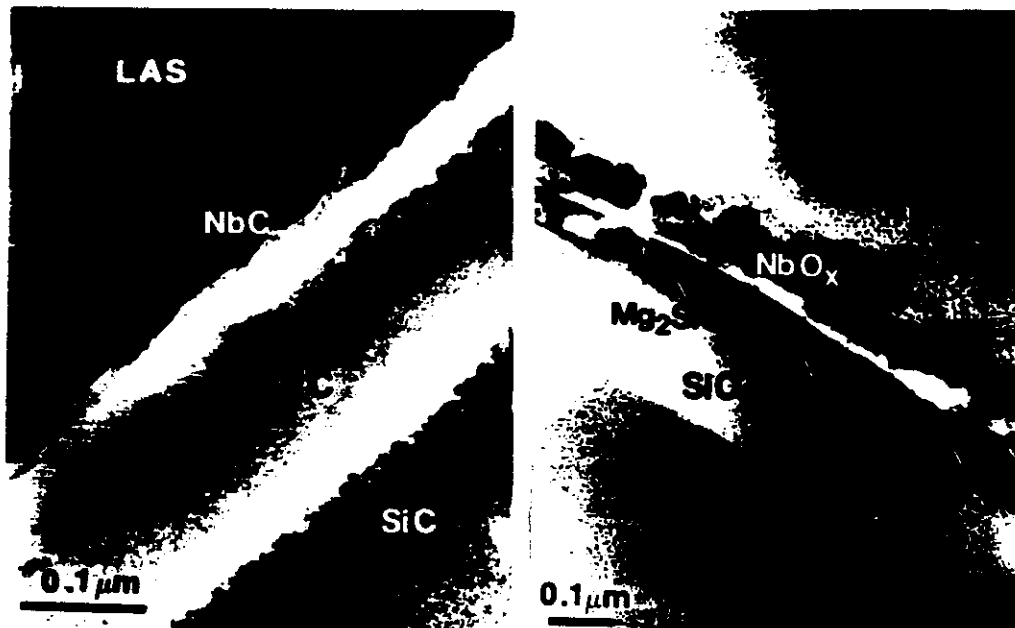
Bild 7: Veränderung der Spannung  $\sigma_D$ , Endpunkt des linearen Bereichs im Zugversuch, mit der Zeit der Auslagerung bei 800°C in Luft, [12,13].

Die Grenzschicht zwischen Faser und Matrix besteht im Ausgangszustand aus amorphem C. Das Zusammenwirken von Faserüberbrückung und Faserausziehen, das zum "duktilen" Verhalten des Materials führt, hängt von dieser dünnen Schicht in der Grenzschicht ab. Eine Abschätzung der Reibspannung  $\tau$  ergab sehr niedrige Werte und nur Reibung in nicht gebundenen Grenzschichten (oder Grenzschichten mit schwacher van der Waals-Bindung) können die Ergebnisse erklären [3,16]. Das Ergebnis ist Gleiten unter Reibung in der Grenzschicht und damit Faserauszug, Bild 8.



Bild 8: Faserausziehen (pullout) im System LAS-II/SiC, [15].

Im untersuchten Material LAS-II/SiC wird die Grenzschicht durch die Auslagerung bei 800°C in Luft völlig verändert: Im Ausgangszustand wird die Faser vollständig von einer amorphen C-Schicht überzogen und zwischen der C-Schicht und der LAS-Matrix wurde eine dünne, kristalline Schicht NbC beobachtet. In der C-Schicht, nahe an der Grenzschicht C/NbC traten statistisch die Faser umfassende Risse auf, die durch den Unterschied zwischen den thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Faser und Matrix beim Abkühlprozeß entstehen, Bild 9a [12,15].



a)

b)

Bild 9: Veränderungen in der Grenzschrift Faser/Matrix im System LAS-II/SiC nach Auslagerung bei 800°C in Luft. Ausgangszustand (a) und Endzustand nach 100 h (b), [12,15].

Mit zunehmender Auslagerungszeit wird die C-Schicht abgebaut und durch  $\text{SiO}_2$  ersetzt und außerhalb dieser Schicht werden Suboxide von Nb angelagert. Nach einer Auslagerung von ca. 100 h entsteht eine dritte Mg-reiche Schicht, Bild 9b. Die die Fasern umfassenden Risse treten wieder auf. Es wird angenommen, daß diese Vorgänge die in Bild 7 nachgewiesene "Versprödung" verursachen.

Offensichtlich werden die mechanischen Eigenschaften von keramischen Verbundwerkstoffen entscheidend von Gleit- und Ablöseprozessen in der Grenzschrift Faser/Matrix beeinflusst. Diese Prozesse sind wegen der thermischen Restspannungen, die von der unterschiedlichen thermischen Ausdehnung von Faser und Matrix herrühren, und wegen der möglichen Reaktionen mit dem umgebenden Medium temperaturabhängig. Deshalb werden im nächsten Kapitel einige in letzter Zeit vorgeschlagene Methoden zur experimentellen Bestimmung der Reibspannung  $\tau$  in der Grenzschrift Faser/Matrix vorgestellt.

## 5. Bestimmung der mechanischen Eigenschaften der Grenzschicht Faser/Matrix

Die Frage ist, ob nur Reibkräfte in der Grenzschicht wirken, wie für den Fall der stationären Rißausbreitung in der Matrix angenommen wurde, oder ob durch die Verschiebung der Fasern auch Ablösung und nachfolgend Gleitung unter Reibung erfolgen kann, wie nach einer Wärmebehandlung in Luft möglich wäre. Der allgemeine Fall wird Ablösung und Gleitung unter Reibung beinhalten.

Die Reibspannung  $\tau$  wurde durch Drücken mit einer Eindruckpyramide auf das Ende einer Faser und gleichzeitige Messung der Absenkung der Faseroberfläche unter die Matrixoberfläche bestimmt [17,3]. Diese Methode wurde unter Verwendung einer ultrahochauflösenden Eindruckeinrichtung (Nano Instruments Inc. Braintree, MA) verbessert, so daß Last und Verschiebung kontinuierlich während der Belastung, der Entlastung und zyklischer Belastung gemessen werden können. Gleitung unter Reibung und kombinierte Ablösung und Gleitung unter Reibung wurden in der Grenzschicht des Systems LAS-III/SiC (siehe Tabellen I,II) mit diesem Verfahren untersucht [16]. Bild 10a veranschaulicht das Meßprinzip und Bild 10b zeigt eine rasterelektronenmikroskopische

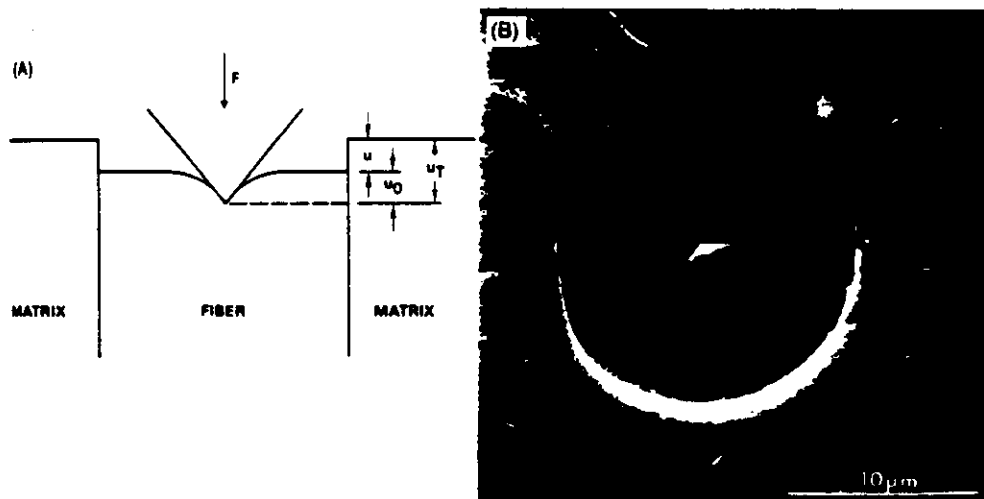


Bild 10: Meßprinzip der Eindruckmethode zur Bestimmung der Grenzschichtreibung zwischen Faser und Matrix (a) und REM-Aufnahme einer mit der dreikantigen Pyramide des Eindruckgerätes in die Matrix eingedrückten Faser, Verbund LAS-III/SiC (b), [16].

sche Aufnahme einer mit der dreikantigen Pyramide des Meßgerätes in die Matrix eingedrückten Faser.

In Bild 11a sind die Last-Verschiebungskurven einer primären Belastung und von fünf Wiederbelastungszyklen im Ausgangszustand des Materials dargestellt. Die Gleitung unter Reibung kann anhand der Hysterese der Wiederbelastungszyklen direkt beobachtet werden. Nach einer kurzen Auslagerung von 10 min bei 1000°C in Luft ist nur mehr das Eindringen der Eindruckpyramide in die Faser feststellbar (Verschiebung  $u_0$  in Bild 10) und jede weitere Wiederbelastung liegt genau auf der Entlastungskurve (in Bild 11b rechts). Dieselbe Auslagerung in Argon hingegen ergab keine Änderung der Reibspannung gegenüber dem Ausgangszustand in Bild 11a.

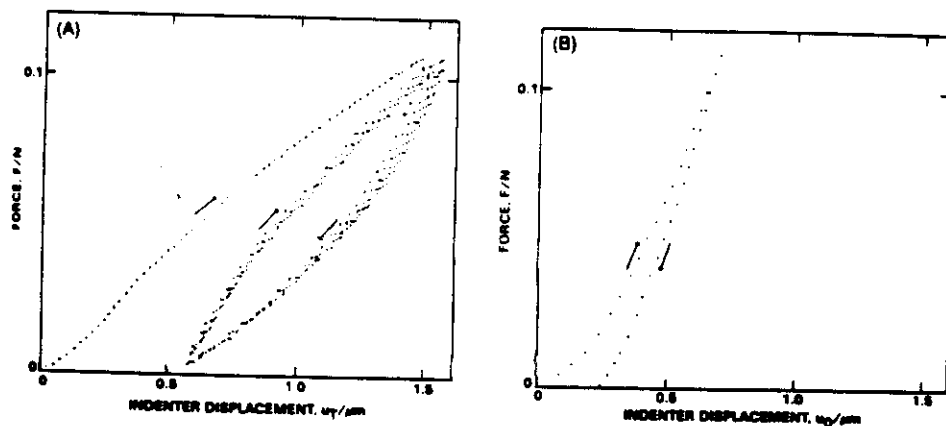


Bild 11: Primäre und zyklische Last-Verschiebungskurven eines Eindrucks in eine Faser im Verbund LAS-III/SiC, Ausgangszustand (a) und nach einer Auslagerung von 10 min bei 1000°C (b), [16].

Diese Resultate lassen annehmen, daß die kurze Auslagerung bei 1000°C eine Bindung in der Grenzsicht hervorgerufen hat, dieses Ergebnis unterstützt die im letzten Kapitel vorgestellten Ergebnisse, die an einem ähnlichen Material gewonnen wurden.

Diese Last-Verschiebungskurven werden mit Hilfe einer Modellvorstellung, die den allgemeinen Fall von Ablösung und Gleitung durch Reibung berücksichtigt, analytisch ausgewertet. Für die Reibspannung  $\tau$  wird dabei ein Wert von  $\tau = 3,5$  MPa gefunden, der

mit den aus anderen Untersuchungen [3,9] gewonnenen,  $\tau \approx 2$  MPa, näherungsweise übereinstimmt. Weiters ergeben die Abschätzungen aus der Modellvorstellung einen Schätzwert für die Bruchflächenenergie in den abgelösten Bereichen, aus dem die Größenordnung von van der Waals'schen Kräften für die Bindungskräfte folgt.

Mit einer Methode zur relativen Bestimmung der Reibspannung  $\tau$  kann die Erhöhung des Reibungswiderstandes nach einer Wärmebehandlung abgeschätzt werden [9]. Zu diesem Zweck werden Blöcke aus Proben ausgeschnitten und an einer Fläche senkrecht zur Faserichtung werden durch Erosion die Faserenden freigelegt. Auf die über die Matrixoberfläche vorstehenden Fasern wird mit Hilfe einer Saphirhalbkugel von 1 mm Durchmesser Last aufgebracht, Bild 12a.

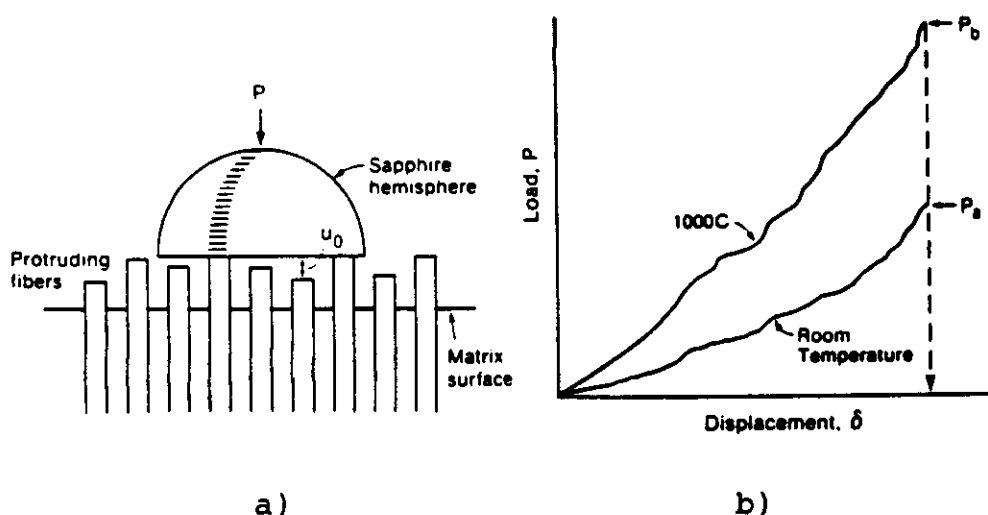


Bild 12: Anordnung zur Bestimmung von relativen Last-Verschiebungskurven an vorstehenden Faserenden (a), Last-Verschiebungskurven an vorstehenden Faserenden im System LAS-III/SiC vor und nach Auslagerung bei 1000°C (b), [9].

Mit dieser Methode wurden am System LAS-III/SiC vor und nach Auslagerung bei 1000°C Last-Verschiebungskurven aufgenommen, Bild 12b. Unter Vernachlässigung eventueller Ablösung gilt  $P^2 \sim \tau$  [16] und damit könnte bei einer konstanten Verschiebung  $\delta$  ein relativer Wert  $\tau_{1000^\circ\text{C}}/\tau_{\text{RT}}$  angegeben werden, Bild 12b. Die Resultate zeigen, daß die Reibspannung bei 1000°C ungefähr das 20fache derer bei Raumtemperatur

beträgt [9]. Dieses Ergebnis ist konsistent mit den beobachteten Änderungen in der Grenzschicht und damit mit der Änderung der Bruchmechanismen, wie in Kap.4 diskutiert.

Der Anstieg der Reibspannung  $\tau$  und der Abfall der Verschiebung  $u$  der Faser mit steigendem Reibungskoeffizienten in der Grenzschicht wurde durch FE-Berechnungen bestätigt [18].

## 6. Laminierte Verbunde mit keramischer Matrix

Es wurde anhand von Bild 1 demonstriert, daß bei longitudinaler Belastung des unidirektional verstärkten Verbundes Matrixversagen bei einer Spannung  $\sigma_0$ , nachfolgend Faserbruch und damit Versagen des Verbundes bei einer wesentlich höheren Spannung  $\sigma_u$  eintreten. Die Festigkeitseigenschaften in transversaler Richtung sind wesentlich unterlegen, das Verhalten ist linear elastisch, Versagen tritt bei einer Spannung  $\sigma_T \ll \sigma_0$  ein, Bild 1.

Diese erhebliche Anisotropie erfordert, daß die meisten in der Praxis einzusetzenden Verbunde laminiert werden. Das allgemeine Verhalten eines laminierten keramischen Verbundwerkstoffes unter Last wird wieder am System LAS-II/SiC, als "unitape" laminiert, in (0°/90°) Schichtung (2D-Material), vorgestellt.

### 6.1 Verhalten von Laminaten mit keramischer Matrix unter Zug- und Biegebelastung

Die Last-Verschiebungskurve des Laminates unter Zugbelastung ist in Bild 13a dargestellt und kann mit den in den Bildern 1 und 4a für das gleiche Material mit unidirektionaler Verstärkung gegebenen verglichen werden.

Die Beschreibung folgt der in [19] gegebenen, es sind in den Bildern 13a,b wieder scheinbare Spannungen, aus Last pro Querschnitt bzw. für einen isotropen Biegebalken berechnet, eingetragen.

- Die erste Kategorie von Schädigung tritt bei einer Spannung  $\sigma_D$  auf.  $\sigma_D$  bezeichnet die Spannung, bei der die erste Abweichung von der Linearität in der Last-Verschiebungskurve auftritt. Die Schädigung erfolgt durch Delamination, die Risse laufen in den 90°-Lagen in axialer Richtung nahe an der Grenzschicht zwischen den Lagen.
- Die zweite Kategorie von Schädigung, Matrixrisse

in transversaler Richtung, tritt bei der Spannung  $\sigma_c$  auf. Die Risse treten in den  $0^\circ$ -Lagen auf, wobei die Fasern intakt bleiben. In demselben Spannungsbereich entwickeln sich Risse in den  $90^\circ$ -Lagen, ebenfalls in transversaler Richtung. Schließlich wandern die Risse transversal über mehrere Lagen.

- Nach Erreichen der maximalen Spannung öffnen sich weite axiale und transversale Risse.

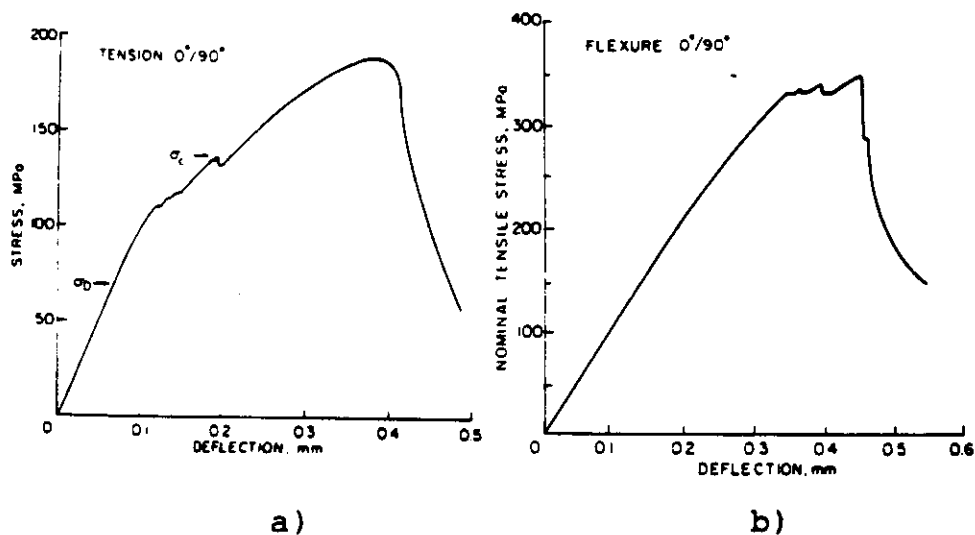


Bild 13: Last-Verschiebungskurven von Laminaten des Verbundes LAS-II/SiC in  $(0^\circ/90^\circ)$  Schichtung, Zug (a) und 4-Punkt-Biegung (b), [19].

Die Last-Verschiebungskurve des Laminates unter Biegebelastung ist in Bild 13b dargestellt: die maximale Spannung folgt einem nichtlinearen Bereich wie im Zugversuch. Das Niveau der maximalen Spannung stimmt mit Ergebnissen aus früheren Untersuchungen überein, [10,11], Bilder 6a,b.

- Die Direktbeobachtung zeigt, daß die Schädigung im nichtlinearen Bereich mit Delamination nahe der Zugoberfläche der Biegeprobe beginnt und gleichzeitig treten Matrixrisse in transversaler Richtung auf, analog zum Zugversuch.
- Nachfolgend entstehen in der Scherzone der Biegeprobe zur Längsachse der Probe geneigte Matrixrisse, die schließlich durch mehrere Lagen laufen.
- Bei der maximalen Spannung treten Vielfachrisse in der Scherzone der Biegeprobe auf, die sich nach Entlastung nicht mehr vollständig schließen.

Es wurde in dieser Untersuchung [19] der entscheidende Einfluß von Resteigenspannungen auf den Schädigungsverlauf von Laminaten festgestellt. Druckrestspannungen in den 90°-Lagen und Zugrestspannungen in den 0°-Lagen werden dafür verantwortlich gemacht, daß die Matrixrisse zuerst in den 0°-Lagen und nicht in den 90°-Lagen auftreten, obwohl die Festigkeit in transversaler Richtung mehr als eine Größenordnung niedriger ist als die Versagensspannung der Matrix in axialer Richtung. Zusätzlich wird gezeigt, daß der Neigungswinkel der Matrixrisse in der Scherzone von der Größe der Resteigenspannungen abhängt.

Wie schon festgestellt, beginnt die Schädigung in Laminaten mit Delamination. Dieses Problem, das spezifisch ist für Lamine, wird im nächsten Kapitel gesondert behandelt.

## 6.2 Delamination und "free edge effect"

Es wird angenommen, daß Delamination durch Resteigenspannungen am Rand verursacht wird, die interlaminae Risse zwischen benachbarten Lagen unterschiedlicher Orientierung hervorrufen.

Interlaminae Resteigenspannungen entstehen durch die Herstellung des Laminates aufgrund des unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten in axialer und in transversaler Richtung. Diese Spannungen begünstigen die Delamination. An der Grenzschicht zweier benachbarter Lagen können beträchtliche Normal- und Scherspannungen, besonders nahe an der freien Oberfläche der Probe, auftreten ("free edge effect", [20]). Diese Spannungen können eine Mode-II Spannungsintensität an Oberflächenfehlern hervorrufen, die annähernd die Bruchzähigkeit der Matrix erreicht. Wenn diese Spannungsintensität durch eine äußere Last erhöht wird, können interlaminae Risse entstehen, [19].

Die Resteigenspannungen  $\sigma_R$  können aus dem Neigungswinkel  $\alpha$  der im vorausgehenden Kapitel beschriebenen Matrixrisse gegen die Probenachse in der Scherzone der Biegeprobe abgeschätzt werden, [19]:

$$\sigma_R = 2\tau_C (\csc^2 2\alpha - 1)^{1/2}, \quad (3)$$

wobei  $\tau_C$  die Schubspannung für Matrixrißwachstum ist, die wiederum aus dem Biegeversuch unter der Annahme abgeschätzt werden kann, daß die Probe einen

elastischen, isotropen Biegebalken darstellt. Mit diesem  $\tau_c$  kann eine maximale Mode-II Spannungsintensität für Rißausbreitung am "free edge",  $K_{II}$ , abgeschätzt werden:

$$K_{II} = 2,4 \sigma_R \sqrt{\Delta W} / 2\pi , \quad (4)$$

wobei  $\Delta W$  die Dicke der Lage darstellt, [19]. In [3] wurde die Bruchzähigkeit der Matrix für LAS/SiC zu  $2 \text{ MPa m}^{1/2}$  abgeschätzt - eine Abschätzung nach der obigen Gleichung ergibt  $K_{II} = 1,8 \text{ MPa m}^{1/2}$ , einen Wert, der das Auftreten von Delamination als erster Kategorie von spannungsinduzierter Schädigung unterstützt.

Es ist wichtig festzustellen, daß die Resteigenspannung  $\sigma_R$  zu hohen Temperaturen hin absinken wird, wenn das Material dem Gleichgewichtszustand, das heißt der Herstellungstemperatur, angenähert wird.

Die Resteigenspannungen und damit die erste Kategorie der Schädigung bei der ersten Abweichung von der Linearität in der Last-Verschiebungsrelation durch Delamination scheint entscheidend für das Festigkeitsverhalten laminierter Verbundwerkstoffe. Diese erste Kategorie der Schädigung wurde an einem C/C Laminat speziell untersucht. Diese Untersuchung wird im nächsten Kapitel vorgestellt.

### 6.3 Delamination in einem Kohlenstoff-faserverstärkten Kohlenstoff-Laminat

Kohlenstoff-faserverstärkte Kohlenstoff Verbunde (C/C) können von der Herstellung her und aufgrund ihrer Hochtemperaturfestigkeit eher zu den Verbundwerkstoffen mit keramischer Matrix (CMC) gereiht werden als zu den Verbundwerkstoffen mit polymerer Matrix (PMC). Der C/C Verbund, der für die vorliegenden Ergebnisse verwendet wurde, wird daher hier in die Verbundwerkstoffe mit keramischer Matrix eingereiht, obwohl der C/C Verbund bei hohen Temperaturen in oxidierender Atmosphäre nicht eingesetzt werden kann.

Das gegenständliche Material ist aus prepregs, gewebt aus Garnen, die aus 3000 PAN HM-Fasern mit mittlerem Durchmesser von  $7 \mu\text{m}$  bestehen, in einer ( $0^\circ/90^\circ$ ) Schichtung hergestellt (zur Verfügung gestellt von der Fa. Sigri, Meitingen). Die Matrix, ursprünglich Phenolharz, wird pyrolysiert, mehrmals nachimprägniert und pyrolysiert, bis die gewünschte

Dichte erreicht ist. Die Haftung zwischen Garn und Matrix ist niedrig, nur durch Haftreibung, chemische Bindung tritt nicht auf. Das Material ist aufgrund des Gewichtsverlustes bei der Pyrolyse stark porös und interne Restspannungen aufgrund des Abkühlvorganges können angenommen werden. Dies kann aus der Dichte der Poren und der Matrixrisse an der Oberfläche eines Schliffes normal zur Laminebene entnommen werden, Bild 14.



Bild 14: Schliffbild senkrecht zu den Lagen eines C/C Laminates in (0°/90°) Schichtung (Material: Fa.Sigri, Meitingen).

Die Porosität, die Resteigenspannungen und die schwache Faserbindung bewirken das "duktile" Verhalten des Materials unter Last, vergleichbar mit dem für das System LAS/SiC beschriebenen.

Nach der klassischen Biegetheorie hängt der Bruchmodus im 3-Punkt-Biegeversuch vom Verhältnis Auflagerabstand zu Probenhöhe  $S/W$  ab (nach DIN 29971 gelten für Epoxy-Lamine folgende Bedingungen: für  $S/W \leq 5$  wird Scherversagen angenommen, für  $S/W \geq 40$  Versagen unter Zug/Druck).

Das Ziel der Untersuchung war, die Abhängigkeit der ersten Kategorie der Schädigung vom Verhältnis  $S/W$  bei Raum- und Hochtemperatur an oben beschriebenem C/C Laminat zu überprüfen. Zu diesem Zweck wurden Verschiebungs-kontrollierte - 3-Punkt-Biegeversuche bei verschiedenen Auflagerabständen mit "dünnen"

Proben der Breite  $B \approx 9$  mm und der Höhe  $W \approx 4,3$  mm (16 Lagen der Dicke  $\Delta W \approx 0,3$  mm) und mit "dicken" Proben der Breite  $B \approx 18$  mm und der Höhe  $W \approx 9,3$  mm (36 Lagen der Dicke  $\Delta W \approx 0,3$  mm) durchgeführt. Um die gleiche Spannungsrate für alle Experimente zu erhalten, wurden die Verschiebungsraten für alle Dimensionen und Auflagerabstände individuell unter Anwendung der Biegetheorie berechnet.

Um den Schädigungsvorgang zu erfassen, wurde die Probenoberfläche in Photoserien mit einem verschiebbaren Mikroskop dokumentiert. Die Dokumentation erfolgte im gleichen Bereich der Probenoberfläche sowohl im Ausgangszustand als auch im Punkt der ersten Abweichung von der Linearität in der Last-Verschiebungskurve (Punkt  $\sigma_D$  in Bild 13). Die Schädigung wurde dann durch Vergleich der dokumentierten Probenoberflächen festgestellt. Das Resultat war, daß

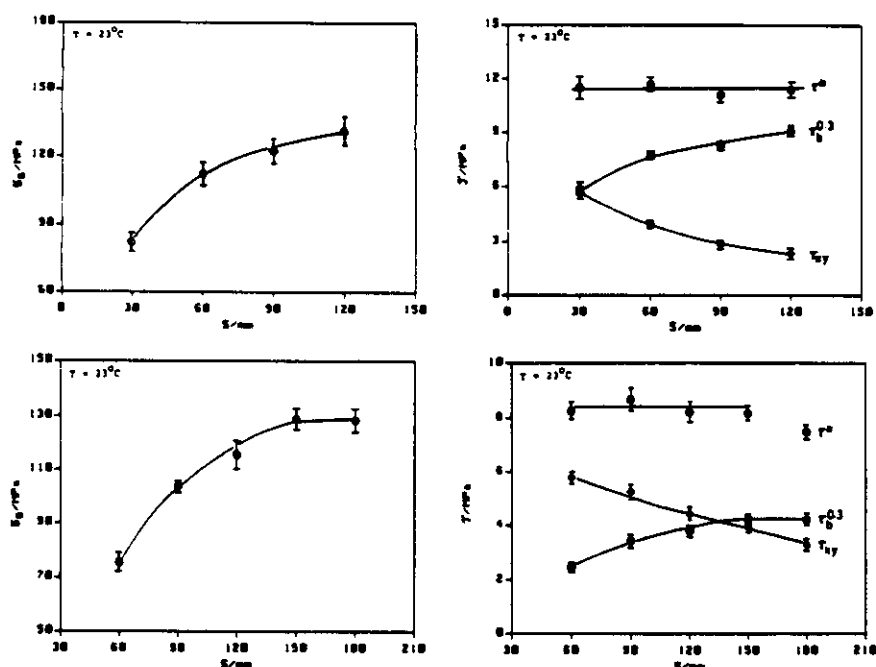


Bild 15: Biegebruchspannungen  $\sigma_B$  und Scherspannungen  $\tau_{xy}$ , berechnet nach der Biegetheorie, interlaminare Scherspannung  $\tau_b^{0.3}$  nach dem "Stapelmodell" und Summe der Scherspannungen  $\tau^*$  in Abhängigkeit vom Auflagerabstand  $S$  bei Raumtemperatur; "dünne" Proben (obere Reihe), "dicke" Proben (untere Reihe), [21,22].

die "dünnen" Proben alle im untersuchten Bereich der Oberflächen durch Delamination versagten und zwar bis zu einem  $S/W = 30$ . Die "dicken" Proben versagten durch Delamination bis  $S/W = 16$ . Von  $S/W = 16$  bis  $S/W = 20$  wurde als erste feststellbare Schädigung Ablösung ("buckling") in der Nähe des mittleren Auflagers an der Druckseite der Proben festgestellt.

Die Ergebnisse für die Biegebruchspannung  $\sigma_B$  und die Scherspannung  $\tau_{xy}$ , berechnet nach der klassischen Biegetheorie sind in Bild 15 zusammengefaßt.

Um das unerwartete Ergebnis, daß in den "dünnen" Proben bis zu solch hohen  $S/W$ -Verhältnissen erstes Versagen durch Delamination auftrat, zu erklären, wurde ein einfaches "Stapelmodell" vorgeschlagen. Die Voraussetzungen für dieses Modell sind, daß die Dicke der Matrixschicht zwischen den einzelnen Lagen vernachlässigt werden kann und daß die Bindung zwischen den Lagen extrem schwach ist, Bild 16.

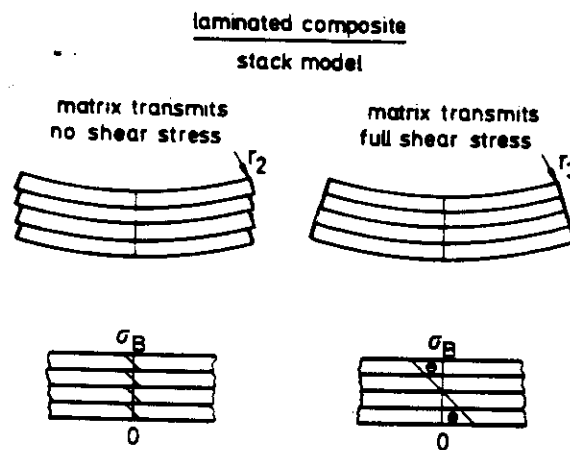


Bild 16: Stapelmodell des C/C Laminates, [21].

In dieser Modellvorstellung wird eine Scherspannung  $\tau_b^{\Delta W}$  postuliert, die von der relativen Dicke  $\Delta W/W$  der Lagen abhängt. Alle Spannungen und Spannungsverteilungen, unter Berücksichtigung des Stapelmodells, sind in Bild 17 zusammengefaßt.

Die Summenspannung, die unter Anwendung des Stapelmodells errechnet wird ist  $\tau^* = \tau_{xy} + \tau_b^{\Delta W}$ , Bild 17. Diese Summenspannung beschreibt genau die erste Kategorie der beobachteten Schädigung: nur Delamination bei einer konstanten Scherspannung  $\tau^*$  bei den

"dünnen" Proben bei allen gemessenen S/W-Verhältnissen (Bild 15, obere Reihe) und bei den "dicken" Proben bis zum Auflagerabstand  $S = 150 \text{ mm}$  ( $S/W = 16$ ), eine "gemischte" Schädigung für die "dicken" Proben zwischen  $S = 150 \text{ mm}$  und  $S = 180 \text{ mm}$  ( $S/W = 16$  bis  $S/W = 20$ ), Bild 15, untere Reihe.

All Stress-Distributions in a Laminate,  
loaded in 3-Point Bending

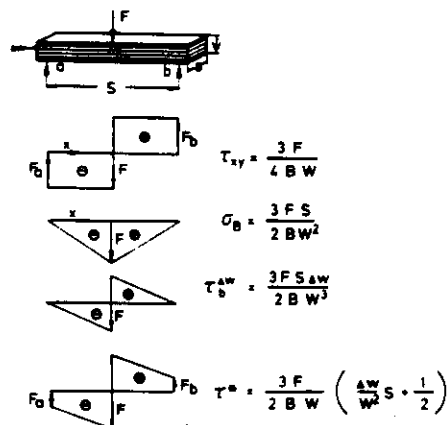


Bild 17: Spannungen und Spannungsverteilungen in einem Biegebalken;  $\tau_b^{AW}$ : Scherspannung im Stapelmodell, [21].

Für die "dünnen" Proben wurde bei  $1100^\circ\text{C}$  das gleiche Resultat gefunden. Die Experimente wurden in Vacua von  $5 \times 10^{-5} \text{ mbar}$  durchgeführt. Wie aus Bild 18 entnommen werden kann, liegen die Spannungswerte bei  $1100^\circ\text{C}$  auf einem höheren Niveau. Dies könnte von der Erniedrigung der internen Resteigenspannungen durch Annähern an die Gleichgewichtstemperatur herrühren.

Für die von der relativen Lagendicke  $\Delta W/W$  abhängige Scherspannung  $\tau_b^{AW}$  konnte bis jetzt keine physikalische Begründung angegeben werden. Es ist möglich, daß diese Erscheinungen der ersten Kategorie der Schädigung auch mit dem "free edge effect" erklärt werden können. Für das "Stapelmodell" war angenommen worden, daß sich das Material "transversalisotrop" in den einzelnen Lagen verhält, da sich die Festigkeit in Richtung Kette und Schuß in einer Lage nur

um  $\sim 15\%$  unterscheiden, [23]. Deshalb wurde angenommen, daß die "free edge"-Spannungen in diesem Material für die Delamination nicht entscheidend sind. Zu diesem Punkt wurden für dieses Material in FE-Rechnungen die "free edge"-Spannungen für verschiedene angenommene Dicken  $\Delta W$  der Matrixschicht zwischen benachbarten Lagen in Abhängigkeit von dieser Dicke simuliert, [24].

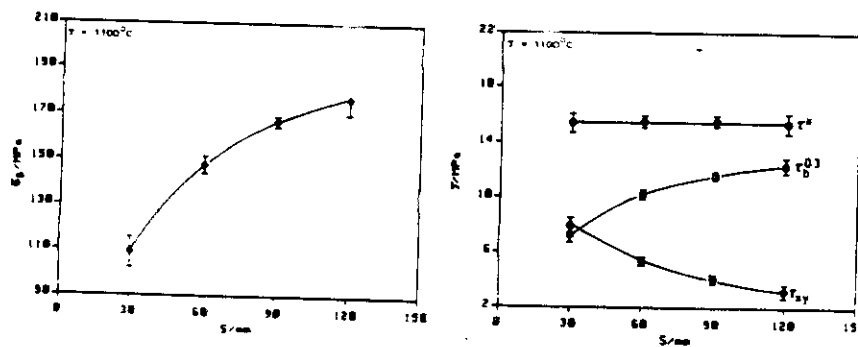


Bild 18: Biegebruchspannungen  $\sigma_B$  und Scherspannungen  $\tau_{xy}$ , berechnet nach der Biegetheorie, interlaminaire Scherspannung  $\tau_b^{0,3}$  nach dem "Stapelmodell" und Summe der Scherspannungen  $\tau^*$  in Abhängigkeit vom Auflagerabstand S bei  $1100^\circ\text{C}$ , "dünne" Proben, [21].

Dabei ist wichtig festzustellen, daß die berechneten interlaminaren Spannungen in diesem Material niedrigere Spannungsmaxima aufweisen als in einem mit Kohlenstoff-fasersverstärkten Polymermatrixverbund mit "unitape"-Aufbau in  $(0^\circ/90^\circ)$  Schichtung. Dies scheint das "transversalisotrope" Verhalten der gewebten Struktur der Matten im untersuchten C/C-Verbund zu bestätigen.

Bei verschwindender Dicke der Matrixschicht zwischen den Lagen (wie für das "Stapelmodell" angenommen) ist der Gradient in den Normalspannungen  $\sigma_{zz}$  und den Scherspannungen  $\sigma_{yz}$  zwischen benachbarten  $(0^\circ/90^\circ)$ -Lagen relativ hoch und sinkt mit zunehmender Dicke der Matrixschicht, während die Spannungsmaxima ansteigen. Diese Spannungsmaxima treten innerhalb der Lagen nahe an der Grenzschicht zur Matrixzwischen-schicht auf, [24]. Diese Ergebnisse haben nur qualitativen Charakter, da sie für einsinnige Dehnung und

nicht für Biegung berechnet wurden und die Spannungen sind nur als relativ zu betrachten, da Annahmen für die unbekannten elastischen Konstanten der isotropen Matrixschicht gemacht werden mußten.

Die Ergebnisse, die am C/C-Verbund bei Raumtemperatur und 1100°C gewonnen wurden, zeigen, daß die klassische Biegetheorie, wie anzunehmen war, nicht generell auf Verbundwerkstoffe angewendet werden kann. Die Ergebnisse unterstreichen die Bedeutung der Delamination als Schädigungskriterium für Lamine.

## 7. Rückblick und Ausblick

Dieser Bericht beschränkte sich auf Verbunde mit spröder Matrix, im speziellen auf Verbunde mit keramischer Matrix mit Endlos-Faserverstärkung. Das Schädigungsverhalten unter Last im Zug und in Biegung von unidirektional verstärkten und laminierten Verbunden mit keramischer Matrix wurde anhand des Systems LAS/SiC demonstriert. Dieses System stellt ein vielversprechendes Beispiel für einen zähen, hochtemperaturfesten, technischen keramischen Werkstoff dar.

Die allgemeine Herausforderung an die Verbunde mit keramischer Matrix, Kerbunempfindlichkeit und hohe Zähigkeit im Vergleich zur monolithischen Keramik, kann durch Einstellen eines verzögerten Bruches erfüllt werden. Es wurde demonstriert, daß der verzögerte Bruch immer dann eintritt, wenn die Festigkeit der Fasern diejenige der Matrix übertrifft und nur schwache, durch Reibung bedingte Kräfte in der Grenzschicht zwischen Faser und Matrix wirken.

Vor allem bei hohen Temperaturen, dem Einsatzbereich von Verbunden mit keramischer Matrix, steuert das Verhalten dieser Grenzschicht die Eigenschaften des Verbundes. Es stehen derzeit einige neue, vielversprechende Matrix- und Fasermaterialien in der Diskussion und die Bemühungen werden sich in der nächsten Zeit auf die Untersuchung des Verhaltens der Grenzschicht zwischen Faser und Matrix bei hohen Temperaturen unter Last richten.

# Literatur:

- [1] K.M. Prewo, J.J. Brennan, G.K. Layden: Fibre reinforced glasses and glass-ceramics for high performance applications; Ceram. Bull. 65/2 (1986) 305-313.
- [2] S. Yajima, K. Okamura, J. Hayashi, M. Omori: Synthesis of continuous SiC fibres with high tensile strength; J. Am. Ceram. Soc. 59/7-8 (1976) 324-327.
- [3] D.B. Marshall, A.G. Evans: Failure mechanisms in ceramic-fibre/ceramic-matrix composites; J. Am. Ceram. Soc. 68/5 (1985) 225-231.
- [4] D.M. Dawson, R.F. Preston, A. Purser: Fabrication and materials evaluation of high performance aligned ceramic fibre-reinforced, glass-matrix composite; Ceram. Eng. Sci. Proc. 8/7-8 (1987) 815-821.
- [5] J. Aveston, G.A. Cooper, A. Kelly in: The properties of fibre composites, Conf. Proc. pp.15-26; National Physical Laboratory, IPC Science and Technology Press (1971).
- [6] D.B. Marshall, B.N. Cox, A.G. Evans: The mechanics of matrix cracking in brittle-matrix fibre composites; Acta metall. 33/11 (1985) 2013-2021.
- [7] B. Budiansky, J.W. Hutchinson, A.G. Evans: Matrix fracture in fibre-reinforced ceramics; J. Mech. Phys. Solids 34/2 (1986) 167-189.
- [8] L.N. McCartney: Mechanics of matrix cracking in brittle-matrix fibre-reinforced composites; Proc. R. Soc. Lond. A 409 (1987) 329-350.
- [9] E.Y. Luh, A.G. Evans: High-temperature mechanical properties of a ceramic matrix composite; J. Am. Ceram. Soc. 70/7 (1987) 466-469.
- [10] J.J. Brennan, K.M. Prewo: Silicon carbide fibre reinforced glass-ceramic matrix composites exhibiting high strength and toughness; J. Mater. Sci. 17 (1982) 2371-2383.
- [11] K.M. Prewo: Tension and flexural strength of silicon carbide fibre-reinforced glass ceramics; J. Mater. Sci. 21 (1986) 3590-3600.
- [12] E. Bischoff, M. Rühle, O. Sbaizero, A.G. Evans: Microstructural studies of the interfacial zone of a fibre reinforced ceramic, to be published.
- [13] M.D. Thouless, O. Sbaizero, A.G. Evans: The effect of interface properties on pull-out in fibre-reinforced ceramics; to be published.

- [14] E. Bischoff, O. Sbaizero: The influence of heat treatment on the fibre/matrix interface in a SiC-reinforced glass ceramic; Proc. of the 46th Annual Meeting of the Electron Microscopy Society of America; ed. G.W. Bailey, 1988 San Francisco Press; Box 6000, San Francisco, CA 94101, USA, pp. 742-743.
- [15] E. Bischoff, pers. comm. 1988.
- [16] D.B. Marshall, W.C. Oliver: Measurement of interfacial mechanical properties in fibre-reinforced ceramic composites; J. Am. Ceram. Soc. 70/8 (1987) 542-548.
- [17] D.B. Marshall: An indentation method for measuring matrix-fibre frictional stresses in ceramic composites; J. Am. Ceram. Soc. 67/12 (1984) C259-260.
- [18] K.T. Faber, S.H. Advani, J.K. Lee, J.-T. Jinn: Frictional stress evaluation along the fibre-matrix interface in ceramic matrix composites; J. Am. Ceram. Soc. 69/9 (1986) C208-209.
- [19] O. Sbaizero, A.G. Evans: Tensile and shear properties of laminated ceramic matrix composites; J. Am. Ceram. Soc. 69/6 (1986) 481-486.
- [20] R.B. Pipes, N.J. Pagano: Interlaminar stresses in composite laminates under uniform axial extension; J. Compos. Mater. 4 (1970) 538-548.
- [21] C. Rief, M. Lindner, K. Kromp: Experimental Investigations and model proposal on damage mechanisms in a RCC-material; ASTM STP, in print.
- [22] C. Rief, K. Kromp: A new model to describe the damage in a laminated carbon-fibre reinforced carbon composite; in "Brittle Matrix Composites 2", ed. by A.M. Brandt and I.H. Marshall, Elsevier Appl. Sci. Publ. London - New York, to be published.
- [23] G. Popp, H. Böder, U. Gruber: Ermittlung mechanischer Kenndaten von Kohlenstoff-faser-verstärktem Kohlenstoff (CFC) mit dem Biege- und Zugversuch; in Verbundwerkstoffe: Phasenverbindung und mechanische Eigenschaften, Ed. G. Ondracek, Deutsche Gesellschaft für Metallkunde, Oberursel, FRG, 1985, pp.137-149.
- [24] M. Lindner, K. Kromp: FE-calculation demonstrating the influence of the matrix interface layer on the free edge stresses in a laminated CRFC composite; in "Brittle Matrix Composites 2", ed. by A.M. Brandt and I.H. Marshall, Elsevier Appl. Sci. Publ. London - New York, to be published.