

# **Einfluss des Matrixdesigns auf die Eigenschaften oxidkeramischer Faserverbundwerkstoffe**

*Fliegener, Sascha, Gall, Monika, Thielicke, Bärbel  
Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik IWM, Freiburg*

*Pritzkow, Walter  
Walter E.C. Pritzkow Spezialkeramik, Stuttgart*

*Korrespondenzadresse: sascha.fliegener@iw.fraunhofer.de*

## **Zusammenfassung:**

Oxidkeramische Faserverbundwerkstoffe (Oxide Ceramic Matrix Composites – OCMC) basieren zumeist auf Fasern aus Aluminiumoxid oder Mullit und Matrices im System Aluminiumoxid, Siliziumoxid und Zirkonoxid. Ein bereits erprobtes Materialkonzept weist Matrices mit Mullit als Hauptkomponente (Füllpulver) und Aluminiumoxid als Bindehilfsmittel auf. Daraus resultiert eine hochporöse Struktur, durch welche die Schadenstoleranz des Faserverbundwerkstoffs erheblich gesteigert wird. Versagen tritt in diesem Fall nicht schlagartig ein, sondern mit quasi-duktilen Schädigungsverhalten vor Erreichen der Grenzlast, unter Ausnutzung energie-dissipierender Mechanismen wie Faser-Pull-Out und Rissablenkung an Faser-Matrix-Grenzflächen.

Für eine neue Matrixvariante werden Aluminiumoxid als Hauptkomponente und nanoskalige Zirkonoxid-Partikel als Bindehilfsmittel verwendet. Dadurch soll die Schadenstoleranz des oxidkeramischen Faserverbundwerkstoffs erhalten bleiben und gleichzeitig die Festigkeit weiter gesteigert werden. Zum Vergleich wurden Proben mit identischen Fasern (Aluminiumoxid), aber unterschiedlichem Matrixaufbau (mullitisch bzw. Aluminiumoxid-basiert) hergestellt und untersucht. In Zug-, Druck-, Biege- und Scherversuchen wurden die Festigkeiten sowie die charakteristischen, elastischen Materialkennwerte ermittelt. Zur Bewertung der Schädigungsmechanismen beider Materialvarianten wurden zusätzlich mikrostrukturelle Untersuchungen durchgeführt. Beide Werkstoffe können so bezüglich ihrer Belastbarkeit und Schadenstoleranz bewertet werden. Des Weiteren wird ein Materialmodell auf Basis der Finite-Elemente-Methode (FEM) entwickelt und anhand der Versuchsdaten kalibriert. Damit soll künftig eine optimierte Auslegung von OCMC-Bauteilen ermöglicht werden.

**Stichwörter:** OCMC, Faserkeramik, Aluminiumoxid, Zirkonoxid, Schadenstoleranz

## **1. Einleitung**

Keramische Faserverbundwerkstoffe (im Englischen Ceramic Matrix Composites, kurz CMC) stellen eine relativ neue Materialklasse dar. Sie kombinieren die vorteilhaften Eigenschaften von monolithischen Keramiken wie beispielsweise die hohe Temperaturbeständigkeit mit der mechanischen Widerstandsfähigkeit der Faserverstärkung und können somit auch in Gebieten eingesetzt werden, in denen monolithische Keramiken wegen ihrer hohen Sprödigkeit ungeeignet wären.

Im Rahmen der hier vorgestellten Arbeit wurden verschiedene oxidkeramische Faserverbundwerkstoffe (Oxide Ceramic Matrix Composites) mechanisch charakterisiert, um einerseits die durch unterschiedliche Ausgangsmaterialien und Herstellungsprozesse erzielten speziellen Materialeigenschaften zu untersuchen und andererseits mit den

gewonnenen Werkstoffkenngrößen die Anpassung und Validierung der Simulation mittels Finite-Elemente-Methoden (FEM) zu erlauben. Diese soll als Basis für die weitere Optimierung der Werkstoffe bzw. für die optimale Auslegung von Bauteilen dienen. Mögliche Anwendungen sind im Bereich Brennertechnik und Ofenbaukomponenten zu sehen, bei denen die Werkstoffe Einsatztemperaturen bis zu 1300°C standhalten müssen. Bei vielen Anwendungen wird eine hohe Thermowechselbeständigkeit gefordert, die nur mit keramischen Faserverbundwerkstoffen auf Grund ihrer sehr guten Schadenstoleranz erreicht werden kann.

## 2. Aufbau der untersuchten Materialien

Alle untersuchten Werkstoffe verwenden die Fasern „Nextel 610“ der Firma 3M [1] (> 99 %  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) und unterscheiden sich durch die Zusammensetzung der Matrix. Die Herstellung der untersuchten Materialien erfolgte durch die Fa. Pritzkow Spezialkeramik [2].

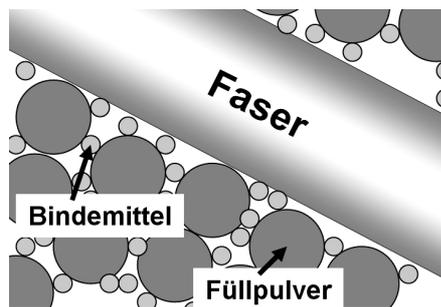
### 2.1 AvM1415N

Das Material AvM1415N ist ein praxisbewährtes Standardmaterial. Die Matrix besteht aus einer mullitischen Hauptkomponente (Füllpulver, Partikeldurchmesser  $\leq 2 \mu\text{m}$ ) und einem Bindehilfsmittel aus Aluminiumoxid (Partikeldurchmesser ca.  $0.2 \mu\text{m}$ ).

### 2.2 FW12

Das neuentwickelte Material FW12 weist eine Matrix aus Aluminiumoxid als Hauptkomponente (Partikeldurchmesser ca.  $0.5 - 0.8 \mu\text{m}$ ) sowie nanoskalige Zirkonoxid-Partikeln als Bindehilfsmittel (Partikeldurchmesser  $< 0.1 \mu\text{m}$ ) auf.

Beide Werkstoffe zählen zu den sog. „Weak Matrix Composites“. Die Bruchdehnung der Matrix ist erheblich kleiner als die der Fasern. Daher wird in diesem Zusammenhang auch oft von „Inverse Composites“ gesprochen [3]. Um Schädigungsrisse an den Fasern zu stoppen oder umzulenken, muss die Faser-Matrix-Anbindung möglichst schwach ausgelegt werden. Dies kann durch einen hochporösen Matrixaufbau erreicht werden, der wiederum aus einer bimodalen Größenverteilung der entsprechenden Partikel (Füllpulver und Bindemittel) resultiert [4]. Dieses Konzept ist in *Abb. 1* dargestellt.



*Abb. 1: Weak Matrix Composite (WMC) nach dem Konzept von [4]. Die schwache Faseranbindung wird erreicht durch eine bimodale Größenverteilung der Matrixpartikel (Füllpulver und Bindemittel).*

## 3. Mechanische Charakterisierung

### 3.1 Versuchsplanung

Neben Festigkeitswerten unter verschiedenen Beanspruchungsarten sollen auch die elastischen Konstanten zur Definition eines transversal-isotropen Materialmodells in der FEM-Simulation ermittelt werden. *Tab. 1* zeigt eine Übersicht. Die Versuchsdurchführung und Auswertung der Kennwerte erfolgten jeweils in Anlehnung an Norm [5].

Tab. 1: Versuchsplan

<b>Experiment:</b>	<b>Messgrößen:</b>	<b>Daraus ermittelbare Kennwerte:</b>
Vierpunkt-Biegung (Langbiegeproben)	Kraft und Weg am Belastungsstempel	Biegefestigkeit, Biegesteifigkeit (E-Modul)
Uniaxialer Druck	Kraft und Weg am Belastungsstempel, Längsdehnung aus Messungen mit Dehnungsmessstreifen (DMS)	Druckfestigkeit, Kompressionsmodul (E-Modul), Bruchdehnung
Uniaxialer Zug	Kraft und Weg an Probenspannzangen, Längs- und Querdehnung aus DMS-Messungen	Zugfestigkeit, Steifigkeit (E-Modul), Bruchdehnung, Querkontraktionszahl
Dreipunkt-Biegung (Kurzbiegeproben)	Kraft und Weg am Belastungsstempel	Interlaminare Scherfestigkeit
Druck-Scher-Versuch	Kraft und Weg am Belastungsstempel	Interlaminare Scherfestigkeit
Iosipescu-Scher-Versuch	Kraft und Weg an Belastungsvorrichtung, Scherung aus $\pm 45^\circ$ -DMS	Schubmodul

### 3.2 Probenentnahme und Orientierungseinfluss

Die vorliegende Webart (achtsträngiges Satin) bedingt, dass die Decklagen der Proben eine Vorzugsorientierung aufweisen, obwohl generell der Fasergehalt in Längs- und Querrichtung gleich ist. Es wurden daher Proben mit zwei unterschiedlichen Orientierungen entnommen: Bei den Längsproben ist die äußerste Faserlage parallel zur Probenlängsachse ausgerichtet, bei den Querproben senkrecht dazu. Der Orientierungseinfluss wurde bei allen Experimenten berücksichtigt. In *Abb. 2 und 3* ist der vierlagige Aufbau im Querschnitt skizziert.

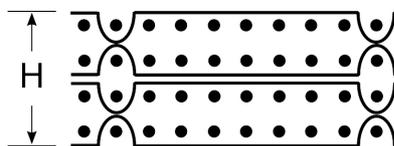


Abb. 2: Längsorientierung der äußersten Faserlage. Der für die Biegesteifigkeit ausschlaggebende Abstand  $H$  der lasttragenden Randfasern ist in der Zeichnung markiert.

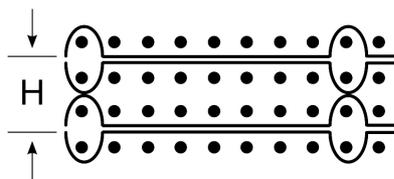


Abb. 3: Querorientierung der äußersten Faserlage, der Abstand  $H$  der lasttragenden Randfasern ist kleiner als bei Längsorientierung.

### 3.3 Vierpunkt-Biegeversuche

Die stäbchenförmigen Proben (70 x 10 mm, Probendicke ca. 1.4 mm) wurden durch vier Auflagerrollen weggeregelt bis zum ersten deutlichen Lastabfall belastet. Gemessen wurden Kraft und Weg am Belastungsstempel. Die nach [5] ausgewerteten Daten typischer Proben sind in den Spannungs-Durchbiegungs-Kurven in *Abb. 4* ersichtlich.

Sämtliche Kurven zeigen ein nahezu lineares Verhalten bis zum Versagen, da beim vorliegenden Lastfall fast ausschließlich die Fasern belastet werden. Dies steht im Einklang mit Aufnahmen der Bruchflächen, die ein Zugversagen der Deck-Gewebelage als Schädigungsursache erkennen lassen. Eine kontinuierliche Steifigkeitsabnahme durch unterkritische Schädigung der Matrix konnte bei matrixdominierten Lastfällen wie „in-plane“- und „out-of-plane“-Druckversuchen beobachtet werden. Aber auch die Biegeproben zeigen minimale Steifigkeitsverluste kurz vor Versagen, die mit Knackgeräuschen korreliert werden konnten, was auf eine interlaminare Matrixschädigung hindeutet.

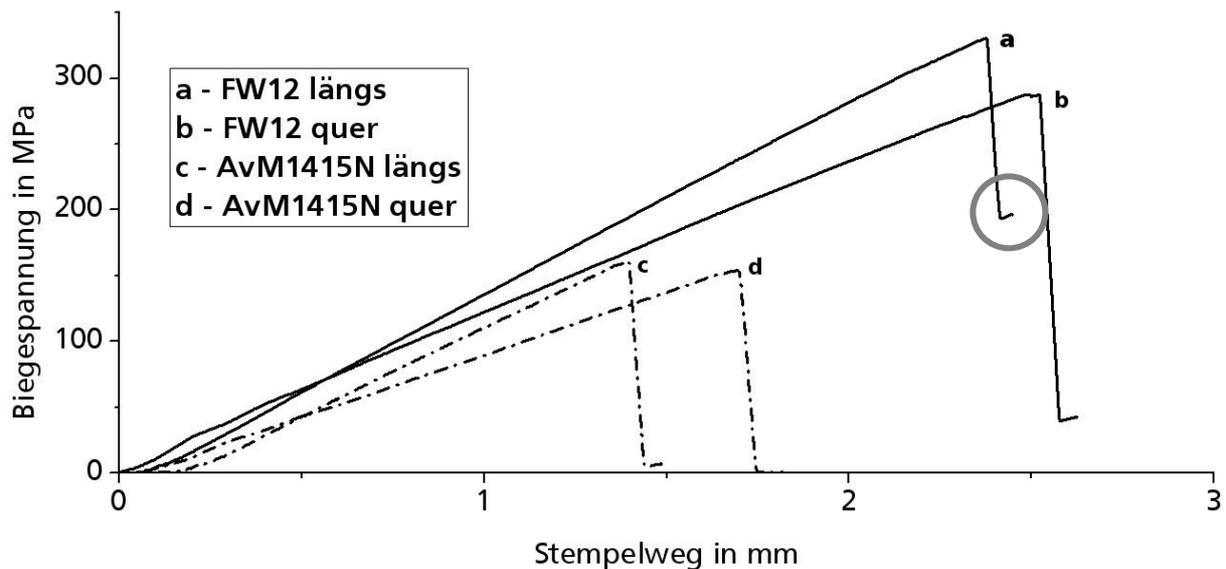


Abb. 4: Typische Spannungs-Durchbiegungs-Verläufe von Vierpunkt-Biegeproben

Das Material AvM1415N (gestrichelte Kurven c, d) weist mit einem Durchschnittswert von 156 MPa nur in etwa die Hälfte der durchschnittlichen Biegefestigkeiten der FW12-Proben (a, b) mit 303 MPa auf. Auffällig sind die jeweils deutlich höheren Steifigkeiten der Längsproben (a, c) gegenüber denen der Querproben (b, d) und insbesondere bei den FW12-Längsproben das Spannungsplateau bei etwa 200 MPa (eingekreister Bereich in Abb. 4), auf das die Biegespannung nach dem ersten Versagen abfällt. Diese Restfestigkeit, die bei den AvM-Proben nicht beobachtet werden konnte, lässt auf eine besonders hohe Schadenstoleranz der neuen Materialvariante schließen.

Auch die mikrostrukturelle Untersuchung von Bruchflächen zeigt bei der Gegenüberstellung von Querproben aus AvM- bzw. FW12-Material deutliche Anzeichen einer gesteigerten Schadenstoleranz des neuen Materials, die an erhöhten Anteilen von Rissablenkung, Faser „pull-out“ und insgesamt einer größeren, zerklüfteten Bruchfläche zu erkennen ist (Abb. 5).

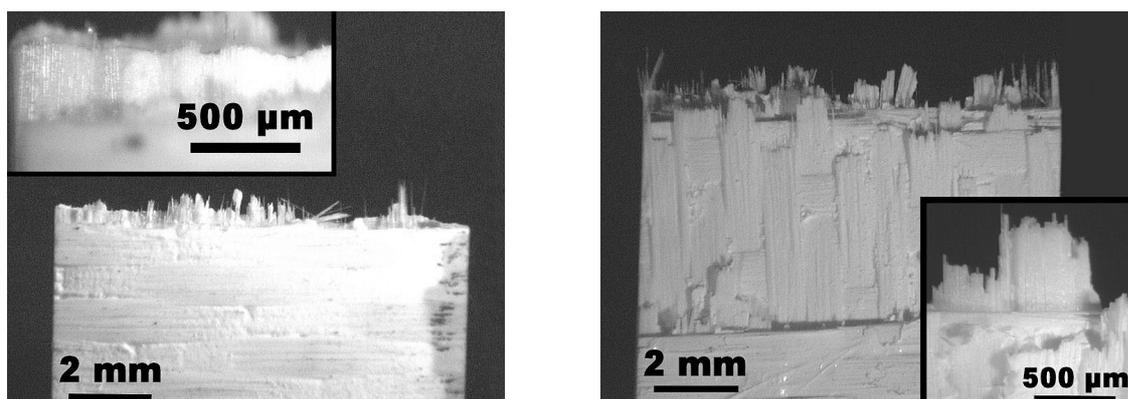


Abb. 5: Bruchfläche einer AvM1415N-Probe (li.) und einer FW12-Probe (re.)

### 3.4 Zugversuche

Die Zugproben (150 x 16 mm) wurden in der Mitte tailliert (Übergangsradius 2.5 mm), um das Versagen in Probenmitte und nicht im Einspannungsbereich zu initiieren. Auf beiden Probenseiten wurde je ein längs- und ein querorientierter Dehnungsmessstreifen appliziert. Die Spannungs-Dehnungs-Kurven der untersuchten Proben sind in Abb. 6 dargestellt.

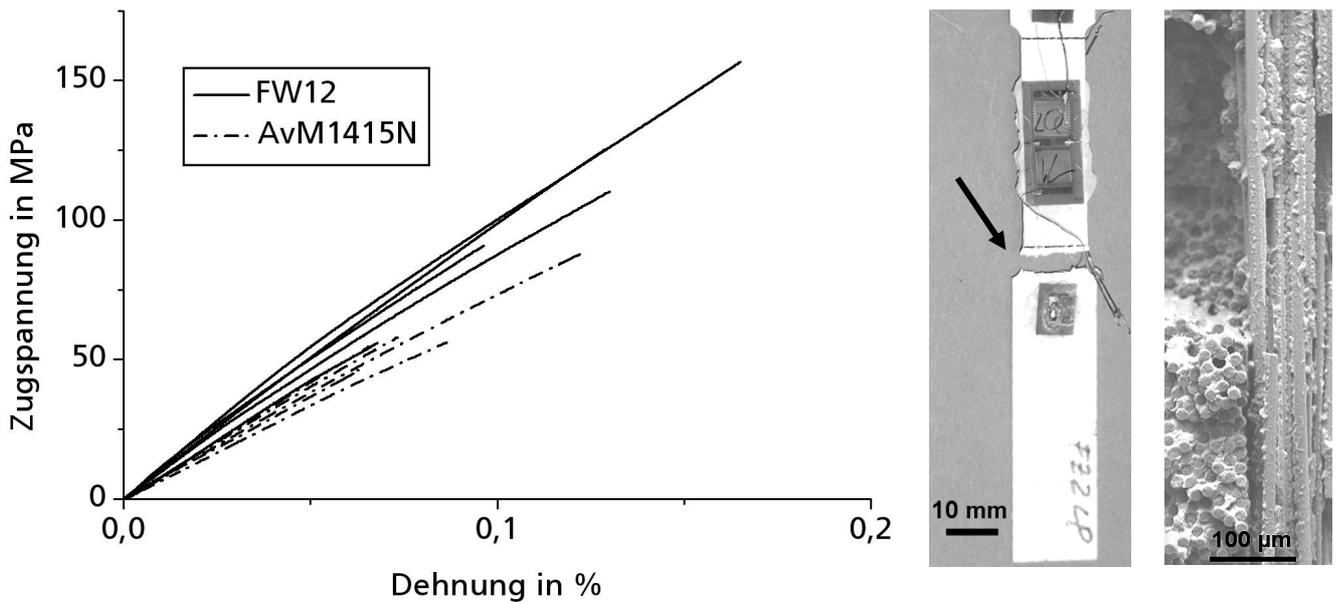


Abb. 6: Spannungs-Dehnungs-Kurven der untersuchten Zugproben (li.), Bruchstelle (Mi.), rasterelektronenmikroskopische Aufnahme einer Bruchfläche (re.)

Aufgrund der homogenen Querschnittsbeanspruchung zeigt sich im Zugversuch kein Einfluss der Randfaserorientierung. Die durchschnittliche Zugfestigkeit des FW12-Materials (durchgezogene Kurven) ist mit 121 MPa etwa doppelt so groß wie diejenige der AvM1415N-Proben (gestrichelte Kurven) mit 62 MPa. Auffallend ist der deutliche Unterschied zwischen Zug- und Biegefestigkeitswerten, obwohl Schädigungsuntersuchungen zeigen, dass sämtliche Biegeproben ebenfalls durch Zugversagen der Randfasern gebrochen sind.

### 3.5. Druck-Scher-Versuche

Der Druck-Scher-Versuch wurde zur Ermittlung der interlaminaren Scherfestigkeit durchgeführt. Die 20 x 20 mm großen Proben, die im Gegensatz zu den anderen Versuchen aus Material mit achtlagigem Aufbau gefertigt wurden, um eine ausreichende Materialdicke zu erhalten, sind von beiden Seiten spitz eingekerbt. Die Kerbgründe überlappen um ca. 0.2 mm. So wird bei Druckbelastung der Probe ein reines Scherverversagen initiiert. Ergänzend wurden Dreipunkt-Kurzbiegeversuche durchgeführt, die sich ebenfalls zur Untersuchung der Scherfestigkeit eignen, aber durch überlagerte Druckspannungen der Auflager tendenziell zu hohe Kennwerte liefern [6]. Für FW12 wurde eine durchschnittliche interlaminare Scherfestigkeit von 20 MPa und für AvM1415N von 11 MPa ermittelt.

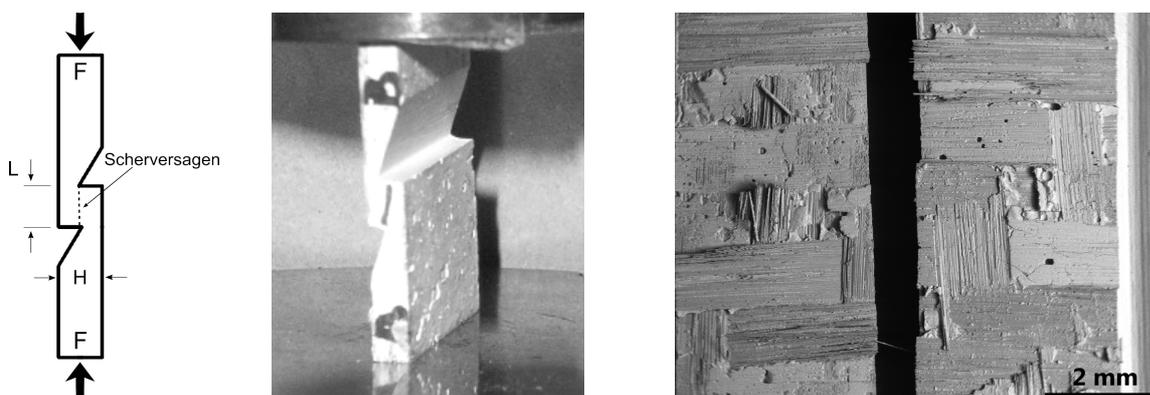
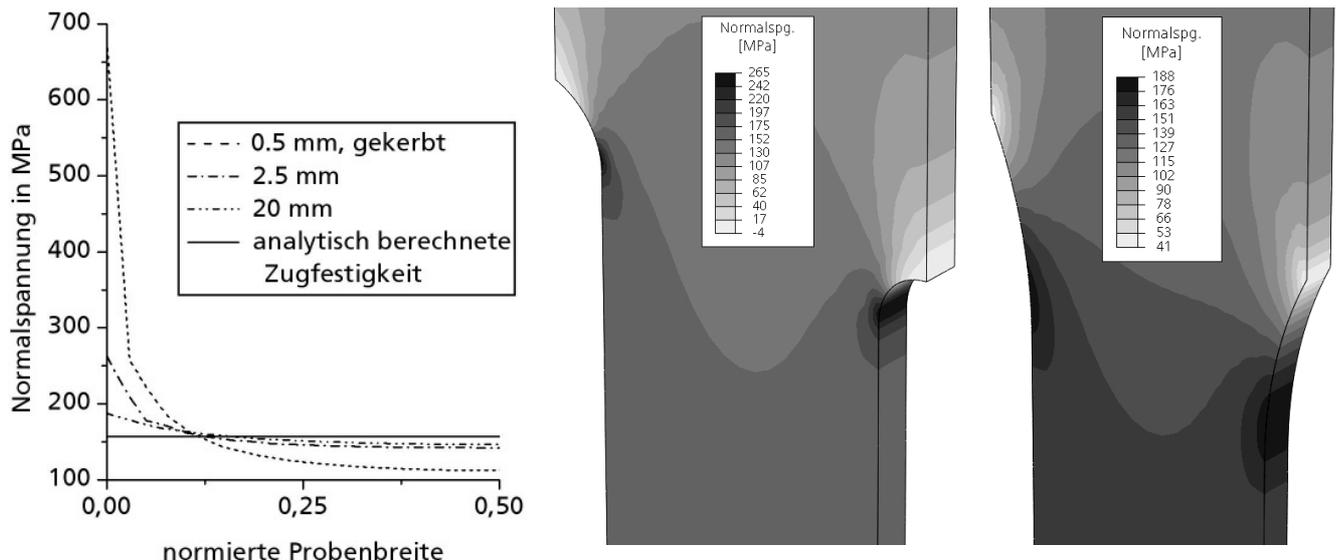


Abb. 7: Druck-Scher-Versuch: Prinzip (li.), belastete Probe (i.), interlaminare Bruchflächen (re.)

#### 4. Simulation

Mit den ermittelten elastischen Konstanten aus den zuvor beschriebenen Versuchen wurde in der FEM-Simulationssoftware ABAQUS 6.9 ein linear elastisches, transversal-isotropes Materialmodell erstellt. Die Zugproben mit variiertem Übergangsradius wurden bei der Modellierung jeweils mit der Bruchkraft aus den realen Tests belastet. Es zeigen sich starke Spannungsüberhöhungen im Bereich der Übergangsradien, die bei der formalen Auswertung nach Norm [5] nicht berücksichtigt werden. Da aber das Versagen in diesen Bereichen auftrat, lassen sich die im Vergleich zu den Biegeversuchen zu niedrigeren Zugfestigkeitswerte erklären. *Abb. 8* zeigt den berechneten Verlauf der Zug-Normalspannung im höchstbelasteten Querschnitt für verschiedene Übergangsradien.



*Abb. 8: Spannungsverlauf im höchstbelasteten Querschnitt für verschiedene Übergangsradien (li.), Spannungsverteilung am Übergangsradius 2.5 mm (Mi.) und 20 mm (re.)*

#### 5. Fazit

Das neu entwickelte FW12-Material weist unter allen untersuchten Belastungsbedingungen ca. 100 % höhere Festigkeiten als das Standardmaterial AvM1415N auf. Die für viele Anwendungsfälle erforderliche Schadenstoleranz bleibt gegenüber dem Referenzmaterial stets erhalten oder ist sogar erhöht. Unter Biegebeanspruchung zeigt sich ein starker Orientierungseinfluss der Deckfaserlage, der bei der Auslegung von Bauteilen berücksichtigt werden sollte. Erste FEM-Simulationsstudien konnten Diskrepanzen zwischen den Ergebnissen verschiedener Versuchsreihen erklären.

#### Literatur

- [1] 3M: Ceramic Textiles and Composites, <http://www.3m.com/ceramics>, 1.11.2010
- [2] Pritzkow Spezialkeramik: Keramikblech, <http://www.keramikblech.com>, 15.11.2010
- [3] Krenkel, W.: Ceramic Matrix Composites, 2008, ISBN 978-3-527-31361-7
- [4] Levi, C. et al.: Microstructural Design of Stable Porous Matrices for All-Oxide Ceramic Composites, *Z. Metallkd.* 90 (1999) 12, S. 1037-1047
- [5] Norm DIN V ENV 658: Mechanische Eigenschaften von keramischen Verbundwerkstoffen bei Raumtemperatur, 1992, Beuth Verlag
- [6] Thielićke, B.: Die Ermittlung der Interlaminaren Scherfestigkeit von Kohlenstofffaser-verstärkten Kohlenstoffen mit dem Druck-Scherversuch im Temperaturbereich zwischen Raumtemperatur und 2000 °C, Diss., Universität Karlsruhe, 1997