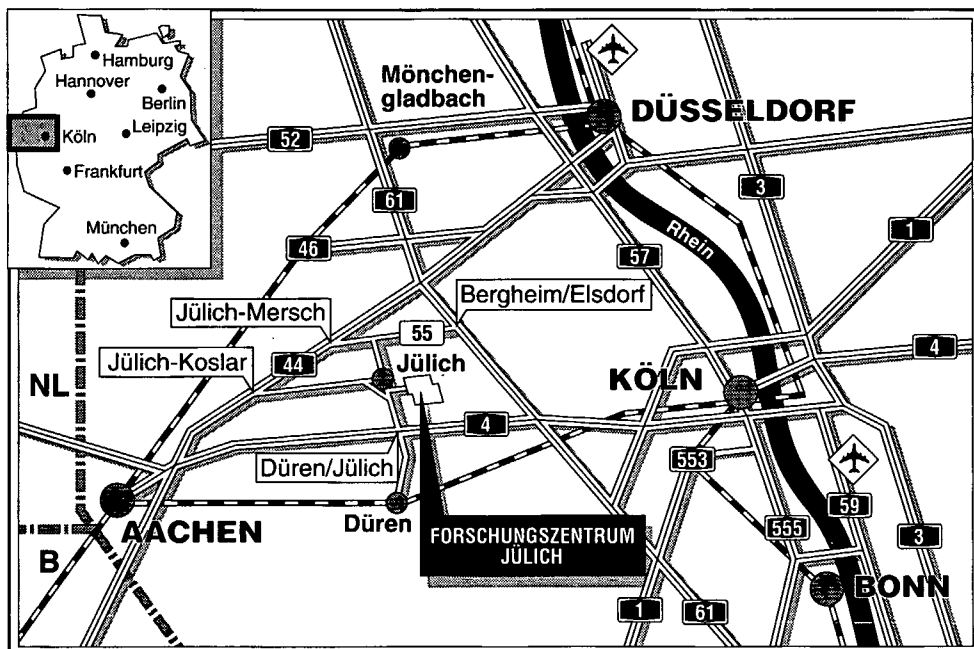


Institut für Reaktorwerkstoffe

2668

**Wachstum versagensrelevanter Oberflächenrisse
in oxidischen Keramiken
mit und ohne Umwandlungsverstärkung**

G.W. Dransmann R.W. Steinbrech H. Nickel



Berichte des Forschungszentrums Jülich ; 2668

ISSN 0366-0885

Institut für Reaktorwerkstoffe Jül-2668

D 82 (Diss. RWTH Aachen)

Zu beziehen durch: Forschungszentrum Jülich GmbH · Zentralbibliothek
Postfach 19 13 · D-5170 Jülich · Bundesrepublik Deutschland
Telefon: 02461/61-6102 · Telefax: 02461/61-6103 · Telex: 833556-70 kfa d

Jül-2668

August 1992

ISSN 0366-0885

**Wachstum versagensrelevanter Oberflächenrisse
in oxidischen Keramiken
mit und ohne Umwandlungsverstärkung**

G.W. Dransmann* R.W. Steinbrech H. Nickel

Growth of failure relevant surface cracks in oxide ceramics with and without transformation-toughening

by G. W. Dransmann *
R. W. Steinbrech
H. Nickel

Abstract

In recent years active debates are on progress to select the right cracks for determination of the toughness behavior of modern structural ceramics, especially of those exhibiting R-curve behavior. Mostly toughness is measured in notched specimens where cracks grow several millimeters while strength is usually measured with unnotched bend bars where small surface flaws cause brittle fracture. As in the majority of cases the latter cracks are responsible for failure of ceramic components a piezo-mechanic testing machine was designed to observe the growth of "natural" surface cracks in situ and therefrom the mechanical behavior of structural ceramics was studied.

The extension behavior of surface cracks ("natural" and indentation cracks) in transformation-toughened ZrO_2 -containing ceramics (stabilized with either MgO or Y_2O_3) and non-transforming Al_2O_3 was studied. A novel evaluation method was developed to determine the indentation-induced residual stress intensity from experimental data (crack extension curves). In all the cases it was found that failure occurs at toughness levels significantly below the plateau toughness revealed from long crack experiments and this indicates that the use of plateau toughness values overestimates the toughness potential of ceramics.

For additional information about the microstructure-mechanical properties co-relationship in the ZrO_2 -ceramics Raman-spectroscopy was used. By this means the farfield-transformation of MgO -partially stabilized ZrO_2 in bending and the influence of transformation on the indentation crack profile in Yttria-stabilized zirconia was examined.

* Dissertation

Wachstum versagensrelevanter Oberflächenrisse in oxidischen Keramiken mit und ohne Umwandlungsverstärkung

von G. W. Dransmann *
R. W. Steinbrech
H. Nickel

Kurzfassung

Im Zusammenhang mit der Charakterisierung des Spröbruchverhaltens moderner Strukturkeramiken wird in jüngster Zeit zunehmend darüber diskutiert, an welchen Rißsystemen das Rißzähigkeitsverhalten bestimmt werden sollte. Das gilt insbesondere für Keramiken, die einen Anstieg der Rißzähigkeit mit zunehmender Rißverlängerung aufweisen (R-Kurvenverhalten). Bisher übliche mechanische Messungen an langen Rissen in gekerbten bruchmechanischen Proben, bei denen die Zähigkeit z.T. über mehrere Millimeter Rißverlängerung ansteigt, entsprechen weder den Beobachtungen beim Versagen von keramischen Bauteilen noch den Rißsystemen, die bei der Festigkeitsmessung versagensauslösend sind. In beiden Fällen sind es in der Regel Oberflächen-defekte.

In dieser Arbeit wurde daher eine piezomechanische Biegeapparatur entwickelt, die neben der genauen mechanischen Messung eine mikroskopische in situ Beobachtung des Wachstums von Oberflächenrisen gestattet.

Mit dieser Apparatur wurden Rißausbreitungsstudien an umwandlungsverstärkten Keramiken auf ZrO_2 -Basis (Stabilisierung mit MgO bzw. Y_2O_3) und an einer nicht-umwandlungsverstärkten Al_2O_3 -Keramik durchgeführt. Die Untersuchung konzentrierte sich auf "natürliche" Oberflächenrisse und Härteeindrucksrisse. Bei der Berechnung der Materialzähigkeit an Härteeindrucksrisen konnten mit Hilfe der in situ Technik die aus dem Härteeindruck resultierenden Eigenspannungen erstmals aus den experimentellen Daten (Rißausbreitungskurven) bestimmt werden. Die Ergebnisse der Zähigkeitsberechnung zeigten übereinstimmend bei allen untersuchten Keramiken, daß Rißinstabilität von Oberflächenrisen bei relativ niedrigen Rißzähigkeiten z.T. deutlich unterhalb der Plateau- bzw. Maximalwerte langer Risse auftritt. Eine unkritische Verwendung von Rißzähigkeitsdaten aus Langrißuntersuchungen stellt demzufolge eine Überschätzung des Zähigkeitspotentials dar.

Zu ergänzenden mikrostrukturellen Untersuchungen an den ZrO_2 -Keramiken wurde die Raman-Spektroskopie eingesetzt. Mit ihrer Hilfe konnten das Umwandlungsverhalten von MgO -teilstabilisiertem ZrO_2 im Biegeversuch sowie der Einfluß der Umwandlung auf das Profil von Härteeindrucksrisen in Y_2O_3 -stabilisiertem ZrO_2 analysiert werden.

* Dissertation

INHALTSVERZEICHNIS

	<u>Seite</u>
Verzeichnis der verwendeten Parameter und Indizes	1
1 EINLEITUNG	3
2 RISSAUSBREITUNGSVERHALTEN KERAMISCHER WERKSTOFFE (Bruchmechanische Grundlagen und Literaturübersicht zum Rißausbreitungsverhalten von Oberflächenrissen)	11
2.1 R-Kurvenverhalten	11
2.2 Verstärkungsmechanismen	14
2.3 Korrelation von Festigkeit und Rißzähigkeit	19
2.4 Meßmethodik	21
2.5 Kenntnisstand zum Ausbreitungsverhalten von Oberflächenrissen	24
2.6 Konsequenzen für Spröbruchuntersuchung keramischer Werkstoffe	29
3 VERSUCHSSTÄNDE ZUR IN SITU BEOBACHTUNG STABILEN RISSWACHSTUMS	31
3.1 Elektromechanische Miniatur-Biegevorrichtung	33
3.2 Neu entwickelter piezomechanischer Versuchsstand	36
3.2.1 Schematischer Aufbau des Versuchsstandes	36
3.2.2 Aufbau der Biegevorrichtung	36
3.2.3 Meß- und Steuereinrichtungen	42
3.2.4 Rißbeobachtungs- und -meßeinrichtungen	43
3.2.5 Hardware zur PC-gestützten Datenerfassung und Versuchsregelung	46
4 MATERIAL UND PROBENHERSTELLUNG	49
4.1 Werkstoffe	49
4.2 Probenherstellung und Oberflächenpräparation	50
5 UMWANDLUNGSVERSTÄRKTE ZIRKONOXID-KERAMIK	51
5.1 Zähigkeitssteigerung durch Umwandlungsverstärkung	51

5.2	Ergebnisse der Untersuchungen an MgO-teilstabilisiertem ZrO_2 (Mg-PSZ) und Diskussion	57
5.2.1	Methode der Riausbreitungsuntersuchung an natrlichen Oberflchenrissen	57
5.2.2	Rizhigkeitsverhalten von Oberflchenrissen in Mg-PSZ	60
5.2.3	Phasenumwandlung in Mg-PSZ	70
5.2.3.1	Relaxationsverhalten	70
5.2.3.2	Raman-Spektroskopie	73
5.2.3.3	Ergebnisse der Raman-Untersuchungen an relaxierten Proben	74
5.2.3.4	Ergebnisse der Raman-Spektroskopie zur RT-Alterung	77
5.3	Hrteeindruckrisse	81
5.3.1	Grundstzliche Methode	81
5.3.2	Zhigkeitsberechnungen an Hrteeindruckrissen	84
5.3.2.1	Direkte Berechnung ber die Ausgangsrilnge c_0	86
5.3.2.2	Berechnung ber die Instabilittsrilnge c_m	86
5.3.2.3	Neue Methode zur Ermittlung der Rizhigkeit an Hrteeindruckrissen	87
5.4	Ergebnisse der Untersuchungen an Y_2O_3 -stabilisiertem ZrO_2 (Y-TZP) und Diskussion	90
5.4.1	Ermittlung des Rityps	90
5.4.2	Riprofiluntersuchungen	93
5.4.3	Riausbreitungsexperimente und K_R -Berechnung an 4Y-TZP	98
5.4.3.1	Ohne Eigenspannungen ($K_{res} = 0$)	98
5.4.3.2	Mit Eigenspannungen ($K_{res} \neq 0$)	99
5.4.3.3	Vergleich mit K_{IC} -Bestimmung nach Anstis et al.	102
5.4.3.4	Riausbreitung nach kurzer Glhung bei 800°C	103
5.4.4	Riausbreitungsexperimente und K_R -Berechnung an 3Y-TZP	106
5.4.4.1	Riausbreitung mit Eigenspannungen ($K_{res} \neq 0$)	107
5.4.4.2	Vergleich mit K_{IC} -Bestimmung nach Anstis et al.	109
5.4.5	Raman-Untersuchungen zum Einflu der t-m Transformation auf die Rientstehung in Y-TZP	109
5.5	Zusammenfassung der Untersuchungen an umwandlungsverstrkten ZrO_2 -Keramiken	112

6	NICHT-UMWANDLUNGSVERSTÄRKTE OXIDKERAMIK	113
6.1	Ergebnisse der Untersuchungen an Al_2O_3 -Keramik und Diskussion	113
6.2	Zähigkeitsuntersuchungen an Härteeindrucksrissen	114
6.2.1	Ermittlung des Rißtyps	114
6.2.2	Rißausbreitung mit Eigenspannungen ($K_{\text{res}} \neq 0$)	116
6.2.3	Vergleich mit K_{IC} -Bestimmung nach Anstis et al.	120
7	SCHLUSSFOLGERUNGEN	121
8	ZUSAMMENFASSUNG	122
9	LITERATURVERZEICHNIS	124

Verzeichnis der verwendeten Parameter und Indizes

Zeichen	Erklärung	Einheit
C	Compliance	$\mu\text{m/N}$
D	mittlere Korngröße	μm
E	Elastizitätsmodul	GPa
F	Kraft	N
G_I	Energiefreisetzungsrate (Mode I)	N/m
H	Härte; hier: Vickershärte	GPa
I	Intensität bei Raman-Messungen	-
I_r	relative Intensität: $I_r = I_{\text{mono}}/(I_{\text{mono}} + I_{\text{tetr}})$	-
I_{mono}	Intensität des Peaks von monoklinem ZrO_2	-
I_{tetr}	Intensität des Peaks von tetragonalem ZrO_2	-
K_I, K	Rißzähigkeit (Mode I)	$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$
K_{app}, K_a	angelegter Spannungsintensitätsfaktor	$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$
K_R, K_r	Materialzähigkeit	$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$
$K_{\text{plat}}, K_{R,\text{max}}, K_{RP}$	Plateauzähigkeit bzw. maximale Zähigkeit	$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$
K_{I0}, K_{R0}	Anfangswert der Materialzähigkeit bei R-Kurvenverhalten	$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$
K_{res}	Eigenspannungsintensitätsfaktor	$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$
K_{tot}	gesamter Spannungsintensitätsfaktor	$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$
L	Oberflächenrißlänge eines "natürlichen" Risses	μm
P	Last	N
P_0	Ausgangslast	N
P_r	Last nach Relaxation	N
P_f	Bruchlast bei Wiederbelastung nach Relaxation	N
P_i, P_{ind}	Härteeindrucklast	N
R	Rißwiderstandskraft	N/m
R_0, R_{max}	Startwert bzw. Maximalwert der Rißwiderstandskraft bei R-Kurvenverhalten	N/m
X_M	Eigenspannungsfaktor bei medianem Rißtyp	-
X_P	Eigenspannungsfaktor bei radialem Rißtyp	-
Y	Geometriefaktor	-
Y^*	modifizierter Geometriefaktor: $Y^* = Y (a/c)^{1/2}$	-
a	Rißtiefe	μm
a_0, a_c	Anfangsrißtiefe bzw. kritische Rißtiefe	μm
a	Rißgeschwindigkeit	$\mu\text{m/s}$
b	Probenbreite	mm

Zeichen	Erklärung	Einheit
c	halbe Oberflächenrißlänge (auch bei medianen Härteeindruckrissen)	μm
c_0, c_m	halbe Anfangs- bzw. maximale Oberflächenrißlänge	μm
c_f	kritische halbe Oberflächenrißlänge	μm
$\Delta a, \Delta c$	Rißverlängerung	μm
d	Diagonale eines Vickers-Härteeindruck	μm
f_{mono}	Volumenanteil monoklines ZrO_2	Vol.-%
l	Oberflächenrißlänge eines radialen Risses: $l = c - d/2$	μm
l_0	Anfangs-Oberflächenrißlänge eines radialen Risses	μm
w	Probenhöhe	mm
δ	Durchbiegung	μm
γ	Oberflächenenergie	N/m
λ	Wellenlänge	nm
σ	Spannung	MPa
σ_{app}	von außen angelegte Spannung	MPa
σ_B	Biegebruchspannung	MPa
σ_f	Bruchfestigkeit: $\sigma_{f,\text{app}} = \sigma_f - \sigma_{\text{res}}$	MPa
$\sigma_{f,\text{app}}$	von außen angelegte Versagensspannung; bei Biegung = σ_B	MPa
σ_{res}	Eigenspannung	MPa
$\Delta\sigma$	Spannungsabnahme bei Relaxationsexperiment	MPa

1 EINLEITUNG

Keramiken gehören zu den ältesten Werkstoffen der Menschheit /1-3/. Der Begriff Keramik leitet sich vom griechischen Wort "ceramos" ab, was soviel wie "gemacht mit Feuer" bedeutet /2/. Auch die Vielzahl der teilweise erst in den letzten Jahrzehnten in den verschiedenen Bereichen der Technik, Medizin etc. zum Einsatz kommenden Keramiken werden noch bei hohen Temperaturen gesintert. Aufgrund der technisch spezifischeren Verwendung wird bei den neueren keramischen Werkstoffen häufig von Ingenieurkeramiken bzw. aufgrund der außerordentlichen Eigenschaftsmerkmale auch von Hochleistungskeramiken gesprochen.

Die heute eingesetzten Keramiken zeichnen sich durch eine Vielzahl besonderer Eigenschaften aus, von denen einige im folgenden beispielhaft vorgestellt werden. Eine herausragende Eigenschaft keramischer Werkstoffe ist deren Beständigkeit in Temperaturbereichen, in denen Metalle nicht mehr verwendet werden können. Siliciumcarbid und -nitrid werden beispielsweise bei Verbrennungsprozessen als Brennerrohre (SiSiC bis 1400°C) oder als Turboladerrotor bzw. Gasturbine (Si_3N_4) eingesetzt /4-6/. Aufgrund ihrer Wärmeleitfähigkeit /4/ zeigen sie auch eine relativ gute Temperaturwechselbeständigkeit.

Ein weiteres Merkmal mancher Keramiken ist ihre hohe Festigkeit. Siliziumnitrid hat z.B. als HPSN (Heißgepresstes Si_3N_4) oder HIPSN (Heiß-isostatisch gepresstes Si_3N_4) eine Festigkeit von $\sigma_f \approx 800 \text{ MPa}$ und höher /7/.

Als Beispiel für gute Wärmeisolierung kann Aluminiumtitanat (Al_2TiO_5) angeführt werden, das trotz der geringen Festigkeit ($\sigma_f \approx 30 \text{ MPa}$) im anspruchsvollen Motorenbau zur Auskleidung des heißen Motorbereichs und damit zur Verbesserung des Wirkungsgrades eingesetzt wird.

Aufgrund seiner relativ guten Festigkeit ($\sigma_f > 250 \text{ MPa}$) und geringeren Wärmedämmung wird Aluminiumoxid (Al_2O_3) als Gehäuse für mikroelektronische Schaltkreise (Chips) /4/ ebenso verwendet wie als tragendes Element bei höheren Temperaturen (z.B. als Druckstempel in Hochtemperatur(HT)-Verformungsmaschinen). Hier ist auch die gute Oxidationsbeständigkeit und entsprechende Formbeständigkeit bei HT-Belastung an Luft ein wichtiges Kriterium.

Die gute Korrosionsbeständigkeit sowie gute Gleiteigenschaften prädestinieren SiC als Dichtungs- oder Lagerbauteil in aggressiven und hochtemperierten Medien.

Generell stellt auch die gegenüber Metallen geringere Dichte keramischer Werkstoffe zunehmend für viele Anwendungen einen Vorteil dar.

Trotz der vielen beeindruckenden Eigenschaften ist der Einsatz von Keramiken als Strukturwerkstoff bei der kommerziellen Anwendung jedoch bislang noch gering /3, 5, 6/. Die wesentliche Ursache hierfür ist die gegenüber Metallen deutlich höhere Sprödbbruchanfälligkeit bzw. entsprechend geringe Zähigkeit (Al_2O_3 : $K_{IC} \approx 4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ gegenüber Stahl: $K_{IC} > 50 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ /8/). Auch die z.T. große Streuung der mechanischen Kennwerte beeinträchtigt die Zuverlässigkeit mancher Keramiken. Um diesen Nachteilen entgegenzuwirken, sind in den letzten 10 bis 20 Jahren im Rahmen nationaler Materialforschungsprogramme in den großen Industrienationen /9-11/ umfangreiche Materialentwicklungsprogramme gefördert worden. Dabei haben sich vor allem zwei Wege zur Erhöhung der Zuverlässigkeit keramischer Strukturwerkstoffe herauskristallisiert.

Durch die Verwendung reinerer Ausgangsmaterialien mit feinerer Korngröße sowie durch sorgfältige Kontrolle der Prozeßparameter beim Verdichten und Sintern der Werkstoffe ist es gelungen, die Defektgröße keramischer Werkstoffe deutlich zu verringern. Dies führte zu einer geringeren Streuung der mechanischen Kennwerte und zu einer höheren Festigkeit, was zusammen einer verbesserten Zuverlässigkeit entspricht. Vor allem die japanische Keramikindustrie hat auf diese Weise ganz beachtliche Erfolge erzielt. Feinkörnige Keramiken mit einer Festigkeit über 2 GPa /7, 11-14/ konnten bis heute entwickelt werden.

Trotz der sich bei hoher Festigkeit auch rechnerisch ergebenden hohen Zähigkeit sind diese Keramiken extrem rißempfindlich. Von wirklicher Rißtoleranz ist nicht auszugehen, da eine stabile Rißverlängerung praktisch nicht möglich ist. Wird die kritische Spannung lokal überschritten, so kommt es trotz hoher Materialfestigkeit zu einem katastrophalen Sprödbbruch. In Abbildung 1.1, in der die übliche bruchmechanische Verknüpfung von Festigkeit und Rißzähigkeit graphisch dargestellt wird, entspricht diese Situation einer kleinen kritischen Fehlergröße a_c .

$$\sigma_f = K / (\sqrt{Y} \sqrt{a_c})$$

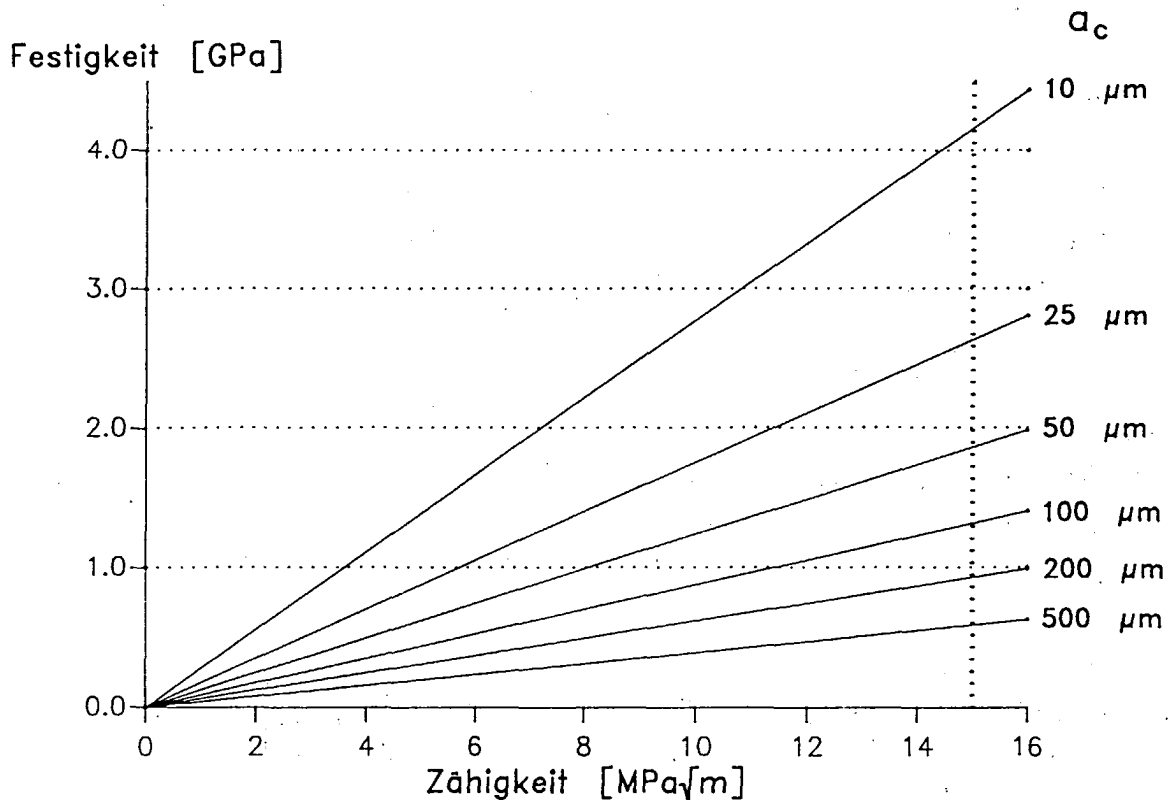


Abb. 1.1: Graphische Darstellung des Zusammenhanges zwischen Festigkeit σ_f und Zähigkeit K für unterschiedliche Defektgrößen a_c

Eine andere Strategie zur Erhöhung der Zuverlässigkeit besteht darin, Keramiken mit einer gewissen Rißtoleranz zu entwickeln. Dabei soll ein Riß eine möglichst lange Phase stabiler Rißverlängerung vor dem katastrophalen Versagen des Bauteils durchlaufen können. Bei einem solchen Materialverhalten kommt es nicht sofort zum spröden Bruch, sondern es besteht sogar die Möglichkeit, daß der Riß nach einer gewissen Verlängerung wegen dann höheren Materialwiderstandes wieder stoppt. Ein solches in der Tat "rißtolerantes" Verhalten, bei dem das Überschreiten einer Rißwachstum initiiierenden Spannung nicht direkt zum Bruch führt, wird als R-Kurveneffekt bezeichnet. In Abbildung 1.2 ist der generelle Verlauf der Rißwiderstandskraft R als Funktion der Rißlänge (R-Kurve) schematisch wiedergegeben.

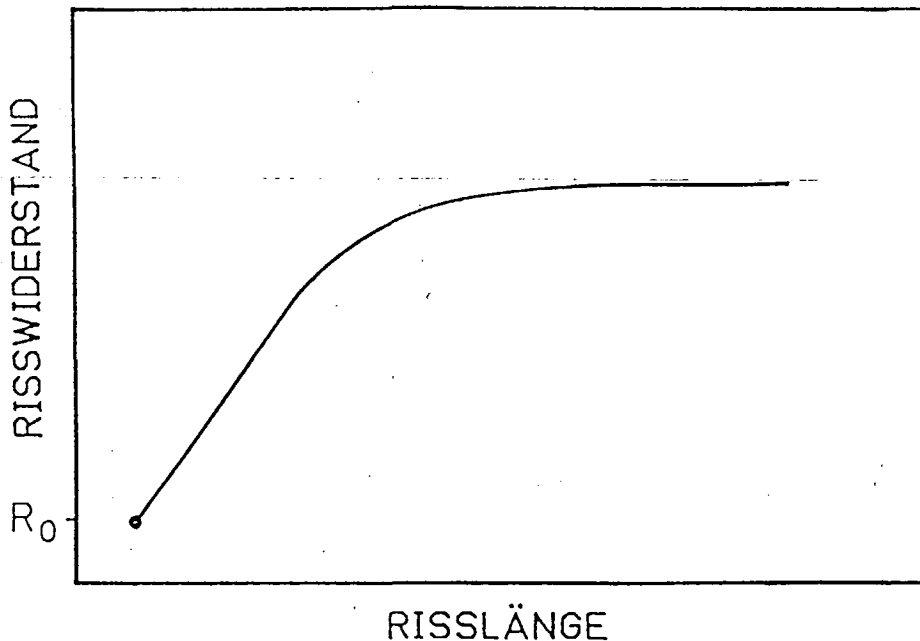


Abb. 1.2: Verlauf der Rißwiderstandskraft bei wachsender Rißlänge (R-Kurve)

Der Materialwiderstand gegen Rißwachstum wächst anfänglich mit zunehmender Rißlänge bevor eine Sättigung in Form eines Plateauwertes erreicht wird. Solange die von außen angelegte Belastung nicht über einen kritischen Wert ansteigt, können bei diesem Materialverhalten Risse über einen bestimmten Bereich stabil wachsen. Katastrophales Versagen tritt dann nicht auf. Aufgrund dieser Sicherheit des stabilen Rißwachstums sind bei der Herstellung eingebrachte kleinere Defekte weniger kritisch als in Keramiken ohne R-Kurveneffekt. Bei ausgeprägter Rißverlängerung durch R-Kurvenverhalten sind zudem die Streuungen im Festigkeitsverhalten verringert [15, 16]. Risse können dann teilweise über mehr als 100 μm stabil verlängert werden und sind nicht bereits nach kürzester Verlängerung kritisch und bruchauslösend. In Abbildung 1.1 entspricht dieses rißtolerante Verhalten einer Keramik, die bei einer bestimmten Zähigkeit eine größere kritische Rißlänge erträgt (z.B. 200 μm). Damit verbunden ist zwar auch eine niedrigere Festigkeit, was aber bei der Auslegung eines Bauteils durch entsprechende Dimensionierung berücksichtigt werden kann.

Die wesentlichen Schritte bei der bisherigen Entwicklung moderner Strukturkeramiken mit hoher Rißzähigkeit aufgrund von R-Kurvenverhalten sind kürzlich von A.G. Evans [17] dargestellt worden. Darauf aufbauend werden die weiteren Perspektiven bei der Entwicklung zäherer und zuverlässigerer Keramiken und Verbundwerkstoffe in dem Übersichtsartikel aufgezeigt. Die Bedeutung des R-Kurvenverhaltens für hochzähe,

"rißtolerante" Keramiken wurde insbesondere mit der Entwicklung und Einführung der hochzähen Keramiken auf ZrO_2 -Basis erkannt und auch experimentell nachgewiesen /17/. Durch direkte Wachstumsbeobachtung im kontrollierten Rißausbreitungsexperiment wurde zu Beginn der 80er Jahre die Bedeutung einer abschirmenden Zone hinter der eigentlichen Rißspitze als Ursache für den Anstieg der Rißzähigkeit bei Rißverlängerung erkannt. Sowohl Druckspannungen als auch Materialkontakt im Rißflanken-("wake")Bereich konnte nachgewiesen werden /17/. Diese neue Versuchstechnik war auch grundlegend für die Entwicklung von mikromechanischen Modellen des Rißzähigkeitsverhaltens und brachte schließlich auch wichtige Impulse für die Entwicklung neuer Keramiken mit R-Kurvenverhalten und daraus resultierender höherer Zähigkeit. Durch die Verwendung von Whiskern, Fasern oder auch einer duktilen Metallmatrix konnten Rißflankenbrücken erfolgreich in die Keramik eingebaut werden. Ein besonders großes Entwicklungspotential mit Zähigkeiten $K_{IC} > 30 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ wird von Evans /17/ für die faserverstärkten Verbundwerkstoffe prognostiziert.

Um weitere Verbesserungen im Rißzähigkeitsverhalten keramischer Werkstoffe zu erzielen, wird es zukünftig noch in verstärktem Maße auf das Zusammenspiel zwischen der Materialentwicklung auf der einen und der sinnvollen Bruchcharakterisierung auf der anderen Seite ankommen. Für die Entwicklung hochzäher Keramiken sind dabei alle Aspekte der Wechselwirkung zwischen einem wachsenden Riß und der Mikrostruktur des Gefüges wichtig.

In diesem Zusammenhang wird in den letzten Jahren zunehmend auch die Frage diskutiert, ob die bisherigen Bruch- und Rißausbreitungsexperimente zu einer versagensrelevanten Bruch-Charakterisierung bei R-Kurvenverhalten führen. Zur Messung der Festigkeit wird im allgemeinen ein schnelles Bruchexperiment an ungekerbten Biegeproben durchgeführt. Dabei geht das Versagen in der Regel von Oberflächenrissen oder oberflächennahen Defekten aus. Im Gegensatz dazu erfolgt die Messung von Rißzähigkeit bzw. Rißzähigkeitsverhalten üblicherweise mit langen Rissen in Standard-Testgeometrien der Linear-Elastischen Bruchmechanik (LEBM). Im kontrollierten Bruchexperiment kann dabei ein Riß ausgehend von einem tiefen künstlich eingebrachten Anriß (z.B. Sägekerb) z.T. über mehrere Millimeter stabil vorangetrieben werden, bevor die Probe versagt.

Wenn beide Bruchparameter, Festigkeit und Rißzähigkeit, dann in bruchmechanischen Beziehungen in Relation zueinander gebracht werden, stellt sich die Frage, ob Festigkeitswerte aus Messungen an relativ kurzen Oberflächenrissen mit den Rißzähigkeitsdaten aus deutlich längeren Rissen von gekerbten Proben wirklich versagensrelevant

korrelieren. Die Zweifel rühren nicht zuletzt daher, daß die versagensauslösenden Risse im Einsatz von Keramiken praktisch nie mehrere Millimeter Länge erreichen.

Die vorangestellten Überlegungen machen deutlich, daß die Untersuchung der Wechselwirkung zwischen Riß und Mikrostruktur mit langen Rissen wichtig sind, um das volle Verstärkungspotential einer Keramik kennenzulernen. Für eine versagensrelevante Charakterisierung der Bruchzähigkeit sollte die Untersuchung jedoch an denselben Rissen erfolgen, die auch die Festigkeit der Keramik festlegen.

Ziel der vorliegenden Arbeit war daher, die Vorstellungen zum R-Kurvenverhalten (R-Kurveneffekt) und zur Festigkeits-/Zähigkeitskorrelation von Oxidkeramik experimentell zu verifizieren und die Charakterisierungsmethoden weiterzuentwickeln. Dazu wurden Rißausbreitungsexperimente an "natürlichen" Oberflächenrissen und an Härteeindruckrissen durchgeführt.

In **Kapitel 2** werden die bruchmechanischen Grundlagen zum Rißausbreitungsverhalten in Keramiken sowie die Ursachen für R-Kurvenverhalten vorgestellt. Ein weiterer Schwerpunkt ist die Vorstellung der bisher publizierten Untersuchungen an Oberflächenrissen, wobei auch auf die verwendete experimentelle Ausrüstung eingegangen wird.

Um die neue Denkweise der Rißzähigkeitsmessung an Oberflächenrissen experimentell umsetzen zu können, wurde im Rahmen der vorliegenden Arbeit eine spezielle piezomechanische Prüfapparatur mit mikroskopischer in situ Rißbeobachtungsmöglichkeit entwickelt. Diese neue Verformungsmaschine sowie das etwas einfachere elektromechanische Vorgängermodell werden in **Kapitel 3** dieser Arbeit vorgestellt. Neben der direkten mikroskopischen Beobachtungsmöglichkeit wurde besonderer Wert auf die exakte Messung der mechanischen Belastungsgrößen und eine möglichst breite Anwendungsmöglichkeit gelegt. So ist neben der stationären Belastung auch eine zyklische Belastung der Proben ebenso wie eine Variation des Umgebungsmediums (Luft, Wasser, Öl) möglich.

Im experimentellen, keramikspezifischen Teil der Arbeit werden ab **Kapitel 4** zunächst die untersuchten Werkstoffe und dann die Ergebnisse der Rißausbreitungsexperimente an Keramiken mit unterschiedlichen Verstärkungsmechanismen vorgestellt und diskutiert. Die Untersuchungen an einer hochzähen umwandlungsverstärkten MgO-teilstabilisierten ZrO_2 Keramik (Mg-PSZ) in **Kapitel 5.2** werden an "natürlichen" Oberflächenrissen durchgeführt. Der deutliche Unterschied zu den Messungen an langen Rissen wird diskutiert. Darüber hinaus wird ausführlich auf zeitabhängige Umwand-

lungseffekte eingegangen, die dem Rißwachstum überlagert sind. Die Raman-Spektroskopie wird dabei genutzt, um Phasen-Umwandlungsvorgänge dem makroskopischen Verformungsverhalten zuzuordnen.

Für die Untersuchung von Y_2O_3 -stabilisierten ZrO_2 Keramiken (Y-TZP) mit einem kaum ausgeprägten R-Kurvenverhalten wird eine neue Versuchstechnik vorgestellt, die auf der in situ Beobachtung des Wachstums von Härteeindrucksrissen beruht (**Kapitel 5.3 und 5.4**). Mit einer neuen Auswertemethode gelingt es dabei erstmals, direkt aus den mechanischen und mikroskopischen experimentellen Daten Aussagen über die Spannungszustände zu machen. Da auch Y-TZP in geringem Maße umwandlungsverstärkt ist, wird das Umwandlungsverhalten im Bereich des Härteeindrucks und der Härterisse ebenfalls mit Hilfe der Raman-Spektroskopie untersucht.

An einer nicht umwandlungsverstärkten Al_2O_3 Keramik, deren R-Kurvenpotential aus Arbeiten an langen Rissen bekannt ist, wird abschließend die Anwendbarkeit der neuen Methode auch bei Vorhandensein von R-Kurvenverhalten verifiziert (**Kapitel 6**). Auch dabei zeigte sich, daß die Bruchzähigkeit von Oberflächenrissen unterhalb der Ergebnisse aus Langriß-Messungen liegt und somit für eine versagensrelevante Bruchcharakterisierung benötigt wird.

Tabelle 1.1 gibt zusammenfassend einen Überblick über die in der vorliegenden Arbeit untersuchten keramischen Werkstoffe sowie die durchgeführten experimentellen Untersuchungen und die angewendeten Methoden.

Tabelle 1:

Keramik	Versuche	Untersuchungs- methode	Charakterisierung
<i>Umwandlungsverstärkte Oxidkeramik</i>			
Mg-PSZ	- Rißausbreitung "natürlicher" Oberflächenrisse - Relaxation - Auslagerung bei RT	3PB 3PB + RAMAN WB + RAMAN	R-Kurve Fernfeld-Umwandlung RT-Alterung
4Y-TZP	- Rißausbreitung von Härte-eindrucksrissen - Rißprofil-untersuchungen	3PB + 4PB Abpolieren RAMAN	R-Kurve Rißprofilentwicklung rißfreie Zone
3Y-TZP	- Rißausbreitung von Härte-eindrucksrissen - Rißprofil-untersuchungen	3PB Blei-Acetat RAMAN	Rißzähigkeit Rißprofilentwicklung rißfreie Zone
<i>Nicht-umwandlungsverstärkte Oxidkeramik</i>			
Al ₂ O ₃	Rißausbreitung von Oberflächen-rissen	3PB	R-Kurve

Erklärungen: 3PB: 3-Punkt Biegung; 4PB: 4-Punkt Biegung; WB: Wärmebehandlung;
RAMAN: Raman-Spektroskopie

2 RISSAUSBREITUNGSVERHALTEN KERAMISCHER WERKSTOFFE (Bruchmechanische Grundlagen und Literaturübersicht zum Rißausbreitungsverhalten von Oberflächenrissen)

2.1 R-Kurvenverhalten

Als Materialkennwerte zur Charakterisierung des mechanischen Verhaltens von Keramiken werden in der Regel die Festigkeit σ_f und die Rißwiderstandskraft R bzw. die Rißzähigkeit K_{IC} angegeben. Beide Bruchparameter lassen sich über ein Riß-Instabilitätskriterium entsprechend der Griffith-Beziehung /18, 19/ (Gleichung 1) verknüpfen.

$$\sigma_f = \frac{1}{Y} \sqrt{\frac{E \cdot R}{a_c}} \quad \text{mit } E \cdot R = K_{IC}^2 \quad (\text{Gl.1})$$

mit:

- Y : Geometriefaktor (Rißprofil, Probenform)
- E : Elastizitätsmodul
- a_c : kritische Rißgröße

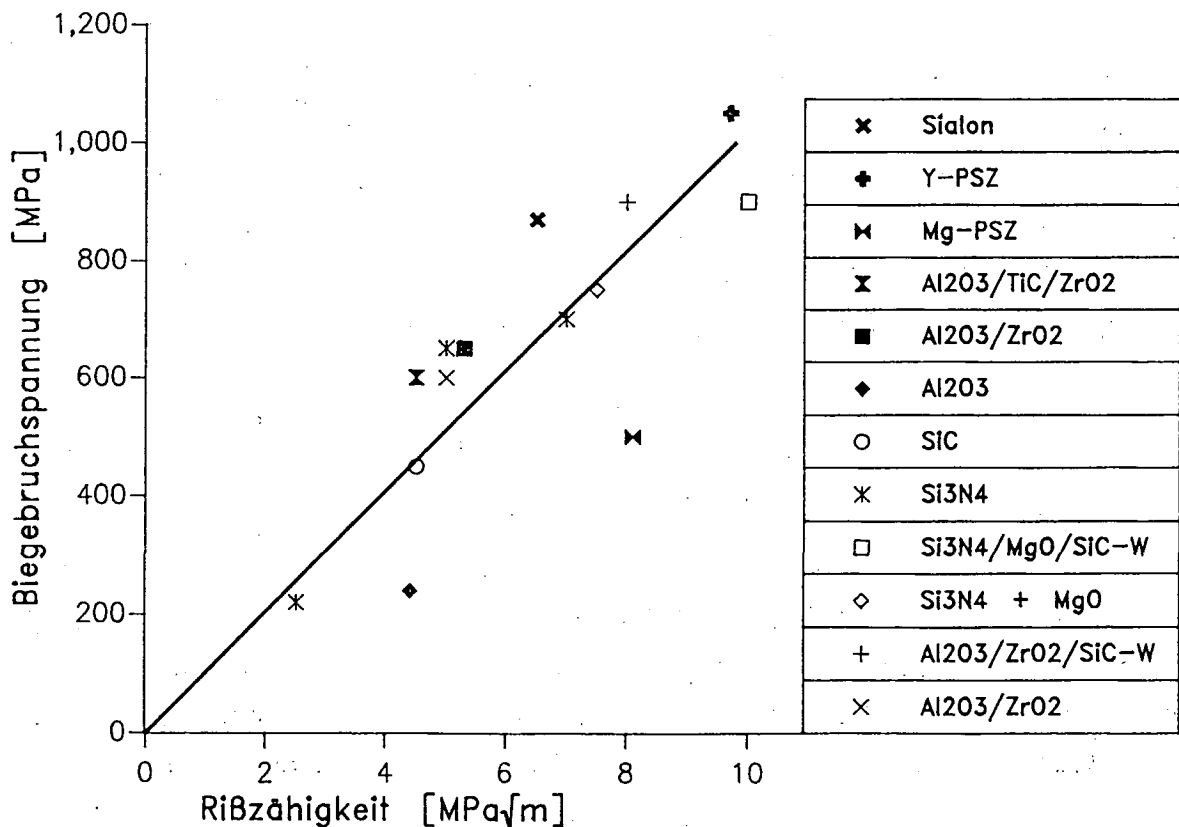


Abb. 2.1: Literaturangaben der Festigkeit und Zähigkeit verschiedener Keramiken und Verbundwerkstoffe /3, 20/

Interessant ist daher eine Auftragung der σ_f als Funktion der K_{IC} -Werte aus publizierten Bruchkenndaten /7,20/, um festzustellen, inwieweit diese Beziehung allgemeine Gültigkeit für spröde brechende keramische Werkstoffe besitzt (Abbildung 2.1).

Man erkennt in der Darstellung trotz großer Streuung eine generelle Tendenz hin zu größerer Festigkeit mit höherer Zähigkeit. Die Auftragung legt interessanterweise tatsächlich einen linearen Zusammenhang nahe. Die Meßwerte können näherungsweise mit einer Geraden gefittet werden, deren Steigung $(Y\sqrt{a_c})^{-1}$ gemäß der Formulierung nach dem Spannungskonzept

$$K_{IC} = \sigma_f Y \sqrt{a_c} \quad (Gl.2)$$

Aussagen über die kritische Defektgröße ermöglichen sollte /19-22/. Unter der Annahme $Y = 1,17$ nach Newman und Raju /23/ für einen halbkreisförmigen Oberflächenriß läßt sich aus der Steigung der Ausgleichsgeraden die bruchauslösende Defektgröße a_c abschätzen. Die Berechnung des Wertes liefert eine mittlere kritische Fehlergröße von $a_c \approx 60 \mu\text{m}$. Dieser gemittelte Wert ist jedoch sicherlich zu hoch für feinkörnige Keramiken mit einer Korngröße im Mikrometerbereich wie Siliziumnitrid oder Y-TZP (Yttria-Tetragonal Zirconia Polycrystals) und andererseits zu klein für Materialien mit ausgeprägtem R-Kurvenverhalten langer Risse, wozu grobkörniges Al_2O_3 und einige ZrO_2 -Keramiken zählen. Ursache für diese Diskrepanz ist die Auftragung von Festigkeitsdaten, bei denen Oberflächenrisse bruchauslösend sind, als Funktion von Reißzähigkeitsdaten langer Risse in Abb. 2.1. Es werden also sehr unterschiedliche Versagenssituationen miteinander verglichen. Die stabile Rißverlängerung erfolgt bei Langrißmessungen teilweise über mehrere Millimeter, während sie bei der reinen Festigkeitsmessung sehr kurz oder nicht vorhanden ist. Ein direkter Vergleich wie in Abb. 2.1 ist demnach nicht sinnvoll, wenn man an einer versagensrelevanten Bruchcharakterisierung interessiert ist. Dies gilt insbesondere für den Vergleich von Plateauzähigkeiten aus Langrißmessungen an Keramiken mit ausgeprägtem R-Kurvenverhalten und Festigkeitsdaten von Oberflächenrissen. Im folgenden werden die bisherige Methode der R-Kurvenmessung sowie die unterschiedlichen Ursachen für derartiges Materialverhalten vorgestellt und anschließend genauer auf die Problematik der Messung an kurzen und langen Rissen eingegangen.

Die ersten experimentellen Ergebnisse, die ein sogenanntes R-Kurvenverhalten in modernen Ingenieurkeramiken nachwiesen, wurden in kontrollierten Rißausbreitungsexperimenten an gekerbten Proben aus grobkörnigem Al_2O_3 /24-27/ gewonnen. Bei Belastung einseitig gekerbter Biegeproben (SENB - Single Edge Notched Beam) kam es bei durchbiegungsgesteuerter Versuchsführung nicht zum spontanen Bruch, sondern zu stabilem Rißwachstum. Das Rißwachstum trat vor Erreichen der Maximallast auf, was

aus dem Abweichen der Last-Durchbiegungskurve vom linear-elastischen Verhalten zu erkennen war (Abb. 2.2 aus [27]).

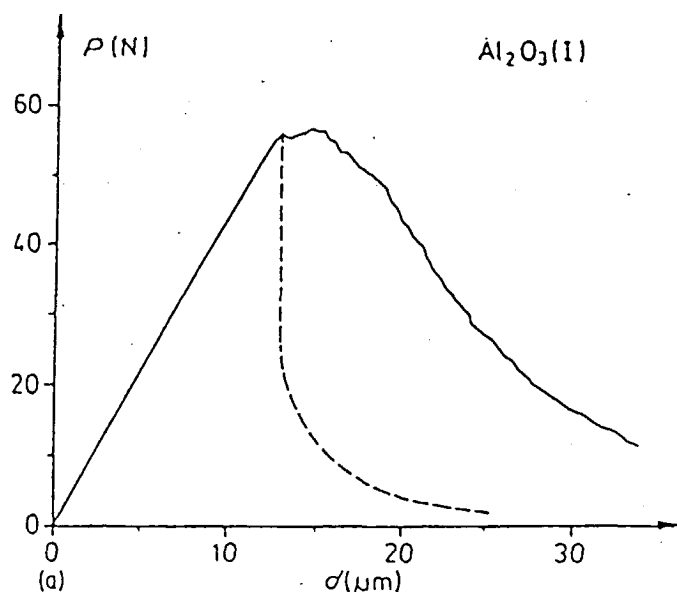


Abb. 2.2: Last-Durchbiegungskurve (P - δ Kurve) nach [27] für Al_2O_3 : durchgezogene Linie entspricht den Meßwerten während sich die gestrichelte Linie für ein Verhalten mit konstanter Rißwiderstandskraft R ergeben würde.

Aufgrund der fortschreitenden Abnahme des tragenden Querschnittes kommt es in Abb. 2.2 im Laufe der weiteren Rißverlängerung nach Überschreiten der Maximallast zu einer Lastabnahme. Aus dem Energiebedarf pro Rißfortschrittsinkrement kann mit verschiedenen bruchmechanischen Auswertemethoden [28-31] der Verlauf der Rißwiderstandskurve (R-Kurve) berechnet werden. Exemplarisch soll nachfolgend die Compliance-Methode vorgestellt werden [30], welche die Änderung der Probennachgiebigkeit bei Rißfortschritt zur Bestimmung des Rißwiderstandes nutzt. Für den quasi-stationären Rißfortschritt (Energiefreisetzungsrate G entspricht gerade Rißwiderstand R) ergibt sich:

$$G(a) = \frac{P^2}{2b} \frac{dC(a)}{da} = R(a) \quad (\text{Gl. 3})$$

mit:

- | | | |
|--------|---------------------------|----------------------|
| $R(a)$ | : Rißwiderstandskraft | (Materialverhalten) |
| $G(a)$ | : Energiefreisetzungsrate | (Rißantriebsenergie) |
| P | : anliegende Last | |
| b | : Probenbreite | |
| a | : Rißlänge | |
| $C(a)$ | : Compliance | $C = \delta/P$ |

Werden die Meßdaten für verschiedene Rißlängen a während der Rißausbreitung erfaßt, so kann auf diese Weise das R-Kurvenverhalten kontinuierlich berechnet werden. Für die in Abb. 2.2 gezeigte Last-Durchbiegungskurve einer Al_2O_3 -Probe ist das Ergebnis einer solchen Berechnung in Abbildung 2.3 zu sehen. Es muß allerdings darauf hingewiesen werden, daß bei anderen Testgeometrien (z.B. Doppelbiegebalkenprobe) der Rißwiderstand nach gewisser Rißverlängerung in ein Plateau einmündet. Im Falle der SENB-Probe wird dieses Plateau wegen der begrenzten Rißverlängerung und dem probenspezifischen Rißöffnungsverhalten nicht erreicht [27, 30, 31].

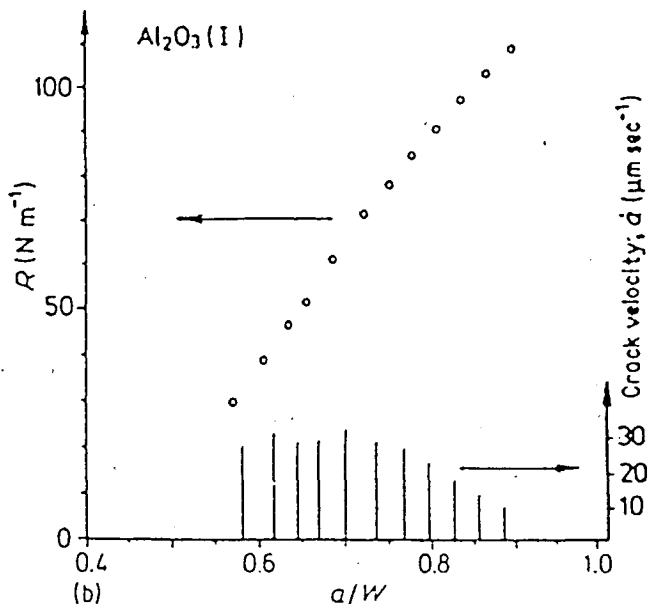


Abb. 2.3: Verlauf des Rißwiderstandes R über der normierten Rißlänge (W : Probenhöhe), nach [27]

Ein Anstieg der Rißwiderstandskraft bei Rißverlängerung mit anschließender Sättigung bzw. Plateauverhalten wird nicht nur in Langriß-Studien mit Al_2O_3 gefunden, vielmehr ist er in fast allen hochzähen Keramiken maßgebend für die Zähigkeitssteigerung [17, 32-35].

2.2 Verstärkungsmechanismen

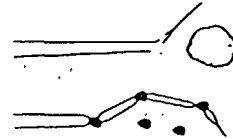
Mikromechanische Ursache für das makroskopische R-Kurvenverhalten können sehr unterschiedliche Verstärkungsmechanismen sein. In Abbildung 2.4 sind die generellen Mechanismen in Anlehnung an [36] zusammenfassend skizziert. Sie lassen sich in drei übergeordnete Effekte einteilen: Rißablenkung, Abschirmung der Rißspitze durch den Aufbau einer Prozeßzone im Bereich der Rißflanken und Abschirmung der Rißspitze

durch Rißflankenbrücken.

VERSTÄRKUNGSMECHANISMEN

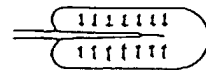
(nach Ritchie, modifiziert)

1. RISSABLENKUNG



2. ZONEN-ABSCHIRMUNG

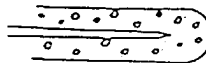
o Umwandlungsverstärkung



o Mikrorißverstärkung

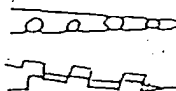


o Porenbildung im Rißfeld

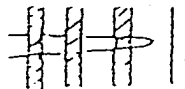


3. ABSCHIRMUNG DURCH RISS- FLANKENBRÜCKEN

o Rißflankenverhakung
- durch Korrosionsprodukte
- durch Oberflächenrauigkeit



o Materialbrücken
- Ligament oder Faser-(Whisker)-
Verstärkung



o Scherung
- Rißflankenkontakt



Abb. 2.4: Verstärkungsmechanismen modifiziert nach /36/ zur Erhöhung der Zähigkeit und zur Erzeugung eines R-Kurveneffektes

Rißablenkung

Aufgrund von schwächerer Korngrenzenfestigkeit sowie durch die Wechselwirkung des fortschreitenden Risses mit höherfesten Teilchen, Poren oder Eigenspannungsfeldern kann es zu Rißablenkung und damit zu einer größeren Rißlänge als der rein projektierten Länge kommen. Die dabei mehr aufgewendete Energie führt zu einem höheren Zähigkeitsniveau. Solange dabei jedoch pro Rißfortschrittsinkrement nicht mehr Energie aufgewendet werden muß, bedeutet dies noch keinen R-Kurveneffekt. Allerdings kann die Rißablenkung durch die dabei erzeugte höhere Bruchflächenrauigkeit zu Rißflankenwechselwirkungen und R-Kurvenverhalten mittelbar beitragen. Dieser Effekt wird weiter unten detaillierter dargestellt.

Zonen-Abschirmung

Bei der Zonen-Abschirmung wird die Rißspitze durch den Aufbau einer rißumgebenden Prozeßzone mit Druckeigenspannungen von den außen an die Probe angelegten Kräften abgeschirmt. Um dennoch Rißfortschritt zu erzielen, muß eine entsprechend höhere Kraft aufgewendet werden. Da die im Rißflankenbereich zurückbleibende abschirmende Zone mit Rißwachstum ebenfalls weiter ausgebaut wird, ist eine immer höhere zusätzliche äußere Last zum weiteren Rißfortschritt erforderlich. Ein Plateauwert wird erst erreicht, wenn sich die abschirmende Wirkung der Zone trotz Rißwachstum nicht mehr weiter erhöht. Dies ist für längere Risse der Fall.

Ein bekanntes Beispiel für diesen Zonen-Abschirm-Mechanismus ist die sogenannte Umwandlungsverstärkung in Zirkonoxid-Keramiken /32, 37-42/. In ZrO_2 enthaltender Keramik erzeugt die spannungsinduzierte Phasenumwandlung des ZrO_2 von tetragonal (t) in monokline (m) Kristallstruktur eine rißumgebende Umwandlungszone. Die t-m Umwandlung verläuft ohne Zwangskräfte mit einer deutlichen Volumenzunahme (ca. 5 % Vol.-Dilatation). Unter den Zwangskräften der nicht umgewandelten Materialmatrix bauen sich im Bereich der Rißflanken Druckspannungen auf. Dementsprechend muß die von außen angelegte Belastung erhöht werden, um dennoch Rißfortschritt zu erzielen. Die Größe dieser Umwandlungszone und der Grad der darin stattfindenden Umwandlung hat einen entscheidenden Einfluß auf das Ausmaß des R-Kurveneffektes. In MgO-teilstabilisiertem ZrO_2 kann die Zone bis zu einem Millimeter breit werden, was bei entsprechender Umwandlungsdichte zu einem stark ausgeprägten Anstieg der Rißwiderstandskraft über einige Millimeter führen kann /40/. Dagegen ist diese Zone in einigen Y_2O_3 -stabilisierten ZrO_2 -Keramiken nur wenige Mikrometer breit, was sich in einem sehr steilen R-Kurvenanstieg mit geringerem Plateauwert manifestiert /43/.

Durch das ausgeprägte R-Kurvenverhalten von Mg-PSZ ergibt sich eine signifikante

2.3 Korrelation von Festigkeit und Rißzähigkeit

Unter Berücksichtigung des auf den vorgestellten Verstärkungsmechanismen beruhenden R-Kurvenverhaltens kann Gleichung 1 umformuliert werden in

$$\sigma_{f,app} = \frac{1}{Y} \sqrt{\frac{E R(\Delta a)}{a_0 + \Delta a}} \quad \text{mit } E R = K_R^2 \quad (\text{Gl.4})$$

wobei die Rißwiderstandskraft R bzw. die Rißzähigkeit K_R nunmehr Funktionen der Rißverlängerung Δa sind. Dadurch ist auch die von außen angelegte Bruchspannung $\sigma_{f,app}$ von der Rißverlängerung und damit vom R-Kurvenverhalten abhängig. Schwierigkeiten treten auf, wenn das R-Kurvenverhalten von der Rißgeometrie beeinflusst ist.

Die Problematik der Verwendung unterschiedlicher Rißtypen bei der Bestimmung der Materialeigenschaften Festigkeit und Zähigkeit wurde bereits Mitte der 80er Jahre von Heuer und Steinbrech /64, 65/ in Arbeiten über umwandlungsverstärkte ZrO_2 -Keramik angesprochen und die Bedeutung insbesondere für den Zusammenhang zwischen Festigkeit und Zähigkeit diskutiert.

Trägt man das Zähigkeitsverhalten eines Materials als K_R^2 ($\sim R$) über der Rißverlängerung Δc auf, so kann die Rißantriebskraft (Quadrat der Spannungsintensität K_{app}^2) gemäß Gleichung 2 in erster Näherung ($Y = \text{const.}$) als Gerade dargestellt werden. Ein Vergleich der Rißlängenabhängigkeit von $K_{app}^2(c)$ mit dem R-Kurvenverhalten $K_R^2(\Delta c)$ ist in Abb. 2.6 skizziert. Dabei bezieht sich der Koordinatenursprung auf die Rißverlängerung, so daß die Ausgangsdefektgröße (Ausgangsrißlänge c_0) auf der negativen Abzisse aufgetragen wird. Die in Abb. 2.6 verwendete Bezeichnung c für die Rißlänge bezieht sich auf die halbe Länge eines Oberflächenrisses auf der Zugspannungsseite einer Probe. Im Falle eines halbkreisförmigen Rißprofils entspricht c auch der Rißtiefe a ; beide Größen sind also über das Rißprofil miteinander verbunden.

Die Steigung der K_{app}^2 -Geraden ist proportional zum Quadrat der angelegten Spannung σ_{app} . Die Versagensbedingung für eine Keramik mit dem dargestellten R-Kurvenverhalten, d.h. die Situation bei der Rißinstabilität eintritt, weil die angelegte Spannung σ_{app} die Festigkeit σ_f übersteigt, wird durch zwei Bedingungen festgelegt:

1. $K_{app} = K_R$ (Gl.5)

2. $d(K_{app}^2)/dc = d(K_R^2)/dc$ (Gl.6)

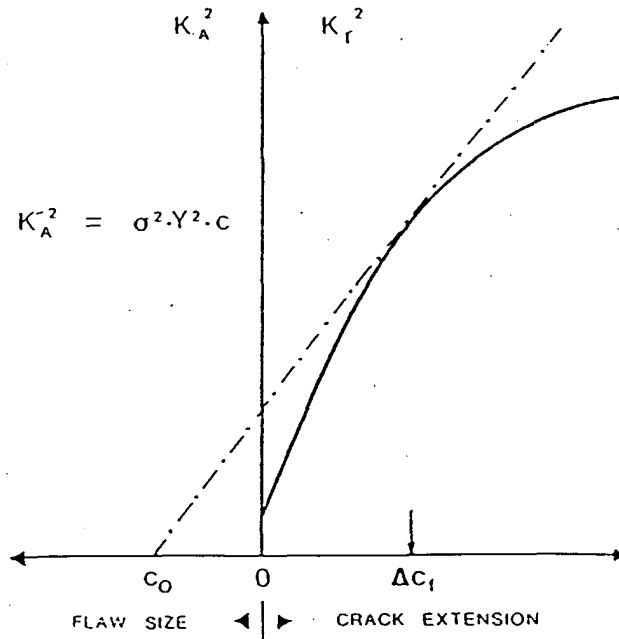


Abb. 2.6: Vergleich der Rißlängenabhängigkeit von angelegter Spannungsintensität K_A^2 und Materialverhalten K_I^2 /65/

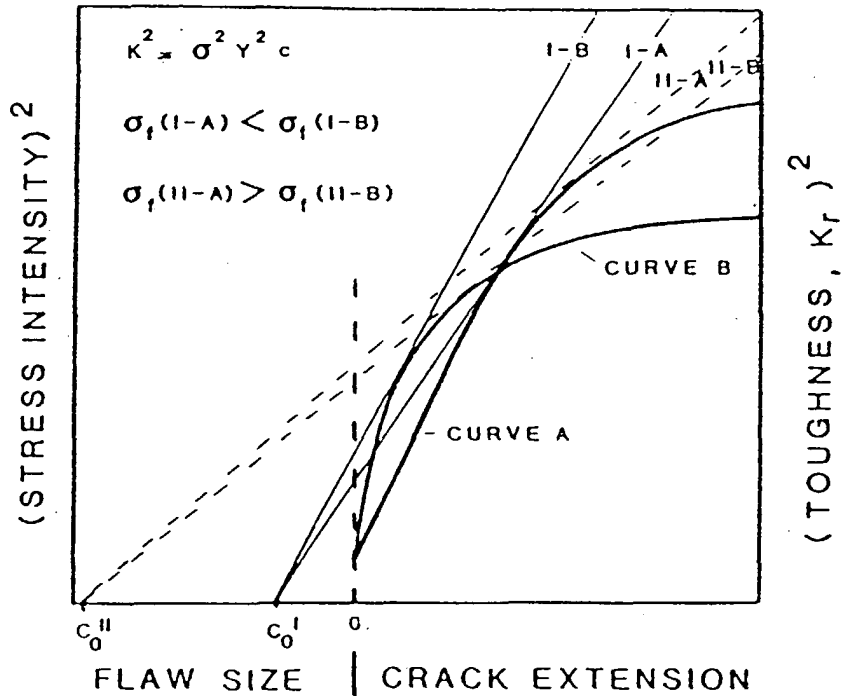


Abb. 2.7: Einfluß der Ausgangsrißlänge auf die Rißinstabilität bei unterschiedlichem R-Kurvenverhalten /64/

Beide Bedingungen sind in Abb. 2.6 für die strichpunktierte Linie erfüllt. Die angelegte Spannungsintensität K_{app}^2 tangiert die K_R^2 -Kurve und im Punkt $\Delta c = \Delta c_I$ gilt auch die erste Bedingung $K_{app} = K_R$. Aus der graphischen Darstellung wird auch deutlich, daß Rißinstabilität bereits im ansteigenden Teil der R-Kurve auftritt und nicht erst nach Erreichen des Plateauwertes $K_{R,max}$.

Die Bedeutung der Steigung des Anfangsbereiches der R-Kurve wird auch in Abbildung 2.7 /64/ noch einmal verdeutlicht.

Dargestellt sind zwei R-Kurven, wie sie sich für Mg-PSZ Keramiken (Magnesia-Partially Stabilized Zirconia) mit unterschiedlichem R-Kurvenverhalten (fett durchgezogene Kurven A und B) ergeben können, sowie die angelegte Spannungsintensität K_{app}^2 (gestrichelte und durchgezogene Geraden). Es sind die Instabilitätssituationen für zwei verschiedene Ausgangsrißlängen c_0^I und c_0^{II} für die beiden Materialien A und B gezeigt; c_0^{II} entspricht einem längeren Anriß, und c_0^I stellt einen kürzeren Defekt dar. Ausgehend von dem kürzeren Defekt zeigt das Material A die geringere Bruchspannung ($\sigma_f(I-A) < \sigma_f(I-B)$) und die größere stabile Rißverlängerung Δc_I während Material B erst bei höherer Spannung bricht (Δc_I ist kürzer). Im Fall des längeren Anrisses c_0^{II} ergibt sich bezüglich der Bruchspannung ein umgekehrtes Bild; A zeigt eine höhere Versagensspannung als B ($\sigma_f(II-A) > \sigma_f(II-B)$). Experimentelle Ergebnisse aus Festigkeitsmessungen an Mg-PSZ Varianten bestätigen die Verhältnisse, wie sie sich ausgehend von c_0^I ergeben /44, 66/.

Wiederum muß hervorgehoben werden, daß dem Plateauwert im Zusammenhang mit der Festigkeit keine Bedeutung zukommt, wenn ausgeprägtes R-Kurvenverhalten vorliegt. Rißinstabilität tritt bereits deutlich unterhalb der Plateauwerte auf.

2.4 Meßmethodik

Zur Untersuchung des R-Kurvenverhaltens werden in der Regel kontrollierte Rißausbreitungsexperimente gewählt. Dabei wird ein Riß stabil verlängert und die dazu notwendige Rißantriebskraft gemessen. Aus den mechanischen Meßdaten kann in Kombination mit dem Complianceverhalten der Probe - wie bereits zuvor am Beispiel der Untersuchungen an Al_2O_3 /27/ beschrieben - die R-Kurve kontinuierlich berechnet werden.

Das Bruchexperiment wird häufig mit gekerbten Proben vorgenommen, da hier der Ort

der Rißeinleitung und die Ausgangsrißlänge definiert sind. Bei entsprechend großer Kerbtiefe und steifer Belastungsanordnung wachsen die Risse in Standard-Testgeometrien z.T. über mehrere Millimeter, so daß eine relativ lange Phase stabiler Rißausbreitung für die Untersuchung zur Verfügung steht.

TESTGEOMETRIEN

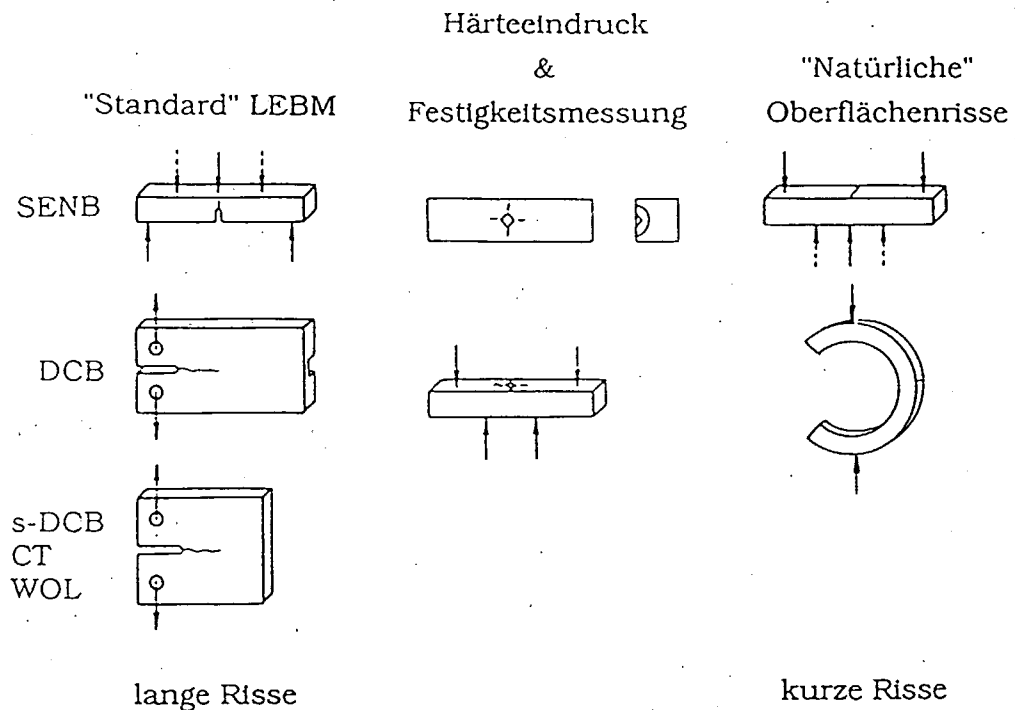


Abb. 2.8: Standard-Testgeometrien zur Zähigkeits- und Festigkeitsuntersuchung keramischer Werkstoffe

In Abbildung 2.8 sind beispielhaft verschiedene Probengeometrien, die zur Untersuchung des Bruchverhaltens von Keramiken verwendet werden, skizziert. Auf der linken Seite der Darstellung sind die gängigen Proben mit künstlichem Anriß gezeigt, die üblicherweise für Rißausbreitungsuntersuchungen an langen Rissen Verwendung finden. Bei geeignetem Versuchsaufbau ist auch die in situ Beobachtung des wachsenden Risses auf der Probenseitenfläche mit Hilfe eines verfahrbaren Mikroskopes möglich. Da der Beginn des Rißwachstums ausgehend vom Kerbgrund jedoch nicht notwendigerweise auf der dem Mikroskop zugewandten Probenoberfläche erfolgt, ist mit dieser Methode der Anfangsbereich der R-Kurve nicht mit Sicherheit zu erfassen. Eine Rißentstehung im Kerbgrund, wie sie an durchsichtigen Keramiken bereits beobachtet /61/ und auch an Al_2O_3 mit dem Farbeindringverfahren gefunden wurde /62/, ist auch mit der Compliance-Methode nicht erfaßbar, da die Änderung der Probennachgiebigkeit im Anfangsstadium des Rißwachstums zu gering ist.

Auf der rechten Seite von Abb. 2.8 sind Probengeometrien gezeigt, die auch zur Festigkeitsmessung verwendet werden können /21, 22, 63/. Die obere Testgeometrie stellt die zumeist benutzte ungekerbte Biegeprobe dar. Bei Biegebelastung entstehen von oberflächennahen Defekten ausgehend Risse im Zugspannungsbereich, die zum Probenversagen führen. Diese Oberflächenrisse werden im Gegensatz zu den langen Rissen, die bei gekerbten Standardproben vorangetrieben werden, bereits nach kurzer Verlängerung instabil und rufen katastrophalen Bruch hervor. Es wird daher zunehmend die Frage diskutiert, ob die Plateauzähigkeit aus Langriß-Messungen überhaupt mit Festigkeitswerten, bei denen kurze Oberflächenrisse bruchauslösend sind, in einem Riß-instabilitätskriterium analog der Griffith-Beziehung verknüpft werden darf. Auch im praktischen Einsatz von Keramiken treten in der Regel keine millimeterlangen Risse vor dem Bauteilversagen auf, so daß die Plateauzähigkeiten unter realen Einsatzbedingungen ebenfalls nicht zum Tragen kommen.

Diese Überlegungen lassen es notwendig erscheinen, daß Festigkeit und Rißzähigkeit an gleichartigen Rissen ermittelt werden. Rißzähigkeitsuntersuchungen an praxisrelevanten Oberflächenrissen entsprechen dieser Forderung, sind aber von ganz wenigen Ausnahmen abgesehen bislang noch nicht experimentell realisiert worden. Mit der Zielsetzung, das Wachstum von Oberflächenrissen in Biegeproben erstmalig systematischer zu untersuchen, wurde im Rahmen dieser Arbeit ein spezieller Versuchsstand aufgebaut.

Neben den Rißausbreitungsexperimenten mit "natürlichen" Oberflächenrissen wurden auch Untersuchungen an Härteeindrucksrissen durchgeführt. In der mittleren Spalte von Abb. 2.6 ist eine Biegeprobe skizziert, die auf der Zugspannungsseite mit einem Vickers-Härteeindruck versehen wurde. Auf diese Weise ist es möglich, einen lokalisierten Anriß zu erzeugen, dessen Länge und Wachstum zur Zähigkeitsuntersuchung herangezogen werden kann. Durch die Lokalisierung des Ortes der Rißentstehung auf der Oberfläche einer Biegeprobe, können auch in situ Rißwachstumsbeobachtungen an Keramiken durchgeführt werden, bei denen "natürliche" Oberflächenrisse wegen geringem Rißwachstum nur schwer zu entdecken sind. Dies ist z.B. der Fall, wenn die R-Kurve sehr steil ansteigt und bereits nach kurzem Rißwachstum in ein Plateau läuft. Auf das genaue experimentelle Vorgehen bei der Untersuchung von "natürlichen" und Härteeindrucksrissen wird im experimentellen Teil der Arbeit ab Kapitel 5 näher eingegangen.

2.5 Kenntnisstand zum Ausbreitungsverhalten versagensrelevanter Oberflächenrisse

Aus den vorgestellten Überlegungen wird deutlich, daß die anfängliche Steigung wichtiger als der Plateauwert der R-Kurve ist. Deshalb ist es notwendig, gerade die Anfangsphase näher zu untersuchen. Weiterhin sagt die Erfahrung, daß das Probenversagen bei Festigkeitsmessungen nicht von solch langen Rissen ausgeht, wie sie bei der Untersuchung des R-Kurvenverhaltens in Langrißmessungen vorliegen. Vielmehr muß auch die Untersuchung der Materialzähigkeit an den gleichen Rissen erfolgen, die auch die Festigkeit bestimmen.

Zum R-Kurvenverhalten von Oberflächenrissen in Keramiken liegen bisher nur wenige Untersuchungen vor, die sich zudem auf monolithische Keramiken mit langgezogenem R-Kurvenanstieg beschränken. Die erzielten Ergebnisse und die dabei verwendeten Versuchstechniken werden im folgenden detaillierter beschrieben.

Erste experimentelle Untersuchungen an Oberflächenrissen wurden von Marshall /44/ vorgestellt. Er zeigte erstmals, daß im Biegeexperiment "natürliche" Risse in hochzähem Mg-PSZ auf der Zugspannungsseite entstehen und diese Risse eine gewisse Phase stabilen Rißwachstums bei Erhöhung der angelegten, äußeren Biegespannung aufweisen. Unter vereinfachenden Annahmen (halbkreisförmiges Rißprofil, konstanter Geometriefaktor Y) wurde die R-Kurve derartiger Oberflächenrisse ermittelt (vergl. Abb. 2.9). Auf Details wird im nächsten Absatz weiter eingegangen, da der Schwerpunkt des Artikels von Marshall auf der für monolithische Keramiken außerordentlichen Quasi-Plastizität von hochzähem Mg-PSZ lag. Umfangreiche Untersuchungen mit Dehnungsmeßstreifen (DMS) auf Zug- und Druckspannungsseite von Biegeproben hatten eine deutliche Nicht-Linearität und eine Asymmetrie zwischen Zug- und Druckspannungsseite offengelegt. Durch diese Verschiebung der neutralen Faser ist die tatsächlich anliegende Randfaserspannung niedriger als die linear-elastisch berechnete. Daher muß der mit linear-elastischen Formeln berechnete Wert entsprechend korrigiert werden.

Auf der Grundlage der Ergebnisse von Marshall wird in der vorliegenden Arbeit bei den Untersuchungen an Mg-PSZ für den relevanten Spannungsbereich, d.h. sobald irreversible Phasenumwandlung und damit verbundene Quasi-Plastizität auftritt, ein Korrekturfaktor von 0,77 verwendet, um die linear-elastisch berechnete Randfaserspannung in erster Näherung zu korrigieren.

In unmittelbarer Ergänzung der Marshall-Arbeit veröffentlichten Marshall und Swain /66/ Untersuchungen zum R-Kurvenverhalten in Mg-PSZ. Sie benutzten eine kleine Biege-

apparatur, die auf einen Mikroskopisch gestellt werden konnte, um in situ die Zugspannungsseite der Probe beobachten zu können. Die angelegte Spannung wurde auf der Grundlage von Dehnungsmessungen mit Hilfe von DMS ermittelt, wobei eine Korrektur der Biegespannung vorgenommen wurde, welche die Assymetrie der Verformung auf Zug- und Druckspannungsseite berücksichtigte /44/. Die Berechnung der Spannungsintensitätsfaktoren erfolgte nach Gleichung 2, wobei Marshall und Swain ein halbkreisförmiges Rißprofil annahmen und den Geometriefaktor Y mit $2/\sqrt{\pi} = 1,1284$ /67/ berechneten. Explizite Rißprofiluntersuchungen wurden nicht durchgeführt.

Die mit diesen Näherungen berechneten R-Kurvenverläufe sind für zwei unterschiedlich zähe und feste Mg-PSZ Qualitäten in Abb. 2.9 wiedergegeben, die durch Wärmebehandlung auf maximale Festigkeit bzw. Rißzähigkeit eingestellt worden waren.

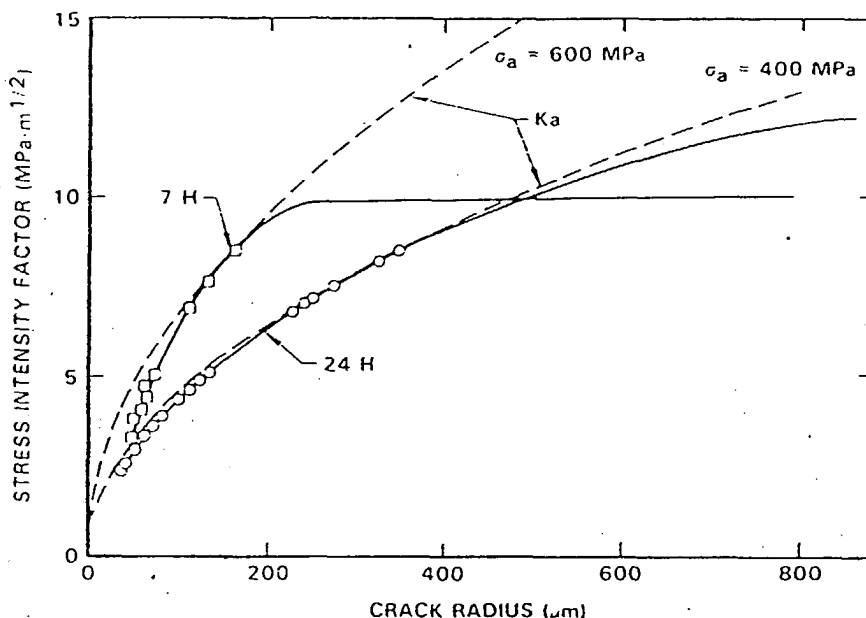


Abb. 2.9: R-Kurvenverhalten von Oberflächenrissen in zwei Mg-PSZ Varianten /66/

Es ist deutlich zu sehen, daß die Relation zwischen Festigkeit und Zähigkeit bei diesen Kurzrißuntersuchungen gut übereinstimmt. Das zähere Material hat eine geringere Steigung der R-Kurve und dementsprechend auch eine niedrigere Versagensspannung σ_a (gestrichelte Kurve in Abb. 2.9). Das festere Material zeigt einen deutlich steileren Anstieg der R-Kurve und eine kürzere stabile Rißverlängerung. Die Plateauzähigkeit, wie sie z.B. mit DCB-Proben bei großen Rißverlängerungen gemessen werden kann, wird in beiden Fällen nicht erreicht. Instabilität trat in beiden Materialvarianten bei einer Rißzähigkeit $K_R \approx 8 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ auf.

Insgesamt unterstreichen die von Marshall und Mitarbeitern erstmals vorgelegten Ergebnisse sehr eindrucksvoll die Bedeutung von Rißausbreitungsuntersuchungen an Oberflächenrissen für versagensrelevante Bruchaussagen. Damit ist es prinzipiell möglich, praxisrelevante Zähigkeitsdaten für die Auslegung von keramischen Bauteilen zu gewinnen.

Das Materialverhalten der Mg-PSZ Varianten wurde von Marshall und Swain /66/ jedoch nur unvollständig im Hinblick auf nicht-lineares Verformungsverhalten und Rißgeometrie erfaßt. Mit der verwendeten indirekten Methode zur Messung der Randfaserspannung mittels DMS ist man nicht in der Lage, z.B. Relaxationseffekte durch Umwandlungsvorgänge zu detektieren, die nicht mit dem Rißwachstum in Verbindung stehen, da keine Unterscheidung zwischen elastischer und plastischer Dehnung möglich ist. Dies kann nur bei direkter Kraft- und Durchbiegungsmessung sowie Rißbeobachtung erreicht werden. Auch die Annahme eines halbkreisförmigen Rißprofils ohne genauere Rißprofiluntersuchungen kann zu Fehlern bei der Auswertung führen. Gerade in einer umwandlungsverstärkten Keramik sind im Oberflächenbereich wegen geringerer Zwangskräfte der Matrix die Umwandlungsvorgänge begünstigt, was einer Abnahme der Rißzähigkeit und damit verbunden einer Begünstigung des Rißwachstums entspricht.

Eine vergleichbare Untersuchung des Zähigkeitsverhaltens "natürlicher" Oberflächenrisse wurde in Kenntnis der Marshall-Arbeit /44/ von Steinbrech und Schmenkel /68, 69/ an einer grobkörnigen Aluminiumoxid-Keramik durchgeführt. Es ergab sich auch bei diesem Material wie schon bei den Untersuchungen an langen Rissen /27/ ausgeprägtes R-Kurvenverhalten.

Die für die Rißausbreitungsexperimente mit Oberflächenrissen verwendete Miniatur-Biegevorrichtung wurde ähnlich wie bei /44, 66/ auf einem Mikroskoptisch befestigt und die Zugspannungsseite in situ mit dem Mikroskop abgerastert. Die Probendurchbiegung wurde stufenweise erhöht und die anliegende Kraft direkt mit einer Kraftmeßdose (KMD) erfaßt. Oberhalb eines kritischen Spannungsniveaus trat Rißbildung und bei weiterer Belastung stabiles Rißwachstum auf. Nichtlinearitäten bezüglich des Verformungsverhaltens wurden nicht beobachtet. Die Spannungsintensitätsberechnung erfolgte nach Gleichung 2. Da die Rißtiefe (a) nicht in situ zu messen ist, wurde mit Hilfe eines Farbeindringverfahrens das Rißprofil qualitativ ermittelt. Aus der Untersuchung ergab sich für das verwendete Al_2O_3 eine näherungsweise halbkreisförmige Rißkontur. Damit war es möglich aus der direkt meßbaren Oberflächenlänge eines Risses auf seine Tiefe a zu schließen. Der Geometriefaktor wurde mit $Y = 1,3$ in die K_I -Berechnung einbezogen.

Diese K_I -Werte wurden entsprechend Gleichung 7 in eine Rißwiderstandkurve $R(a)$ (siehe Abbildung 2.10) umgerechnet. Die Gleichung ergibt sich durch den vorliegenden ebenen Dehnungszustand für den Mode I /8/.

$$G_I(a) = \frac{K_I(a)^2}{E} (1 - \nu^2) = R(a) \quad (\text{Gl.7})$$

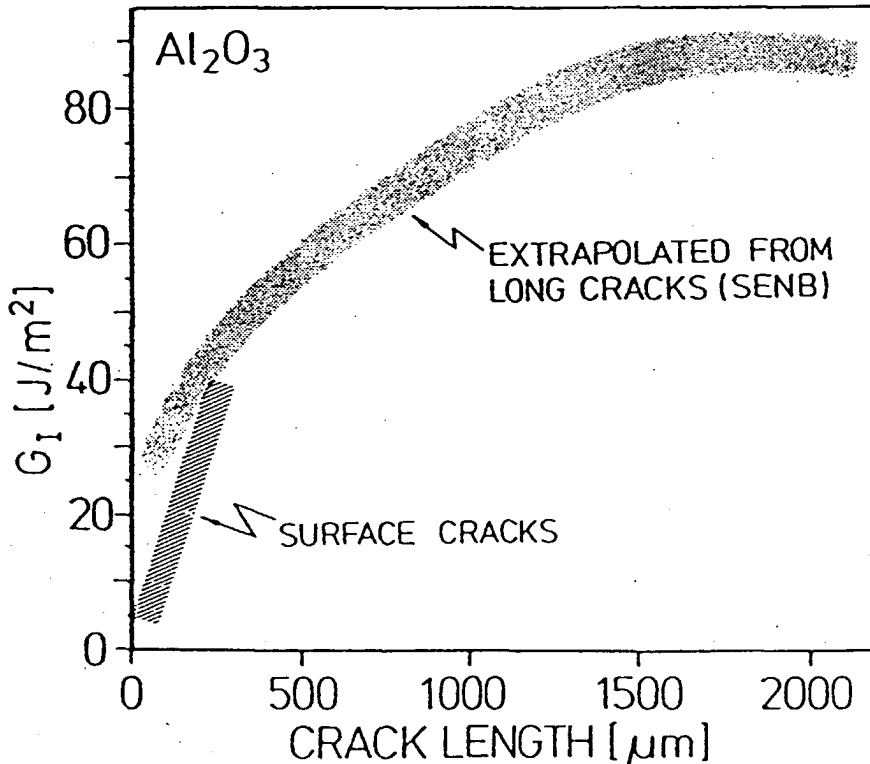


Abb. 2.10: Vergleich der R-Kurven von langen und kurzen Rissen in Al_2O_3 -Keramik /69/

Der Anfangswert von $R_0 \approx 5 \text{ J/m}^2$ entspricht einem Wert von $K_{I0} \approx 1,4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ und ist deutlich niedriger als der Startwert von etwa $K_{I0} \approx 3,3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (entsprechend $R_0 \approx 25 \text{ J/m}^2$), wie er im gleichen Material an langen Rissen (SENB-Proben) reproduzierbar gemessen wurde /27/. Instabilität tritt bei den kurzen Rissen in Analogie zum Verhalten von Mg-PSZ deutlich unterhalb des Plateauwertes von Langrißmessungen auf. Die maximale Spannungsintensität beim Versagen kurzer Oberflächenrisse liegt bei $K_R \approx 3,8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, deutlich niedriger als $K_{RP} \approx 5,8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ aus den SENB-Messungen. Dieser Unterschied ist aus dem experimentellen Vorgehen und den Bedingungen zu erklären, die die Instabilität bestimmen. Ausgehend von einem natürlichen Defekt (Schwachstelle) wächst der Oberflächenriß bis die angelegte Spannungsintensität K_{app} die Materialkurve K_R tangiert (vergl. Abb. 2.7). Bei einer weiteren Erhöhung der Probendurchbiegung wird auch die angelegte Spannung größer, so daß K_{app} immer größer als K_R ist und der Riß instabil wächst - die Probe versagt katastrophal. In einer

gekerbten Standardprobe wie der SENB-Probe ergibt sich aus der Belastungssituation (Gl.3) die Möglichkeit, einen Riß auch bei konstanter Rißwiderstandskraft schrittweise stabil zu verlängern. Die Zunahme der Compliance C bei Rißfortschritt wird durch die gleichzeitige Abnahme der anliegenden Last P kompensiert (Abb. 2.2), so daß das Gleichgewicht zwischen rißantreibender Belastung und Materialwiderstand erhalten bleibt und der Riß stabil verlängert werden kann.

Die theoretischen Überlegungen, wonach aufgrund der unterschiedlichen Belastungssituation die Instabilität von kurzen Oberflächenrissen bereits im ansteigenden Bereich der R-Kurve auftritt, stimmen also sowohl für Mg-PSZ als auch für Al_2O_3 mit den experimentellen Befunden überein. Die Proben mit den Rissen, die auch die Festigkeit bestimmen, versagen offensichtlich bei Werten unterhalb des Plateaubereiches von R-Kurven langer Risse und sind somit als praxisrelevante Information über das nutzbare Zähigkeitspotential der Keramik anzusehen. Die Zähigkeitswerte stehen über die Instabilitätskriterien (Gl.1 und 4) mit der Materialfestigkeit σ_f in Relation.

Eine weitere Rißausbreitungsuntersuchung an Oberflächenrissen in Mg-PSZ wurde von Swain und Mitarbeitern /70/ veröffentlicht. Dabei stand das statische Ermüdungsverhalten dieser Risse im Vordergrund. Es wurden ungekerbte Biegeproben in 4PB mit Gewichten belastet und die so eingestellte Randfaserspannung linear-elastisch ohne Korrekturfaktor berechnet. Da in dieser Untersuchung keine in situ Beobachtung möglich war, mußten die Proben in gewissen Zeitabständen aus der Apparatur entnommen und im Mikroskop (Licht- und Raster-Elektronenmikroskop) untersucht werden, um das Rißverhalten zu studieren. Die Berechnung der Spannungsintensität bzw. Zähigkeit K_R erfolgte wieder mit Gleichung 2. Das Rißprofil wurde wie bei /66/ ebenfalls halbkreisförmig angenommen und mit einem Geometriefaktor $Y = 1,25$ gerechnet /71/. Für die Untersuchungen waren zwei Spannungsniveaus (475 und 525 MPa, linear-elastisch berechnet), d.h. zwei unterschiedliche Belastungen mit konstantem Gewicht gewählt worden. Die Proben mußten nach bestimmten Zeitintervallen aus der Apparatur ausgebaut und licht- bzw. rasterelektronenmikroskopisch auf Oberflächenrisse hin untersucht werden.

In beiden Fällen konnte ein R-Kurveneffekt gemessen werden (vergl. Abb. 2.11). Rißwachstum begann bei $K_R \approx 2 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ mit einer Anfangsrißlänge von $c_0 \approx 20 \mu\text{m}$. Da diese Anfangswerte erst nach dem ersten Zeitintervall gemessen werden konnten, waren sie bei der höheren Spannung von 525 MPa experimentell bedingt auch größer. Die fehlende Möglichkeit der in situ Beobachtung war auch der Grund dafür, daß der Instabilitätspunkt nicht genau erfaßt werden konnte.

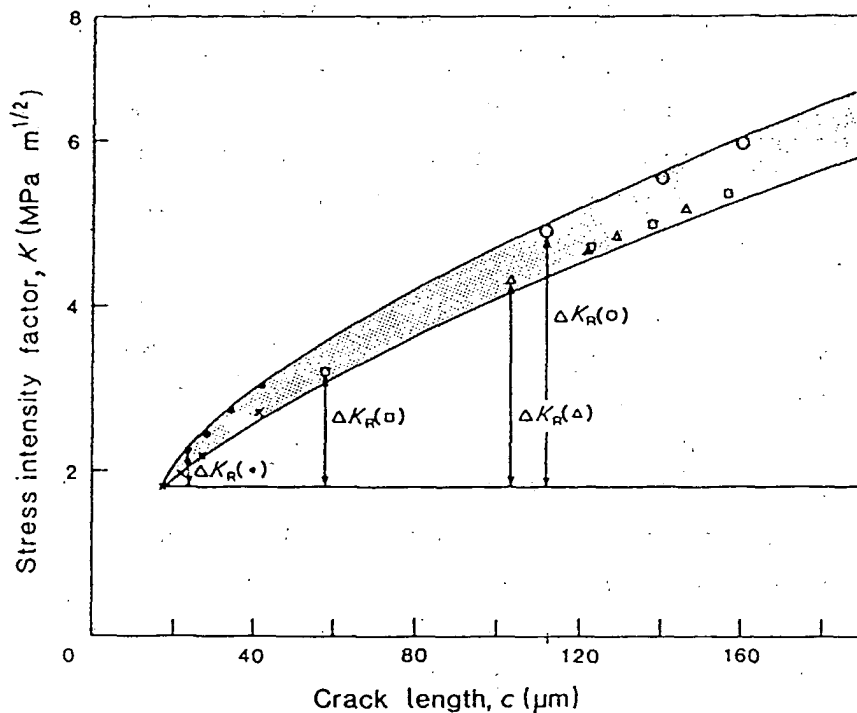


Abb. 2.11: R-Kurvenverhalten von Oberflächenrissen in hochzähem Mg-PSZ bei statischer Belastung /70/

Mit dieser Versuchsreihe bei konstanter Belastung (im Gegensatz zu konstanter Probendurchbiegung) konnte der Effekt statischer Ermüdung nachgewiesen werden, da es beim höheren Spannungsniveau nach einer gewissen Zeit zum Versagen kam, obwohl die Biegefestigkeit des Materials im dynamischen Versuch deutlich oberhalb dieses Spannungsniveaus gemessen wurde. Aufgrund der apparativen Ausstattung war es jedoch auch hier nicht möglich, nichtlineare Vorgänge zu erfassen, so daß die Ursachen für dieses Ermüdungsverhalten nicht diskutiert wurden.

2.6 Konsequenzen für Spröbruchuntersuchung keramischer Werkstoffe

Die beschriebenen Arbeiten lassen die Bedeutung von kontrollierten Rißausbreitungsuntersuchungen an Oberflächenrissen bei der Bestimmung des Zähigkeitspotentials und der Festigkeit keramischer Werkstoffe erkennen. Darüber hinaus beeinflußt R-Kurvenverhalten auch das Ermüdungsverhalten (statisch und zyklisch) dieser Werkstoffe. Dabei kann man davon ausgehen, daß die Gefüßmaßnahmen, die eine Steigerung des Rißwiderstandes zum Ziel haben, auch eine besondere Anfälligkeit gegenüber zyklischen Ermüdungsmechanismen aufweisen /72-79/. Zyklisches Öffnen und Schließen eines Risses kann im Falle von Rißflankenbrücken diese allmählich aufbrechen und so die

Abschirmung der Rißspitze abbauen /80/. Auch ist eine Minderung des Umwandlungspotentials bei der zyklischen Belastung von ZrO_2 -Keramiken denkbar /77, 78, 80/.

Untersuchungen zum Ermüdungsverhalten von Keramiken wurden bisher sowohl an gekerbten Proben /77, 78/ als auch an ungekerbten Proben /72, 81/ durchgeführt. Die Ermittlung der Dauer- und Wechselfestigkeit /82, 83/ erfolgt üblicherweise an einer größeren Anzahl von Proben.

Zur Verfolgung der Ermüdungsrißausbreitung werden indirekte Methoden herangezogen. Beispielsweise wurde von Ritchie et al. /77, 78, 81/ eine leitende Folie aus sprödem TiC auf die Oberfläche von DCB-Proben aufgeklebt und mit Hilfe der elektrischen Potentialmethode die Rißausbreitung erfasst. Bei dieser Methode lag die Genauigkeit der Rißlängenbestimmung bei $10\text{ }\mu\text{m}$ /77/ bzw. $2\text{ }\mu\text{m}$ /72/. Eine weitere Methode stellt die Replika-Technik dar, die z.B. bei der Untersuchung des stabilen Wachstums von Härteeindrucksrissen in Y-TZP angewendet wurde /84/.

Da die mikrostrukturellen Aspekte der Ermüdungsrißbildung und -ausbreitung mit diesen Techniken jedoch nur schwer zu erfassen sind, werden in jüngster Zeit, Entwicklungen von Verformungsapparaturen mit mikroskopischer in situ Beobachtung des Wachstums von Oberflächenrissen forciert. Diese von Steinbrech /68, 69/ mit elektromechanischen Miniaturbelastungsapparaturen eingeleitete Entwicklung findet derzeit ihre Fortsetzung mit neuen piezomechanischen Belastungsanordnungen.

In den Arbeiten von Frei /85, 86/ lag der Schwerpunkt dabei auf der Entwicklung von REM-tauglichen piezogesteuerten Apparaturen zur Biege- und Zugbeanspruchung von Keramiken. Die Vorrichtungen eignen sich sehr gut für qualitative Untersuchungen der Schädigungsmechanismen während der Rißausbreitung. Vollständige Bruchexperimente sind jedoch wegen der begrenzten Wege der verwendeten Piezotranslatoren in der Regel nicht möglich.

In der vorliegenden Arbeit wurde daher der Schwerpunkt auf die Entwicklung einer piezomechanischen Apparatur für statische und zyklische Untersuchungen an Norm-Biegeproben /87/ gelegt. Dabei kam es neben in situ Beobachtungsmöglichkeit darauf an, Probendurchbiegungen bis $180\text{ }\mu\text{m}$ mit einem speziellen Piezotranslator zu realisieren, um auch eine vollständige mechanische Messung durchführen zu können. Neben der Probenbelastung sollte auch die Probendurchbiegung direkt erfasst werden, um so Relaxations- oder Kriechvorgänge bei Durchbiegungs- oder Last-gesteuerten Versuchen messen zu können.

Da für Rißausbreitungsuntersuchungen an Keramiken auch der Einfluß des Umgebungsmediums von großer Bedeutung ist /30, 31, 51, 88/, waren zusätzlich Möglichkeiten für verschiedene Medien zu schaffen.

3 VERSUCHSSTÄNDE ZUR IN SITU BEOBACHTUNG STABILEN RISSWACHSTUMS

Zur Durchführung kontrollierter Rißausbreitungsexperimente an kurzen Oberflächenrissen werden in Analogie zur Festigkeitsmessung ungekerbte Biegeproben, die auf der vorgesehenen Zugspannungsseite poliert sind, in 3 oder 4 Punkt-Biegung (3PB oder 4PB) belastet. Die 3PB bietet den Vorteil eines relativ kleinen, hochbelasteten, "linienförmigen" Bereiches auf der Zugspannungsseite, in dem Rißbildung und -wachstum erwartet werden kann. Diese Methode hat wegen der stärkeren Lokalisierung Vorteile für die in situ Beobachtung von "natürlichen" Oberflächenrissen, da deren Ursprung ja nicht von vornherein bekannt ist. Der im Experiment mit dem Mikroskop abzurasternde Bereich ist klein genug, um mit vertretbarem Aufwand erfasst zu werden und die entstehenden Risse auch zu entdecken.

Das Versuchsprinzip für die Rißausbreitungsmessungen an "natürlichen" Oberflächenrissen ist in Abbildung 3.1 schematisch dargestellt.

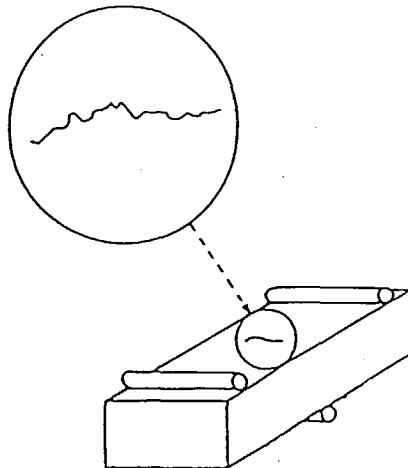


Abb. 3.1: Rißausbreitungsuntersuchung an "natürlichen" Oberflächenrissen;
Schematische Darstellung des Meßprinzips der in situ Rißbeobachtung

Aufgrund der in Kap. 2.4 bereits erläuterten experimentellen Schwierigkeiten bei der Untersuchung von Keramiken mit besonders steilem Anstieg der R-Kurve bzw. ohne R-Kurveneffekt ist es notwendig, in diesen Fällen Rißausbreitungsexperimente an Härteeindrucksrissen durchzuführen, damit sich nennenswertes, stabiles Rißwachstum überhaupt einstellt (siehe Abb. 3.2). Da die Risse dann gleichzeitig auch lokalisiert sind, wird in der Regel die 4PB mit dem größeren Bereich konstanten Biegemomentes verwendet.

Nach einem Vorschlag von Cook und Lawn /89/ kann man dann zwischen den beiden inneren Auflagern mehrere Härteeindrucksrisse gleicher (Abb. 3.2) aber auch unterschiedlicher Last untersuchen.

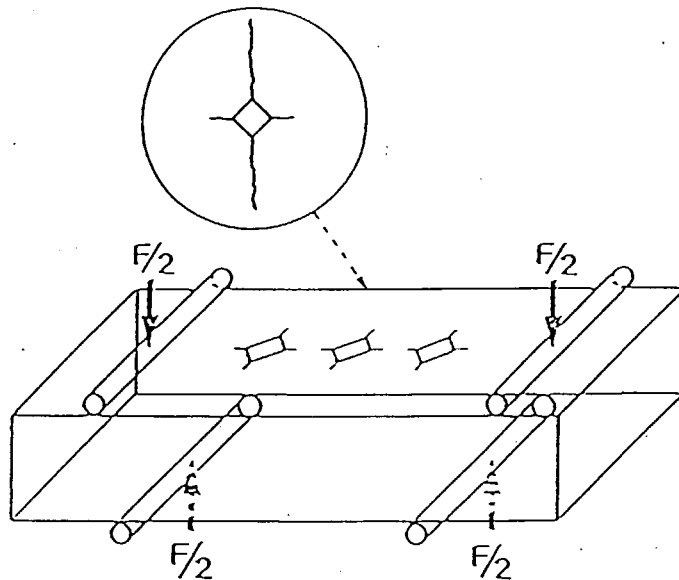


Abb. 3.2: Rißausbreitungsuntersuchung an Härteeindrucksrissen; Probenpräparation mit drei oder mehr Härteeindrücken gleicher oder auch unterschiedlicher Last im Bereich konstanter Zugspannung einer 4-Punkt-Biegeprobe

Der Vorteil von Mehrfach-Rißausbreitungsexperimenten mit einer Probe läßt sich beispielsweise bei Härteeindrucksrissen gleicher Last erkennen. Die an den Härteeindrucksrissen angelegte Biegespannung ist im Verlauf des Experimentes für die Risse immer identisch, so daß alle bei Biegebelastung wachsen. Allerdings wird nur ein Riß kritisch und löst das Versagen der Probe aus. Aufgrund der identischen angelegten Spannung haben aber auch die anderen Risse eine Länge erreicht, die nahezu der kritischen Rißlänge bei Versagen entspricht. Auf die weiteren Details der Härteeindrucks-methode wird im experimentellen Teil dieser Arbeit weiter eingegangen (Kapitel 5.3).

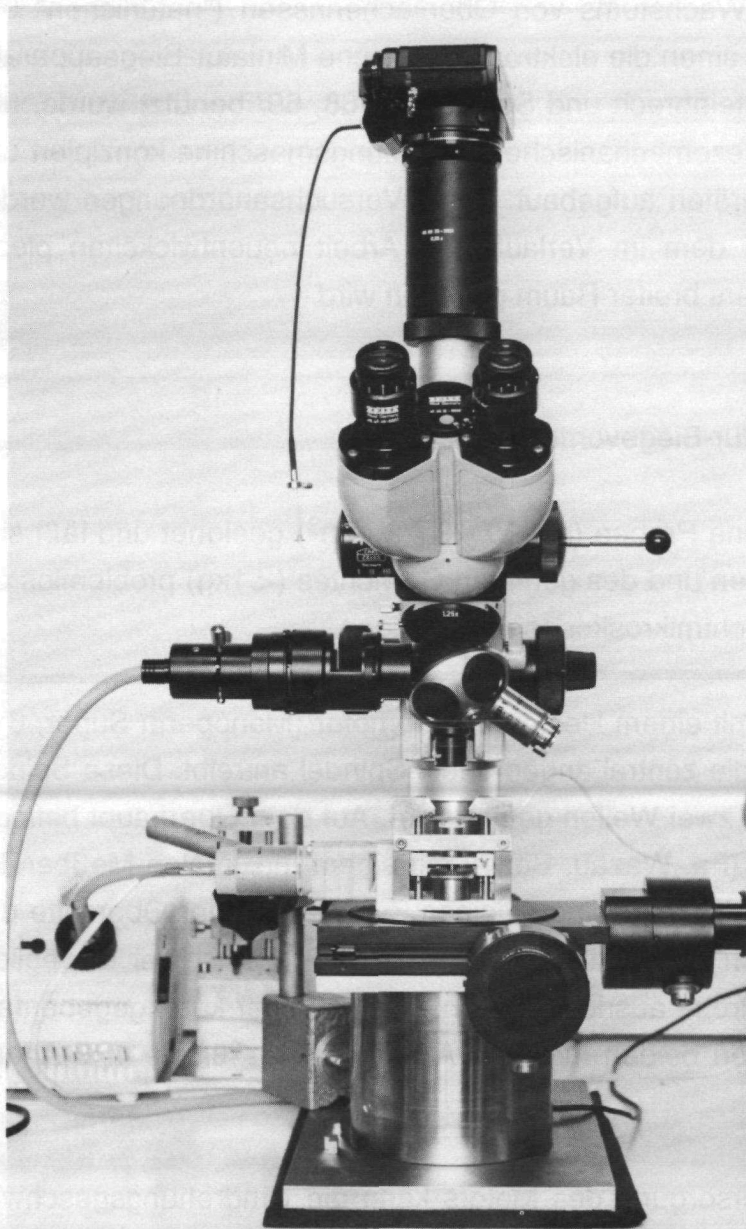
Zur Untersuchung des stabilen Wachstums von Oberflächenrissen ("natürlichen" und Härteeindrucksrissen) stand zum einen die elektromechanische Miniatur-Biegeapparatur zur Verfügung, die bereits von Steinbrech und Schmenkel /68, 69/ benutzt wurde, und zum anderen wurde eine neue piezomechanische Verformungsmaschine konzipiert und mit entsprechenden Peripheriegeräten aufgebaut. Beide Versuchsanordnungen werden nachfolgend beschrieben, wobei dem im Verlaufe der Arbeit neuentwickelten piezomechanischen Prüfstand besonders breiter Raum gegeben wird.

3.1 Elektromechanische Miniatur-Biegevorrichtung

Diese Biege-Apparatur ist für kleine Proben (ca. $30 \times 3 \times 2 \text{ mm}^3$) geeignet und läßt sich aufgrund der kleinen Abmessungen und des geringen Gewichtes ($< 1 \text{ kg}$) problemlos auf dem X-Y-Tisch eines normalen Lichtmikroskopes unterbringen.

Die Belastung der Probe erfolgt mit einem kleinen Elektromotor (Monoperm Super, 6V), der über ein Schneckengetriebe die zentral angeordnete Spindel antreibt. Diese Spindel bewegt ein Querhaupt, das durch zwei Wellen geführt wird. Auf dem Querhaupt befindet sich ein Miniatur-Kraftaufnehmer (Fa. Wazau, Berlin) mit einem maximalen Meßbereich von 1 kN. Die Krafteinleitung erfolgt über einen kleinen Zylinder auf der Oberseite des Aufnehmers. Darauf befindet sich das mittlere Lager der 3PB. Es ist frei beweglich, damit es sich entsprechend der Probe ausrichten kann. Dieses Lager kann gegebenenfalls gegen ein ähnliches Stück mit den beiden mittleren Auflagewalzen für die 4PB-Anordnung ausgewechselt werden.

Über eine variable Spannungsversorgung des Motors kann die Umdrehungsgeschwindigkeit und damit die Durchbiegungsrate eingestellt werden. Auch die Bewegungsrichtung des Querhauptes (Be- oder Entlastung) wird über die Spannungsversorgung geregelt.



Kleinbildkamera

Lichtmikroskop

Miniatur-Biegeapparatur

Verschiebetisch

Abb. 3.3: Elektromechanische Miniatur-Biegevorrichtung auf dem Verschiebetisch eines Lichtmikroskopes

Der Probeneinbau erfolgt mit Hilfe einer kleinen Justiervorrichtung, so daß sie genau senkrecht zu den Lagern ausgerichtet werden kann. Das Mikroskop (Fa. Zeiss, Göttingen) bietet dabei zusätzliche optische Kontrollmöglichkeiten. Die an der Probe anliegende Kraft P wird als Signal von der Kraftmeßdose (KMD) an den verwendeten Meßverstärker (KWS 3073, Fa. Hottinger Baldwin Messtechnik, Darmstadt) weitergeleitet und nach einer Verstärkung in den Standardbereich ± 10 Volt auf einem 3-Kanal-Schreiber (Modell SE 130, Fa. ABB Metrawatt, Nürnberg) angezeigt. Die bei entsprechend hoher Belastung auf der Zugspannungsseite auftretenden Oberflächenrisse

werden mit dem Lichtmikroskop beobachtet. Da die Bruchstücke der Keramikprobe bei Instabilität in Richtung auf das Mikroskop-Objektiv geschleudert werden, werden Objektive mit längerem Arbeitsabstand (vergleiche Tabelle 3.1) verwendet, die zusätzlich noch mit einer Schutzkappe versehen sind.

Die in Tab.3.1 aufgeführten Werte der Objektivauflösung sind größer als die im Bruchexperiment auftretenden Rißöffnungen. Trotz dieser Diskrepanz können mit Hilfe von Schrägbeleuchtung die Risse in transluzenten Keramiken sichtbar gemacht werden. Aufgrund der Reflexion des Lichtes an den Rißflanken tritt ein deutlicher Hell-Dunkel-Kontrast auf, der das Ausmessen der Rißlänge gestattet. Vergleichsuntersuchungen von Oberflächenrissen im REM führten zu keinen anderen Meßwerten für die Rißlänge.

Tabelle 3.1:

Vergrößerung	Arbeitsabstand	Auflösung /90/
3,2-fach	23,2 mm	7,9 μm
32-fach	6,8 mm	1,4 μm

Zur Dokumentation des Rißwachstumsverhaltens kann eine hochauflösende Videokamera (Modell BC2, Fa. AVT-Horn, München) oder eine Photokamera (Modell OM-4Ti, Fa. Olympus, Hamburg) angeschlossen werden. Auf die Videoausstattung wird in Kapitel 3.2.4 näher eingegangen.

Zur Messung der Rißlänge während des Experimentes wird die gesamte Biegeanordnung mit dem Mikroskopisch verfahren. Dessen Verschiebung wird mit einem Wegaufnehmer (Modell MT10 mit Zähler, Fa. Heidenhain, Traunreut) mit einer Genauigkeit von $\pm 1 \mu\text{m}$ gemessen.

Das Rißwachstum und die mechanische Belastung (Kraft) sind während des Versuches somit gleichzeitig meßbar. Die Messung der Probendurchbiegung ist mit dieser Apparatur nicht vorgesehen. Jedoch kann bei Verzicht auf die in situ Rißbeobachtung (z.B. bei reinen Festigkeitsmessungen) ein Wegaufnehmer (Modell WIT3, Fa. Hottinger Baldwin Messtechnik, Darmstadt) mit Hilfe eines entsprechenden Aufbaus an der Stelle maximaler Probendurchbiegung angebracht werden. Auf diese Weise ist dann das Aufnehmen einer Last-Durchbiegungskurve möglich. Geregelte Versuche können mit dieser Apparatur nicht durchgeführt werden.

Aufgrund dieser Einschränkungen und der sich aus den Überlegungen in Kapitel 2.2 ergebenden Anforderungen wurde daher im Rahmen dieser Arbeit ein komplett neuartiger Versuchsstand konzipiert und aufgebaut.

3.2 Neu entwickelter piezomechanischer Versuchsstand

3.2.1 Schematischer Aufbau des Versuchsstandes

In Abb. 3.4 ist der Aufbau des neu entwickelten piezomechanischen Versuchsstandes mit den Peripheriegeräten und Signalwegen zusammenfassend schematisch dargestellt. Von der Biegeanordnung des Versuchsstandes werden die Signale von Kraft (P) und Probendurchbiegung (d) an einen Trägerfrequenz-Meßverstärker geleitet. Als Signal zwischen - 10 und + 10 Volt werden sie danach einerseits auf Schreibern (X-t- und X-Y-Schreiber) registriert und andererseits über A/D-Wandler digitalisiert und in einen AT-Personalcomputer weitergeleitet. Mit Hilfe des über der Biegeprobe angebrachten Mikroskopes wird der Bereich maximaler Zugspannung während des Experimentes abgerastert. Die Positionsdaten von Rißanfang und -ende werden auf einer Meßwertanzeige angezeigt und ebenfalls als digitales Signal über ein serielles Kabel an den PC weitergegeben.

Als weitere Eingangsgröße in den PC dient das Vorgabesignal für die Regelung aus einem Funktionsgenerator. Auch dieses Signal liegt im Bereich ± 10 Volt und wird über einen A/D-Wandler digitalisiert. Das im PC berechnete Stellsignal wird an den Verstärker des Piezoaktors über einen D/A-Wandler ausgegeben und führt dadurch zu einer entsprechenden Auslenkung des piezomechanischen Stellgliedes. Über die eingebaute Keramikprobe ist der Regelkreis dann wieder geschlossen.

3.2.2 Aufbau der Biegevorrichtung

Da die Probengröße bei der in 3.1 vorgestellten Anlage nicht den üblichen Proben dimensionen /87/ für Biegefestigkeitsmessungen an keramischen Hochleistungswerkstoffen entspricht, stellte die Probengröße von $45 \times 4,5 \times 3,5 \text{ mm}^3$ bzw. $45 \times 4 \times 3 \text{ mm}^3$ eine Randbedingung bei der Entwicklung der neuen Apparatur dar. Ferner sollte die Belastungsanordnung eine möglichst hohe Maschinensteifigkeit besitzen, um nur geringe elastische Energie bei mechanischer Belastung zu speichern. Entsprechend steht bei Rißwachstum auch weniger "Antriebskraft" von der Biegeapparatur zur Verfügung, was stabilen Rißfortschritt zu begünstigt.

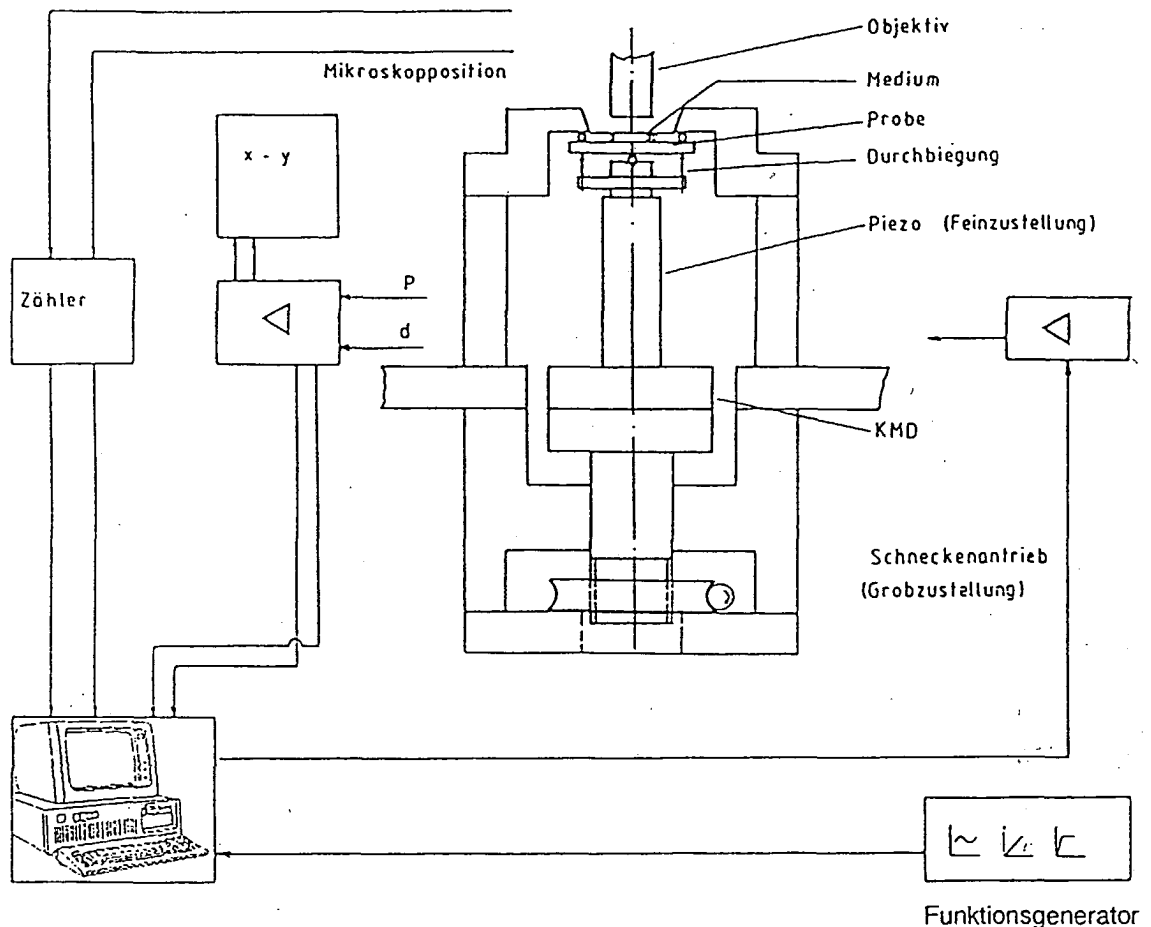


Abb. 3.4: Prinzipskizze des neuentwickelten piezomechanischen Versuchsstandes

Diese Forderungen waren mit einer miniaturisierten Biegevorrichtung, deren Abmessungen aufgrund der Platzierung auf dem Mikroskoptisch eines normalen Mikroskopes begrenzt sind, nicht zu erfüllen. Darüber hinaus war die gewünschte Auslenkung (ca. $180\ \mu\text{m}$) des verwendeten Piezotranslators und damit verbunden seine Baugröße ein wichtiges Kriterium bei der Dimensionierung der neuen Maschine. Statt die Belastungsanordnung in ein konventionelles Mikroskop zu integrieren, mußte daher ein Mikroskop zur Apparatur gesucht werden. Als Lösung wurde das in Kapitel 3.2.4 beschriebene Komponenten-Meßmikroskop ausgewählt.

Für den Rahmen wurde eine zylindrische Konstruktion gewählt, während die beweglichen Teile und Meßsensoren im Zentrum platziert wurden. Eine Skizze des oberen Bereiches der Verformungsmaschine ist in Abb. 3.5 zu sehen.

Die gesamte Apparatur ist aus experimentellen Gründen (Konzentration der Bruchvor-

gänge auf kleineren Bereich) für 3PB-Experimente konzipiert. Die beiden äußeren Auflager befinden sich am Außenrahmen, während das mittlere Lager als Festlager auf dem Piezoaktor in der Mittelachse angebracht ist. Die äußeren Lager sind beweglich, damit sie sich optimal der Probe anpassen und geringe Parallelitätsabweichungen an der Probengeometrie selbsttätig ausgleichen können.

Die Walze des mittleren Lagers befindet sich in einer V-förmigen Kerbe in einem Wolframcarbid(WC)-Zylinder am oberen Ende des Piezoaktors. Dieses WC-Stück hat eine Länge von 22 mm oberhalb des eigentlichen Piezoaktors, da es neben der Aufnahme des mittleren Lagers auch zur Befestigung der beiden Wegaufnehmer (Modell AGZH1, Fa. Sangamo, Essen) dient. Mit Hilfe einer Brücke (vergleiche Abbildung 3.5 und 3.6) sind sie exakt gegenüber den beiden äußeren Auflagern an der Unterseite der Keramikprobe platziert. Die Tasterspitzen werden bei Belastung der Probe in die Wegaufnehmer hineingeschoben und messen so die Probendurchbiegung relativ zur Aufwärtsbewegung des mittleren Lagers. Um dabei möglichst geringe Verluste durch elastische Kompression zu haben, wurde die Konstruktion mit dem WC-Stück gewählt,

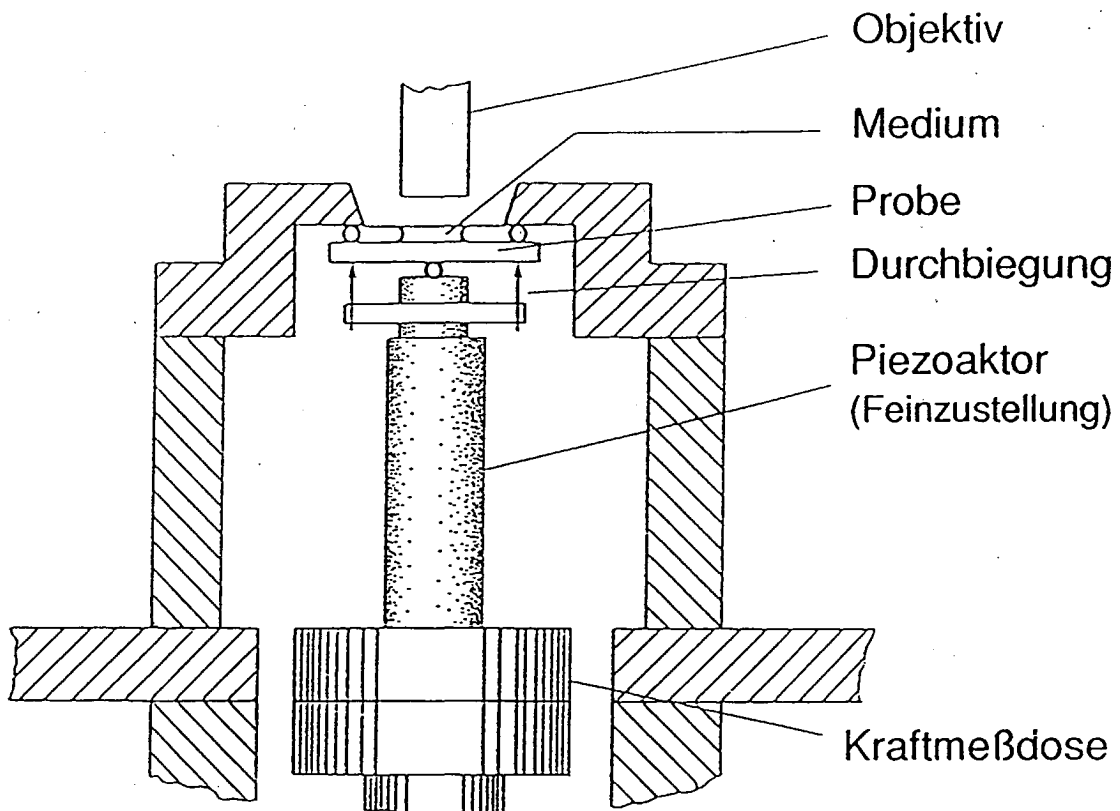


Abb. 3.5: Skizze des oberen Bereiches der piezomechanischen Biegeappartur mit der 3PB-Anordnung und zugehörigen Meßsensoren (Wegaufnehmer, Kraftmeßdose und Objektiv zur Rißeobachtung)

das im praktischen Arbeitsbereich der Maschine eine Kompression von weniger als $0,1\text{ }\mu\text{m}$ (maximal $\approx 0,4\text{ }\mu\text{m}$ bei 2000 N Belastung) zeigt. Da dieser Fehler sehr gering ist, wird er bei der Auswertung der Durchbiegung vernachlässigt.

Unterhalb des WC-Stückes befindet sich der eigentliche Piezoaktor. Diese Art der Kraftaufbringung wurde wegen der sehr flexiblen und stufenlosen Möglichkeiten der Feinzu-
stellung gewählt. Der Niedervolt-Piezo wurde in Schichtbauweise speziell für die Verformungsmaschine gebaut (Fa. L.Pickelmann, München). Er kann um bis zu $180\text{ }\mu\text{m}$ ausgelenkt werden.

Mit Hilfe des verwendeten Spannungsverstärkers (Modell LE 150 V, Fa. L.Pickelmann, München) ist es möglich, den Piezo über den gesamten Ausdehnungsbereich mit einer Frequenz von 50 Hz zu fahren. Dies ist für längere Ermüdungsversuche /83/ sehr hilfreich, da dann innerhalb von 2,5 Tagen mehr als 10^7 Zyklen gefahren werden können.

Um die auf die Probe wirkende Kraft zu messen, ist der Piezo direkt auf eine Kraftmeßdose (KMD) (Modell 1010-AFS-500, Fa. Interface, Phoenix, Arizona, USA) geschraubt. Die KMD hat einen maximalen Meßbereich von 2200 N und mißt die aufgebrachte Kraft mit Hilfe von intern angebrachten Dehnungsmeßstreifen (DMS). Die KMD wurde auch aufgrund der vergleichsweise geringen Empfindlichkeit gegen transiente Temperaturschwankungen ausgewählt /91/.

Der Piezoaktor ist an einem zentrischen Gewinde der KMD angebracht, während die Kraftmeßdose selbst auf einem Stempel befestigt ist. Dieser Stempel, und damit der gesamte zentrale Aufbau, kann über ein Keilscheibensystem ca. 3 mm nach unten und oben bewegt werden, um so das Einspannen einer Probe (evtl. auch mit von der Norm abweichenden Dimensionen) oder das Aufbringen einer Vorspannung zu ermöglichen, wenn die bis zum Bruch notwendige Probendurchbiegung größer als die maximale Piezoausdehnung ist. Die obere der beiden Keilscheiben ist durch Schrauben fest mit dem Stempel und den darauf befindlichen Aufbauten verbunden. Der Stempel selbst wird mit einer Feder-Nut Konstruktion geführt, um eine Rotation um die eigene Mittelachse zu verhindern. Die Nut befindet sich seitlich am Stempel während die Blattfeder am unteren Ende des Außenrahmens der Apparatur verschraubt ist. Die Ausrichtung des beweglichen, zentralen Teils der Maschine gegenüber dem äußeren Rahmen wird durch eine Führung im unteren Bereich des Stempels (Siehe Abbildung 3.6) gewährleistet. Selbst bei mikroskopischer Beobachtung der Auf- und Abwärtsbewegung dieses zentralen Teils der Biegeanordnung ist auch bei höchster

Vergrößerung (500 x) keine Abweichung von der zentralen Mittelachse festzustellen. Die eigentliche Bewegung des Stempels wird durch eine Drehung der unteren Keilscheibe relativ zur oberen erzielt.

Der gesamte Außenrahmen (vergleiche Gesamtansicht der Apparatur in Abb. 3.6) besteht aus drei Teilen oberhalb und unterhalb einer Metallplatte, die als Tisch für das verwendete Lichtmikroskop dient. Der untere Rahmentopf mit der Grobzustellung des zentralen Belastungs- und Meßsystems ist von unten an der Tischplatte befestigt. Die Platte hat eine entsprechend dimensionierte Aussparung, durch die die zentrale Einheit nach oben hindurchragt. Auf die Platte, deren Oberfläche (wie auch die Oberflächen aller anderen Maschinenteile) auf eine Ebenheit von $5\text{ }\mu\text{m}$ geschliffen wurde, wird ein zylindrisches Mittelstück gesetzt. Es ist aufgrund der so einfacher möglichen präzisen Ausrichtung als ein Teil ausgeführt worden. Es wird beim Zusammenbau der Anlage relativ zum Piezo und damit zum mittleren Auflager der 3PB zentriert.

Das obere Rahmenteil (vergl. Abb. 3.5 und 3.6) ist wieder als eine Art Topf ausgeführt und enthält die bereits beschriebenen äußeren Auflager der Biegevorrichtung sowie eine seitliche Öffnung zum Probeneinbau. Dieses Teil wird auf den Mittelzylinder aufgesetzt und entsprechend ausgerichtet. Zwischen den beiden Lagern ist auf der Oberseite eine zentrale Öffnung mit 34 mm Durchmesser vorhanden, durch die die mikroskopische in situ Beobachtung der Zugspannungsseite einer Keramikprobe im Bereich der maximalen Spannung erfolgen kann.

Um auch den Einfluß des Umgebungsmediums (Luft, Wasser, Öl) untersuchen zu können, ist ein Aufsatz aus Messing konstruiert worden, der ein sehr dünnes Mikroskopierglas ($\approx 100\text{ }\mu\text{m}$) in einem einstellbaren Abstand parallel zur Keramikoberfläche hält. Zwischen diese plane Glasscheibe und die Probenoberfläche wird ein Wasser- oder Öltropfen gegeben, der aufgrund seiner Oberflächenspannung dort stabil positioniert bleibt. So ist es möglich, ohne große optische Verluste durch das Medium hindurch eine in situ Beobachtung mit dem Lichtmikroskop durchzuführen.

An der Verformungsmaschine wurde eine Steifigkeit von $\approx 500\text{ N}/\mu\text{m}$ gemessen. Wegen der hohen Maschinenhärte /30/ wird diese bei der Auswertung der experimentellen Daten ebenfalls nicht in Rechnung gestellt.

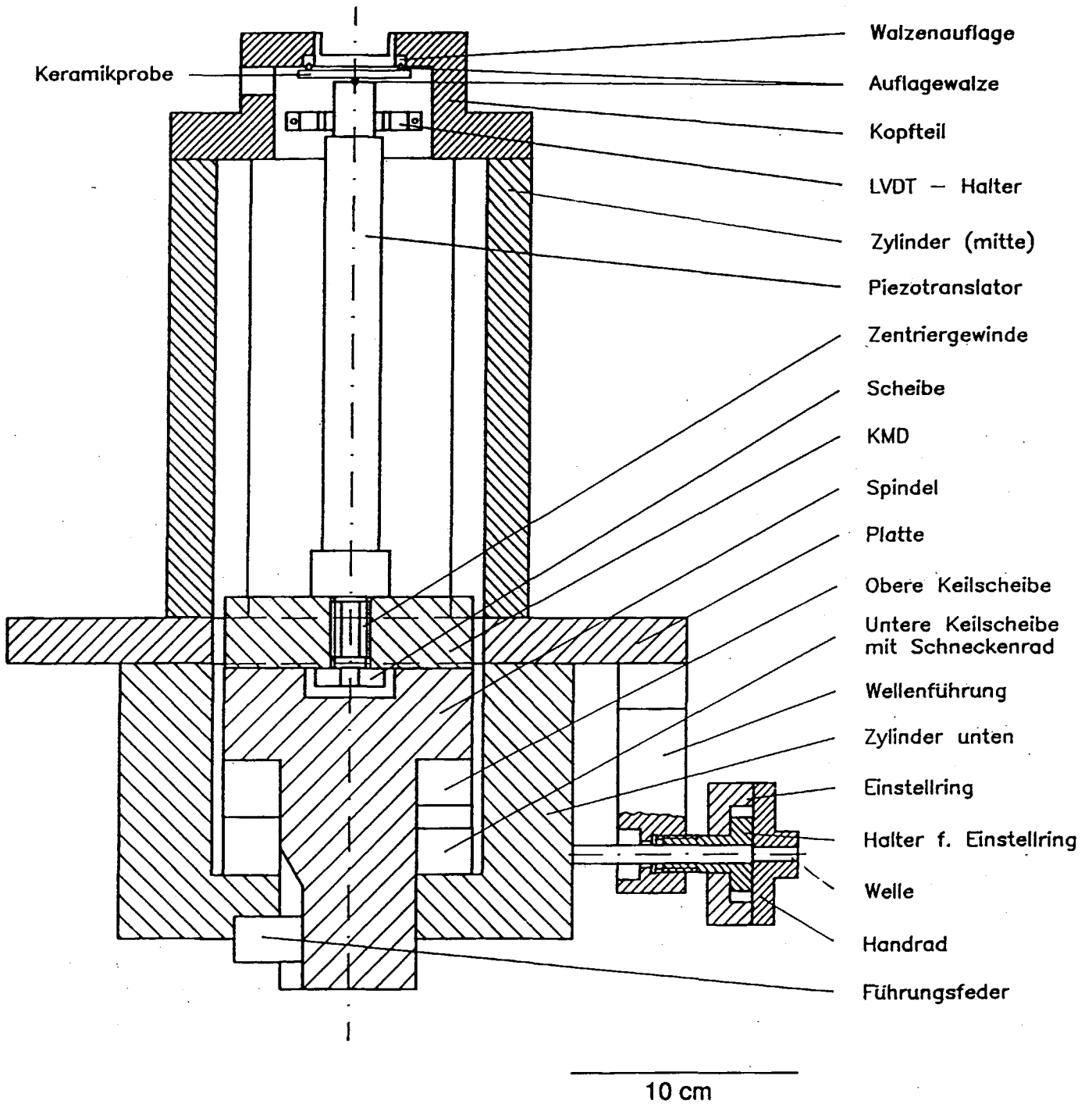


Abb. 3.6: Gesamtansicht der neu entwickelten Verformungsmaschine in maßstäblicher Darstellung

3.2.3 Meß- und Steuergeräte

Als Meßwertaufnehmer befinden sich integriert in die Apparatur eine Kraftmeßdose (KMD) sowie zwei Wegaufnehmer (LVDT). Die KMD ist direkt an den 2-Kanal-Meßverstärker (Modell KWS512.D, Fa. Hottinger Baldwin Meßtechnik, Darmstadt) angeschlossen und auf die Meßbereiche 100 N, 200 N, 500 N und 1000 N am Verstärker kalibriert. Im 500 N Meßbereich wurde eine Genauigkeit von besser als ± 1 N ermittelt.

Um aus den beiden LVDT ein Signal für die Probendurchbiegung zu erhalten, sind sie vor dem Einbau in gleicher Position bezüglich der Probe getrennt auf ihren elektrischen Nullpunkt eingestellt und kalibriert worden. Danach wurden sie parallel geschaltet und zusammen kalibriert. Diese Parallelschaltung bringt die Taster mit Hilfe entsprechender Widerstände auf dieselbe Empfindlichkeit und gibt den Mittelwert der Messung an den Verstärker weiter. Nach der Kalibrierung ergab sich eine Genauigkeit, die selbst im größten der drei Meßbereiche (200 μm , 500 μm und 1000 μm) besser als ± 2 μm ist. Im normalerweise verwendeten 200 μm Meßbereich ist die Genauigkeit sogar besser als ± 1 μm .

Die Signale der anliegenden Kraft P und der Probendurchbiegung δ werden als Standardsignale mit ± 10 Volt Spannung auf einem 3-Kanal-(X-t)-Schreiber (Modell SE130, Fa. ABB Metrawatt, Nürnberg) und auf einem X-Y-Schreiber (Modell YEW 3023, Fa. Yokogawa, Japan) mitgeschrieben, der wegen seiner extrem hohen Schreibgeschwindigkeit von 2000 mm/s ausgewählt wurde. Neben diesen "Hardcopy"-Daten werden die Signale auch über Analog/Digital(A/D)-Wandler in einen Personal Computer (PC) eingegeben. Die verwendete Hardware wird in Kapitel 3.2.5 ausführlich vorgestellt. Neben P und δ ist auch das Signal des Funktionsgenerators (Modell Microprofiler 418.91, Fa. MTS-Systems GmbH, Berlin) eine weitere Eingangsgröße in den PC. Der Funktionsgenerator arbeitet in 18 Bit Technologie und ist somit in der Lage, Signale in Schritten von weniger als 0,1 mV auszugeben. Die Programmierung von Funktionen nahezu beliebiger Form mit einer Frequenz von einerseits maximal 80 Hz und andererseits der Möglichkeit, konstante Signale über längere Zeiträume zu halten, kann in komfortabler Weise direkt auf der Frontseite des Generators erfolgen. So wurden für die vorgelegte Arbeit vor allem Rampenfunktionen mit unterschiedlichen Anstiegszeiten und Funktionen mit einer einstellbaren Anzahl aufeinanderfolgender Sinusschwingungen auf unterschiedlichem Niveau und mit unterschiedlicher Amplitude, sogenannte Blockfunktionen, verwendet.

Will man die Regelung umgehen, so ist auch der direkte Anschluß des Funktionssignals an den Verstärker des Piezoaktors möglich.

Die drei Signale die über A/D-Wandler in den PC gegeben werden, sind die Meßgrößen P und δ , die das Materialverhalten erfassen, und das Vorgabesignal des Funktionsgenerators, das den Versuchsablauf bestimmt. Auf der Basis dieser Eingangssignale wird im PC ein digitales Stellsignal erzeugt, das über einen D/A-Ausgang als ein analoges Signal zwischen 0 und 10 Volt an die Spannungsquelle (Modell SQV1/150, Fa. L.Pickelmann, München) des Piezoaktors gegeben wird. Dieses Gerät ist für den 1-Kanal-Betrieb eines Niedervoltpiezos ausgelegt und hat eine Ausgangsspannung zwischen 0 und 150 Volt (maximal 180 V). Der Betrieb des Aktors über den vollen Stellbereich von 180 μm mit dem Stellsignal von 0 - 10 V gewährleistet.

Die bislang vorgestellte Ausrüstung wird für die geregelte mechanische Belastung der Keramikprobe sowie die Messung des mechanischen Verhaltens während der Experimente benötigt. Um die zusätzlich mit dieser Apparatur durchzuführenden in situ Studien des Wachstums von Oberflächenrissen zu ermöglichen, sind entsprechende Beobachtungs- und Meßeinrichtungen ausgewählt und zusammengefügt worden.

3.2.4 Rißbeobachtungs- und -meßeinrichtungen

Zur Rißbeobachtung wurde das in Abbildung 3.7 wiedergegebene Komponenten-Meßmikroskop (Modell CMM, Fa. Wild Leitz, Köln) eingesetzt, das bis zu 5 Objektive aufnehmen kann.

Die Lichteinspeisung erfolgt über ein sehr flexibles Glasfaserkabel von einer Kaltlichtquelle (Modell Intralux 4000, Fa. Volpi, Schlieren, Schweiz). Durch das Glasfaserkabel werden Vibrationen vom Ventilator der Lampe nicht auf das Mikroskop übertragen. Durch das Kaltlicht wird eine örtliche Erwärmung der Keramik mit entsprechendem Störeinfluß auf die Messung des Materialverhaltens vermieden.



Abb. 3.7: Lichtmikroskop und Verformungsapparatur mit Steuer- und Erfassungsgeräten

Den Mikroskopaufbau ergänzen zu Dokumentationszwecken weiterhin eine spezielle Mikroskop-Kamera (Modell MPS 46/52, Fa. Wild Leitz, Köln) und eine hochauflösende CCD-Videokamera (Modell BL 202, Fa. Panasonic, Bergisch-Gladbach). Das Signal der Video-Kamera wird über einen Video-Timer (Modell VTG-22, Fa. For-A, Japan) zu einem s-VHS Video-Recorder (Modell AG 7330, Fa. Panasonic) geführt. Durch den Timer ist eine Echtzeitbasis für das jeweilige Experiment vorhanden. Der kleinste Zeitschritt beträgt 10 ms.

Die Gesamtvergrößerung bis zum Monitorbild ergibt sich aus der Objektiv-Vergrößerung multipliziert mit dem Faktor 58. Mithin lagen typische mittlere Vergrößerungen bei 1450x. Die beschriebene Video-Einrichtung zur in situ Beobachtung und Dokumentation der Keramikoberfläche ist in Abb. 3.8 gezeigt. Um eine vollständige Beobachtung des riß-aktiven und versagensrelevanten Bereiches der Zugspannungsseite bei hoher Vergrößerung zu gewährleisten, muß die Oberfläche im Experiment ständig abgerastert werden, was eine Relativbewegung zwischen Belastungsanordnung und Mikroskop

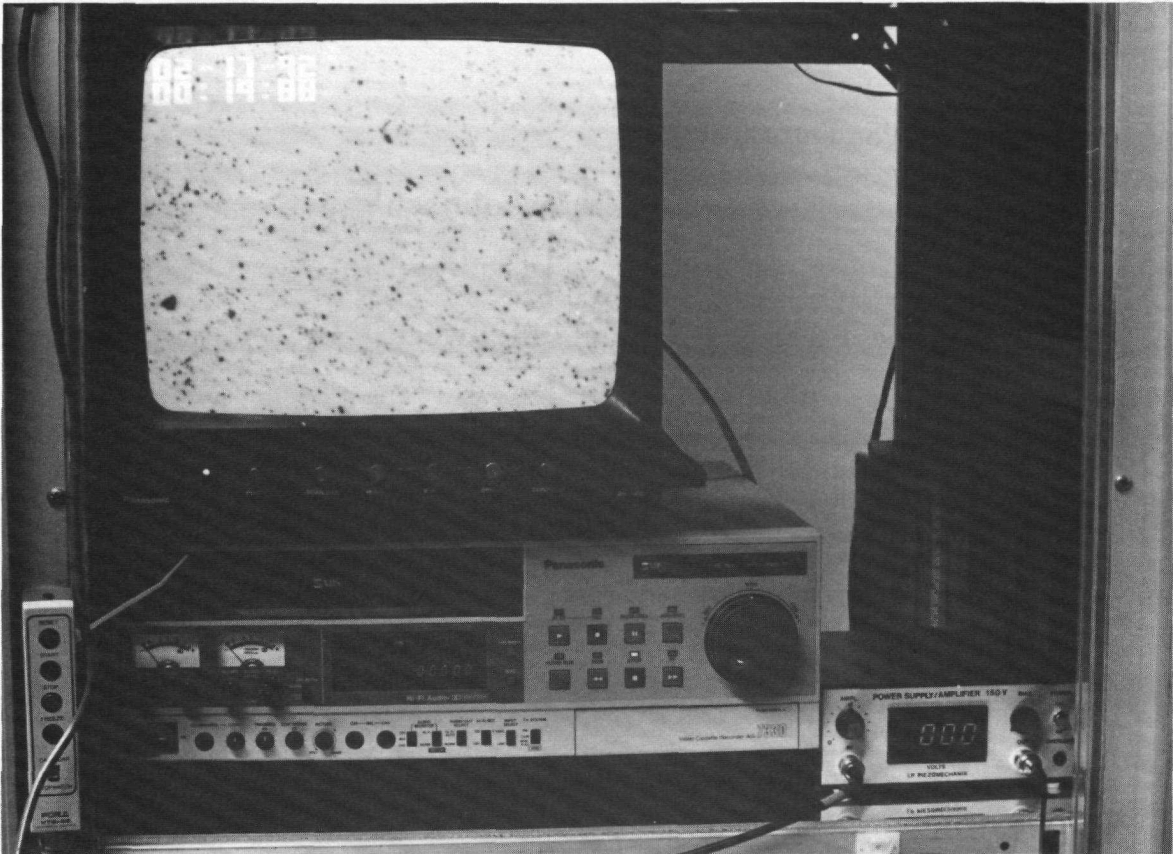


Abb. 3.8: Videobilderfassung mit Recorder und Monitor (typische Oberflächenansicht einer Mg-PSZ Probe mit z.T. erkennbaren Körnern)

erfordert. Da in dem hier realisierten Aufbau die Biegeanordnung selbst nicht verschoben werden kann, wurde das gesamte Mikroskop auf einen in X- und Y-Richtung verschiebbaren Präzisions-Kreuztisch (Fa. Cleveland, Löffingen) gesetzt (siehe Abbildung 3.8).

Der Tisch ist in beide Achsenrichtungen motorisiert. In beiden Einzelelementen sind Glasmaßstäbe (Modell LS 407, Fa. Heidenhain, Traunreut) mit einer Meßgenauigkeit von $\pm 0,5 \mu\text{m}$ integriert, so daß mit der Motorsteuerung eine exakte und reproduzierbare Positionierung des Mikroskopes auf $\pm 1 \mu\text{m}$ ermöglicht wird. Dabei kann die Translationsgeschwindigkeit variiert werden. Die Verfahrriichtung wird mit einem Joystick vorgegeben. An die Glasmaßstäbe ist ein Zweiachszähler (Modell VRZ 720, Fa. Heidenhain, Traunreut) zur Anzeige der X- und Y-Position angeschlossen. Der kleinste Schritt in der Anzeige beträgt $1 \mu\text{m}$. Über eine serielle Schnittstelle (RS 232) werden die Positionssignale digital an den PC weitergegeben.

3.2.5 Hardware zur PC-gestützten Datenerfassung und Versuchsregelung

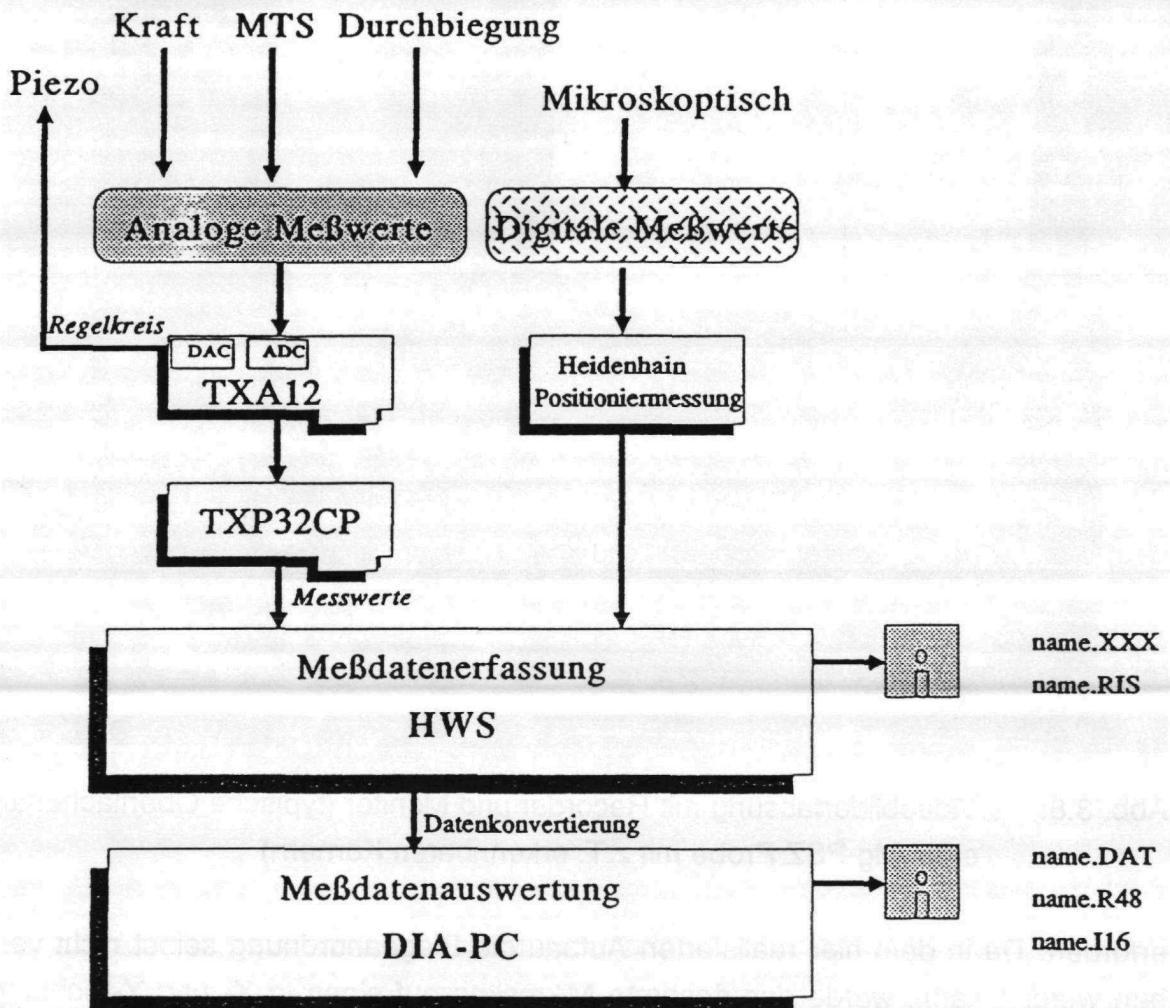


Abb. 3.9: Schema der verwendeten Hard- und Software mit Signalwegen

In Abb. 3.9 ist der gesamte Aufbau (Hard- und Software) der Datenerfassung und Versuchsregelung zusammenfassend schematisch dargestellt. Die drei analogen Signale (P, δ und das Signal der Vorgabefunktion) werden in den beiden Steckkarten TXA12 (Analog-Ein-/Ausgangskarte) und TXP32CP (Signalprozessorkarte) verarbeitet. Das Stellsignal an den Piezo wird berechnet und an den Piezo-Verstärker ausgegeben, so daß der Regelkreis geschlossen ist (vgl. Abb. 3.4). Die digitalen Daten der Heidenhain-Positioniermessung werden ebenso wie die Werte P und δ sowie die gemeinsame Zeitbasis mit der eigentlichen Datenerfassungs-Software "HWS" weiterverarbeitet und im PC abgespeichert. Das kommerzielle Programmpaket DIA-PC (Fa. GFS, Aachen) wird zur anschließenden Darstellung der Meßergebnisse verwendet.

Für die Erfassung der Versuchsdaten und die Regelung des Versuchsstandes stand ein AT-kompatibler Rechner mit einem 80286 Prozessor und entsprechendem 80287-Coprozessor (Modell 286 Pac-Plus, Fa. Tandon) zur Verfügung. Dieser PC-Typ mit auswechselbaren 30-MB Festplatten wurde zur Erzielung hoher Meß- und Rechengeschwindigkeiten durch die Signalprozessorkarte TXP32CP und die dazugehörige Analogkarte TXA12 mit 4 Analog/Digital-Wandlern (A/D) und 3 Digital/Analog-Wandlern (D/A) erweitert (Fa. Skalar, Göttingen).

Das TXA12 Analog-Board ist in 12 Bit-Technik aufgebaut und hat eine Summenabtastrate von 200 kHz, d.h. bei den verwendeten drei Eingangskanälen ergibt sich rechnerisch eine Abtastrate von ca. 70 kHz pro Kanal. Mit der verwendeten Software-Installation konnte jedoch eine Abtastzeit von 10 μ s erreicht werden, was einer Meßfrequenz von 100000 Hz pro Kanal entspricht. Die 12 Bit-Technik erlaubt bei einer Eingangsspannung von ± 10 V eine Aufteilung des Signals in Schritte von 4,88 mV. Das entspricht etwa 0.05 % des jeweiligen Meßbereiches. Ein weiterer Vorteil dieser Analogkarte liegt neben der hohen Abtastrate in der Verwendung des sogenannten Sample&Hold Betriebes. Damit werden die vier Eingangskanäle tatsächlich zeitgleich gemessen, so daß hier keine Zeitdifferenzen mit entsprechend negativer Auswirkung auf die Meßgenauigkeit und Regelmöglichkeit auftreten. Das Schaltbild in Abb. 3.10 zeigt den prinzipiellen Aufbau der Karte.

Aus dem Blockschaltbild wird auch ein weiterer Vorteil der verwendeten Kartenkombination deutlich. Da beide Karten mechanisch verbunden sind, ist die Datenübertragung untereinander vom verwendeten PC-Prozessor völlig unabhängig und dementsprechend auch schneller. Die drei Eingangskanäle werden im A/D-Wandler digitalisiert und in den Datenbus gegeben. Entsprechend wird ein digitales Ausgangssignal direkt von der Datenleitung über den entsprechenden D/A-Wandler ausgegeben.

Über den Datenbus ist die TXA12 Analog-Karte mit der eigentlichen Signalprozessorkarte TXP32CP direkt verbunden.

Die verwendete Hardware-Kombination ist in der Lage, unabhängig vom PC-Prozessor Daten zu sammeln und mehr als 5000 Meßwerte zu speichern, bevor sie auf die Speichereinheiten des PC umkopiert werden. Da der Signalprozessor eine Zykluszeit von nur 80 ns hat (zum Vergleich: Cray Y-MSP, 6 ns Zykluszeit), kann er zwischen der Erfassung jedes Meßwertes auch bei maximaler Abtastrate noch bis zu 700 Fließkomma-Operationen durchführen /93, 94/.

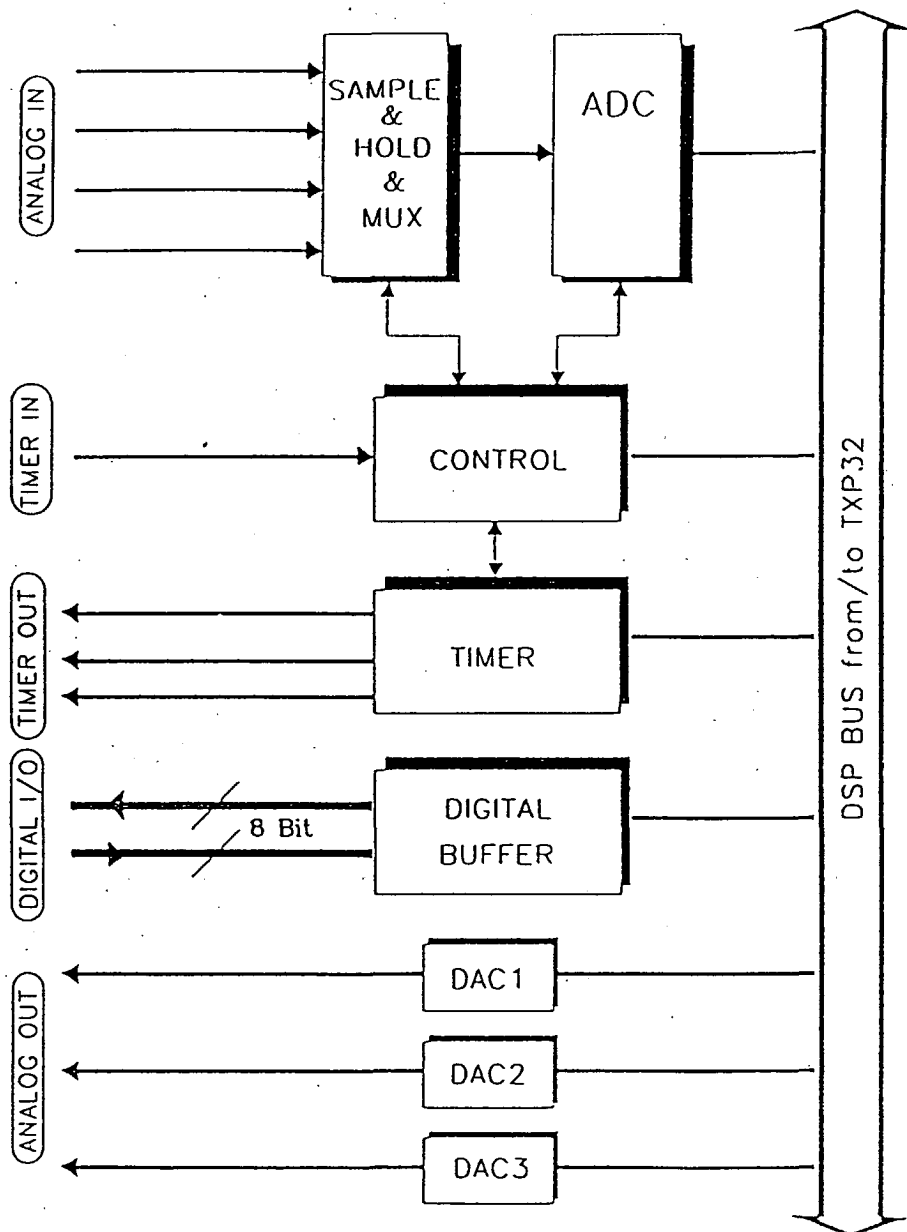


Abb. 3.10: Schaltbild der Analogkarte TXA12 /92/

Diese Rechenkapazität wird in der speziell für den Versuchsstand entwickelten Software "HWS"* zur Regelung der Biegeapparatur benutzt.

Zum seriellen Anschluß der digitalen Daten aus der Rißlängenmessung war es notwendig, mit Hilfe einer 4-fach seriellen Karte (Hostess 4, Fa. Control Systems, St.Paul, USA) entsprechende Anschlußmöglichkeiten zu schaffen. Somit konnten auch der MTS-Funktionsgenerator und ein Plotter (Modell HP7475A, Fa. Hewlett-Packard, Bad Homburg) seriell an den PC seriell angeschlossen werden.

* Entwicklung der Software in Zusammenarbeit mit H.Rongen und P.Vogel (ZEL, KFA-Jülich) /95/

4 MATERIAL UND PROBENHERSTELLUNG

4.1 Werkstoffe

Im Rahmen dieser Arbeit wurde das stabile Ausbreitungsverhalten kurzer Oberflächenrisse in monolithischer Oxidkeramik untersucht. Für die stabilen Rißausbreitungsexperimente mit in situ Rißbeobachtung wurden Keramiken ausgewählt, deren Rißzähigkeitsverhalten durch unterschiedliche Verstärkungsmechanismen verursacht bzw. beeinflußt ist.

Den Schwerpunkt bildeten Experimente mit umwandlungsverstärkten ZrO_2 -enthaltenden Keramiken.

- An MgO-teilstabilisiertem ZrO_2 (Mg-PSZ) mit 8,4 Mol-% MgO, die zu den zähesten monolithischen Keramiken zählt /17, 40, 41, 64, 65/, wurde das Rißwiderstandsverhalten von "natürlichen" Oberflächenrisen untersucht. Darüber hinaus wurden Untersuchungen zum mikrostrukturellen Umwandlungsverhalten mit Hilfe der Raman-Spektroskopie durchgeführt.
- An Y_2O_3 -stabilisiertem ZrO_2 wurden die Rißausbreitungsexperimente an kurzen Oberflächenrisen durchgeführt, die zuvor mit einem Vickers-Härteeindruck erzeugt worden waren. Dabei interessierte insbesondere der Einfluß von unterschiedlichem Y_2O_3 -Gehalt (4 bzw. 3 Mol.-%) auf die Materialzähigkeit. Auch hier wurden die Umwandlungsvorgänge z.T. mit dem Raman-Spektrometer untersucht.

Neben diesen umwandlungsverstärkten Keramiken mit Prozeßzonenabschirmung wurden Untersuchungen an einer Keramik vorgenommen, deren Verstärkung im wesentlichen auf Rißflankenwechselwirkungen beruht.

- Als Repräsentant und Modellmaterial diente eine grobkörnige Al_2O_3 -Keramik (AF99.7, Fa. Demarquest), deren R-Kurvenpotential bereits in zahlreichen Langriß-Untersuchungen nachgewiesen und analysiert wurde /30, 31, 55, 62/.

In Tabelle 4.1 sind einige Materialdaten der untersuchten Keramiken (Hersteller- und Literaturangaben) aufgelistet und die Rißgeometrien angegeben, mit denen die Rißausbreitungsexperimente durchgeführt wurden /31, 44, 96, 97, 98/.

Tabelle 4.1:

Material	Charakterisierung	Rißausbreitungsexperiment	Bezugsquelle
<i>Umwandlungsverstärkte ZrO₂-Keramik</i>			
Mg-PSZ	$\sigma_B = 630 \text{ MPa}$ $K_{IC} = 10 - 18 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ $D = 50 - 70 \text{ }\mu\text{m}$	• "natürliche" Oberflächenrisse	NILCRA, Australien
3Y-TZP	$\sigma_B = -$ $K_{IC} = 5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ $D < 4 - 5 \text{ }\mu\text{m}$	• Härteeindrucksrisse	COORS, USA
4Y-TZP	$\sigma_B = 700 \text{ MPa}$ $K_{IC} = -$ $D < 3 \text{ }\mu\text{m}$	• Härteeindrucksrisse	CERATEN, Spanien
<i>Nicht-umwandlungsverstärkte Keramik</i>			
Al ₂ O ₃	$\sigma_B = 300 \text{ MPa}$ $K_{IC} = 4,6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ $D = 6 - 10 \text{ }\mu\text{m}$	• "natürliche" Oberflächenrisse • Härteeindrucksrisse	DEMARQUEST, Frankreich

Erklärungen:

σ_B : Biegebruchspannung (4PB); K_{IC} : Kritische Spannungsintensität; D: mittl. Korngröße

4.2 Probenherstellung und Oberflächenpräparation

Die Herstellung der für die Untersuchungen verwendeten Biegeproben erfolgte mit Hilfe von Diamantwerkzeugen. Aus den in der Regel plattenförmig angelieferten Keramiken industrieller Produktion oder aus größeren Laborproben wurden leicht überdimensionierte Stäbchen gesägt und danach auf die Endabmessungen geschliffen. Dabei konnte eine Parallelität der Flächen von besser als $\pm 2 \text{ }\mu\text{m}$ erzielt werden. Die so präparierten Proben wurden dann auf der vorgesehenen Zugspannungsseite geläppt und in einem zweiten Arbeitsschritt mit Diamantpaste (feinste Körnung $1 \text{ }\mu\text{m}$) poliert bis eine nahezu kratzerfreie Oberfläche entstanden war. Die hochpolierte Oberfläche war für die Untersuchung von Oberflächenrisen mit der verwendeten in situ Lichtmikroskopie unerlässlich. Die aufwendige Oberflächenpräparation war jedoch auch deshalb not-

wendig, weil reproduzierbare Oberflächenzustände geschaffen werden sollten. In einem weiteren Bearbeitungsschritt wurden die Probenkanten mit einer kleinen Fase unter 45° versehen. Diese Fase wurde durch Läppen erzeugt und sorgte dafür, daß am Probenrand keine versagensauslösende Kornausbrüche mehr vorhanden waren. Voruntersuchungen zeigten, daß durch ein solches Anfasen die Risse tatsächlich von Defekten im Bereich der Zugspannungsfläche der Probe und nicht von einer präparationsbedingten Schwachstelle an der Probenkante ausgingen.

Nach der Bearbeitung wurden die Proben teilweise einer Glühbehandlung bei 1000°C (1 h) unterzogen, um durch das Schleifen und Polieren im Oberflächenbereich eingebrachte Eigenspannungen abzubauen. Auf die genaue Abfolge der Glühbehandlungen wird bei der Vorstellung der Experimente jeweils im Detail eingegangen, wenn es zur Erklärung von Materialeffekten notwendig ist.

Die Proben, bei denen das Wachstum von "natürlichen" Oberflächenrissen untersucht wurde, waren nach diesen Bearbeitungsschritten direkt einsetzbar. Proben, bei denen die Rißausbreitungsuntersuchung an kurzen Rissen durchgeführt werden mußte, wurden mit Härteeindrücken versehen. Zu diesem Zweck stand ein Makrohärteprüfer (Dia Testor 2R_C, Fa.O.Wolpert GmbH, Ludwigshafen) mit Eindruckslasten von 1-250 kg zur Verfügung. Als Eindrucksdiamanten wurden Vickers- bzw Knoop-Diamanten verwendet. Die Haltezeit bei maximaler Last war bei allen Experimenten gleich und betrug 15 Sekunden. Bei 3PB-Proben wurde nur ein Eindruck in die Probenmitte (Ort maximalen Biegemomentes) gesetzt während bei 4PB-Proben mit mehreren Härteeindrücken und z.T. unterschiedlichen Eindruckslasten im Bereich zwischen den beiden inneren Auflagern (vergleiche Abb. 3.1) gearbeitet wurde. Nach dem Einbringen der Eindrücke wurden die Proben teilweise vor dem eigentlichen Rißausbreitungsexperiment ebenfalls einer Glühbehandlung bei 1000°C unterzogen, um die eingebrachten Härteeindruckseigenspannungen zu entfernen [98]. Bei einem Großteil der Untersuchungen mit Härteeindrucksrissen wurden jedoch bewußt die Eigenspannungen aufgrund des Härteeindrucks im Material belassen (siehe Kapitel 5.3).

5 UMWANDLUNGSVERSTÄRKTE ZIRKONOXID-KERAMIK

5.1 Zähigkeitssteigerung durch Umwandlungsverstärkung

Der Verstärkungsmechanismus durch spannungsinduzierte martensitische Phasenumwandlung ist in ZrO₂-enthaltenden Keramiken seit fast 20 Jahren bekannt. 1975

erschien in "Nature" /42/ der erste Artikel über verstärkte ZrO_2 -Keramik unter der Überschrift "Ceramic Steel?". Die Ursache für die Reißzähigkeitssteigerung durch Umwandlung liegt in der Polymorphie des ZrO_2 . In reiner Form existiert es in drei kristallographischen Modifikationen; kubisch (c), tetragonal (t) und monoklin (m) /106/.

Die kubische Phase ist zwischen 2370°C und dem Schmelzpunkt (2850°C) stabil, die tetragonale Phase liegt zwischen 2370 und 1240°C vor und unterhalb von 1240°C besitzt ZrO_2 monokline Symmetrie. Die monokline Phase ist daher auch bei Raumtemperatur die thermodynamisch stabile Modifikation. Bei der Phasenumwandlung von tetragonaler nach monokliner Struktur kommt es zu Volumenaufweitung und Scherdehnungen. Das monokline Kristallgitter beansprucht etwa 5 % mehr Volumen /65/. Da dieser Vorgang spontan und diffusionslos passiert, wird hier im allgemeinen von einer martensitischen Umwandlung gesprochen /40, 41, 64, 65/. Aufgrund der großen Dilatation ist es nicht möglich, eine reine ZrO_2 -Keramik herzustellen. ZrO_2 kann aber durch die Zugabe von Metalloxiden stabilisiert werden /107/. Durch gezielte thermische Behandlung läßt sich die Umwandlungsneigung so empfindlich einstellen, daß ZrO_2 -Keramiken zu den monolithischen Keramik mit der höchsten Reißzähigkeit zählt /99-105/.

In dieser Arbeit werden mit MgO und Y_2O_3 stabilisierte Proben untersucht, deren Zustandsdiagramme in Abbildung 5.1 a und b wiedergegeben sind.

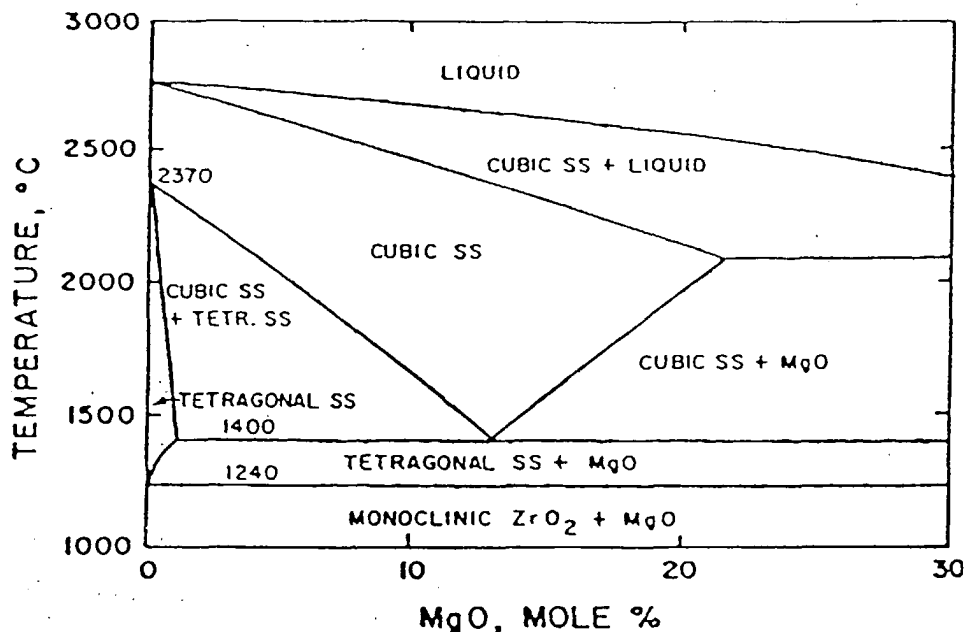


Abb. 5.1 a: ZrO_2 -reicher Bereich des ZrO_2 - MgO -Zustandsdiagramms /106/

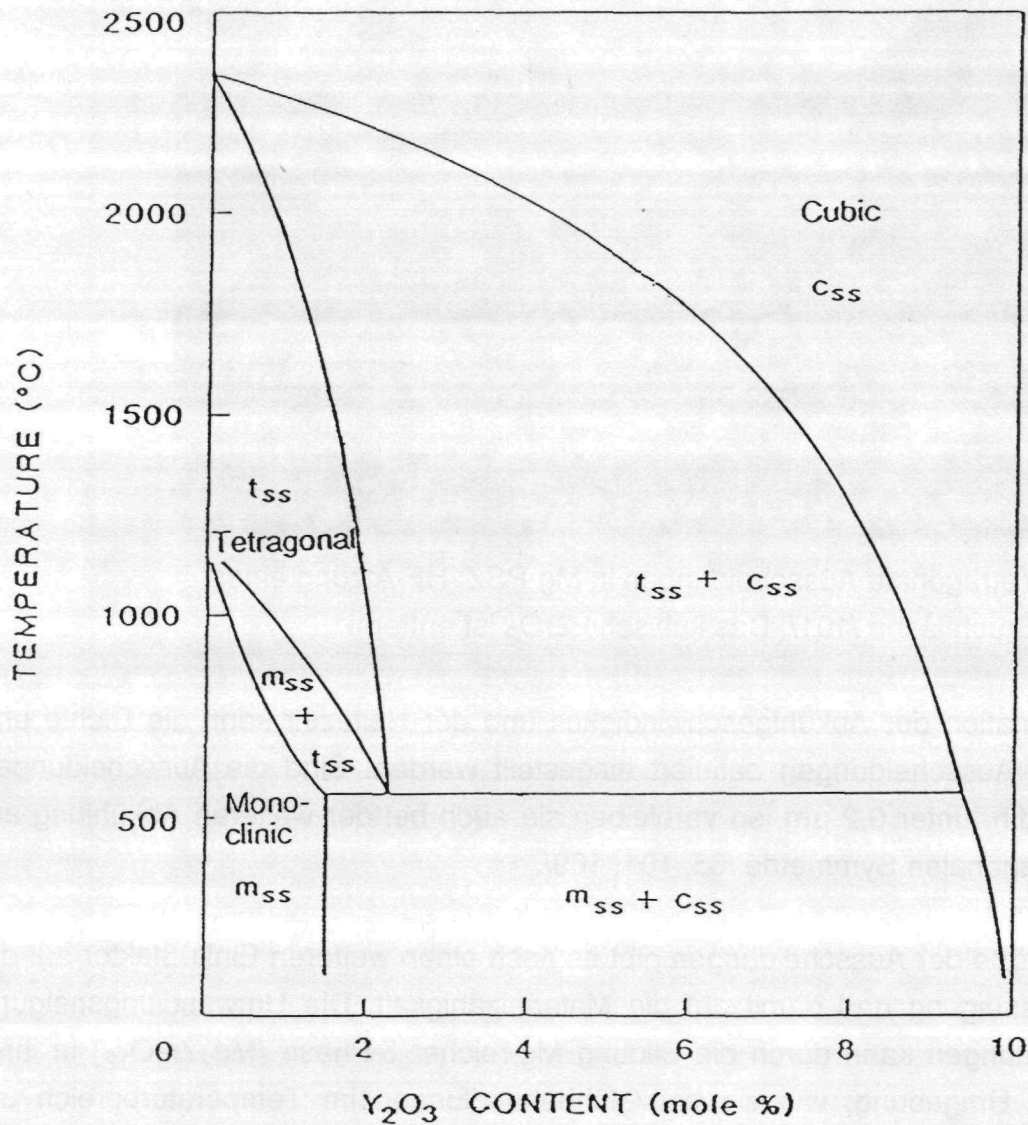


Abb. 5.1 b: ZrO_2 -reicher Bereich des ZrO_2 - Y_2O_3 -Zustandsdiagramms /108/

MgO teilstabilisiertes ZrO_2

Bei der untersuchten, kommerziellen ZrO_2 -Keramik mit 8,4 Mol-% $\text{MgO}^{\#}$ handelt es sich um eine teilstabilisierte zweiphasige Keramik, in der die zweite Phase in Form von Ausscheidungen vorliegt. Die Sinterung solcher Werkstoffe erfolgt bei etwa 1750 $^{\circ}\text{C}$ in der kubischen Phase /65, 109/. Dabei entsteht ein relativ grobkörniges Gefüge mit kubischen Körnern von 50 bis 70 μm Durchmesser. Während der Abkühlung scheidet sich intragranular die tetragonale Phase aus (Abb. 5.2). Sie kann durch Haltezeiten bei 1450 $^{\circ}\text{C}$ im Zweiphasengebiet gezielt beeinflusst werden.

[#] Mg-PSZ TS grade, Hersteller NILCRA, Victoria, Australien

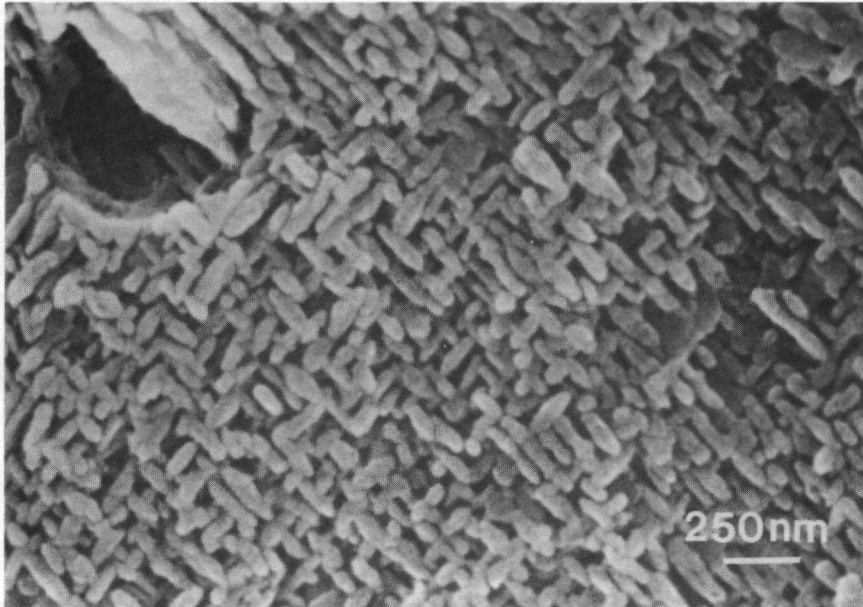


Abb. 5.2: Tetragonale Ausscheidungen in Mg-PSZ: HF-Ätzung einer Bruchfläche /101/. Das kubische ZrO_2 ist entfernt.

Durch die Variation der Abkühlgeschwindigkeit und der Haltezeit kann die Dichte und Größe dieser Ausscheidungen definiert eingestellt werden. Sind die Ausscheidungen klein genug, d.h. unter $0,2\text{ }\mu\text{m}$, so verbleiben sie auch bei der weiteren Abkühlung auf RT in der tetragonalen Symmetrie /65, 101, 109/.

Neben der Größe der Ausscheidungen gibt es noch einen weiteren Einflußfaktor auf die Umwandlungsneigung und damit auf die Materialzähigkeit. Die Umwandlungsneigung der Ausscheidungen kann durch die Bildung Mg-reicher δ -Phase ($\text{Mg}_2\text{Zr}_5\text{O}_{12}$) in ihrer unmittelbaren Umgebung, wie sie bei Glühbehandlungen im Temperaturbereich um 1100°C beobachtet wird, noch gesteigert werden /65/. Durch die Variation der Haltezeit bei dieser subeutektoiden Wärmebehandlung hat man die Möglichkeit, das mechanische Verhalten der Keramik zu beeinflussen. Je nach exakter Zusammensetzung aller Verunreinigungen kann das Material durch eine bestimmte Abfolge der Wärmebehandlungen auf maximale Festigkeit oder auf maximale Zähigkeit und damit auch Thermoschockbeständigkeit eingestellt werden /109/. Das vorliegende Material war vom Hersteller auf hohe Reißzähigkeit wärmebehandelt worden und firmiert deshalb als "TS grade" (Thermal Shock Resistance).

Umwandlungsverstärkung

Der Effekt der Zähigkeitssteigerung bei Reißverlängerung (R-Kurveneffekt) stellt sich bei Mg-PSZ Keramik dadurch ein, daß die metastabilen t-Ausscheidungen im Spannungsfeld

eines wachsenden Risses umwandeln. Es bildet sich eine rißumgebende Prozeßzone aus. Da die Umwandlungszone von Matrixmaterial umgeben ist, kann die Umwandlung nicht ohne Zwangskräfte ablaufen. Entsprechend bauen sich Druckspannungen auf, die im Bereich hinter der Rißspitze ("wake") den Riß sehr wirksam von den außen an die Probe angelegten Spannungen abschirmen /110/ (vergleiche Abbildung 5.3).

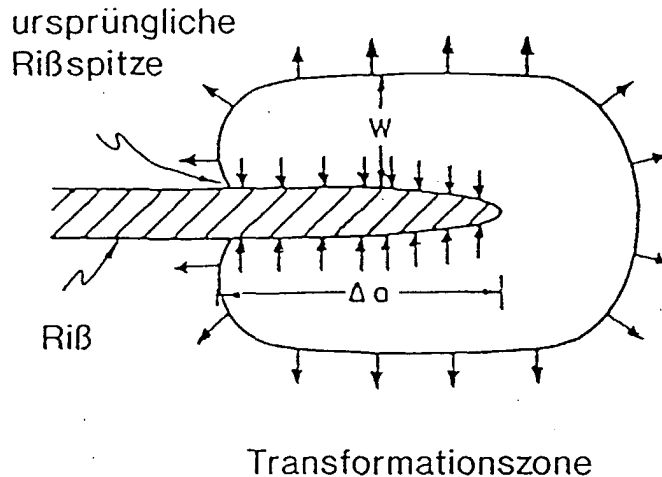


Abb. 5.3: Transformationszone im Bereich der Rißflanken ("wake") führt zum Aufbau abschirmender Druckspannungen /110/.

Um in dieser Situation Rißfortschritt zu erzielen, ist eine erhöhte äußere Spannung notwendig, da die Druckspannungen überwunden werden müssen. Rißwachstum vergrößert die Druckspannungszone im "wake"-Bereich, was einen zunehmenden Spannungsbedarf für weiteren Rißfortschritt bedeutet. Dies führt dann zu einem makroskopisch meßbaren R-Kurvenverhalten.

Die Ausprägung dieser R-Kurve ist durch die Größe der Umwandlungszone und die Dichte der darin umgewandelten Teilchen bestimmt. Je breiter diese Zone, desto höher wird die erreichbare Zähigkeit. Da die abschirmende Wirkung der Transformationszone auch hinter der Rißspitze noch bis etwa zum Fünffachen ihrer Breite aktiv ist, wird der ansteigende Bereich der R-Kurve unmittelbar durch die Größe der Zone bestimmt /110/. Im Fall des Mg-PSZ kann die Breite durchaus 400 bis 500 μm betragen, so daß der ansteigende Bereich der R-Kurve sich über 2 mm oder mehr erstrecken kann /110, 111/. Ziel der Materialentwicklung von Mg-PSZ ist es, die Umwandlungsneigung der metastabilen tetragonalen Ausscheidungen durch die Wärmebehandlung gerade so einzustellen, daß die t-Ausscheidungen nur einer geringen zusätzlichen rißbegleitenden Spannung bedürfen, um von der tetragonalen in die monokline Symmetrie umzuwandeln. Die Größe der Umwandlungszone korreliert dann unmittelbar mit der Umwandlungsneigung. Auf maximale Zähigkeit entwickeltes Mg-PSZ birgt allerdings die Gefahr, auch t-Aus-

scheidungen zu enthalten, die ohne Reißspannungsfeld umwandeln. In der Tat kann zu geringe Stabilität der tetragonalen Phase auch zu einem RT-Alterungseffekt /99-101/ führen. Altert das Material bei RT, so wandeln zunehmend mehr t-Ausscheidungen in die monokline Symmetrie um und stehen nicht mehr für die spannungsinduzierte Umwandlung bei Reißwachstum zur Verfügung. Die erreichbare Zähigkeit wird geringer. Es ist jedoch möglich, durch eine kurze Glühbehandlung bei 1000°C, bereits monoklin vorliegende Ausscheidungen wieder in die tetragonale Symmetrie zurückzuwandeln /99/. Dadurch ergibt sich die Möglichkeit, das Material zu rekonditionieren. Im Anlieferungszustand vorliegendes Probenmaterial mit unbekannt langer Auslagerungszeit kann damit auf den gleichen Ausgangszustand gebracht werden.

Y₂O₃ stabilisiertes ZrO₂

Neben dem besonders zähen, MgO-teilstabilisierten ZrO₂ wurden in dieser Arbeit auch verschiedene Y₂O₃-stabilisierte ZrO₂-Keramiken untersucht. Die mit 3 bzw. 4 Mol-% Y₂O₃ stabilisierten Keramiken enthalten sowohl kubische als auch tetragonale Körner. Da praktisch nur die tetragonalen Körner zur Zähigkeitssteigerung beitragen können, werden die Werkstoffe als 3Y-TZP (Tetragonal Zirconia Polycrystals)^{##} und 4Y-TZP^{###} bezeichnet. Röntgenographische und rasterelektronenmikroskopische Untersuchungsergebnisse zur Zusammensetzung sind in Tabelle 5.1 aufgelistet.

Tabelle 5.1: Zusammensetzung 3 und 4Y-TZP /97, 98/

Keramik	kubisch	tetragonal	t'	monoklin
3Y-TZP	19 %	81 %	-	-
4Y-TZP	22 %	25 %	43 %	10 %

Beispielhaft ist in Abbildung 5.4 die Mikrostruktur der 4Y-TZP Qualität gezeigt. Die etwas größeren Körner ($\approx 3 \mu\text{m}$) konnten durch REM-Analysen aufgrund des höheren Yttrium-Gehaltes (vergl. Abb. 5.1 b) mit kubischer Symmetrie identifiziert werden, wobei sich teilweise Ausscheidungen einer nicht umwandelbaren t'-Phase in diesen Körnern befinden /97/. Die kleineren Körner ($< 1 \mu\text{m}$) wurden teilweise als t-Phase identifiziert, einige dieser Körner liegen bereits in der thermodynamisch stabilen monoklinen

^{##} Hersteller: Coors (Golden, Colorado, USA)
^{###} Hersteller: CERATEN (Getafe, Madrid, Spanien)

Symmetrie vor /97/.

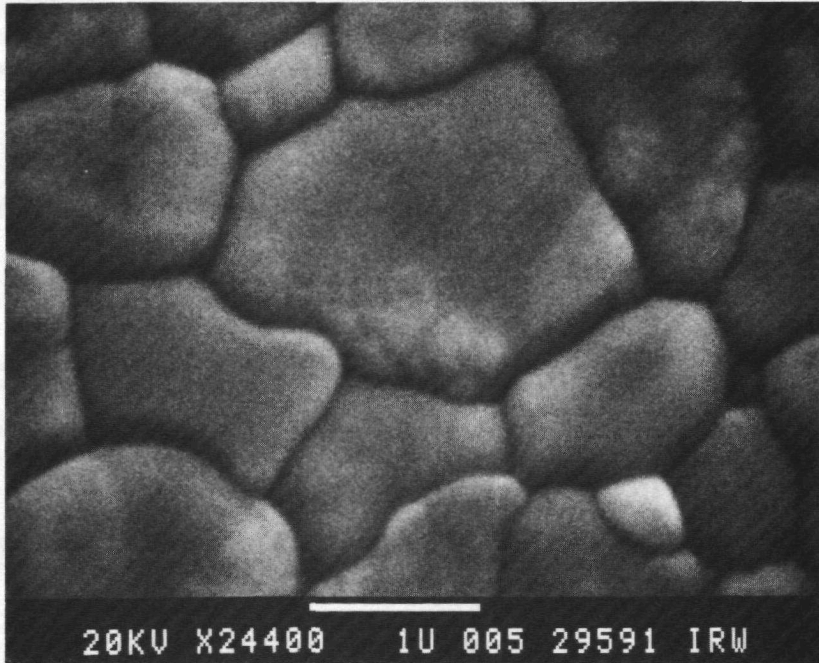


Abb. 5.4: Mikrostruktur von 4Y-TZP (REM-Aufnahme; weißer Balken = 1 µm)

5.2 Ergebnisse der Untersuchungen an MgO-teilstabilisiertem ZrO_2 (Mg-PSZ) und Diskussion

5.2.1 Rißausbreitungsuntersuchung an "natürlichen" Oberflächenrissen

Mg-PSZ weist in der hochzähen TS-Qualität ein ausgeprägtes R-Kurvenverhalten auf, wie von mehreren Autoren durch Bruchuntersuchungen an langen Rissen festgestellt werden konnte /39, 40, 99-102/. Rißausbreitungsuntersuchungen an "natürlichen" Oberflächenrissen dieses Werkstoffes scheinen daher besonders attraktiv, um herauszufinden, ob die Ergebnisse des Rißzähigkeitsverhaltens der langen Risse wirklich für eine versagensrelevante Bruchcharakterisierung herangezogen werden können. Allerdings werden Rißausbreitungsmessungen mit "natürlichen" Oberflächenrissen dadurch erschwert, daß hochzähes Mg-PSZ erhebliches nichtlineares Verformungsverhalten aufweisen kann.

Aus Untersuchungen von Dransmann und Steinbrech /112, 113/ geht hervor, daß Mg-PSZ bei Biegebelastungen oberhalb von etwa 200 MPa ein deutliches Relaxationsverhalten zeigt (Abb. 5.5).

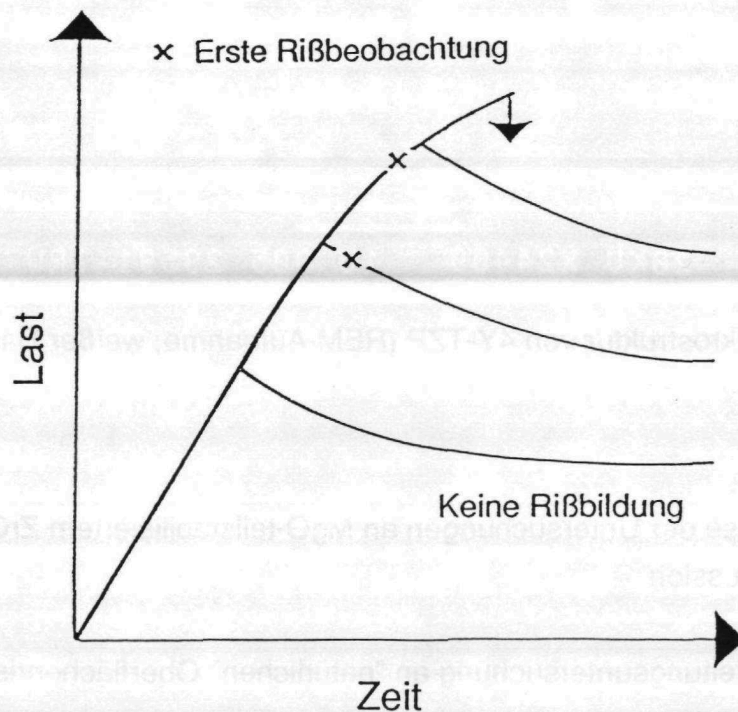
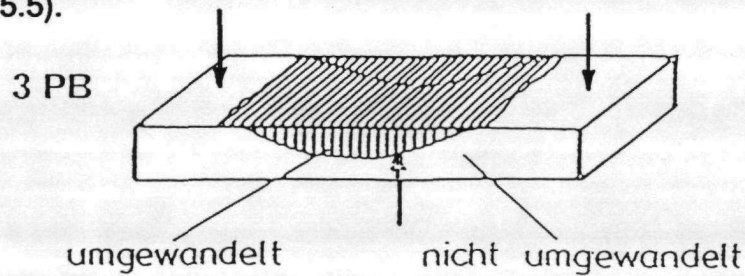


Abb. 5.5: Relaxationsverhalten von Mg-PSZ ausgehend von unterschiedlichen Spannungsniveaus (schematisch); bei niedrigeren Spannungsniveaus findet keine Rißbildung statt.

Ursache hierfür ist eine auf der Zugspannungsseite der Proben einsetzende Umwandlung der tetragonalen Ausscheidungen. Die t-m Umwandlung erfolgt im Fernfeld der Biegespannungen, auch ohne daß eine lokalisierte Spannungsüberhöhung durch Risse erforderlich ist. Da dieser Fernfeld-Spannungseffekt trotz Anisotropie zwischen Zug- und Druckspannungsbereich ein größeres Materialvolumen einbezieht (vergl. Abb. 5.5), macht sich die Umwandlung im makroskopischen Relaxationsverhalten der Probe bemerkbar. Im Rißausbreitungsexperiment überlagert sich dieses Relaxationsverhalten

mit der Compliance-Änderung, die unmittelbar durch Rißwachstum hervorgerufen wird.

Um dennoch eine Abgrenzung der beiden unterschiedlichen Relaxationsursachen herbeizuführen, wurden folgende experimentelle Vorgehensweisen für die Zähigkeitscharakterisierung gewählt. Jede Biegeprobe wurde schnell ($> 2 \mu\text{m/s}$) auf ein zuvor festgelegtes anfängliches Spannungsniveau belastet. Anschließend wurde die Probe unter konstanter Durchbiegung gehalten und das Relaxationsverhalten registriert. Bei höheren Niveaus der Ausgangsspannung ($\geq 280 \text{ MPa}$) konnte die Bildung und das Wachstum von "natürlichen" Oberflächenrissen während der Relaxation beobachtet werden.

Bei dieser Belastungsweise ließen sich prinzipiell die drei in Abb. 5.5 skizzierten Fälle unterscheiden. Bei Ausgangsspannungen unterhalb $\approx 280 \text{ MPa}$ trat die Relaxation ohne lichtmikroskopisch sichtbare Rißbildung auf. Lag die Ausgangsspannung darüber, so kam es zur Rißbildung nach oder bereits vor Erreichen des anfänglichen Spannungsniveaus. Aufgrund der schnellen Belastungsweise war eine auf in situ Rißbeobachtung basierende definierte Unterscheidung zwischen den beiden letzteren Fällen experimentell nicht möglich.

Die Berechnung der Rißzähigkeit erfolgte mit Hilfe von Gleichung (2) unter der Annahme von quasi-stationärem Rißwachstum. Die Festlegung des dafür benötigten Geometriefaktors Y nach Newman und Raju /23/ bedingen jedoch Informationen über das Rißprofil. Aus diesem Grunde war an dem zu untersuchenden Mg-PSZ bereits im Rahmen einer Vorstudie /112/ eine intensive Rißprofiluntersuchung durchgeführt worden. Dabei wurde mit Hilfe einer $1 \mu\text{m}$ Diamant-Polierpaste die Probenoberfläche schichtweise wenige μm pro Einzelschritt abpoliert und die verbliebene Rißlänge auf der neuen Oberfläche jeweils lichtmikroskopisch vermessen. Auf diese Weise konnte Schritt für Schritt ein komplettes Bild des Rißprofils ermittelt werden. Ein typisches Rißprofil für hochzähes Mg-PSZ ist exemplarisch in Abbildung 5.6 gezeigt.

Aus einer Vielzahl von Rißprofilen, die in Analogie zu Abb. 5.6 ermittelt worden waren, konnte eine Kalibrierung des Zusammenhangs zwischen den in Abb. 5.6 eingezeichneten Dimensionen der in situ meßbaren Oberflächenrißlänge L bzw. $2c$ und der Rißtiefe a vorgenommen werden. Es wurde ein linearer Zusammenhang mit $L = 4,1 a$ gefunden und für die weitere Berechnung von Y und a verwendet.

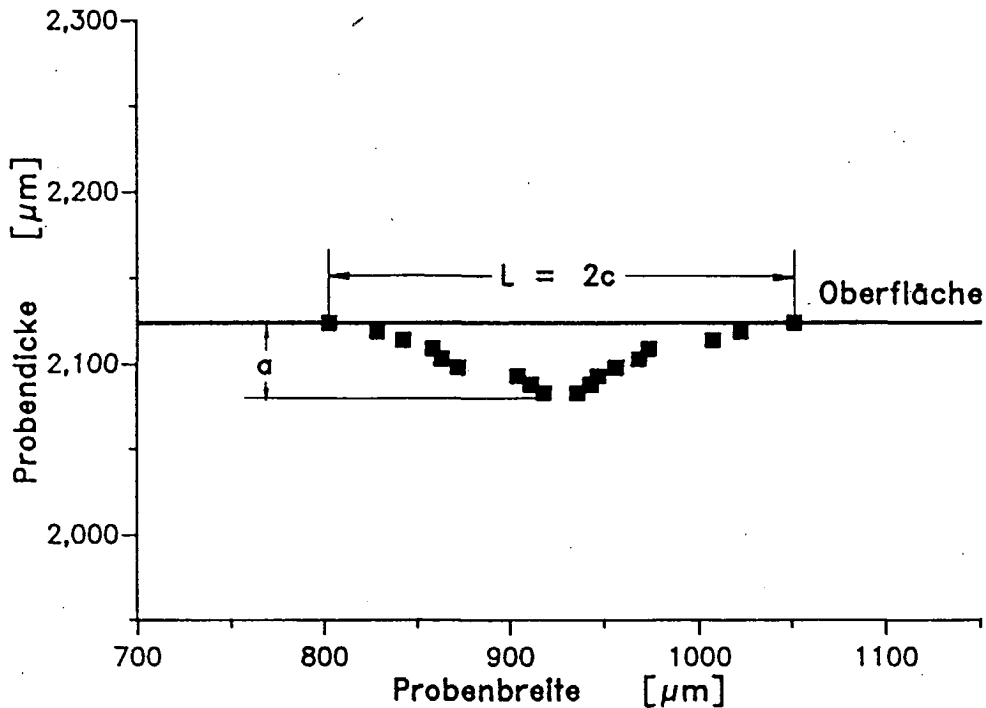
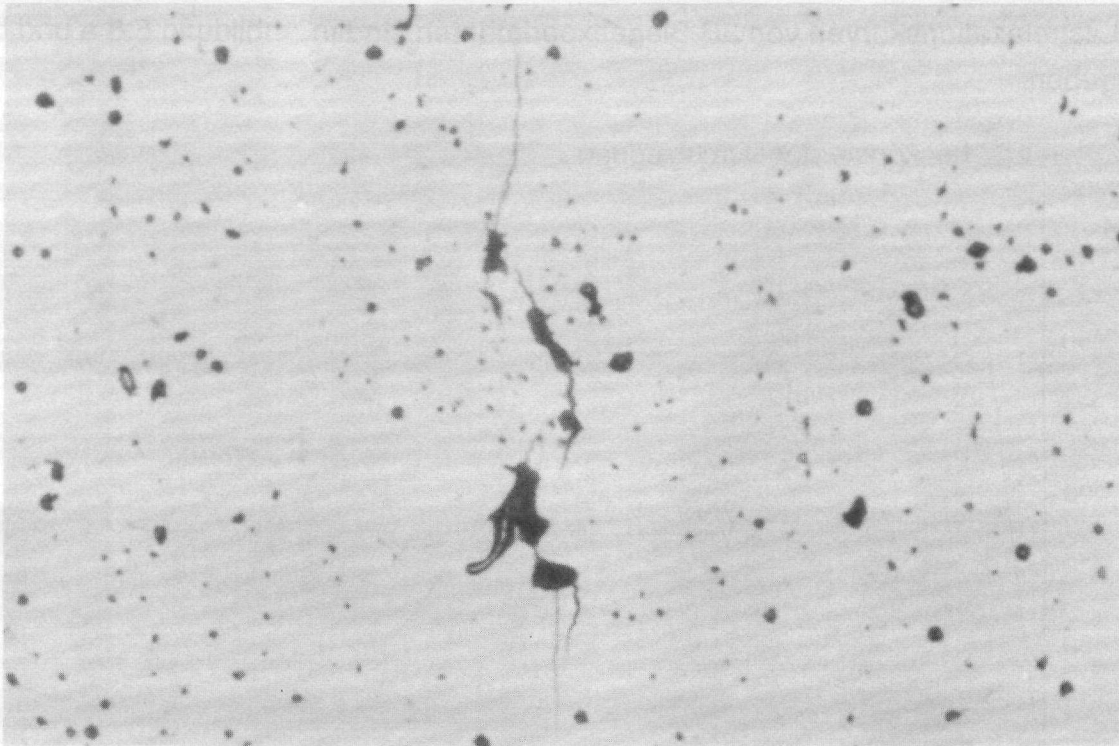


Abb. 5.6: Durch schichtweises Abpolieren ermitteltes Rißprofil in Mg-PSZ dargestellt über den absoluten Dimensionen der Probenhöhe und -breite

5.2.2 Rißzähigkeitsverhalten von Oberflächenrissen in Mg-PSZ

Die starke Spannungsrelaxation des hochzähen Mg-PSZ ließ in der Regel erst nach etwa 24 Stunden einen Gleichgewichtszustand mit stabiler Rißlänge erkennen. Nach Messung der stabilen Rißlänge erfolgte die Berechnung der noch anliegenden Spannungsintensität. Dieser Gleichgewichtswert wurde dann mit der Materialzähigkeit K_R gleichgesetzt. Die Ermittlung der R-Kurve des untersuchten Mg-PSZ erfolgte aus einer Vielzahl solcher Experimente, da von jeder Probe nur der jeweils längste Riß für die Berechnung eines K_R -Wertes herangezogen wurde.

Neben der Ermittlung der Rißzähigkeit im Gleichgewichtszustand konnte auch während der Relaxationsphase mit der in situ Beobachtung die Entstehung und das Wachstum der Oberflächenrisse analysiert werden. Als rißauslösende Stellen konnten häufig Ansammlungen größerer Poren (vergleiche Abbildung 5.7) und Korngrenzen, die nahezu senkrecht zur angelegten Zugspannung lagen, identifiziert werden.



50 µm

Abb. 5.7: Rißentstehung an Ansammlung größerer Poren

Trotz vielfach interkristalliner Rißentstehung erfolgte das weitere Rißwachstum dann aber überwiegend transkristallin.

Aufgrund dieser in situ Beobachtungen lassen sich unmittelbar Empfehlungen zur weiteren Verbesserung des Festigkeitspotentials dieses Werkstoffs formulieren. Eine Verringerung der Porosität und dabei auch die Verkleinerung jeder einzelnen Pore sowie eine Erhöhung der Korngrenzenfestigkeit muß das Ziel der Optimierung von Mg-PSZ sein. Konkrete experimentelle Materialentwicklungsaktivitäten im Sinne dieser Empfehlung waren allerdings nicht Ziel der vorliegenden Arbeit.

Als weitere Einflussgröße auf das Probenversagen ist auch die räumliche Lage der Risse zueinander zu beachten [112]. Kolineare Risse können im Laufe der Rißausbreitung zusammenwachsen und somit schneller als beim Einzelriß eine kritische Gesamtrißlänge erreichen. Entstehen die Risse eher parallel nebeneinander tritt der versagenauslösende Effekt des Zusammenwachsens nicht auf. Neben der Höhe der angelegten Spannung bzw. Durchbiegung wird das Probenversagen demnach auch durch den Entstehungsort der Risse und ihre Lage zueinander bestimmt.

Im folgenden wird nun die Vorgehensweise bei der Berechnung der Rißzähigkeit unter Berücksichtigung der Effekte durch die Spannungsrelaxation im Detail vorgestellt. Zwei

typische Lastrelaxationskurven von 3P-Biegeexperimenten sind in Abbildung 5.8 a und b wiedergegeben.

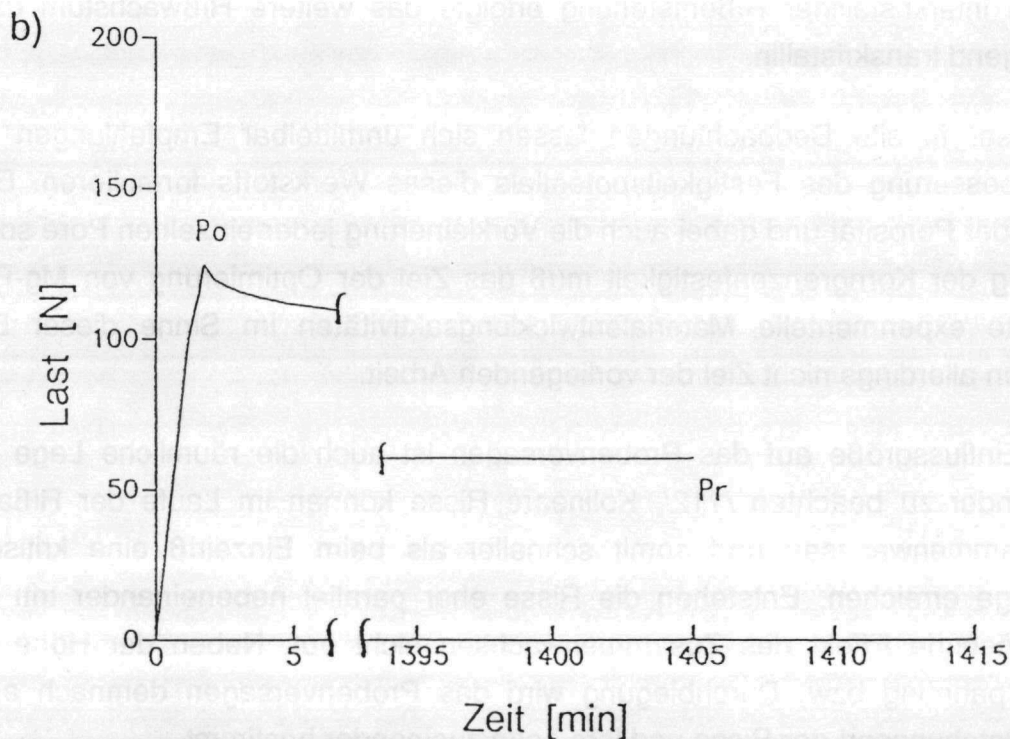
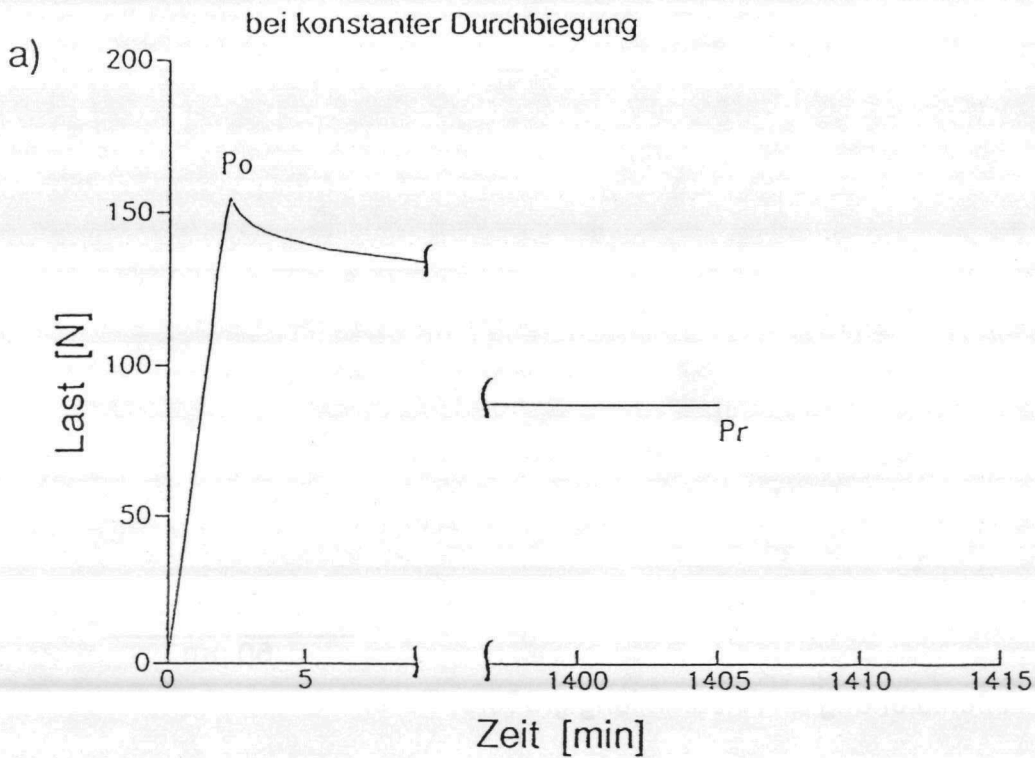


Abb. 5.8: Lastrelaxation von hochzähem Mg-PSZ im 3PB-Experiment ausgehend von unterschiedlichen Ausgangslasten (Kurve a: $P_0 = 155$ N; Kurve b: $P_0 = 125$ N)

Nach Erreichen der Ausgangslast P_0 trat bei nachfolgend konstanter Durchbiegung ein exponentieller Lastabfall auf. Innerhalb eines Tages war die Last um bis zu 70 % abgesunken und hatte sich einem nahezu konstanten Wert P_r angenähert. Für diesen Gleichgewichtszustand wurde die Reißfähigkeit des längsten auf der Oberfläche beobachteten Risses mit Gleichung 2 berechnet. Die angelegte Spannung wurde dabei linear-elastisch berechnet und nach Marshall /44/ in Hinblick auf die Anisotropie zwischen Zug- und Druckspannungsseite korrigiert. Y und a wurden aus der Länge der Risse an der Oberfläche mit Hilfe der Kalibrierfunktion für das Reißtiefenprofil ($L = 4,1 \cdot a$) ermittelt.

Der Wert für Y liegt im Bereich von 1,3 bis 1,6, wobei die höheren Y -Werte für die kleineren Risse gelten. Die Variationen im Y -Wert machen deutlich, daß bei der Auswertung auf jeden Reiß individuell eingegangen werden muß und nicht etwa mit einem konstanten Y -Wert bei allen Reißlängen gerechnet werden darf. Darüber hinaus zeigt die Anwendung der von Newman und Raju /23/ entwickelten Berechnungsmethoden, daß ein Geometriefaktor mit einem Wert deutlich über demjenigen für halbkreisförmige Risse zu verwenden ist.

Beispielsweise ergibt sich für einen Oberflächenriß von 36 μm Länge aus der Reißprofilkalibrierung eine Reißtiefe von 9 μm . Das führt zu einem Geometriefaktor von $Y = 1,58$. Würde man aber von einer Reißtiefe $a = 18 \mu\text{m}$ für einen halbkreisförmigen Reiß ausgehen, so ergäbe sich nur $Y = 1,16$. Allerdings führt in beiden Fällen das Produkt $Y\sqrt{a}$ zu fast identischen Werten. Der für die weitere Berechnung von K_R wichtige Wert $Y\sqrt{a}$ unterscheidet sich nur um etwa 4 % während die Reißtiefe a um 100 % variiert.

Es wird daraus deutlich, daß der Geometrieparameter Y auf den Wert für die Zähigkeit letztlich nur einen geringen Einfluß hat, während die absolute Lage des Reißfähigkeitswertes bezüglich der Reißlänge in der R-Kurvendarstellung und somit die Steigung der R-Kurve stark beeinflußt wird. (Entsprechend der allgemeinen Konvention wird auch bei Darstellung des Verlaufes der Reißfähigkeit K_R von R-Kurve gesprochen.)

Da bei der Bewertung des Einsatzpotentials einer Keramik mit R-Kurvenverhalten letztlich das Instabilitätskriterium für den Zusammenhang zwischen der Festigkeit und Reißfähigkeit zählt, wofür die Tangentenbedingung maßgeblich ist, wird die absolute Lage der R-Kurve entscheidend. Durch Verschiebung der Zähigkeitsdaten zu geringeren Reißtiefen hat die angelegte Tangente eine höhere Steigung, was einer höheren Festigkeit bzw. Versagensspannung entspricht. Dies ergibt sich auch theoretisch aus der Tatsache, daß ein halbkreisförmiger Reiß eine größere Materialschwächung darstellt als

ein semi-elliptischer Riß, der zwar dieselbe Rißlänge an der Oberfläche besitzt, jedoch nicht so tief in das Material eindringt.

Die auf der Grundlage der tatsächlichen Rißtiefenprofile berechnete R-Kurve für Mg-PSZ, wie sie sich aus den stabilen Rißlängen verschiedener Proben nach der Relaxation von unterschiedlichen Ausgangsspannungen ergeben, ist in Abbildung 5.9 dargestellt.

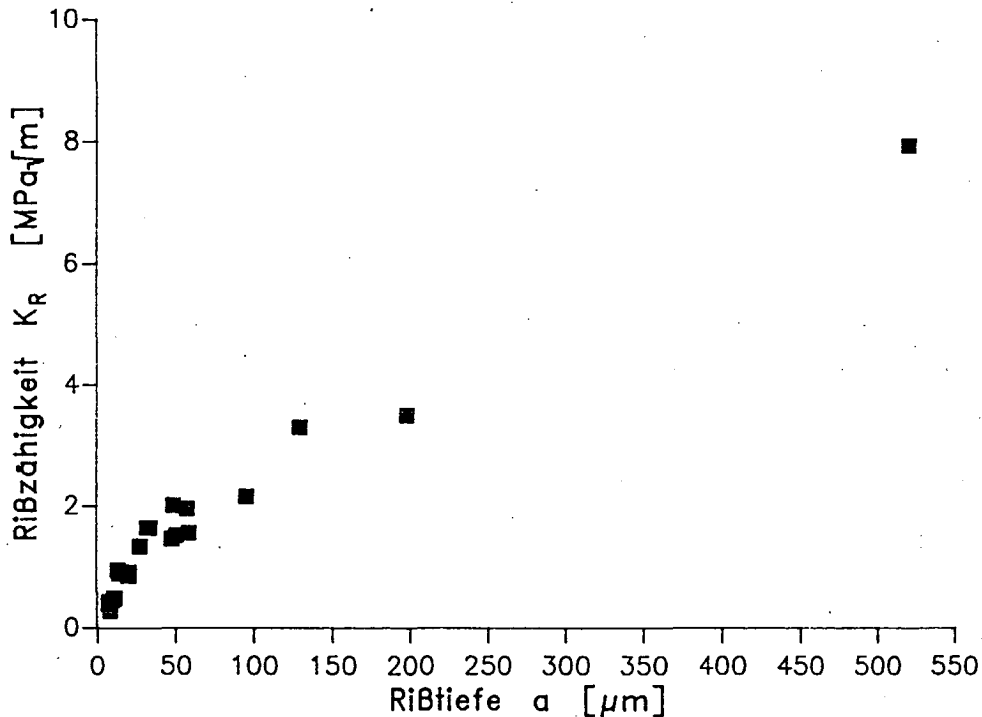


Abb. 5.9: RiBzähigkeitsverhalten von hochzähem Mg-PSZ unter Berücksichtigung der Lastrelaxation

Auffällig ist der enorm niedrige Anfangswert von $K_R \approx 0,4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Dieser Wert entspricht einem Rißwiderstandswert von $R \approx 0,8 \text{ N/m}$ (Umrechnung nach Gl.7) und liegt damit deutlich unter dem Wert für die doppelte Oberflächenenergie von $2\gamma \approx 2 \text{ N/m}$ /8/ ($R = 2 \gamma$ mit γ : Oberflächenenergie). Die RiBausbreitungsuntersuchungen haben jedoch gezeigt, daß die Risse nicht erst am Ende, sondern vor allem zu Beginn der Relaxation, d.h. bei höheren Spannungen, entstehen. Konkret war es im Fall des Risses, der nach der Relaxation den rechnerischen Wert von $K_R = 0,4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ergab, nach dessen Entstehung zu einer Lastrelaxation von 67 % gekommen, ohne daß der RiB selbst noch weiter gewachsen war. Der RiB hatte also bereits bei einem höheren Spannungsniveau als am Ende der Relaxation einen Gleichgewichtszustand erreicht und die nach folgende Spannungsabnahme war allein eine Folge der t - m Phasenumwandlung aufgrund der Fernfeldspannung. Berücksichtigt man dies bei der Berechnung der RiBzähigkeit, so

ergibt sich nach entsprechender Korrektur ein Reißwiderstandswert von $R = 2\gamma = 2,4 \text{ N/m}$ bzw. $K_R \approx 0,71 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Das bedeutet, daß die zur Erzeugung dieses Risses benötigte Energie ungefähr derjenigen zur Schaffung der neuer Oberfläche entspricht.

Besonders wichtig für Aussagen über die Instabilität von Keramik mit R-Kurvenverhalten sind jedoch die an "natürlichen" Rissen gemessenen maximalen Zähigkeiten. Dieser Wert lag bei $K_R \approx 8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ und wurde in der Tat an einem Riß ermittelt, der während der Relaxation katastrophales Versagen auslöste. Hervorzuheben ist, daß das Versagen der Probe bei einem Zähigkeitswert auftrat, der deutlich unter den Plateauzähigkeiten aus Langrißmessungen liegt. Dort wurden im geglühten Zustand Werte von $K_{\text{plat}} \approx 18 - 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ gemessen [30, 99, 100]. Aber auch bei der Untersuchung von ungeglühten und nicht auf Zähigkeit optimierten Proben sind Werte zwischen $K_{\text{plat}} \approx 10$ und $K_{\text{plat}} \approx 12 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ üblich [30, 65, 102].

Ein unmittelbarer Vergleich des R-Kurvenverhaltens von kurzen Oberflächenrissen und langen Rissen (Messung an einer s-DCB Probe) ist in Abbildung 5.10 für das hochzäh optimierte Mg-PSZ gegeben.

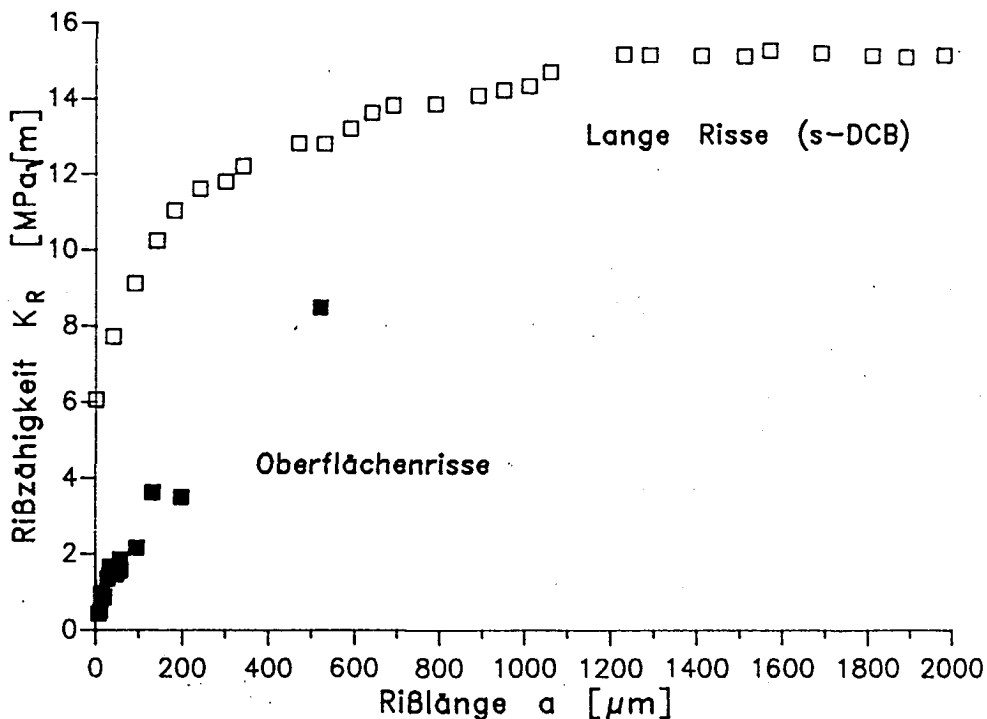


Abb. 5.10: Vergleich des R-Kurvenverhaltens von "natürlichen" Oberflächenrissen und langen Rissen in hochzähem Mg-PSZ

Der Verlauf der beiden Reißzähigkeitskurven unterscheidet sich gravierend bezüglich des Anfangs- und Maximalwertes sowie bezüglich des Bereiches stabiler Reißverlängerung,

was die Bedeutung von Zähigkeitskurven "natürlicher" Oberflächenrisse für eine versagensrelevante Bruchcharakterisierung unterstreicht. Die Plateauwerte aus Langrißmessungen werden bei der Messung an "natürlichen" Rissen ebenso wenig erreicht wie das Ausmaß stabiler Rißverlängerung. Oberflächenrisse führen nach etwa 500 μm stabiler Rißverlängerung zum Versagen, während in s-DCB Proben die Risse ausgehend von einem künstlichen Anriß um mehrere Millimeter stabil verlängert werden können. Die Instabilität der Oberflächenrisse tritt bei einer maximalen Zähigkeit von etwa 8 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ noch vor Erreichen eines Plateauwertes, d.h. noch im ansteigenden Bereich der R-Kurve auf. Dieses Verhalten steht jedoch auch in guter Übereinstimmung mit den theoretischen Instabilitätsüberlegungen (vergl. Abb. 2.7 und 2.8).

Beim Vergleich des Anfangsbereichs der beiden R-Kurven (Abb. 5.10) stellt man weiterhin fest, daß die in situ Methode mit den ergänzenden Rißprofiluntersuchungen eine genauere Ermittlung des anfänglichen Anstiegs der R-Kurve erlaubt. Durch die in situ Beobachtung der Zugspannungsseite einer belasteten Probe ist es möglich, die Rißentstehung und das weitere Wachstum kontinuierlich zu verfolgen. Bei Langrißmessungen in gekerbten Proben hingegen wird die Rißentstehung häufig irgendwo entlang des Kerbgrundes an einer Schwachstelle des Materials erfolgen /61, 62/. Man kann diese Phase also durch eine seitliche Beobachtung der Probenoberfläche meist nicht erfassen. Es ist daher wahrscheinlich, daß gerade der Anfangsbereich der R-Kurve durch Langrißmessungen nicht vollständig ermittelt werden kann. Ein wichtiger Vorteil der Rißzähigkeitsermittlung an "natürlichen" Oberflächenrisen ist die Möglichkeit, von der Rißentstehung bis zum Probenversagen die ganze Phase stabiler Rißausbreitung verfolgen zu können. "Natürliche" Oberflächenrisse versagen jedoch in Übereinstimmung mit den bisher vorliegenden Literaturangaben /44, 66, 70/ bei etwa 8 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, so daß die Plateauwerte der Langrißmessungen als nicht praxisrelevant angesehen werden müssen. Eine Verwendung der Plateauzähigkeit überschätzt das Zähigkeitspotential der Keramik.

Die bisher gezeigten Ergebnisse der Untersuchungen an Mg-PSZ waren aus einer größeren Reihe von Rißausbreitungsexperimenten in verschiedenen Proben jeweils nach der Relaxation gewonnen worden. Die R-Kurve in Abb. 5.9 muß daher als Vielproben-Darstellung des jeweiligen Gleichgewichtszustandes am Ende unterschiedlicher Lastrelaxation angesehen werden. Auf die Probleme mit der exakten Festlegung des Gleichgewichtszustandes wurde bereits eingegangen. Umgekehrt kann der Kurvenverlauf auch als eine Art Schwellwertdarstellung des R-kurvengesteuerten Rißwachstums in Mg-PSZ interpretiert werden, unterhalb der es auch bei längerer statischer Belastung kein Rißwachstum gibt.

Da bis auf die Probe, an der die maximale Zähigkeit gemessen wurde, alle Proben noch stabile Risse im Gleichgewichtszustand am Ende der Relaxation enthielten, also nicht gebrochen waren, stellte sich die Frage nach dem möglicherweise bei weiterer Biegebelastung noch verbleibendem R-Kurvenpotential. Die dazu durchgeführten Rißausbreitungsexperimente wurden so angelegt, daß nach der Probenrelaxation von unterschiedlichen Lastniveaus in den jeweiligen Gleichgewichtszustand nachfolgend eine stufenweise erneute Belastung erfolgte. Zusätzlich zur Beobachtung des Rißwachstums bei Wiederbelastung war in den Experimenten auch die Rißausbreitung bereits während der Lastrelaxation beobachtet worden, d.h. vor dem Erreichen des Gleichgewichtszustandes (bei P_r in Abb. 5.8). Der gesamte Verlauf der Probenbelastung in solchen Experimenten ist in Abbildung 5.11 dargestellt.

Die Meßkurven erweitern praktisch Abb. 5.8 durch den Lastverlauf bei der erneuten Belastung nach Erreichen des Gleichgewichtszustandes. Bei der stufenweisen Wiederbelastung konnten teilweise Lasten bzw. Biegespannungen angelegt werden, die über dem Niveau der Ausgangslast P_0 zu Beginn des Experimentes lagen (vgl. Abb. 5.11 b). Bei Überschreiten von P_0 wurden interessanterweise dann auch wieder Relaxationseffekte aufgrund der Fernfeldumwandlung festgestellt.

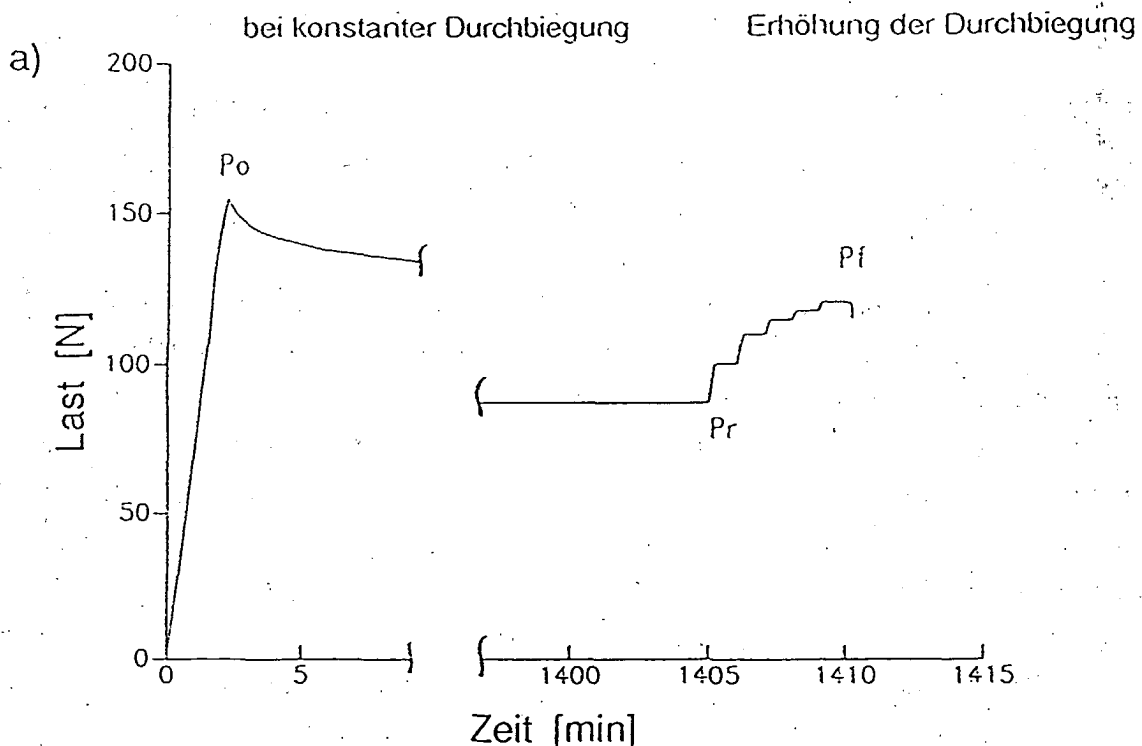


Abb. 5.11 a: Verlauf der Probenbelastung bis zum Erreichen des Gleichgewichtszustandes nach der Relaxation und bei anschließender Wiederbelastung;
a) Relaxation von hohem Ausgangslastniveau ($P_0 = 155$ N),

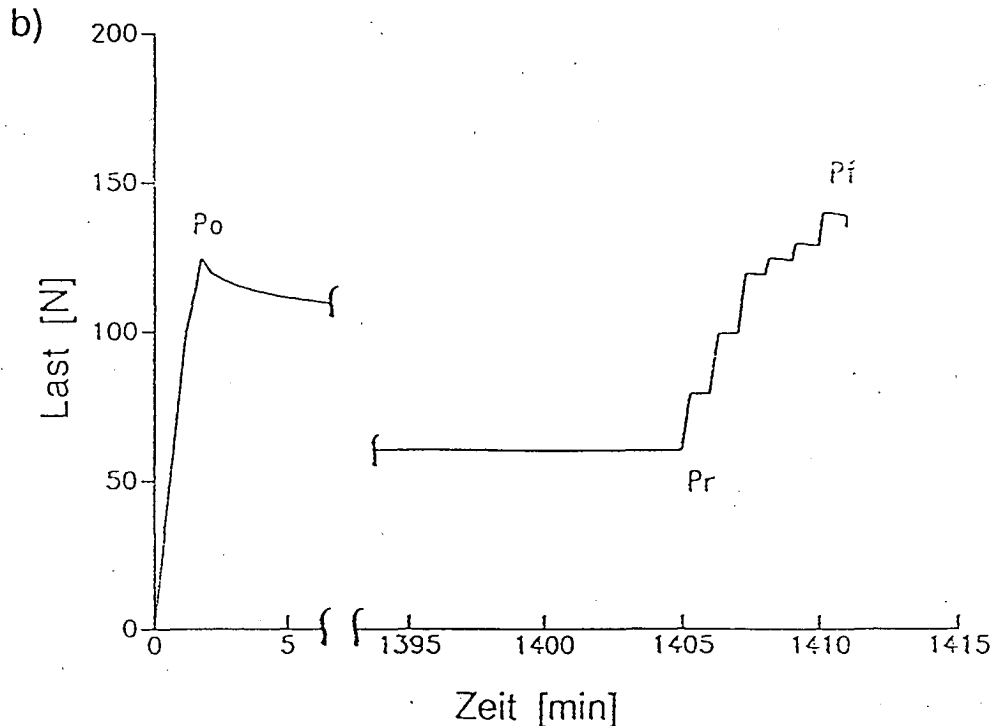


Abb. 5.11 b: Verlauf der Probenbelastung bis zum Erreichen des Gleichgewichtszustandes nach der Relaxation und bei anschließender Wiederbelastung;
b) Relaxation von niedrigem Ausgangslastniveau ($P_0 = 125 \text{ N}$).

Die Ergebnisse der Zähigkeitberechnung aus einem solchen Wiederbelastungsexperiment (Abb. 5.11 a) sind in Abbildung 5.12 dargestellt. Als untere Meßpunkte ist die aus Abbildung 5.9 bekannte Vielproben-R-Kurve gezeigt.

Während der Relaxationphase nimmt die ermittelte "dynamische" Reißzähigkeit kontinuierlich ab und erreicht schließlich die Gleichgewichts-R-Kurve. Der wesentliche Teil der Reißverlängerung erfolgt in der Regel zu Beginn der Relaxation, d.h. bei höheren Spannungen. Nach einem leichten Anstieg der K_R -Werte kommt es dann ohne weiteres Reißwachstum rechnerisch zu einem Absinken der Reißzähigkeit auf den Gleichgewichtswert. Ursache dafür ist die durch die Biegespannung bedingte t-m Umwandlung und die damit verbundene plastische Probendurchbiegung. Bei der Wiederbelastung der Proben nach Erreichen des Gleichgewichtszustandes kommt es erneut zu stabilem Reißwachstum. In der Probe, deren Verhalten in Abbildung 5.12 dargestellt ist, wächst der längere der beiden untersuchten Risse aufgrund der höheren Spannungsintensität sofort nach Erhöhen der angelegten Biegespannung und zeigt ein ausgeprägtes R-Kurvenverhalten bis zur Instabilität. Der kürzere Riß weist nur eine geringe Reißverlängerung mit steilem R-Kurvenanstieg auf. Die ermittelten R-Kurven beider Risse tangieren die in Abb. 5.12

als durchgezogene Linie eingezeichnete Spannungsintensitätskurve bei Instabilität. Die maximal gemessene Rißzähigkeit K_R liegt auch in diesen Untersuchungen bei $\approx 8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, so daß dieser Wert als ein charakteristischer Instabilitätswert für das Zähigkeitsverhalten von "natürlichen" Oberflächenrissen in Mg-PSZ angesehen werden kann.

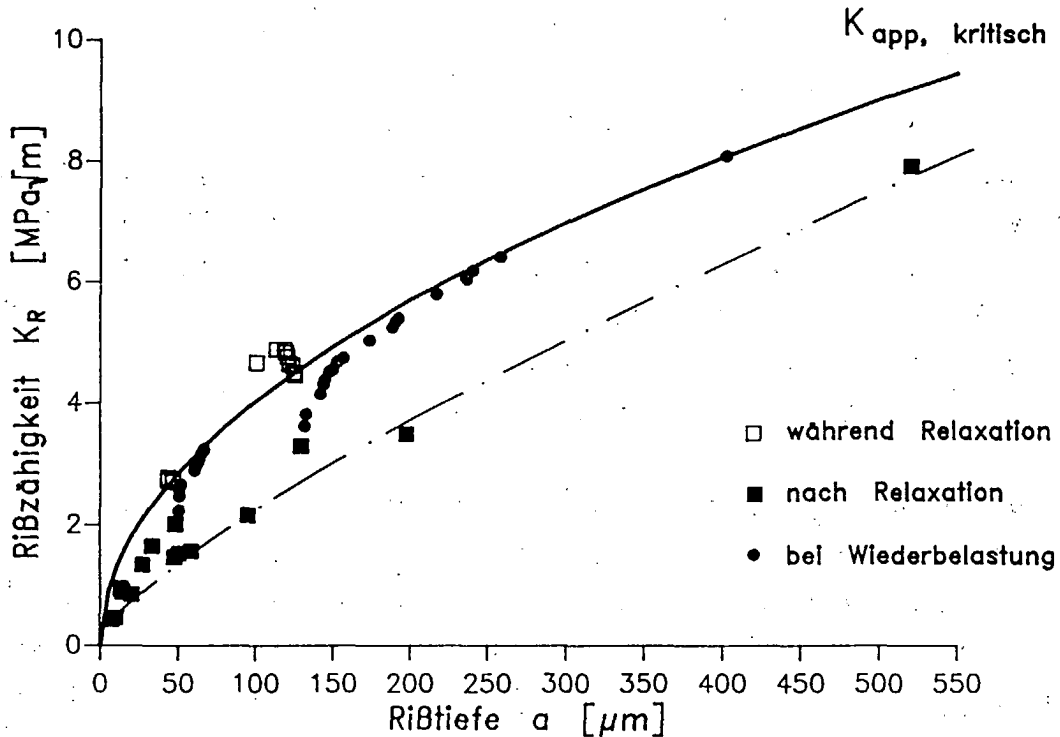


Abb. 5.12: Rißzähigkeitsverhalten von hochzähem Mg-PSZ während (offene Quadrate) und nach Relaxation (ausgefüllte Quadrate) sowie bei anschließender Wiederbelastung (ausgefüllte Kreise); durchgezogene Linie entspricht der angelegten Spannungsintensität bei Probenversagen, strichpunktierte Kurve dem Vielproben Gleichgewichtszustand am Ende der Relaxation.

Wie die R-Kurvenmessungen an Mg-PSZ demonstrieren, sind die Instabilitätsüberlegungen zum Zusammenhang von Festigkeit und Materialzähigkeit experimentell verifizierbar, wenn beide Größen an gleichen Rißsystemen bestimmt werden. Weiterhin zeigt die Versuchsreihe, daß selbst nach umwandlungsbedingter Spannungsrelaxation, wie sie nach einem längeren Einsatz dieser Keramik auftreten kann, nicht das ganze R-Kurvenpotential verbraucht ist. Die Mg-PSZ Keramik "versprödet" also nicht vollständig, sondern hat immer noch gewisse Zähigkeitsreserven.

In Kapitel 5.2.3 wird auf die mit der Relaxation verbundenen Umwandlungsvorgänge und

weitere zeitabhängige Effekte detaillierter eingegangen. Es soll jedoch darauf hingewiesen werden, daß diese hochzähe Keramik "Plastizitäts"-Phänomene zeigt, die für manche Auslegung mit berücksichtigt werden müssen.

5.2.3 Phasenumwandlung in Mg-PSZ

5.2.3.1 Relaxationsverhalten von Mg-PSZ

Aufgrund der in situ Meßmöglichkeiten der verwendeten Verformungsmaschinen bei den Rißausbreitungsuntersuchungen konnte das Relaxationsverhalten von Mg-PSZ im Hinblick auf Fernfeld-Umwandlungsvorgänge und rißbedingte Nachgiebigkeitsänderung im vorigen Kapitel 5.2.2 erstmals dargestellt werden. Im folgenden werden makroskopische mechanische Relaxationsbeobachtungen durch Fernfeld-Umwandlung mit den mikrostrukturellen Umwandlungsvorgängen korreliert.

In einer Versuchsreihe wurden Relaxationsexperimente in 4PB ausgehend von einem Spannungsniveau (250 MPa) durchgeführt. Lichtmikroskopisch nachweisbare Rißbildung trat dabei nicht auf. Die Biegeproben wurden zunächst einer 1000°C Wärmebehandlung unterzogen. Nach dem Abkühlen der Proben auf RT wurden dann unterschiedliche Wartezeiten (bis 150 h) bis zum Beginn des Relaxationsexperimentes gewählt. Eine Vergleichsprobe wurde im Anlieferungszustand ohne 1000°C Glühung belassen.

Die Experimente wurden mit einer HT-Universalprüfmaschine (Modell 1362, Fa. INSTRON, England) durchgeführt. Somit war es möglich, die Biegeprobe im eingebauten Zustand zu glühen und direkt nach dem Abkühlen den Biegeversuch zu beginnen. Das Relaxationsverhalten der unterschiedlichen Proben ist in Abbildung 5.13 wiedergegeben. Die Randfaserspannung wurde für diese Darstellung linear-elastisch berechnet.

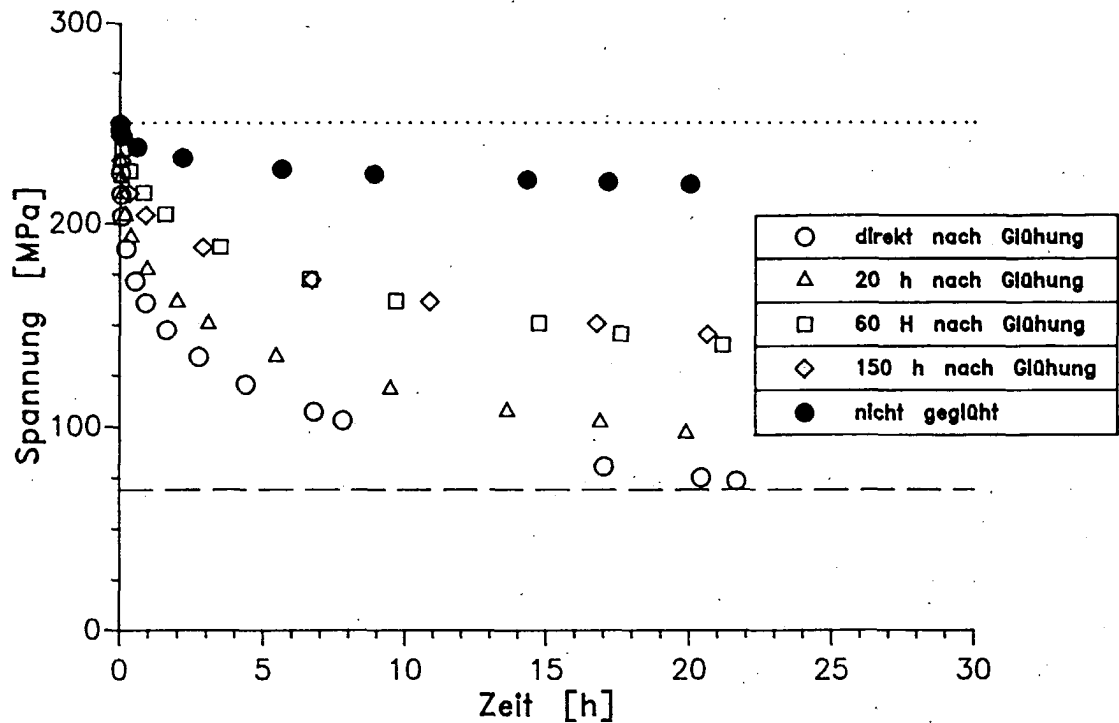


Abb. 5.13: Relaxationsverhalten von hochzähem Mg-PSZ in Abhängigkeit von der Wartezeit nach Abschluß der 1000°C-Glühung

"Frisch" geglähtes Mg-PSZ (direkt nach Ofenabkühlung auf RT) zeigt ohne beobachtbare Rißbildung eine Spannungsrelaxation um $\Delta\sigma = 175$ MPa, während das Material im Anlieferungszustand nur um $\Delta\sigma = 30$ MPa relaxiert. Mit zunehmender Wartezeit zwischen Glühbehandlung und Beginn der Relaxation reduziert sich das Ausmaß der Relaxation; $\Delta\sigma = 105$ MPa nach 150 Stunden Wartezeit im Anschluß an die Glühbehandlung. Ein RT-Alterungseffekt macht sich in dieser Keramik also innerhalb sehr kurzer Zeit bemerkbar. Die mit der 1000°C Glühung verbundene m-t Rückumwandlung bewirkt anscheinend nur eine kurzzeitige Erhöhung des Gehaltes an umwandelbaren tetragonalen Ausscheidungen. Nach 3 bis 6 Tagen Wartezeit ist ca. 50 % des durch die Glühung gewonnenen Relaxationspotentials wieder verschwunden.

Interessant ist im Zusammenhang mit dem Relaxationspotential auch der Einfluß einer erneuten Rekonditionierungsglühung nach Erreichen des Relaxationsgleichgewichtes.

In einem zusätzlichen Experiment wurde daher der Einfluß einer zweiten 1000°C Glühung untersucht. Das Durchbiegungsverhalten der in diesem Experiment untersuchten Probe ist in Abbildung 5.14 als Funktion der Zeit dargestellt.

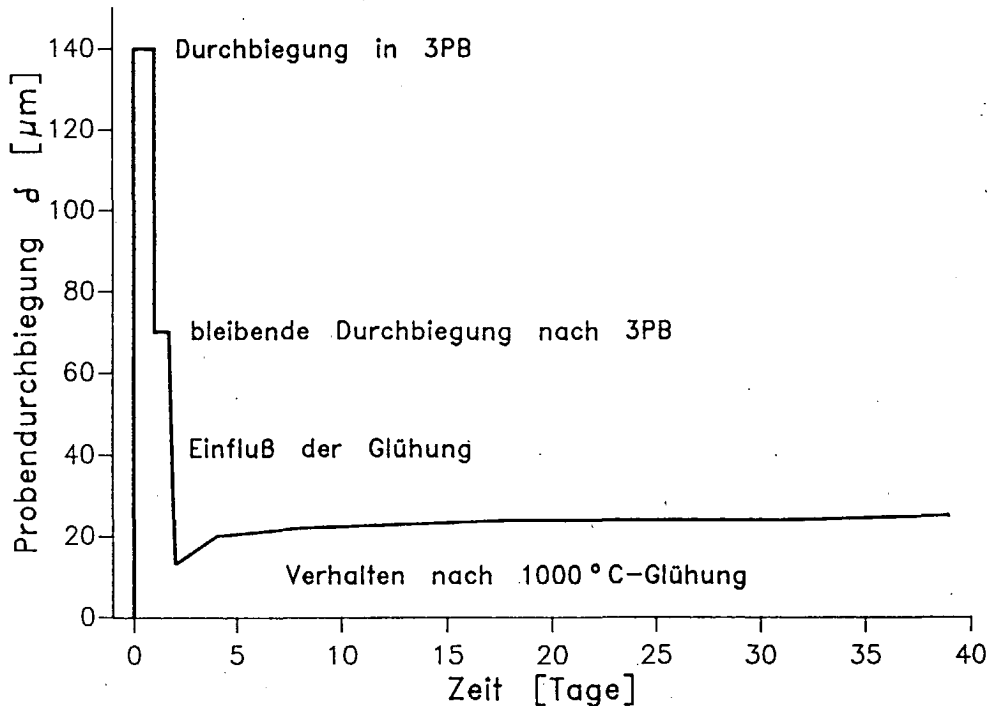


Abb. 5.14: Verlauf der Probendurchbiegung über der Zeit

Die bei 1000°C frisch geglühte Probe relaxierte (in 3PB) von einer Ausgangsspannung von 250 MPa über 24 Stunden. Nach der Relaxation lag bei einer Spannung von 108 MPa eine Durchbiegung von 140 μm vor. Auf der Probenoberfläche (Zugspannungsseite) konnten wiederum lichtmikroskopisch keine Risse entdeckt werden. Nach dem Ausbau der Probe wurde noch eine bleibende Durchbiegung von 70 μm gemessen. Durch eine anschließende erneute 1000°C Glühung reduzierte sich die Durchbiegung auf 13 μm , was als Folge einer signifikanten m-t Rückumwandlung angesehen werden muß.

Die Probe wurde dann bei RT "ausgelagert" und ihre Durchbiegung in gewissen Zeitabständen wieder ausgemessen. Dabei fiel auf, daß die RT-Alterung offensichtlich im Sinne eines Memory-Effektes auftritt /114/. Einmal umgewandelte Bereiche einer Probe erinnern sich auch nach einer Glühbehandlung noch an den vorangegangenen Zustand und wandeln zumindest teilweise im Laufe der Zeit wieder in die thermodynamisch stabile monokline Symmetrie um. Daß dies koordiniert geschieht, drückt sich im Anstieg der gemessenen Probendurchbiegung δ aus.

Die beschriebenen, makroskopischen mechanischen Effekte lassen sich im Hinblick auf mikrostrukturelle Umwandlungsvorgänge mit Hilfe der Raman-Spektroskopie quantifizieren.

5.2.3.2 Raman-Spektroskopie

Für eine quantitative Untersuchung oberflächennaher Umwandlungsprozesse in ZrO_2 -Keramiken wird seit einigen Jahren /111, 115, 116/ die Raman-Spektroskopie erfolgreich angewendet. Das Verfahren mißt das Absorptionsverhalten von Licht im infraroten Bereich als Funktion der Wellenzahl. Es werden bei Raman-Messungen Peaks registriert, die charakteristischen Niveaus der Schwingungsenergie von Molekülen entsprechen /117/. Mit dieser Methode ist es möglich, zwischen den Modifikationen in der Kristallstruktur des ZrO_2 zu unterscheiden.

Der Aufbau des verwendeten Raman-Spektrometers (Fa. Dilor, Frankreich) gleicht einem normalen Lichtmikroskop, wobei als Lichtquelle ein Argon-Laser mit einer Wellenlänge von 568,192 nm dient. Das Licht wird durch ein Objektiv auf die Probenoberfläche geleitet und reflektiert von dort, um dann in einem Monochromator und Photomultiplier zu einem Spektrum aufbereitet zu werden /116/.

Ein typisches Spektrum für eine Mg-PSZ Probe ist in Abbildung 5.15 wiedergegeben. Die interessierenden charakteristischen Wellenzahlen sind 179 cm^{-1} für die monokline und 145 cm^{-1} für die tetragonale Symmetrie.

Das Verhältnis der Intensitäten (I_{mono} und I_{tetr}) der beiden Peaks wird für die Auswertung benutzt. Eine Kalibrierung zur Berechnung des absoluten Gehaltes an monoklinem ZrO_2 liegt vor /118/. Die Kalibrierung erfolgte auf der Grundlage von röntgenographischen Untersuchungen und die daraus ermittelte Kalibrierfunktion (Gl.9) benötigt als Eingabewert die relative Intensität I_r der monoklinen Phase. Dabei gilt:

$$I_r = I_{\text{mono}} / (I_{\text{mono}} + I_{\text{tetr}}) \quad (\text{Gl.8})$$

Die Berechnung des Volumenanteils an monoklinem ZrO_2 erfolgt dann mit der Beziehung /118, 119/:

$$f_{\text{mono}} = 0,777 I_r - 0,543 I_r^2 + 0,235 I_r^3 \quad [\text{Vol-\%}] \quad (\text{Gl.9})$$

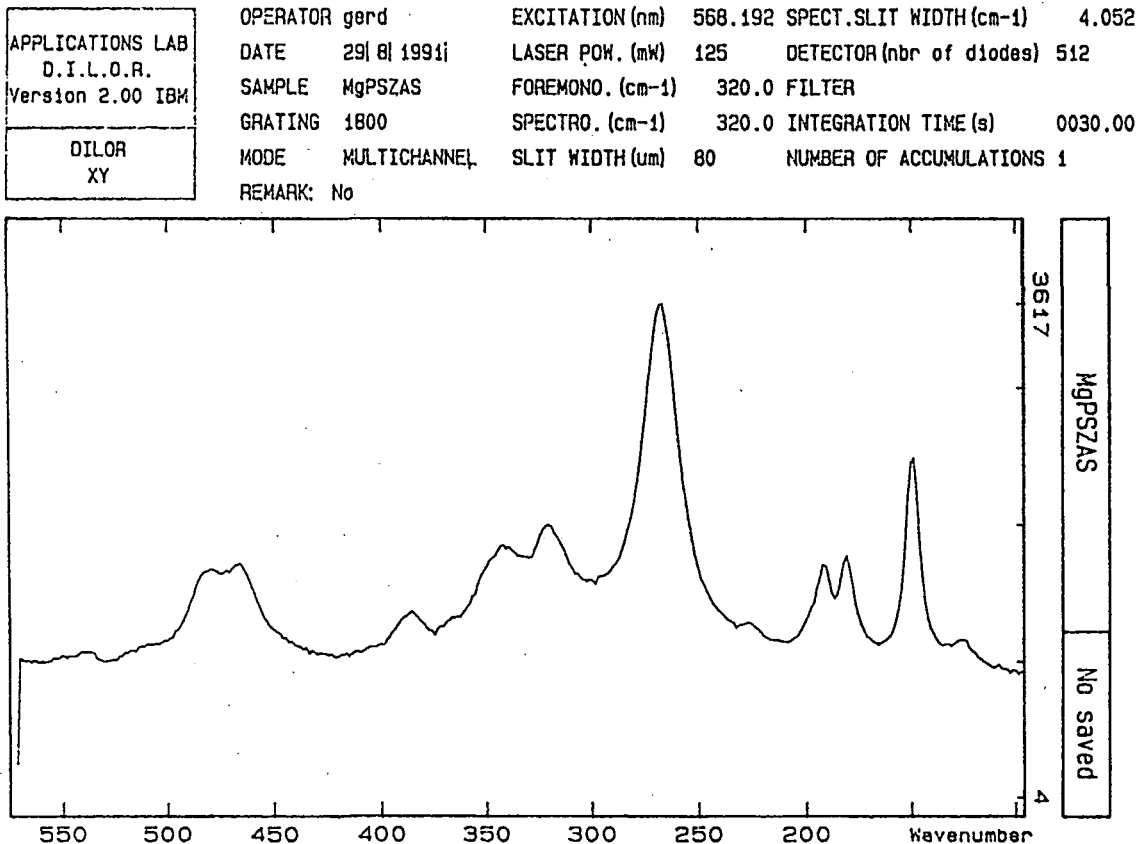


Abb. 5.15: Typisches Raman-Spektrum von Mg-PSZ; aufgetragen ist die gemessene Intensität über der Wellenzahl ($1/\lambda$).

Somit ist es möglich aus den Ergebnissen der Raman-Untersuchungen, die Konzentration an monokliner Phase im Oberflächenbereich von ZrO_2 -enthaltenden Keramiken zu ermitteln. Dies wird in Kapitel 5.2.3.3 und 5.2.3.4 für die bereits vorgestellten Relaxationsexperimente und darüber hinaus für weitere Untersuchungen zum Einfluß der Probenpräparation und RT-Alterung beschrieben.

5.2.3.3 Ergebnisse der Raman-Untersuchungen an relaxierten Proben

Die relaxierten Biegeproben (Abb. 5.13) wurden auf der Zugspannungsseite mit Hilfe der Raman-Spektrometrie untersucht. Messungen erfolgten an sieben Meßpunkten auf der Oberfläche (3 Wiederholungsmessungen). Der Meßfleck hatte dabei einen Durchmesser von etwa $10 \mu m$ [119]. Zwischen jeder der 3 Wiederholungsmessungen wurde die Probe um einige Mikrometer verschoben, um einen Mittelwert zu erhalten. In Abbildung 5.16 sind diese Mittelwerte über der Meßposition wiedergegeben. Die Untersuchungser-

gebnisse zeigen eine maximale Variation von weniger als 0,3 Vol.-% an monoklinem ZrO_2 .

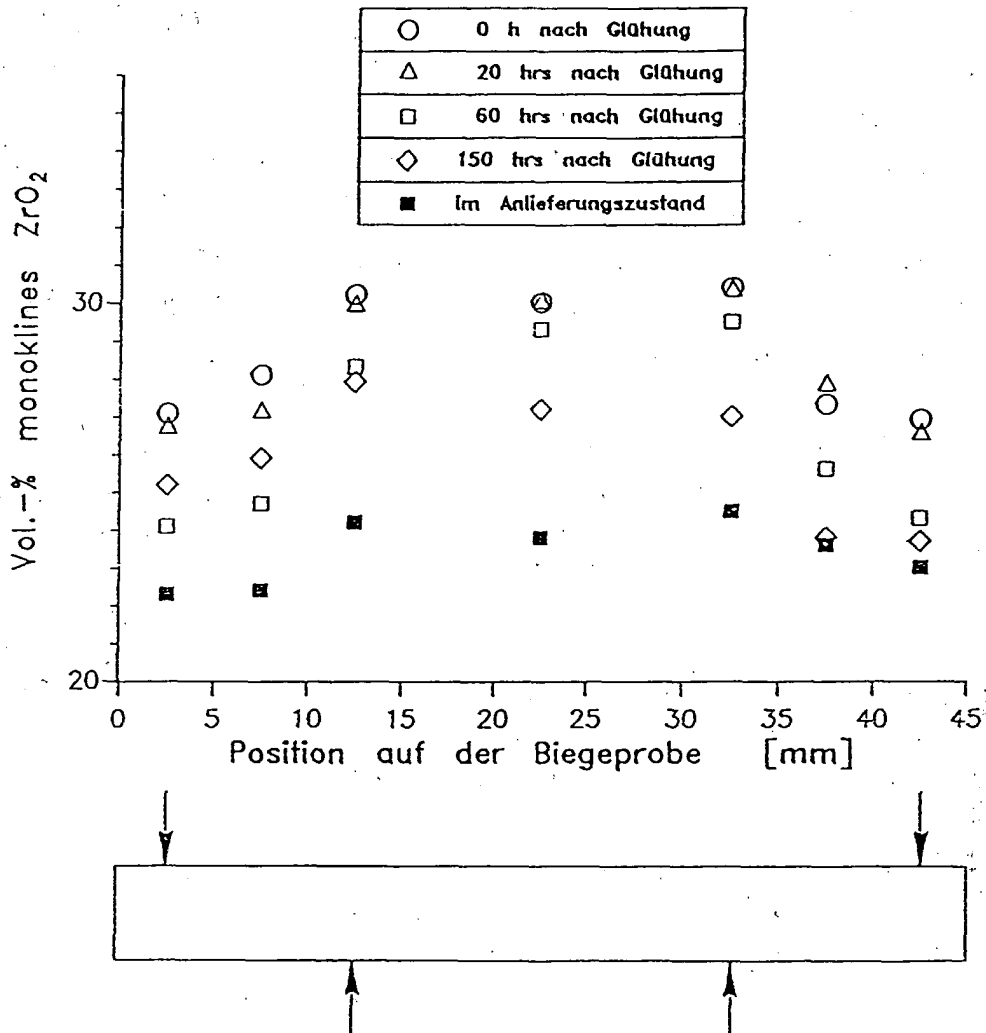


Abb. 5.16: Vol.-% an monoklinem ZrO_2 auf der Zugspannungsseite relaxierter Mg-PSZ Proben; offene Symbole entsprechen geglühten Proben, während die ausgefüllten Symbole den Anlieferungszustand kennzeichnen. Es wurden jeweils die gleichen Symbole wie in Abb. 5.13 verwendet.

Bezogen auf die unter dem Diagramm skizzierte Biegeprobe fällt zunächst die Übereinstimmung zwischen den Bereichen höherer Spannung und den Bereichen höheren monoklinen Gehaltes auf. Die maximalen monoklinen Gehalte wurden bei dem "frisch geglühten" Material im Bereich zwischen den mittleren Auflagern gefunden. Von den in der Keramik absolut vorhandenen ca. 40 Vol.-% an Ausscheidungen sind maximal 75 % in die monokline Symmetrie umgewandelt, was absolut 30 Vol.-% entspricht. Umgekehrt ist festzustellen, daß selbst im "frisch geglühten" Zustand, d.h. bei maximaler Umwand-

lungstendenz, unter den gegebenen Belastungsbedingungen nicht alle tetragonalen Ausscheidungen umwandeln. Ein gewisses Potential bleibt vorhanden, das - wie etwa bei den vorgestellten Wiederbelastungsexperimenten in Kapitel 5.2.2 - im lokalen Spannungsfeld des Risses umwandlungsfähig ist und damit noch eine Restsicherheit gegen spröden Bruch im Sinne eines R-Kurvenverhaltens bieten kann. Mit zunehmender Wartezeit zwischen der 1000°C Glühung und dem Beginn des Relaxationsexperimentes nimmt die Umwandlungstendenz offensichtlich ab, da die gemessenen monoklinen Gehalte sinken. 150 Stunden nach der Glühung wird am Ende der Relaxation noch ein maximaler monokliner Gehalt von ca. 27 Vol.-% gemessen. Dieser Wert liegt aber immer noch deutlich über den ≈ 24 Vol.-%, die bei der nicht geglühten Probe als Maximalwert gefunden werden.

Insgesamt zeigen die Ergebnisse der Raman-Spektroskopie eine gute qualitative Übereinstimmung mit dem in Abb. 5.13 gezeigten Relaxationsverhalten; stärkere Spannungsrelaxation entspricht einer verstärkten Umwandlung und damit einem höheren Gehalt an m-ZrO₂.

Neben den Werten im Bereich der maximalen Zugspannung ist auch der Anstieg des monoklinen Gehaltes zwischen den äußeren und den inneren Auflagern der 4PB-Anordnung interessant. Selbst über der äußeren Auflagerwalze, wo rein rechnerisch keine erhöhte Spannung anliegt, sinkt der monokline Gehalt mit größer werdendem zeitlichen Abstand zwischen Glühung und Relaxationsexperiment. Beim ungeglühten Zustand liegen etwas mehr als 22 Vol.-% vor, während es bei der Probe, die direkt im Anschluß an die Glühung belastet wurde, etwa 27 Vol.-% sind.

Als Ursache ist eine erleichterte RT-Alterung, d.h. erhöhte Umwandlungstendenz, bei den geglühten Proben denkbar. Dies würde die gefundene generelle Verschiebung zu höheren monoklinen Gehalten bei den geglühten verständlich machen. Die weiteren Unterschiede untereinander sind durch die Abnahme der t-m Umwandlungstendenz mit zunehmendem zeitlichen Abstand zwischen Glühung und Experiment zu erklären.

Mit dieser Vorstellung kann auch der höhere Gehalt an m-ZrO₂ im Bereich des äußeren Auflagers erklärt werden. Dabei breitet sich ausgehend vom mittleren Probenbereich während der Belastung eine umgewandelte Zone aus, deren Gehalt an m-ZrO₂ bei dem "frisch geglühten" Material aufgrund der stärkeren Umwandlungstendenz höher ist als bei bereits ausgelagerten Proben. Durch die mit der Umwandlung verbundene Volumenzunahme und dadurch bedingte überlagernde Spannungsfelder ist es möglich, auch in den Bereichen geringerer äußerer Zugspannung - sozusagen autokatalytisch -

die t-m Umwandlung zu initiieren. Durch die Überlagerung der äußeren und inneren Spannungsfelder ist dann auch vorstellbar, daß es selbst direkt über den äußeren Auf-
lagewalzen zu erleichterter t-m Umwandlung kommt, obwohl keine äußere Spannung
mehr anliegt. Im "frisch geglühten" Zustand läuft dieser Prozeß aufgrund der stärkeren
Umwandlungsneigung in größerem Ausmaß ab als bei den bereits ausgelagerten
Proben, so daß es dadurch bei den wärmebehandelten Proben zu den unterschiedlich
hohen m-Gehalten über der äußeren Auf-
lagewalze kommt.

5.2.3.4 Ergebnisse der Raman-Spektroskopie zur RT-Alterung

In einigen weiteren Raman-Experimenten wurde der Frage des Einflusses der 1000°C
Wärmebehandlung auf die Umwandlungsneigung und RT-Alterung nachgegangen.

Dabei wurden zwei in gleicher Weise präparierte Proben einmal im Anlieferungszustand
und einmal 20 Stunden nach der 1000°C Glühung auf ihren monoklinen Gehalt unter-
sucht. Die Probe im Anlieferungszustand hatte etwa 22,6 Vol.-% monoklines ZrO_2
während die geglühte Probe einen erniedrigten Gehalt von etwa 18,8 Vol.-% aufwies.
Der an der unbehandelten Probe gemessene Wert war im Anlieferungszustand in guter
Übereinstimmung mit dem in Abb. 5.16 gezeigten monoklinen Gehalt über der äußeren
Auf-
lagewalze ($\sigma_{\text{app}} = 0$ MPa). Diese Ergebnisse belegen die m-t Rückumwandlung von
bereits monoklin vorliegenden Ausscheidungen durch die 1000°C Glühung. Zur Unter-
suchung des Alterungseffektes wurde die geglühte Probe 525 Stunden (≈ 22 Tage) nach
der Wärmebehandlung noch einmal mit dem Raman-Spektrometer untersucht. Dabei
wurde ein in der Zwischenzeit auf ca. 24,6 Vol.-% erhöhter Gehalt an m- ZrO_2 festge-
stellt. Da dieser Wert signifikant über den 22,6 % bei der unbehandelten Probe, wird
eine durch die Wärmebehandlung erleichterte t-m Umwandlung angenommen. Aufgrund
der in Kapitel 5.2.3.3 skizzierten Überlegungen ist auch ohne äußere Spannung eine
thermisch aktivierte Umwandlung denkbar, was einer erhöhten Neigung zur RT-Alterung
entspricht. Vergleicht man den m-Gehalt von 24,6 Vol.-% mit den Werten in Abb. 5.16,
so fällt die gute Übereinstimmung mit dem monoklinen Gehalt der Proben, die 150 bzw.
60 Stunden nach der Glühung belastet worden sind, im Bereich der äußeren Auf-
lagewalze auf. Der höhere monokline Gehalt kann demzufolge durch die erleichterte RT-
Alterung der Proben im Anschluß an die Glühung erklärt werden. Die Übereinstimmung
der m-Gehalte zwischen der relaxierten und der unbelasteten Probe, deutete darauf hin,
daß der Alterungsprozess im wesentlichen innerhalb weniger Tage abgeschlossen ist.
Diese Erklärung stimmt auch mit den in Abb. 5.14 gezeigten Ergebnissen überein;
bereits nach 6 Tagen wurde hier keine wesentliche Änderung der Probendurchbiegung

mehr gemessen.

Bisher wurde in Kapitel 5.2.3.3 der Zusammenhang zwischen der mechanischen Belastung und der t-m Umwandlung und RT-Alterungseffekten sowie der Einfluß der 1000°C Wärmebehandlung diskutiert. Da es bereits bei der Fertigung der Proben bzw. eines Bauteils zu einer lokalen mechanischen Belastung der Keramik kommt, soll im folgenden der Einfluß der Probenpräparation auf Umwandlung diskutiert werden. Auf Proben, die mit Schleif- und Läppmaschinen (mit höherer Abtragsrate als bei Labormaschinen) bearbeitet worden waren, konnte nach Glühen bei 1000°C ein Muster in Schleifrichtung festgestellt werden, ohne daß jedoch die Schleifriefen selbst sichtbar waren (vergl. Abb. 5.17 a und b). Durch die hohe lokale Beanspruchung beim Schleifen werden offensichtlich Umwandlungsvorgänge im Oberflächenbereich erzeugt. Durch das anschließende Läppen wird die Oberfläche geplant, so daß die durch das Glühen verursachte m-t Rückumwandlung als lokale Vertiefungen lichtmikroskopisch sichtbar werden.

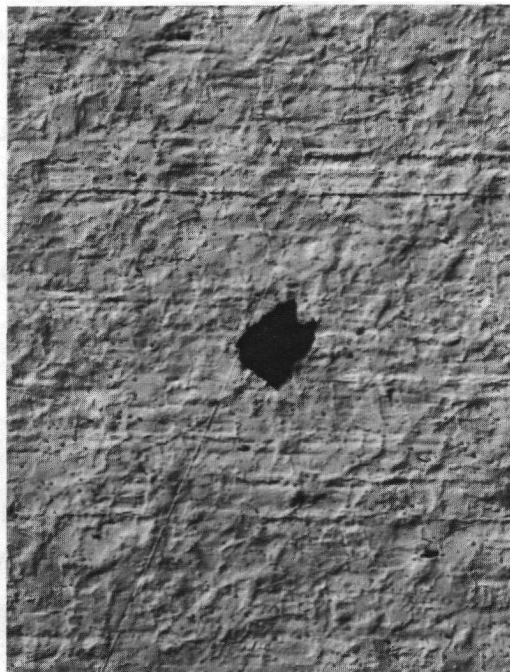
Aufgrund des gefundenen Fertigungseinflusses wurden zwei Proben mit 1 µm Diamantpaste auf einer Labor-Poliermaschine (Modell Planopol, Fa. Struers) bei geringer Belastung um ca. 30 µm abpoliert, um die vom Schleifen beeinflusste Zone vorsichtig zu entfernen. Gleichzeitig sollte möglichst wenig Umwandlung durch das Abpolieren selbst hervorgerufen werden. Eine der Proben wurde zusätzlich bei 1000°C geglüht, um monokline Ausscheidungen zurückzuwandeln. Die Ergebnisse der an den Proben durchgeführten Raman-Spektroskopie sind in Tabelle 5.2 wiedergegeben.

Tabelle 5.2: Vol.-% m-ZrO₂ für verschiedene Probenzustände

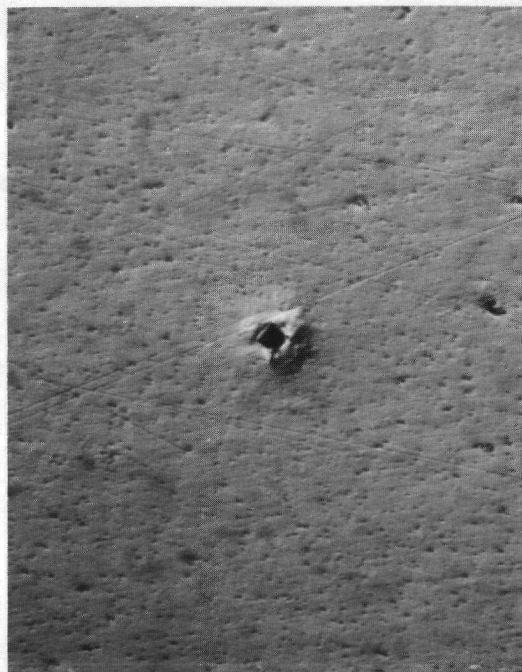
Probenzustand	Vol.-% monoklines ZrO ₂	Entspricht
Anlieferungszustand (geschliffen und geläppt)	22,6	Abb. 5.17a
20 h nach Wärmebehandlung (geschliffen und geläppt)	18,8	Abb. 5.17b
Anlieferungszustand (30 µm abpoliert)	19,6	Abb. 5.17c
20 h nach WB (30 µm abpoliert)	17,2	Abb. 5.17d



a



b



c



d

200 μm

Abb. 5.17: Nomarski-Aufnahmen von Mg-PSZ Oberflächen nach unterschiedlicher Probenbehandlung; a: geschliffen und geläppt, nicht gegläht; b: geschliffen und geläppt, gegläht; c: abpoliert, nicht gegläht; d: abpoliert, gegläht

Die Raman-Daten zeigen einen deutlich reduzierten monoklinen Gehalt auf der Oberfläche der laborgefertigten Proben gegenüber den geschliffenen und geläpften Proben. Auf der Oberfläche der Laborprobe wurde 20 Stunden nach der Glühung ein monokliner Gehalt von ca. 17,2 Vol.-% gemessen, während die nicht geglühete Probe nach dem Abpolieren ca. 19,6 Vol.-% aufwies. Die Ergebnisse lassen im Vergleich zu den geschliffenen und geläpften Proben erkennen, daß die durch Schleifen beeinflusste Zone im nachgeschalteten Poliergang weitestgehend entfernt werden kann und durch die anschließende Glühung der m-ZrO₂ Gehalt aufgrund der m-t Rückumwandlung weiter sinkt /99, 101/.

Auch vergleichende Aufnahmen der Probenoberflächen von geschliffenen und geläpften (Abb. 5.17 a und b) und den nachpolierten Proben in Abb. 5.17 c und d bestätigen durch signifikante Unterschiede in der Topographie die Präsenz bzw. Abwesenheit bearbeitungsbedingter Umwandlungszustände.

Für den praktischen Einsatz der Mg-PSZ Keramik ist festzuhalten, daß die durch die Schleifbelastung beeinflusste Zone nur maximal 30 µm ins Materialinnere hineinreicht und durch vorsichtiges Polieren entfernt werden kann.

Da die Probenpräparation - wie gezeigt - einen Einfluß auf den Zustand der Probenoberfläche hat, wird in dieser Arbeit von "natürlichen" Rissen in Anführungsstrichen gesprochen. Ihr Entstehen wird vermutlich auch durch den Oberflächenzustand beeinflusst.

5.3 Härteeindruckrisse

5.3.1 Grundsätzliche Methode

Zähigkeitsuntersuchungen an "natürlichen" Oberflächenrissen sind nur an Keramiken mit einem langansteigenden R-Kurvenverhalten erfolgreich durchzuführen, da eine vergleichsweise lange Phase stabiler Rißverlängerung benötigt wird. Für die in situ Rißbeobachtung in Mg-PSZ und einigen Al_2O_3 -Keramiken können "natürliche" Oberflächenrisse aber mehrere 100 μm stabil verlängert werden, während dies in Keramiken mit weniger ausgeprägtem R-Kurvenverhalten z.T. nur über wenige μm möglich ist. In einem solchen Fall ist die Wahrscheinlichkeit, die Phase stabilen Wachstums eines entstandenen Risses im Bereich maximaler Spannung auf der Zugspannungsseite von Biegeproben in situ zu finden, selbst bei 3PB nur sehr gering. Auch die üblicherweise äußerst geringe Rißöffnung erschwert experimentell das Auffinden und Beobachten der Risse. Die Probe bricht daher sehr häufig, ohne daß Rißverlängerung erkannt wurde.

Als alternatives Verfahren der Zähigkeitsbestimmung mit Hilfe kurzer Risse erfreuen sich Härteeindruckmethoden großer Beliebtheit /63,67,84,89/. Obwohl damit Risse zwangsweise in vorgegeben Materialbereichen initiiert werden und somit nicht unbedingt materialspezifische Defekte versagensauslösend sind wie bei "natürlichen" Rissen, hat die Rißlokalisierung für die in situ Beobachtungen erhebliche praktische Vorteile, wenn auf Erkenntnisse über die Rißinitiationsphase kein Wert gelegt wird. Im Biegeexperiment kann aber das stabile Wachstum dieser Härteeindruckrisse untersucht werden (Indentation Strength in Bending, ISB /89,120/), woraus Rückschlüsse über das weitere Rißzähigkeitsverhalten im Anschluß an die Rißeinleitungsphase möglich sind.

Für die Berechnung der Materialzähigkeit auf der Grundlage solcher Härteeindruckrisse gibt es in der Literatur vielfältige Ansätze /89, 120-122/. Im folgenden werden die prinzipiellen Rißtypen und -geometrien, die sich durch den Härteeindruck ergeben, sowie die verschiedenen Methoden zur Zähigkeitsermittlung vorgestellt und diskutiert.

In Abbildung 5.18 ist ein schematischer Vickers-Härteeindruck (pyramidenförmiger Diamant mit einem Winkel von 136° zwischen den Flächen) mit den zwei am häufigsten beobachteten prinzipiellen Rißkonturen skizziert.

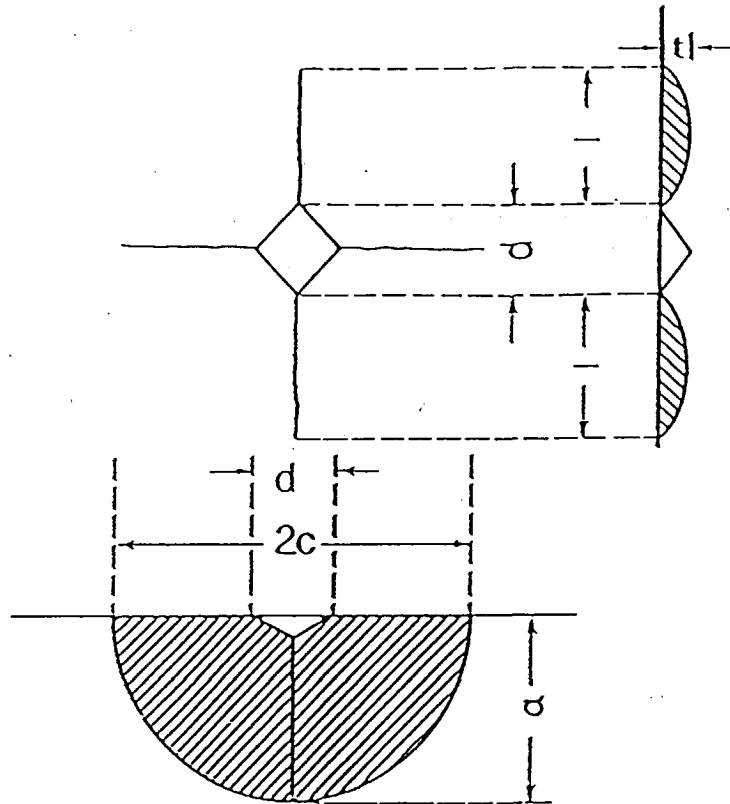


Abb. 5.18: Vickers-Härteeindruck mit den beiden prinzipiellen Rißtypen; medianer Riß unterhalb und radialer Riß rechts neben dem Eindruck

Direkt unter dem Eindruck ist das Profil eines durchgehenden Risses gezeigt, der in diesem Fall als halbkreisförmiger Riß gezeichnet ist. Dieser Rißtyp wird im weiteren als medianer Riß bezeichnet /120-123/. Der rechts neben dem Eindruck dargestellte, nicht durchgehende Rißtyp wird als Palmquist oder radialer Riß bezeichnet /124,125/. Neben diesen beiden Rißtypen können noch andere entstehen, die jedoch für die durchgeführten Rißausbreitungsexperimente keine wesentliche Rolle spielen /120/.

Die für die K_R -Berechnungen wichtigen geometrischen Größen sind:

- d: der diagonale Durchmesser des Eindrucks
- c: die halbe Länge des Risses an der Oberfläche
- l: die Oberflächenlänge des Risses außerhalb des Eindrucks
- a: die Tiefe des Risses in das Material hinein

Auch bei dieser Methode der Erzeugung eines Oberflächenrisses ist - analog zur Situation bei den "natürlichen" Oberflächenrissen - die Rißtiefe a der direkten Beob-

achtung nicht zugänglich. Im Prinzip sind daher bei einer rigorosen Behandlung des Problems ebenfalls Rißprofiluntersuchungen zur Ermittlung der Rißtiefe a nötig. Aus praktischen Gründen wird darauf jedoch meist verzichtet.

In der Literatur sind verschiedene Ansätze entwickelt worden, neben mechanischen Daten nur Riß-Informationen von der Oberfläche zu benutzen. Stets wird davon ausgegangen, daß der Eindruck mit einer punktförmigen Härteeindruckslast P_i modelliert werden kann. Durch die Belastung kommt es zum Aufbau eines Eigenspannungsfeldes, dessen Verlauf proportional zu $r^{-3/2}$ abfällt /121/. Die Größe r stellt dabei die jeweilige Entfernung zum Zentrum des Eindrucks auf der Oberfläche dar. Durch die Eigenspannungen wird der entstehende Riß solange vorangetrieben bis sich ein Gleichgewicht zwischen der Spannungsintensität durch Eigenspannungen K_{res} und der Materialzähigkeit K_R eingestellt hat.

Zur Berechnung der Spannungsintensität gibt es für medianen und radialen Riß jeweils eine prinzipielle Beziehung. Beim medianen Riß gilt /122/ :

$$K_{res} = X_M P_i / c^{3/2} \quad (Gl.10)$$

Dabei stellt X_M eine Größe dar, die das Eigenspannungsfeld bestimmt und die meistens als Materialkonstante angesehen wird, in die der Quotient von E-Modul und Härte eingeht /122/.

Für den radialen oder Palmquist Riß gibt es eine ähnliche experimentell hergeleitete Beziehung /124/:

$$K_{res} = X_P (P_i / l)^{1/2} \quad (Gl.11)$$

X_P stellt hier eine analoge Größe zu X_M dar.

Im Gleichgewichtszustand zwischen Rißantriebskraft und Materialwiderstand folgt unmittelbar für die Rißzähigkeit:

$$K_{res} = K_R \quad (Gl.12)$$

Somit ist über die meßbare Länge der Risse an der Probenoberfläche mit den Gleichungen 10 und 11 die Berechnung der Materialzähigkeit möglich, wenn die Größen X_M bzw. X_P bekannt sind. Für die Wahl dieser Konstanten gibt es in der Literatur vielfältige experimentelle und theoretische Ansätze /120/. Unterschiede in der berechneten Zähigkeit von mehr als 100 % sind je nach Ansatz möglich /126/. Es scheint daher wichtig,

unmittelbar aus experimentellen Daten Zugang zu einem gesicherten X-Parameter zu finden. Auf diese Problematik wird insbesondere noch in Abschnitt 5.3.2.3 detailliert eingegangen.

Zunächst ist jedoch festzustellen, welcher Rißtyp im konkreten Einzelfall vorliegt. Auf der Grundlage der Beziehungen 10 und 11 läßt sich eine experimentelle Unterscheidung über den Zusammenhang von Eindruckslast und Rißlänge vornehmen. Logarithmiert man die beiden Beziehungen so ergeben sich folgende Gleichungen:

$$\log(c) = 2/3 \log(P_i) + 2/3 \log(X_M/K_{res}) \quad (Gl.13)$$

für den medianen Riß und

$$\log(l) = \log(P_i) + 2 \log(X_P/K_{res}) \quad (Gl.14)$$

für den Palmquist Riß.

Anhand der unterschiedlichen Steigung - 2/3 bzw 1 - sollte eine Unterscheidung zwischen den Rißtypen getroffen werden können. Wesentlicher als die Unterscheidungsmöglichkeit zwischen medianen und radialen Rissen erscheint aber als Ergebnis der logarithmischen Auswertung die Aussage, welche Gesetzmäßigkeit dem Eigenspannungsfeld des Härteindruck zugrunde liegt. Dies gilt um so mehr, als die Beziehung für den medianen Riß auch bei einigen Varianten radialer Risse mit großem Erfolg benutzt werden kann (siehe Kap.5.4), was auch analytische Untersuchungen bereits gezeigt haben /127, 128/.

5.3.2 Zähigkeitsberechnung an Härteeindruckrissen

Neben der Rißzähigkeitsermittlung direkt aus der Länge der vom Härteeindruck erzeugten Risse besteht die Möglichkeit die Risse durch Anlegen eines zusätzlichen Biegespannungsfeldes bis zum Bruch stabil zu verlängern und aus dem Rißausbreitungsverhalten die Zähigkeit zu berechnen. Die Bilanz zwischen Rißantriebskräften und Materialzähigkeit ist für einen derartigen Härteeindruckriß in Abbildung 5.19 prinzipiell skizziert.

Die Materialzähigkeit ist hier mit einem sehr steilen Anstieg über wenige Mikrometer und danach konstantem Plateauwert K_{plat} eingezeichnet. Durch die Eigenspannungen des

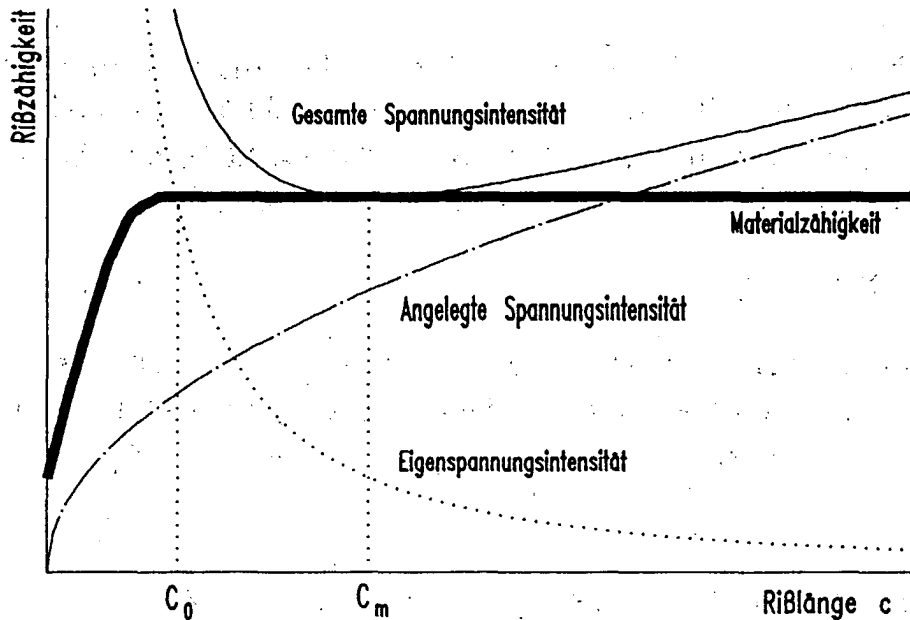


Abb. 5.19: Zusammenwirken von Rißantriebskräften und Materialzähigkeit an einem Härteeindrucksriß unter äußerer Biegebeanspruchung

Härteeindrucks K_{res} , die mit $c^{-3/2}$ abnehmen, wächst der Riß zunächst bis zur Rißlänge c_0 . Das Gleichgewicht $K_{res} = K_R$ ist in dem dargestellten Fall aufgrund des steilen R-Kurvenanstiegs erst im Plateaubereich der Materialzähigkeit erreicht. Wird nun mit einer Biegespannung eine zusätzliche Spannungsintensität K_{app} angelegt, so ergibt sich die gesamte rißantreibende Spannungsintensität K_{tot} aus der Addition der Einzelbeiträge:

$$K_{tot} = K_{res} + K_{app} \quad (Gl.15)$$

Erreicht K_{tot} den Wert von K_R , d.h. der Materialzähigkeit, so kommt es zum Rißwachstum, und der Riß wächst stabil mit steigender Biegebelastung (entspricht Vergrößerung von K_{app}) von c_0 bis c_m , wo K_{tot} gerade die Materialkurve K_R tangiert.

Für den Fall eines medianen Risses und konstante Materialzähigkeit, wie es hier für den relevanten Bereich der Rißverlängerung von c_0 bis c_m gegeben ist, ergibt sich die Instabilität nach einer Verlängerung des Risses auf $c_m \approx 2,5 c_0$ /37, 129/.

Innerhalb des stabilen Rißausbreitungsintervalls, von c_0 bis c_m , können verschiedene Methoden zur Berechnung der Materialzähigkeit benutzt werden. Sie sollen im folgenden kurz vorgestellt werden.

5.3.2.1 Direkte Berechnung über die Ausgangsrißlänge c_0 /122/

Bei dieser Methode wird das Gleichgewicht zwischen K_{res} und K_R bei c_0 für die Berechnung benutzt. Aus der Länge c_0 , der Härteeindruckslast P_i und einem Wert für X_M wird nach Gleichung 10 die Materialzähigkeit ermittelt. In der Literatur ist die Benutzung eines X_M -Wertes nach Anstis /122/ am weitesten verbreitet.

$$X_M = 0,016 (E/H)^{1/2} \quad (Gl.16)$$

dabei ist E der Elastizitätsmodul und H die Vickershärte der untersuchten Keramik. Zur Anwendung dieser Methode ist also neben der Erzeugung des Härteeindrucksrisses keine weitere Belastung der Probe in einer Biegevorrichtung notwendig.

5.3.2.2 Berechnung über die Instabilitätsrißlänge c_m /89, 123/

Die Berechnung der Rißzähigkeit erfolgt am Ende der stabilen Verlängerung des Risses durch Anlegen einer zusätzlichen Biegespannung. Üblicherweise wird eine 4PB-Anordnung mit mehreren Eindrücken gleicher Last im Bereich zwischen den beiden inneren Auflagern der Probe verwendet (siehe Abb. 3.2). Da an allen Rissen dieselbe Spannung anliegt, aber nur ein Riß katastrophales Probenversagen hervorruft, stehen die anderen Risse zur Bestimmung von c_m nach dem Experiment noch zur Verfügung. Zusammen mit der Versagensspannung $\sigma_{f,app}$ kann dann die Berechnung von K_R vorgenommen werden. Dabei gilt (mediane Risse):

$$K_R = X_M P_i / c_m^{3/2} + \sigma_{f,app} Y^* \sqrt{c_m} = K_{tot} \quad (Gl.17)$$

Hier ist der Geometriefaktor Y durch Y^* ersetzt worden, um so die Oberflächenrißlänge c_m in Gleichung 17 verwenden zu können. Zwischen Y und Y^* wurde der Zusammenhang

$$Y^* = Y (a/c)^{1/2} \quad (Gl.18)$$

genutzt. Ebenso wie bei der Berechnung von K_R aus c_0 ist hier die Kenntnis bzw. Wahl eines Wertes für X_M notwendig. Zusätzlich ist für die Berechnung von Y^* bzw. Y noch eine Information über die Rißtiefe a notwendig. In der Regel werden Annahmen über halbkreisförmige Oberflächenrisse gewählt, die aber vielfach nicht der Realität entsprechen.

Als Variante dieser Methode können auch Eindrücke unterschiedlicher Lasten gesetzt werden, um so weitergehende Informationen über Zwischenstadien des stabilen Rißwachstums zu erhalten /130/. Der Eindruck mit der höchsten Spannungsintensität löst in diesem Fall das Versagen aus. Bei der Laststeigerung bis zu der entsprechenden Versagensspannung wachsen aber auch alle anderen Risse, wobei ihre Verlängerung von der Ausgangsrißlänge abhängt. Auf diese Weise ist es möglich, auch Zwischenstufen des Rißwachstums zu erfassen. Bei Keramiken mit ausgeprägtem R-Kurvenverhalten, wo der Riß bei c_0 noch nicht im Plateaubereich der R-Kurve liegt, ist dieses Verfahren zur Messung des ansteigenden Bereiches der Zähigkeit anwendbar. Aber auch hier herrschen Unsicherheiten über die geeignete Festlegung von X_M und Y^* .

Aus diesem Grund ist im Rahmen dieser Arbeit eine neue Methode zur Untersuchung von Härteeindruckrissen entwickelt worden. Während die bisher skizzierten Verfahren mit einer separaten mikroskopischen Ermittlung der Rißlängen nach dem Härteeindruck bzw. nach dem Biegebruchexperiment auskommen müssen, werden für das neue Verfahren zur Ermittlung der Rißzähigkeit gezielt die in situ Beobachtungsmöglichkeiten der in Kapitel 3 beschriebenen Versuchsstände genutzt. Neben der in situ Beobachtung des Rißwachstums in der neuen Biegeapparatur geht schließlich auch die Kenntnis des Rißprofils in die Auswertung ein.

5.3.2.3 Neue Methode zur Ermittlung der Rißzähigkeit an Härteeindruckrissen

Bei der Verlängerung eines Härteeindruckrisses durch Überlagerung einer Biegespannung mit dem Eigenspannungsfeld des Eindrucks wächst der Riß stabil von c_0 bis c_m . Die jeweilige Rißlänge c auf der Oberfläche sowie die angelegte Spannung σ_{app} lassen sich somit in situ erfassen. Stellt man Gleichung 17 bezüglich dieser Meßgrößen um, so erhält man:

$$\sigma_{app} \sqrt{c} = K_R / Y^* - (X_M / Y^*) P_i c^{-3/2} \quad (Gl.19)$$

Die Auftragung von $\sigma_{app} \sqrt{c}$ als Funktion von $c^{-3/2}$ gestattet, die einzelnen Terme von Gleichung 19 näher zu analysieren und auszuwerten. In diesem Zusammenhang muß auch hervorgehoben werden, daß $\sigma_{app} \sqrt{c}$ proportional zur äußeren Spannungsintensität und $c^{-3/2}$ proportional zur Eigenspannungsintensität ist. Die graphische Darstellung separiert somit auch die beiden Beiträge zur Rißantriebskraft.

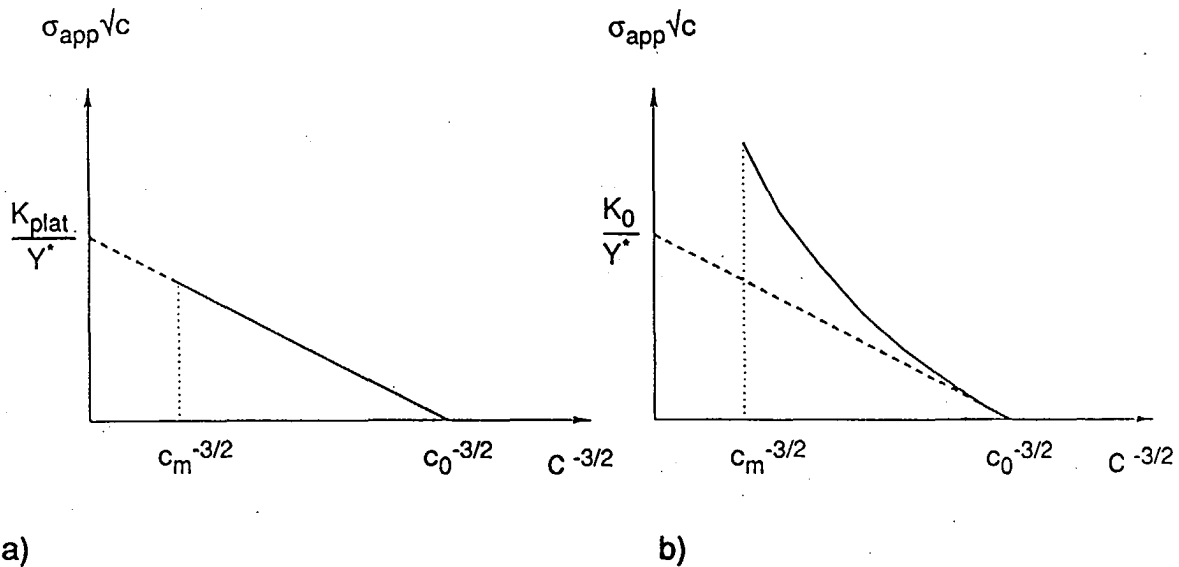


Abb. 5.20: Rißausbreitungskurve nach Gl.19 für den Fall konstanter Materialzähigkeit (a, links) und mit R-Kurvenverhalten (b, rechts)

Eine lineare Beziehung ist dann zu erwarten, wenn der Term K_R/Y^* konstant und damit unabhängig von c ist. Ein entsprechender Kurvenverlauf ist in Abbildung 5.20 a skizziert. Im Falle eines konstanten Y^* -Wertes ist zudem auch K_R im Bereich der untersuchten Rißlängen konstant. Die Rißausbreitungskurve beginnt bei c_0 und endet bei c_m . Extrapoliert man die Gerade bis auf die Ordinate, so erhält man als Achsenabschnitt das Verhältnis K_{plat}/Y^* , was andeuten soll, daß bei unendlich langem Riß das Plateau der Zähigkeitskurve erreicht ist.

Zur Berechnung der Materialzähigkeit ist folgende Vorgehensweise nötig. Zunächst wird für verschiedene Rißlängen das Rißtiefenprofil ermittelt und daraus Y^* berechnet. Aus Y^* läßt sich bei linearer Rißausbreitungskurve (Abb. 5.20) der Eigenspannungsparameter X_M unmittelbar aus der Steigung X_M/Y^* festlegen. Mit bekannten Größen Y^* , X_M , P_i , σ_{app} und c ergibt sich dann die Rißzähigkeit analog Gleichung 17.

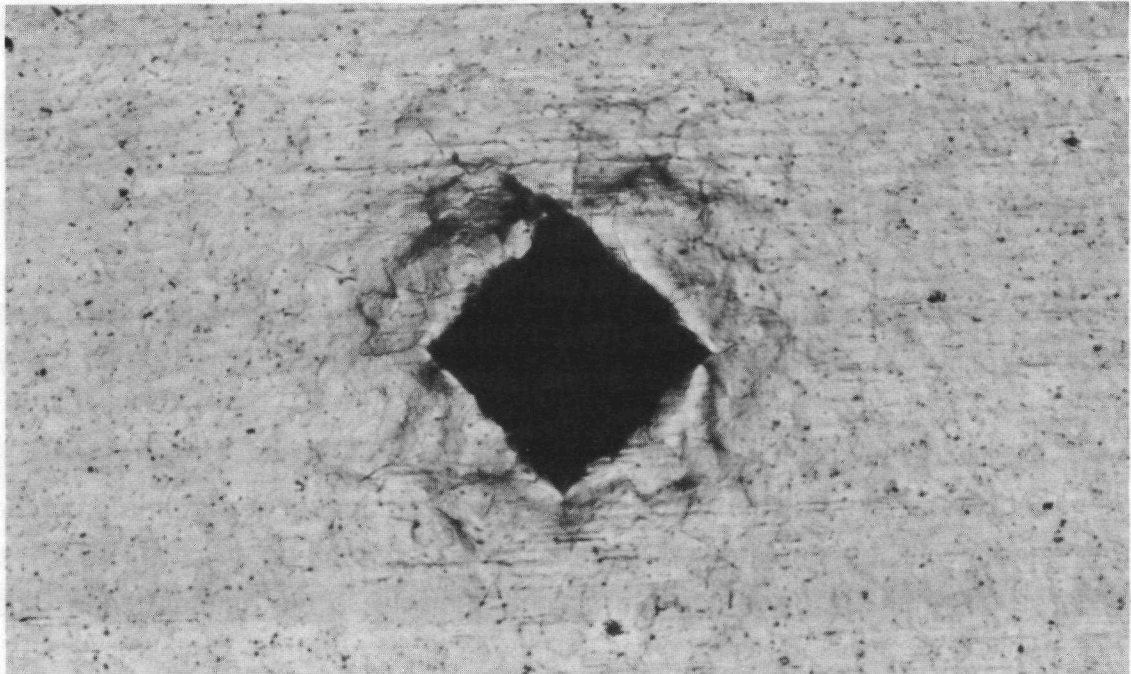
Mit Hilfe der in situ Rißbeobachtung sowie zusätzlicher Rißprofiluntersuchungen ist es somit erstmals möglich, die üblicherweise theoretischen Werte für X_M und Y^* direkt aus den experimentellen Meßdaten zu gewinnen und somit verlässliche Werte für die Zähigkeit von Oberflächenrissen zu erhalten. Weiterhin bietet diese Methode Informationen über den gesamten Verlauf der stabilen Rißverlängerung.

Bislang wurde lineares Verhalten bei der Rißausbreitungskurve in Abb. 5.20

angenommen. In der Tat entspricht dies dem Verhalten feinkörniger Keramik ohne langen, ausgeprägten R-Kurvenanstieg, wie in Kapitel 5.4 am Beispiel von Y-TZP gezeigt werden wird. Eine andere Kurvenform ist zu erwarten, wenn K_R in Beziehung 19 eine deutliche Änderung mit Rißverlängerung erfährt, mithin ausgeprägtes R-Kurvenverhalten vorliegt. Wenn K_R/Y^* mit wachsendem c zunimmt ergibt sich eine nach oben gekrümmte Rißausbreitungskurve im $\sigma_{app} \sqrt{c} - c^{3/2}$ Diagramm (Abb. 5.20 b). Somit ist aus der Form der Rißausbreitungskurve bereits unmittelbar zu entnehmen, ob das Material im Bereich stabiler Rißverlängerung zwischen c_0 und c_m ausgeprägtes R-Kurvenverhalten oder konstante Zähigkeit besitzt.

Im folgenden wird diese neue Methode zur Bestimmung der Rißzähigkeit durch Experimente an Y-TZP Keramiken mit einem sehr steilen R-Kurvenverhalten und an einer grobkörnigen Al_2O_3 -Keramik mit einem ausgeprägten, langreichweitigen R-Kurveneffekt /31, 55/ verifiziert.

An dem in Kapitel 5.2 untersuchten hochzähen Mg-PSZ konnte das neue Verfahren nicht angewendet werden, da selbst durch Vickers-Härteeindruck mit hoher Last (1000 N) keine definierten Risse erzeugt wurden (Abb. 5.21).



500 μm

Abb. 5.21: 1000 N Vickers-Eindruck in Mg-PSZ;
Radial um die Eindruckpyramide vorhandene Risse
ohne Vorzugsorientierung.

Aufgrund der durch den Härteeindruck induzierten starken Umwandlung in der Umgebung des Härteeindrucks, kommt es zu starken Verformungseffekten im Sinne von Aufwölbungen und zahlreichen Rissen. Da dabei keine Vorzugsorientierung auftritt, wurde darauf verzichtet, die Risse für eine direkte Auswertung der Reißfähigkeit (Kap. 5.3.2.1) oder für eine Auswertung über Reißausbreitungsexperimente zu verwenden.

5.4 Ergebnisse der Untersuchungen an Y_2O_3 -stabilisiertem ZrO_2 (Y-TZP) und Diskussion

Eine Untersuchung an "natürlichen" Oberflächenrissen war nicht erfolgreich, die Proben brachen ohne erkennbares Reißwachstum praktisch spröde, so daß die Methode des stabilen Wachstums von Härteeindrucksrissen angewandt wurde.

Zunächst wurde dazu in einer Reihe von Experimenten die Reißlängenabhängigkeit des Eigenspannungsterms durch eine doppelt-logarithmische Auftragung der Reißlängen über der Eindruckslast ermittelt. Zudem erfolgte eine direkte Untersuchung der exakten Tiefenprofile der so erzeugten Risse. Auf der Grundlage von Reißausbreitungsexperimenten wurde dann das Zähigkeitsverhalten ermittelt. Die Untersuchungen wurden durch Raman-Messungen ergänzt, welche die Umwandlungseffekte in dieser Keramik verdeutlichen.

5.4.1 Ermittlung des Reißtyps

Härteeindrücke verschiedener Last wurden auf polierten Oberflächen der beiden Y-TZP Qualitäten plziert. In Abbildung 5.22 sind zwei typische Beispiele derartiger Eindrücke in 3Y-TZP und in 4Y-TZP zu sehen.

Da die Eindruckslast in beiden Fällen gleich war, sind aus den Aufnahmen bereits Unterschiede zwischen den beiden Materialien zu entnehmen. Die Eindrücke selbst haben etwa dieselbe Größe (entspricht gleicher Härte). Da die entstandenen Risse im 3Y-TZP deutlich kürzer sind als im 4Y-TZP, ist von einer höheren Zähigkeit des 3Y-TZP auszugehen. Diese zunächst qualitativen Aussagen stimmen mit den Literaturdaten überein, die stets eine höhere Zähigkeit bei niedrigem Y_2O_3 -Gehalt angeben [131/.

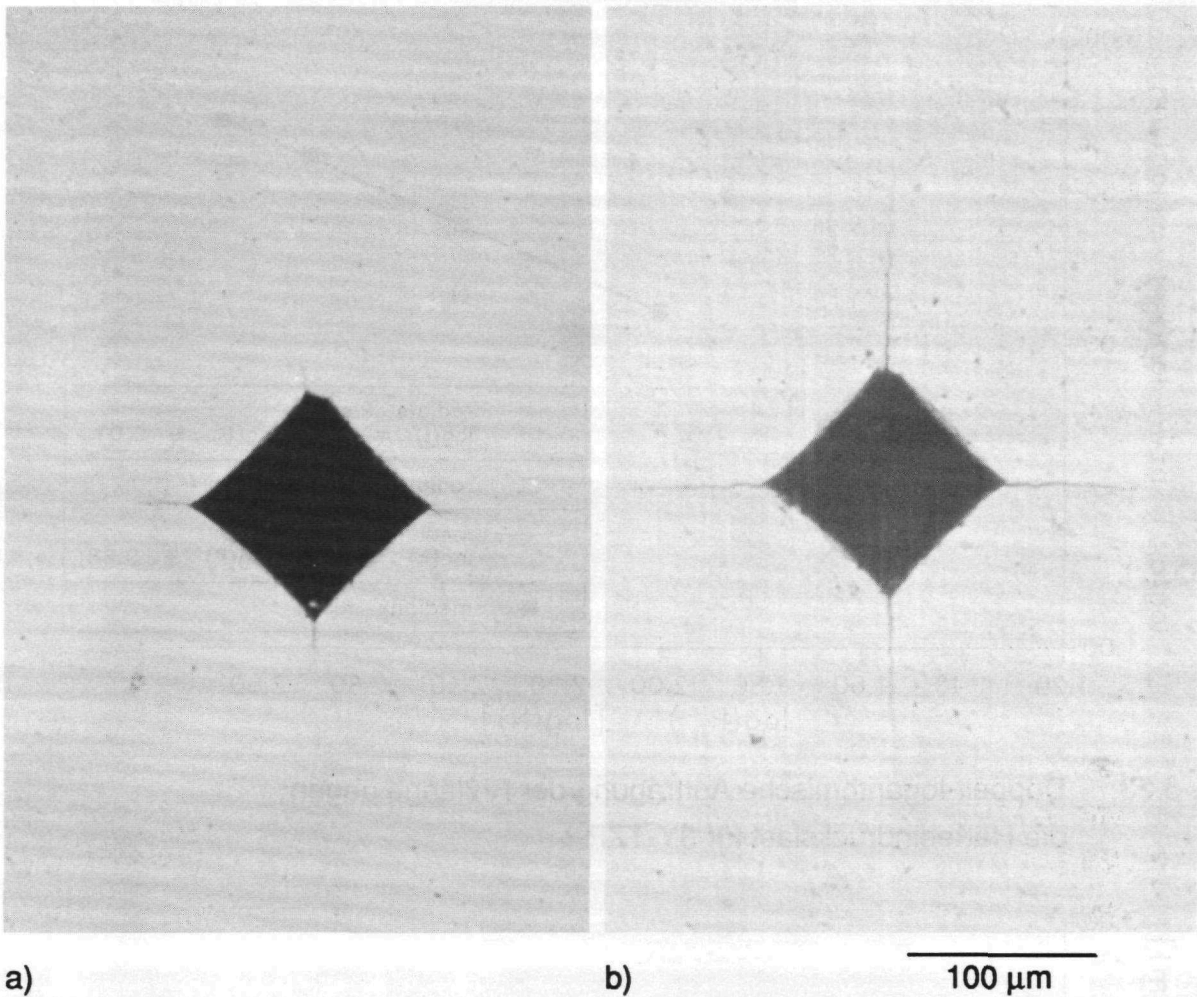


Abb. 5.22: a: 100 N Vickers-Eindruck in 3Y-TZP
b: 100 N Vickers-Eindruck in 4Y-TZP

Die Ergebnisse für unterschiedliche Härteeindruckslasten sind in den Abbildungen 5.23 und 5.24 dargestellt. Es wurde jeweils $\log(c_0)$ und $\log(l_0)$ über $\log(P_1)$ aufgetragen und die Werte dann mit der Methode der kleinsten Fehlerquadrate durch eine Gerade angenähert.

Die experimentellen Ergebnisse zeigten für das 4Y-TZP eine Steigung von 0,68 bei der medianen und 0,82 bei der radialen Auftragung. Da der mediane Wert sehr viel näher am theoretischen Wert von 0,67 liegt, beschreibt die mediane Beziehung das Materialverhalten offensichtlich besser. Eine ähnliche Aussage liefern die experimentellen Daten für 3Y-TZP. Auch hier ist das Materialverhalten besser durch die mediane Beziehung repräsentiert. Die Steigung ergibt einen Wert von 0,72 für die mediane Auftragung während er bei der radialen Auftragung 0,89 beträgt. Durch Experimente bei Eindrucks-

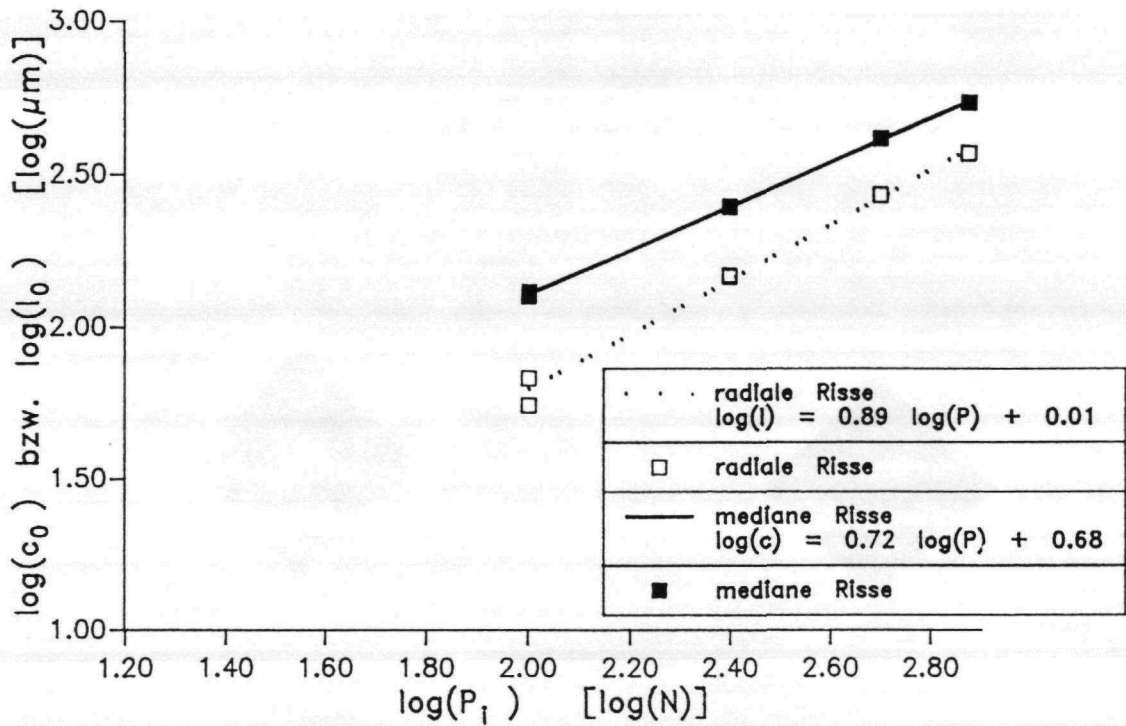


Abb. 5.23: Doppelt-logarithmische Auftragung der Rißlänge gegen die Härteeindruckslast für 3Y-TZP

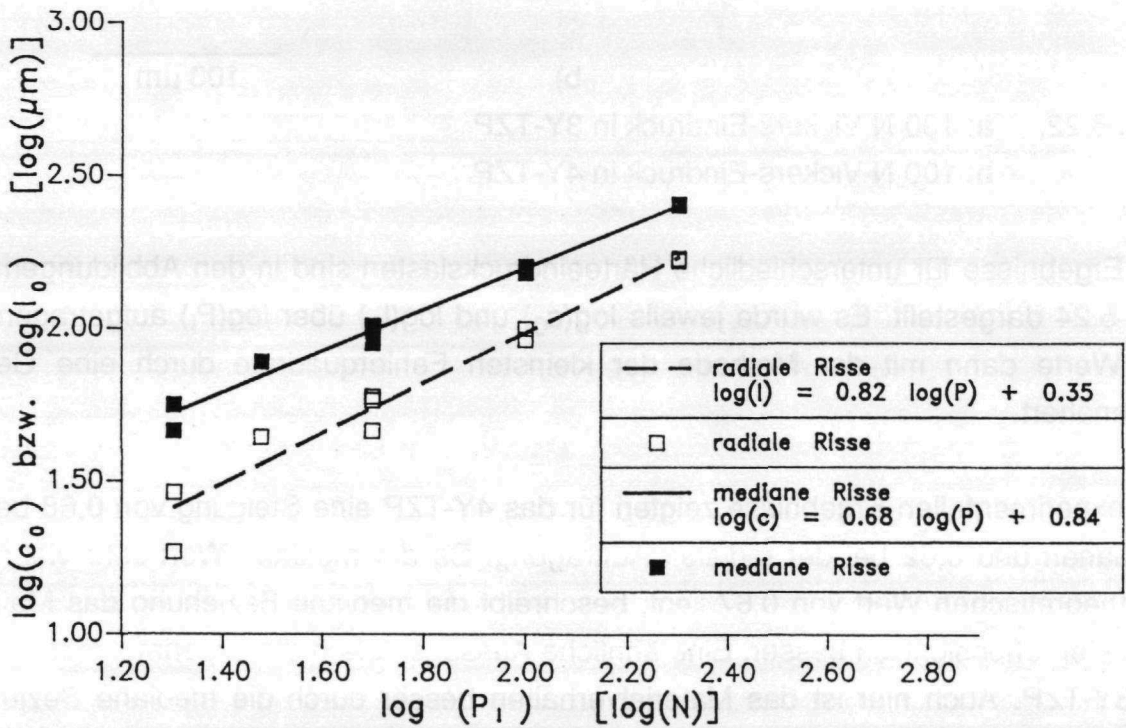


Abb. 5.24: Doppelt-logarithmische Auftragung der Rißlänge gegen die Härteeindruckslast für 4Y-TZP

lasten $P_i \geq 500$ N konnte von Kaliszewski /98/ eine noch bessere Übereinstimmung zwischen Theorie und Experiment nachgewiesen werden, so daß die etwas größere Abweichung von der Theorie durch den Einfluß der niedrigeren Eindruckslasten (100 und 250 N) in Abb. 5.25 zu erklären ist.

Durch die doppelt-logarithmische Auftragung der Oberflächenrißlänge bei verschiedenen Eindruckslasten wurde zusammenfassend für beide Keramiken ein Verhalten gemäß der medianen Beziehung (Gl.10) gefunden; bei 4Y-TZP gilt dies für $P_i > 30$ N und bei 3Y-TZP für $P_i \geq 500$ N.

5.4.2. Rißprofiluntersuchungen

Zur genauen Untersuchung des Ausgangsrißprofils nach dem Härteeindruck und dessen weiterer Entwicklung bei Rißfortschritt im Biegeversuch wurde die bereits bei den Mg-PSZ Keramiken erfolgreich angewendete Methode des schichtweisen Abpolierens benutzt. Im Falle des 4Y-TZP sind typische Ausgangsrißprofile von Härteeindrücken mit 300 N und 500 N in Abb. 5.25 zu sehen.

Die Ergebnisse zeigen, daß das tatsächliche Rißprofil über einen weiten Bereich radialen Charakter besitzt. Erst ab etwa 500 N Eindruckslast kommt es auch zur Ausbildung von medianen Rissen. Von den 4 Rissen, die von einem Vickers-Eindruck auf der Oberfläche ausgehen, bildet bei 500 N jedoch häufig nur ein Paar einen medianen Riß, die Teilrisse in der orthogonalen Richtung wachsen nicht zusammen. Bei allen radialen Profilen erkennt man, daß die Risse eine nierenförmige Gestalt aufweisen. Direkt unter dem Eindruck wird immer eine rißfreie Zone gefunden. Auch beim Zusammenwachsen der Risse bleibt diese Zone rißfrei.

Neben der Analyse der Rißprofile im Ausgangszustand ist für die Rißzähigkeitsermittlung insbesondere die Rißprofilentwicklung bei Rißausbreitung unter Biegebelastung von Interesse. Verschiedene Stadien der Rißausbreitung lassen sich an einer Biegeprobe untersuchen, wenn Härteeindrücke unterschiedlicher Last P_i gesetzt werden. Der von der höchsten Eindruckslast ausgehende Riß bestimmt die Versagensspannung der Probe. Risse von kleineren Eindruckslasten wachsen aber ebenfalls während der Biegebelastung und erreichen je nach Eindruckslast verschiedene Stadien der Rißverlängerung.

In Abbildung 5.26 ist neben Ausgangs- und Endkontur auch ein Zwischenstadium für einen anderen 50 N Eindruck zusammengefügt.

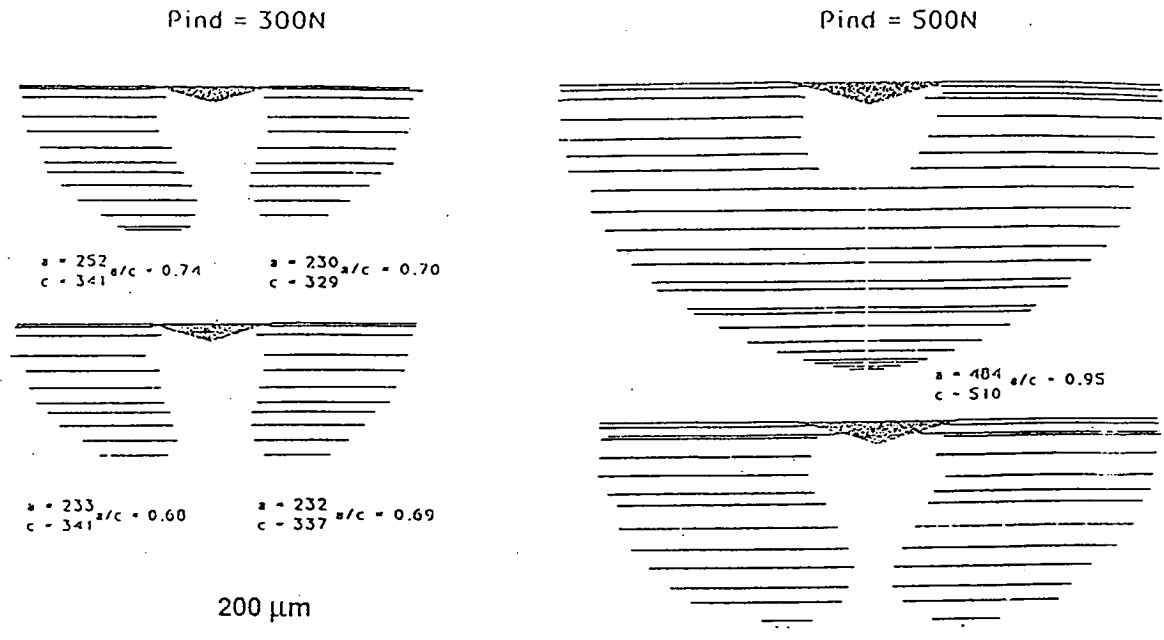


Abb. 5.25: Durch schichtweises Abpolieren ermittelte Rißtiefenprofile in 4Y-TZP für 2 Härteeindruckslasten. Jeweils die beiden zueinander orthogonalen Risse eines Vickers-Härteeindrucks sind abgebildet.

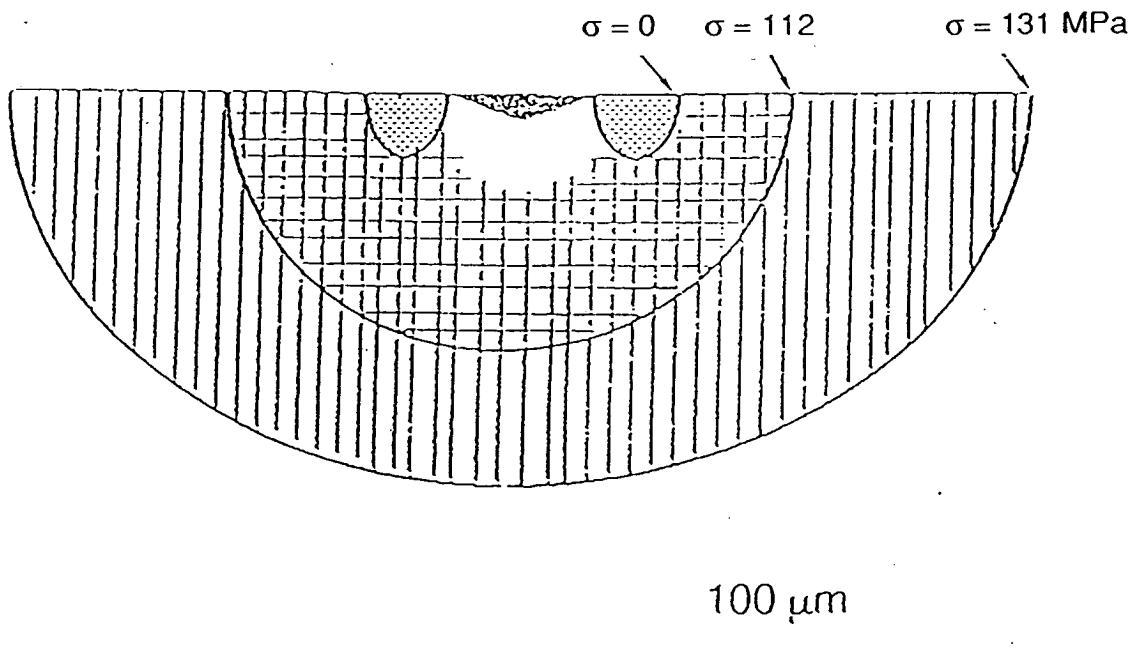


Abb. 5.26: Rißprofilentwicklung in 4Y-TZP für 50 N Eindruckslast bei Anwesenheit der Eigenspannungen des Härteeindrucks; die angegebenen Spannungen bezeichnen den Ausgangszustand ($\sigma = 0$), einen Zwischenzustand ($\sigma = 112 \text{ MPa}$) und den Endzustand ($\sigma = 131 \text{ MPa}$)

Experimentell wurde dabei so vorgegangen, daß das Endstadium der Rißverlängerung an einer Probe mit drei 50 N Eindrücken ermittelt wurde, während das Zwischenstadium aus einer Probe mit Eindrücken unterschiedlicher Last stammt, bei der das Probenversagen von einem 100 N Eindruck ausgelöst wurde. Der 50 N Riß war nur bis zur Versagensspannung der Probe von $\sigma = 112 \text{ MPa}$ gewachsen. Abbildung 5.26 gibt durch Zusammenfügen beider Ergebnisse die idealisierte Rißprofilentwicklung von 50 N Härteeindrucksrissen im Biegeversuch wieder. Diese geometrischen Informationen werden später für die Berechnung der Materialzähigkeit in Kapitel 5.4.3.2. benutzt.

Mit der gleichen Technik des schichtweisen Materialabtrags wurde auch die Rißprofilentwicklung an Proben untersucht, bei denen die Eigenspannungen des Härteteindrucks durch eine Glühung bei 1000°C entfernt worden waren. Die anschließenden Biegeexperimente zeigten eine deutlich kürzere Phase stabiler Rißverlängerung über wenige Mikrometer. Mit Hilfe der nach dem Probenbruch noch vorhandenen Risse von parallelen Härteeindrücken gleicher Last konnte wieder das Rißprofil bei Versagen ermittelt werden. Das Ergebnis ist in Abbildung 5.27 dargestellt.

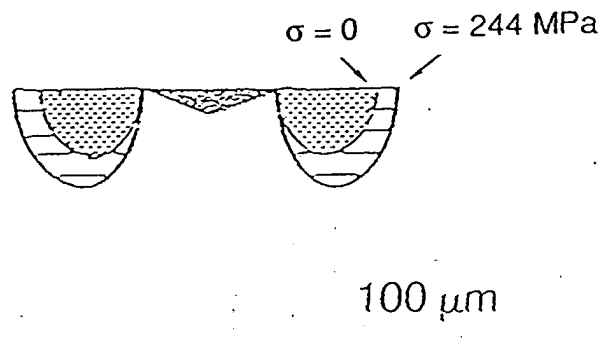


Abb. 5.27: Rißprofilentwicklung von 50 N Härteeindrucksrissen in geglühten 4Y-TZP Proben (Anfangs- und Endzustand)

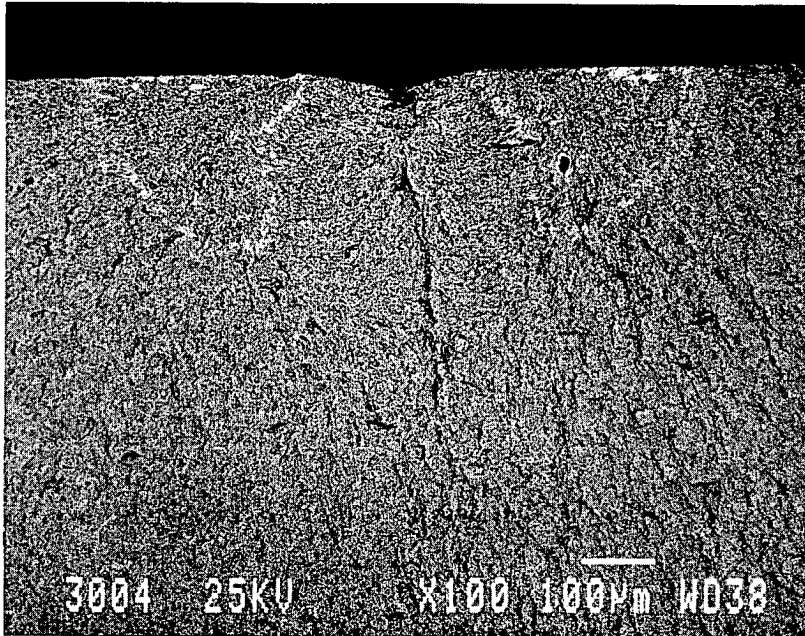
Im Vergleich mit Abb. 5.27 wird der Unterschied in der jeweils erreichten Rißverlängerung deutlich.

Zur Ermittlung des Rißprofils in 3Y-TZP wurde ein Eindringverfahren benutzt, bei dem die Rißflächen vor dem Probenbruch mit Hilfe einer Blei-Acetat Lösung /132, 133/ markiert wurde. Auf die Probenoberfläche wurde ein Tropfen der Schwermetall-Lösung gegeben und der Vickers-Eindruck durch diesen Tropfen gesetzt. Nachdem die Markierungslösung im Riß getrocknet war, wurde die Probe im schnellen Biegetest gebrochen.

Ein rißverlängernder korrosiver Einfluß der Blei-Acetat Lösung kann bei 3Y-TZP nach Untersuchungen von Kaliszewski /98/ praktisch ausgeschlossen werden.

Die Untersuchung des Rißprofils erfolgt nach dem Probenbruch mit Hilfe des Raster-Elektronenmikroskop (REM), wobei unter Rückstreu-Bedingungen (Backscatter) die

a



b

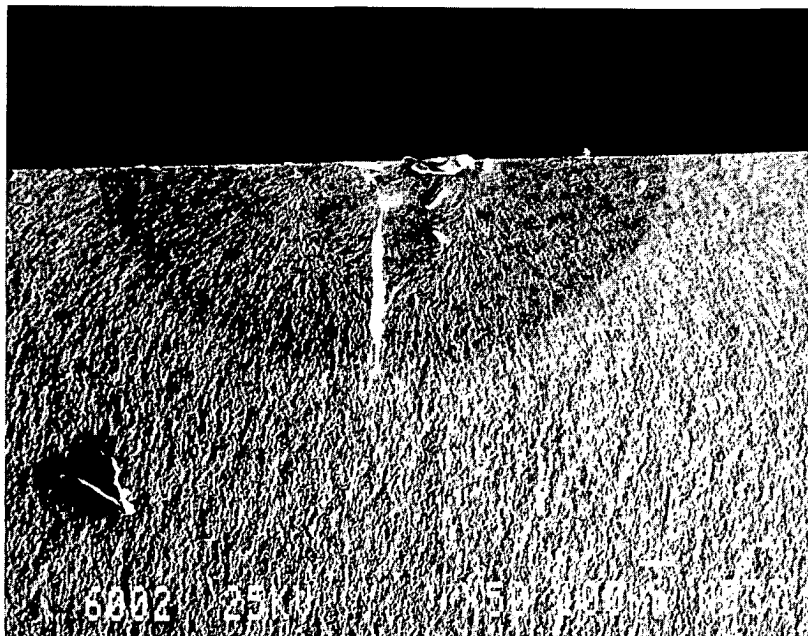


Abb. 5.28: Rißprofilentwicklung in 3Y-TZP

a: REM-Aufnahme des Rißprofils nach dem Setzen des Härteeindrucks

b: REM-Aufnahme nach Rißverlängerung im Biegeversuch

unterschiedliche Atomzahl von Zr und Pb für die Unterscheidung zwischen markierter und nicht markierter Bruchfläche benutzt wurde. Dabei konnte auch in diesem Material analog zum 4Y-TZP ein radiales Rißprofil ermittelt werden. In Abbildung 5.28 sind die REM-Aufnahmen eines typischen 500 N Rißprofils nach dem Härteeindruck und nach Verlängerung zu sehen.

Auch bei Eindruckslasten von 4000 N war noch kein Übergang zu medianer Rißgeometrie vorhanden /98/.

Die Rißprofilentwicklung dieser Keramik im Biegeversuch wurde ebenfalls mit der Blei-Acetat Methode verfolgt. Ausgehend von 500 N Härteeindrucksrissen wurden die Proben in 4PB auf eine bestimmte Spannung gebracht und dann mit der Bleiacetat Lösung in Kontakt gebracht. Nach 10 Minuten Einwirkzeit unter Last wurden die Proben entlastet und nach dem Trocknen und schnellem Probenbruch hinsichtlich der Bruchflächenkontraste im REM untersucht. Dabei zeigte sich, daß das Blei-Acetat die verlängerten Risse nicht vollständig benetzt hatte. Allerdings konnte zusätzlich zu der geringen Markierung durch das Blei-Acetat ein deutlicher Kontrastunterschied - vermutlich infolge eines veränderten Mikrobruchmodus - erkannt werden. Somit war es möglich, für die verschiedenen Stadien der Rißverlängerung das a/c-Verhältnis zu ermitteln. Aus den Untersuchungen geht hervor, daß das Rißprofil beim Wachstum im Biegeversuch schnell semi-elliptische Gestalt mit einem Verhältnis von $a/c \approx 0,7$ annimmt und über den weiteren Bereich der Rißverlängerung konstant bleibt.

Ein Vergleich der lichtmikroskopisch auf der Probenoberfläche gemessenen Rißlängen mit den Rißprofilaten aus der REM-Beobachtung zeigt darüber hinaus, daß das Bleiacetat nicht in jedem Fall in die Spitze der wenig geöffneten Oberflächenrisse gelangte. Die Ergebnisse der lichtoptischen Messung ergaben z.T. 20 bis 50 μm längere Risse, was einem Fehler von ca. 15 % bei der Anfangsrißlänge entspricht. Deshalb wurde für die K_R -Berechnung auch nur die generelle Form des Rißprofils aus den Markierungsversuchen entnommen, während die Rißlängen mit dem Lichtmikroskop ermittelt wurden.

Zusammenfassend kann zu den Untersuchungen der Rißprofile von Y_2O_3 stabilisiertem ZrO_2 festgehalten werden, daß die radialen Risse ein nierenförmiges Profil aufweisen. Beim 3Y-TZP über einen größeren Lastbereich bestimmend als beim 4Y-TZP. Interessanter Weise zeigt dazu im Gegensatz die Auftragung der Rißlänge als Funktion der Eindruckslast für beide Materialien ein Eigenspannungsverhalten, das der medianen Theorie entspricht.

Als Erklärung für dieses gegensätzliche Verhalten bieten Pajares Vicente et al. /134/ ein Modell an, das von einem höheren Widerstand gegen Rißwachstum, d.h. höherer Zähigkeit, in einer Zone unterhalb des Eindrucks ausgeht. Es wird angenommen, daß es durch stark erhöhte Umwandlungsaktivität zum Aufbau einer Druckspannungszone kommt, die ein Wachstum von Rissen in diese Zone hinein verhindert und somit nur radiale Rißbildung ermöglicht. Mit dieser Modellvorstellung ist dann auch zu verstehen, daß bei niedrigerem Y_2O_3 -Gehalt aufgrund stärkerer Umwandlung das radiale Rißprofil über einen größeren Lastbereich gefunden wird. In Kapitel 5.4.5 werden bezüglich dieses Modells durchgeführte Raman-Experimente vorgestellt.

Im Einklang mit dieser Modellvorstellungen und den Ergebnissen aus Abb. 5.23 und 5.24 wurde eine $c^{3/2}$ Abhängigkeit für den Eigenspannungsterm bei der Rißzähigkeitsermittlung gewählt.

5.4.3 Rißausbreitungsexperimente und K_R -Berechnung in 4Y-TZP

5.4.3.1 Ohne Eigenspannungen ($K_{res} = 0$)

Um die Eigenspannungen des Härteeindrucks zu eliminieren, wurden Proben nach dem Einbringen des Härteeindrucks bei 1000°C gegläht. Bei einem anschließenden Biegeexperiment sollte der Riß mit seiner Verlängerung am Beginn der R-Kurve starten, so daß beim weiteren Wachstum die Tangentenbedingung (Gl.5 und 6) die Instabilität bestimmt.

Obwohl das Ausmaß an stabilem Rißwachstum außerordentlich gering (Abb. 5.27) war, dokumentiert die Möglichkeit stabiler Rißverlängerung eindeutig das R-Kurvenverhalten von 4Y-TZP. Allerdings wuchsen die beiden radialen Teilrisse unkorreliert und mußten daher für die Ermittlung der Rißzähigkeit als Einzelrisse betrachtet werden. Trotz des begrenzten Rißwachstums konnten aus den Rißausbreitungsexperimenten mehrere Wertepaare der angelegten Spannung σ_{app} und jeweiligen Rißlänge a für eine Auswertung gemäß Gleichung 2 gewonnen werden. Der Geometriefaktor wurde auf der Grundlage konsistenter Rißprofilentwicklung nach Newman und Raju /23/ zwischen Anfangs- und Endprofil durch lineare Interpolation der Zwischenschritte ermittelt /135/.

Der ansteigende Bereich der R-Kurve konnte auf diese Weise für verschiedene Härteeindruckslasten bestimmt werden und ist in Abbildung 5.29 wiedergegeben.

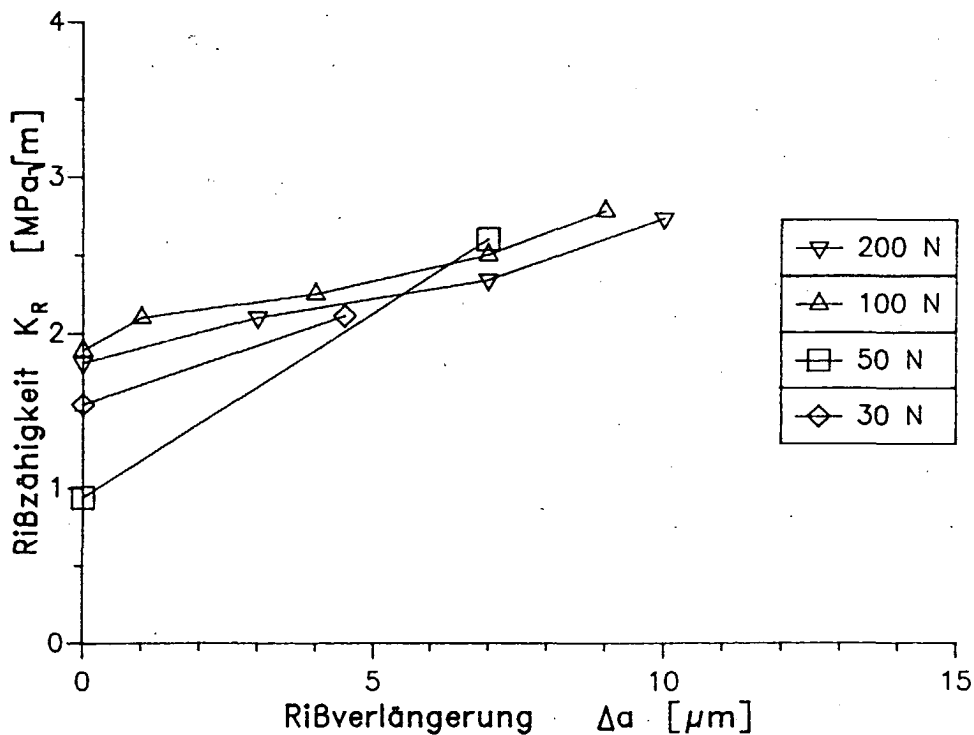


Abb. 5.29: Ansteigender Bereich der R-Kurve von Oberflächenrissen in 4Y-TZP

Demnach charakterisiert ein Anstieg der Zähigkeit über 5 - 10 μm Rißverlängerung von etwa 0.8 auf 2,8 MPa $\sqrt{\text{m}}$ die Anfangsphase der R-Kurve von 4Y-TZP. Dieses steile R-Kurvenverhalten stimmt sehr gut mit Literaturangaben für 2,5 und 3Y-TZP /130, 136/ überein.

5.4.3.2 Mit Eigenspannungen ($K_{\text{res}} \neq 0$)

Beim Biegeexperiment ohne vorheriges Freiglühen der Härteeindrucks-Eigenspannungen kommt es durch die Überlagerung von K_{res} und K_{app} wie in Abbildung 5.20 gezeigt, zu einer längeren Phase stabiler Rißverlängerung, wobei mit der in situ Beobachtungstechnik neben den mechanischen σ_{app} -Werten auch die jeweilige aktuelle Rißlänge c an der Probenoberfläche erfasst werden konnte. Eine Auftragung dieser Meßdaten für verschiedene Eindruckslasten ist gemäß Gleichung 19 in Abbildung 5.30 wiedergegeben. Dabei erfolgte eine Normierung der $c^{3/2}$ -Werte mit der jeweiligen Härteeindruckslast P_i .

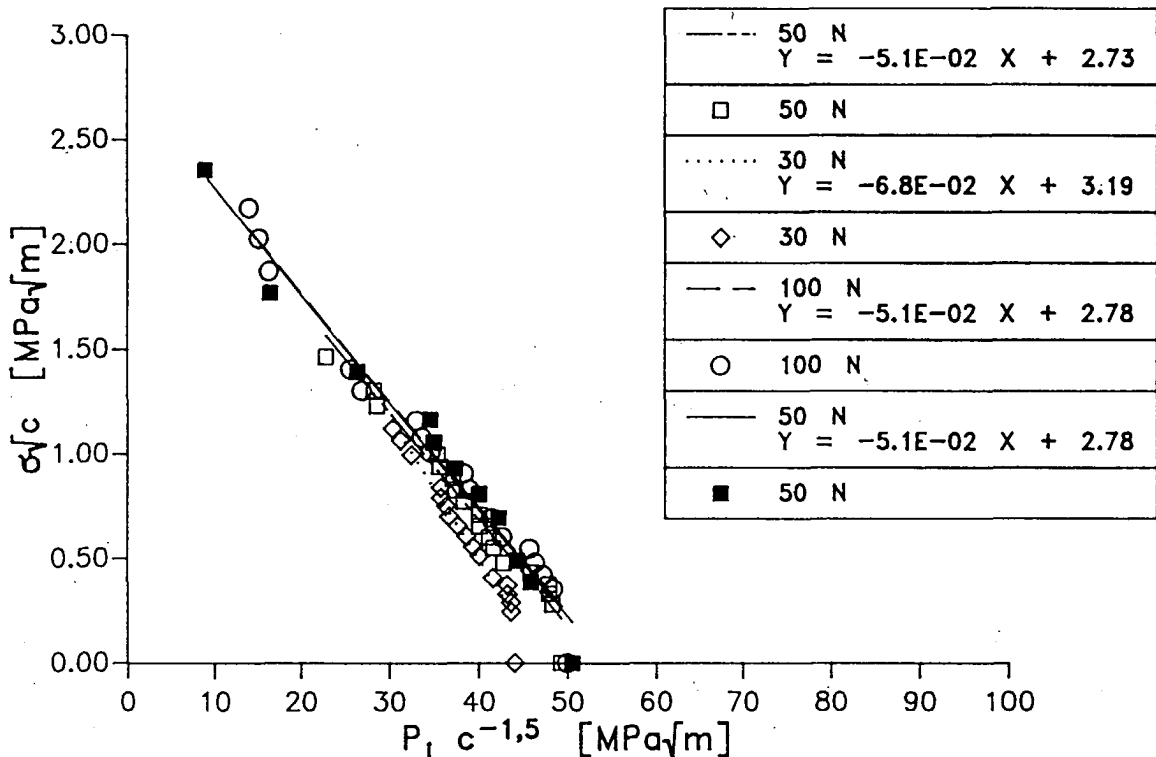


Abb. 5.30: Rißausbreitungskurven für 30, 50 und 100 N Härteeindrucksrisse in 4Y-TZP; Normierung der Rißlänge mit Härteeindruckslast P_i .

Durch die Normierung mit P_i fielen die Kurven für verschiedene Eindruckslasten zusammen. Dabei zeigte das lineare Verhalten, daß nicht nur die Anfangsrißlänge, sondern auch die weitere Rißausbreitung durch medianes Eigenspannungsverhalten charakterisiert wird. Die Steigung der Rißausbreitungskurven wurde übereinstimmend für alle 50 N und den 100 N Eindruck mit 0,051 ermittelt. Dieser Wert stellt das Verhältnis X_M/Y^* dar. Mit bekanntem Wert für den Geometriefaktor Y^* läßt sich über die Steigung der Rißausbreitungskurve X_M/Y^* der Eigenspannungsfaktor X_M rein auf der Grundlage der experimentellen Daten ermitteln.

Eine Bestätigung für die Anwendbarkeit dieser Auftragung zur Charakterisierung des Materialverhaltens, wird darin gesehen, daß die Meßergebnisse der verschiedenen Härteeindruckslasten relativ gut zusammenfallen. Die leichte Abweichung der Daten des 30 N Eindrucks ist möglicherweise durch eine anfänglich zu geringe Rißlänge im Vergleich zur Härteeindrucksgröße bedingt. Bei diesem Riß und einem 50 N Riß wurden die Daten nicht bis zum Versagen ermittelt, da die Risse in einer Probe mit mehreren Eindrücken unterschiedlicher Last wuchsen und nicht zum Versagen führten.

Der Plateauwert der R-Kurve wurde auf der Grundlage der 50 N Rißausbreitungsexperimente bestimmt, da ausführliche Informationen über die Rißprofilentwicklung (Abb. 5.26) vorlagen. Mit der Kenntnis des Rißprofils war die Berechnung des Geometriefaktors Y^* möglich.

Am Beispiel der in Abb. 5.26 wiedergegebenen Rißprofilentwicklung wird die Ermittlung der Rißzähigkeit nachfolgend dargestellt. Zunächst wird nach Newman und Raju [23] der Wert von Y^* für die beiden Rißprofile berechnet. Für den kürzeren Riß ($a = 151 \mu\text{m}$, $c = 170 \mu\text{m}$) ergibt sich $Y^*_1 = 1.065$ und für den längeren Riß ($a = 232 \mu\text{m}$, $c = 319 \mu\text{m}$) entsprechend $Y^*_2 = 1.0037$. Die zugehörigen Eigenspannungswerte betragen $X_{M,1} = 0,0545$ und $X_{M,2} = 0,0513$.

Damit sind zusammen mit den Spannungswerten alle Informationen vorhanden, um die Rißzähigkeit nach Gleichung 17 zu berechnen. Für die beiden untersuchten Rißprofile ergibt sich $K_{R,1} = 2,78 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ bzw. $K_{R,2} = 2,8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Beide K_R -Werte sind trotz des dazwischenliegenden Rißwachstums von $\Delta c = 149 \mu\text{m}$ praktisch identisch, was belegt, daß in beiden Fällen das Plateau der R-Kurve bereits erreicht wurde. Die Werte schließen zudem im Bezug auf das Zähigkeitsniveau an die Ergebnisse der Untersuchung geglühter Proben an, so daß auch dieser Sachverhalt als Erreichen des Plateauwertes angesehen werden muß.

Die Rißausbreitungskurven in Abbildung 5.30 bieten zusätzlich die Möglichkeit, auf die Zähigkeit nach großer Rißverlängerung ($c^{3/2}$ geht gegen Null) zu extrapolieren. Alle Kurven haben einen gemeinsamen Schnittpunkt mit der Y-Achse bei etwa $2,77 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Dieser Wert entspricht nach Abbildung 5.20 dem Verhältnis K_{plat}/Y^* . Zur Ermittlung von K_{plat} muß daher mit Y^* multipliziert werden. Verwendet man den Y^* -Wert, der bei Instabilität gefunden wurde, so ergibt sich eine Plateauzähigkeit von $2,78 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Auch dieser Wert liegt im Bereich der zuvor ermittelten K_R -Werte.

Die vollständige R-Kurve des untersuchten 4Y-TZP kann somit durch Kombination der ohne und mit Eigenspannung ermittelten Kurvensegmente zusammengesetzt werden (Abb. 5.31).

Nach einem sehr steilen Anstieg zeigt das Material eine Plateauzähigkeit von $K_{\text{plat}} \approx 2,8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Dieser Wert ist bedingt durch den geringen Anteil umwandelbarer tetragonaler Phase relativ niedrig. Durch den kurzen Bereich stabiler Rißverlängerung wird jedoch auch deutlich, daß das Material eine relativ hohe Festigkeit besitzen muß.

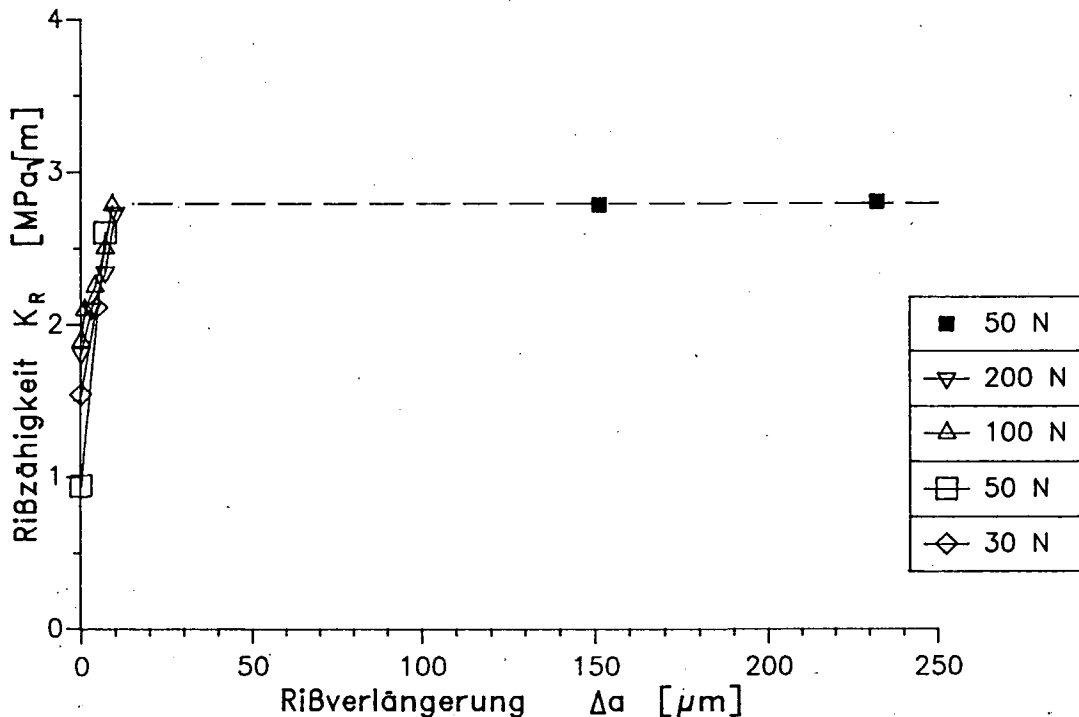


Abb. 5.31: Vollständiger R-Kurvenverlauf von Oberflächenrissen in 4Y-TZP

(Gleichung 2). Ausgehend von einem halbkreisförmigen RiB, wie er bei der Festigkeitsmessung im Biegebruchexperiment als versagensauslösend angesehen werden kann, mit $a_c = 10 \mu\text{m}$ und $Y = 1,17$ /23/ ergibt sich mit der gemessenen Zähigkeit eine Materialfestigkeit von 750 MPa. Dieser Wert liegt im Bereich der Biegefestigkeit (vergl. Tab.4.1), was die Zusammenhänge zwischen Festigkeit und Zähigkeit über die R-Kurvensteigung bestätigt.

5.4.3.3 Vergleich mit der K_{IC} -Bestimmung nach Anstis et al. /122/

Hierzu muß zunächst der nach Anstis et al. konstante Eigenspannungsfaktor X_M gemäß Gleichung 16 berechnet werden, was die Kenntnis der Härte und des E-Moduls erfordert. Die Vickers-Härte wurde aus Eindrücken unterschiedlicher Last bestimmt /137/. Es ergab sich für das untersuchte 4Y-TZP eine Härte von $H = 12,9 \pm 0,3 \text{ GPa}$. Mit einem Elastizitätsmodul von $E = 210 \text{ GPa}$ /97, 108/ wurde ein mittlerer Wert von $X_M = 0,0646$ ermittelt. Die Berechnung der Zähigkeit aus Gleichung 10 /122/ ergibt für unterschiedliche Härteeindruckslasten einen Mittelwert von $K_R = 3,2 \pm 0,13 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Verglichen mit der Plateauzähigkeit aus den RiBausbreitungsexperimenten liegt dieser

Wert etwa 15 % höher. Dies drückt sich auch im Vergleich der jeweils benutzten Vorfaktoren X_M aus. Nach der Anstis Methode erhält man einen etwa 18 % höheren Wert als bei der Berechnung aus der Steigung der Rißausbreitungskurve.

Zusammenfassend kann gesagt werden, daß die Anstis Methode relativ nah an den mit der neuen Methode berechneten Zähigkeitsdaten liegt. Die Annahme eines konstanten und zu hohen X_M -Wertes liefert bei Anstis et al. höhere Werte als die vollständig auf experimentellen Rißkenndaten beruhende Auswertung nach der neuen Methode. Die in situ Technik der Erfassung des gesamten Bereiches der stabilen Rißausbreitung sollte daher auch als Kalibrierverfahren für die experimentell wesentlich einfacher zu handhabende Anstis-Methode Bedeutung gewinnen.

5.4.3.4 Rißausbreitung nach kurzer Glühung bei 800°C

Neben dem linearen Verlauf der Rißausbreitungskurve (Abb. 5.30) fiel der bei Rissen von drei Härteeindruckslasten vorhandene leichte Versatz zu Beginn des Rißwachstums auf. Die Härteeindrucksrisse, von denen angenommen wird, daß sich ihre Länge aus dem Gleichgewicht von Eigenspannungsintensität und Materialzähigkeit ergibt, wuchsen nicht sofort bei Anlegen der zusätzlichen äußeren Biegespannung. Dieses Phänomen war auch bei einer parallelen Untersuchung an nicht umwandlungsverstärktem Si_3N_4 /138/ aufgefallen.

Als Ursache für dieses Materialverhalten müssen Spannungsumlagerungen in Betracht gezogen werden, wie sie sich beispielsweise durch die zeitabhängige Bildung von lateralen Rissen /120/ oder durch Umwandlungsvorgänge in ZrO_2 enthaltenden Keramiken ergeben können. Die letzte Hypothese wurde in Stichprobenexperimenten mit 4Y-TZP näher verfolgt.

Qualitativ konnte festgestellt werden, daß der Versatz zu Beginn einer Rißausbreitungskurve höher war, wenn zwischen dem Setzen des Härteeindrucks und dem Belastungsexperiment eine größere Zeitspanne lag. Dies konnte durch eine Rißausbreitungsmessung an einer Probe bestätigt werden, die vor dem Einbringen des Härteeindrucks bei 1000°C geglüht worden war und sofort nach dem Eindruck untersucht wurde. Die gemessene Rißausbreitungskurve (offene Karos) lag in guter Übereinstimmung mit den anderen 50 N Experimenten (offene Quadrate) in Abb. 5.32, zeigte aber darüber hinaus, daß bei sofortigem Start der Rißausbreitung nach dem Einbringen des Härteeindrucks kein bzw. ein geringerer Offset gemessen werden konnte.

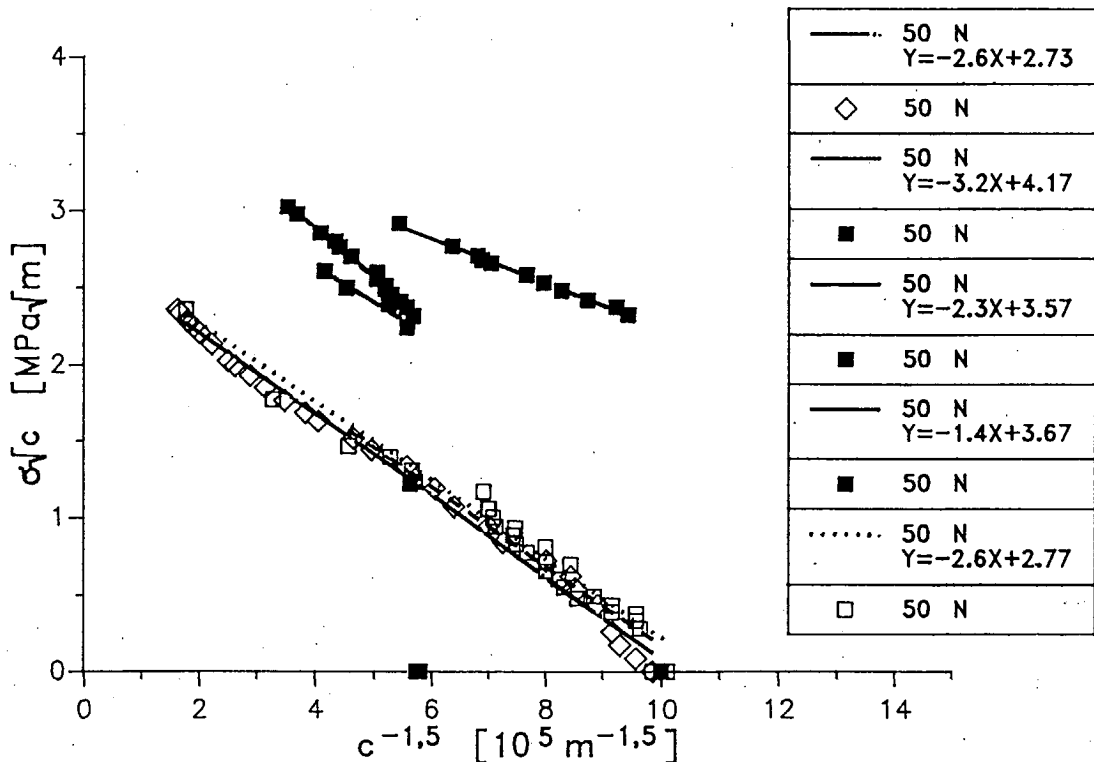


Abb. 5.32: Rißausbreitungskurven an 50 N Härteeindrucksrissen in 4Y-TZP bei unterschiedlichen Probenzuständen (Offene Symbole; ohne WB nach dem Setzen des Eindrucks; ausgefüllte Symbole: mit WB nach Setzen des Härteeindrucks)

Um den Effekt einer umwandlungsbedingten Abnahme von K_{res} weiter zu untersuchen, wurde auf Anregung von Heuer /139/ eine thermomechanische Versuchsreihe durchgeführt. Dazu wurden Proben nach dem Einbringen des Härteeindrucks (50 N) bzw. nach bereits erfolgter Rißverlängerung und Ausbildung eines medianen Rißprofils vergleichbar dem Zwischenstadium in Abb. 5.26 einer 3-minütigen Kurzzeit-Glühung bei 800°C unterzogen. Dadurch sollte allein eine m-t Rückumwandlung bewirkt werden, ohne diffusionsgesteuerte Prozesse wie Versetzungswandern zu initiieren. Nach der Kurzzeit-Glühung wurden die Proben im Rißausbreitungsexperiment bis zum Bruch belastet. Die entsprechenden Rißausbreitungskurven sind zusammen mit den zuvor gezeigten Kurven für 50 N Eindruckslast (Abb. 5.30) in Abb. 5.32 dargestellt.

Die Rißausbreitungskurven der kurzzeit-geglühten Proben zeigen deutlich ein völlig anderes Verhalten als ungeglühte Proben. Eine signifikante Verschiebung der Kurven hin zu höheren angelegten Spannungsintensitäten $\sigma_{app}\sqrt{c}$ konnte für alle drei Experimente festgestellt werden. Unabhängig davon ob der Härteeindrucksriß vor der

Glühung bereits stabil verlängert worden war oder nicht, konnte eine Verschiebung des Einsatzpunktes für Rißwachstum von $\Delta\sigma_{app}\sqrt{c} \approx 2,3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ festgestellt werden. Danach trat dann wieder stabiles Rißwachstum bei Erhöhung der Biegespannung auf, was beweist, daß durch die Kurzzeit-Glühung keineswegs alle Eigenspannungen abgebaut waren. Allerdings deutet sich trotz erheblicher Streuung eine verminderte Steigung der Rißausbreitungskurven an, was einer Verminderung von K_{res} entspricht. Damit steht auch im Einklang, daß die Risse nicht auf die volle Versagenslänge der Experimente mit ungeglühten Proben verlängert werden konnten. Die Instabilitätsbedingung wurde bereits bei einer kürzeren Rißlänge als $2,52 c_0$ erreicht /37, 129/.

Die Rißausbreitungskurven der bisher durchgeführten Tests zeigen keine eindeutige Tendenz bezüglich ihres Schnittpunktes mit der Ordinate. In allen Fällen ist aber ein höherer Wert gegenüber $\sigma_{app}\sqrt{c} \approx 2,8$ für die unbehandelten Proben festzustellen. Der Versatz betrug im Mittel $\Delta\sigma_{app}\sqrt{c} \approx 1 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Die offensichtlich höhere Endzähigkeit steht zunächst im Widerspruch zu der Vorstellung, daß eine Wärmebehandlung nach dem Einbringen des Härteeindrucks eher Rißwachstum bei niedrigerer Rißzähigkeit fördert (vgl. Kap.5.4.3.1). Außerdem war bereits nachgewiesen worden, daß eine Wärmebehandlung des Materials vor dem Setzen des Eindrucks keine Erhöhung der Materialzähigkeit bewirkt. Daher sind als Erklärung für das gefundene Phänomen der "Zähigkeitserhöhung" durch Kurzzeit-Glühung nur mikrostrukturelle Änderungen im unmittelbaren Umfeld des Risses bzw. Härteeindrucks denkbar.

Untersuchungen von Martinez-Fernandez et al. /140/ zeigten eine autokatalytische t-m Umwandlung im Umfeld eines Vickers-Eindrucks in 3,4Y-PSZ bei leicht erhöhten Temperaturen ($\geq 200^\circ\text{C}$). Mit Hilfe der Raman-Spektroskopie konnte ein ähnlicher autokatalytischer Vorgang in 3Y-TZP nachgewiesen werden /141/. Dieser Vorgang führte zu einer Zone erhöhter m-ZrO₂ Konzentration um den Härteeindruck. Durch die Kurzzeit-Glühung bei 800°C läuft offensichtlich im Zusammenwirken mit den vorhandenen Eigenspannungen eine solche autokatalytische t-m Umwandlung bevorzugt ab. Die entstehende konzentrische Zone erhöhten m-Gehaltes baut Druckspannungen auf, die lokal in unmittelbarer Umgebung des Härteeindrucks rißschließend wirken. Durch diese lokale Abschirmung der Rißspitze gegenüber der außen angelegten Biegespannung ergibt sich makroskopisch eine erhöhte Rißzähigkeit. In Abb. 5.33 ist die Situation an einem Härteeindruck nach der Kurzzeit-Glühung skizziert.

Extreme Vorsicht scheint also geboten im Hinblick auf die Unterscheidung zwischen materialspezifischen und prüfmethodisch bedingten Rißzähigkeitswerten. Im konkreten

Fall stellt die höhere Rißzähigkeit ein Artefakt dar, weil die Kurzzeit-Wärmebehandlung die Keramik generell nicht zäher macht.

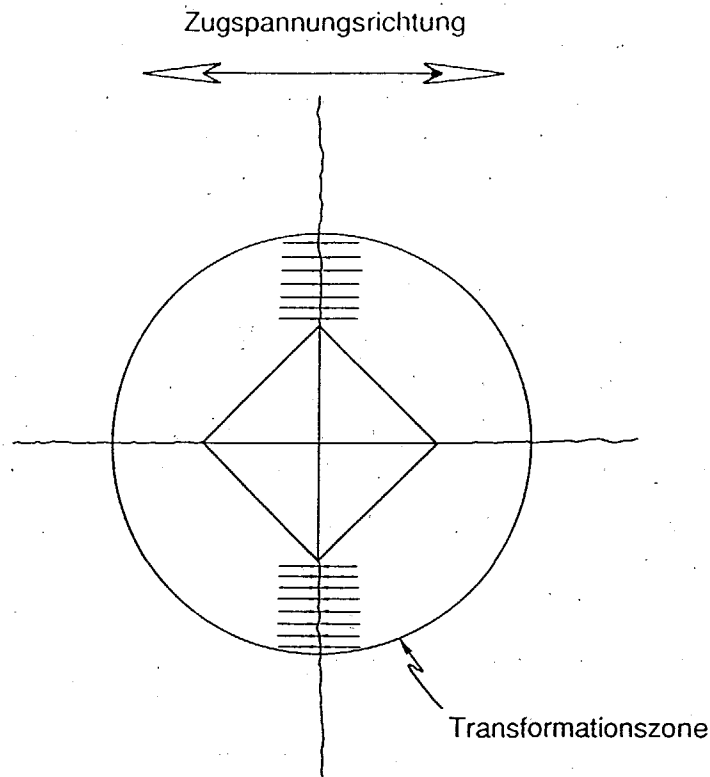


Abb. 5.33: Skizze zum Einfluß der konzentrischen Zone erhöhten m-Gehaltes nach 800°C Kurzzeit-Glühung auf das Rißausbreitungsverhalten; die durch die autokatalytische t-m Umwandlung erzeugten Druckspannungen müssen durch höhere äußere Biegespannungen aufgehoben werden.

Es sollte hier aber hervorgehoben werden, daß ohne die neu geschaffene apparative Möglichkeit einer in situ Verfolgung des Rißausbreitungsverhaltens sowie der Auswertung mit Hilfe mikrostruktureller Nachweisverfahren (Raman-Spektroskopie) ein solches Materialverhalten nicht erkannt worden wäre.

5.4.4 Rißausbreitungsexperimente und K_R -Berechnung in 3Y-TZP

Aus der Literatur [130, 131, 136] ist bekannt, daß eine Erniedrigung des Y_2O_3 -Gehaltes in Y-stabilisiertem ZrO_2 zu einer Erhöhung der Rißzähigkeit führt. Um diese Aussagen

auch mit Hilfe der neuen Untersuchungsmethode für das stabile Wachstum von Härteeindrucksrissen im Biegeversuch (Kapitel 5.3.2.3) zu verifizieren, wurden mit 3Y-TZP (3 Mol.-% Y_2O_3) entsprechende Rißausbreitungsexperimente durchgeführt. Aufgrund der Ergebnisse aus den Untersuchungen zum Rißprofil aus Kapitel 5.4.1 wurden in dieser Keramik 500 N Eindrücke für die Bildung der Ausgangsrisse verwendet. Die Experimente wurden an Proben mit Härteeindruckseigenstressungen durchgeführt, da nur für diese Situation Informationen über die Rißprofilentwicklung (Kapitel 5.4.2) vorlagen.

Das 3Y-TZP liegt im Anlieferungszustand in reduzierter Form vor, da es unter Luftabschluß heiß-isostatisch hergestellt wird /142/. Das ZrO_2 liegt dann nicht mehr stöchiometrisch vor, sondern als ZrO_{2-x} . Der Wert für x hängt von den Herstellbedingungen ab, kann aber durchaus Werte $> 0,1$ annehmen. Durch eine Luft-Glühung bei $1250^\circ C$ für 2 Stunden konnte das Material wieder oxidiert werden. Rißausbreitungstudien wurden an beiden Materialzuständen vorgenommen.

5.4.4.1 Rißausbreitung mit Eigenstressungen ($K_{res} \neq 0$)

Die gemessenen Rißausbreitungskurven für reduziertes und oxidiertes 3Y-TZP sind in Abbildung 5.34 dargestellt.

Bei der oxidierten Probe kam es bereits unmittelbar nach Biegebelastung zu Rißverlängerung. Hier war das Rißausbreitungsexperiment unmittelbar im Anschluß an das Setzen des Eindrucks begonnen worden, so daß zeitabhängige Mechanismen des Eigenstressungsabbaus noch nicht greifen konnten. Die weitere (stufenweise) Belastung führte zu kontrollierter Rißausbreitung bis zum Bruch. Der Schlenker in der Rißausbreitungskurve bei einer angelegten Spannungsintensität $\sigma_{app}\sqrt{c} \approx 1,5 \text{ MPa}\sqrt{m}$ ist durch eine etwas längere Wartezeit verursacht, während der es zu einer zusätzlichen Rißverlängerung um $\Delta c = 7 \mu m$ kam. Dieses Verhalten kann als Hinweis auf einen zuvor nicht vollständig erzielten Gleichgewichtszustand gewertet werden. Die Steigung des nachfolgenden Teils der Rißausbreitungskurve entspricht aber wieder der vorherigen Steigung. Auch bei der Rißausbreitung in der reduzierten Probe kam es bei $\sigma_{app}\sqrt{c} \approx 1,5 \text{ MPa}\sqrt{m}$ zu einem Schlenker. Bei der anschließenden weiteren Rißverlängerung sind die beiden Rißausbreitungskurven dann nahezu deckungsgleich und zeigen lineares Verhalten. Instabilität tritt bei etwa gleicher Spannung und Rißverlängerung auf.

Die Ausgleichsgeraden durch die Meßdaten des oberen Teils der Rißausbreitungs-

kurven in Abb. 5.34 ergeben eine Steigung von $X_M/Y^* \approx 0,073$ und einen Ordinatenab-

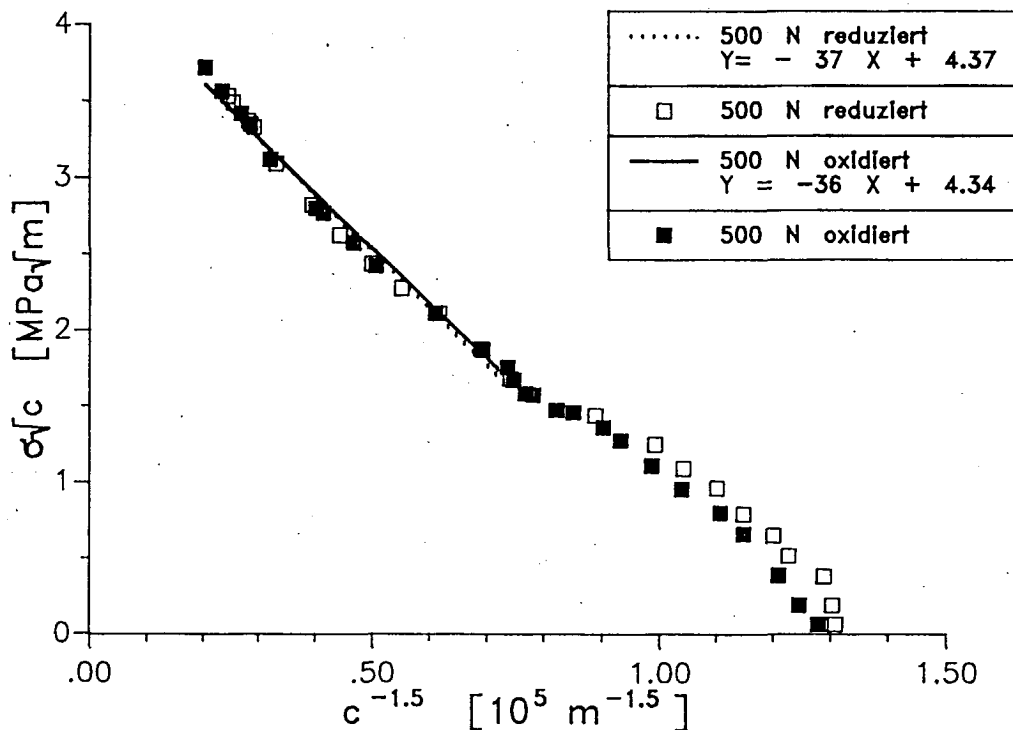


Abb. 5.34: Rißausbreitungskurven für 500 N Härteeindrücke in 3Y-TZP; offene Symbole für den reduzierten Materialzustand, ausgefüllte Symbole für den oxidierten, d.h. stöchiometrischen Materialzustand.

schnitt von $K_{\text{plat}}/Y^* \approx 4,35 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ als Mittelwert. Aus der Auswertung der Rißlängen mit einem Verhältnis $a/c = 0,7$ ergibt sich ein Geometriefaktor von $Y^* \approx 0,844$. Damit werden der Eigenspannungsfaktor zu $X_M = 0,0616$ und die Zähigkeit gemäß Gleichung 17 zu $K_R = 3,68 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ berechnet.

Interessanterweise ergibt auch wieder die Auswertung des Ordinatenabschnitts mit $Y^* \approx 0,844$ eine Plateauzähigkeit $K_{\text{plat}} \approx 3,67 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, so daß die beiden Ansätze wieder sehr gut übereinstimmen.

Das 3Y-TZP besitzt demnach eine deutlich höhere Zähigkeit gegenüber dem 4Y-TZP. Mikrostrukturell korreliert dies mit dem höheren Anteil tetragonaler Phase bei niedrigerem Y_2O_3 -Gehalt /130, 131, 136/.

5.4.4.2 Vergleich mit K_{IC} -Bestimmung nach Anstis et al./122/

Aus den Meßdaten für die Ausgangsrißlänge c_0 , Härte $H = 12,7$ GPa und E-Modul $E = 210$ GPa kann zum Vergleich wiederum die Rißzähigkeit nach Anstis et al. /122/ ermittelt werden. Nach Gleichung 16 ergibt sich ein Eigenspannungsfaktor von $X_M = 0,0651$ für beide Materialzustände. Dieser Wert liegt etwa 6 % über demjenigen der aus den Rißausbreitungskurven in Abbildung 5.34 entnommen werden kann. Die weitere Berechnung nach Gleichung 10 lieferte dann einen K_{IC} -Wert von $4,26 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

Auch hier zeigt die Berechnung nach Anstis et al. /122/ einen etwa 15 % höheren Zähigkeitswert als nach der neuen Methode (vergleiche Kapitel 5.4.4.1). Daß sich dieser Unterschied nicht bereits in den Vorfaktoren für K_{res} bemerkbar macht, liegt an dem Verhalten der Rißausbreitungskurven zu Beginn der Belastung. Gegenüber dem für die Berechnung von X_M und K_{plat} verwendeten Bereich war der Anfang der Rißausbreitungskurven zu kleineren Rißlängen verschoben (Abb. 5.34). Dies führt in der Berechnung nach Anstis et al./122/ zu einer höheren Zähigkeit.

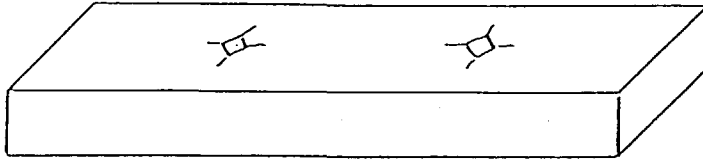
5.4.5 Raman-Untersuchungen zum Einfluß der t-m Transformation auf die Rißprofilentstehung in Y-TZP

Die Rißprofiluntersuchungen in Kapitel 5.4.2 hatten in beiden Keramiken (3 und 4Y-TZP) eine sphärische rißfreie Zone unterhalb des Härteeindrucks gezeigt. Da dieses Phänomen auch bereits in anderen umwandlungsverstärkten Y-TZP Keramiken gefunden worden war /126, 130, 136/, wurde von Pajares Vicente et al. /134/ ein Zusammenhang mit der t-m Transformation vermutet. Eine stärkere Umwandlung aufgrund der hohen Verformung unterhalb des Eindrucks erzeugt ein Druckspannungsfeld, in das die entstehenden Risse nur schwer hineinwachsen können.

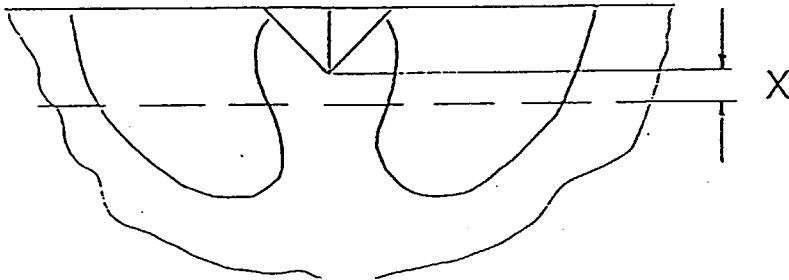
Zur mikrostrukturellen Untersuchung dieses Verhaltens wurde wiederum die Raman-Spektroskopie genutzt. Die experimentelle Vorgehensweise bei der Probenpräparation ist in Abb. 5.35 skizziert.

Je eine 4Y-TZP und eine 3Y-TZP Biegeprobe wurden mit zwei 750 N Härteeindrücken versehen und anschließend bis unterhalb der Eindruckpyramide abpoliert (Abb. 5.35). Auf der neuen Oberfläche, die bei 3Y-TZP wenige μm und bei 4Y-TZP 70 μm unterhalb der Eindrucksspitze lagen, waren die verbleibenden 4 Rißsegmente und der zentrale rißfreie Bereich zu erkennen (Abb. 5.35).

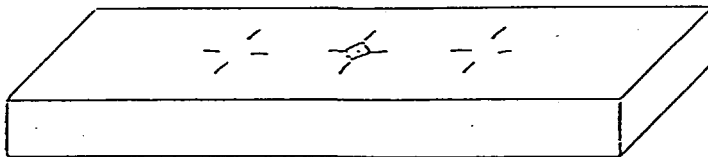
1. Zwei 750 N Vickers Härteeindrücke



2. Abpolieren einer Schicht bis unterhalb des Eindrucks



3. 500 N Vickers Härteeindruck und schneller Probenbruch



4. keine Glühung 1000°C Glühung (20 min.)

Abb. 5.35: Probenpräparation zur ramanspektroskopischen Untersuchung der Umwandlung im Bereich des Härteeindrucks

In einem weiteren Schritt wurde jeweils in die Mitte der beiden Proben ein 500 N Eindruck gesetzt und die Proben anschließend schnell in 4PB gebrochen (Abb. 5.35). Dabei war an den abpolierten Rissen der 750 N Eindrücke kein Rißwachstum aufgetreten, da an diesen Rissen nicht genügend hohe Spannungsintensität angelegen hatte. Jeweils eine Hälfte der beiden Proben wurde anschließend für 20 Minuten bei 1000°C geglüht. 20 Stunden nach der Glühung wurden die Proben mit dem Raman-Spektrometer untersucht. Die dabei untersuchten Meßorte sind in Abbildung 5.36 an einer Probenhälfte markiert.

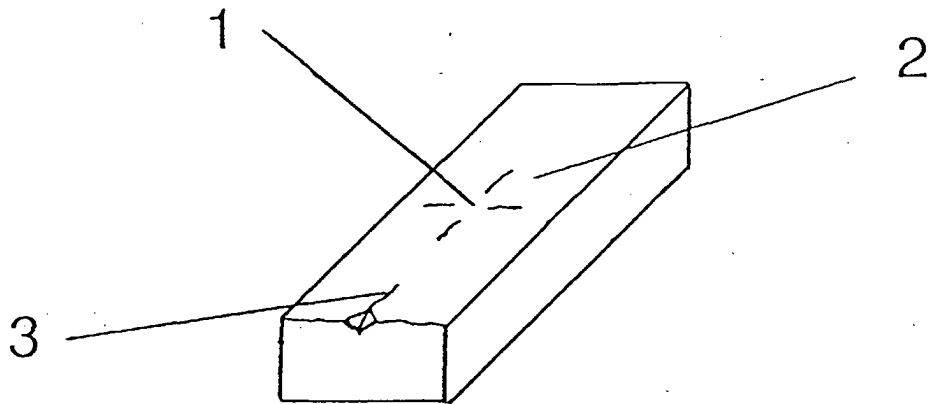


Abb. 5.36: Meßorte für die Raman-Untersuchung an 3 und 4Y-TZP

Es wurden an den Meßorten jeweils drei Messungen durchgeführt und die relative Intensität I_r des m-ZrO₂ nach Gleichung 8 berechnet. In Tabelle 5.3 sind die gefundenen I_r -Werte aufgelistet.

Trotz fehlender statistischer Absicherung kann eine qualitative Aussage über das Umwandlungsverhalten der beiden Y-TZP Qualitäten aus den Untersuchungsergebnissen gewonnen werden. Bei beiden Keramiken wurden jeweils unter dem Härteeindruck als auch direkt am Riß des 500 N Eindrucks erhöhte m-ZrO₂ Gehalte festgestellt. Dabei waren die monoklinen Anteile unterhalb des Eindrucks höher als am Riß. Insgesamt lagen die Werte bei 3Y-TZP über den m-Gehalten bei 4Y-TZP, was in guter Übereinstimmung mit den Rißzähigkeitsdaten steht.

Tabelle 5.3: Relative Intensität m-ZrO₂ I_r [%] in 3 und 4 Y-TZP

Meßort	3Y-TZP		4Y-TZP	
	nicht gegläht	geglüht	nicht gegläht	geglüht
1: unter dem Härteeindruck	8,1	0,4	3,1	1,7
2: im unbelasteten Material	1,7	2,0	1,5	2,1
3: am Riß des 500 N Eindrucks	3,5	1,9	2,7	0,7

Durch das Glühen bei 1000°C kam es in beiden Keramiken zu einer Abnahme des m-Gehaltes unter eine relative Intensität von etwa 2 %. Die Schwankungsbreite bei diesen Messungen war möglicherweise durch eine Meßwertnahme an einem Ort mit höherer Konzentration an c-ZrO₂ verursacht und kann durch statistische Untersuchungen sicherlich noch minimiert werden.

Die generelle Erkenntnis dieser Untersuchungen bestätigt jedoch, die Vorstellung einer verstärkten Umwandlung unterhalb des Eindrucks. Es kommt dort zum Aufbau einer Druckspannungszone, die das Rißwachstum in diesen Bereich hinein erschwert und damit zum Entstehen des charakteristischen nierenförmigen Rißprofils in Y-TZP Keramiken führt. Durch eine Glühung bei 1000°C ist es weiterhin möglich, umgewandeltes m-ZrO₂ wieder in die tetragonale Symmetrie zurückzuwandeln. Dieser Effekt wurde bei den Untersuchungen an 4Y-TZP (Kapitel 5.4.3.1) benutzt, um die Eigenspannungen nach dem Einbringen des Härteeindrucks zu eliminieren.

5.5 Zusammenfassung der Untersuchungen an umwandlungsverstärkter ZrO₂-Keramik

Die in Kapitel 5.2 und 5.4 vorgestellten Untersuchungen zur Rißzähigkeit von ZrO₂-Keramiken haben für Mg-PSZ einen ausgeprägten R-Kurveneffekt "natürlicher" Oberflächenrisse und für die untersuchten Y-TZP Qualitäten einen kurzen, steilen Anstieg der R-Kurve mit nachfolgendem Plateau gezeigt. Bei Y-TZP konnte mit der neu entwickelten apparativen Ausstattung (Kap.3) und der darauf basierenden neuen Auswertemethode (Kap.5.3) erstmals der Eigenspannungsterm bei der Rißausbreitung von Härteeindrucksrisen aus experimentellen Daten direkt bestimmt werden. Die in situ Technik ist somit ein vielversprechendes Verfahren zur Bruchcharakterisierung an versagensrelevanten Oberflächenrisen. Es stellt sich daher die Frage, ob das Verfahren der Rißausbreitung von Härteeindrucksrisen auch bei Materialien mit ausgeprägtem R-Kurvenverhalten anwendbar ist. Im Fall von Mg-PSZ war dies aufgrund der durch den Härteeindruck induzierten starken Umwandlungseffekte und den damit verbundenen Problemen bei der Rißlokalisierung nicht anwendbar. Es wurde daher noch eine Keramik gewählt, die nachweislich ausgeprägtes R-Kurvenverhalten zeigt, ohne zusätzliche überlagerte Umwandlungsvorgänge aufzuweisen. Mit Al₂O₃ lag eine solcher Werkstoff vor, der bereits Gegenstand intensiver R-Kurvenuntersuchungen an langen Rissen war /30, 31, 55/. Die durchgeführten Experimente zum Rißausbreitungsverhalten sind in Kapitel 6 beschrieben.

6 NICHT-UMWANDLUNGSVERSTÄRKTE OXIDKERAMIK

6.1 Ergebnisse an nicht umwandlungsverstärkter Al_2O_3 -Keramik und Diskussion

Die im Rahmen dieser Arbeit in einigen Rißausbreitungsexperimenten untersuchte Al_2O_3 -Keramik AF997#### zeigt bei Messungen an langen Rissen ein ausgeprägtes R-Kurvenverhalten mit einem Anstieg der R-Kurve über mehr als zwei Millimeter Rißverlängerung /30, 31, 55/. Verursacht wird dieser Rißzähigkeitsanstieg durch Abschirmeffekte im Bereich der Rißflanken, d.h. "wake"-Effekte. Im wesentlichen werden rißflankenüberbrückend kraftschlüssige Verhakungen experimentell gefunden /17, 27, 30, 50, 52-55, 62/. Darüber hinaus stehen aber auch Mikrorisse und ein dadurch verursachtes Dilatationsfeld im Rißflankenbereich im Sinne von Prozeßzonenmodellen in der Diskussion über die Ursache des R-Kurvenverhaltens /31, 143/. Die gemessenen R-Kurven langer Risse zeigen einen Anstieg der Rißwiderstandskraft von $R_0 \approx 20 \text{ N/m}$ auf Werte von $R_{\max} \approx 95 \text{ N/m}$ /31/. Diese Werte entsprechen einem Anstieg der Zähigkeit von $K_{I0} \approx 2,76$ auf $K_{R,\max} \approx 6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden daher sowohl kontrollierte Rißausbreitungsversuche an "natürlichen" Oberflächenrissen als auch an Härteeindrucksrissen durchgeführt. Trotz intensiver Bemühungen mit unterschiedlichen Probendimensionen gelang es jedoch nicht, eine R-Kurve von "natürlichen" Oberflächenrissen zu messen. Experimentell konnten lediglich zwei Zähigkeitswerte bei einer kurzen Phase stabiler Rißverlängerung gefunden werden. Danach stieg die Rißzähigkeit von $K_R = 1,3$ auf $K_R = 2,3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ an. Die Probe versagte bei einer Zähigkeit, die noch unterhalb des Anfangswertes aus Langrißmessungen /31/ lag. Im Rahmen der Versuche zum R-Kurvenverhalten "natürlicher" Risse konnte die Festigkeit der Al_2O_3 -Keramik zu $\sigma_B = 207 \pm 18 \text{ MPa}$ bestimmt werden.

Aufgrund der experimentellen Schwierigkeiten bei der Untersuchung "natürlicher" Risse ohne vorherige Rißlokalisierung konzentrierte sich die Untersuchung daher auf die Ausbreitung von Härteeindrucksrissen.

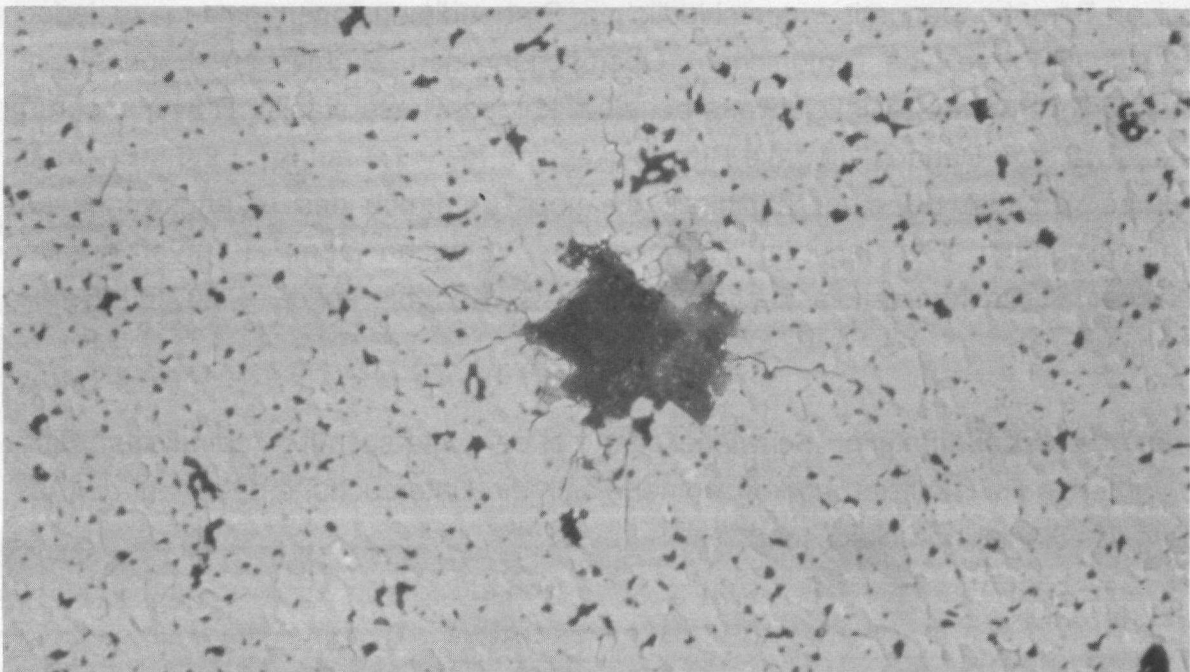
Hersteller: Fa. Demarquest, Erzux Cedex, Frankreich

6.2 Zähigkeitsuntersuchung an Härteeindrucksrissen

6.2.1 Ermittlung des Rißtyps

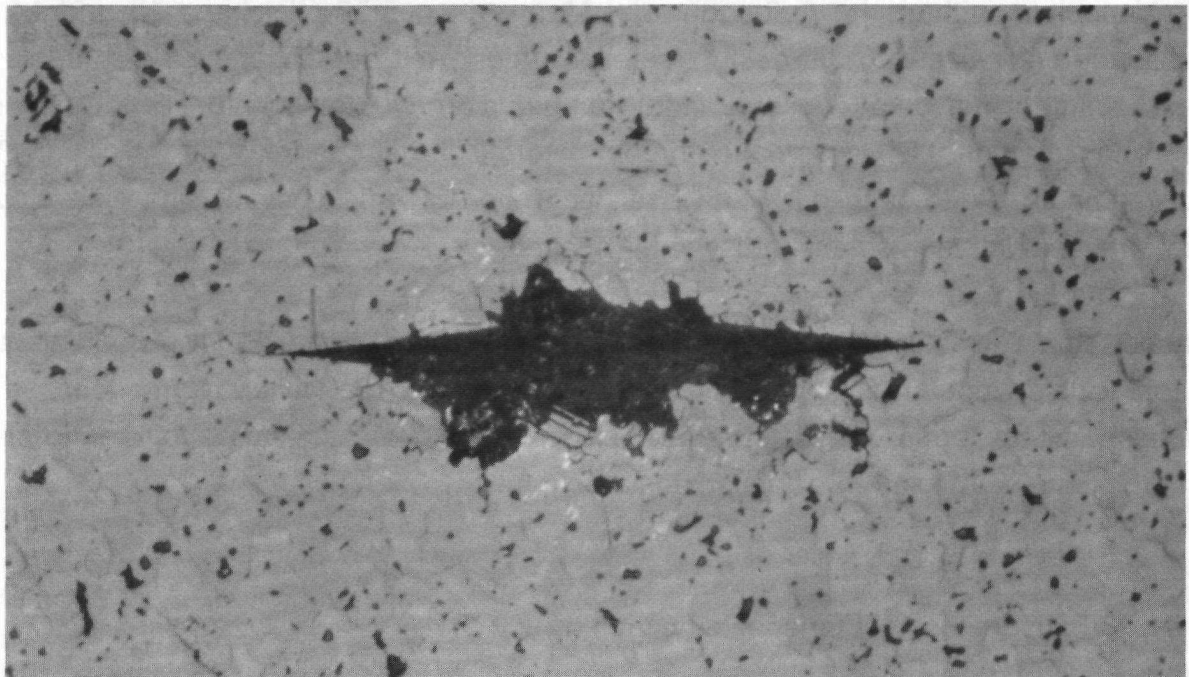
Durch eine Serie von Härteeindrücken mit Lasten zwischen 10 und 1000 N wurde mit Knoop- und Vickers-Diamanten der Zusammenhang zwischen der Rißlänge c_0 bzw. l_0 und der Eindruckslast P_i ermittelt. In der grobkörnigen Al_2O_3 -Keramik war die Auswahl der relevanten Risse schwierig, da es kein so eindeutiges Rißbild gab wie bei den Messungen an feinkörnigen Keramiken (Abb. 6.1).

In die Auswertung wurden jedoch nur die jeweils längsten Risse eines Eindrucks einbezogen. Die Länge l_0 des Risses außerhalb des Härteeindrucks konnte dabei nur für kleinere Eindruckslasten bestimmt werden, da es bei Lasten oberhalb von 50 N nicht mehr möglich war, die Dimensionen der Eindruckpyramide auszumessen. Es kam bei der Verwendung des Vickers-Eindrucks in der Regel zu einem kreisförmigen Abplatzen um den Eindruck herum. Wurde ein Knoop-Eindringdiamant verwendet, blieben trotz Abplatzen ganzer Bereiche um das Zentrum des Eindrucks die Spitzen des rautenförmigen Eindrucks erhalten (vergl. Abb. 6.1 b). Für die Knoop-Eindrücke wurde nur eine Messung der Rißlänge c_0 vorgenommen während an den Vickers-Eindrücken sowohl c_0 als auch l_0 ausgemessen wurden.



100 μm

Abb. 6.1 a: Härteeindrucksrisse in Al_2O_3 ; 50 N Vickers Eindruck



100 µm

Abb. 6.1 b: Härteeindrucksrisse in Al_2O_3 ; 100 N Knoop Eindruck

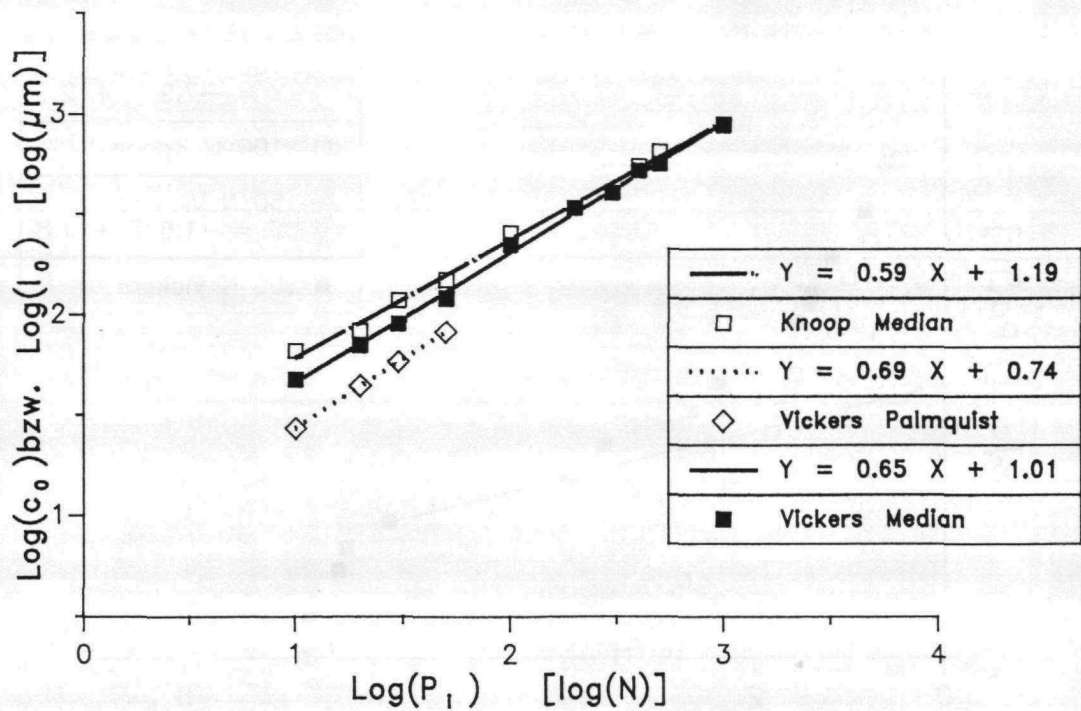


Abb. 6.2: Doppelt-logarithmische Auftragung der Rißlänge für unterschiedliche Härteeindruckslasten (Quadrate für mediane, Karos für radiale Auftragung)

Die doppelt-logarithmische Auftragung der Meßwerte gemäß Gleichung 13 und 14 in Abbildung 6.2 zeigt, daß die beste Übereinstimmung mit der Theorie für die mediane Auftragung der Risse von Vickers-Eindrücken gefunden werden konnte. Hier ergab sich eine Steigung von 0,65 , was nahe an dem theoretisch geforderten Wert 0,67 liegt. Bei der medianen Auftragung der Meßwerte der Knoop-Eindrücke ergibt sich eine etwas stärkere Abweichung vom theoretischen Verhalten.

Da die radiale Auswertung der Vickers-Risse eine Steigung von 0,69 im Gegensatz zur theoretisch erwarteten Steigung von 1 liefert, wurde für die weitere Berechnung des Eigenspannungsterms der Materialzähigkeit sowohl bei Vickers- als auch bei Knoop-Eindrücken eine mediane Beziehung angenommen.

6.2.2 Rißausbreitung mit Eigenspannungen ($K_{res} \neq 0$)

Für die Rißausbreitungsexperimente wurden Proben mit 50 N Vickers Härteeindruck und 100 N Knoop-Eindruck verwendet. Durch die stärkeren Material-Abplatzungen beim Vickers-Eindruck wurden dessen Eigenspannungen auch stärker abgebaut, wie aus dem Versatz in Abbildung 6.3 hervorgeht.

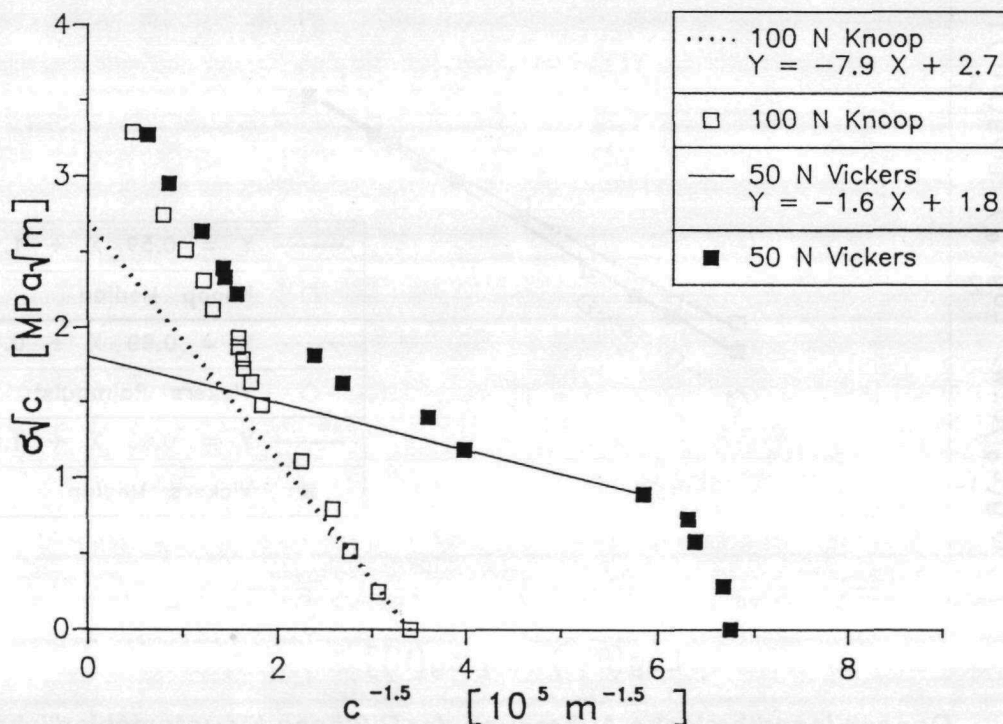


Abb. 6.3: Rißausbreitungskurven von 50 N Vickers (ausgefüllte Symbole) und 100 N Knoop Härteeindrucksrissen (offene Symbole)

Die längsten Risse mit einer Ausrichtung senkrecht zur angelegten Biegespannung wuchsen im Laufe der stufenweisen Biegebelastung aus dem Schädigungsbereich des Eindrucks heraus. An den Knoop-Eindrücken sah die Situation anders aus, da es nur im Zentrum des Eindrucks zu Abplatzungen gekommen war und definierte Risse von der intakten Eindrucksspitze ausgingen. Bei den Rißausbreitungskurven des Knoop-Eindrucks war entsprechend kein Versatz erkennbar.

Die maximalen Rißlängen waren bei beiden Eindrucksgeometrien etwa gleich, wobei jedoch ausgehend vom Vickers-Eindruck eine längere Phase stabiler Rißausbreitung möglich war. Da in Abb. 6.3 keine Normierung mit der Härteeindruckslast P_i vorgenommen wurde, sondern nur $c^{-3/2}$ aufgetragen ist, unterscheiden sich die Steigungen der beiden Rißausbreitungskurven aufgrund der unterschiedlichen Härteeindruckslasten deutlich. Beide zeigen jedoch eine Krümmung zu höheren $\sigma_{app}\sqrt{c}$ -Werten wie sie für Materialien mit R-Kurvenverhalten bereits in Kap.5.3.2.3. vorhergesagt wurde. Die Kurven unterscheiden sich deutlich von den an Y-TZP gefundenen linearen Rißausbreitungskurven in Abb. 5.31 und 5.33. Da der nach oben gekrümmte Verlauf der Rißausbreitungskurven in Abb. 6.3 nur durch das R-Kurvenverhalten des Materials verursacht sein kann, gilt es den R-Kurvenverlauf auch aus der Form der Rißausbreitungskurve abzuleiten.

Dazu wird Gleichung 19 dahingehend modifiziert, daß die Zähigkeit K_R nicht als Konstante, sondern vielmehr als Funktion der Rißlänge eingesetzt wird:

$$K_R = K_{R0} + \Delta K(c) \quad (\text{Gl.20})$$

Gleichung 19 geht dann über in

$$\sigma_{app}\sqrt{c} = (K_{R0} + \Delta K(c))/Y^* - (X_M P_i/Y^*) c^{-3/2} \quad (\text{Gl.21})$$

Für die praktische Auswertung der Versuchsergebnisse wird in einem ersten Schritt der Eigenspannungsanteil aus der anfänglichen Steigung der Rißausbreitungskurven ermittelt. Dies geschieht bei der Probe mit dem Vickers-Eindruck erst oberhalb des Versatzeffektes, während bei dem Knoop-Riß direkt der Beginn der Rißausbreitungskurve gewählt wird. In Abbildung 6.3 sind die entsprechenden Geraden eingetragen. Die Krümmung der Rißausbreitungskurven oberhalb dieser Geraden ist dann dem R-Kurvenverhalten des Material zuzuordnen.

Da an dieser Al_2O_3 -Keramik keine Untersuchungen zur Rißprofilentwicklung der Härteeindrucksrisse mehr durchgeführt wurden, wurde für die Berechnung des Y^* -Parameters

zunächst von einem halbkreisförmigen Profil /68, 69/ ausgegangen, das sich im Laufe der Rißverlängerung stetig zu einem semi-elliptischen Profil mit dem Achsenverhältnis $a/c = 0,7$ entwickelt /63/. Unter dieser Annahme ergibt sich aus den im Bereich der Ausgleichsgeraden gemessenen Rißlängen beim Vickers-Eindruck ein mittlerer Wert von $Y^* = 1,085$, was zu einem Eigenspannungsfaktor von $X_M = 0,035$ führt. Am Knoop-Eindruck wurde $Y^* = 1,024$ auf analoge Weise bestimmt, woraus $X_M = 0,081$ hervorgeht. Die Knoop-Risse erfahren demnach eine höhere Antriebskraft durch Eigenspannungen als die Vickers-Risse. Dieses Ergebnis stimmt qualitativ auch mit dem unterschiedlichen Abplatzverhalten von Knoop- und Vickers-Eindruck überein.

Die weitere Berechnung des R-Kurvenverhaltens nach Gleichung 17 führte zu den R-Kurvenverläufen in Abb. 6.4.

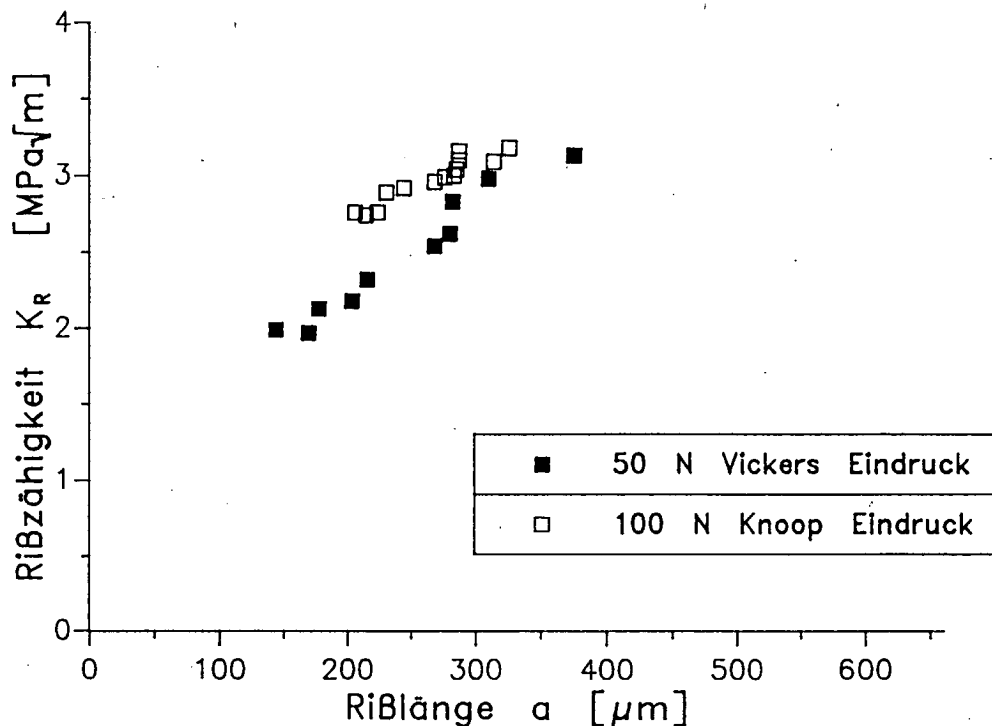


Abb. 6.4: R-Kurvenverhalten von Oberflächenrissen in Al_2O_3 ;
offene Symbole entsprechen Knoop-Rissen und ausgefüllte
Symbole Vickers-Rissen

Der Vickers-Riß hat einen Startwert von $K_{R0} \approx 2 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, während die Zähigkeitskurve beim Knoop-Riß bei etwa $K_{R0} \approx 2,7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ beginnt. Probenversagen durch Rißinstabilität tritt übereinstimmend bei etwa $3,15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ auf. Im Vergleich mit Langrißmessungen an diesem Material, die Plateauwerte der Zähigkeit von etwa $6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$

ergeben, bleibt der Instabilitätswert von Oberflächenrissen deutlich zurück. Allerdings kann der Anfangsbereich der R-Kurve mit Härteeindruckrissen deutlich besser erfasst werden als mit langen Rissen.

Wiederum gestattet der Zusammenhang zwischen Zähigkeit und Festigkeit mit den neuen Ergebnissen der Oberflächenrisse, die Festigkeit über die Instabilitätskriterien unmittelbar aus dem Rißzähigkeitsverlauf zu ermitteln. Legt man ein halbkreisförmiges Rißprofil mit einem Geometriefaktor $Y = 1,17$ /23/ zugrunde, so ergibt sich mit einer Versagensspannung von 207 MPa aus den Festigkeitsmessungen nach Gleichung 2 für $K_{IC} = 3,15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ eine kritische Rißlänge von $a_c = 170 \text{ }\mu\text{m}$ während für $K_{IC} = 6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ein Wert von $a_c = 614 \text{ }\mu\text{m}$ resultiert. Diese Berechnungen stimmen in guter Näherung mit der gefundenen Oberflächenlänge eines "natürlichen" Risses ($\approx 300 \text{ }\mu\text{m}$ bei Versagen) überein.

Die beiden Rißausbreitungsexperimente, die den Kurven in Abbildungen 6.3 und 6.4 zugrundeliegen, gaben auch durch ihr Bruchverhalten weiteren Aufschluß über die Unterschiede zwischen kurzen und langen Rissen. Nach Erreichen der Instabilität wuchsen die Risse sehr schnell vollständig durch die Probe, jedoch ohne daß es zu

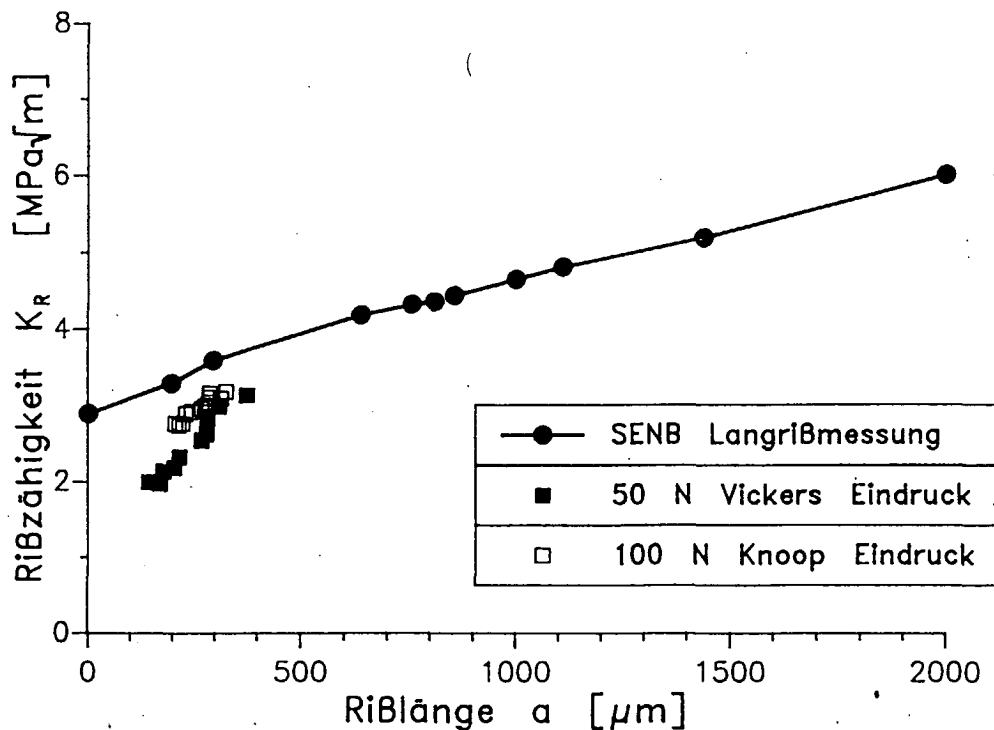


Abb. 6.5: Vergleich der Rißzähigkeitsdaten aus der Messung an Härteeindrucksrissen mit Ergebnissen aus Langrißmessungen (SENB) /31/.

einer Separation der Probenhälften kam. Diese hingen vielmehr aufgrund von Verhakungen im Rißflankenbereich immer noch zusammen und konnten sogar als Proben-
ganzes aus der Apparatur ausgebaut werden.

Der Vergleich der Rißzähigkeitskurven von Härteeindrucksrissen (vergl. Abb. 6.4) mit dem R-Kurvenanstieg aus Langrißmessungen /31/ (Abb. 6.5) zeigt, daß das gesamte R-Kurvenpotential, wie es in Langrißmessungen gefunden wird, im vorliegenden Experiment von den kurzen Oberflächenrissen demnach nicht genutzt wurde. Anscheinend bedarf es erhöhter Rißöffnung zum Aufbau einer großen Verhakungszone hinter der Rißspitze. Die geringe Öffnung der Oberflächenrisse trägt offensichtlich nur in einem geringen Maße zu Abschirmeffekten bei.

Für den praxisrelevanten Zusammenhang zwischen Zähigkeit und Festigkeit ist aber der an Oberflächenrissen ermittelte Anfangsbereich der R-Kurve bestimmend. Die vorgestellten Ergebnisse stimmten somit auch gut mit den theoretischen Vorhersagen aus Abbildung 2.7 bzw. 2.8 überein, wonach kurze Oberflächenrisse bei geringeren Zähigkeitswerten versagen als den Plateauzähigkeiten aus Langrißmessungen (vergl. Abb. 6.5).

6.2.3 Vergleich mit K_{IC} -Bestimmung nach Anstis et al. /122/

An einer Reihe von Vickers-Härteeindrücken zwischen 10 und 1000 N wurde auch die Methode der Zähigkeitsbestimmung nach Anstis /122/ angewandt. Aus den Eindruckspyramiden bei den kleineren Lasten ergab sich die Härte der Keramik mit $13,8 \pm 1,8$ GPa. Der E-Modul wurde aus den P-d Aufzeichnungen der Festigkeitsmessungen zu $E = 335 \pm 3$ GPa berechnet /137/. Unter Verwendung der Gleichungen 20 und 14 ergab sich dann ein Eigenspannungsfaktor $X_M = 0,079$ und ein K_{IC} -Wert von $2,75 \pm 0,23$ MPa $\sqrt{m}$. Dabei war keine eindeutige Tendenz zu höheren Zähigkeitswerten bei höheren Eindruckslasten zu erkennen.

Als Ursache für diesen relativ niedrigen K_{IC} -Wert ist es denkbar, daß aufgrund der starken Materialabplatzungen um den Eindruck (siehe Abbildung 6.1) Energie verbraucht wurde, die dann nicht mehr zum Rißwachstum zur Verfügung stand. Da diese Abplatzungen unterschiedlich stark ausgeprägt waren, ist damit auch die Schwankungsbreite der berechneten Werte zu erklären. Ein Vergleich zwischen den Ergebnissen der Rißausbreitungsexperimente mit der hier angewendeten Methode ist nicht weiter sinnvoll, da in einer grobkörnigen Keramik die Berechnung der Zähigkeit

direkt aus den Rißlängen nach Einbringen des Eindrucks offensichtlich nicht anwendbar ist. Dies stimmt auch mit Angaben von Anstis et al. überein /122/.

7. SCHLUSSFOLGERUNGEN

Die vorgelegten Rißausbreitungsuntersuchungen an "natürlichen" Oberflächenrissen und Härteeindruckrissen belegen deren Bedeutung für eine praxisrelevante Charakterisierung des Rißzähigkeitsverhaltens keramischer Werkstoffe. Darüber hinaus wird der Zusammenhang von Rißzähigkeit und Festigkeit bei R-Kurvenverhalten aus Rißinstabilitätsüberlegungen deutlich.

Die bei Mg-PSZ, 3Y- und 4Y-TZP sowie Al_2O_3 an Oberflächenrissen gemessenen Zähigkeitswerte liegen unterhalb der bisher an langen Rissen bzw. an Härteeindruckrissen ermittelten Werte. Für die Auslegung von keramischen Bauteilen ist es daher sehr empfehlenswert, versagensrelevante Rißzähigkeitswerte aus Messungen an kurzen Oberflächenrissen zu verwenden.

Da eine Ermittlung des stabilen Rißausbreitungsverhaltens nicht immer an "natürlichen" Oberflächenrissen möglich ist, wurde eine neue Methode entwickelt, die von in situ Rißausbreitungsmessungen an Härteeindruckrissen unter Biegebelastung ausgeht. Bei Kenntnis der Rißprofilentwicklung gestattet die Methode zunächst eine Bestimmung der durch den Härteeindruck wirksamen Eigenspannungen. Eigenspannungs- und Biegespannungsanteil bilden zusammen die Rißantriebskraft, welche bei stabilem Rißwachstum im Gleichgewicht mit der Materialzähigkeit steht. Die ermittelten Rißzähigkeitswerte liegen für alle untersuchten Oxid-Keramiken unterhalb der Werte, die nach Anstis et al. /122/ aus der Länge von Härteeindruckrissen in Form einer Momentaufnahme ermittelt werden. Ursache dafür ist der aus den Rißausbreitungsexperimenten hervorgehende niedrigere tatsächliche Eigenspannungsanteil.

Übergeordnet kann festgehalten werden, daß das Niveau der Rißzähigkeiten von relativ kurzen "natürlichen" und künstlichen Oberflächenrissen trotz R-Kurvenverhalten deutlich unterhalb des Niveaus von Langrißuntersuchungen liegt. Die Tatsache, daß die Beanspruchbarkeit gemäß der Beziehung $\sigma_f \sim K_{IC} / \sqrt{a_c}$ bei langen und kurzen Rissen "erstaunlicherweise" nahezu konstant bleibt, bedeutet, daß der Effekt der scheinbaren Rißtoleranz - im Vergleich zu den Langrißkennwerten - technisch nur in geringerem Umfang nutzbar wird.

Neben Rißbildung und Rißwachstum wurde bei Mg-PSZ, dessen Gefüge durch kubische Körner mit tetragonalen Ausscheidungen gekennzeichnet ist, ein starkes Verformungs-

bzw. Relaxationsverhalten während der Biegebelastung gefunden, das mit Hilfe der Raman-Spektroskopie einer allgemeinen Fernfeld-Phasenumwandlung von tetragonaler zu monokliner Symmetrie im Bereich höherer Zugspannungen zugeschrieben werden kann. Die Kenntnis und Berücksichtigung dieses zeitabhängigen Effektes ist bei der Auslegung eines Bauteils aus dieser hochzähen monolithischen Keramik von großer Bedeutung. Durch das rißunabhängige Umwandlungsverhalten kann es zum Verlust eines Teils des R-Kurvenpotentials und damit zu einer Reduzierung der Rißtoleranz kommen.

Mit Hilfe der neu aufgebauten in situ Apparatur sind über die vorgestellten Rißausbreitungsexperimente hinaus eine Vielzahl von interessanten neuen Versuchen möglich. So kann beispielsweise das mechanische Verhalten von Fügenähten oder faserverstärkten Verbundwerkstoffen zugleich auch in situ beobachtet werden. Ferner ist die Beobachtung des Verhaltens von Oberflächenschichten und des Einflusses von Umgebungsmedien möglich. Die in situ Technik erlaubt auch die Beobachtung kinetischer Vorgänge, so z.B. die Ermittlung des Rißgeschwindigkeitsverhaltens zum Aufstellen von Rißkinetik-Daten.

8 ZUSAMMENFASSUNG

Zur Untersuchung des Rißausbreitungsverhaltens von Oberflächenrissen in modernen Hochleistungskeramiken wurde eine piezomechanische Verformungsmaschine entwickelt, die neben der Messung der mechanischen Versuchsgrößen auch die in situ Beobachtung der Rißwachstumsvorgänge auf der Zugspannungsseite ungekerbter Biegeproben erlaubt. Mit dieser Apparatur und einer zweiten Miniatur-Biegevorrichtung wurden Rißausbreitungsexperimente an oxidischen Keramiken mit und ohne Umwandlungsverstärkung vorgenommen.

- An einer hochzähen MgO-teilstabilisierten ZrO_2 -Keramik (Mg-PSZ) wurde das Rißzähigkeitsverhalten von "natürlichen" Oberflächenrissen ermittelt. Der Vergleich mit Zähigkeitsdaten von Untersuchungen an langen Rissen in gekerbten Standard-Testgeometrien (z.B. DCB-Proben) zeigte, daß die kurzen Risse bei Rißzähigkeitswerten deutlich unterhalb der Plateauzähigkeit langer Risse Probeninstabilität verursachen. Dieser Befund unterstreicht die Praxisrelevanz der Zähigkeitsmessung an Oberflächenrissen, da diese Rißsysteme auch festigkeitsbestimmend sind und beide Größen (Rißzähigkeit und Festigkeit) über ein Rißinstabilitätskriterium korrelieren.

Neben der Reißfähigkeitskurve wurde an Mg-PSZ ein deutlicher reißunabhängiger Relaxationseffekt bei Biegebelastung festgestellt, der mit Hilfe der Raman-Spektroskopie einer Fernfeld-Phasenumwandlung im Bereich höherer Zugspannung zugeordnet werden kann. Des weiteren wurde die Raman-Spektroskopie zur Untersuchung des RT-Alterungsverhaltens angewendet. Erste qualitative Ergebnisse zeigten eine Erhöhung des Alterungseffektes im Anschluß an eine 1000°C Glühung.

- An zwei Y_2O_3 -stabilisierten ZrO_2 -Keramiken (Y-TZP) mit unterschiedlichem Y_2O_3 -Gehalt (3 bzw. 4 Mol-%) wurde das Reißausbreitungsverhalten von Härteeindrucksrissen untersucht. Mit Hilfe der neuen in situ Meßverfahren und paralleler Reißprofiluntersuchungen konnte eine neue Auswertemethode zur Bestimmung der Reißfähigkeit entwickelt werden. Damit ist es nunmehr möglich, den Eigenspannungsanteil bei der stabilen Verlängerung von Härteeindrucksrissen direkt aus den experimentellen Daten zu berechnen. Im Vergleich mit der in der Literatur weit verbreiteten, experimentell einfacheren Methode der Reißfähigkeitsbestimmung nach Anstis et al. /122/ ergab sich ein niedrigerer Eigenspannungsanteil und eine um etwa 15 % niedrigere Reißfähigkeit.

Die Erniedrigung des Y_2O_3 -Gehaltes führte zu einer höheren Materialfähigkeit, was auch mit den Ergebnissen der Raman-Spektroskopie übereinstimmt, die eine erhöhte Umwandlung bei niedrigerem Y_2O_3 -Gehalt nachwies. Raman-spektroskopische Untersuchungen konnten darüber hinaus eine bei den Reißprofiluntersuchungen gefundene reißfreie Zone direkt unterhalb des Härteeindrucks durch eine lokal stark erhöhte Umwandlungsaktivität und damit verbundene Druckspannungen erklären.

- An einer nicht-umwandlungsverstärkten Al_2O_3 -Keramik, deren R-Kurvenverhalten aus Langrißmessungen bekannt war, wurden Reißausbreitungsexperimente an Härteeindrucksrissen durchgeführt. Dabei zeigte sich, daß die Reißfähigkeitsberechnung auf der Grundlage der neuen Methode der Reißausbreitungskurven auch bei Materialien mit ansteigender Reißfähigkeit angewendet werden kann. Die Ergebnisse belegen wiederum, daß die Probeninstabilität bei der Untersuchung an Oberflächenrissen deutlich unterhalb der Maximalfähigkeit aus Langrißmessungen eintritt.

In dieser Arbeit wurden die apparative Ausstattung und die notwendigen Auswertemethoden für die Untersuchung der Reißfähigkeit aus dem stabilen Wachstum von Oberflächenrissen vorgestellt. An vier verschiedenen modernen Strukturkeramiken konnte die Notwendigkeit der Reißfähigkeitsmessung an Oberflächenrissen demonstriert werden, um versagensrelevante Materialdaten für die Auslegung keramischer Bauteile zu gewinnen.

9 LITERATURVERZEICHNIS

- 1) Bowen, H.K.
"Moderne keramische Werkstoffe", Spektrum der Wissenschaft,
Sonderheft 'Moderne Werkstoffe', 1987
- 2) Lagerlöf, P.
Vorlesung "Ceramic Materials", Case Western Reserve University, 1991
- 3) VDI-Nachrichten,
"Forschung erneuert Stahl", Nr.9 28.02.1992, Seite 22
- 4) Hoechst CeramTec AG,
"Keramische Werkstoffe für innovative Anwendungen" Firmenprospekt
- 5) Bunk, W.; Böhmer, M.; Kißler, K.
"Keramische Komponenten für Fahrzeug-Gasturbinen III"
Springer-Verlag, Heidelberg, Berlin, New York, Tokio (1984)
- 6) Mörgenthaler, K.D.
"Zur Zuverlässigkeitsberechnung von keramischen Turbinenrädern",
Fortschrittsberichte der Deutschen Keramischen Gesellschaft,
1 [3], 37-49 (1985)
- 7) Ceramic Source 1991-92 Vol. 7, Am.Ceram.Soc. Westerville, Ohio, USA
- 8) Atkins, A.G.; Mai, Y.W.
"Elastic and Plastic Fracture", Ellis Horwood Limited,
Chichester, West Sussex, England (1985)
- 9) Bundesministerium für Forschung und Technologie (Hrsg.)
"Materialforschung - Programm des Bundesministers für Forschung
und Technologie", Bonn, 1985
- 10) Bundesministerium für Forschung und Technologie (Hrsg.)
"Materialforschung - Programm des Bundesministers für Forschung
und Technologie", Bonn, 1990
- 11) Japan External Trade Organization, Machinery and Technology Dept.
"New Technology Japan: Special Issue - Hyper Reliable Integrated
Materials R&D in Japan", Tokyo, Japan (1991)
- 12) Matsui, M.; Soma, T.; Oda, I.
"Effect of Microstructure on the Strength of Y-TZP Components",
S.371-81 in Advances In Ceramics, Vol.12, Edited by N. Claussen,
M. Rühle and A.H. Heuer, The American Ceramic Society,
Columbus, OH, 1984
- 13) Tsukuma, K.; Kubota, Y.; Tsukidate, T.
"Thermal and Mechanical Properties of Y₂O₃-Stabilized Tetragonal
Zirconia Polycrystals", S.382-90 in Advances in Ceramics, Vol.12,
Edited by N. Claussen, M. Rühle and A.H. Heuer,
The American Ceramic Society, Columbus, OH, 1984

- 14) Kobayashi, K.; Masaki, T.
"Toughened Zirconia", J.Ceram.Soc.Jpn., 17 427 (1982)
- 15) Tsukuma, K.; Ueda, K.; Shimada, M.
"Strength and Fracture Toughness of Isostatically Hot-Pressed Composites of Al_2O_3 -Partially Stabilized Zirconia",
J. Am. Ceram. Soc., 68 [1] C4-C5 (1985)
- 16) Marshall, D.B.; Ritter, J.E.
"Reliability of Advanced Structural Ceramics and Ceramic Matrix Composites - A Review", Am. Cer. Soc. Bull., 66, S.309-317, (1987)
- 17) Evans, A.G.
"Perspective of the Development of High Toughness Ceramics",
J. Am. Cer. Soc., 73 [2] 187-206 (1990)
- 18) Griffith, A.A.
"The Phenomena of Rupture and Flow in Solids",
Phil. Trans. Roy. Soc. of London, Series A 221, S. 163-197 (1921)
- 19) Irwin, G.R.
"Fracture", Handbuch der Physik, II, (Hrsg.) Függe,
Springer-Verlag, S. 558-590 (1958)
- 20) Technische Keramik, Jahrbuch 1.Ausgabe und Handbuch 2.Ausgabe,
Vulkan Verlag Essen, (1988 und 1990)
- 21) Broek, D.
"Elementary Engineering Fracture Mechanics", Nordhoff, Leyden 1974
- 22) Heckel, K.
"Einführung in die technische Bruchmechanik",
Hanser Verlag, München 1970
- 23) Newman Jr., J.C.; Raju, I.S.
"Analysis of Surface Cracks in Finite Plates Under Tension or Bending Loads", NASA Technical Paper 1578, 1979
- 24) Hübner, H.; Jillek, W.
"Subcritical Crack Extension and Crack Resistance in Polycrystalline Alumina", J. Mater. Sci., 12, 117-125 (1977)
- 25) Kleinlein, F.W.; Hübner, H.
in "Advances in Research on the Strength and Fracture of Materials",
(Hrsg.) D.M.R. Taplin, Pergamon Press, Oxford, New York, 883 (1978)
- 26) Kleinlein, F.W.
Doktorarbeit, Universität Erlangen/Nürnberg (1980)
- 27) Steinbrech, R.; Knehans, R.; Schaarwächter, W.
"Increase of crack resistance during slow crack growth in Al_2O_3 bend specimens", J. Mat. Sci., 18, 265-270 (1983)
- 28) Rice, J.R.
"A Path Independent Integral and the Approximate Analysis of Strain Concentrations by Notches and Cracks",
J. Appl. Mech., 35 S.379-86 (1968)

- 29) Sakai, M.; Bradt, R.C.
"Graphical Methods for Determining the Nonlinear Fracture Parameters of Silica and Graphite Refractory Composites",
Fracture Mechanics of Ceramics, 7 S.127-42 (1985)
- 30) Reichl, A.
"Ermittlung und Bedeutung von Reißwiderstandskurven für oxidische Keramiken mit und ohne Umwandlungsverstärkung", Fortschrittberichte VDI Reihe 18: Mechanik/Bruchmechanik Nr.78, VDI-Verlag 1990
- 31) Bär, K.K.O.; Kleist, G.; Nickel, H.
"Bruchmechanische Untersuchungen zum Reißwiderstandverhalten bei nicht-umwandlungsverstärkten Keramiken am Beispiel von Aluminiumoxid",
Berichte des Forschungszentrums Jülich: Jül-2460, (1991)
- 32) McMeeking, R.M.; Evans, A.G.
"Mechanics of Transformation Toughening in Brittle Materials",
J.Am.Ceram.Soc., 65 [5], 242-46 (1982)
- 33) Claussen, N.
"Fracture Toughness of Al_2O_3 with an Unstabilized ZrO_2 Dispersed Phase",
J.Am.Ceram.Soc., 59 [1-2] 49-51 (1976)
- 34) Porter, D.L.; Evans, A.G.; Heuer, A.H.
"Transformation Toughening in Partially Stabilized Zirconia (PSZ)",
Acta Metall., 27 [2] S.1649-54 (1979)
- 35) Evans, A.G.; Heuer, A.H.
"Review - Transformation Toughening in Ceramics: Martensitic Transformations in Crack-Tip Stress Fields",
J.Am.Ceram.Soc., 63 [5-6] 241-48 (1980)
- 36) Ritchie, R.O.
"Mechanisms of Fatigue Crack Propagation in Metals, Ceramics and Composites: Role of Crack-Tip Shielding",
Beitrag auf dem DOE Workshop "Mechanics and Physics of Crack Growth",
Keystone, CO, August 1988
- 37) Clarke, D.R.; Faber, K.T.
"Fracture of Ceramics and Glasses",
J. Phys. Chem. Solids, Vol.48 [11], S.1115-1157 (1987)
- 38) Budiansky, B.; Hutchinson, J.W.; Lambropoulos, J.C.
"Continuum Theory of Dilatant Transformation Toughening in Ceramics",
Int. J. Solids Struct., 19 [4] 337-55 (1983)
- 39) Stump, D.M.; Budiansky, B.
"Crack Growth Resistance in Transformation-Toughened Ceramics",
Int. J. Solids Struct., 25, 635-46 (1989)
- 40) Evans, A.G.; Cannon, R.M.
"Toughening of Brittle Solids by Martensitic Transformations",
Acta Metall. 34 [5] 761-800 (1986)
- 41) Heuer, A.H.; Lange, F.F.; Swain, M.V.; Evans, A.G.
"Transformation Toughening: An Overview",
J. Am. Ceram. Soc., 69 [3] i-iv (1986)

- 42) Garvie, R.C.; Hannink, R.H.; Pascoe, R.T.
"Ceramic Steel?", *Nature*, Vol.258 S.703-04 [12] (1975)
- 43) Katagiri, G.; Ishida, H.; Ishitani, A.; Masaki, T.
"Direct Determination by a Raman Microprobe of the Transformation Zone Size in Y_2O_3 Containing Tetragonal ZrO_2 Polycrystals", in *Advances in Ceramics*, Vol.24: Science and Technology of Zirconia III, The American Ceramic Society Inc., (1988)
- 44) Marshall, D.B.
"Strength Characteristics of Transformation-Toughened Zirconia", *J. Am. Ceram. Soc.*, 69 [3] 173-80 (1986)
- 45) Rühle, M.; Claussen, N.; Heuer, A.H.
"Transformation and Microcrack Toughening as Complementary Processes in ZrO_2 -Toughened Al_2O_3 ", *J. Am. Ceram. Soc.*, 69[3] 195-97 (1986)
- 46) Buresch, F.E.
"A Structure Sensitive K_{IC} -Value and Its Dependence on Grain Size Distribution, Density and Microcrack Interaction", S. 835-47 in: *Fracture Mechanics of Ceramics*, Vol.4, herausgegeben von R.C. Bradt, D.P.H. Hasselman, F.F. Lange, Plenum, New York, 1975
- 47) Buresch, F.E.
"Einfluß einer spannungsinduzierten Mikrorißschädigung auf den Rißwiderstand von Al_2O_3 -Keramik", in "Mikrobruchvorgänge in Al_2O_3 -Keramik", Abschlußkolloquium 9./10. April 1990, (Hrsg.) H. Nickel, R.W. Steinbrech, Konferenzen des Forschungszentrums Jülich Bd.7/1991
- 48) Buresch, F.E.
"Ein Modell für den Rißwiderstand von Keramik und seine Bedeutung für die kritische Bruchspannung", *Science of Ceramics*, 7, S. 381-398, (1973)
- 49) Evans, A.G.
"On the Formation of a Crack Tip Microcrack Zone", *Scr. Metall.*, 10 93 (1976)
- 50) Evans, A.G.; Faber, K.T.
"Crack-Growth Resistance of Microcracking Brittle Materials", *J. Am. Ceram. Soc.*, 67[4] 255-60 (1984)
- 51) Deuerler, F.
"Bruchverhalten von polykristallinem Aluminiumoxid unter dem Einfluß von Gefüge, Temperatur und Umgebungsbedingungen", *Fortschrittsberichte VDI, Reihe 18: Mechanik/Bruchmechanik*, Nr.38, VDI-Verlag, Düsseldorf (1987)
- 52) Steinbrech, R.W.; Knehans, R.
"Ursachen des R-Kurvenverhaltens in Al_2O_3 bei Raumtemperatur", Beiträge zum Festigkeitsseminar über Höchsttemperaturreaktionen keramischer Werkstoffe unter besonderer Berücksichtigung nicht-linearer quasi-plastischer Verformung, R.F. Pabst (Hrsg.), Stuttgart (1983) S.264-76
- 53) Chantikul, P.; Bennison, S.J.; Lawn, B.R.
"Role of Grain Size in the Strength and R-Curve Properties of Alumina", *J. Am. Ceram. Soc.*, 73 [8] 2419-27 (1990)

- 54) Vekinis, G.; Ashby, M.F.; Beaumont, P.W.R.
"R-Curve Behaviour of Al_2O_3 Ceramics",
Acta Metall. Mater., 38 [6] 1151-62 (1990)
- 55) Mundry, G.; Schaarwächter, W.; Steinbrech, R.W.
"Bruchflächenrauigkeit und Reißwiderstandverhalten von Al_2O_3 -Keramiken",
in "Mikrobruchvorgänge in Al_2O_3 -Keramik", Abschlußkolloquium
9./10. April 1990, (Hrsg.) H. Nickel, R.W. Steinbrech,
Konferenzen des Forschungszentrums Jülich Bd.7/1991
- 56) Knehans, R.; Steinbrech, R.W.
"Effect of Grain Size on the Crack Resistance Curves of Al_2O_3
Bend Specimens", in "Science of Ceramics 12",
Hrsg.: P. Vincenzini, Ceramurgica, Faenza, 613 (1984)
- 57) Steinbrech, R.W.; Reichl, A.; Schaarwächter, W.
"R-Curve Behavior of Long Cracks in Alumina",
J. Am. Ceram. Soc., 73 [7] 2009-15 (1990)
- 58) Becher, P.F.
"Microstructural Design of Toughened Ceramics",
J. Am. Ceram. Soc., 74 [2] 255-69 (1991)
- 59) Becher, P.F.; Wei, G.C.
"Toughening Behavior in SiC-Whisker-Reinforced Alumina",
J. Am. Ceram. Soc., 67 [12] C267-69 (1984)
- 60) Budiansky, B.; Hutchinson, J.W.; Evans, A.G.
"Matrix Fracture in Fiber-Reinforced Ceramics",
J. Mech. Phys. Solids, 34 [2] 167-89 (1986)
- 61) Readey, M.J.; Steinbrech, R.W.; Dransmann, G.W.
unveröffentlichte Arbeiten an Spinell, 1988
- 62) Mundry, G.
"Gefüge, Bruchmodus und Reißwiderstandverhalten von Aluminiumoxid-
keramik unterschiedlicher Silizium und Magnesiumoxidgehalte",
Dissertation, Universität Dortmund, Fortschr-Ber. VDI Reihe 18 Nr.95,
Düsseldorf, VDI-Verlag GmbH 1991
- 63) Dickerson, R.M.; Bleise, D.; Kleist, G.; Steinbrech, R.W.; Nickel, H.
"Growth of Indentation Cracks in Al_2O_3 under Loading",
zur Veröffentlichung in: Fortschrittsberichte der Deutschen
Keramischen Gesellschaft
- 64) Steinbrech, R.W.; Heuer, A.H.
"R-Curve Behavior and the Mechanical Properties of
Transformation-Toughened ZrO_2 -Containing Ceramics",
Mat. Res. Soc. Symp. Proc. Vol.60 S.469-81 (1986)
- 65) Heuer, A.H.
"Transformation Toughening in ZrO_2 -Containing Ceramics",
J. Am. Ceram. Soc., 70 [10] 689-98 (1987)
- 66) Marshall, D.B.; Swain, M.V.
"Crack Resistance Curves in Magnesia-Partially-Stabilized Zirconia",
J. Am. Ceram. Soc., 71 [6] 399-407 (1988)

- 67) Lawn, B.R.; Wilshaw, T.R.
"Fracture of Brittle Solids", Cambridge University Press, London (1975)
- 68) Steinbrech, R.W.; Schmenkel, O.
"R-Kurvenverhalten von kurzen Oberflächenrissen in Aluminiumoxid",
Fortschrittsberichte der dt. keramischen Gesellschaft, Bd. 3,
Heft 3 S.155-67 (1988)
- 69) Steinbrech, R.W.; Schmenkel, O.
"Crack-Resistance Curves of Surface Cracks in Alumina",
J. Am. Ceram. Soc., 71 [5] C271-73 (1988)
- 70) Jensen, D.G.; Zelisko, Z.; Swain, M.V.
"Small flaw static fatigue crack growth in Mg-PSZ",
J. Mat. Scie. Let., 8 (1989) 1154-57
- 71) Bansal, G.K.
"Effect of Flaw Shape on Strength of Ceramics",
J. Am. Ceram. Soc., 59 [1-2] 87-88 (1976)
- 72) Grathwohl, G.
"Ermüdung von Keramik unter Schwingbeanspruchung",
Mat.-wiss. u. Werkstofftech. 19, 113-24 (1988)
- 73) Gurney, C.; Pearson, S.
"Fatigue of Mineral Glass under Static and Cyclic Loading",
Proc. Roy. Soc. of London A, 192 (1948) 537-44
- 74) Evans, A.G.; Fuller, E.R.
"Crack Propagation in Ceramic Materials under Cyclic Loading Conditions",
Metall. Transact., 5 (1974) 27-33
- 75) Krohn, D.A.; Hasselman, D.P.H.
"Static and Cyclic Fatigue Behavior of a Polycrystalline Alumina",
J. Am. Ceram. Soc., 55 (1972) 208-11
- 76) Chen, C.P.; Knapp, W.J.
"Fatigue Fracture of an Alumina Ceramic at Several Temperatures",
in: Fracture Mechanics of Ceramics 2, R.C. Bradt, D.P.H. Hasselman,
F.F. Lange (Hrsg.), Plenum, New York (1973) 691-707
- 77) Dauskardt, R.H.; Yu, W.; Ritchie, R.O.
"Fatigue Crack Propagation in Transformation-Toughened Zirconia Ceramic",
J. Am. Ceram. Soc., 70 [10] C-248-C-252 (1987)
- 78) Dauskardt, R.H.; Marshall, D.B.; Ritchie, R.O.
"Cyclic Fatigue-Crack Propagation in Magnesia-Partially-Stabilized
Zirconia Ceramics", J. Am. Ceram. Soc., 73 [4] 893-903 (1990)
- 79) Suresh, S.; Han, L.X.; Petrovic, J.P.
"Fracture of Si_3N_4 - SiC_w Composites under Cyclic Loads",
J. Am. Ceram. Soc., 71 [3] C-158-C-61 (1988)
- 80) Guiu, F.
"Cyclic fatigue of polycrystalline alumina in direct push-pull",
J. Mat. Sci. Let., 13 (1978) 1357-61

- 81) Steffen, A.A.; Dauskardt, R.H.; Ritchie, R.O.
"Cyclic Fatigue Life and Crack-Growth Behavior of Microstructurally Small Cracks in Magnesia-Partially-Stabilized Zirconia Ceramics",
J. Am. Ceram. Soc., 74 [6] 1259-68 (1991)
- 82) Brugger, N.
"Zum Verhalten von Rissen in keramischen Werkstoffen unter statischer, langsam ansteigender und schwingender Belastung",
Dissertation, Universität Karlsruhe, 1987
- 83) Munz, D.; Fett, T.
"Mechanisches Verhalten keramischer Werkstoffe",
Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, London, Paris, Tokyo 1989
- 84) S.-Y. Liu, I-W. Chen,
"Fatigue of Yttria-Stabilized Zirconia:II, Crack Propagation, Fatigue Striations and Short-Crack Behavior",
J. Am. Ceram. Soc., 74 [6] 1206-16 (1991)
- 85) Frei, H.; Grathwohl, G.
"Neue Prüftechniken für Konstruktionskeramik - Mikroskopische In-situ-Untersuchungen", cfi/Ber. DKG 68 (1991) No.1/2
- 86) Frei, H.; Grathwohl, G.
"Development of a piezotranslator-based bending device for In-situ SEM investigations of high-performance ceramics",
J. Phys. E: Sci. Instrum. 22 (1989), 589-593
- 87) DIN-Entwurf 51 110
"Prüfung von keramischen Hochleistungswerkstoffen, Teil3: 4-Punkt-Biegeversuch", Entwurf, Beuth Verlag GmbH, Berlin 1991
- 88) Dörre, E.; Hübner, H.
"Alumina", Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, Tokyo 1984
- 89) Cook, R.F.; Lawn, B.R.
"A Modified Indentation Toughness Technique",
J. Am. Ceram. Soc., 66 [11] C-200-C-201 (1983)
- 90) Oettel, W.O.
"Grundlagen der Metallmikroskopie",
Akademische Verlagsgesellschaft, Leipzig, 1959
- 91) Schiffers, H.
persönliche Mitteilung (1990)
- 92) Skalar Computer GmbH
Handbuch zum Analog-Board TXA12AF, 1989
- 93) Skalar Computer GmbH
Handbuch zur Signalprozessorkarte TXP32CP, 1989
- 94) Rongen, H.
persönliche Mitteilung (1990)

- 95) Rongen, H.; Vogel, P.; Dransmann, G.
"Programmpaket zur Datenerfassung, Datenverarbeitung und Darstellung mit gleichzeitiger Regelung einer Versuchsanlage zur Untersuchung moderner Strukturkeramiken", TN 14/91, KFA/IRW 1991
- 96) Characteristics of Ceramic Materials
Ceramiques Techniques Desmarquest, 27025 Erzux Cedex, Frankreich
- 97) Pajares-Vicente, A.; Guiberteau, F.; Dominguez-Rodriguez, A.
unveröffentlichte Arbeiten (1991)
- 98) Kaliszewski, M.S.
"Agglomeration Control and Indentation Cracking in Zirconia",
MS-Thesis, Case Western Reserve University, Cleveland, Ohio, 1991
- 99) Readey, M.J.; Heuer, A.H.; Steinbrech, R.W.
"Annealing of Test Specimens of High-Toughness Magnesia-Partially-Stabilized Zirconia", J. Am. Ceram. Soc., 71 [1] C-2-C-6 (1988)
- 100) Heuer, A.H.; Readey, M.J.; Steinbrech, R.W.
"Resistance Curve Behaviour of Supertough MgO-partially-stabilized ZrO₂",
Mater. Sci. Eng., A105/106 (1988) 83-89
- 101) Readey, M.J.
"K_R-Curve Behavior in MgO Partially Stabilized Zirconia",
Department of Materials Science and Engineering, Case Western Reserve University, Cleveland (1987)
- 102) Readey, M.J.; Heuer, A.H.; Steinbrech, R.W.
"Crack Propagation in Mg-PSZ",
Mater. Res. Soc. Symp. Proc., 78 107-120 (1987)
- 103) Porter, D.L.; Heuer, A.H.
"Mechanisms of Toughening Partially Stabilized Zirconia (PSZ)",
J. Am. Ceram. Soc., 60, 183-84 (1977)
- 104) Porter, D.L., Heuer, A.H.
"Microstructural Development in MgO-Partially Stabilized Zirconia",
J. Am. Ceram. Soc., 62 [5-6] 298-305 (1979)
- 105) Hannink, R.H.J.; Swain, M.V.
"Magnesia-Partially Stabilized Zirconia: The Influence of Heat Treatment on Thermo-Mechanical Properties",
J. Aust. Ceram. Soc., 18, 53-62 (1982)
- 106) Grain, C.T.
"Phase Relations in the ZrO₂-MgO System",
J. Am. Ceram. Soc., 50 [6] 288-90 (1967)
- 107) Duwez, P.; Odell, F.; Brown, F.H.
"Stabilization of Zirconia with Calcia and Magnesia",
J. Am. Ceram. Soc., 35 [5], 1079-1113 (1952)
- 108) Green, D.J.; Hannink, R.H.J.; Swain, M.V.
"Transformation Toughening of Ceramics",
CRC Press, Boca Raton, USA (1989)

- 109) Hannink, R.H.J.
"Microstructural Development of Subeutectoid Aged MgO-ZrO₂ Alloys",
J. Mater. Sci., 18 457-470 (1983)
- 110) Evans, A.G.
"Toughening Mechanism in Zirconia Alloys", in N. Claussen, M. Rühle,
A.H. Heuer (Hrsg.) Science and Technology of Zirconia II,
Advances in Ceramics, 12, 193-212 (1983)
- 111) Dauskardt, R.H.; Veirs, D.K.; Ritchie, R.O.
"Spatially Resolved Raman Spectroscopy Study of Transformed
Zones in Magnesia-Partially-Stabilized Zirconia",
J. Am. Ceram. Soc., 71 [7] 1124-30 (1989)
- 112) Dransmann, G.
"Rißzähigkeit von MgO-teilstabilisierter Zirkondioxid-Keramik
mit natürlichen Anrissen", Diplomarbeit, Universität Dortmund, 1988
- 113) Dransmann, G.; Steinbrech, R.W.
"Bruchzähigkeit von Oberflächenrissen in MgO-teil-
stabilisiertem ZrO₂", Fortschrittsberichte der Deutschen Keramischen
Gesellschaft, Bd. 5 (1990) Heft 1, Seite 53-67
- 114) Shaw, M.C.; Marshall, D.B.; Heuer, A.H.; Inghels, E.
"Recovery of Crack-Tip Transformation Zones in Zirconia After
High-Temperature Annealing", J. Am. Ceram. Soc., 75 [2] 474-76 (1992)
- 115) Clarke, D.R.; Adar, F.
"Raman Microprobe Spectroscopy of Polyphase Ceramics",
in Mater. Sci. Res., Vol.15 Advances in Materials Characterization,
D.R. Rossington, R.A. Condrate, R.L. Snyder (Hrsg), Plenum Press,
New York, 1983, Seite 199-214
- 116) Clarke, D.R.; Adar, F.
"Measurement of the Crystallographically Transformed Zone Produced
by Fracture in Ceramics Containing Tetragonal Zirconia",
J. Am. Ceram. Soc., 65 [6] 284-88 (1982)
- 117) Delhay, M.; Dhamelinourt, P.
J. Raman Spectrosc., 3 Seite 33 (1975)
- 118) Marshall, D.B.; Shaw, M.C.; Dauskardt, R.H.; Ritchie, R.O.;
Readey, M.J.; Heuer, A.H.
"Crack-Tip Transformation Zones in Toughened Zirconia",
J. Am. Ceram. Soc., 73 [9] 2659-66 (1990)
- 119) Behrens, G.
persönliche Mitteilung, Cleveland, 1991
- 120) Cook, R.F.; Pharr, G.M.
"Direct Observation and Analysis of Indentation Cracking in Glasses
and Ceramics", J. Am. Ceram. Soc., 73 [4] 787-817 (1990)
- 121) Lawn, B.R.; Swain, M.V.
"Microfracture Beneath Point Indentations in Brittle Solids",
J. Mater. Sci., 10, 113-22 (1975)

- 122) Anstis, G.R.; Chantikul, P.; Lawn, B.R.; Marshall, D.B.
"A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: I, Direct Crack Measurements",
J. Am. Ceram. Soc., 64 [9] 533-538 (1981)
- 123) Chantikul, P.; Anstis, G.R.; Lawn, B.R.; Marshall, D.B.
"A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: II, Strength Method",
J. Am. Ceram. Soc., 64 [9] 539-543 (1981)
- 124) Palmquist, S.
"The Work for the Formation of a Crack as a Measure of the Toughness of Hard Metals", Arch. Eisenhüttenwes., 33, 629-34 (1962)
- 125) Niihara, K.
"A Fracture Mechanics Analysis of Indentation-Induced Palmquist Cracks in Ceramics", J. Mater. Sci. Lett., 2, 221-23 (1983)
- 126) Glandus, J.C.; Rouxel, T.; Tai, Q.
"Study of the Y-TZP Toughness by an Indentation Method",
Ceramics International, 17 (1991) 129-35
- 127) Laugier, M.T.
"Palmquist Crack Extension and the Center-Loaded Penny Crack Analogy",
J. Am. Ceram. Soc., 68 [2] C-51-C-52 (1985)
- 128) Shetty, D.K.; Rosenfield, A.R.; Duckworth, W.H.
"Indenter Flaw Geometry and Fracture Toughness Estimates for a Glass-ceramic", J. Am. Ceram. Soc., 68 [10] C-282-C-284 (1985)
- 129) Marshall, D.B.
"Failure from Surface Flaws", in "Fracture in Ceramic Materials",
A.G. Evans (Hrsg.), Noyes Publications, Park Ridge, New Jersey, USA, 1984
- 130) Anderson, R.M.; Braun, L.M.
"Technique for the R-Curve Determination of Y-TZP Using Indentation-Produced Flaws", J. Am. Ceram. Soc., 73 [10] 3059-62 (1990)
- 131) Tsukuma, K.; Takahata, T.
"Mechanical Property and Microstructure of TZP and TZP/ Al_2O_3 Composites", in "Advanced Structural Ceramics", P.F. Becher, M.V. Swain, S. Somiya (Hrsg.), Mater. Res. Soc. Symp. Proc., Vol. 78, MRS Pittsburgh, PA, S.123-35 (1987)
- 132) Hansen, J.J.; Cutler, R.A.; Shetty, D.K.; Virkar, A.V.
"Indentation Fracture Response and Damage Resistance of Al_2O_3 - ZrO_2 Composites Strengthened by Transformation-Induced Residual Stresses",
J. Am. Ceram. Soc., 71 [12] C-105-C-107 (1988)
- 133) Jones, S.L.; Norman, C.J.; Shahani, R.
"Crack-profile shapes formed under a Vickers indent pyramid",
J. Mater. Sci. Lett., 6 (1987) 721-723

- 134) Kaliszewski, M.S.; Heuer, A.H.; Shaw, M.C.; Marshall, D.B.; Dransmann, G.W.; Steinbrech, R.W.; Pajares Vicente, A.; Guiberteau, F.; Cumbreira, F.L.; Dominguez-Rodriguez, A.
"Indentation Studies on Y_2O_3 -Stabilized ZrO_2 : I, Development of Indentation-Induced Cracks",
zur Veröffentlichung in: J. Am. Ceram. Soc.
- 135) Bleise, D.
persönliche Mitteilung, 1991
- 136) Liu, S.-Y.; Chen, I-W.
"Fatigue of Yttria-Stabilized Zirconia: II, Crack Propagation, Fatigue Striations and Short-Crack Behavior",
J. Am. Ceram. Soc., 74 [6] 1206-16 (1991)
- 137) Beitz, W.; Küttner, K.-H. (Hrsg.)
"Dubbel - Taschenbuch für den Maschinenbau", Springer Verlag,
Berlin, Heidelberg, New York, Tokyo, (1983)
- 138) Stockmann, Y.J.
"Toughness Evaluation of Si_3N_4 Based on Crack Propagation Studies Using Indentation Cracks",
Diplomarbeit, TU Delft, 1992
- 139) Heuer, A.H.
persönliche Mitteilung, 1991
- 140) Martinez-Fernandez, J.; Jimenez-Melendo, M.; Dominguez-Rodriguez, A.; Heuer, A.H.
"Microindentation-Induced Transformation in 3,5-mol%-Yttria-Partially-Stabilized Zirconia Single Crystals",
J. Am. Ceram. Soc., 74 [5] 1071-81 (1991)
- 141) Behrens, G.
persönliche Mitteilung, 1991
- 142) Heuer, A.H.
persönliche Mitteilung, 1991
- 143) Bär, K.K.O.; Kleist, G.; Nickel, H.
"Rißfortschrittuntersuchungen bei unterschiedlichen Belastungsabläufen",
in "Mikrobruchvorgänge in Al_2O_3 -Keramik", Abschlußkolloquium
9./10. April 1990, (Hrsg.) H. Nickel, R.W. Steinbrech,
Konferenzen des Forschungszentrums Jülich Bd.7/1991