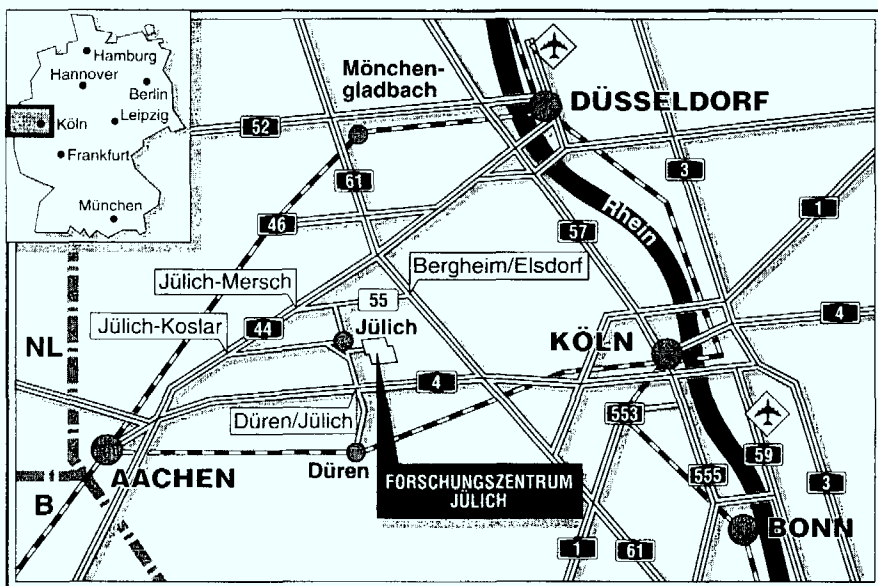


Institut für Werkstoffe der Energietechnik

**Rißzähigkeitsermittlung mit
Härteeindruckrissen an einer
grobkörnigen Aluminiumoxid-Keramik**

D. Bleise R.W. Steinbrech G. Kleist H. Nickel



Berichte des Forschungszentrums Jülich ; 3068

ISSN 0944-2952

Institut für Werkstoffe der Energietechnik Jül-3068

D82 (Diss. RWTH Aachen)

Zu beziehen durch: Forschungszentrum Jülich GmbH · Zentralbibliothek

D-52425 Jülich · Bundesrepublik Deutschland

Telefon: 024 61/61-61 02 · Telefax: 024 61/61-61 03 · Telex: 833 556-70 kfa d

Jül-3068

Mai 1995

ISSN 0944-2952

Rißzähigkeitsermittlung mit Härteeindruckrissen an einer grobkörnigen Aluminiumoxid-Keramik

D. Bleise* R.W. Steinbrech G. Kleist H. Nickel

* Dissertation

Determination of the Crack Resistance of a Coarse Grained Alumina Using Indentation Cracks

by
D. Bleise*
R.W. Steinbrech
G. Kleist
H. Nickel

Abstract

In spite of the high temperature strength, the wear resistance, the oxidation and hot corrosion resistance, and the low density, the potential applications for ceramic materials are limited by their brittleness. Intensive efforts in materials research and development are therefore being undertaken with the aim of producing a 'tough' ceramic material. Progress in this direction has been made through the combination of materials development and microstructural fracture characteristics; further developments are expected.

The present work is concerned with the testing of short cracks for the fracture characterization of a coarse grained alumina. In the literature, the clear R-curve behavior of the examined alumina has been confirmed, that is, the crack resistance increases with increasing crack length.

To investigate the crack initiation and crack growth, the indentation method was used. With indentation cracks and complementary crack opening tests, it was possible to achieve a consistent fracture mechanics result. At room temperature a constant crack resistance of $K_R \approx 4 \text{ MPam}^{1/2}$ was measured in air and $K_R \approx 5.5 \text{ MPam}^{1/2}$ in vacuum. At 1000°C in air a crack resistance of $K_R \approx 3.3 \text{ MPam}^{1/2}$ was determined. The results are in qualitative agreement with the reduction of crack resistance due to environmental effects (for example, humidity) and thermally activated crack growth.

It was interesting that only constant crack resistance values for controlled, stable crack extension of the indentation cracks were measured for the alumina, in spite of the known R-curve behavior. This result clearly contradicts the published literature, both for the indentation cracks and for the long cracks. It must, however, be regarded as correct because of the accurate analysis of the internal stresses, which are responsible for the propagation of the indentation cracks. An attempt was made to investigate the observed difference in crack resistance of indentation cracks and long cracks using crack opening tests. It was indeed found that the ratio of crack opening to crack length was significantly higher for indentation cracks than for long cracks. Obviously the toughening mechanisms that are the basis for R-curve behavior are almost saturated in the case of indentation cracks.

In addition, crack propagation experiments with indentation cracks are required in order to confirm generally these considerations for ceramics that show R-curve behavior.

Rißzähigkeitsermittlung mit Härteeindruckrissen an einer grobkörnigen Aluminiumoxidkeramik

von
D. Bleise*
R.W. Steinbrech
G. Kleist
H. Nickel

Kurzfassung

Die Einsatzmöglichkeiten keramischer Werkstoffe sind trotz hoher Temperatur- und Verschleißfestigkeit, Oxidations- und Korrosionsbeständigkeit sowie geringer spezifischer Dichte stark durch deren Sprödbuchanfälligkeit eingeschränkt. Intensive Anstrengungen in der Materialforschung und -entwicklung werden deshalb mit dem Ziel unternommen, "zähere" keramische Werkstoffe zu entwickeln. Fortschritte in dieser Richtung sind durch das Zusammenwirken von Materialentwicklung und mikrostruktureller Bruchcharakterisierung bereits erzielt worden und werden auch in Zukunft erwartet.

Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit Kurzrißuntersuchungen zur Bruchcharakterisierung einer grobkörnigen Al_2O_3 -Keramik. In der relevanten Literatur wird der untersuchten Al_2O_3 -Keramik ausgeprägtes R-Kurvenverhalten bescheinigt, d.h. die Rißzähigkeit nimmt mit wachsender Rißlänge zu.

Zur Untersuchung der Rißbildung und -verlängerung wurden Härteeindruckmethoden eingesetzt. Mit den Härteeindruckrissen und ergänzenden Rißöffnungsuntersuchungen gelang es, ein konsistentes bruchmechanisches Ergebnis zu erzielen. Bei Raumtemperatur wurde einerseits an Luft und andererseits unter Vakuumbedingungen eine konstante Rißzähigkeit von $K_R \approx 4 \text{ MPam}^{1/2}$ bzw. $K_R \approx 5.5 \text{ MPam}^{1/2}$ ermittelt. Bei 1000°C an Luft ergab sich ein Rißzähigkeitswert von $K_R \approx 3.3 \text{ MPam}^{1/2}$. Die Ergebnisse stimmen qualitativ mit der Verminderung der Rißzähigkeit bei umgebungsgeförderten (z.B. Luftfeuchtigkeit) und thermisch aktiviertem Rißwachstum überein.

Interessanterweise konnten bei der kontrollierten, stabilen Verlängerung der Härteeindruckrisse nur konstante Rißzähigkeitswerte für die Al_2O_3 -Keramik trotz bekanntem R-Kurvenverhalten ermittelt werden. Dieses Ergebnis widerspricht eindeutig dem bisherigen Erkenntnisstand in der Literatur, sowohl für Härteeindruck- als auch für lange Risse. Es muß aber wegen der genaueren Analyse der rißantreibenden Eigenspannungen für Härteeindruckrisse als korrekt angesehen werden. Ein Erklärungsversuch für die beobachteten Unterschiede im Rißzähigkeitsverhalten von Härteeindruck- und langen Rissen wird mit Hilfe von Rißöffnungsuntersuchungen vorgenommen. In der Tat ist das Verhältnis von Öffnung zu Länge bei Härteeindruckrissen deutlich größer als bei langen Rissen, wodurch die dem R-Kurvenverhalten zugrundeliegenden Verstärkungsmechanismen bei den Härteeindruckrissen schon weitestgehend Sättigungsverhalten aufweisen.

Zusätzliche Rißausbreitungsexperimente mit Härteeindruckrissen sind erforderlich, um diese Vorstellungen für keramische Werkstoffe mit R-Kurvenverhalten generell zu bestätigen.

INHALTSVERZEICHNIS

	<u>Seite</u>
1 EINLEITUNG	1
2 KENNTNISSTAND ZUM RISSAUSBREITUNGSVERHALTEN IN GROBKÖRNIGEN ALUMINIUMOXID-KERAMIKEN	5
2.1 R-Kurvenverhalten	5
2.1.1 Korngröße und Mikrobruchmodus	5
2.1.2 Lange, kurze und natürliche Risse	8
2.1.3 Modellvorstellungen	10
2.2 Subkritisches Rißwachstum	13
2.3 Einfluß von hohen Temperaturen	15
3 METHODEN ZUR RISSZÄHIGKEITSERMITTLUNG AN HÄRTEEINDRUCKSRISSEN	17
3.1 Rißmorphologie	19
3.2 Eigenspannungsintensität	20
3.3 Spannungsintensitätsfaktor von Biegespannungen	24
3.4 Überlagerung von Eigen- und Biegespannungsanteil für den kritischen Riß	26
3.4.1 Verfahren nach Lawn	29
3.4.2 Verfahren nach Krause	29
3.4.3 Verfahren nach Cook	31
3.5 Rißwachstumsverhalten bei Biegespannungen	32
3.6 Rißwachstumsverhalten bei Biege- und Eigenspannungsbelastung	32
3.6.1 Auswerteverfahren nach Scattergood	34
3.6.2 Auswerteverfahren nach Steinbrech et al.	36
3.7 Ermittlung des Geometriewertes ψ im Biegespannungsterm	37
3.8 Bestimmung des Eigenspannungsfaktors χ	39
3.8.1 Konstante Rißzähigkeit	40
3.8.2 R-Kurvenverhalten	43
3.8.3 Übergang von Palmqvist zu medianen Riß	45
4 EXPERIMENTELLE ARBEITEN	47
4.1 Aluminiumoxid-Werkstoff und Probenpräparation	49
4.2 Lichtmikroskopische Bestimmung der Härteeindrucksrisse	50

4.3	Schnelle Biegebruchexperimente bei Raumtemperatur	50
4.4	Kontrollierte Biegebruchexperimente mit in situ Beobachtung bei Raumtemperatur	51
4.5	Eine neue experimentelle Methode: Kombination des stabilen Rißwachstums von Härteeindrucksrissen und langem Riß	51
4.6	Kontrollierte Biegebruchexperimente mit in situ Beobachtung des Rißwachstums bei hohen Temperaturen (C-förmigen Proben)	53
4.7	Rasterelektronenmikroskopische Untersuchung des Rißöffnungsverhaltens	55
4.7.1	Nach Variation der Härteeindrucklast	55
4.7.2	Kontrolliertes Rißausbreitungsexperiment	56
5	ERGEBNISSE	59
Teil I:	Rißzähigkeitsuntersuchungen bei Raumtemperatur	59
5.1	Ausgangsrißlänge nach Härteeindruck	59
5.2	Kritische Biegebruchspannung indentierter Proben	62
5.3	Stabiles Rißausbreitungsverhalten unter in situ Beobachtung	65
5.3.1	Rißwachstum an der Luft	65
5.3.1.1	Härteeindruckrisse ohne Eigenspannung	65
5.3.1.2	Härteeindruckrisse mit Eigenspannungen	65
5.3.2	Stabiles Rißwachstum von Härteeindrucksrissen im Vakuum	70
5.4	Kombiniertes Kurz- und Langrißwachstum unter in situ Beobachtung	72
5.4.1	Phase I : Stabiles Wachstum der Härteeindruckrisse	75
5.4.2	Phase II: Stabiles Wachstum des langen bruchmechanischen Risses	75
5.4.3	Zusammenführung der Ergebnisse als Funktion des Rißflächenzuwachses	77
Teil II:	Rißzähigkeitsuntersuchungen bei hohen Temperaturen	79
5.5.	Rißwachstumverhalten unter in situ Beobachtung	79
Teil III:	Rißöffnungsverhalten indentierter Risse	82
5.6	Rißöffnungsverhalten	82
5.6.1	Rißöffnungsverhalten bei Variation der Härteeindrucklast	83
5.6.2	Entwicklung des Rißöffnungsprofils bei stabilem Rißwachstum	85

6	DISKUSSION	87
7	ZUSAMMENFASSUNG	92
8	ANHANG	94
8.1	Berechnung der anliegenden äußeren Spannungen	
9	LITERATURVERZEICHNIS	96

1 EINLEITUNG

In den letzten Jahrzehnten finden keramische Werkstoffe dank verbesserter Herstellungsverfahren und daraus resultierender größerer Reproduzierbarkeit für die industrielle Anwendung verstärktes Interesse. Die Vorteile dieser Werkstoffklasse liegen im Vergleich zu metallischen Werkstoffen in der hohen Temperaturfestigkeit, Verschleißbeständigkeit, Oxidations- und Korrosionsbeständigkeit sowie nicht zuletzt auch in einem geringen spezifischen Gewicht [1]. Um dieses Potential zuverlässig nutzen zu können und weiterzuentwickeln, wurden und werden intensive Anstrengungen in der Material-Forschung und -Entwicklung unternommen [2-11].

Trotz guter Erfolge in der Materialentwicklung sind die Einsatzmöglichkeiten noch immer erheblich durch die für keramische Werkstoffe typische Sprödbuchanfälligkeit eingeschränkt. Keramiken besitzen im Vergleich zu metallischen Werkstoffen bei Raumtemperatur keine Versetzungsplastizität, welche lokale Spannungsüberhöhungen durch plastische Verformung abbauen könnte. Deshalb bestimmen Spannungskonzentrationen an Defekten unterschiedlicher Form, Lage und Größe das Bruchverhalten, was sich in einer statistischen Festigkeitsverteilung äußert. Große Streuungen der mechanischen Kennwerte, die zudem vom Probenvolumen und der Oberflächengüte abhängen, beeinträchtigen somit den zuverlässigen Einsatz der Strukturkeramik. Vor diesem Hintergrund sind die Anstrengungen im Bereich der Materialentwicklung zu sehen, die Zuverlässigkeit der keramischen Werkstoffe zu erhöhen.

Mit Kenntnis der grundlegenden Instabilitäts-Korrelation zwischen der Rißzähigkeit K_R sowie der Bruchspannung σ und der Defektgröße a_D

$$K_R \sim \sigma \sqrt{a_D} \quad (\text{Gl.1})$$

werden die beiden in der Materialentwicklung forcierten Strategien verständlich:

1. Die erste Strategie besteht darin, die Defektgröße a_D durch Kontrolle und Verbesserung des Herstellungsprozesses zu minimieren und gleichmäßig zu gestalten. Kleinere Korngrößen und die Vermeidung von Gefügeheterogenitäten führen beispielsweise bei angenommener gleicher Rißzähigkeit zu einem höheren Mittelwert der Bruchspannung und zu einer geringeren Streubreite der Festigkeit. So konnten bereits feinkörnige Keramiken mit Festigkeitswerten von 2GPa [11-15]

entwickelt werden. Die Erhöhung der Festigkeit und Zuverlässigkeit erlaubt bei der konstruktiven Auslegung einer keramischen Komponente eine höhere Beanspruchung.

2. Mit der zweiten Strategie wird die Erhöhung der Rißzähigkeit K_R durch die Entwicklung "rißtoleranter" Keramik [16-19] anvisiert. Rißtoleranz bedeutet, daß Materialdefekte bei Belastung nicht unmittelbar zum katastrophalen Versagen der Keramik führen. Vielmehr bestimmt das von den Defekten ausgehende weitere stabile Rißwachstum, wann letztlich der Sprödbbruch auftritt. "Rißtoleranz" liegt vor, wenn mit zunehmendem Rißwachstum die makroskopische Rißzähigkeit ebenfalls ansteigt, was als sogenanntes R-Kurvenverhalten bekannt ist (Abb. 1.1).

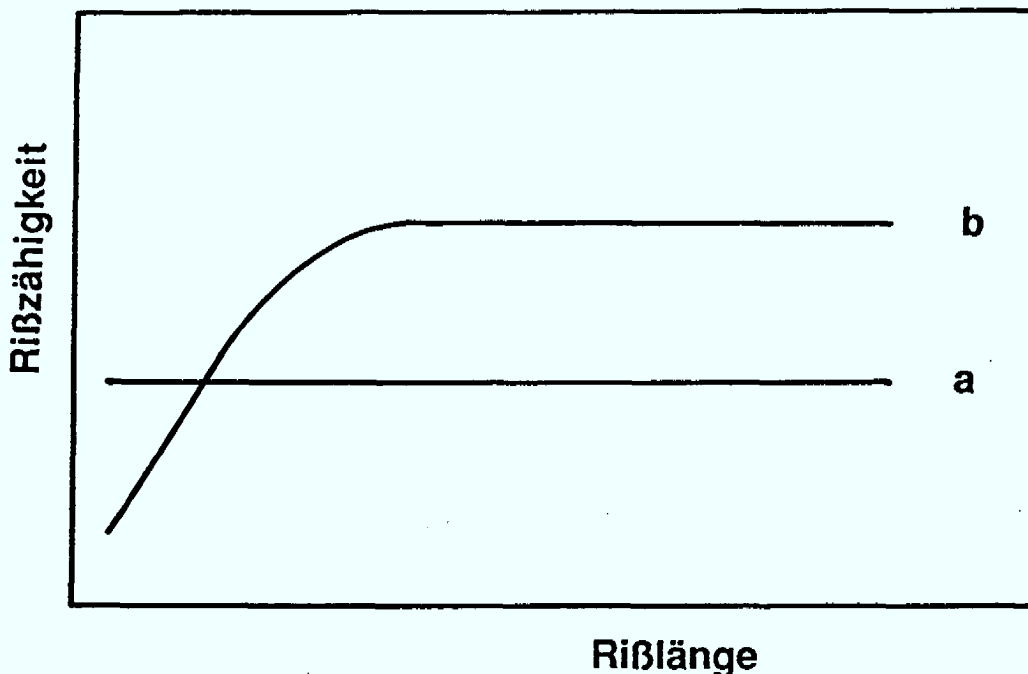


Abb. 1.1: Rißzähigkeitsverhalten keramischer Werkstoffe
 a) sprödes Material mit konstanter Rißzähigkeit
 b) Material mit R-Kurvenverhalten. Trotz niedrigerem Ausgangswert steigt die Rißzähigkeit im Verlaufe des Rißwachstums auf ein höheres Niveau

Fortschritte bei modernen Industriekeramiken im Hinblick auf Festigkeitssteigerung und "rißtoleranteres" Verhalten sind durch das sinnvolle Zusammenwirken von Materialentwicklung und Bruchcharakterisierung zu erwarten. So konnte zum Beispiel durch direkte Beobachtungen des stabilen Rißwachstums zu Beginn der 80er Jahre die Bedeutung der Rißspitzenabschirmung durch mikrostrukturelle Besonderheiten

nachgewiesen werden [20]. Als Ursache für das Ansteigen der Rißzähigkeit wurde eine abschirmende Zone, entweder durch Druckspannungen oder durch Rißflankenwechselwirkung hinter der eigentlichen Rißspitze identifiziert. Um diesen Effekt gezielt herbeizuführen, werden Rißflankenbrücken durch die Implementierung von Whiskern, Fasern oder duktile Metallphasen in vielfältigen Variationen heute hergestellt. Der quantitativen Charakterisierung der dabei erreichten Festigkeitswerte und Rißzähigkeitssteigerung kommt besondere Bedeutung zu, da sie aufzeigt, ob die Entwicklungsbemühungen weitergeführt haben. Auch für die Dimensionierung von Keramikbauteilen kann auf solche Bruchcharakterisierung nicht verzichtet werden.

In diesem Kontext sind auch die Diskussionen über eine versagensrelevante Bruchcharakterisierung zu sehen, die trotz augenscheinlichem Spröbruchverhalten im Hinblick auf die Rißzähigkeit einiger Keramiken nicht abgeschlossen sind. Üblicherweise werden Experimente zur Bestimmung von Festigkeit und Rißzähigkeit an unterschiedlichen Testgeometrien durchgeführt (Abb. 1.2): Die Festigkeit wird meist in einem schnellen Bruchexperiment mit Hilfe einer ungekerbten Biegeprobe ermittelt, wobei ein "natürlicher" Defekt - hierunter sind in der Regel herstellungs- und bearbeitungsbedingte oberflächennahe Fehler zu verstehen - zum Versagen der Probe führt. Demgegenüber werden für Rißzähigkeitsuntersuchungen meist gekerbte Proben (Single Edge Notched Beam; Double Cantilever Beam; Compact Tension) genutzt, die Probenversagen von einem geometrisch definierten (künstlichen) Anriß zu messen gestatten.

Es stellt sich dabei die Frage, ob trotz unterschiedlicher Dimensionen der Rißsysteme die sich daraus ergebenden Meßwerte korrelierbar sind und die Messungen mit langen Rissen praktische Relevanz besitzen. Die Problematik wird deutlich, wenn beispielsweise bei hochzählen ZrO_2 Keramiken und Al_2O_3 auf Grund von R-Kurvenverhalten die maximale Rißzähigkeit erst nach einigen Millimeter Rißwachstum erreicht wird, während in der Praxis diese Keramiken bei Instabilität höchstens Rißlängen von wenigen hundert Mikrometern aufweisen [21].

Gefordert ist daher eine Bruchcharakterisierung, bei der Festigkeit und Rißzähigkeit an dem gleichen Rißsystem ermittelt werden. Naheliegend ist der Gedanke, Rißausbreitungsexperimente an "natürlichen" Rissen durchzuführen, was auch vereinzelt realisiert werden konnte [21,22]. Aufgrund der Schwierigkeit, das teilweise nur geringe Wachstum des versagensauslösenden Oberflächendefektes aus einer Vielzahl von Defekten zu identifizieren, lassen sich vielfach aus experimentellen Gründen solche

Messungen praktisch nicht durchführen. Als Kompromiß bietet sich an, die Rißzähigkeitsmessungen an Härteeindruckrissen vorzunehmen, die als sogenannte kurze Risse in ihren Dimensionen sehr nahe an Oberflächenrissen liegen. Die Vorteile sind darin zu sehen, daß der durch das Setzen eines Härteeindrucks eingebrachte Defekt in Größe und Lage gezielt variiert werden kann und somit auch systematische Materialstudien möglich werden. Dabei wird jedoch vorausgesetzt, daß die oben geforderte Kompatibilität der Rißsysteme (kurzer/ natürlicher Riß) gegeben ist, so daß qualitative und quantitative Ergebnisse übertragbar sind.

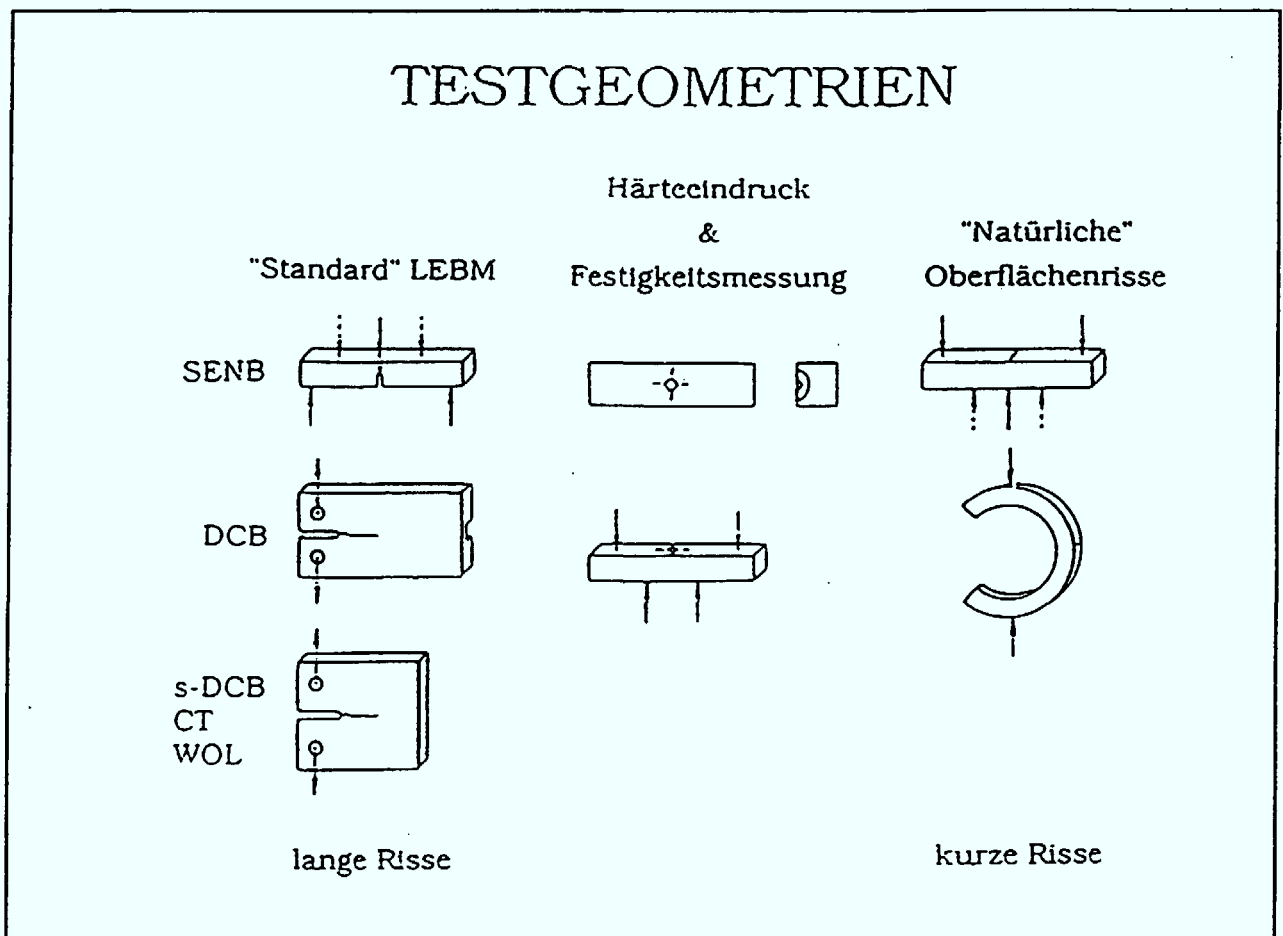


Abb. 1.2: Testgeometrien zur Rißzähigkeits- und Festigkeitsermittlung keramischer Werkstoffe

In der vorliegenden Arbeit wird die Rißzähigkeitsermittlung an kurzen Rissen mit Hilfe der Härteeindruckmethoden für eine Keramik mit bekanntem R-Kurvenverhalten einer kritischen Überprüfung unterzogen. Durch systematische Anwendung verschiedener Härteeindruckverfahren, deren Weiterentwicklung aber auch durch konsistenzüberprüfende Überlegungen wird das Spröbruch-Charakterisierungsverfahren auf seine

praktische Relevanz hin untersucht. Insbesondere wird im Hinblick auf Keramiken mit R-Kurvenverhalten auch der Frage nachgegangen, ob dieser Effekt mit dem stabilem Rißausbreitungsverhalten von Härteeindruckrissen identifizierbar ist. Für die Untersuchungen wurde eine grobkörnige Al_2O_3 Keramik (AF 99.7 Fa. Demarquest) ausgewählt, über deren ausgeprägtes R-Kurvenverhalten in Langriß-Experimenten mehrfach berichtet wurde [23]. Al_2O_3 im allgemeinen, und AF 99.7 im besonderen, sind zudem hinsichtlich des Bruchverhaltens gut erforscht, so daß eine breite Datenbasis für diese Oxidkeramik zur Verfügung steht, und der Schwerpunkt der Arbeit sich auf die methodischen Aspekte der Rißzähigkeitsermittlung richten kann.

2 KENNTNISSTAND ZUM RISSAUSBREITUNGSVERHALTEN IN GROBKÖRNIGEN ALUMINIUMOXID-KERAMIKEN

Bei der Vielzahl von publizierten Untersuchungsergebnissen zum thermomechanischen Verhalten von Aluminiumoxid wird eine umfassende und vollständige Literaturübersicht im Rahmen dieser Arbeit nicht angestrebt. Es sei an dieser Stelle jedoch auf die umfangreiche Zusammenstellung von spezifischen Materialdaten über Aluminiumoxid durch Morrell [24] und Dörre und Hübner [25] hingewiesen.

In diesem Kapitel wird der für die eigenen Untersuchungen relevante Wissensstand über das Rißzähigkeitsverhalten von Al_2O_3 Keramiken dargestellt. Soweit vorhanden fließen dabei bekannte, quantitative Ergebnisse über die untersuchte Al_2O_3 Variante AF 99.7 in die Ausführungen ein.

Zuerst wird phänomenologisch das R-Kurvenverhalten von Al_2O_3 im Zusammenhang mit dem Einfluß der Korngröße und des Mikrobruchmodus vorgestellt, sowie auf den Einfluß der Rißgeometrie eingegangen. Anschließend werden die Modellvorstellungen zum Anstieg der Rißzähigkeit skizziert. Neben R-Kurvenverhalten bestimmt das zeitabhängige und umgebungsabhängige subkritische Rißwachstum die Rißausbreitung. Zuletzt wird der Einfluß der Temperatur auf die Rißzähigkeit aufgezeigt.

2.1 R-Kurvenverhalten

2.1.1 Korngröße und Mikrobruchmodus

In Abb. 2.1 wird das R-Kurvenverhalten in Abhängigkeit von der Korngröße beispielhaft

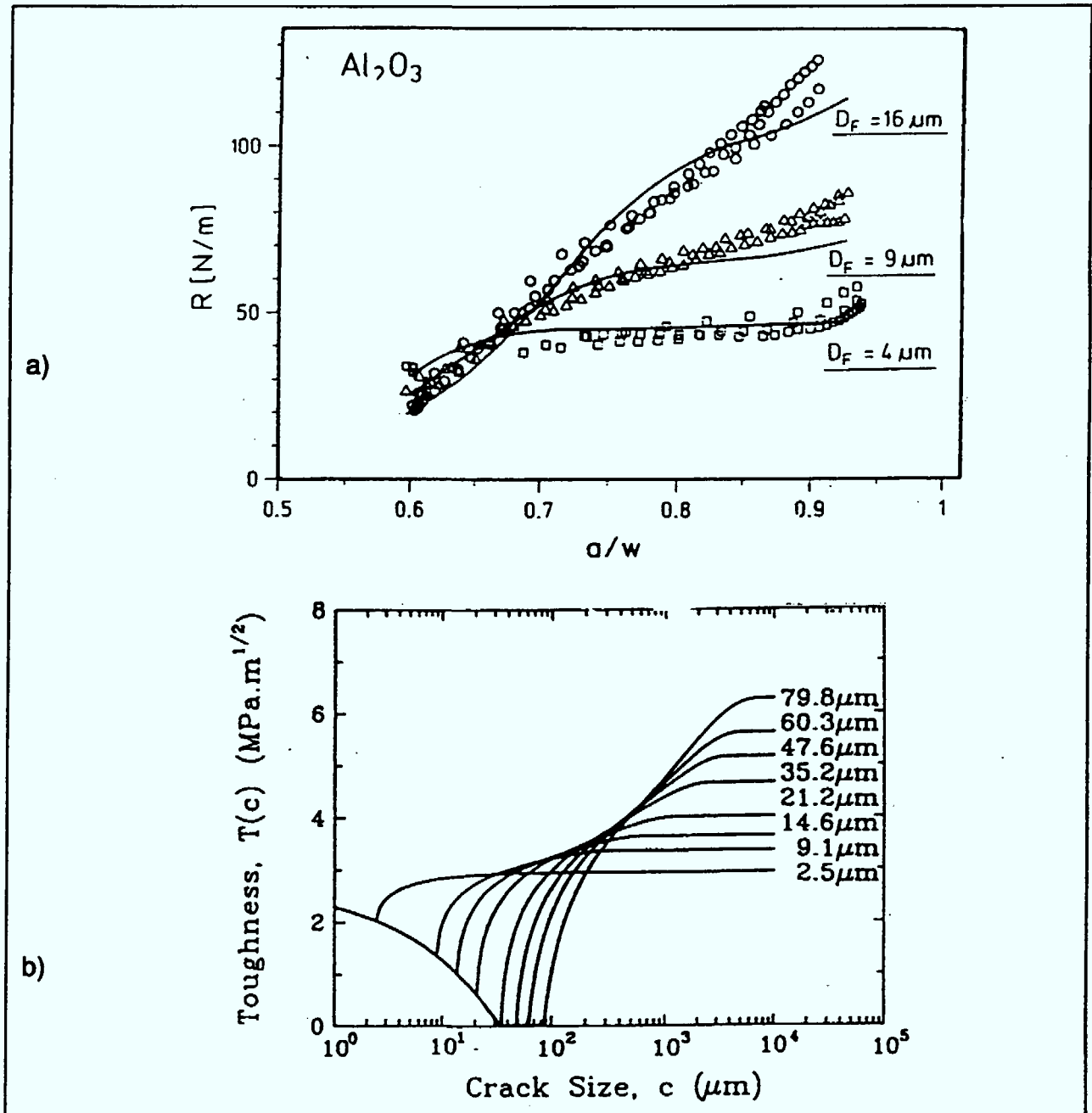


Abb. 2.1: Korngrößenabhängigkeit des R-Kurvenverhaltens

a) Rißwachstum von "langen" Rissen in SENB Geometrie [26]

b) Instabilität von kurzen Härteeindrucksrissen im ISB Versuch [27]

anhand zweier Untersuchungsergebnisse [26,27] dargestellt, die qualitativ mehrfach bestätigt wurden [21,28-33].

An gekerbten Rissen (Abb. 2.1a) kann über die Variation des Korngrößendurchmessers D_F von 4 bis $16\mu\text{m}$ ein deutlicher Einfluß auf den R-Kurveneffekt konstatiert werden [26]. Aber auch aus dem Instabilitätsverhalten von Härteeindrucksrissen im Biegebruch-experiment (Abb. 2.1b) konnte für den Korngrößenbereich von $D = 2.5$ bis $79.8\mu\text{m}$ der Nachweis erbracht werden, daß die Gefügedimension einen dominanten Einfluß auf den R-Kurveneffekt ausübt [27].

Mit Zunahme der Korngröße wird eine Erhöhung des Rißwiderstandes beziehungsweise der Rißzähigkeit innerhalb der möglichen Rißverlängerung beobachtet. Entsprechend ist der R-Kurveneffekt für feinkörnige Al_2O_3 -Varianten gering und für grobkörnige Aluminiumoxid-Keramiken sehr ausgeprägt.

Allerdings führt grobes Gefüge allein nicht notwendigerweise zu ausgeprägtem R-Kurvenverhalten. Ein Vergleich der R-Kurven der Al_2O_3 -Varianten B40 (Fa. Feldmühle) und AF 99.7 (Fa. Demarquest) in Abb. 2.2 verdeutlicht dies. Trotz vergleichbarer Korngröße unterscheiden sich die Rißwiderstandsverläufe erheblich [28]. Eine

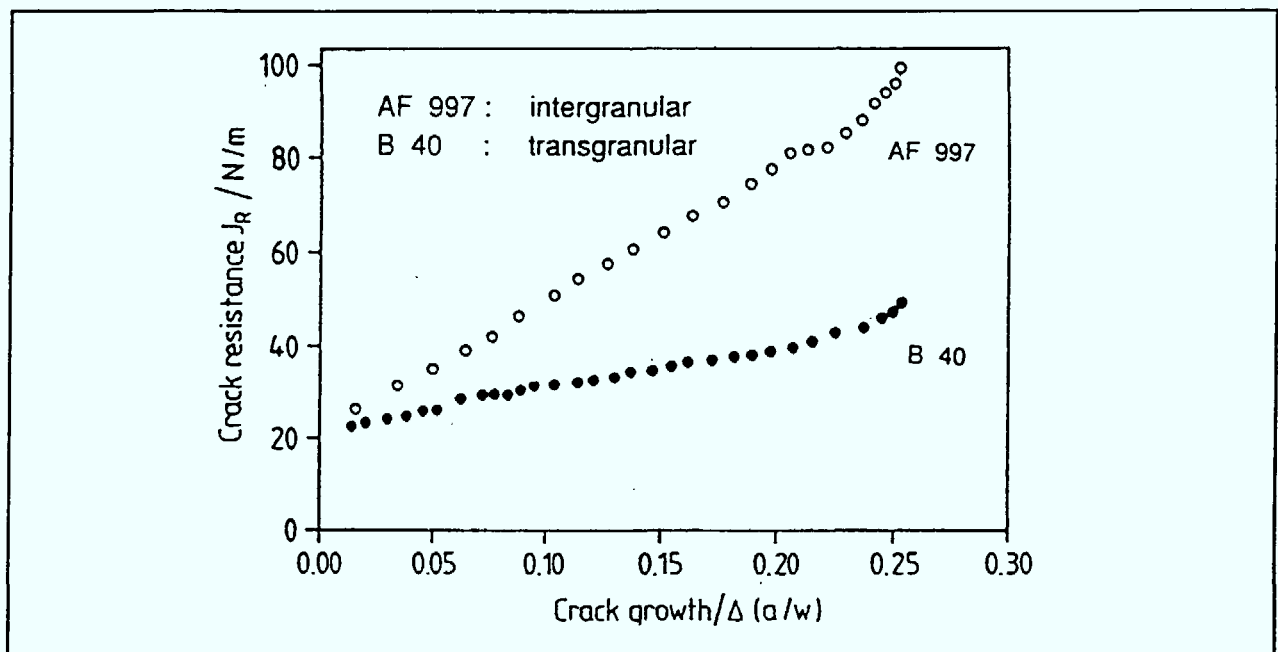


Abb. 2.2: Einfluß des Mikrobruchmodus auf das R-Kurvenverhalten von Al_2O_3 [34]

entscheidende Rolle spielt hierbei der unterschiedliche Mikrobruchmodus: die überwiegend transkristallin brechende Al_2O_3 -Variante B40 zeigt einen geringeren Anstieg des Rißwiderstands (maximal Verdoppelung) wohingegen AF 99.7 mit interkristallinen Bruchmodus um das Fünffache im Rißwiderstand zunimmt [34].

Das R-Kurvenpotential wird also sowohl von der Korngröße als auch vom Mikrobruchmodus bestimmt.

2.1.2 Lange, kurze und natürliche Risse

Die Existenz der R-Kurve und die zuvor beschriebenen dominanten Einflußgrößen finden breiten Konsens [32-47]. Uneinigkeiten treten jedoch bei der Frage hervor, ob es einen materialspezifischen R-Kurvenverlauf gibt, oder ob R-Kurvenverhalten generell von geometrischen Effekten beeinflusst wird. Überlagert wird diese Diskussion durch die Schwierigkeiten, Einflüsse der Versuchstechnik und der Auswertemethoden zu eliminieren. Abb. 2.3 gibt einen Überblick möglicher Einflußfaktoren, die bei der Ermittlung der R-Kurve berücksichtigt werden müssen.

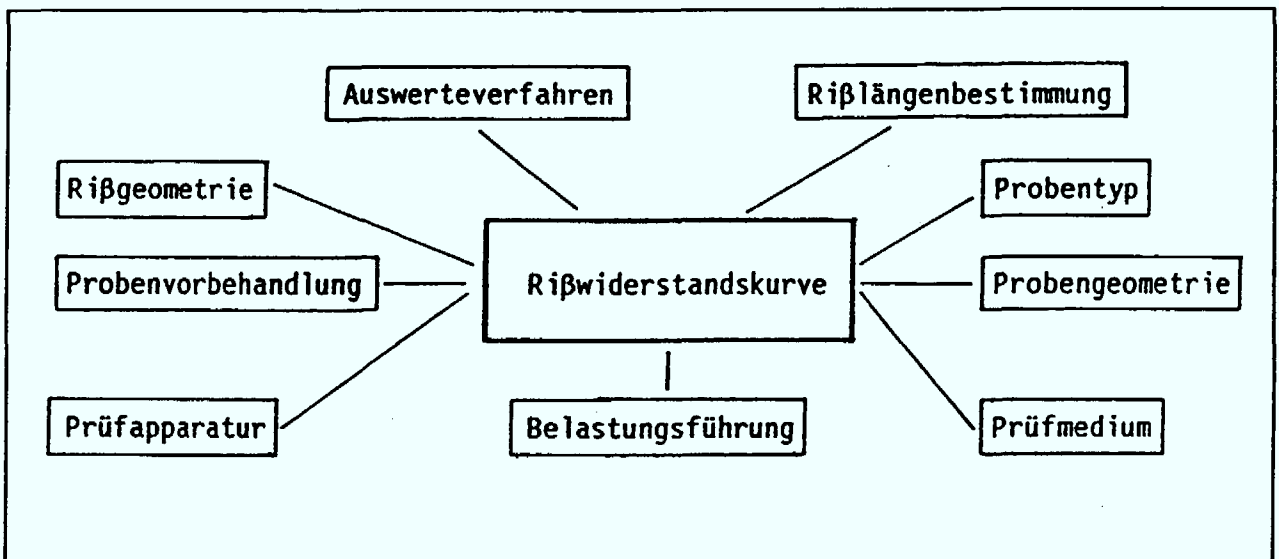


Abb. 2.3 : Einflußfaktoren bei der Bestimmung der R-Kurve [29]

Die "richtige" materialspezifische R-Kurve zu selektieren ist deshalb sehr aufwendig, zumal in mehreren Rißausbreitungsuntersuchungen an langen Rissen Geometrieabhängigkeiten nachgewiesen wurden [45-47].

Beispielhaft soll an dieser Stelle zur Verdeutlichung der Geometrieabhängigkeit, der Einfluß der normierten Kerbtiefe a_0/w in SENB-Proben auf die Steigung der R-Kurve hervorgehoben werden (Abb. 2.4). Mit steigenden a_0/w -Werten von 0.2 über 0.4, 0.6 bis 0.75 nimmt die Steigung der R-Kurvenverläufe zu. Das R-Kurvenpotential von $R_0=20$ bis $R_{\max}=120\text{J/m}^2$ wird unabhängig von der Kerbtiefe jeweils voll ausgeschöpft wird.

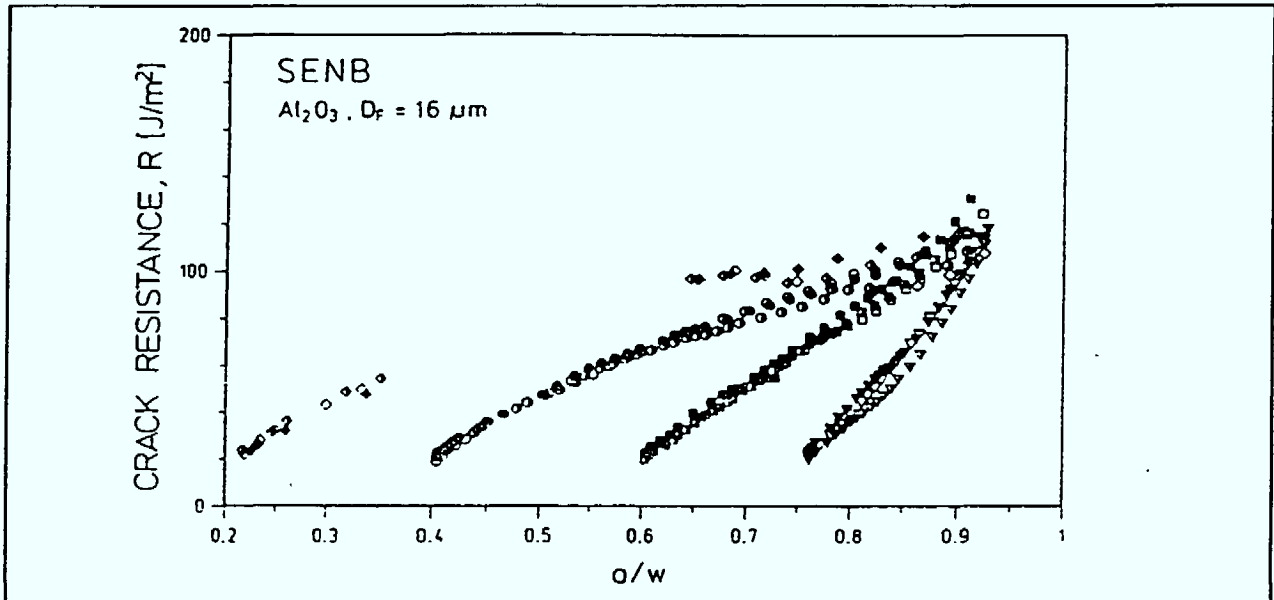


Abb. 2.4: Einfluß der Kerbtiefe auf den R-Kurveneffekt [34]

Die Diskussion um die Bestimmung des R-Kurvenverhaltens an langen Rissen relativiert sich, wenn zusätzlich die in Abb. 2.5 dargestellten R-Kurven von Al₂O₃ für unterschiedliche Rißsysteme - lange, kurze und natürliche Risse - in Betracht gezogen werden.

Es ist offensichtlich, daß sowohl die natürlichen als auch die kurzen Oberflächenrisse (Oberflächenrisse) im Gegensatz zu den langen Rissen einen geringeren R-Kurvenbereich abdecken. Die Rißzähigkeit für lange Risse liegt im Plateaubereich mit $K_{RL} \approx 6\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ nach einem stabilen Rißwachstum von ungefähr 2mm deutlich über dem bei Oberflächenrisse gefundenen Werten von $K_R \approx 4\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ für eine Rißverlängerung von 200-300μm.

Die Diskrepanzen zwischen den verschiedenen Rißsystemen sind Gegenstand vieler Diskussionen [21], da sie direkt auf die Frage zurückführen, welche der angegebenen Rißzähigkeitswerte für die Auslegung eines Bauteils relevant sind. Diese Problematik steht auch im Zentrum des Interesses in dieser Arbeit.

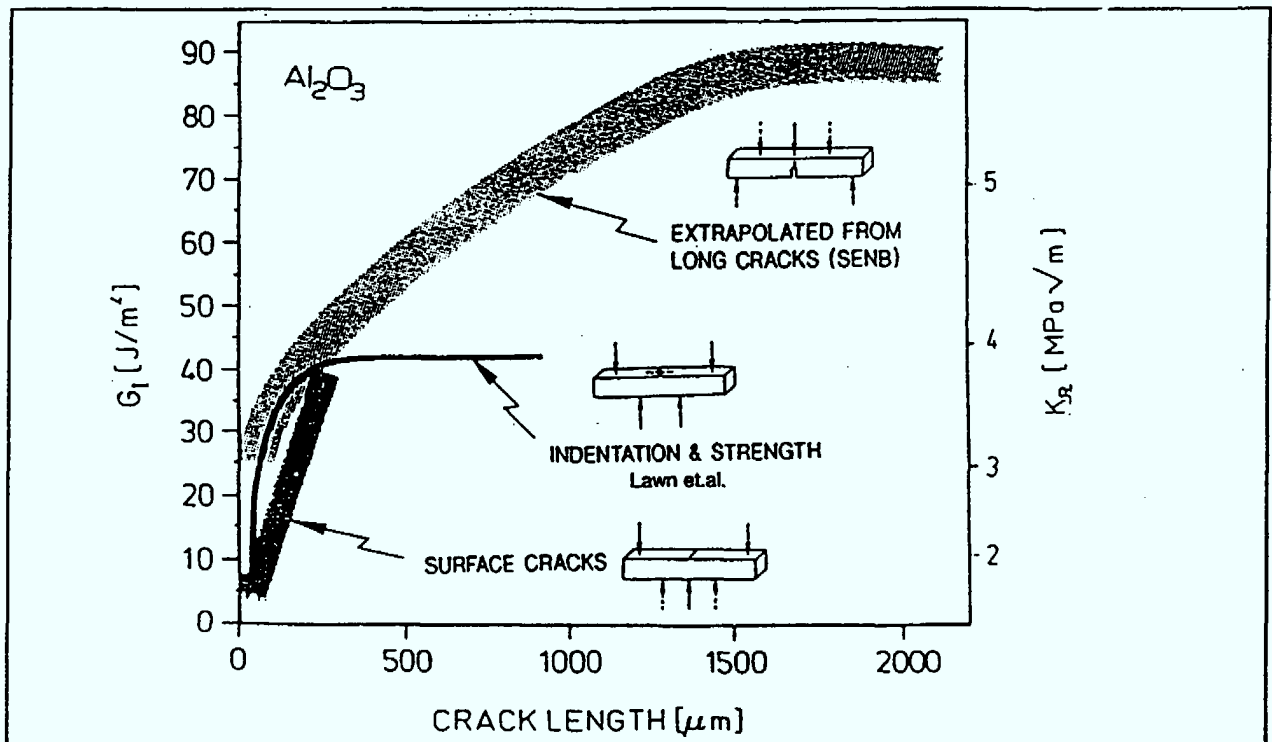


Abb. 2.5: R-Kurvenverhalten für lange, kurze und natürliche Risse [48]

2.1.3 Modellvorstellungen

Für die vorliegende Arbeit ist bei der Diskussion der experimentellen Ergebnisse ein Grundverständnis der alternativ diskutierten Modellvorstellungen des R-Kurvenverhaltens von Al_2O_3 unabdingbar. Für eine detailliertere Darstellung physikalisch-mathematischer Modelle wird auf Übersichtsartikel von Evans [17] und Steinbrech [19,48] sowie auf die Arbeit von Bär et al. [29] hingewiesen.

Prinzipiell wird die Zunahme der Rißzähigkeit durch energiedissipative Prozesse entweder hinter der Rißspitze durch Rißflankenwechselwirkung [39,41,45,46,49-51] oder vor der Rißspitze durch Prozeßzonenmodelle [52-54] erklärt.

Rißflankenmodell

Es wurde schon in Abschnitt 2.1 auf die für den R-Kurveneffekt notwendigen Voraussetzungen der Grobkörnigkeit des Materials auf den zusätzlich geforderten interkristallinen Mikrobruchmodus hingewiesen. Entscheidend für das Ansteigen des Rißwiderstandes ist die Ausbildung von kraftschlüssigen Materialbrücken an den

nichtebenen Rißflanken der Keramik. Bei Standardtestgeometrien können die Rißflanken bis zu mehreren Millimetern lokalisiert in physikalischem Kontakt stehen. Durch das Ineinandergreifen der Rißflanken (Verzahnungen von Körnern) können äußere Kräfte entlang des Risses über Brücken, Verhakungen oder Reibungskontakten übertragen werden. Hierdurch wird die lokale Spannungsintensität an der Rißspitze reduziert. Erst durch die Erhöhung der äußeren Spannungsintensität kann der Riß vorangetrieben werden. Der R-Kurveneffekt geht in eine Sättigung über, wenn die Abschirmung der Rißspitze einen konstanten Wert erreicht.

Beispielhaft wird das Modell nach Steinbrech et al. [38,46,47,55-57] in Abb. 2.6 herangezogen, indem der R-Kurveneffekt in direktem Zusammenhang mit der Zunahme der Rißflanken-Wechselwirkungszone $z(a)$ steht [38,47]. Für den ansteigenden Bereich der R-Kurve von a_0 bis a_T nimmt auch die Länge der Wechselwirkungszone zu. Ab der Rißlänge a_T ist die maximale Länge der Wechselwirkungszone $z_{\max}$ erreicht, so daß weiteres Rißwachstum lediglich das Nachziehen einer konstanten Wechselwirkungszone hinter der Rißspitze bewirkt, was gleichbleibende Rißzähigkeit (Plateauwert) bedingt.

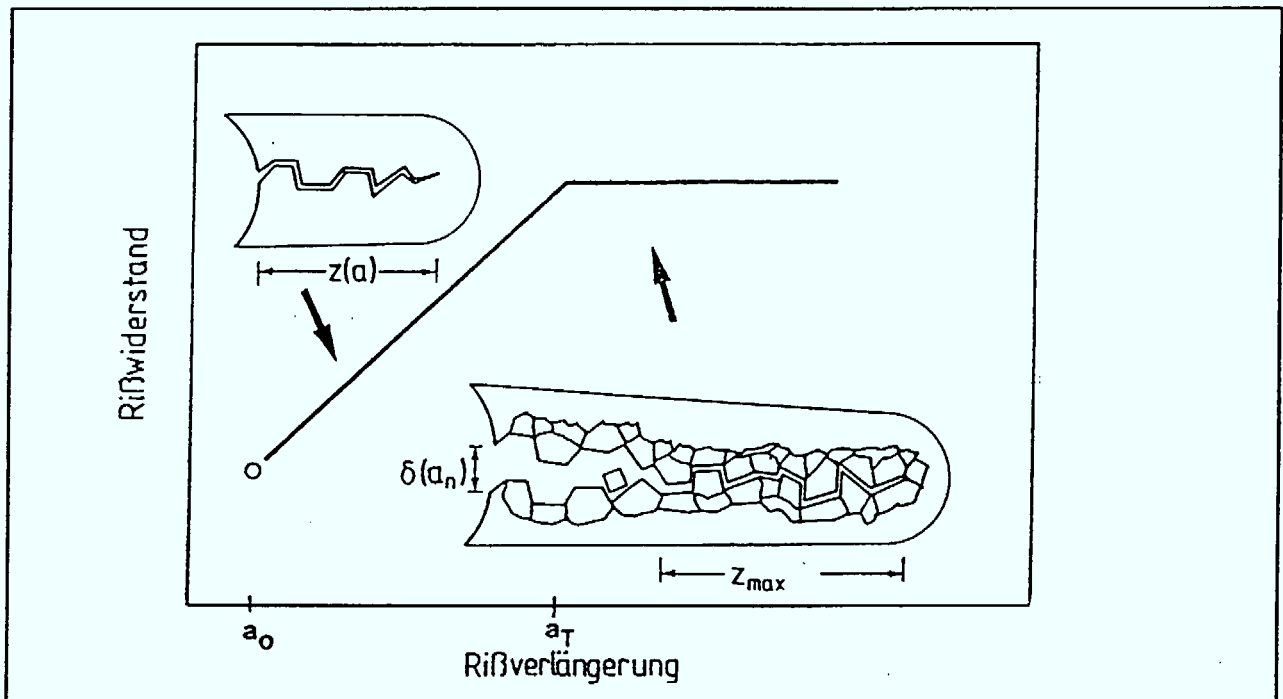


Abb. 2.6: Qualitativer Verlauf des Rißwiderstandanstiegs nach dem Rißflankenmodell von Steinbrech et. al. [38,46,47,55-57]

Als wichtige geometrische Größe im Zusammenhang mit der Wechselwirkungszone ist die Rißöffnung δ zu nennen, da sie die Energiedissipation an der einzelnen Rißflankenbrücke

bestimmt. Aus Abb. 2.6 ist ersichtlich, daß ab einer bestimmten Rißöffnung $\delta(a_T)$ der physikalische Kontakt der Rißflanken über $z_{\max}$ hinaus nicht mehr gegeben ist. Diese kritische Rißöffnung $\delta(a_T)$ wird von Steinbrech et al. zu einem Viertel des Korndurchmessers D_F bestimmt [47], womit der Korngrößeneinfluß Berücksichtigung findet.

Prozeßzonenmodell

Beim Prozeßzonenmodell wird die Zunahme des Rißwiderstandes durch die Existenz von Mikrorissen in einem Schädigungsbereich vor der Makrorißspitze - der Prozeßzone - erklärt, wie in Abb. 2.7 beispielhaft an dem Modell von Buresch [53,58-60] dargestellt wird.

Die für die Modellvorstellung notwendige Bildung von Mikrorißkeimen wird auf Abkühlspannungen 2. Art, die an Korngrenzen und Tripelpunkten des Al_2O_3 - Gefüges (Abb. 2.7) aufgrund der Anisotropie der thermischen Ausdehnung wirksam werden, zurückgeführt. Es bedarf nur geringer zusätzlicher Aktivierung durch äußere Spannungen, um Mikrorißfelder zu generieren. Der diskontinuierliche Makrorißfortschritt findet dann durch das Zusammenwirken von Mikrorissen statt.

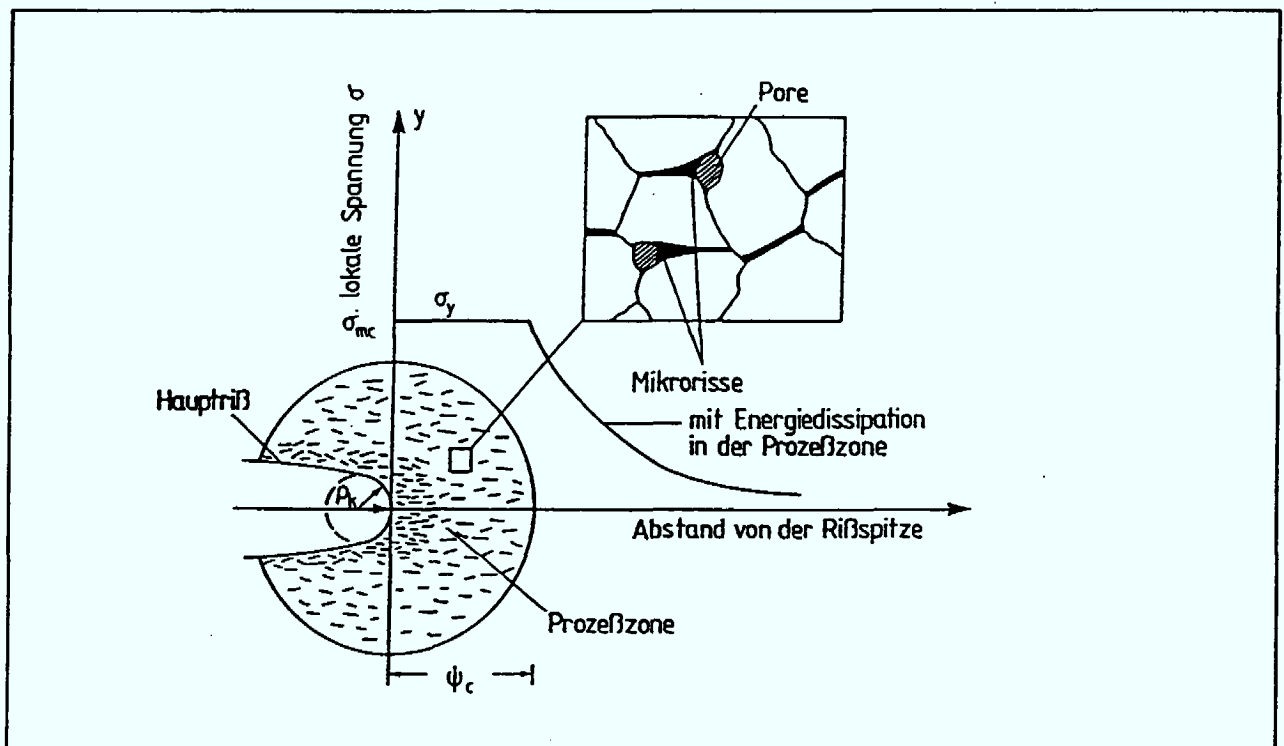


Abb. 2.7: Modell zur spannungsinduzierten Mikrorißbildung nach Buresch [53,58-60]

Die Beschreibung der Mikrobruchprozesse und des Makrorißwachstums für sich allein gibt aber noch keine Begründung für die Existenz eines R-Kurveneffekts. Dieser wird aber durch die progressive Zunahme der Mikrorißbildung während der Makrorißverlängerung erklärt, die entweder auf die Vergrößerung der Prozeßzone oder auf die Zunahme der Mikrorißdichte bei gleicher Zonengröße zurückzuführen ist.

Aus speziellen Untersuchungen nach dem Eliminieren von potentiellen Rißflanken und Prozeßzonen geht hervor, daß in der Tat Kräfte im Rißflankenbereich durch verhakende Körner übertragen werden [20]. Das Rißflankenwechselwirkungsmodell wird daher bevorzugt zum Modellieren des R-Kurveneffektes in grobkörniger Keramik genutzt [17,19].

2.2 Subkritisches Rißwachstum

In den vorangegangenen Abschnitten der Arbeit wurde der Bruchvorgang ohne Berücksichtigung von zeitabhängigen Rißwachstum betrachtet. Bei Aluminiumoxid wird jedoch häufig beobachtet, daß sich in verschiedenen Umgebungsmedien bei Beanspruchung ein zeitabhängiges Festigkeitsverhalten [61,62] bemerkbar macht. Die zeitabhängige Festigkeit zeigt sich sowohl in dynamischen als auch in statischen Ermüdungsversuchen. Konkret bedeutet dies für den ersten Fall, daß mit abnehmender Belastungsrate die Bruchspannung und für den zweiten Fall die Lebensdauer mit zunehmender Belastungsniveau sinkt.

Der konstatierbare Festigkeitsabfall kann nach Beziehung (1) auch als Rißzähigkeitsabfall betrachtet werden. Als Ursache für das subkritische Rißwachstum keramischer Werkstoffe ist anzusehen, daß neben mechanischen Spannungen auch das Umgebungsmedium und die Temperatur zu einer Begünstigung (Aktivierung) der elementaren Rißschritte beitragen [63]. Bei Al_2O_3 fördert insbesondere H_2O das Rißwachstum. Als Ursache für das subkritische Rißwachstum von Al_2O_3 ist die Begünstigung der elementaren Rißschritte durch die Wirkung des Umgebungsmediums, insbesondere H_2O -Gehalt [61,63-65], anzusehen. Durch die Anlagerung und Wechselwirkung von Wassermolekülen mit den Oberflächen des Risses bzw. dessen Transport zur Rißspitze wird der Materialwiderstand gegen weiteren Rißfortschritt herabgesetzt [64,65].

In der üblichen Terminologie der Rißkinetikdarstellungen gibt Abb. 2.8 den experimentell vielfach bestätigten qualitativen Zusammenhang von Spannungsintensitätsfaktor K und Rißfortschrittsgeschwindigkeit v in einer v, K -Kurve [64] wieder.

Zwischen angenommenen Schwellwert K_{I0} und Spannungsintensität bei größtmöglicher Rißgeschwindigkeit (K_{IC}) existieren drei Bereiche des subkritischen Rißwachstums, die sich durch ihre geschwindigkeitsbestimmenden Mechanismen unterscheiden.

Bereich I: Im ersten Bereich bestimmen die Reaktionen des Umgebungsmediums mit der Al_2O_3 -Keramik die Geschwindigkeit der Rißausbreitung. Solange die Reaktionsrate der Wassermoleküle an der Rißspitze größer ist als die rein mechanisch erzielbare Rißgeschwindigkeit [63,64,66] bestimmt die Reaktionsgeschwindigkeit das Rißwachstum.

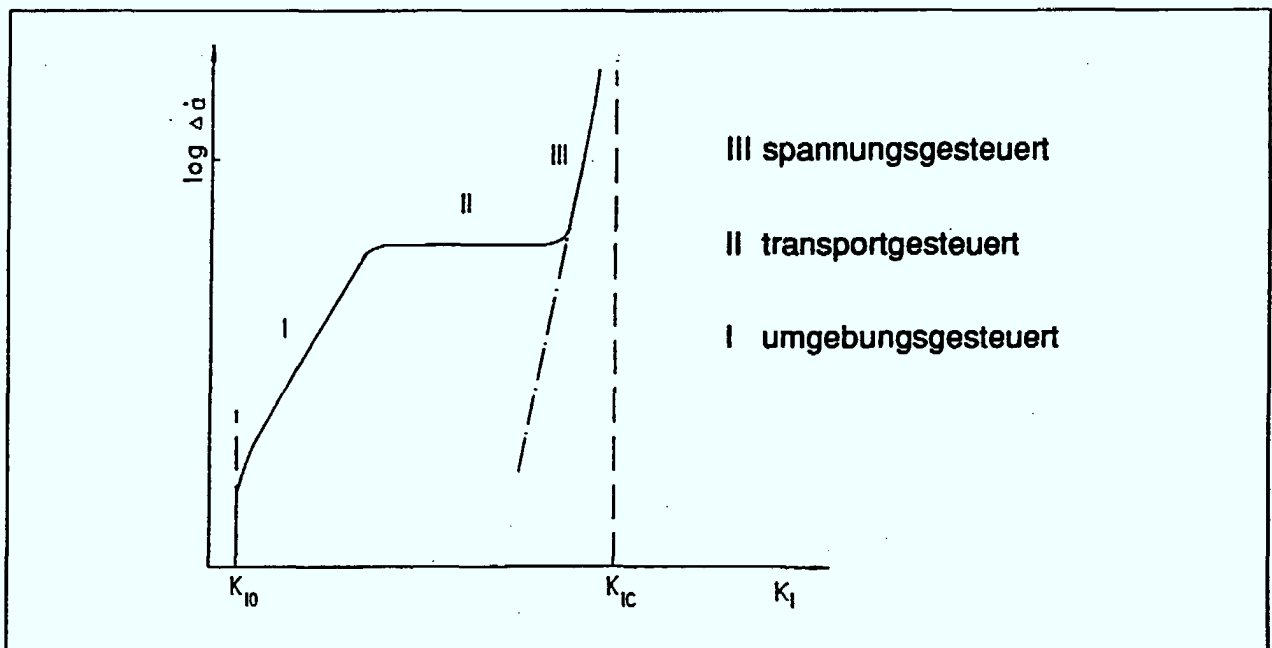


Abb. 2.8: Zusammenhang zwischen Rißfortschrittsgeschwindigkeit v und Spannungsintensitätsfaktor K bei subkritischen Rißwachstums

Bereich II: Der Bereich II zeichnet sich dadurch aus, daß die Rißgeschwindigkeit praktisch unabhängig von der mechanischen Rißantriebskraft ist. In diesem Übergangsbereich sind Rißfortschrittsgeschwindigkeit und Transportgeschwindigkeit der Wassermoleküle zur Rißspitze gleich, so daß die Transportrate des Umgebungsmediums die Rißgeschwindigkeit festlegt.

Bereich III: In Bereich III spielt der Umgebungseinfluß keine Rolle mehr. Die Rißfortschrittsgeschwindigkeit wird nur durch den Spannungsintensitätsfaktor bestimmt. Die obere Grenze für die Belastbarkeit der Keramik wird häufig als

kritische Spannungsintensität K_{IC} definiert. Unter inerten Bedingungen sollte nur Bereich III (siehe strichpunktierte Fortsetzung) existieren.

Aus Abb. 2.8 ist zu entnehmen, daß sich der Umgebungseinfluß bei vorgegebener Rißgeschwindigkeit durch einen verminderten Spannungsintensitätsbedarf bemerkbar macht (Vergleich strichpunktierter Fortsetzung von Bereich III und Bereich I).

Der gleiche Effekt wird auch für das R-Kurvenverhalten beobachtet (Abb. 2.9).

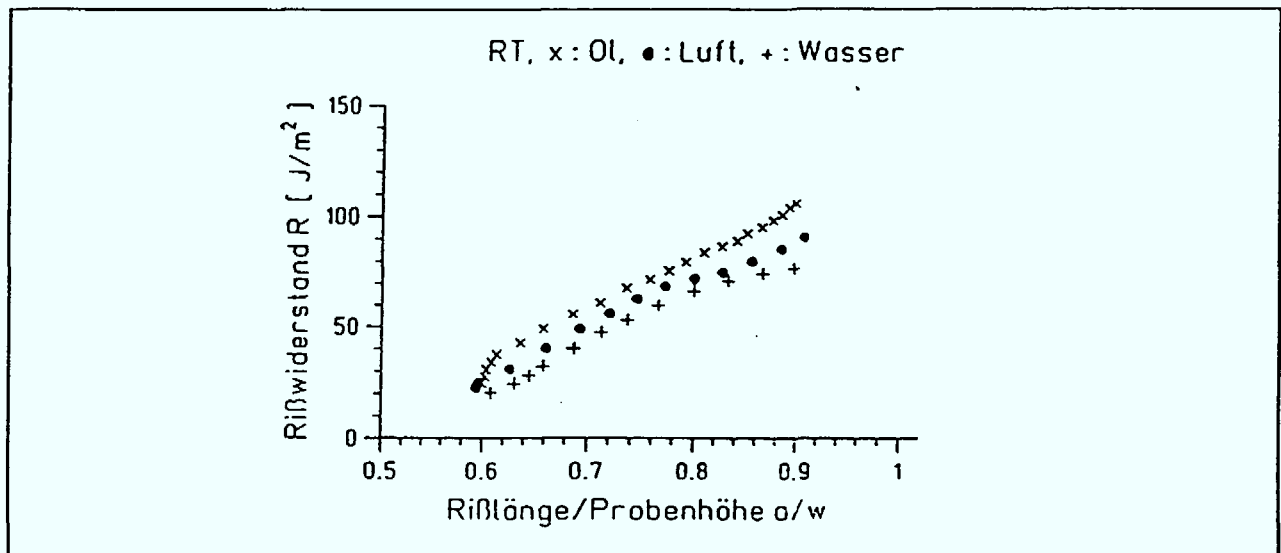


Abb. 2.9: Vergleich des R-Kurvenverhaltens von AF 99.7 in verschiedenen Umgebungsmedien [28]

In der Reihenfolge inertes Medium (Öl), wenig H_2O (in Luft) und H_2O verschieben sich die R-Kurven zu tieferen Rißwiderstandswerten. Konkret weist Mundry [28] in Untersuchungen für das AF 99.7 an langen SENB Rissen eine nahezu parallele Verschiebung der R-Kurven nach. Beipielsweise ergeben sich für $a/w = 0.9$ Unterschiede von $R_{\text{Siliconöl}} = 110 \text{ N/m}$ ($K_R = 6.19 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$) und $R_{\text{Luft}} = 90 \text{ N/m}$ ($K_R = 5.73 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$).

2.3 Einfluß von hohen Temperaturen

Die Aktivierung der Elementarschritte des Rißwachstums sollte bei höherer Temperatur ebenfalls begünstigt sein. Geringe Rißantriebskraft und damit kleinere meßbare Rißzähigkeitswerte und R-Kurven auf niedrigerem Niveau sind damit zu erwarten. Für die Al_2O_3 -Modifikation AF 99.7 liegen auch SENB Langriß-Ergebnisse [28] zum Temperatur-

einfluß vor (Abb. 2.10). Aufgetragen ist die Rißzähigkeit über die Rißverlängerung Δa (bei Mundry wurde in der originalen Auftragung Rißwiderstand R als Funktion von a/w gewählt). Es ist deutlich eine Absenkung der Rißzähigkeit bei der höheren Temperatur festzustellen. Die Raumtemperatur R-Kurve startet bei $K_R = 3\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ und endet bei ungefähr $K_R = 6\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, wohingegen bei 1000°C sowohl der Startwert mit $K_R = 1.7\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ als auch der Endwert, der bei $K_R = 3.9\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ liegt, signifikant geringere Rißzähigkeitswerte aufweisen. Wiederum wird eine nahezu parallele Verschiebung der R-Kurven beobachtet.

Die im Temperaturbereich bis 1000°C vorgestellten speziellen Ergebnisse für AF 99.7 können aber nicht für alle Al_2O_3 -Keramiken verallgemeinert werden. Zum Beispiel nimmt für das glasphasenhaltige B40 mit zunehmender Temperatur ab 700°C der interkristalline Bruchmodus und damit auch die Rißzähigkeit zu.

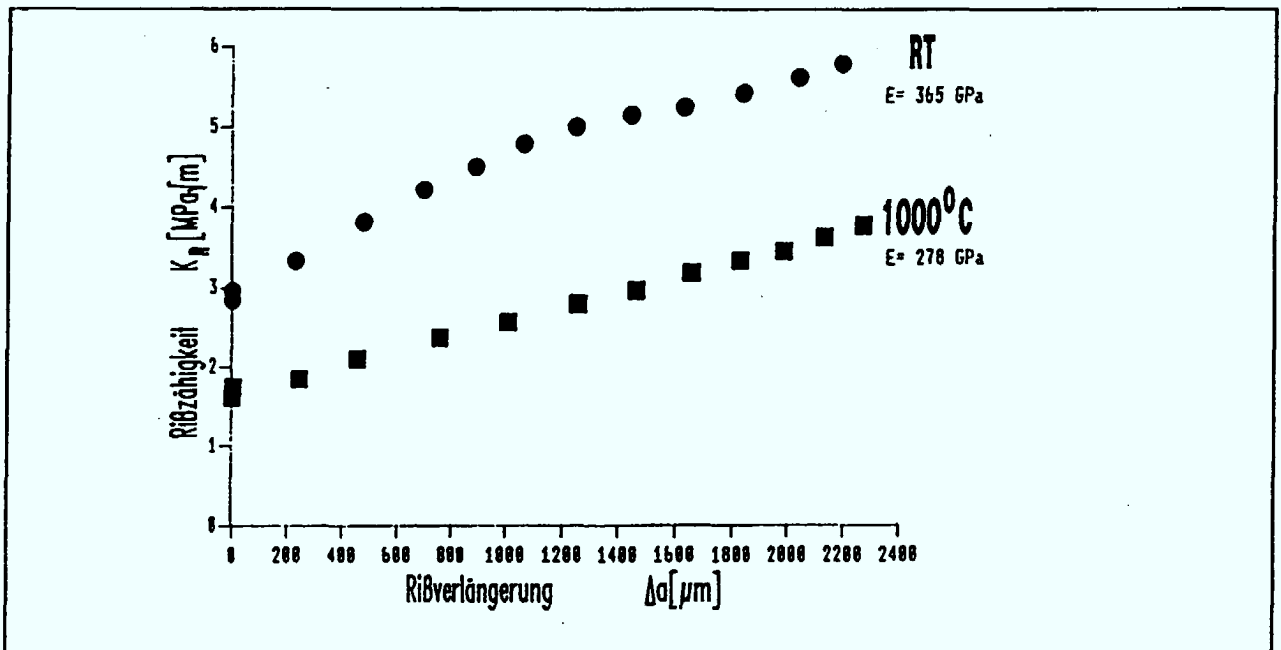


Abb. 2.10: Hochttemperatureinfluß auf die Rißzähigkeit an Luft von AF 99.7 [28]

3 **METHODEN ZUR RISSZÄHIGKEITSERMITTLUNG AN HÄRTEEINDRUCKKRISSEN**

In diesem Kapitel wird der Kenntnisstand zur Bestimmung der Rißzähigkeit an Härteeindruckrisen aufgezeigt. Erfahrungen aus der Anwendung "etablierter" Methoden aber auch Erkenntnisse aus neueren theoretischen Überlegungen fließen in die Beschreibung ein. Bewußt wird dabei der Darstellung in Teilen des Kapitels ein gewisser Ergebnischarakter gegeben, um ein möglichst geschlossenes Bild über die Methoden anzufertigen. Nicht zuletzt werden dadurch auch die nachfolgenden Kapitel leichter nachvollziehbar.

Aufgrund der insbesondere von Lawn und Mitarbeiter veröffentlichten Ergebnisse [67] bestand zu Beginn der vorliegenden Arbeit die Erwartungshaltung, mit Härteeindruckmethoden R-Kurvenverhalten für die ausgewählte Aluminiumoxid-Modifikation nachzuweisen. Die Aufmerksamkeit richtet sich in den nachfolgenden Kapiteln daher besonders auf die Frage, wie sprödes Materialverhalten mit $K_R = \text{const.}$ von "rißtolerantem" Materialverhalten mit $K_R = K_R(c)$ durch Härteeindruckmethoden zu differenzieren ist (Abb. 3.1). Bei den Härteeindruckrisen wird der üblichen Konvention folgend, die Oberflächenrißlänge mit c bezeichnet (siehe auch Abb. 3.2).

Grundsätzlich kann jeder Rißzähigkeitswert K_R ermittelt werden, wenn ein Gleichgewichtszustand mit der rißantreibenden Spannungsintensität besteht. In der vorliegenden Arbeit wurden Gleichgewichtszustände untersucht, bei denen Eigenspannungen (K_{res}), Biegespannung (K_{app}) und die Kombination beider ($K_{\text{res}} + K_{\text{app}}$) rißantreibend wirkten, wobei Makroeigenspannungen als vernachlässigbar angesehen wurden. Entsprechend lassen sich die Gleichgewichtsbedingungen

$$K_{\text{res}} = K_R \quad (\text{Gl.2})$$

$$K_{\text{app}} = K_R \quad (\text{Gl.3})$$

$$K_{\text{res}} + K_{\text{app}} = K_R \quad (\text{Gl.4})$$

zur Ermittlung der Rißzähigkeit angeben. Bei der expliziten Formulierung der Beziehungen (2)-(4) muß jeweils die Geometrie der Härteeindruckrisse bekannt sein. Im Abschnitt 3.1 werden zunächst die beiden wesentlichen Erscheinungsformen von Härteeindruckrisen beschrieben. Sie beeinflussen unterschiedlich die Rißzähigkeitsermittlung mittels Eigenspannungen für den initiierten Riß (Gl.2) wie in Abschnitt 3.2 gezeigt wird. Aber auch bei reiner Biegebeanspruchung (Gl.3) von eigenspannungsfreien Härteeindruckrisen spielt die Rißgeometrie eine wichtige Rolle (Abschnitt 3.3).

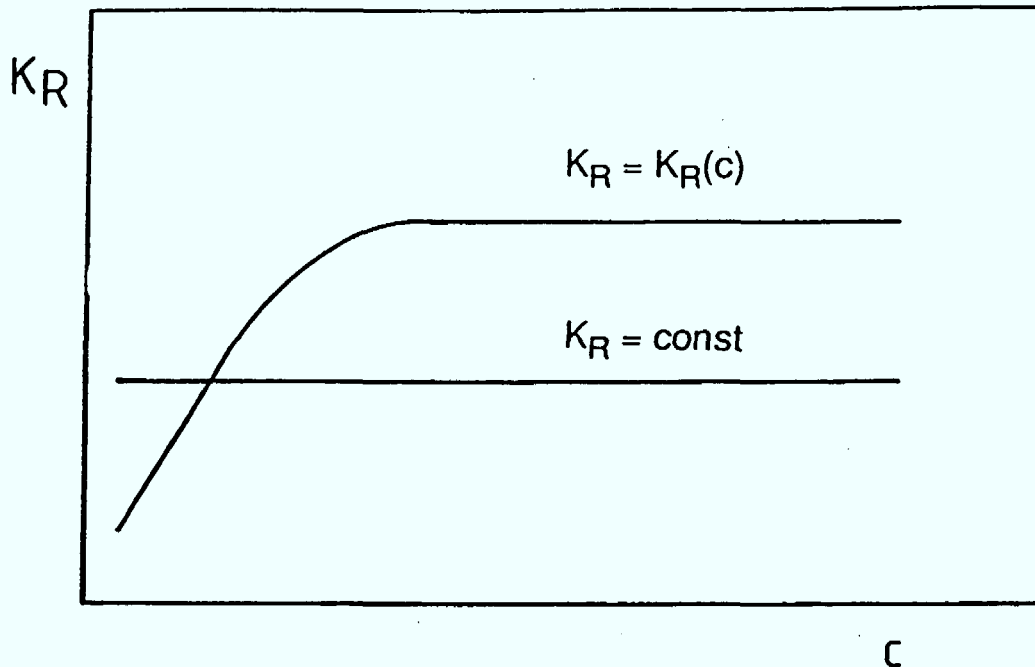


Abb. 3.1 : Rißzähigkeitsverhalten spröder Materialien mit $K_R = \text{const}$ und "rißtoleranter" Materialien mit $K_R = K_R(c)$

Im Abschnitt 3.4 wird der Ansatz beschrieben, mit Hilfe der Überlagerung von Eigenspannung und bruchauslösender Biegespannung (Gl.4) die Rißzähigkeit zu ermitteln. Allen Ansätzen ist gemeinsam, daß sie nur eine definierte Rißgeometrie und damit nur einen Gleichgewichtszustand - auf der einen Seite die Initiierungsrißlänge c_0 und auf der anderen Seite die Instabilitätsrißlänge c_m - zur Rißzähigkeitsangabe heranziehen. Im Gegensatz dazu wird in den Abschnitten 3.5 und 3.6 die Rißzähigkeit durch kontrolliertes stabiles Rißwachstum zwischen c_0 und c_m bestimmt, wodurch eine Vielzahl von "quasi"-Gleichgewichtszuständen zur Verfügung steht.

Die Betrachtung singulärer Rißgeometrien entspricht dem bisherigen "etablierten" Verständnis der Rißzähigkeitsermittlung mit Härteeindruckverfahren. Das kontrollierte, in situ verfolgte stabile Rißausbreitungsexperiment hat erst in allerjüngster Zeit Bedeutung gewonnen [21,68-72].

Nach Darstellung der allgemeinen Methodik kontrollierten Wachstums der Härteeindrücke erfolgt in den Abschnitten 3.7 und 3.8 eine detaillierte Analyse der für die Bestimmung der Rißzähigkeiten bedeutenden Rißgeometrie- und Eigenspannungsparameter. Auf die Berechnungen der Spannungen für die 3Punkt/4Punkt - Biegung und der C-Ring-Belastung wird im Anhang eingegangen.

3.1 Rißmorphologie

Beim Setzen eines Härteeindrucks mit ausreichend hoher Last werden in spröden Werkstoffen Risse eingebracht. An der Oberfläche entsteht durch einen Vickers-Härteeindruck idealerweise das in Abb. 3.2 skizzierte Rißmuster, wobei die Länge der vier Rißarme sowohl von der Rißzähigkeit des Materials als auch von der Eindruckslast abhängt. Im Gegensatz zu "natürlichen" Rissen kann mit der Eindruckmethode die Lage und Größe des Defektes festgelegt werden.

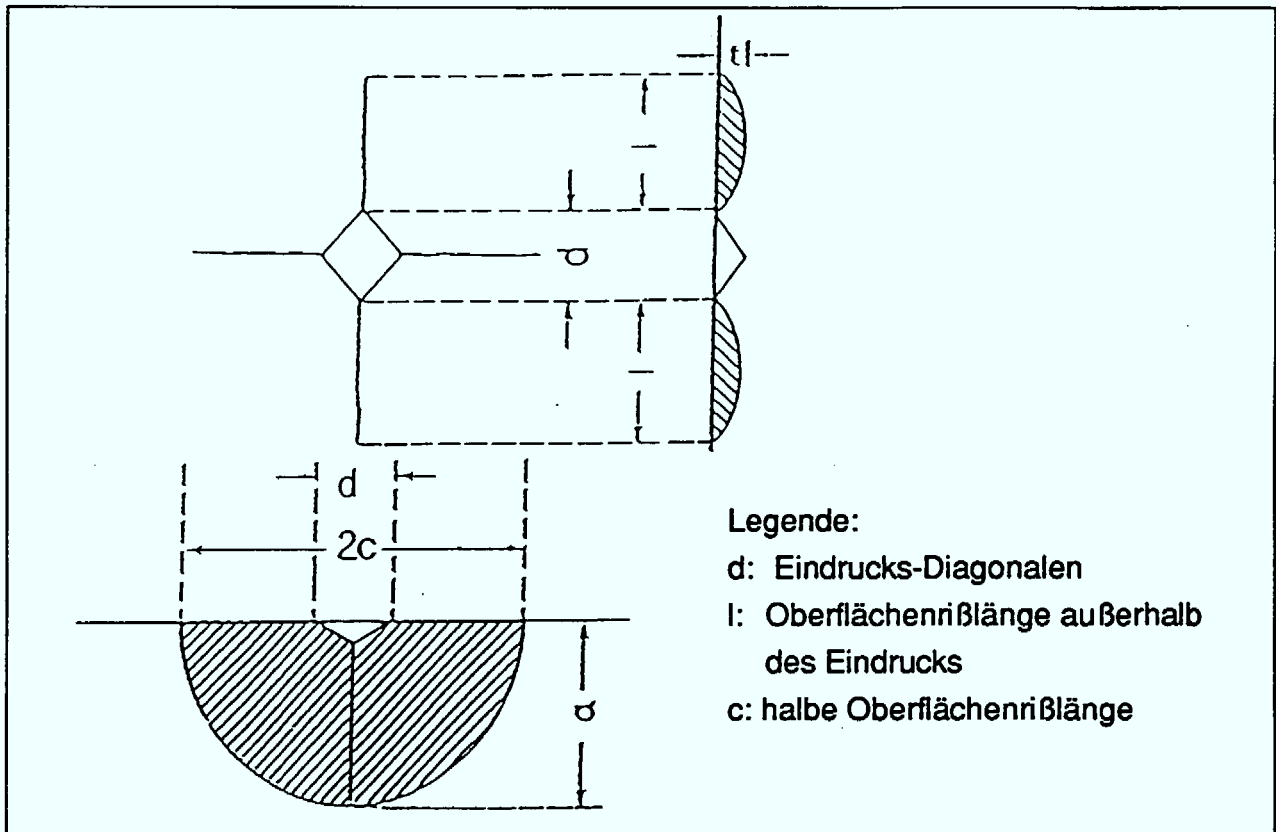


Abb. 3.2 : Rißmuster auf Probenoberfläche eines Vickers-Härteeindrucks und mögliche Rißtiefenprofile

Rechts: Palmqvist Riß, häufig bei kleinen Lasten

Links: Medianer Riß bei höherer Last

Zur Bestimmung des Eigenspannungsintensitätsfaktors K_{res} aber auch des Intensitätsfaktors für Biegung K_{app} genügt aber nicht nur die Kenntnis über die Rißlänge auf der Probenoberfläche. Vielmehr muß das gesamte Rißprofil (also auch in der Tiefe) bekannt sein. Bei Vickers-Eindrücken werden im wesentlichen Risse gefunden, die einen

medianen oder radialen Verlauf aufweisen (Abb. 3.2). Daneben können aber auch laterale Risse parallel zur Probenoberfläche auftreten.

Mathematische Beschreibungen für das Eigenspannungsfeld eines Palmqvist-Risses und eines medianen Risses stehen zur Verfügung [73] und auch für die Bestimmung von K_{app} für halbelliptische Rißprofile existieren Lösungen [74].

Sie erfordern jedoch detaillierte Angaben zum Rißprofil, deren Ermittlung bei der üblichen experimentellen Beschränkung auf die Messung von Oberflächenrißlängen Schwierigkeiten bereitet. Meist wird ein empirischer Lösungsweg eingeschlagen, bei dem die Gültigkeit der mathematischen Beschreibung für einen Palmqvist- oder medianen Riß über die Korrelation von Eindruckslast und Oberflächenrißlänge ungeachtet des realen Rißprofils geprüft wird.

3.2 Eigenspannungsintensität

Der Intensitätsfaktor für Eigenspannungen (K_{resPQ}) kann bei einem Palmqvist-RiB [75] durch die allgemeine Beziehung

$$K_{resPQ} = \chi_{PQ} \sqrt{HP/l} \quad (Gl.5)$$

beschrieben werden, wobei H die Härte des Werkstoffes, P die Eindruckslast und l die Oberflächenrißlänge außerhalb des Eindrucks sind (Abb. 3.2). χ_{PQ} ist als Materialkonstante eingeführt, die von elastisch-plastischen Verformungsverhalten beim Härteeindruck und damit vom Quotienten E/H abhängt.

Für einen medianen RiB wird hergeleitet [76]

$$K_{resM} = \chi_M P/c^{3/2} \quad , \quad (Gl.6)$$

wobei c die halbe Oberflächenrißlänge repräsentiert (Abb. 3.2) und die Größe χ_M wiederum als Parameter zur Festlegung des Eigenspannungsfeldes herangezogen wird.

Sowohl für Palmqvist als auch für mediane Risse existieren eine Vielzahl von Ansätzen [73,77], die sich im wesentlichen durch Unterschiede in den Faktoren χ_{PQ} und χ_M unterscheiden.

Im Rahmen dieser Arbeit steht der mediane Rißtyp im Vordergrund. Deshalb werden in der Tabelle 3.1 exemplarisch für diesen Rißtyp einige Ansätze angegeben, die später zur Bestimmung der Rißzähigkeit benötigt werden.

Mit Kenntnis des Eigenspannungsfeldes kann die Rißzähigkeit direkt aus der Gleichgewichtsbeziehung Gl. 2 bestimmt werden.

Tabelle 3.1: Typische Ansätze zur Berechnung des Eigenspannungsintensitätsfaktors für mediane Risse (Geometriegrößen c und d gemäß Abb. 3.2)

Literatur	Gleichung für Rißzähigkeit K_R
Anstis [76]	$0.016 (E/H)^{0.5} P c^{-3/2}$
Niihara [77]	$0.067 (E/H)^{0.4} H d^{0.5} (c/d)^{-3/2}$
Lawn [78]	$0.028 (E/H)^{0.5} H d^{0.5} (c/d)^{-3/2}$

Der Vergleich zwischen rißantreibender Spannungsintensität durch die Eigenspannungen des Härteeindrucks und materialspezifischem Rißzähigkeitsverhalten läßt sich grafisch mit Hilfe der Abb. 3.3 veranschaulichen.

Die Abbildungen geben den Verlauf von K_{res} sowohl für einen Palmqvist Riß als auch für einen medianen Riß in Abhängigkeit von Oberflächenrißlänge l_0 bzw. c_0 wieder. Die K_{res} -Kurven werden exemplarisch für zwei unterschiedliche Härteeindrucklasten gezeigt.

Einerseits ist es offensichtlich, daß der Eigenspannungsintensitätsfaktor $K_{res}(P, l_0)$ bzw. $K_{res}(P, c_0)$ im Gleichgewichtszustand mit konstantem Rißzähigkeitsverhalten trotz Variation der Härteeindrucklast P und der daraus folgenden Variation der Initiierungsrißlänge l_0 bzw. c_0 konstant sein muß.

Andererseits muß für Eigenspannungsintensitätsfaktor im Gleichgewichtszustand mit rißtolerantem Verhalten, $K_R = K(l)$ bzw. $K_R = K(c)$, das Ansteigen von K_{res} mit Zunahme der Härteeindrucklast P aufgefunden werden (Abb. 3.3). Trotzdem kann der Anstieg auch durch Abweichungen von der mathematischen Beschreibungen sowohl für den Palmqvist Riß als auch für den medianen Riß interpretiert werden.

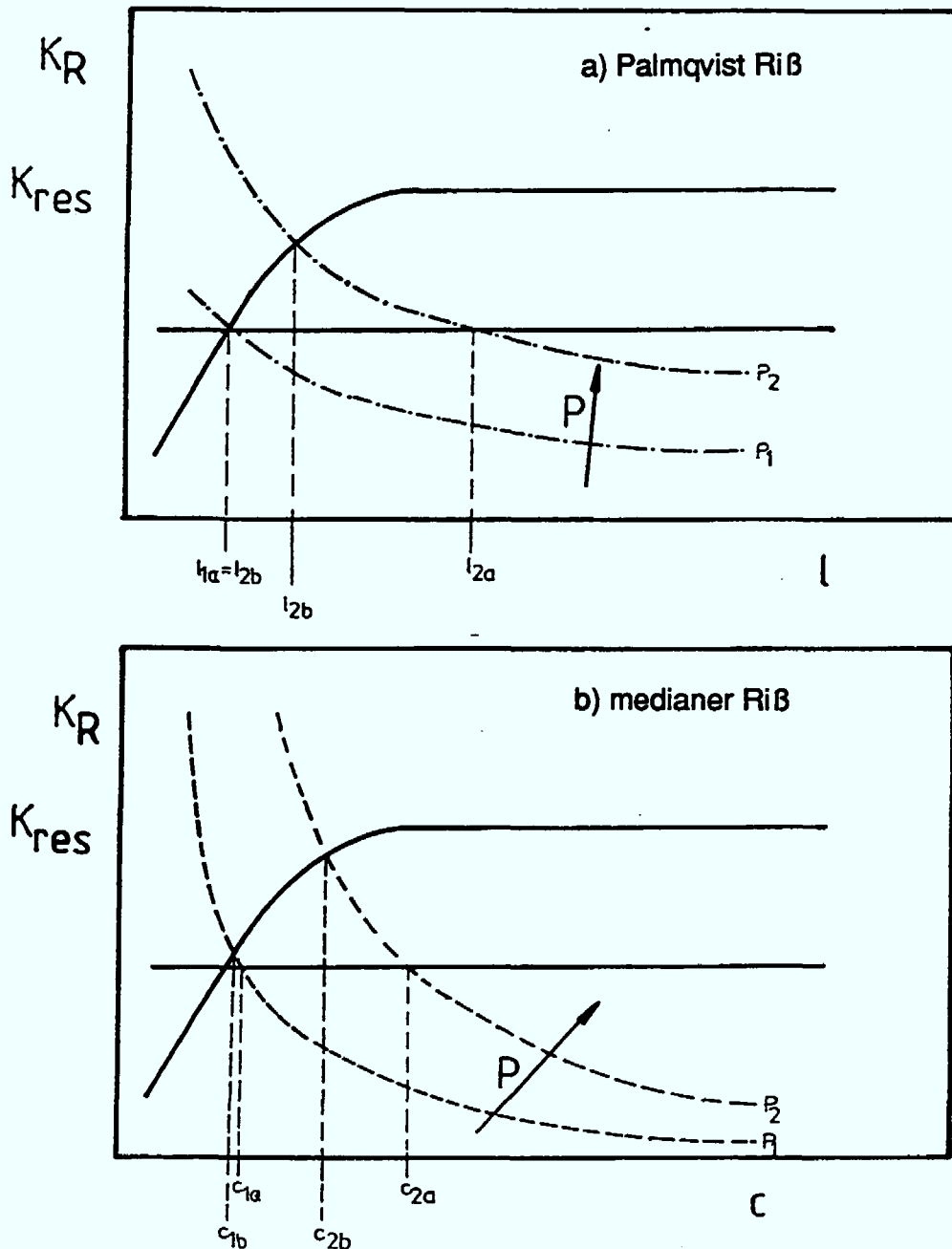


Abb. 3.3 : Eigenspannungsintensitätsfaktor K_{res} und Rißzähigkeit K_R als Funktion der Rißlänge

Bei konstanter Rißzähigkeit lassen sich allerdings zur qualitativen Differenzierung des Rißtyps die Gleichungen (5) und (6) mit den experimentell ermittelten Rißlängen l_0 , c_0 und der Härteeindrucklast P heranziehen. Es empfiehlt sich, die Meßgrößen doppelt-logarithmisch aufzutragen. Der Rißtyp geht dann aus der Steigung hervor. Ein medianer Rißtyp liegt für eine Steigung von $m = 2/3$ und der Palmqvist Riß für eine Steigung von $m = 1$ vor (Abb. 3.4).

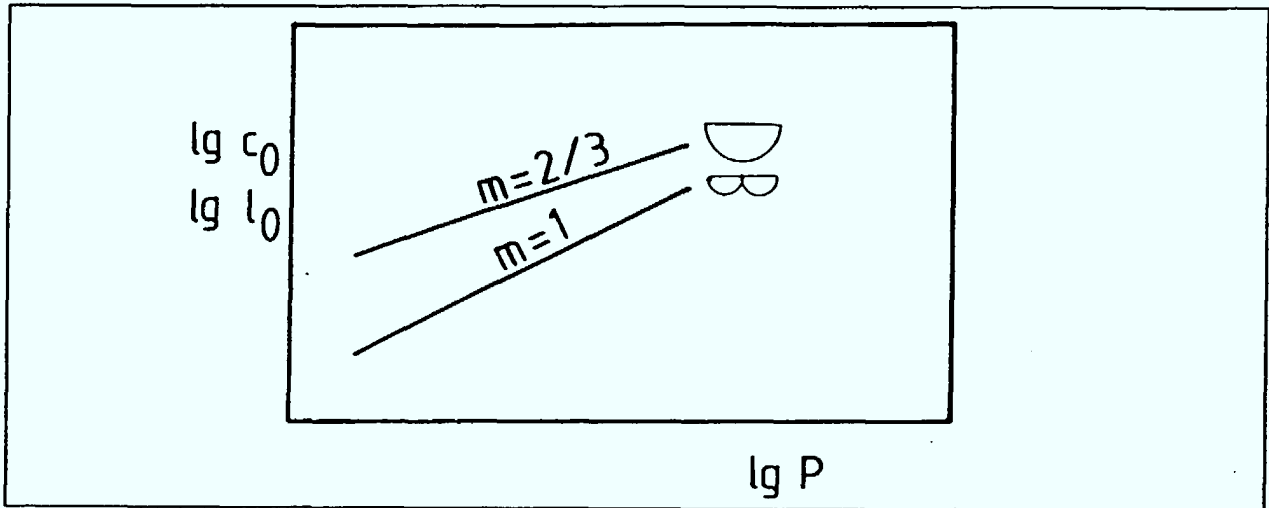


Abb. 3.4 : Doppelt-logarithmische Auftragung der Initiierungsrißlängen l_0 oder c_0 über der Härteeindrucklast P zur Identifikation des Rißtyps

$m = 1$: Palmqvist-Riß

$m = 2/3$: medianer Riß

Die Auftragung erweist sich in der Praxis jedoch als wenig sensitiv, weil stets vorhandene experimentelle Abweichungen von der gesuchten Rißlängen-Gesetzmäßigkeiten durch die doppelt-logarithmische Auftragung kaum erkennbar sind. Ein schwacher R-Kurveneffekt kann damit beispielsweise unentdeckt bleiben.

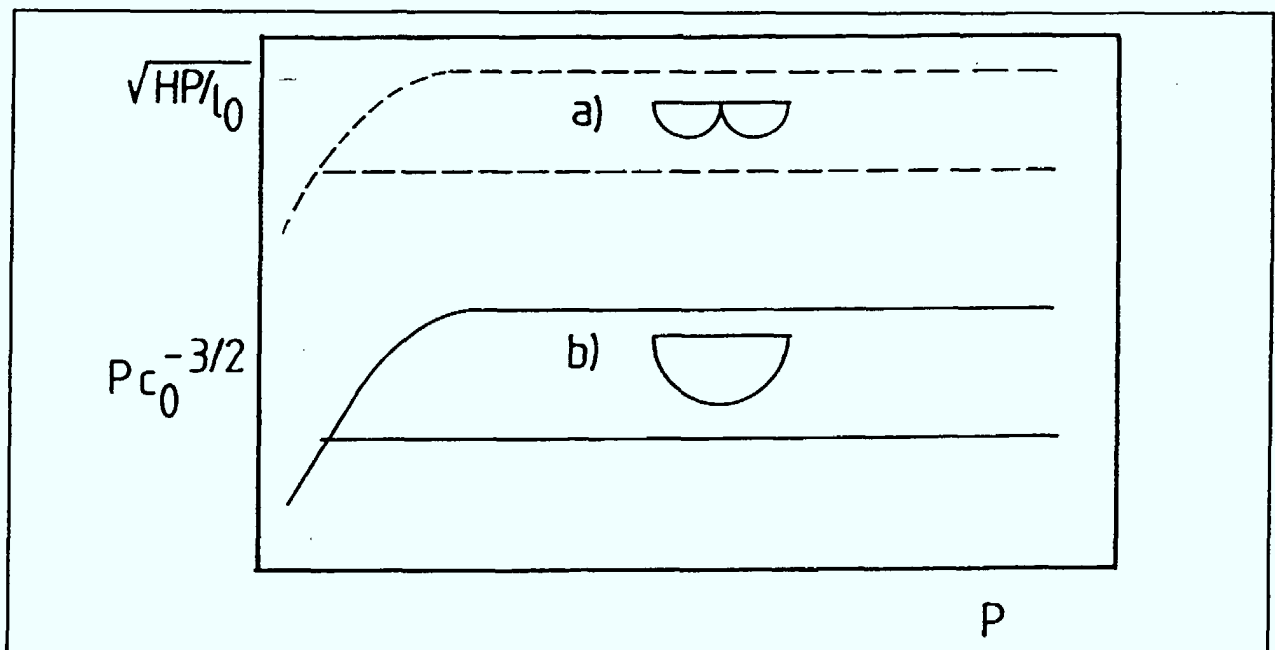


Abb. 3.5 : Auftragung von $\sqrt{HP/l_0}$ und $Pc_0^{-3/2}$ über der Härteeindrucklast P zur Identifikation :

Palmqvist/medianer Riß sowie konstante/ansteigende Rißzähigkeit

Vorteilhafter erscheint deshalb eine direkte Auftragung von $\sqrt{HP/l}$ bzw. $PC_0^{-3/2}$ als Funktion der Härteeindrucklast P , die erheblich empfindlicher auf Abweichungen reagiert (Abb. 3.5). In der Abbildung sind auch Kurvenverläufe skizziert, die sich im Falle von R-Kurvenverhalten ergeben können, wenn der Eigenspannungsparameter χ lastunabhängig ist.

An dieser Stelle ist aber hervorzuheben, daß die Frage nach R-Kurvenverhalten mit dieser Auftragung dennoch nicht eindeutig beantwortet werden kann, da ein Ansteigen der Werte $\sqrt{HP/l_0}$ bzw. $PC_0^{-3/2}$ mit zunehmendem P auch seine Ursache im Übergang Palmqvist/medianer Riß haben kann. Klärend sollte die Anwendung mehrerer Härteeindruckmethoden wirken, deren Ergebnisse in sich schlüssig sein müssen.

3.3 Spannungsintensitätsfaktor von Biegespannungen

Sind Oberflächenrisse frei von rißantreibenden Eigenspannungsanteilen, so ist es auch möglich, allein aus der Biegebeanspruchung die Rißzähigkeit zu bestimmen. In der üblichen bruchmechanischen Formulierung ergibt sich der Biegespannungsintensitätsfaktor K_{app} zu

$$K_{app} = \psi^* \sigma \sqrt{c} \quad (Gl.7)$$

wobei mit dem modifizierten Geometriefaktor (der in Kapitel 3.7.2 genauer dargestellt wird)

$$\psi^* = \sqrt{a/c} \, \psi \quad , \quad (Gl.8)$$

der Tatsache Rechnung getragen wird, daß in Gl. (7) nicht die Rißtiefe a , sondern die Oberflächenrißlänge c steht. Weiterhin gehen die äußere Spannung σ und die halbe Oberflächenrißlänge c in die Beziehung ein.

Abb. 3.6 stellt unterschiedliche Verläufe des Spannungsintensitätsfaktors K_{app} (gestrichelte Linien) dar, die mit Zunahme der Biegespannung σ höher liegen. Ein durch die Härteeindrucklast P induzierter Riß der Länge c_0 erfordert bei konstanter Rißzähigkeit eine Belastung mit der Spannung σ_{m1} ($R = \text{const}$) bevor Instabilität eintritt. Ab c_0 ist bei weiterer Rißverlängerung die sich aus σ_m ergebende Rißantriebskraft $K_{app}(\sigma_{m1})$ stets größer als der Materialwiderstand.

Eigenspannungen für stabiles Rißwachstum sorgen und damit R-Kurvenverhalten vortäuschen.

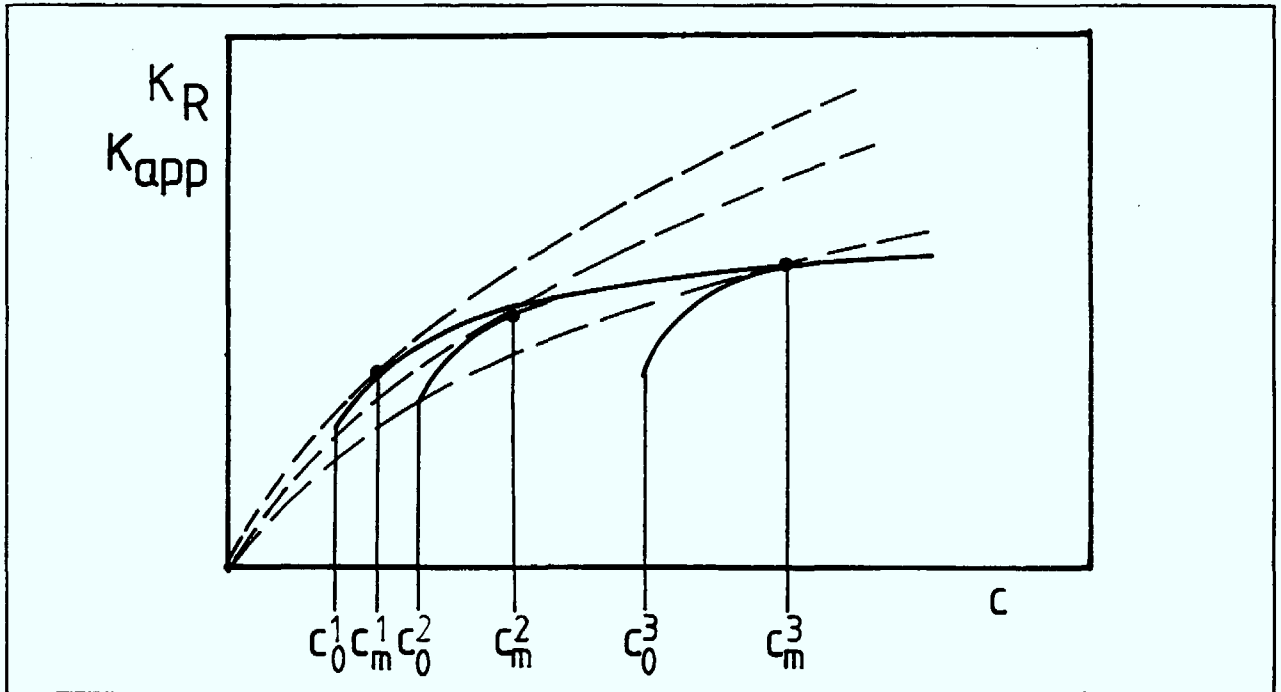


Abb. 3.6b: Instabilitätsbedingungen bei R-Kurvenverhalten für spannungsfreie Härte-eindrucksrisse unterschiedlicher Ausgangsrißlänge

3.4 Überlagerung von Eigen- und Biegespannungsanteil für den kritischen Riß

Eine weitere Möglichkeit der Rißzähigkeitsermittlung eröffnet sich durch die Überlagerung der vorhandenen Eigenspannungen mit einer zusätzlichen kritischen Biegebeanspruchung [80]. Der Anfangsriß wächst stabil bis zu der Rißlänge c_m , bei der unter der Bruchspannung σ_m die Probe katastrophal versagt (Abb. 3.7).

Am Instabilitätspunkt müssen wiederum die Rißzähigkeit und der Spannungsintensitätsfaktors sowie ihre Ableitungen im Gleichgewicht stehen

$$K_{\text{tot}} = K_R \quad \text{und} \quad \frac{dK_R}{dc} = \frac{dK_{\text{tot}}}{dc} \quad (\text{Gl.9b})$$

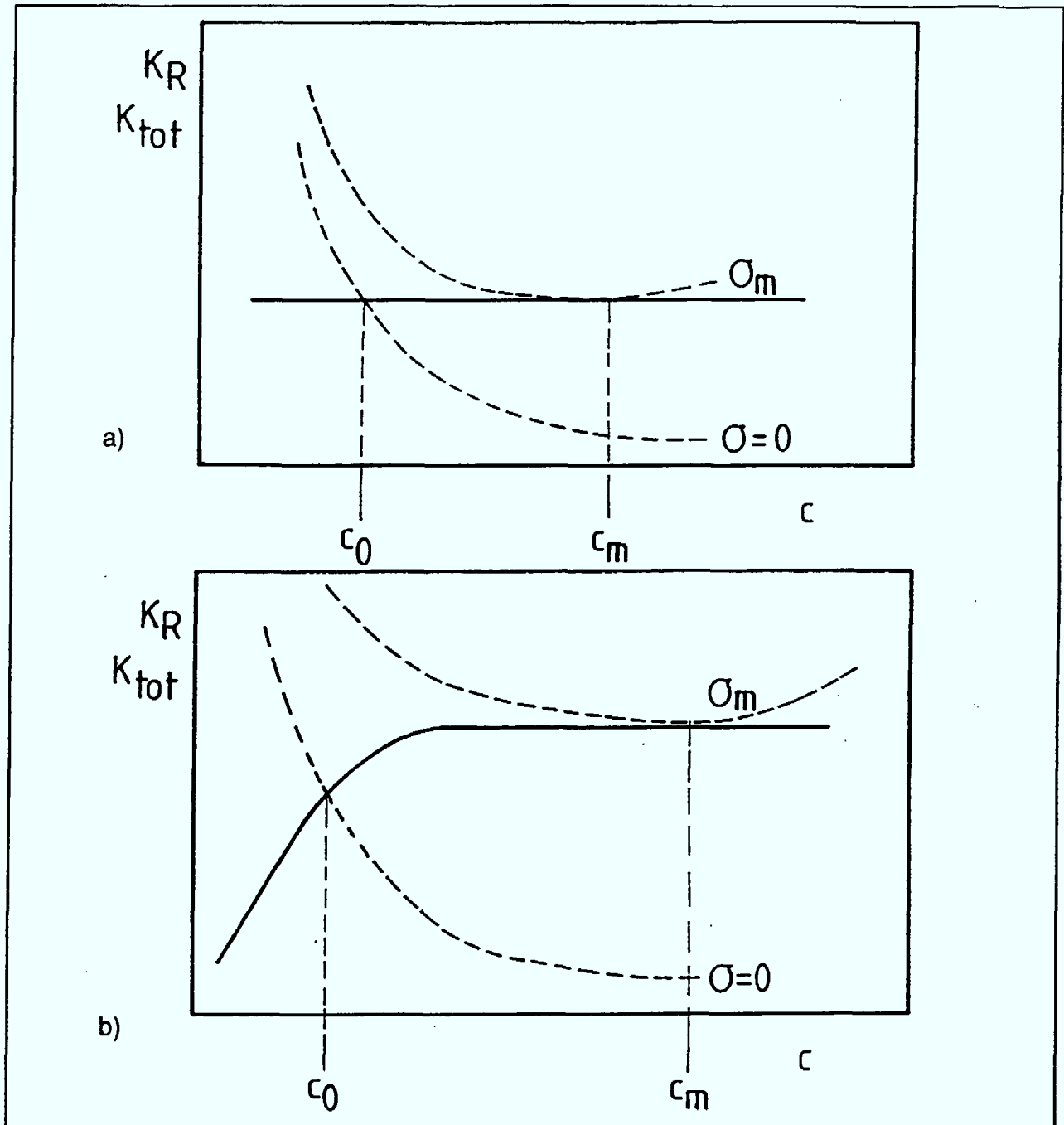


Abb. 3.7: Qualitative Darstellung der Rißinstabilitätsrißlänge bei Erreichen der maximalen Bruchspannung σ_m

a) für konstantes Materialverhalten b) für R-Kurvenverhalten

Wächst der Riß weiter, so ist stets $dK_R/dc < dK_{tot}/dc$. Graphisch entspricht (Gl.9b) dem tangentialen Berührungspunkt von Rißantriebskraft und Materialwiderstandskurve. Aus Abb. 3.7 geht qualitativ hervor, daß bei R-Kurvenverhalten eine größere Rißverlängerung auftreten sollte als bei konstanter Rißzähigkeit. Eine mathematische Analyse der

Rißverlängerung und ihre Wirkung auf die Bruchspannung liegt bislang nur für den Fall konstanter Rißzähigkeit vor [80]. Das Gleichgewicht von Rißzähigkeit und Spannungsintensitätsfaktor bei c_m führt zu der expliziten Beziehung

$$K_R(c_m) = K_{tot}(c_m) = \chi P c_m^{-3/2} + \psi^* \sigma_m \sqrt{c_m} \quad (Gl.10)$$

welche nach Substitution von c_m durch $f(c_0)$ und χ durch $K_R/Pc_0^{-3/2}$ eine Korrelation von σ_m und P gestattet.

Dadurch wird eine Differenzierung in spröde oder "rißtolerante" Keramik möglich, die in der einschlägigen Literatur meist mit der logarithmischen Auftragung der Meßgrößen $\log \sigma$ versus $\log P$ getroffen wird (Abb. 3.8). Konstante Rißzähigkeit wird durch eine Gerade mit der Steigung $\beta = -1/3$ angezeigt, wohingegen eine flachere Steigung $\beta > -1/3$ als R-Kurvenverhalten interpretiert wird.

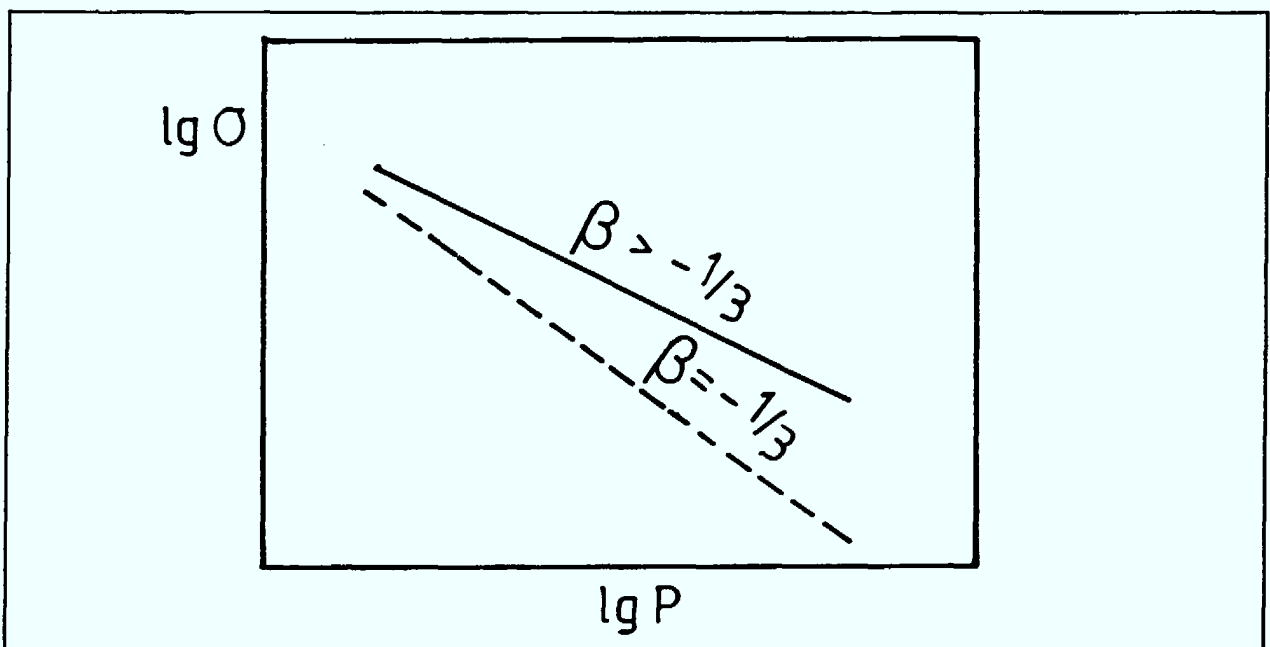


Abb. 3.8: Doppelt-logarithmische Auftragung der Meßgrößen $\log \sigma$ über $\log P$

$\beta = -1/3$: konstante Rißzähigkeit

$\beta > -1/3$: R-Kurvenverhalten

Allerdings gibt es in der Literatur Modifikationen hinsichtlich dieser Auswertung, die sich insbesondere auf Annahmen zur Instabilität beziehen, da ja c_m bei diesem Verfahren nicht in situ beobachtet wird. Auch existieren Unterschiede bei der analytischen Beschreibung des R-Kurvenverhaltens. Im folgenden wird auf verschiedene Auswertungsansätze näher eingegangen, da im Diskussionsteil prinzipielle Kritik an diesen Methoden geübt wird.

3.4.1 Verfahren nach Lawn

Der Ansatz von Lawn und Mitarbeitern (Chantikul et al. [80]) führt - unter der Annahme, daß sowohl χ als auch ψ konstant sind - zu einem Verhältnis zwischen der kritischen Rißlänge c_m und der initiierten Rißlänge c_0 von $c_m/c_0 = 2.52$ [80]. Dieses Verhältnis fließt implizit in die Beziehung für die Rißzähigkeit K_R ein, die sich zu

$$K_R = K_{\text{tot Chantikul}} = \eta (E/H)^{1/8} (\sigma_m P^{1/3})^{3/4} \quad (\text{Gl.11})$$

ergibt. Der konstante Faktor η wird durch Kalibrierung an Langriß-Ergebnissen mit 0.59 ± 0.12 angegeben, obwohl nach theoretischen Berechnungen mit der Annahme, daß $\psi=1.27$ und $\xi=0.016$ ist, der η -Wert sich zu 0.747 mit einer Abweichung von 27% ergeben sollte [80].

Da $\eta \cdot (E/H)^{1/8}$ konstant ist, zeigen lediglich die Versagensspannung σ_m und die Härte-eindruckslast P über den Ausdruck $\sigma_m P^{1/3}$ an, ob konstante Rißzähigkeit oder R-Kurvenverhalten vorliegt. Für den Fall, daß die Versagensspannung σ_m proportional zu $P^{-1/3}$ (entspricht einem $\beta=-1/3$ aus Abb. 3.8) abnimmt, ergibt sich eine konstante Rißzähigkeit. Fällt andererseits die Versagensspannung σ_m unterproportional zu $P^{-1/3}$ ($\beta > -1/3$ in Abb. 3.8), dann wird dies als rißtoleranteres Verhalten - also R-Kurvenverhalten - interpretiert. Die Kritik an dieser Methode ist darin zu sehen, daß der konstante Vorfaktor $\eta (E/H)^{1/8}$ die Annahme konstanter χ - und ψ -Werte impliziert. Für die spätere Diskussion, bei der beide Parameter eine wichtige Rolle spielen, ist es von Vorteil, eine der Gleichung 11 äquivalente Darstellung mit [80]

$$K_R = 4 [1/3 \psi \chi^{1/3}]^{3/4} [\sigma_m P^{1/3}]^{3/4} \quad (\text{Gl.12})$$

zu wählen, in der sowohl der Geometriewert ψ als auch der Eigenspannungsfaktor χ explizit aufgeführt sind.

3.4.2 Verfahren nach Krause

In Erweiterung des vorangegangenen Verfahrens bezieht Krause [32] auch R-Kurvenverhalten mit der allgemeinen mathematischen Beschreibung der Rißzähigkeit

$$K_R = k a^m \quad (\text{Gl.13})$$

in die Analyse ein. Das Rizähigkeitsverhalten wird parametrisiert durch die Rizähigkeitskonstante k , die Riftiefe a und den Exponenten m . Für $m > 0$ liegt R-Kurvenverhalten vor. Der Ansatz ist zwar nicht physikalisch fundiert, ermöglicht aber eine in sich geschlossene Lösung für die R-Kurve. Als Besonderheit ist hervorzuheben, daß die mathematischen Beschreibungen der Rizähigkeit und der Beanspruchungen auf die Riftiefe a bezogen sind. Ausgehend von Gl. 4 ergibt sich

$$ka^m = \psi \sigma a^{1/2} + \chi P a^{-3/2} \quad (Gl.14)$$

Nach Ableitung bezüglich der Riftiefe und weiterer Rechenoperationen [32] resultiert daraus das Verhältnis zwischen der kritischen Riftiefe a_m und der Initiierungsriftiefe a_0

$$a_m/a_0 = [4/(1-2m)]^{2/(3+2m)} \quad (Gl.15)$$

Für $m=0$ folgt mit der von Chantikul hergeleiteten Beziehung $c_m/c_0 = 2.52$, wobei Rilänge und Riftiefe gleichgesetzt wurden (in Kapitel 3.7 wird bei der Riprofilentwicklung gezeigt, daß dieser Unterschied zwischen c und a nicht vernachlässigbar ist). Zur Bestimmung der Konstanten m und k werden von Krause die Beziehungen

$$m = (1-3\beta) / (2 + 2\beta) \quad (Gl.16)$$

und

$$k = \psi \alpha (\beta \gamma)^{-\beta} (1+\beta)^{(1+\beta)} \quad (Gl.17)$$

eingeführt. Diese wiederum erfordern die Kenntnis der Parameter α , β und γ , welche unter Einbeziehung der experimentellen Megrößen aus der Beziehung zwischen der kritischen Spannung σ und der Härteeindrucklast P

$$\sigma = \alpha P^{-\beta} \quad (Gl.18)$$

und der Beziehung zwischen der Härteeindrucklast P und der Initiierungsriftiefe a_0

$$\gamma = P/a_0^{2/(1+\beta)} \quad (Gl.19)$$

ermittelt werden.

Wie schon erwähnt, ist die Existenz des R-Kurvenverhaltens direkt mit dem Exponenten β der Gl. 18 verknüpft, der bei doppelt-logarithmischer Auftragung $\log \sigma$ als Funktion von $\log P$ (Abb. 3.8) entsprechende Darstellungen entnommen werden kann. Erst ein flacheres Gefälle als $-1/3$ führt zu einem m -Wert größer Null und damit zu R-Kurvenverhalten.

Die konkrete Lösung der R-Kurve wird durch die theoretisch hergeleitete kritische Rißtiefe a_m (siehe Gleichung 15) und über die Gleichung $K_R = k a_m^m$ bestimmt. Eine überschätzte kritische Rißtiefe führt also zu einer höheren Rißzähigkeit, insofern ist die Diskussion über die "wahre" kritische Rißtiefe von Bedeutung, die im 6.Kapitel aufgegriffen wird.

3.4.3 Verfahren nach Cook

Die beiden bisher beschriebenen Verfahren haben gemeinsam, daß die kritische Rißlänge c_m bzw. die kritische Rißtiefe a_m theoretisch hergeleitet sind. Ein Beweis für die Richtigkeit dieser Verfahren ist direkt nicht möglich, da der kritische Riß, der zum Versagen der Probe führt, bei Al_2O_3 in der Regel nachträglich nicht fraktographisch ausgemessen werden kann. Als Kompromiß schlagen Cook und Lawn [81] vor, mehrere Härteeindrücke innerhalb des inneren Auflagerabstandes von 4-Punkt-Biegeproben einzubringen. Da trotz gleicher Belastung und vergleichbarem Rißwachstum nur ein Riß zum Versagen der Proben führt, können die verbleibenden sogenannten "Dummy"-Risse nach dem Bruchexperiment in ihrer Rißlänge vermessen werden. Theoretisch kann gegen dieses Vorgehen eingewandt werden, daß die Dummy-Risse kürzer oder länger sind als der zum Versagen führende Riß. Auf diesen Einwand wird in der Diskussion eingegangen. Mit Kenntnis dieser experimentell gewonnenen und nahe an der kritischen Instabilität liegenden Rißlänge c_{Dm} ergibt sich für die Rißzähigkeit aus Gl. 10

$$K_{tot}(c_{dm}) = \psi^* \sigma_m \sqrt{c_{dm}} + \chi P c_{dm}^{-3/2}. \quad (Gl.10a)$$

Leichter handhabbar erweist sich im Falle konstanter Rißzähigkeit die Gleichung 20 [70]

$$K_{tot}(c_{dm}) = 4/3 \psi_m^* \sigma_m \sqrt{c_{dm}} \quad (Gl.20)$$

für deren Lösung neben den experimentellen Meßgrößen nur die Angabe des Geometriefaktors ψ_m^* notwendig ist.

3.5 Rißwachstumsverhalten bei Biegespannungen

Die in Abschnitt 3.3 beschriebene Methode der Biegebelastung eigenspannungsfreier Risse stützt sich auf die Meßdaten aus einem schnellen Rißausbreitungsexperiment und die Ausgangsrißlänge von Härteeindruckrissen, c_0 . In der nachfolgend vorgestellten Methode werden die mit Härteeindrucksrissen versehenen Proben stufenweise belastet und das stabile Wachstum des Risses in situ mikroskopisch beobachtet. Durch die langsame Versuchsdurchführung an Luft ist speziell für das untersuchte Al_2O_3 dabei auch subkritisches Rißwachstum zu erwarten.

Die Gleichungen 7 und 8 gestatten dennoch am Ende einer Belastungsstufe (nach hinreichender Wartezeit ohne Rißwachstum) die Rißzähigkeit für den jeweiligen Gleichgewichtszustand zu ermitteln. Der Vorteil dieser kontrollierten Belastungs-Methode liegt darin, daß zuverlässigere Aussagen über das Rißzähigkeitsverhalten möglich sind.

Einerseits kann auf konstante Rißzähigkeit geschlossen werden, wenn der Riß bis zum spontanen Probenbruch nicht wächst. Andererseits wird durch stabiles Rißwachstum R-Kurvenverhalten offenkundig. Allerdings gilt in beiden Fällen die Einschränkung, daß die Härteeindruck-Eigenspannungen bei Beginn des Versuches mit Sicherheit abgebaut sein müssen. Dies kann nur sicher bei fehlendem stabilem Rißwachstum - also bei konstanter Rißzähigkeit - behauptet werden, eine zweifelsfreie Aussage über R-Kurvenverhalten ist mit dieser Methode dagegen nicht möglich.

3.6 Rißwachstumsverhalten bei Biege- und Eigenspannungsbelastung

In Gleichung 4 wurde die Gleichgewichtssituation zwischen der Rißzähigkeit K_R und den überlagerten Intensitätsfaktoren K_{res} und K_{app} formuliert. Im folgenden wird diese Beziehung, welche die zentrale Gleichung dieser Arbeit darstellt, nicht nur auf die initiierte Rißlänge c_0 (siehe Abschnitt 3.2 und 3.3) und die kritische Rißlänge c_m (siehe Abschnitt 3.4) bezogen, sondern auch auf eine Vielzahl von Rißlängenmessungen im Bereich zwischen c_0 und c_m . Das dafür erforderliche stabile Rißwachstum ist selbst bei konstanter Rißzähigkeit wegen der vom Härteeindruck induzierten Eigenspannungen möglich, die sich bei Rißfortschritt in dem Maße abbauen wie die Biegespannungen zunehmen.

Abb. 3.9 zeigt, in welchem Zusammenhang der Verlauf der Gesamtspannungsintensität mit der (konstanten) Rißzähigkeit steht. Ohne äußere Spannung liegt der Schnittpunkt von

K_{tot} und K_R bei $c=c_0$. Mit stufenweiser Erhöhung der äußeren Spannung σ_i wächst der Riß (c_i) bis bei c_m die Instabilitätsbedingung $dK_{\text{tot}}/dc = dK_R/dc$ erreicht wird.

Allerdings können experimentell durch die stufenweise Lasterhöhung nur eine diskrete Anzahl von Rißlängen zwischen c_0 und c_m gemessen werden, eine kontinuierliche Erfassung des gesamten Rißlängenbereiches ist mit der gewählten Methode nicht möglich. Dennoch ist mit der breiten Datenbasis vor allem konstantes Rißzähigkeitsverhalten relativ sicher zu bestimmen. Aber auch ein eventuell vorhandener R-Kurvenanstieg wird leichter identifizierbar.

Im Fall des Al_2O_3 müssen zunächst aber erhebliche Schwierigkeiten bei der Bestimmung von K_{res} und K_{app} überwunden werden, wobei insbesondere die χ - und ψ^* -Werte eine zentrale Rolle spielen. Der χ -Wert kann in einem ersten Ansatz über die in Abschnitt 3.2 angegebenen Gleichungen gewonnen werden. Es gilt jedoch zu bedenken, daß die dort

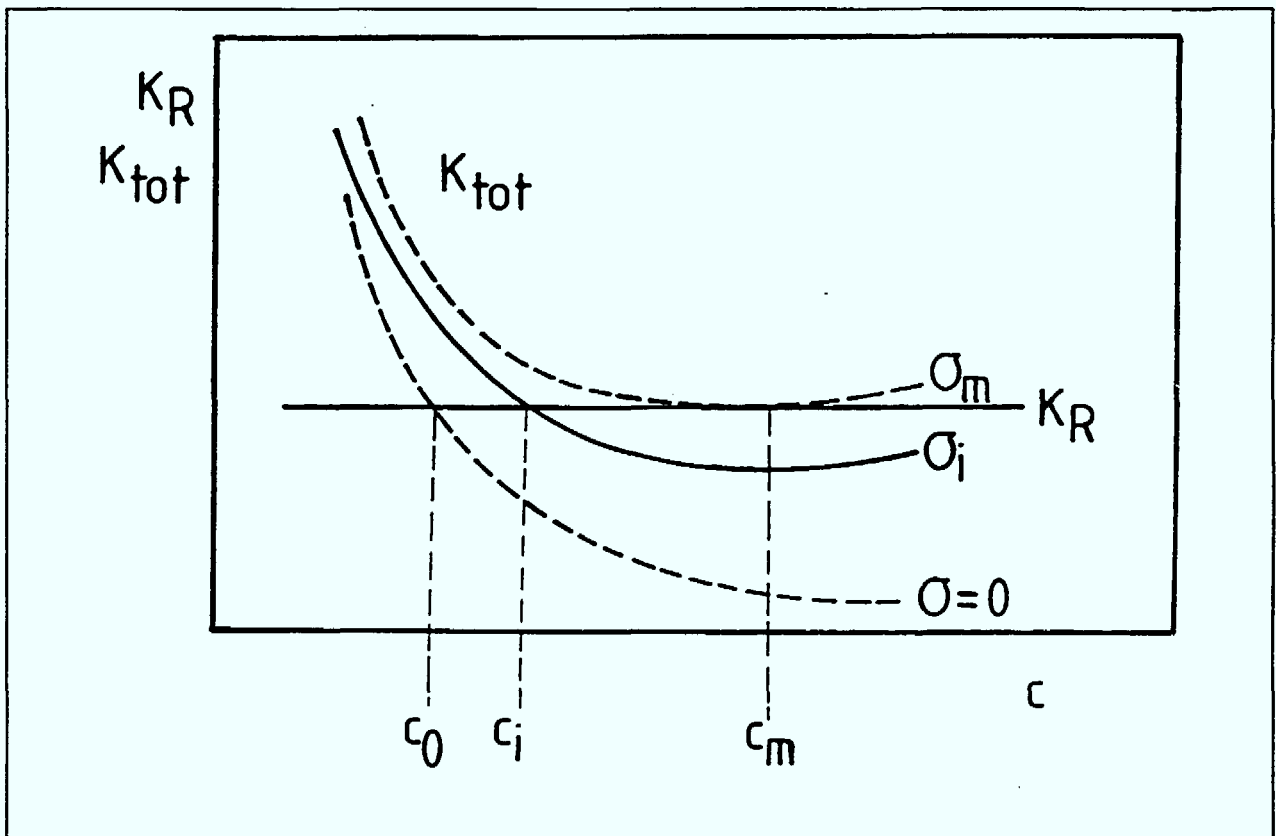


Abb. 3.9: Vergleich von rißantreibender Spannungsintensität und Rißzähigkeitsverhalten des Werkstoffes. Spannungsintensitätskurven für unterschiedliche Biegespannungen σ_i

aufgeführten Bestimmungsparameter an langen Rissen kalibriert worden sind. Der Geometriewert ψ^* ergibt sich unter der Annahme eines halbkreisförmigen Rißprofils ($a_0=c_0$) aus [74] zu $\psi^* = 1.27$. Aus vereinfachenden praktischen Überlegungen wird häufig angenommen, daß sich die halbkreisförmige Rißgeometrie im Verlaufe des Rißwachstums nicht ändert, d.h. auch für $c_m=a_m$ gilt $\psi^* = 1.27$.

Anstatt die Ermittlung der Rißzähigkeit auf solche Voraussetzungen aufzubauen, können aus den umfangreichen Meßdaten des Rißausbreitungsexperimentes zwischen c_0 und c_m in Kombination mit geeigneten Auswerteverfahren Informationen über die χ - und ψ^* -Werte direkt experimentell beschafft werden. Im folgenden werden die aus der Literatur bekannten Auswerteverfahren nach Scattergood et al. [70,82] und nach Steinbrech et al. [72,83,84] vorgestellt. Da beide Verfahren den gleichen physikalischen Hintergrund besitzen und die gleiche grundlegende Beziehung benutzen, stützt sich die anschließende detaillierte Analyse und die Diskussion des Rißausbreitungsverhaltens auf das Verfahren nach Steinbrech und Mitarbeiter.

3.6.1 Auswerteverfahren nach Scattergood

In der grundlegenden Gleichung

$$K_{\text{tot}}(c) = \chi P c^{-3/2} + \psi^* \sigma \sqrt{c} = K_R(c) \quad (\text{Gl. 21a})$$

können Werte für die Parameter χ und ψ^* nicht unmittelbar angegeben werden, insbesondere wenn sie sich im Verlaufe der stabilen Rißausbreitung ändern. Scattergood et al. [70,82] tragen dieser Vermutung Rechnung, indem sie χ und ψ^* jeweils in eine konstante Grundgröße und einen geometrieabhängigen Vorfaktor zerlegen. Gleichung (21a) geht damit über in

$$K_{\text{tot}}(c) = F_{\text{residual}} \chi_0 P c^{-3/2} + f_{\text{bend}} \psi_0^* \sigma \sqrt{c} = K_R(c) \quad (\text{Gl. 21b})$$

umformen führt schließlich zu

$$\frac{f_{\text{bend}} \sigma c^2}{F_{\text{residual}} P} = \frac{K(c) c^{3/2}}{\psi_0^* P F_{\text{residual}}} - \frac{\chi}{\psi_0^*} \quad (\text{Gl. 22a})$$

Die in Gleichung (22a) eingeführten Korrekturfaktoren werden im folgenden nicht explizit fortgeschrieben, da sie die prinzipielle Aussage des Auswerteverfahrens lediglich

modifizieren aber nicht grundsätzlich ändern. In impliziter Formulierung kann Gleichung (22a) auch in der Form

$$\frac{\sigma c^2}{P} = \frac{K(c) c^{3/2}}{\psi^* P} - \frac{\chi}{\psi^*} \quad (\text{Gl. 22b})$$

geschrieben werden. Darüber hinaus läßt sich, wenn der Verlauf von ψ^* als Funktion der Rißverlängerung bekannt ist, das Rißausbreitungsverhalten auch in der Form

$$\frac{\psi^* \sigma c^2}{P} = \frac{K(c) c^{3/2}}{P} - \chi \quad (\text{Gl. 22c})$$

darstellen. Mit Hilfe von Gl.(22c) bietet sich als experimentelle Rißausbreitungskurve die Auftragung $\psi^* \sigma c^2$ als Funktion von $c^{3/2}/P$ an (Abb. 3.10).

Zum einen ist es mit dieser Auftragung möglich, sofort qualitativ R-Kurvenverhalten durch eine gekrümmte Kurve von konstantem Rißzähigkeitsverhalten zu unterscheiden. Zum

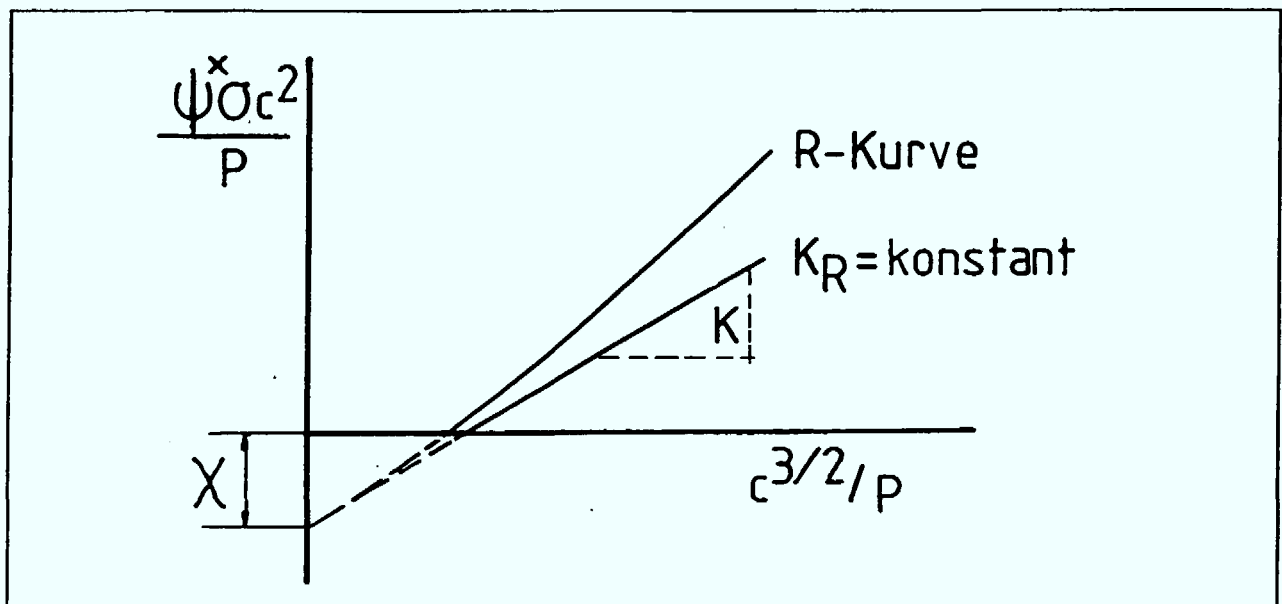


Abb. 3.10: Auftragung der Meßgrößen nach Scattergood et al. [70]

anderen kann aber auch quantitativ der Betrag des χ -Wert aus dem Schnittpunkt der Kurve mit der $\psi^* \sigma c^2$ -Achse bestimmt werden. Die konstante Rißzähigkeit K_R ergibt sich direkt aus der Steigung der Geraden, während bei R-Kurvenverhalten die jeweilige von c abhängige Steigung zu dem $K_R(c)$ -Verhalten führt.

Die extrapolierten Kurvenbereiche sind gestrichelt dargestellt; negative $\psi^* \sigma c^2/P$ -Werte sind physikalisch unsinnig.

3.6.2 Auswertverfahren nach Steinbrech et al.

In Analogie zu den vorangegangenen Überlegungen führen Äquivalenzumformungen von Gl. 22 auch zu der modifizierten Beziehung

$$\sigma\sqrt{c} = \frac{K_R(c)}{\psi^*} - \frac{\chi}{\psi^*} P_c^{-3/2} \quad (\text{Gl. 23a})$$

Die Produkte $\sigma\sqrt{c}$ und $P_c^{-3/2}$ fassen die meßbaren Größen zusammen. Auch hier kann mit Kenntnis des ψ^* -Verlaufs die Gleichung

$$\psi^* \sigma\sqrt{c} = K(c) - \chi P_c^{-3/2} \quad (\text{Gl. 23b})$$

formuliert werden, die in Abb. 3.11 mit $\psi^* \sigma\sqrt{c}$ als Funktion von $P_c^{-3/2}$ wiederum graphisch dargestellt ist. Diese Auftragung separiert den Biege- und Eigenspannungsanteil

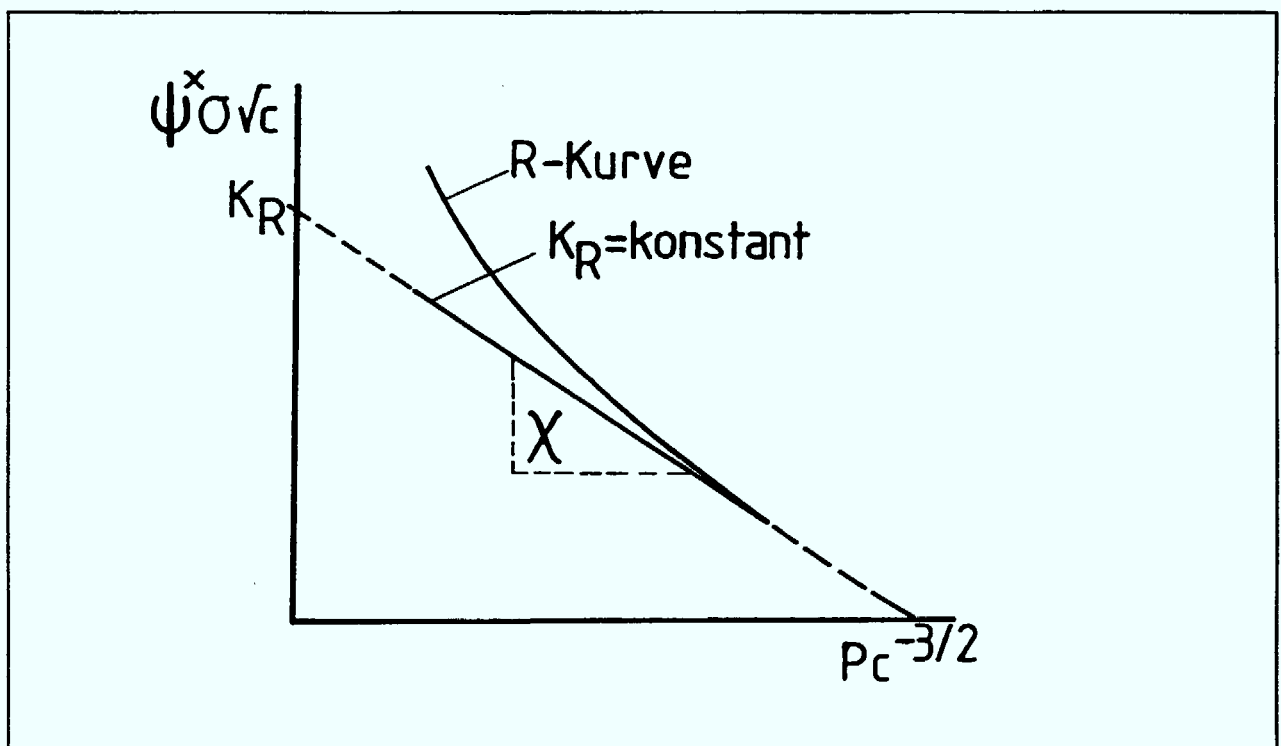


Abb. 3.11: Auftragung $\psi^* \sigma\sqrt{c}$ als Funktion von $P_c^{-3/2}$ nach Steinbrech et al. [72,83,84].
Rißausbreitungskurven für konstante Rißzähigkeit und R-Kurvenverhalten

der rißantreibenden Spannungsintensität. $\psi^* \sigma\sqrt{c}$ entspricht unmittelbar dem Biegespannungsintensitätsfaktor und $P_c^{-3/2}$ ist proportional zum Eigenspannungsintensitätsfaktor, wenn χ während der Rißausbreitung konstant bleibt. Der Verlauf der

Rißausbreitungskurven in Abb. 3.11 läßt wiederum qualitative Aussagen über das Rißausbreitungsverhalten zu.

Eine Gerade in dieser Auftragung repräsentiert konstantes Materialverhalten, wobei der χ -Wert dem Betrag nach der Steigung entspricht. Die konstante Rißzähigkeit K_R ergibt sich als Schnittpunkt der Extrapolationsgeraden mit $\psi^* \sigma \sqrt{c}$.

Demgegenüber deutet eine gekrümmte Rißausbreitungskurve in der gewählten Auftragung auf R-Kurvenverhalten. Für eine detaillierte Analyse der Rißausbreitungskurve ist allerdings die genaue Kenntnis des ψ^* -Verlaufes und des χ -Wertes notwendig.

3.7 Ermittlung des Geometrieparameters ψ im Biegespannungsterm

Die Berechnungsgrundlagen für die Ermittlung des Geometrieparameters ψ von semi-elliptischen Oberflächenrissen sind mit einer Finite-Elemente-Analyse an einer endlichen Platte von Newmann und Raju [74] geschaffen worden. Abb. 3.12 gibt die geometrischen Verhältnisse von Probe und Riß mit der entsprechenden Nomenklatur wieder.

Aufgrund dieser Darstellung wird deutlich, daß die zur Verfügung stehende Lösung sich auf halbelliptische Risse bezieht und deshalb streng genommen auch nur für mediane Risse angewandt werden kann.

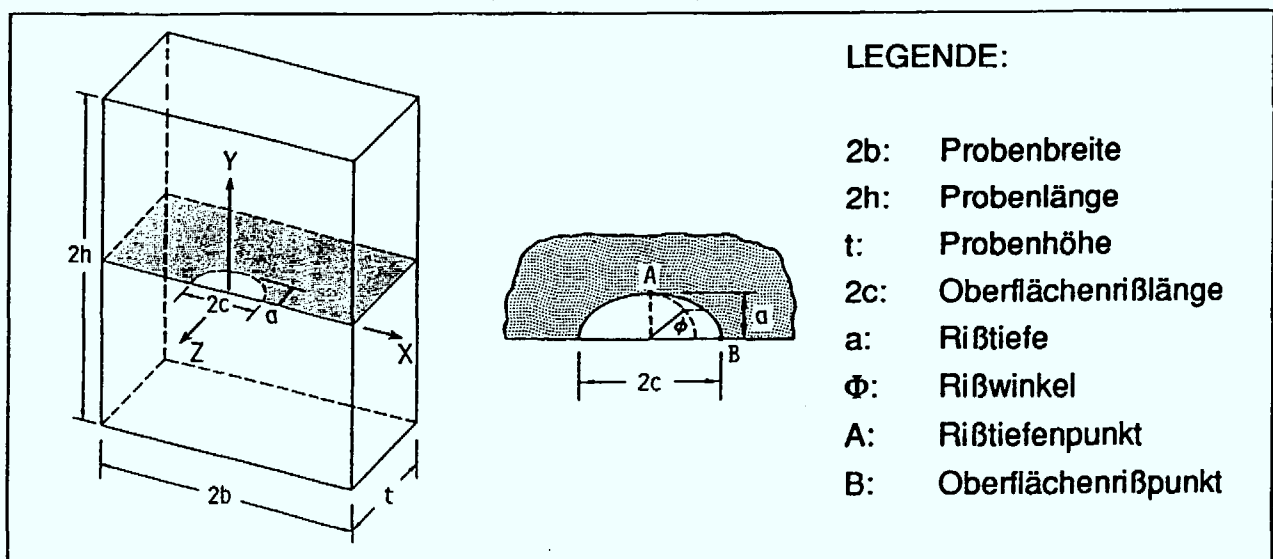


Abb. 3.12: Oberflächenriß in endlicher Platte nach Newmann und Raju [74]

Implizit läßt sich der Geometrieparameter mit dem funktionalen Zusammenhängen [74]

$$\psi = \psi (a/c, a/t, c/b, \Phi) \quad (\text{Gl. 24})$$

beschreiben.

Im Abschnitt 3.6 wurde erwähnt, daß der Geometriewert bei Rißzähigkeitsanalysen aus ISB Versuchen wegen der Annahme eines halbkreisförmigen Rißprofils meist als konstant angesehen wird. Diese Annahme ist jedoch wegen der tatsächlichen Rißprofilentwicklung nicht zutreffend. Abb. 3.13 zeigt drei verschiedene Phasen des Rißwachstums eines halbelliptischen Risses.

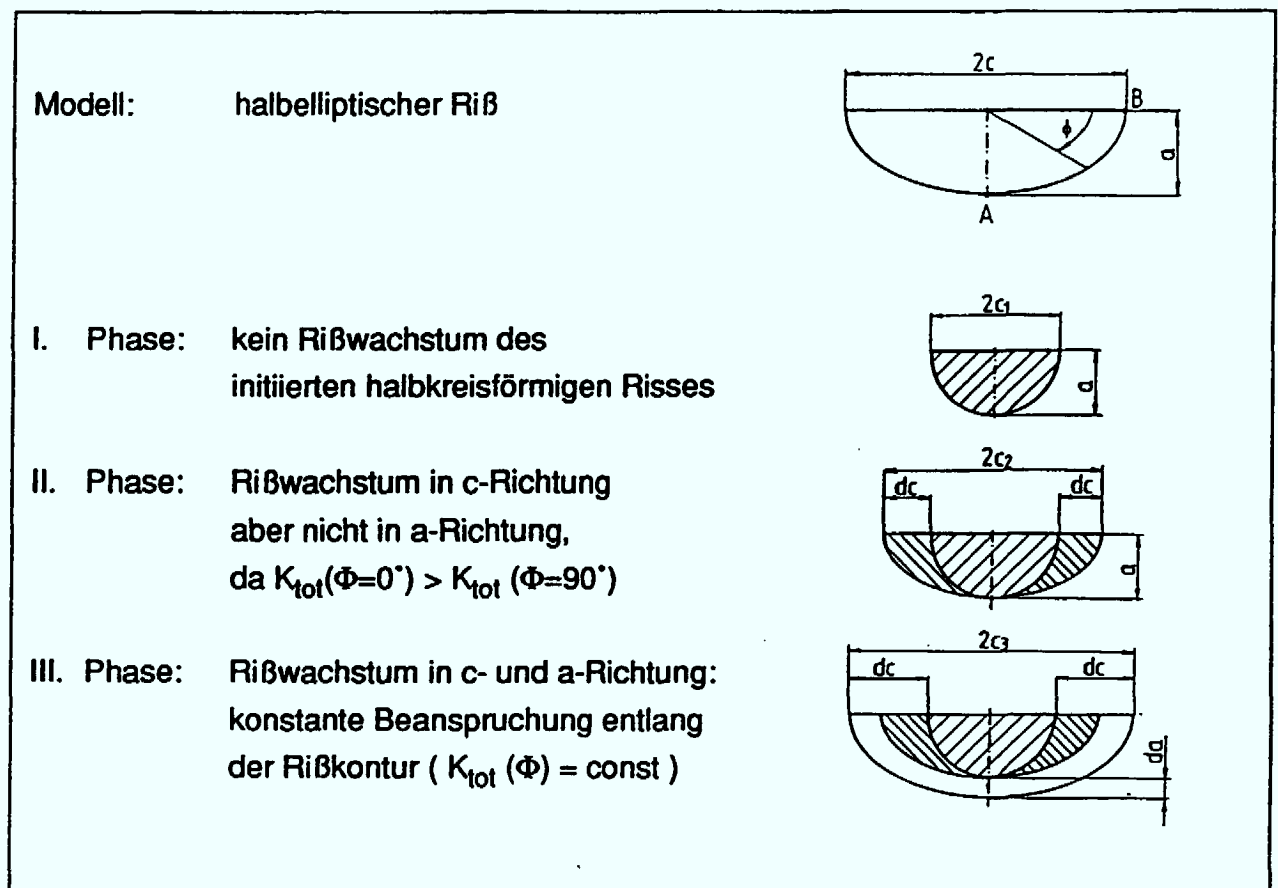


Abb. 3.13: Rißprofilentwicklung eines halbelliptischen Risses in drei Phasen

Für ein halbkreisförmiges Rißprofil liegt an dem Punkt B an der Oberfläche c ($\Phi=0^\circ$) eine höhere Beanspruchung vor als am Punkt A für die Rißtiefe ($\Phi=90^\circ$).

In der Phase I ist trotz Anlegen einer äußeren Spannung kein Rißwachstum zu beobachten. Aber es gilt: $K_{app}(\Phi=0^\circ) > K_{app}(\Phi=90^\circ)$ für den initiierten Riß. Auch die Superposition mit dem Eigenspannungsintensitätsfaktor K_{res} führt für ein halbkreisförmiges Rißprofil mit $K_{res}(\Phi=0^\circ) = K_{res}(\Phi=90^\circ)$ dazu, daß $K_{tot}(\Phi=0^\circ) > K_{tot}(\Phi=90^\circ)$ ist. Die höhere Beanspruchung der Rißfront an der Stelle $\Phi=0^\circ$ führt innerhalb der II. Phase bei beobachtbarem Rißwachstum zu einer Ausdehnung in c-Richtung ohne Wachstum in a-Richtung. Schließlich stellt sich entlang der Rißkontur eine konstante Gesamtbeanspruchung, $K_{tot}(\Phi) = \text{const}$, ein und leitet unter Zunahme der äußeren Spannung damit die III. Phase der Rißprofilentwicklung ein, in der sowohl Rißwachstum in c- als auch in a-Richtung auftritt.

Die beschriebene Rißprofilentwicklung stimmt mit experimentellen Ergebnissen überein, wonach Härteeindruckrisse in Biegeproben semi-elliptische Gestalt annehmen. Für den kritischen Rißzustand bei Instabilität wurde ein Rißprofil mit dem Verhältnis von $a/c = 0.7$ gefunden [85-87]. Ähnliche Geometrieverhältnisse wurden auch von Li et al. [88] beobachtet. Sie korrelieren empirisch die Änderung des Rißprofils von $a_0/c_0 = 1$ zu $a_m/c_m = 0.7$ mit dem Rißfortschritt $c/c_0=1$ auf $c/c_0=2.5$ in der Gleichung

$$a/c = 1.2 - 0.2 c/c_0 \quad (Gl. 25)$$

Nach dieser Analyse ist eine Abschätzung über die zu erwartende Änderung der ψ^* -Werte ($\psi^* = \psi \sqrt{a/c}$) im Verlaufe der stabilen Rißausbreitung der Härteeindruckrisse möglich. Von ψ_0^* für den initiierten Riß (c_0) bis zu ψ_m^* für den kritischen Riß (c_m) ist bei den in dieser Arbeit verwendeten Probengeometrien (s. Kapitel 4) mit einer Reduzierung des ψ^* -Wertes um $15\% \pm 5\%$ zu rechnen. Durch die zur Vereinfachung häufig getroffene Annahme eines konstanten ψ^* -Faktors wird damit automatisch auch die Rißzähigkeit um $15\% \pm 5\%$ überschätzt. Scattergood et al. [70,82] bestätigen diese Aussagen mit ihren Untersuchungen.

3.8 Bestimmung des Eigenspannungsfaktors χ

In Abschnitt 3.6 wurde die Kenntnis der ψ^* -Werte vorausgesetzt, um die Auswerteverfahren von Scattergood et al. [70,82] und Steinbrech et al. [72,83,84], knapp und verständlich darzustellen und die Möglichkeiten der experimentellen Bestimmung von χ aufzuzeigen.

Für eine detaillierte Betrachtung des χ -Wertes werden nachfolgend drei Problemkreise aufgegriffen. Zuerst erfolgt die Bestimmung von χ für Material mit konstanter Rißzähigkeit (Abschnitt 3.8.1). Es schließt sich die Diskussion über den χ -Faktor bei Anwesenheit des R-Kurveneffektes an (Abschnitt 3.8.2). Zuletzt wird der Frage nach den Auswirkungen einer Änderung des Rißprofils von einem Palmqvist zu einem medianen Riß auf Rißausbreitungskurve und χ -Wert nachgegangen (Abschnitt 3.8.3).

3.8.1 Konstante Rißzähigkeit

Für konstante Rißzähigkeit wird in der Auftragung $\sigma\sqrt{c}$ über $P_c^{-3/2}$ eine leicht gekrümmte Rißausbreitungskurve erwartet, wenn sich das Rißprofil von halbkreisförmig auf halbelliptisch verändert (gestrichelte Kurve in Abb. 3.14).

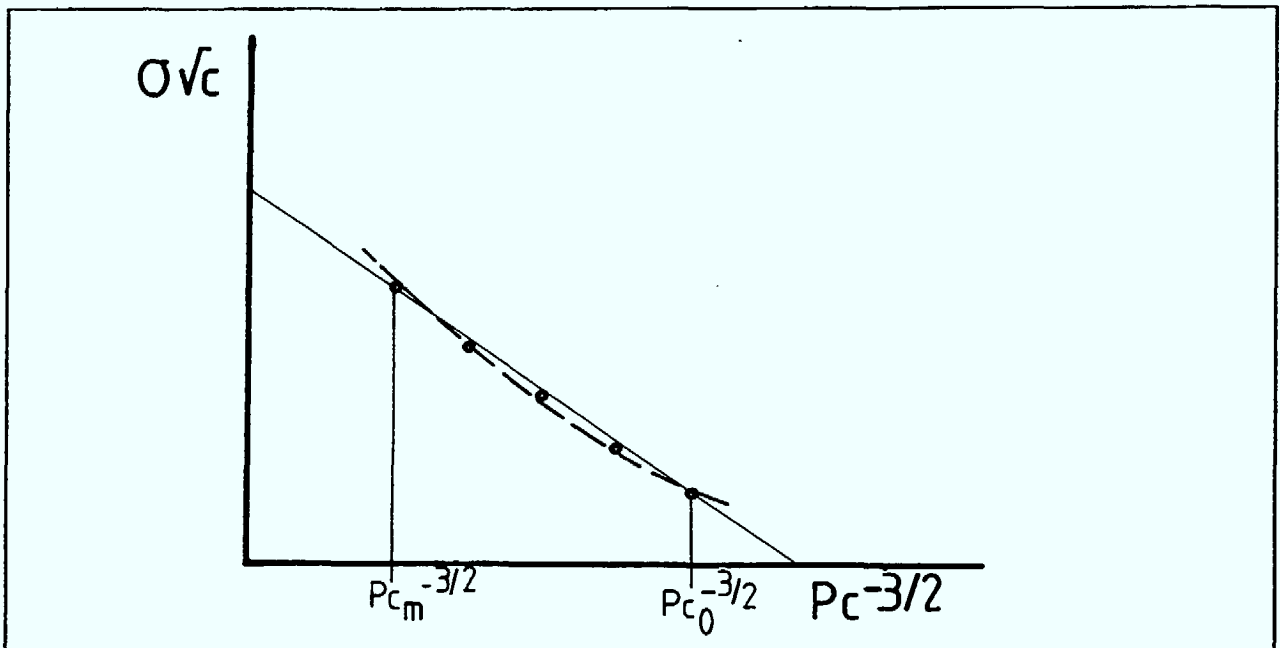


Abb. 3.14: Rißausbreitungskurve für konstante Rißzähigkeit

Mit Hilfe einer approximierten Geraden durch die Meßpunkte liefert diese Auftragung in einem ersten Ansatz Informationen über χ . Denn aus der Steigung dieser Geraden ergibt sich der Betrag nach der χ -Wert. Zur genaueren Bestimmung werden die aktuellen ψ^* -Werte benötigt. Wie schon in Kapitel 3.7 dargestellt, können ψ^* -Faktoren über die Angabe des linearisierten Rißprofilverhältnisses a/c aus Gl. 25 berechnet werden.

In dieser Arbeit wurde ein spezieller theoretischer Ansatz gewählt und nicht auf experimentelle Rißprofilmessungen zurückgegriffen, um ψ^* zu ermitteln.

Dabei wird angenommen, daß der Intensitätsfaktor für Eigenspannungen nur bei einem halbkreisförmigen Rißprofil entlang der Rißfront konstant ist, jedoch für halbelliptische Rißprofile vom jeweiligen Abstand zwischen Rißfront und dem Zentrum des Eindrucks - dem Abstand r - abhängt ($r^{-3/2}$ Abhängigkeit gemäß Gleichung 6). Abb. 3.15 stellt diesen Zusammenhang dar und gibt explizit für die Punkte $\Phi=0^\circ$ und $\Phi=90^\circ$ die Eigenspannungsintensitätsfaktoren an.

Mit dieser Annahme, die auch von Smith und Scattergood [82] getroffen wird, ist sowohl für den Biegespannungsintensitätsfaktor $K_{app}(\Phi)$ als auch der Eigenspannungsintensitätsfaktor $K_{res}(\Phi)$ die Ortsabhängigkeit berücksichtigt, so daß

$$K_{tot}(\Phi) = K_{app}(\Phi) + K_{res}(\Phi) \quad (\text{Gl. 26})$$

und

$$K_{tot}(\Phi) = \psi_{\Phi}^* \sigma \sqrt{c} + \chi P r_{\Phi}^{-3/2} \quad (\text{Gl. 27})$$

gelten. Entsprechend kann die Gesamtspannungsintensität für jede Oberflächenrißlänge c

$$K_{tot}(\Phi=0^\circ) = \psi_{\Phi=0^\circ}^* \sigma \sqrt{c} + \chi P c^{-3/2} \quad (\text{Gl. 27a})$$

und für jede Rißtiefe a

$$K_{tot}(\Phi=90^\circ) = \psi_{\Phi=90^\circ}^* \sigma \sqrt{c} + \chi P a^{-3/2} \quad (\text{Gl. 27b})$$

formuliert werden.

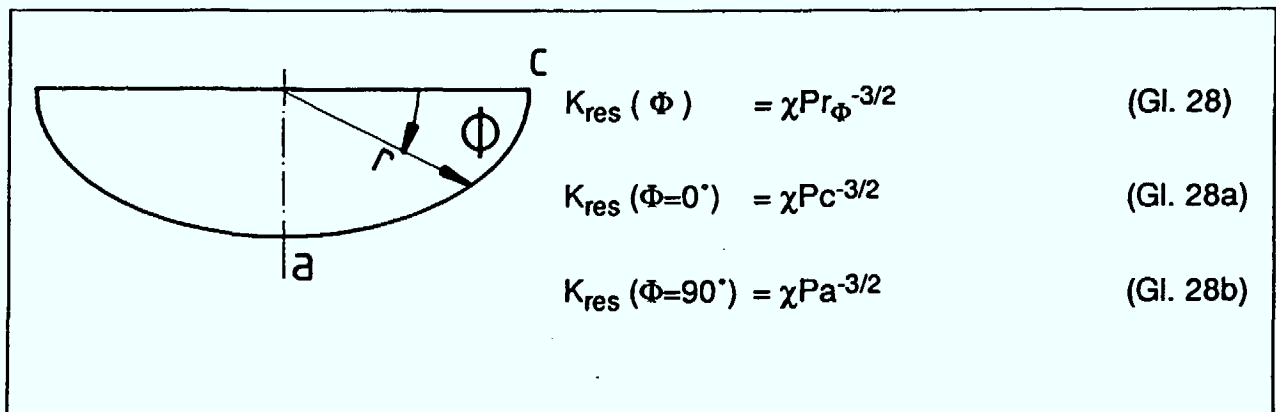


Abb. 3.15: Abhängigkeit des Eigenspannungsintensitätsfaktors K_{res} vom Winkel Φ

Wird ein konstantes Materialverhalten vorausgesetzt, dann ergibt sich konsequenterweise, daß der Intensitätsfaktor für die gesamte Beanspruchung einerseits während der Rißausbreitung von c_0 zu c_m und andererseits auch für jeden beliebigen Rißzustand entlang der Rißkontur konstant ist,

$$K_{\text{tot}}(c, \Phi) = \text{konstant} \quad \text{für} \quad K_R(c) = K_R. \quad (\text{Gl. 29})$$

Somit können für beliebige Rißkonfigurationen i,j die Gleichgewichtsbedingungen

$$K_{\text{tot}}(c_i) = K_{\text{tot}}(a_i) = K_R \quad (\text{Gl. 29a})$$

und

$$K_{\text{tot}}(c_j) = K_{\text{tot}}(a_j) = K_R \quad (\text{Gl. 29b})$$

formuliert werden. Damit sind über die Rißausbreitungskurve die Rißtiefen $a_{i,j}$, die Geometriewerte ψ^* und der χ -Wert bestimmbar (Abb. 3.16). Das genaue Verfahren wird in [82,84] beschrieben.

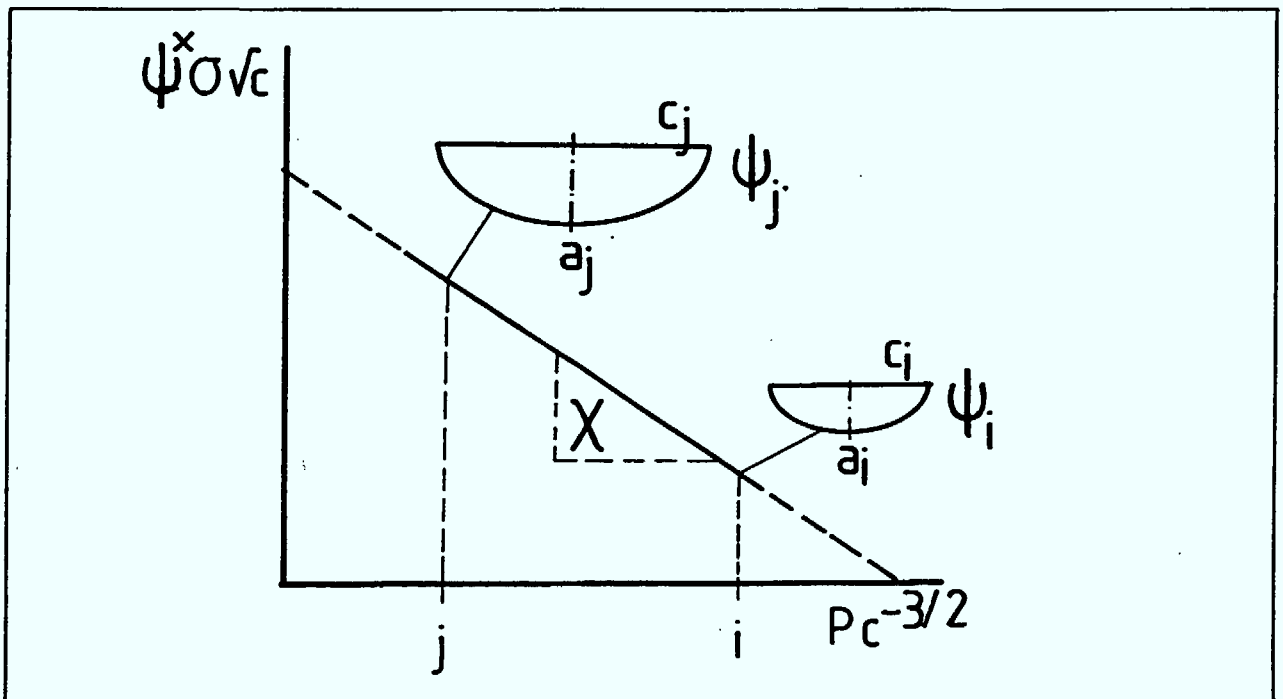


Abb. 3.16: Parameter für χ -Bestimmung aus Rißausbreitungskurve ohne Kenntnis der Rißprofilentwicklung

3.8.2 R-Kurvenverhalten

Bei Anwesenheit von R-Kurvenverhalten ist die Separation des Einflusses von K_R und χ auf die Rißausbreitungskurve mit Schwierigkeiten behaftet. Zur Begründung dieser Aussage wird einerseits unter der Annahme, daß die R-Kurve und der χ -Wert bekannt sind, die sich daraus ergebende Biegespannungsintensität ermittelt (deduktiver Weg). Andererseits wird ausgehend von dieser Kurve der Versuch unternommen, durch Anlegen der Tangente an diese Kurve auf den oben angenommenen χ -Wert und die entsprechende R-Kurve zu gelangen (induktiver Weg).

Deduktiver Weg: Im ersten Schritt wird die Kenntnis einer R-Kurve vorausgesetzt und in der Rißausbreitungskurve abgebildet (Abb. 3.17a). Im zweiten Schritt wird angenommen, daß K_{res} (gestrichelte Linie) über $\chi=0.075$ bekannt ist (Abb. 3.17b). Damit ergibt sich der jeweilige Bedarf an zusätzlicher Biegespannungsintensität (K_{app} -Verlauf) auf deduktivem Wege.

Beim induktiven Weg wird aus den Meßdaten des Rißausbreitungsexperimentes die gleiche K_{app} -Kurve gewonnen. Es stellt sich dann die Frage, wie man den Eigenspannungsfaktor χ bestimmt, um die in diesem Fall bekannte R-Kurve zu finden. In Abb. 3.17c werden praktischerweise (ohne physikalische Begründung) zunächst der Anfangspunkt und der Endpunkt der K_{app} -Kurve mit einer Geraden verbunden, deren Neigung als χ -Wert interpretiert wird. Als Ergebnis erhält man $\chi=0.175$ und daraus eine physikalisch unsinnige R-Kurve. Sie weist für den initiierten Riß eine höhere Rißzähigkeit auf als für die kritische Instabilitätsrißlänge. Desweiteren verliert die vermeintliche K_R -Kurve im Bereich kleiner Risse zuerst an Rißzähigkeit anstatt anzusteigen. Es ist als Vorteil dieses Ansatzes zu werten, daß ein überschätzter falscher Eigenspannungsanteil unmittelbar auch zu einem unrealistischen R-Kurvenverhalten führt, und somit den gemachten Fehler anzeigt. Im Gegensatz zu diesem leicht identifizierbaren Fehler stellt Abb. 3.17d nun dar, welchen Einfluß die Wahl einer an den Anfangspunkt der Rißausbreitungs- (K_{app})-Kurve gelegten falschen Tangente auf die R-Kurve hat. Die Steigung führt im gewählten Beispiel zu $\chi=0.05$. Die so ermittelte R-Kurve ist im Bereich kleiner Risse flacher als die vorgegebene R-Kurve. Allerdings ist die Abweichung nur quantitativer Natur, da der R-Kurven-Verlauf als solcher plausibel ist. Zur gesuchten R-Kurve führt offensichtlich aber nur die in Abb. 3.17b angegebene Tangente.

In der Praxis kann aber die χ -Bestimmung nicht präzise erfolgen, insbesondere da die Meßdaten im Bereich des Startrißlänge - an die die Tangente angelegt werden muß -

größeren Streuungen unterliegen. Aus den gewählten Fallbeispielen wird deutlich, daß die Bestimmung des R-Kurvenverlaufes entscheidend von der Wahl der korrekten χ Tangente an die Rißausbreitungskurve abhängt.

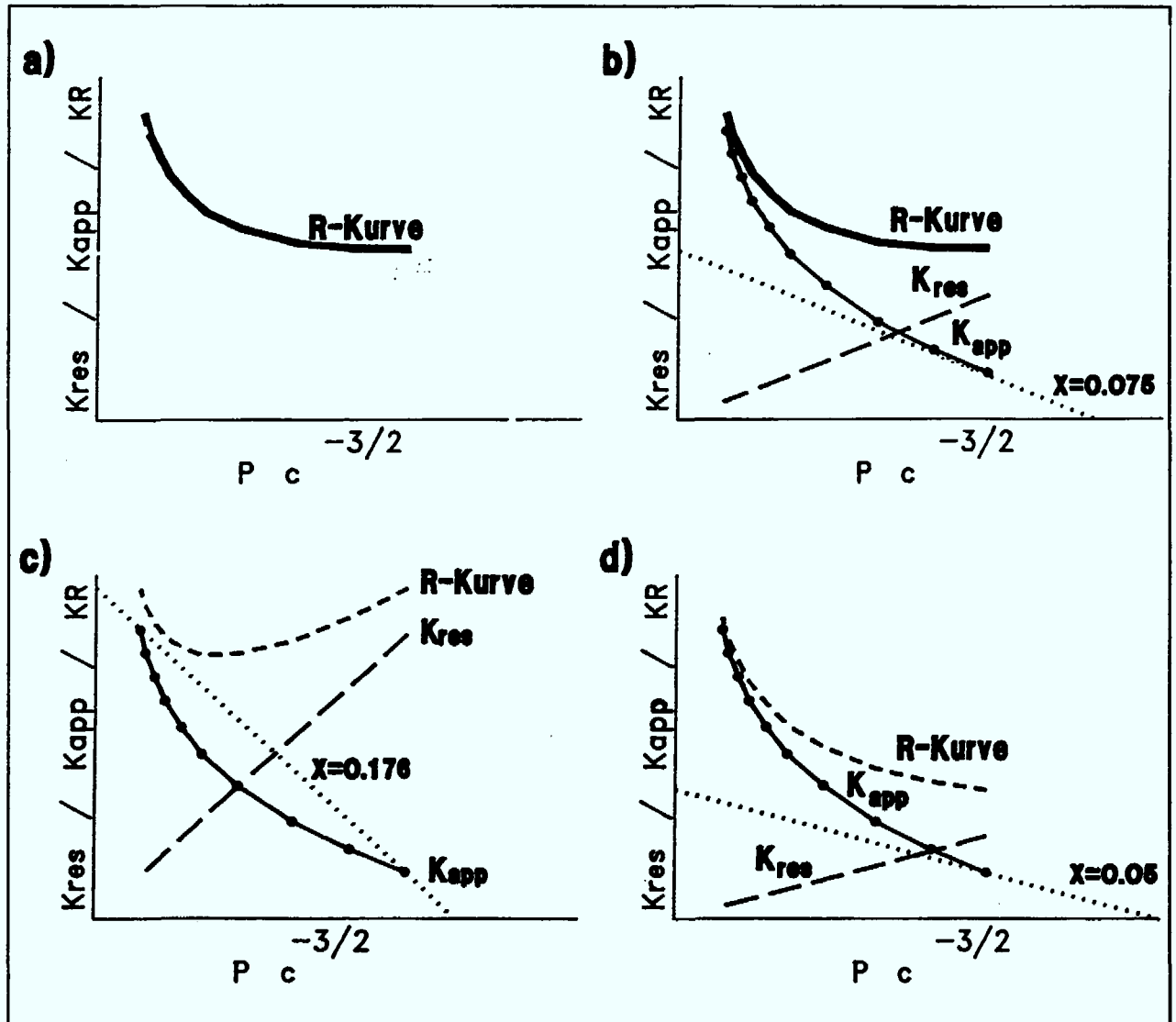


Abb. 3.17: Ermittlung des χ -Faktors aus Rißausbreitungskurven bei R-Kurvenverhalten

- a) vorgegebene R-Kurve
- b) deduktive Ermittlung des K_{app} -Verlaufs mit vorgegebenem K_{res} ($\chi=0.075$)
- c) vorgegebener K_{app} -Verlauf: Induktive Ermittlung einer qualitativ falschen R-Kurve durch Überschätzen des χ -Wertes ($\chi=0.175$)
- d) vorgegebener K_{app} -Verlauf: Induktive Ermittlung einer quantitativ falschen R-Kurve durch Fehler bei der Festlegung der Tangente mit $\chi=0.05$

3.8.3 Übergang von Palmqvist zu medianem Riß bei konstanter Rißzähigkeit

Im letzten Abschnitt dieses Kapitels wird der Frage nachgegangen, wie sich eine qualitative Rißprofiländerung von einem Palmqvist- zu einem medianen Riß auf die Rißausbreitungskurve trotz konstanter Rißzähigkeit auswirkt. Der Anreiz zur Behandlung dieser Frage liegt darin, den Effekt der Rißprofiländerung trotz konstanter Rißzähigkeit auf die Rißausbreitungskurven klar von dem des R-Kurveneffekts abzugrenzen. Im folgenden soll gezeigt werden, daß dies zumindest qualitativ möglich ist.

Mit den Annahmen, daß sowohl die Rißzähigkeit K_R als auch der Geometriefaktor ψ^* während des stabilen Rißwachstums konstant bleiben, lassen sich folgende Beziehungen zwischen einem Palmqvist-Riß und einem medianen Riß herleiten. Es gilt für einen medianen Riß

$$\sigma \sqrt{c} = \frac{K_R}{\psi^*} - \frac{\chi_M}{\psi^*} P / c^{3/2} \quad (\text{Gl. 30})$$

und für einen Palmqvist Riß

$$\sigma \sqrt{c} = \frac{K_R}{\psi^*} - \frac{\chi_P}{\psi^*} (H P / l)^{1/2} \quad (\text{Gl. 31})$$

Die Gleichungen verdeutlichen, daß lediglich Eigenspannungs-Beiträge unterschiedlich sind. Allerdings muß aufgrund der Annahme einer konstanten Rißzähigkeit

$$\chi_M P / c^{3/2} = \chi_P (H P / l)^{1/2} \quad (\text{Gl. 32})$$

gelten. Mit Kenntnis des Zusammenhangs zwischen der Härte H und der Eindruckslast P

$$H = \frac{2 P \sin 68^\circ}{d^2} \quad (\text{Gl. 33})$$

kann ein direkter Übertragungsfaktor ϕ_P zwischen dem Eigenspannungsfaktor χ_P und χ_M gefunden werden

$$\chi_P = \phi_P \chi_M \quad (\text{Gl. 34})$$

mit

$$\phi_P(d, c) = 0.734 \frac{d [1 - d/(2c)]^{1/2}}{c} \quad (\text{Gl. 35})$$

Laugier findet dagegen aus dem Vergleich der Linienintegrale für einen medianen beziehungsweise Palmqvist Riß folgenden Übertragungsfaktor [89]

$$\phi_{P_{\text{Laugier}}} = \frac{[d/2c]^{1/2}}{[2 + d/(2c)]^{3/2}} \quad (\text{Gl. 36})$$

Gleichung (36) liefert in der Regel niedrigere Werte als Gleichung (35), wie auch im Ergebnisteil gezeigt wird (Tab. 5.2).

In der Rißausbreitungskurve kann der Übergang von Palmqvist zu medianen Riß durch einen gekrümmten Verlauf ein R-Kurvenverhalten suggerieren (Abb. 3.18). Allerdings ist die Steigung im Anfangsbereich χ_{PQ} und damit der Eigenspannungsfaktor um ein Mehrfaches geringer als dies für einen medianen Riß erwartet wird. Mit den zuvor hergeleiteten Beziehung läßt sich zeigen (s. 5.3.1.2), daß die Krümmung durch die qualitative Änderung des Rißprofils von einem Palmqvist zu einem medianen Riß begründbar ist. In diesem Falle erweist sich auch die Annahme eines konstanten ψ -Faktors als gerechtfertigt, da dessen Änderungen im Verlaufe des stabilen Rißwachstums mit 15% vernachlässigbar klein im Vergleich zu der ungefähr 300%-Änderung der χ -Werte ist (s. 5.3.1.2).

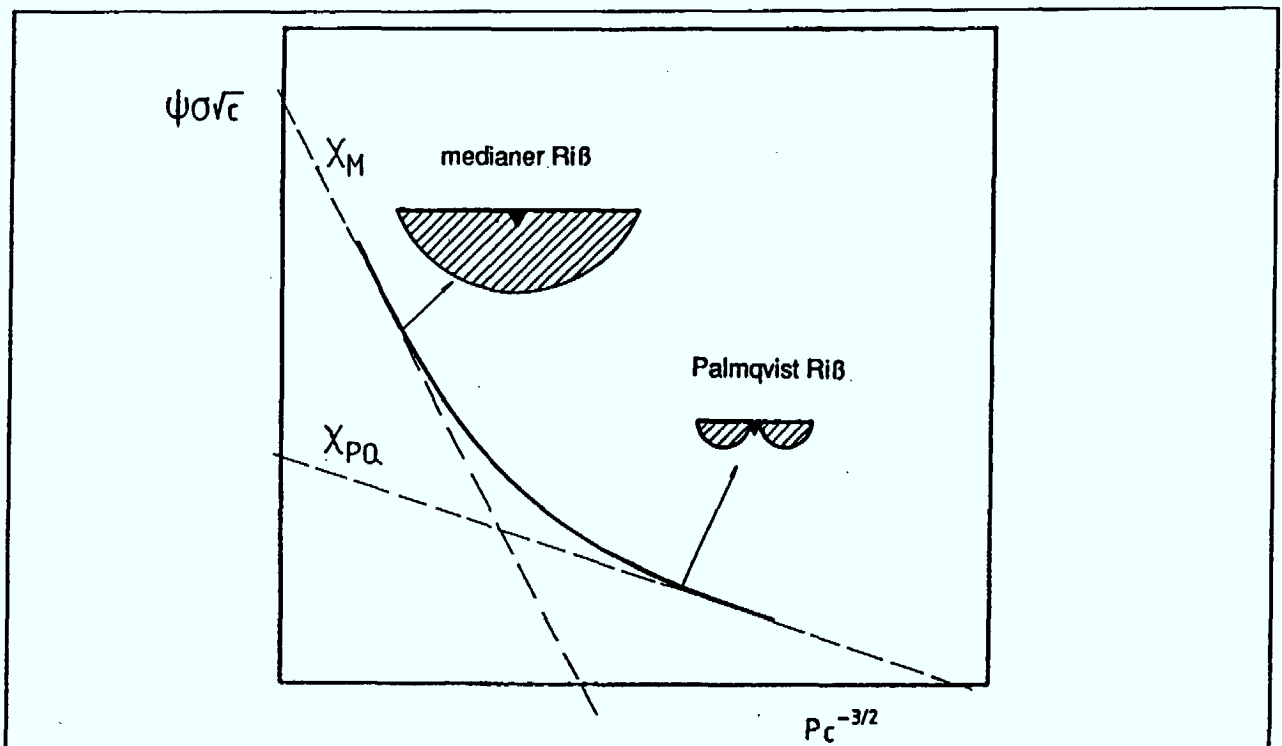


Abb. 3.18: Rißausbreitungskurve mit Übergang von einem Palmqvist- zu einem medianen Riß

4 EXPERIMENTELLE ARBEITEN

Bevor die in dieser Arbeit benutzten experimentellen Verfahren im Detail vorgestellt werden, bietet sich im Sinne eines besseren Verständnisses an, den logischen Zusammenhang der ausgewählten Experimente kurz zu skizzieren. Zur Rißzähigkeitsermittlung von Al_2O_3 werden verschiedene Härteeindruckmethoden gegenübergestellt, nicht zuletzt um auch Fragen nach dem Einfluß der Meßmethodik zu klären. Zusätzlich wird dem Einfluß von subkritischem Rißwachstum und der Temperatur auf die Rißzähigkeit nachgegangen.

In Abschnitt 4.1 wird die Al_2O_3 -Modifikation AF 99.7 und deren Präparation beschrieben. Der Materialcharakterisierung schließt sich eine Übersicht der durchgeführten Experimente an. In Abschnitt 4.2 werden experimentelle Details der lichtmikroskopischen Beobachtung der Härteeindruckrisse dargestellt, die zur direkten Bestimmung der Rißzähigkeit aus der Ausgangsrißlänge c_0 dienen. Mit schnellen Bruchexperimenten und der Bestimmung der maximalen Bruchspannung σ_m (Abschnitt 3.4) können Rißzähigkeitswerte unter quasi-inerten Bedingungen - also fast ohne subkritisches Rißwachstum - erwartet werden.

Einen Schwerpunkt der Arbeit stellen die in Abschnitt 4.4 vorgestellten in situ Beobachtungen des stabilen Rißwachstums im Biegeexperiment dar. Sowohl für Rißausbreitung ohne als auch mit Eigenspannungen (induziert durch den Härteeindruck) wird eine breite Datenbasis zur Bestimmung der Rißzähigkeit (Abschnitt 3.5 und 3.6) vorgestellt. Fragen zur Vergleichbarkeit der Meßmethodik für indentierte und gekerbte Risse (Abschnitt 2.1.2) werden durch das kombinierte Rißwachstum eines kurzen mit einem langen Riß - erstmals an derselben Probe - beantwortet. Hierzu wurde ein neues, zweiphasiges Rißausbreitungsexperiment, das in Abschnitt 4.5 beschrieben wird, entwickelt.

Die RT Rißausbreitungsuntersuchungen werden schließlich durch einige ergänzende HT Experimente in Abschnitt 4.6 abgerundet. Der Einfluß von hohen Temperaturen (Abschnitt 2.3) wurde mit einer aufwendigen Hochtemperatur-Versuchseinrichtung, die in Kapitel 4.6 beschrieben wird, untersucht. Eine Innovation stellt das Rißlängenmeßverfahren dar, das eine in situ Beobachtung von Oberflächenrissen an C-förmigen Proben mittels Teleskop-Video-System bei hohen Temperaturen erlaubt.

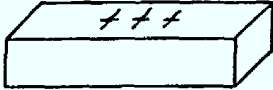
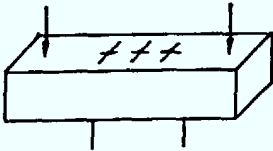
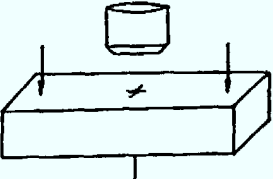
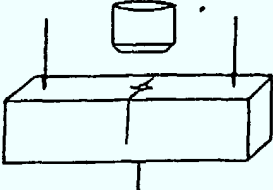
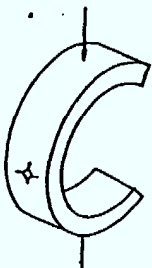
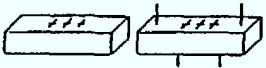
UMGEBUNGSBEDINGUNGEN	Probenmaße
Raumtemperatur, Luft:	3,5•4,5•50mm ³
4.2 Direkte Bestimmung der Rißzähigkeit über die Initiierungsrißlänge c_0	
4.3 Rißzähigkeitsbestimmung im schnellen Bruchexperiment über die kritische Rißlänge c_m	
4.4 Ermittlung der Rißzähigkeit im kontrollierten, stabilen Rißausbreitungsexperiment mit mikroskopischer in situ Beobachtung	
4.5 Ermittlung der Kurz- und Langrißzähigkeit im zweistufigen stabilen Rißausbreitungsexperiment	
Hochtemperatur, Luft:	50mm/40mm/5mm
4.6 Rißzähigkeitsermittlung mit in situ Beobachtung an C-Ring-Geometrie	
Raumtemperatur, Vakuum:	2.3•4.5•25mm ³
4.7 REM-Untersuchungen: - Rißöffnungsverhalten - Rißzähigkeitsermittlung im Vakuum mit in situ Beobachtung	R E M 

Abb.4.1: Zusammenstellung der experimentellen Versuchsvarianten und der dazu eingesetzten Probengeometrien

Neben den makroskopischen, mechanischen Messungen mit in situ Beobachtung des Rißlängenzuwachses interessierte auch im Hinblick auf den durch Kontaktabschirmung dominierenden R-Kurveneffekt von Al_2O_3 das Rißöffnungsverhalten der Härteeindruckrisse. Konkret wurde der Frage nachgegangen, ob sich die Rißöffnung von Härteeindruckrisen von langen Rissen unterscheidet.

Für den R-Kurveneffekt ist, bei Gültigkeit des Rißflankenmodells (Abschnitt 2.1), das Verhältnis von Rißöffnung zu Rißlänge maßgebend für die Separation von Brückenelementen. Die Fragestellung zum Rißöffnungsverhalten wurde mit Hilfe des Rasterelektronenmikroskops (REM) untersucht. Im Abschnitt 4.7 werden Rißöffnungen in Abhängigkeit von der Härteeindrucklast vorgestellt, und das Rißöffnungsverhalten von ausgewählten Härteeindruckrisen im Biegeexperiment untersucht. Als vorteilhaft erweisen sich letztere Experimente, die mit einer speziellen Biegeanordnung im REM durchgeführt wurden, auch insofern, als gleichzeitig das Rißausbreitungsverhalten von Al_2O_3 unter Vakuum erfaßt werden kann.

4.1 Aluminiumoxid-Werkstoff und Probenpräparation

Die Untersuchungen wurden mit der Al_2O_3 -Keramik AF 99.7 (Fa. Demarquest) durchgeführt. Eine chemische Analyse des Werkstoffes ist in [23] zu finden. Einige physikalische und mechanische Stoffmerkmale sind in Tab. 4.1 aufgelistet.

Tabelle 4.1: Charakteristische Materialdaten von AF 99.7 [23]

Stoffmerkmale	Dimension	AF 99.7
Al_2O_3 -Gehalt	[%]	99.6
Dichte	$[\text{gcm}^{-3}]$	3.80
flächengemittelter Korndurchmesser	$[\mu\text{m}]$	16
Elastizitätsmodul	[GPa]	365
Bruchzähigkeit	$[\text{MPa}\sqrt{\text{m}}]$	3.8-4.0
R-Kurve: $R_0 - R_{\text{max}}$	[N/m]	20 - 90

AF 99.7 wurde aufgrund der vorangegangenen zahlreichen Langrißuntersuchungen [28-30], die das ausgeprägte R-Kurvenverhalten dieser Keramik aufzeigten, und erster Untersuchungen an Oberflächenrissen [21] für die vorliegende Arbeit ausgewählt.

Die Probenformen sind aus der Abb. 4.1 ersichtlich. Biebestäbchen mit den Abmessungen $3.5 \times 4.5 \times 50 \text{ mm}^3$ und $2.3 \times 4.5 \times 25 \text{ mm}^3$ wurden aus größeren Platten und C-Ring-Proben mit einem Außendurchmesser von 50mm, einem Innendurchmesser von 40mm und einer Breite von 5mm aus einem Rohr mit Diamantwerkzeugen herausgearbeitet. Die Biegeproben wurden planparallel geschliffen. Um die Beobachtbarkeit der Härteeindruckrisse zu gewährleisten, mußten die relevanten Zuspansungsflächen mit Diamantpaste bis zu $1 \mu\text{m}$ Korngröße poliert werden. Die Härteeindrücke wurden mit einem Makrohärteprüfer (Dia Testor 2R_C, Fa. O. Wolpert GmbH, Ludwigshafen) erzeugt. Die Eindruckslasten wurden zwischen 9.81N und 981N gewählt. Als Eindringkörper wurde ein Vickers-Diamant eingesetzt. Besondere Sorgfalt galt der Ausrichtung der Probe in Bezug auf die Eindrucksgeometrie. Die Proben wurden stets so ausgerichtet, daß die Diagonalen des Vickers-Eindruck rechtwinklig und parallel zur Probenlängsachse verliefen. Die Zustellung der ausgewählten Last war vom Makrohärteprüfer vorgegeben. Die Last wurde 15 Sekunden gehalten.

4.2 Lichtmikroskopische Bestimmung der Härteeindruckrisse

Nach dem Einbringen des Härteeindrucks kann die Rißzähigkeit mit Hilfe der initiierten Rißlänge c_0 bestimmt werden. Zur Rißmessung stand eine mikroskopische Rißbeobachtungseinrichtung mit induktiven Meßtastern zur Verfügung. Details dieser Versuchseinrichtung können aus [21] entnommen werden. Die Identifikation der Rißspitze wurde durch die Anwendung von Schräglichtbeleuchtung, die einen hell-dunkel Kontrast am Riß bewirkte, erheblich erleichtert. Die notwendige präzise Messung der Rißlängen, die im Bereich von wenigen bis zu einigen $100 \mu\text{m}$ lagen, wurde durch einen motorisch verfahrbaren X-Y-Tisch unterhalb des Mikroskops mit einer Meßgenauigkeit von $\pm 1 \mu\text{m}$ gewährleistet.

4.3 Schnelle Biegebruchexperimente bei Raumtemperatur

Die schnellen Bruchexperimente wurden an einer Universalprüfmaschine (Instron Typ 1362, High Wycombe, UK) mit einem 4Punkt-Biegetisch durchgeführt. Die Biegeproben waren mit jeweils 5 Härteeindrücken (9.81N bis 491N) im Bereich des inneren Lagerabstand und mit jeweils 3 Härteeindrücken (981N) versehen, so daß 4

beziehungsweise 2 Dummy-Risse für die Auswertung der Instabilitätsrißlänge zur Verfügung standen. Die Proben wurden im 4Punkt-Biegeversuch kraftregelt mit maximaler Beanspruchungsrate (35N/s) gebrochen. Daran anschließend wurde die Länge der nicht-versagensauslösenden Risse vermessen.

4.4 Kontrollierte Biegebruchexperimente mit in situ Beobachtung bei Raumtemperatur

Abb. 4.2 gibt schematisch den Aufbau der benutzten piezomechanischen Anlage wieder. Mit der Apparatur wurden sowohl Kurzriß- als auch Langrißexperimente durchgeführt. Anlage und Versuchsdurchführung für Kurzrißexperimente sind detailliert in [21] beschrieben.

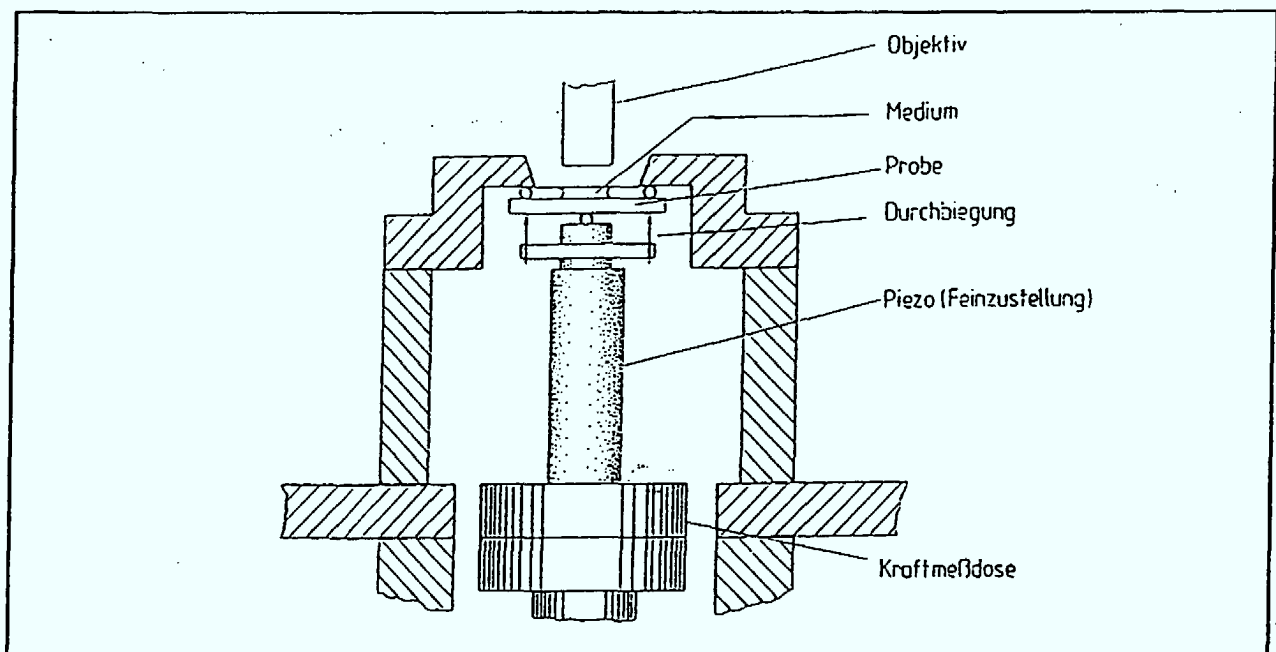


Abb. 4.2: Prinzipskizze der piezomechanischen Anlage [21]

4.5 Eine neue experimentelle Methode: Kombination des stabilen Wachstums von Härteeindruckrissen und langem Riß

Die piezomechanische Anlage konnte ebenfalls für die Rißausbreitungsexperimente zum Übergang vom kurzen Härteeindruckriß zum langen die gesamte Probenbreite einnehmenden Riß genutzt werden (Abb. 4.3). Ziel dieser Experimente war es, Kurz- und Langrißergebnisse der Rißzähigkeit an derselben Probe zu erhalten.

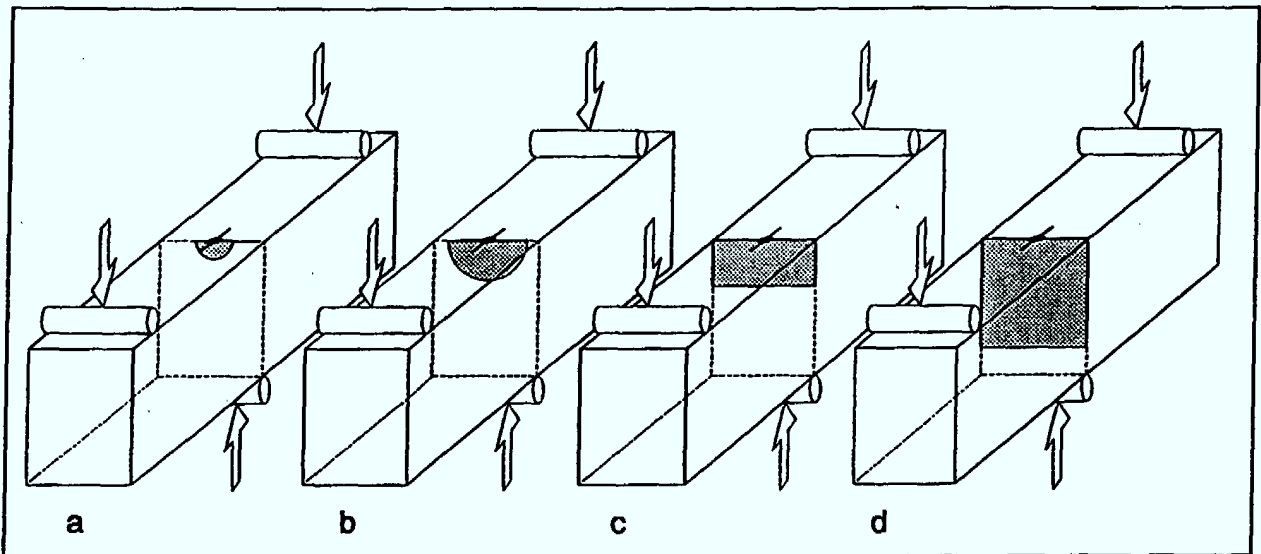


Abb. 4.3: Stadien des Übergangs von einem kurzen Härteeindruckriß zu einem langen die gesamte Probenbreite einnehmenden Riß

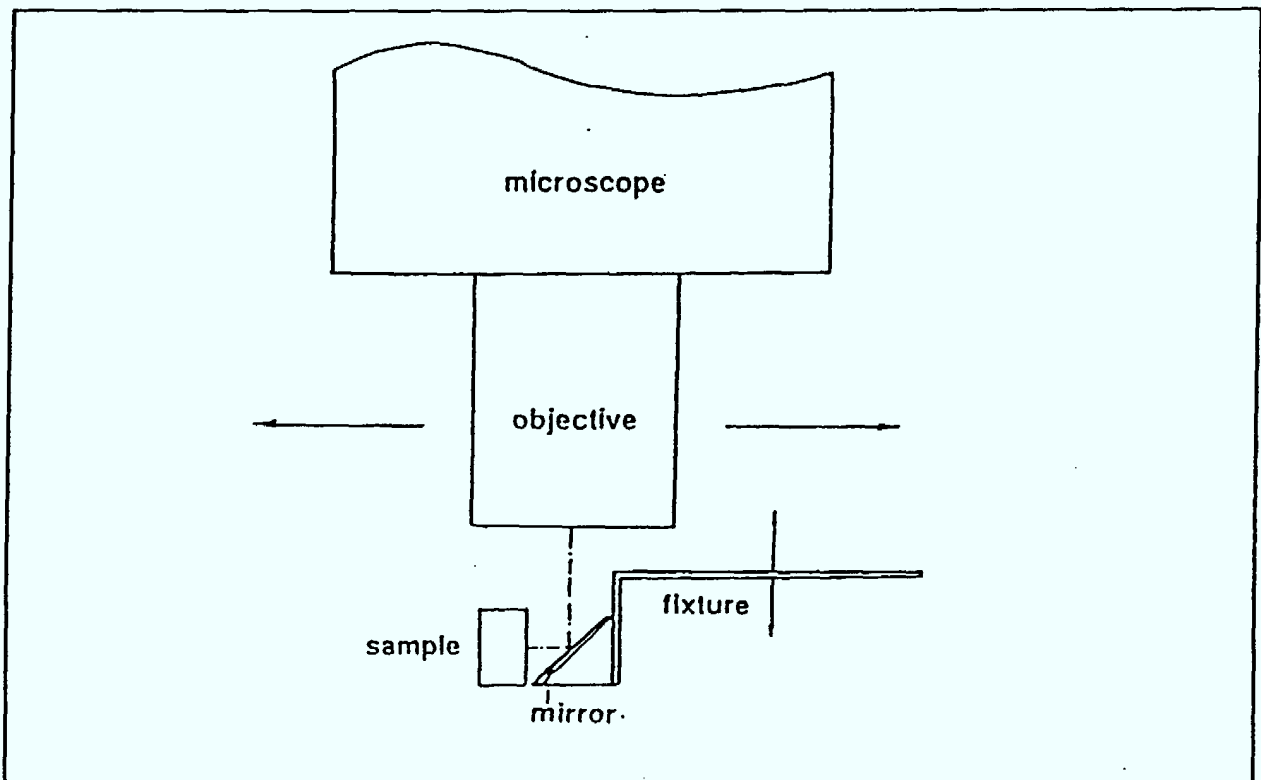


Abb.4.4: Spiegelkonstruktion zur Beobachtung des Rißwachstums auf der Seitenfläche von Biegestäbchen

Ausgehend von einem Härteeindruckriß (Abb. 4.3a) wird unter Anlegen einer äußeren Biegespannung stabiles Rißwachstum erzeugt. Der Riß wächst über diskrete Rißzustände (Abb. 4.3b) bis zur Probenkante und darüber hinaus (Abb. 4.3c). Der nunmehr die

gesamte Probenbreite einnehmende Riß dient ähnlich der SEPB (Single Edge Precracked in Bending) Methode als Startriß eines kontrollierten Langrißexperimentes, das durchbiegungsgeregelt bis zu $a/w \approx 0.9$ (Abb. 4.3.d) gefahren wurde.

Insbesondere der Übergang im Rißwachstum von Abb. 4.3b zu 4.3c ist für den Vergleich der Rißzähigkeitsergebnisse von Bedeutung, da die voneinander unabhängigen Bestimmungsgleichungen für Kurzrisse und Langrisse an derselben Probe direkt verglichen werden können.

Die Beobachtung des Oberflächenwachstums der Härteeindruckrisse konnte wie in [21] beschrieben durch direkte Anordnung des Mikroskopes über der Zugspannungsseite der Biegeproben erfolgen. Um aber auch mit der gleichen Anordnung den Riß nach Überschreiten der Kante auf der Seitenfläche beobachten zu können, wurde eine spezielle Spiegelkonstruktion (Abb. 4.4) entwickelt. Durch eine 45° Anordnung eines Spiegels wurde der Strahl des Lichtmikroskops um 90° abgelenkt.

4.6 Kontrollierte Biegebruchexperimente mit in situ Beobachtung des Rißwachstums bei hohen Temperaturen (C-förmige Proben)

Versuchsanlage

Für die Hochtemperaturuntersuchungen stand eine modifizierte Universalprüfmaschine (Fa. Instron 1362, High Wycombe, UK) zur Verfügung. Die Belastung der C-förmigen Probe erfolgt über zwei Druckstempel. Über den unteren wurde elektromechanisch die Kraft eingeleitet, über den oberen die Kraft auf eine Lastzelle übertragen.

Die mechanische Belastungsanordnung war von einem widerstandsbeheizten Ofen umgeben (Arbeitstemperatur bis 1500°C). Ein Sichtfenster im Ofen erlaubte die in situ Beobachtung der Härteeindruckrisse in den C-förmigen Proben mittels eines Teleskopsystems (Questar QMIII: Arbeitsabstand 15cm bis 25cm) und angeschlossener Videoanlage (Abb. 4.5 und 4.6)

Versuchsdurchführung

Alle C-Ring-Proben waren in dem Bereich des Härteeindrucks poliert, um die mikroskopische Beobachtung zu erleichtern. Beim Einbau der C-Ring Proben ergab sich folgende Justierproblematik:

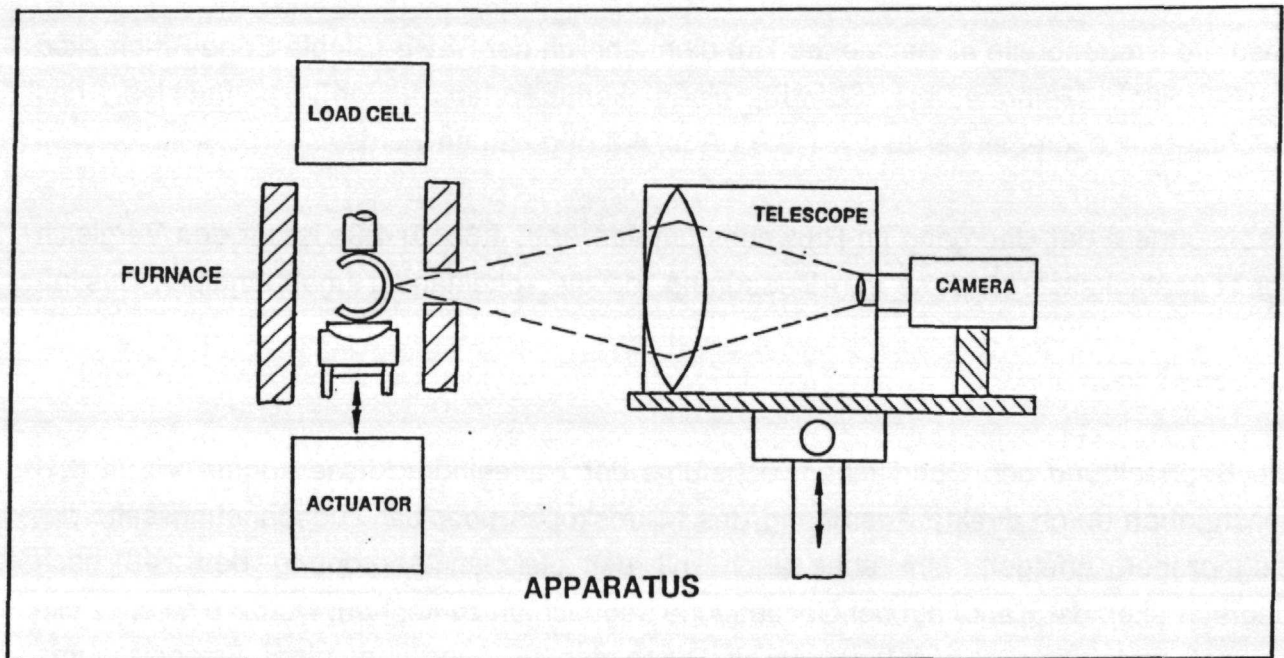


Abb.4.5: Schematische Darstellung der Hochtemperatur-Versuchseinrichtung mit in situ Rißbeobachtung

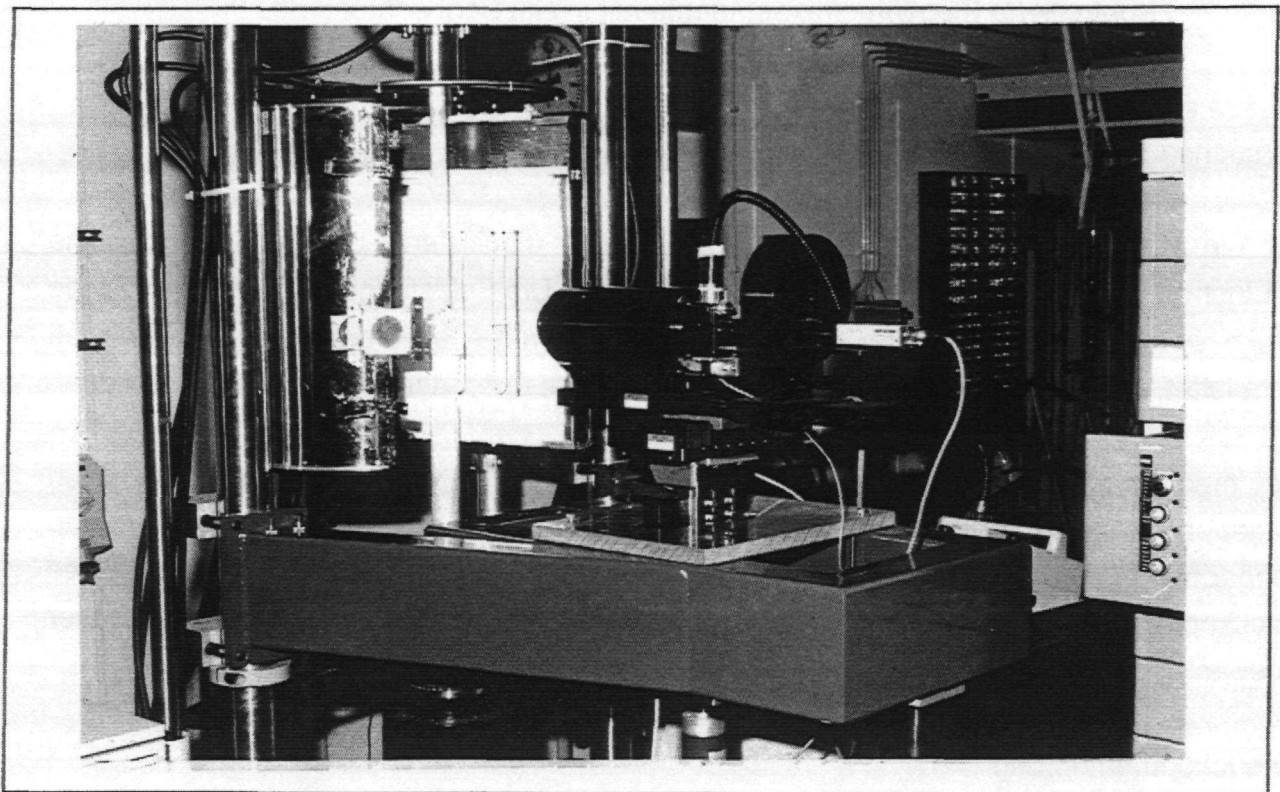


Abb. 4.6: Foto des Teleskop-Video-systems

Einerseits mußte die Krafteinleitung ohne Verkanten der Probe erfolgen und andererseits mußte sich der Härteeindruck an der äußersten Stelle der Außenfläche des C-Rings

befinden, um maximale Beanspruchung und optimale Beobachtungsbedingungen zu garantieren. Ersteres konnte mit Hilfe eines Kugelkalotten-Druckluftlagers sichergestellt werden, auf dem der C-Ring positioniert wurde. Bei geringen Orientierungsabweichungen von der Senkrechten wurde der C-Ring weggedrückt. Das zweite Problem ließ sich mit Hilfe der Teleskopbeobachtung des Ringes erreichen. Die dem Teleskop am nächsten liegende Oberfläche des C-Ringes führt wegen der geringen Neigung in Bezug auf die Teleskopachse durch höhere Reflexion zum hellsten Videobild. Befindet sich also der Härteeindruck in dieser hellen Probenregion und ist eine senkrechte Krafteinleitung sicher, dann ist die Probe richtig justiert. Nach der Justierung wurde das Luftlager durch schließen der Luftzufuhr festgesetzt und der Ofen unter geregelter geringer Vorlast (5N) der Probe aufgeheizt.

Die Aufheizrate betrug 8°C/min. Nach dem Erreichen der gewünschten Temperatur (1000°C) wurde zur Einstellung eines homogenen Temperaturfeldes eine Ausgleichszeit von 2 Stunden eingehalten.

4.7 Rasterelektronenmikroskopische Untersuchung des Rißöffnungsverhaltens

4.7.1 Variation der Härteeindrucklast

Härteeindrücke - die Last differierte von 9.81 bis 981N - wurden auf Biegestäbchen gesetzt mit Gold besputtert und im Rasterelektronenmikroskop untersucht.

Abb. 4.7 zeigt schematisch die vier Rißarme, die im allgemeinen nach einem Vickerseindruck in Keramik entstehen, und veranschaulicht das Rißöffnungsverhalten. Zur Bestimmung des Rißöffnungswinkels lineare Rißflankenkontur vorausgesetzt, mußte sowohl die Öffnung δ als auch die dazugehörige Rißarmlänge c_δ vermessen werden. Der Winkel ergibt sich dann aus $\arctan(\delta/2c_\delta)$. Die Rißöffnung wurde stets nahe an den Spitzen des Härteeindrucks gemessen.

Es wurden grundsätzlich nur Rißöffnungen von annähernd idealen Rißarmen ausgewertet, Mehrfachrißbildung und teilweise auch Anwesenheit von Rißverzweigung in dem an den Härteeindruck angrenzenden Bereich führte zum Ausschluß der Daten.

Beim Auftreten von Rißverzweigung mußten insofern Kompromisse gemacht werden, als die grobkörnige Aluminiumoxid-Keramik häufig zu einer Rißverzweigung in unmittelbarer

Umgebung des Härteeindrucks führte, beispielsweise auch wenn ein großes, vom Gefüge gelöstes Korn im Rißmündungsbereich als Rißverzweigung wahrgenommen wurde.

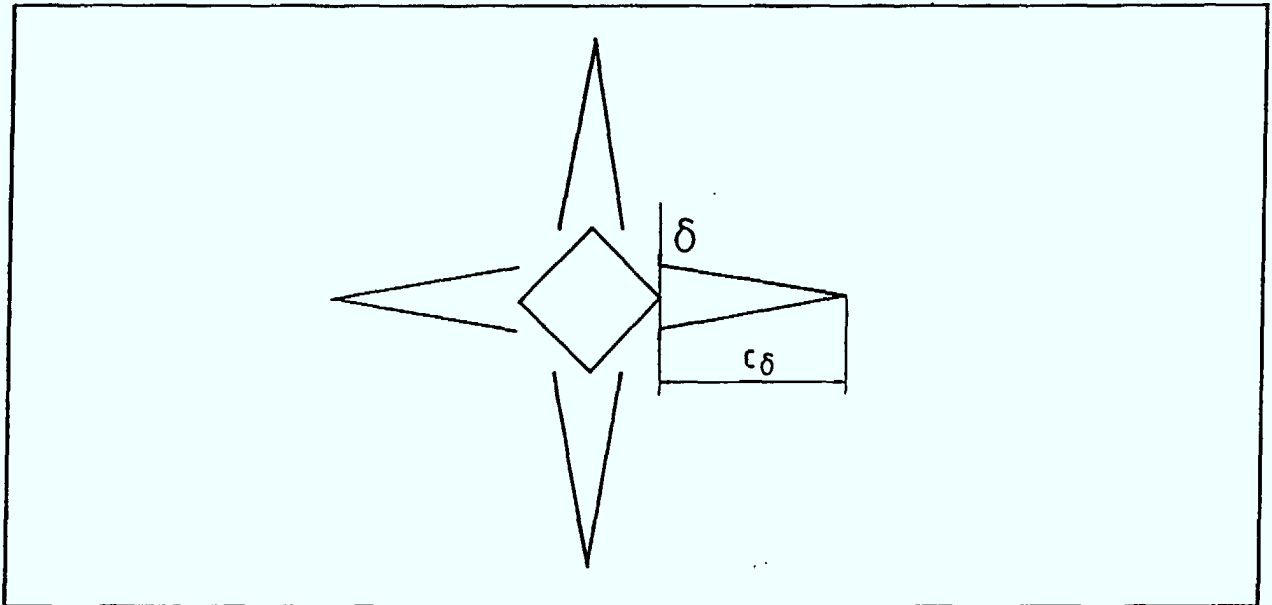


Abb. 4.7: Rißarmlänge c_δ und Rißöffnungen δ eines Härteeindrucks. Die schematische Darstellung überzeichnet die Rißöffnung im Vergleich zur Rißlänge

Bei dieser Art der Rißverzweigung, wurde die Rißöffnung direkt nach der Rißverzweigung vermessen und einer entsprechend kürzeren Rißarmlänge zugeordnet.

4.7.2 Kontrolliertes Rißausbreitungsexperiment

Zur Durchführung dieser REM-Experimente stand eine Miniatur-Biegevorrichtung zur Verfügung, die in [21] näher beschrieben wird. Die Apparatur wurde in die Probenkammer des REM auf einen verfahrbaren Schlitten installiert (Abb. 4.8). Die Proben ($2,3 \times 4,5 \times 25 \text{ mm}^3$) wurden mit jeweils drei Härteeindrücken im Bereich konstanten Biegemomentes ($P = 196 \text{ N}$, Abstand jeweils 2 mm) versehen und mit Gold besputtert.

Vor dem Einschleusen der Probe in das REM wurde eine Vorlast von 20 N eingestellt. Die Vorlast erwies sich in zweierlei Hinsicht als vorteilhaft. Sie stellte zum einen die Fixierung der Probenposition sicher, zum anderen konnte aber damit auch der Nachweis erbracht werden, daß die Vakuum Bedingungen des REM keinen Einfluß auf die Meßcharakteristik der Kraftmeßdose haben. Vor und nach der Evakuierung wurde die gleiche Vorlast gemessen.

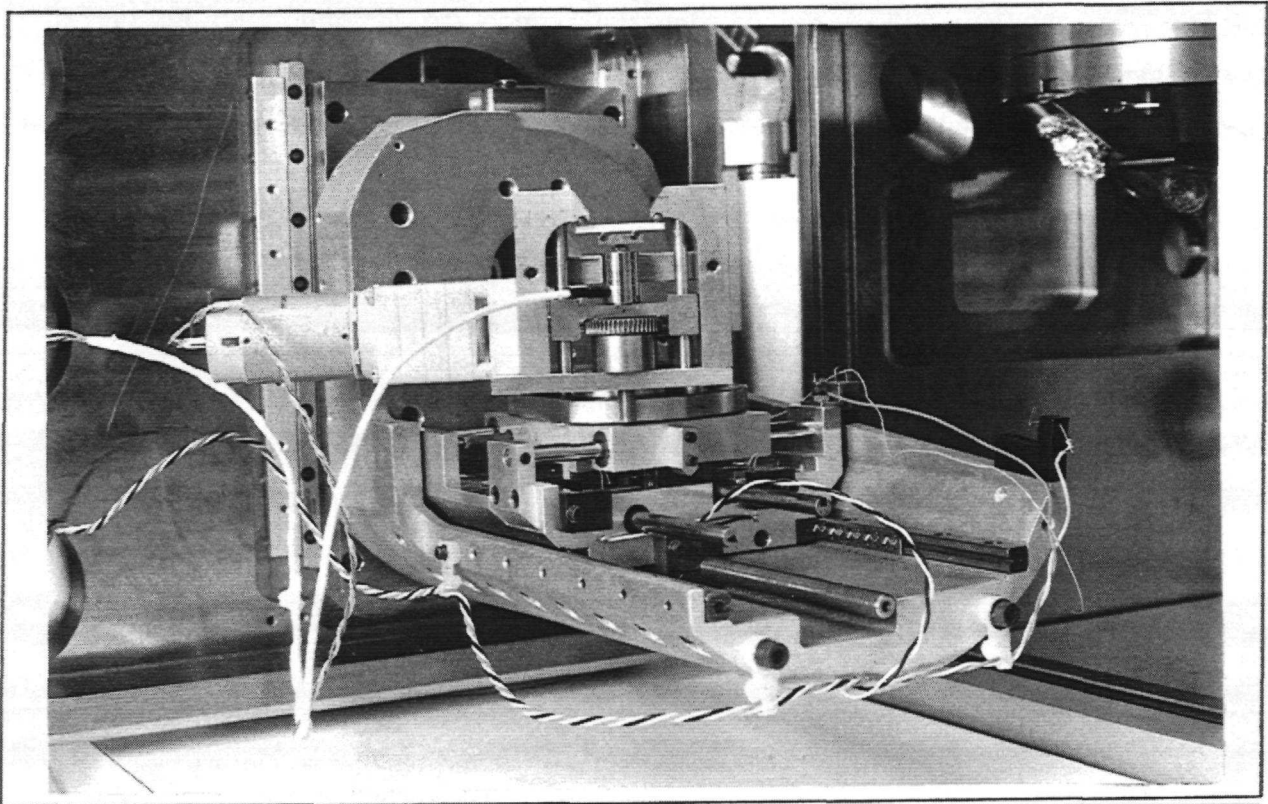


Abb. 4.8: Miniatur-Biegevorrichtung mit eingebaute Probe auf verfahrbarem Schlitten im REM

Die Umgebung der Rißspitze wurde zur leichteren Identifizierung mit einer "Marke" versehen. Mögliche Verzerrungen durch die Abbildungsbedingungen der REM-Aufnahmen konnten durch Kalibrierung mit lichtmikroskopisch ermittelten Rißlängen eliminiert werden.

Um auch die Rißflankenkonturen und deren Änderung bei Biegebeanspruchung zu erfassen, wurde für diskrete Abstände c_x von der Mitte des Härteeindrucks die Rißöffnung δ_x ermittelt (Abb. 4.9). Die erneute Identifikation dieser Positionen war für die weitere Versuchsdurchführung von Bedeutung, da methodisch gesehen, nur Änderungen der Rißöffnungen bezogen auf ihre jeweilige Position relevant sind.

Nach Erfassung der Initiierungsrißlängen und -öffnungen der Härteeindruckrisse wurde die Last stufenweise erhöht und die Rißverlängerung gemessen. Außerdem wurde exemplarisch die Veränderung der Rißöffnung für eine mittlere Position zwischen Härteeindruck und Rißspitze erfaßt. Waren die Änderungen bei einer Laststufe nicht signifikant, wurde die Last solange erhöht, bis sich deutlichere Unterschiede ergaben. Durch diese Vorgehensweise konnte der experimentelle Meßaufwand der Arbeit stark reduziert werden.

Bei deutlichem Rißöffnungszuwachs wurden dann auch die Rißöffnungen für die zu Anfang festgelegten diskreten Rißpositionen gemessen und bei zunehmender Rißlänge die neuen Positionen ausgewählt.

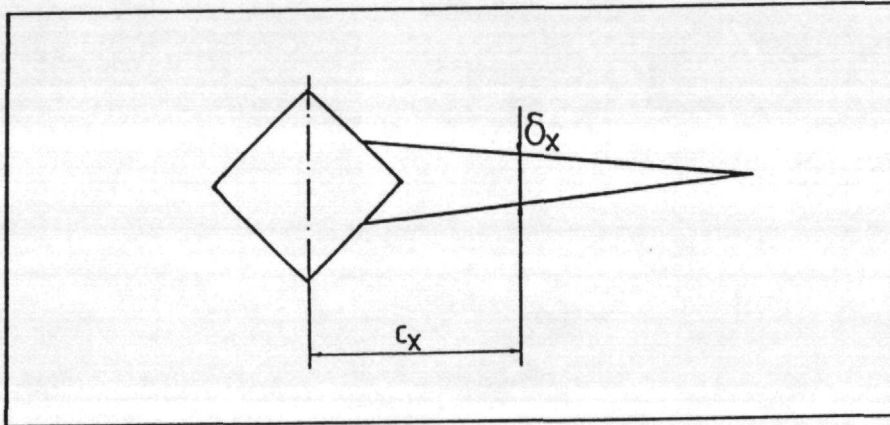


Abb. 4.9: Rißöffnungen δ_x für Abstände c_x von der Härteeindruckmitte

5 ERGEBNISSE

Teil I: Rißzähigkeitsuntersuchungen bei Raumtemperatur

5.1 Ausgangsrißlänge nach Härteeindruck

Zur Untersuchung der Eigenspannungsverhältnisse und zur theoretischen Analyse der Rißgeometrien (Palmqvist-, Median-Riß) wurde eine Serie von Härteeindruckrissen mit Variation der Lasten zwischen 9.81N und 981N erzeugt. Allerdings ist die Ausbildung wohldefinierter Rißmuster in der grobkörnigen Al_2O_3 -Keramik bei kleinen Lasten ($< 100\text{N}$) häufig nicht gegeben. Erhebliche Abweichungen von der idealen Rißgestalt - Mehrfachrißbildung und Abplatzungen um den Eindruck - treten auf (Abb. 5.1). Es wurde daher jeweils nur der längste Riß vermessen. Trotz gleicher Eindruckslast differierten die gemessenen Rißlängen erheblich, so daß pro Laststufe jeweils 10 Eindrücke gesetzt wurden, um eine breitere Datenbasis zu schaffen.

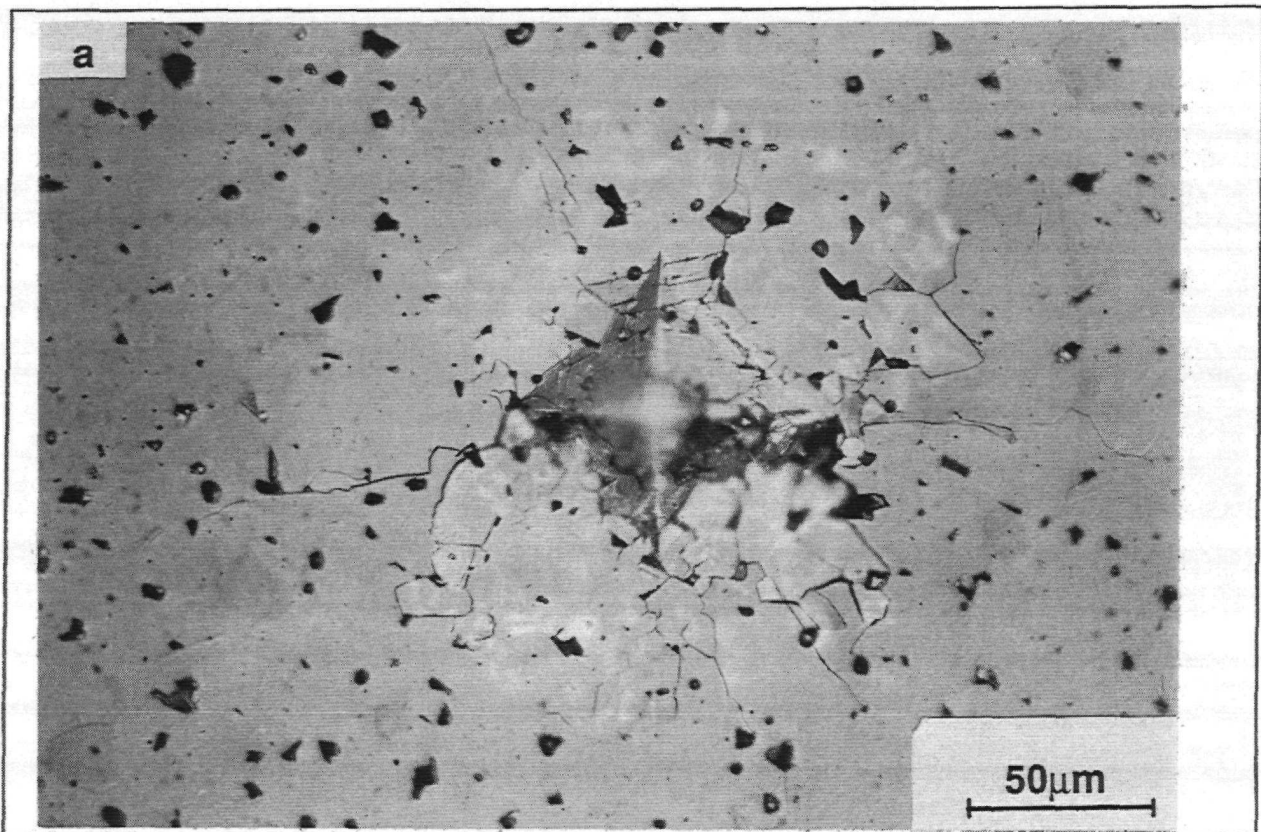
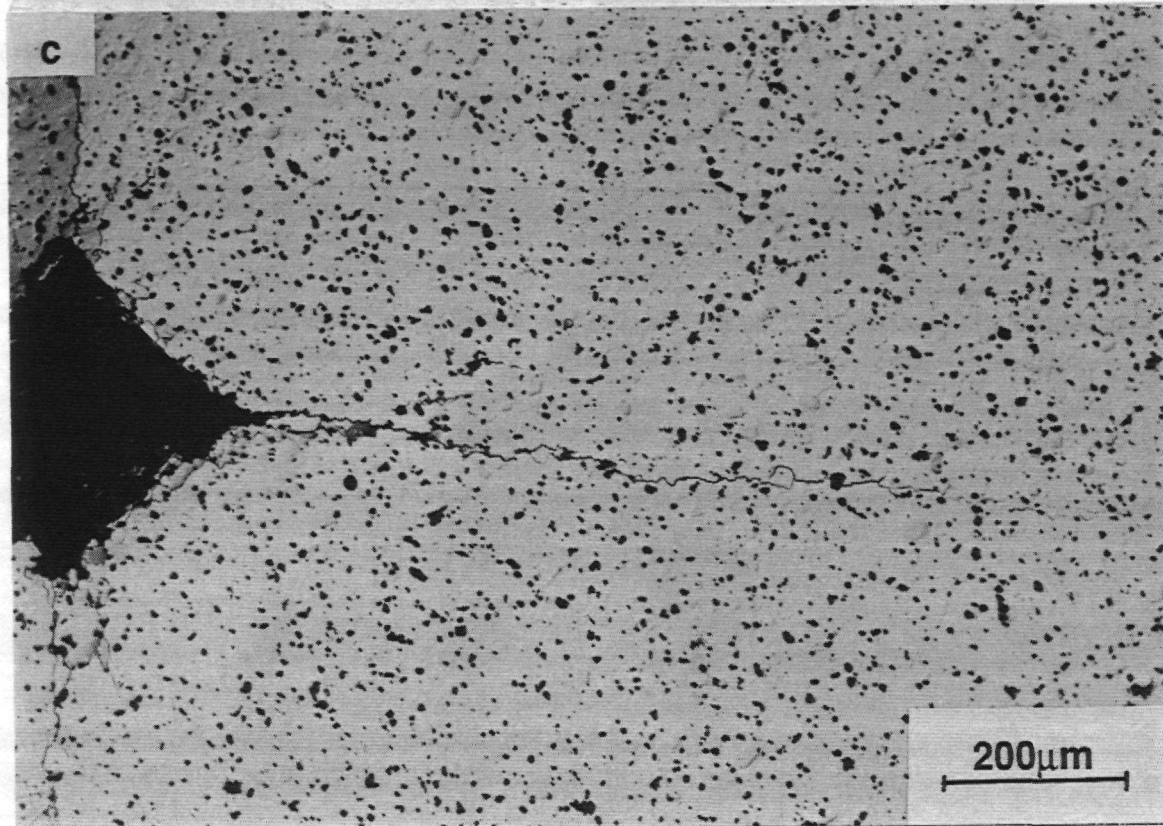
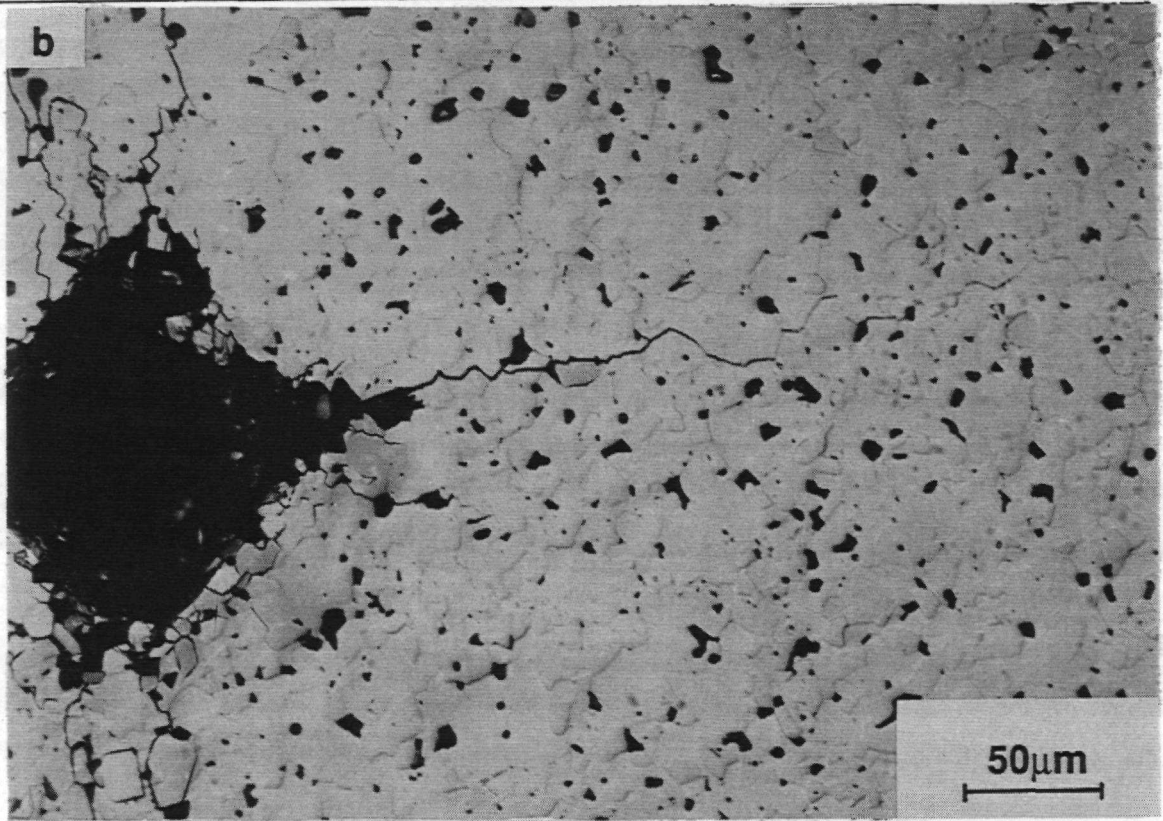


Abb. 5.1: Rißmuster von Vickers-Härteeindrücken unterschiedlicher Eindruckslast:

a) $P = 49\text{N}$ b) $P = 196\text{N}$ c) $P = 981\text{N}$



Dransmann [21] wies für die gleiche Al_2O_3 -Keramik mit einer Auftragung $\log c_0$ über $\log P$ die Gültigkeit der $c^{-3/2}$ Beziehung (Gl. 6) für mediane Rißsysteme im Lastbereich von 9.81N bis 981N nach. Die logarithmische Auftragung ist jedoch relativ unempfindlich gegenüber Streuungen der Meßwerte, so daß sich für eine Bewertung des Eigenspannungsintensitätswertes die Auftragung $Pc_0^{-3/2}$ als von Funktion von P besser eignet. Der Verlauf der Meßpunkte bestätigt prinzipiell die Gültigkeit eines $c^{-3/2}$ -Ansatzes und läßt damit auf eine mediane Rißgeometrie schließen (Abb.5.2). Im Bereich von 196N bis 981N kann allerdings ein leichter Anstieg des $Pc_0^{-3/2}$ Wertes trotz der vorhandenen Streubreiten in den Meßergebnissen konstatiert werden. Dies kann einerseits als schwacher R-Kurveneffekt gedeutet werden. Andererseits würde aber auch aus der Abnahme von χ bei konstanter Rißzähigkeit ein solcher Verlauf der Meßpunkte resultieren.

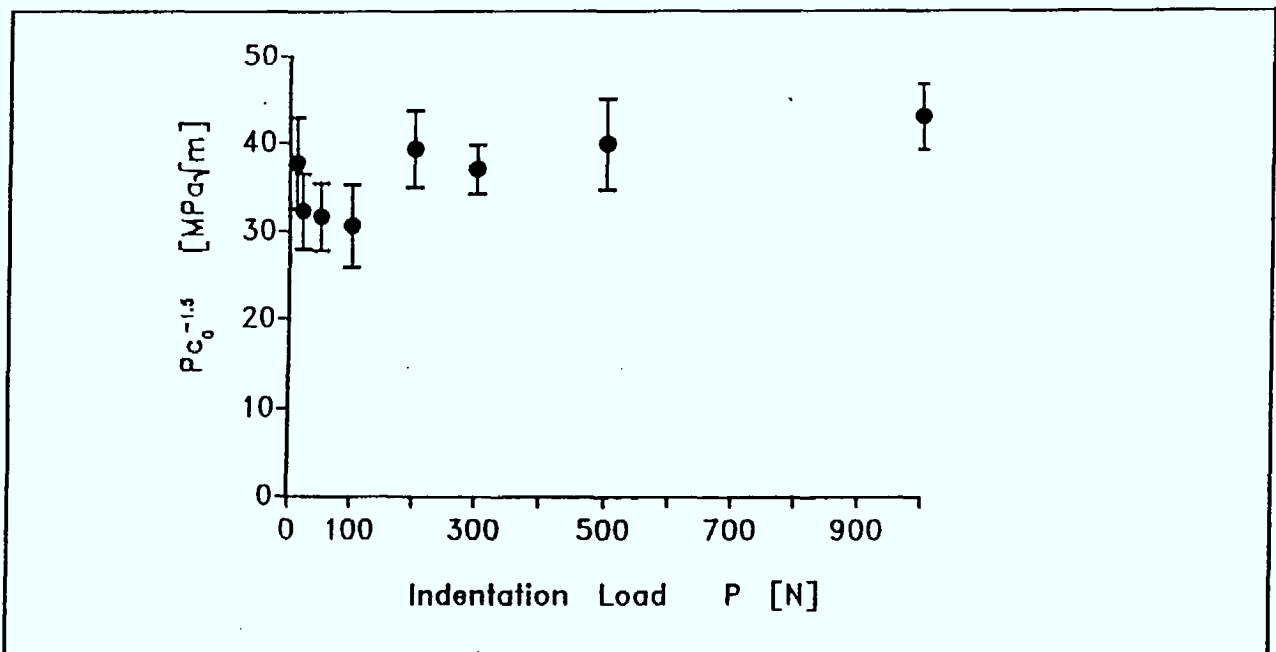


Abb. 5.2: $Pc_0^{-3/2}$ als Funktion der Härteeindrucklast P

Im Bereich von 9.81N bis 196N ist die Tendenz der $Pc_0^{-3/2}$ -Werte uneinheitlich. Zuerst nimmt der $Pc_0^{-3/2}$ Wert mit steigenden P ab und erhöht sich dann aber für größere Lasten wieder. Eine eindeutige Zuweisung zu diskreten Effekten ist an dieser Stelle nicht möglich.

Wegen des nur schwachen Anstiegs im Bereich von 196N bis 981N wird zunächst für die weiteren Überlegungen ein $Pc_0^{-3/2}$ -Wert von ungefähr 40 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ vermerkt. Zur Rißzähigkeitsermittlung wird zusätzlich der Faktor χ_M , der das Eigenspannungsfeld eines medianen Risses festlegt, benötigt. Exemplarisch wurden aus einer Vielzahl von

publizierten Varianten der Gleichung (6) drei χ_M Ansätze ausgewählt [76-78] und mit den $Pc^{3/2}$ Werten aus Abb. 5.2 multipliziert. Die sich damit ergebenden Rißzähigkeiten sind in Abb. 5.3 dargestellt.

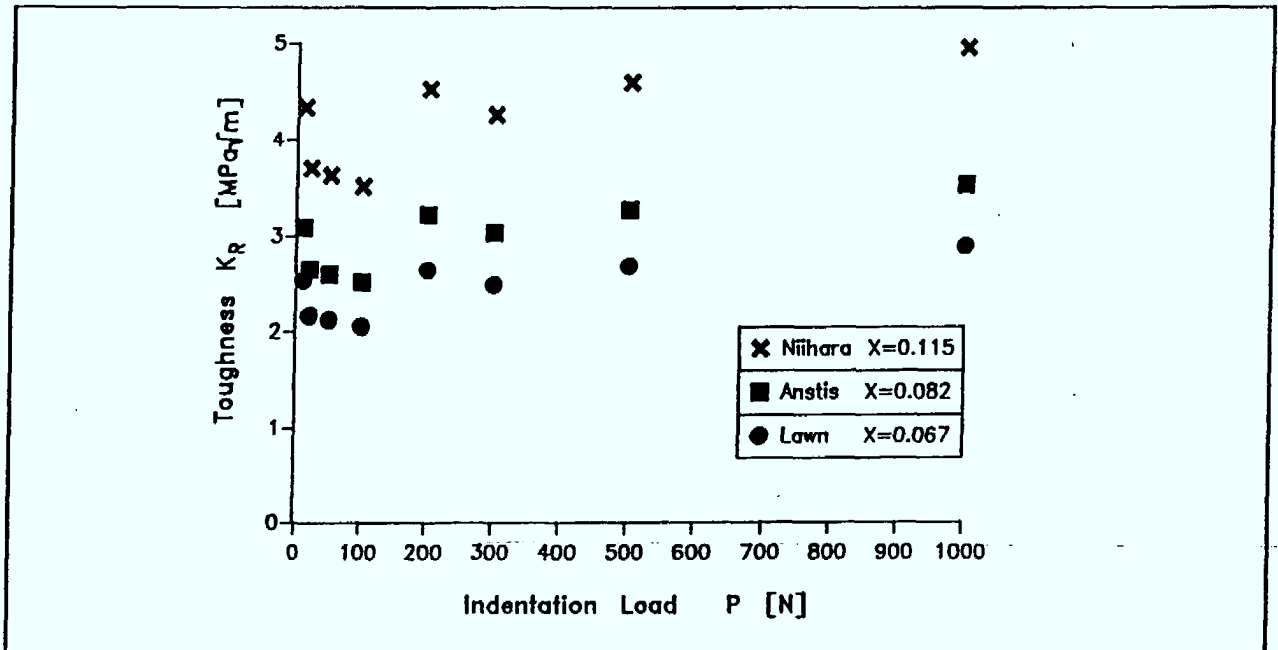


Abb. 5.3 : Variation der Rißzähigkeitswerte durch willkürliche Auswahl von χ -Werten aus der Literatur [76-78]

Die Ergebnisse liegen zwischen 2.7 MPa√m und 4.8 MPa√m und differieren somit je nach Wahl der Auswertebeziehung um bis zu 80%.

5.2 Kritische Biegebruchspannung indenterter Proben

Schnelle Biegebruchexperimente wurden unter Variation der Eindruckslasten zwischen 9.81N und 981N durchgeführt. Aufgrund der schnellen Versuchsdurchführung gelten "quasi-inerte" Bedingungen, die zu deutlich höheren Rißzähigkeitswerten führen sollten als dies bei Anwesenheit des subkritischen Rißwachstums der Fall ist.

Abb. 5.4 stellt den experimentell ermittelten Zusammenhang zwischen der Bruchspannung σ_m und den verschiedenen Härteeindruckslasten P (ausgefüllte Kreise) dar. Das schraffierte Rechteck gibt den Bereich der Bruchspannungen für Biegeproben ohne Härteeindrucksrisse wieder. Die Variation in der Größe "natürlicher" Defekte spiegelt sich in diesem Ergebnis wieder. Die gestrichelte Linie repräsentiert die Festigkeitsabnahme, die

sich bei konstanter Rißzähigkeit ergeben würde (vergleiche Abb. 3.8). Mit einer Steigung von $\beta = -1/3$ ist beim Logarithmieren von Gleichung (10) zu rechnen.

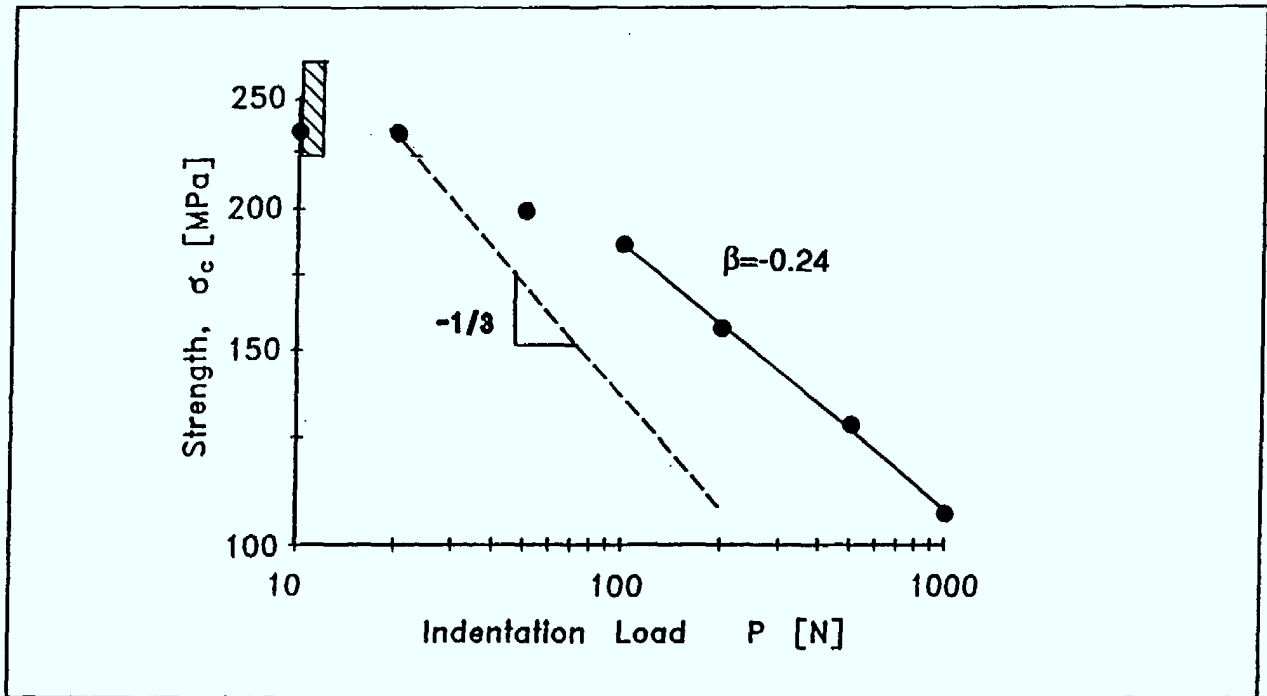


Abb. 5.4: Kritische Bruchspannung σ_m als Funktion der Härteeindrucklast P . Experimentelle Meßdaten im Vergleich zu theoretischen Verlauf (gestrichelt) bei konstanter Rißzähigkeit

Die flachere Neigung ($\beta_{\text{exp}} \approx -0.24$) der untersuchten Al_2O_3 -Keramik kann in der Modellvorstellung aus Gl. (10) als qualitativer Nachweis des R-Kurveneffekt interpretiert werden.

Krause [32] findet für eine vergleichbare Al_2O_3 -Keramik einen Wert von $\beta = -0.23$, so daß die gemessene Festigkeitsabnahme in guter Übereinstimmung damit steht. Auf eine weitergehende Analyse der Meßdaten und ihre Umrechnung in R-Kurvenverläufe gemäß Abschnitt 3.4.2 wird hier aber bewußt verzichtet. Denn einerseits erfordert eine "zuverlässige" Aussage eine größere statistische Absicherung mit Meßwerten und andererseits wird in dieser Arbeit noch aufgezeigt, daß die sich aus dem Modell ergebende R-Kurve Folge fehlerhafter Auswertung ist.

Um Widersprüche im Modell aufzuzeigen, genügt an dieser Stelle die qualitative Aussage, daß in Abb. 5.4 die Existenz des R-Kurveneffekts durch $|\beta_{\text{exp}}| < |\beta|$ angedeutet wird.

Die Untersuchungen an den "Dummy"-Rissen führten zu kritischen Rißlängen von $c_m \approx 2c_0$, die damit deutlich unterhalb der theoretisch erwarteten Rißlänge $c_m \approx 2,5c_0$ blieben. Die bruchmechanische Auftragung von $\sigma_m \sqrt{c_m}$ über $Pc_m^{-3/2}$ (Abb. 5.5) zeigt desweiteren, daß sich für alle Härteeindrucklasten ein konstanter Wert $(\sigma \sqrt{c})_m = 3.19 \pm 0.32 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ergibt.

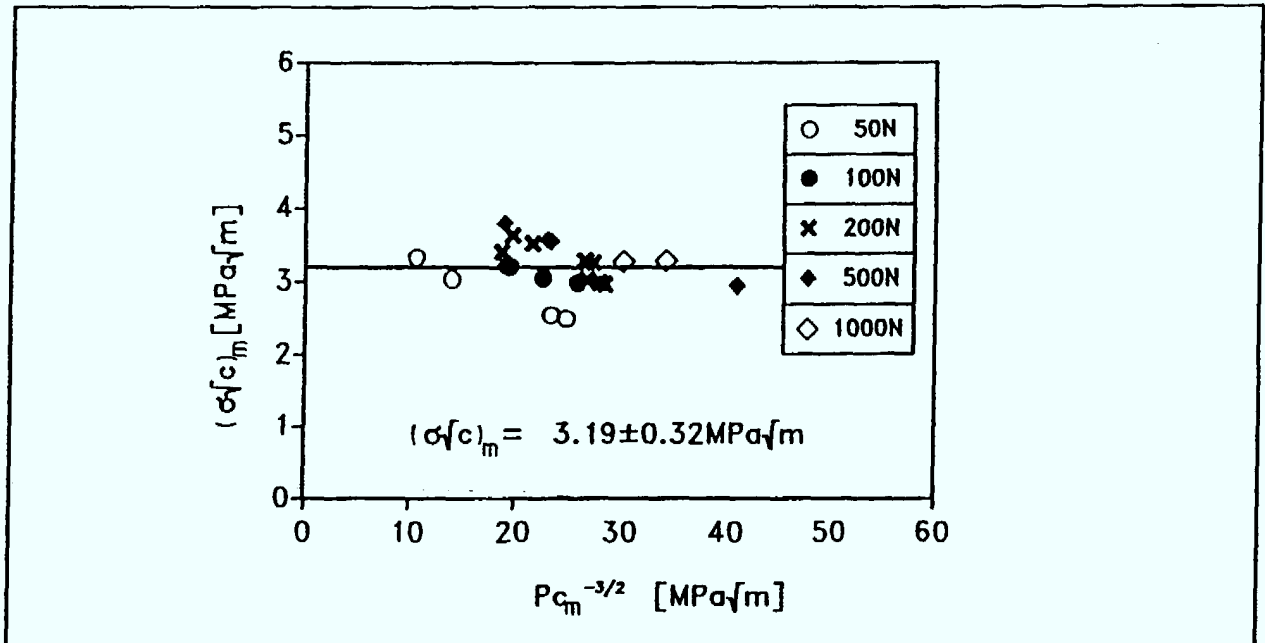


Abb. 5.5 : Auftragung $(\sigma \sqrt{c})_m$ als Funktion von $Pc_m^{-3/2}$:
Auswertung mittels der "Dummy"-Risse

Aus der Abb. 5.5 läßt sich wegen des praktisch konstanten $\sigma_m \sqrt{c_m}$ Wertes nunmehr eine konstante Rißzähigkeit herleiten, wenn wieder die gleichen Annahmen wie zuvor im Hinblick auf die Rißgeometrien gelten. Mit der vereinfachenden Annahme eines konstanten Geometriewertes von $\psi_m = 1.27$ (halbkreisförmiges Rißprofil) ergibt sich für den kritischen Zustand für die "Dummy"-Risse ein $K_{app} = 4.1 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Addiert man dazu den bei Instabilität noch vorhandenen Eigenspannungsanteil $K_{res} = 1/3 K_{app}$ (Gleichung (20)), so ergibt sich unabhängig von der Eindruckslast ein konstanter Rißzähigkeitswert von $K_R = 5.4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Dieses widerspricht dem im vorangegangenen Abschnitt behaupteten R-Kurvenverhalten. Es ist wichtig hervorzuheben, daß die konstante Rißzähigkeit für beobachtete kritische Dummy-Risse festgestellt wurde, wohingegen die R-Kurveninterpretation des ISB-Experimentes auf theoretisch hergeleiteten nicht gemessenen Zusammenhängen zwischen Ausgangs- und Instabilitätsrißlänge aufbaut.

Bemerkenswert ist desweiteren, daß die bisher vorgestellten Ergebnisse, die sich auf die Initiierungsrißlänge c_0 und die nachgemessene Instabilitätsrißlänge c_m beziehen, in beiden

Fällen konstantes Rißzähigkeitsverhalten ergeben.

5.3 Stabiles Rißausbreitungsverhalten unter in situ Beobachtung

In diesem Kapitel wird das Rißzähigkeitsverhalten, das sich aus kontrollierten Rißausbreitungsexperimenten ergibt, sowohl für Versuche an Luft als auch unter Vakuum beschrieben. Das Rißausbreitungsuntersuchungen bieten damit die Möglichkeit, auch den Einfluß des subkritischen Rißwachstums zu erfassen. Härteeindrucksrisse mit und ohne Eigenspannung werden charakterisiert.

5.3.1 Rißwachstum an der Luft

5.3.1.1 Härteeindrucksrisse ohne Eigenspannung

R-Kurvenverhalten zeichnet sich durch stabiles Wachstum eines Oberflächenrisses bei Zunahme der äußeren Biegebeanspruchung aus (vergleiche Abschnitt 3.5). Demgegenüber bewirkt konstante Rißzähigkeit bei gleicher Belastung spontanes Versagen ohne Rißwachstum.

Tabelle 5.1 : Rißzähigkeitswerte K_R von spannungsfreien Härteeindrücken unterschiedlicher Last P

P [N]	σ/c [MPa $\sqrt{m}$]	ψ^* []	K_R [MPa $\sqrt{m}$]
50	3.15	1.27	4.0
200	3.3	1.24	4.1
500	3.45	1.16	4.0

Alle nach dem Härteeindruck geglühten Proben ($T=1100^\circ\text{C}$, 2h) versagten unter Biegebelastung ohne Rißwachstum, womit sowohl der Abbau der Härteeindruck-eigenspannungen als auch ein konstantes Rißzähigkeitsverhalten belegt wird. Tabelle 5.1 faßt die für unterschiedliche Härteeindrucklasten ermittelten Rißzähigkeitswerte

zusammen. Daraus ergibt eine Rißzähigkeit an Luft von $K_R = K_{app} \approx 4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Neben diesem quantitativen Ergebnis ist für die weiteren Überlegungen die qualitative Aussage der Experimente hervorzuheben, daß für die Al_2O_3 -Keramik kein R-Kurvenverhalten nachweisbar ist.

Als Nachteil der Methode mit spannungsfrei geglühten Härteeindrucksrissen ist zu werten, daß pro Probe immer nur Rißzähigkeiten für die Ausgangsrißlänge erzielt werden.

5.3.1.2 Härteeindrucksrisse mit Eigenspannung

Die Überlagerung der Eigenspannungsintensität mit der stufenweisen Zunahme der Spannungsintensität durch Biegung ermöglicht, wie in Abschnitt (3.6) gezeigt, über einen begrenzten Rißlängenbereich stabiles Rißwachstum. Die experimentellen Rißausbreitungsdaten sind entsprechend Gl. (24) in Auftragungen von $\sigma\sqrt{c}$ als Funktion von $Pc^{3/2}$ nachfolgend dargestellt.

196N und 981N Eindruckslast für hochkantige Proben

Abb. 5.6a zeigt die Rißausbreitungskurven für die Härteeindruckslasten 196N und 981N in hochkantigen Proben. Die Meßpunkte folgen annähernd einem linearen Verlauf unterschieden sich jedoch signifikant in Bezug auf die Eindruckslast. Für gleiche Biegespannungsintensität ($\sigma\sqrt{c}$) ist der Eigenspannungsanteil $Pc^{3/2}$ für die höhere Eindruckslast größer.

Der nahezu lineare Verlauf aller Rißausbreitungskurven deutet auf eine konstante Rißzähigkeit hin, was die Auswertung der experimentellen Daten erheblich erleichtert. Mit der Annahme, daß der Spannungsintensitätsfaktor K_{tot} sowohl für die Rißausbreitungskurve als auch entlang der Rißkontur konstant ist (Abschnitt 3.8.1),

$$K_R(c) = K_{tot}(c, \Phi) = \text{konstant} \quad (\text{Gl. 29})$$

können durch ein iteratives Berechnungsverfahren (Abschnitt 3.8.1) die Geometriewerte ψ_i für die gemessenen Rißlängen zwischen c_0 und c_m sowie ein konstanter Eigenspannungsfaktors χ ermittelt werden. Multipliziert man die $\sigma_i\sqrt{c_i}$ Meßwerte in Abb. 5.6a mit dem jeweils berechneten Rißgeometrieparameter ψ_i , so ergeben sich die in Abb.

5.6b dargestellten $K_{app} = \sigma_i \psi_i \sqrt{c_i}$ Werte. Die gestrichelten Geraden beschreiben den theoretischen Verlauf der Rißausbreitungskurven, wie er aus der iterativen Rechnung hervorgeht.

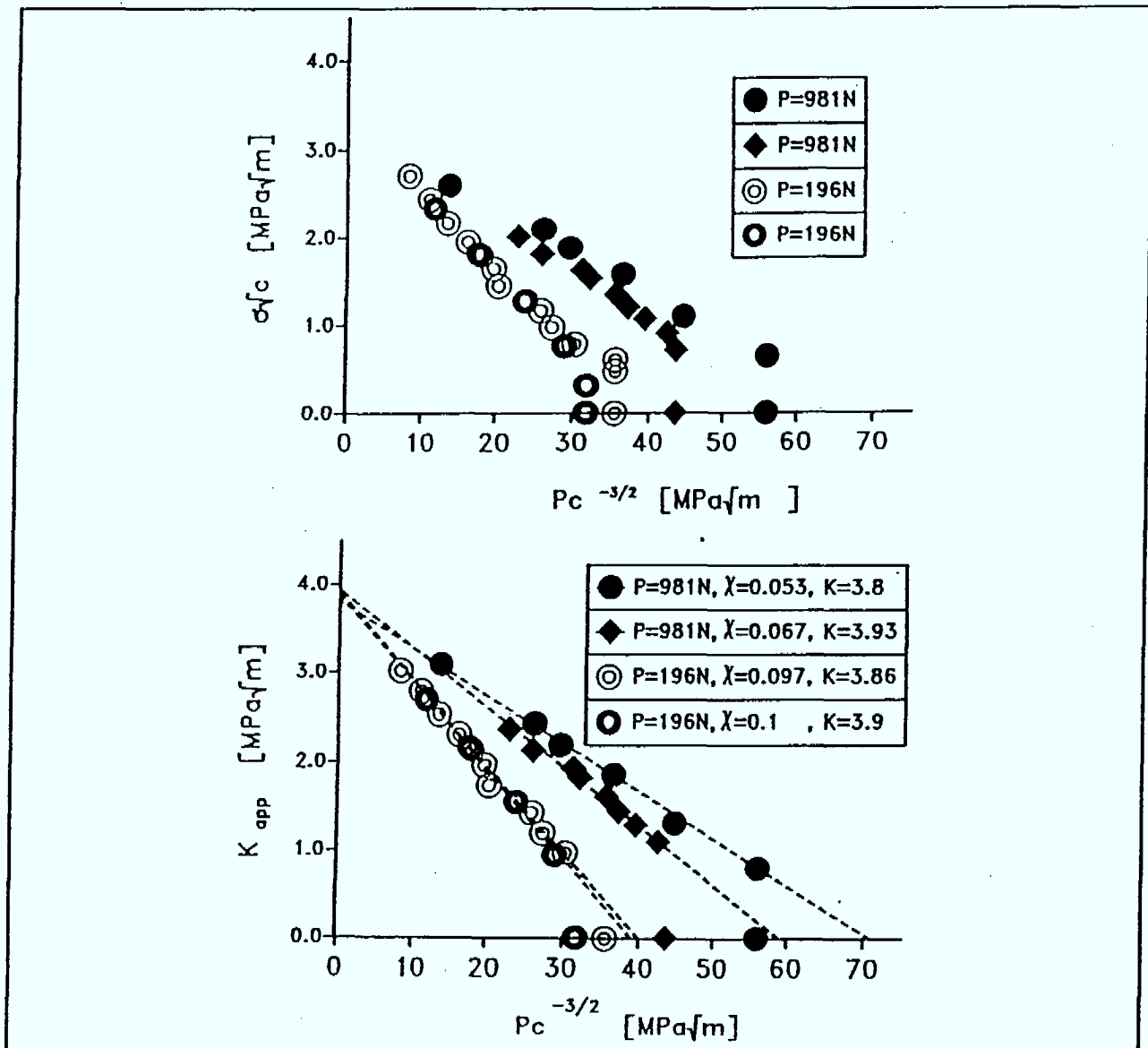


Abb. 5.6: Rißzähigkeitsermittlung für hochkantige Proben bei 196N und 981N Eindruckslast

- Rißausbreitungskurve mit experimentellen Werten
- Rißausbreitungskurve nach Einbeziehung der berechneten ψ -Werte in die Biegespannungsintensität. Gestrichelte Kurven entsprechen theoretisch bestimmter Ausgleichkurve

Auffallend sind die unterschiedlichen χ -Werte, $\chi_{196N} = 0.1$ bzw. 0.097 und $\chi_{981N} = 0.067$ bzw. 0.058 , die aus der Steigung der Geraden entnommen werden können. Entgegen den aus der Literatur bekannten Vorstellungen, in denen üblicherweise χ als konstanter Materialfaktor gesehen wird, ist χ offensichtlich von der Härteeindrucklast P abhängig. Im Diskussionsteil wird auf diesen Sachverhalt detaillierter eingegangen. Offensichtlich ist aber nicht nur die Rißzähigkeit innerhalb einer Rißausbreitungskurve konstant. Vielmehr schneiden sich die gestrichelten Rißausbreitungsgeraden auch für unterschiedliche Lasten in einem Punkt. Die konstante Rißzähigkeit von $K_R = 3.9 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ergibt sich am Schnittpunkt der Rißausbreitungsgeraden mit der K_{app} -Achse.

49N und 196N für flachkantige Proben

Die Schwierigkeiten bei der Auswertung der Rißzähigkeit im unteren Lastbereich, treffen im Prinzip auch auf die Rißausbreitungskurven zu.

Abb. 5.7 zeigt im 1. Bereich des Rißwachstums für den 49N-Eindruck eine flachere Steigung (offene Quadrate im Bereich von 47 bis 25 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$). Mit Verlängerung des Risses nimmt die Steigung zu. Diese Zunahme wird von Dransmann [21] als R-Kurveneffekt interpretiert. Allerdings spricht der geringe Eigenspannungsfaktor $\chi_M = 0.035$ eher dafür, daß hier die mathematische $c^{-3/2}$ Abhängigkeit für den medianen Riß nicht erfüllt ist. Auch kann an dieser Stelle der in Abschnitt 3.8.3 hergeleitete Übertragungsfaktor ϕ_{PQ} angeführt werden, der den Übergang von einem Palmqvist zu einem medianen Riß berücksichtigt.

Aus Tabelle 5.2 ist ersichtlich, daß für $P=49\text{N}$ der Übertragungsfaktor $\phi_{PQ}=0.38$ ist. Damit geht mit Kenntnis von $\chi_M = 0.1$ aus der Abb. 5.7 ein Eigenspannungsfaktor für einen Palmqvist Riß von $\chi_{PQ} = 0.038$ hervor, so daß die experimentell gefundene Steigung $\chi = 0.035$ sehr gut mit der theoretisch hergeleiteten Beziehung übereinstimmt. Die analogen Überlegungen für den Übertragungsfaktor nach Laugier ϕ_P Laugier ($P=49\text{N}$) = 0.175 führen zu quantitativ niedrigeren Werten, bestätigen aber qualitativ, daß die Geometrieänderung eine deutliche Krümmung in der Rißausbreitungskurve verursacht.

In der Konsequenz kann also auch für den Palmqvist Riß eine Rißzähigkeit von ungefähr $K_R \approx 4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ gefunden werden. Trotzdem bietet es sich nicht an, die Palmqvist Risse zur Rißzähigkeitsbestimmung heranziehen, da die Streuungen im ersten Stadium des Rißwachstums zu Ungenauigkeiten der Steigung und damit der Rißzähigkeit führen.

Demgegenüber führt der 196N-Eindruck mit einem χ -Wert von $\chi_{196N} = 0.081$ bzw. 0.068 zu einer Rißzähigkeit von $K_R = 3.9 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Als Vorteil der Methode ist zu sehen, daß trotz der unterschiedlichen χ -Werte, die mit der Individualität des Eigenspannungsfeldes jeden Eindrucks erklärbar sind (Abb. 5.1), die Rißzähigkeitswerte erstaunlich gut übereinstimmen. Auch der Vergleich mit den Ergebnissen an den hochkantigen Proben bestätigt dies.

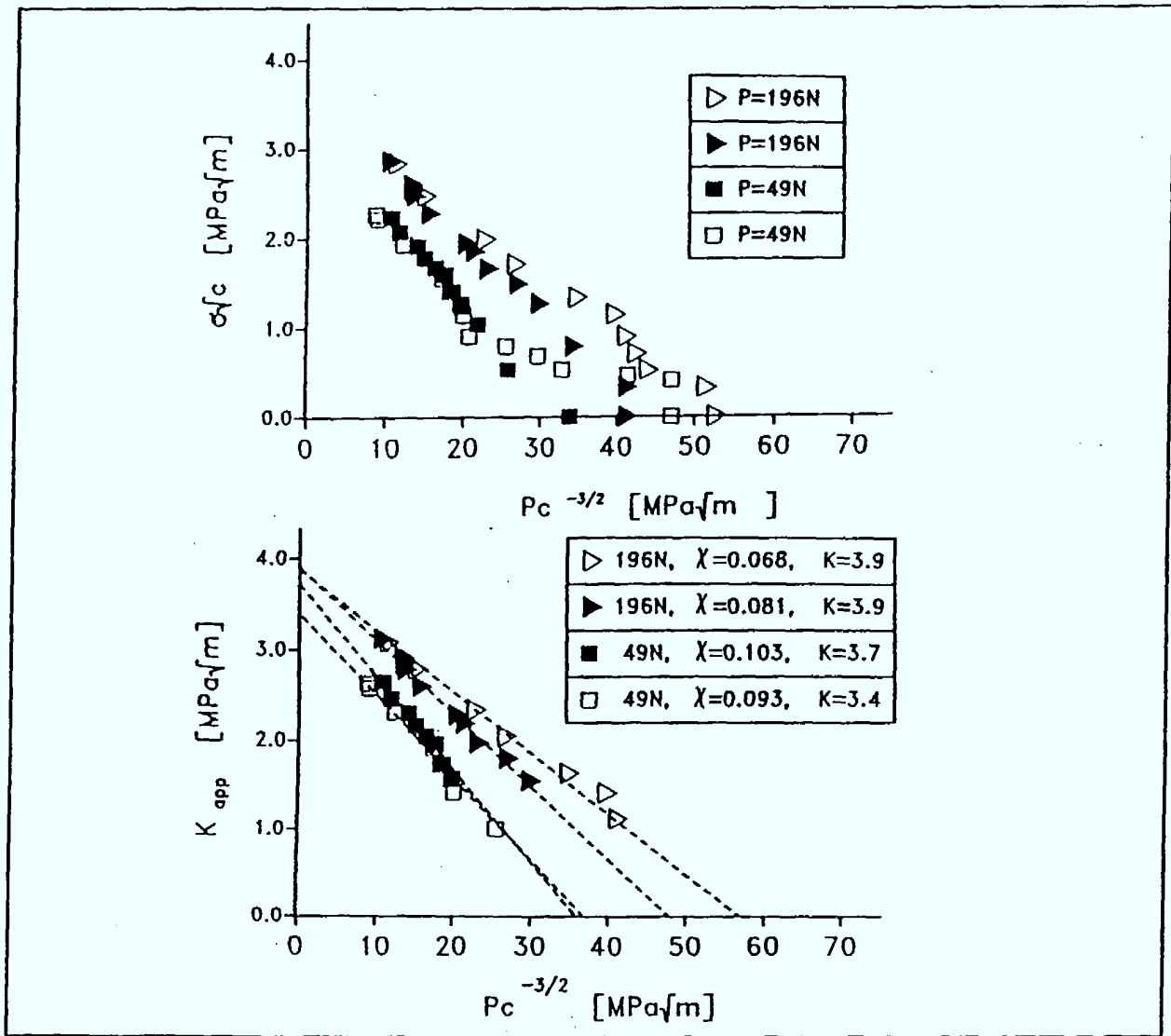


Abb. 5.7: Rißausbreitungskurven von flachkantigen Proben

a) mit experimentellen Werten

b) nach Einbeziehung der berechneten ψ -Werte in Biegespannungsintensität.

Gestrichelte Kurven entsprechen theoretisch bestimmter Ausgleichkurve

Bemerkenswert ist weiterhin, daß sich die χ -Werte bei der gleichen Last von $P=196\text{N}$ für flache Proben [$\chi=0.081$ und 0.068] und hochkantige Proben [$\chi = 0.1$ und 0.097] bei gleicher Rißzähigkeit signifikant unterscheiden. Demzufolge ist der χ -Wert nicht nur von der individuellen Materialschädigung bei einer gegebenen Härteeindrucklast P , sondern auch von der Probengeometrie abhängig. Die gemessene Variation in χ für die untersuchte Al_2O_3 Keramik widerspricht der in der relevanten Literatur vertretenden Position eines konstanten χ -Wertes [27,32,70].

Tabelle 5.2: Übertragungsfaktoren ϕ_P (nach Laugier) und ϕ_{PQ} (Abschnitt 3.8.3) zur Umrechnung von Palmqvist auf mediane Rißgeometrie

P	$2c_0$	d	$2c_0/d$	ϕ_P Laugier	ϕ_{PQ}
49	259	81	3.2	0.175	0.38
20	151	52	2.9	0.16	0.41
10	80	37	2.16	0.176	0.5

Die Härte wurde mit Hilfe der Eindrucksdiagonalen d niedriger Eindruckslasten 10 N bis 50N zu $H= 13.5 \text{ GPa}$ ermittelt. Bei höheren Lasten kommt es zu Abplatzungen um den Eindruck, so daß eine präzise Vermessung unmöglich wird.

5.3.2 Stabiles Rißwachstum von Härteeindrucksrissen im Vakuum

Die Rißausbreitungskurven unter Vakuumbedingungen wurden im REM mit einer Biegeapparatur gemessen, die nur kleine Probenabmessungen zuließ (siehe Abschnitt 4.7). Dies wurde beim Vergleich zwischen den Ergebnissen an Luft und im Vakuum aufgrund des Wissens um die Abhängigkeit des χ -Wertes von der Probengeometrie berücksichtigt.

Die Meßdaten in Abb. 5.8a zeigen zunächst Unterschiede zwischen dem Start des Rißwachstums in Luft und Vakuum ($\sigma_0\sqrt{c_0}$ Luft ≈ 0.5 bis $0.8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ und $\sigma_0\sqrt{c_0}$ Vakuum $\approx 1.6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$). Während an Luft der Härteeindruckriß bei relativ geringen Biegespannungsintensitäten verlängert werden kann, ist im Vakuum ein deutlicher "Offset"-Effekt zu beobachten. Es entspricht den Vorstellungen von umgebungsbeeinflusstem Rißwachstum, daß unter Vakuum bei ungefähr gleicher Startrißlänge c_0 eine

signifikant höhere Biegespannung σ_0 an die Biege-Probe angelegt werden muß, um den Anfangsriß stabil zu verlängern.

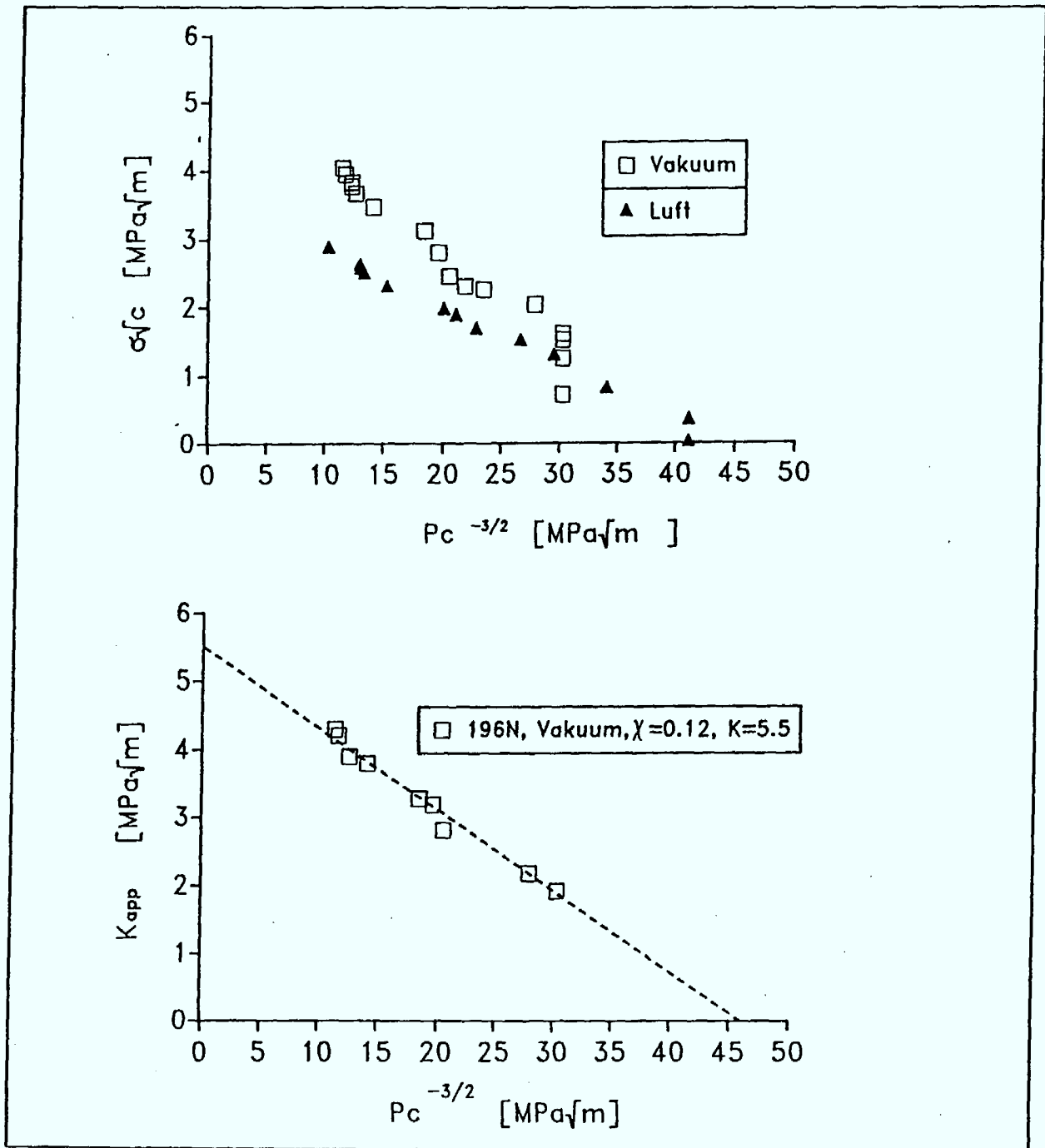


Abb. 5.8: Rißausbreitungskurven von Al_2O_3 im Vakuum ($P=196\text{N}$)

a) Vergleich der Meßdaten an Luft und im Vakuum

b) Vakuumdaten unter Einbeziehung des Rißgeometriefaktors

Wiederum ist es möglich mit Gleichung (30) für die diskreten Rißlängenwerte der Rißausbreitungskurve zwischen c_0 und c_m die Geometriefaktoren ψ_0^* bis ψ_m^* und damit den Eigenspannungsfaktor zu bestimmen ($\chi_{\text{Vakuum}, P=196\text{N}}=0.12$). Abb. 5.8b gibt die mit ψ_i modifizierte Rißausbreitungskurve wieder. Aus der iterativen Berechnung von χ und K_R ergibt sich die gestrichelte Rißausbreitungskurve mit der Rißzähigkeit von $K_R = 5.5 \pm 0.2 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Dieser Wert stimmt mit der Rißzähigkeit für die "Dummy"-Risse unter quasi-inerten Bedingungen von $5.4 \pm 0.54 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ sehr gut überein.

Als wichtiges Ergebnis muß aber auch hier festgestellt werden, daß ein R-Kurveneffekt durch das Rißausbreitungsexperiment in Vakuum nicht identifiziert werden konnte. R-Kurvenverhalten wurde damit in keinem Ausbreitungsexperiment mit Härteeindrucksrissen festgestellt. Es war daher von Interesse zu untersuchen, ob die Al_2O_3 Biegeproben im Bereich langer Risse wenigstens den bekannten ausgeprägten Rißzähigkeitsanstieg zeigen.

5.4 Kombiniertes Kurz- und Langrißwachstum unter in situ Beobachtung

In Abschnitt 4.5 wurde bereits beschrieben, daß dazu zuerst ein kurzer Härteeindruckriß stabil bis über die Kante der Biegeprobe vorangetrieben wird, um anschließend von diesem "Anriß" startend das "Langriß"-Experiment durchzuführen. Die hierbei erstmals realisierte Kombination von stabilem Kurz- und Langrißwachstums wurde durch zwei Überlegungen möglich:

1. Um ausgedehntes Wachstum des langen Risses sicherzustellen, wurde anstatt der flachen Probenorientierung I ($h=3.5\text{mm}$, $2b=4.5\text{mm}$) die hochkantige Probenorientierung II ($h=4.5\text{mm}$, $2b=3.5\text{mm}$) gewählt.
2. Für das stabile Wachstum des Härteeindruckrisses im Biegeversuch bis zur Probenkante muß gelten, daß die kritische Rißlänge c_m mindestens der halben Probenbreite entspricht. Mit dem theoretischen Verhältnis $c_m/c_0=2.5$ ergibt sich bei flacher Probengeometrie mit $b=1750\mu\text{m}$ für den Härteeindruck eine Ausgangs-Rißlänge von $c_0 = 700\mu\text{m}$. Zieht man den Wert $P_{c_0}^{-3/2} \approx 40 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ aus Abschnitt 5.1 heran, so kann unmittelbar abgeschätzt werden, daß dafür eine Mindest-Härteeindrucklast von $P_{\min} = 740\text{N}$ erforderlich ist. Diese Eindruckslast ermöglicht aber nur stabiles Wachstum bis zur Probenkante. Um das "Um-die-Kante-Wachsen" zu garantieren, wurde eine Härteeindrucklast von 981N gewählt. Allerdings bietet es sich an dieser Stelle an, die Erwartungshaltung eines stabilen Rißwachstums bis zur

Probenkante zurechtzurücken. Die maximal erreichbare stabile Oberflächenrißlänge beträgt $c^* = 1250 \mu\text{m}$ und bleibt damit deutlich unter $b = 1750 \mu\text{m}$. Im Randbereich der Probenoberfläche ändern sich die Rißausbreitungsbedingungen, so daß der Härteeindruckriß deutlich vor Erreichen der Probenkante in seinem Wachstum beschleunigt. Quantitative Aussagen über diese Vorgänge wurden im Rahmen dieser Arbeit nicht angestrebt. Immerhin ist das beschleunigte Rißwachstum so langsam, daß ein beobachtendes Nachfahren mit dem Mikroskop und bei Erreichen der Probenkante das Entlasten der Biegeprobe möglich waren.

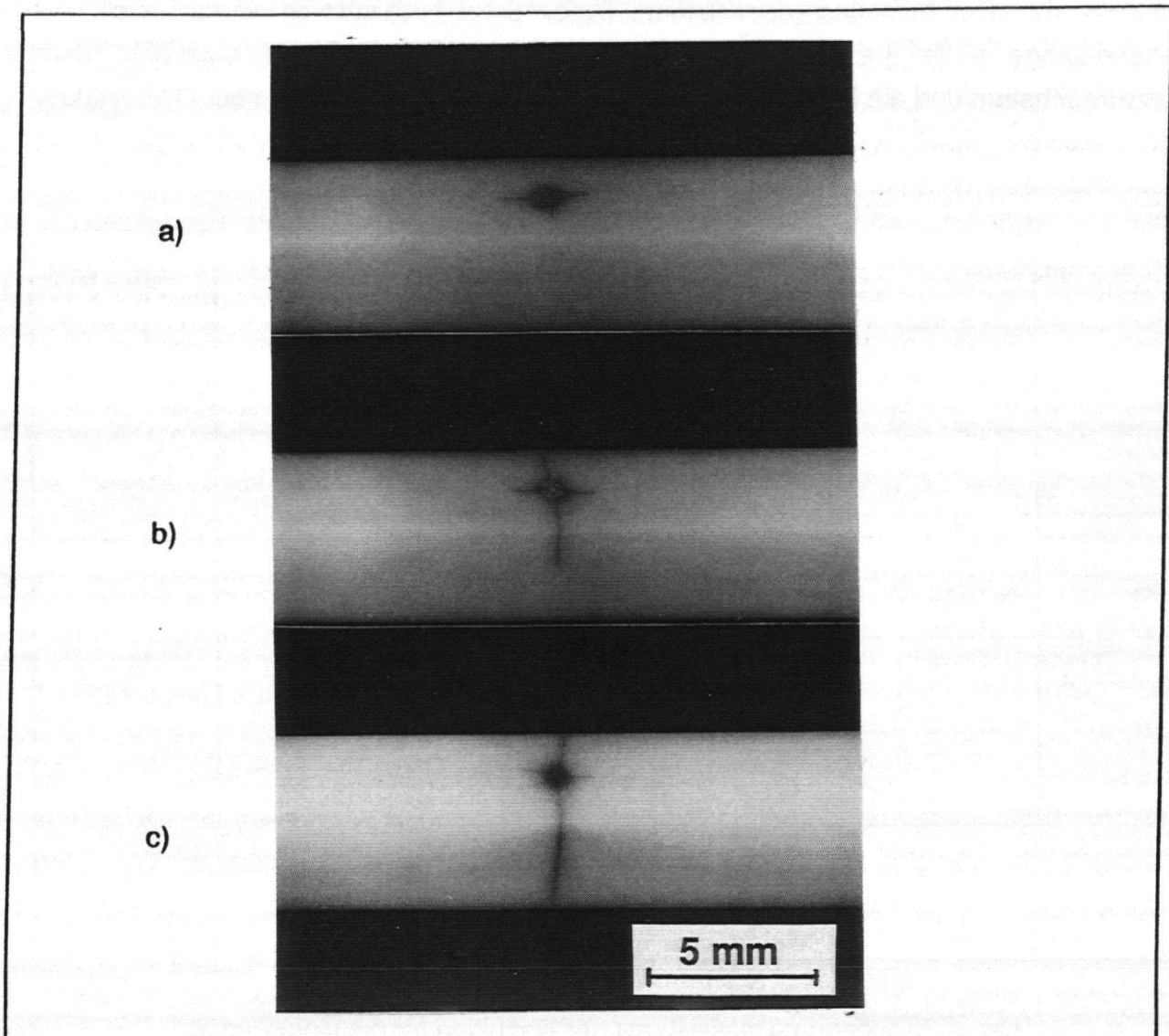


Abb. 5.9 : Mikroskopische Aufnahme des Übergangs kurzer/ langer Riß:

- a) Initiierungsrißlänge (981 N Vickers Härteeindruck)
- b) Seitenriß ($a/w \approx 0.3$) nach stabilem Oberflächenrißwachstum
- c) Endrißlänge ($a/w \approx 0.9$) nach stabilem Langrißwachstum

Abb. 5.9 dokumentiert die erfolgreiche Realisierung des Experimentes durch mikroskopische Aufnahmen der unterschiedlicher Stadien des Rißwachstums. Abb 5.9a zeigt den Härteeindruckriß mit der Ausgangsrißlänge $c_0 \approx 800\mu\text{m}$. In Abb. 5.9b ist die Endrißlänge des Härteeindruckrisses festgehalten, die gleichzeitig den Startwert des Langrißexperimentes mit $a_0=1.5\text{mm}$ darstellt. Schließlich zeigt Abb.5.9c die maximale Rißverlängerung des langen Risses mit $a_m=4\text{mm}$.

Während der gesamten Versuchsdurchführung wurde die anliegende äußere Kraft P_a als Funktion der Durchbiegung d registriert (Abb. 5.10).^{*} Zusätzlich wurde auch die Seitenrißlänge a im Langrißexperiment dokumentiert. Die Kurve I entspricht dem Kurzrißwachstum und die Kurve II gibt das Langrißwachstum wieder. Aus dem P-d Verlauf wird deutlich, daß Kurz- und Langrißuntersuchungen aufeinanderfolgend ohne Probenausbau erfolgten.

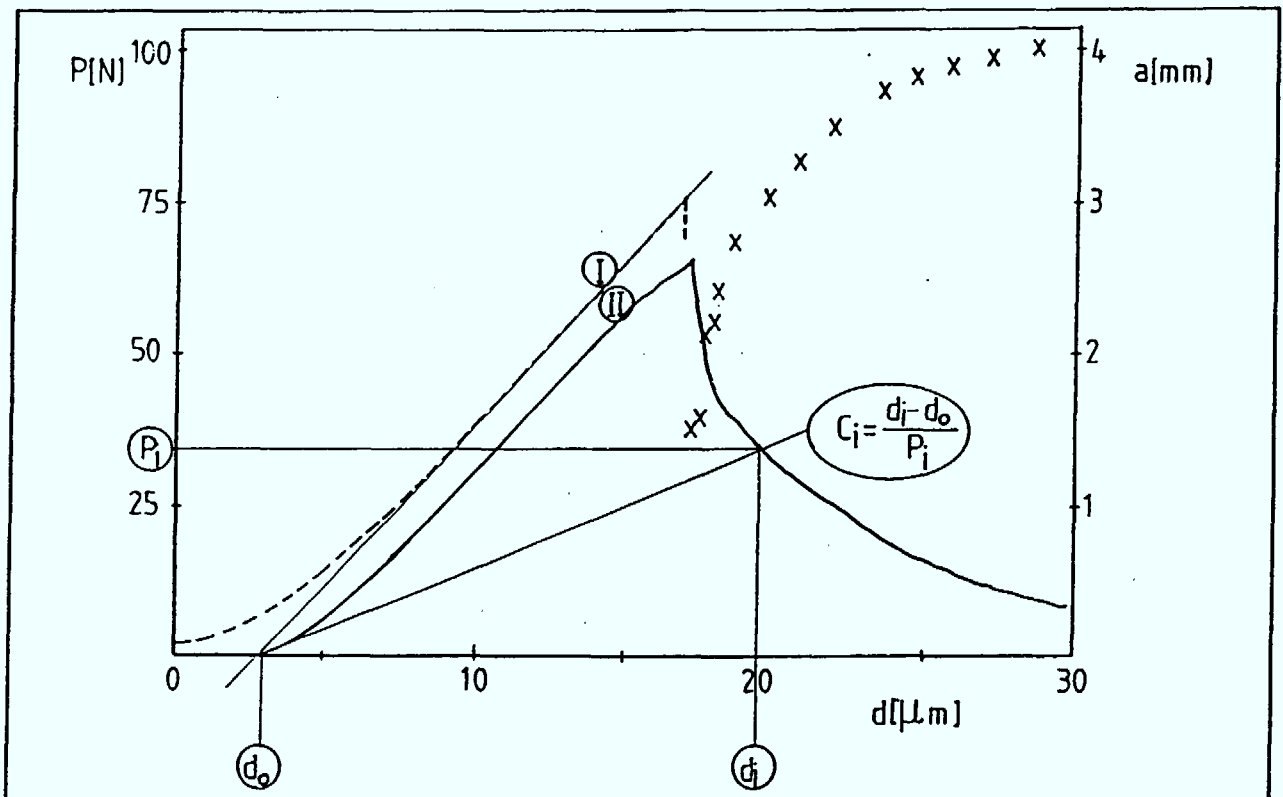


Abb. 5.10 : Kraft-Durchbiegung-Seitenriß-Verlauf mit Kurzrißwachstum (Phase I) und Langrißwachstum (Phase II) mit der Definition für die Compliance

^{*} Der Buchstabe d wurde entsprechend der üblichen Konvention bei mechanischen Experimenten gewählt. Verwechslungen mit der Härteeindrucksdiagonalen d können aber für den nachfolgenden Teil ausgeschlossen werden.

Im folgenden werden die Ergebnisse der zwei Riausbreitungs-Phasen zuerst getrennt vorgestellt und daran anschließend über den Riflächenzuwachs A in einer einheitlichen Darstellung des Rizähigkeitsverhaltens verknüpft.

5.4.1 Phase I : Stabiles Wachstum der Härteeindruckrisse

Das Riausbreitungsexperiment mit einer Härteeindrucklast von $P=981\text{N}$ wurde schon in Abschnitt 5.3.1.2 (Abb. 5.10) behandelt. Es konnte eine konstante Rizähigkeit von $K_R=3.9\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ ermittelt werden.

5.4.2 Phase II: Stabiles Wachstum des langen bruchmechanischen Risses

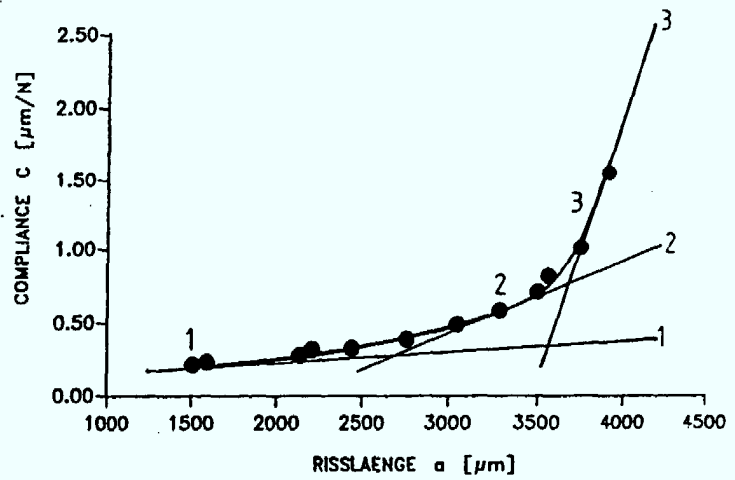
Nach der Entlastung wurde die in Abschnitt 4.5 beschriebene Spiegelkonstruktion genutzt, um auf die Spitze des langen Risses zu fokussieren, und die Rilänge zu vermessen. Danach wurde die Last durchbiegungskontrolliert erhöht, und in situ die Rilänge a , die anliegende Kraft P_a und die Durchbiegung d registriert. Mit Kenntnis der P - d - a -Kurve für die II-Phase kann mit Hilfe einer Compliance Methode (Abb. 5.10) das Rizähigkeitsverhalten ermittelt werden. Die Compliance C ergibt sich aus dem Last-Durchbiegungsverhalten über die einfache Beziehung $C_i=(d_i-d_0)/P_i$, wobei die Compliance der piezomechanischen Verformungsapparatur d_0 als vernachlässigbar klein angenommen wurde. Ist der Compliance-Verlauf während eines kontrollierten, stabilen Riausbreitungsexperimentes bekannt, so kann aus der bekannten bruchmechanischen Beziehung für die Energiefreisetzungsrate G

$$G = \frac{1}{2} \frac{P^2 dC}{dA} = \frac{P^2}{4b} \frac{dC}{da} = R \quad \text{Gl. (37)}$$

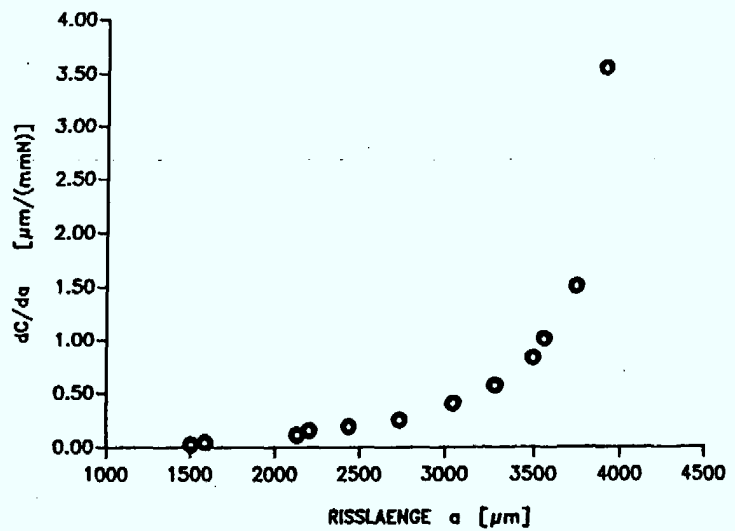
der Riwiderstand für jede Rilänge a ermittelt werden. In Gleichung 37 steht A für die Bruchfläche, die bei gerader durch die Probendicke verlaufender Rifront auch durch $A=2b \cdot a$ ersetzt werden kann.

Abb. 5.11 gibt die praktische Vorgehensweise zur Ermittlung der R -Kurve beim Wachsen des langen Risses wider. Zuerst wird aus den Medaten die Compliance C als Funktion der Seitenrilänge a bestimmt (Abb. 5.11a). Aus der $C(a)$ -Kurve können die Steigungen dC/da an jeden Mepunkt gewonnen werden, die in Abb. 5.11b mit dC/da als Funktion von

a) Compliance Verlauf als Funktion der Rißlänge $C(a)$



b) Steigungsverlauf der Compliance Kurve dC/da



c) Rißwiderstand R (s. Gl. 37)

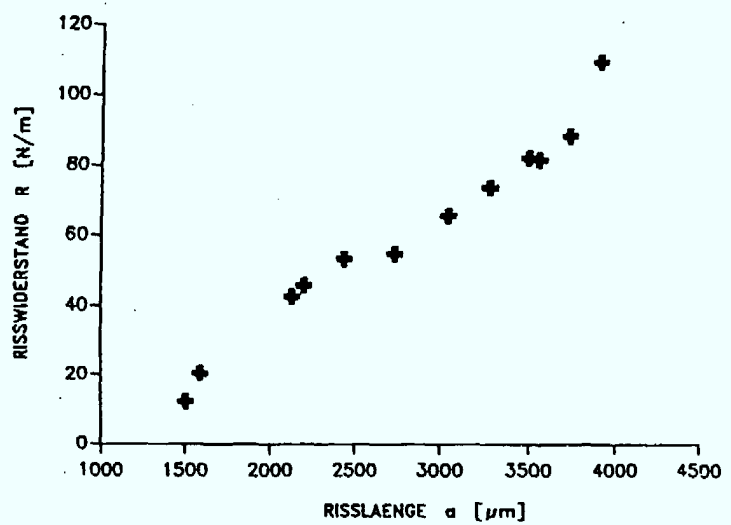


Abb. 5.11: Ermittlung des R-Kurvenverhaltens in der Phase des Langrißwachstums

a aufgetragen sind. Schließlich wird über Gleichung (37) unmittelbar der R-Kurvenverlauf bestimmt (Abb. 5.11c). Mit Hilfe der Irwin Beziehung $K_R = \sqrt{R \cdot E}$ ist auch die Umrechnung in Rißzähigkeiten möglich.

Der Rißwiderstand nimmt mit der Rißlänge deutlich zu. Die R-Kurve kann durch $R_0 = 10\text{N/m}$ und $R_{\max} = 120\text{N/m}$ charakterisiert werden. Besondere Vorsicht ist jedoch im Hinblick auf die Belastbarkeit dieser Anfangs- und Endwerte geboten: Die quantitativen Angaben des Rißwiderstands werden im wesentlichen durch die Steigungen dC/da festgelegt (Abb. 5.11a). Ungenauigkeiten bei der Bestimmung der Steigungen wirken sich demzufolge unmittelbar auf den Rißwiderstand aus. Gerade diese Auswertungen lassen sich aber sowohl im Anfangsbereich der C-a Kurve (in der Nähe des Punktes 1) - hier ist die Steigung annähernd Null - als auch im Endbereich (in der Nähe des Punktes 3) - wo die Steigung gegen Unendlich geht - nicht vermeiden. Relativ zuverlässig sind dagegen die Steigungswerte im mittleren Bereich (nahe bei dem Punkt 2).

5.4.3 Zusammenführung der Ergebnisse als Funktion des Rißflächenzuwachses

Nachdem in den vorangegangenen Abschnitten die Ergebnisse für Härteeindruckrisse und die langen Risse einzeln betrachtet wurden, soll nun eine Zusammenführung und ein Vergleich erfolgen. Dabei ist zu bedenken, daß die Rißzähigkeit nicht als eine Funktion der jeweils an den Probenoberflächen gemessenen Rißlängen dargestellt werden kann. Die Rißlänge c des Härteeindruckrisses und die Rißlänge a des langen Risses sind nicht unmittelbar ineinander überführbar. Aus praktischen Gründen bietet sich aber als gemeinsame Bezugsgröße für das Rißwachstum in beiden Teilerperimenten die jeweils erzeugte Bruchfläche A an.

Die gemeinsame Darstellung läßt sich über die Bruchfläche A realisieren, wobei die Bruchfläche des Oberflächenrisses mit den Gleichungen für eine Halbellipse berechnet wird, während sich die Rißfläche des Seitenrisses einfach als Rechteck beschreiben läßt (Abb. 4.3).

In Abb. 5.12 sind die Rißzähigkeiten der beiden Teilerperimente in Abhängigkeit von der Bruchfläche A dargestellt. Die Darstellung verbindet die Ergebnisse von kurzen und langen Rissen, die an derselben Probe ermittelt worden sind, und überwindet damit die Schwierigkeiten des Vergleichs beider Rißsysteme. Für die langen Risse werden zum

Vergleich SENB-Werte [23] (siehe gestrichelte Linien) dargestellt, die mit den erzielten Ergebnissen gut übereinstimmen.

Im Bereich des Wachstums des Härteeindruckrisses (Rauten) ist die konstante Reißfähigkeit von $K_R = 3.9 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ gegeben.

Für den Übergang zwischen dem Kurz- und Langreißwachstum liegen keine Meßdaten vor, da hier das zwar langsame aber instabile Reißwachstum über die Probenkante stattfindet.

In der Langreißphase (ausgefüllte Kreise) liegt dann eindeutig der in Abschnitt (2.1.2) vorgestellte Anstieg der Reißfähigkeit - also R-Kurvenverhalten - vor.

Al_2O_3 zeigt demnach keine R-Kurve bei der Ausbreitung des Härteeindruckrisses aber entspricht bei langem Reiß dem bekannten R-Kurvenverhalten. Da dies an einer Probe mit fortlaufend wachsendem Reiß, der lediglich seine Geometrie im Verlaufe des Reißwachstums ändert, festgestellt wird, ergibt sich erstmals die Frage nach der Anwendbarkeit und Aussagefähigkeit des Härteeindruckverfahrens (Langreißergebnisse müssen als etabliert gelten).

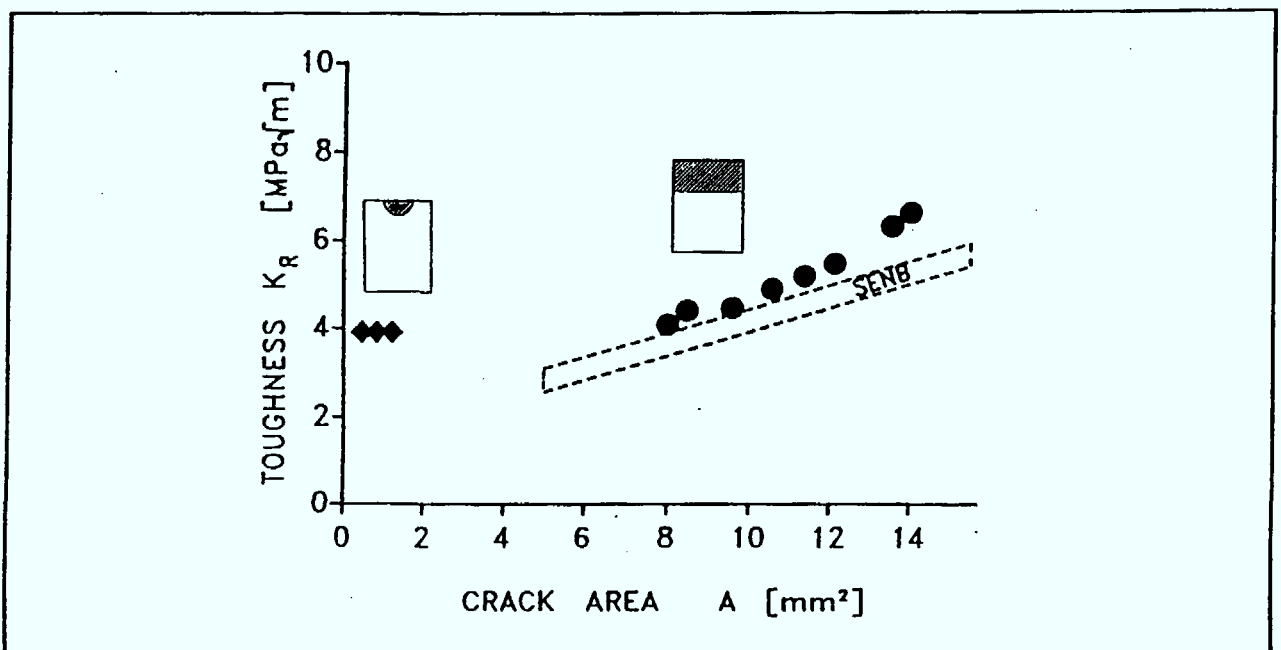


Abb. 5.12: Reißfähigkeitsverlauf als Funktion des Bruchflächenzuwachses.

(Die ersten zwei Werte für die Langreißphase (s. Abb.5.11c) wurden aufgrund ihrer Ungenauigkeit ausgelassen.)

Teil II: Rißzähigkeitsuntersuchungen bei hohen Temperaturen

5.5 Rißwachstumsverhalten unter in situ Beobachtung

Bevor die Ergebnisse dargestellt werden, soll darauf hingewiesen werden, daß von insgesamt 11 C-Ring Proben, die in der HT-Anordnung getestet wurden, nur ein Teil auch zu brauchbaren Ergebnissen führte. Zum einen lag dies an der anspruchsvollen Versuchstechnik mit einem Teleskopsystem das Wachstum von wenig geöffneten und daher kontrastarmen Härteeindruckrissen zu verfolgen. Zusätzlich verursachte der Konvektionseinfluß im Strahlengang bei hohen Temperaturen erhebliche Schwierigkeiten bei der Beobachtung, die erst durch den späteren Einbau eines Schutzrohres zwischen Teleskop und Ofenfenster überwunden werden konnten. Auch die individuelle Ausprägung der Vickers-Eindrücke ist hervorzuheben, die häufig zu einseitiger Rißentwicklung führte und deswegen nicht zur Auswertung herangezogen wurde.

Bei der Auswahl der geeigneten Härteeindrucklast kamen folgende Überlegungen zum Tragen: Einerseits sollte der Härteeindrucksriß möglichst in Bezug auf seine Rißlänge einem natürlichen Riß ähneln. Andererseits mußte der Riß auch zum Probenversagen führen. Die Beobachtungsmöglichkeiten über das Teleskop-System waren bei einem gewählten Arbeitsabstand von 15cm bis 25cm durch geringere Auflösung und geringerem Kontrast gegenüber dem hochauflösenden Lichtmikroskop eingeschränkt. Glücklicherweise wurde aber die Beobachtung durch Schatteneffekte des Risses, wie sie durch die gekrümmte Form der C-Ring-Probe entstehen, erleichtert.

Härteeindrucklasten von 98N und 196N erwiesen sich als geeignet. Zunächst wurden Raumtemperaturexperimente durchgeführt, um die Vergleichbarkeit der unterschiedlichen Versuchseinrichtungen und Probengeometrien nachzuweisen. Abb. 5.13 gibt Raumtemperaturmeßdaten in Form einer Rißausbreitungskurve wieder. Die Anfangsrißlänge c_0 der Härteeindrücke war auf der gekrümmten Oberfläche der C-Ring-Proben relativ kleiner als auf den geraden Biegestäbchen. Abzulesen ist dies an dem hohen $Pc^{3/2}$ -Startwert von 50 MPa $\sqrt{m}$. Dadurch entsteht eine Krümmung der Rißausbreitungskurve (punktierte Linie), die im ersten Ansatz als R-Kurvenverhalten interpretiert werden kann.

Allerdings sprechen gegen das R-Kurvenverhalten folgende Überlegungen: Der χ -Wert der Rißausbreitungskurve wäre im unteren Bereich kleiner als 0.03, womit er sich um das 2.5 bis 3-fache von dem sich anschließenden χ -Wert unterschiede. Dieser geringe χ -Wert

wäre desweiteren unvereinbar mit dem χ -Werten, die sich aus den bisherigen Untersuchungen ergeben haben. Als Erklärungen bieten sich an, daß möglicherweise ein Übergang von einem Palmqvist- zu einem medianen Riß vorliegt oder daß die Rißspitze mit dem Teleskop nicht identifizierbar ist. Erst nach dem Anlegen einer gewissen Biegebeanspruchung öffnet sich der Riß bis zur Rißspitze und führt damit direkt zu dem Meßpunkt $Pc^{-3/2} = 23 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Der sich anschließende Teil der Rißausbreitungskurve gibt unter Einbeziehung der entsprechenden ψ -Werte konstantes Rißzähigkeitsverhalten wieder. Die Möglichkeit, die K_{app} -Werte durch eine Gerade zu verbinden, bestätigt diese Aussage. Wiederum ist erstaunlich, daß obwohl $\chi_{C\text{-Ring-RT}} = 0.127$ vom entsprechenden χ -Wert für die Biegeprobe bei gleicher Härteeindrucklast abweicht, trotzdem eine Rißzähigkeit von $K_{C\text{-Ring-RT}} \approx 4.3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ermittelt wird, die nur 10% höher liegt als diejenige der flachen Biegeproben.

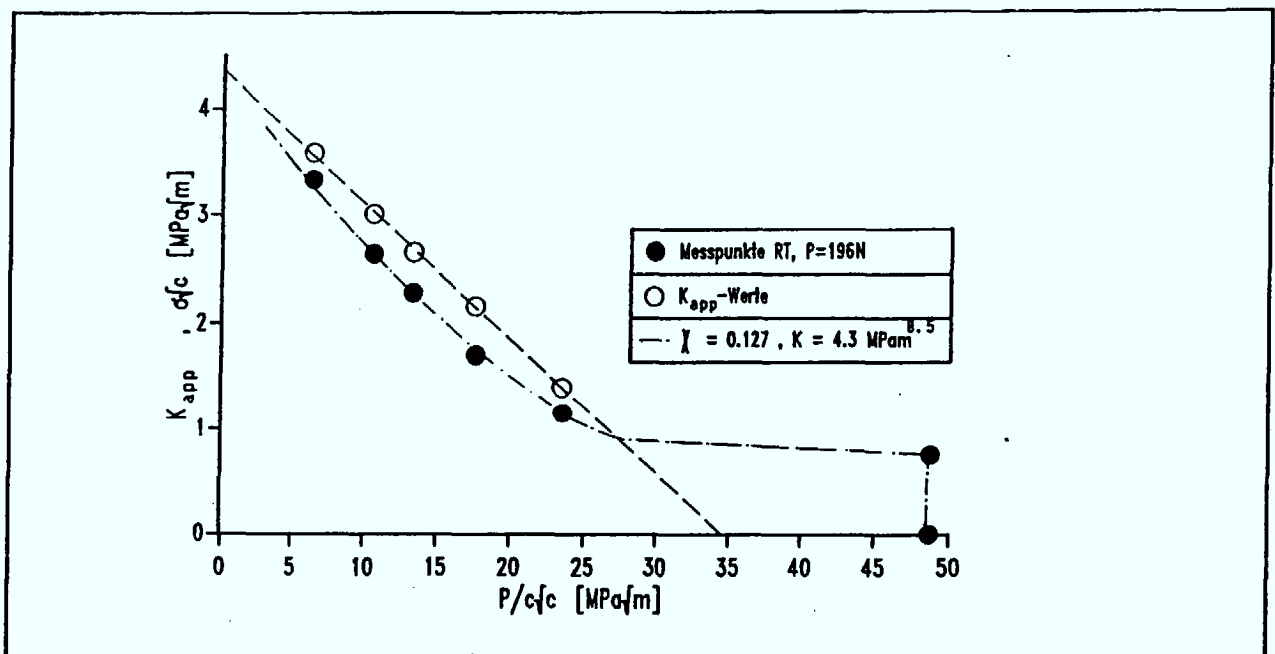


Abb. 5.13: Rißzähigkeitsermittlung bei Raumtemperatur über C-Ring-Test

Bei den 1000°C-Rißausbreitungsergebnissen mit $P=196\text{N}$ (Abb. 5.14) sind die Meßkurven ebenfalls anfänglich gekrümmt. Danach kann eine quasi-lineare Abhängigkeit gefunden werden, die zu einer konstanten Rißzähigkeit von $K_R = 3.4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ führt. Mit 0.1 liegt der Wert $\chi_{C\text{-Ring}}(1000^\circ\text{C})$ signifikant unter dem Wert bei Raumtemperatur $\chi_{C\text{-Ring}}(\text{RT}) = 0.127$. Dies ist bei einer ähnlichen Anfangsrißlänge auch zu erwarten, da aufgrund des ungefähr gleichen Schnittpunktes mit der $Pc_0^{-3/2}$ -Achse von $35 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (Abb. 5.13 und 5.14) nur noch die Neigung der Geraden - repräsentiert durch den χ -Wert - das Rißzähigkeitsniveau festlegt.

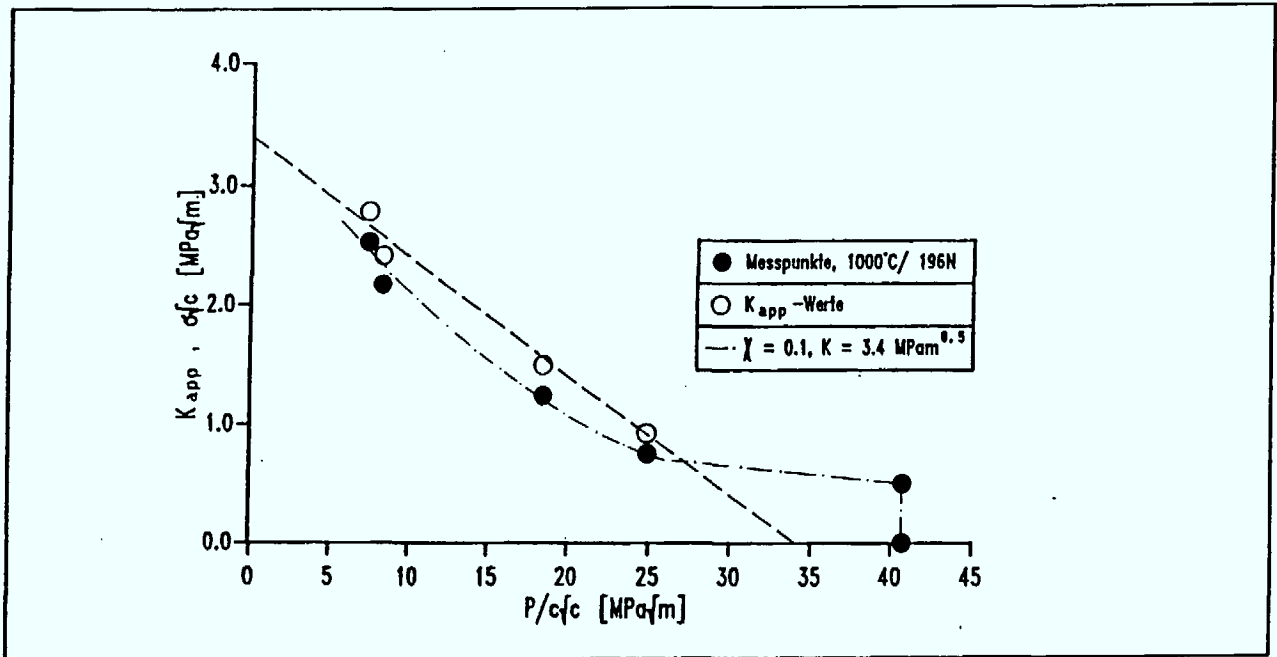


Abb. 5.14: Rißausbreitungskurve für 1000°C und P=196N an C-Ringen ermittelt

Es sollte betont werden, daß die Ergebnisse mit zunehmender Rißlänge - also kleiner werdenden $Pc^{-3/2}$ -Werten - zuverlässiger werden, da die Beobachtungsfehler und der Einfluß von Mehrfachrißbildung im unmittelbaren Umfeld des Härteeindrucks an Bedeutung verlieren.

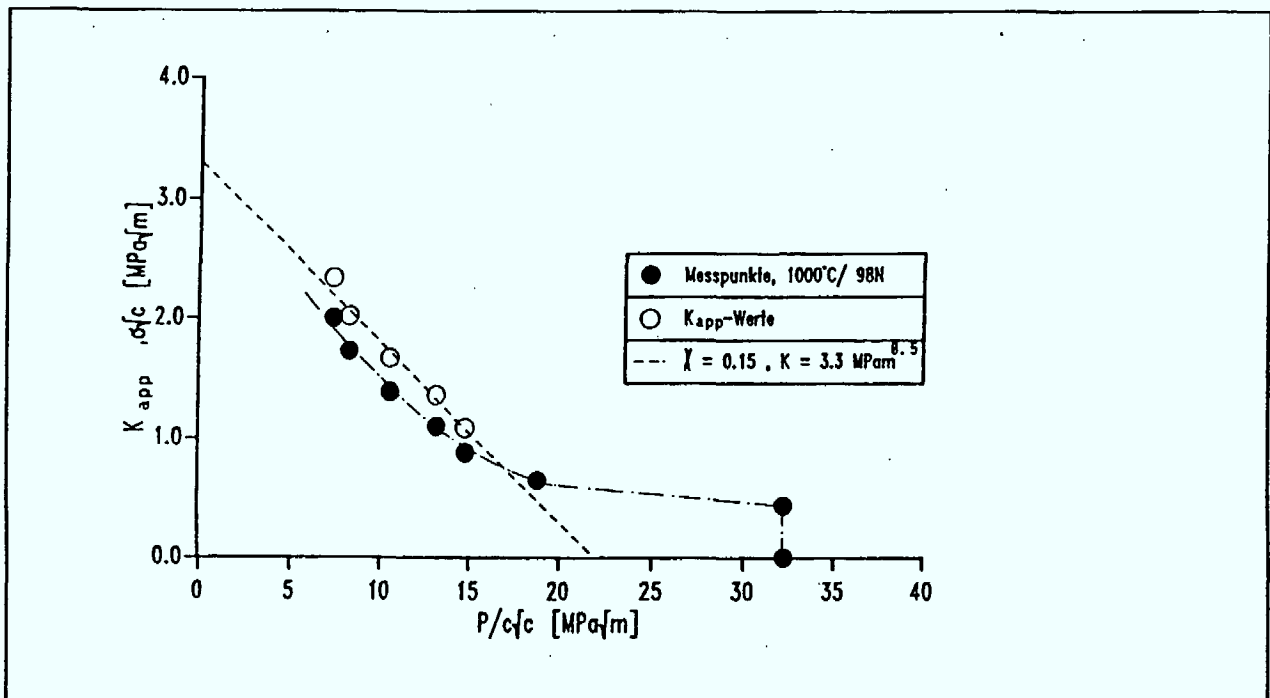


Abb. 5.15: Rißausbreitungskurve für 1000°C und P=98N an C-Ringen ermittelt

Die 1000°C-Ergebnisse für $P=98\text{N}$ (Abb. 5.15) fügen sich in die vorangegangenen Ausführungen ein. Es ergibt sich mit einem höheren χ -Wert von 0.15 eine vergleichbare Rißzähigkeit von $K_{\text{RC-Ring}}(1000^\circ\text{C}, 98\text{N}) = 3.3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Selbst für den hypothetischen Fall, daß die gefundene Krümmung auf eine qualitative Rißprofiländerung eines Palmqvist-Risses zu einem medianen Riß zurückzuführen sein sollte, liegt eine konstante Rißzähigkeit in dem Bereich von $3.3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ vor.

Abschließend ist festzuhalten, daß die Ergebnisse für hohe Temperaturen mit größeren Unsicherheiten behaftet sind, da die Probleme bei der Identifikation der Rißspitze insbesondere im Bereich kleiner Rißlängen starken Einfluß auf die Ergebnisse haben können.

Teil III: Rißöffnungsverhalten indentierter Risse

5.6 Rißöffnungsverhalten

In den Rißausbreitungsuntersuchungen an Indenterissen zur Rißzähigkeitsermittlung wurde stets ein konstantes Materialverhalten gefunden, obwohl das Al_2O_3 Material für R-Kurvenverhalten bekannt ist und diesen Anstieg der Rißzähigkeit in den Langrißexperimenten (s. 5.4.2) ja auch zeigte. Um diesen vermeintlichen Widerspruch verstehen zu können, ist es hilfreich, das in Kapitel 2 favorisierte Modell zum R-Kurvenverhalten von Al_2O_3 in die Überlegungen mit einzubeziehen. Da der R-Kurveneffekt in grobkörnigem Al_2O_3 der Abschirmung der Rißspitze durch Rißflankenkontakt zugeschrieben wird [39,41,45,46,49-51], stellt sich die Frage, ob dieser Effekt für einen indentierten Riß wegen der konstanten Rißzähigkeit nicht zum Tragen kommt. An langen Rissen korreliert der steigende Rißwiderstand zunächst bei gleichbleibendem Rißöffnungswinkel mit der Zunahme der Länge der Wechselwirkungszone (Abb. 2.6) und bei Erreichen von z_{max} mit der Zunahme des Rißöffnungswinkels (Geometrieeffekt [34,41]). Konsequenterweise darf deshalb bei den Indenterissen, die zu einer konstanten Rißzähigkeit führen, der Rißöffnungswinkel sowohl bei Variation der Härteeindrucklast P (vergleiche Abb. 5.2) als auch bei der stabilen Rißausbreitung von c_0 bis c_m nicht zunehmen. Desweiteren ist das mittlere Rißzähigkeitsniveau von $K_{\text{R-Luft}} \approx 3.9 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ und $K_{\text{R-Vakuum}} = 5.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ für die geringe Länge der Härteeindrucksrisse außergewöhnlich hoch. Auch hier sollte der Rißöffnungswinkel zur Erklärung herangezogen werden können. Mit der Annahme, daß über den Rißöffnungswinkel das Rißzähigkeits-Niveau bestimmt wird, würde ein im Vergleich zu langen Rissen größerer Rißöffnungswinkel der

Härteeindruckrisse direkt zu einem hohen Niveau auf der R-Kurve führen, das heißt, beim Entstehen des Härteeindruckrisses würde ein Teil des R-Kurvenpotentials bereits ausgenutzt.

5.6.1 Rißöffnungsverhalten bei Variation der Härteeindrucklast

In der Tabelle 5.3 sind Rißöffnungswinkel α_{IND} , ermittelt über lineare Korrelation von Rißöffnung δ und entsprechendem Abstand von der Rißspitze c_δ , für verschiedene Härteeindrucklasten angegeben. Desweiteren werden die Rißlängen c , die damit berechneten Rißflächen $A (= \pi/2 c^2)$ und das Verhältnis δ/A aufgeführt, was wiederum einen Vergleich mit den Ergebnissen von langen Rissen gestattet.

Tabelle 5.3: Rißöffnungswinkel α_{IND} in Abhängigkeit von der Härteeindrucklast P

P [N]	δ [nm]	c_δ [μm]	α_{IND} [°]	c [μm]	A [mm ²]	δ/A [m ⁻¹]
981	2000	631	0.091	890	1.24	1.61
490	1500	361	0.119	550	0.475	3.15
196	800	174	0.132	350	0.192	4.17
98	400	133	0.086	240	0.091	4.35
49	300	47	0.183	93	0.014	21.42
19.6	nicht auswertbar					
9.81	100	23	0.125	60	0.057	17.54

Trotz erheblicher Streuung der Meßwerte besteht kein systematischer Gang des Öffnungswinkels mit der Eindruckslast. Die aus Tabelle 5.3 zu entnehmenden Rißöffnungswinkel α_{IND} sind relativ unabhängig von der Eindruckslast mit einem Mittelwert von $\alpha_{IND} = 0.13^\circ$. Interessant ist auch, daß die maximal gemessene Rißöffnung noch immer kleiner als der kritische Separationsabstand am Ende der Wechselwirkungszone ($\delta(a_T) = D_F = 4\mu\text{m}$) ist, was bedeutet, daß die Plateau-Rißzähigkeit noch nicht erreicht sein sollte. Beide experimentellen Befunde stützten über die Korrelation von Rißöffnung und

Rißzähigkeit die Interpretationen, daß die Rißzähigkeit (ausgedrückt durch das Produkt $\chi P c_0^{-3/2}$) nur ansteigend oder konstant sein kann.

Der Vergleich des Rißöffnungsverhaltens von Härteeindruckrissen mit langen Rissen zeigt signifikante Unterschiede. Wird die Rißöffnung als Funktion der Bruchfläche A dargestellt (Abb. 5.16), dann lassen sich beide Meßverfahren direkt vergleichen.

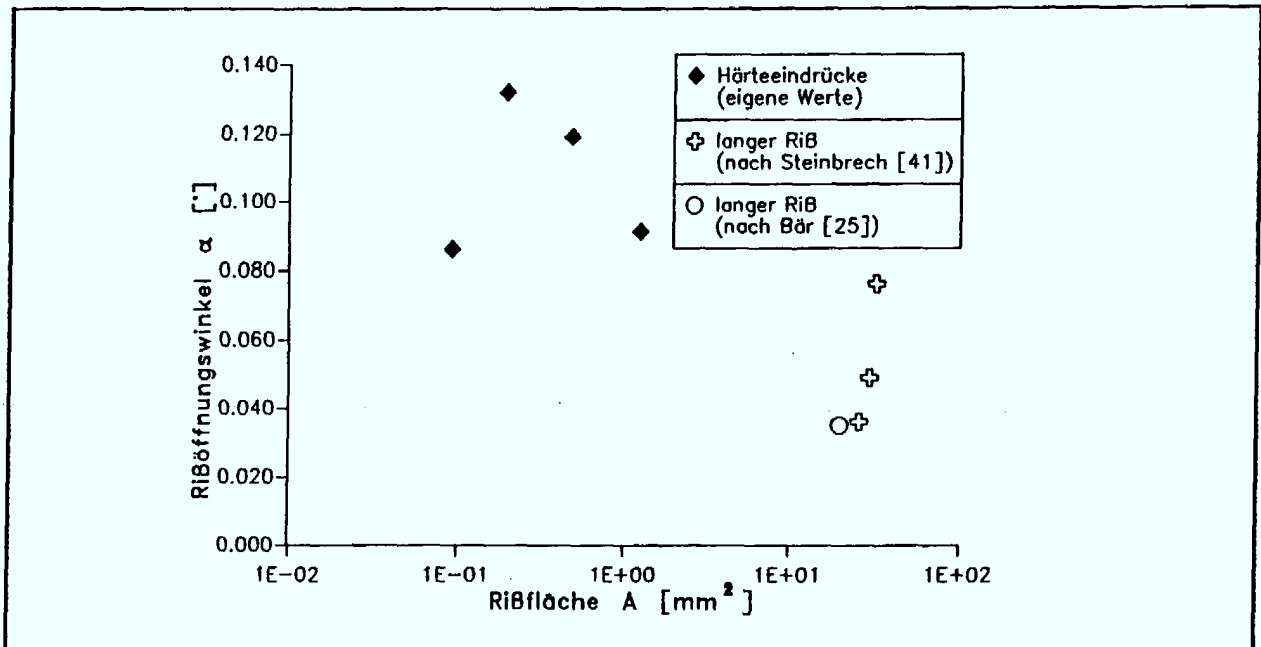


Abb. 5.16: Rißöffnungswinkel α über Rißfläche A für Härteeindruck- und lange Risse; Ansteigende α -Werte bei langem Riß kennzeichnen R-Kurvenverhalten

Der Rißöffnungswinkel der Härteeindruckrisse ist im Verhältnis zur Rißfläche A um ein Vielfaches größer als bei langen Rissen. Da letztere R-Kurveneffekt aufweisen, gekennzeichnet durch das Ansteigen des Rißöffnungswinkels, drängt sich die Vermutung auf, daß bei den Härteeindruckrissen die Relation von Rißöffnungswinkel zur wechselwirkender Bruchfläche α/A ein hohes Niveau erreicht, welches auch durch Rißverlängerung nicht überschritten werden kann. Dies führt zu der Frage, ob durch die Geometrie der Vickers-Pyramide stets ähnliche Rißöffnungen, und zwar unabhängig von den Eindruckslasten (zwischen 9.81N bis 981N) erzeugt werden. Wenn diese Hypothese zutrifft, dann produziert die Härteeindrucktechnik für grobkörniges Al_2O_3 nicht materialspezifische Rißzähigkeitswerte. Weitere Untersuchungen sind nötig, um diese Hypothese zu stützen.

5.6.2 Entwicklung des Rißöffnungsprofils bei stabilem Rißwachstum

Die Untersuchungen wurden mit der Vorstellung unternommen, daß die Rißmundöffnung $\delta_0(c_0)$ für den initiierten Riß im Verhältnis zur Rißfläche A so groß ist, daß das Rißwachstum auf hohen R-Kurven-Niveau abläuft. Eine Rißzähigkeitssteigerung während der Rißausbreitung kann bei ausgebildeter Wechselwirkungszone auftreten, wenn sich das Verhältnis δ/A erhöht, wie dies auch bei langen Rissen der Fall ist (Tabelle 5.4). Nach den Rißausbreitungsexperimenten mit den Härteeindrucksrissen sollte dies nicht zutreffen, da konstantes Materialverhalten ermittelt wurde.

Tabelle 5.4: Verhältnis Rißöffnung δ zu Rißfläche A für lange Risse mit den Daten aus [47] (mit $w=7\text{mm}$, $b=5\text{mm}$, $A=ab$)

a/w [/]	A [mm ²]	δ [μm]	δ/A [m ⁻¹]
0.73	25.55	6.35	0.25
0.89	29.4	10.13	0.34
0.92	32.2	16.9	0.52

In Abb. 5.17 sind Meßergebnisse der Rißöffnung δ als Funktion der Rißposition c_x für zwei deutlich unterschiedliche Rißstadien I (initiiertes Riß) und II (fast kritischer Riß) dargestellt.

Aus der Abbildung 5.17 ist zu erkennen, daß trotz stark differierender Rißstadien nur eine leichte Zunahme der Rißöffnung im Bereich des Rißmundes [$c_x \approx 100\text{-}200\mu\text{m}$] auftritt: Auf der linken Seite ergibt sich bei einem Abstand $c_x=125\mu\text{m}$ vom Zentrum eine Zunahme der Rißöffnung von $\delta_I=710\text{nm}$ auf $\delta_{II}=860\text{nm}$, was einer Zunahme um 21% entspricht. Auf der rechten Seite mit $c_x=165\mu\text{m}$ wird $\delta_I=390\text{nm}$ und $\delta_{II}=770\text{nm}$ und damit eine Steigerung um 97% gefunden. Allerdings folgt hieraus nicht, daß R-Kurvenverhalten vorliegen muß. Vielmehr verschafft erst die Berechnung des Rißöffnungswinkels α_{IND} für beide Stadien (Abb. 5.18) die relevante Information. Der Rißöffnungswinkel für den initiierten Riß $\alpha_{\text{IND}}(c_I)$ ist größer als der Rißöffnungswinkel $\alpha_{\text{IND}}(c_{II})$ für den deutlich verlängerten Riß II. Für den linken Rißarm verringert sich der Rißöffnungswinkel $\alpha_I=0.087^\circ$ auf $\alpha_{II}=0.065^\circ$ und auf der rechten Seite ist ebenfalls eine Abnahme von $\alpha_I=0.067^\circ$ auf $\alpha_{II}=0.038^\circ$ zu beobachten.

Anstatt einer Zunahme des Rißöffnungsverhaltens, wie dies für geometrieabhängiges R-Kurvenverhalten zu erwarten wäre, ist also die Abnahme des Rißöffnungswinkels während eines stabilen Ausbreitungsexperimentes mit Härteeindrucksrissen festzustellen. Diese Verringerung des Rißöffnungswinkels nährt starke Zweifel, ob der Eingriff, der durch Härteeindruck in eine Keramik erfolgt, mit bruchmechanischen Methoden im Falle des Al_2O_3 überhaupt beschrieben werden kann.

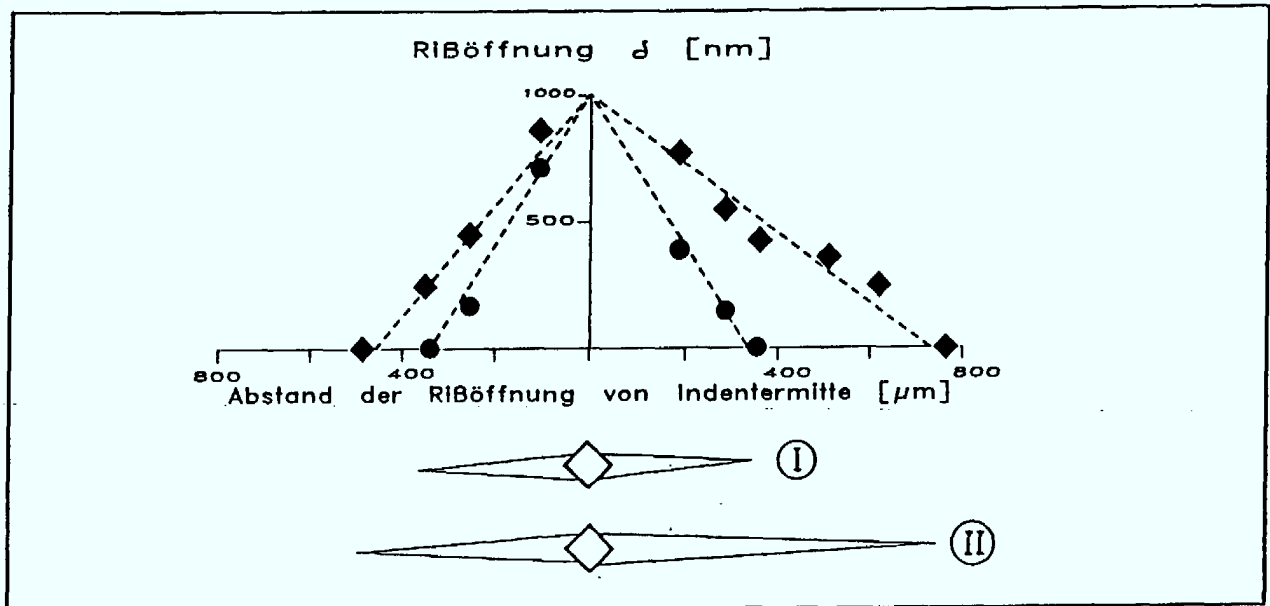


Abb. 5.17: Rißöffnung über Rißlänge

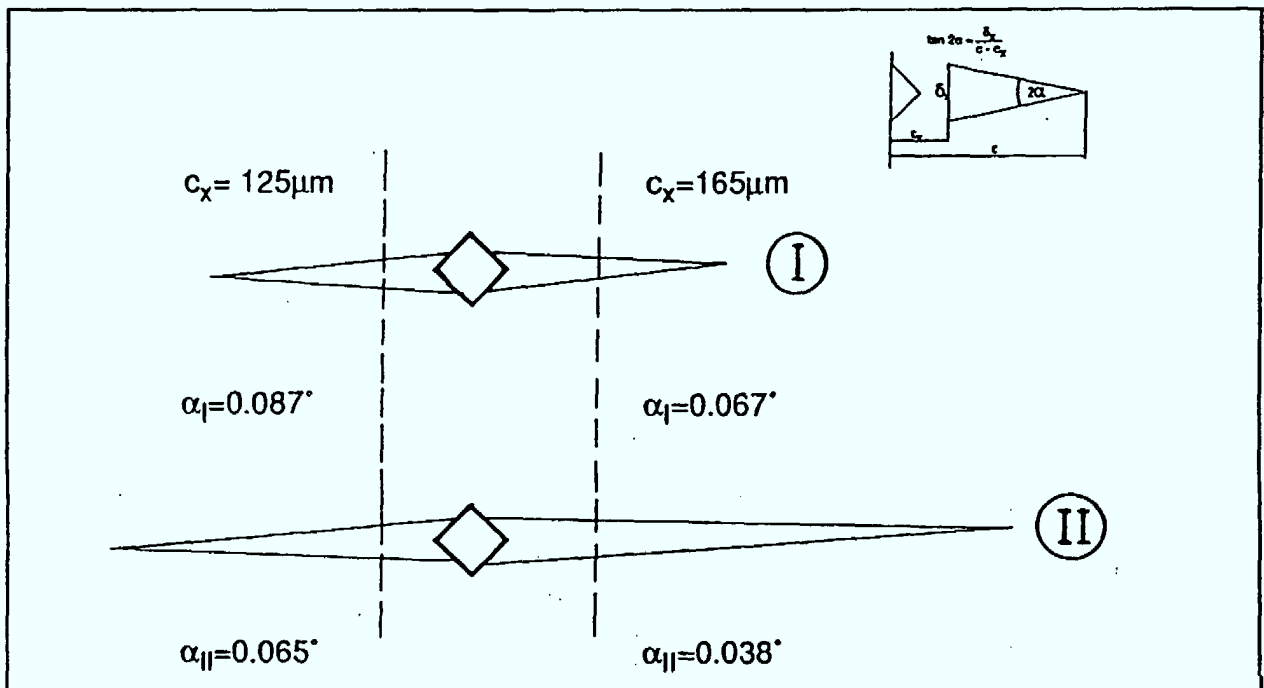


Abb. 5.18: Verhalten des Rißöffnungswinkel α_{IND} bei Rißwachstum

Es bleibt aber festzuhalten, daß die Untersuchungen zum Rißöffnungsverhalten weder einen Anstieg des Rißöffnungswinkels bei Erhöhung der Härteeindrucklast P noch bei stabilem Rißwachstum unter Anlegen einer äußeren Spannung ausweisen. Dies wiederum steht in guter Übereinstimmung mit den vorliegenden konstanten Rißzähigkeitswerten, die mit den Methoden der Indentertechnik ermittelt wurden.

6 DISKUSSION

In der vorliegenden Arbeit wurden verschiedene Härteeindruckmethoden zur Rißzähigkeitsermittlung des Al_2O_3 -Werkstoffes AF 99.7 angewandt. Insbesondere stand die in situ mikroskopische Beobachtung des kontrollierten stabilen Wachstums von Härteeindruckrissen durch Biegebeanspruchung im Mittelpunkt des Interesses. Die Technik hat in jüngster Zeit zunehmende Aufmerksamkeit gefunden, weil versagensrelevante Kurzißzähigkeitsdaten im Prinzip für Materialien mit und ohne R-Kurvenverhalten erwartet werden können [32,69,70]. Außerdem ermöglicht die Methode der stabilen Rißausbreitung, die erheblichen Probleme, die durch Abweichungen zwischen realen (Abb. 5.1 Schädigung für $P=49\text{N}$ in der grobkörnigen Al_2O_3 : Mehrfachrißbildung, Rißverzweigung, Materialausbruch) und idealen Rißmuster der Härteeindruckrisse entstehen, zu überwinden.

Die Rißzähigkeitsbestimmung mit Hilfe von in situ verfolgten Rißausbreitungsversuchen erfolgte mit dem klassischen Verständnis der Superposition von Eigenspannungs- und Biegespannungsterm für die gesamte Rißantriebskraft, wie in Gleichung (4) formuliert.

Um die Auswertung so einfach wie möglich zu gestalten, wurde in der Vergangenheit der Geometriefaktor ψ und der Eigenspannungsfaktor χ vereinfachend als konstant angenommen, womit lediglich die einfachen Meßgrößen c , P und σ aus dem Experiment zu ermitteln sind. Jedoch versagt diese bislang gängige und etablierte Strategie für die untersuchte grobkörnige Al_2O_3 -Keramik, weil eine in sich schlüssige Rißzähigkeitsbestimmung nicht möglich ist. Denn auf der einen Seite führen Auswertungen mit Hilfe der Ausgangs- bzw. Instabilitätsrißlänge zu konstantem Rißzähigkeitsverhalten und auf der anderen Seite werden die Ergebnisse von ISB-Tests als deutliches Indiz für R-Kurvenverhalten gewertet. Die Diskrepanzen liegen, wie gezeigt wurde, in den vereinfachenden Annahmen über χ und ψ begründet.

Konsequenterweise muß daher von einer zuverlässigen Methode der Rißzähigkeits-

ermittlung gefordert werden, daß Veränderungen von ψ im Verlaufe des stabilen Rißwachstums und von χ mit der Eindruckslast genau bekannt sind.

Die in situ Experimente zeigten, daß der Geometriefaktor ψ um 6-15% zwischen c_0 und c_m abnimmt, was die Veränderung von einer anfangs halbkreisförmigen Rißkontur zu einer tendenziell flacher werdenden Halbellipse widerspiegelt. Der Geometriewert für die kritische Rißlänge c_m liegt ungefähr bei $\psi_m \approx 1,1$. Allerdings gilt dies nur für die im Rahmen dieser Arbeit ausgewählten Probengeometrien. Berechnungen nach Newmann & Raju [74] ergeben, daß flachere Proben kleinere und höhere Proben größere kritische Geometriewerte ψ_m aufweisen.

Bemerkenswerter und entscheidender als der Einfluß des Rißparameters ψ wirkt sich jedoch die in der Arbeit gefundene beträchtliche Verminderung des χ -Wertes mit zunehmender Härteeindrucklast P aus (Abb. 5.6 und 5.7). Dieser experimentelle Befund steht im Widerspruch zu der in der relevanten Literatur postulierten Annahme eines konstanten Eigenspannungsfaktors [32,36]. Die P -Abhängigkeit von χ darf bei der Rißzähigkeitsermittlung nicht vernachlässigt werden, wie dies bislang bei den vereinfachenden Strategien getan wurde [32,36,81]. Konkret konnte zwischen den Härteeindrucklasten $P=196\text{N}$ und $P=981\text{N}$ eine Verringerung von $\chi_{(P=196\text{N})} = 0,1$ auf $\chi_{(P=981\text{N})} = 0,06$ um 40% festgestellt werden. Es ist bis jetzt noch nicht klar, ob dieser Effekt auf laterale Rißbildung [84] zurückzuführen ist, oder ob dieses Ergebnis von zeitabhängigen Schädigungsvorgängen um die Eindrücke (Abb. 5.1) herrührt.

Desweiteren wurde in der vorliegenden Arbeit gezeigt, daß sich die Form der Probe auf den χ -Wert auswirkt. Für die hochkantigen Biegeproben wurden größere Werte bestimmt als für die flachen Proben und auch die χ -Wert für C-Ringe lagen bei gleicher Eindruckslast höher als die der getesteten Biegeprobengeometrien. Nach den vorliegenden Ergebnissen bleibt der χ -Wert während eines Rißausbreitungsexperimentes konstant. Da insgesamt aber χ keineswegs ein konstanter Materialwert ist, sondern sowohl von der Härteeindrucklast P als auch von der Probengeometrie abhängig, hat dies zur Folge, daß sich das vermeintliche R-Kurvenverhalten von grobkörnigem Al_2O_3 im ISB-Test auf konstantes Rißzähigkeitsverhalten mit veränderten χ Werten zurückführen läßt.

Basierend auf einer fast ausschließlich experimentellen Bestimmung der Parameter, die in Gleichung (4) eingehen, sind die Ergebnisse der Rißausbreitungsuntersuchungen erstaunlich. Weder innerhalb eines einzelnen Rißausbreitungsexperimentes noch für unterschiedliche Eindruckslasten wurde ein Beweis für R-Kurvenverhalten mit den

Härteeindruckrissen gefunden.

Das konstante Rißzähigkeitsverhalten im kontrollierten, stabilen Ausbreitungsexperiment mit Härteeindrucksrissen ist sowohl unvereinbar mit den Langrißergebnissen an dem gleichen Material [28,29] als auch mit den in jüngster Zeit an vergleichbaren Al_2O_3 -Keramiken in situ ermittelten Rißzähigkeitsverhalten [69,82]. Jedoch zeigt eine detaillierte Analyse der Untersuchungen interessante Diskrepanzen zu den eigenen experimentellen Ergebnissen, wobei insbesondere die ψ - und χ -Werte eine wichtige Rolle spielen:

Lawn et al. [69] finden durch ein so bezeichnetes "objektives Auswerteverfahren" R-Kurvenverhalten an *grobkörnigen* Al_2O_3 -Keramiken, nehmen dabei aber konstante ψ - und χ -Werte an. Die konstanten Werte für beide Parameter resultieren aus einer Kalibrierung des Meßverfahrens an einer *feinkörnigen* Al_2O_3 -Keramik. Da das Schädigungsbild im Umfeld eines Härteeindrucks in feinkörniger Keramik sich aber signifikant von demjenigen in Abb. 5.1 unterscheidet, müssen Zweifel an der gewählten Kalibrierung geäußert werden.

Scattergood et al. [82] finden R-Kurvenverhalten in kontrollierten Rißausbreitungsexperimenten mit einer Aluminiumoxid-Keramik unter Annahme abnehmender ψ - und χ -Werte. Insbesondere der Faktor χ verringert sich nach ihren Vorstellungen zu $\chi' = f_{\text{res}}(a/c) \chi$. Der Korrekturfaktor $f_{\text{res}}(a/c)$ ergibt sich aus Berücksichtigung der Rißprofilentwicklung (a/c). Allerdings ist diese Veränderung geringfügig (für $P=196\text{N}$ ändert sich zwischen c_0 und c_m der Wert von $f_{\text{res}}=1$ zu $f_{\text{res}} \text{ ca. } 0.94$). Außerdem wird eine Variation des Eigenspannungsfaktors χ entlang der Rißkontur, also $\chi = \chi(\Phi)$ postuliert [82]. Es wird ein Korrekturfaktor für die Rißtiefe $f_{\text{res}}(\Phi = 90^\circ) = f_{\text{res}}(\Phi = 0^\circ) / (a/c)^2$ angegeben, durch den der χ -Wert vom Rißwinkel Φ abhängig wird. Die so konstruierte Abhängigkeit erscheint allerdings willkürlich. Anstatt den Faktor χ mit dem Konturwinkel Φ variieren zu lassen, sollte χ konstant bleiben und nur der Abstand r vom Mittelpunkt des Eindrucks variieren. Ob nun χ oder $P r^{3/2}$ variiert werden, spielt im Endergebnis eine untergeordnete Rolle, da die Eigenspannungsintensität in jedem Fall annähernd gleich ist. Trotz der unterschiedlichen Annahmen, finden auch Scattergood et al. [82] bei höheren Eindruckslasten flache Rißzähigkeitskurven. Der ansteigende Teil ihrer R-Kurve ist auf den Bereich sehr kleiner Eindruckslasten ($P < 20\text{N}$) begrenzt. Ein Bereich, wo im untersuchten AF 99.7 das Rißbild stark von dem idealen Rißmuster eines Härteeindrucks abweicht und die Existenz von Palmqvist-Rissen sehr wahrscheinlich ist. Wie im Abschnitt 5.3.1.2 gezeigt, suggeriert der Übergang von Palmqvist zu medianem Riß R-Kurvenverhalten, wenn das Auswerteverfahren einzig auf der $P c^{3/2}$ -Beziehung für mediane Riß-

konfigurationen beruht, anstatt den in Abschnitt 3.83 hergeleiteten Übertragungsfaktor ϕ_{PQ} heranzuziehen.

Nach den Auswerteverfahren nach Chantikul et al. [80] (siehe Abschnitt 3.4.1) und nach Krause [32] (siehe Abschnitt 3.4.2) wird für das untersuchte Material R-Kurvenverhalten im ISB Versuch durch einen Wert $\beta > -1/3$ (Abb. 5.4) angezeigt. Allerdings stützt sich diese Aussage auf die mit der ISB-Methode nicht überprüfbare Annahme, daß die χ - und ψ -Werte konstant sind. Es zeigt sich jedoch, daß mit dem Wissen um die Variation in χ und ψ aus der expliziten Formulierung von Gleichung (12) ebenfalls ein konstantes Rißzähigkeitsverhalten ermittelt werden kann. Ein Kritikpunkt bleibt dabei dennoch bestehen, da das sich ergebende Rißzähigkeitsniveau zu hoch ist. Das theoretisch hergeleitete Verhältnis von $c_m/c_0=2,5$, das in der Beziehung (12) eingeht, ist signifikant zu hoch. Sowohl die Dummy-Risse (siehe Abschnitt 5.2.2) als auch die Instabilitätsrißlänge aus dem Vakuumexperiment (bei dem subkritisches Rißwachstum ausgeschlossen werden kann) liefern ein Verhältnis von $c_m/c_0=2$. Noch deutlicher sind die Unterschiede bei der von Krause angegebenen Beziehung (14), bei der die Rißzähigkeit - unter Annahme eines halbkreisförmigen Rißprofils ($a=c$) - von dem Rißtiefenverhältnis $(a_m/a_0)_{c=a}$ abhängt. Aufgrund der zunehmend elliptischen Form ist das Verhältnis $(a_m/a_0)_{c>a}$ und damit auch der Rißzähigkeitswert kleiner als von Krause angegeben.

Desweiteren bestätigt sowohl die Rißzähigkeitsermittlung für den initiierten Riß (Abb. 5.2) als auch die in situ Tests der eigenspannungsfrei geglühten Härteeindruckrisse unter reiner Biegebeanspruchung das konstante Rißzähigkeitsverhalten.

Somit kann unter Berücksichtigung aller angewandten Härteeindruckmethoden ein konsistentes Ergebnis - das konstante Rißzähigkeitsverhalten der Al_2O_3 -Keramik - gefunden werden. Die vorliegende Arbeit unterstreicht damit auch die Notwendigkeit, χ und ψ für jedes einzelne stabile Rißausbreitungsexperiment zu bestimmen, wie dies auch in vergleichbaren Untersuchungen für Y_2O_3 -stabilisiertes ZrO_2 [72] gefunden wurde.

Aber selbstverständlich muß das Ergebnis einer konstanten Rißzähigkeit für die grobkörnige Al_2O_3 -Keramik mit bekanntem R-Kurvenverhalten als provokativ empfunden werden. Desweiteren führen auch die hohen Rißzähigkeitswerte $K_{R-Vakuum} \approx 5.5 \text{ MPa}\sqrt{m}$, $K_{R-Luft-RT} \approx 3.9 \text{ MPa}\sqrt{m}$ und $K_{R-Luft-1000^\circ C} \approx 3.3 \text{ MPa}\sqrt{m}$ zu Irritationen. Typische Startwerte für R-Kurven, die mit SENB-Geometrien bestimmt werden, liegen für AF 99.7 bei ungefähr $K_R \approx 2.7 \text{ MPa}\sqrt{m}$ [23]. Da das zweistufige Kurz-/ Langrißexperiment für Härteeindruckrisse keine R-Kurve erkennen läßt, zum anderen aber R-Kurvenverhalten für die

Langrißphase in guter Übereinstimmung mit SENB-Tests aufweist, stellt sich die grundlegende Frage, ob ein Indentertest überhaupt relevante Rißzähigkeitsinformationen für diese Aluminiumoxid-Keramik liefern kann. Wenn die Grundgleichung für die Rißzähigkeitsermittlung (Gl.4) allgemein gültig ist, dann muß das erstaunliche Ergebnis im Kontext mit der spezifischen Natur der Indenterrisse und dem Rißzähigkeitsmechanismus in der Al_2O_3 -Keramik gesehen werden. Die Beziehung zwischen dem Rißöffnungsverhalten der Indenterrisse und dem Rißbrückenmechanismus in Al_2O_3 erlaubt eine spekulative Erklärung der überraschenden Ergebnisse dieser Arbeit.

Die über Rißflankenbrücken (Abschnitt 2.1.3) gesteuerte Kontaktabschirmung der Rißspitze in Al_2O_3 wird entscheidend durch das geometrische Rißöffnungsverhalten während des Rißwachstums beeinflusst. Beim Separieren der Rißflanken wird in den individuellen Brückenelementen Energie (z.B. durch Reibung, Sekundärrißbildung) dissipiert [48]. Bei bekanntem Zusammenhang zwischen Brückenspannung p und Separationslänge u entspricht der Energieverzehr eines Brückenelementes der Fläche unter der $p(u)$ -Kurve. Integration über alle aktiven Brückenelemente führt schließlich zu dem Rißzähigkeitszuwachs durch Rißflankenabschirmung [44,90]. Weit geöffnete Risse liefern folglich einen größeren Rißzähigkeitsbeitrag von den Rißflanken und führen zu einer höheren Rißzähigkeit. Der Rißzähigkeitsmechanismus ist also direkt mit der Trennung der Rißoberflächen verbunden. Härteeindruckrisse in Al_2O_3 weisen eine viel größere Rißöffnungsverschiebung auf als dies allgemein für Langrisse mit vergleichbarer Rißlänge unter Gleichgewichtsbedingungen beobachtet wird [91]. Nach den vorliegenden Ergebnissen an dem AF 99.7 (Abb. 5.16) ist der Rißöffnungswinkel α_{ind} bis zu dreimal größer als bei langen Rissen. Dieses Resultat steht in guter Übereinstimmung mit den Rißöffnungsprofilen, die in jüngster Zeit von Roedel [91] ermittelt worden sind. Obwohl die Härteeindruckrisse physikalisch kurz sind, liefern sie durch die relativ große Rißöffnung einen hohen Beitrag des Rißflankeneffekts zur Rißzähigkeit, was sich in der hohen Rißzähigkeit von $K_R \approx 3.9 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ausdrückt. Bemerkenswert ist auch, daß sich α_{ind} mit Variation der Eindruckslast kaum ändert (siehe Tabelle 5.3: $\alpha_{\text{ind}} = 0.13^\circ$ zwischen $P=9.8\text{N}$ und $P=981\text{N}$). Während der Rißausbreitung von der Initiierungsrißlänge c_0 zu der kritischen Rißlänge c_m nimmt α_{ind} sogar ab (Abb. 5.18), allerdings nimmt die Anzahl der Brücken gleichzeitig mit der Rißlänge auch zu.

Die Rißöffnungsuntersuchungen können folglich in Kombination mit den Mechanismen des R-Kurveneffektes in Al_2O_3 herangezogen werden, um qualitativ zu erklären, warum zum einen die ermittelten Rißzähigkeitswerte der Indenterrisse so hoch sind und zum anderen warum keine signifikante Änderung der Rißzähigkeit über die Variation von Eindruckslast

und stabilen Rißwachstum gefunden wurde.

Somit drängt sich die Schlußfolgerung auf, daß die Indentertechnik für die Analyse des Bruchverhaltens der auf Rißbrückenbildung aufbauenden Al_2O_3 -Keramik ungeeignet ist. Mit den zwangsweise eingebrachten Indenterrissen wird offensichtlich nicht das schädigungsrelevante Rißbildungs- und Ausbreitungsverhalten wiedergegeben. Selbstverständlich sind zur Stützung dieser Überlegungen weitere Untersuchungen notwendig, die sich insbesondere auf eine exakte Beschreibung der Eigenspannungsverhältnisse von Härteeindruckrissen konzentrieren sollten.

Zum Schluß sollte jedoch hervorgehoben werden, daß die in situ Indentertechnik eine geeignete Methode zur Rißzähigkeitsbestimmung an Materialien, die konstante Rißzähigkeit zeigen und deren Mechanismus nicht auf R-Kurvenverhalten durch Bildung von Rißbrücken zurückzuführen ist [69,72,82], darstellt.

7 ZUSAMMENFASSUNG

Der relativ zu den Standardtestverfahren geringe Aufwand für den Experimentator in der Materialentwicklung hat zur breiten Anwendung der Härteeindruckmethoden geführt. Mit dieser Arbeit wurde der Versuch unternommen, mit erheblichem experimentellen Aufwand die Relevanz der Methode kritisch zu hinterfragen. Es wurden deshalb systematisch Härteeindruckmethoden zur Charakterisierung des Rißwiderstandes an einer praxisrelevanten grobkörnigen Aluminiumoxid-Keramik angewendet. Die Makroeigenspannungen wurden als vernachlässigbar angesehen. Aluminiumoxid, das als eine im allgemeinen bereits gut erforschte Keramik gilt und die AF 99.7-Modifikation, für die aufgrund der Ergebnisse aus vorangegangenen Projekten besondere Erfahrungen vorliegen, wurde bewußt ausgewählt. In der relevanten Literatur wird der untersuchten Al_2O_3 -Keramik für natürliche, indentierte und gekerbte Risse ausgeprägtes R-Kurvenverhalten bescheinigt. Mit diesem Hintergrund sind die Schwerpunkte dieser Arbeit zum einen in der Weiterentwicklung und systematischen Erprobung der Härteeindruckmethoden und zum anderen in der Bestimmung der Rißzähigkeiten der Al_2O_3 -Keramik an Luft, unter Vakuum und bei hohen Temperaturen zu sehen.

Das Besondere dieser vorliegenden Arbeit ist darin zu sehen, daß es gelungen ist, unter Einbeziehung verschiedenster Härteeindruckmethoden und ergänzender Rißöffnungsuntersuchungen zu einem konsistenten Ergebnis für das Al_2O_3 zu gelangen. Bei Raum-

temperatur an Luft wird eine konstante Rißzähigkeit von $K_R \approx 4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ermittelt. Der Wert liegt unter Vakuumbedingungen bei $K_R \approx 5.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ und bei 1000°C bei $K_R \approx 3.3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Die Ergebnisse stimmen qualitativ mit der Verminderung der Rißzähigkeit bei umgebungs- und temperaturgefördertem Rißwachstum überein. Die gefundenen konstanten Rißzähigkeitswerte widersprechen aber eindeutig dem bisherigen Kenntnisstand aus der relevanten Literatur.

Die etablierten Methoden basieren auf der Annahme, daß die rißantreibenden Eigenspannungen des Härteeindrucks einen konstanten Materialfaktor χ enthalten. Demgegenüber wurde in dieser Arbeit experimentell/theoretisch gezeigt, daß der χ -Wert abhängig von der Härteeindrucklast und der Probengeometrie ist. Die Variation des χ -Wertes hat zur Konsequenz, daß anstatt des erwarteten R-Kurvenverhaltens ein konstantes Rißzähigkeitsverhalten gefunden wird.

In dieser Arbeit wurde erstmals die Inkompatibilität zwischen einem kurzen und einem langen Riß durch eine neue zwei-phasige experimentelle Methode überwunden, die einerseits den R-Kurveneffekt für lange Risse bestätigte und andererseits für Indenterrisse widerlegte. Dieses Ergebnis wirft generelle Fragen zur Rißzähigkeitsermittlung von Keramik mit R-Kurvenverhalten auf.

Kritisch ist die Rißzähigkeitsermittlung mit Härteeindrucksrissen insofern zu sehen, als die Frage im Raum steht, ob die Meßmethodik Einfluß auf das Meßergebnis ausübt. Die im Rahmen dieser Arbeit untersuchte Al_2O_3 -Keramik, deren Zunahme des Rißwiderstands mit zunehmender Rißlänge auf den Energieverzehr durch Reibungseffekte der Rißflanken zu erklären ist, erfordert offensichtlich ein bestimmtes Verhältnis zwischen der Rißöffnung und der Bruchfläche. Genau diese Korrelation wird durch die Rißgenerierung beim Härteeindruck aber deutlich überschritten. Dadurch ist der Riß für die erzeugte Rißfläche so weit geöffnet, daß ein Großteil des R-Kurvenpotentials der Al_2O_3 -Keramik bereits erschöpft ist und bei dem sich anschließenden stabilen Wachstum der Härteeindrucksrisse eine weitere Rißzähigkeitserhöhung nicht mehr zum Tragen kommt.

Die Zweifel über die Relevanz der Härteeindruckmethoden zur Bestimmung der Materialzähigkeit können nur durch weitere systematische Untersuchungen mit Konsistenzüberlegungen an anderen Keramiken mit und ohne R-Kurvenverhalten ausgeräumt oder bestätigt werden.

8 ANHANG

8.1 Berechnungen der Spannungen

In Abb. 8.1 werden die Grundgleichungen zur Berechnung der 3- und 4-Punkt-Biegespannungen wiedergegeben.

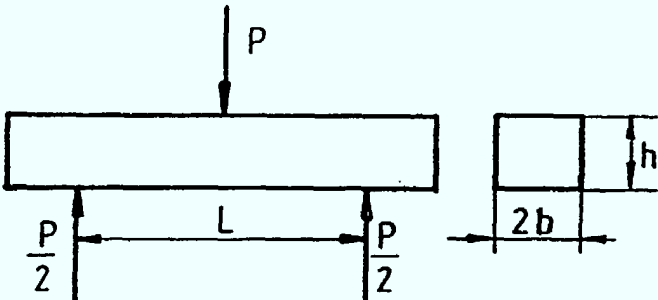
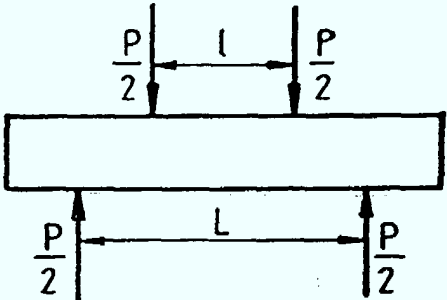
3-Punkt-Biegung	4-Punkt-Biegung
 $\sigma_{3P} = \frac{3PL}{2bh^2}$	 $\sigma_{4P} = \frac{3P(L-l)}{4bh^2}$
Legende: σ_{3P}: Biegespannung für 3-Punkt-Versuch σ_{4P}: Biegespannung für 4-Punkt-Versuch - P: gemessene Kraft - h: Probenhöhe 2b: Probenbreite - L: äußerer Lagerabstand - l: innerer Lagerabstand	

Abb. 8.1: Berechnung der Biegespannungen für 3- und 4-Punkt-Biegung

Die entsprechenden Berechnungen bei äußerer Beanspruchung für C-förmige Ringe sind in Abb. 8.2 zu finden.

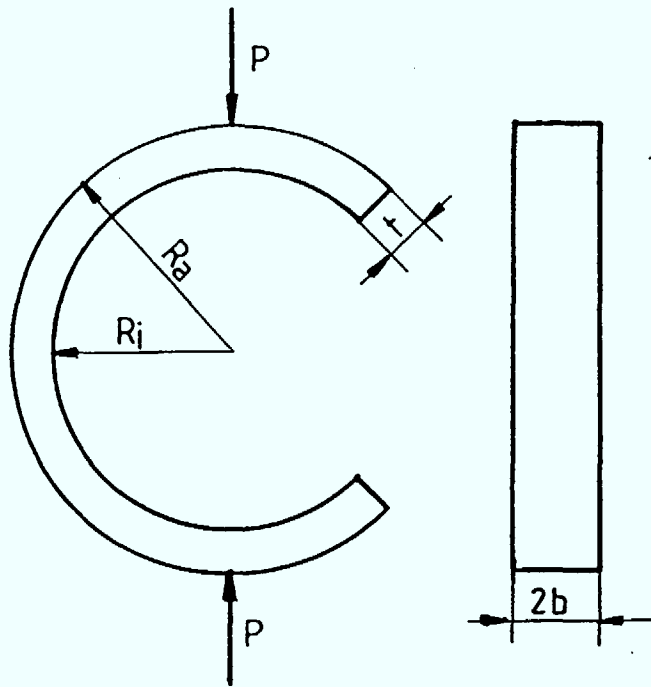
$$1. \quad K = (\sigma_t + H \sigma_b) \cdot \psi \cdot \sqrt{a}$$

$$2. \quad \sigma_t = \frac{P}{2bt}$$

$$3. \quad \sigma_b = \sigma_t \frac{R (R_a - L)}{R_a (R - L)}$$

$$4. \quad R = 0.5 (R_a + R_i)$$

$$5. \quad L = t / \ln(R_a / R_i)$$



Legende:

σ_t : Zugspannung
 σ_b : Biegespannung
 H, ψ : Geometriefaktoren
 a : Rißtiefe
 P : äußere Kraft
 t : Probentiefe

b : halbe Probenbreite
 R : mittlerer Radius
 R_a : äußerer Radius
 R_i : innerer Radius
 L : Radius der neutralen Faser

Abb. 8.2: Berechnung der angelegten Beanspruchung des C-Ringes [92]

9 LITERATURVERZEICHNIS

- [1] Feige, R.; Winkhaus, G.
"Aluminiumoxid - Rohstoff für Ingenieurkeramik (Ein Überblick)",
Metall., 40, 598-601, (1986)
- [2] Ziegler, G.
"Entwicklungstendenzen und neue Werkstoffentwicklungen"
Haus der Technik, Essen, Tagung Nr. T-41-402-111-7,
Hochfeste Ingenieurkeramik (April 1987)
- [3] Petzow, G.
"Hochleistungskeramiken - eine neue Werkstoffgeneration",
Tagung der Max-Planck-Gesellschaft, 6.November 1985, Darmstadt
- [4] Hunold, K.; Grellener, W.; Kriegesmann, J.; Lipp, A.; Reinmuth, K.
"Entwicklung und Herstellung hochwarmfester Formkörper
für den Gasturbinenbau",
BMFT-FB-T 82-138, (1982)
- [5] Bunk, W.; Böhmer, M.
"Keramische Komponenten für Fahrzeug-Gasturbinen"
Springer Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, (1978)
- [6] Roberts, I.T.A.
"Ceramics Utilization in the Nuclear Industry: Current Status and Future Trends"
Powder Met. Int., 11, Part I, 24-29, Part II, 72-80, Part III, 129-135, (1979)
- [7] Koizlik, K.; Dienst, W.; Linke, J.; Wallura, E.
"Nichtmetallische Strukturwerkstoffe im Bereich der Ersten Wand
von Fusionsreaktoren",
Berichtsband der Jahrestagung Kerntechnik, Karlsruhe, (1987)
- [8] Becker, P.R.
"Leading Edged Structural Material System of the Space Shuttle",
Am.Ceram.Soc.Bull., 60, 1210-1214, (1981)
- [9] Krauth, A.
"Keramische Bauteile für Otto- und Dieselmotoren",
BMFT-Statusbericht, Entwicklungslinien in Kraftfahrzeugtechnik
und Straßenverkehr, Forschungsbilanz 1981,
Verlag TÜV Rheinland GmbH, Köln, 89-103, (1982)
- [10] Forschungs- und Entwicklungsprogramm der Gemeinschaft über
Festigkeitstechnologien und fortgeschrittene Materialien (1989-1992),
Hrsg.: Kommission der europäischen Gemeinschaften, Generaldirektion für
Wissenschaft, Forschung und Entwicklung, Brüssel, (1989)
- [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] Ceramic Source 1991-92 Vol.7, Am.Ceram.Soc.Westerville, Ohio, USA

- [13] Kobayashi, K.; Masaki, T.
"Toughened Zirconia", J.Ceram.Soc.Jpn., 17,427 (1982)
- [14] Tsukuma, K.; Kubota, Y.; Tsukidate, T.
"Thermal and Mechanical Properties of Y_2O_3 -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
- [15] 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
- [16] Ziegler, G.
"Keramik - eine Werkstoffgruppe mit Zukunft?",
Metall., 41, S.682-95, (1987)
- [17] Evans, A.G.
"Perspective of the Development of High Toughness Ceramics",
J.Am.Ceram.Soc., 73,[2] 187-206,(1990)
- [18] Becher, P.
"Microstructural Design of Toughened Ceramics",
J.Am.Ceram.Soc, 74 [2] 255-269,(1991)
- [19] Steinbrech, R.W.
"Toughening Mechanism for Ceramic Materials"
J.Europ.Ceram.Soc., 10, 131-42,(1992)
- [20] Knehans,R.; Steinbrech, R.W.
"Memory Effect of Crack Resistance during Slow Crack Growth in Notched Al_2O_3 Bend Specimens"
J.Mat.Sci.Letters, 1 327-329,(1982)
- [21] Dransmann, G.
"Wachstum versagensrelevanter Oberflächenrisse in oxidischen Keramiken mit und ohne Umwandlungsverstärkung",
Diss.,RWTH Aachen,(1992),
Jül-2668, Berichte des Forschungszentrums Jülich,(1992)
- [22] Steinbrech, R.W.; Schmenkel, O.
"Crack Resistance Curves of Surface Cracks in Alumina",
J. Am. Ceram. Soc., 71 [5] C272-C273 (1988)
- [23] Nickel, H.; Steinbrech, R.W. (Hrsg.)
"Mikrobruchvorgänge in Al_2O_3 Keramik",
DFG Kolloquium, Konferenzen des Forschungszentrums Jülich,
Band 7, Jülich, 1991
- [24] Morell, R.
"Handbook of Properties of Technical and Engineering Ceramics",
Part II, Data Review, Sect. I, High-Purity Alumina Ceramics,
National Physical Laboratory, London, (1987)

- [25] Dörre, E.; Hübner, H.
"Alumina"
MRE-Materials Research and Engineering, (Hrsg.) Illschner und Grant,
Springer Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, Tokio, (1984)
- [26] Deuerler, F.
"Bruchverhalten von polykristallinem Aluminiumoxid unter dem Einfluß von
Testgeometrie und Versuchsbedingung",
Diss. Univ. Dortmund, Fortschrittsberichte VDI,
Reihe 18: Mechanik/Bruchmechanik, Nr.38, VDI Verlag GmbH (1987)
- [27] 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)
- [28] Mundry, G.
"Gefüge, Bruchmodus und Rißwiderstandsverhalten von Aluminiumoxid-Keramik
unterschiedlicher Silizium- und Magnesiumoxidgehalte",
Diss. Univ. Dortmund, Fortschrittsbericht VDI Reihe 18 Nr.95,
Düsseldorf, VDI-Verlag GmbH
- [29] Bär, K.K.O.; Kleist, G.; Nickel, H.
"Bruchmechanische Untersuchungen zum Rißwiderstandsverhalten bei
nicht-umwandlungsverstärkten Keramiken am Beispiel von Aluminiumoxid",
Berichte des Forschungszentrums Jülich: Jül-2460, (1991)
- [30] Reichl, A.
"Ermittlung und Bedeutung von Rißwiderstandskurven für oxidische Keramiken
mit und ohne Umwandlungsverstärkung", Fortschrittsberichte VDI
Reihe 18: Mechanik/Bruchmechanik Nr.78, VDI-Verlag 1990
- [31] Vekinis, G.; Ashby, M.F.; Beaumont, P.W.R.
"R-Curve Behaviour of Al_2O_3 Ceramics",
Acta metall. mater., 38 [6] 1151-1162 (1990)
- [32] Krause, R.F.
"Rising Fracture Toughness From Bending Strength of
Indented Alumina Beams",
J. Am. Ceram. Soc., 71 [5] 338-43 (1988)
- [33] Hübner, H.; Jillek, W.
"Subcritical Crack Extension and Crack Resistance in Polycrystalline Alumina",
J. Mater. Sci. 12, 117-125 (1977)
- [34] Steinbrech, R.W.; Reichl, A.; Schaarwächter, W.
"Einfluß von Rißflankeneffekten auf das Rißwiderstandsverhalten
von Al_2O_3 -Keramik", Abschlußkolloquium 9./10. April 1990,
(Hrsg.) H. Nickel, R.W. Steinbrech,
Konferenzen des Forschungszentrums Jülich Bd. 7/1991
- [35] Cook, R.F.; Lawn, B.R.; Fairbanks, C.J.
"Microstructure Strength Properties in Ceramics: I, Effects of Crack Size on
Toughness",
J. Am. Ceram. Soc., 68, 604-615 (1985)

- [36] Cook, R.F.; Fairbanks, C.J.; Lawn, B.R.; Mai, Y.W.
"Crack Resistance by Interfacial Bridging: Its Role in Determining Strength Characteristics",
J.Mater. Res.2 [3] 345-356 (1987)
- [37] Sakai, M.; Bradt, R.C.
"The Crack Growth Resistance of Non-Phase-Transforming Ceramics",
Nippon Seramikkusu Kyokai Gabujutsu Ronbunshi, 96 [8] 801-9 (1988)
- [38] Deuerler, F.; Knehans, R.; Steinbrech, R.W.
"Testing-Methods and Crack Resistance Behavior of Al_2O_3 ",
Science of Ceramics 13, Journal de Physique, C1-617-621 (1986)
- [39] Salem, J.A.; Shannon, J.L.; Bradt, R.C.; Bradt, R.C.Jr.
"Crack Growth Resistance of Textured Alumina",
J.Am.Ceram.Soc., 72 [1] 20-27 (1989)
- [40] Knehans, R.; Steinbrech, R.W.
"Effect of Grain Size on Crack Resistance Curves of Al_2O_3 Bend Specimen",
Science of Ceramics 12, 613-619 (1983)
- [41] Swain, M.V.
"R-Curve Behavior in a Polycrystalline Alumina Material",
J.Mat.Sci.Letters, 5, 1313-1315 (1986)
- [42] Swanson, P.L.
"Crack Interface Traction: A Fracture-Resistance Mechanism in Brittle Polycrystals", pp 135-159, Advances in Ceramics. Vol.22, Ed. V.D. Frechette and J.R. Varner, American Ceramic Society, Columbus (1988)
- [43] Swanson, P.; Fairbanks, C.J.; Lawn, B.R.; Mai, Y.W.; Hockey, B.J.
"Crack-Interface Grain Bridging as a Fracture Resistance Mechanism in Ceramics: I, Experimental Study on Alumina",
J.Am.Ceram.Soc., 70, 279-289 (1987)
- [44] Mai, Y.W.; Lawn, B.R.
"Crack-Interface Grain Bridging as a Fracture Resistance Mechanism in Ceramics: II, A Model",
J.Am.Ceram.Soc., 70, 289-294 (1987)
- [45] Majumdar, B.S.; Rosenfield, A.R.; Duckworth, W.H.
"Analysis of R-Curve Behavior of Non-Phase-Transforming Ceramics",
Eng. Fracture Mechanics 31 [4] 683-701 (1988)
- [46] Steinbrech, R.W.; 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)
- [47] Steinbrech, R.W.; Deuerler, F.; Reichl, A.; Schaarwächter, W.
"Correlation of Crack Opening Displacement and Crack Resistance Curve of Alumina",
Science of Ceramics 14, S. 659-664 (1988)

- [48] Steinbrech, R.W.
"R-Curve Behavior of Ceramics", in Fracture Mechanics of Ceramics, Vol. 9: Composites, R-Curve Behavior, and Fatigue, Ed. by R.C. Bradt, D.P.H. Hasselmann, D.Munz, M.Sakei and V.Y. Shevchenko. Plenum Press, New York S. 187-209, (1992)
- [49] Knehans, R.; Steinbrech, R.W.
"Bruchverhalten keramischer Werkstoffe", in G. Willmann, B. Wielage: "Technische Keramik", Vulkan Verlag Essen, S. 95-101, (1988)
- [50] Swanson, P.L.
"A Fracture Mechanics and Non-Destructive Evaluation Investigation of The Subcritical-Fracture Process in Rock", in "Fracture Mechanics of Ceramics", Vol.8: "Microstructure Methods, Design,, and Fatigue", Ed. R.C. Bradt, A.G. Evans, D.P.H. Hasselmann, F. F. Lange, Plenum Press, New York, London, S.299-318, (1986)
- [51] Fairbanks, C.F.; Lawn, B.R.; Cook, R.F.; Mai, Y.W.
"Microstructure and The Strength of Ceramics", in "Fracture Mechanics of Ceramics", Vol.8: "Microstructure Methods, Design,, and Fatigue", Ed.R.C. Bradt, A.G. Evans, D.P.H. Hasselmann, F.F. Lange, Plenum Press, New York, London, S.23-38, (1986)
- [52] Bretfeld, H.; Kleinlein, F.W.; Munz, D.; Pabst, R.F.; Richter, H.
"Ermittlung des Bruchwiderstandes an Oxidkeramik und Hartmetallen mit verschiedenen Methoden", Z. Werkstofftechn., 12, 167-74, (1981)
- [53] Buresch, F.E.
"Ein Modell für den Reißwiderstand von Keramik und seine Bedeutung für die kritische Bruchspannung", Science of Ceramics, 7, 383-393, (1973)
- [54] Kriz, K.; Hübner, H.; Kleinlein, F.W.
"Untersuchungen der langsamen Reißausbreitung in polykristallinem Al_2O_3 mittels Schallemissionsanalyse"; DVM-Bruchvorgänge, Darmstadt 1978, in Vorträge der 10. Sitzung des Arbeitskreises Bruchvorgänge, DVM, Berlin, S.87-94, (1978)
- [55] Knehans, R.; Steinbrech, R.W.
"Charakterisierung des subkritischen Bruchverhaltens reiner Al_2O_3 -Keramiken" Fortschrittsberichte des DKG, Beihefte zur CFI, B.Ner. DKG, Bd. 1, Heft 3, S.59-70, (1985)
- [56] Reichl, A.; Steinbrech, R.W.
"Determination of Crack Bridging Forces in Alumina" J.Am.Ceram.Soc.,71, C299-301, (1988)
- [57] 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-linear quasi-plastischer Verformung, (Hrsg.) Pabst, R.F., Stuttgart,(1983), MPI-Stuttgart, 264-276, (1984)
- [58] Buresch, F.E.
"About the Process Zone Surrounding the Crack Tip in Ceramics" Fracture 1977, Vol. 3, ICF4, Waterloo, Canada, June 19-24, 929-932, (1977)

- [59] Buresch, F.E.; Nickel, H.
"Influence of Microstructure on The Failure Mechanism and Toughness of Ceramics",
Vortrag "World Congress on High Tech Ceramics", Mailand (I), Juni, (1986)
- [60] Buresch, F.E.
"Macrocrack Extension in Microcracked Dispersion Toughened Ceramics",
Proc. 2nd Conf. on Science and Technology of Zirconia, Stuttgart, (1983),
(Hrsg.) N. Claussen, M.Rühle and A.H. Heuer, Advanced in Ceramics, 12,
Amer. Ceram. Soc. Columbus (OH), 306-321, (1984)
- [61] Evans, A.G.
"A Method for Evaluation the Time Dependent Failure Characteristics of Brittle Materials - and its Application to Polycrystalline Alumina"
J. Mat. Sci., 7, 1137-1146, (1972)
- [62] Pearson, S.
"Delayed Fracture of Sintered Alumina"
Proc. Phys. Soc. of London, 69, 1293-1296, (1956)
- [63] Wiederhorn, S.M.
"Mechanism of Subcritical Crack Growth in Glass",
ED. by R.C. Bradt, A.G. Evans, D.P.H. Hasselmann, F.F. Lange,
Fracture Mechanics of Ceramics,
Vol. 4, Plenum Press, New York, London, 549-580, (1978)
- [64] Wiederhorn, S.M.; Freiman, S.W.; Fuller, E.R.; Simmons, C.J.
"Effects of Water and other Dielectrics on Crack Growth",
J. Mat. Sci., 17, 265-270, (1983)
- [65] Michalske, T.A.
"The Stress Corrosion Limit: Its Measurement and Implications",
Fract. Mech. of Ceramics, 5, (Hrsg.) Bradt, R.C.; Evans, A.G.;
Hasselmann, D.P.H.; Lange, F.F., Plenum Press, 277-289, (1983)
- [66] Wiederhorn, S.M.; Fuller, E.R; Thomson, R.
"Micromechanism od Crack Growth in Ceramics and Corrosive Environments"
Metal Sci. 14, 450-458, (1980)
- [67] Lawn, B.R.
"Fracture of Brittle Solids",
Cambridge University Press,
"Indentation Fracture", 256-299, 1993.
- [68] Stockmann, Y.J.
"Toughness Evaluation of Si_3N_4 Based on Crack Propagation Studies Using Indentation Cracks",
Diplomarbeit, TU Delft, (1992)
- [69] Braun, L.M.; Bennison, S.J.; Lawn, B.R.
"Objective Evaluation of Short-Crack Toughness Curves Using Indentation Flaws: Case Study on Alumina-Based Ceramics",
J. Am. Ceram. Soc. 75 [11] 3049-57 (1992)

- [70] Smith, S.M.; Scattergood, R.O.
"Crack-Shape Effects for Indentation Fracture Toughness Measurements",
J. Am. Ceram. Soc., 75 [2] 305-15 (1992)
- [71] Cook, R.F.; Pharr, G.M.
"Direkt Observation and Analysis of Indentation Cracking in Glasses and
Ceramics",
J.Am.Ceram.Soc., 73 [4] 787-817, (1990)
- [72] Dransmann, G.; Steinbrech, R.W.; Pajares, A.; Guiberteau, F.; Dominguez, A.;
Behrens, G.; Heuer, A.H.
"Indentation Studies on Y_2O_3 Stabilized ZrO_2 : II. Toughness
Determination from Stable Growth of Indentation- Induced Cracks",
J. Am. Ceram. Soc., 77 [5] 1194-1201, (1994)
- [73] Liang, K.M.; Orange, G.; Fantozzi, G.
"Evaluation by Indentation of Fracture Toughness of Ceramics Materials",
J.Mater.Sci. [25], 207-214, (1990)
- [74] Newman, Jr., J.C.; Raju, I.S.
"Analysis of Surface Cracks in Finite Plates Under Tension or Bending Loads",
NASA Technical Paper 1578, (1979)
- [75] Palmqvist, S.
"The Work for the Formation of a Crack as a Measure of the
Toughness of Hard Metals",
Arch. Eisenhüttenwes, 33 [9] 629-34, (1962).
- [76] 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)
- [77] Niihara, K.; Morena, R.; Hasselman, D.P.H.
"Indentation Fracture Toughness of Brittle Materials for Palmqvist Cracks
(Hrsg.) R.C. Bradt, A.G. Evans D.P.H. Hasselmann, F.F. Lange,
Fracture Mechanics of Ceramics,
Vol. 5, Plenum Press, New York, London, 97-105, (1983)
- [78] Lawn, B.R.; Evans, A.G.; Marshall, D.B.
"Elastic/Plastic Indentation Damage in Ceramics: The
Median/Radial Crack System",
J.Am.Ceram.Soc., 63 [9-10] 574-81, (1980)
- [79] Kaliszewski, M.S.
"Agglomeration Control and Indentation Cracking in Zirconia",
MS-Thesis, Case Western Reserve University, Cleveland, Ohio, (1991)
- [80] Chantikul, P.; Anstis, G.R.; Lawn, B.R.; Marshall, D.B.
"A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture
Toughness, Part II, Strength Method",
J. Am. Ceram. Soc., 64 [9] 539-543 (1981)
- [81] Cook, R.F.; Lawn, B.R.
"A Modified Indentation Toughness Techniques",
J. Am. Ceram. Soc., 66 [11] C200-201 (1983)

- [82] Smith, S.; Scattergood, R.O.
"Determination of Short-Crack T-Curves"
zur Veröffentlichung in: J. Am. Ceram. Soc.
- [83] Kurth, R.; Stockmann, Y.J.; Kleist, G.; Steinbrech, R.W.
"Determination of the Fracture Toughness of Ceramics by the Controlled
Propagation of Indentation Cracks"
wird veröffentlicht
- [84] Bleise, D.; Steinbrech, R.W.
"Flat R-Curve from Stable Propagation of Indentation Cracks in Coarse Grained
Alumina",
J. Am. Ceram. Soc. 77 [2] 315-22, (1994)
- [85] Marshall, D.B.; Lawn, B.R.
"Residual Stress Effects in Sharp Contact Cracking: I",
J. Mater. Sci. 14 [8] 2001-12, (1979)
- [86] Marshall, D.B.
"Controlled Flaws in Ceramics: A Comparison of Knoop and Vickers
Indentation", J. Am. Ceram. Soc., 66 [2] 127-131, (1983)
- [87] Ikeda, K.; Igaki, H.
"Effect of Surface Size on Fracture Strength of Alumina Ceramics",
J. Am. Ceram. Soc., 70 [2] C29-C30, (1987)
- [88] Li, C.-W.; Lee, D.-J.; Lui, S.-C.
"R-curve Behavior and Strength for In-Situ Reinforced Silicon Nitrides with
Different Microstructures",
J. Am. Ceram. Soc., 75, 1777-1785, (1992)
- [89] Laugier, M.T.
"Palmqvist Crack Extension and the Center-Loaded Penny Crack Analogy",
J. Am. Ceram. Soc., 68[2] C51-C52, (1985)
- [90] Fett, Th.; Munz, D.
"Influence of Crack Surface Interactions on Stress
Intensity Factor in Ceramics",
J. Mat. Sci. Lett 9, 1403-1406 (1990)
- [91] Roedel, J.
"Rißbrücken in Keramiken",
Habilitation, Universität Hamburg, 1992
- [92] Evans, J.R.G.; Stevens, R.
"The C-Ring Test for the Strength of Brittle Materials"
Br. Ceram. Trans. J., 83, 14-18, 1984