

Mechanische Charakterisierung von Konstruktionskeramik im oberflächennahen Bereich

Dissertation

zur Erlangung des akademischen Grades

**Doktoringenieur
(Dr.-Ing.)**

von Dipl.-Ing. Lutz Bühling

geb. am 04. 03. 1960 in Stollberg / Sachsen

genehmigt durch die Fakultät für Maschinenbau

der Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg

Gutachter: Prof. Dr.-Ing. habil. Dr. e. h. Horst Blumenauer
Prof. Dr.-Ing. habil. Manfred Dietz
Prof. Dr. rer. nat. habil. Wolfgang Grellmann

Promotionskolloquium am 20. Oktober 2000

Dank

Herr Prof. Dr. H. Blumenauer gewährte mir eine sehr gute Betreuung und gab mir wertvolle Hinweise zu Inhalt und Form der Arbeit. Herrn Prof. Dr. W. Grellmann danke ich für die kritische Durchsicht unter dem Aspekt der Morphologie-Eigenschafts-Beziehungen.

Herr Prof. Dr. M. Dietz gab mir die Möglichkeit zur Durchführung der Arbeiten und betreute mich bei meiner Forschungstätigkeit im Fachgebiet Werkstoffe/Qualitätsmanagement der WH Zwickau, deren Ergebnisse in die Schrift einfließen. Den Mitarbeitern des Fachgebietes verdanke ich besondere Hilfe und Unterstützung zu den Laborexperimenten.

Weiterhin danke ich Herrn Prof. J. Grimm vom Fachgebiet Mikrosystemtechnik der WH Zwickau für die Realisierung der Lithographie-Beschichtungen und Herrn Dr. D. Schneider vom Fraunhofer Institut für Werkstoffphysik und Schichttechnologie Dresden für die Durchführung der laserakustischen Dispersionsmessungen.

Inhaltsverzeichnis

1. EINLEITUNG UND ZIELSTELLUNG	1
2. INDENTERMETHODEN	3
2.1 Härte aus geometrischen Ersatzgrößen	3
2.1.1 Verhalten spröder Werkstoffe	3
2.1.2 Verfahren	4
2.2 UCI-Verfahren	5
2.2.1 Grundlagen	5
2.2.2 Kalibrierung an Normalen	7
2.3 Indenterbruchmechanik	8
2.3.1 Bruchmechanik am Vickershärteeindruck	8
2.3.1.1 Ribentstehung und elastisch-plastisches Spannungsfeld	8
2.3.1.2 Modelle der Eigenspannungsintensität	12
2.3.1.3 Modellerweiterungen	15
2.3.1.4 Einfluß zusätzlicher Spannungsfelder auf die Rißlänge	21
2.3.1.5 Langsames Rißwachstum und Eigenspannungen	25
2.3.1.6 R-Kurvenverhalten	26
2.3.2 Ritzversuch	28
2.3.2.1 Ritzen über eine rechtwinklige Kante	28
2.3.2.2 Kantenbruchverhalten als Werkstoffeigenschaft	29
3. AKUSTISCHE VERFAHREN.....	30
3.1 Oberflächenwellen an isotropen Festkörpern	30
3.2 Oberflächenwellendispersion	32
3.3 Akustomikroskopie	33
3.3.1 Auflösung und Bildgebung	33
3.3.2 $V(z)$ - Mechanismus und Rayleighwellengeschwindigkeit	35
3.3.3 Akustische Impedanz	38
4. EXPERIMENTELLE DURCHFÜHRUNG	45
4.1 Versuchsprogramm und -ziele	45
4.2 Untersuchungen an gesinterter Keramik	46
4.2.1 Charakterisierung der Grundwerkstoffe	46
4.2.2 Bruchmechanische Untersuchungen	49
4.2.2.1 Verfolgung der Rißausbreitung am Härteeindruck	49
4.2.2.2 Härte und Rißzähigkeiten am Härteeindruck	51
4.2.2.3 Langrißexperimente	52
4.2.3 Untersuchungen geschliffener Oberflächen	53
4.2.3.1 Variation der Schleifparameter	53
4.2.3.2 Eigenspannungsmessungen	53
4.2.3.3 Festigkeitsprüfung	54
4.2.3.4 Ermittlung der Rayleighwellengeschwindigkeit	54
4.2.3.5 Bildgebende Ultraschallprüfung	58
4.3 Untersuchungen an Grünkeramik	60
4.3.1 Zusammensetzung und mechanische Eigenschaften	60
4.3.2 Ritzversuche	64
4.3.3 Bestimmung des Eindringmoduls aus der Kontaktimpedanz	65

5. ERGEBNISSE UND DISKUSSION	66
5.1 Keramik im Hartzustand	66
5.1.1 Indentermethoden.....	66
5.1.1.1 Ergebnisse der Bestimmung von Härte und Kontaktmodul.....	66
5.1.1.2 Rißausbreitung am Vickerseindruck.....	68
5.1.1.3 Einfluß der neuen Modellannahmen auf die Rißzähigkeitswerte	71
5.1.2 Quantitative Bewertung geschliffener Oberflächen.....	76
5.1.2.1 Festigkeitsverteilung	76
5.1.2.2 Elastische Eigenschaften.....	78
5.1.2.3 Defektoskopie	84
5.1.2.4 Korrelationen zwischen Bearbeitungs- und Werkstoffkenngrößen	89
5.2 Keramik im Grünzustand	93
5.2.1 Spezifische Werkstoffeigenschaften keramischer Trockenpreßlinge	93
5.2.2 Ritzversuch im Vergleich zu anderen Methoden der Charakterisierung des Festigkeits- und Bruchverhaltens	94
5.2.3 Abhängigkeit des Elastizitätsmoduls von der Morphologie keramischer Grünkörper	96
5.2.4 Lokaler Eindringmodul zum Nachweis von Dichteunterschieden.....	98
6. ZUSAMMENFASSUNG	102
7. LITERATURVERZEICHNIS	105
ANLAGEN	111
Anlage 1: Bewertung der Schleifzustände	111
Anlage 2: Modellfehler für das US-C-Scanning.....	114
Anlage 3: Natürliche Fehler	120
Anlage 4: US-C-Bilder.....	121
Anlage 5: SAM- und SEM- Bilder geschliffener Oberflächen.....	124

Verzeichnis der Formelzeichen

A	Rißwachstumsparameter
a	halbe Diagonalenlänge des Härteeindrucks
a_1	Maß für die Energie zur Bildung neuer Oberflächen
a_2	Maß für die rißfreie Härte
a_{Kegel}	Radius des Kegeleindrucks
a_L	imagin. Longitudinalwellenkomponente
A_p	Projektionsfläche des Vickersindenters
A_S	Querschnittsfläche des Stabes
a_T	imagin. Transversalwellenkomponente
$a_{Vickers}$	halbe Diagonale des Vickerseindrucks
b	Radius der plastischen Zone am Härteeindruck
C	Compliance, Konstante
c_0	Ausgangsrißlänge
c	Radius der elliptischen Rißfläche am Härteeindruck
C_f	Maschinennachgiebigkeit
C_K	Kontakt-Compliance
$C_{\lambda/4}$	Faktor, der die Verminderung der Reflexionsverluste durch die $\lambda/4$ -Schicht berücksichtigt
C_N	Konstante, die elastische Eigenschaften des Normals und die Gerätkonstanten enthält
C_{Pr}	Konstante, die elastische Eigenschaften der Probe und die Gerätkonstanten enthält
d	Diagonalenlänge
D	Linienlänge oder mittlere Korngröße
d_i	Abmessungen
E	Elastizitätsmodul (E-Modul)
E_{dyn}	dynamisch ermittelter E-Modul
E_I	E-Modul des Vickersindenters (Diamant)
E_N	E-Modul des Normals
E_{Pr}	Eindringmodul (der Probe)
f	Frequenz
f_{tip}	Funktion zur Formkorrektur des Indenters
F_{Compl}	Korrekturfunktion des Lawn-Modells bei Berücksichtigung der Complianceänderung durch Rißwachstum
$F_{Halbellip}$	Korrekturfunktion für die Rißformänderung in Abhängigkeit vom c/b – Verhältnis
F_{Hole}	Korrekturfunktion des Lawn-Modells bei Erweiterung von einer spaltförmigen plastischen Zone auf eine Kreisform senkrecht zu den Rißebenen
F_I	Indenterkraft

f_λ	Eigenfrequenz des Stabes in Luft
f_N	Frequenz des Schwingstabes bei Kontakt mit dem Normal (UCI-Verfahren)
$F_{NewRaju}$	Korrekturfunktion nach Newman und Raju für die K_{Ic} -Berechnung aus Oberflächenrissen
f_{Pr}	Frequenz des Schwingstabes bei Probenkontakt (UCI-Verfahren)
F_r	Rißöffnungskraft infolge von Eigenspannungen der plastischen Zone am Härteeindruck ($r = \text{residual}$)
F_{r0}	Rißöffnungskraft infolge der durch die plastische Zone verursachten Eigenspannungen bei geschlossenem Riß ($\mu_r = 0$)
h	Eindringtiefe des Indenters
H	Vickershärte, wenn nicht gesondert angegeben
HU	Universalhärte
H_{UCI}	Härte nach dem UCI-Verfahren
k_1, k_2	Konstanten für die Korrekturfunktion $F_{Halbellip}$
$k_{21}(\tau)$	Kreuzkorrelationsfunktion von Oberflächenwellenimpulsen $k_{21}(\tau)$
$K_{21}(\omega)$	Fouriertransformierte der Kreuzkorrelationsfunktion
k_{Fl}	Wellenzahl in der Flüssigkeit
K_I	Spannungsintensitätsfaktor bei Mode I –Beanspruchung
K_{Ic}	kritischer Spannungsintensitätsfaktor bei Mode I –Beanspruchung
K_I^{ICL}	Eigenspannungsintensität nach der ICL-Methode
K_{Ic}^{ISB}	kritischer Spannungsintensitätsfaktor nach der ISB-Methode (Biegeprobe mit Härteeindruck)
K_{Ic}^{SENB}	kritischer Spannungsintensitätsfaktor nach der SENB-Methode (Biegeprobe mit Sägekerb)
K_{Ipr0}	Eigenspannungsintensität bei Belastung der Rißflächen unter Berücksichtigung einer Druckverteilung in der plastischen Zone
k_L	Wellenzahl der Longitudinalwellenkomponente
k_{Pr}	Dämpfungskonstante der Probe
k_R	Wellenzahl der Rayleighwelle
k_R	Rayleighwellenzahl
k_T	Wellenzahl der Transversalwellenkomponente
l_c	Kegelhöhe des Ausbruchs im Ritzversuch
m	konstanter Exponent für den Quotienten H/E zur Beschreibung der Abmessungen der plastischen Zone beim Härteeindruck, oder Masse
m_{Pr}	Masse des erregten Oberflächenelements der Probe
n	Verhältnis der Schallgeschwindigkeit in der Flüssigkeit zur Schallgeschwindigkeit im Festkörper, oder Rißwachstumsparameter
$P(\theta)$	Pupillenfunktion
$P_N(\theta)$	normierte Pupillenfunktion
p_{r0}	Kompressionsdruck in der plastischen Zone am Härteeindruck bei geschlossenem Riß
q	Fokusabstand der akustischen Linse
q_F	technische Defokussierungsgrenze der akustischen Linse

r	Radius
R	Rißwiderstand oder Reflexionskoeffizient
$R(v_L, 0^\circ)$	Reflexionskoeffizient, für den senkrechten Einfall der Longitudinalwelle definiert
S	Halbkegeloberfläche des Ausbruchs im Ritzversuch
R_0	Startwert des Rißwiderstandes
r_0	Kurvenradius der akustischen Linse
$T_{FLi}(\theta - \theta_{Li})$	Durchlässigkeitsfaktor Flüssigkeit/Linse beim Einfallswinkel auf die Flüssigkeitsoberfläche
$T_{Li/Fi}(\theta - \theta_{Li})$	Durchlässigkeitsfaktor Linse/Flüssigkeit beim Einfallswinkel auf die Flüssigkeitsoberfläche
$U_i(\omega)$	spektrale Amplitude am i-ten Ort
u_x, u_y, u_z	Verschiebungen in Koordinatenrichtung
V	Volumen
$V(z)$	Videosignal in Abhängigkeit von der Defokussierung z
v_{Fl}	Schallgeschwindigkeit im Koppelmittel
v_L	Longitudinalwellengeschwindigkeit
v_{LLi}	Longitudinalwellengeschwindigkeit in der Linse (in der c-Achse des Saphirkristalls)
v_R	Rayleighwellengeschwindigkeit
v_T	Transversalwellengeschwindigkeit
X_K	Kontaktreaktanz
X_{Pr}	Probenreaktanz
X_S	Stabreaktanz
z	Koordinate oder Defokussierung
$Z_L(\theta)$	akustische Impedanz der Probe für die in ihr laufende longitudinale Welle, bei einer unter dem Winkel θ von der Flüssigkeit einfallenden Welle
$Z_T(\theta)$	akustische Impedanz der Probe für die in ihr laufende transversale Welle, bei einer unter dem Winkel θ von der Flüssigkeit einfallenden Welle
$Z_{Fl}(\theta)$	akustische Impedanz der Flüssigkeit für eine unter dem Winkel θ auf die Grenzfläche einfallenden longitudinalen Welle
Δc	Rißlängenzuwachs
δV	durch den Eindringkörper verdrängtes Volumen
Δz	Abstand zwischen den Frequenzmaxima der $V(z)$ -Kurve
Δz_{HN1}	Abstand zwischen dem Frequenzmaximum und dem Spiegelmaximum der $V(z)$ -Kurve
ϕ	Winkelcoordinate oder Skalarpotential einer Rayleighwelle
ϕ_0	Amplitude des Skalarpotentials
φ_i	Phasenwinkel
κ	Kompressionsmodul
λ_R	Rayleighwellenlänge
μ	Lamésche Konstante oder Schermodul
μ_{r0}	Öffnung der Rißufer unter Annahme von $F_r = 0$ ($\mu_{r0} = 2\delta b$)

ν	Poissonkonstante
ν_I	Poissonkonstante des Indenters
ν_{Pr}	Poissonkonstante der Probe
θ	Einfallswinkel einer Ultraschallwelle zur Probenoberfläche oder Winkelkoordinate
θ_0	Grenzeinfallswinkel einer Ultraschallwelle im Fokus
θ_L	Brechungswinkel der longitudinalen Welle in der Probe
θ_{Li0}	halber Öffnungswinkel der Linse
θ_R	Rayleighwinkel
θ_T	Brechungswinkel der transversalen Welle in der Probe
ρ_S	Dichte des Schwingstabes
σ	Normalspannung
σ_{bB4}	4-Punkt-Biegebruchspannung
σ_c	kritische Normalspannung
σ_{ij}	Spannungstensor-Element
$\sigma_{\theta\theta}$	Tangentialspannung
τ_c	kritische Scherspannung
ω	Kreisfrequenz
w	Auflösung des konfokalen Akustomikroskops
X	mechanische Reaktanz
ξ	konstanter Faktor in der Berechnungsgleichung zur Eigenspannungsintensität am Härteeindruck
x	Verhältnis von kleiner zu großer Achse im Ellipsoid
ψ_0	Amplitude des Vektorpotentials
ψ_{Kegel}	halber Spitzenwinkel des Kegels
$\psi_{Vickers}$	halber Spitzenwinkel zwischen den Kanten der Vickerspyramide
ψ_y	Vektorpotential
$\phi(\theta_{Li})$	durch die Pupillenfunktion erzeugte Phasenverschiebung
γ	Geometriekonstante
γ_f	Energie zur Bildung neuer Oberflächen

1. Einleitung und Zielstellung

Maschinenteile aus Konstruktionskeramik haben eine Reihe herausragender Eigenschaften, wie eine hohe Härte bzw. einen hohen Verschleißwiderstand, eine gleichbleibend große Festigkeit auch bei hohen Temperaturen und eine geringe Dichte. Daher werden diese Werkstoffe im Maschinen-, Anlagen- und Gerätebau häufig für Sonderanwendungen eingesetzt.

Bei Kleinserien bietet die spanende endformnahe Bearbeitung keramischer Grünkörper, d.h. ungesinterter Keramikkörper, die aus Binder und Rohstoffpulver bestehen, Vorteile hinsichtlich Flexibilität und Wirtschaftlichkeit gegenüber den Urformverfahren. Mitunter treten aber erhebliche Probleme bei der Beherrschung des Produktionsprozesses auf, da die Grünkörper während der Bearbeitung eine mechanische Belastung erfahren. Das geschieht im Zusammenhang mit der sehr niedrigen Festigkeit, der hohen Sprödigkeit, den Werkstoffinhomogenitäten und der Klimaempfindlichkeit dieses Werkstoffzustandes. Außerdem führen Dichteinhomogenitäten zu einer weniger endformnahen Grünbearbeitung, da beim Sintern die Schwindung ungleichmäßiger erfolgt.

Im Hartzustand werden Produktivitätssteigerungen beim Schleifen durch gesteigerte Schnittwerte und durch Optimierung der Prozeßbedingungen angestrebt, wobei dem Ausschluß von Werkstückschädigungen oberste Priorität eingeräumt wird. Auf die oberflächennahen Defektstrukturen treffen im Betriebszustand häufig die größten mechanischen Spannungen, so daß im Versagensfall die Rißausbreitung von der Oberfläche ausgeht. Um solche Fälle auszuschließen, ist die Prüfung bruchmechanischer Eigenschaften im Oberflächenbereich und neben der Defektoskopie, auch die Prüfung der elastischen Eigenschaften und der Eigenspannungen infolge der Mikrorißentwicklung sinnvoll.

Unter energetischen Gesichtspunkten sollte eine Qualitätssicherung bereits vor dem Sintern einsetzen. Bekannte konventionelle mechanische Prüfverfahren, wie der Zug- oder der Biegeversuch, stellen bei Grünkörpern enorme Anforderungen an die Prüftechnik und die Probenvorbereitung und werden daher produktionsbegleitend kaum eingesetzt. Bei Anwendung des Ritztests an trockengepreßten keramischen Grünkörpern ist es möglich, den Prüfaufwand für die Ermittlung von Festigkeits- und Bruchkenngrößen zu verringern. Um die Aussagefähigkeit dieses Verfahrens an Grünkörpern einzuschätzen, werden die Ergebnisse des Ritztests mit konventionell ermittelten Festigkeits- und Bruchkenngrößen aus dem Biegeversuch korreliert.

Bekanntes Verfahren, mit denen Dichteunterschiede festgestellt werden können, wie z.B. die (Mikrofokus-) Röntgendurchstrahlung, sind relativ aufwendig und teuer, insbesondere wenn Dichteunterschiede um 1% aufgelöst werden sollen. Eine andere Möglichkeit ist die Bestimmung der elastischen Eigenschaften, die mit der Dichte korrelieren. Konventionelle Prüfverfahren zur Bestimmung elastischer Konstanten mit lateraler Auflösung, wie die Ultraschalllaufzeitmessung, stoßen aber bei Trockenpreßlingen wegen des hygroskopischen (schwierige Koppelbedingungen) sowie stark schallschwächenden Verhaltens (insbesondere bei höheren Frequenzen) auf Schwierigkeiten. Hier bietet das UCI (Ultrasonic Contact Impedance) -Verfahren, das einen mechanischen Kontakt auf der Oberfläche erzeugt, den Vorteil der lokalen Prüfung im Oberflächenbereich. Das Verfahren wird für Grünkörper qualifiziert, um laterale Unterschiede im Eindringmodul quantitativ zu erfassen. Zu diesem Zweck werden Korrelationen zwischen Eindringmodul und Dichte unter Beachtung von Klimabedingungen und Alterung durchgeführt.

Im Oberflächenbereich können Indentermethoden neben der Härteprüfung auch zur Ermittlung der Reißfähigkeit und der elastischer Konstanten benutzt werden. Sie gelten bisher aber als weniger repräsentativ, nicht zuletzt wegen des empirischen Charakters der Berechnungsgleichungen und der nicht bestätigten Annahmen zur Reißentwicklung am Härteeindruck. Abhilfe könnte hier eine stärkere analytische Durchdringung und die schärfere Festlegung des Gültigkeitsbereiches dieser Gleichungen schaffen. Die bestehenden auf einer Reihe von Annahmen basierenden Modelle der Eigenspannungsintensität werden unter Beachtung von FEM-Berechnungen neu diskutiert, wobei die Modellannahmen der Reißentwicklung erstmalig in situ an Keramik überprüft werden. An gesinterter Keramik wird der Einfluß eigener Modellverfeinerungen im Vergleich mit klassisch ermittelten Reißfähigkeiten ausgewertet.

Ultraschallwellen bieten die Möglichkeit, Grenzflächen auch unter der Oberfläche zu detektieren und elastische Eigenschaften, die durch Mikrorisse beeinflusst werden, quantitativ zu bestimmen. In den letzten Jahren entwickelte Methoden der Wellenanregung mit Lasern und Fortschritte in der Akustomikroskopie, insbesondere in der Handhabbarkeit der Geräte, bieten neue Möglichkeiten der zerstörungsfreien Charakterisierung oberflächennaher Bereiche. Schleifoberflächen werden in dieser Arbeit mit dem Akustomikroskop und mit einem Ultraschallscanner in Tauchtechnik untersucht, um Defekte in der Oberfläche zu finden. Weiterhin werden Verfahren zur Bestimmung von Mikrorißdichten erprobt. Mit dem Akustomikroskop werden die akustische Impedanz und der $V(z)$ -Zusammenhang am Querschnitt von Schleifoberflächen bestimmt, sowie auf der Schleifoberfläche laserakustische Dispersionsmessungen durchgeführt und Korrelationen zu Schleifparametern hergestellt. Das unterschiedliche Verhalten der Werkstoffe auf der Basis von Siliziumnitrid (SSN) und Siliziumkarbid (SSiC, SiSiC) wird dargestellt.

Ziel dieser Arbeit ist es deshalb, einerseits Prüfverfahren zur Bestimmung der elastischen und bruchmechanischen Eigenschaften an gesinterter und ungesinterter Keramik im oberflächennahen Bereich zu erproben und zu qualifizieren und andererseits einen Beitrag zur Erforschung der Eigenschaften dieser Werkstoffe im oberflächennahen Bereich zu leisten.

2. Indentermethoden

2.1 Härte aus geometrischen Ersatzgrößen

2.1.1 Verhalten spröder Werkstoffe

Die Härte ist der Widerstand, den ein Körper dem Eindringen eines anderen, härteren Körpers (Indenter) entgegensetzt. Wird die Härte aus geometrischen Ersatzgrößen, wie Diagonalenlänge oder Eindringtiefe bestimmt, müssen Fehlereinflüsse durch die Abweichung von der idealen Eindruckgeometrie in Kauf genommen werden. Bei spröden Werkstoffen, wie z.B. bei Keramik, ist der Anteil an elastischer Verformung hoch und es besteht die Neigung zur Rißbildung. Zusätzlich sind das Reflexionsvermögen und der optische Kontrast bei Keramik kleiner als bei Metallen, so daß der subjektive Einfluß des Prüfers größer ist.

Bei Keramik ist eine ausgeprägte Prüfkraftabhängigkeit der Härte (ISE Indentation size effect) bekannt. Der Kurvenverlauf ist einerseits vom Prüfverfahren (Indenterform, Messung unter Last / nach Entlastung) und andererseits vom Material (Rückfederung, Rißbildung, Reibung, Wallbildung /1/ und Probenpräparation) abhängig. Die Kurven können durch Potenzgesetze beschrieben werden. Eine Variante lautet /2/:

$$F_I = a_1 d + a_2 d^2 \quad , \quad (2.1)$$

wobei neben der Prüfkraft F_I und der Diagonalenlänge d die Konstante a_1 ein Maß für die Energie zur Bildung neuer Oberflächen und die Konstante a_2 ein Maß für die rißfreie Härte darstellen.

Nach Quinn u. Quinn /3/ ruft dagegen die Rißbildung bei Erreichen einer materialspezifischen Diagonalenlänge d_c einen Knickpunkt (Umwandlungspunkt) im Härtekurvenverlauf hervor. Die Gültigkeit von Gl.(2.1) wird deshalb auf Diagonalen $< d_c$ eingeschränkt. Durch Multiplikation beider Seiten von Gl.(2.1) mit d entsteht eine der aufgewendeten Eindruckarbeit $\int F_I dh$ proportionale Größe, welche die Grundlage des vorgestellten Energiebilanzmodells bildet. Der mit umfangreichen Messungen an Al_2O_3 , SiC (2 Werkstoffe), Si_3N_4 (3 Werkstoffe) und ALON (Aluminium-Oxynitrid-Spinell) belegte Kurvenverlauf vor und nach dem Umwandlungspunkt wird mit einem neuen Modell erklärt: Bis $d < d_c$ ist der Term der Brucharbeit $a_1 d^2$ und ab $d \geq d_c$ beträgt dieser Term $\frac{a_1}{d_c} d^3$, d.h., die Abhängigkeit der

Brucharbeit verändert sich von der zweiten zur dritten Potenz der Diagonalenlänge. Analog zu Gl.(2.1) geben Quinn u. Quinn dann für den Bereich $d \geq d_c$ die Beziehung an:

$$F_I = \left(\frac{a_1}{d_c} + a_2 \right) d^2 \quad , \quad (2.2)$$

die zu einer konstanten Härte H_c führt. Ihr Modell gestattet auch die Definition der Sprödigkeit B , die zur kritischen Diagonalenlänge d_c proportional ist:

$$\frac{H_c}{2\gamma_f} = \frac{H_c E}{K_{Ic}^2} = B = \frac{1}{C d_c} \quad . \quad (2.3)$$

γ_f ist die Energie zur Bildung neuer Oberflächen. Quinn u. Quinn geben für die Geometrie-konstante C den empirisch gefundenen Wert $5,13 \cdot 10^{-5}$ an.

2.1.2 Verfahren

Zur Härtemessung an Konstruktionskeramik werden in der Regel scharfe Indenter nach Vickers oder Knoop bevorzugt. Bei optischer Eindruckauswertung hinterlassen diese Formen besser abgegrenzte Eindrücke auf den reflexionsschwachen Oberflächen. Außerdem gehorchen die Eindrücke bei unterschiedlichen Prüfkraften unter idealisierter Betrachtung dem Ähnlichkeitsprinzip. Nach den gültigen Normen für metallische Werkstoffe wird die Prüfkraft bei beiden Verfahren auf die Eindruckoberfläche bezogen /4, 5/.

Das Verhältnis der Eindringtiefen vom Vickers- zum Knoop-Eindringkörper bei angenommener gleicher Projektionsfläche beträgt 1,63. Knoopeindrücke sind demnach flacher und bringen geringere Spannungen in die Probe, erfordern jedoch auch eine geringere Rauheit der Oberfläche. Die Streuung und die Kraftabhängigkeit der Härtewerte nach Knoop sind größer als die nach Vickers. Eine Ursache ist die Mittelwertbildung der beiden Diagonalenlängen beim Vickersverfahren, während bei Knoop nur die lange Diagonale gemessen wird. Eine weitere wesentliche Ursache ist der größere Eckwinkel des Vickerseindrucks (90°) gegenüber dem Knoopeindruck (16°), wodurch eine sicherere optische Meßbarkeit erreicht wird, vor allem auf schlecht reflektierenden keramischen Oberflächen.

Die Universalhärte wird aus der Eindringtiefe einer Diamantpyramide während der Einwirkung der Prüfkraft gemessen. Die Eindruckoberfläche wird aus der Eindringtiefe berechnet, wodurch die Universalhärte vergleichbar mit der Vickershärte wird.

Wenn eine dem Vickersverfahren entsprechende Auflösung erreicht werden soll, zeigt das Verhältnis Eindringtiefe zu Diagonalenlänge $h/d = 1 / (\tan(136^\circ/2) \cdot 2 \cdot \sqrt{2}) = 1/7$, daß eine Auflösung der Eindringtiefe h im Nanometerbereich erforderlich ist.

Genormt ist die unkorrigierte Universalhärte /6/. Bei Eindringtiefen $\leq 3 \mu\text{m}$ im allgemeinen und bei harten Werkstoffen wie Konstruktionskeramik im besonderen sollte aber eine Formkorrektur des Indenterexemplars wegen des Einflusses der Verrundung von Spitze und Dachkante durchgeführt werden /7/. In Abhängigkeit von der verwendeten Prüfmaschine ist auch die Maschinennachgiebigkeit zu beachten, wenn die Wegmessung nicht - wie nach Norm /6/ - relativ zur Probenoberfläche erfolgt.

Die korrigierte Universalhärte bei einer Prüfkraft F_I ist /7, 8/:

$$HU = \frac{F_I}{26,43 \cdot (h - F_I C_f)^2 \cdot f_{tip}(h)} \quad (2.4)$$

Die Maschinennachgiebigkeit C_f und die Funktion zur Formkorrektur des Indenters f_{tip} (Polynom 2. Grades) werden an einem Material mit bekannten elastischen Konstanten ermittelt, die im Kalibrierbereich unabhängig von der Eindringtiefe h sind (z.B. Wolframeinkristalle nach /8/, Hinweise zur Methode siehe auch /9, 10/). Das Gerät ist kalibriert, wenn im ersten Drittel der Entlastungskurve die Steigung dF_I/dh (Tangente) unabhängig von der maximalen Prüfkraft $F_{I_{max}}$ ist. Darüber hinaus kann im Mikro- und Ultramikrohärtebereich eine Korrektur der Nullpunktverschiebung sinnvoll sein, wenn die Kraft am Berührungspunkt $10^{-4} F_{I_{max}}$ überschreitet /6/. Hierzu wird ein Taylorpolynom 2. Grades an die Wertepaare (h, F) der Belastungskurve angenähert und der Nullpunkt durch Extrapolation korrigiert /11/.

Aus dem ersten Drittel der Entlastungskurve kann der Eindringmodul E_{Pr} bestimmt werden, welcher mit dem Elastizitätsmodul vergleichbar ist /12/:

$$E_{Pr}^* = \frac{E_{Pr}}{1 - \nu_{Pr}^2} = \left[\frac{2\sqrt{A_p}}{\sqrt{\pi}} \cdot \left(\frac{dh}{dF_I} - C_f \right) - \frac{1 - \nu_I^2}{E_I} \right]^{-1} \quad (2.5)$$

mit: $A_p = 4 \cdot \tan^2 \frac{136^\circ}{2} \cdot h^2$

- A_p Projektionsfläche des Vickersindenter
- E_I Elastizitätsmodul des Vickersindenter (Diamant)
- ν_I Poissonkonstante des Vickersindenter (Diamant)

Die Maschinennachgiebigkeit C_f ist wiederum zu berücksichtigen, wenn die Wegmessung nicht relativ zur Probenoberfläche erfolgt.

2.2 UCI-Verfahren

2.2.1 Grundlagen

Wird ein frei schwingender mechanischer Resonator in Kontakt mit einer Oberfläche gebracht, erhöht sich seine Resonanzfrequenz in Abhängigkeit von der Kontaktfläche und den elastischen Eigenschaften an der Kontaktstelle, d.h. der Kontaktimpedanz im Ultraschallbereich (Ultrasonic Contact Impedance...UCI). Sind die elastischen Konstanten bekannt, kann die Kontaktfläche als Maß für die Härte verwendet werden. Umgekehrt kann bei definierter Kontaktfläche der Eindringmodul bestimmt werden.

Die theoretischen Grundlagen für den Bau entsprechender Sonden wurden von Kleesattel und Gladwell geschaffen /13,14,15,16/. Eine mechanische Impedanz Z definiert Kleesattel mit /14/:

$$Z = \frac{\text{Kraft}}{\text{Geschwindigkeit}} = R + jX = R + jf(\omega, m, d_i) - \frac{j}{f(\omega, C)} \quad (2.6)$$

R ist der mechanische Verlustwiderstand (Resistance) und X die mechanische Reaktanz (Reactance), die sich aus der komplexen Funktion der Masse m und den Abmessungen d_i sowie der komplexen Funktion der Nachgiebigkeit (Compliance) C , jeweils in Verbindung mit der Kreisfrequenz ω , zusammensetzt.

Bild 2.1 ist das Ersatzschaltbild für einen schwingenden Stab, der mechanischen Kontakt zu einem Festkörper hat. Enthalten sind die Dämpfungskonstante k_{Pr} , die Nachgiebigkeit C_{Pr} und die Masse m_{Pr} des dynamisch erregten Oberflächenelements der Probe. C_I ist die Oberflächennachgiebigkeit des Indenters, sowie ρ_S die Dichte, A_S der Querschnitt und l_S die Länge des Schwingstabes.

Bei n -ter Resonanz gilt unter Vernachlässigung der Dämpfungskonstanten:

$$X_S + \frac{X_K X_{Pr}}{X_K + X_{Pr}} = 0 \quad (2.7)$$

X_{Pr} Probenreaktanz
 X_K Kontaktreaktanz
 X_S Stabreaktanz

Sind die effektiven Abmessungen der erregten Zone klein gegenüber den effektiven Probenabmessungen ($X_{Pr} \gg X_K$) und kann die Masse des erregten Oberflächenelements m_{Pr} ebenfalls vernachlässigt werden, vereinfacht sich Gl. (2.7) zu:

$$X_S - \frac{1}{\omega C_K} = 0 \quad (2.8)$$

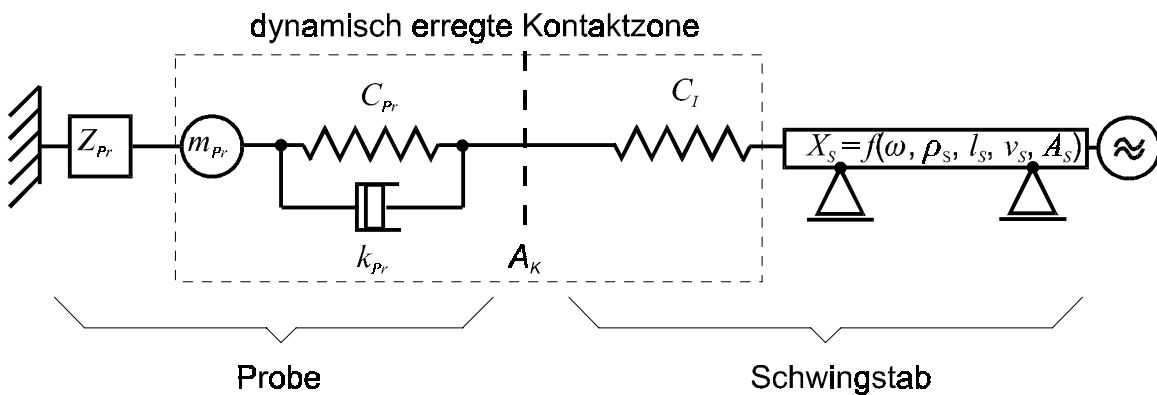


Bild 2.1: Ersatzschaltbild für das System UCI-Sonde - Probe

Die Schwingstabreaktanz /17/:

$$X_S = \tan\left(n\pi \frac{f}{f_\lambda}\right) v_S \rho_S A_S \quad (2.9)$$

f longitudinale Eigenfrequenz des Stabes bei Probenkontakt
 f_λ longitudinale Eigenfrequenz des Stabes in Luft
 v_S Longitudinalwellengeschwindigkeit des Stabmaterials
 ρ_S Dichte des Stabes
 A_S Querschnittsfläche des Stabes

und die Compliance an der Kontaktstelle /17/:

$$C_K = C_{Pr} + C_I = \frac{\gamma}{\sqrt{A_K}} \left(\frac{1 - \nu_{Pr}^2}{E_{Pr}} + \frac{1 - \nu_I^2}{E_I} \right) \quad (2.10)$$

E_{Pr} E-Modul im Oberflächenbereich der Probe
 E_I E-Modul des Indenters

können nun in Gl.(2.8) eingesetzt werden. Bei der ersten Oberschwingung des Stabes ($n = 2$) ist dann /17/:

$$f \cdot \tan\left(2\pi \frac{f}{f_\lambda}\right) = \frac{\sqrt{A_K}}{\left(\frac{1}{E_{Pr}^*} + \frac{1}{E_I^*}\right) C_0} \quad (2.11)$$

mit: $C_0 = 2\pi \cdot \gamma \cdot \rho_S \cdot v_S \cdot A_S$ und $E^* = \frac{E}{1-\nu^2}$.

γ ist die Geometriekonstante für den Flächenkontakt /15/:

Quadratfläche: $\gamma = 0,930$

Kreisfläche: $\gamma = 0,886$

Gl.(2.11) gilt unter der Annahme, daß die Dämpfungskonstanten des Probenmaterials und der Sonde vernachlässigbar sind, das dynamisch erregte Volumen nicht durch weitere Probenoberflächen begrenzt wird und die in der Probe erzeugte Schallwellenlänge groß gegenüber dem Durchmesser der erregten Zone ist.

2.2.2 Kalibrierung an Normalen

Häufig sind die Konstanten zur Berechnung von C_0 und die Frequenzwerte der Sonde f und f_λ nicht bekannt bzw. nicht zugänglich. Bei der UCI-Härtemessung wird daher gewöhnlich an einem Normal kalibriert, das den gleichen E-Modul wie die Probe besitzt. Da solche Normale für Keramik in der Regel nicht vorhanden sind, wurden Formeln zur Umrechnung der Anzeigewerte hergeleitet, so daß an Normalen kalibriert werden kann, die sich im E-Modul von den Proben unterscheiden können. Außerdem soll mit diesen Formeln bei handelsüblichen Geräten eine lokale E-Modulbestimmung möglich werden.

Bei Sondenkontakt mit dem Normal gilt, wenn die Gerätekonstanten und die elastischen Konstanten des Normals nach Gl.(2.11) in C_N zusammengefaßt werden:

$$\frac{1}{\sqrt{(H_{UCI})_N}} = C_N \cdot f_N \cdot \tan\left(2\pi \frac{f_N}{f_\lambda}\right) \quad (2.12)$$

Wird die Sonde mit gleicher Prüfkraft und unter Belassung der Kalibrierung auf eine Probe mit dem E-Modul E_{Pr} gedrückt, wird die zu korrigierende Härte $(H_{UCI})'$ angezeigt:

$$\frac{1}{\sqrt{(H_{UCI})'}} = C_N \cdot f_{Pr} \cdot \tan\left(2\pi \frac{f_{Pr}}{f_\lambda}\right) \quad (2.13)$$

Die Härte der Probe H_{UCI} ist aber:

$$\frac{1}{\sqrt{H_{UCI}}} = C_{Pr} \cdot f_{Pr} \cdot \tan\left(2\pi \frac{f_{Pr}}{f_\lambda}\right) \quad (2.14)$$

Die Division der Gl.(2.13) mit Gl.(2.14) liefert:

$$\sqrt{H_{UCI}} = \frac{C_N}{C_{Pr}} \cdot \sqrt{(H_{UCI})'} \quad (2.15)$$

Die Konstanten lassen sich nach Gl.(2.11) ersetzen und es entsteht:

$$H_{UCI} = \left(\frac{1}{\frac{E_N^*}{E_{Pr}^*} + \frac{1}{E_I^*}} \right)^2 \cdot (H_{UCI})' \quad \text{oder} \quad \frac{1}{E_{Pr}^*} = \frac{1/E_N^* + 1/E_I^*}{(H_{UCI}/H'_{UCI})^{0,5}} - 1/E_I^*, \quad (2.16)$$

$$\text{wobei: } E^* = \frac{E}{1-\nu^2}.$$

Die Gl.(2.16) kann zur Umrechnung der UCI-Härte der Probe (bei bekanntem Eindringmodul) oder zur Berechnung des Eindringmoduls der Probe (bei bekannter Härte) unter Verwendung eines Normals mit bekanntem Eindringmodul und bekannter Härte benutzt werden. Ein zusätzlicher Vorteil dieses Verfahrens ist die Eignung zur Härtemessung an Werkstoffen mit hoher Rückfederung und Verzerrung des Härteeindrucks nach Entlastung, da an Normalen (z.B. Härtenormalplatten) kalibriert werden kann, an denen die aus den linearen Abmessungen berechnete Eindruckoberfläche nach Entlastung sehr gut der Eindruckoberfläche unter Last entspricht.

2.3 Indenterbruchmechanik

2.3.1 Bruchmechanik am Vickershärteeindruck

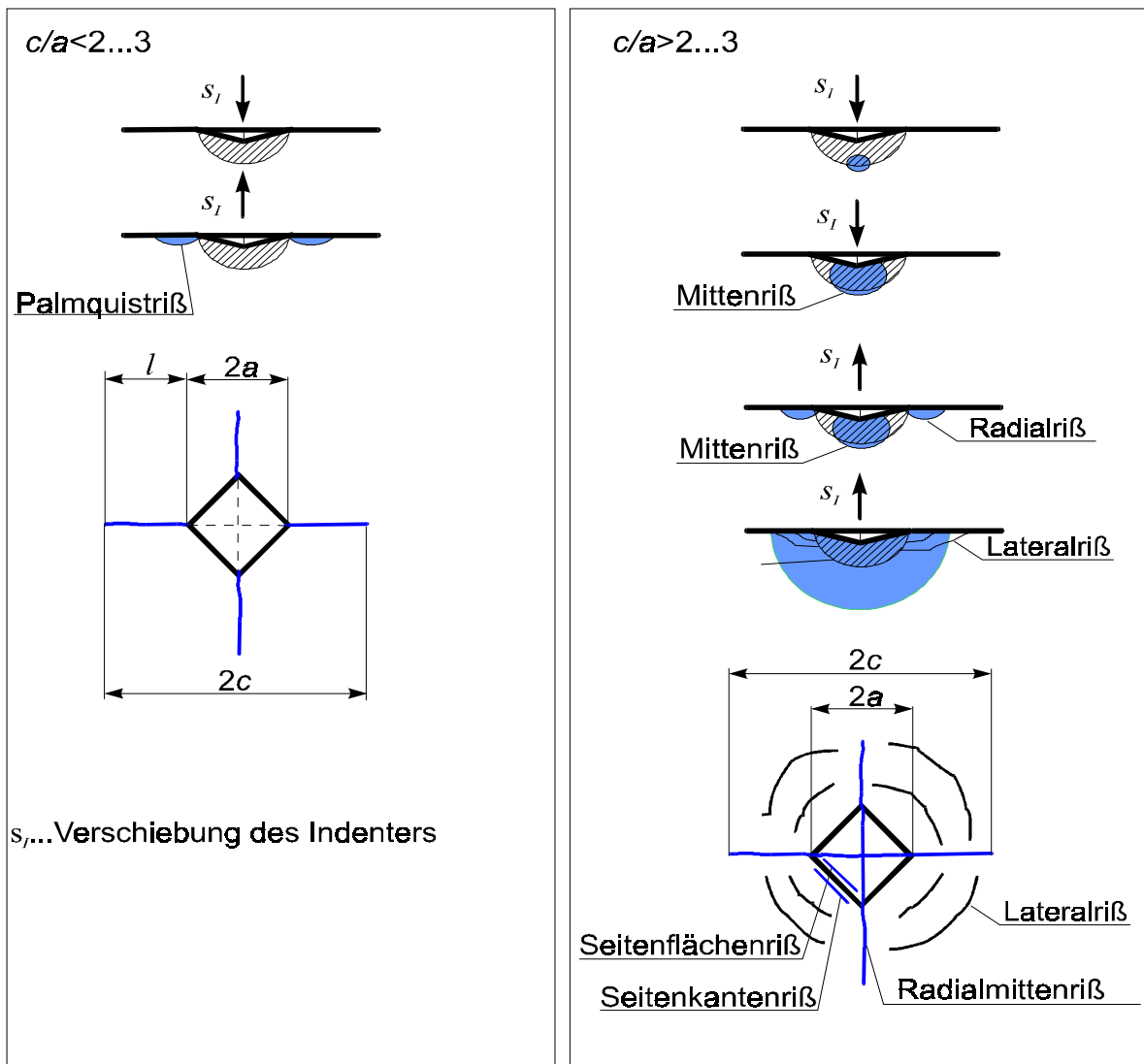
2.3.1.1 Rißentstehung und elastisch-plastisches Spannungsfeld

Beim Eindringen eines scharfen Indenters in einen Festkörper bildet sich ein elastisch/plastisches Spannungsfeld aus. Wird eine von Werkstoff und Indenterform abhängige kritische Indenterkraft überschritten, kann es an spröden Festkörpern zur Ausbildung charakteristischer Risse kommen. Dieses für die Härteprüfung unerwünschte Phänomen kann zur quantitativen Bewertung des Bruchverhaltens genutzt werden.

Sind die Abmessungen der Probe in allen Richtungen groß gegenüber den Abmessungen der Kontaktfläche, ist der Spannungszustand im Inneren der Probe in guter Näherung unabhängig von der äußeren Kontur der Probe.

Mit dem Vickersindenter können sowohl bei der Be- als auch bei der Entlastung kritische Spannungsintensitäten überschritten werden, in dessen Folge sich charakteristische Rißmuster ausbilden (Bild 2.2) [18,19,20]. Die folgenden Erläuterungen sollen sich auf diese Indenterform und die Entstehung von Rissen entlang der Diagonalen des Eindrucks beschränken.

Eine für die Rißentstehung kritische Prüfkraft wird erreicht, wenn während oder nach der Entlastung radiale Oberflächenrisse (sog. Palmquistrisse) nach Bild 2.2a entstehen. Sie werden durch tangentielle Zugeigenspannungen in der elastischen Matrix hervorgerufen, welche die plastische Zone umgibt. Darüber hinaus kann noch eine zweite größere kritische Prüfkraft erreicht werden, die während der Belastung unter der Indenterspitze am Übergang von der plastisch verformten zur elastisch verformten Zone einen Mittenriß hervorruft, der sich mit den während der Entlastung entstehenden Radialrissen zum Radialmittenriß erweitern kann (Bild 2.2b). Um die Rißentstehung zu verstehen, ist eine genauere Betrachtung der Spannungsfelder erforderlich.



a) Palmquistriß

b) Radialmittenriß

Bild 2.2: Rißentwicklung am Vickersindenter

Spannungsfeld unter Last

Vereinfachend wird nur das Spannungsfeld betrachtet, das durch die Kontaktspannung des Indenters außerhalb der plastischen Zone entsteht und bei Entlastung verschwindet. In einem Polarkoordinatensystem mit dem Radius r nach Bild 2.3 kann dieses Spannungsfeld bei $r > 2a$ dem analytisch berechenbaren Spannungsfeld einer Punktbelastung nach Boussinesq /21/ angenähert werden (St. Venant'sches Prinzip). Aus dem Vergleich mit dem Hertz'schen Spannungsfeld /21/ und inzwischen vorliegenden 3D-FEM-Rechnungen /22/ läßt sich einschätzen, daß die Tangentialspannung $\sigma_{\theta\theta}$ nach Boussinesq (Bild 2.4):

$$\sigma_{\theta\theta} = \frac{F_I}{\pi r^2} \frac{1-2\nu}{2} \left[\cos\phi - \frac{1}{2} \sec^2\left(\frac{\phi}{2}\right) \right] \quad (2.17)$$

bei $r \approx 2,5a$ die reale Tangentialzugspannung noch um ca. 20 % überschätzt. In größerem Abstand kommt es zum weiteren Angleich an den realen Spannungsverlauf.

Mit $\sigma_{\theta\theta}$ werden bei Überschreitung kritischer Spannungsintensitäten unter der Indenterspitze mediane Risse (Mittensrisse) ausgelöst. Größere Poissonzahlen ν wirken spannungsmindernd; bei theoretischer Annahme von $\nu = 0,5$ würden überhaupt keine Tangentialspannungen auftreten.

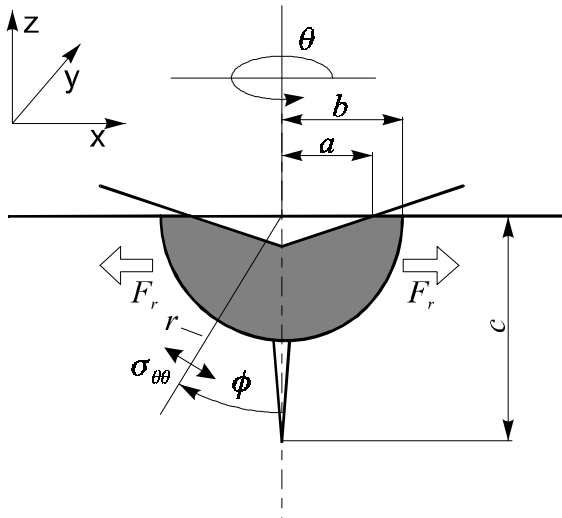


Bild 2.3: Kenngrößen zur Beschreibung des elastisch/plastischen Spannungsfeldes am Vickersindruck

Kreisförmige Anrisse auf der Oberfläche lassen sich mit den radialen Hauptnormalspannungen im Boussinesq-Feld erklären, die - wie häufig an Glas beobachtet - nach Entlastung zum Herausplatzen des Eindrucks führen können. Auch in die Tiefe des Materials verlaufende Konusrisse, typisch aber nur bei Kugelindentern, sind durch radiale Hauptnormalspannungen im Boussinesq-Feld erklärbar [21/].

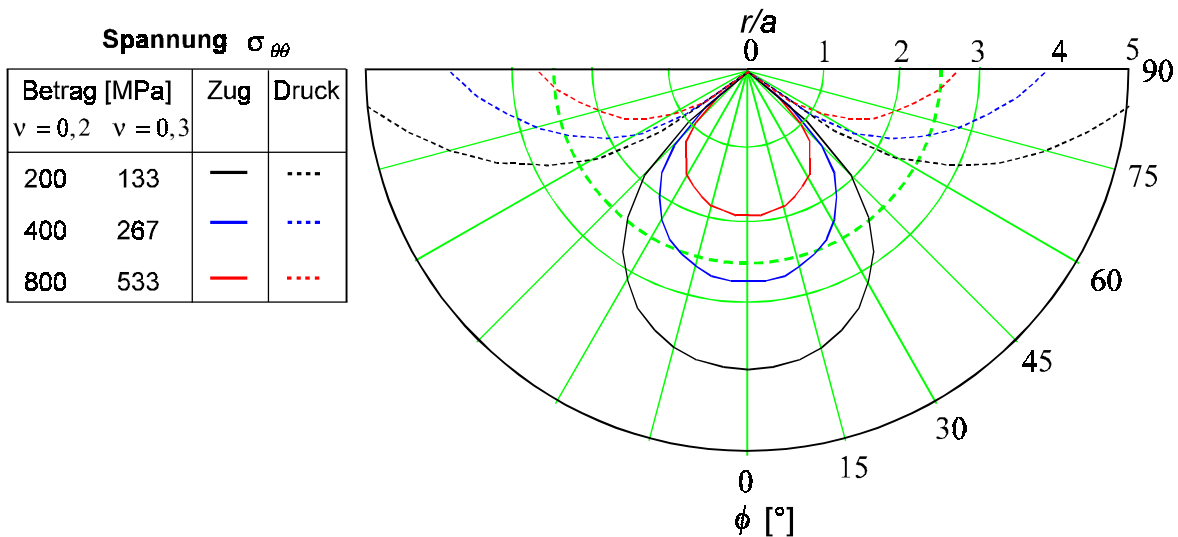


Bild 2.4: Isobaren der Tangentialspannung am Kegeleindruck (Radius a) im Boussinesq-Feld für die Härte $H = 20$ GPa

Bei realen Vickersindrücken sind an Werkstoffen mit einem großen Verhältnis H/E ($H/E = 0,1$) an der Oberfläche keine Tangentialzugspannungen vorhanden (sondern nur

Druck), wie aus FEM-Rechnungen von Marx in Bild 2.6b hervorgeht /22/. Erst bei einem sehr kleinen Verhältnis H/E ($H/E = 0,01$) treten am Rand der plastischen Zone Tangentialzugspannungen auf, die bei Entlastung anwachsen. Seitenkantenrisse nach Bild 2.2b entstehen durch die Radialzugspannungen nach Bild 2.6b ggf. schon während der Belastung und können sich während der Entlastung verlängern.

Spannungsfeld nach Entlastung (Eigenspannungsfeld)

Dieses Spannungsfeld wird von der plastischen Zone unter dem Eindruck hervorgerufen (Bild 2.2), die von der umgebenden elastischen Matrix eingespannt ist. Zur analytischen Berechnung der Ausdehnung der plastischen Zone sind mehrere Ansätze bekannt /23, 24/. Einen Vergleich analytischer Modelle mit einer 3D-FEM-Lösung nach Marx /22, S.58/ zeigt Bild 2.5 für den Kegeleindruck. In der Beziehung nach Lawn u.a. /23/:

$$\frac{b}{a} = C \left(\frac{H}{E} \right)^{-0,5} \quad (2.18)$$

wurde $C = 0,30$ gesetzt. Für den Vickershärteeindruck gilt nach Gl.(2.21) $a_{\text{Vickers}} \approx 0,8a_{\text{Kegel}}$.

Die größten Zugspannungen an der Oberfläche sind die Tangentialspannungen senkrecht zur Diagonalenrichtung in Bild 2.6a, welche Radialrisse entstehen lassen. Die Tangentialspannungen 45° zu diesen in Bild 2.6b reichen zwar radial weiter, wirken aber mit geringerer Wahrscheinlichkeit rißauslösend, da ihr Maximum ca. 50% kleiner ist.

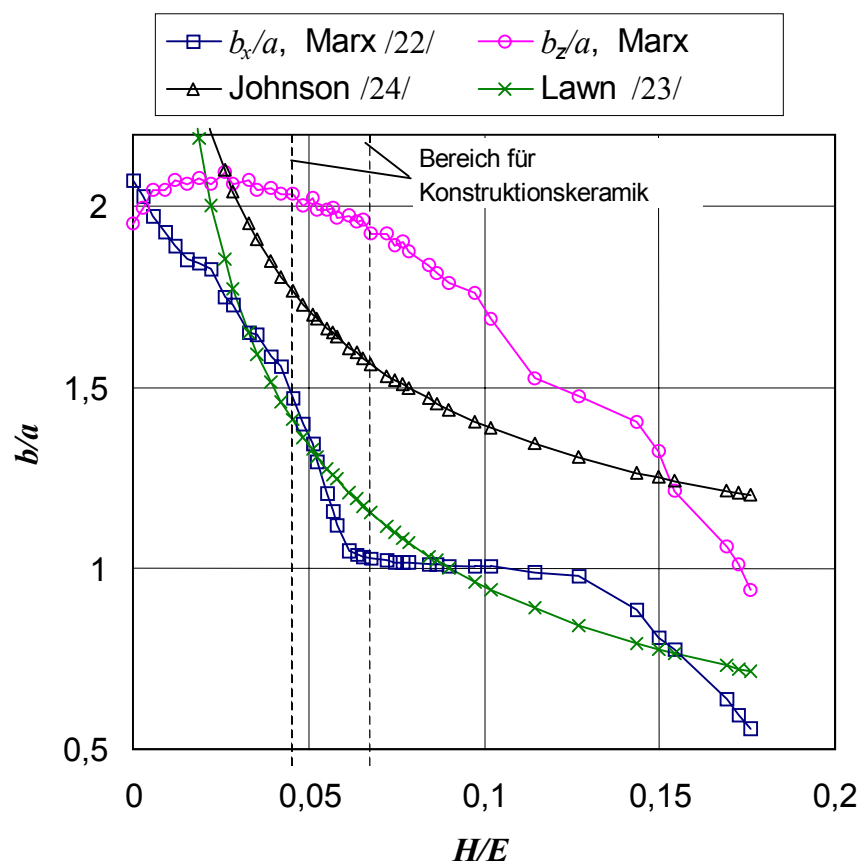


Bild 2.5: Größenangaben zur plastischen Zone nach verschiedenen Ansätzen beim Kegeleindruck (b_x, b_z Radius der plastischen Zone in x- bzw. z-Richtung nach Bild 2.3)

Die Maxima der Tangentialspannungen am Radius der plastischen Zone betragen annähernd unabhängig von H/E an der Oberfläche $\sigma_{\theta\theta}/H \approx 0,2$ (entlastet) und unter der Indenterachse

$\sigma_{\theta\theta}/H \approx 0,1$ (bei Vollast) /22, S.64/. Damit wird die Beobachtung /18, 23/ bestätigt, daß mit größerer vorangegangener Last ein Übergang von Palmquistrissen zu Radialmittenrissen erfolgt.

2.3.1.2 Modelle der Eigenspannungsintensität

Die finale Rißgeometrie an der Oberfläche, welche für die Bruchzähigkeitsbestimmung von praktischer Relevanz ist, liegt nach der Entlastung ($F_I = 0$) vor, so daß die Modellbetrachtungen auf diesen Zustand beschränkt werden können. Im entlasteten Zustand wirken nur noch die Eigenspannungen in der elastischen Matrix, welche durch die plastische Zone hervorgerufen werden, so daß die an den Diagonallrissen wirkende Spannungsintensität treffenderweise als Eigenspannungsintensität bezeichnet wird. Die Eigenspannungsintensität K_I^{ICL} (ICL...Indentation Crack Length) stellt einen Grenzwert (Crack-Arrest-Wert) dar, der durch die Spannungsrißkorrosion beeinflusst wird, vergleichbar mit K_{Ia} (ASTM E1221-88) bei Metallen /25, S.133). Die Bruchzähigkeit K_{Ic} dagegen kennzeichnet den Beginn des instabilen Rißwachstums (Mode I –Beanspruchung unter den Bedingungen des ebenen Dehnungszustandes) /25, S.55/.

Palmquistrisse

Die Spannungsintensität bei sogenannten Palmquistrissen /26/ am Härteeindruck nach Bild 2.2 (typisch bei WC-Hartmetallen oder ZrO_2) wird gewöhnlich mit Gleichungen der Form:

$$K_I^r = \chi_r \frac{F_I}{a} l^{-1/2} \quad (2.19)$$

modelliert /27, 28/. Die Materialkonstante $\chi_r = f(H/E)$ kann auch für Palmquistrisse nach dem folgenden Lawn-Modell hergeleitet werden. Der Exponent -1/2 entspricht der radialen Rißausbreitung in Platten (Rißfläche senkrecht zur Plattenfläche) bei einer mittig und senkrecht zu den Rißufern angreifenden Einzelkraft /29, S.61/, die statt einer radialen Druckspannungsverteilung der plastischen Zone angenommen wird.

Radialmittenrisse

Nach Lawn, Evans und Marshall /23/ wird gedanklich eine Halbkugel mit dem Radius b (Bild 2.3) aus einem Halbraum herausgetrennt und auf der ebenen Fläche plastisch mit einem Kegel deformiert, wobei die Halbkugeloberfläche mit hydrostatischem Druck gehalten wird. Die Halbkugel soll gleichzeitig die plastische Zone darstellen. Die Äquivalenz zur Vickerspyramide wird dadurch hergestellt, daß ein Kegel mit einem halben Spitzenwinkel ψ_{Kegel} gewählt wird, der bei gleicher Eindringtiefe h auch das gleiche Volumen δV verdrängt wie eine Vickerspyramide mit dem halben Spitzenwinkel $\psi_{Vickers}$.

Beim Eindringen des Kegels in die Halbkugel verhält sich das Eindruckvolumen δV zum Gesamtvolumen V wie:

$$\frac{\delta V}{V} \sim \frac{a^2 d}{b^3} \sim \left(\frac{a}{b}\right)^3 \cot \psi \quad (2.20)$$

mit: $\psi_{Vickers} = \arctan(\sqrt{2} \tan 68^\circ)$, $\psi_{Kegel} = \arctan\left(\frac{\tan \psi_{Vickers}}{\sqrt{\pi/2}}\right)$ und

$$a_{Kegel} = a_{Vickers} \frac{\tan \psi_{Kegel}}{\tan \psi_{Vickers}} \quad (2.21)$$

$\psi_{Vickers}$ halber Kantenwinkel
 $a_{Vickers}$ halbe Diagonale des Vickerseindrucks
 ψ_{Kegel} halber Kegelwinkel
 a_{Kegel} Kegelradius

Bei elastischer Kompression auf das ursprüngliche Volumen läßt sich für den Druck p_r schreiben:

$$p_r = \kappa \frac{\delta V}{V} \quad (2.22)$$

κ Kompressionsmodul

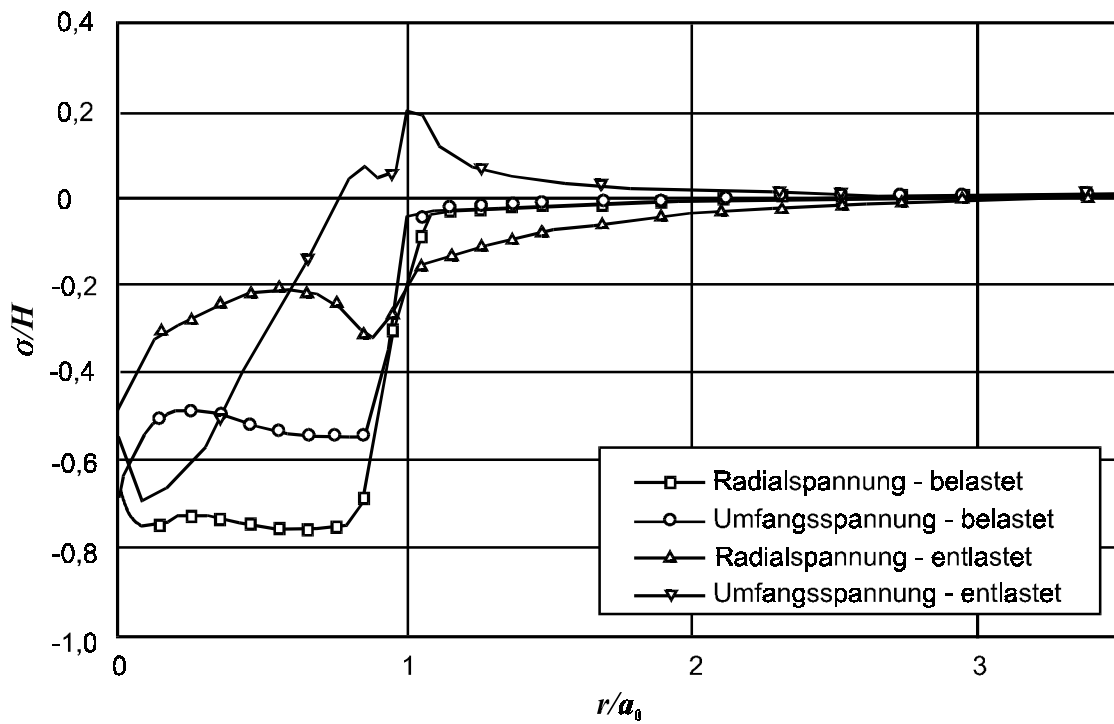
Wird das komprimierte Segment wieder in den Halbraum "eingespannt", entspannt sich der Kompressionsdruck p_r um die Hälfte auf p_{r0} , und in der umgebenden elastischen Matrix entstehen Zugspannungen und bei Überschreiten kritischer Spannungsintensitäten radiale Risse.

Nach Lawn u.a. werden die radialen Druckspannungen auf eine radiale Einzelkraft F_r reduziert (Bild 2.3). Liegen zusätzlich halbkreisförmige Radialrisse (half-penny-shaped cracks) vor, gilt nach Sneddon mit der mittig angreifenden Rißöffnungskraft F_r für die resultierende Spannungsintensität K_I /29/:

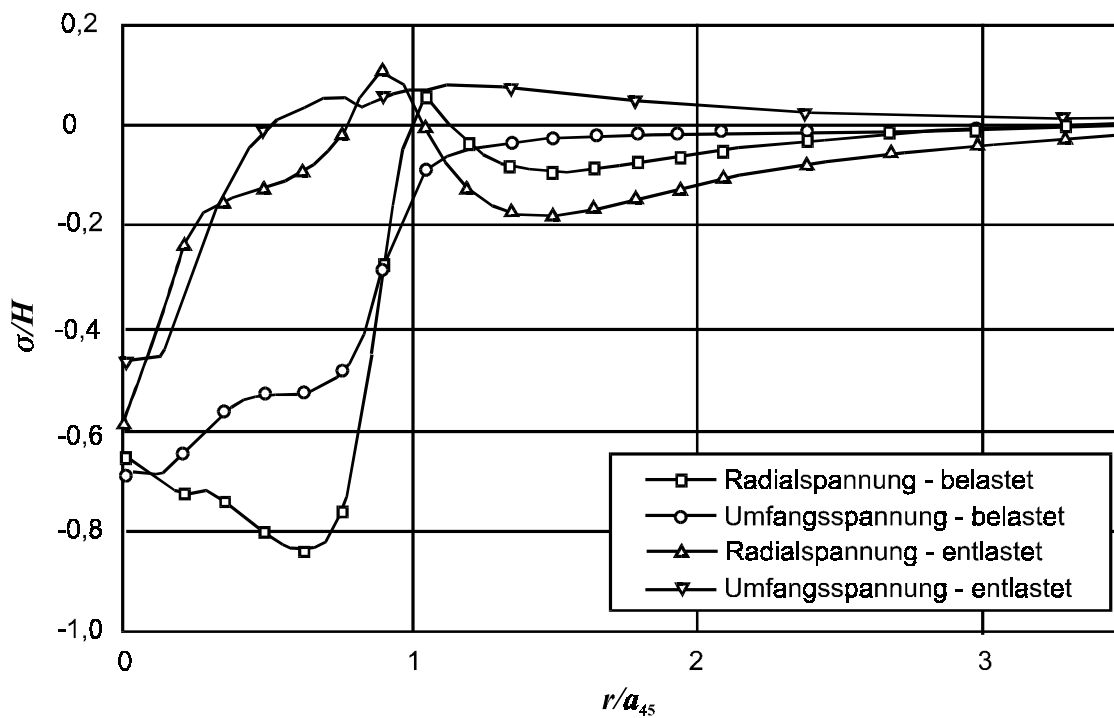
$$K_I = f(\phi) \frac{2F_r}{c^{3/2}} \quad (2.23)$$

mit: $f(\phi) \approx 1$

Die Funktion $f(\phi)$ berücksichtigt die Effekte der freien Oberfläche /29/. Sie hat ein Minimum bei $\phi = 0$ (unter der plastischen Zone) und ein Maximum bei $\phi = 90^\circ$ (radiale Orientierung). Nach Lawn u.a. ändert sie ihre Abhängigkeit von ϕ nur schwach, so daß ihre Auswirkung auf die Halbkreisform des Risses vernachlässigt werden kann.



a) normierte Spannungen am Radialvektor in Diagonalenrichtung



b) normierte Spannungen am Radialvektor in 45° zur Diagonalenrichtung

Bild 2.6: Spannungen auf der Oberfläche in der Umgebung eines Vickerseindrucks bei $H/E = 0,098$ nach /22/ (ohne Risse)

Über das Eindruckvolumen δV läßt sich nun eine Beziehung zur Indenterkraft F_I formulieren. Aus den Gl. (2.20) und (2.22) folgt mit

$$H = \alpha_0 \frac{F_I}{a^2} \quad (2.24)$$

die Beziehung:

$$\frac{\delta V}{V} \sim \frac{\kappa}{H} \cdot \frac{a}{b^3} \alpha_0 F_I \cot \psi \sim p_r \quad (2.25a)$$

$$p_r b^2 \sim F_r \sim \frac{\kappa}{H} \cdot \frac{a}{b} \alpha_0 F_I \cot \psi \quad (2.25b)$$

Eine Näherungslösung nach Hill /30/ (Bild 2.5) im Bereich $H/E = 0,1 \dots 0,005$ lautet:

$$\frac{a}{b} \sim \left(\frac{H}{E} \right)^m \cot \psi \quad (2.26)$$

Nach dem Einsetzen von Gl.(2.26) in Gl.(2.25b) kann unter der vereinfachenden Bedingung:

$$E \sim \kappa \quad (2.27)$$

geschrieben werden:

$$F_r \sim \left(\frac{H}{E} \right)^{m-1} \alpha_0 F_I \cot \psi^{2/3} \quad (2.28)$$

Nach dem Einsetzen von Gl.(2.28) in Gl.(2.23) entsteht die Beziehung:

$$K_I = \chi_r F_I c^{-3/2} \quad (2.29)$$

mit $\chi_r = \xi \left(\frac{H}{E} \right)^{m-1} \quad (2.30) \quad \text{und} \quad H = F_I / 2a^2 \quad (2.31),$

für die Lawn u.a. /18/ die Konstanten $\xi = 0,016$ und $m = 0,5$ angeben.

2.3.1.3 Modellerweiterungen

Lawn u.a. treffen bestimmte Vereinfachungen in ihrem Modell, die im folgenden kritisch untersucht werden sollen.

a) Druckverteilung der plastischen Zone

Der Druck der plastischen Zone wird nach dem Lawn-Modell örtlich auf eine Einzelkraft reduziert. Nach Sneddon /29, S.670/ gilt aber bei kreisförmiger Rißfläche mit dem Radius c , die mittig auf einer kleineren Kreisfläche (Radius der plastischen Zone b) mit dem Druck p_{r0} beaufschlagt wird:

$$K_{I p_{r0}} = 2 p_{r0} \sqrt{\frac{c}{\pi}} \left\{ 1 - \left[1 - \left(\frac{b}{c} \right)^2 \right]^{1/2} \right\} \quad (2.32)$$

Die plastische Zone des Vickerseindrucks ist in der xy-Ebene im Unterschied zum Kegeleindruck nicht rotationssymmetrisch. Entsprechend der 3D-FEM-Modellierung nach

Marx /22, S.58/ bietet sich eine analytische Modellierung von zwei sich kreuzweise durchdringenden halben Ellipsoiden nach Bild 2.7 an.

Das Volumen dieses Gebildes ist annähernd:

$$V_{\text{Volumen}_{\text{plast. Zone}}} = V_{\text{Volumen}_{\text{Ellipsoid}}} - V_{\text{Volumen}_{\text{Durchdringung}}}$$

$$V \approx 2xb^3 \left\{ \frac{2}{3}\pi - \frac{1}{3}\pi x \left[\frac{4}{\pi} - \left(\frac{4}{\pi} - 1 \right) x \right] \right\} \quad (2.33)$$

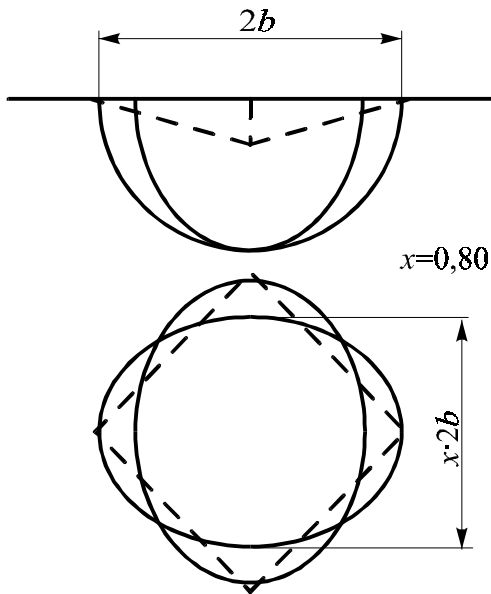


Bild 2.7: Form der plastischen Zone am Vickershärteeindruck, mit Ellipsoiden modelliert

Nach dem Lawn-Modell existiert die plastische Zone als separater Körper und wird mit hydrostatischem Druck während des Eindringens der Vickerspyramide gehalten. Nach Entlastung erweitert sich die plastische Zone radial gleichmäßig um δb :

$$0 = \underbrace{\frac{4}{3}\pi x [(b + \delta b)^3 - b^3] - \frac{2}{3}\pi x^2 \left[\frac{4}{\pi} - \left(\frac{4}{\pi} - 1 \right) x \right] [(b + \delta b)^3] - b^3}_{\text{Volumenzuwachs der plastischen Zone}} \quad (2.34)$$

$$\underbrace{- \frac{2}{3}a^3 \cot \psi}_{\text{Volumen des Pyramideneindrucks}}$$

Wird der separate Körper "plastische Zone" wieder in die umgebende elastische Matrix eingespannt, geht die Dehnung der plastischen Zone um die Hälfte zurück. Der Druck p_{r0} bei geschlossenen Rißufern berechnet sich deshalb nach dem Hooke'schen Gesetz:

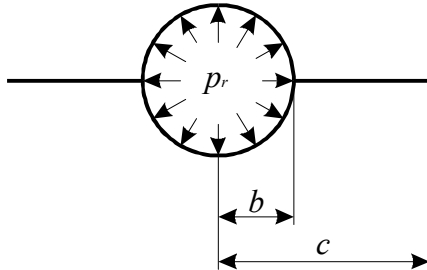
$$p_{r0} = \frac{\delta b}{2b} E = \frac{1}{2}(1 - 2\nu)\kappa \frac{\delta V}{V} \quad (2.35)$$

κ Kompressionsmodul

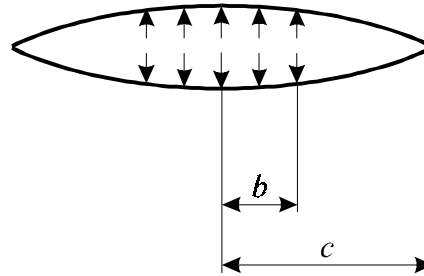
b) Plastische Zone bei kreisförmigem Schnitt

Die plastische Zone soll vereinfachend zweidimensional in der xy-Ebene betrachtet werden. Wird die plastische Zone kreisförmig herausgeschnitten, entstehen Schnittreaktionen, die im Modell nach Newman /29, S. 264/ berücksichtigt werden. Dagegen entspricht $b = 0$ dem Modell nach Dugdale. Die Korrekturfunktion $F_{Hole} = f(b, c)$ entsteht durch Division der beiden Gleichungen:

Nach Newman /29, S. 264/:



Nach Dugdale /29, S. 194/:



$$K_{I_Newman} = 2\rho_{r0} \sqrt{\frac{c}{\pi} \frac{b}{c}} F_0 \quad (2.36) \quad K_{I_Dugdale} = 2\rho_{r0} \sqrt{\frac{c}{\pi} \left(\frac{\pi}{2} - \arccos \frac{b}{c} \right)} \quad (2.37)$$

F_0 numerische Korrekturfunktion

$$F_{Hole} = \frac{K_{I_Newman}}{K_{I_Dugdale}} \quad (2.38)$$

$$= 1 - \left(\frac{c-b}{b} + 0,7 \right)^{-2,2} - \left(\frac{c-b}{b} + 0,19 \right)^{-4,5}$$

c) Complianceänderung durch Rißwachstum

Die Erhöhung der Nachgiebigkeit der elastischen Matrix durch die Rißverlängerung verursacht einen Abfall in der Radialkraft von F_{r0} auf F_r . Nach Lawn u.a. /23/ berechnet sich die Abhängigkeit:

$$F_{Compl} = \frac{F_r}{F_{r0}} = \frac{p_r}{p_{r0}} = \frac{1}{1 + \left[X \left(1 - \frac{b}{c} \right) \right]} \quad (2.39)$$

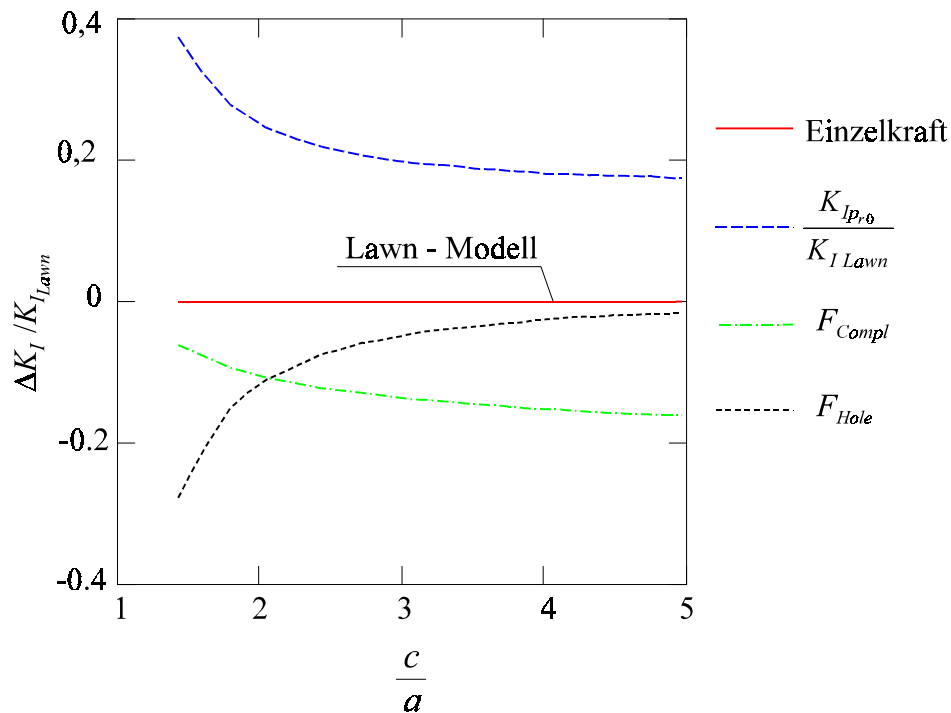
$$X = \frac{2\pi(1-\nu^2)\beta^2 F_{r0}}{bE\mu_{r0}}$$

- F_r Rißöffnungskraft infolge Eigenspannungen (r residual)
- F_{r0} Rißöffnungskraft infolge der durch die plastische Zone verursachten Eigenspannungen bei geschlossenem Riß ($\mu_r = 0$)
- μ_{r0} Öffnung der Rißufer unter Annahme von $F_r = 0$ ($\mu_{r0} = 2\delta b$)
- E Elastizitätsmodul
- ν Poissonkonstante
- β Faktor $2 / \pi^{3/2}$ aus Gl.(2.23)
- b Radius der plastischen Zone

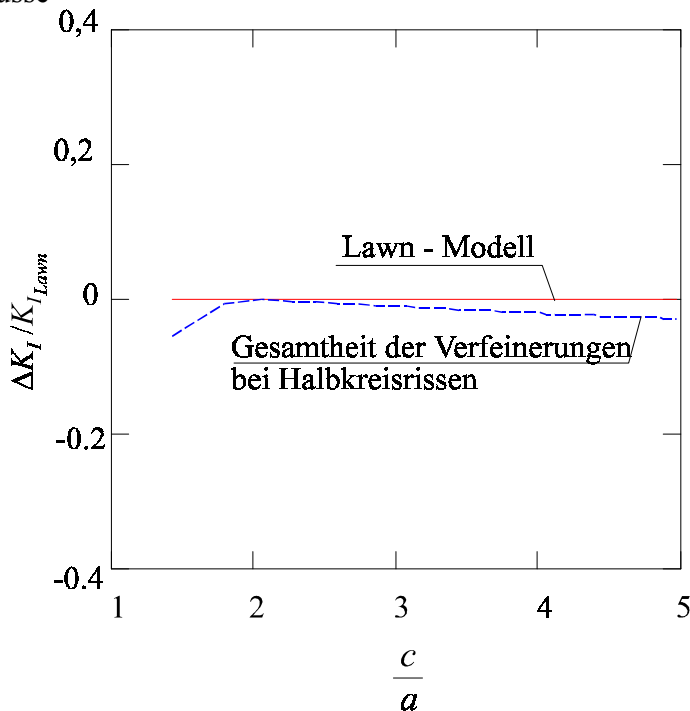
Die Einflüsse nach a) bis c) sind im Vergleich zum Lawn-Modell in Bild 2.8 dargestellt. Bei Berücksichtigung der Korrekturfaktoren der Druckverteilung und des Kreisformquerschnitts

der plastischen Zone sowie der Complianceänderung lautet die Gleichung:

$$K_I^r = K_I^{ICL} = K_{I_{Pr,0}} \cdot F_{Hole} \cdot F_{Compl} \quad (2.40)$$



a) Einzeleinflüsse



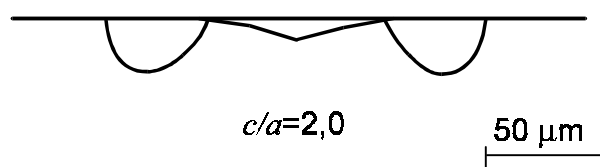
b) Gesamteinfluß der Verfeinerungen nach Gl.(2.40) mit $x = 0,8$ nach Gl.(2.33)

Bild 2.8: Abweichung der Modellverfeinerungen vom Lawn-Modell bei der Eigenspannungsintensität an Halbkreisrissen für $H/E = 0,054$ (Berechnung mit MATHCAD)

Bemerkenswert ist in diesem Zusammenhang die sehr gute Übereinstimmung von Gl.(2.40) mit dem Lawn-Modell im Bereich $c/a = 2 \dots 5$, so daß unter dieser Randbedingung das einfachere Lawn-Modell vorgezogen werden kann.

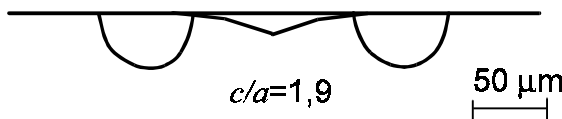
d) Rißformänderung in Abhängigkeit vom c/a -Verhältnis nach Entlastung

Bei Verhältnissen $c/a \leq 3$ und bei großen Poissonkonstanten $\nu \geq 0,25$ (Gl.(2.17)), wie z.B. bei PSZ und Hartmetallen, entstehen bevorzugt Palmquistrisse ohne Mittenriß, die ggf. erst bei größerer Eindrucklast unter dem Eindruck zusammenwachsen (Bild 2.9) /31, 33/. Andere Werkstoffe können einen Radialmittenriß mit $c/a \leq 2...3,5$ bilden, der eine halbelliptische Form mit $c_z/c_x > 1$ (Bild 2.10 b) hat, was auch durch FEM-Modellrechnungen bestätigt werden konnte (Bild 2.10 a). Das Verhältnis c_z/c_x nimmt mit größerer Indenterlast ab (Bild 2.10 b, c). Die Ursache ist die abnehmende konturbildende Wirkung der plastischen Zone mit $b_z/b_x > 1$ und die zunehmende Wirkung der freien Oberfläche ($f(\phi)$ in Gl.(2.23)) auf die Rißform bei größeren c/a - Verhältnissen.



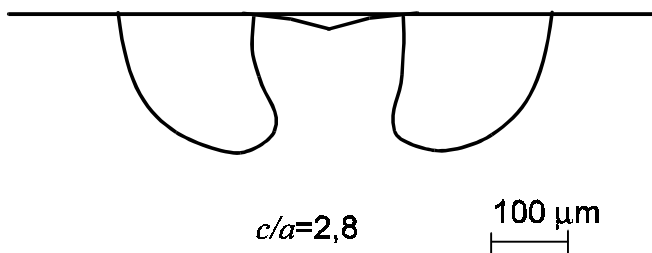
$F_I = 49$ N, Rißprofil nach /31/

(Kontur nach SEM-Aufnahme, Eindruck aufgebrochen)



$F_I = 98$ N, Rißprofil nach /32/

(Kontur nach SAM-Aufnahme, 200 MHz, Defok. -80 mm, Eindruck seitlich angeschliffen)



$F_I = 294$ N, Rißprofil nach /31/

(Kontur nach SEM-Aufnahme, Eindruck aufgebrochen)

Bild 2.9: Palmquistrisse in PSZ, $\nu = 0,31$

Liang u.a. /33/ geben ein Modell für den gesamten Bereich von Palmquistrisen, Übergangsmoden und Radialmittenrissen an. Darüber hinaus existieren nur wenige Ansätze, die mehrere Rißtypen berücksichtigen, die sich aber in praktischen Tests nicht bewährten /34/. Liang u.a. führten einen Korrekturfaktor mit einem vom c/a -Verhältnis abhängigen Exponenten ein, der die Abweichungen von den halbkreisförmigen Rissen (half penny shaped crack) des Lawn-Modells kompensieren soll. Dieser Faktor wurde in /33/ nicht explizit angegeben, läßt sich aber aus der angegebenen Gleichung extrahieren zu:

$$F_{Liang} = C \left(\frac{c}{a} \right)^{\frac{c}{18a} - 0,01} \quad (2.41)$$

C Konstante

Bei geringfügig geänderten Parametern mit:

$$F = C \left(\frac{c}{a} \right)^{\frac{c}{ka}}, \text{ in der } k = 16 \text{ ist,} \quad (2.42)$$

wurde auch bei früheren eigenen Untersuchungen an einer Reihe von Konstruktionskeramiken eine geringere Abhängigkeit $K_I = f(c/a)$ im Bereich $c/a = 1,8 \dots 4,0$ erreicht [35]. Nachteilig ist aber bei dieser Korrekturfunktion ihre wachsende Änderung mit größerem c/a -Verhältnis, die physikalisch nicht sinnvoll ist.

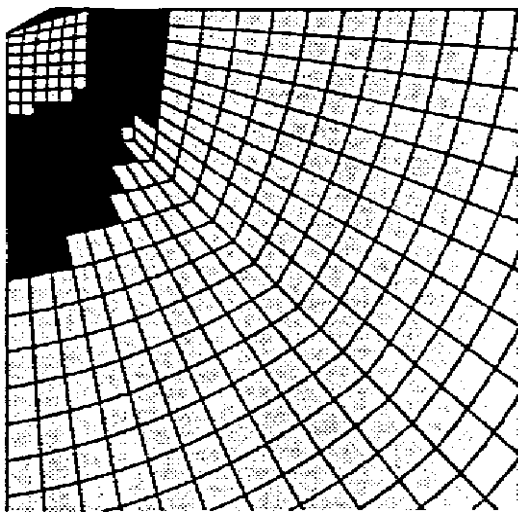
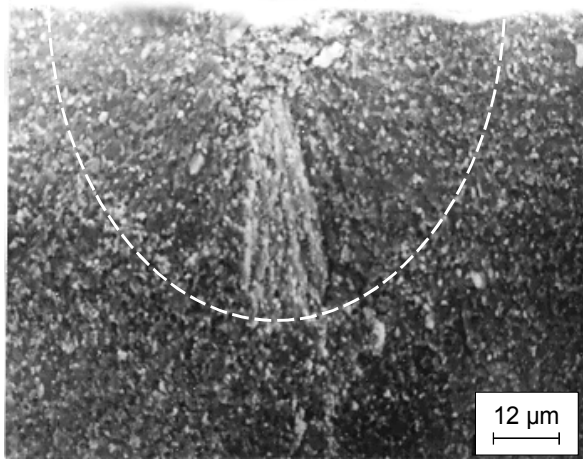


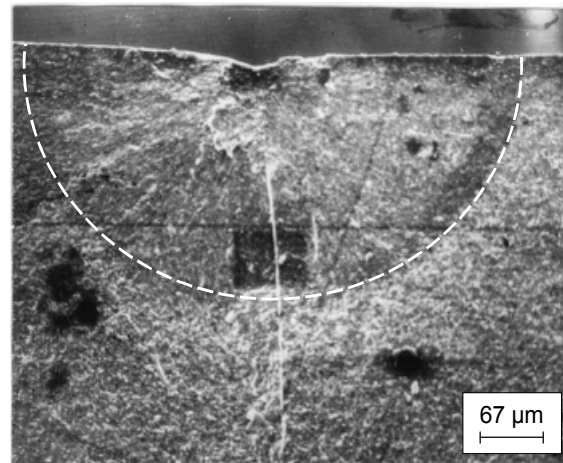
Bild 2.10: Rißformen am Vickerseindruck mit Mittenriß

- a) FEM-Modellrechnung nach Marx [22/
 $c/a = 3,4$
- b) aufgebrochener Riß in ATC $F_I = 29,4 \text{ N}$
 $c/a = 2,9$
- c) aufgebrochener Riß in ATC $F_I = 294,2 \text{ N}$
 $c/a = 5,2$

a)



b)



c)

Ein veränderliche Korrekturfunktion, deren Änderung jedoch im Gegensatz zur Korrekturfunktion von Liang geringer wird und welche mit steigendem c/b -Verhältnis (b Radius der plastischen Zone) ein sinkendes Verhältnis c_z/c_x beschreibt, hat die Form:

$$F_{\text{Halbellip}} = C \left(\frac{c}{a} \right)^{\frac{b}{k_1 c} + k_0} \quad (2.43)$$

C, k_1, k_0 Konstanten

In Gl.(2.43) geht nicht die halbe Diagonalenlänge, sondern die Ausdehnung der plastischen Zone in x-Richtung $b = b_x$ ein, was die Rißform bei kleinen c/b - Verhältnissen beeinflusst (Bild 2.10a).

Bild 2.11 zeigt die Änderung der Eigenspannungsintensität bei Abweichung von der Riß - Halbkreisform und angreifenden radialen Einzelkräften F_R .

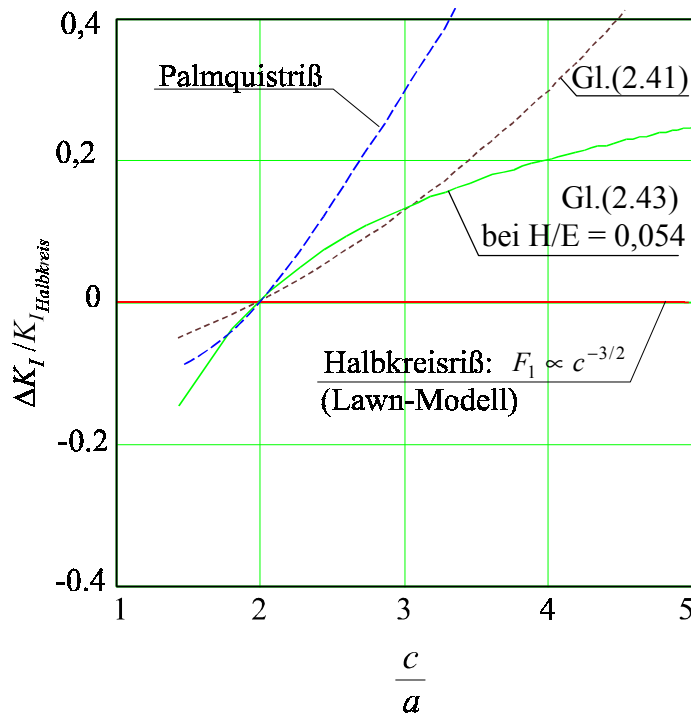


Bild 2.11: Einfluß der Abweichung von der Riß-Halbkreisform auf die Eigenspannungsintensität (Einzelkraftangriff F_R , Funktionswerte durch Faktorisierung bei $c/a = 2$ gleichgesetzt)

$$\begin{aligned} \text{---} & \frac{K_{I_{\text{Palmquist}}}}{K_{I_{\text{Halbkreis}}}} \propto \frac{(c-a)^{-1/2}}{a \cdot c^{-3/2}} \\ \text{---} & F_{\text{Liang}} \propto \left(\frac{c}{a}\right)^{\frac{c}{18a}-0,01} \\ \text{---} & F_{\text{Halbellip}} \propto \left(\frac{c}{a}\right)^{\frac{b}{1,8c}+0,2} \end{aligned}$$

2.3.1.4 Einfluß zusätzlicher Spannungsfelder auf die Rißlänge

Applizierte Spannungsfelder

Die Gesamtspannungsintensität ist die Summe aus Eigenspannungsintensität und applizierter Spannungsintensität, die sich nach Lawn u.a. /36/ ausdrückt in:

$$K_I = \chi_r F_I c^{-3/2} + Y \sigma_a c^{1/2} \quad (2.44)$$

Der Riß wird instabil bei $\frac{d\sigma_a}{dc} = 0$, wo er eine Rißlänge $c = c_m$ erreicht:

$$\begin{aligned} \frac{d\sigma_a}{dc} = 0 &= -\frac{K_{Ic}}{Y c_m^{3/2}} + 2\chi_r \frac{F_I}{Y c_m^3} \\ c_m &= \left(4\chi_r \frac{F_I}{K_{Ic}}\right)^{2/3} \end{aligned} \quad (2.45)$$

Da die Ausgangsrißlänge c_0 bei $\sigma_a = 0$ in Gl.(2.44) vorliegt, liefert der Vergleich mit Gl.(2.45):

$$\frac{c_m}{c_0} = 4^{2/3} \approx 2,52 \quad . \quad (2.46)$$

c_m ist die Rißlänge, bei der instabiles Rißwachstum einsetzt.

Wird $c = c_m$ in Gl.(2.44) durch Gl.(2.45) substituiert, ist es nach der sogenannten IS(B)-Methode (Indentation Strength in Bending) möglich, eine kritische Spannungsintensität ohne Kenntnis der Rißlänge c_m zu bestimmen (langsames Rißwachstum wird vernachlässigt) /36/:

$$K_{Ic} = \left(\frac{256}{27} \right)^{1/4} Y^{3/4} \xi^{1/4} \left(\frac{E}{H} \right)^{1/8} \hat{\sigma}_a^{3/4} F_I^{1/4} \quad (2.47a)$$

Unter Verwendung von $\xi = 0,016$ nach Gl.(2.29) und $Y = 1,27$ für Halbkreisrisse lassen sich die Konstanten zum Faktor von 0,747 zusammenfassen, der den empirischen Faktor 0,59 nach /36/ um 27 % übersteigt:

$$K_{Ic} = 0,59 \left(\frac{E}{H} \right)^{1/8} \hat{\sigma}_a^{3/4} F_I^{1/4} \quad . \quad (2.47b)$$

Wird χ_r in Gl.(2.44) durch Gl.(2.45) substituiert, ist mit der sogenannten MIS-Methode (Modified Indentation Strength) nach /37/ ebenfalls eine kritische Spannungsintensität bestimmbar:

$$K_{Ic} = \frac{4}{3} Y \hat{\sigma}_a c_m^{1/2} \quad . \quad (2.48)$$

Lawn u.a. beschreiben zu diesem Zweck eine Methode der Bruchzähigkeitsbestimmung, bei der mehrere Eindrücke (sog. Dummy-Eindrücke) auf der Zugseite im inneren Auflagerabstand einer 4-Punkt-Biegeprobe plaziert werden, an denen nach dem Bruchexperiment die längste stabil gewachsene Rißlänge $c \approx c_m$ ausgemessen wird.

Untersuchungen der Profile der eigenspannungsbehafteten Diagonalrisse ergaben eine halb-elliptische Form mit $c_z / c_x \approx 0,7$ /38, 39/. Newman und Raju /40/, welche empirische Formeln für $Y(\phi)$ unter Berücksichtigung der Probenhöhe h und der Breite b angeben, bestätigen annähernd dieses Verhältnis. In Bild 2.12 ist der maximale Faktor Y_{max} , der entweder bei $\phi = 0$ oder bei $\phi = 90^\circ$ auftritt, in Abhängigkeit von der Rißlänge $c_x = c_m$ an der Oberfläche (nicht wie gewöhnlich der Rißtiefe c_z) dargestellt. Als Parameter dient $\beta = c_z / c_x$. Nach Bild 2.12a stellt sich das Verhältnis $c_z / c_x \approx 0,7 \dots 0,8$ selbst ein, da $Y(\phi) \approx konst.$ sein muß. Bei $c_m / h = 0,2$ und $c_z / c_x \approx 0,7$ ist $Y_{max} = 1,03$.

Wird $Y = Y_{max} = 1,03$ in Gl.(2.47a) oder Gl.(2.48) eingesetzt, werden aber immer noch im Vergleich zur Gl.(2.47b) nach Lawn, welche mit genormten Methoden kalibriert wurde, um 8 % bzw. 11 % zu große Werte bestimmt. Außerdem wird das Verhältnis $c_m / c_0 = 2,52$ in der Praxis nicht erreicht /38, 39/.

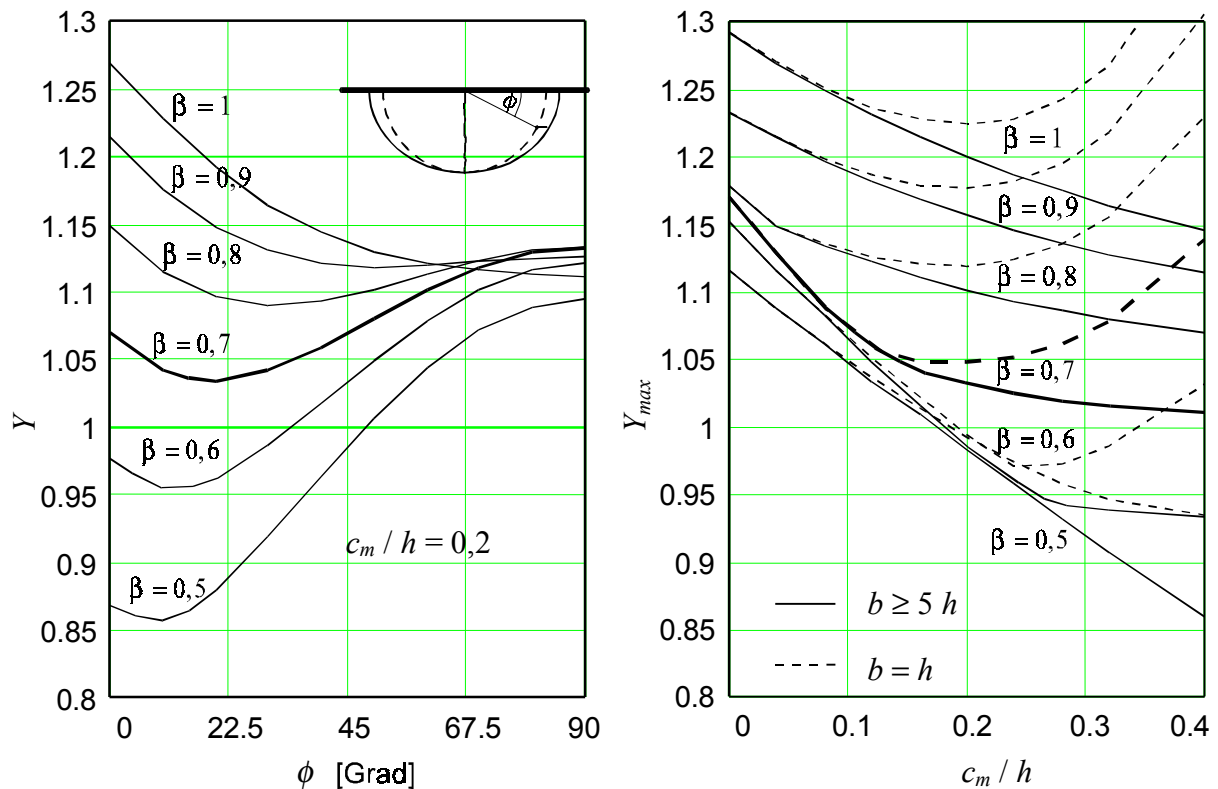


Bild 2.12: Geometriefaktor Y bei Biegung, MATHCAD -Berechnung nach /40/ (b...Probenbreite, h...Probenhöhe)

Eine stärkere Abnahme des Eigenspannungsanteils der Spannungsintensität als in Gl.(2.47a) oder Gl.(2.48) berücksichtigt, wird durch eine Erhöhung der Nachgiebigkeit (Compliance) der elastischen Matrix infolge des stabilen Rißwachstums von c_0 nach c_m (ausgedrückt durch F_{Compl}) und durch die Kerbaufweitung erzeugt.

Wird F_{Compl} nach Gl.(2.39) berücksichtigt, erfolgt der Bruch bei:

$$K_{Ic} = \chi_r F_I c_m^{-1,5} F_{Compl} + Y \hat{\sigma}_a c_m^{1/2} \quad (2.49a)$$

unter der Randbedingung:

$$\frac{d\sigma_a}{dc} = 0 = -\frac{1}{2} K_{Ic} c_m^{1/2} + \chi_r F_I \frac{2c_m + X(2c_m - b)}{c_m^2 [1 + X(1 - b/c_m)]^2} \quad (2.49b)$$

c_m und K_{Ic} können durch Iterationsverfahren aus den Gl.(2.49) errechnet werden, was eine Ermittlung des K_{Ic} -Wertes ohne Messung von c_m in Analogie zu Gl.(2.47b) erlaubt. Bei Computeranwendung fällt der rechnerische Aufwand aber kaum ins Gewicht, außerdem ist das Gleichungssystem jetzt besser physikalisch begründet.

Der Faktor $\chi_r F_{Compl}$ bewirkt eine Verringerung des Eigenspannungsanteils mit größerer Indenterkraft F_I bzw. größerem c_0/a -Verhältnis. Außerdem ist das Verhältnis c_0/c_m nun nicht mehr konstant und beträgt in Abhängigkeit von der Compliance 2,0...2,3. Zumindest tendenziell finden diese Abweichungen vom Lawn-Modell experimentelle Bestätigung in /38, 39/.

Kritisch anzumerken ist, daß F_{CompI} für einen Halbraum hergeleitet wurde. Bei Konstruktionskeramik mit $H/E = 0,04...0,07$ und üblichen Initialdefekten $c_0/a = 2...5$ bleibt der K_{Ic} –Wert nach Gl. (2.49) gegenüber der Gl. (2.47b) von Lawn annähernd konstant nur 2,5 % größer. Wie Experimente bestätigen, ist die Abhängigkeit des K_{Ic} -Wertes nach Lawn vom c_0/a –Verhältnis aber größer als durch werkstoffspezifische Effekte (z.B. R-Kurvenverhalten) begründet werden kann /41, 42/.

Daher besteht noch Entwicklungsbedarf für eine Compliancefunktion der eigenspannungsbehafteten Diagonalrisse in Abhängigkeit von den Querschnittsabmessungen der Probe, die in Gl. (2.49) einfließen sollte. Diese Funktion könnte auf der Basis von FEM-Berechnungen gewonnen werden, was hier nicht weiter ausgeführt wird, da es den Umfang dieser Arbeit sprengen würde.

Davon unabhängig kann die halb elliptische Rißgeometrie bei gegebenen Querschnittsabmessungen nach den Berechnungen von Newman und Raju als Korrekturfaktor in Gl.(2.47b) einfließen:

$$F_{NewRaju} = \frac{Y_{\max}(\beta = 0,7, b, h)}{1,15} \quad (2.50)$$

Gefügebedingte Eigenspannungen

Neben applizierten Spannungen können auch im Werkstoff vorhandene Eigenspannungen die Rißlängen am Indentereindruck beeinflussen. Analog zu Gl.(2.44) ist dann:

$$(K_{Ic})_0 = (K_{Ic})_E + YZ\sigma_E \sqrt{c_E} \quad (2.51)$$

- $(K_{Ic})_0$ Spannungsintensität im eigenspannungsfreien Festkörper
- $(K_{Ic})_E$ Spannungsintensität im eigenspannungsbehafteten Festkörper
- Z Korrekturfunktion für Spannungsgradient in z-Richtung
- c_E halbe Rißlänge im spannungsbehafteten Festkörper

Bei Annahme von Halbkreisrissen und unter Weglassung aller Korrekturfaktoren ist /43/:

$$(F_I c^{-3/2})_0 = (F_I c^{-3/2})_E + \frac{2}{\sqrt{\pi}} \frac{Z\sigma_E \sqrt{c_E}}{\chi_r} \quad (2.52)$$

χ_r kann nach Gl.(2.29) ersetzt werden und in der Form:

$$(F_I c^{-3/2})_E = (F_I c^{-3/2})_0 - (F_I c^{-3/2})_0 \frac{2Z\sigma_E \sqrt{c_E}}{\sqrt{\pi} K_{Ic}} \quad (2.53)$$

könnte aus dem Anstieg der linearen Funktion $(F_I c^{-3/2})_E = f \sqrt{c_E}$ bei Kenntnis von K_{Ic} die Spannung σ_E errechnet werden. Um die Verwendung von K_{Ic} -Werten anderer Methoden zu vermeiden, bietet sich die Ermittlung eines “spannungsfreien” Wertes aus dem Ordinatenabschnitt $(F_I c^{-3/2})_0$ nach Gl.(2.29) an.

Die Genauigkeit dieser Methode ließe sich wohl mit der Korrekturfunktion $F_{Halbellip}$ nach Gl.(2.43) verbessern, jedoch ist häufig der Gradient der Eigenspannungen in Tiefenrichtung entlang der Rißtiefe c_E nicht zu vernachlässigen, so daß nicht mit der Vereinfachung $Z(c_E) = 1$

gerechnet werden sollte. Die experimentellen Ergebnisse unter Verwendung der Beziehung (2.53) sind daher in vielen Fällen auch sehr widersprüchlich.

Eine relative Aussage im Vergleich zu Referenzoberflächen oder -koordinaten x bzw. y ist aber experimentell bewährt, wenn auf den zu vergleichenden Oberflächen oder in Richtung der zu vergleichenden Koordinaten mit annähernd gleichen Prüfkraften gearbeitet wird und der Gradient der Eigenspannungen über der Rißtiefe annähernd 0 ist:

$$\sigma_E = \left(1 - \frac{(F_I c^{-3/2})_E}{(F_I c^{-3/2})_0} \right) \frac{K_{Ic}}{YZ \sqrt{c_E}} \quad \text{mit } Y = 2 / \sqrt{\pi} ; Z \approx 1 . \quad (2.54)$$

2.3.1.5 Langsames Rißwachstum und Eigenspannungen

Das bekannte langsame Rißwachstum in keramischen Werkstoffen, hervorgerufen durch einen Korrosionsmechanismus unter Teilnahme von Wasserdampf, führt auch an den Diagonalrißspitzen des Indentereindrucks zur Rißverlängerung mit der Momentangeschwindigkeit v :

$$v = AK_I^n \quad (2.55a)$$

und nach Normierung mit K_{Ic} zu:

$$v = v_0 \left(\frac{K_I}{K_{Ic}} \right)^n \quad (2.55b)$$

A, n Rißwachstumsparameter

Zusammen mit Gl.(2.49a) und Gl.(2.39) läßt sich eine rekursive Bildungsvorschrift für eine Folge von Δc_i entwickeln, welche eine numerische Berechnung der Rißverlängerung ermöglicht:

$$\Delta c_{i+1} = A \left[\chi F(c_0 + \Delta c_i)^{-3/2} \frac{1}{1 + \left[X \left(1 - \frac{b}{c_0 + \Delta c_i} \right) \right]} + Y \sigma_a (c_0 + \Delta c_i)^{1/2} \right]^n \Delta t_i + \Delta c_i . \quad (2.56)$$

mit $(\Delta c_{i+1} - \Delta c_i) \rightarrow 0$.

Eine explizite Angabe der Rißverlängerung ist nur für relativ kurze Zeiten (bis 1000s) ohne äußere Spannung σ_a nach der Entlastung bekannt /44/:

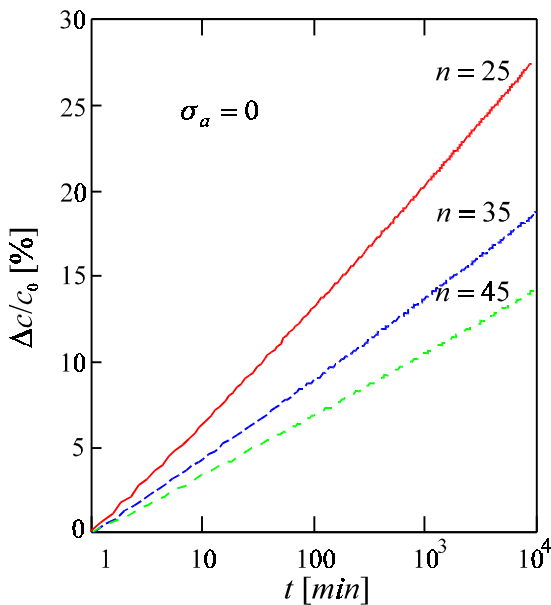
$$\log(c / c_0) = C \log t - C \log(Cc_0 / v_0) \quad , \quad (2.57)$$

worin C definiert ist mit: $C = 2/(3n + 2)$.

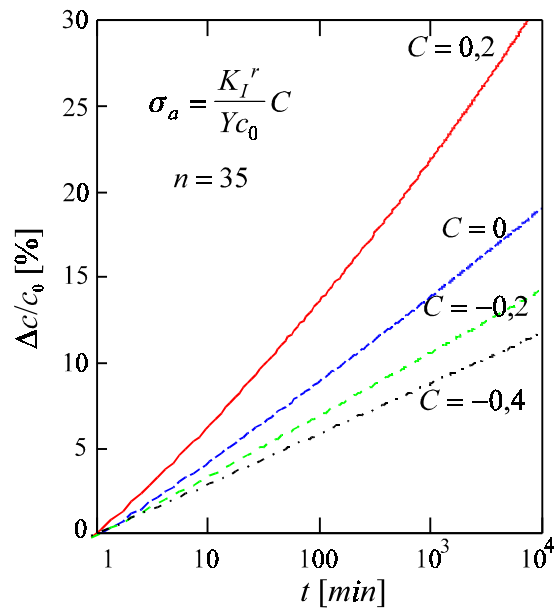
Die Randbedingung lautet für diese Gl.: $(3n + 2) \frac{v_0 t}{2c_0} \gg 1$.

Deshalb wurde eine numerische Berechnung nach Gl.(2.56) durchgeführt. Erwartungsgemäß verringert sich die relative Rißverlängerung mit größerem n (Bild 2.13a). Druckspannungen verringern die Neigung zum langsamen Rißwachstum, wobei zu unterscheiden ist, ob der

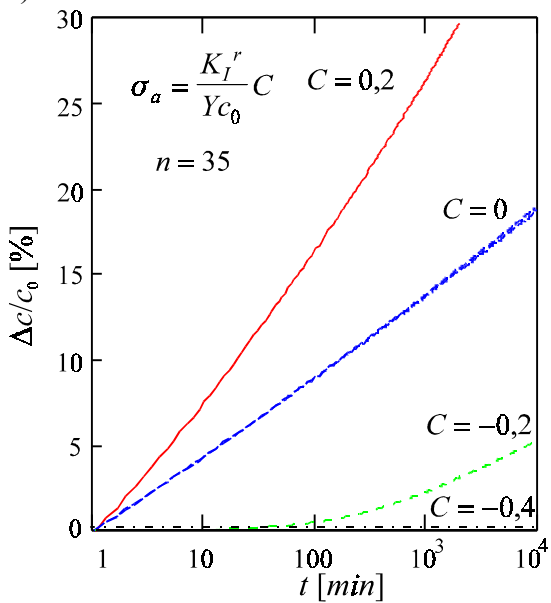
Eindruck in eine druckspannungsbehaftete Oberfläche eingebracht wurde (Bild 2.13b), oder ob eine Spannungsbeaufschlagung nach der Eindruckeinbringung erfolgte (Bild 2.13c). Die numerisch berechneten Verläufe stimmen mit Meßwerten von White /45/ an Galliumarsenid und von Salomonson /46/ an Glas gut überein, liefern aber nach eigenen Erfahrungen z.B. für Al_2O_3 , SSiC und SSN zu große Rißverlängerungen.



a)



b)



c)

Bild 2.13: Langsames Rißwachstum am Indentereindruck (relative Rißverlängerung) in guter Näherung für:
 $H/E = 0,04 \dots 0,07$ und $c/a = 2,5 \dots 3,5$

- a) Variation des Rißwachstumsexponenten n
- b) Eindruckeinbringung in spannungsbehafteter Oberfläche
- c) Spannungsbeaufschlagung nach der Eindruckeinbringung

2.3.1.6 R-Kurvenverhalten

Die bei keramischen Werkstoffen vorhandene Mikrorißzone vor der Rißspitze bestimmt den Startwert des Rißwiderstands R_0 und ΔR beschreibt die Effekte der Rißflankenwechselwirkung:

$$R = R_0 + \Delta R \quad (2.58)$$

Der Rißwiderstand $R = R(c)$ kann direkt aus der verbrauchten elastischen Energie dU und dem Rißflächenzuwachs dA :

$$R = G = \frac{dU}{dA} , \quad (2.59)$$

oder aus dem Spannungsintensitätsfaktor bei der Rißlänge c berechnet werden:

$$R = \frac{K_I^2}{E} (1 - \nu^2) \quad \text{mit } K_I = K_I(c_i) . \quad (2.60)$$

Die Berechnung aus der experimentell ermittelten Compliance C_{exp} :

$$R = \frac{F^2}{2b} \frac{dC_{exp}}{dc} \quad (2.61)$$

(b Probenbreite, F Kraft)

ist für Oberflächenrisse wegen der zu kleinen Complianceänderung zu ungenau.

Die Gl. (2.29) und (2.44) von Lawn u.a. zur Berechnung der Spannungsintensität, einschließlich der darin enthaltenen Idealisierungen (χ_r und Y sind Konstanten, Einzelkraftangriff F_r , sowie Halbkreisrißform) wurden in einer Reihe von Veröffentlichungen zur Bestimmung der Rißwiderstandskurve benutzt, wobei zur Rißlängenvariation eine Indenterkraftvariation diente.

Anwendung fanden:

- die direkte Rißlängenmessung am Eindruck nach Gl.(2.29) /47/,
- die Messung der größten Rißlänge an einem Dummy-Eindruck nach dem Biegebruchversuch nach Gl.(2.44) /47, 48/,
- die Festigkeitsmessung indenterter Proben ohne direkte Rißlängenmessung unter Berücksichtigung der Indenterkraft /47, 49, 50/.

Es existieren nun aber mehrere Gründe, weshalb eine R-Kurve, die bei steigenden Indenterkräften gewonnen wurde, kritisch zu bewerten ist:

- Der indenterkraftabhängige Rißformwandel vom Palmquistriß zum Radialmittenriß bewirkt scheinbar ansteigende K_I -Werte, wenn $F_I \sim c^{-3/2}$ vorausgesetzt wird.
- Eine Vergrößerung der Indenterkraft kann zu zusätzlichen Rissen (insbes. Lateralrissen) führen, welche die Diagonalrisse entlasten. Die Verringerung von χ wird in Gl.(2.44) nicht berücksichtigt.
- Zusätzliche Risse wirken energiedissipativ, was ebenfalls einen Anstieg der experimentellen K_I -Werte bewirkt.

Bei stabilen Rißausbreitungsexperimenten im Biegeversuch an indentierten Proben wurde bisher noch nicht zweifelsfrei R-Kurvenverhalten festgestellt. Insbesondere im Bereich $c/a \leq 2$ können Rißformänderungen stattfinden, die R-Kurvenverhalten vortäuschen /38, S. 89/.

Wegen dieser Unsicherheiten wurde im experimentellen Teil dieser Arbeit darauf verzichtet, R-Kurvenverhalten zu untersuchen und es wurden Werkstoffe ohne signifikanten R-Kurvenanstieg /32/ ausgewählt.

2.3.2 Ritzversuch

2.3.2.1 Ritzen über eine rechtwinklige Kante

Der Ritztest erzeugt auf der Oberfläche eine komplexe Schädigung. Hierzu gehören /51/:

- Ausbildung einer Ritzspur durch plastische Verformung,
- mögliche Rißbildung an den Spurrändern, im Spurrund bzw. in der Umgebung der Spur, die zu muschelförmigen Ausbrüchen führen kann.

Der häufig bei Schichtwerkstoffen angewandte Test erzeugt Ergebnisse, die nicht nur von den Werkstoffeigenschaften der Schicht und der Haftung auf dem Substrat, sondern auch von Geometriegrößen wie Oberflächenrauheit und der Schichtdicke abhängen. Während an dünnen, harten (relativ zum Substrat) und glatten Schichten (z.B. TiN-Schichten) die bruchmechanische Beurteilung der Ergebnisse noch relativ einfach ist, wächst bei dicken Schichten oder monolithischen Festkörpern die Komplexität der Einflußgrößen stark an.

Eine einfachere Auswertung ermöglicht eine Indenterlast in der Nähe einer rechtwinkligen Kante, wenn es hierbei gelingt, annähernd gleiche Splitterformen zu erzeugen. Bekannt ist das Ritzen gegen die Kante mit einer Vickerspyramide /52, 53/ oder das Eindrücken eines Rockwellkegels /54, 55, 56/ in der Nähe der Kante. Bei diesen Verfahren verbessert sich die schwierige Ausmessung kontrastarmer Rißlängen, weil der Diagonalriß in Form eines Ausbruchs freigelegt wird.

Den Ausbruch, der entsteht, wenn eine Vickersindenter bis an eine rechtwinklige Probenkante geführt wird, zeigt Bild 2.14. Zweckmäßig werden die Normalkraft F_N und die Geschwindigkeit v konstant gehalten.

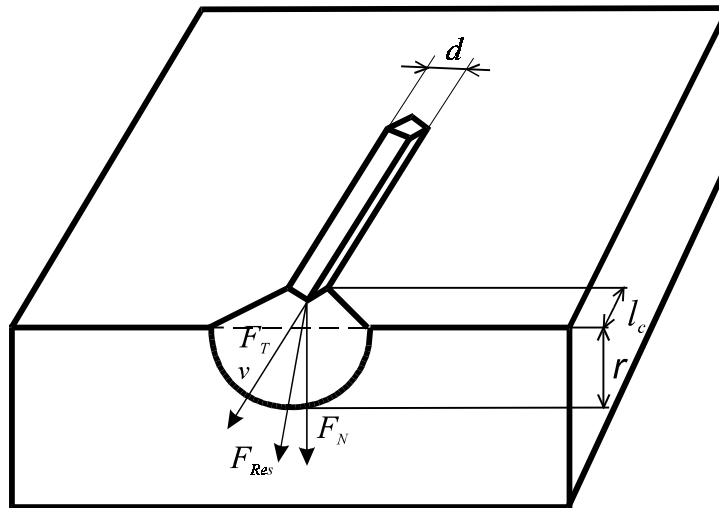


Bild 2.14: Schematische Ansicht der Ritzspur und des halbkegelförmigen Ausbruchs

2.3.2.2 Kantenbruchverhalten als Werkstoffeigenschaft

Von Beltzung, Lopez u.a. /52,53 / wurden Kurven mit $F \sim l_c^{-3/2}$ gemessen und daher eine empirische Beziehung zur Ermittlung der Bruchzähigkeit K_{Ic} angegeben:

$$K_{Ic} = C_1 F_N l_c^{-3/2} \quad . \quad (2.62)$$

C_1 werkstoffunabhängige Konstante

F_N Normalkraft

l_c Kegelhöhe des Ausbruchs

Außerdem läßt sich eine kritischen Schubspannung τ_c berechnen:

$$\tau_c = 2F_{Res} / S \quad . \quad (2.63)$$

F_{Res} ist die Resultierende aus F_N (Normalkraft) und F_T (Transversalkraft) in der effektiven Richtung der Halbkegeloberfläche.

Dabei ist $S/2$ die Halbkegeloberfläche mit $S = \pi r \sqrt{l_c^2 + r^2}$.

Real sind die Beanspruchungsverhältnisse des Werkstoffs an der Kante mehrachsig und daher kompliziert.

Jedoch kann das Wirken der Scherspannung τ_c und der Normalspannungen, die durch F_N und F_T erzeugt werden, durch eine Vergleichsspannung nach der Normalspannungshypothese ersetzt werden.

Unter der Annahme annähernd konstanter Reibverhältnisse ist F_T eine Funktion von F_N und der Radius r ist bei ähnlicher Form der Späne eine Funktion der Kegelhöhe l_c . Wird weiterhin die Scherspannung τ_c durch eine Vergleichsspannung σ_c ersetzt, läßt sich Gl.(2.63) umformen in:

$$\sigma_c = C_2 F_N l_c^{-2} \quad . \quad (2.64)$$

Zusätzlich kann aus den Ritzbreiten d eine Ritzhärte analog zur Vickershärte ermittelt werden:

$$H_{Ritz} = 1,8544 \frac{F_L}{d^2} \quad . \quad (2.65)$$

3. Akustische Verfahren

3.1 Oberflächenwellen an isotropen Festkörpern

Entlang von Grenzflächen können sich an Festkörpern Oberflächenwellen ausbilden. Sie werden deshalb auch als geführte Wellen bezeichnet.

Oberflächenwellen an isotropen Festkörpern gehören zu den sogenannten ebenen Wellen, weil diese Wellen eine zweidimensionale Partikelbewegung ausführen. An freien Oberflächen wird angenommen, daß sich die Partikel sowohl in Ausbreitungsrichtung der Welle parallel zur Oberfläche (longitudinaler Anteil), als auch senkrecht zu ihr (transversaler Anteil) bewegen.

Die mathematische Theorie zu Oberflächenwellen wurde erstmalig von Rayleigh (1885) beschrieben und u.a. von Auld (1985) weiterentwickelt /57/.

Es wird vereinbart, daß sich eine Rayleighwelle in Richtung der x-Koordinate ausbreitet und die negative z-Koordinate - senkrecht auf der Oberfläche- zum Innern des Festkörpers weist.

Linear elastisches Verhalten vorausgesetzt, rufen die Verschiebungsamplituden der Wellen entsprechend dem Hook'schen Gesetz Spannungen hervor. Entsprechend dem Charakter einer ebenen Welle ist $u_y = 0$ und deshalb auch $\sigma_{xy} = 0$. An der freien Oberfläche ($z = 0$) gilt zusätzlich auch: $\sigma_{xz} = \sigma_{zz} = 0$.

Unter diesen Randbedingungen gilt entsprechend dem Helmholtz-Theorem für die Teilchenverschiebung \vec{u} /58, S. 89-90/:

$$\vec{u} = (u_x, u_z) = (j\beta\phi + j\alpha_T\psi_y, j\alpha_L\phi - j\beta\psi_y) \quad . \quad (3.1 a)$$

Hierin bedeuten:

$$k_R \quad \text{Wellenzahl der Rayleighwelle:} \quad k_R = \frac{\omega}{v_R} = \frac{2\pi}{\lambda_R} \quad (3.1 b)$$

$$k_T \quad \text{Wellenzahl der Transversalwellenkomponente:} \quad k_T = \frac{\omega}{v_T} = \frac{2\pi}{\lambda_T} \quad (3.1 c)$$

$$k_L \quad \text{Wellenzahl der Longitudinalwellenkomponente:} \quad k_L = \frac{\omega}{v_L} = \frac{2\pi}{\lambda_L} \quad (3.1 d)$$

$$\phi \quad \text{Skalarpotential:} \quad \phi = \phi_0 e^{j\beta x - j\alpha_L z} \quad (3.1 e)$$

$$\psi_y \quad \text{Vektorpotential:} \quad \psi_y = \psi_0 e^{j\beta x - j\alpha_T z} \quad (3.1 f)$$

$$a_L \quad \text{imagin. Longitudinalwellenkomponente:} \quad \alpha_L = \sqrt{k_L^2 - k_R^2} \quad (3.1 g)$$

$$a_T \quad \text{imagin. Transversalwellenkomponente:} \quad \alpha_T = \sqrt{k_T^2 - k_R^2} \quad . \quad (3.1 h)$$

Zwischen den Potentialen besteht an der Oberfläche ($z = 0$) der Zusammenhang:

$$\phi_0 = \frac{-2k_R \alpha_T \psi_0}{-\alpha_T^2 + k_R^2} \quad (3.1 \text{ i}) \quad \text{und} \quad \psi_0 = \frac{2k_R \alpha_L \phi_0}{-\alpha_T^2 + k_R^2} \quad (3.1 \text{ j})$$

Werden die Gl. (3.1 i) und Gl. (3.1 j) ineinander eingesetzt, wird nach /59/:

$$X^3 - 8X^2 + 8(3-2Y)X - 16(1-Y) = 0 \quad (3.2)$$

wobei: $X = (v_R/v_T)^2$ und $Y = (v_S/v_T)^2$ ist.

Mit Gl. (3.2) läßt sich zeigen, daß die Rayleighwelle damit stets etwas langsamer als die Transversalwelle ist.

In guter Näherung der Gl. (3.2) ist nach Bergmann /60/:

$$v_R = \frac{0,87 + 1,12\nu}{1 + \nu} v_T \quad , \quad \text{mit: } v_T = \sqrt{\frac{E}{2\rho(1+\nu)}} \quad (3.3)$$

Die hervorgerufenen Dehnungen bzw. Spannungen in Abhängigkeit der Tiefe $-z$ haben den gleichen Verlauf, wobei die Amplitude der Schubspannungskomponente bei $\nu = 0,2$ ca. $\frac{1}{4}$ größer ist als die der Normalspannungskomponente (Bild 3.1):

$$\sigma_{zz} = c_{44} \phi_0 (k_R^2 - \alpha_T^2) (e^{-j\alpha_T z} - e^{-j\alpha_L z}) \quad (3.4 \text{ a})$$

$$\sigma_{xz} = 2c_{44} k_R \alpha_L \phi_0 (e^{-j\alpha_T z} - e^{-j\alpha_L z}) \quad (3.4 \text{ b})$$

($c_{44} = \mu =$ Lamésche Konstante)

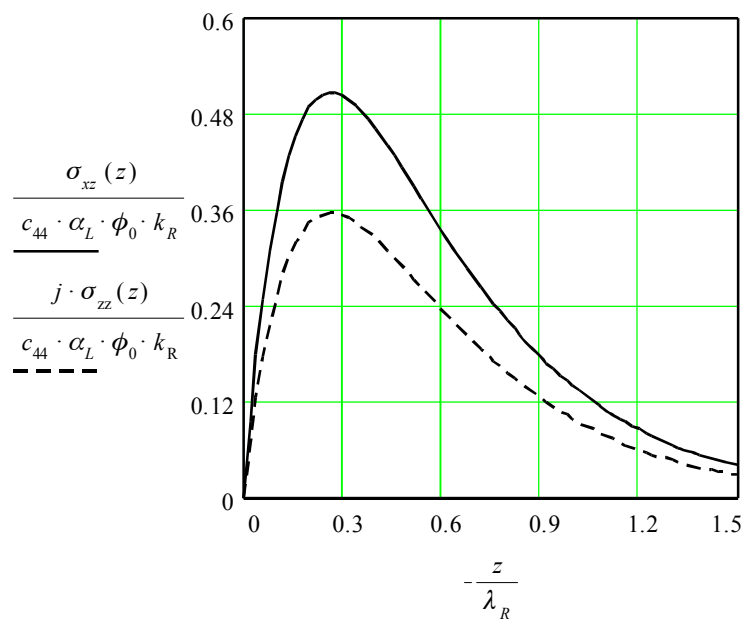


Bild 3.1: Normierte Dehnungen bei einer Rayleighwelle ($\nu = 0,2$)

Demzufolge existiert für beide Komponenten eine gemeinsame Tiefe der maximalen Spannungen /58, S. 91/:

$$z(\sigma_{max}) = \frac{-j \ln(\alpha_L / \alpha_T)}{\alpha_L - \alpha_T} \quad (3.5)$$

und eine gemeinsame charakteristische Eindringtiefe der Rayleighwelle z_c , die als z-Koordinate des Schwerpunkts der Fläche über der z-Achse verstanden werden kann, die durch den Spannungsverlauf $\sigma_{xz}(z)$ oder $\sigma_{zz}(z)$ begrenzt wird /58, S. 92/:

$$z_c = j \frac{\alpha_L + \alpha_T}{\alpha_L \alpha_T} \quad (3.6)$$

Die Rayleighwellenparameter, welche die Eindringtiefe beschreiben, zeigen nur eine geringe Abhängigkeit von der Poisson-Konstanten. Bei üblichen Poisson-Konstanten von Keramik $\nu = 0,16 \dots 0,32$ betragen die Größen $z(\sigma_{max}) / \lambda = 0,26 \dots 0,27$ und $z_c / \lambda = 0,58 \dots 0,61$.

3.2 Oberflächenwellendispersion

Schichten mit Gradienten der elastischen Konstanten führen zu Dispersion von Oberflächenwellen, d.h. die Schallgeschwindigkeiten variieren mit der Frequenz.

Läuft nun eine Rayleighwelle auf einer solchen Oberfläche entlang, die durch Impulsanregung entstanden ist, wächst die Impulsbreite der Welle mit ihrem Laufweg. Die frequenzabhängige Phasendifferenz $[\varphi_1(\omega) - \varphi_2(\omega)]$ der Oberflächenverschiebungen $u_1(t) = u_{z1}(t, x = x_1, z = 0)$ und $u_2(t) = u_{z2}(t + \tau, x = x_2, z = 0)$, die von einer die Orte x_1 und x_2 durchlaufenden Welle erzeugt wird, kann aus der Fouriertransformierten $K_{21}(\omega)$ der Kreuzkorrelationsfunktion $k_{21}(\tau)$ dieser Signale bestimmt werden /61, 62/:

$$k_{21}(\tau) = \lim_{T \rightarrow \infty} \frac{1}{2T} \int_{-T}^{+T} u_1(t) u_2(t + \tau) dt \quad (3.7)$$

$$K_{21}(\omega) = \int_{-\infty}^{\infty} k_{21}(\tau) e^{-j\omega\tau} d\tau \quad (3.8)$$

Die Fouriertransformierte $K_{21}(\omega)$ kann aus der Multiplikation der Amplituden- und Phasenspektren der Signale berechnet werden:

$$K_{21}(\omega) = U_1(\omega) \cdot \overline{U_2(\omega)} = |U_1(\omega)| |U_2(\omega)| e^{j[\varphi_1(\omega) - \varphi_2(\omega)]} \quad (3.9)$$

Hierbei stellt $\overline{U_2(\omega)}$ die Konjugierte der komplexen Funktion $U_2(\omega)$ dar.

Die frequenzabhängige Phasenverschiebung ergibt sich aus:

$$[\varphi_1(\omega) - \varphi_2(\omega)] = \arctan \left(\frac{\text{Im}(K_{21}(\omega))}{\text{Re}(K_{21}(\omega))} \right) + n2\pi \quad n = 1, 2, 3, \dots \quad (3.10)$$

Die frequenzabhängige Rayleighwellengeschwindigkeit ist dann mit den Gl. (3.9) und (3.10):

$$v_R(\omega) = \frac{(x_2 - x_1) \cdot \omega}{\varphi_1(\omega) - \varphi_2(\omega)} \quad (3.11)$$

3.3 Akustomikroskopie

3.3.1 Auflösung und Bildgebung

Die akustische Mikroskopie ermöglicht die Abbildung von elastischen Eigenschaften im oberflächennahen Bereich mittels Ultraschallwellen.

Als Schallsender und -empfänger dient eine Linse, die den Schallstrahl möglichst exakt axial fokussiert, von der Probenoberfläche reflektierte Wellen empfängt und auf ihre Rückseite leitet, an der ein piezoelektrischer Wandler angebracht ist.

Die Linse besteht gewöhnlich aus Saphir, deren Mittelachse parallel zur c-Achse des Kristalls liegt. Die Kalotte ist mit einer $\lambda/4$ -Schicht zur Impedanzanpassung überzogen, wobei häufig Borosilikatglas verwendet wird, welches einen mittleren Impedanzwert zwischen Saphir und Wasser besitzt.

Die Auflösung eines konfokalen Mikroskops ergibt sich aus /63/:

$$w = \frac{\lambda_R}{2N.A.} \quad (3.12)$$

Die numerische Apertur $N.A.$ eines Akustomikroskops ist entsprechend Bild 3.3 /58, S.14/:

$$N.A. = \sin \theta_0 \quad (3.13)$$

(θ_0 ...Aperturwinkel)

Die Trigonometrie nach Bild 3.3 a ergibt den Einfallswinkel zur Probenoberfläche θ :

$$\theta = \theta_{Li} - \arcsin(n \sin \theta_{Li}) \quad (3.14)$$

mit: $n = \frac{v_{Fl}}{v_{LLi}} \quad (3.15)$

v_{Fl} ... Schallgeschwindigkeit des Koppelmittels

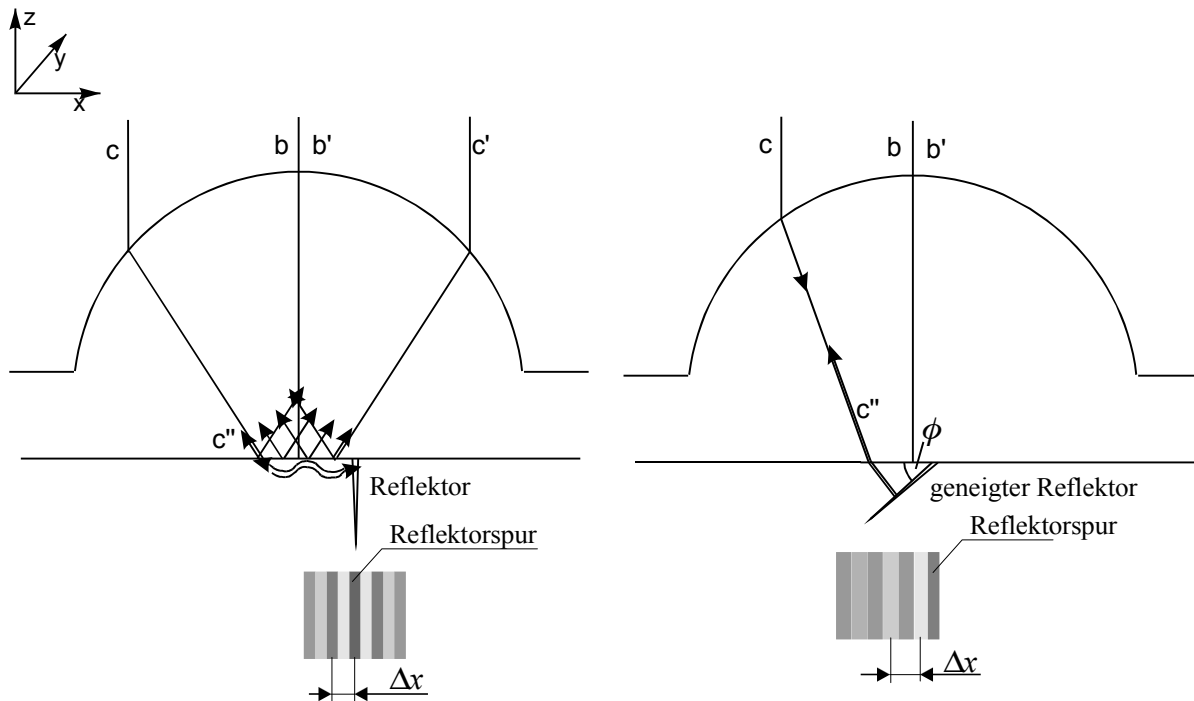
v_{LLi} ... Longitudinalwellengeschwindigkeit parallel zur Linsenachse

Gl.(3.14) gilt natürlich auch für die Grenzwerte $\theta = \theta_0$ und $\theta_{Li} = \theta_{Li0}$. Bei $n \rightarrow 0$ wird $\theta_0 \rightarrow \theta_{Li0}$ so daß mit einer niedrigen relativen Brechzahl $n = n_{Linse/Flüssigkeit}$ und einer halbkugelförmigen Kalotte ($\theta_{Li0} = 90^\circ$) eine Apertur nahe 1 erreicht werden kann. Ist z.B. der halbe Öffnungswinkel der Linse 60° , ergibt sich mit $n = n_{Wasser}/n_{Saphir} \approx 0,134$ nach Gl. (3.18) ein Aperturwinkel $\theta_0 \approx 53^\circ$ und nach Gl.(3.13) eine Apertur $N.A. \approx 0,8$. Damit liegt die Auflösung des Akustomikroskops nach Gl.(3.12) im Bereich der Rayleighwellenlänge.

Eine alternative Betrachtungsweise zur Auflösung bieten die Mechanismen des Interferenzkontrasts. Bei Defokussierung entstehen periodische Interferenzen zwischen den zentral und schräg von der Linse einfallenden Strahlen, wenn die Linse relativ zur Objektoberfläche in x- Richtung bewegt wird (Bild 3.2).

Nach Bild 3.2 a werden unter dem Rayleighwinkel Leakywellen (c) auf der Probenoberfläche angeregt, die an einem Hindernis reflektiert werden und die zurücklaufend unter dem Rayleighwinkel wieder in das Fluid abstrahlen. Von den am Hindernis reflektierten Leakywellen gelangen nur die Wellen (c'') zum Wandler des Objektivs zurück. Nach Bild 3.1 b erreichen die gebrochenen Longitudinalwellen (c), welche annähernd senkrecht auf die RiBoberfläche treffen, als Wellen (c'') den Wandler. Die Wellen (c'') interferieren periodisch mit $\lambda_R/2$ nach Bild 3.2 a und mit $\lambda_L/2$ nach Bild 3.2 b in der Veränderung ihrer Laufwegdifferenz mit dem Zentralbündel (b'), wenn das Objektiv lateral zum Objekt (in x- Richtung) bewegt wird.

Aus Bild 3.2 wird deutlich, daß die Auflösung auch vom Mechanismus und den vorliegenden Bedingungen des Interferenzkontrast abhängt, während Gl.(3.12) eher ein pauschales Ergebnis liefert.



a) $\Delta x = v_R / 2f$ Gl.(3.16) b) $\Delta x = v_L / 2f \sin \phi$ Gl.(3.17)

Bild 3.2: Interferenzkontrastentstehung (schematisch) an ebenen Oberflächeninhomogenitäten (z.B. Rissen, Korngrenzen) nach a) Yamanaka (1982) /64/ und b) Ilett (1984) /65/

Der Öffnungsfehler W (sphärische Aberration), der durch unterschiedliche Fokusabstände bei inneren und äußeren Teilen der Linse entsteht, beeinflusst bei Verwendung von Wasser die Bildqualität des Akustomikroskops nur geringfügig. Bei $n = 0,134$ für Wasser und bei 1 GHz ist die Aberration $W \approx 0,1 \mu\text{m}$ /58, S. 16/.

Der Fokusabstand wird daher in der Literatur häufig als Konstante angegeben. Diese Vereinfachung führte aber bei Berechnungen in dieser Arbeit zu unerwünschten Effekten. Daher wurde der exakte Fokusabstand nach Bild 3.3 hergeleitet zu:

$$q = r_0 \left(\frac{n \sin \theta_{Li}}{\sin(\theta_{Li} - \arcsin(n \sin \theta_{Li}))} + 1 \right) \approx \frac{r_0}{1-n} \quad (3.18)$$

Außerdem wird die akustische Bildqualität durch das elektronische Rauschen von Wandler-elementen und Verstärkerstufen beeinflusst. Wegen der großen Impedanzunterschiede von Saphir mit $Z_{Saphir} = 44,3 \cdot 10^6 \text{ kg}\cdot\text{m/s}^2$ und $Z_{Wasser} = 1,5 \cdot 10^6 \text{ kg}\cdot\text{m/s}^2$ würde sich ein Durchlaßfaktor von -18 dB ergeben. Mit der $\lambda/4$ -Anpaßschicht aus Borosilikatglas läßt sich der Durchlaßfaktor auf -6 dB erhöhen. Bei einer Signalwandlung elektrisch/akustisch und zurück entstehen Verluste von ca. -20 dB. Da ein Teil der Wellen nicht in die Linse fällt, entstehen weitere -10 dB und außerdem kommen -10 dB durch Defokussierung und Reflexionsverluste an der Probe zustande. Die größte Schwächung entsteht durch das häufig verwendete Koppelmedium Wasser. Bei einem Richtwert von ca. -35 dB (1 GHz bei Raumtemperatur) würde einer erreichbaren Dynamik des Systems von ca. 114 dB der gerade ausreichende Signal-Rauschabstand von 33 dB für die Bildgebung zur Verfügung stehen.

Die Schwächung im Koppelmedium ist das größte Hindernis für eine Frequenzerhöhung, um die Auflösung des Mikroskops zu steigern, da sie quadratisch mit der Frequenz zunimmt. Linsenkonstruktionen für höhere Frequenzen besitzen daher einen geringeren Fokusabstand. In Wasser ist die temperaturabhängige Schwächung bei 22°C $0,191 \text{ dB } \mu\text{m}^{-1} \text{ GHz}^{-2}$ und bei 60°C $0,086 \text{ dB } \mu\text{m}^{-1} \text{ GHz}^{-2}$. Daher wird die Linse bei hohen Frequenzen ($\geq 1 \text{ GHz}$) beheizt. Geringere Schwächungen sind z.B. mit flüssigem Helium erreichbar [63].

3.3.2 V(z)- Mechanismus und Rayleighwellengeschwindigkeit

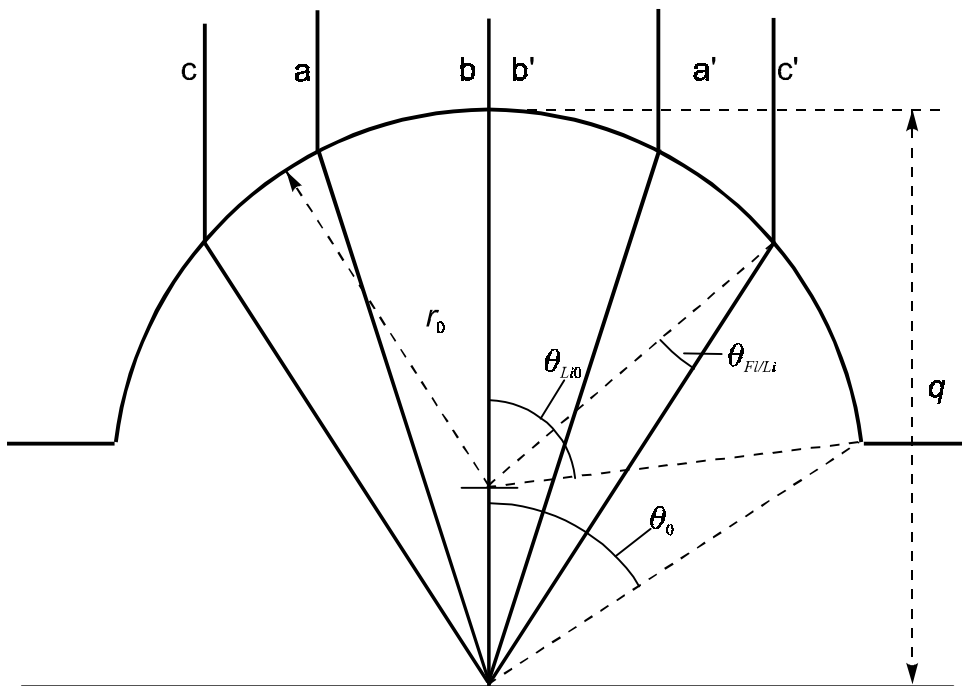
Wenn die akustische Linse die Schallwellen auf der Probenoberfläche fokussiert (Bild 3.3a), ist der Anteil der angeregten Rayleighwellen minimal. Es werden nur die im Fokus reflektierten Longitudinalwellen empfangen. Mit zunehmender Defokussierung ($z \leq 0$) wächst der Anteil der Rayleighwellen, die unter dem Einfallswinkel θ_R angeregt werden (einfallende Strahlen (c) in Bild 3.3b). Nach dem Snellius'schen Brechungsgesetz erfolgt dies bei einem Brechungswinkel von 90°:

$$\sin \theta = \sin \theta_R = \frac{v_{Fl}}{v_R} \quad (3.19)$$

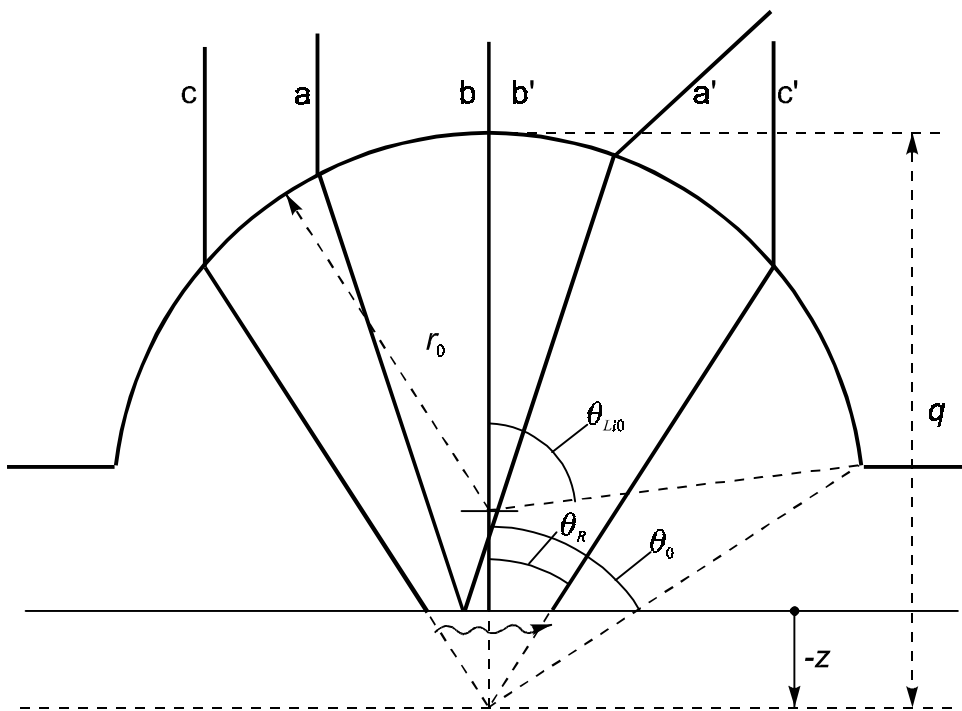
Die Rayleighwellen strahlen Longitudinalwellen (c') in das Fluid ab (dann auch als Leakywelle bezeichnet), die über die Linse zum Wandler gelangen. Die Strahlen (a') außerhalb des Rayleighkreises gelangen dagegen nicht zum Wandler.

Der reflektierte Zentralstrahl (b') und die reflektierten Strahlen (c') erzeugen sich überlagernde Wandlersignale. In der Fokusposition bei $z = 0$ hat das resultierende Wandlersignal bzw. Videosignal ein Maximum. Wird die Linse der Probenoberfläche weiter angenähert (z wird negativer), kann das Videosignal als sogenannte V(z) - Kurve aufgezeichnet werden.

Die V(z)- Kurve entsteht durch Änderung der Phasenunterschiede der am Wandler eintreffenden Wellen, welche sich aus den Wellen der Zentralstrahlen und jenen Wellen, die unter dem Rayleighwinkel θ_R reflektiert werden, zusammensetzen.



a) Fokussierung ($z = 0$)



b) Defokussierung $z < 0$

Bild 3.3: Strahlenmodell der akustischen Linse

Bei einer Defokussierung $z < 0$ verkürzt sich im Koppelmittel die Länge der Zentralstrahlen um $2z$ und die Länge der Strahlen des Rayleighkreises um $2z/\cos\theta_R$. Die Weglänge der Rayleighwellen auf der Probenoberfläche beträgt $2z \tan\theta_R$, was einem Phasenwinkel von $-2z \tan\theta_R k_R$ ($z < 0$) entspricht.

Die Wellenzahlen verhalten sich umgekehrt proportional zu den Wellenlängen oder Geschwindigkeiten, so daß nach dem Snellius'schen Brechungsgesetz (Gl.(3.19)) gilt:

$$k_R = k_{Fl} \sin \theta_R \quad . \quad (3.20)$$

k_{Fl} Wellenzahl des Koppelmittels

k_R Wellenzahl der Rayleighwelle an der Probenoberfläche

Die Abstrahlung von Longitudinalwellen durch die Leakywelle bewirkt einen Phasensprung von $-\pi$. Insgesamt beträgt der Phasenunterschied der Wellen des Zentralstrahls zu den Wellen des Rayleighkreises dann:

$$\begin{aligned} \Delta\phi &= -(2z - 2z \sec \theta_R + 2z \tan \theta_R \sin \theta_R) k_{Fl} + \pi \quad , z < 0 \\ \Delta\phi &= -2k_{Fl} z (1 - \cos \theta_R) + \pi \end{aligned} \quad . \quad (3.21)$$

Wegen des Phasensprungs der durch die Leakywelle abgestrahlten Longitudinalwellen treten die Maxima der $V(z)$ - Kurve dann auf, wenn $\Delta\phi$ ein ungeradzahliges Vielfaches von π ist. Der Abstand dieser Maxima Δz (Periode der $V(z)$ - Kurve) ist unter Berücksichtigung von $k_{Fl} = 2\pi / \lambda_{Fl}$:

$$\Delta z = \frac{\lambda_{Fl}}{2(1 - \cos \theta_R)} = \frac{v_{Fl}}{2f \{1 - \cos[\arcsin(v_{Fl} / v_R)]\}} \quad . \quad (3.22)$$

Die Rayleighwellengeschwindigkeit v_R läßt sich nun berechnen mit:

$$v_R = \frac{v_{Fl}}{\sin \left[\arccos \left(1 - \frac{v_{Fl}}{2f \Delta z} \right) \right]} = \frac{v_{Fl}}{\sqrt{1 - \left(1 - \frac{v_{Fl}}{2f \Delta z} \right)^2}} \quad . \quad (3.23)$$

Häufig gestattet aber die akustische Linse bei Werkstoffen hoher Schallgeschwindigkeit wie Keramik nicht die Defokussierung bis zum zweiten Interferenzmaximum, da vorher die technische Defokussierungsgrenze q_F (Bild 4.7) erreicht wird.

Die technische Defokussierungsgrenze q_F der Linse nach Bild 4.7 (entspricht einem Arbeitsabstand bei $z = 0$) berechnet sich nach einfacher Trigonometrie zu:

$$q_F = q - r_0 (1 - \cos \theta_{Li0}) = \frac{r_0}{1 - n} - r_0 (1 - \cos \theta_{Li0}) \quad . \quad (3.24)$$

Deshalb kann es sinnvoll sein, das Spiegelmaximum (erstes Maximum in der $V(z)$ -Kurve), dessen Position auch von der Linsenkonstruktion abhängt, für die Berechnung von v_R zu verwenden. Nach Hirsekorn und Pangraz /66/ ist:

$$\frac{3}{4} \frac{v_{Fl}}{f} = r_0 \left[\left(1 - 2n \sqrt{1 - \frac{v_{Fl}^2}{v_R^2} + n^2} \right)^{1/2} - (1-n) \right] - \left(1 - \sqrt{1 - \frac{v_{Fl}^2}{v_R^2}} \right) \left(r_0 \frac{n}{1-n} - \Delta z_{HN1} \right). \quad (3.25)$$

Darin bedeuten:

f	Frequenz
Δz_{HN1}	Abstand zwischen dem Maximum der Spiegelreflexion und dem ersten Interferenzmaximum
r_0	Kurvenradius der Linse
n	Brechungsindex: $n = v_{LLi} / v_{Fl}$
v_{LLi}	Longitudinalwellengeschwindigkeit in der Linse (in der c-Achse des Saphirkristalls: 11,1 km/s)
v_{Fl}	Schallgeschwindigkeit im Koppelmittel (Wasser bei 20°C: 1,482 km/s)

Neben der Frequenz f ist es deshalb sinnvoll, die Möglichkeit der Eingabe des Kurvenradius' des Objektivexemplars r_0 in der Gerätesoftware für die Berechnung nach Gl. (3.25) vorzusehen.

3.3.3 Akustische Impedanz

Bei einem akustischen Mikroskop kann die Beziehung zwischen den Objekteigenschaften eines isotropen Materials, d.h. dem Reflexionskoeffizienten $R(\theta)$, und dem Videosignal $V(z)$, d.h. einem Grauwert im akustischen Bild, wie folgt dargestellt werden /58, S.111/:

$$V(z) = \int_0^{\theta_0} \int_{-\pi}^{\pi} P(\theta, \phi) R(\theta) e^{-j2zk \cos \theta} \sin \theta \cos \theta \, d\phi \, d\theta \quad . \quad (3.26)$$

Die Pupillenfunktion ist für axialsymmetrische Linsen unabhängig vom Azimutwinkel: $P(\theta, \phi) = P(\theta)$. In Fokusposition nach Bild 3.3 a ($z=0$) gilt dann:

$$V(z=0) = V = \int_0^{\theta_0} P(\theta) R(\theta) \sin \theta \cos \theta \, d\theta \quad . \quad (3.27)$$

Der Reflexionskoeffizient, der Betrag und Phase besitzt, lautet in komplexer Schreibweise für die Grenzfläche flüssig/fest:

$$R(\theta) = \frac{Z_{tot}(\theta) - Z_{Fl}(\theta)}{Z_{tot}(\theta) + Z_{Fl}(\theta)} \quad (3.28)$$

mit: $Z_{tot}(\theta) = Z_L(\theta) \cos^2(2\theta_T) + Z_T(\theta) \sin^2(2\theta_T) \quad . \quad (3.29)$

$$Z_L(\theta) = \frac{\rho_{Pr} v_L}{\cos\theta_L} \quad (3.30), \quad Z_T(\theta) = \frac{\rho_{Pr} v_T}{\cos\theta_T} \quad (3.31),$$

$$Z_{Fl}(\theta) = \frac{\rho_{Fl} v_{Fl}}{\cos\theta} \quad (3.32)$$

Hierin bedeuten:

Z_L, Z_T akustische Impedanz der Probe für die in ihr laufende longitudinale bzw. transversale Welle, bei einer unter dem Winkel θ von der Flüssigkeit einfallenden Welle;

Z_{Fl} akustische Impedanz der Flüssigkeit für eine unter dem Winkel θ auf die Grenzfläche einfallenden longitudinale Welle;

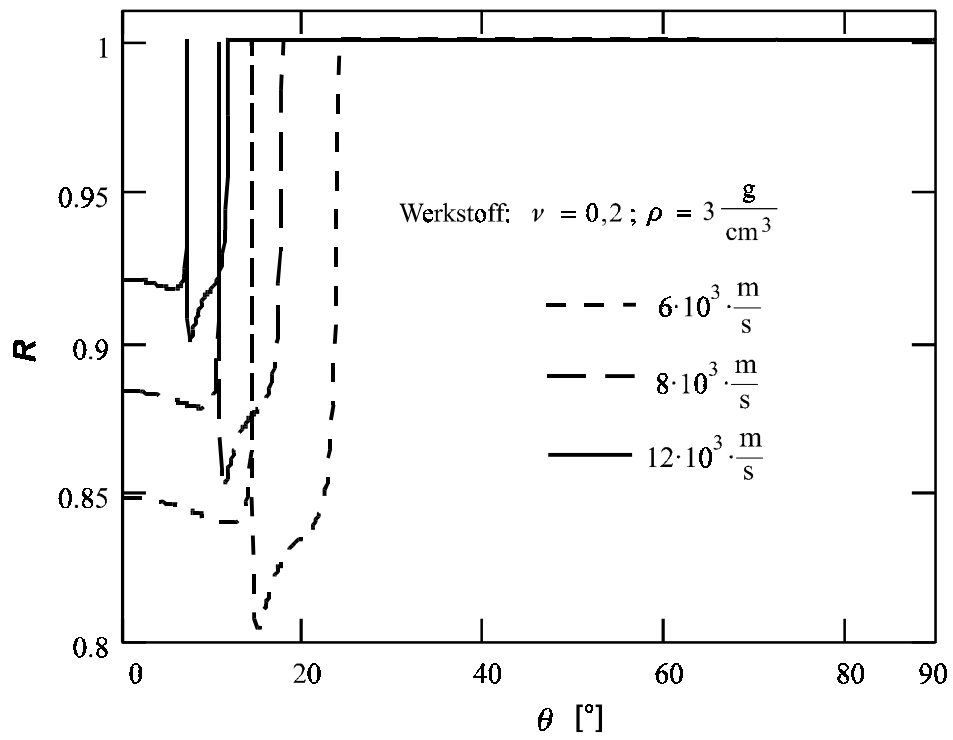
θ Einfallswinkel zur Probenoberfläche;

θ_L, θ_T Brechungswinkel der longitudinalen und der transversalen Welle in der Probe;

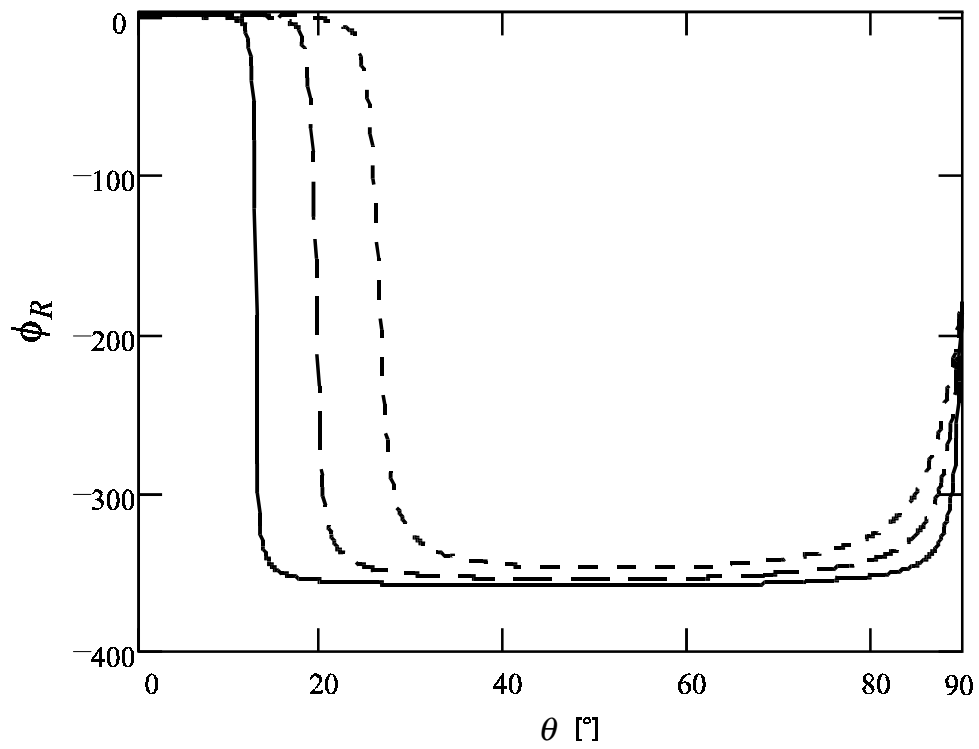
v_{Fl}, v_T, v_L Geschwindigkeit der Welle in der Flüssigkeit, sowie Geschwindigkeit der longitudinalen und der transversalen Welle im Objekt (Probe) .

Betrag und Phase von Reflexionskoeffizienten für die Grenzfläche Koppelmittel/Probe am Beispiel variiertes Longitudinalwellengeschwindigkeiten v_L der Probe sind in Bild 3.4 dargestellt, wobei der Bereich $v_L = 8...12$ km/s für Konstruktionskeramik typisch ist.

Im Einfallswinkelbereich von $0^\circ \leq \theta < \arcsin(v_{Fl} / v_L)$ ist der Reflexionskoeffizient annähernd konstant. Die schmale Spitze beim Grenzwinkel der Longitudinalwelle (erster Grenzwinkel) erreicht den Wert von 1. Im Bereich $\arcsin(v_{Fl} / v_L) < \theta < \arcsin(v_{Fl} / v_T)$ fällt der Koeffizient wenige Prozent unter den Wert des ersten Grenzwinkelbereichs. Nach dem Grenzwinkel der Transversalwelle (zweiter Grenzwinkel) dringt keine Volumenwelle mehr in die Probe ein. In einem sich anschließenden schmalen Bereich um $\theta = \arcsin(v_{Fl} / v_R)$ werden noch Rayleighwellen angeregt, danach wird die aus dem Koppelmittel auf die Probenoberfläche treffende Welle totalreflektiert, d.h. der Reflexionskoeffizient besitzt den Wert 1. Die Phase des Reflexionskoeffizienten ist bis zum ersten Grenzwinkel 0, bis zum zweiten Grenzwinkel annähernd 0 und fällt danach steil fast bis auf den Wert -2π . Bis auf die schmale Region des Abfalls überlagern sich daher die reflektierten Wellen konstruktiv, da auch bei den realen Linsenkonstruktionen i.a. keine Aperturwinkel größer 60° vorkommen.



a)



b)

Bild 3.4: Reflexionsfunktion für die Grenzfläche "flüssig/fest" in Betrag und Phase

Die Pupillenfunktion $P(\theta)$ drückt die Geräteeigenschaften aus. Um die akustische Impedanz der Probe nach Gl.(3.27) ermitteln zu können, soll ihre Abhängigkeit vom Winkel θ untersucht werden. Für ihre quantitative Betrachtung werden folgende berechnete Annahmen getroffen /67/:

- Die Empfindlichkeit des Wandlers der Linse ist unabhängig von der Höhe achsenparallel einfallender Strahlen und seine Bandbreite größer als die des Sende- und Empfangsimpulses.
- Die Verstärkungskette bis zur Grauwertdarstellung ist linear.
- Linsengeometrie und -material sowie Torposition und -zeit der Empfangselektronik sind auf den Empfang der Longitudinalwelle am Wandler abgestimmt.
- Die Abhängigkeit der Empfangsamplituden vom Winkel θ infolge geringfügig unterschiedlicher Strahlenlängen in der Linse und im Koppelmittel ist zu vernachlässigen.

Unter diesen Voraussetzungen sind die Amplituden der Pupillenfunktion $P(\theta)$ nur noch eine Funktion der Durchlässigkeitsfaktoren Linse/Flüssigkeit $T_{Li/Fl}(\theta_{Li} - \theta)$ und Flüssigkeit/Linse $T_{Fl/Li}(\theta_{Li} - \theta)$. Die Winkeldifferenz $(\theta_{Li} - \theta)$ ist der Einfallswinkel der Welle auf die Linsenoberfläche von der Seite der Flüssigkeit.

Für die Pupillenfunktion kann nun geschrieben werden:

$$P(\theta) = C \cdot T_{Li/Fl}(\theta_{Li} - \theta) \cdot T_{Fl/Li}(\theta_{Li} - \theta) \cdot e^{j\phi(\theta_{Li})} \quad (3.33)$$

C ist eine Konstante, welche sämtliche Faktoren der Signalwandlung und -verstärkung zusammenfaßt.

Die der Pupillenfunktion innewohnende Phasenverschiebung $\phi(\theta_{Li})$ der am Wandler achsenparallel in unterschiedlicher Höhe einfallenden Wellen ist nach /68/:

$$\phi(\theta_{Li}) = k_{Fl} r_0 \left\{ n \left(1 + \frac{D}{r_0} + \sqrt{1 - \sin^2 \theta_{Li0}} \right) + 2 \left[\sqrt{1 - n^2 \sin^2 \theta_{Li}} - n \sqrt{1 - \sin^2 \theta_{Li}} \right. \right. \\ \left. \left. + \left(\sqrt{1 - \sin^2 \theta_{Li}} \sqrt{1 - n^2 \sin^2 \theta_{Li}} + n \sin^2 \theta_{Li} \right) \frac{n}{1 - n} \right] \right\} \quad (3.34)$$

D Linsenlänge nach Bild 4.7

Die Durchlässigkeitsfaktoren der Linse sind für die Grenzflächen fest/flüssig (Senden):

$$T_{Li/Fl}(\theta_{Li} - \theta) = C_{\lambda/4} \frac{2Z_{Fl}(\theta_{Li} - \theta)}{Z_{tot}(\theta_{Li} - \theta) + Z_{Fl}(\theta_{Li} - \theta)} \quad (3.35)$$

und flüssig/fest (Empfang):

$$T_{Fl/Li}(\theta_{Li} - \theta) = C_{\lambda/4} \frac{2Z_{tot}(\theta_{Li} - \theta)}{Z_{tot}(\theta_{Li} - \theta) + Z_{Fl}(\theta_{Li} - \theta)} \quad (3.36)$$

$C_{\lambda/4}$ ist ein Faktor, der die Verminderung der Reflexionsverluste durch die $\lambda/4$ -Schicht berücksichtigt.

Die Größen $Z_{tot}(\theta_{Li} - \theta)$ und $Z_{Fl}(\theta_{Li} - \theta)$ können in Analogie zu den Gl. (3.29) bis (3.32) berechnet werden, wobei statt θ die Winkeldifferenz $(\theta_{Li} - \theta)$ und statt der Materialdaten der Probe die der Linse eingesetzt werden müssen.

Um für alle Terme in Gl.(3.33) das gleiche Argument θ zu erhalten, ist es sinnvoll, in den Gl. (3.34) bis (3.36) den Winkel θ_{Li} durch den korrespondierenden Winkel θ zu beschreiben, d.h. eine Koordinatentransformation durchzuführen. Der Winkel θ_{Li} kann zu diesem Zweck durch die Wurzel der Gl.(3.14) ersetzt werden.

Durch Normierung der Pupillenfunktion mit ihrem Wert des Zentralstrahls $P(\theta = 0)$ können die konstanten Faktoren, welche in C zusammengefaßt sind, leicht eliminiert werden. Dies bringt keine Nachteile mit sich, da sie in jedem Fall durch Kalibrierung bestimmt werden müssen.

Die normierte Pupillenfunktion $P_N(\theta)$ wird definiert mit:

$$P_N(\theta) = \frac{P(\theta)}{P(\theta = 0)} = \frac{T_{Li/Fl}(\theta_{Li} - \theta) \cdot T_{Fl/Li}(\theta_{Li} - \theta)}{T_{Li/Fl}(0) \cdot T_{Fl/Li}(0)} \cdot e^{j\phi(\theta_{Li}) - j\phi(0)} \quad (3.37)$$

Bild 3.5 zeigt das Ergebnis der Berechnung für zwei Linsentypen der Fa. KSI. Praktisch unabhängig von θ ist der Betrag $|P_N|$ (Bildteil a). Bereits stärker ist die Phase (Bildteil b) von θ abhängig. Die Phasenverschiebung der äußeren Strahlen in Bezug auf den Mittelstrahl $\phi(\theta) - \phi(0)$ geht als nichtlinearer Anteil in Gl.(3.27) ein. Diese Größe ist nach Gl. (3.34) von der Linsenkonstruktion abhängig.

Die größten Abweichungen von der Proportionalität der Größe $V(v_L)$ zur Größe $R(v_L, 0^\circ)$ nach Bild 3.6 werden jedoch durch die Winkelabhängigkeit des materialspezifischen Reflexionskoeffizienten selbst verursacht, wie bei Betrachtung von Bild 3.4 deutlich wird. Die Fläche unter der Kurve in Bild 3.4 a) bestimmt fast gänzlich die Signalamplitude V , da bis auf die schmale Region des Phasenwechsels nach Bild 3.4 b) die Wellen sich konstruktiv überlagern. Die rechte Kante der Fläche wird durch den Aperturwinkel begrenzt.

Gut vorstellbar ist nun der immer schmalere Zuwachs an Flächeninhalt links vom zweiten Grenzwinkel mit linear steigender Transversalwellengeschwindigkeit. Deshalb verlaufen die Kurven der industriell gefertigten Linsen mit ihren großen Aperturwinkeln, die einen relativ großen Anteil an totalreflektierten Strahlen empfangen, wie in Bild 3.6 degressiv.

Nur eine Linse mit einem halben Aperturwinkel, der unterhalb des ersten Grenzwinkels der Totalreflektion am Objekt bleibt, ausgedrückt durch:

$$\theta_0 < \arcsin(v_{Fl} / v_L) \quad , \quad (3.38)$$

erzeugt einen linearen Zusammenhang $|\Delta V| / R(v_L, 0^\circ) = const.$, wobei $R(v_L, 0^\circ)$ für den senkrechten Einfall der Longitudinalwelle definiert und daher materialspezifisch ist. Nach Bild 3.6 ist der lineare Zusammenhang z.B. für Linsen mit $\theta_0 = 7^\circ$ an Werkstoffen bis $v_L = 12$ km/s erfüllt.

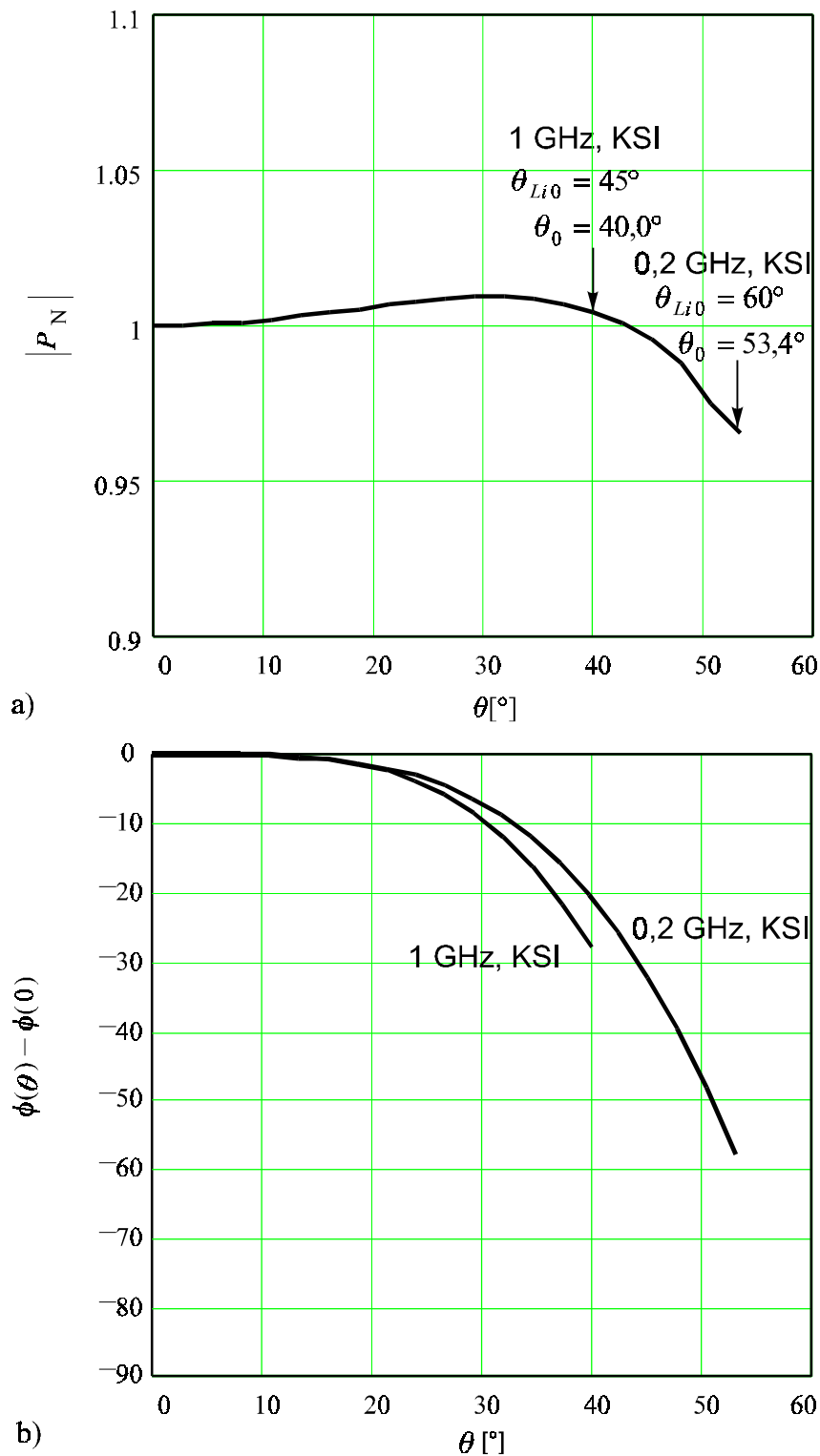


Bild 3.5: Normierte Pupillenfunktion zweier Saphirlinsen (1 GHz, $D = 1995 \mu\text{m}$, $r_0 = 80 \mu\text{m}$; 0,2 GHz, $D = 1995 \mu\text{m}$, $r_0 = 80 \mu\text{m}$; Fa. KSI) in Wasser (20°C) mit Betrag a) und Phase b)

Bei üblichen Linsen muß jedoch in vielen Fällen, insbesondere bei Untersuchungswerkstoffen wie Konstruktionskeramik, von $\theta_0 \geq \arcsin(v_{F1} / v_L)$ und demzufolge von einem nichtlinearen Zusammenhang $|\Delta V| = f(R(v_L, 0^\circ))$ ausgegangen werden. Diese Schlußfolgerung steht im Widerspruch zu Darstellungen in /68, 69/, denen aber keine numerischen Berechnungen zugrunde liegen.

Aber auch wenn $|\Delta V|/R(v_L, 0^\circ) \neq const.$ ist, kann die Konstante C in Gl.(3.33) an einem Werkstoff mit bekannten elastischen Konstanten durch Kalibration bestimmt werden. Dazu müssen dem Anwender die Parameter der Linsenkonstruktion für eine Kalibrierkurve zur Verfügung gestellt werden.

Danach kann aus dem Signalpegel auch für unbekannte Werkstoffe bei Annahme einer Poissonkonstante die akustische Impedanz $Z(v_L, 0^\circ)$ aus dem Signalpegel iterativ berechnet werden, was zweckmäßig durch die Gerätesoftware erfolgen sollte.

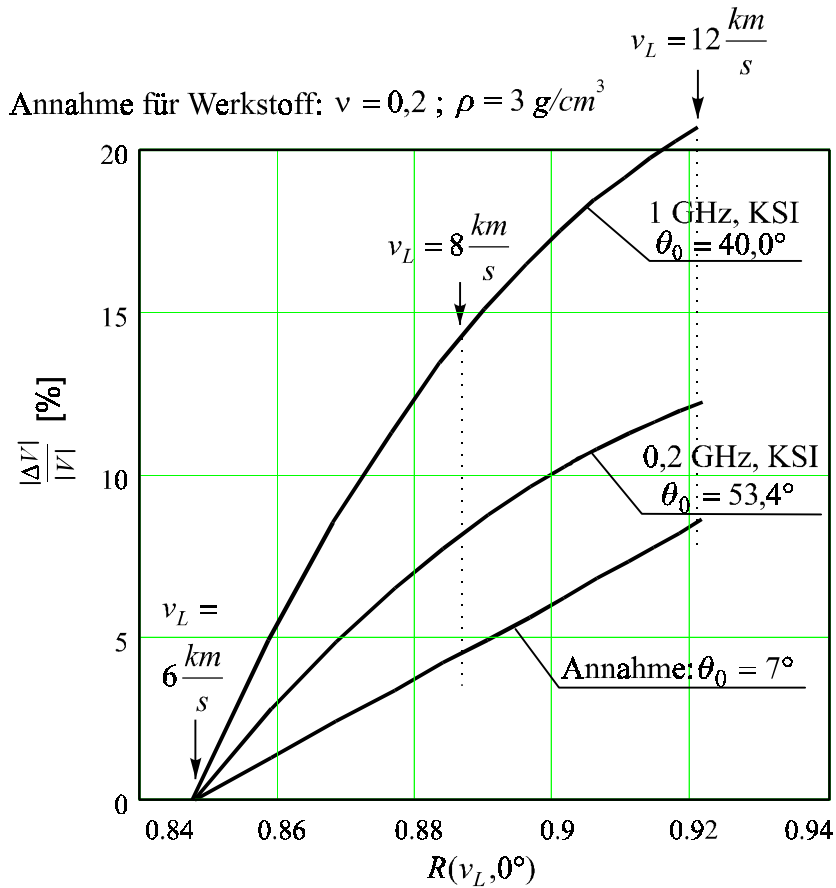


Bild 3.6: Zusammenhang zwischen relativem Signalpegel und Reflexionskoeffizienten des Probenwerkstoffs $R(v_L, 0^\circ)$ in Wasser (20°C), MATHCAD-Berechnung

4. Experimentelle Durchführung

4.1 Versuchsprogramm und -ziele

Indenterbruchmechanik

Die von Lawn, Marshall u.a. zu Beginn der 80er Jahre entwickelten Methoden der Rißzähigkeitsbestimmung an Härteeindruckrissen bauen auf der Annahme auf, daß bei spröden Werkstoffen (z.B. Konstruktionskeramik) die Rißentwicklung wie in Glas abläuft. Außerdem enthalten diese Modelle starke Vereinfachungen und empirische bzw. analytisch nicht begründete Korrekturfaktoren.

Diese Gründe sowie auftretende Diskrepanzen zu klassisch ermittelten Bruchzähigkeitswerten veranlaßte eine Reihe von Autoren, eine Vielzahl weiterer Gleichungen /34/ zu entwickeln, die aber zu sehr unterschiedlichen Ergebnissen führen.

Das Anliegen der Untersuchungen war deshalb:

- Entwicklung einer Methode zur Rißverfolgung am Härteeindruck,
- Untersuchung der Rißentwicklung an gebräuchlichen Konstruktionskeramiken,
- Test der Korrekturfunktionen $F_{Halbellip}$ (Gl.(2.43)) und $F_{NewRaju}$ (Gl.(2.50)) bei Variation der Prüfkraft und Vergleich der Absolutwerte der Indentermethoden mit klassischen Langrißexperimenten.

Untersuchungen geschliffener Oberflächen

Das Versuchsziel bestand in der Herstellung von Zusammenhängen zwischen den Schnittwerten einerseits und andererseits:

- der quantitativen Akustomikroskopie und Anzeigen aus US-C-Bildern auf der Schleifoberfläche,
- der Schädigungstiefe, charakterisiert durch US-Rayleighwellendispersion auf der Schleifoberfläche und akustomikroskopisch durch $V(z)$ -Kurven am Querschnitt,
- den Eigenspannungen,
- der Festigkeitsverteilung.

Zur Charakterisierung der Schleifoberfläche und der Schädigungstiefe am polierten Probenquerschnitt (wie auch in /70/ dargestellt) wurde zunächst die akustische Impedanz in Betracht gezogen. Wie weiter unten noch gezeigt wird, ist die Empfindlichkeit des Akustomikroskops SAM 2000, d.h. die Änderung des Grauwertes in Abhängigkeit des Reflexionsfaktors $R(\theta=0)$ nach Gl.(3.27) zur Auflösung der Nachgiebigkeitserhöhung durch (Mikro-)Risse zu gering. Deshalb wurden am Querschnitt die wesentlich aufwendigeren $V(z)$ -Messungen exemplarisch durchgeführt und durch laserakustische Dispersionsmessungen auf der Schleifoberfläche ergänzt.

Das Akustomikroskop SAM 2000 gestattet das Scannen einer Fläche von höchstens 1 mm^2 . Es wurde davon ausgegangen, daß diese Fläche zu klein für eine Beurteilung der Defektverteilung war, die auch mit dem 4-Punkt-Biegeexperiment beurteilt werden soll. Zu diesem Zweck wurde die Abtastung der gesamten im Biegeversuch maximal beanspruchten Oberfläche mit US-Oberflächenwellen (35 MHz) in das Arbeitsprogramm aufgenommen.

Dazu wurden folgende Arbeiten durchgeführt:

- Ermittlung der elastischen Eigenschaften des Grundwerkstoffs,
- Kalibrierung des Ultraschall-Scanners (HFUS 2000) an Modellfehlern (Vickerseindrücke, Poren),
- akustomikroskopische Abbildung und Bewertung von natürlichen angeschliffenen Fehlern bei 400 MHz in der Oberfläche des Schleifzustandes,
- Abtastung der Proben mit einem Ultraschall-Scanner in Tauchtechnik (Rayleighwellen bei 35 MHz) im gesamten inneren Auflagerbereich der Festigkeitsermittlung,
- akustische Abbildung der Schleifoberflächen mittels Akustomikroskops (SAM 2000) bei 200 MHz und Ermittlung der scheinbaren akustischen Impedanz der Schleifzustände,
- Untersuchungen zur Schädigungstiefe aus $V(z)$ -Kurven,
- laserakustische Dispersionsmessungen auf der Schleifoberfläche,
- Ermittlung der Eigenspannungen und der Festigkeitsverteilung.

Untersuchungen an keramischen Grünkörpern (Trockenpreßlinge)

Das Ziel dieser Untersuchungen bestand in der Entwicklung des Ritzversuchs zur schnellen bruchmechanischen Charakterisierung von Trockenpreßlingen und in der Entwicklung eines Verfahrens zur Erfassung lateraler Dichteunterschiede an Querschnitten.

Dazu wurden folgende Untersuchungen durchgeführt:

- Untersuchung spezifischer Werkstoffeigenschaften mit konventionellen Methoden,
- Korrelation der Ergebnisse des Ritzversuchs mit den konventionell ermittelten Werten,
- Bestimmung des Eindringmoduls aus der Kontaktimpedanz,
- Modellierung des Zusammenhangs von Elastizitätsmodul und Dichte,
- Entwicklung des UCI-Verfahrens für die Ermittlung des lokalen Eindringmoduls und Anwendung an präparierten bzw. isostatisch gepreßten Grünkörpern.

4.2 Untersuchungen an gesinterter Keramik

4.2.1 Charakterisierung der Grundwerkstoffe

Die Werkstoffeigenschaften nach Tabelle 4.2 wurden wie folgt bestimmt:

Korngröße

Die Korngrößen wurden lichtmikroskopisch (ATC und ZTC), lichtmikroskopisch nach thermischem Ätzen (Al_2O_3 und PSZ), und im Akustomikroskop (SSiC, SiSiC und SSN) bestimmt.

Festigkeit

Die Festigkeit wurde entsprechend Tabelle 4.1 nach DIN EN 843 ermittelt. Eine geeignete Vorrichtung mit einem ebenen und drei balligen Auflagern (Auflagerrollen mit \varnothing 5 mm) gestattete eine nahezu torsionsfreie Biegebelastung. Die Weibullparameter wurden der Norm entsprechend nach der Maximum-Likelihood-Methode ermittelt.

Zur Untersuchung der Festigkeit des Grundwerkstoffs wurden von den Werkstoffen Al₂O₃, ATC, PSZ und ZTC je 20 Proben und von den Werkstoffen mit der Chargenbezeichnung SSiC 7, SiSiC 9 und SSN 8 (Grundzustände) je 25 Proben nach DIN EN 843 geschliffen.

Tabelle 4.1: Versuchsbedingungen der Festigkeitsprüfung (4-Punkt-Biegung)

	Al ₂ O ₃	ATC	PSZ	ZTC	SSiC	SSN	SiSiC
Pr.-maße <i>b</i> x <i>h</i> [mm]	5,0 x 5,0	4,5 x 3,5	5,0 x 5,0	5,4 x 5,4	4,8 x 3,4	4,8 x 3,4	7,0 x 5,0
Aufl-abst. [mm]	20/40	20/40	15/33	20/40	20/40	20/40	20/40

verwendet: 4-Punkt-Biegeeinrichtung mit beweglichen Auflagern nach DIN EN 843, Prüfmaschine 4505 der Fa. Instron, Belastungsdauer 5...10 s bis zum Bruch

Dichte

Die Dichte wurde mit der Auftriebsmethode bestimmt.

Elastische Eigenschaften

Die Schalllaufzeiten wurden mit dem Ultraschallprüfgerät USIP 12 (Krautkrämer) auf übliche Weise nach der Impuls/Echo-Methode bestimmt (longitudinal: Prüfkopf KB-A/10 MHz, Fa. Krautkrämer; transversal VI 54/2.25 MHz, Fa. Panametrics). Um die Laufzeit der transversalen Welle messen zu können, wurden jeweils 3 Proben eines Werkstoffs auf gleiche Höhe geschliffen und zur Prüfung parallel mit einem Schraubstock aneinandergesteift.

Der Elastizitätsmodul E_{dyn} wurde mit dem Eigenfrequenzmeßgerät GRINDOSONIC (Fa. J.W. Lemmens) aus der Biegegrundschwingung ermittelt. Gemäß ASTM Standard C 1259 wurde die Schwingung mit einem mechanischen Impuls angeregt, auf den Schwingungsknoten weich gelagert, und nach Spinner/Tefft /71/ ausgewertet. Für prismatische Stäbe gilt bei der Biegegrundschwingung, wo sich die Knoten ausgehend von den Enden bei 22,4% der Länge befinden:

$$E_{dyn} = 0,9465\rho \frac{l^4}{h^2} f_0^2 T \quad (4.1)$$

mit:

$$T = 1 + 6,585(1 + 0,0752\nu + 0,8109\nu^2) \left(\frac{h}{l}\right)^2 - 0,868 \left(\frac{h}{l}\right)^4 - \frac{8,340(1 + 0,2023\nu + 2,173\nu^2) \left(\frac{h}{l}\right)^4}{1 + 6,338(1 + 0,14081\nu + 1,536\nu^2) \left(\frac{h}{l}\right)^2}$$

(ρ ...Dichte, l ...Stablänge, h ...Stabhöhe, ν ...Poissonkonstante)

Tabelle 4.2: Gesinterte Keramik (Volumencharakterisierung)

Kenngröße	Al ₂ O ₃	ATC	PSZ	ZTC	SSiC 7	SiSiC 9	SSN 8
Gewichtsanteile (Hersteller- angaben)	100% Al ₂ O ₃	70% Al ₂ O ₃ 30% TiC	ca.100%ZrO ₂ stab. Y ₂ O ₃	70% ZrO ₂ 30% TiC	100% SiC		87,2% Si ₃ N ₄ 10% Y ₂ O ₃ 2,8 % Al ₂ O ₃
\bar{D} [μm]	6,6	Al ₂ O ₃ : 2 TiC: 1-1,5	≤ 1	ZrO ₂ : 0,3-0,4 TiC: 0,6	6,4	10,5	1,8 breit 5,2 lang
$\bar{\sigma}_{bB4}$ [MPa]	358	456	879	258	316	260	473
σ_0 [MPa]	385	485	934	285	329	245	505
m (≥ 25 Proben)	6,1	7,1	7,4	4,0	11,1	7,9	8,4
ρ [g/cm ³] (≥ 5 Proben)	3,97 \pm 0,03	4,21 \pm 0,05	6,11 \pm 0,03	5,47 \pm 0,04	3,09 \pm 0,01	2,97 \pm 0,01	3,27 \pm 0,03
E_{dyn} [GPa] (≥ 5 Proben)	396 \pm 2	395 \pm 5	210 \pm 3	250 \pm 6	415 \pm 3	364 \pm 3	297 \pm 4
v_L [km/s] (≥ 5 Proben)	10,7 \pm 0,13	10,3 \pm 0,14	6,98 \pm 0,05	7,27 \pm 0,08	12,0 \pm 0,2	11,3 \pm 0,3	10,9 \pm 0,3
v_T [km/s] (≥ 5 Proben)	6,49 \pm 0,01	6,18 \pm 0,02	3,64 \pm 0,01	4,28 \pm 0,02	7,5 \pm 0,3	7,2 \pm 0,3	6,15 \pm 0,3
E_{US} [GPa] $=f(\rho, v_L, v_T)$	408 \pm 5	393 \pm 2	212 \pm 2	249 \pm 3	413 \pm 6	361 \pm 5	313 \pm 7
$v = f(v_L, v_T)$	0,221 \pm 0,010	0,223 \pm 0,002	0,315 \pm 0,002	0,242 \pm 0,005	0,18 \pm 0,02	0,16 \pm 0,02	0,26 \pm 0,02

4.2.2 Bruchmechanische Untersuchungen

4.2.2.1 Verfolgung der Rißausbreitung am Härteeindruck

Um in situ Härteeindruckrisse in Konstruktionskeramik messen zu können, müssen eine Reihe von Randbedingungen eingehalten werden:

- Die Detektion der Rißspitze (Rißbreite ≤ 50 nm, Rißlängenauflösung ≤ 20 μm) muß in opaken Werkstoffen mit schwach reflektierender Oberfläche stattfinden;
- zeitliches Abtastintervall ≤ 10 μs ;
- Die Zugänglichkeit, bedingt durch die Indentergeometrie, ist auf einen Sektorwinkel $\leq 20^\circ$ zur Oberfläche beschränkt.

Die Nutzung von Ultraschallwellen, Laserstrahlen (Laser-Speckle-Interferometrie) oder Röntgenstrahlen (Mikrofokus-Röntgentechnik) scheidet zur Zeit noch an der geforderten Auflösung im Orts- und Zeitbereich.

Mikrotechnologische Probenvorbereitung

Eine Möglichkeit bietet aber die Strukturierung der Probenoberfläche, um Oberflächenrisse detektieren zu können [72, 73]. Um den Entwicklungsaufwand zu begrenzen, wurde weitgehend auf Verfahren der Wafertechnologie aus der Mikroelektronik zurückgegriffen. Die Strukturierung der Oberfläche wurde im Labor für Mikrosystemtechnik der FH Zwickau durchgeführt:

a) Herstellen des Keramikträgers (Bild 4.2)

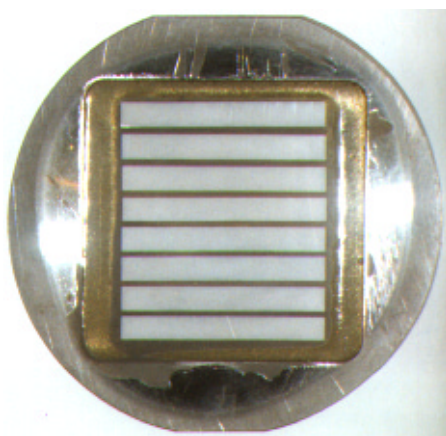
- Trägerplatte herstellen
- Keramikstäbe (PSZ, SSiC, SiSiC) fixieren und mit warmaushärtendem Epoxidharz einkleben
- Planschleifen und Läppen

b) Maskenherstellung

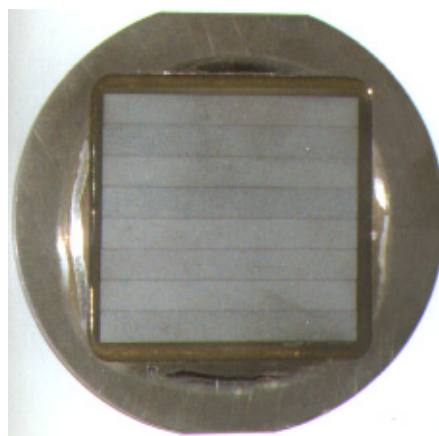
- aufgedampftes Chrom mit Glasträger

c) Besputtern der Keramikstäbe mit Gold

- Schichtdicke ca. 30 nm



a) PSZ



b) SiSiC

Bild 4.2: Keramikträger mit eingebetteten Proben (Durchm. 100 mm, Dicke 3 mm)

d) Lithographie (Bild 4.3)

- Reinigen des Keramikträgers mit Äthanol
- Resistschleuderprogramm (4200 min^{-1} , 20 s)
- Vortempem bzw. Trocknen des Resists (100°C , 1 min halten, Abkühlen auf 20°C an Luft)
- Belichten (3 s, Hg-Lampe)
- Tempem nach der Belichtung bzw. Härten des Resists (100°C , 1 min halten, Abkühlung auf 20°C an Luft)
- Entwicklung (40 s, Neutralisation mit Wasser, welches abgeschleudert wird)
- Nachtempem bzw. Härten des Resists (100°C , 1 min halten, Abkühlung auf 20°C an Luft)
- Ätzen (Kaliumjodid-Jod-Lösung, 1 s)
- Resistentfernung (Äthanol, 10 s)

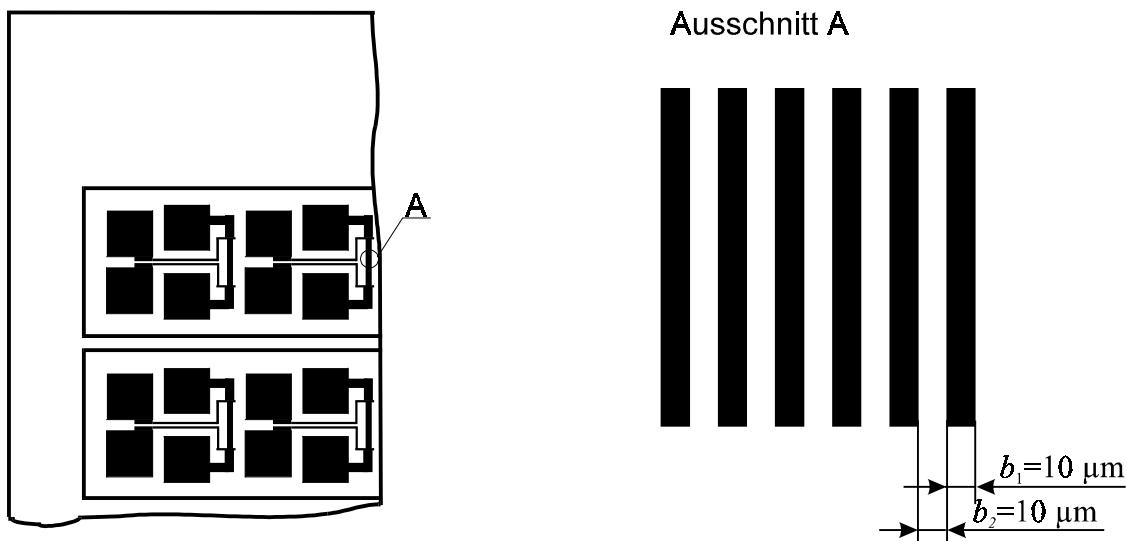


Bild 4.3: Gezeichnete Teilansicht der lithographierten Proben (links) mit einem Ausschnitt des Maßgitters (rechts)

Versuchsaufbau und -durchführung

Das Einbringen der Vickersseindrücke in die Keramikproben (SSiC und SiSiC, SSN und PSZ) erfolgte mit dem konventionellen Kleinlasthärteprüfer (Typ 2242 der Firma Zwick).

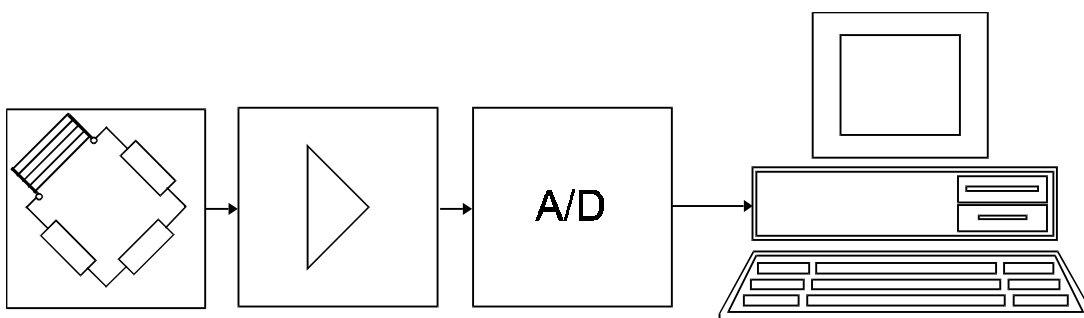


Bild 4.4: Blockschaltbild der Versuchsanordnung

Entsprechend Bild 4.4 bildet das Maßgitter das Aktivglied einer Wheatstone-Brücke. Es ist vorgesehen, daß der Riß die Elemente des Maßgitters senkrecht durchtrennt. Startet der Riß unmittelbar vor dem ersten Leiterzug, entspricht die erste Widerstandsänderung einer Rißverlängerung von b_1 und jede weitere Widerstandsänderung einer Rißverlängerung von

$b = b_1 + b_2$. Der sich somit stufenförmig vergrößernde Widerstand kann automatisch in eine Rißlänge umgerechnet werden.

Die kleinste relative Widerstandsänderung eines Gitters mit n Leiterzügen, die sicher meßbar sein sollte, tritt bei der Durchtrennung des ersten Leiterzuges auf:

$$\frac{\Delta R_n}{R_n} = \frac{n}{n-1} - 1 \quad (4.2)$$

Daher eignet sich eine Meßbrücke besonders zur Beschaltung des Meßgitters, da sie im abgeglichenen Zustand die größte Empfindlichkeit aufweist.

4.2.2.2 Härte und Rißzähigkeiten am Härteeindruck

An den Werkstoffen Al_2O_3 , ATC, PSZ und ZTC in Tabelle 4.2 wurden die konventionelle Härtemessung HV (Kleinlasthärteprüfer 3202, Fa. Zwick), die Universalhärtemessung HU (HMO 100R, Fa. WPM Leipzig), die Mikrohärtemessung (Fischerscope H100, Fa. Fischer), sowie das UCI-Verfahrens (UCI...Ultrasonic Contact Impedance, Microdur 1, Motorsonde mit $F_I \approx 8 \text{ N}$, Fa. Krautkrämer) angewandt. Die Berechnung der Universalhärte und der Mikrohärte erfolgte nach Gl.(2.4) durch die Software der Geräte, wobei bei der Mikrohärtemessung die Spitzenverrundung korrigiert wurde. Der Term F_I/C_f konnte entfallen, da die Wegmessung relativ zur Probenoberfläche erfolgte.

Die Härte H_{UCI} und der Kontaktmodul E_{UCI} wurden unter Verwendung von Gl.(2.16) bestimmt. Für die Härteberechnung wurde E_{dyn} und für die Kontaktmodulberechnung $HV1$ des Probenwerkstoffs verwendet. Als Normal diente eine Härtenormalplatte aus niedriglegiertem Stahl ($E^* = 230 \text{ GPa}$). Das Probenpräparat wurde mit Fett an eine Stahlplatte angekoppelt, um die kritische Masse zu überschreiten.

Die Härteeindruck- und Rißlängenmessung wurde an polierten Oberflächen ($R_a \approx 0,05 \mu\text{m}$) durchgeführt. Lichtmikroskopisch wurden mit einer Apertur von 0,80 an mind. 5 Eindrücken je Prüfkraft (entspricht 10 Rißlängen) bei 400-facher Vergrößerung und bei 3...15 min nach der Entlastung gemessen. Die optische Rißlängenmessung wurde am Ultraschallmikroskop (SAM) kontrolliert und insbesondere an den das Licht schwach reflektierenden Werkstoffen ATC und ZTC korrigiert.

Für den Test der Gleichungen zur ICL-Methode (ICL...Indentation/Crack Length) wurden zusätzlich Werte des Ringversuchs von ESIS TC 6 aus dem Jahr 1994 /42/ von vier weiteren Werkstoffen (Al_2O_3 , HPSN, SSiC und ZrO_2) herangezogen. Die in Betracht gezogenen Werkstoffe und Teilnehmerzahlen dieses Ringversuchs ESIS TC 6 sind in Tabelle 4.3 aufgeführt.

Sowohl die Untersuchungsziele nach Punkt 4.1 als auch die Modellvorgaben nach Punkt 2.3.1.2 bis 2.3.1.4 grenzten die Werkstoffauswahl ein:

- vernachlässigbare Werkstoffverdichtung in der Eindruckzone,
- vernachlässigbare kleine Volumendehnung infolge spannungsinduzierter Gitterumwandlung des Werkstoffs,
- quasiisotropes Verhalten des Werkstoffs,
- vernachlässigbares R-Kurvenverhalten,
- vernachlässigbare Gefügespannungen.

Tabelle 4.3: Berücksichtigte Teilnehmer und Einzelmeßwerte des Ringversuchs von ESIS TC 6 im Bereich $1,8 \leq c/a \leq 4,5$

F_I [N]	Al ₂ O ₃ - Ringversuch		HPSN- Ringversuch		SSiC- Ringversuch		ZrO ₂ - * Ringversuch	
	N/N_{ges}	n	N/N_{ges}	n	N/N_{ges}	n	N/N_{ges}	n
29,42	1/1	3			1/1	19		
49,03	1/1	6			1/1	19		
98,07	6/8	41	3/3	23			1/1	40
153,00							1/1	10
196,16	7/8	46	2/3	8				
294,21	8/8	57	3/3	17			1/1	10

N/N_{ges} Zahl der berücksichtigten Teilnehmer zur Gesamtzahl der Teilnehmer je Prüfkraft und Werkstoff (Extraktion bei zu kurz gemessenen Rißlängen)

n Anzahl der berücksichtigten Eindrücke

*) wegen der Gitterumwandlung nicht für den Test zur Prüfkraftabhängigkeit verwendet

Bei der ISB-Methode (ISB...Indentation/Strength in Bending) wurde je Probe mittig ein Vickerseindruck auf der späteren Zugspannungsseite plaziert. Die Proben wurden in der oben beschriebenen 4-Punkt-Biegevorrichtung gebrochen. Die Probenabmessungen u.a. Versuchsbedingungen sind in Tabelle 4.4 ausgewiesen.

Tabelle 4.4: Versuchsbedingungen der ISB- und Langrißexperimente (4-Punkt-Biegung)

	Al ₂ O ₃	ATC	PSZ	ZTC
F_I [N]	4,90; 9,81; 29,42; 98,07; 294,2	4,90; 9,81; 29,42; 98,07; 294,2	19,61; 29,42; 49,03; 98,07; 294,2	29,42; 98,07; 294,2
Probemaße $b \times h \times l$ [mm]	5 x 5 x 45	3,5 x 4,5 x 45	5 x 5 x 39	5,4 x 5,4 x 42
Auflag.-abst. [mm]	20/40	20/40	15/33	20/40
a/h der SENB-Methode	0,2...0,3			
a/h der SEPB-Methode	0,3...0,8			

a/h Kerbtiefe/Probenhöhe

verwendet: 4-Punkt-Biegeeinrichtung mit beweglichen Auflagern nach DIN EN 843, Prüfmaschine 4505 der Fa. Instron, Belastungsdauer 5...10 s bis zum Bruch

4.2.2.3 Langrißexperimente

Um einen Vergleich mit den Rißzähigkeiten der Indentermethoden führen zu können, wurde die SEPB-Methode (SEPB...Single-Edge Precracked Beam) angewandt. In früheren Arbeiten /74/ konnte gezeigt werden, daß an den Werkstoffen ATC, ZTC und PSZ nach Tab. 4.2 die SENB-Methode (SENB...Single-Edge Notched Beam) zu einer Überschätzung des Bruchzähigkeitswertes führt, da die Forderung nach einem kritischen Kerbradius von maximal dem

Fünffachen des Korndurchmessers nicht erfüllt werden kann. Außer bei Al_2O_3 erzeugten die stumpfen Sägekerben der SENB-Methode bei Kerbradien von 30...40 μm gegenüber den Langrißexperimenten erhöhte Meßwerte der Spannungsintensität (z.B. bei ATC 19 %, bei PSZ 60% und bei ZTC 19%).

Die Anrisse wurden mit einer Brückenvorrichtung in die Biegeproben eingebracht. Die Brücke wurde mit Sensorik zur Schallemissionsanalyse instrumentiert, um den Anriß zu detektieren /32/. Bei Al_2O_3 , PSZ und ZTC wurde die Rißlänge auf der Bruchfläche gemessen (nach JIS R 1607 /75/). Da bei ATC keine Anrißfläche erkannt werden konnte, erfolgte die Messung an den Seitenflächen mit Unterstützung von fluoreszierendem Penetriemittel. Es wurden je Werkstoff 7 Proben angefertigt. Weitere Versuchsbedingungen sind in Tab. 4.4 dargestellt. Die Berechnung erfolgte nach Srawley /76/.

4.2.3 Untersuchungen geschliffener Oberflächen

4.2.3.1 Variation der Schleifparameter

Jeweils 20 prismatische Probestäbe aus den Werkstoffen SSiC, SiSiC und SSN (Tabelle 4.2) wurden mit systematisch variierten Schleifkörpern und Schnittwerten nach Anlage 1 geschliffen. In Anlage 1 sind ebenfalls die Rauheitsangaben, die akustischen Impedanzen und die mittlere Festigkeit eingetragen. Auf diese Angaben wird weiter unten noch Bezug genommen.

4.2.3.2 Eigenspannungsmessungen

Die Eigenspannungsmessungen erfolgten auf dem Röntgendiffraktometer D5000 der Fa. Siemens mit aufgesetzter Euler - Wiege.

Bei dieser Methode werden abgebeugte Intensität und zugehöriger Beugungswinkel gleichzeitig registriert und können unmittelbar nach der Aufnahme ausgewertet werden. Bei dem hier zur Anwendung kommenden Fokussierungsprinzip nach Bragg - Brentano befinden sich die Blenden der Röntgenröhre und des Zählrohres am Durchmesser eines gedachten Kreises (Fokussierungskreis), während sich die Meßstelle der Probe mit dem Brennfleck in seinem Mittelpunkt befinden (Bild 4.5).

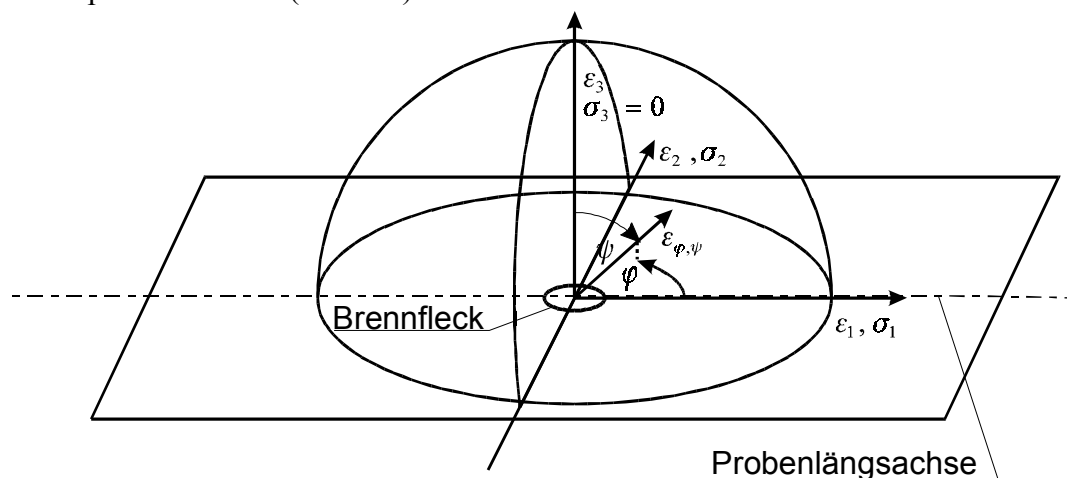
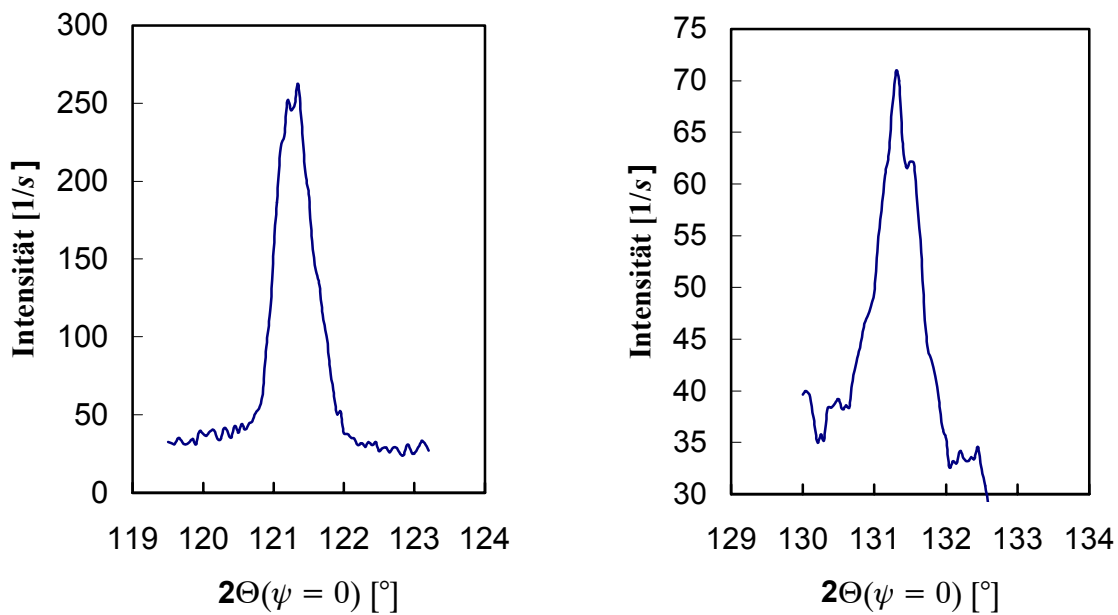


Bild 4.5: Schematische Darstellung der angewandten Röntgendiffraktometrie



a) Werkstoff SSiC (Probe SSiC 17 axial) b) Werkstoff SSN (Probe SSN 14 axial)

Bild 4.6: Röntgeninterferenzen

Gemessen wurde an der (114)-Netzebene beim Siliziumcarbid (α -SiC) und der (212)-Netzebene beim Siliziumnitrid mittels Chrom- K_{α} -Strahlung nach dem $\sin^2 \psi$ -Verfahren, wobei unter jeweils 9 verschiedenen ψ -Winkeln eingestrahlt wurde. Die Auswertung der Interferenzlinien erfolgte nach der Schwerpunktmethode. Beispiele für Interferenzen zeigt Bild 4.6. Die Eindringtiefe der Strahlung (bis Intensitätsabschwächung auf e^{-1}) beträgt bei SSiC $10,4 \mu\text{m}$, bei SiSiC $11,0 \mu\text{m}$ und bei SSN $11,5 \mu\text{m}$.

In Abhängigkeit vom Azimutwinkel wurden die Spannungen σ_1 ($\varphi = 0^\circ$) und σ_2 ($\varphi = 90^\circ$) je Charge unter Verwendung des makroskopischen E-Moduls (E_{dyn}) ermittelt. Die Berechnung erfolgte mit der Software des Röntgendiffraktometers D5000. Die Eigenspannungswerte bei verschiedenen Schleifzuständen werden in Abschnitt 5.1.2.4 diskutiert.

4.2.3.3 Festigkeitsprüfung

Die Festigkeitsprüfung wurde an den o.g. Grundzuständen und an 19 Proben je Werkstoff zur Untersuchung der wirtschaftlich geschliffenen Oberflächen durchgeführt (eine Probe wurde für ZfP-Untersuchungen zurückbehalten). Die Probenabmessungen und Versuchsbedingungen entsprechen denen der Grundzustände in Tabelle 4.1. Die Weibullparameter wurden nach der Maximum-Likelihood-Methode entsprechend DIN EN 843 Teil 3 berechnet.

4.2.3.4 Ermittlung der Rayleighwellengeschwindigkeit

V(z) - Messungen mit dem Akustomikroskop am Probenquerschnitt

Die akustomikroskopischen Untersuchungen wurden mit dem Gerät SAM 2000, einem konfokalen Reflexions-Akustomikroskop (Fa. Krämer Scientific Instruments, Herborn) durchgeführt (Bild 4.7).

Am polierten Probenquerschnitt wurden Rayleighwellengeschwindigkeiten aus $V(z)$ -Kurven bestimmt. Ein Fokusfleck (Meßpunkt) in Bild 4.8 entspricht jeweils einer Messung ($V(z)$ -Kurve). Begonnen wurde in einem Abstand von $5 \mu\text{m}$ von der Kante. Die Schrittweite der

Meßpunkte wurde der ortsabhängigen Änderung der Schallgeschwindigkeit angepaßt, d.h. mit größer werdender Nähe zur Kante der Schleifoberfläche wurde sie kürzer gewählt.

Beispiele für $V(z)$ -Kurven befinden sich in den Bildern 4.9. Bei den großen elastischen Konstanten der vorliegenden Keramikwerkstoffe ist mit dem Linsentyp SAM 2000/V(z)1GHz bei Ausschöpfung der technischen Defokussierungsgrenze von 60μ lediglich das erste Interferenzmaximum erreichbar, so daß die Formel nach Hirsekorn und Pangraz (Gl.(3.25)), welche die Auswertung des Spiegelmaximums gestattet, zur v_R -Berechnung herangezogen wurde. Bei allen Werkstoffen wird in den Bildern der wachsende Abstand des ersten Interferenzmaximums zum Spiegelmaximum, welcher ein Maß für die Rayleighwellengeschwindigkeit ist, mit wachsender Entfernung zur Kante sichtbar.

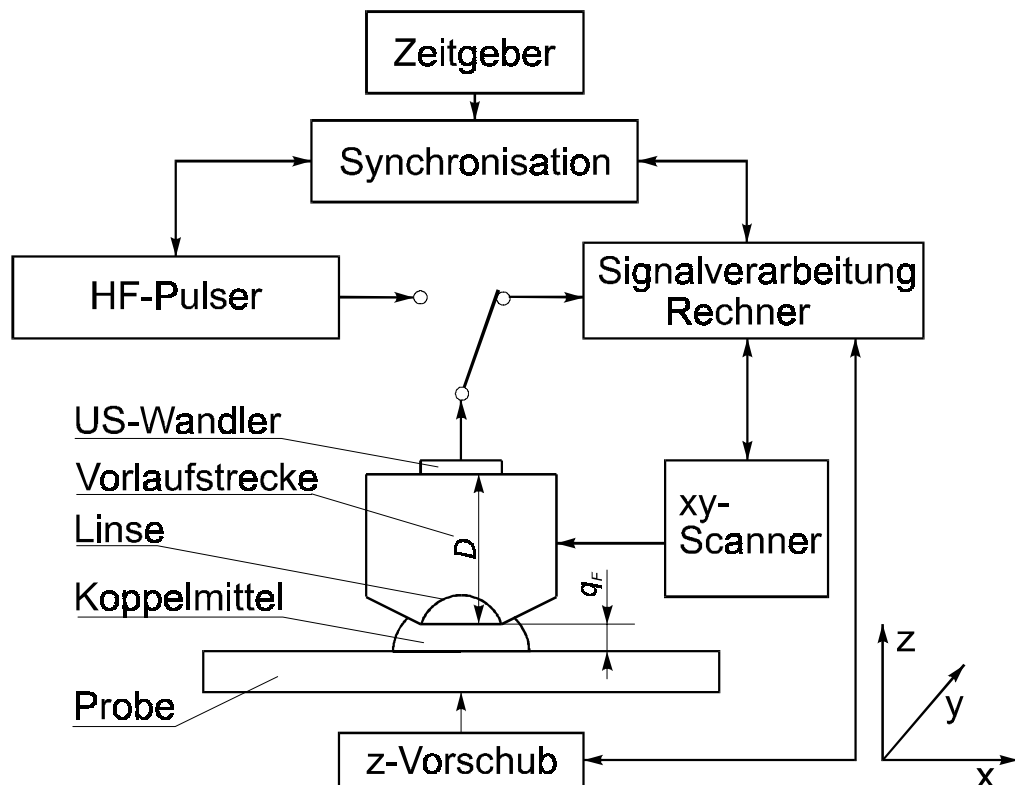


Bild 4.7: Schematische Darstellung eines konfokalen Reflexions-Akustomikroskops nach /58, S.24/, vereinfacht

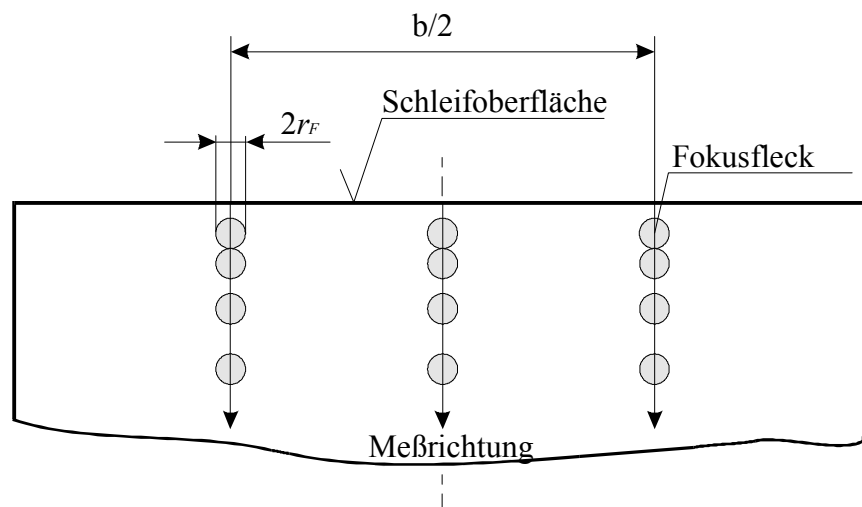
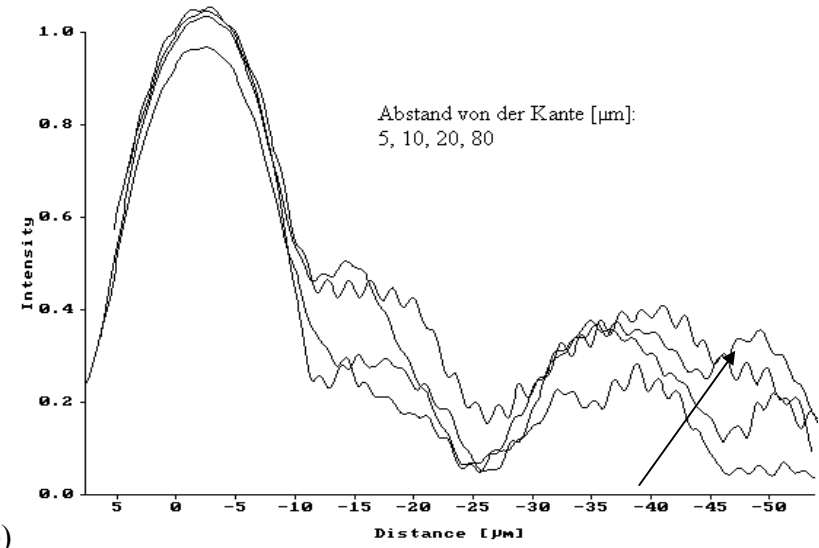
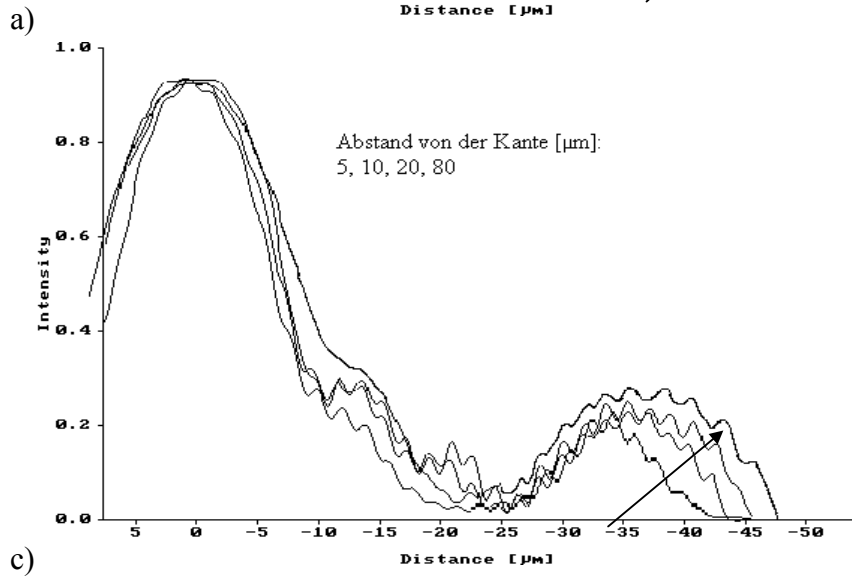
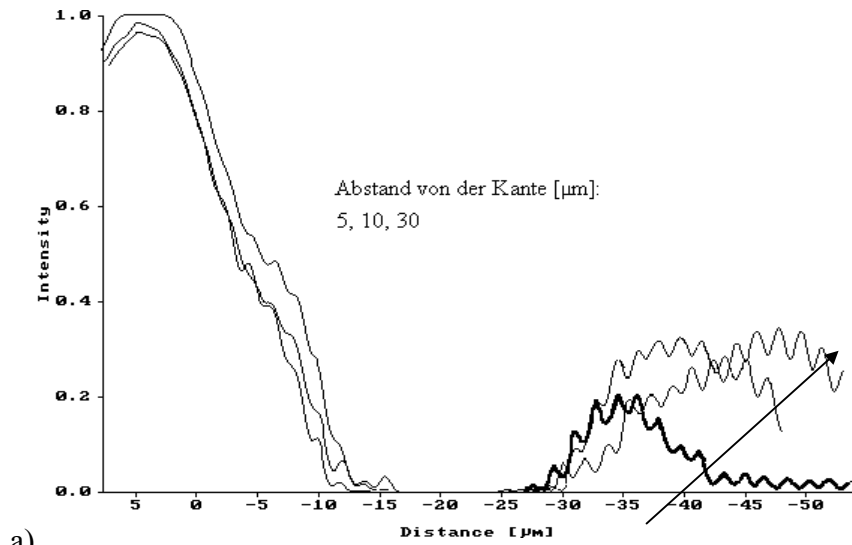


Bild 4.8: Schematische Darstellung der Meßstellenanordnung zu den $V(z)$ -Kurven am Querschnitt



b) Bild 4.9: $V(z)$ -Kurven mit Spiegel- und erstem Interferenzmaximum an polierten Querschnitten (Pfeil kennzeichnet die Kurven mit wachsendem Abstand von der Kante zur Schleifoberfläche)

a) SSiC

b) SiSiC

c) SSN

Anwendung eines Ultraschallscanners in Tauchtechnik

Die Rayleighwellengeschwindigkeit wurde durch Laufzeitmessungen von Oberflächenwellenechos an einer rechtwinkligen Kante (Probenstirnseite) in Tauchtechnik ermittelt (Tabelle 4.5). Da es schwierig ist, den Abstand des Fokus vor der Kante genau zu messen, wurde der Prüfkopf mit dem Scanner an zwei verschiedenen Stellen, welche die Wegdifferenz Δs aufwiesen, vor der Kante positioniert. Die Laufzeitdifferenz der Kantenechos ($\Delta t_R = t_{R2} - t_{R1}$) wurde mit einem Digitaloszilloskop bei einer Auflösung von 1 ns gemessen. Es wurde wiederum die Anlage HFUS 2000 (Ing.-Büro Dr. Hillger) mit dem Prüfkopf IAP-F50.2.0.3 (Fa. Krautkrämer) bei 35 MHz Tiefpaß benutzt.

Zur Untersuchung der Dispersion von Rayleighwellen ist dieses Verfahren nicht geeignet, da die Bandbreiten für Sender und Empfänger von ca. 200% mit herkömmlichen Wandlern nicht erreicht werden können und die Meßunsicherheit der Messung von 0,5 % noch zu hoch ist. Der Vorteil des Verfahrens liegt aber darin, daß an kleinen Oberflächen mit ca. 5 mm Kantenlänge bereits Rayleighwellengeschwindigkeiten gemessen werden können.

An den Proben mit dem feinsten Schleifzustand wurde das Verfahren zur Charakterisierung des Grundwerkstoffs und zur Überprüfung der Prüfkopfjustierung (Einhaltung des Rayleighwinkels θ_R) für die Defektoskopie benutzt.

Tabelle 4.5: Rayleighwellengeschwindigkeiten mit Tauchtechnik

Werkst./Charge	$\Delta t_{R1,2,3}$ [ns]	$\Delta s_{1,2,3}$ [mm]	$v_R = 2\Delta s / \Delta t_R$ [km/s]	θ_R [°] *
SSiC 7	428; 427; 365	1,45; 1,45; 1,25	$6,81 \pm 0,03$	12,4
SiSiC 9	488; 507; 308	1,55; 1,65; 1,0	$6,45 \pm 0,05$	13,1
SSN 8	253; 413; 428	0,7; 1,15; 1,45	$5,56 \pm 0,03$	15,1

* Wasser bei 20°C

Laserakustische Dispersionsmessungen

Zur breitbandigen Signalerzeugung wurde ein N₂-Laser verwendet. Die kurzen Impulsbreiten von 0,5 ns mit einer Energie von 0,4 mJ gestatteten eine breitbandige Signalerzeugung. Der Laserimpuls wird vom opaken Material absorbiert, welches lokal erwärmt wird und einen Schallimpuls entstehen läßt (photoakustischer Effekt). Da das erwärmte Volumen sehr klein ist, werden kurze Aufheiz- und Abkühlzeiten erreicht, die harmonische Schwingungsanteile bis über 100 MHz entstehen lassen.

Die Meßapparatur zeigt Bild 4.10. Die Zylinderlinse mit ca. 30 µm Brennlinienbreite und der scharfe Empfängerkeil, der eine PVDF-Wandlerfolie auf die Probe preßt, ermöglichen bei einigen Millimetern bereits eine hohe Ortsauflösung. Für v_R wird ein relativer Fehler von $5 \cdot 10^{-4}$ für den oberen Frequenzbandbereich und für den unteren ein Fehler von $2,5 \cdot 10^{-3}$ angegeben /61/.

Die Dispersion wurde aus Signalen bestimmt, die mit zwei verschiedenen Abständen Brennlinie-Empfängerkeil gewonnen wurden. Die frequenzabhängige Phasendifferenz wurde aus der Fouriertransformierten der Kreuzkorrelationsfunktion nach den Gl. (3.9) und die Phasengeschwindigkeit nach Gl. (3.11) mit der Software der Apparatur ermittelt.

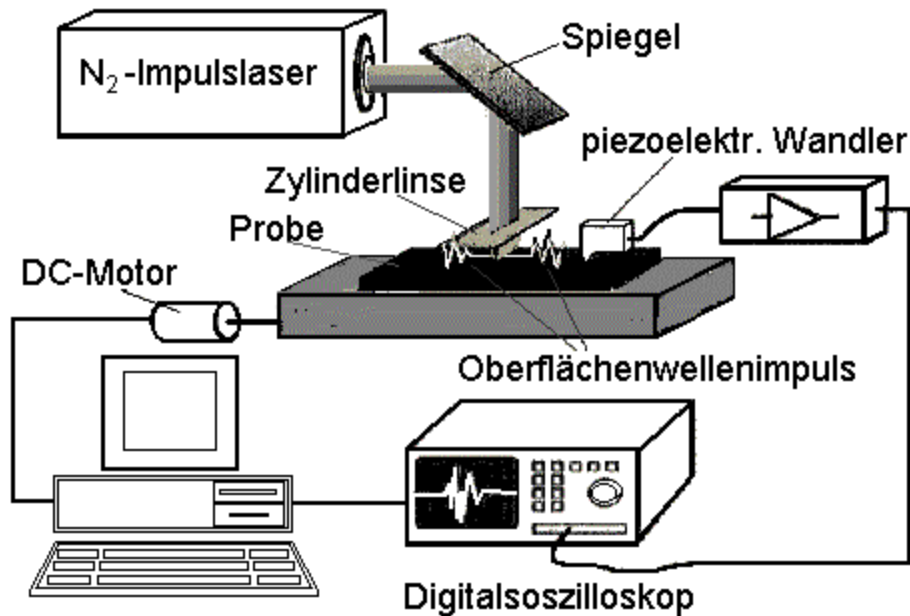


Bild 4.10: Laserakustische Meßapparatur für Oberflächenwellen (IWS Dresden, FhG)

4.2.3.5 Bildgebende Ultraschallprüfung

C-Bildanalyse

Die C-Bilder wurden mit der Anlage HFUS 2000 (Ing.-Büro Dr. Hillger), die in Tauchtechnik arbeitet, sowie dem fokussierenden Prüfkopf IAP-F50.2.0.3 (Fa. Krautkrämer) mit einer Tiefpaßfilterung bei 35 MHz generiert. Zur Erzeugung von Oberflächenwellen wurden die Proben unter dem jeweiligen Rayleighwinkel θ_R angeschallt, der für jeden Werkstoff nach Gl. (3.19) ermittelt wurde. Die schematische Ansicht des Versuchsaufbaus zeigt Bild 4.11. Die Optimierung der Geräteeinstellungen und die Zuordnung der Fehlergrößen zu den C-Bildanzeigen erfolgte an Modelldefekten einer polierten SSiC-Oberfläche (Anlage 2.1).

Die Prüfung der Biegestäbe erfolgte in dem Oberflächenbereich, der sich im folgenden Biegebruchversuch im Bereich der mittleren Auflager befand und der maximalen Biegespannung unterlag.

Der Scanner wurde für den Nachweis von Schleifrisen an Vickersindrücken (Modelldefekte) kalibriert, die mittels Akustomikroskop bei 200 MHz vermessen wurden. Die HV5-Eindrücke (SAM-Bilder in Anlage 2.4) dienen weiterhin einer reproduzierbaren Prüfkopfjustierung, die entsprechend dem Rayleighwinkel für jeden Werkstoff separat vorgenommen wurde. Die Justierung der Proben erfolgte mit einem Justierdraht (an der oberen Bildkante teilweise erkennbar). In Vorversuchen wurden die Proben sowohl längs als auch quer zur Schleifrichtung angeschallt (Anlage 2.5). Nahe der Probenstirnseite wurde jeweils ein Härteeindruck HV5 eingebracht, der bei Längsanschallung im C-Bild erkennbar ist. Da es sich zeigte, daß bei der Anschallung quer zur Schleifrichtung die Defekte durch die Schleiffurchen überdeckt werden, wurden bei den folgenden Versuchen die Proben nur noch längs zur Schleifrichtung angeschallt.

Die Eindringtiefen der Rayleighwellen nach Gl.(3.6) bei 35 MHz sind ca. 200 μm (SSiC), ca. 190 μm (SiSiC) und ca. 160 μm (SSN) und liegen damit in der Größenordnung der festigkeitsrelevanten Oberflächenfehler.

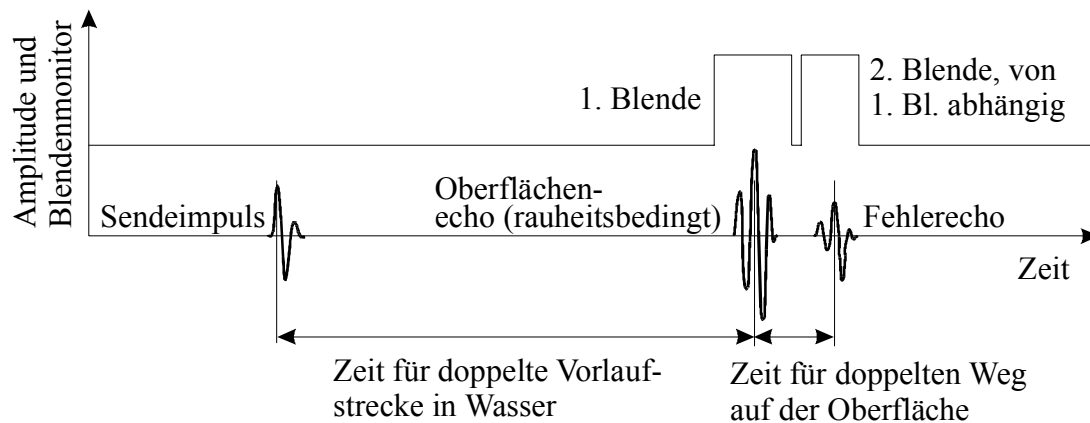
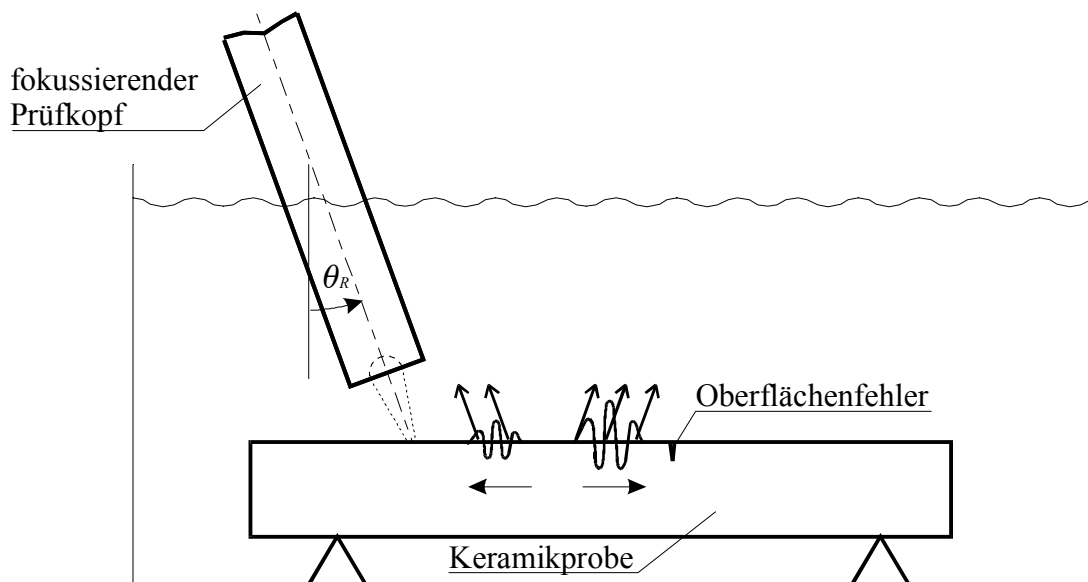


Bild 4.11: Schematische Ansicht der US-Scanvorrichtung für Oberflächenwellen

Akustomikroskopie

Die Risse an den polierten Querschnitten der mit verschiedenen Parametern geschliffenen Biegestäbe wurden bei $f = 1$ GHz mit dem Objektiv SAM 2000/1GHzV(z) untersucht. Mit $r_0 = 80 \mu\text{m}$ und $\theta_{Li0} = 45,4^\circ$ ergibt sich nach Gl.(3.24) ein Arbeitsabstand bei $z = 0$ von $q_F = 68,7 \mu\text{m}$. Dieser Arbeitsabstand läßt gerade noch die Untersuchung feingeschliffener Flächen zu.

Zur Bestimmung der akustischen Impedanzen auf den geschliffenen Oberflächen wurden die Bilder in den Anlagen 5.1 bis 5.3 im Fokus ($z = 0$) aufgenommen, da bei Defokussierung die Rayleighwelleninterferenzen an Hindernissen zur Kontrastumkehr führen können und der mittlere Grauwert, ermittelt als integrale Größe je Einheitsfläche (hier: $0,25 \text{ mm}^2$), seine Aussagekraft verlore. Es wurde die Linse SAM 2000/200 MHz verwendet, die nach Gl.(3.24) bei $z = 0$ einen freien Arbeitsabstand von $q_F = 187,0 \mu\text{m}$ ($r_0 = 285 \mu\text{m}$ und $\theta_{Li0} = 60^\circ$) besitzt, welcher bei den vorhandenen Oberflächenrauheiten noch praktikabel ist.

Zur werkstoffspezifischen quantitativen Bewertung der Schleifoberflächen wurde eine relative (scheinbare) akustische Impedanz definiert:

$$Z_L' / Z_{L0} .$$

(Z_L' ... scheinbare akustischen Impedanz des Schleifzustandes, $Z_{L0} = Z_L (\theta = 0)$ akustische Impedanz am polierten Querschnitt, berechnet nach Gl. (3.30))

Da bei Werkstoffen mit hoher Schallgeschwindigkeit wegen des niedrigen Rayleighwinkels (Tab. 4.5) ein großer Teil der von der akustischen Linse ausgesandten Schallwellen totalreflektiert wird, wird das akustische Bild stark von Oberflächentopographien beeinflusst. Dieser Effekt, der eigentlich bei Impedanzmessungen stört, wurde nun zur Charakterisierung der Schleifoberflächen genutzt. Das Gerät wurde für eine Impedanzmessung an polierten Aluminium- und SSiC - Proben unter Nutzung der Gerätesoftware des SAM 2000 kalibriert, die zwar nur eine lineare Korrelation zwischen dem Grauwert (Videosignal) und dem Reflexionskoeffizienten zulässt (vgl. Bild 3.6), für eine reproduzierbare Messung an verschiedenen Schleifzuständen aber prinzipiell ausreicht. Die Werte Z_L' wurden mit der Gerätesoftware aus den mittleren Grauwerten der akustischen Bilder der Schleifzustände nach Anlage 5.1 bis 5.3 ermittelt und mit dem Wert Z_{L0} , der den polierten Zustand des jeweiligen Werkstoffs kennzeichnet, normiert.

Da die Reproduzierbarkeit durch die üblicherweise neue Benetzung und Fokussierung der Linse je Oberfläche verschlechtert wird, wurden die Proben je Werkstoff parallel zu einer Planfläche angeordnet, indem sie mit Knetmasse fixiert und durch eine Lehre ausgerichtet wurden.

4.3 Untersuchungen an Grüneramik

4.3.1 Zusammensetzung und mechanische Eigenschaften

Herstellerangaben und selbst ermittelte Werkstoffeigenschaften sind in den Tabellen 4.6 und 4.7 /77/ aufgeführt. Weitere Verfahren und ihr Vergleich sind u.a. in /78/ zu finden.

Festigkeitsermittlung

Die Ermittlung der Festigkeit σ_{BB4} erfolgte im 4-Punkt-Biegeversuch in Anlehnung an DIN EN 843 (Vorrichtung mit beweglichen Auflagern, Auflagerabstände 20 mm und 40 mm, Belastung in 5...10 s bis zum Bruch, Weibullparameter nach der Maximum-Likelihood-Methode).

Bruchzähigkeitsermittlung

Der Bruchversuch erfolgte nach der NB-Methode in 4-Punkt-Auflage (innerer Auflagerabstand 20 mm, äußerer Auflagerabstand 40 mm) mit der oben beschriebenen Biegevorrichtung. Die Querhauptsgeschwindigkeit betrug 1 mm/min. Die Biegestäbe hatten eine Höhe von 7 mm und eine Breite von 5 mm (Nennabmaße). Mit einer Diamantkreissäge wurden Kerben mit einer Tiefe von ca. 1,5 mm und einem Kerbradius zwischen 30...40 μm eingebracht. Die Berechnung konnte nach den Gesetzmäßigkeiten der linear-elastischen Bruchmechanik (LEBM) erfolgen /76/, da bei den verwendeten Werkstoffen im Kraft-Durchbiegungsdiagramm der nichtlineare Anteil vernachlässigt werden konnte und

umfangreiche plastische Verformungen an der Rißspitze nicht feststellbar waren, die eine Verallgemeinerung auf die Konzepte der Fließbruchmechanik erfordern würden /79/.

Härteermittlung

Die Härte *HV* wurde mit einer Prüfkraft von 49,0 N oder 29,4 N (in Abhängigkeit der Festigkeit) und einer Haltezeit von 10 s bestimmt. Mit seitlicher Beleuchtung außerhalb des Objektivs wurde eine ausreichende Abbildung der Eindruckdiagonalen durch Schattenbildung erreicht. Gegebenenfalls wurde die Lichtquelle umgesetzt. Es wurde Kaltlicht verwendet, um eine Erwärmung des Binders im Grünkörper zu vermeiden.

Tabelle 4.6: Grünerkeramik: Zusammensetzung und morphologische Eigenschaften (vom Hersteller freigegebene Chargen)

Werkstoffeigenschaft	Einheit	SKN 9	SKN 10	SKN 11	SN 4	SN 5	SN 6	SN 7	SN 8	SN 9	SN 10
Binderdichte	g/cm ³	0,380	0,462	0,537	0,264	0,334	0,354	0,346	0,267	0,623	0,804
mittlere Dicke der Binderschicht ¹⁾	nm	29,4	24,2	20,8	26,1	17,1	44,3	13,7	25,6	50,4	58,5
Gewichtsteile SiC	g	100	100	100							
Gewichtsteile Si ₃ N ₄	g				87,2	87,2	87,2	87,2	87,2	87,2	87,2
Gewichtsteile Al ₂ O ₃	g				2,8	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8
Gewichtsteile Y ₂ O ₃	g				10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0
Gewichtsteile Binder	g	16,75	16,75	16,75	8	8	8	8	8	8	8
Herstellerbezeichnung des Rohstoffpulvers		UF 15	UF 15	UF 15	UBE E10	HCST M 11	HCST T1	HCST LC 12	TOYO SODA TS 10	HCST T1	HCST T1
spezifische Oberfläche der keram. Rohstoffe	m ² /g	15	15	15	11,6	14,0	5,1	16,9	11,7	5,1	5,1

SiC: SSiC-Grünerkeramik, SN: SSN-Grünerkeramik

¹⁾ ermittelt nach Gleichung 5.9

Tabelle 4.7: Grünerkeramik: Mechanische Eigenschaften (Biegestäbe 5 x 7 x 60 [mm])

Werkstoffeigenschaft	Einheit	SKN 1	SN 0	SN 1	SN 2	SN 3	SN 3A	SN 4	SN 5	SN 6	SN 7	SN 8	SN 9	SN 10
Dichte	g/cm ³	1,83 ±0,010	1,78 ±0,002	1,78 ±0,013	1,82 ±0,003	1,85 ±0,005	1,86 ±0,006	1,78 ±0,002	1,99 ±0,007	2,04 ±0,004	2,02 ±0,005	1,79 ±0,010	2,07 ±0,012	2,06 ±0,004
Bindemittelgehalt	%	17	8	8	12	17	17	8	8	8	8	8	16	24
spezifische Oberfläche der keram. Rohstoffe	m ² /g	15	11,6	11,6	11,6	11,6	11,6	11,6	14,0	5,1	16,9	11,7	5,1	5,1
Vickershärte HV5 ¹⁾ , HV3	MPa	165±15 ¹⁾	84 ± 8 ¹⁾	83 ± 8	109 ± 8 ¹⁾	240±12 ¹⁾	77 ± 8	78 ± 1	93 ± 4	50 ± 2	112±2	75 ± 2	185 ± 14	155 ± 9
Biegebruchfestigkeit (4-Punkt)	Mittelw	12,8	4,3	1,5	5,5	22,3	5,3	2,5	3,2	1,9	4,3	2,3	6,9	8,9
	charakt. Wert	13,3	4,4	1,6	5,7	23,0	5,4	2,6	3,3	1,9	4,5	2,4	7,2	9,3
	Weib.-modul	12,3	17,1	6,0	14,3	16,0	14,9	20,2	15,2	11,4	11,0	22,9	14,4	11,6
Bruchzähigkeit	MNm ^{-3/2}	0,31 ±0,01	0,13 ±0,01	0,046 ±0,006	0,20 ±0,01	0,54 ±0,04	0,19 ±0,01	0,058 ±0,008	0,095 ±0,005	0,076 ±0,005	0,069 ±0,009	0,048 ±0,011	0,190 ±0,009	0,238 ±0,014
Kegelhöhe Ritztest 9,81 N	mm	0,69 ±0,03	1,00 ±0,05	1,48 ±0,11	0,80 ±0,05	0,38 ±0,04	0,90 ±0,08	1,24 ±0,06	1,05 ±0,09	1,12 ±0,05	1,07 ±0,06	1,38 ±0,08	0,86 ±0,05	0,73 ±0,02
Kegelhöhe Ritztest 19,61 N	mm	0,97 ±0,05	1,52 ±0,06	-	1,11 ±0,04	0,61 ±0,05	-	-	1,44 ±0,13	1,68 ±0,14	1,43 ±0,16	-	1,35 ±0,05	1,01 ±0,06
Elastizitätsmodul (Eigenfrequ.)	GPa	11,05 ±0,23	5,38 ±0,03	5,15 ±0,59	7,15 ±0,05	11,58 ±0,19	6,14 ±0,09	7,22 ±0,21	9,69 ±0,20	6,51 ±0,14	10,37 ±0,07	6,79 ±0,04	12,36 ±0,40	13,56 ±0,19
Dämpfungsgrad		0,024 ±0,002	0,040 ±0,003	0,035 ±0,003	0,042 ±0,003	0,034 ±0,003	0,061 ±0,006	0,041 ±0,004	0,040 ±0,004	0,050 ±0,004	0,041 ±0,004	0,045 ±0,003	0,031 ±0,003	0,031 ±0,002

E-Modulbestimmung aus der Eigenfrequenzmessung

Die Biegestäbe wurden mittig weich gelagert und durch Anschlagen auf eine Stirnfläche mit einer kleinen Stahlkugel $\varnothing 1,6$ mm in bevorzugt longitudinale Grundeigenschaften versetzt. Die Schwingungen wurden mit einem Mikrofon aufgenommen und in einem Digitalspeicheroszillographen gespeichert. Die Eigenfrequenz wurde aus dem Leistungsspektrum der FFT bestimmt (Mittelwert aus den 3dB-Grenzfrequenzen). Die Reproduzierbarkeit der Eigenfrequenzmessung verschlechtert sich mit größerer Dämpfung des Werkstoffs. Bei SSiC war die Streuung der Frequenzmessung an Probestäben aber noch $\leq \pm 1\%$, was einer Meßunsicherheit des E-Moduls von $\leq \pm 2\%$ entspricht.

Als Berechnungsgleichung diene /71/:

$$E_{dyn} = 4 \frac{\rho}{K} l^2 f_0^2 \quad \text{mit:} \quad K = 1 - \frac{1}{12} \pi^2 \nu^2 \frac{(b^2 + h^2)}{l^2} \quad (4.3)$$

(ρ ...Dichte, l ...Stablänge, h ...Stabhöhe, ν ...Poissonkonstante)

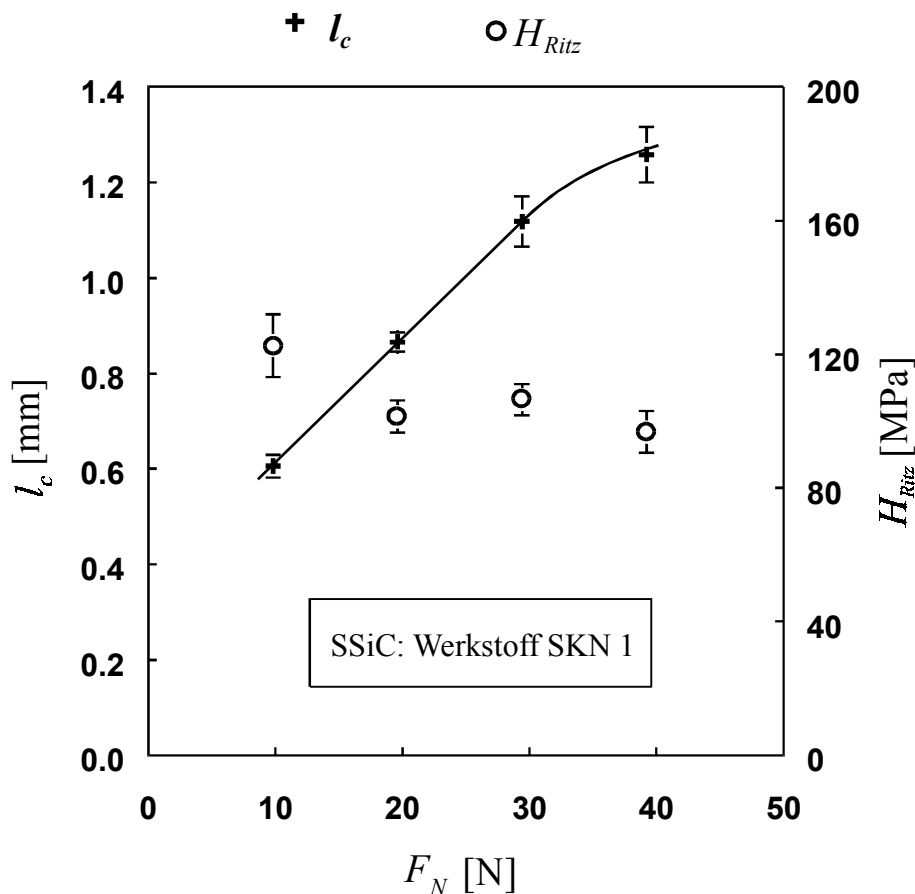


Bild 4.12: Abhängigkeit der Kegelhöhe l_c und der Ritzhärte H_{Ritz} von der Normalkraft F_N

4.3.2 Ritzversuche

Die Versuche wurden mit einem Ritzhärteprüfer (Werkstattbau FH Zwickau) durchgeführt, welcher mit sehr flacher Federkennlinie die Normalkraft F_N konstant hielt. Alle Versuche

wurden auch mit konstanter Ritzgeschwindigkeit (20 mm/min) gefahren. Es wurden 5 Messungen je Prüfkraft und Werkstoff durchgeführt.

Die Kegelhöhen l_c und die Ritzbreiten d bei verschiedenen Normalkräften F_N am Beispiel des SSiC-Werkstoffs SKN 1 (Charge 250/95 der Fa. TeCe Selb) zeigt Bild 4.12. Danach wurde $F_N = 9,81...19,6$ N aus dem linearen Bereich für die weiteren Versuche gewählt.

4.3.3 Bestimmung des Eindringmoduls aus der Kontaktimpedanz

Nach Gl.(2.11) kann bei konstanter Kontaktfläche der effektive Eindringmodul des Materials $E_{Pr}^* = E_{Pr} / (1 - \nu^2)$ bestimmt werden, da die Frequenzänderung des Schwingstabes dann nur noch eine Funktion von E_{Pr}^* ist. Deshalb wurde der Indenter in Form eines flachen Zylinders nach Bild 4.13 (zunächst noch mit gehärtetem Stahl) ausgeführt.

Das komplette Gerät (Sonderanfertigung der Fa. BAQ, Braunschweig) bestehend aus Sonde, xyz-Kreuztisch, Steuerung und Auswerteeinheit gestattet über einen PC die Programmierung von Prüfabläufen. So können Belastungsgeschwindigkeit, Haltezeit und die Anordnung der Meßpunkte in Form von Linien oder Feldern vorgegeben werden und der Meßverlauf online ausgegeben werden.

Die Gerätekonstanten:

$$C_0 = 1,20 \cdot 10^3 \text{ N*s/m}; E_I^* = 226,5 \text{ GPa}; f_\lambda \approx 66533 \text{ Hz}$$

wurden mit Gl.(2.11) in den Formeleditor der Gerätesoftware integriert, so daß der Eindringmodul online (z.B. graphisch) ausgegeben werden konnte.

Die flache Indenterform grenzt den zweckmäßigen Prüfkraftbereich je Werkstoff stärker ein, als es bei Standardindentern der Fall ist. Vollkontakt sollte bei möglichst geringer plastischer Verformung der Probenoberfläche erreicht werden.

Die erreichten Meßunsicherheiten waren bei Aluminium ($F_I = 100$ N) $\pm 0,7$ % und bei Plexiglas ($F_I = 50$ N) ± 1 %. Der Kontaktmodul war gegenüber dem E-Modul aus der US-Laufzeitmessung bei Aluminium 12 % niedriger und bei Plexiglas 15 % höher.

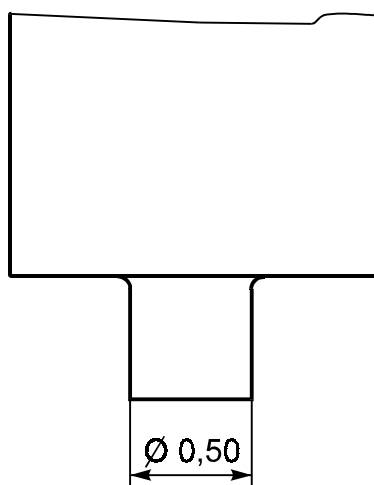


Bild 4.13 Ansicht des flachen Indenters

5. Ergebnisse und Diskussion

5.1 Keramik im Hartzustand

5.1.1 Indentermethoden

5.1.1.1 Ergebnisse der Bestimmung von Härte und Kontaktmodul

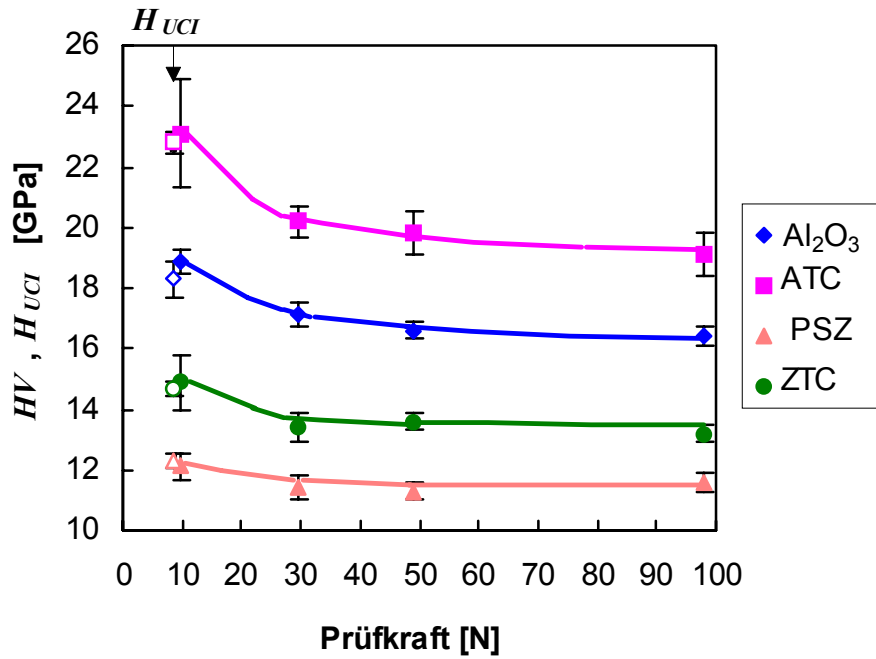
Die Ergebnisse der Härte- und Kontaktmodulmessungen sind in Tab. 5.1 bzw. in Bild 5.1 dargestellt. Aus ihnen lassen sich folgende Schlußfolgerungen ableiten:

konventionelle Härtemessung

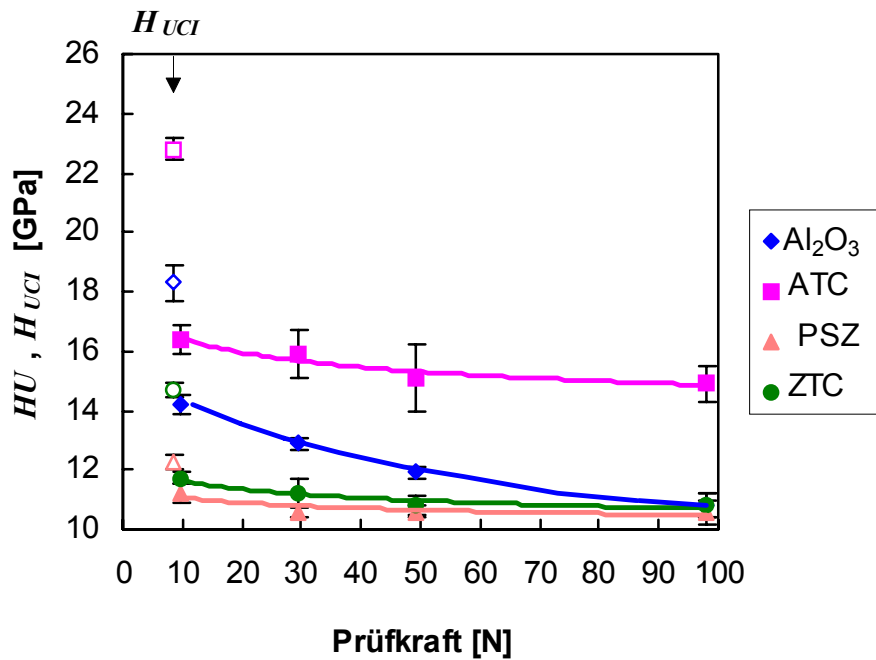
In den *HV*-Härteverlaufskurven nach Bild 5.1 a deutet sich ein stärkerer Knick im Prüfkraftbereich 9,81...29,42 N bei den spröderen Werkstoffen Al_2O_3 , ATC und ZTC gegenüber dem zäheren Werkstoff PSZ an, was in Übereinstimmung mit dem Modell von Quinn /3/ steht. Der Härteabfall von 9,81 N auf 29,42 N liegt zwischen 6% beim zähesten Werkstoff PSZ und 13% beim sprödesten Werkstoff ATC. Der Umwandlungspunkt, ab welchem Mitterrisse entstehen, liegt bei den spröderen Werkstoffen Al_2O_3 , ATC und ZTC unterhalb einer Prüfkraft von ca. 30 N und für PSZ bei ca. 50 N. Auch bei dichter Prüfkraftwahl würde der Umwandlungspunkt nur unsicher bestimmt werden können (insbesondere bei PSZ), so daß nach Gl.(2.3) aus d_c allein Sprödheitswerte B nur sehr ungenau errechenbar wären. Nach dem Modell von Quinn könnte B aber aus H_c , K_{Ic} und E berechnet werden.

Tabelle 5.1: Ergebnisse der Härte- und Kontaktmodulmessung

	Al_2O_3	ATC	PSZ	ZTC	
HV [GPa] bei F_I ⁽¹⁾					
= 9,81N	18,9±0,9	23,1±1,8	12,1±0,4	14,9±0,9	
=29,42N	17,1±0,4	20,2±0,5	11,4±0,4	13,4±0,5	
=49,03N	16,6±0,3	19,8±0,7	11,3±0,3	13,6±0,3	
=98,07N	16,4±0,3	19,1±0,7	11,6±0,3	13,2±0,3	
HU [GPa] bei F_I ⁽¹⁾					
= 9,81N	14,2±0,3	16,4±0,5	11,2±0,3	11,7±0,2	
=29,42N	12,9±0,3	15,9±0,8	10,6±0,2	11,7±0,5	
=49,03N	11,9±0,3	15,1±1,1	10,6±0,2	10,8±0,3	
=98,07N	10,6±0,5	14,9±0,6	10,6±0,4	10,8±0,4	
H_{UCI} [GPa] ⁽²⁾ bei ca. $F_I = 8$ N und E_{dyn}, ν	18,3±0,6	22,8±0,3	12,3±0,2	14,7±0,2	¹ 5 Eindrücke
E_{UCI} [GPa] ⁽²⁾ bei $HV1, \nu$ E_{dyn} [GPa] (z. Vgl.)	404±11	398±8	210±4	252±5	² 10 Eindrücke
	408 ±5	393 ±2	212 ±2	249 ±3	



a) Vickershärte H_V



b) Universalhärte H_U

Bild 5.1: Härte als Funktion der Prüfkraft

Universalhärtemessung

Der Härteabfall bis zur Prüfkraft 29,42 N ist bei H_U etwas niedriger als bei der konventionellen Härtemessung. Er beträgt bei Al_2O_3 ca. 10% und ist bei den übrigen 3 untersuchten Werkstoffen $\leq 5\%$. Die H_U -Werte liegen bei 29,42 N um 8% (PSZ) bis

33% (Al_2O_3) niedriger als die HV -Werte. Gegenüber dem HV -Verlauf ist im HU -Verlauf nach Bild 5.1 b eher ein stetiger Abfall der Härte mit größeren Kräften vorhanden. Dieses Verhalten kann damit erklärt werden, daß der weitaus größte Teil der Rißentwicklung erst bei Entlastung entsteht und deshalb ein Umwandlungspunkt nicht ausgeprägt wird.

Mikrohärtemessung

Die Versuche mit dem Gerät Fischerscope H100 (Fa. Fischer) brachten nur an PSZ reproduzierbare Härtewerte (bei $F_I = 0,01$ N: $18,9 \pm 0,6$ GPa und bei $F_I = 0,1$ N: $15,8 \pm 0,3$ GPa). Die Streuungen bei den Dispersionskeramiken sind hierbei durch die unterschiedlich harten Phasenanteile zu erklären.

UCI-Verfahren

Die gute Übereinstimmung der Härte nach dem UCI-Verfahren H_{UCI} mit der konventionellen Härte $HV1$ einerseits sowie dem E-Modul nach dem UCI-Verfahren E_{UCI} und dem E-Modul aus der Eigenfrequenzmessung E_{dyn} andererseits (Tab. 5.1) bestätigen die Gültigkeit von Gl.(2.16).

5.1.1.2 Rißausbreitung am Vickerseindruck

Der zeitliche Verlauf der Indenterlast und die registrierte Rißlänge sind am Beispiel einer Messung in Bild 5.2 dargestellt. Bild 5.3 enthält Aufnahmen von Vickerseindrücken, deren Radialrisse Leiterzüge von Meßgittern durchtrennen.

Die Widerstandsänderung während der Belastungsphase in Bild 5.2 wurde durch den Eindruck selbst erzeugt, der nur die erste Leiterbahn durchtrennte. Die folgenden drei Leiterbahnen durchtrennte der Radialriß, der sich während der Entlastungsphase bildete. Die Kratzspur wird von den Leiterbahnen überbrückt.

Der registrierte Radialriß entwickelte sich auch bei allen übrigen Tests in der Entlastungsphase. Damit wird die Hypothese von Lawn, Evans und Marshall auch für verschiedene polykristalline Keramiken bestätigt, die diesen Vorgang bisher nur an Glas nachweisen konnten /23/. Auch die in jüngster Zeit von Marx /22/ gemachten Voraussagen aus der FEM-Analyse werden bestätigt.

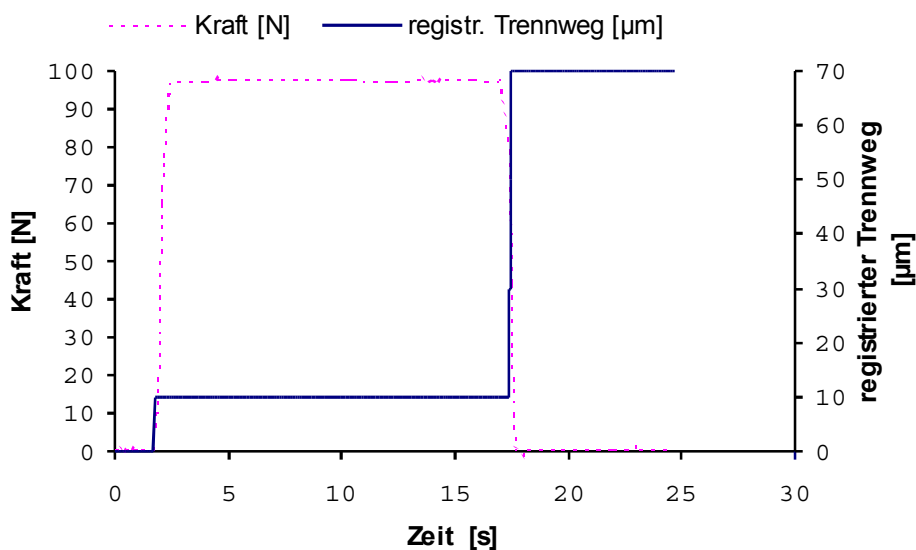
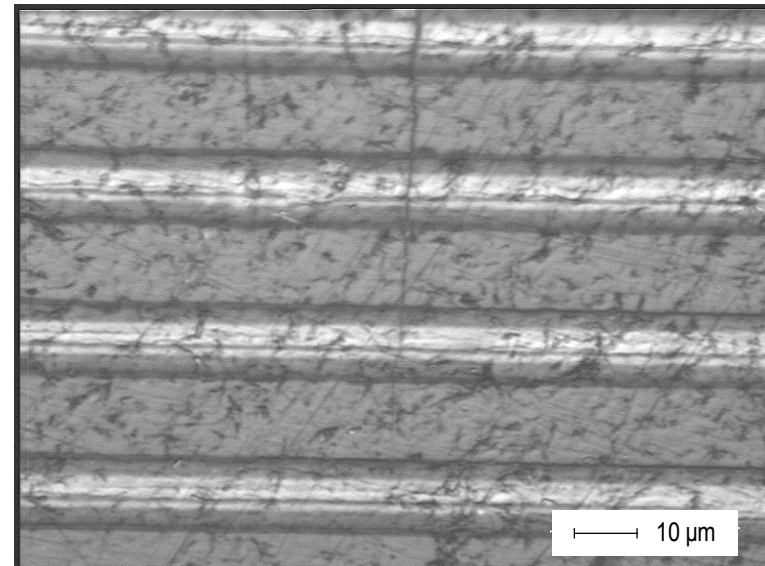
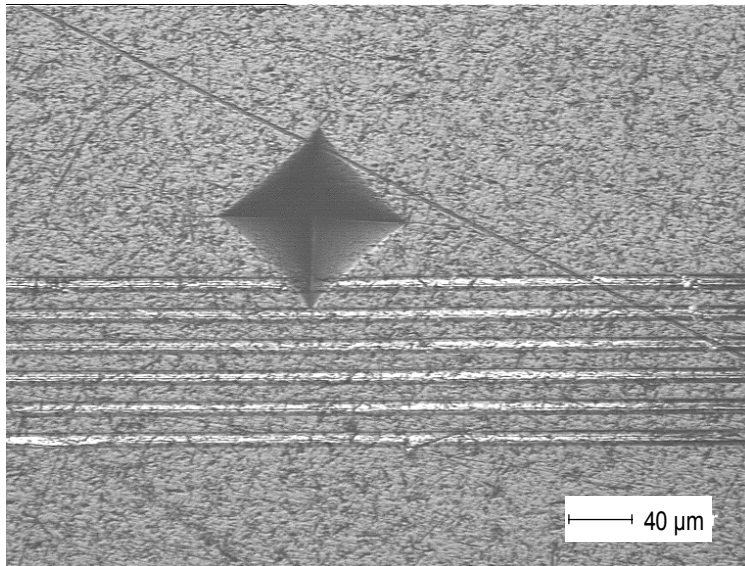
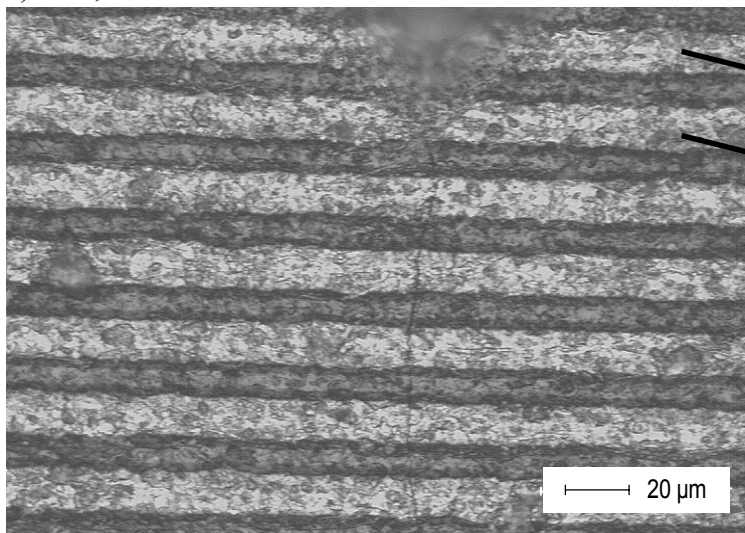


Bild 5.2: Kraft- und Trennwegverlauf am Beispiel von PSZ (Test 7)



8 a) PSZ, Übersicht Test 7

b) PSZ, Detailansicht bis zur letzten durchtrennten Leiterbahn, Test 7

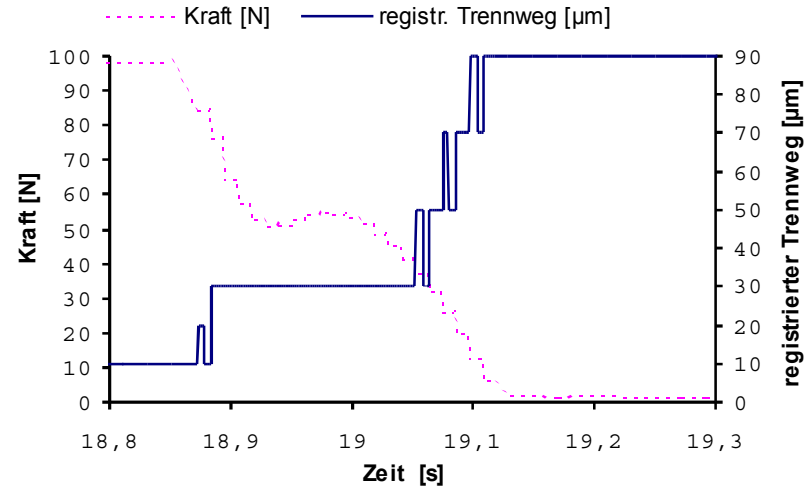
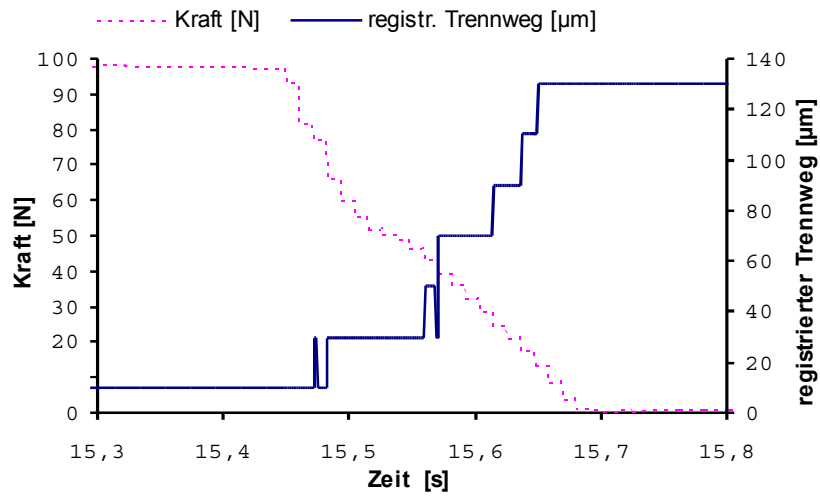


Leiterzug vor der Indentation zerstört

Leiterzug während der Indentation durchtrennt

c) SSiC, Detailansicht bis zur letzten durchtrennten Leiterbahn, Test 6

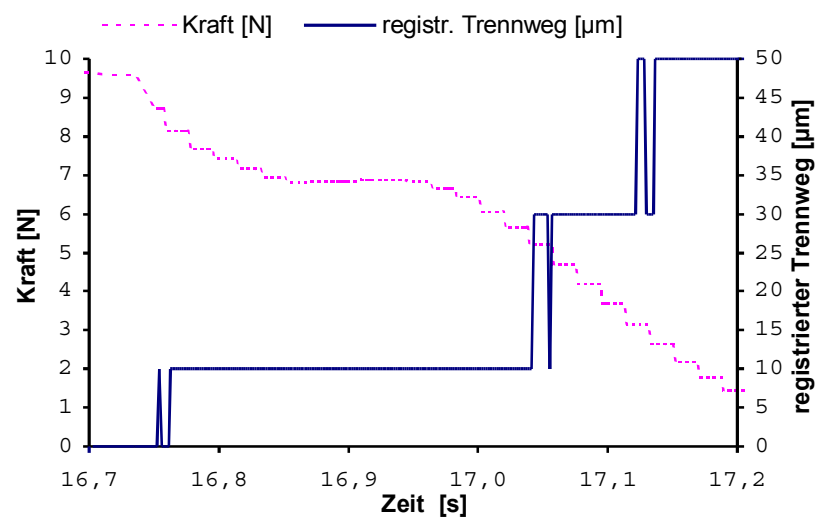
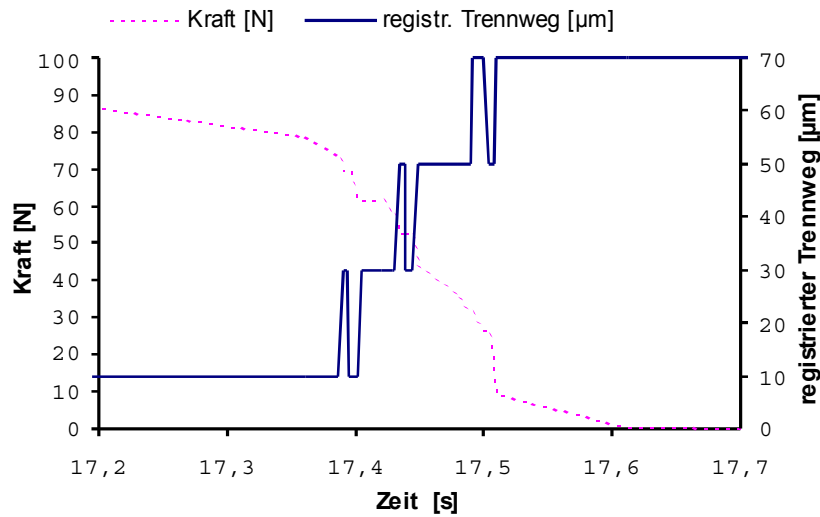
Bild 5.3: Vickersseindruck HV 10 am Leitergitter in PSZ und SSiC



70

a) SSiC (Test 6)

b) SiSiC-Grobkorn (Test 1)



c) PSZ (Test 7)

d) SSN (Test 5)

Bild 5.4: Rißentwicklung in der Entlastungsphase

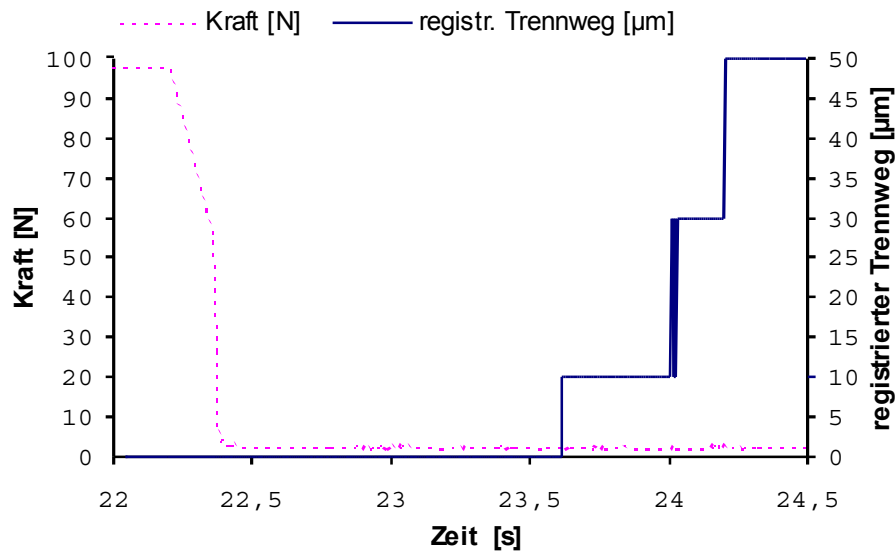


Bild 5.5: Verzögerte Rißentwicklung nach Entlastung an PSZ (Test 15)

In der Regel wurde die Radialrißentwicklung vom Entlastungsvorgang gesteuert, d.h. sie war zeitlich auf die Entlastungsphase beschränkt (Bild 5.4 a bis d) und der Rißverlauf war stabil.

Unterkritisches Rißwachstum nach der Entlastungsphase wurde nur in 2 von 10 Fällen registriert und war nach wenigen Sekunden abgeschlossen. Ursache für dieses Verhalten können Rißbarrieren, wie z.B. Poren darstellen.

Eine solche Pore, welche nach Bild 5.5 bei PSZ die Rißentwicklung an der Oberfläche ca. 1,5 s blockiert haben könnte, wurde tatsächlich im Rißpfad des Härteeindrucks im akustischen Bild 5.6 a gefunden. In der lichtmikroskopischen Aufnahme ist diese Pore nicht zu sehen (Bild 5.6 b).

5.1.1.3 Einfluß der neuen Modellannahmen auf die Rißzähigkeitswerte

Untersuchung der Prüfkraftabhängigkeit bei der Eigenspannungsintensität

In Punkt 2.3.1.3 wurde festgestellt, daß bei Halbkreisrissen die Modell-Verfeinerungen nach Bild 2.8b im Bereich $c/a = 2...5$ im Vergleich zum Lawn-Modell vernachlässigbar sind. Deshalb wurde die Prüfkraftabhängigkeit des Lawn-Modells nach den Gl.(2.29) bis (2.31) ohne bzw. mit Korrekturfunktion $F_{Halbellip}$ nach Gl.(2.43) untersucht.

Es wurden die prüfkraftbezogenen Mittelwerte $K_I^{ICL}(F_I)$ zum Mittelwert aller Messungen je Werkstoff \bar{K}_I^{ICL} ins Verhältnis gesetzt (Bild 5.7), um die konstanten Faktoren zu eliminieren. Die Prüfkraftabhängigkeit verringert sich deutlich vom Lawn-Modell ohne Korrekturfunktion in Bild 5.7a zum Lawn-Modell mit Korrekturfunktion $F_{Halbellip}$ in Bild 5.7b (Spannweitenverringering von 12 % auf 6 %). Die Parameter $m = 0,5$; $k_0 = 0,2$ und $k_1 = 1,8$ wurden durch Regression berechnet und können daher im Bereich der untersuchten Werkstoffe als materialunabhängig gelten, bei denen die Härte von 7,7...24 GPa, der E-Modul von 208...427 GPa und die Poissonkonstante von 0,17...0,32 variierte.

Zum Erreichen dieser Ergebnisse wurden spezielle Prüfbedingungen eingehalten, die verallgemeinerbar sind. So sollte ein c/a - Verhältnis im Bereich 1,8...4,5 vorliegen. Wird die

Rißlängenbestimmung mit dem Lichtmikroskop durchgeführt, sollte an einer polierten Oberfläche eine Vergrößerung von ≥ 400 -fach bei einer Apertur von $\geq 0,8$ eingehalten werden. Vorzuziehen ist allerdings eine Rißlängenmessung mit einem Akustomikroskop bei einer Frequenz von ≥ 400 MHz. Die Methode sollte nur an dichter Keramik (Porosität der Keramik maximal 3 %) angewandt werden.

Vergleich der Absolutwerte der Eigenspannungsintensität mit denen der Langrißexperimente

Bei den eigenen Experimenten wurden die ICL-Werte mit den PB-Werten (PB...Precracked Beam) verglichen. Bei den Experimenten aus dem Ringversuch von ESIS TC 6 /42/ wurden die ICL-Werte mit den CVN-Werten (CVN... Chevron Notch) verglichen, wenn das für den CVN-Versuch erforderliche stabile Rißwachstum nachgewiesen werden konnte, sonst wurden die PB-Werte benutzt. Dieses Vorgehen wurde gewählt, weil bei einer Reihe von Teilnehmern die PB-Werte stark differierten.

Für das Lawn-Modell wurde empirisch $\xi = 0,0175$ ermittelt:

$$K_I^{ICL} = 0,0175 \left(\frac{E}{H} \right)^{0,5} F_I c^{-3/2} \quad (5.1)$$

(vgl.: $\xi = 0,016$ und /18/ und $\xi = 0,018$ nach /80/). Die aus der Optimierungsrechnung zur Verminderung der Prüfkraftabhängigkeit hervorgegangene Korrekturfunktion lautet:

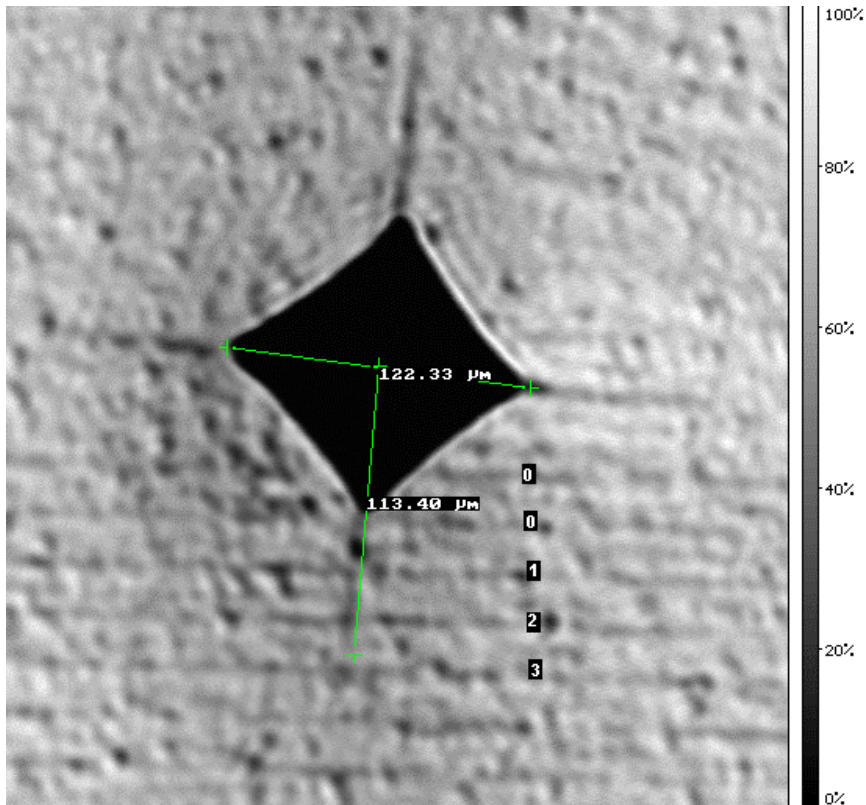
$$F_{Halbellip} = 0,68 \left(\frac{c}{a} \right)^{\frac{b}{1,8c} + 0,2} \quad \text{mit: } b = 0,24 \left(\frac{E}{H} \right)^{0,5} a \quad (5.2)$$

An der untersuchten Werkstoffpalette in Bild 5.8 verringert sich bei Anwendung von $F_{Halbellip}$ die Abweichung von den Werten der Langrißexperimente auf maximal 5 %.

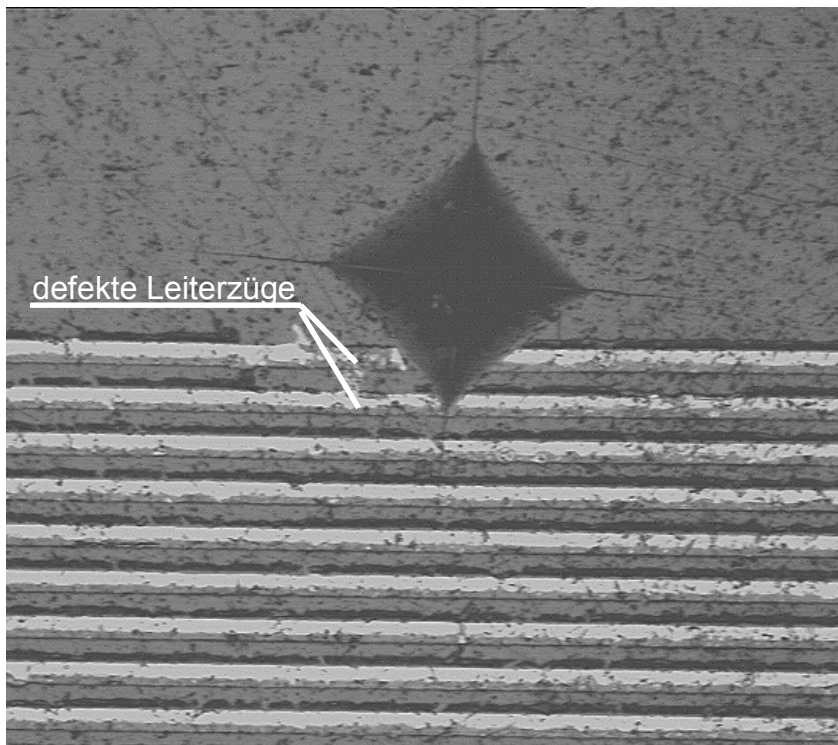
Überlagerung von Eigenspannungsintensität und Biegespannung

Die ISB-Werte wurden zunächst nach Gl.(2.47b) berechnet. Danach wurden diese Werte durch Multiplikation mit der Funktion $F_{NewRaju}$ nach Gl.(2.50) korrigiert. Zu diesem Zweck wurde mit Gl.(5.1) auf die Rißlänge c_0 zurückgerechnet. Die während des Bruchexperiments stabil gewachsene Rißlänge wurde mit $c_m = 2,2c_0$ angenommen. Der Geometriefaktor Y_{max} wurde aus Bild 2.12 bei $\beta = 0,7$ und c_m / h (Querschnittsabmessungen nach Tab. 4.4) ermittelt.

Als Ergebnis ist in Bild 5.9 eine deutlich geringere Prüfkraftabhängigkeit von K_{Ic}^{ISB} bei Al_2O_3 und ATC zu verzeichnen.

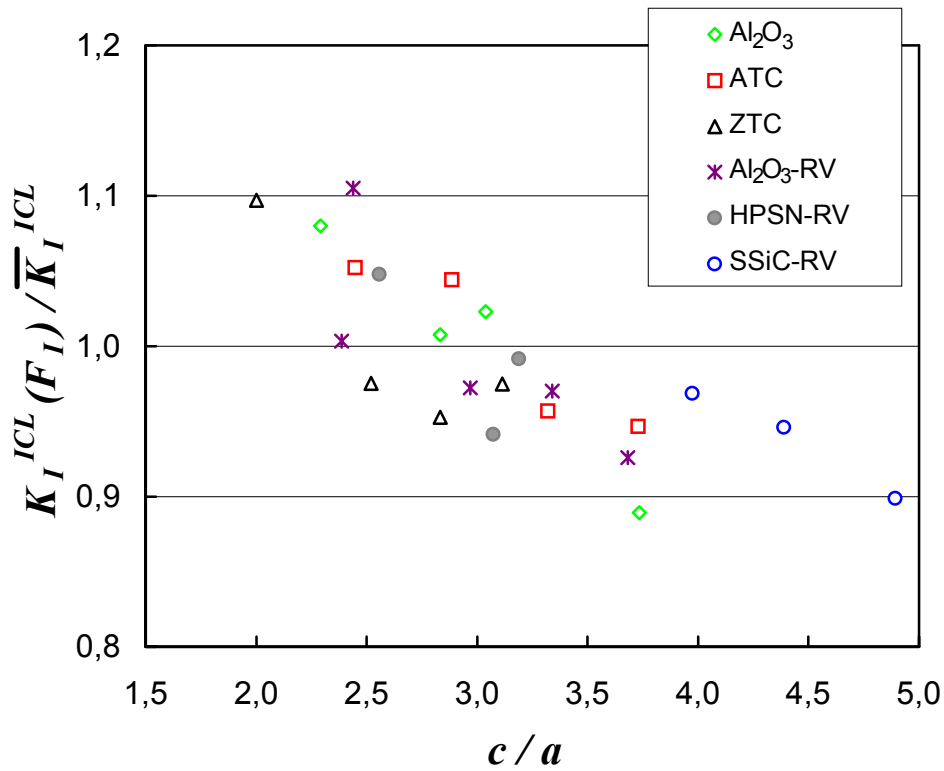


a) akustisches Bild
(Frequenz 400 MHz,
Defok. -33 μm)

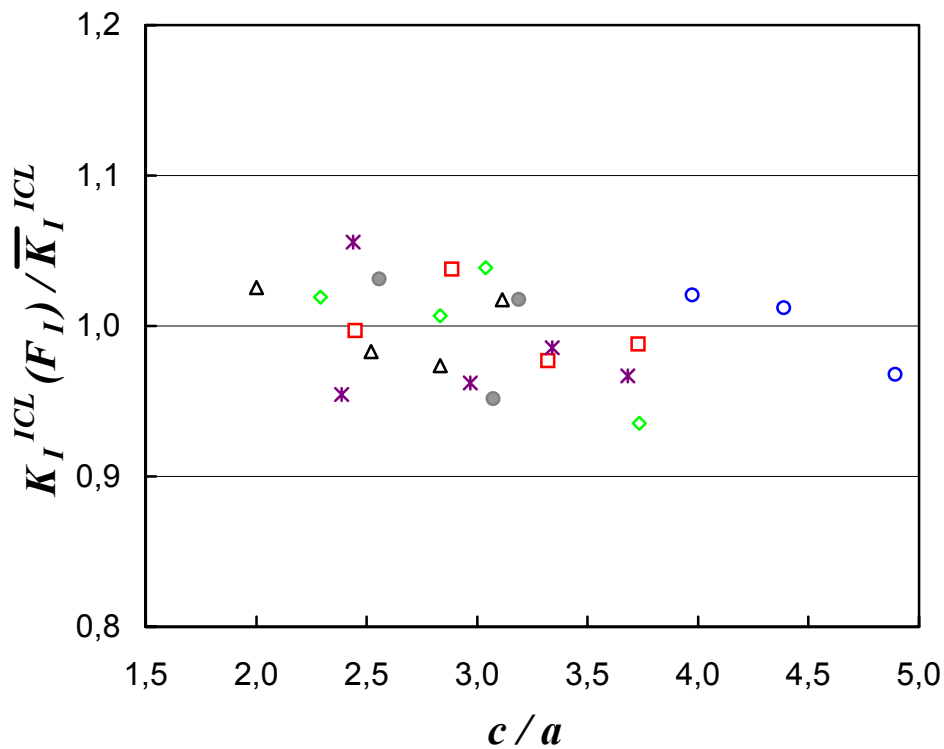


b) lichtmikroskopische
Aufnahme (erste zwei
Leiterbahnen defekt)

Bild 5.6: Vickerseindruck HV 10 in PSZ (Test 15)



a) K_I^{ICL} nach Lawn, Gl. (2.29)



b) K_I^{ICL} nach Multiplikation von Gl.(2.29) mit $F_{Halbellip}$ nach Gl.(2.43)

Bild 5.7: Streuung der ICL-Werte in Abhängigkeit vom c/a -Verhältnis

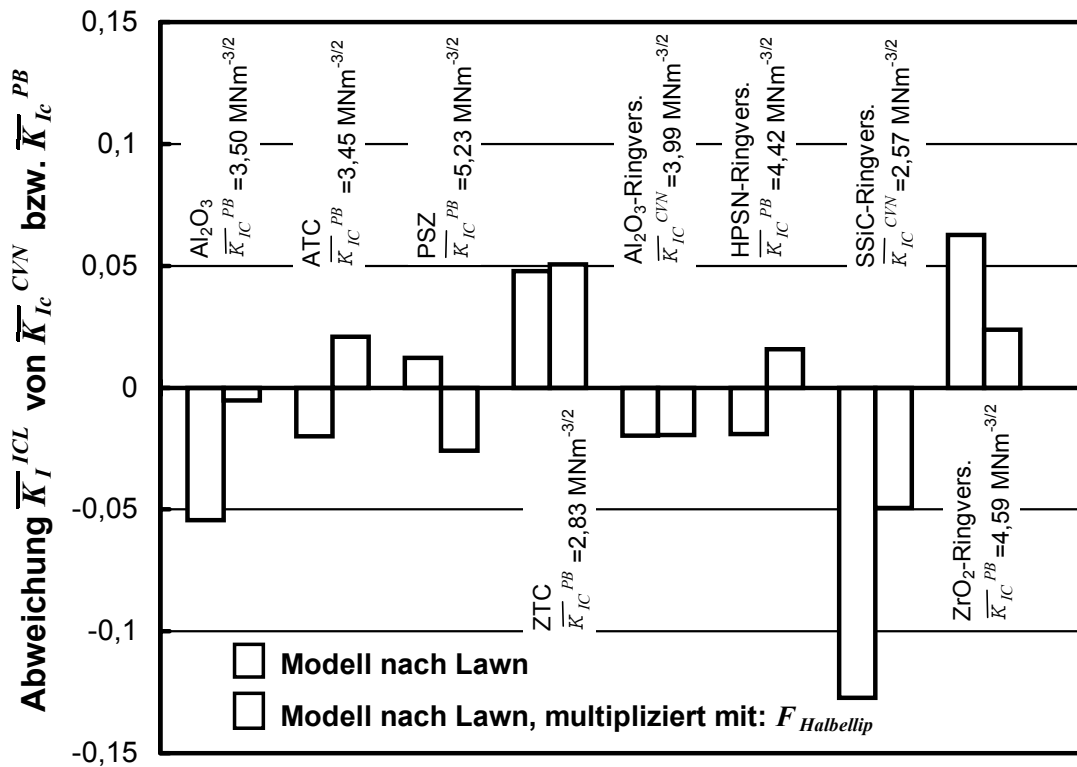


Bild 5.8: Einfluß des Korrekturterms $F_{Halbellip}$ auf die relative Abweichung der ICL-Werte von klassisch ermittelten Bruchzähigkeitswerten

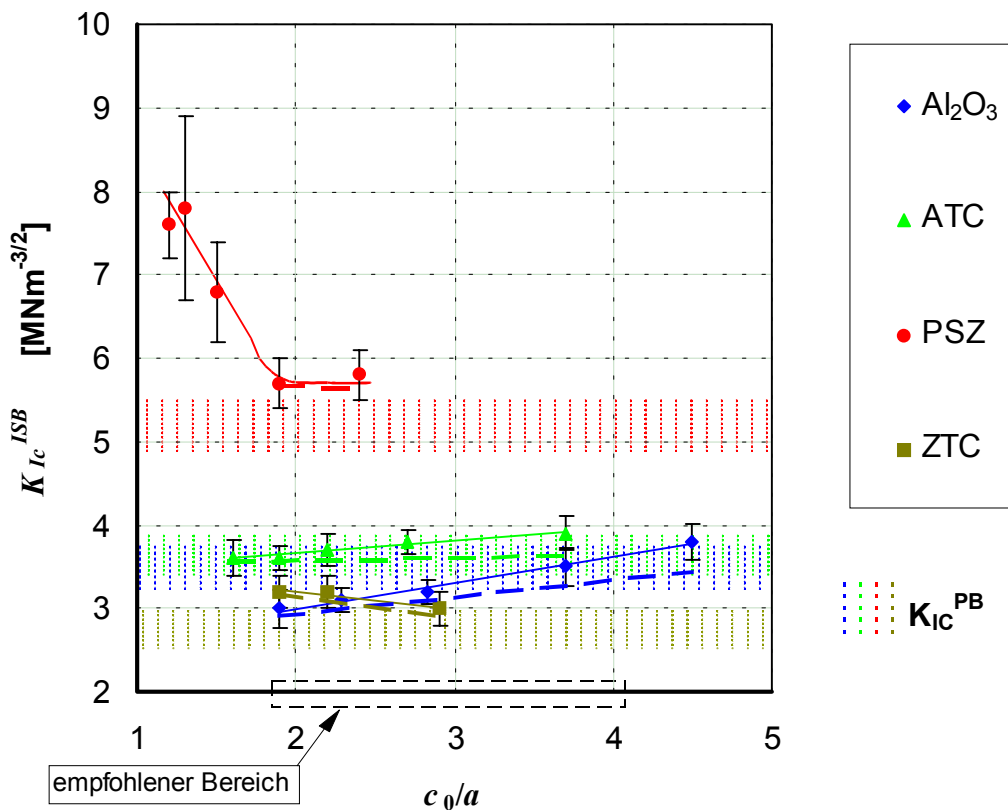


Bild 5.9: Prüfkraftabhängigkeit der K_{IC}^{ISB} -Werte im Vergleich mit Langrißexperimenten (durchgezogene Linien: nicht korrigiert, unterbrochene Linien: korrigiert)

5.1.2 Quantitative Bewertung geschliffener Oberflächen

5.1.2.1 Festigkeitsverteilung

Die Weibulldiagramme sind in Bild 5.10 dargestellt. Die mittleren Festigkeitswerte enthält Anlage 1. Eine signifikante Beeinflussung der Festigkeitsverteilungen durch die Variation der Schleifzustände war nicht feststellbar. Eine wesentliche Ursache hierfür sind beträchtliche natürliche Fehlergrößen (Poren) im Bereich von 100...300 μm , welche mit der C-Bild-Analyse gefunden wurden (Abschnitt 5.1.2.3). Akustomikroskopische Detailaufnahmen sind in Anlage 3 beispielhaft dargestellt. Die Probe SSN 18-12 zeigt einen Ausbruch, dessen Singularität auf das Zusammenwirken der Schleifbelastung mit einer Pore hindeutet. Diese Fehlergrößen sind weit größer als die mikroskopischer Risse, welche durch die Schleifbearbeitung entstanden sind (Bild 5.17).

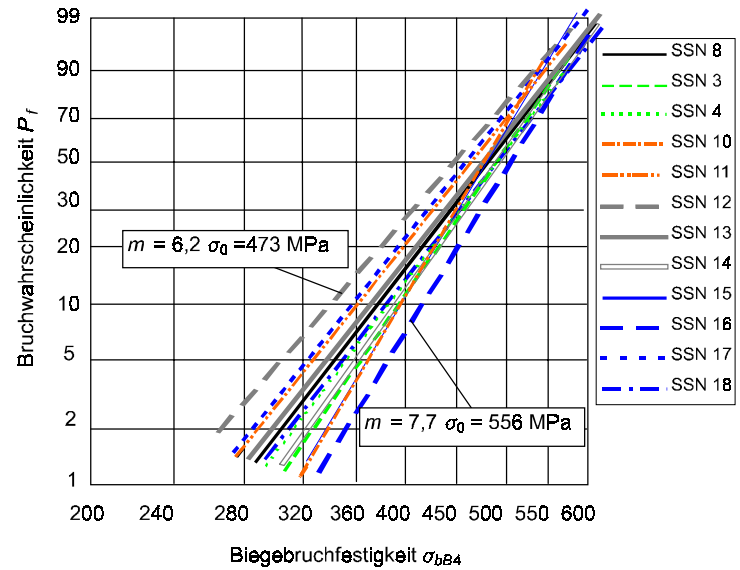
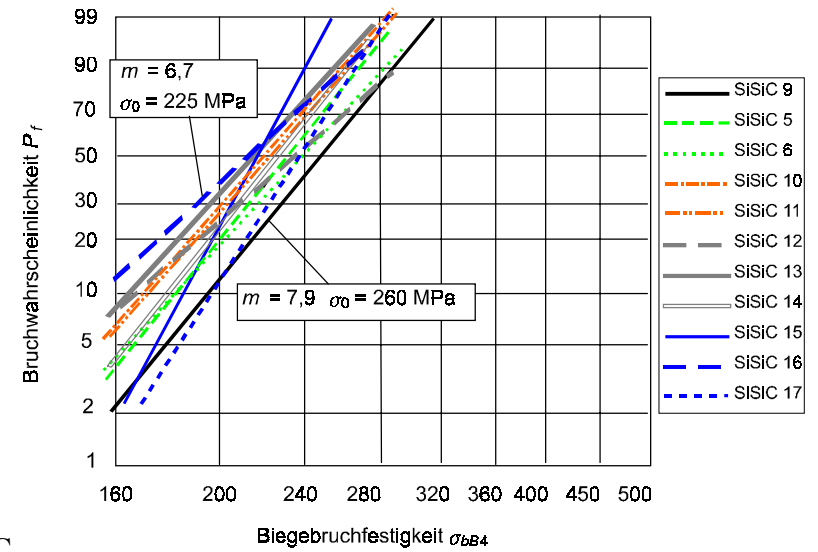
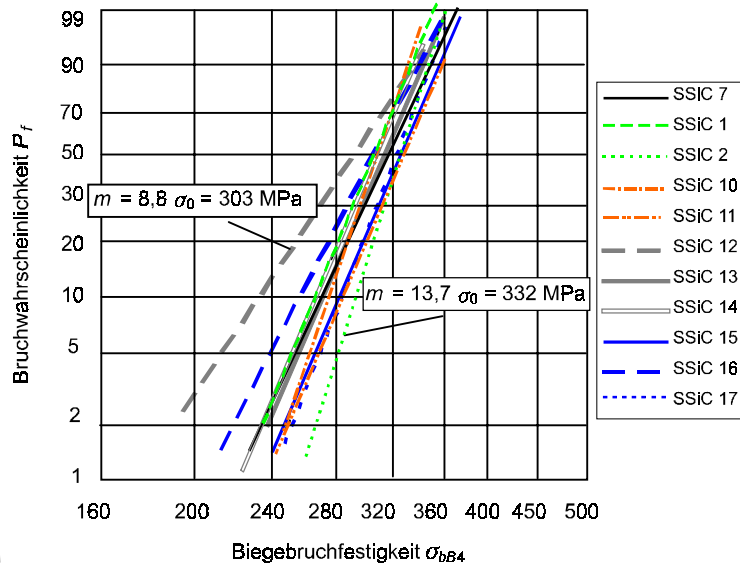
Um dennoch eine Korrelation zwischen den Bruchspannungswerten und den anderen, die Schleifzustände charakterisierenden Kennwerten zu untersuchen, wurde eine maximale Bruchspannung $\hat{\sigma}_{bB4}$ berechnet, die aus dem Mittelwert der drei größten Bruchspannungswerte je Charge gebildet wurde.

Wie in den Diagrammen von Bild 5.11 zu sehen ist, steigt die relative akustische Impedanz Z_L'/Z_{L0} über $\hat{\sigma}_{bB4}$ an, während die Eigenspannungen in Probenlängsrichtung σ_1 abfallen. In den Diagrammen wurden die Chargen beschriftet, die am produktivsten (mit dem Vorschub 10 m/min), die mehrstufig und die mit messinggebundener Scheibe (Bz) bearbeitet wurden.

Ausplatzungen und Risse im Oberflächenbereich verringern Z_L'/Z_{L0} und die Steigung von Z_L'/Z_{L0} über $\hat{\sigma}_{bB4}$ ist daher nicht überraschend. Störend für die Korrelation ist die stärkere Abhängigkeit der akustischen Impedanz von den angeschliffenen Poren und den Ausplatzungen als von Defekten unter der Oberfläche oder senkrechten Rissen, die stärker festigkeitsmindernd wirken können.

Die tendenziell festigkeitsmindernde Wirkung der Druckeigenspannungen kann durch die dominierende Wirkung der natürlichen Fehler wie Poren und Porennester erklärt werden, die ihre Kerbwirkung behalten, da sie sich nicht wie Oberflächenrisse unter Druckeigenspannungen schließen können. Zusätzlich ist die Druckeigenspannungszone mit ca. 80 μm bei den betrachteten 3 Werkstoffen (Abschnitt 5.1.2.2) so flach, daß die vorhandenen natürlichen Fehler (Anlage 3) in die darunterliegende Zugeigenspannungszone ragen können, wodurch ein zusätzlicher Festigkeitsabfall auftreten kann.

Die Vorschubgeschwindigkeit beeinflusste die maximale oder mittlere Bruchspannung ($\hat{\sigma}_{bB4}$ bzw. $\bar{\sigma}_{bB4}$, Anlage 2) bei keinem der drei Werkstoffe signifikant. Weiterhin deuten sich in Bild 5.11 bei SSiC und SSN der Chargen 13, 15 und 17, die mit der höchsten Schnittgeschwindigkeit bearbeitet wurden, eher $\hat{\sigma}_{bB4}$ -Werte im mittleren bis oberen Bereich des jeweiligen Werkstoffs an, während bei SiSiC keine Abhängigkeit zu erkennen ist.



b) SiSiC

Bild 5.10: Weibullgeraden der Festigkeitswerte

a) SSiC

c) SSN

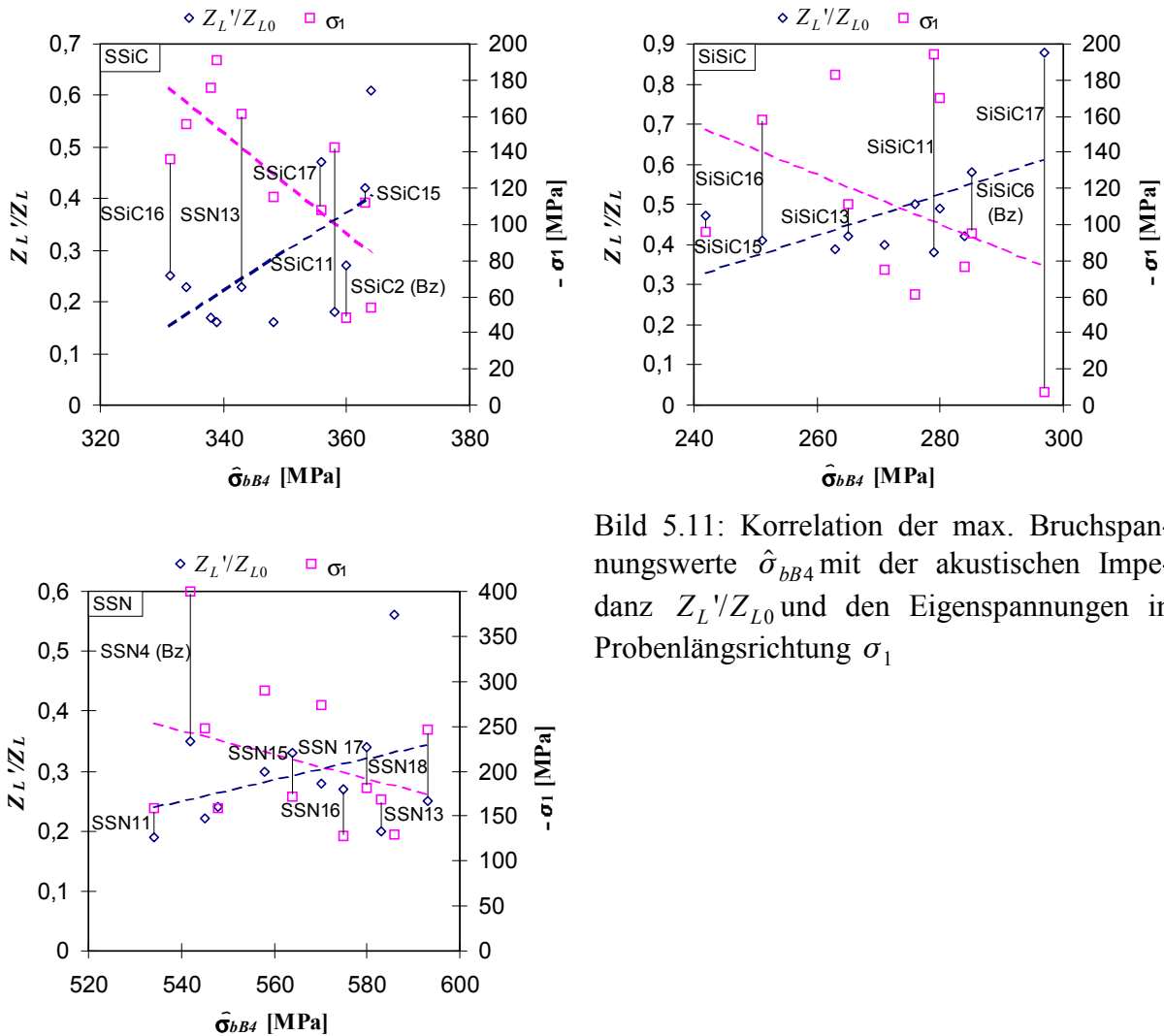


Bild 5.11: Korrelation der max. Bruchspannungswerte $\hat{\sigma}_{bb4}$ mit der akustischen Impedanz Z_L/Z_{L0} und den Eigenspannungen in Probenlängsrichtung σ_1

Die Oberflächenzustände an SSiC und SiSiC, die mit messinggebundener Schleifkörnung (Bz) erzeugt werden, weisen relativ hohe Festigkeiten, hohe akustische Impedanzen und mittlere bis niedrige Eigenspannungen auf. Dagegen ist an SSN diese Werkzeugart unvorteilhaft, da sich hier sehr hohe Eigenspannungen einstellen und daher auch niedrigere max. Bruchspannungswerte andeuten. SEM-Untersuchungen wiesen einen mit steigendem Zerspanungsvolumen stark zunehmenden Mikroverschleiß an den Diamantkörnern (Facettenbildung) des an SSN im Eingriff gestandenen Werkzeugs auf, der bei SSiC und SiSiC wesentlich schwächer ausgeprägt war.

5.1.2.2 Elastische Eigenschaften

Rayleighwellengeschwindigkeit am Probenquerschnitt

Durch die Schleifbearbeitung werden Mikrorißdichten erzeugt, die von der Oberfläche zum Materialinneren hin abnehmen. Das damit im Zusammenhang stehende Verhältnis v_R/v_{R0} , welches durch $V(z)$ -Messungen ermittelt wurde, ist über der Tiefe $-z$ in Bild 5.12 dargestellt. Die Elastizitätsmoduländerung ist jeweils das Doppelte der Schallgeschwindigkeitsänderung. Bei 20 μm ergibt sich an SSiC eine Elastizitätsmodulabsenkung von 7 % sowie an SSN und SiSiC von 4 % . Nach 80 μm ist keine Beeinflussung des Grundzustandes mehr feststellbar,

wobei die Meßunsicherheit der Schallgeschwindigkeit dieses Verfahrens nach eigenen Messungen an den vorliegenden Werkstoffen $\pm 0,7 \%$ und die des E-Moduls demzufolge $\pm 1,4 \%$ beträgt.

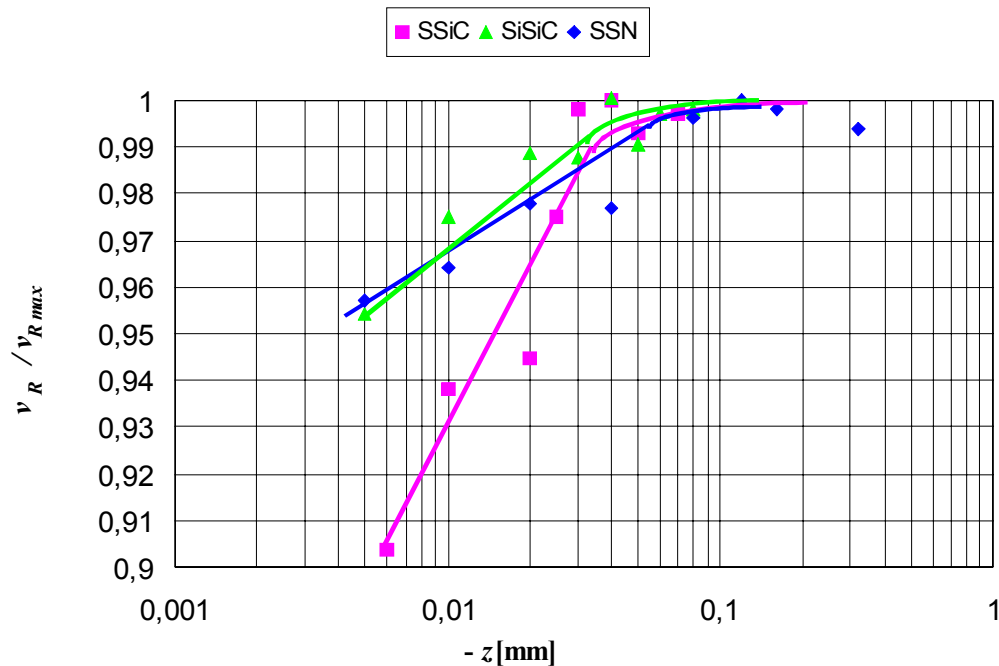


Bild 5.12: Aus $V(z)$ -Kurven ermittelte Rayleighwellengeschwindigkeiten (Schleifzustände SSiC 10, SiSiC 10 und SSN 10)

Rayleighwellendispersion parallel zur Schleifoberfläche

Die Dispersionsspektren von Ultraschallrayleighwellen an geschliffenen Keramikproben aus SSN und SSiC sind in Bild 5.13 dargestellt. Es wurde parallel zur Probenlängsachse gemessen. Durch die während der Schleifbearbeitung erzeugten Mikrorisse wird eine Abnahme des Elastizitätsmoduls an der Oberfläche erzeugt, die sich in einer Verringerung der Rayleighwellengeschwindigkeit v_R mit steigender Frequenz bzw. abnehmender effektiver Eindringtiefe äußert. Die Dispersionsspektren sind annähernd linear, d.h. $\Delta v_R \setminus \Delta f = \text{const.}$. Die charakteristische Eindringtiefe z_c , berechnet nach Gl.(3.6), wurde auf der oberen Abszissenachse aufgetragen.

Der spannungakustische Effekt spielt hier keine Rolle, da der Transversalwellenanteil der Rayleighwelle vertikal polarisiert ist und damit senkrecht zur Druckspannung σ_1 verläuft, die parallel zur Probenachse gerichtet ist. Der Longitudinalwellenanteil der Rayleighwelle verläuft parallel zur Druckspannungsrichtung und ist deshalb ebenfalls zu vernachlässigen.

Deutlich ist bei SSiC (Bild 5.13 a) eine wesentlich stärkere Abhängigkeit des Abfalls $\Delta v_R / \Delta f$ von den Schleifbedingungen als bei SSN (Bild 5.13 b) zu erkennen. Bei beiden Werkstoffen ist der feinste Schleifzustand (Grundzustand SSiC 7 und SSN 8) auch durch den geringsten Abfall der Rayleighwellengeschwindigkeit in Abhängigkeit der Frequenz $\Delta v_R / \Delta f$ gekennzeichnet. Es gibt aber bei beiden Werkstoffen auch keine signifikante Veränderung des Abfalls $\Delta v_R / \Delta f$ von Charge 10 zu Charge 14, die sich durch eine Erhöhung der Vorschubgeschwindigkeit von 7 m/min auf 10 m/min und durch eine andere Schleifkörnung (von D91K zu D151K) voneinander unterscheiden (Anlage 1).

Bemerkenswert ist weiterhin auch der nur geringfügig steilere Abfall $\Delta v_R / \Delta f$ von SSN 17 gegenüber SSN 8, die beide in mehrstufigen Prozessen erzeugte Oberflächenzustände sind, wobei SSN 17 mit einer wesentlich grobkörnigeren Scheibe als SSN 8 bearbeitet wurde (siehe Anlage 1 c). Das Schrumpfen erfolgte bei SSN 17 mit wesentlich größeren Geschwindigkeiten als bei SSN 8 (Verhältnisse: Schnittgeschwindigkeit [m/s]: 40/27 und Vorschub [m/min]: 10/3,5). Beim Schlichten war das Verhältnis der Schnittgeschwindigkeit [m/s] von SSN 17 zu SSN 8 40/27 und der Vorschub bei beiden Chargen war 3,5 m/min.

Für den Zusammenhang zwischen dem Elastizitätsmodul E und der Mikrorißdichte ε existieren einige überprüfte Modelle. Die Mikrorißdichte ε läßt sich als mittleres Verhältnis der gebrochenen Kornoberfläche zur gesamten Kornoberfläche verstehen. Bei Poissonkonstanten zwischen $0,1 < \nu \leq 0,3$ weisen ein aus der Geophysik stammendes Modell /81/:

$$\varepsilon_\mu = \left(\frac{E_0}{E} - 1 \right) \frac{45}{16} \frac{2 - \nu}{(10 - 3\nu)(1 - \nu^2)} \quad (5.3)$$

(E_0 ...Elastizitätsmodul des mikrorißfreien Materials)

und ein Modell, welches von bruchmechanischen Ansätzen ausgeht /82/:

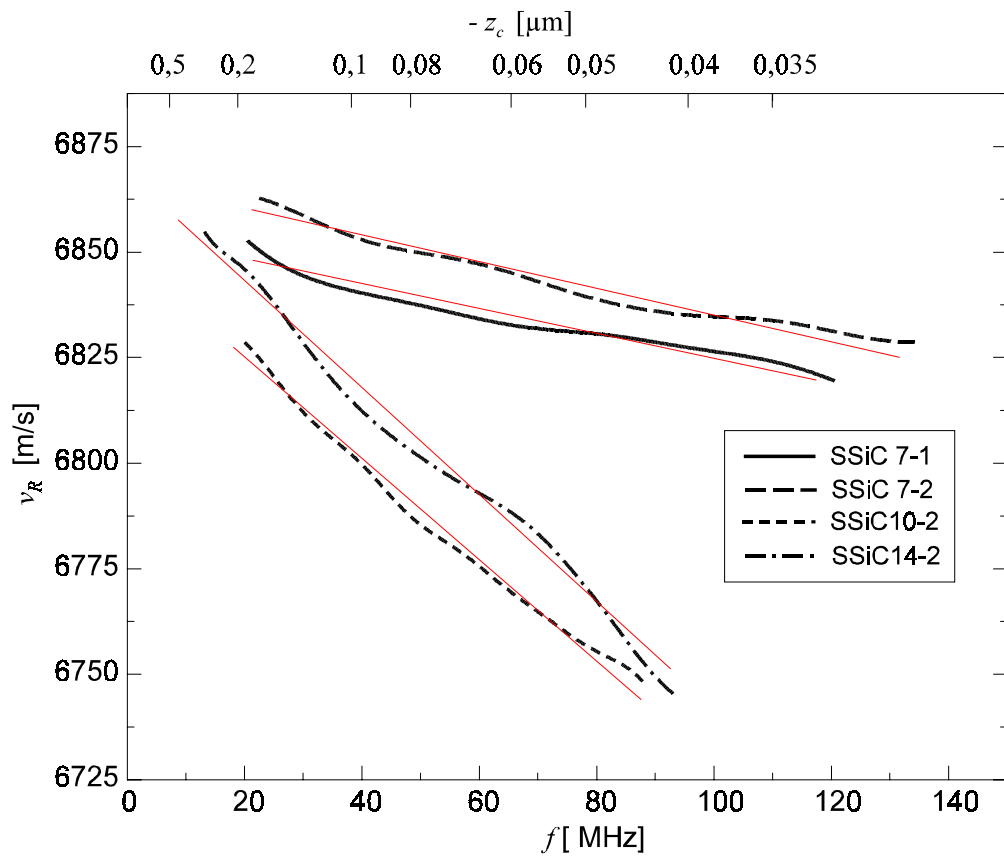
$$\varepsilon_\mu = \left(\frac{G_0}{G} - 1 \right) \frac{45}{32} \frac{2 - \nu}{(1 - \nu)(5 - \nu)} \quad (5.4)$$

(G_0 ...Schubmodul des mikrorißfreien Materials)

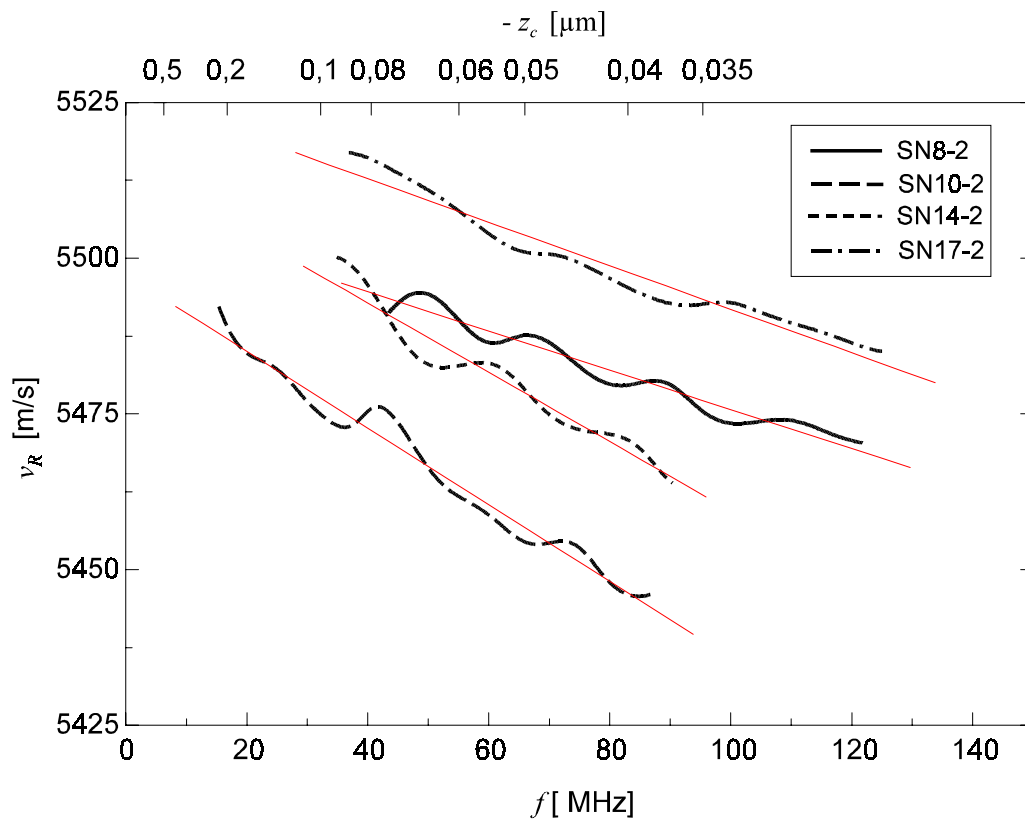
eine gute Übereinstimmung für Mikrorisse zufälliger Orientierung auf.

Ein annähernd linearer Zusammenhang, der werkstoffspezifisch ist, besteht zwischen der relativen Geschwindigkeitsänderung bezogen auf die Frequenzänderung $\Delta v_R / v_{R0} / \Delta f$ und der negativen Dehnung $-\varepsilon$, die röntgenographisch ermittelt wurde (Bild 5.14). Die Korrelation bestätigt, daß die Eigenspannungen und die Dispersion die gleiche Ursache haben, nämlich das Vorhandensein von Mikrorissen, da eine Umwandlung der Kristallstruktur durch das Schleifen bei den vorliegenden Werkstoffen auszuschließen ist. Damit sollte die Tiefe der Mikrorißzone in Bild 5.12 annähernd mit der Tiefe der Eigenspannungszone übereinstimmen, wobei die Eigenspannungswerte in Anlage 1 wegen der geringen Eindringtiefe der verwendeten Röntgenstrahlung für eine Tiefe von ca. 10% dieser Eigenspannungszone charakteristisch sind.

Nach Bild 5.14 werden bei SSN die gleichen Dehnungen $-\varepsilon$ bei einer kleineren relativen Geschwindigkeitsänderung hervorgerufen, d.h. mit einer geringeren Mikrorißdichte erzeugt als bei SSiC, da nach Gl.(5.3) oder Gl.(5.4) $\Delta v_R / v_{R0} / \Delta f \propto \sqrt{\varepsilon_\mu} / \Delta f$ ist. Offenbar passen die Rißufer der Mikrorisse von SSN schlechter aufeinander als bei SSiC, d.h. die Spaltbreite bzw. das mittlere Rißvolumen der Mikrorisse im SSN ist größer als im SSiC.



a) SSiC



b) SSN

Bild 5.13: Dispersionspektren von US-Wellen an geschliffenen Keramikoberflächen

Es läßt sich zeigen, daß nur bei einer dünnen homogenen Schicht ($d \ll \lambda_R(f_{\max})$) mit $(E, \nu, \rho) = \text{const.}$ und einem Substrat mit bekannter Dichte der Elastizitätsmodul der Schicht und des Substrates sowie die mittlere Schichtdicke d aus einer Meßreihe (≥ 100 Werte) „gleichzeitig“ bestimmt werden können, z.B. mit dem Algorithmus nach Marquadt /83/ (zitiert in /61/):

$$\sum_k \left[\underbrace{v_R(f_k)}_{\text{Meßwerte}} - \underbrace{v_R(E(d), \nu(d), \rho(d), f_k)}_{\text{Regressionsparameter}} \right]^2 \rightarrow \min \quad . \quad (5.5)$$

Bei den vorliegenden Schleifoberflächen jedoch existieren für eine Tiefenverteilungsfunktion des Elastizitätsmoduls mehrere Lösungen, d.h. eine Tiefenverteilungsfunktion des Elastizitätsmoduls kann mit dieser inversen Methode ohne weitere Annahmen nicht berechnet werden.

Für die Kurven, wie in den Bildern 5.13 a und b aber, die im gemessenen Frequenzbereich (hier 20...120 MHz) annähernd linear verlaufen, läßt sich eine lineare Regressionsfunktion definieren:

$$v_R = v_{R0} - \frac{\Delta v_R}{\Delta f} f \quad , \quad (5.6)$$

($v_{R0} \equiv v_R(f=0)$), $\frac{\Delta v_R}{\Delta f}$... Regressionskoeffizienten)

welche das Problem drastisch vereinfacht, wenn zudem noch angenommen wird, daß $v_R(f)$ die elastischen Konstanten in einer Tiefe charakterisiert, die der effektiven Eindringtiefe z_c der Rayleighwelle gleichzusetzen ist (Modellannahme).

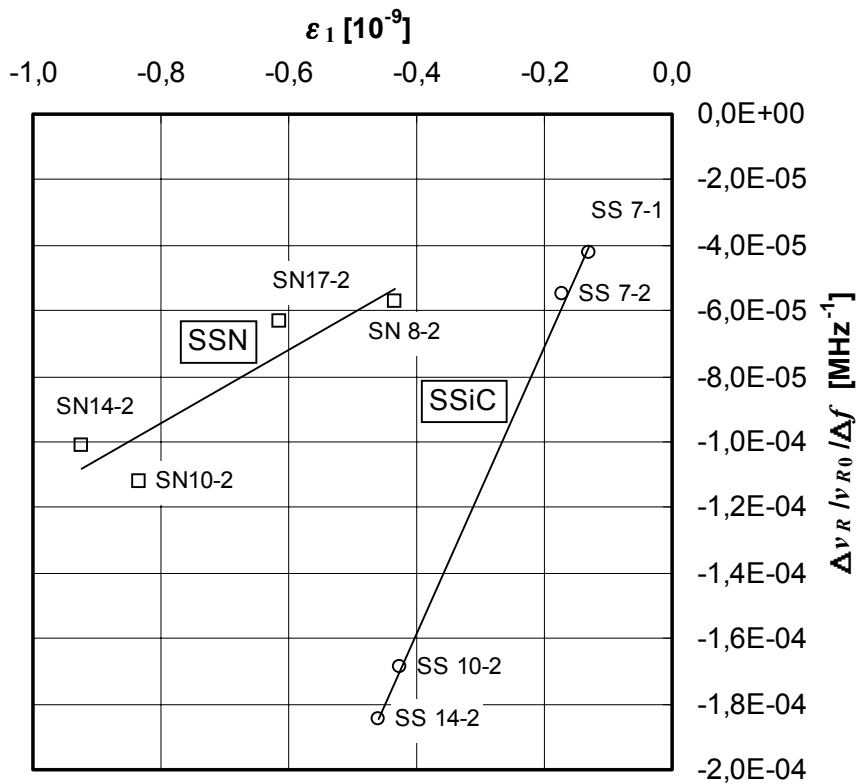
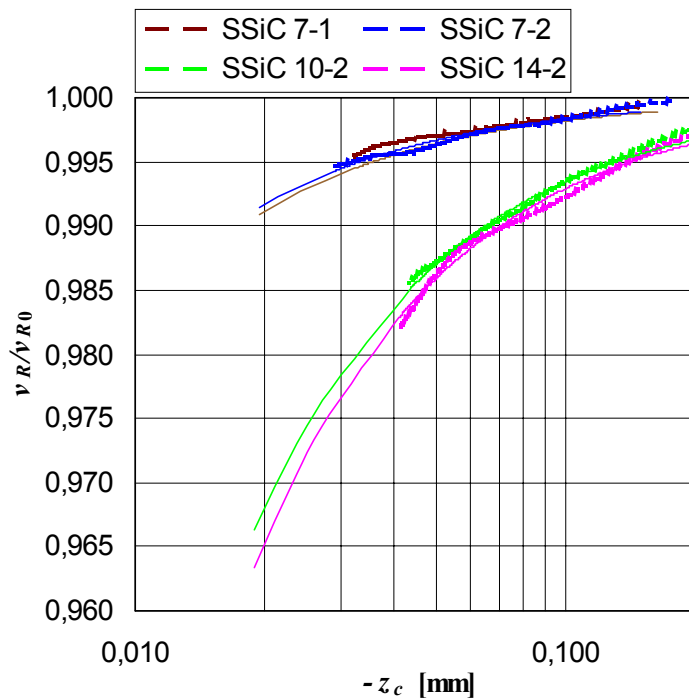
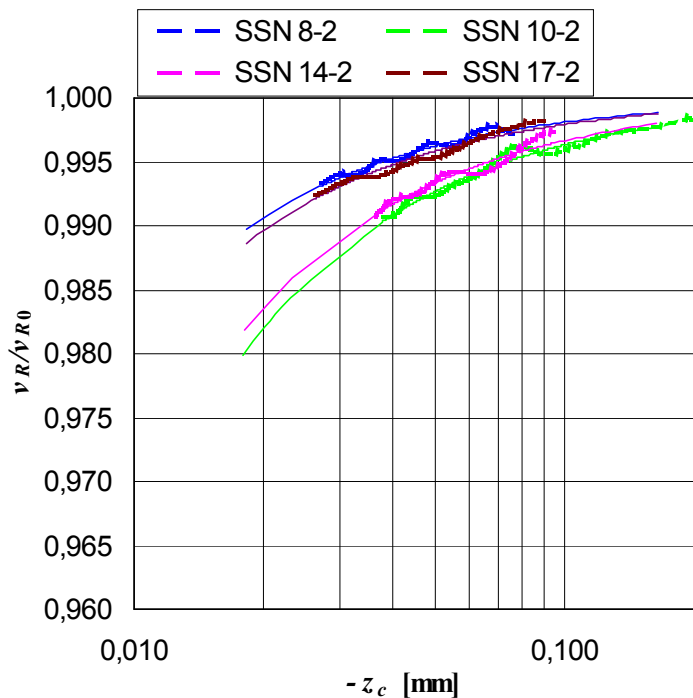


Bild 5.14: Zusammenhang zwischen der Dispersion der Rayleighwellen ($\Delta v_R / \Delta f$) und der röntgenographisch ermittelten Dehnung (Chrom- K_{α} - Strahlung)



a) SSiC



b) SSN

Bild 5.15: relative Rayleighwellengeschwindigkeit v_R/v_{R0} über der Tiefe z_c (dicke unterbrochene Linien: Meßwerte; dünne durchgezogene Linien: Regressionskurven)

Die relative Rayleighwellengeschwindigkeit v_R/v_{R0} , aufgetragen über der charakteristischen Tiefe $-z_c$ nach Gl.(3.6), ist in Bild 5.15 dargestellt. v_R nimmt entsprechend den Modellvorstellungen in z -Richtung zur Oberfläche hin exponentiell ab. Die durch Schruppschleifen erzeugten Oberflächen weisen entsprechend den laserakustischen Messungen in einer von Tiefe von 20 μm (extrapoliert) eine Elastizitätsmodulabsenkung bei SSiC von 7 % ($\Delta v_R/v_{R0} = 3,5\%$) und bei SSN von 3,4 % ($\Delta v_R/v_{R0} = 1,7\%$) auf, welche nach 80 μm bei SSN und nach 100 μm bei SSiC auf ca. 1...1,4 % ($\Delta v_R/v_{R0} = 0,5\% \dots 0,7\%$) abgeklungen ist.

Der Vergleich mit den am Querschnitt mittels Akustomikroskop gemessenen Rayleighwellengeschwindigkeiten in Bild 5.12 zeigt, daß die Übereinstimmung der Kurven gut ist. Dadurch wird die Modellannahme bestätigt, daß die charakteristische Tiefe $-z_c$ der Rayleighwelle annähernd die elastischen Eigenschaften der Schleifoberfläche in dieser Tiefe widerspiegeln kann. Als Voraussetzung müssen die elastischen Gradienten klein genug sein, da Gl.(3.6) exakt nur für isotrope Festkörper gilt.

5.1.2.3 Defektoskopie

Ergebnisse der C-Bildanalyse

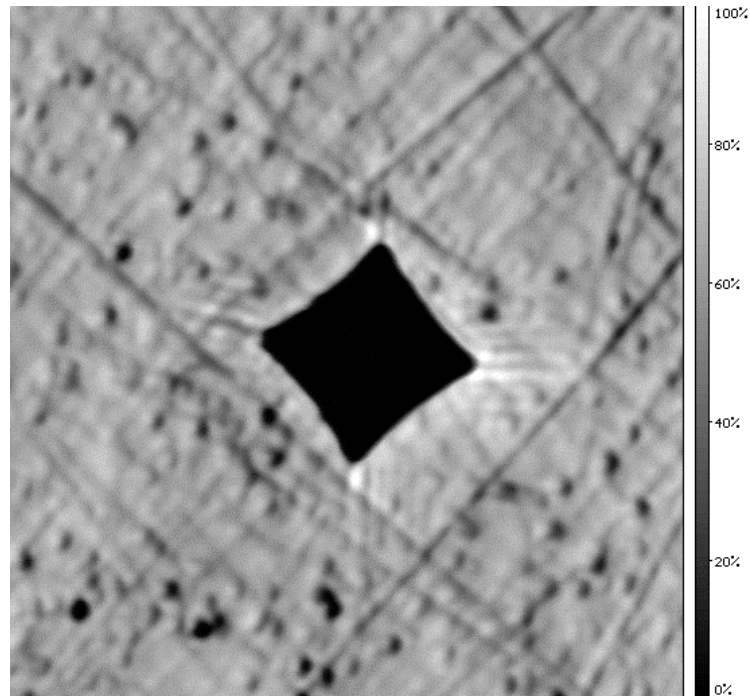
Die C-Bilder sind in Anlage 4 dargestellt. Bei den Schleifzuständen nach DIN EN 843 (feinster Schleifzustand – im folgenden als Grundzustand bezeichnet) waren alle gefundenen Anzeigen mit ≥ -16 dB in den C-Bildern als Poren identifizierbar (Anlage 3). Nach der Kalibrierung der Anlage entsprachen die Amplituden in den C-Bildern mit ≥ -12 dB Defekten an der Oberfläche mit ≥ 100 μm Breite und ≥ 30 μm Tiefe. Folgende Probenanteile wiesen in den C-Bildern Amplituden mit ≥ -12 dB auf: bei SSiC 10 von 30 Proben, bei SiSiC 6 von 30 Proben und bei SSN 3 von 30 Proben. Es wird davon ausgegangen, daß die Anzeigen, die bei den produktiv geschliffenen Oberflächen gegenüber dem Grundzustand hinzukommen (Anlage 4), durch Ausbrüche oder Schleifrisse erzeugt werden, die in ihrer Größenordnung den Modellfehlern entsprechen.

Die Diskussion zu den C-Bildern erfolgt in Abschnitt 5.1.2.4

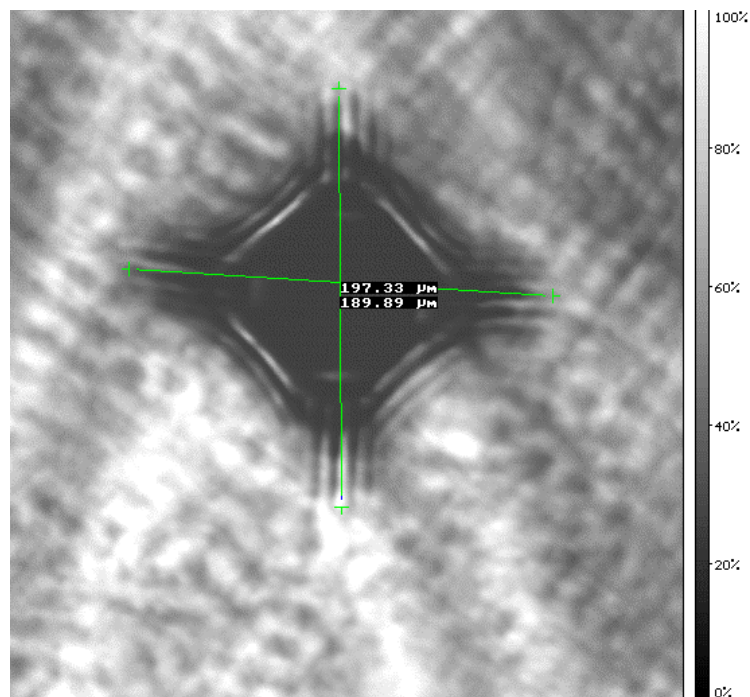
Interferenzkontrast im Akustomikroskop

In Bild 5.16 sind Yamanaka-Interferenzen an den Diagonalrissen der Vickerseindrücke zu erkennen, die sich bei geeigneter Defokussierung verstärken. Mit $\Delta x = 8,0$ μm und $f = 355$ MHz errechnet sich nach Gl.(3.16) $v_R = 5680$ m/s.

An den abgebildeten Modellfehlern der Anlage 2.2 sind diese Interferenzen schwächer ausgeprägt. Bei größeren Rauheiten $R_z > 1,4$ μm (Anlage 1) verschwinden die Interferenzen ganz. Die Risse an den Härteeindrücken sind nur noch andeutungsweise sichtbar. Verschiedene Einstellungen des SAM (Verstärkung, Torzeit, Defokussierung) wurden hierzu untersucht.



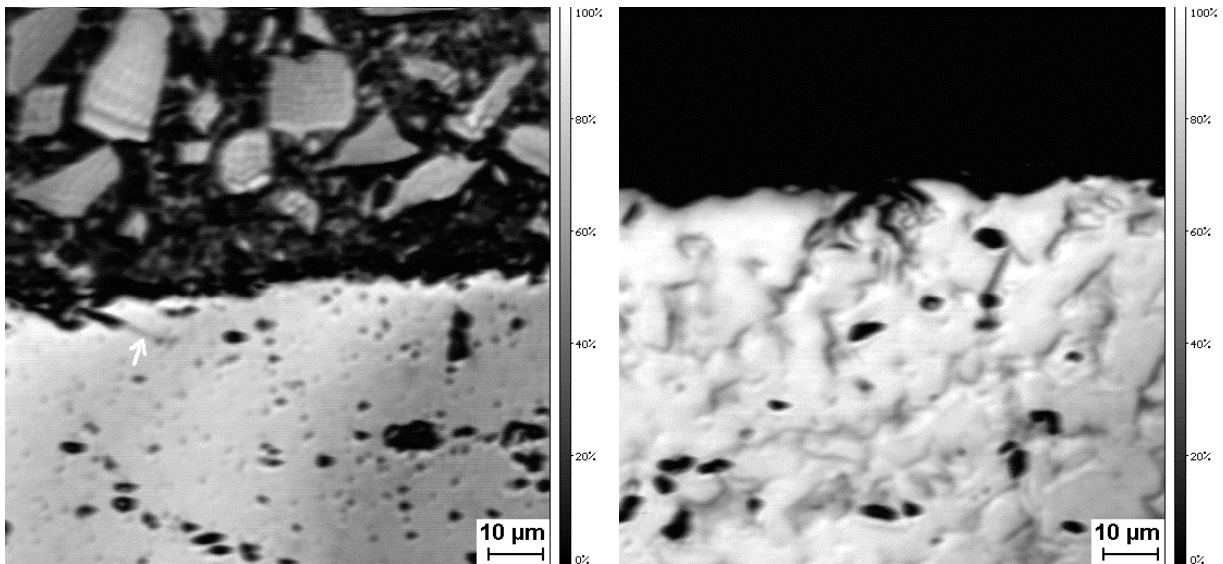
a) Oberfläche mit Vickerseindruck HV 10 (Torzeit 240 ns, Defok. $z = -3 \mu\text{m}$), Vergrößerung 300-fach



b) Rißlängenmessung am Vickerseindruck HV 10 (Torzeit 70 ns, Defok. $z = -30 \mu\text{m}$)

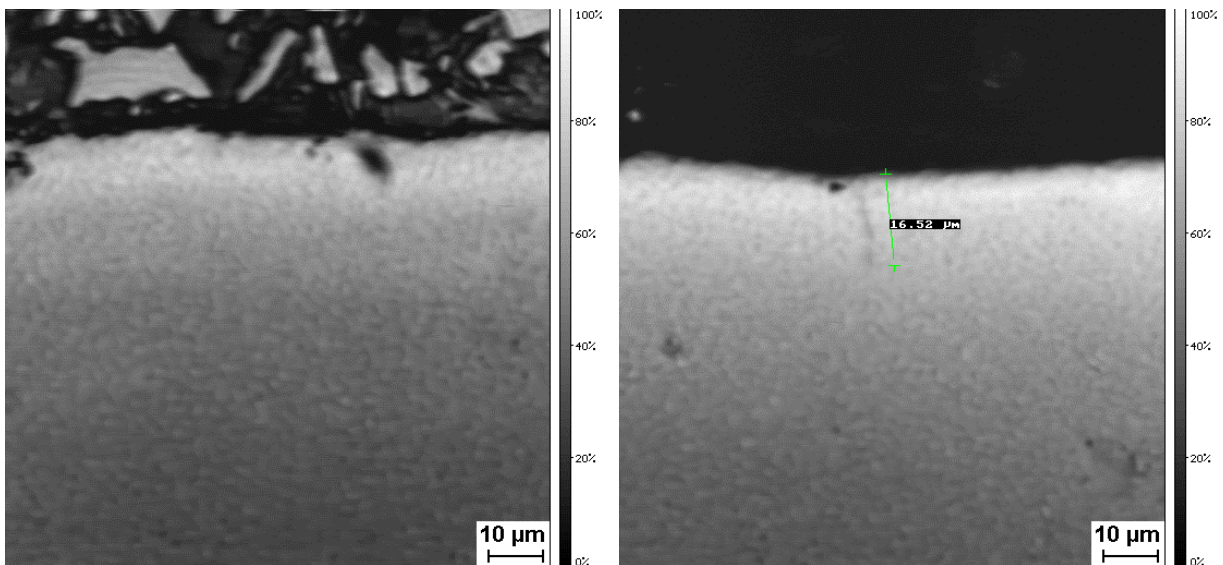
Bild 5.16: Aufnahmen von Vickerseindrücken mit dem Akustomikroskop (Objektiv SAM 2000/400 MHz, $f = 355 \text{ MHz}$, originale Schleifoberfläche ($R_z \approx 0,6 \mu\text{m}$) des Ventiltellers, Basis Si_3N_4 , Hersteller CeramTec AG, Lauf)

Polierte Querschnittsflächen der Chargen SSiC 10, SiSiC 10 und SSN 10, bei denen jeweils die obere Kante zur Schleifoberfläche weist, sind in den Bildern 5.17 dargestellt. Bei der Präparation wurde auf ebene Flächen Wert gelegt, so daß bei SSiC Ausbrüche nicht vermieden werden konnten. Wie in den Bildern zu sehen, konnten vereinzelt Risse gefunden werden, die von der Schleifoberfläche ausgehend bis ca. $30 \mu\text{m}$ in das Materialinnere ragen.



a) SSiC 10 - Schleifriß

b) SiSiC 10 – Schleifrisse



c) SSN 10 – Pore unter der Oberfläche

c) SSN 10 – Schleifriß

Bild 5.17: Akustische Abbildungen polierter Querschnitte (SAM 2000, 1GHz, $z = -6 \mu\text{m}$) mit Poren und Rissen in der Nähe der Schleifoberfläche

Die Rißufer sind für eine Ausbildung von Interferenzen zu stark strukturiert (zu rau), wobei die vorhandenen Druckspannungen (Anlage 1) zusätzliche Berührungspunkte für die Rißufer schaffen und den Riß unterbrochen erscheinen lassen. Ausbleibende Interferenzen wurden aus oben genanntem Grund auch an ZrO_2 - und SiSiC- Schleifoberflächen /66/, Ermüdungsrissen in Stahl /84/ und einer Al-Li-Legierung /65/ beobachtet. Eine durch Mikrorisse beeinflusste Schädigungszone zeichnet sich nicht ab. Bei SSN sind deutlich die Körner zu erkennen.

Das Auszählen von rißartigen Anzeigen auf Schleifoberflächen im akustischen Bild ist daher sehr subjektiv und führt zu großen Streuungen. Diese Methode scheint nur für den Vergleich von Schleifverfahren zu taugen, wie z.B. Pendelschleifen und Tiefschleifen, die genügend große Unterschiede in der Oberflächenstruktur hervorrufen /85, 86/, aber nicht bei geringerer Variation der Schleifparameter wie in dieser Arbeit.

Diese Ergebnisse lassen darauf schließen, daß bei den Topographien der vorliegenden Schleifoberflächen die Risse kaum akustomikroskopisch detektierbar sind. Dennoch zeigen die akustischen Bilder (Anlage 2.4) einen wesentlich besseren Kontrast der künstlichen Defekte und der Ausplatzungen als die lichtmikroskopischen Bilder (Anlage 2.3). Auch gestatten die akustischen Bilder (Anlage 5.1 bis 5.3) eine bessere Klassifizierung der Schleifzustände gegenüber den rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen (Anlage 5.4). Wie im folgenden Abschnitt erläutert wird, bietet sich für eine Quantifizierung die scheinbare akustische Impedanz Z_L' an.

Akustische Impedanz im Akustomikroskop

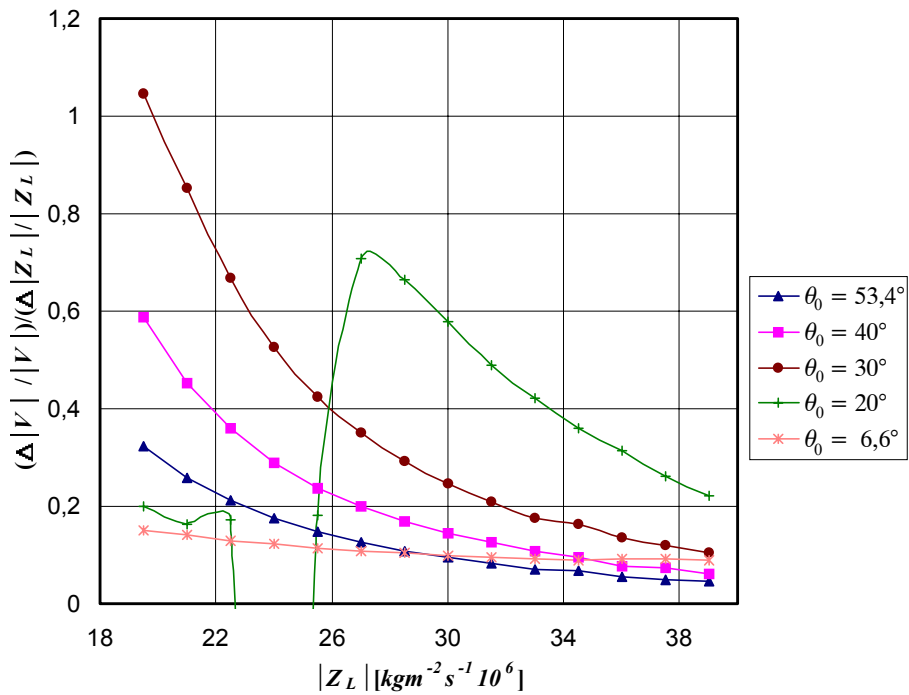
Die quantitative Auswertung des Spiegelmaximums ($z = 0$) im akustischen Bild erscheint zunächst als eine sehr elegante Art zur Bestimmung elastischer Eigenschaften, weil der Grauwert (Amplitude des Videosignals) unter diesen Bedingungen ein Maß für die akustische Impedanz darstellt. Jedoch lieferte die experimentelle Untersuchung der Schädigungstiefe an polierten Querschnitten nur widersprüchliche Ergebnisse. Deshalb sollen einige rechnerische Betrachtungen vorgenommen werden.

Die Empfindlichkeit des Videosignals, bezogen auf die Änderung der akustischen Impedanz der Longitudinalwelle, ist in Bild 5.18 in Abhängigkeit der akustischen Impedanz der Longitudinalwelle aufgetragen. Die Kurven wurden nach Gl.(3.27) berechnet, in welche die Gl.(3.14) und Gl.(3.15) sowie die Gl.(3.28) bis (3.37) eingesetzt wurden.

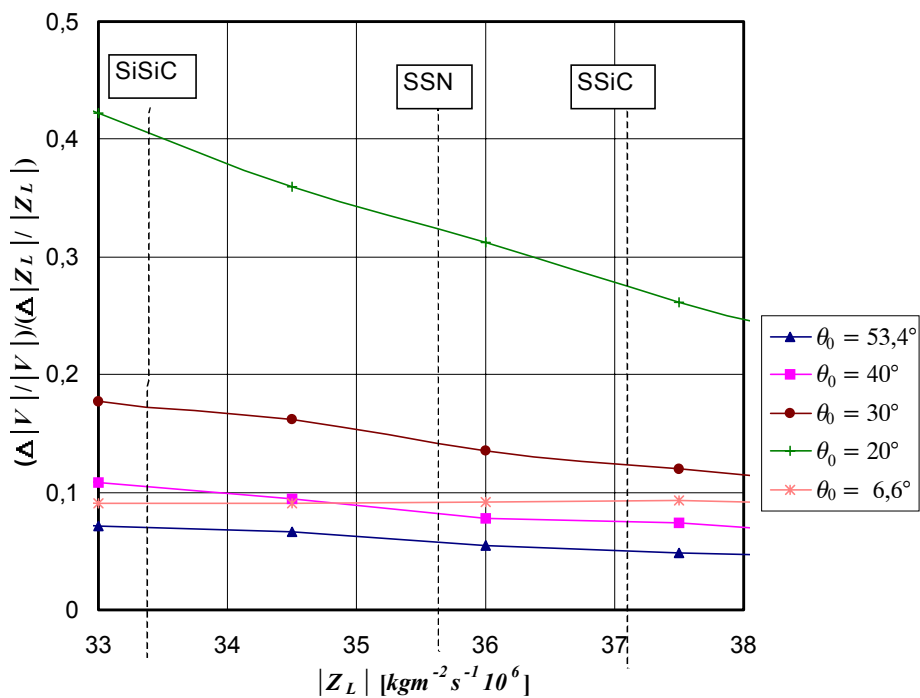
Praktischen Erfahrungen entsprechend sind innerhalb eines akustischen Bildes Grauwertunterschiede von ca. $\pm 0,8\%$ auflösbar. Leichte Krümmungen der Präparationsflächen, insbesondere an den Rändern, sind nicht zu vermeiden und erhöhen die Unsicherheit auf ca. $\pm 1,5\%$. Nach Objektwechsel mit neuer Benetzung der Linse ist die Reproduzierbarkeit deutlich schlechter, so daß nur eine Unsicherheit von ca. $\pm 3\%$ erreichbar ist.

Die Linse SAM 2000/200 MHz besitzt bei Wasserankopplung einen halben Aperturwinkel von $53,4^\circ$. Bei den vorliegenden Werkstoffen (SSiC, SiSiC, SSN) führt nach Bild 5.18 b bei dieser Linse eine Unsicherheit von ca. $\pm 1,5\%$ in der Grauwertbestimmung zu einer Unsicherheit in der Bestimmung der akustischen Impedanz (bzw. der Schallgeschwindigkeit) von ca. $\pm 25\%$. Dieser Fehler ist viel zu groß, um die gewünschten Unterschiede der elastischen Eigenschaften bei den vorliegenden Werkstoffen zu bestimmen.

Bild 5.18 a zeigt, daß die Empfindlichkeit des Videosignals als Funktion der akustischen Impedanz mit steigender akustischer Impedanz potentiell abfällt. Der bei Werkstoffen mit hoher Schallgeschwindigkeit große Anteil totalreflektierter Strahlen (Bild 3.4) im Integral über dem Reflexionskoeffizienten nach Gl.(3.27) ließe sich durch kleinere Aperturwinkel θ_0 verringern und damit die Abhängigkeit des Videosignals von der akustischen Impedanz steigern. Mit $\theta_0 = 20^\circ$ würde sich gegenüber $\theta_0 = 53,4^\circ$ bei den vorliegenden Werkstoffen die Meßunsicherheit der akustischen Impedanz auf ungefähr ein Sechstel verringern und würde dann bei SiSiC ca. $3,5\%$, bei SSN ca. $4,5\%$ sowie bei SSiC ca. $5,4\%$ betragen. Das sind aber noch zu hohe Werte, denn wie die oben durchgeführten Schallgeschwindigkeitsmessungen zeigen, sollte zum Nachweis von Mikrorissen unter geschliffenen Oberflächen das Meßverfahren nach Bild 5.12 Impedanzen $\leq \pm 1\%$ auflösen. Diese Auflösung ist mit der beschriebenen Impedanzmessung nicht erreichbar. Veröffentlichte genauere Angaben zu akustischen Impedanzen stammen von wesentlich nachgiebigeren Gefügebestandteilen /87, 88, 89/, bei denen nach Bild 5.18 das Videosignal eine wesentlich größere Abhängigkeit von der akustischen Impedanz besitzt.



a) Übersicht



b) Bereich der untersuchten Keramikwerkstoffe

Bild 5.18: MATHCAD -Berechnung der Abhängigkeit des Videosignals von der akustischen Impedanz bei $\theta = 0$ (in guter Näherung für Probenmaterial mit $\rho = 2,8...3,3 \text{ g/cm}^3$ und $\nu = 0,16...0,26$; Pupillenfunktion des Objektivs SAM 2000/200 MHz verwendet)

5.1.2.4 Korrelationen zwischen Bearbeitungs- und Werkstoffkenngrößen

Bewertung der scheinbaren akustischen Impedanz, der Rauheit und der Eigenspannungen

In den Diagrammen 5.19 bis 5.21 sind relative akustische Impedanzen Z_L/Z_{L0} , Eigenspannungen σ_E und Rauheiten R_z in Abhängigkeit der Schnittwerte dargestellt.

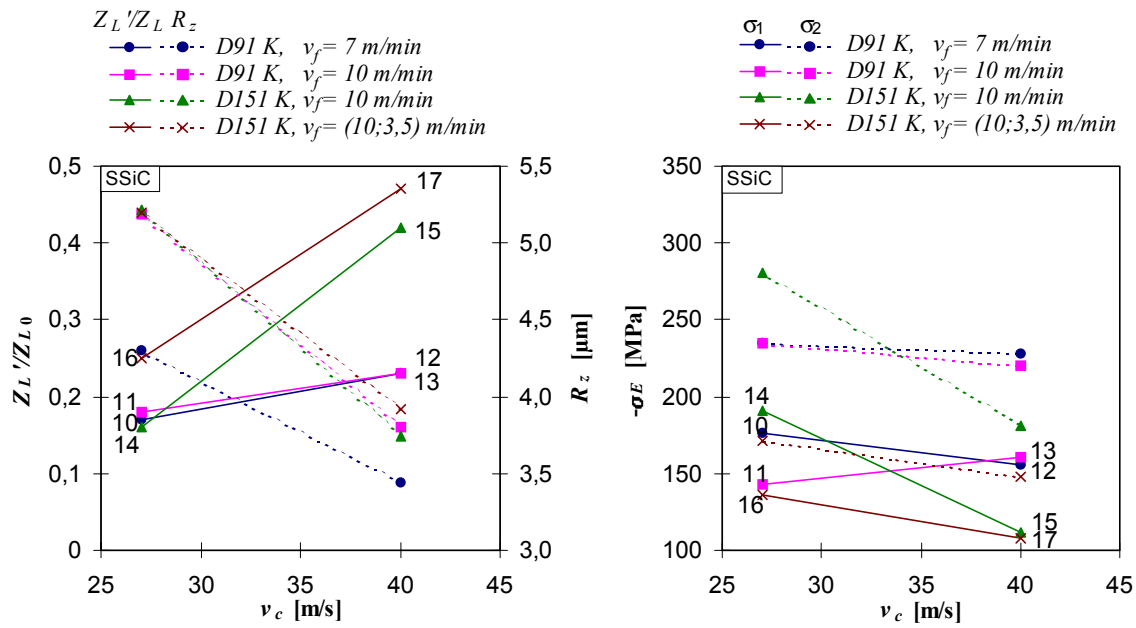
In den Diagrammen 5.19 a bis 5.21 a zeigen sich größere akustische Impedanzen und geringere Rauheiten mit steigender Schnittgeschwindigkeit. Mit dem Schleifkörper D151 K, der gegenüber dem Schleifkörper D91 K zwar eine größere Korngröße, aber auch eine höhere Diamantkonzentration besitzt, so daß die aktive Schneidenanzahl im Kontaktbereich nicht kleiner wird, wurden bei $v_c = 40$ m/s größere akustische Impedanzen bei niedrigen bis mittleren Eigenspannungen (Diagramme 5.19 b bis 5.21 b) erzielt. Mit größerer Schnittgeschwindigkeit, ausgehend von den Chargen 14 zu den Chargen 15, deuten sich in den Diagrammen 5.19 b bis 5.21 b bei der größeren Schleifkörnung (D151 K) und der größten Vorschubgeschwindigkeit ($v_f = 10$ m/min) eine Verringerung der Eigenspannungen parallel (σ_1) und quer zur Schleifrichtung (σ_2) an.

Mit den Chargen 15 wird deutlich, daß auch bei hoher Vorschubgeschwindigkeit ($v_f = 10$ m/min) relativ große akustische Impedanzen und niedrige Eigenspannungen erreicht werden können, wenn mit dem passenden Schleifkorn (D151 K) und genügend hoher Schnittgeschwindigkeit ($v_c = 40$ m/s) gearbeitet wird (Diagramme 5.19 a und b bis 5.21 a und b). Dabei werden im einstufigen Prozeß nahezu die gleichen akustischen Impedanzen und Eigenspannungen wie im zweckmäßigsten mehrstufigen Prozeß erreicht (vgl. Chargen 15 mit 17). Beim Vergleich der Eigenspannungen σ_E ist eine Streuung der Meßwerte von ± 20 % zu beachten

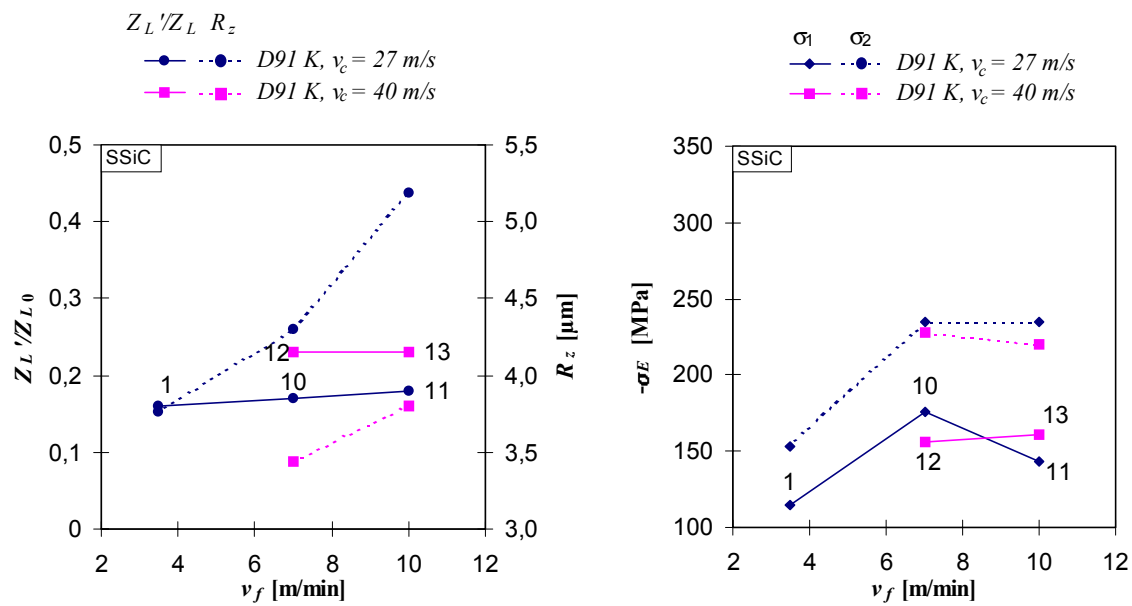
An SSiC, SiSiC und SSN zeigen sich bei der Schnittgeschwindigkeit $v_c = 40$ m/s kaum signifikante Rauheitsunterschiede (Streuung von R_z ist ca. ± 30 %) in Abhängigkeit von Schleifscheibenkörnung und Vorschubgeschwindigkeit (Diagramme 5.19 a bis 5.21 a). Dagegen sind die akustischen Impedanzen, die offenbar empfindlicher auf die Ausbruchhäufigkeit reagieren, bei den Chargen 15, die mit dem Schleifkörper D151 K bearbeitet wurden, deutlich größer als bei den Chargen 13, die mit dem Schleifkörper D91 K bearbeitet wurden, wie auch ein Vergleich der akustischen Bilder in Anlage 5.1 und 5.3 zeigt.

In den Diagrammen 5.19 c bis 5.21 c ist bei der Schleifkörnung D91 K die akustische Impedanz unabhängig von der Vorschubgeschwindigkeit v_f (SSiC) bzw. fällt schwach ab (SiSiC, SSN). Tendenziell ergeben sich mit größerem Vorschub größere Rauheiten R_z an den Werkstoffen SSiC und SiSiC (Diagramme 5.19 c und 5.20 c) und keine Abhängigkeit an SSN (Diagramm 5.21c).

Mit steigender Vorschubgeschwindigkeit (Diagramme 5.19 d bis 5.21 d) verhalten sich bei der Schleifkörnung D91 K die Eigenspannungen der Werkstoffe unterschiedlich. Während sich an SSiC ein schwacher Anstieg andeutet, wird an SiSiC ein stärkerer Anstieg deutlich und bei SSN ist ein Abfall vorhanden. Obwohl nur Mikrorisse als Ursache für die Eigenspannungen in Frage kommen, bedarf eine Erklärung dieser Zusammenhänge weiterer Untersuchungen der werkzeug- und werkstoffabhängigen thermischen und bruchmechanischen Beanspruchung während des Schleifens.

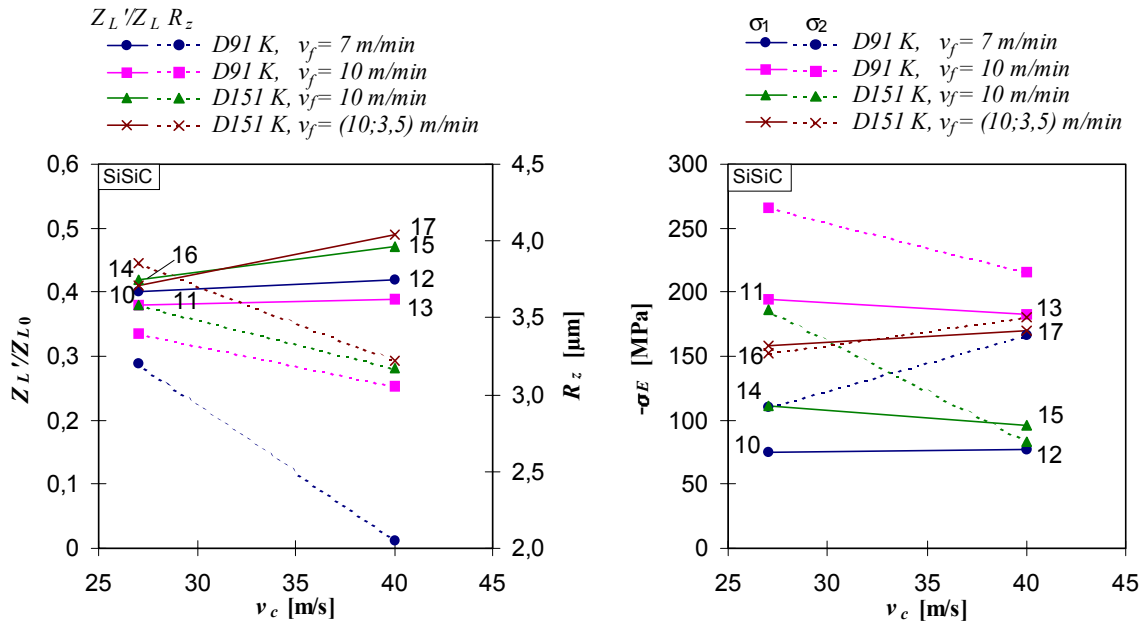


a) relative akustische Impedanz und mittl. Rauheit über der Schnittgeschwindigkeit b) Eigenspannungen längs (σ_1) und quer (σ_2) zur Pr.-achse über der Schnittgeschwindigkeit

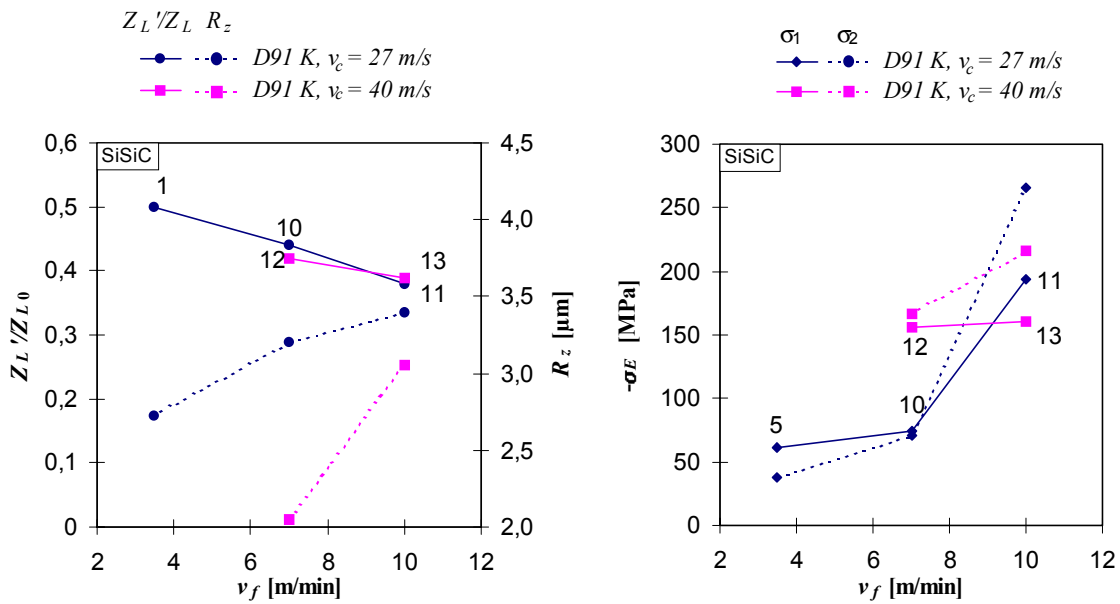


c) relative akustische Impedanz und mittl. Rauheit über der Vorschubgeschwindigkeit d) Eigenspannungen σ_1 und σ_2 über der Vorschubgeschwindigkeit

Bild 5.19: Quantitative Oberflächenbewertung an SSiC in Abhängigkeit von Schnitt- und Vorschubgeschwindigkeit beim Pendelschleifen

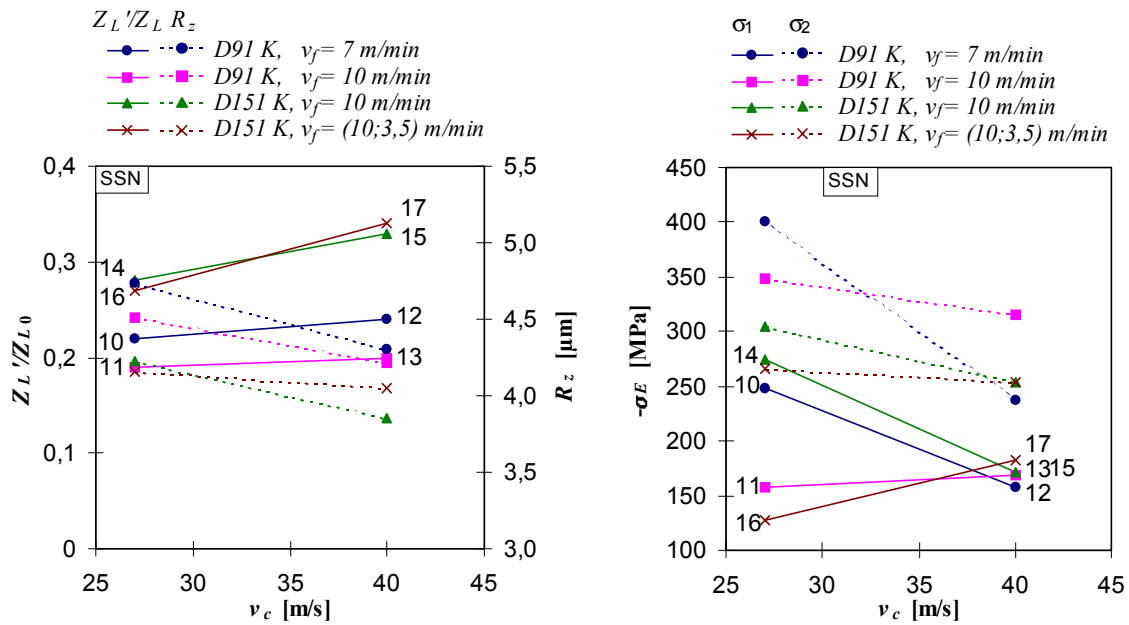


a) relative akustische Impedanz und mittl. Rauheit über der Schnittgeschwindigkeit b) Eigenspannungen längs (σ_1) und quer (σ_2) zur Pr.-achse über der Schnittgeschwindigkeit

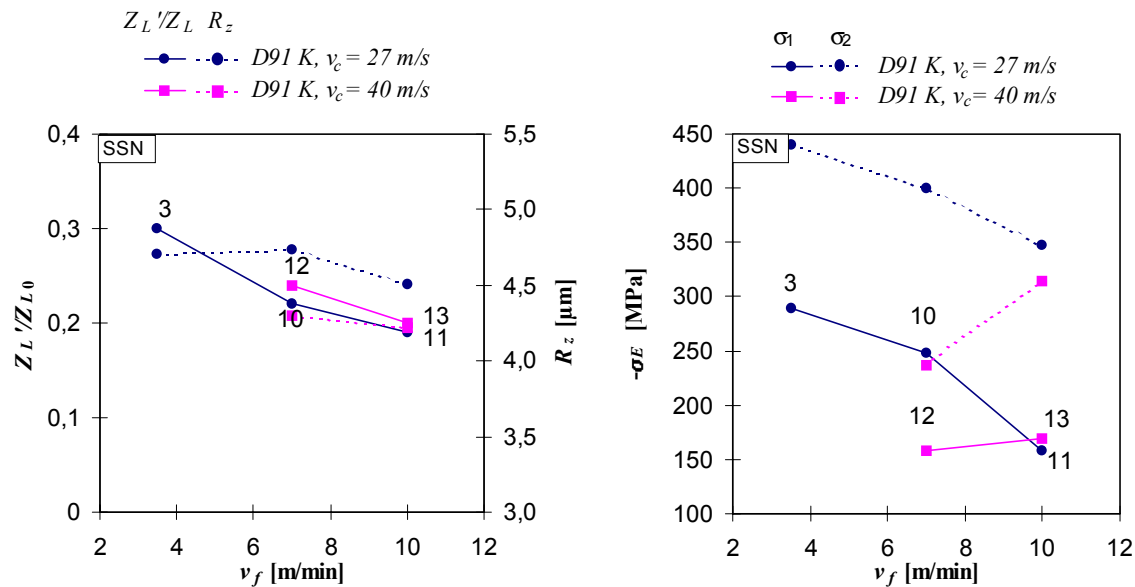


c) relative akustische Impedanz und mittl. Rauheit über der Vorschubgeschwindigkeit d) Eigenspannungen σ_1 und σ_2 über der Vorschubgeschwindigkeit

Bild 5.20: Quantitative Oberflächenbewertung an SiSiC in Abhängigkeit von Schnitt- und Vorschubgeschwindigkeit beim Pendelschleifen



a) relative akustische Impedanz und mittl. Rauheit über der Schnittgeschwindigkeit b) Eigenspannungen längs (σ_1) und quer (σ_2) zur Pr.-achse über der Schnittgeschwindigkeit



c) relative akustische Impedanz und mittl. Rauheit über der Vorschubgeschwindigkeit d) Eigenspannungen σ_1 und σ_2 über der Vorschubgeschwindigkeit

Bild 5.21: Quantitative Oberflächenbewertung an SSN in Abhängigkeit von Schnitt- und Vorschubgeschwindigkeit beim Pendelschleifen

Bewertung der US-C-Bilder

Am empfindlichsten reagierte der Werkstoff SSiC auf die Variation der Schleifparameter.

Die bei höherer Schnittgeschwindigkeit mit dem Schleifkörper D91 K +888 C75 bearbeiteten Zustände SSiC 12 und SSiC 13 ($v_c=40$ m/s) besitzen weniger Ausbrüche als die Zustände SSiC 10 und SSiC 11 ($v_c=27$ m/s).

Dieses Ergebnis wurde auch bei SSiC 17 gegenüber SSiC 16 (mehrstufige Zustände) erzielt, die mit dem Schleifkörper D151 K +888 C100 bearbeitet wurden und ist in abgeschwächter Form auch auf die Werkstoffe SiSiC und SSN übertragbar (Anlage 5).

Bei SSiC 15 im Vergleich zu SSiC 14, das mit dem gleichen Schleifkörper geschliffen wurde und dessen letzte Oberfläche im Unterschied aber zu den mehrstufigen Zuständen SSiC 16 und SSiC 17 mit $v_f = 10$ m/min bearbeitet wurde, kann diese Beobachtung nicht bestätigt werden. Bei den erstgenannten Zuständen ist offenbar die hohe Vorschubgeschwindigkeit in Verbindung mit dem Schleifkörper Ursache für Ausplatzungen in größeren Abständen, die in den SAM-Detailaufnahmen nicht feststellbar sind. Im C-Bild-Fenster von ca. 400 mm² wurden diese Ausplatzungen in größeren Abständen auf der Schleifoberfläche detektiert (Anlage 4) und sind im akustischen Bild (Fenster 0,25 mm²) nur zufällig feststellbar.

Singular neigte ebenfalls die erste geschliffene Probe (z.B. SSiC 16-1) zu verstärkten Ausbrüchen, die offenbar durch den ungenügenden Abrichtvorgang der Schleifscheibe entstanden sind.

Eine Zunahme der Ausbruchhäufigkeit von SSN 16 zu SSN 18 mit der Erhöhung der Eingriffstiefe auf das 3-fache konnte nicht festgestellt werden, wohl aber eine Vergrößerung der Eigenspannungen um 80...100 %.

5.2 Keramik im Grünzustand

5.2.1 Spezifische Werkstoffeigenschaften keramischer Trockenpreßlinge

Die mechanischen Eigenschaften sind gekennzeichnet durch:

- eine hohe Sprödigkeit bei geringer Festigkeit und Härte,
- eine starke Abhängigkeit gegenüber Klimabedingungen (Bild 5.22) - daher sollte die Prüfung in klimatisierten Räumen stattfinden,
- eine ausgeprägte Kriechneigung,
- eine Alterung des Binders (z.B. in den Bildern 5.23 und 5.24: SN4 bis SN8 auf der Basis von Ligninsulfonat/Wachs, übrige auf der Basis von Polyäthylenglykol),
- eine starke Schallschwächung und Dämpfung und
- eine sehr schwache Lichtreflexion.

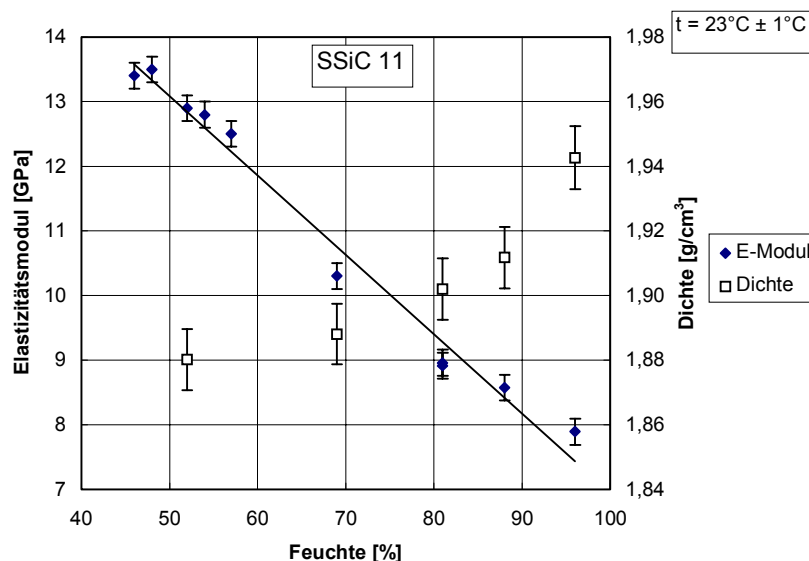


Bild 5.22: Auswirkung der Luftfeuchte auf die Dichte und den E-Modul E_{dyn}

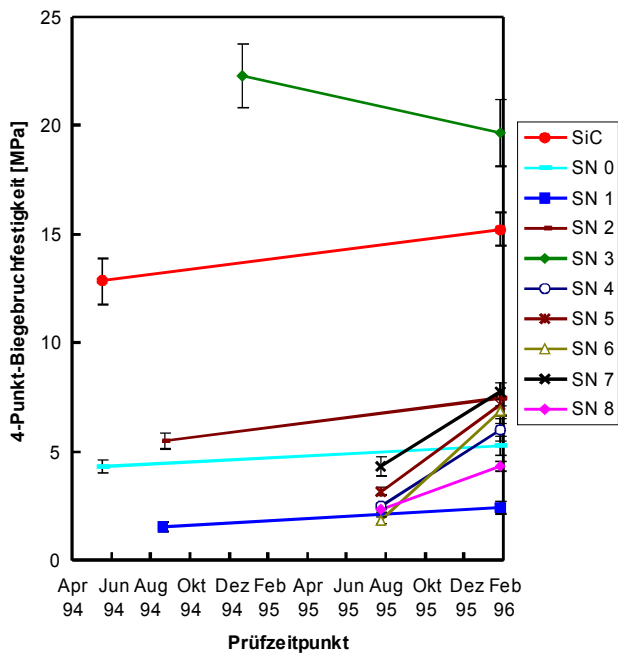


Bild 5.23: Auswirkung der Alterung auf die Festigkeit (51 % Feuchte, 22 °C)

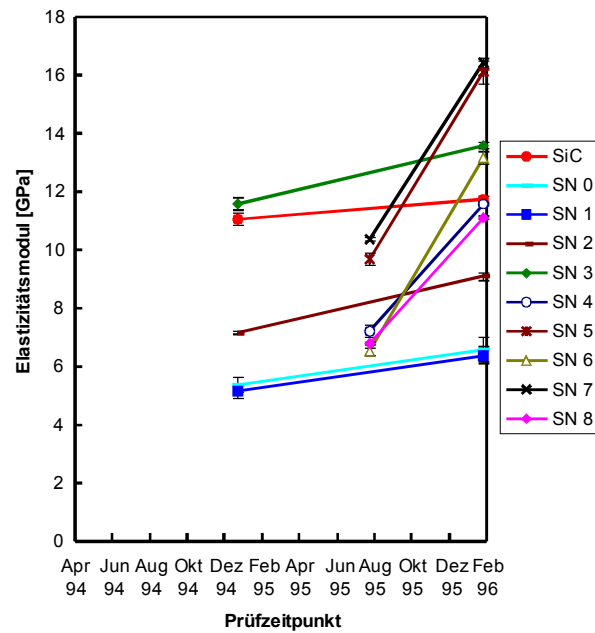


Bild 5.24: Auswirkung der Alterung auf den E-Modul E_{dyn} (51 % Feuchte, 23 °C)

5.2.2 Ritzversuch im Vergleich zu anderen Methoden der Charakterisierung des Festigkeits- und Bruchverhaltens

Die Bilder 5.25 und 5.26 zeigen die Korrelation der Bruchzähigkeit nach der SENB-Methode und der 4-Punkt-Biegebruchspannung mit der Kegelhöhe.

Ob der Abschätzung der Bruchzähigkeit oder der Bruchspannung aus dem Ritzversuch der Vorzug zu geben ist, sollte nach der Korrelation zwischen den klassisch ermittelten Werten und den Kegelhöhen entschieden werden.

Die klassische Bruchzähigkeitsberechnung geht von einer definierten Defektgeometrie in einem bekannten äußeren Spannungsfeld aus. Dieser Definition entspricht der Ritzversuch nicht, auch wenn sich bei einigen Werkstoffen Querrisse in der Ritzspur nachweisen lassen (z.B. in Bild 5.27 a gegenüber Bild 5.27 b).

Die Bruchspannung spröder Werkstoffe ist vom sogenannten effektiven Volumen abhängig. Wegen der Spannungskonzentration an der Kante ist dieses Volumen sehr klein, so daß beim Ritzversuch sich Änderungen in der Defektverteilung anders auswirken werden, als bei den klassischen Methoden der Bruchspannungsermittlung.

Anbetracht der recht großen Bandbreite der Versuchswerkstoffe erscheint die Genauigkeit der Abschätzung der klassischen Werte dennoch zufriedenstellend, wobei die Kegelhöhe der härteren Werkstoffe (Vickershärte > 120 MPa) besser mit K_{Ic}^{SENB} und die der weicheren besser mit σ_{bB4} korreliert.

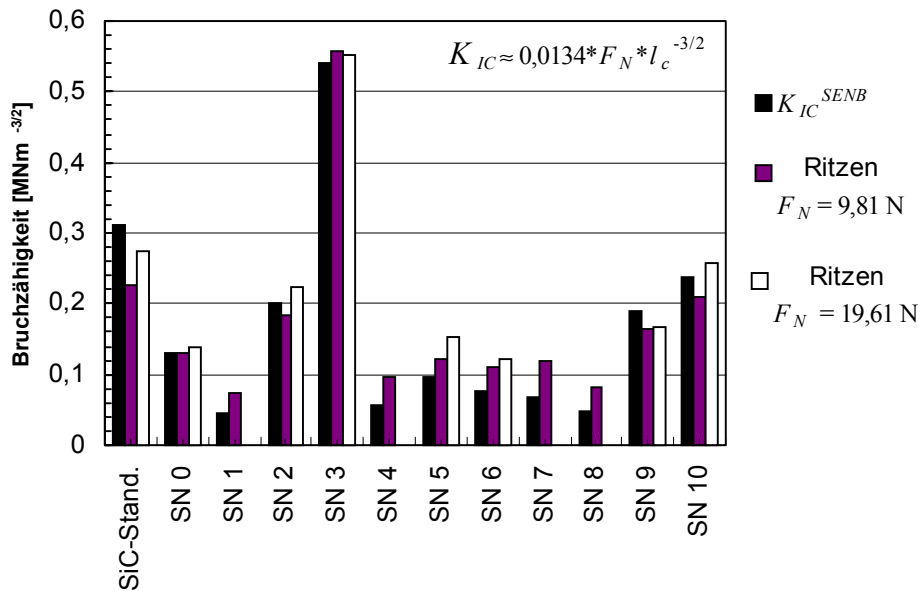


Bild 5.25 Abschätzung der Bruchzähigkeit aus dem Ritzversuch

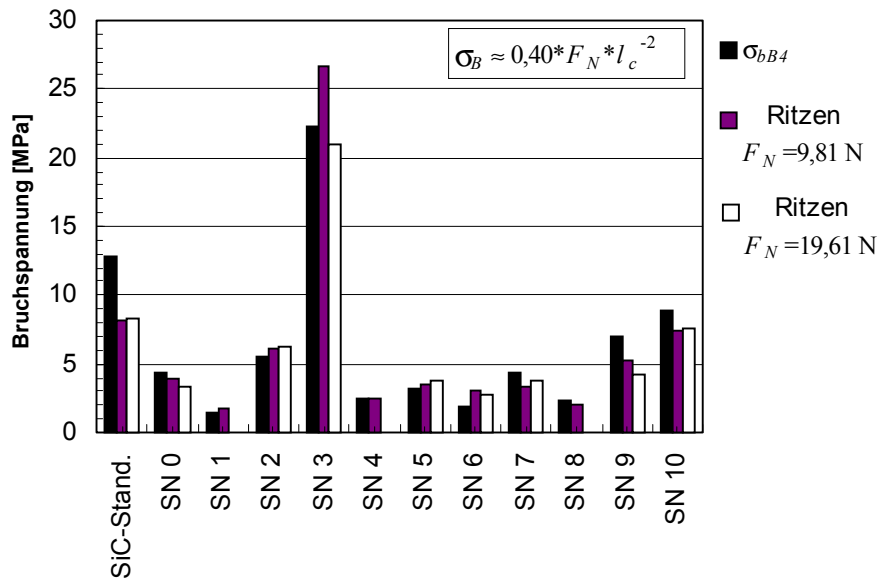


Bild 5.26 Abschätzung der Bruchspannung aus dem Ritzversuch

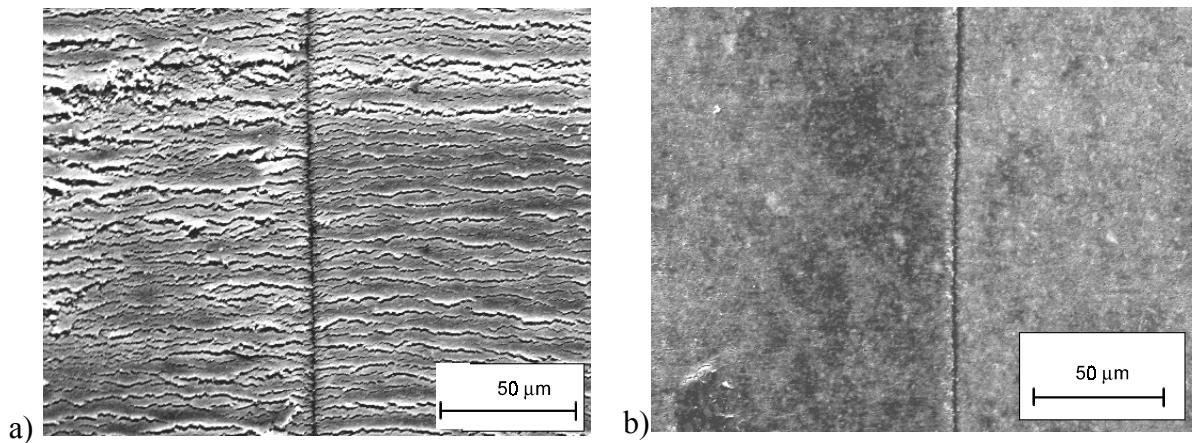


Bild 5.27: Ritzspuren in a) SiC-Standard und b) SN 3

5.2.3 Abhängigkeit des Elastizitätsmoduls von der Morphologie keramischer Grünkörper

Die Dichte des Verbundwerkstoffs "Keramischer Grünkörper" ist eine Funktion der konstanten Rohstoffdichte (bei gleicher Zusammensetzung und vernachlässigbarer Porosität) und der Dichte der Binderschicht.

Analysiert man die einzelnen Einflüsse auf den integralen E-Modul dieses Verbundwerkstoffs, so ist dieser im wesentlichen vom E-Modul des Binders, der Dicke der Binderschicht $d_{Schicht}$ zwischen den Körnern der keramischen Rohstoffe, sowie der Form der Binderschicht, die durch die spezifische Oberfläche der keramischen Rohstoffe O_{spez} quantifiziert werden könnte, abhängig.

Zwischen dem E-Modul des Binders und seiner Dichte besteht ein konstanter Zusammenhang, wenn die Alterung vernachlässigbar ist und die Klimabedingungen konstant gehalten werden.

Aus dem Bindervolumen V_{Binder} :

$$V_{Binder} = \frac{m_{ges}}{\rho_{ges}} - \sum_i \frac{m_i}{\rho_i} \quad (5.7)$$

(m_i und ρ_i ...Masse und Dichte der keramischen Rohstoffe)

berechnet sich die Dichte des Binders ρ_{Binder} :

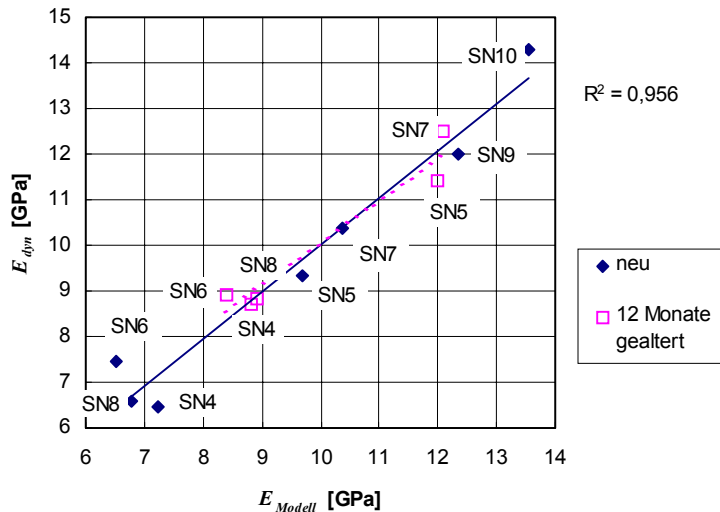
$$\rho_{Binder} = \frac{m_{Binder}}{V_{Binder}} \quad (5.8)$$

Die Dicke der Binderschicht berechnet sich aus:

$$d_{Schicht} = \frac{V_{Binder}}{O_{spez}} \quad (5.9)$$

Mit den o.g. Größen läßt sich unter Verwendung vorhandener Meßwerte ein einfaches Modell zur Prognose des E-Moduls des Grünkörpers einer Binderart aufstellen:

$$\frac{E_{Modell}}{GPa} = a_0 \cdot \frac{\left(\frac{\rho_{Binder}}{g/cm^3} \right)^{a_1}}{\left(\frac{d_{Schicht}}{nm} \right)^{a_2} \cdot \left(\frac{O_{spez}}{m^2/g} \right)^{a_3}} \quad (5.10)$$



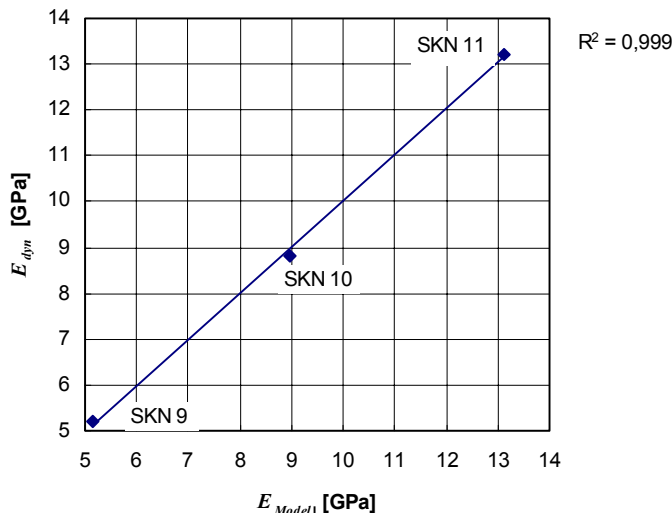
neu:

$$\frac{E_{Modell}}{GPa} = 105 \cdot \frac{\left(\frac{\rho_{Binder}}{g/cm^3}\right)^{0,93}}{\left(\frac{d_{Schicht}}{nm}\right)^{0,4} \cdot \left(\frac{O_{spez}}{m^2/g}\right)^{0,1}}$$

12 Monate gealtert:

$$\frac{E_{Modell}}{GPa} = 82 \cdot \frac{\left(\frac{\rho_{Binder}}{g/cm^3}\right)^{0,52}}{\left(\frac{d_{Schicht}}{nm}\right)^{0,4} \cdot \left(\frac{O_{spez}}{m^2/g}\right)^{0,1}}$$

a) SSN mit Variation der Bindermenge und der spezifischen Oberfläche des Keramikpulvers (Binder: Ligninsulfonat/Wachs-Gemisch)



$$\frac{E_{Modell}}{GPa} = 244 \cdot \frac{\left(\frac{\rho_{Binder}}{g/cm^3}\right)^{2,3}}{\left(\frac{d_{Schicht}}{nm}\right)^{0,4} \cdot \left(\frac{O_{spez}}{m^2/g}\right)^{0,1}}$$

b) SSiC bei Variation des Preßdrucks mit 35 MPa, 43 MPa und 244 MPa (Binder: Polyäthylenglykol-Basis)

Bild 5.28: Korrelation zwischen gemessenen und modellierten E-Moduln

Die sehr gute Korrelation gemessener und nach Gl.(5.10) in Form einer zugeschnittenen Größengleichung berechneter E-Moduln in Bild 5.28 bestätigt die Gültigkeit des Modells bei einer breiten Palette grünkeramischer Werkstoffe. In Bildteil 5.28 a zeigt der neue Binder gegenüber dem während der Alterung gehärteten Binder eine stärkere Abhängigkeit des E-Moduls von der Binderdichte. Die Konstanten nach Gl.(5.10) a_0 und a_1 sollten nur von der Binderart abhängen, d.h. bei einer Binderart konstant sein. Die Konstanten a_2 und a_3 sollten sowohl unempfindlich auf die Binderart und als auch auf die Änderung der Kornverteilung reagieren.

5.2.4 Lokaler Eindringmodul zum Nachweis von Dichteunterschieden

Untersucht wurden einachsige gepreßte Biegestäbe (flache Auflage, Querschnitt 7 mm * 5 mm) und einachsige gepreßte Rundproben (Stirnseite, $\phi = 60$ mm, $h = 15,5$ mm) unterschiedlicher Dichte, die durch Preßdruckvariation entstand.

Bild 5.29 zeigt den Eindringmodulverlauf über der Indenterkraft an Biegestäben. Bei Plexiglas, wie auch bei Metallen, bildet sich nach Vollkontakt ein Plateau heraus. Dieser Plateauwert entspricht in guter Näherung dem Elastizitätsmodul. Das fehlende Plateau bei Grünkeramik wird durch das nichtlineare Verhalten des Werkstoffs hervorgerufen. Mit Zunahme der Indenterkraft wächst erstens der wirksame E-Modul der Probe durch Verdichtung unter dem Indenter und zweitens die Bedämpfung des Schwingstabes mit k_{Pr} nach Bild 2.1 (Parallelschaltung von k_{Pr} und C_{Pr}).

Den Zusammenhang zwischen der Dichte in einem breiten Bereich und dem Eindringmodul bei SSiC ist in Bild 5.30 dargestellt. Bei großen Dichten deutet sich wegen der stärkeren Wechselwirkung der keramischen Rohstoffkörner der Übergang von einem linearen in einen exponentiellen Zusammenhang an. In einem Dichtebereich $1,8 \pm 0,1$ g/cm³ ist in guter Näherung ein linearer Zusammenhang:

$$\frac{\rho}{\text{g/cm}^3} = 0,043 \cdot \frac{E_{Pr}}{\text{GPa}} + 1,22 \quad (5.11)$$

vorhanden. Die Biegestäbe (Querschnitt 7 mm * 5 mm) liegen im Bereich der kritischen Masse mit einer Streuung der Eindringmodule von ± 6 %, die an den größeren Rundproben ($\phi = 60$ mm, $h = 15,5$ mm) nur $\pm 1,5$ % betrug. Der Eindringmodul reagiert auf Preßdruckunterschiede 3,1-fach empfindlicher als die Dichte, so daß bei Proben, die mindestens die kritische Masse besitzen, Dichteunterschiede von $\geq 0,5$ % aufgelöst werden können. Diese Auflösung ist besser als bei der Röntgen-Computer-Tomographie, die eine Auflösung an keramischen Grünkörpern wegen der Probleme der Strahlaufhärtung von ca. 2 % besitzt /90/.

Bild 5.31 zeigt Eindringmodulverteilungen bei radialer Abtastung. Beim einachsigen gepreßten Vollmaterial im Bildteil 5.31 a entspricht der Verlauf einer Dichteerhöhung von ca. 0,6 % am Rand gegenüber der Mittelachse.

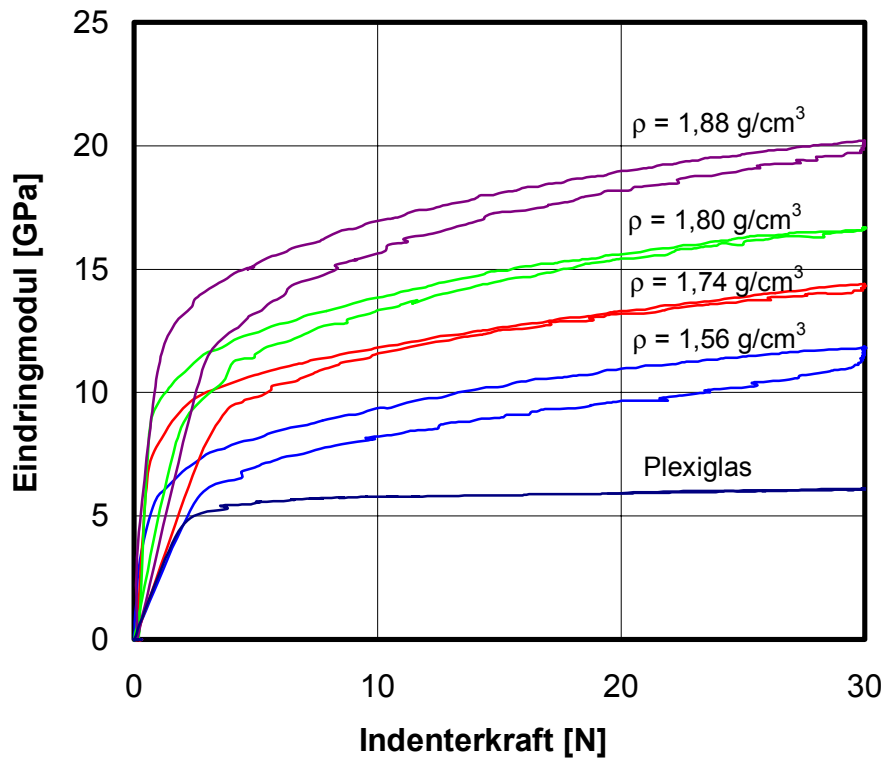


Bild 5.29: Meßzyklen bei Dichtevariation von SSiC-Biegestäben (Haltezeit 5 s)

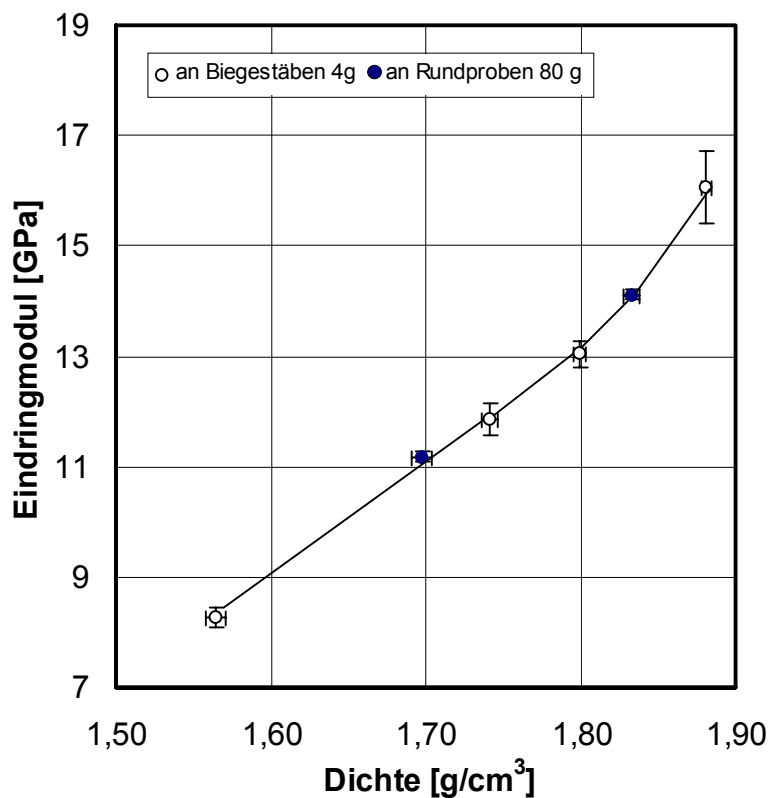
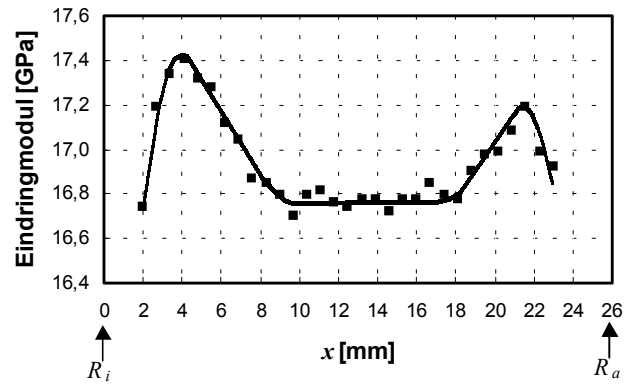
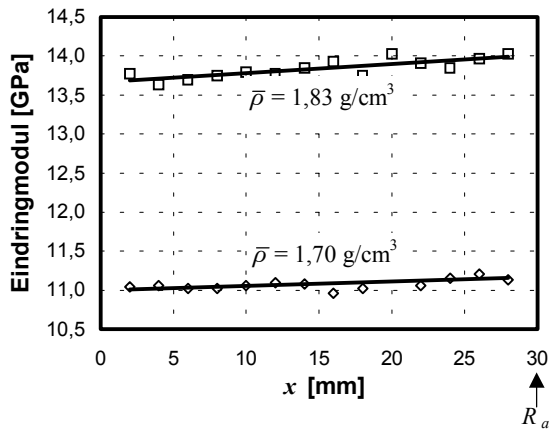


Bild 5.30: Eindringmodul in Abhängigkeit von der Dichte ($F_I = 9,8 \text{ N}$, entspricht 50 MPa) bei SSiC-Grünkörpern



a) einachsig gepreßtes Vollmaterial

b) isotatisch gepreßter Ringquerschnitt

Bild 5.31: Radiale Linienmessung des Eindringmoduls an SSiC-Grünkörpern

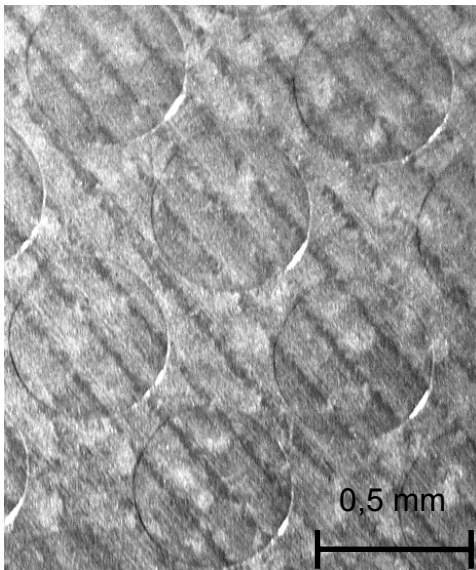


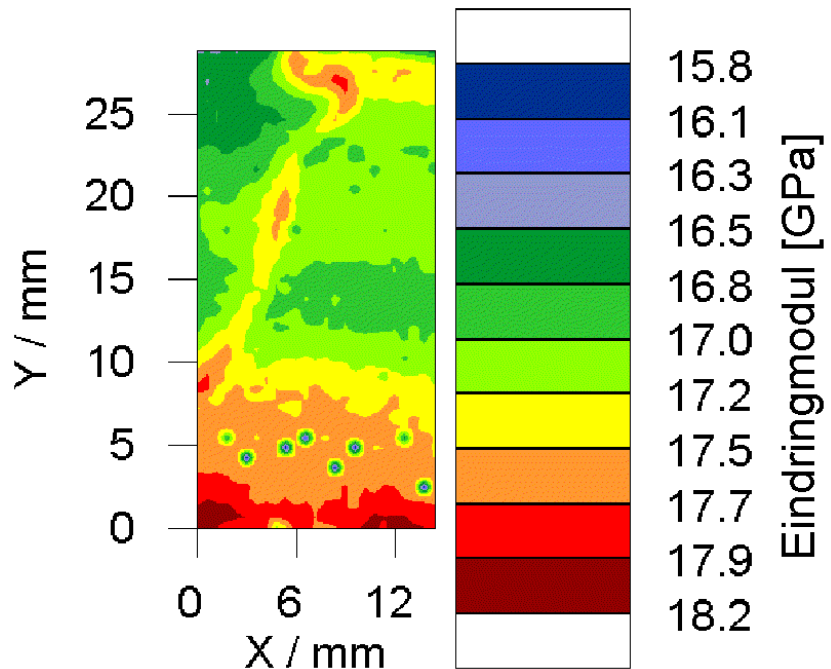
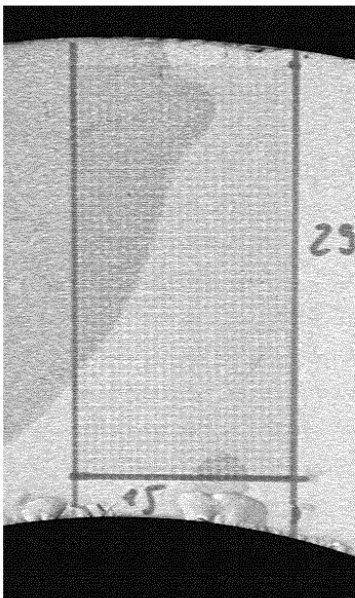
Bild 5.32: Feldmessung des Eindringmoduls an einem isotatisch gepreßten SSiC-Grünkörper (Ringquerschnitt) mit lokaler Binderanmanipulation

a) Ausschnitt mit $\approx 2 \mu\text{m}$ tiefen Eindrücken

b) Ausschnitt des Ringkörpers

c) Eindringmodulverteilung in GPa bei $F_I = 29,4 \text{ N}$

a)



b)

c)

Das isostatisch gepreßte Ringmaterial im Bildteil 5.31 b, welches mit Kern gepreßt wurde, ist an den Rändern ebenfalls etwas stärker verdichtet (am Innenradius ist die Dichte 1 % und am Außenradius 0,7 % höher als mittig dazwischen). Der abfallende Eindringmodul unmittelbar am Rand entsteht durch Randeffekte des UCI-Verfahrens, die in einem Abstand ≥ 2 mm vom Rand abgeklungen sind.

Bild 5.32 zeigt das Ergebnis einer Feldmessung am Ringmaterial. Der Binder wurde zusätzlich lokal manipuliert, um einen Vergleich zwischen optischem Bild und Eindringmodulverteilung zu erhalten.

6. Zusammenfassung

Es wurden Untersuchungen zu elastischen und bruchmechanischen Eigenschaften im Oberflächenbereich keramischer Werkstoffe im gesinterten (Hartzustand) und ungesinterten Zustand (Grünzustand) durchgeführt.

Der gegenüber konventionellen Methoden der Bruchzähigkeitsermittlung geringe Aufwand hat zu einer breiten Anwendung der Indentermethoden an Keramik geführt. Zudem bietet die Indenterbruchmechanik die Ermittlung von Spannungsintensitäten an kurzen Rissen, was der Beanspruchung von Bauteilen mit natürlichen Rissen relativ nahe kommt. Dennoch sind diese Methoden bislang noch umstritten, da Unklarheiten zur Rißenstehung und zum Zusammenhang von Indenterkraft, Rißform und Modellannahme bestehen. Es wurde daher ein Verfahren zur quantitativen Verfolgung sich ausbreitender Oberflächenrisse entwickelt. Auf Oberflächen der Werkstoffe SSiC, SiSiC, SSN und PSZ wurden unter Nutzung der Wafertechnologie aus der Mikroelektronik Leiterzüge aufgebracht, welche bei ihrer Durchtrennung eine Rißausbreitung registrieren. Mit dieser neuen Technik konnte der Rißfortschritt auch bei großen Geschwindigkeiten im Mikrometerbereich aufgelöst werden. Für die o.g. Keramikoberflächen konnte das Modell nach Lawn an Vickershärteeindrücken bestätigt werden, welches hypothetisch die Entstehung von Radialrissen während der Entlastung voraussagt.

Zum Zweck einer genaueren bruchmechanischen Beurteilung von Härteeindruckrissen wurden im Lawn-Modell vernachlässigte Einzeleinflüsse (radiale Druckverteilung der plastischen Zone, Compliancevergrößerung durch Rißverlängerung) untersucht. Überraschenderweise heben sich diese Abweichungen vom Lawn-Modell im Bereich $c/a \geq 2 \dots 5$ gegenseitig nahezu auf. Unter Beachtung gefundener Rißprofile und der 3D-FEM-Rechnungen nach Marx /22/ wurde eine Korrekturfunktion zur Ermittlung der Eigenspannungsintensität (ICL-Methode) entwickelt, welche das mit wachsender Indenterkraft sich verändernde Rißprofil bei den Radialmittenrisse bildenden Werkstoffen berücksichtigt. In die bekannte Gleichung zur Bruchzähigkeitsermittlung /36/ indentierter Proben aus dem Biegeversuch (ISB-Methode) wurde die Korrekturfunktion nach Newman/Raju eingefügt. Mit einer großen Anzahl von Tests an Al_2O_3 , ATC, PSZ und ZTC bei beiden Methoden und zusätzlich an Al_2O_3 , HPSN, SSiC und ZrO_2 aus einem Ringversuch /42/ bei der ICL-Methode ergab sich dann eine geringere Abhängigkeit der Bruchzähigkeitswerte vom c/a -Verhältnis und eine bessere Übereinstimmung mit den konventionell ermittelten Bruchzähigkeitswerten.

Die Schädigung geschliffener Proben der Werkstoffe SSiC, SiSiC und SSN in Abhängigkeit von Prozeß-, Werkzeug- und Schnittwertvariation wurde mit Ultraschallrayleighwellen untersucht. Der Tiefenverlauf der Mikrorißdichte konnte durch Auswertung von $V(z)$ -Kurven am Probenquerschnitt im Akustomikroskop und durch laserakustische Dispersionsmessungen von Rayleighwellen auf der geschliffenen Oberfläche ermittelt werden. Um aus den Dispersionsmessungen den Tiefenverlauf der Rayleighwellengeschwindigkeit ermitteln zu können, wurde ein einfaches Modell entwickelt, das eine gute Übereinstimmung zu den $V(z)$ -Messungen herstellte. So war bei den o.g. Werkstoffen nach dem Schruppschleifen die mikrorißbedingte Verringerung des Elastizitätsmoduls in 80 μm Tiefe (bzw. in 100 μm Tiefe bei SSiC nach den Dispersionsmessungen) auf $\leq 1,5 \%$ abgeklungen. Da die Mikrorisse die Ursache der bearbeitungsbedingten Druckeigenspannungen darstellen, ist in dieser Tiefe auch eine Spannungsumkehr zu erwarten. Die Abmessungen der detektierten natürlichen Fehler übertrafen zum Teil die Tiefe der Druckeigenspannungszone, so daß die sich andeutende tendenzielle Abnahme der maximalen Festigkeiten $\hat{\sigma}_{bB4}$ mit größeren Druckeigenspannungen folgerichtig ist.

Zusätzlich wurde die Möglichkeit der Quantifizierung der Mikrorißdichte aus der akustischen Impedanz im Akustomikroskop untersucht. Numerische Berechnungen ergaben, daß das Videosignal im Fokus $V(z=0)$ nur bei Aperturwinkeln $\theta_0 \leq \arcsin(v_{Fl}/v_L)$ linear von der akustischen Impedanz $Z_L(\theta=0)$ abhängt. Da aber Linsen mit diesen kleinen Aperturwinkeln nicht handelsüblich sind, wurden auch nichtlineare Verläufe der o.g. Abhängigkeit für den Bereich von Konstruktionskeramik berechnet. Dabei wurde gezeigt, daß speziell an Werkstoffen mit hoher Schallgeschwindigkeit wie Konstruktionskeramik die zu geringe Empfindlichkeit des Videosignals in Abhängigkeit der akustischen Impedanz eine Quantifizierung von Mikrorißdichten in Keramikoberflächen nicht erlaubt. Aus dem integralen Grauwert des akustischen Bildes ($z=0, f=200$ MHz) der Schleifoberflächen wurde jedoch eine relative scheinbare akustische Impedanz Z_L'/Z_{L0} abgeleitet, welche die Defektstruktur unter Ausklammerung der Mikrorisse quantifizieren kann. Weniger Ausbrüche und Risse im akustischen Bild führen zu einer Vergrößerung des Z_L'/Z_{L0} -Wertes, daher deuten sich auch tendenziell größere maximale Festigkeiten $\hat{\sigma}_{bb4}$ mit größeren Z_L'/Z_{L0} -Werten an. Im Vergleich zu den Rauheitsangaben R_z und R_a reagierte die Größe Z_L'/Z_{L0} empfindlicher auf die Ausbruchhäufigkeit infolge der Schleifbearbeitung.

Die Untersuchungen mit dem Ultraschallscanner HFUS 2000 in Tauchtechnik (Rayleighwellenanregung) und dem Akustomikroskop SAM 2000 ergänzten einander sehr gut. Im größeren Beobachtungsfenster des Scanners von ca. 400 mm^2 konnten Poren, Ausplatzungen oder Rattermarken auf den geschliffenen Oberflächen detektiert werden, die ggf. mit dem Akustomikroskop (Beobachtungsfenster $0,25 \text{ mm}^2$) im Nachgang genauer untersucht wurden. Bei den untersuchten Serienwerkstoffen wurden Poren in der Größenordnung von $100\text{...}300 \text{ }\mu\text{m}$ festgestellt, welche die Defekte der variierten Schleifzustände in Hinblick auf die Festigkeit stark überlagerten, so daß ein signifikanter Einfluß der Prozeßführung, der Werkzeugwahl und der Schnittwerte auf die statistischen Parameter der Festigkeitsverteilung nicht festgestellt werden konnte.

Der Zusammenhang der Prozeßführung, der Werkzeugwahl, der Schnittwerte und der Bearbeitungskräfte mit der Tiefe der induzierten Mikrorisse, den detektierten Bearbeitungsdefekten, der Festigkeit, der Rauheit, den Eigenspannungen sowie der akustischen Impedanz gestattete die Aufstellung von werkstoffspezifischen Richtwertempfehlungen für das Schleifen keramischer Werkstoffe, die Produktivitätssteigerungen gegenüber dem damaligen Iststand von ca. 100 - 200% erreichbar machten /89/.

Keramische Grünkörper besitzen ein vom Hartzustand stark abweichendes Eigenschaftsspektrum, so daß etablierte Prüfverfahren des Hartzustandes nicht einfach übertragen werden können. Bekannte konventionelle mechanische und zerstörungsfreie Prüfverfahren stellen bei Grünkörpern enorme Anforderungen an die Prüftechnik und die Probenvorbereitung und werden daher produktionsbegleitend kaum eingesetzt. Dennoch erscheint die Prüfung keramischer Trockenpreßlinge sehr lukrativ, da in der betrieblichen Praxis immer wieder erhebliche Chargenunterschiede auftreten, die sich insbesondere in Schwankungen der Härte, der Festigkeit und der Dichte bzw. in Dichtegradienten äußern, aber erst bei der späteren spanenden Bearbeitung oder nach dem Sintern offenbar werden. Zur Qualitätssicherung wurden daher zwei Prüftechnologien an Grünkörpern mit einer breiten Variation von Bindersystemen und keramischen Rohstoffen auf der Basis von SiC- und Si_3N_4 entwickelt und getestet, die wegen ihres geringen Aufwandes auch produktionsbegleitend einsetzbar sind.

Zur schnellen Charakterisierung des Festigkeits- und Bruchverhaltens wurde ein Ritztest entwickelt, der an unterschiedlichen Probenformen durchgeführt werden kann. In den Experimenten, die an einer Werkstoffpalette mit einer breiten Variation mechanischer Eigenschaften erfolgten, korrelierte die ausgebrochene Kegelhöhe an einer rechtwinkligen Kante gut mit der Bruchzähigkeit bei den härteren und mit der Festigkeit bei den weicheren Versuchswerkstoffen.

In einem empirischen Modell wurde gezeigt, daß der Elastizitätsmodul des Grünkörpers sehr empfindlich auf dessen Binderdichte reagiert, die durch den Preßdruck bei der Herstellung bestimmt wurde. Zur Auflösung lateraler Dichteunterschiede von Grünkörpern eignet sich daher die Bestimmung lokaler Elastizitätsmoduln. Deshalb wurde eine Technologie zur Ermittlung des Eindringmoduls aus der Kontaktimpedanz im Ultraschallbereich (UCI) entwickelt. Der Vollkontakt zwischen dem flachen Indenter und der Werkstoffoberfläche ist bei linearelastischen Werkstoffen durch einen Plateauwert im Eindringmodulverlauf über der Prüfkraft gekennzeichnet, der gut dem Elastizitätsmodul entspricht. Da keramische Grünkörper große Abweichungen vom linear-elastischen Verhalten aufweisen, bleibt nach Vollkontakt eine schwach ansteigende Kurve des Eindringmoduls über der Prüfkraft, die zusätzlich noch zeitabhängig ist. Die Prüfkraft und die Belastungsgeschwindigkeit können jedoch exakt eingestellt werden, so daß eine reproduzierbare Ermittlung vergleichbarer Werte möglich wurde. Der Prototyp des Gerätes gestattet die Auflösung lateraler Dichteunterschiede von $\geq 0,5 \%$, wobei sowohl Linienmessungen als auch Feldmessungen möglich sind.

7. Literaturverzeichnis

- /1/ A. Iost, R. Bigot, Indention size effekt: reality or artefact, J. Mat. Science 31 (1996), 3573 - 3577
- /2/ F. Fröhlich , P. Grau, W. Grellmann, Performance and Analysis of Recording Microhardness Tests, Physical Status Solidi 42 (1977), 79-89
- /3/ J.B. Quinn, G.D. Quinn, Indentation brittleness of ceramics: a fresh approach, J. Mat. Science 32 (1997), 4331-4346
- /4/ EN ISO 6507-1, Metallische Werkstoffe, Härteprüfung nach Vickers, Teil 1: Prüfverfahren, November 1997
- /5/ ISO 4545, Metallic materials, Hardness test, Knoop test
- /6/ DIN 50359-1, Prüfung metallischer Werkstoffe, Universalhärteprüfung, Teil 1: Prüfverfahren, Oktober 1997
- /7/ H.-H. Behnke, Kraft – Eindringtiefen -Verfahren - Wie vergleichbar sind Härtewerte, Härteprüfung in Theorie und Praxis, 9. Internationales Symposium in Düsseldorf 1995, VDI-Berichte 1194, ISBN 3-18-091194-8, 33- 46
- /8/ Th. Dietz, H. Velters, P. Mayr, D. Dengel, SRJ. Saunders, Qualifizierung von Prüfverfahren und Standards für die Härteprüfung, Härteprüfung in Theorie und Praxis, 9. Internationales Symposium in Düsseldorf 1995, VDI-Berichte 1194, ISBN 3-18-091194-8, 69- 79
- /9/ M.F. Doerner, W.D. Nix, A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments, J. Mater. Res. 1 (1986) 4 , 601- 609
- /10/ W.C. Oliver, G.M. Pharr, An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiment, J. Mat. Res 7 (1992) 6, 1564
- /11/ P. Grau, H. Meinhard, W. Fränzel, The force dependence of hardness by a critical analyses of the zero-point calculation and the surface roughness for Ultramicro-Hardness. Härteprüfung in Theorie und Praxis, 9. Internationales Symposium in Düsseldorf 1995, VDI-Berichte 1194, ISBN 3-18-091194-8, 47- 57
- /12/ C. Heermant und D. Dengel, Mikrohärteprüfung nach dem Prüfkraft-Eindringtiefe-Meßprinzip: Einfluß des Prüfkraftablaufs. Härteprüfung in Theorie und Praxis, 9. Internationales Symposium in Düsseldorf 1995, VDI-Berichte 1194, ISBN 3-18-091194-8, 59- 68
- /13/ C. Kleesattel, Resonant sensing devices US Pat. 3 153 338 (1961)
- /14/ C. Kleesattel, G.M.L. Gladwell, The contact impedance meter. Part 1, Ultrasonics 6 (1968) 7, 175- 180
- /15/ C. Kleesattel, G.M.L. Gladwell, The contact impedance meter. Part 2, Ultrasonics 6 (1968) 10, 244- 251

- /16/ G.M.L. Gladwell, The calculation of mechanical impedances relating to an indenter vibrating on the surface a semi-infinite elastic body. *J. Sound and Vibration* 8 (1968) 2, 103
- /17/ J. Krautkrämer, H. Krautkrämer, *Werkstoffprüfung mit Ultraschall*. 5. Auflage, Springer Verlag, Berlin, Heidelberg 1986, ISBN 3-540-15754-9, 592- 596
- /18/ P. Chantikul, G.R. Anstis, B.R. Lawn und D.B. Marshall, A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness for ceramic materials: I, Direct crack measurements, *J. Am. Ceram. Soc.* 64 (1981)9, 533- 538
- /19/ J.P.G. Binner, R. Stevens, The Measurement of Toughness by Indention, Review Paper "Kinetics and Mass Transport of Silicate and Oxide Systems" 13.-14.9.1984, London
- /20/ M. Dietz, H.-D. Tietz, Characterization of engineering ceramics by indentation methods, *J. Mat. Science* 25 (1990), 3731- 3738
- /21/ B.R. Lawn, M.V. Swain, Microfracture beneath point indentations in brittle solids, *J. Mat. Science* 10 (1975), 113- 122
- /22/ V. Marx, Simulation des Härteeindrucks an spröden Werkstoffen, Dissertation TU Dresden 1. Juni 1997
- /23/ B.R. Lawn, A.G. Evans, D.B.Marshall, Elastic/Plastic Indention Damage in Ceramics: The Median/Radial Crack System, *J. Am. Ceram. Soc.* 63 (1980) 9/10, 574- 581
- /24/ K.L. Johnson, *Contact Mechanics*, Cambridge Univ. Press 1985
- /25/ H. Blumenauer, G. Pusch, *Technische Bruchmechanik*, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, Stuttgart 1993, ISBN 3-342-00659-5
- /26/ S. Palmquist, The work for the formation of a crack as a measure of the toughness of hard metals, *Arch. Eisenhüttenwesen* 33 (1962) 9, 629- 634
- /27/ K. Niihara, R. Morena und D.P.H. Hasselman, Evaluation of K_{Ic} of brittle solids by the indentation method with low crack-to-indent ratios, *J. Mat. Sci. Let.* 1 (1982), 13- 16
- /28/ D.K. Shetty, I.G. Wright, P.N. Mincer und A.H. Clauer: Indention fracture of WC-Co cermets, *J. Mat. Sci.* 20 (1985), 1873- 1882
- /29/ Y. Murikami, *Stress Intensity Factor Handbook*, 1 and 2, Pergamon Press, NY 1987
- /30/ R. Hill, *The Mathematical Theorie of Plasticity*, In /23/: Ch. 5 Oxford University Press, London (1950)
- /31/ S.L. Jones: Crack-profile shapes formed under a Vickers indent pyramid, *J. Mat. Science* 6 (1987), 721- 723
- /32/ H.-D. Tietz, M. Dietz und L. Bühling, Prüfung und Qualitätssicherung von Konstruktionskeramik mittels Indentermethoden, 7/91-10/92, BMFT-Förderprojekt 03M20782
- /33/ K.M. Liang, G. Orange, G. Fantozzi, Evaluation by Indentation of fracture toughness of ceramic materials, *J. Mat. Sci.* 25 (1990), 207- 214
- /34/ C.B. Ponton, R.D. Rawlings, Dependence of the Vickers Indention Fracture Toughness on the Surface Crack Length, *Br. Ceram. Trans. J.* 88 (1989), 83- 90

- /35/ M. Dietz, L. Bühling, Charakterisierung von Konstruktionskeramiken mittels Indentermethoden, Vortrag zum 9. Symposium Härteprüfung in Theorie und Praxis, Düsseldorf v. 23.11.-24.11.95, Tagungsband, 223- 234
- /36/ Chantikul, P., G.R. Anstis, B.R. Lawn und D.B. Marshall, A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness for ceramic materials: II, Strength methode, J. Am. Ceram. Soc. 64 (1981) 9, 539- 543
- /37/ R.F. Cook, B.R. Lawn, A modified indentation toughness technique, J. Am. Ceram. Soc. 66 (1983) 11, C200-201
- /38/ D. Bleise, Rißzähigkeitsermittlung mit Härteeindruckrissen an einer grobkörnigen Aluminiumoxidkeramik, Diss. RWTH Aachen 1995, ISSN 0944- 2952
- /39/ A.M. El Aslabi, G. Kleist, R.W. Steinbrech, H. Nickel: Evaluation of Indentation Fracture Toughness of Si₃N₄ using Crack Profile Measurements, Fortschr. DKG 6 (1991) 1, 133- 148
- /40/ J.C. Newman, Jr., I.S. Raju, An Empirical Stress Intensity Factor Equation for the Surface Crack, Engg. Frac. Mech. 15 (1981) 1/2, 185- 192
- /41/ G.D. Quinn, J. Salem u.a., Fracture Toughness of Advanced Ceramics at Room Temperature, J. of Research of the National Inst. of Standards and Technology (USA) 97 (1992) , 579-607
- /42/ R.T. Primas, R. Gstrein, ESIS TC6 Round Robin on Fracture Toughness, EMPA Report No.155'088, Nov. 1994
- /43/ D.B. Marshall, B.R. Lawn, Residual stress effects in sharp contact cracking, Part 1: Indentation fracture mechanics, J. Mat. Science. 14 (1979), 2001- 2012
- /44/ P.K. Gupta, N.J. Jubb, Postindentation slow growth of radial cracks in glasses, J. Am. Ceram. Soc. 64 (1981) 8, 112- 114
- /45/ G.S. White, St.W. Freiman, Anne Wilson, Indention Determination of Crack Growth Parameters in Gallium Arsenide, J. Am. Ceram. Soc. 74 (1991) 2, 419- 421
- /46/ J. Salomonson, D. Rowcliffe, Measurement of Indentation Residual Stresses in Materials Susceptible to Slow Crack Growth, J. Am. Ceram. Soc. 78 (1995) 1, 173- 177
- /47/ R.F. Krause, Rising Fracture Toughness from bending Strength of indented alumina beams, J. Am. Ceram. Soc. 71 (1988) 5, 338- 343
- /48/ Y.W. Kim, M. Mitomo, N. Hirotsuki, R-curve behaviour of sintered silicon nitride. J. Mat. Science 30 (1995), 4043- 4048
- /49/ B.J. Bennison, B.R. Lawn, Flaw tolerance in ceramics with rising crack resistance characteristics, Journal of Mat. Sci. 24 (1989), 169- 3175
- /50/ P. Chantikul, S.T. Bennison, B.R. Lawn, Role of grain size in the strength an R-curve properties of alumina, Veröff. 92nd Annual Meeting of the Am. Cer. Soc Dallas, TX, April 1990.

- /51/ Ph. Zembrodt, J.M. Olaf, Untersuchung des mechanischen Verhaltens von Schichtsystemen unter gleitender Belastung durch stiftförmige Prüfkörper, IWM-Bericht W 3/94 (1994), 1- 69
- /52/ E. Lopez, F. Beltzung, G. Zambelli, Measurement of cohesion and adhesion in alumina coatings produced by plasma spraying, J. Mat. Sci. Letters 8 (1989), 346- 348
- /53/ F. Beltzung, G. Zambelli u.a., Fracture toughness measurement of plasma sprayed ceramic coatings, Thin Solid Films 181 (1989), 407- 415
- /54/ E.A. Almond, N.J. Mc Cormick, Constant geometry edge-flanking of brittle materials, Nature 321 (1986) 5, 53-55
- /55/ E.A. Almond, N.J. Mc Cormick, Edge flanking of brittle materials, J. Hard Materials 1 (1990), 154- 156
- /56/ R. Danzer, R. Paar, Kantenfestigkeit spröder Werkstoffe, Fortschrittsberichte der DKG 10 (1995) 3 ISSN 0177-6983, 77- 84
- /57/ B.A. Auld, Rayleigh wave propagation, In: Rayleigh-wave theory and applications, ed. E.A. Ash and E.G.S. Page, Springer Verlag Berlin 1985, 12- 28
- /58/ A. Briggs, Acoustic Microscopy, Clarendon Press, Oxford 1992, ISBN0-19-851377-1
- /59/ B.A. Auld, Acoustic fields and waves in solids, John Wiley, New York 1973
- /60/ L. Bergmann, Der Ultraschall, Hirzel, Stuttgart 1954, 6. Auflage
- /61/ D. Schneider, Th. Schwarz, A photoacoustic method for characterising thin films, Surface and Coatings Technology 91 (1997), 136-146
- /62/ E.G. Woschni, Informationstechnik, Verlag Technik Berlin 1988, 3. Auflage, ISBN 3-341-00317-7, 163-164
- /63/ A. Briggs, Acoustic microscopy- a summary, Rep. Prog. Phys. 55 (1992), 851- 909
- /64/ K. Yamanaka, Y. Enomoto, Observation of surface cracks with scanning acoustic microscop, J. Appl. Phys. 53 (1982), 846- 850
- /65/ C. Ilett, M.G. Somekh, A. Briggs: Acoustic microscopy of elastic discontinuities. Proc. Roy. Soc. Lond. A 393 (1984), 171- 183
- /66/ S. Hirsekorn, S. Pangraz, W. Bernauer, G. Weides und W. Arnold, Materials characterisation and nondestructive testing by acoustic imaging technigues, acta acustica 2 (1994), 195-204
- /67/ Persönliche Mitteilung von Herrn Krämer, Firma Krämer Scientific Instruments GmbH, Herborn, Deutschland
- /68/ S. Hirsekorn, S. Pangraz, G. Weides und W. Arnold, Erratum: Measurement of elastic impedance with high spatial resolution using acoustic microscopy, Appl. Phys. Lett. 69 (1996) 14 , 2138

- /69/ Betriebsanleitung zum Akustomikroskop SAM 2000, 1995, Fa. Firma Krämer Scientific Instruments GmbH, Herborn, Deutschland
- /70/ B. Rotter, M. Haubold, Acousto-microscopical investigation of ceramic surfaces, 6th European Conference o Non Destructive Testing 1994 in Nizza, Frankreich, 24.-28. Oktober 1994, Tagungsband, 69- 73
- /71/ S. Spinner, W.E. Tefft, A method for determining mechanical frequencies and for calculating elastic moduli from these frequencies, Proceedings ASTM 61, 1961, 1221-1238
- /72/ K. Rößler, Möglichkeiten zur Darstellung der Rißinitiierung und der Rißkinetik in spröden Werkstoffen, Diplomarbeit 1996 TH Zwickau, FTB 16/96.
- /73/ L. Bühling, M. Dietz, J. Grimm, K. Rößler: A New Approach for the Characterisation of Surface Cracks using Microtechnology. proceedings of "Micromaterial 97" conference in Leipzig, April 17./18. 1997
- /74/ M. Dietz, L. Bühling, Indenterbruchmechanische Untersuchungen an Konstruktionskeramik, Mat.-wiss. u. Werkstofftech. 26 (1995), 615- 622
- /75/ JIS R 1607 (1990), Testing Methods for Fracture Toughness of High Performance Ceramics, Japanese Standards Association, Tokyo.
- /76/ J.E. Srawley, Wide Range Stress Intensity Factor Expressions for ASTM E 399 Standard Fracture Toughness Specimens, Int. J. Fract.12, 475- 476 (1976)
- /77/ M. Dietz, J. Mehlhose, G. Lang und L. Bühling: Bearbeitung und Prüfung keramischer Grünkörper. Abschlußbericht 1996, BMBF-Projekt 03M2112B8
- /78/ K.A. Drüsedau, T. Hollstein, W. Pfeiffer, T. Schwickert, R. Westerheide, Charakterisierung bearbeiteter Grünkörper und Bauteile, IWM-Berichte 1994-1997, BMBF-Projekt 03M2112A
- /79/ W. Grellmann, S. Seidler, Deformation und Bruchverhalten von Kunststoffen, Springer-Verlag Berlin Heidelberg New York 1998, ISBN 3-540-63671-4, S. 4 ff.
- /80/ T. Miyoshi, N. Sawaga und T. Sassa, Proc. JSME A1-471 (1985), 2489 (in Japanisch)
- /81/ J.B. Walsh, The effect of cracks on the compressibility of rock, J. Geophysical Research 70 (1965), 38 ff.
- /82/ J.W. Hutchinson, Crack tip shielding by micro-cracking in brittle solids, Acta Met. 35 (1987), 1605- 1619
- /83/ D.W. Marquadt, J. Soc. Indust. Math., 2 (1963), 431
- /84/ F. Bergner: Ultraschallmikroskopie von Oberflächenrissen, Nova Acta Leopoldina Supplementum 14 (1996), 379- 391
- /85/ W. Arnold, Nondestructive characterisation of materials by high-frequency acoustics. Proc. 4th Course of the International School of Physical Acoustics. "Acoustic Sensing and Probening", Editor: A. Alippi. World Scientific (1991), 21- 28

- /86/ W. Arnold, U. Netzelmann, S. Pangraz, Characterisation of surfaces by acoustic imaging techniques, ASM International 1993, SAN:204-7586, USA, 406- 413
- /87/ S. Hirsekorn, S. Pangraz, G. Weides, W. Arnold, Measurement of elastic impedance with high spatial resolution using acoustic microscopy, Appl. Phys. Lett. 67 (1995) 6, 745- 747
- /88/ J. H. Cantrell, Scanning acoustic microscopy of SCS-6 silicon carbide fiber, J. Am. Ceram. Soc. 79 (1996) 1, 209- 212
- /89/ C.W. Lawrence, Acoustic microscopy of ceramic fiber composites, In: /58/, 227- 231
- /90/ H. Reiter, U. Netzelmann und L. Oesterlein, Grünkörpercharakterisierung mit zerstörungsfreien Prüfverfahren. IZFP-Bericht 960544-TW (8/96), 30- 37
- /91/ J. Mehlhose, M. Dietz, M. Schneeweiß, L. Bühling, Nachweis bearbeitungsbedingter, bauteilrelevanter Schädigungen an geschliffener Hochleistungskeramik, Abschlußbericht 1998, BMBF-Projekt 1707096 (AIF)

Anlagen

Anlage 1: Bewertung der Schleifzustände

a) SSiC

Werkstoff SSiC								
Oberfl.	Schleifkörper	Schnittwerte	Rauheit		Eigenspann.[MPa]		rel.akust. Impedanz Z_L'/Z_{L0}^*	Festigk. $\bar{\sigma}_{bB4}$ [MPa]
			R_a [μm]	R_z [μm]	längs zum Stab	quer zum Stab		
SSiC7	D46 K +888 C75 D15 K +888 C100	$v_c=27\text{m/s}$; $v_f=3,5\text{m/min}$ $a_e=38 \times 0,01\text{mm}$ $v_c=27\text{m/s}$; $v_f=3,5\text{m/min}$ $a_e=5 \times 0,005\text{mm}$	0,12	0,86	- 54	- 92	0,61	313
SSiC1	D91 K +888 C75	$v_c=27\text{m/s}$; $v_f=3,5\text{m/min}$ $a_e=40 \times 0,01\text{mm}$	0,53	3,76	- 115	- 153	0,16	302
SSiC2	D91 Bz 335 C75	$v_c=27\text{m/s}$; $v_f=3,5\text{m/min}$ $a_e=40 \times 0,01\text{mm}$	0,57	3,67	- 48	- 110	0,27	322
SSiC10	D91 K +888 C75	$v_c=27\text{m/s}$; $v_f=7\text{m/min}$ $a_e=40 \times 0,01\text{mm}$	0,64	4,30	- 176	- 235	0,17	305
SSiC11		$v_c=27\text{m/s}$; $v_f=10\text{m/min}$ $a_e=40 \times 0,01\text{mm}$	0,79	5,19	- 143	- 235	0,18	323
SSiC12		$v_c=40\text{m/s}$; $v_f=7\text{m/min}$ $a_e=40 \times 0,01\text{mm}$	0,53	3,44	- 156	- 228	0,23	287
SSiC13		$v_c=40\text{m/s}$; $v_f=10\text{m/min}$ $a_e=40 \times 0,01\text{mm}$	0,59	3,80	- 161	- 220	0,23	304
SSiC14	D151K +888 C100	$v_c=27\text{m/s}$; $v_f=10\text{m/min}$ $a_e=40 \times 0,01\text{mm}$	0,83	5,22	- 191	- 281	0,16	293
SSiC15		$v_c=40\text{m/s}$; $v_f=10\text{m/min}$ $a_e=40 \times 0,01\text{mm}$	0,60	3,74	- 112	- 181	0,42	322
SSiC16	D151K +888 C100	$v_c=27\text{m/s}$; $v_{fV}=10\text{m/min}$ $a_{eV}=35 \times 0,01\text{mm}$ $v_{fVV}=3,5\text{m/min}$ $a_{eVV}=5 \times 0,01\text{mm}$ 5 DH $\nabla\nabla\nabla$	0,84	5,20	- 136	- 171	0,25	301
SSiC17		$v_c=40\text{m/s}$; $v_{fV}=10\text{m/min}$ $a_{eV}=35 \times 0,01\text{mm}$ $v_{fVV}=3,5\text{m/min}$ $a_{eVV}=5 \times 0,01\text{mm}$ 5 DH $\nabla\nabla\nabla$	0,69	3,92	- 108	- 148	0,47	319

b) SiSiC

Werkstoff SiSiC								
Oberfl.	Schleifkörper	Schnittwerte	Rauheit		Eigenspann. [MPa]		rel.akust. Impedanz Z_L/Z_{L0}^*	Festigk. $\bar{\sigma}_{bB4}$ [MPa]
			R_a [μm]	R_z [μm]	längs zum Stab	quer zum Stab		
SiSiC9	D46 K +888 C75 D15 K +888 C100	$v_c=27\text{m/s}$; $v_f=3,5\text{m/min}$ $a_e=38 \times 0,01\text{mm}$ $v_c=27\text{m/s}$; $v_f=3,5\text{m/min}$ $a_e=5 \times 0,005\text{mm}$	0,12	0,76	- 7	- 81	0,88	245
SiSiC5	D91 K +888 C75	$v_c=27\text{m/s}$; $v_f=3,5\text{m/min}$ $a_e=40 \times 0,01\text{mm}$	0,47	2,72	- 61	- 38	0,50	229
SiSiC6	D91 Bz 335 C75	$v_c=27\text{m/s}$; $v_f=3,5\text{m/min}$ $a_e=40 \times 0,01\text{mm}$	0,46	2,95	- 95	- 119	0,58	236
SiSiC10	D91 K +888 C75	$v_c=27\text{m/s}$; $v_f=7\text{m/min}$ $a_e=40 \times 0,01\text{mm}$	0,50	3,20	- 75	- 110	0,40	219
SiSiC11		$v_c=27\text{m/s}$; $v_f=10\text{m/min}$ $a_e=40 \times 0,01\text{mm}$	0,57	3,40	- 194	- 266	0,38	220
SiSiC12		$v_c=40\text{m/s}$; $v_f=7\text{m/min}$ $a_e=40 \times 0,01\text{mm}$	0,32	2,05	- 77	- 166	0,42	232
SiSiC13		$v_c=40\text{m/s}$; $v_f=10\text{m/min}$ $a_e=40 \times 0,01\text{mm}$	0,50	3,05	- 183	- 216	0,39	213
SiSiC14	D151K +888 C100	$v_c=27\text{m/s}$; $v_f=10\text{m/min}$ $a_e=40 \times 0,01\text{mm}$	0,59	3,58	- 111	- 186	0,42	224
SiSiC15		$v_c=40\text{m/s}$; $v_f=10\text{m/min}$ $a_e=40 \times 0,01\text{mm}$	0,53	3,17	- 96	- 83	0,47	208
SiSiC16		$v_c=27\text{m/s}$; $v_{fV}=10\text{m/min}$ $a_{eV}=35 \times 0,01\text{mm}$ $v_{fVV}=3,5\text{m/min}$ $a_{eVV}=5 \times 0,01\text{mm}$ 5 DH VVV	0,66	3,86	- 158	- 152	0,41	210
SiSiC17		$v_c=40\text{m/s}$; $v_{fV}=10\text{m/min}$ $a_{eV}=35 \times 0,01\text{mm}$ $v_{fVV}=3,5\text{m/min}$ $a_{eVV}=5 \times 0,01\text{mm}$ 5 DH VVV	0,53	3,22	- 170	- 181	0,49	234

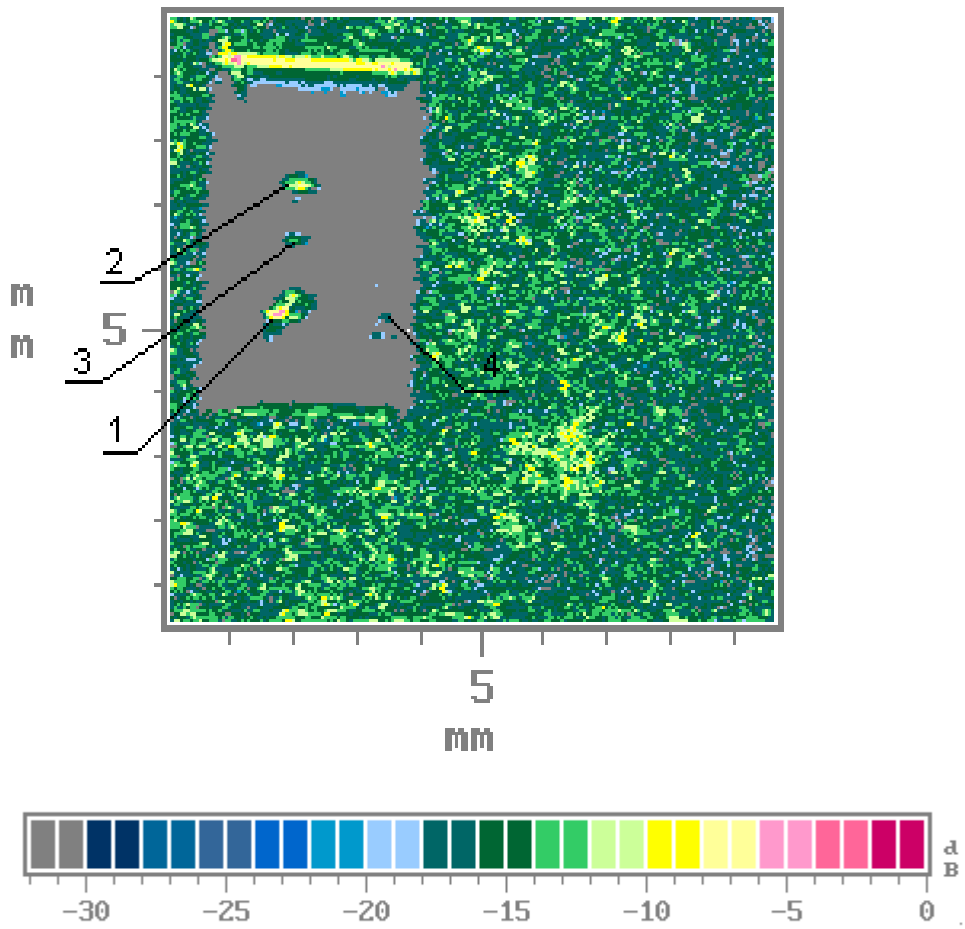
* polierter Zustand zu 100% gesetzt

c) SSN

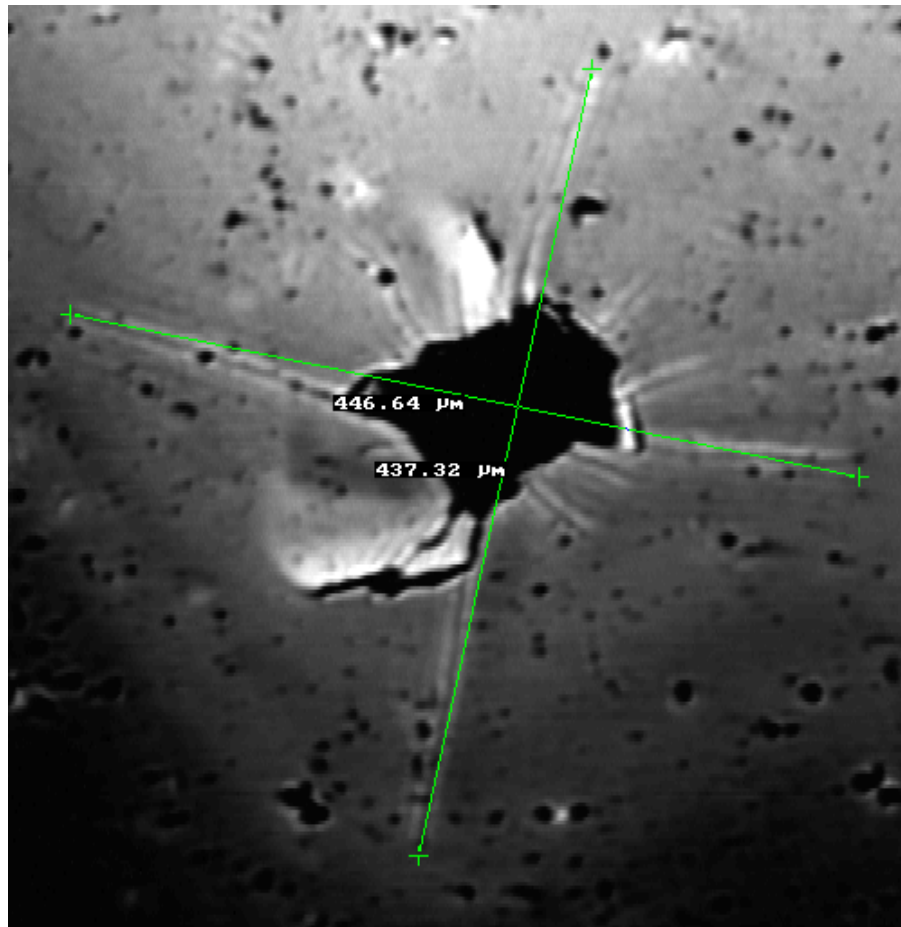
Werkstoff SSN								
Oberfl.	Schleifkörper	Schnittwerte	Rauheit		Eigenspann. [MPa]		rel.akust. Impedanz Z_L'/Z_{L0}^*	Festigk. $\bar{\sigma}_{bb4}$ [MPa]
			R_a [μm]	R_z [μm]	längs zum Stab	quer zum Stab		
SSN8	D46 K +888 C75 D15 K +888 C100	$v_c=27\text{m/s}$; $v_f=3,5\text{m/min}$ $a_e=38 \times 0,01\text{mm}$ $v_c=27\text{m/s}$; $v_f=3,5\text{m/min}$ $a_e=5 \times 0,005\text{mm}$	0,14	1,00	- 129	- 91	0,56	473
SSN3	D91 K +888 C75	$v_c=27\text{m/s}$; $v_f=3,5\text{m/min}$ $a_e=40 \times 0,01\text{mm}$	0,65	4,71	- 290	- 440	0,30	484
SSN4	D91 Bz 335 C 75	$v_c=27\text{m/s}$; $v_f=3,5\text{m/min}$ $a_e=40 \times 0,01\text{mm}$	0,50	3,47	- 400	- 486	0,35	483
SSN10	D91 K +888 C75	$v_c=27\text{m/s}$; $v_f=7\text{m/min}$ $a_e=40 \times 0,01\text{mm}$	0,69	4,74	- 248	- 400	0,22	472
SSN11		$v_c=27\text{m/s}$; $v_f=10\text{m/min}$ $a_e=40 \times 0,01\text{mm}$	0,65	4,51	- 158	- 348	0,19	457
SSN12		$v_c=40\text{m/s}$; $v_f=7\text{m/min}$ $a_e=40 \times 0,01\text{mm}$	0,62	4,30	- 158	- 237	0,24	441
SSN13		$v_c=40\text{m/s}$; $v_f=10\text{m/min}$ $a_e=40 \times 0,01\text{mm}$	0,65	4,22	- 169	- 315	0,20	469
SSN14		$v_c=27\text{m/s}$; $v_f=10\text{m/min}$ $a_e=40 \times 0,01\text{mm}$	0,66	4,23	- 274	- 305	0,28	484
SSN15	D151K +888 C100	$v_c=40\text{m/s}$; $v_f=10\text{m/min}$ $a_e=40 \times 0,01\text{mm}$	0,61	3,85	- 171	- 254	0,33	473
SSN16		$v_c=27\text{m/s}$; $v_{fV}=10\text{m/min}$ $a_{eV}=35 \times 0,01\text{mm}$ $v_{fVV}=3,5\text{m/min}$ $a_{eVV}=5 \times 0,01\text{mm}$ 5 DH $\nabla\nabla\nabla$	0,61	4,16	- 128	- 266	0,27	498
SSN17		$v_c=40\text{m/s}$; $v_{fV}=10\text{m/min}$ $a_{eV}=35 \times 0,01\text{mm}$ $v_{fVV}=3,5\text{m/min}$ $a_{eVV}=5 \times 0,01\text{mm}$ 5 DH $\nabla\nabla\nabla$	0,61	4,05	- 182	- 254	0,34	452
SSN18		$v_c=27\text{m/s}$; $v_{fV}=10\text{m/min}$ $a_{eV}=12 \times 0,03\text{mm}$ $v_{fVV}=3,5\text{m/min}$ $a_{eVV}=5 \times 0,01\text{mm}$ 5 DH $\nabla\nabla\nabla$	0,63	4,12	- 246	- 431	0,25	483

* polierter Zustand zu 100% gesetzt

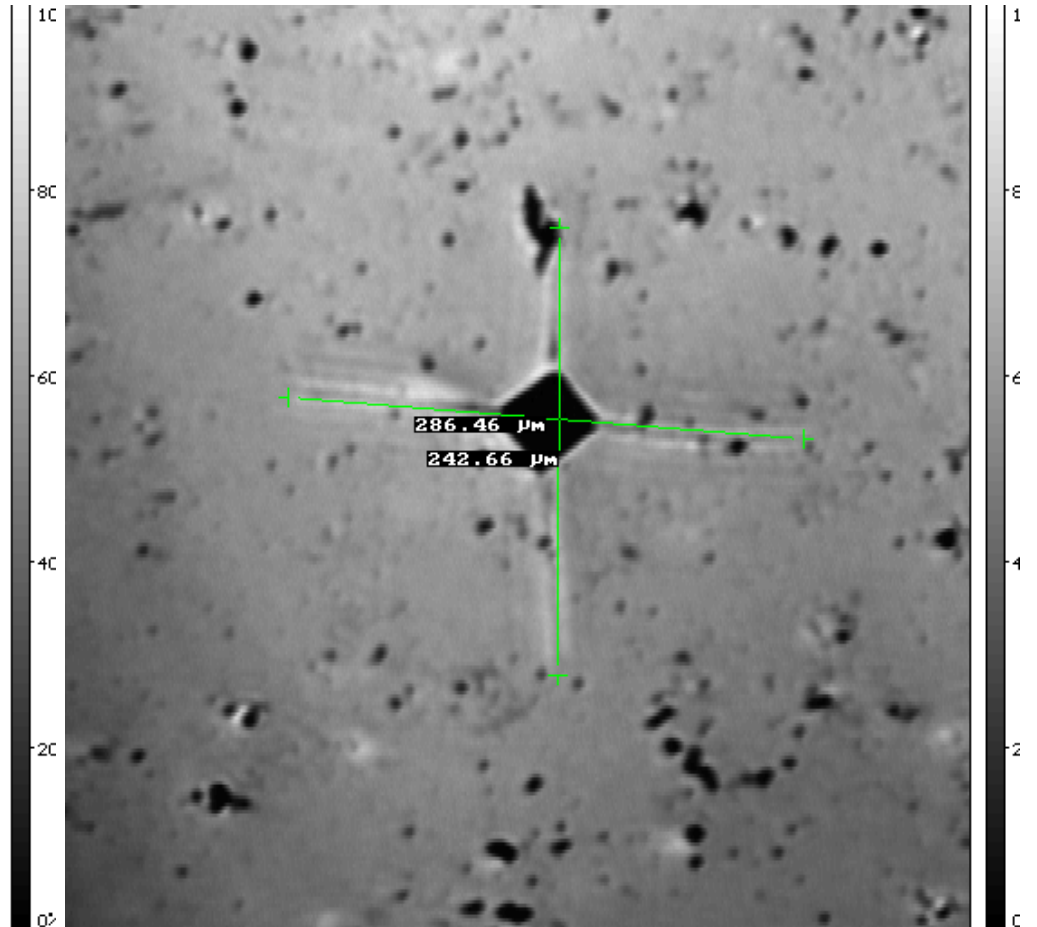
Anlage 2: Modellfehler für das US-C-Scanning



Anlage 2.1: US-C-Bild: Oberflächenwellen auf polierter SSiC-Probe mit Modellfehlern, Tiefpaßfilter 35 MHz

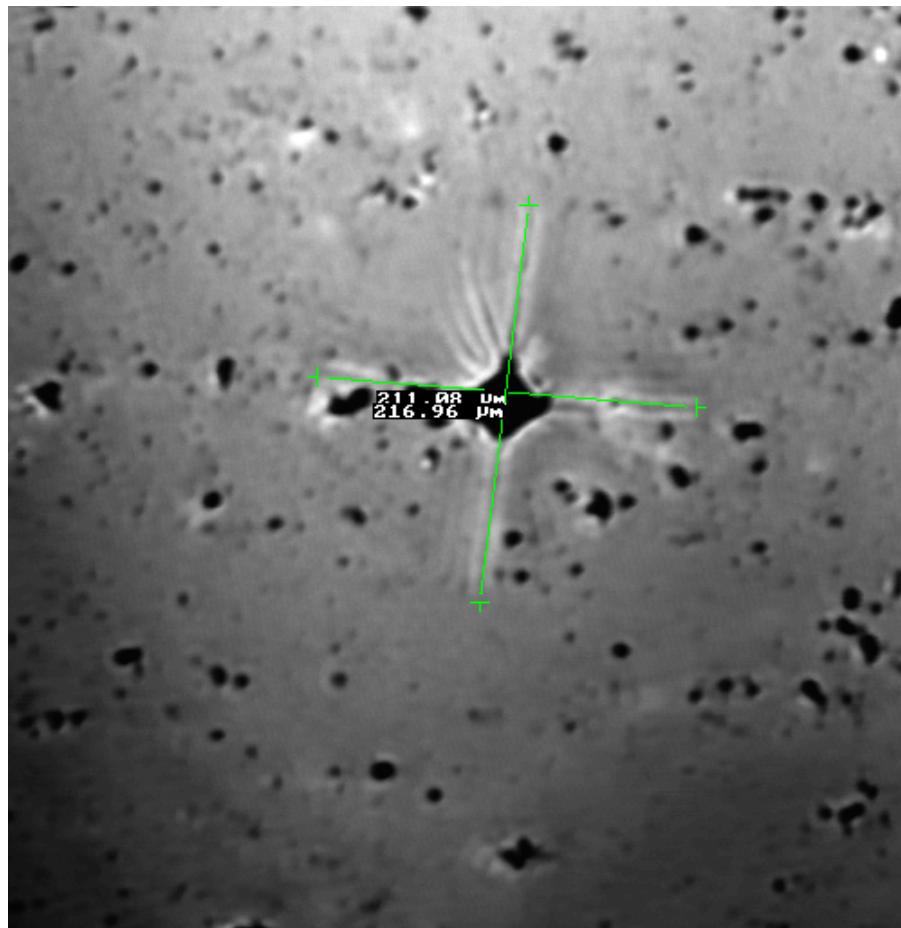


a) Modellfehler 1 (HV10)

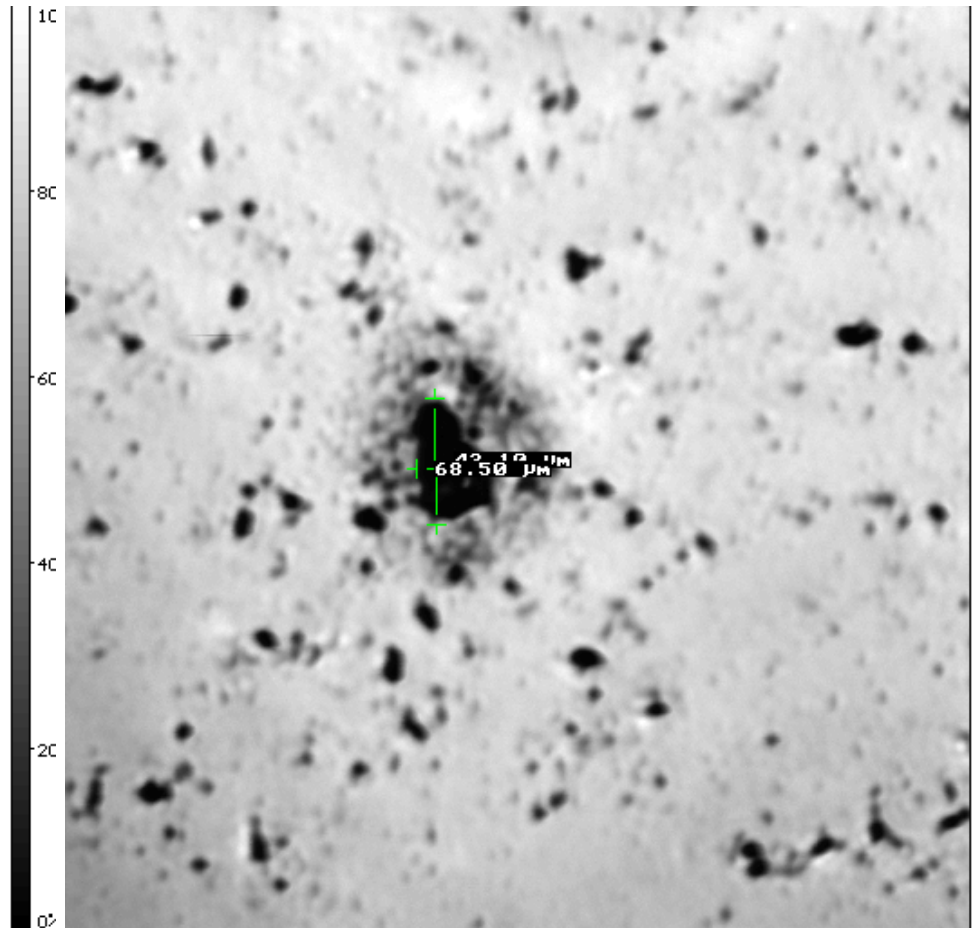


b) Modellfehler 2 (HV5)

Anlage 2.2: Modellfehler nach Anlage 2.1, SAM, 400 MHz, $z = -40\mu\text{m}$

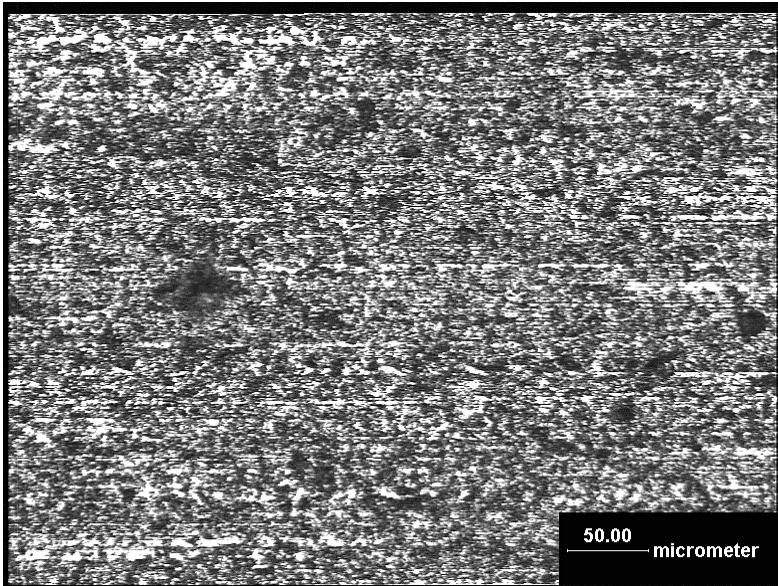


c) Modellfehler 3 (HV3)

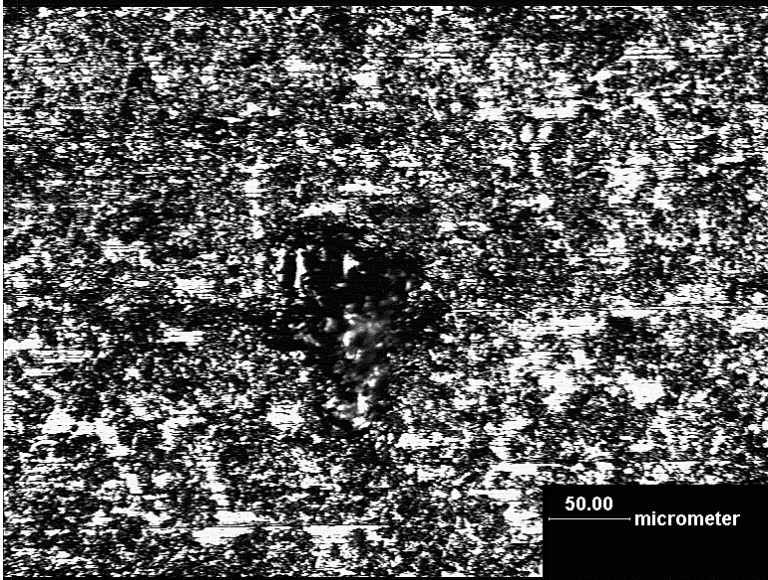


d) Modellfehler 4 (Pore)

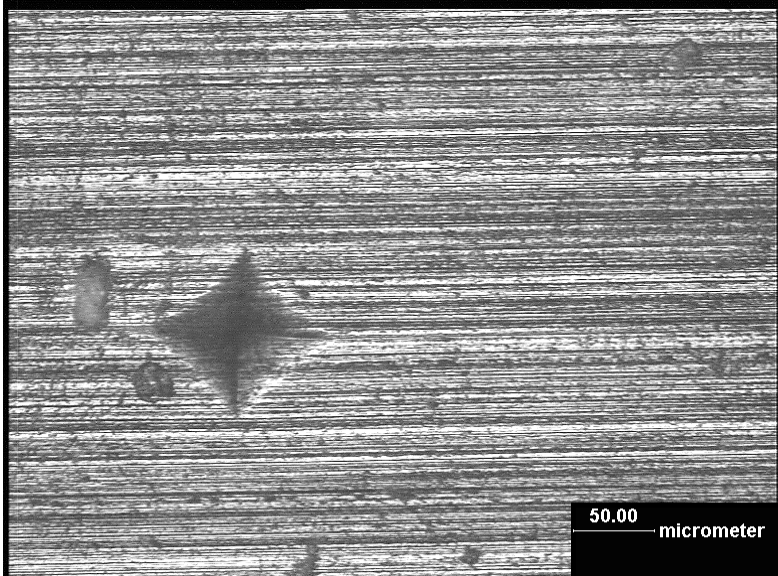
Anlage 2.2: Modellfehler nach Anlage 2.1, SAM, 400 MHz, $z = -40\mu\text{m}$



Schleifzustand SSiC V2
 $R_z = 1,40 \mu\text{m}$

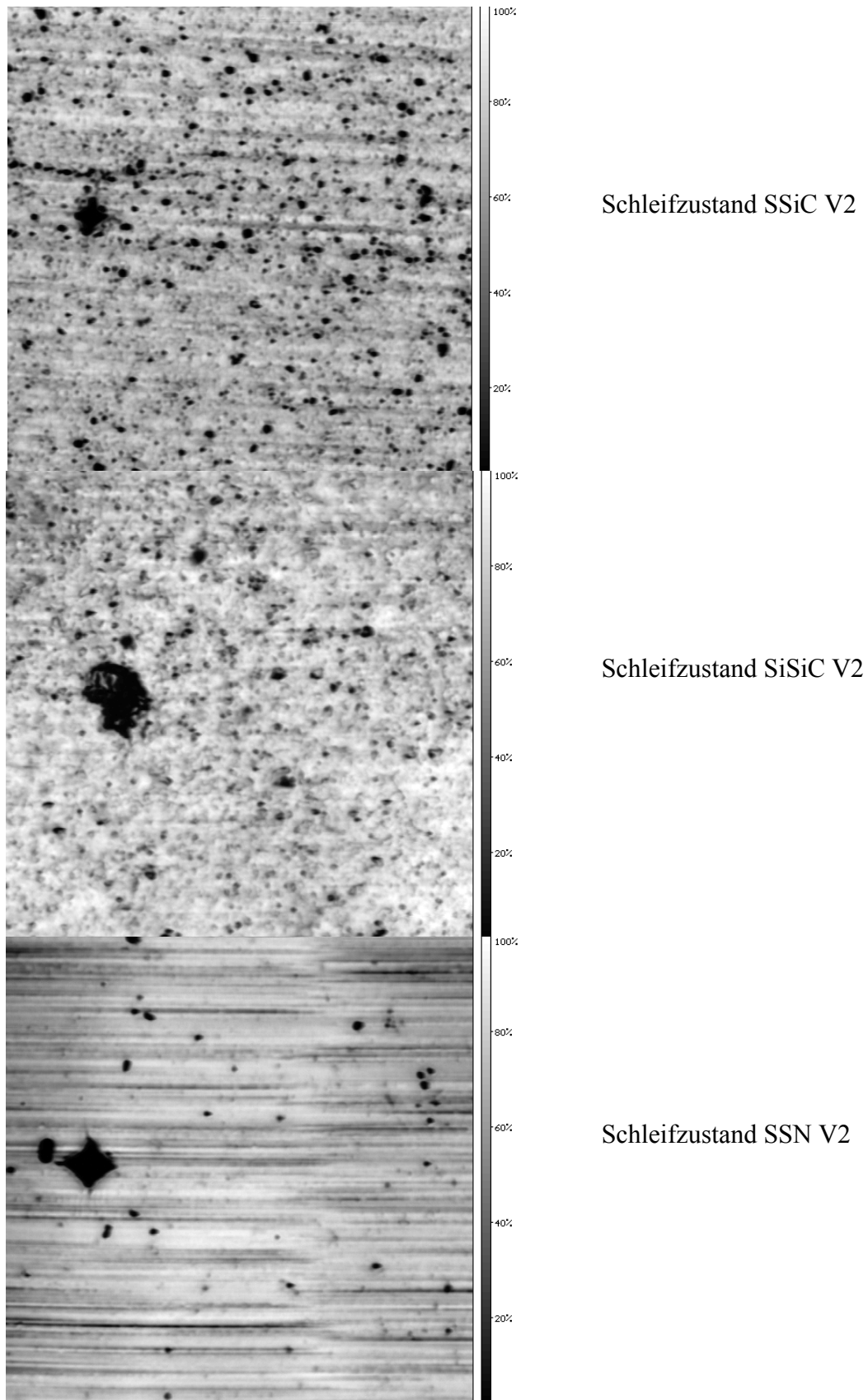


Schleifzustand SiSiC V2
 $R_z = 1,93 \mu\text{m}$

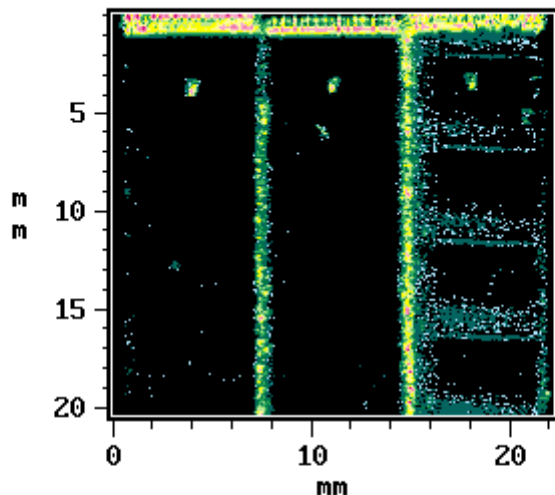


Schleifzustand SSN V2
 $R_z = 1,67 \mu\text{m}$

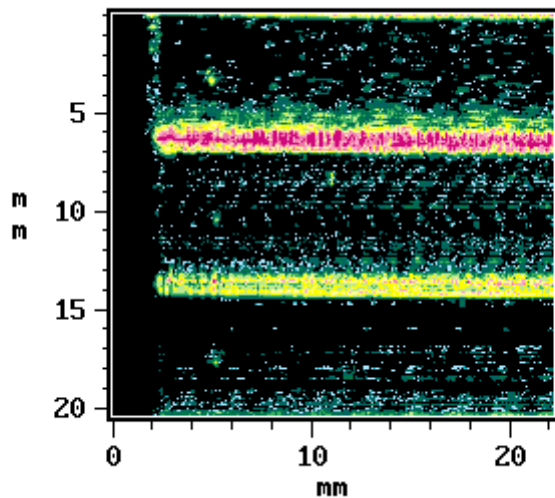
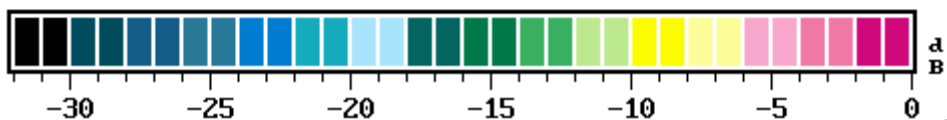
Anlage 2.3: Lichtmikroskopische Bilder, Modellfehler HV5 (Vorversuche)



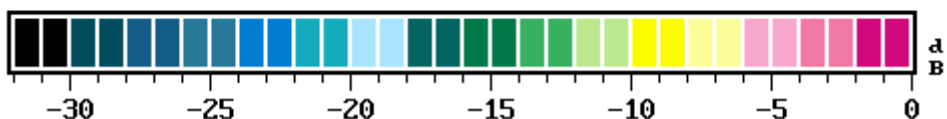
Anlage 2.4: akustische Bilder vom SAM (200 MHz, Bildkante 1 mm, $z = -20\mu\text{m}$),
 Modellfehler HV5 (Vorversuch V2: Schleifkörper D91 Bz 335C75,
 $v_c = 42 \text{ m/s}$; $v_f = 5 \text{ m/min}$, $a_e = 10 \times 0,04 \text{ mm}$)



Oberflächenwellen
parallel zur Schleif-
richtung
v. links nach rechts:
SiSiC V1... SiSiC V3

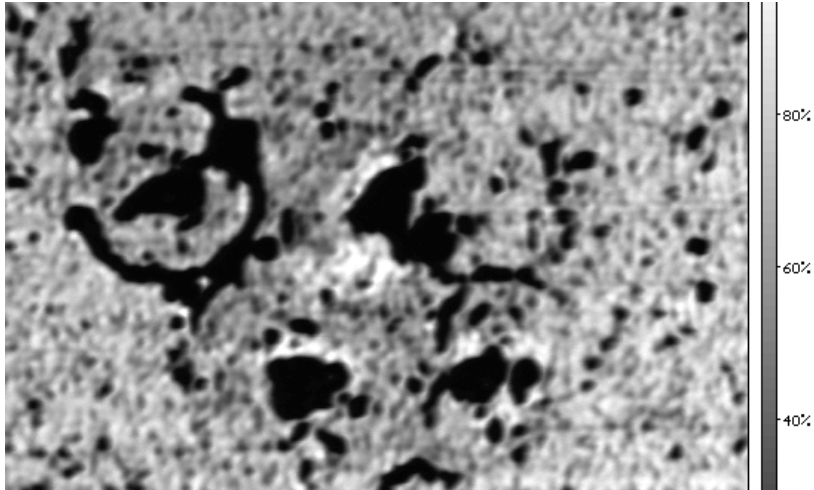


Oberflächenwellen
quer zur Schleif-
richtung
v. unten nach oben:
SiSiC V1... SiSiC V3

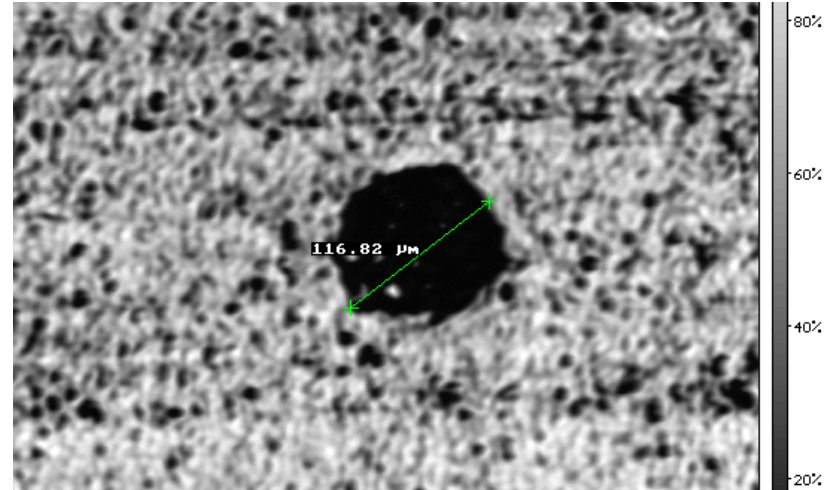


Anlage 2.5: SiSiC- Ultraschall-C-Bilder vom HFUS 2000, 35 MHz, Modellfehler HV5
(Vorversuche)

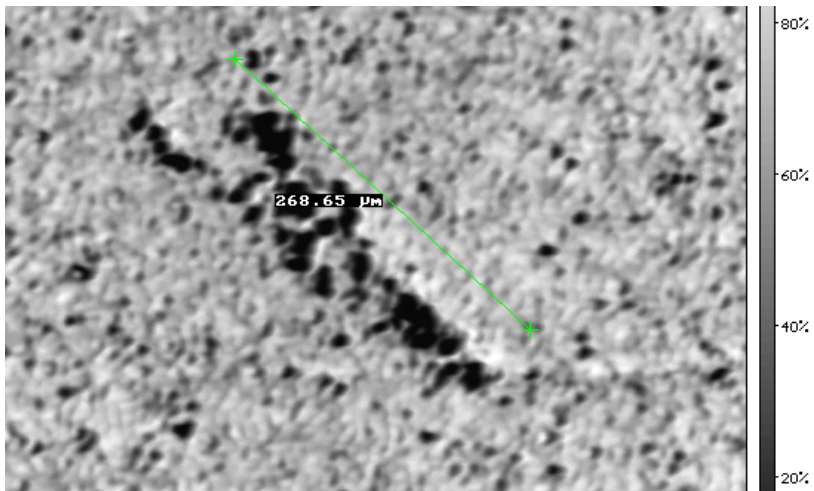
Anlage 3: Natürliche Fehler



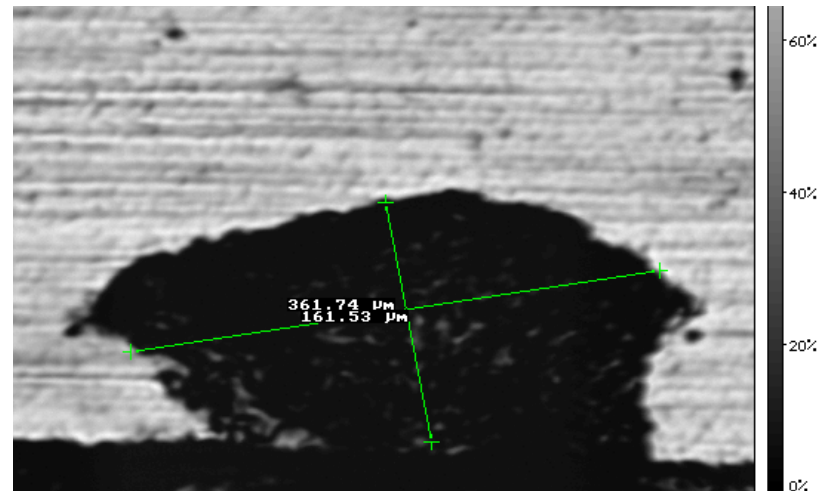
Probe SSiC 7-12, Porenfeld



Probe SSiC 7-18, Porentiefe 60 μm



Probe SiSiC 9-30, Porentiefe $\geq 20 \mu\text{m}$

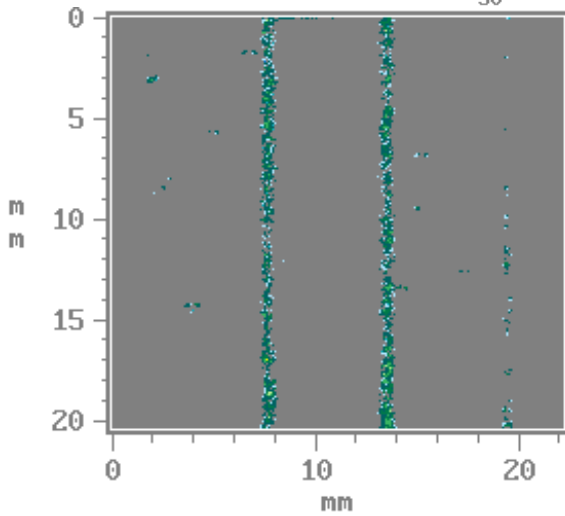
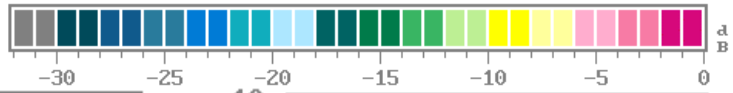


Probe SSN 8-12, (Poren-)Tiefe 40 μm

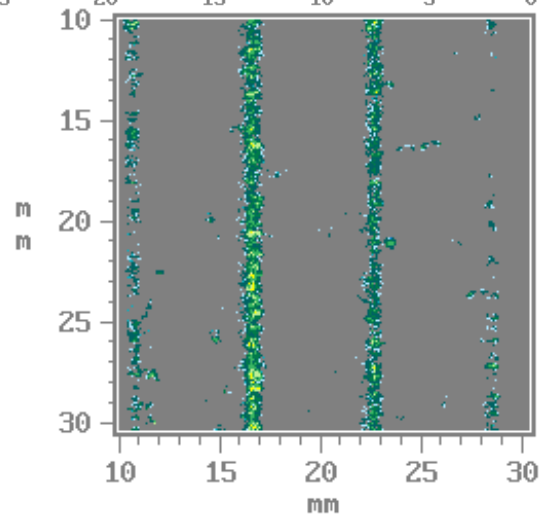
Akustische Bilder vom SAM (400 MHz, horizontale Bildkante 0,5 mm, $z = -20\mu\text{m}$)

Anlage 4: US-C-Bilder

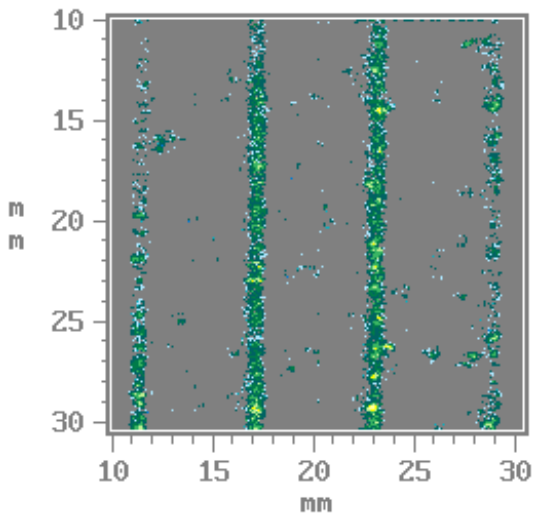
a) SSiC



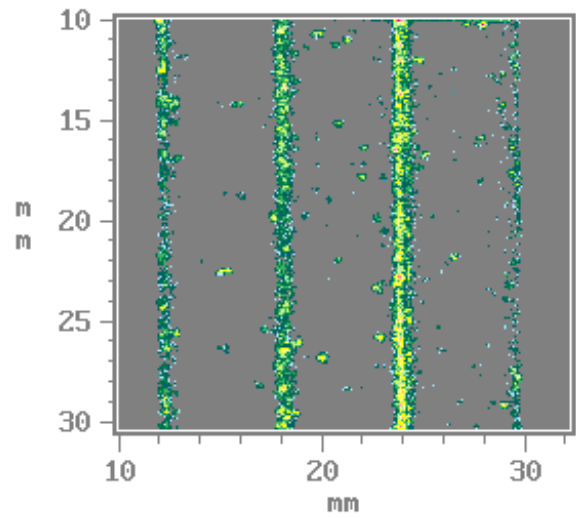
Schleifzustand SSiC 7 nach DIN EN 843, Proben 7...9



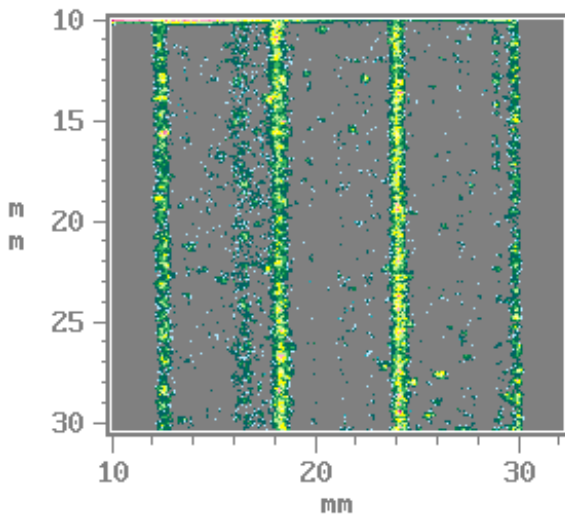
Schleifzustand SSiC 13, Proben 01...03



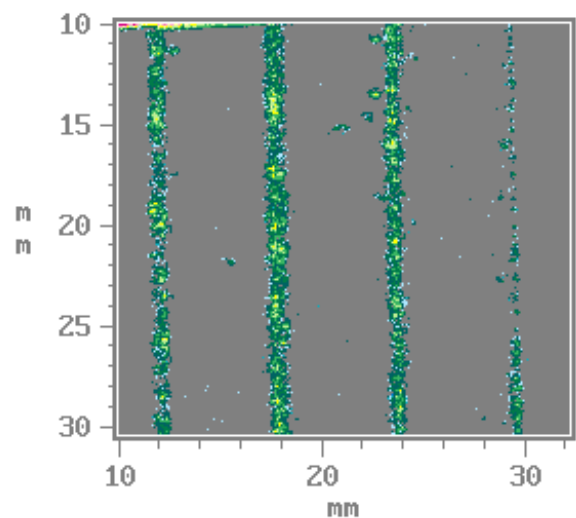
Schleifzustand SSiC 14, Proben 04...06



Schleifzustand SSiC 15, Proben 01...03

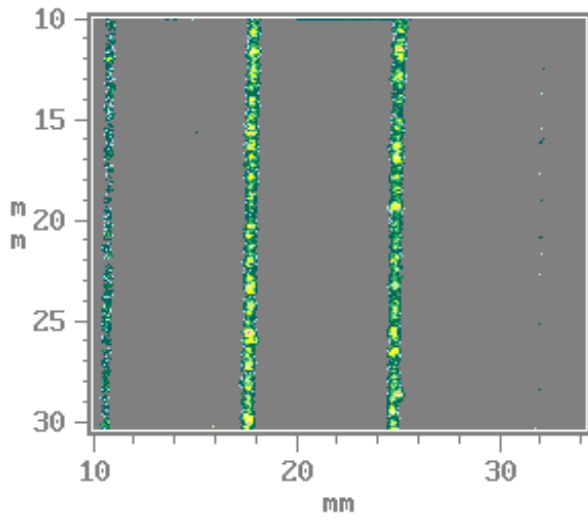
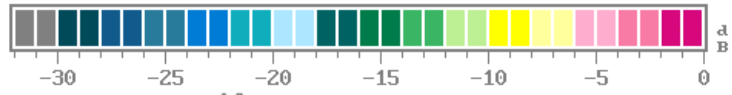


Schleifzustand SSiC 16, Proben 01...03

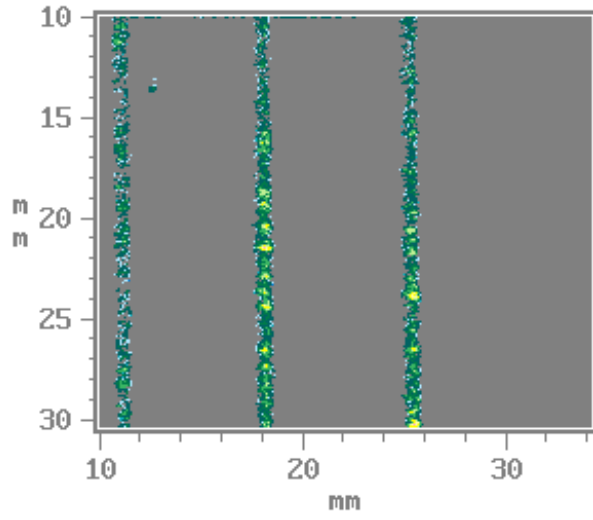


Schleifzustand SSiC 17, Proben 01...03

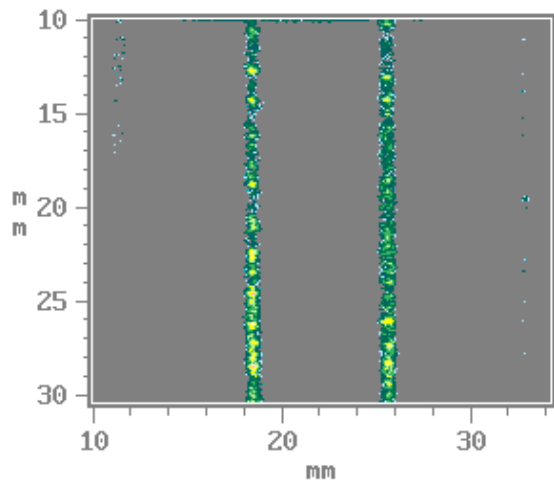
b) SiSiC



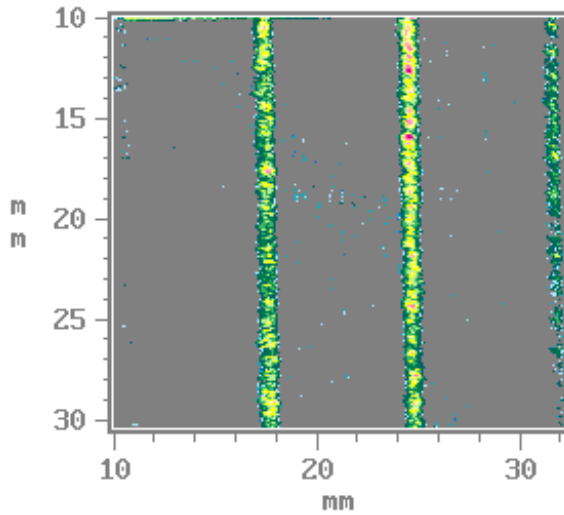
Schleifzustand SiSiC 9 nach DIN EN 843, Proben 01...03



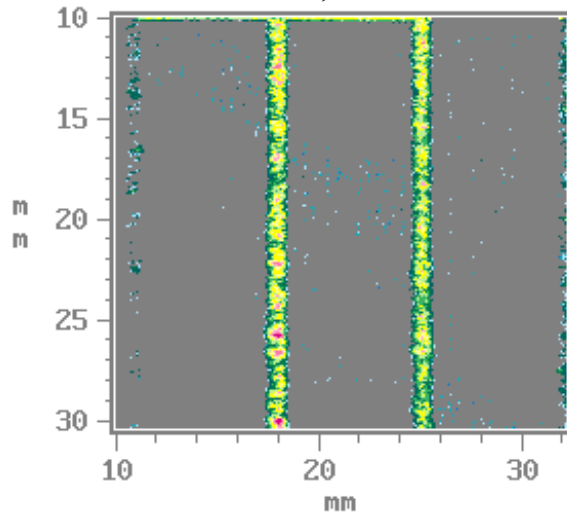
Schleifzustand SiSiC 13, Proben 01...03



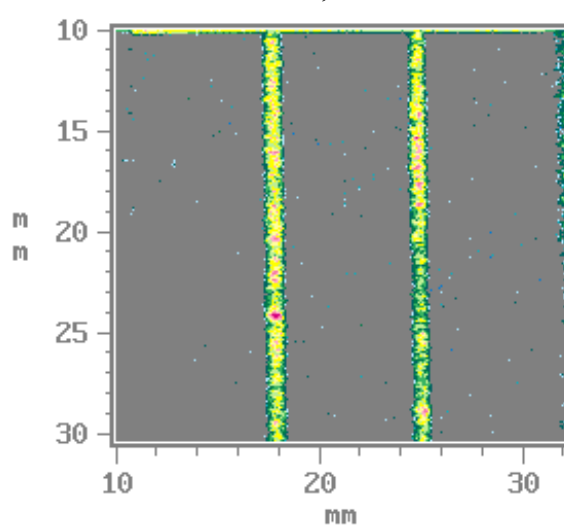
Schleifzustand SiSiC 14, Proben 04...06



Schleifzustand SiSiC 15, Proben 04...06

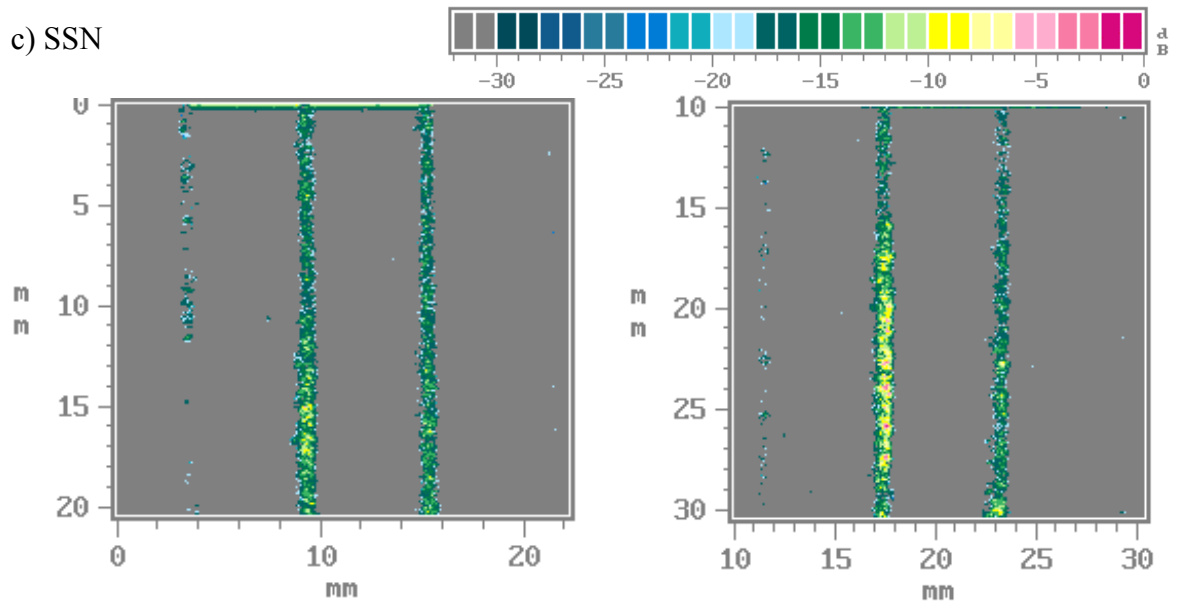


Schleifzustand SiSiC 16, Proben 04...06



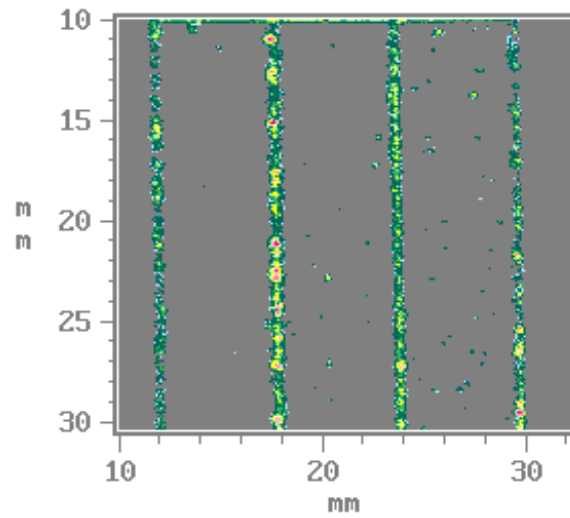
Schleifzustand SiSiC 17, Proben 01...03

c) SSN

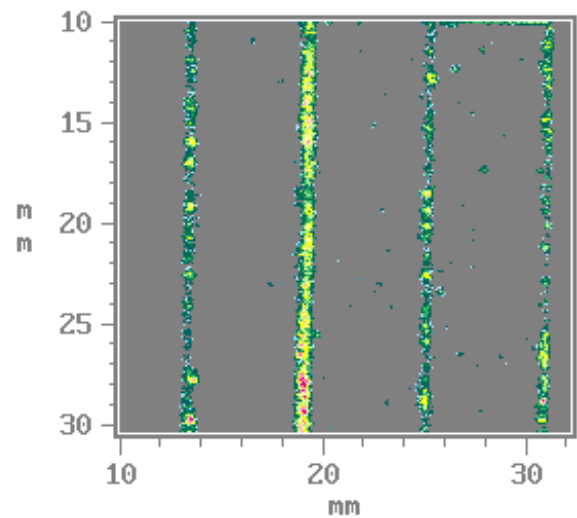


Schleifzust. SSN 8 nach DIN EN 843,
Proben 01...03

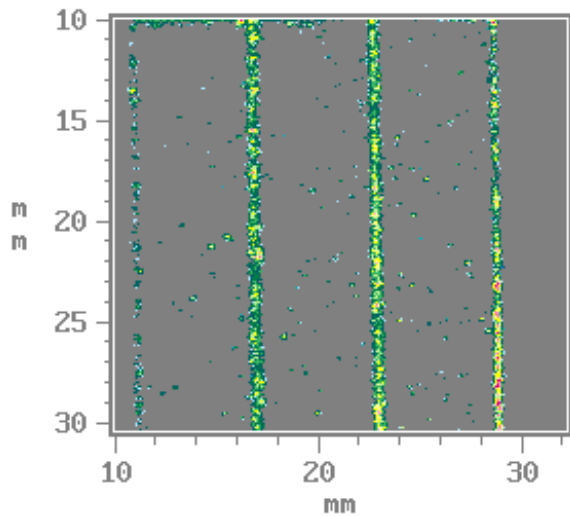
Schleifzustand SSN 13, Proben 01...03



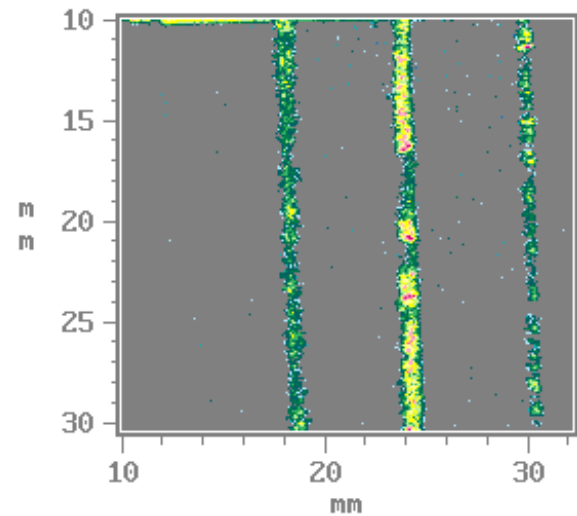
Schleifzustand SSN 14, Proben 01...03



Schleifzustand SSN 15, Proben 01...03

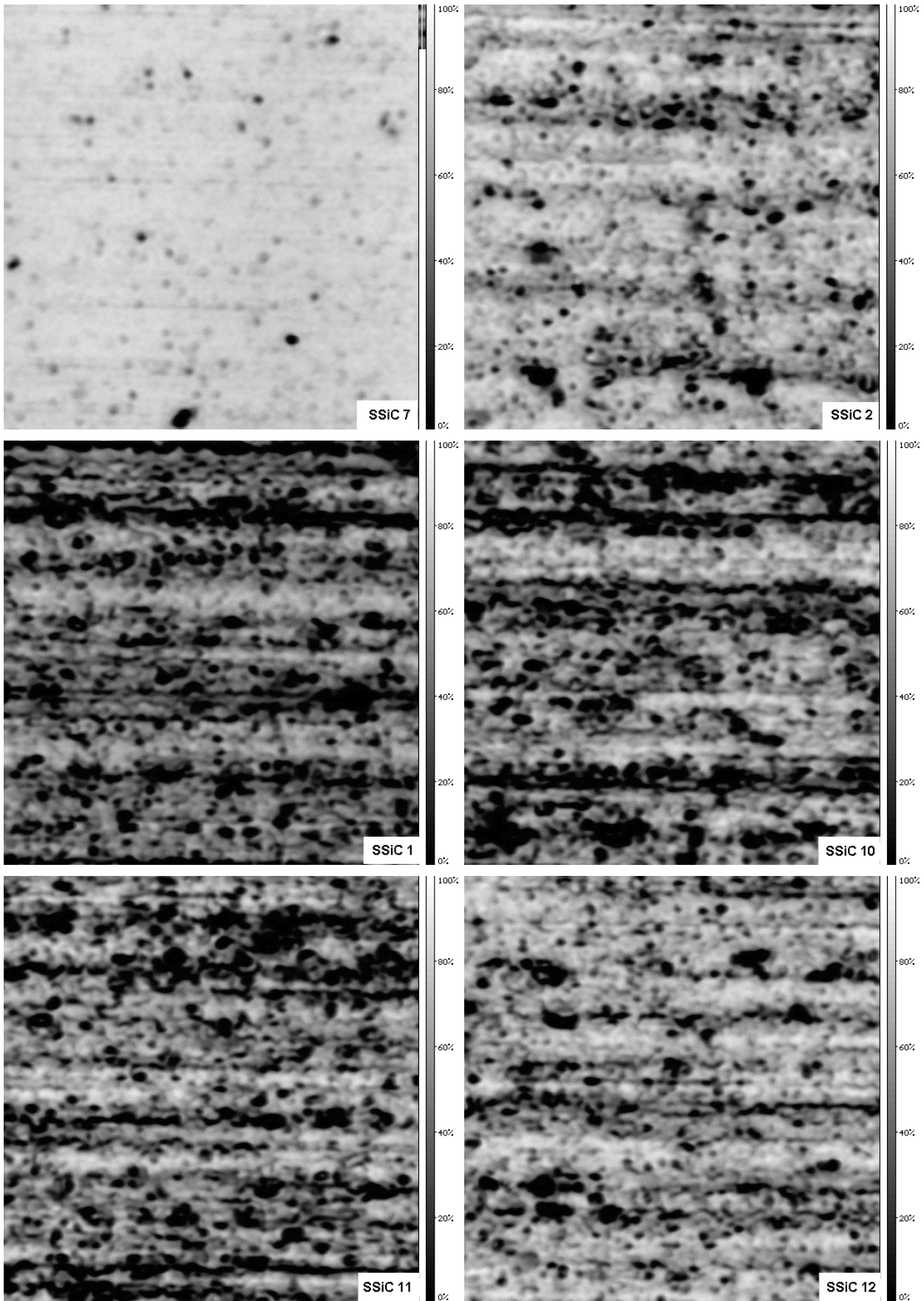


Schleifzustand SSN 16, Proben 01...03

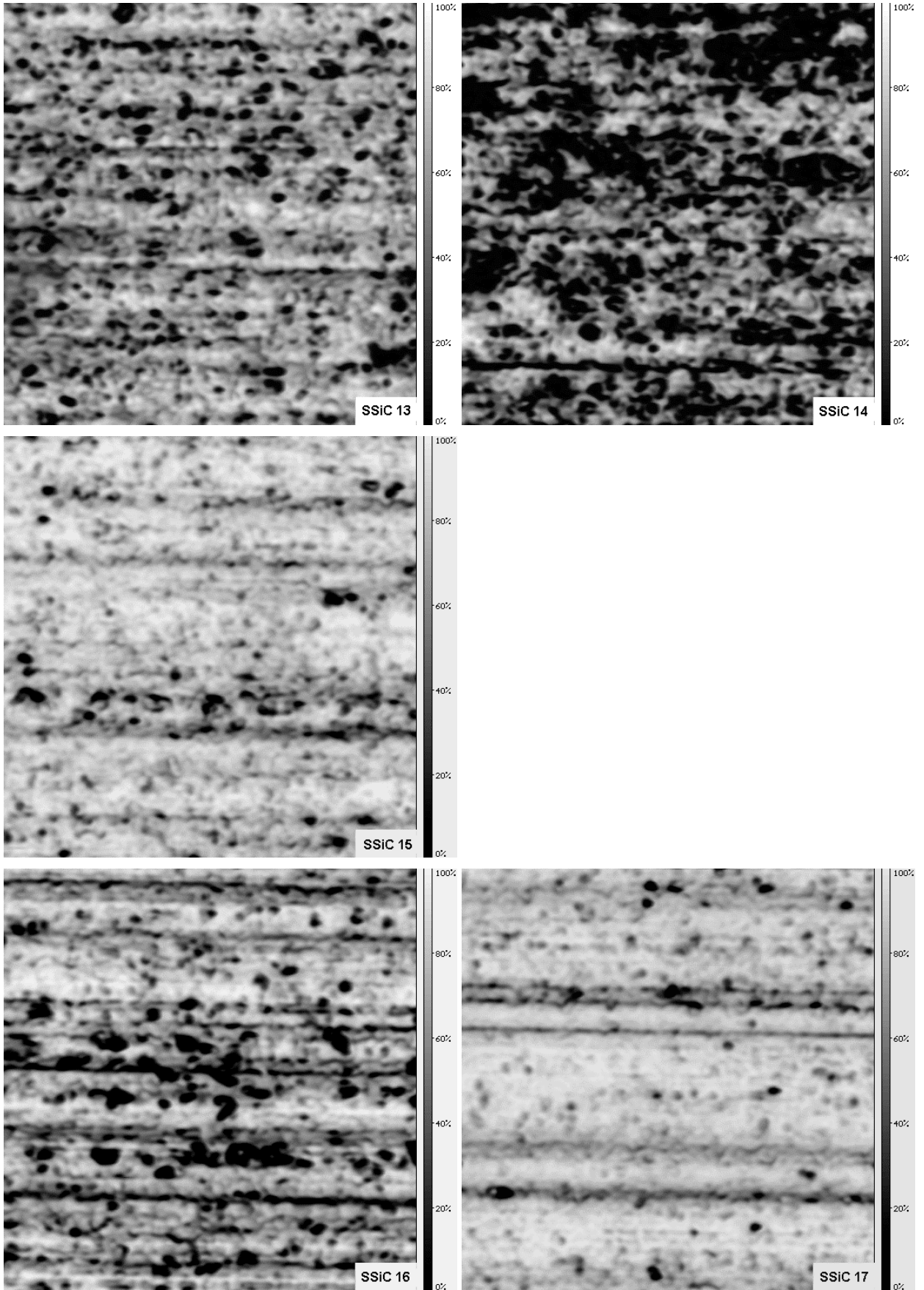


Schleifzustand SSN 17, Proben 04...06

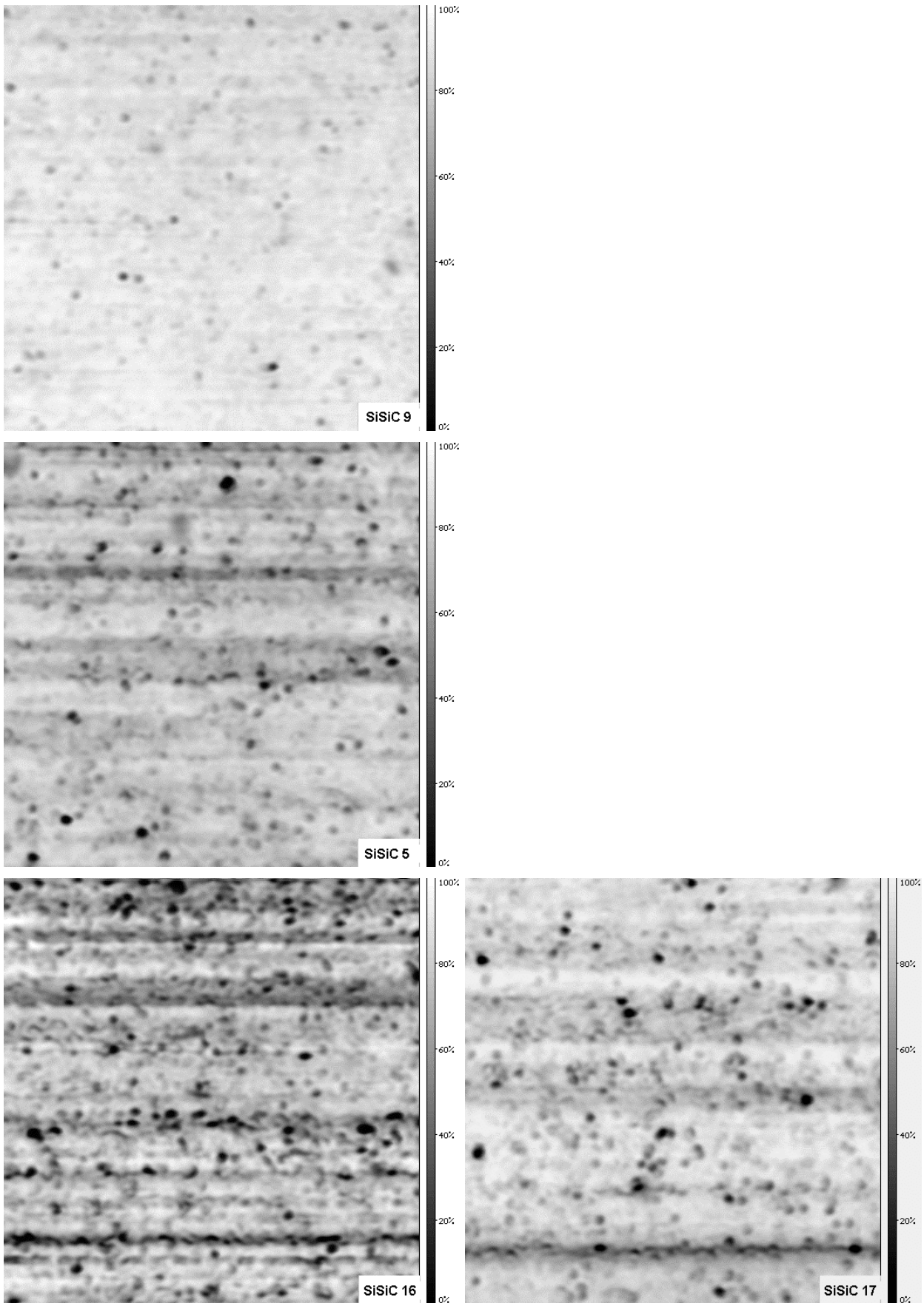
Anlage 5: SAM- und SEM- Bilder geschliffener Oberflächen



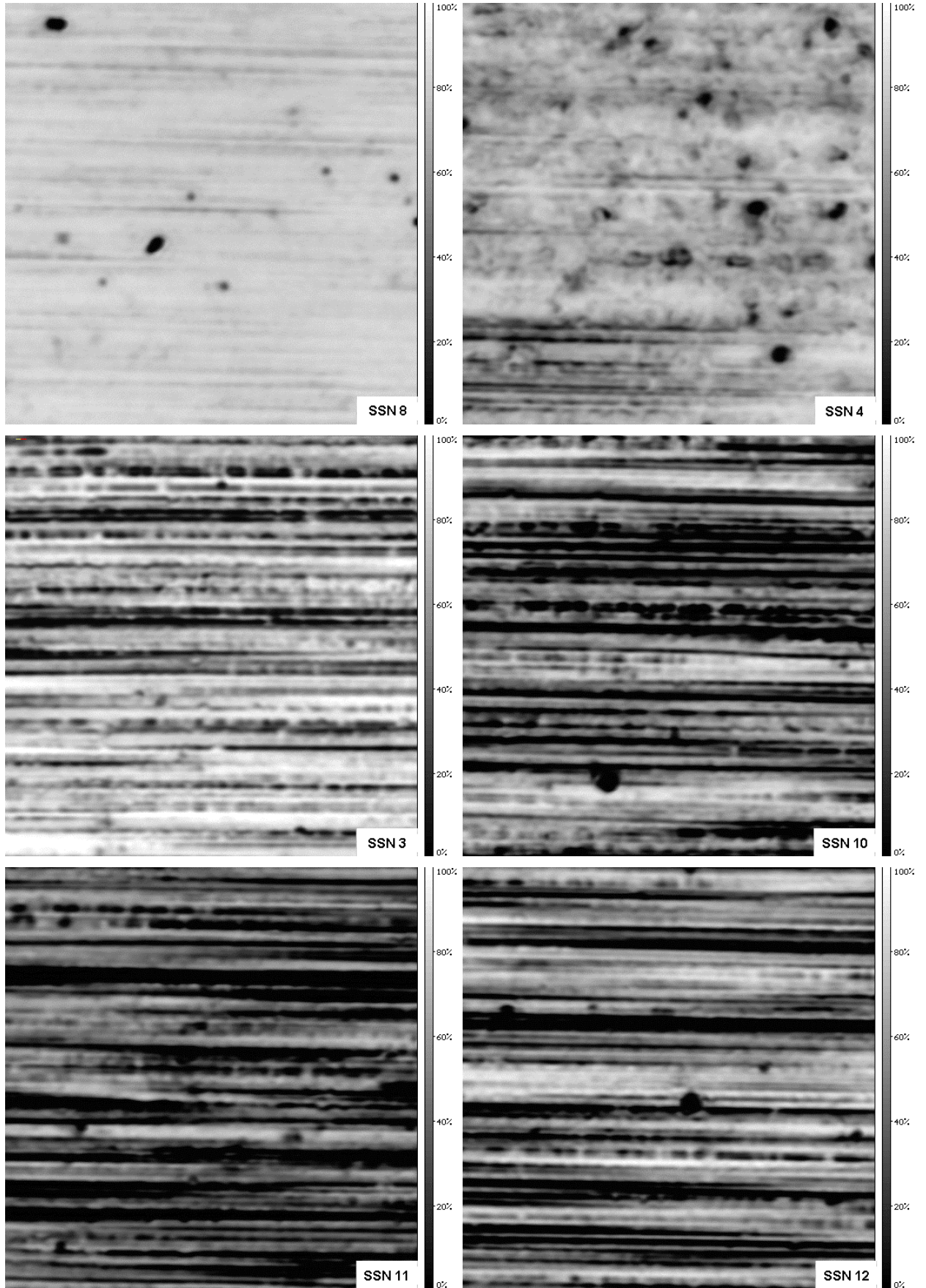
Anlage 5.1: Schleifzustände SSiC, SAM (200 MHz, Bildkante 0,5 mm, $z = 0\mu\text{m}$)



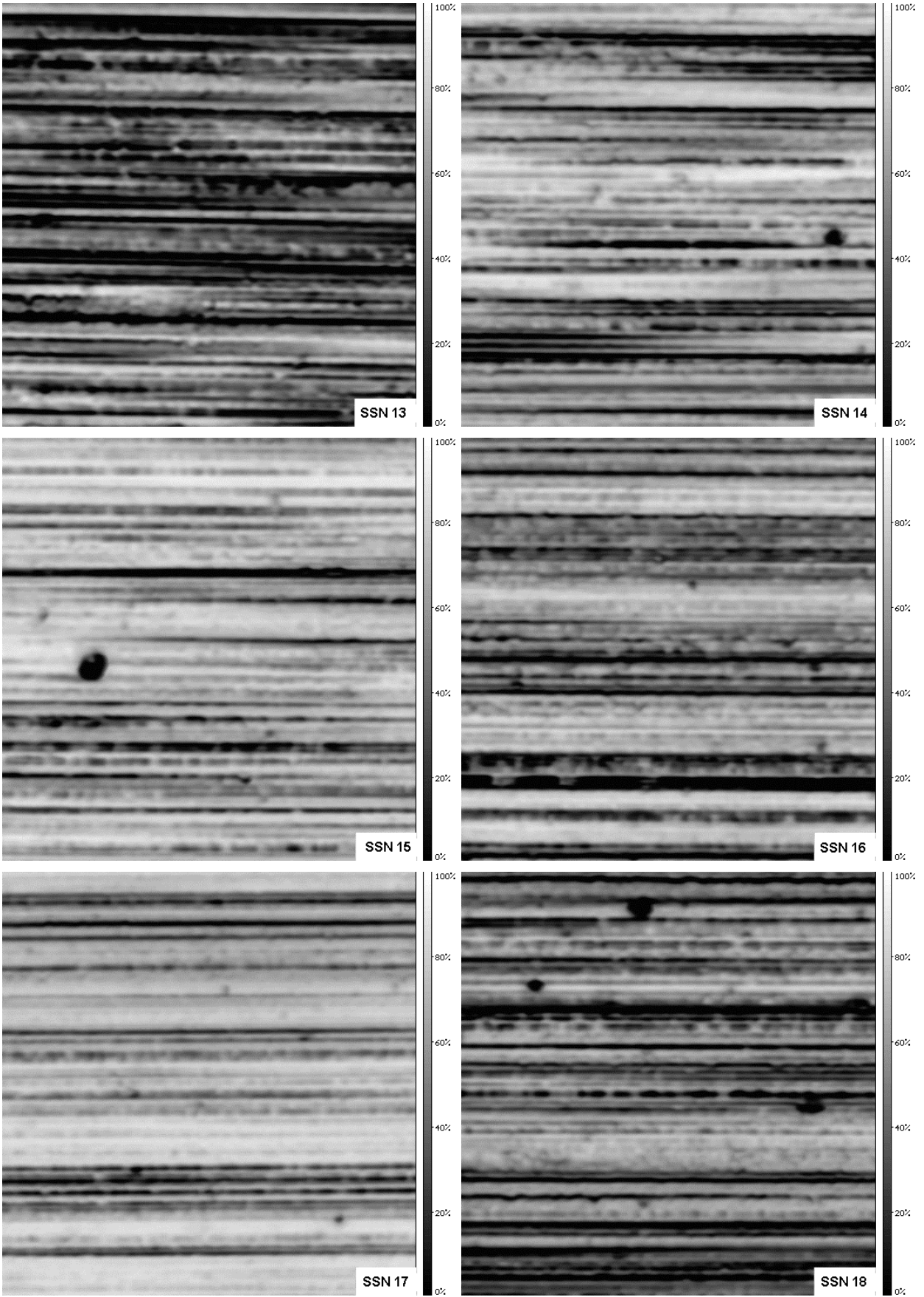
Anlage 5.1: Schleifzustände SSiC, SAM (200 MHz, Bildkante 0,5 mm, $z = 0\mu\text{m}$)



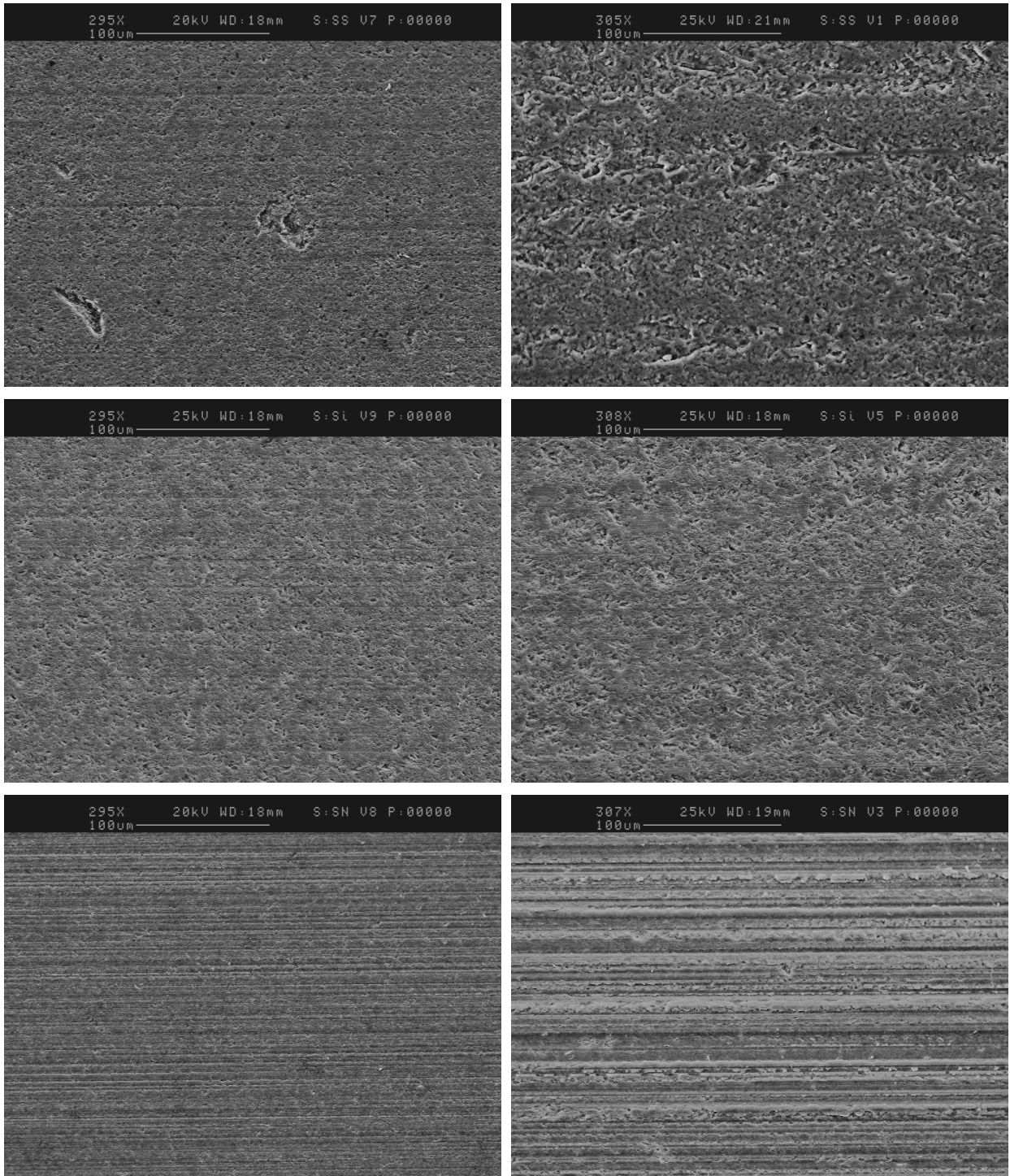
Anlage 5.2: Schleifzustände SiSiC, SAM (200 MHz, Bildkante 0,5 mm, $z = 0\mu\text{m}$)



Anlage 5.3: Schleifzustände SSN, SAM (200 MHz, Bildkante 0,5 mm, $z = 0\mu\text{m}$)



Anlage 5.3: Schleifzustände SSN, SAM (200 MHz, Bildkante 0,5 mm, $z = 0\mu\text{m}$)



Anlage 5.4: Schleifzustände, SEM, von oben nach unten: linke Spalte: SSiC 7, SiSiC 9, SSN 8; rechte Spalte: SSiC 1, SiSiC 5, SSN 2