

Forschungszentrum Karlsruhe

Technik und Umwelt

Wissenschaftliche Berichte

FZKA 6623

Untersuchung mechanischer Eigenschaften von
Schichtsystemen

Jürgen Molter

Institut für Materialforschung

Von der Fakultät für Maschinenbau der Universität Karlsruhe (TH)
genehmigte Dissertation

Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

2001

Untersuchung mechanischer Eigenschaften von Schichtsystemen

Zur Erlangung des akademischen Grades eines
Doktors der Ingenieurwissenschaften

von der Fakultät für Maschinenbau der
Universität Karlsruhe (TH)

genehmigte

Dissertation

von

Dipl.-Phys. Jürgen Molter

aus Schiffweiler im Saarland

Tag der mündlichen Prüfung:

04.05.2001

Hauptreferent:

Prof. Dr. rer. nat. D. Munz

Korreferent:

Prof. Dr. rer. nat. S. Schmauder

Kurzfassung

Untersuchung mechanischer Eigenschaften von Schichtsystemen

In diesem Bericht werden die mechanischen Eigenschaften von Schichtsystemen nach zwei Aspekten hin untersucht. Zunächst werden experimentelle und numerische Studien zur Bestimmung des Elastizitätsmoduls und der Härte dünner Schichten mit Hilfe der Mikroinddrucktechnik vorgestellt. Ziel ist dabei Charakterisierung des Substrateinflusses auf die abgeleiteten effektiven Eigenschaften des gesamten Schicht-Substratverbundes. Es wird anschließend eine neue Extrapolationsrelation vorgestellt, mit der sich die reinen Schichtparameter für Eindringtiefen gegen Null berechnen lassen.

Im zweiten Teil dieses Berichts wird eine neue Probe zur Charakterisierung der Bruchfestigkeit von Grenzflächen vorgestellt. Der experimentelle Teil und die Auswertprozedur in Verbindung mit der Methode der Finiten Elemente werden ausführlich beschrieben. Mit Hilfe eines substratseitig eingeschliffenen Stempels wird ein zirkularer Grenzflächenriss initiiert und optisch vermessen. Die Simulation des Experiments liefert die notwendigen Parameter zur Berechnung des komplexen Spannungsintensitätsfaktors (cSIF). Das Konzept der Spannungsintensitätsfaktoren zur Beschreibung von Interfacerrissen wird diskutiert und eine neue Skalierung einer weit verbreiteten charakteristischen Länge vorgeschlagen. Die Analyse liefert die Phasendiagramme der Spannungsintensitätsfaktoren, die eine Charakterisierung des Grenzflächenversagens ermöglichen. Die Ergebnisse von Untersuchungen an Metall-Epoxid-Proben lassen sich mit einem einfachen Versagenskriterium beschreiben.

Des Weiteren befasst sich diese Arbeit mit Metall-Zahnkeramik-Verbunden, wie sie in der Dentaltechnik Anwendung finden. Dazu wurde der Stempeltest modifiziert, um den Radius des Grenzflächenrisses mit Hilfe der Ultraschalltechnik bestimmen zu können. Die Durchführung und Zuverlässigkeit der Risslängenmessung wird beschrieben und mit den Ergebnissen einer optischen Methode verglichen. Der modifizierte Stempeltest, eine Kombination aus Probe und Ultraschall-Prüfkopf, wurde in ihren Abmessungen variiert, um einen größeren Mixed-Mode-Bereich abzudecken. Die Phasendiagramme der Metall-Zahnkeramik-Proben zeigen ein unsymmetrisches Bruchverhalten bezüglich des positiven und negativen K_2 -Bereichs, das nicht durch ein einfaches Versagenskriterium erfasst werden kann.

Abstract

Determination of Mechanical Properties of Layered Materials

This report deals with the mechanical properties of layered materials from two different points of view. At first experimental and numerical studies of the evaluation of the elastic modulus and hardness by micro indentation technique are presented. The aim is to characterize the influence of the substrate on the derived effective materials parameters of the layer and the substrate. A new relation is proposed to extrapolate the pure elastic modulus and hardness of the layer to indentation depth zero.

This report also presents a new fracture test specimen to characterize the fracture of the interface toughness between dissimilar materials. The experimental part and evaluation procedure are combined with a finite element analysis and described in detail. A circular interface crack is initiated by a substrate-sided dragged-in punch. The simulation of the experiment using the finite element method yields the parameters to calculate the complex stress intensity factor (cSIF). The concept of the stress intensity factors of interface cracks is discussed and a scaling modification of a widely used characteristic length is proposed. The analysis yields a cSIF-phase-diagram as a tool to characterize the failure of the adhesion. The failure of the interface of metal-epoxy compounds can be described by a simple fracture criterion.

Furthermore this study deals with porcelain fused metal (PFM) normally used in dentistry. The punch test was modified to determine the radius of the interface crack by ultrasonic technique. The principle of the experiment is described and its reliability is proven by optical measurements. The modified punch test, which is a combination of the sample and an ultrasonic probe, was varied in dimension to expand the mixed-mode domain. The phase-diagram of the porcelain fused metal shows an unsymmetrical failure behaviour regarding the positive and negative K_2 -domain and can not be described by a simple criterion.

Inhaltsverzeichnis

NOTATION	IV
1 EINLEITUNG.....	1
2 BESTIMMUNG DER MECHANISCHEN EIGENSCHAFTEN DÜNNER SCHICHTEN MIT DEM EINDRUCKVERSUCH	3
2.1 Die Methode nach Oliver und Pharr	3
2.2 FE-Modell.....	10
2.3 Vorgehensweise und Auswerteprozedur	12
2.4 Parameterstudie zum Eindruckversuch	14
2.4.1 Ergebnisse der Parameterstudie.....	16
2.4.1.1 Einfluss der Materialparameter auf die simulierten Last-Eindruckkurven.....	16
2.4.1.2 E-Modul als Funktion der relativen Eindringtiefe	19
2.4.1.3 Effektive Härte als Funktion der relativen Eindringtiefe	24
2.4.2 Auswahl der Extrapolationsformeln	25
2.4.2.1 Ein neuer Vorschlag zur Parameter-Extrapolation.....	27
2.4.2.2 Extrapolationen nach Gleichung (2.17) im Vergleich mit bekannten Lösungen	28
2.4.2.3 Bewertung der Extrapolationen	29
2.5 Experimentelles zum Eindruckversuch.....	33
2.5.1 Die Mikroeindruckanlage <i>UMIS-2000</i>	33
2.5.2 Die PVD-Proben.....	35
2.5.3 Experimentelle Last-Eindruckkurven und eine Fehlerabschätzung der abgeleiteten Größen	36
2.5.4 Extrapolation der experimentellen Daten	40

3	GRENZFLÄCHENVERSAGEN OPTISCH TRANSPARENTER SCHICHTEN ...	43
3.1	Motivation und Stand der Literatur	43
3.2	Zur Theorie der komplexen Spannungsintensitätsfaktoren.....	44
3.3	Experimente an Metall-Epoxid-Verbunden.....	48
3.3.1	Experimenteller Aufbau des Stempeltests mit optischer Risslängenmessung	48
3.3.2	Material und Probenpräparation	50
3.3.3	Typische Messkurven	50
3.4	Analyse mit der Methode der Finiten Elemente	55
3.4.1	Das Finite Elemente Modell	55
3.4.2	Die Auswerteprozedur	59
3.4.3	Grenzwertbetrachtung der numerisch bestimmten K -Faktoren	61
3.5	Resultate der numerischen Verarbeitung experimenteller Daten	64
3.5.1	Der Rissöffnungsparameter δ_{MM}	64
3.5.2	K_1 - K_2 -Phasendiagramme	67
3.5.3	Analytisch bestimmte Spannungsverläufe im Vergleich mit den FE-Simulationen	74
3.5.4	Die Energiefreisetzungsrates G	78
3.5.5	Variation des Winkels $\Psi(a)$ im Stempeltest.....	83
4	VERSAGEN OPTISCH NICHTTRANSPARENTER METALL-DENTALKERAMIK-VERBUNDE	85
4.1	Untersuchte Materialien und Problemstellung.....	85
4.2	Theoretische Grundlagen der Ultraschall-Messmethode	86
4.2.1	Grundlagen der Schallerzeugung und Risslängenmessung mit zirkularen PZT- Schallwandlern	87
4.3	Experimente an Metall-Dentalkeramiken-Verbunden	94
4.3.1	Dentalkeramiken und Probenherstellung.....	94
4.3.2	Experimenteller Aufbau mit modifizierter Stempeltestprobe und Ultraschall- Prüfgerät	97
4.3.2.1	Zuverlässigkeit der Schallmessung.....	100
4.3.3	Experimente an Titan-Dentalkeramiken.....	102

4.3.3.1	Bruchverhalten der Metall-Dentalkeramiken	103
4.3.3.2	Kraft-Risslängenkurven.....	105
4.4	Numerische Ergebnisse zu den Versuchen an Metall-Dentalkeramiken	110
4.4.1	Erweiterungen der FE-Analyse.....	111
4.4.2	Die kritische Rissöffnung δ_{MM}^c	112
4.4.3	Phasendiagramme und Grenzflächenenergien der Titan-Dentalkeramiken	116
4.4.3.1	Titan-Opaque	116
4.4.3.2	Titan-T4	118
5	ZUSAMMENFASSUNG	121
	ANHANG ZU KAPITEL 2	125
	Last-Eindruckkurven für elastisch, ideal-plastisches Material	125
	Ergänzungen zu Kapitel 2.4.1.3.....	127
	Ergänzungen zu Kapitel 2.5.4.....	128
	Probe N83H	128
	Probe N83S.....	130
	Probe VA814NO	131
	Probe VA820	132
	Probe VA929C	133
	ANHANG ZU KAPITEL 3	134
	Erläuterungen zu den Gleichungen (3.4) bis (3.6)	134
	Herleitung der Gleichung (3.9).....	135
	MATERIALPARAMETER UND TECHNISCHE DATEN	137
	LITERATURVERZEICHNIS	139

Notation

Lateinische Buchstaben

A	Kontaktfläche
a	im Kontext zum Eindruckversuch: Radius der projizierten Kontaktfläche im Kontext zum Grenzflächenversagen: Risslänge
A_{eff}	effektive Schallwandlerfläche
A	von der Kontur des J -Integrals eingeschlossene Fläche
A^+, A^-	Pfadstücke parallel zu einer Grenzfläche
A_0, A_1, A_2	Parameter der Funktion $\bar{\sigma}(a/t)$
B_1, B_2	Parameter der Funktion $\bar{\sigma}(a/t)$
B	Anpassungsparameter zur Beschreibung der Entlastungskurve
C, C_+, C_-	Teilstücke einer geschlossenen Kontur
c	Schallgeschwindigkeit
c_i ($i = 1..5$)	Anpassungsparameter zur Beschreibung von Kraft-Risslängenkurven
d	Zahl der Freiheitsgrade einer Fitprozedur
E	Elastizitätsmodul (E-Modul)
E'_{Fit}	angepasster reduzierter E-Modul
E'_{FE}	zur FE-Simulation vorgegebener reduzierter E-Modul
$E'_{f,s}$	reduzierter E-Modul (Schicht, Substrat)
E_{eff}^*, E_*	effektiver reduzierter E-Modul
F^c	kritische Stempellast
$F(h_c)$	Spitzenkorrekturfunktion
G, G^c	Energiefreisetzungsrates
G_1^c, G_2^c	Komponenten der Energiefreisetzungsrates
g_{FE}^c	numerisch bestimmter Wert zur Abschätzung der Nahfeldlösung von G
H	Härte
H_{eff}	effektive Härte
H_f	Härte einer Schicht
H_s	Härte eines Substrats
h	Eindrucktiefe
h_c	Kontakttiefe
h_f	verbleibende Eindrucktiefe
h_{max}	maximale Eindrucktiefe

I, I_0	Intensität des Schallsignals, Intensität zu Versuchsbeginn (Referenzwert)
J	J -Integral
\tilde{K}	komplexer Spannungsintensitätsfaktor
K_1, K_2	Real- und Imaginärteil des komplexen Spannungsintensitätsfaktors
K_1^c, K_2^c	kritische K -Faktoren für reine Mode-1- bzw. Mode-2-Beanspruchung
K_I, K_{II}	Spannungsintensitätsfaktoren (homogene Materialien)
k	Wellenzahl
k_1^{FE}, k_2^{FE}	numerisch bestimmte Werte zur Abschätzung der Nahfeldlösung von \tilde{K}
l	charakteristische Skalierungslänge
m	Exponent zur empirischen Anpassung der Entlastungskurve
\tilde{m}	Normale einer vollständig geschlossenen Kontur
n	Anzahl der Messpunkte, die mit ϕ angepasst werden
\tilde{n}	Normalenvektor einer einfachen Kontur des J -Integrals
P	Eindruckkraft
P_{\max}	maximale Eindruckkraft
p	Wechseldruck
p', p_0	Schalldruck, Nullpunktwert oder Druckamplitude
p_i	allgemeiner Parameter einer Anpassungsfunktion
Q	Abkürzung für Argument trigonometrischer Funktionen einer Drehmatrix
\tilde{q}	Vektor zur Angabe der Grenzflächenorientierung
R	Radialkomponente (Zylinderkoordinaten)
r	Abstand von der Rissspitze
r_i, r_a	Innen-, Außenradius
r_{Prozedur}	zur Auswertung optimierter Abstand hinter der Rissspitze
S	Entlastungssteifigkeit (Eindruckversuch) ebenso: Strahleroberfläche (Ultraschallmesstechnik)
T_{\max}	maximale Brenntemperatur
T_{vorheiz}	Trocknungstemperatur
t	Schichtdicke
t_i	Zugspannungsanteile entlang der Rissflanken
u_i	Rissuferverschiebungen
V	deformiertes Gesamtvolumen beim Mikroeindruck
V_f	deformiertes Volumen der Schicht
V_s	deformiertes Volumen des Substrats
\tilde{v}	Vektor in Ausbreitungsrichtung eines Risses
v	Schallschnelle
v', v_0	Teilchengeschwindigkeit, Ruhewert
W	Verzerrungsenergiedichte

WAK	Wärmeausdehnungskoeffizient
w_{ji}	Wichtungsfaktor einer Anpassungsfunktion
x_i	Variable einer Anpassungsfunktion
x, y	allgemeine kartesische Koordinaten, ebenso: allgemeine Funktionsvariablen
x_1, x_2	Koordinaten an der Spitze eines Grenzflächenrisses
y_{ji}	Variable für anzupassende Daten
z	Zylinderkoordinate
z_{\max}	Nahfeldgrenze

Griechische Buchstaben

$\alpha, \alpha_1, \alpha_2$	Parameter zur Anpassung der Härte von Schicht und Substrat
β	Korrekturfaktor für den Äquivalenzwinkel ϑ
γ_1, γ_2	Anpassungsparameter
$\delta_i (i = 1, 2)$	Rissöffnungen
δ_{ij}	Kroneckersymbol
$\delta_{MM}^c, \bar{\delta}_{MM}^c$	kritischer Rissöffnungsparameter, Mittelwert
ε	Dehnung
ε_{pl}	plastische Dehnung
ε	Parameter der elastischen Fehlanpassung
$\bar{\varepsilon}$	Konstante zur Berücksichtigung der Prüfkörpergeometrie
Φ	Gewichtsfunktion zur Extrapolation von Schicht- und Substratparametern
ϕ	Fehlerquadratsumme
Γ	Kontur des J -Integrals
η	Verfestigungsparameter
μ	Reibungskoeffizient
$\mu_i (i = 1, 2)$	Schubmoduln (von Schicht und Substrat)
ν	Poissonzahl (Querkontraktionszahl)
$\kappa_i (i = 1, 2)$	Abkürzungen zur Berechnung von ε
$\Omega_i (i = 1..3)$	Abkürzungen bei Berechnung äquivalenter Versagenskennlinien
ω	Kreisfrequenz
Θ	Winkel zwischen Ortsvektor und x_1 -Achse
ϑ	Äquivalenzwinkel (halber Öffnungswinkel eines konischen Prüfkörpers)
ϑ_{eff}	Äquivalenzwinkel nach Korrektur mit β

ρ	Wechseldichte
ρ', ρ_0	Massendichte, Ruhewert
σ_{ij}	Komponenten des Spannungstensors
σ_Y	Fließspannung
$\bar{\sigma}(a/t)$	Anpassungsfunktion zur Erfassung der Standardabweichung
ζ_1, ζ_2	Fitkonstanten zur Anpassung des Phasenwinkels als Funktion der Risslänge
ξ	Kehrwert der relativen Eindringtiefe
τ	Zeit

1 Einleitung

Schichtsysteme finden sich in vielen Gegenständen des alltäglichen Lebens, von einfachen beschichteten Werkzeugen angefangen bis hin zu Computerchips aus dem Sektor der Mikroelektronik. Schichten dienen häufig dem Schutz der darunter liegenden Materialien gegen mechanische Beanspruchung oder Korrosion, sie können aber auch rein optische Zwecke erfüllen. Bei elektronischen Bauteilen handelt es sich meist um Mehrschichtsysteme, in denen die unterschiedlichsten Materialien aufeinander treffen, beispielsweise Metalle, Legierungen, Kunststoffe oder Keramiken. Es wurden bereits die verschiedensten Verfahren entwickelt, mit denen es heutzutage möglich ist, Beschichtungen mit einer Dicke von wenigen Nanometern herzustellen.

Während des Gebrauchs eines Schicht-Substratsystems führen neben Korrosionsschädigung oftmals innere Spannungen, bedingt durch thermische und elastische Fehlanpassung, zum Versagen. Hierin liegt die Notwendigkeit der Kenntnis der spezifischen Materialparameter und der Hafteigenschaften begründet.

Es ist bekannt, dass Materialeigenschaften, wie sie sich in makroskopischen Prüfverfahren (z.B. Zugversuchen) ermitteln lassen, in mikroskopischen Längenskalen nicht zwangsläufig gelten, wofür in der Regel die Mikrostruktur eines Werkstoffs ausschlaggebend ist. Die fortschreitende Entwicklung in der Dünnschichttechnologie erfordert deshalb die Verbesserung bereits bekannter und die Entwicklung neuer Prüfverfahren zur Materialcharakterisierung. Eine weit verbreitete Methode, die sich aus dem klassischen Härtetest ableitet, ist die Mikroeindrucktechnik, mit der es mittlerweile möglich ist, das Last-Eindringverhalten eines Werkstoffs im Bereich weniger Nanometer zu untersuchen. Anhand theoretischer Überlegungen lassen sich daraus neben der Härte auch der Elastizitätsmodul (E-Modul) eines Materials in sehr guter Näherung ableiten ([1], [2], [3]). Ein prinzipielles Problem bei der Anwendung solcher Verfahren ist die Tatsache, dass Schicht- und Substrat-eigenschaften in Abhängigkeit von der Eindringtiefe unterschiedlich stark in die Auswertung einfließen. Aus der Literatur sind mehrere Extrapolationsformeln bekannt, mit denen sich die Härte und der E-Modul der Schicht aus den effektiven Eigenschaften des Verbundes berechnen lassen. Diese Beziehungen sind jedoch oft nicht ausreichend zuverlässig oder nur materialspezifisch anwendbar ([4], [5]).

Das erste Ziel dieser Arbeit, die Aufstellung einer Beziehung zur verbesserten Extrapolation der Materialparameter von Schicht und Substrat, wird im zweiten Kapitel verfolgt. Dies geschieht im Rahmen einer Parameterstudie mit der Methode der Finiten Elemente (FEM), in der sowohl die Steifigkeitsverhältnisse von Schicht und Substrat als auch die duktilen Eigenschaften variiert werden.

Zur direkten Anwendung der aus FE-Simulationen gewonnenen Erkenntnisse dienen Experimente an Hartstoffschichten, bestehend aus Titanitrid und Titan-Aluminiumnitrid (TiN , $\text{Ti}_{0,5}\text{Al}_{0,5}\text{N}$) auf Stahl und Hartmetall. Anhand der Versuchsergebnisse sollen auch Aussagen zu den Schwachstellen des Messprinzips sowie dem Versagensverhalten der Schichten erfolgen.

Je nach Anwendungsgebiet eines Schicht-Substrat-Verbundes sind vor allem die Hafteigenschaften von Interesse. In der Literatur werden fast vierhundert verschiedene Testmethoden erwähnt [6], die individuell auf die Ermittlung bestimmter Materialeigenschaften abzielen und häufig nur qualitative Aussagen zulassen. Eine bereits bekannte und häufig auftretende Eigenschaft von Schichtsystemen ist die starke Abhängigkeit der Grenzflächenhaftung vom Verhältnis der Normal- zur Schubbeanspruchung. Aus diesem Grunde ist die Entwicklung eines Prüfverfahrens, mit dem es möglich ist, diese belastungsabhängigen Eigenschaften zu bestimmen, von großem Interesse. Gerade zur Untersuchung des Grenzflächenversagens unter variierender Belastung bietet sich eine bruchmechanische Analyse an.

Im dritten Kapitel wird zunächst der Formalismus der komplexen Spannungsintensitätsfaktoren erläutert. Dieser eignet sich zur Beschreibung der von Williams [7] vorausgesagten oszillierenden Spannungen nahe der Spitze eines Grenzflächenrisses, die sich ursprünglich aus Überlegungen zu geophysikalischen Problemstellungen ergaben.

Anschließend wird die Weiterentwicklung eines bekannten bruchmechanischen Verfahrens vorgestellt und an Metallsubstraten mit einer optisch transparenten Epoxidschicht erprobt. Die während des Versuchs initiierte Rissausbreitung soll mit einem Videosystem aufgezeichnet werden.

Es folgt die Beschreibung einer Auswerteprozedur, mit deren Hilfe es möglich ist, die experimentellen Daten numerisch zu verarbeiten, um im Anschluss daran bruchmechanische Kenngrößen berechnen zu können. Die Numerik übernimmt hierbei das kommerzielle Finite Elemente Programm ABAQUS (Version 5.8-8). Anhand der bruchmechanischen Parameter soll ein Versagenskriterium abgeleitet werden.

Das vierte Kapitel befasst sich mit dem Problem, dass viele in der Anwendung vorkommende Werkstoffe kaum oder gar nicht optisch transparent sind und deren Grenzflächenversagen optisch nicht verfolgbar ist. Als Beispiele von Schicht-Substrat-Verbunden dienen Metall-Dentalkeramiken, wie sie in der Dentaltechnik Verwendung finden. Das an die Probengeometrie angepasste Herstellungsverfahren wird detailliert beschrieben. Die anschließende Bestimmung der Grenzflächenfestigkeit der Metall-Dentalkeramik-Verbunde dürfte besonders bei Anwendern im zahnmedizinischen Bereich auf gesteigertes Interesse stoßen.

Zur Charakterisierung der Rissausbreitung in der Grenzfläche wird ein akustisches Verfahren eingeführt. Mittels theoretischer Überlegungen zur Schallausbreitung ist es möglich, die Rissausbreitung nach dem Sender-Empfängerprinzip in Echtzeit zu bestimmen. Die mit der bereits erwähnten Auswerteprozedur erhaltenen kritischen Spannungsintensitätsfaktoren sollen wiederum Aufschluss über das belastungsabhängige Versagensverhalten der Metall-Dentalkeramiken geben.

2 Bestimmung mechanischer Eigenschaften dünner Schichten mit dem Eindruckversuch

In den letzten Jahren wurde eine Reihe von Methoden zur Bestimmung mechanischer Eigenschaften aus den experimentellen Daten des Eindruckversuchs entwickelt ([1], [2], [3], [8]). Die Methodik der ersten drei Arbeiten bezieht sich vornehmlich auf Bulkmaterialien. Hier soll nun auf die Frage eingegangen werden, wie sich in einem Schichtsystem der Substrateinfluss bei der E-Modul- und Härtebestimmung durch den Eindruckversuch charakterisieren lässt. Diese Problematik ist von weit reichender Bedeutung für die industrielle Anwendung. So werden beispielsweise in der Halbleiterherstellung weiche Filme auf harten Substraten, vornehmlich auf Siliziumwafern, aufgebracht. Zur experimentellen Untersuchung von Schichtsystemen und der Modellierung des Substrateinflusses auf die Härtemessung sind noch die Arbeiten von Korsunsky et al. [9] und Tuck et al. [10] zu nennen. In vorliegender Arbeit dienen eingehende Finite-Elemente-Simulationen dazu, eine Extrapolationsformel aufzustellen, um die Bestimmung von Elastizitätsmodul und Härte dünner Schichten weiterhin zu verbessern. Mit Hilfe von Experimenten an Dünnschichten, durchgeführt an der Mikroeindruckanlage UMIS-2000 (Ultra Micro Indentation System), lässt sich die Anwendbarkeit von bekannten Extrapolationsformeln und die eines neu vorgestellten Ansatzes untersuchen. Zur Charakterisierung von Schicht-Substrat-Systemen ist ein geometrisch selbstähnlicher Berkovichdiamant als Prüfkörper trotz seiner Spitze gegenüber einem Kugeleindruckkörper zu favorisieren, denn sphärische Prüfkörper würden das Problem aufgrund der Nichtlinearität des Kontaktradius zusätzlich um einen weiteren Parameter erweitern.

Neben der Bestimmung der Härte und des E-Moduls von Schichtsystemen sind häufig auch Materialparameter von Interesse, die einen Einfluss auf die Last-Eindringkurven haben können. Dies sind unter anderem die Hafteigenschaften sowie die Mikrostruktur von Dünnschichten oder bruchmechanische Aspekte, die jedoch hier nicht zur Diskussion stehen. Die implementierte Auswertesoftware des UMIS-Gerätes und auch die Analyse der FE-Rechnungen basiert auf der Methode von Oliver und Pharr [3], die im Folgenden kurz beschrieben wird.

2.1 Die Methode nach Oliver und Pharr

Die nach Oliver und Pharr benannte Methode [3] ist ein Verfahren, das die Anwendung des Eindruckversuchs zur Bestimmung von Materialparametern beschreibt. Bei dem ursprünglich zur Härtemessung angewandten Versuch wird ein harter Eindringkörper, in der Regel aus Diamant bestehend, in das zu untersuchende Material, senkrecht zu dessen Oberfläche, gedrückt. Die Reaktionskraft als Funktion der Eindringtiefe, in diesem Zusammenhang als Last-Eindringkurve bezeichnet, lässt Rückschlüsse auf die Härte und den E-Modul zu, wenn die so genannte projizierte Kontaktfläche bekannt ist. Damit ist die Fläche gemeint, die durch

den äußersten Rand des erzeugten Eindrucks begrenzt und parallel zur Probenoberfläche ausgerichtet ist. Frühere Anwendungen des Eindruckversuchs erforderten stets die optische Vermessung des verbleibenden Eindrucks, um die projizierte Kontaktfläche im Anschluss an das Experiment zu ermitteln. Bei Anwendung des Verfahrens von Oliver und Pharr ist dies nicht mehr erforderlich, da sich die genannte Größe in recht guter Näherung aus der Last-Eindruckkurve ermitteln lässt. Die Auswertung vereinfacht sich somit erheblich, insbesondere bei Eindrucktiefen im Nanometerbereich. Die häufig verwandte Oliver-Pharr-Methode ist eine Erweiterung der Arbeiten von Loubet et al. [1] und Doerner und Nix [2], jedoch mit dem Unterschied, dass sich die Anwendbarkeit nicht ausschließlich auf einen flachen stempelförmigen Eindruckkörper beschränkt. Härte und E-Modul lassen sich aus einem kompletten Be- und Entlastungszyklus ableiten, wobei die Analyse mit einem Fit an die Entlastungskurve nach folgendem Potenzansatz beginnt:

$$P = B(h - h_f)^m \quad (2.1)$$

Dabei steht P für die Eindruckkraft, h für die vertikale Verschiebung, h_f ist die verbleibende Eindrucktiefe nach Entlastung und B als auch m sind empirische Fitparameter. Es wird davon ausgegangen, dass zumindest zu Beginn der Entlastung rein elastisches Materialverhalten vorliegt, so dass oftmals auch ein linearer Fit an den oberen Teil der Entlastungskurve wie der in Abbildung 2.1.1 genügt.

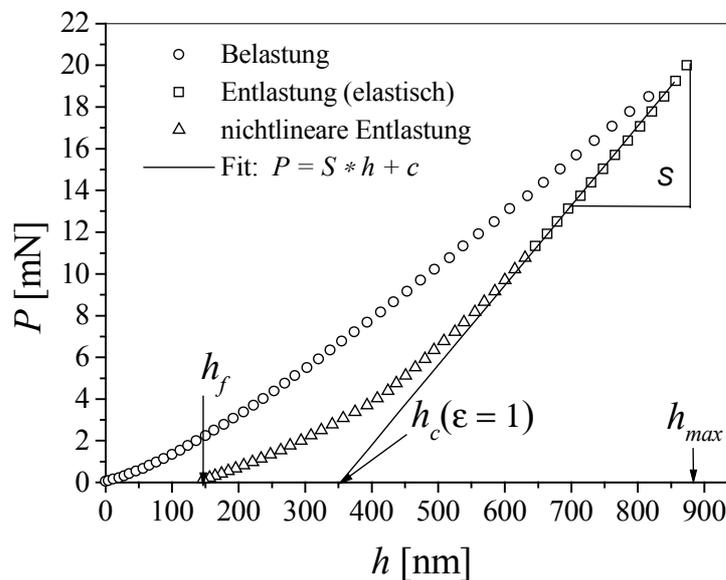


Abbildung 2.1.1: Typische Last-Eindringkurve, gemessen mit dem UMIS-2000.

Durch Differentiation von Gleichung (2.1) erhält man die Entlastungssteifigkeit $S = \left. \frac{dP}{dh} \right|_{h_{max}}$,

d. h. die Steigung der Entlastungskurve unter maximaler Last und Eindrucktiefe. Die Tiefe h_c , bei der Kontakt zwischen Prüfkörper und Probe unter maximaler Last vorliegt, ist für einen

flachen Eindruckkörper identisch mit derjenigen nach der elastischen Entlastung. Daraus folgt, dass sich die Kontakttiefe h_c , wie in Abbildung 2.1.1 angedeutet, direkt aus der Verlängerung der Entlastungsgeraden nach folgender Beziehung ableiten ließe:

$$h_c = h_{\max} - \varepsilon \frac{P_{\max}}{S} \quad , \quad (2.2)$$

Die Konstante ε wäre in diesem Fall identisch der Eins. Verwendet man jedoch wie hier einen spitzen Prüfkörper, so kommt es bereits während der elastischen Entlastung zu einer Ablösung des Probenmaterials von dem Eindruckkörper. Die tatsächliche Kontakttiefe h_c ist dann entsprechend zu korrigieren, und zwar mit Hilfe des in Gleichung (2.2) eingeführten Faktors ε , der von der Prüfkörpergeometrie abhängt, die prinzipiell beliebig gewählt werden kann. In dieser Arbeit ist es die der dreiseitigen Berkovich-Pyramide ($\varepsilon = 0,7$ [3]). Die projizierte Kontaktfläche A lässt sich mit Hilfe der genannten grundlegenden Messgrößen einfach berechnen. Im konkreten Fall eines Berkovich-Prüfkörpers ist die Kontaktfläche proportional zum Quadrat der Kontakttiefe zuzüglich einer Spitzenkorrekturfunktion $F(h_c)$ [3]

$$A = 24,5 h_c^2 + F(h_c) \quad , \quad (2.3)$$

wobei $F(h_c)$ der stets vorhandenen Spitzenverrundung eines realen Eindruckkörpers Rechnung trägt, die zuvor experimentell bestimmt werden muss. Die Aufnahme der Spitze eines Berkovich-Prüfkörpers im Raster-Elektronen-Mikroskop (REM), zu sehen in Abbildung 2.1.2, lässt in der gewählten Vergrößerung keine Spitzenverrundung erkennen. Die deutlich sichtbaren Verunreinigungen kommen erst bei Eindrucktiefen von mehreren Mikrometern zum Tragen. Messbare Effekte aufgrund der abgerundeten Spitze, die hier nicht aufgelöst werden konnten, treten bei Kontakttiefen im Nanometerbereich auf.

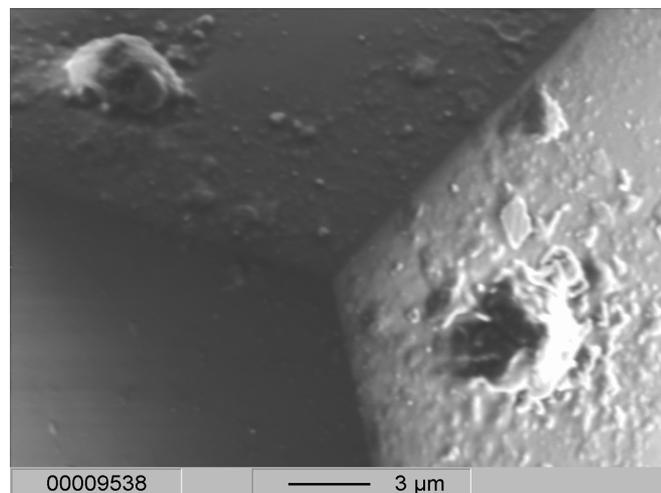


Abbildung 2.1.2: REM-Aufnahme der Spitze eines Berkovich-Prüfkörpers.

Die Härte eines Materials ist definiert als Verhältnis der maximalen Last P_{\max} zur projizierten Kontaktfläche A

$$H = \frac{P_{\max}}{A} \quad (2.4)$$

und ist zumindest für große Eindringtiefen unabhängig von der Last. Für sehr kleine Eindringtiefen im Bereich weniger Nanometer wurde schon häufig eine Zunahme der Härte festgestellt, die systematisch zu sein scheint und nicht ausschließlich durch eine Fehlbewertung der Kontaktfläche zu erklären ist. Für den E-Modul gilt hingegen die Gleichung:

$$E^*_{eff} = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \cdot \frac{S}{\sqrt{A}} \quad (2.5)$$

die ursprünglich auf einen Eindruck mit einem flachen Zylinder zurückgeht. E^*_{eff} steht für den effektiven E-Modul, der implizit berücksichtigt, dass auch im Prüfkörper elastische Deformationen auftreten und diese unter der Annahme ebener Dehnung mit einbezogen werden müssen. Der effektive E-Modul folgt als [3]:

$$\frac{1}{E^*_{eff}} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \quad E_i, \nu_i: \text{Prüfkörperparameter.} \quad (2.6)$$

Sind der E-Modul des Prüfkörpers und dessen Querkontraktionszahl bekannt, so ist der reduzierte Modul der Probe einfach zu berechnen.

Die Zuverlässigkeit der sich in den Gleichungen (2.2)-(2.5) widerspiegelnden Methode, die wiederum auf den Lösungen von Sneddon [11] basieren, wird auch schon von Oliver und Pharr selbst eingeschränkt. Vor allem stark duktile Eigenschaften, die zu Materialaufwölbungen am Kontaktrand führen, können eine erhebliche Fehlbewertung der Kontaktfläche bewirken (teilweise über 60 %), was unmittelbar in die Berechnung von H und E eingeht. Festzustellen bleibt die Vereinfachung, die Kontaktfläche nicht mehr optisch vermessen zu müssen, was vor allem im Nanometerbereich sehr aufwendig wäre. Die Methode von Oliver und Pharr wird deshalb auch in dieser Arbeit zur Untersuchung des Übergangsbereiches von alleiniger Schicht- zur reinen Substratantwort des Systems herangezogen.

Sehr gute Resultate liefert die Methode für harte Werkstoffe, denn trotz plastischer Deformation ist hier ein Einsinken am Kontaktrand zu beobachten, was an rein elastisches Verhalten erinnert. Mit der Frage, welchen Einfluss die Aufwölbung beziehungsweise das Einsinken des Kontaktrandes auf die ermittelten Parameter hat, befasst sich die Arbeit von Bolshakov und Pharr [12]. Ein Nebenaspekt der darin veröffentlichten Ergebnisse ist, dass unabhängig davon, ob Aufwölbung oder Einsinken dominiert, der effektive E-Modul in deren FE-Simulationen prinzipiell um 5-10 % zu hoch bewertet ist. Die Überbestimmung tritt sogar

dann ein, wenn die wahre, d. h. die direkt in der Simulation bestimmte Kontaktfläche in die Gleichungen (2.4) und (2.5) einfließt. Inwiefern die Ergebnisse einer Korrektur unterzogen werden müssen für den Fall, dass sie mit einem konischen Prüfkörper bestimmt wurden, ist in der Folgearbeit von Bolshakov und Pharr [13] hergeleitet.

Die Korrektur wird mit den Lösungen von Sneddon begründet, die für kleine Deformationen gelten, was für stumpfe, vor allem sphärische Eindruckkörper auch in guter Näherung erfüllt ist. Für einen spitzen Prüfkörper hingegen, wie etwa eine Berkovich-Pyramide oder einen Kegel, ist diese Voraussetzung nahe der Spitze im Allgemeinen nicht mehr erfüllt. Die Sneddon'schen Lösungen lassen sich nach Bolshakov und Pharr eher auf die Form eines *angespitzten* Kegels anwenden und so führten sie einen effektiven Öffnungswinkel ϑ_{eff} ein, der sich aus einem Faktor β und dem Äquivalenzwinkel¹ ϑ für geometrisch selbstähnliche Prüfkörper einfach berechnen lässt

$$\cot(\vartheta_{eff}) = \frac{\cot(\vartheta)}{\beta} \quad \text{mit: } \beta = 1 + \frac{1-2\nu}{4(1-\nu)} \cdot \left(3 - \frac{\pi}{2}\right) \cdot \cot(\vartheta) \quad . \quad (2.7)$$

Nach [13] lässt sich der effektive E-Modul mit dem Faktor β schreiben zu

$$E_{eff}^* = \frac{1}{\beta} \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A}} \quad . \quad (2.8)$$

Konkrete Werte verdeutlichen, dass die Auswirkungen dieser Korrektur durchaus in der Größenordnung der zitierten Abweichungen von 5-10 % liegen (siehe Tabelle 2.1).

ν	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5 (inkompressibel)
β	1,128	1,114	1,096	1,073	1,043	1

Tabelle 2.1: Beispielwerte für den Korrekturfaktor β , ($\vartheta = 70,3^\circ$).

Abhängig von der jeweiligen Eindringtiefe wird sich der Einfluss des Substrates, vor allem für Kontaktiefen in der Größenordnung der Schichtdicke, mehr und mehr verstärken. Für dünne Schichten empfiehlt sich die Wahl äußerst geringer Lasten, um unter kleinen relativen Eindringtiefen zu operieren (<10 % der Schichtdicke [12]). Je nach Dicke der Schicht erfordert dies Eindringtiefen im Nanometerbereich mit dem Nachteil der experimentell bedingt anwachsenden Fehlerquellen. Der experimentellen Bestimmung von E und H sind somit trotz erheblicher Verbesserung der Messtechnik deutliche Grenzen gesetzt.

Die Ermittlung der Schichteigenschaften würde maßgeblich durch eine geeignete Extrapolationsformel unterstützt, die es ermöglicht, die Härte und den Schichtmodul zu extrapolieren, wenn die Schichtdicke t und der effektive E-Modul für ein bestimmtes h_c/t -

¹ ϑ ist der halbe Öffnungswinkel eines konischen Prüfkörpers, der die gleiche Flächenfunktion in Abhängigkeit von der Kontakttiefe besitzt wie der reale Eindruckkörper. Als Ersatz für die Berkovichgeometrie gilt $\vartheta = 70,3^\circ$.

Verhältnis bekannt sind. In der umfangreichen Literatur werden eine Reihe solcher Extrapolationsformeln zitiert, die entweder Funktionen von a/t (a : Radius des Kreises der äquivalenten, projizierten Kontaktfläche) oder h_c/t sind. Die Wahl dieser Variablen ist für geometrisch ähnliche Eindruckkörper äquivalent. Ein allgemeiner Ansatz zur Berechnung der effektiven Härte (H_{eff}) aus der von Schicht (H_f) und Substrat (H_s) lautet:

$$H_{eff} = H_s + (H_f - H_s) \cdot \Phi = H_f \Phi + H_s (1 - \Phi) \quad (2.9)$$

Φ : Gewichtsfunktion.

Die bekanntesten Gewichtsfunktionen sollen hier kurz zitiert werden. Bhattacharya und Nix [14] stellten zwei rein empirisch bestimmte Exponentialfunktion auf, die erste geltend unter Annahme einer harten Schicht auf weichem Substrat

$$\Phi_1 = e^{-\alpha_1 \frac{h_c}{t}} \quad (2.10)$$

und für die umgekehrte Annahme

$$\Phi_2 = e^{-\alpha_2 \left(\frac{h_c}{t}\right)^2} \quad (2.11)$$

Eine ebenso empirische Gewichtsfunktion, bestehend aus einer Reihe von Potenzfunktionen, geht auf Racké und Fett [15] zurück. Neben diesen rein empirischen Formeln existieren auch theoretisch fundierte Relationen wie die von Jönsson und Hogmark [16], die eine Art Flächengesetz beschreiben, das die Größenverhältnisse der Kontaktflächen der beteiligten Materialien berücksichtigt. Ein analoges Gesetz, das die plastisch deformierten Volumina V_f und V_s von Schicht und Substrat als Ordnungsparameter annimmt, beschreiben Poisl et al. [17] in der Form:

$$H = H_f \frac{V_f}{V} + H_s \frac{V_s}{V} \quad \text{mit: } V = V_f + V_s \quad (2.12)$$

Für den E-Modul gilt der gleiche allgemeine Ansatz wie der in Gleichung (2.9) mit der entsprechenden Gewichtsfunktion. Eine rein analytische Lösung, die auf der theoretischen Beschreibung eines Eindrucks in einen halbbunendlichen elastischen Körper basiert, geben Gao et al. [18] an. In einer Tiefe t , identifiziert als Schichtdicke, erfährt das Material in diesem Modell einen Sprung bezüglich der elastischen Materialeigenschaften, den Gao als Phasenumwandlung bezeichnet und daraus folgende Lösung für Φ ableitet

$$\Phi_{Gao} = \frac{2}{\pi} \arctan \xi + \frac{1}{2\pi(1-\nu)} \left[(1-2\nu)\xi \cdot \ln \frac{1+\xi^2}{\xi^2} - \frac{\xi}{1+\xi^2} \right] \quad \text{mit: } \xi = \frac{t}{a} \quad (2.13)$$

Die Querkontraktionszahl ν soll eigentlich vom Parameter der Schicht in den des Substrats übergehen, der Einfachheit halber wird jedoch der Wert der Schicht angenommen.

Ein Vergleich dieser Formel mit einer einfachen Exponentialfunktion gibt Menčík [5] an, der die einfache Relation

$$E' = E'_s + (E'_f - E'_s) \cdot e^{-cx} \quad \text{mit: } E'_i = \frac{E_i}{1 - \nu_i^2} \quad (2.14)$$

ansetzt. In diesem Fall können $x = a/t$, $x = a$ oder $x = h_c$ gleichermaßen als Variable verwendet werden. Es fällt auf, dass die Schichtdicke t in den letzten beiden Fällen gar nicht bekannt sein muss, was Menčík eher als vorteilhaft deklariert. Zum experimentellen Vorgehen gibt er sinnvolle Schranken für das Verhältnis von maximalem zu minimalem Kontaktradius an. So sollten die Lasten derart variieren, dass ein Verhältnis $a_{\max}/a_{\min} \geq 10$ stets zustande kommt, um so einen Mindestbereich der relativen Eindringtiefe a/t abzudecken. Umgekehrt sollte dieser Bereich auch nicht zu stark ausgedehnt werden, da im Falle spröder Materialien häufig Risse in der Schicht und in der Grenzfläche zum Substrat entstehen oder in duktilen Schichten die Ergebnisse durch Aufwölbungen verfälscht werden.

Korsunsky et al. [9] versuchten, eine Näherungsformel zur Beschreibung des Übergangsbereichs von reinen Schicht- zu Substrateigenschaften auf halbempirischem Wege zu entwickeln. Dabei geben sie eine einfache Gewichtsfunktion an, nach der sie die Härte eines Schicht-Substratverbundes anpassen

$$\Phi = \frac{1}{1 + \left(\frac{a}{t}\right)^2 \frac{t}{\alpha}} \quad (2.15)$$

Der Parameter α kann je nach beobachtetem Materialverhalten als Maß für die plastische Verformungsenergie oder im Falle spröden Schichtverhaltens als Größenordnung für die Energiefreisetzungsrates interpretiert werden. Mit Gleichung (2.15) erreichten sie sehr gute Anpassungen an ihre Härtemessungen. Von einer Übertragung auf die Beschreibung des E-Moduls wurde bisher nichts berichtet. Durch den Faktor α lässt sich eine Verschiebung des Übergangsbereiches von Schicht- zu Substratparameter, wie sie häufig in Experimenten beobachtet wird, sehr gut beschreiben.

Die vorliegende Arbeit bearbeitet die Problematik sowohl auf numerischem als auch experimentellem Wege. Mit Hilfe der Finite-Elemente-Methode sollen in einer Parameterstudie die elasto-plastischen Materialeigenschaften variiert und eine daraus abgeleitete Extrapolationsformel durch den Vergleich mit bekannten Ansätzen auf ihre Eigenschaften und Vorteile hin überprüft werden. Eindrucksexperimente an Schicht-Substrat-Verbunden sollen sich anschließen, um die numerisch gewonnenen Erkenntnisse anhand der experimentellen Parameterbestimmung demonstrieren zu können.

2.2 FE-Modell

In der einschlägigen Literatur ist eine Vielzahl von Arbeiten zu finden, die sich mit der Parameterbestimmung durch den Eindruckversuch unter Verwendung der Methode der Finiten Elemente befassen. Häufig wird der Eindruckvorgang anhand zweidimensionaler Modelle und mit einem kegelförmigen Prüfkörper unter Ausnutzung dessen Axialsymmetrie simuliert. Ein geometrisch ähnlicher Eindruckkörper kann durch einen Konus derart ersetzt werden, dass die Kontaktflächen für gleiche Eindringtiefen identisch sind. Wie bereits erwähnt, beträgt der halbe Öffnungswinkel ϑ eines zur Berkovich-Pyramide äquivalenten Kegels $70,3^\circ$.

In den veröffentlichten FE-Modellen von Schicht-Substratsystemen ist der Bereich der Kontaktzone aufgrund der zu erwartenden großen Deformationen und Spannungsgradienten stets sehr stark verfeinert. Die Schichtdicke ist durch entsprechende Materialdefinition leicht festzulegen und wird in allen Arbeiten zusammen mit der Substratdicke konstant gehalten. Völlig analog zum Experiment variiert man die Eindringtiefe, um so die effektive Härte und den E-Modul als Funktion der relativen Eindringtiefe a/t untersuchen zu können.

Für die Simulationsrechnung bedeutet dies jedoch, dass die Anzahl der in Kontakt stehenden Knoten stark variiert mit der Konsequenz, dass die Ergebnisse sehr ungenau sein können für den Fall stark differierender Materialeigenschaften. Die Fehlerquelle begründet sich damit, dass die Zahl der Kontaktknoten zu gering sein kann². Zudem können Konvergenzprobleme auftreten, falls die Eindringtiefe die komplette Schichtdicke erreicht und die Höhe einiger Elemente auf null zurückgeht.

In dieser Arbeit ist die Vorgehensweise genau umgekehrt zur oben beschriebenen. Der Netzbereich der Kontaktzone ist analog denen der bekannten Arbeiten stark verfeinert und die Elementgröße nimmt in vertikaler Richtung nach unten hin nichtlinear zu (siehe Abbildung 2.2.1).

Die Schichtdicke wird nun dadurch variiert, dass die Elemente des rechten Randes ein Dickenintervall vorgeben und alle Elemente auf gleicher Höhe in *Elementsets* zusammengefasst sowie beliebig kombiniert werden können. Die Idee liegt nun darin, in jedem Fall die gleiche Eindringtiefe vorzugeben und die Anzahl der in Kontakt stehenden Knoten dadurch in etwa konstant zu halten (in dem hier verwendeten Modell mindestens 40 Knoten). Es sollte in diesem Zusammenhang noch bemerkt werden, dass es sich hier um die Simulation eines Versuchs mit *weggesteuertem* Prüfkörper handelt im Gegensatz zum realen Experiment, das kraftgesteuert operiert. Dies hat ausschließlich numerische Gründe, um eine gleichbleibende Konvergenzrate zu gewährleisten.

Das vorgestellte Modell ermöglicht eine Abdeckung des a/t -Verhältnisses über fünf Größenordnungen hinweg und die angesprochene Problematik ist somit auf einfache Weise gelöst. Das Modell lässt auch die Simulation von Mehrschichtverbunden zu, wobei sich die vorliegende Arbeit jedoch darin nicht vertieft.

² Eigene Erfahrungen ergaben, dass bei maximaler Last mindestens 20 Knoten in Kontakt stehen sollten.

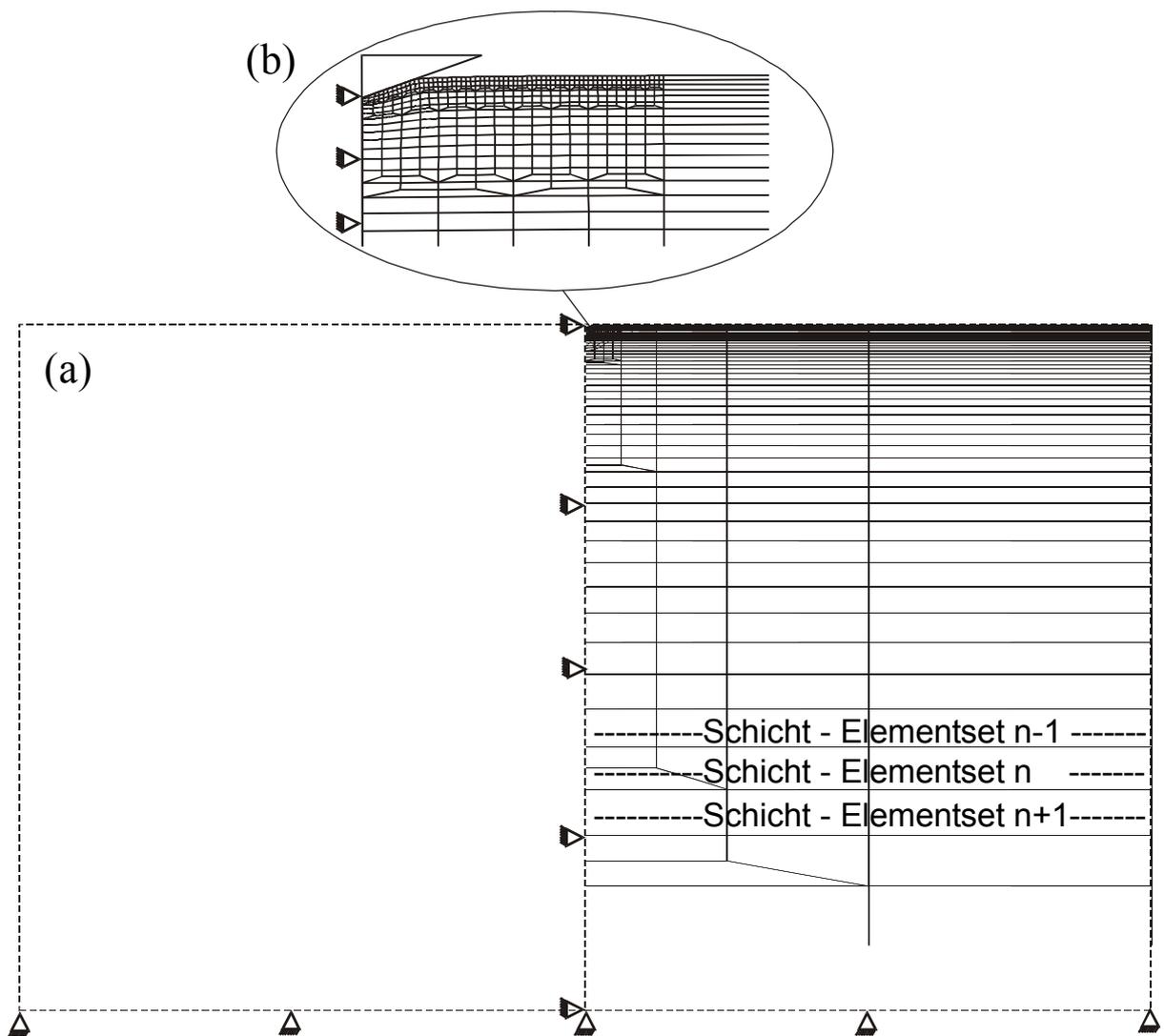


Abbildung 2.2.1: (a): Verwendetes zweidimensionales FE-Netz mit Randbedingungen und angedeuteten Elementsets zur sukzessiven Schichtdickendefinition, (b) vergrößerter Bereich der Kontaktzone während eines Eindruckvorganges.

Das FE-Netz aus Abbildung 2.2.1 enthält 4855 Knoten und 1372 8-Knoten-Elemente mit axialsymmetrischem Ansatz und reduzierter Integration (Typ: CAX8R). Aufgrund der vorliegenden Axialsymmetrie ist nur die halbe Schnittebene der Probe modelliert. Als geometrische Randbedingung für die Knoten auf der Symmetrieachse ist Bewegungsfreiheit nur in vertikaler Richtung zugelassen. Alle Knoten am Boden des Netzes sind in vertikaler und horizontaler Richtung festgehalten. Der verwendete ABAQUS-Code (Version 5.8-8) ermöglicht es, den Kontakt zwischen zwei Körpern zu modellieren. Dazu müssen Kontaktflächen definiert werden, im konkreten Fall die Probenoberfläche und die Kegelfläche. Während der Rechnung kontrolliert ABAQUS den Knotenabstand der Kontaktelemente und lässt dabei eine gewisse Durchdringung zu. Der als *rigid surface* modellierte Kegel ist sinnvollerweise als so genannte *master surface* und die Probenoberfläche als *slave surface* festgelegt. Wenn sich nun der Abstand zwischen *master* und *slave*

unterhalb einer vordefinierten Toleranz befindet, gilt der Kontakt als geschlossen und der entsprechende Knoten erfährt eine Reaktionskraft. Der Reibungskoeffizient zwischen Spitze und Probe ist in der elasto-plastischen Parameterstudie zu null gewählt, denn die Reibung hat einen vergleichsweise geringen Einfluss auf den Eindruckprozess wie später zu zeigende Rechnungen belegen. Die der Auswertemethode zugrunde liegenden Sneddon'schen Gleichungen berücksichtigen die Reibung ebenso nicht. Schicht und Substrat sind als eigenspannungsfrei und während des kompletten Be- und Entlastungszyklus perfekt aufeinander haftend angenommen. Die gesamte Probe ist in den ersten Simulationen als homogenes und isotropes, elastisches und anschließend als elastisch-plastisches Material definiert. Die Materialparameter werden in einer Parameterstudie systematisch verändert.

Während der Be- und Entlastung vollzieht das Programm mehrere Iterationen aufgrund einer vorgegebenen Konvergenzrate, um ein Gleichgewicht und eine kongruente Konfiguration zu erreichen. Rein elastische Deformation tritt nur anfänglich ein, und zur Festlegung des Eintritts plastischen Fließens wird das Miseskriterium angewandt. Erreicht die Mises-Spannung die Fließspannung σ_y , tritt plastische Deformation ein.

2.3 Vorgehensweise und Auswerteprozedur

Das im vorangehenden Abschnitt beschriebene FE-Modell ist so angelegt, dass sich eine Schichtdicke durch Zusammenfassen von Elementen beliebig definieren lässt. Dadurch ist es möglich, das a/t -Verhältnis über fünf Größenordnungen hinweg ($\sim 10^{-3}$ bis $\sim 10^2$) zu variieren. In der Parameterstudie wurden die elasto-plastischen Materialparameter ähnlich wie in [12] modifiziert. Die genauen Daten sind der Tabelle 2.2 im Kapitel 2.4 zur FE-Parameterstudie zu entnehmen. Die maximal mögliche Anzahl definierter Schichtdicken beträgt 70, wobei es genügt, mit einer Auswahl von 30 Kombinationen befriedigende Ergebnisse zu erzielen. Die sich anschließende Auswerteprozedur ist in dem Blockdiagramm von Abbildung 2.3.1 zusammengefasst.

Die 30 Eingabedateien durchlaufen ABAQUS üblicherweise zeitgleich auf einem Parallelrechner. Der Postprozessor ABAQUS POST wertet die Ergebnisdateien sukzessive aus und legt für jede Rechnung über alle Zeitinkremente zwei Dateien an. Eine davon enthält die Reaktionskraft P als Funktion der Prüfkörperverschiebung h und eine zweite die Kontaktfläche A in Abhängigkeit von der Last P . Die Option zur direkten Ausgabe der Kontaktfläche ist in allen Nachfolgeausgaben ab ABAQUS Version 5.7 implementiert [19]. Dadurch ist eine umständliche Spannungsanalyse zur Ermittlung des Kontakttrandes hinfällig.

Nach der Methode von Oliver und Pharr berechnet sich die Kontaktfläche aus der Last-Eindruckkurve für einen konischen Prüfkörper nach

$$A = \pi \left(h_{\max} - 0.75 \frac{P_{\max}}{S} \right)^2 \tan^2(70.3^\circ) . \quad (2.16)$$

Dies ist nur eine Näherungsformel. FE-Simulationen zum Vergleich von Gleichung (2.16) mit der wahren Kontaktfläche ergaben oftmals erhebliche Abweichungen [12]. Insbesondere bei stark duktilen Schichteigenschaften zeichnet sich aufgrund der Materialaufwölbung am Kontaktrand eine systematische Unterbewertung der Kontaktfläche ab. In alle Parameterbestimmungen, die im Rahmen der vorliegenden Arbeit aufgeführt sind, ging die mit ABAQUS berechnete *wahre Kontaktfläche* ein.

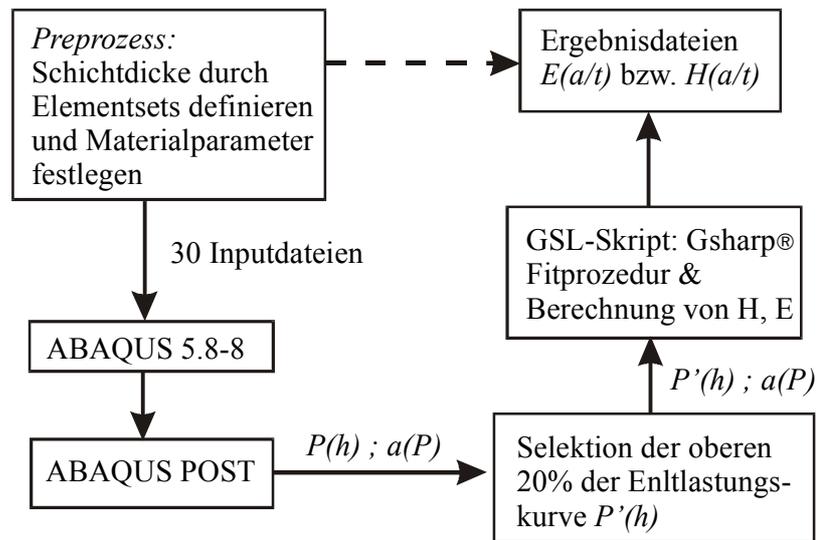


Abbildung 2.3.1: Blockdiagramm der Auswerteprozedur zur Ermittlung der Materialparameter aus dem simulierten Eindruckversuch.

Die eigentliche Ergebnisberechnung übernimmt ein kommerzielles Datenverarbeitungsprogramm (Gsharp®), das es ermöglicht, Auswerteskripte anzulegen und alle Ergebnisdateien automatisch zu verarbeiten. Ein vorgeschaltetes Programm kürzt die Entlastungskurve auf deren obere 20 Prozent. Diese wird anschließend nach Gleichung (2.1) angepasst und daraus die Kontaktsteifigkeit berechnet. Als Kontaktfläche ist nach Oliver und Pharr diejenige unter maximaler Last gemeint und ist somit vor der Entlastung zu bestimmen. Diese Bemerkung erscheint notwendig, da in einigen Arbeiten auch das Eindruckprofil nach der Entlastung vermessen wurde, analog zur früheren experimentellen Vorgehensweise. Hierbei kann es während der rein elastischen Entlastung durchaus zur Abhebung im Randbereich der Kontaktzone und somit einer Verringerung der projizierten Kontaktfläche kommen.

Die Härte berechnet sich nach Gleichung (2.4) und für den E-Modul gilt nach wie vor Gleichung (2.5) mit dem Hinweis, dass hier kein Bulkparameter, sondern die effektiven Größen des Schicht-Substratsystems bestimmt werden.

2.4 Parameterstudie zum Eindruckversuch

Die Untersuchung der Frage, wie sich der Verlauf des effektiven E-Moduls und der effektiven Härte als Funktion der relativen Eindrucktiefe a/t verhält, lässt sich im Rahmen einer Parameterstudie durch die Variation der elastischen und plastischen Größen verifizieren. Als Grundlage dient dazu ein einfaches, in ABAQUS implementiertes, bilineares, elasto-plastisches Materialmodell mit linearer und isotroper Verfestigung. Anschaulich ist dieses Modell in der Abbildung 2.4.1 dargestellt. Zum plastischen Verhalten wurden zwei Fälle betrachtet, eines mit der vorgegebenen Verfestigung von $\eta = 10\sigma_Y$, also einer Verdopplung der Fließgrenze bei 10% plastischer Dehnung und das eines elastisch, ideal-plastischen Materials mit $\eta = 0$.

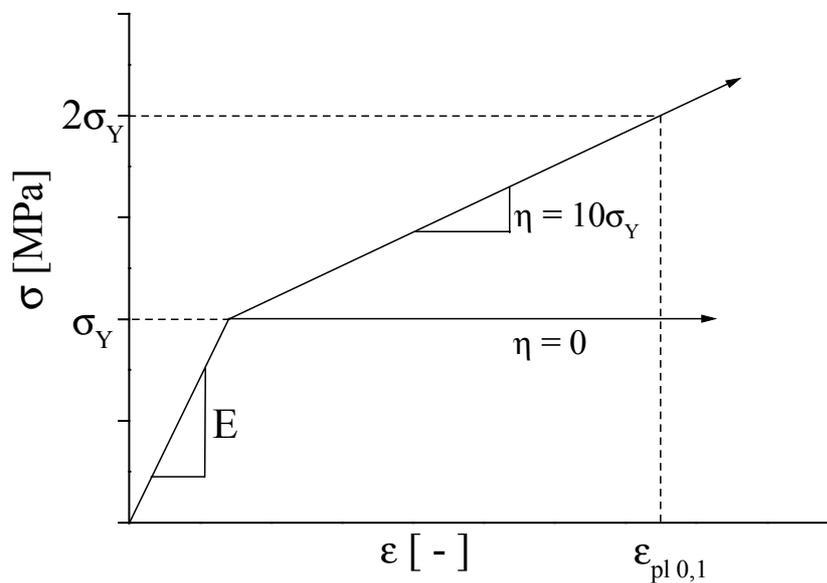


Abbildung 2.4.1: Bilineares, elasto-plastisches Materialmodell, das allen Simulationsrechnungen der Parameterstudie zugrunde liegt.

Die Fließgrenze σ_Y und die elastischen Moduln der Schicht und des Substrates durchlaufen Werte von 0,1 bis 2,5 GPa respektive 50 bis 400 GPa, was einem in der Anwendung häufig vorkommenden Parameterbereich stark duktiler bis spröder Materialien entspricht. Die nummerierten Datensätze sind in Tabelle 2.2 zusammengefasst.

Parametersatz	σ_Y [GPa]	$E_{Schicht}$ [GPa]	$E_{Substrat}$ [GPa]	Reibung μ	ν	η
1 (1a) {1} {(1a)}	0,1	50 (100)	100 (50)	0	0,25	$10\sigma_Y; \{0\}$
2 (2a) {2} {(2a)}	0,5	50 (100)	100 (50)	0	0,25	$10\sigma_Y; \{0\}$
3 (3a) {3} {(3a)}	1	50 (100)	100 (50)	0	0,25	$10\sigma_Y; \{0\}$
4 (4a) {4} {(4a)}	1,5	50 (100)	100 (50)	0	0,25	$10\sigma_Y; \{0\}$
5 (5a) {5} {(5a)}	2,0	50 (100)	100 (50)	0	0,25	$10\sigma_Y; \{0\}$
6 (6a) {6} {(6a)}	2,5	50 (100)	100 (50)	0	0,25	$10\sigma_Y; \{0\}$
7	∞	50	100	0	0,2	-
8 (8a)	∞	50 (100)	100 (50)	0	0,3	-
9	∞	50	100	0	0,4	-
10	∞	50	100	0,15	0,2	-
11	∞	50	100	0,15	0,3	-
12	∞	50	100	0,15	0,4	-
13 (13a)	∞	50	200	0 (0,15)	0,2	-
14 (14a)	∞	50	200	0 (0,15)	0,3	-
15 (15a)	∞	50	200	0 (0,15)	0,4	-
16 (16a)	∞	50	300	0 (0,15)	0,2	-
17 (17a)	∞	50	300	0 (0,15)	0,3	-
18 (18a)	∞	50	300	0 (0,15)	0,4	-
19 (19a)	∞	50	400	0 (0,15)	0,2	-
20 (20a)	∞	50	400	0 (0,15)	0,3	-
21 (21a)	∞	50	400	0 (0,15)	0,4	-

Tabelle 2.2: In der Parameterstudie verwendete Materialgrößen, in Parametersätzen zusammengefasst, deren Bezeichnungen sich in gleicher Form im Text und in den Grafiken wiederfinden.

2.4.1 Ergebnisse der Parameterstudie

2.4.1.1 Einfluss der Materialparameter auf die simulierten Last-Eindruckkurven

Ziel der Parameterstudie ist die Klärung der Frage, wie stark und in welcher Form sich die duktilen Eigenschaften der Werkstoffe auf den nach Oliver und Pharr bestimmten effektiven E-Modul und die Härte auswirken. Die Fließspannung und die sich anschließende Verfestigung sind in den Parametersätzen (Tabelle 2.2) vordefiniert. Die simulierten Last-Eindruckkurven mit der niedrigsten angenommenen Fließspannung von 100 MPa (Parametersatz 1 und (1a)) sollen nun mit denen der höchsten Fließspannung von 2,5 GPa (Parametersatz 6 und (6a)) verglichen werden. Innerhalb eines Parametersatzes wird das a/t -Verhältnis diskret variiert entsprechend den zusammengefassten Elementsets. Die beiden Diagramme in der Abbildung 2.4.2 und jene in Abbildung 2.4.3 stellen die Ergebnisse unter Vertauschung des Schicht- mit dem Substratmodul gegenüber. Aus Darstellungsgründen enthalten die Diagramme nur jede sechste der tatsächlich berechneten Kurven, wobei jeder Linientyp einem bestimmten a/t -Verhältnis entspricht.

Die Be- und Entlastungskurven beider Abbildungen offenbaren die drastischen Einflüsse der duktilen Eigenschaften. Signifikanteste Merkmale sind vor allem die stufenartigen Belastungskurven aus Abbildung 2.4.2. Verglichen mit den nahezu glatten Anstiegen der nach Parametersatz 6 und (6a) berechneten Kurven in Abbildung 2.4.3 erinnern sie fälschlicherweise an Krieeffekte, die Ursache ist hier dennoch numerisch bedingt. Aus der Höhe der verbleibenden Eindrucktiefe ist ersichtlich, dass die plastische Verformung gegenüber der elastischen bei weitem überwiegt. Die geringe Fließspannung und folglich schwache isotrope Verfestigung nach den Parametersätzen 1 und (1a) erlauben relativ große plastische Deformationen bei kaum steigender Spannung. Die Verschiebung des Eindruckkörpers wird bis zur Gleichgewichtskonfiguration erhöht, und es kommt über eine endliche Anzahl von Zeitschritten hinweg lediglich zu einem schwachen Anstieg in der Reaktionskraft, wodurch die stufenartige Belastungskurve entsteht.

Ein weiterer Hinweis für die vergleichsweise gering ausfallende elastische Deformation ist die gerade noch erkennbare Auffächerung der oberen Verläufe der Entlastungskurven, die nur in den vergrößerten Bereichen der Abbildung 2.4.2 ersichtlich ist. Auf den ersten Blick fallen keine merklichen Unterschiede in den Kurvenscharen auf, sobald ein umgekehrtes E-Modulverhältnis von Schicht und Substrat vorliegt (Parametersatz (1a)). Wie sich später noch herausstellt, fällt vor allem für stark duktile Werkstoffe im Bereich kleiner relativer Eindrucktiefen ein unterschiedliches Grenzverhalten der E-Moduln auf. Eindrucksvoll ist der vollkommen lineare Abfall bei anfänglicher Entlastung.

Die dazugehörigen Simulationen mit Werkstoffen ohne Verfestigung $\eta = 0$ sind im Anhang in den Abbildungen A1 und A2 aufgeführt und zeigen eine ähnliche Verteilung der Kurven. Die Abhängigkeit von der Fließgrenze und den E-Moduln bleibt unverändert.

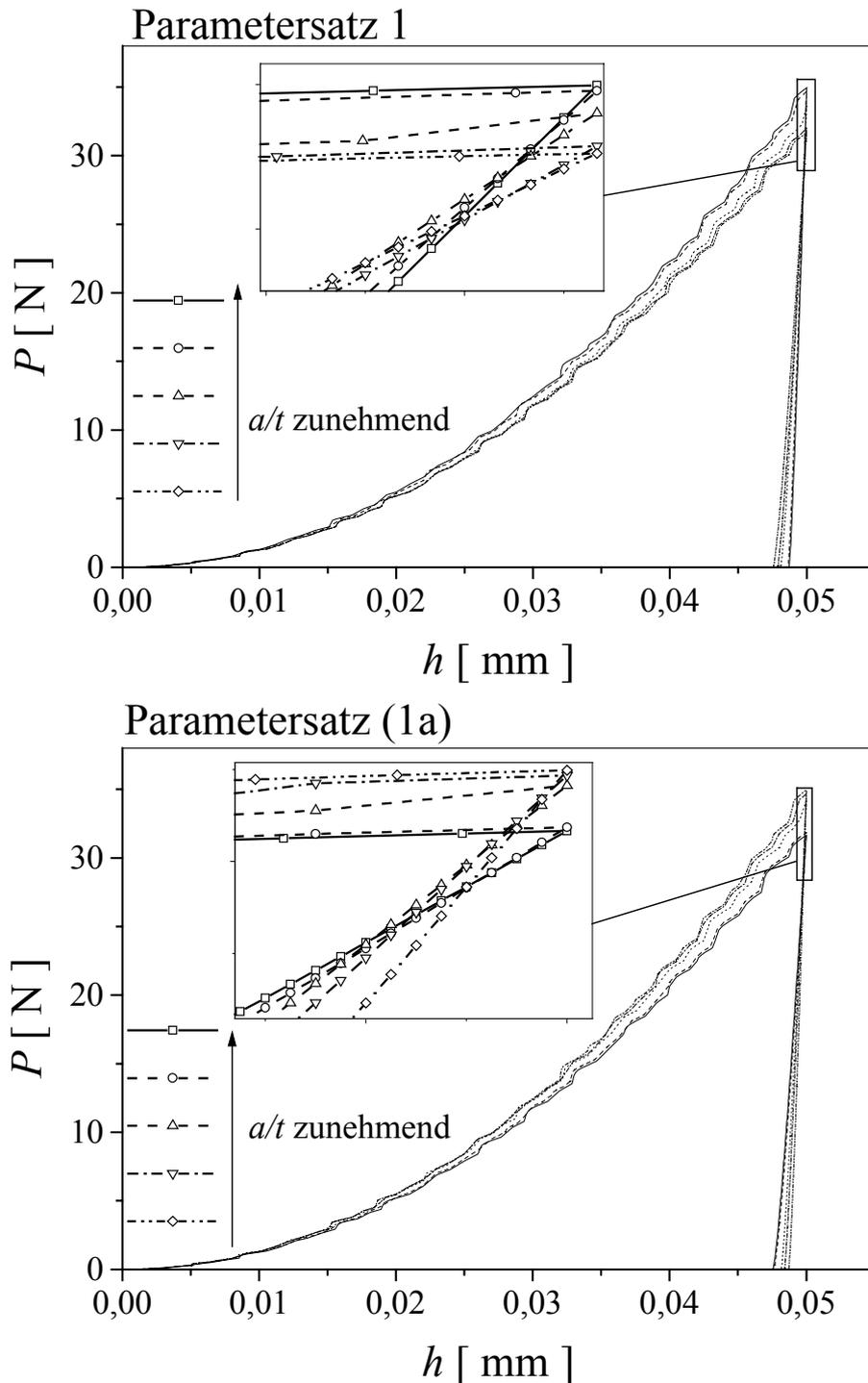


Abbildung 2.4.2: Eine Auswahl einiger nach den Parametersätzen 1 und (1a) berechneten Last-Eindringkurven mit variiertem a/t -Verhältnis.

Tritt plastisches Fließen erst bei wesentlich größerer Belastung ein, wie in den Diagrammen der Abbildung 2.4.3 demonstriert, verändert dies vollständig die Dimension und Charakteristik der Last-Eindruckkurven. Die Erhöhung der Fließgrenze um den Faktor 25 führt bei gleichbleibender Prüfkörperverschiebung annähernd zur Verzehnfachung der notwendigen Last, bedingt durch die größeren elastischen Dehnungen und die stärkere

Verfestigung. Die Auffächerung der Kurven ist entsprechend stärker ausgeprägt und die Belastungskurve nahezu glatt aufgrund der vergleichsweise geringen plastischen Deformationen.

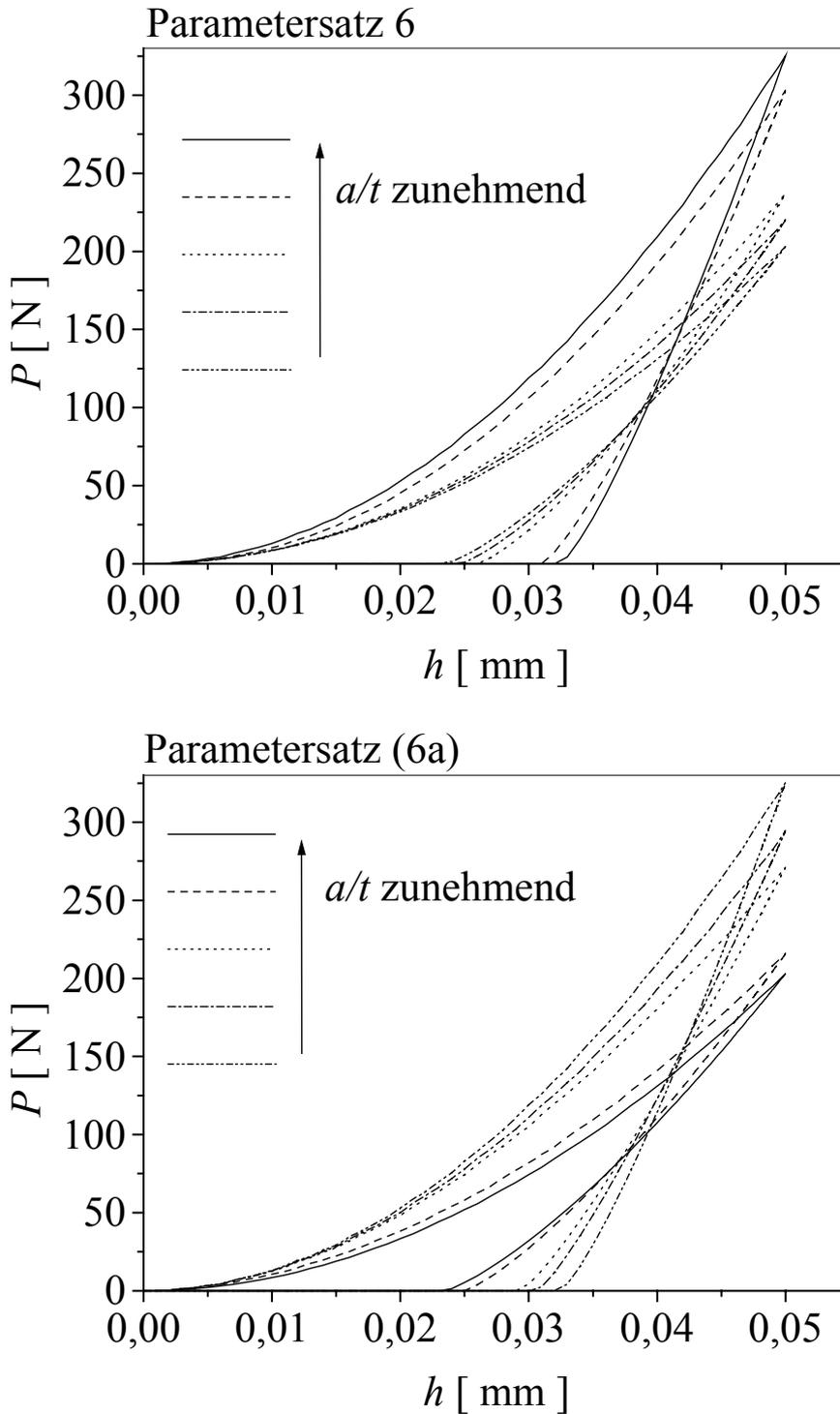


Abbildung 2.4.3: Nach den Parametersätzen 6-(oben) und (6a)-(unten) simulierte Last-Eindruckkurven mit variiertem a/t -Verhältnis.

Die gezeigten Beispiele lassen vermuten, dass trotz der anfänglich linearen, also elastischen Entlastung, die duktilen Eigenschaften einen Einfluss auf die nach Oliver und Pharr bestimmten Schicht- und Substratparameter ausüben, worauf sich auch die weitergehenden Untersuchungen konzentrieren.

2.4.1.2 E-Modul als Funktion der relativen Eindringtiefe

Es wurden zunächst Rechnungen unter der Annahme rein elastischen Materialverhaltens durchgeführt, um den Einfluss der Reibung zu klären. Dargestellt sind im Folgenden die Ergebnisse der Parametersätze 7-(15a). Die Parametersätze 16 bis einschließlich (21a) wurden ebenfalls betrachtet, ergaben aber, abgesehen von der Höhe des Überganges, keine weiteren Erkenntnisse.

In Abbildung 2.4.4 und allen folgenden Diagrammen ist die relative Eindringtiefe a/t stets logarithmisch aufgetragen, da sich der signifikante Übergang von Schicht- zu Substratparametern über zwei bis drei Größenordnungen hinweg erstrecken kann. Aus den Kurvenverläufen ist ersichtlich, dass es mit dem verwendeten FE-Netz möglich ist, in den Bereich der reinen Schichteigenschaften vorzudringen, erkennbar an den quasi konstanten Kurvenverläufen für $a/t \ll 10^{-1}$.

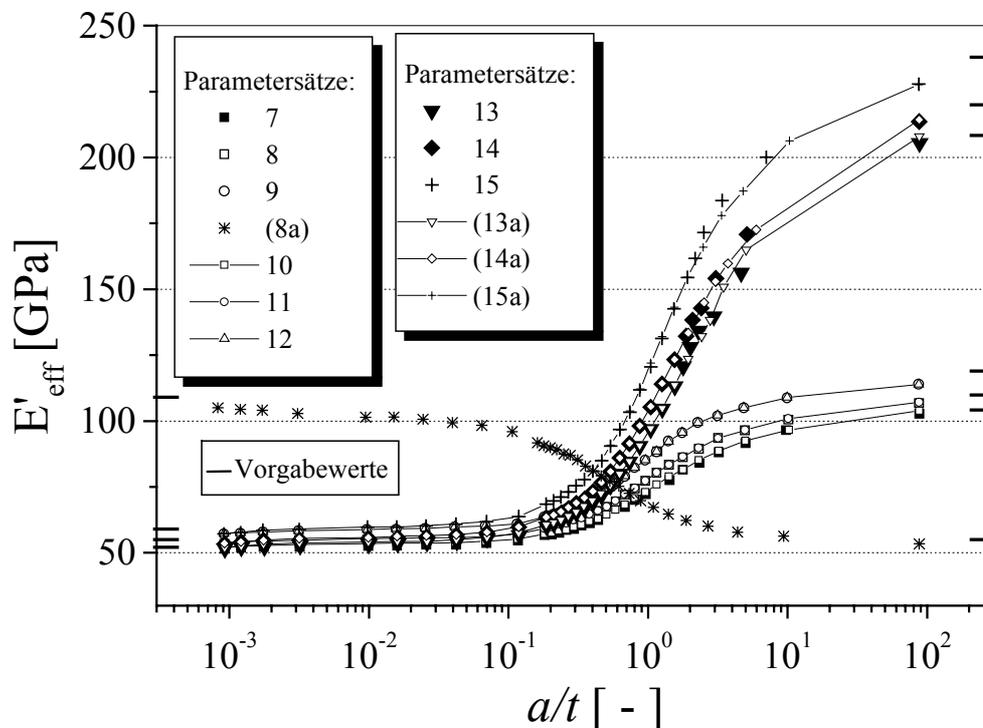


Abbildung 2.4.4: Nach der Oliver-Pharr-Methode aus der FE-Simulation ermittelter effektiver, reduzierter E-Modul für die Parametersätze 7-(15a) zur Abschätzung des Reibungseinflusses. Vorgabewerte des effektiven E-Moduls an den Achsen nochmals markiert.

Der wesentliche Teil des Übergangs liegt für den Fall des hier angenommenen rein elastischen Werkstoffs in der Größenordnung von $a/t \cong 1$, wenn der Wendepunkt bei halber Höhe des Überganges betrachtet wird. Bei Vertauschung von Schicht- und Substratmodul liegt der Übergang bei einem niedrigeren a/t -Verhältnis. Im Experiment ist in der Regel eine Abweichung von der Größenordnung $a/t \cong 1$ zu beobachten. Ob sich dies auch für elastisch-plastisches Material wiederfinden lässt, beantwortet die weitergehende Parameterstudie. Der geringfügige Einfluss der Reibung zwischen starrem Eindruckkörper und elastischer Probe ist erkennbar (offene Symbole), jedoch nicht von entscheidender Bedeutung. Die Abstände der Kurven sind im Wesentlichen durch die variierten Poissonzahlen ν_i verursacht.

Mit der Modellierung eines elastisch-plastischen Materials zeigen sich eindeutige Tendenzen, die sowohl von der Fließgrenze als auch von dem Verhältnis der elastischen Eigenschaften der Schicht und des Substrats abhängen. Für jede vorgegebene Fließgrenze liegen die E-Moduln von Schicht und Substrat fest auf 50 GPa und 100 GPa und in einer anschließenden Simulation genau umgekehrt, wobei die Reibung im Folgenden vernachlässigt bleibt.

Für den Fall einer steifen Schicht auf einem nachgiebigeren Substrat als auch umgekehrt ist von einer zu hohen Bewertung des E-Moduls auszugehen, und zwar umso mehr, je duktiler der Werkstoff ist (siehe Abbildung 2.4.5(a)). Nimmt man die relative Eindringtiefe wiederum bei dem Mittelwert der jeweiligen Grenzwerte, dem deutlich sichtbaren Wendepunkt, so ist keine Verschiebung zu einem veränderten a/t -Verhältnis festzustellen. Wird elastisch, ideal-plastisches Material betrachtet, ist die Auffächerung der Kurven stärker ausgeprägt (Abbildung 2.4.5(b)). Die Verläufe unterscheiden sich ansonsten nicht, lassen aber deutlich eine Asymmetrie bezüglich der elastischen Eigenschaften bei $a/t < 10^{-2}$ erkennen. So ist das Grenzverhältnis für die steifere Schicht von einem zweiten Wendepunkt bei der relativen Eindringtiefe von etwa 10^{-2} geprägt, der bei einer nachgiebigeren Schicht kaum auffällt.

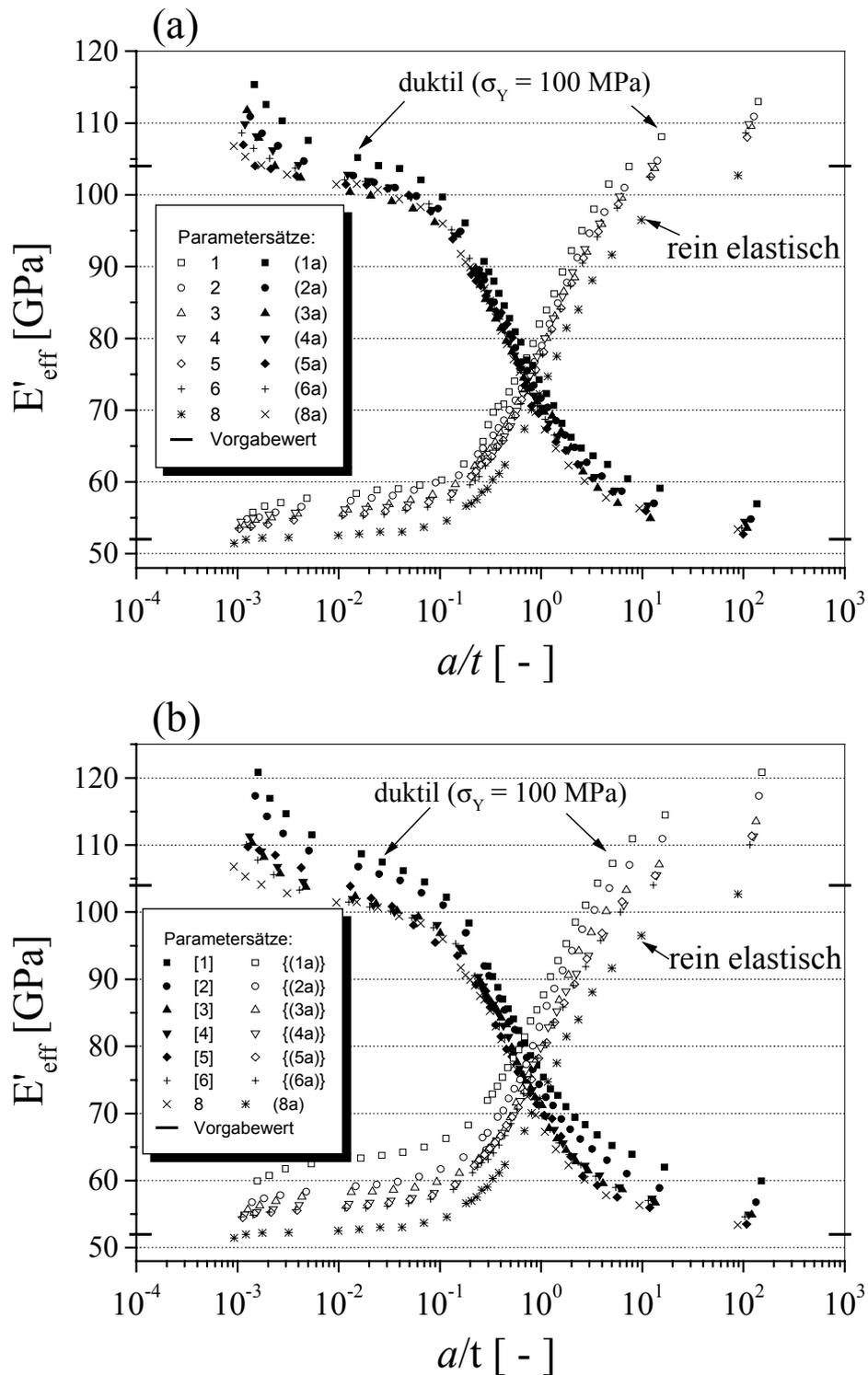


Abbildung 2.4.5: Effektiver E-Modul in Abhängigkeit von a/t bei Variation der Fließgrenze für den Fall einer steifen Schicht auf einem nachgiebigeren Substrat und umgekehrt. (a): isotrope Verfestigung mit $\eta = 10\sigma_Y$; (b): elastisch, ideal-plastisches Material mit $\eta = 0$. Vorgabewert des effektiven E-Moduls an den Achsen markiert.

Die Skalierung der Daten mit dem in Gleichung (2.7) eingeführten Parameter β ergibt ein deutlicheres Bild von dem nichtlinearen Einfluss der Fließgrenze auf den ermittelten effektiven E-Modul (siehe Abbildung 2.4.6). Der gefundene zweite Wendepunkt für relative Eindringtiefen von $a/t \approx 10^{-2}$ lässt sich dabei nicht unterdrücken und scheint systematisch zu sein. Der Korrekturfaktor β bleibt nur für den Fall des elasto-plastischen Materials berücksichtigt und entsprechend der Arbeit von Bolshakov und Pharr [13] nicht für rein elastische Werkstoffe.

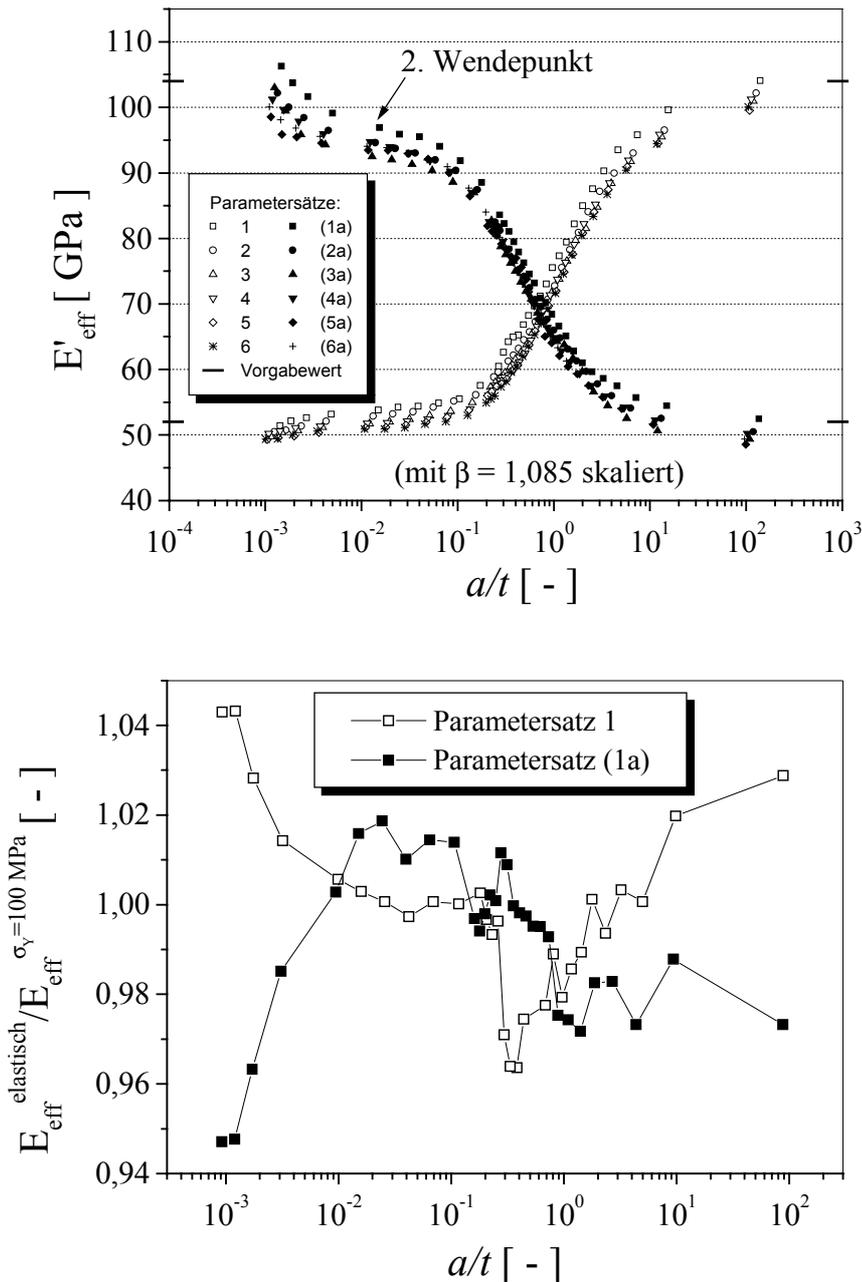


Abbildung 2.4.6: Oben: Ergebnisse der Parameterstudien für lineare, isotrope Verfestigung mit Variation der Fließgrenze und mit β skaliert. Unten: Vergleich der Abweichungen von der elastischen Lösung, bei Vertauschung der Steifigkeitsverhältnisse von Schicht und Substrat.

Das obere Diagramm der Abbildung 2.4.6 vergegenwärtigt eindeutig, dass die Skalierung mit dem Faktor β die Überbewertung aufgrund plastischen Fließens nur unbefriedigend erfasst. Allenfalls für eine relativ niedrige Fließgrenze wie hier 100 MPa gelingt es, mit β die theoretischen Grenzwerte ($E'_{Schicht} = 53,5 \text{ GPa}$, $E'_{Substrat} = 106,6 \text{ GPa}$ und umgekehrt) zu erreichen. Für Materialien mit größerer Härte und Verfestigung hingegen führt diese Näherung sogar zu einer Unterbewertung des effektiven E-Moduls. Mit einer β -Korrektur ist also allgemein große Vorsicht angebracht.

Die Abweichungen im Vergleich zu den Ergebnissen der rein elastischen Simulation (siehe Abbildung 2.4.6 unten) sind offensichtlich nicht konstant und fallen im Grenzbereich sehr kleiner und sehr großer relativer Eindringtiefen jeweils am größten aus.

Die deutlichsten Unterschiede bei Vertauschung von $E_{Schicht}$ und $E_{Substrat}$ sind für kleine relative Eindrucktiefen zu verzeichnen. Für den Fall einer steifen Schicht wirkt sich das nachgiebigere Substrat noch bis in den Bereich von $a/t \cong 10^{-2}$ aus, deutlich zu erkennen an dem zweiten Wendepunkt in Abbildung 2.4.6. Nimmt die relative Eindrucktiefe weiter ab, steigen die Werte zum theoretischen Grenzwert hin wiederum an, der jedoch nicht in Form eines Plateaus erreicht wird. Festzustellen bleibt die Tatsache, dass plastisches Fließen zu einer Überbewertung des E-Moduls führt, die umso stärker ausfällt, je niedriger die Fließgrenze liegt. Des Weiteren ergibt sich im Grenzbereich relativer Eindringtiefen kleiner 10^{-2} ein unterschiedliches Grenzwertverhalten, je nach Verhältnis von $E_{Schicht}$ zu $E_{Substrat}$.

2.4.1.3 Effektive Härte als Funktion der relativen Eindringtiefe

Mit den Parametersätzen 1 bis einschließlich (6a) lassen sich, wie schon bei der Untersuchung des effektiven E-Moduls, nun auch die Härteverläufe eines Schicht-Substratsystems über einen weiten Bereich der relativen Eindringtiefe hinweg abbilden. Es empfiehlt sich abermals die Unterscheidung der Resultate nach dem Verhältnis der vorgegebenen E-Moduln.

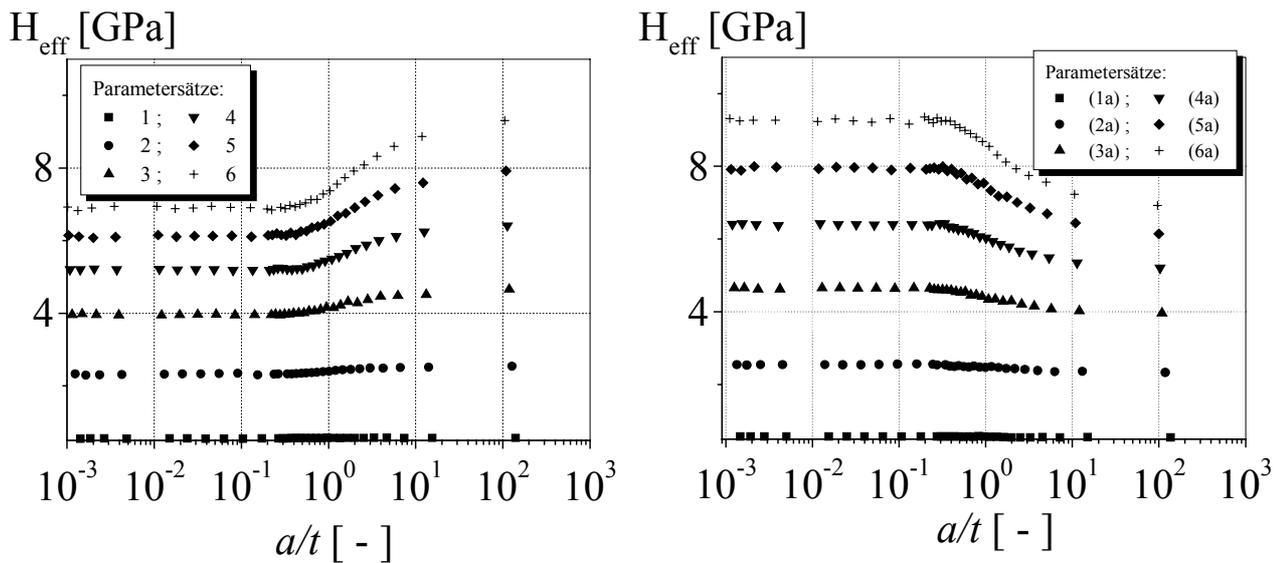


Abbildung 2.4.7: Effektive Härte bei variiertem Fließgrenze mit linearer, isotroper Verfestigung $\eta = 10\sigma_Y$. Links: $E_{Schicht} < E_{Substrat}$, rechts: $E_{Schicht} > E_{Substrat}$.

Die Diagramme in Abbildung 2.4.7 zeigen klar, wie der Wert der Härte und auch die Höhe des Übergangs mit steigender Fließgrenze und Verfestigung zunimmt. Der Übergang hat eine ähnliche Charakteristik wie die des effektiven E-Moduls, jedoch mit dem Unterschied, dass das Verhältnis der E-Moduln der beteiligten Komponenten keine Auswirkungen auf die Kurvenverläufe zu haben scheint. Im nächsten Abschnitt sollen anhand der in Abbildung 2.4.6 und Abbildung 2.4.7 gezeigten E-Modul- und Härtewerte die jeweiligen Grenzwerte mittels einer Auswahl der vorher diskutierten Extrapolationsformeln berechnet werden.

Die oben genannte Position der halben Höhe des Überganges liegt für alle Kurven bei einer relativen Eindringtiefe von $a/t \cong 2$. Die Breite bis zum Erreichen der Grenzwerte erstreckt sich über drei Größenordnungen hinweg von $a/t \cong 10^{-1} - 10^2$. Für den Fall $\eta = 0$ ergeben sich keine prinzipiellen Änderungen, denn die Härte nimmt ohne Verfestigung erwartungsgemäß lediglich ab (siehe dazu Abbildung A 3 im Anhang).

2.4.2 Auswahl der Extrapolationsformeln

Zur Ableitung einer Extrapolationsformel sollen zunächst einige der vorangehend schon vorgestellten Lösungen überprüft werden. Nach einer Vorauswahl bleiben nur die folgenden Extrapolationsformeln berücksichtigt: der einfache Exponentialansatz von Bhattacharya und Nix mit linearem Exponenten (Gl. (2.10) mit $h_c \rightarrow a$), die einzige analytische Lösung von Gao et al. (Gl. (2.13)) und die Formel zur Beschreibung der Härte von Korsunsky et al. (Gl. (2.15)). In einer Diskussion werden deren Schwachstellen aufgezeigt und eine neue empirisch abgeleitete Formel anschließend vorgestellt. In einer darauf folgenden Fehlerbetrachtung ist eine Qualitätseinschätzung angefügt. Die numerischen Kurvenanpassungen sind ausschließlich mit einer kommerziellen Software zur wissenschaftlichen Datenauswertung angefertigt (Microcal Origin® 5.0). Der Algorithmus arbeitet nach dem Prinzip der Minimierung der Fehlerquadratsumme ϕ laut folgender Definition [20]:

$$\phi(p_1, p_2, \dots) = \frac{1}{n-p} \sum_i \sum_j w_{ji} [y_{ji} - f_j(x_{1i}, x_{2i}, \dots; p_1, p_2, \dots)]^2 \rightarrow 0 \quad (2.16)$$

Die Größen y_{ji} sind die anzupassenden Werte und mit p_i sind die Parameter einer Funktion f der Variablen x gemeint, die wiederum einem beliebigem Modell zugrunde liegen. Die Anzahl der Messpunkte n , vermindert um die Anzahl der freien Parameter p , liefert die Zahl der Freiheitsgrade d . Der Wichtungsfaktor w_{ji} ist in dem hier verwendeten Algorithmus gleich eins gewählt. Die Größe ϕ ist in der weiteren Auswertung ein Maß für die Qualität eines Fits, denn rein optisch sind die Anpassungskurven häufig nicht ausreichend unterscheidbar. In der folgenden Abbildung 2.4.8 sind nur einige Beispiele zur Anwendung der oben genannten Extrapolationsformeln aufgeführt. Die Resultate aus der Studie mit den Parametersätzen 1 und (1a) sind mit dem Korrekturfaktor β (hier $\beta = 1,085$) skaliert, weil dieser zumindest für „weiche“ Materialien mit etwa 100 MPa Fließgrenze sinnvoll erscheint.

Der vorangehende Abschnitt hat gezeigt, dass sich die Modellrechnungen eines Schicht-Substratsystems bei Vertauschung der elastischen Parameter unterscheiden. Es ist auch zu erwarten, dass die Extrapolationsformeln unterschiedliche Ergebnisse liefern, wie die Fitkurven in Abbildung 2.4.8 schon erkennen lassen. Eine relativ nachgiebige Schicht auf einem vergleichsweise steifen Substrat lässt sich insgesamt am besten mit der Lösung von Gao anfitten (ϕ minimal). In den unteren Balkendiagrammen ist der extrapolierte E-Modul mit dem des Simulationwertes normiert. Allgemein gilt, dass der E-Modul des Substrates für diese Materialkombination grundsätzlich unterbewertet ist. Die Schichteigenschaften hingegen lassen sich recht gut reproduzieren, am zufriedenstellendsten nach der Formel von Bhattacharya und Nix. Mit der Größe ϕ lässt sich daraus eine Reihenfolge in der Anpassungsqualität aufstellen. Im linken Histogramm von Abbildung 2.4.8 fällt auf, dass ϕ für den Gao-Fit den kleinsten Betrag annimmt. Die quantitative Angabe von ϕ ist nicht von primärem Interesse, sondern der Vergleich der absoluten Werte, so dass auf eine Achsenbeschriftung verzichtet wird. Im rechten Histogramm bildet sich eine neue Rangfolge

der Extrapolationsansätze heraus. Die Lösung von Gao liefert zu niedrige Schicht- und Substratwerte im Gegensatz zum einfachen exponentiellen Ansatz von Bhattacharya und Nix.

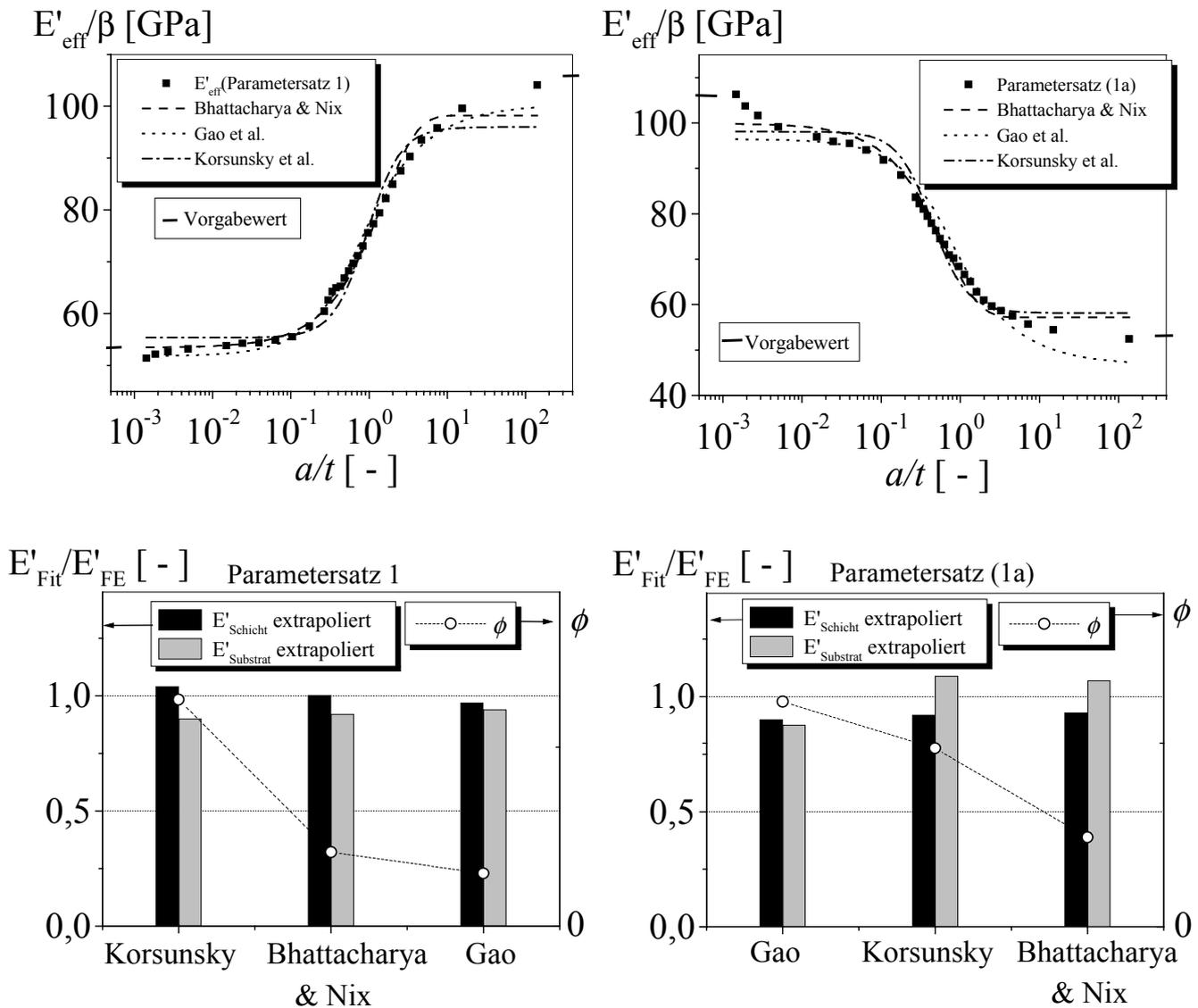


Abbildung 2.4.8: Vergleich dreier Extrapolationsformeln anhand der FE-Simulationen mit den Parametersätzen 1 (oben links) und (1a) (oben rechts). Unten: zugehörige Histogramme zur Bewertung der Fitparameter und der Qualität der Kurvenanpassungen, geordnet nach abnehmender Fehlerquadratsumme ϕ .

Nicht explizit dargestellt ist die bemerkenswerte Tatsache, dass unter Verwendung beider Vorschläge von Bhattacharya und Nix (Gleichungen (2.10) und (2.11)), die das Härteverhältnis von Schicht und Substrat im Vorfeld unterscheiden, diejenige Exponentialfunktion mit dem linearen Argument stets die besseren Ergebnisse liefert. Der quadratische Ansatz scheidet unter diesem Gesichtspunkt bei der Beschreibung der Härte aus. Die Funktion von Korsunsky et al. führt im Mittel zu den größten absoluten Abweichungen von den Vorgabewerten, hat jedoch den Vorteil, dass die Qualität der Extrapolation nicht in

dem gleichen Maße von den Verhältnissen der elastischen Parameter abhängt wie die beiden anderen.

Die Wahl der Formeln ist also entscheidend abhängig von der Art der Probe. Die Fehlerhaftigkeit liegt in allen Fällen in der Unterbewertung des Schichtmoduls und in den Abweichungen im Übergangsbereich, dessen Anpassung häufig zu steil ausfällt und dadurch die Summe der Fehlerquadrate ϕ ansteigt.

2.4.2.1 Ein neuer Vorschlag zur Parameter-Extrapolation

Anhand der zur Verfügung stehenden Daten aus der Parameterstudie ist eine Extrapolationsformel abzuleiten, die Mängel der vorgestellten Ansätze behebt und zur verbesserten Wiedergabe der Eingabeparameter und der Qualität der Anpassung (ϕ) beiträgt. Die Hauptproblematik liegt darin, die Krümmung der Übergänge gleichzeitig mit den Absolutwerten der Grenzwerte zu optimieren. Der Vorschlag einer neuen empirischen Extrapolationsformel lautet

$$E'_{eff} = E'_{Substrat} + (E'_{Schicht} - E'_{Substrat}) \cdot \frac{1}{1 + \gamma_1 \cdot \tanh((a/t)^{\gamma_2})^{\gamma_2/100} \cdot (a/t)^{\gamma_2/5}} \quad (2.17)$$

mit $\gamma_2 = 6$.

Mit Hilfe dieser Formel lassen sich die Effekte, die sich in der Regel über drei Größenordnungen hinweg erstrecken, sehr gut beschreiben. In der Anwendung hat sich ein Wert von $\gamma_2 = 6$ bewährt, der fortan als solcher konstant gehalten wird. Weichen die Werte für γ_2 davon ab, werden bei den nachfolgend präsentierten Experimenten entweder die Moduli der Schicht und des Substrates zu unrealistisch hohen Werten hin extrapoliert oder die Größe ϕ steigt an. Gleichzeitig muss berücksichtigt werden, dass die neue Extrapolationsformel für jedes Steifigkeitsverhältnis der Schicht zum Substrat gleichermaßen gute Ergebnisse zu liefern hat. Die Gleichung enthält also außer den zu extrapolierenden Parametern $E'_{Schicht}$ und $E'_{Substrat}$ letztendlich nur noch den freien Parameter γ_1 .

Die Formel lässt sich mit der gleichen Zuverlässigkeit auch zur Härtebestimmung von Schicht-Substratsystemen anwenden, worauf sich die nachfolgenden Abschnitte konzentrieren.

2.4.2.2 Extrapolationen nach Gleichung (2.17) im Vergleich mit bekannten Lösungen

Der vollständige Datensatz aus der Parameterstudie wurde mit den drei vorangehend diskutierten Extrapolationsansätzen und mit Gleichung (2.17) analysiert und die Qualitätskriterien abschließend zusammengefasst. Als Beispiele für die Verbesserung der Anpassung stehen stellvertretend die folgenden Abbildungen mit Simulationsergebnissen der Parametersätze 2 und (2a) (siehe auch Tabelle 2.2).

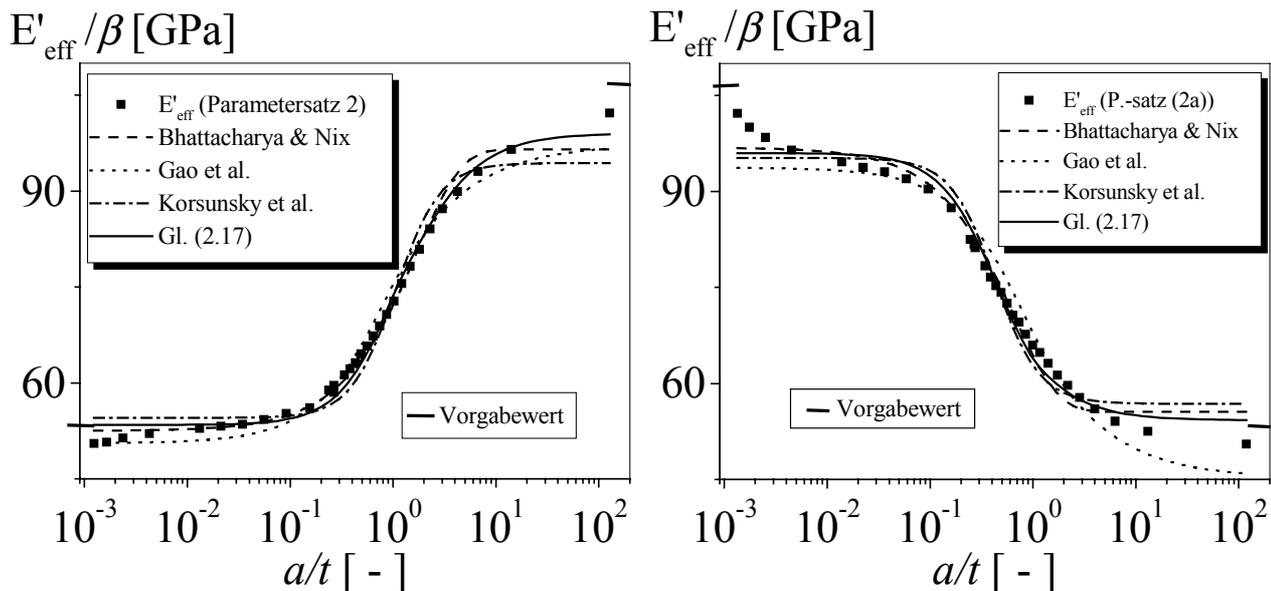


Abbildung 2.4.9: Anwendung der Extrapolationsformel nach Gleichung (2.17) (durchgezogene Linie) im Vergleich mit drei bekannten Formeln.

Auch hier fällt im rechten Diagramm von Abbildung 2.4.9 der zusätzliche Wendepunkt bei $a/t \approx 10^{-2}$ auf, der im Verbund einer steifen Schicht auf weichem Substrat stets vorhanden ist und zu einer Verschlechterung aller Kurvenanpassungen beiträgt. Die durchgezogenen Linien beziehen sich auf Gleichung (2.17) und geben einen ersten Eindruck für die verbesserte Anpassung an die Datenpunkte.

Ein weiteres Vergleichsbeispiel in den Diagrammen der Abbildung 2.4.10 bestätigt, dass Gleichung (2.17) auch zur Beschreibung der Härte geeignet ist. Die analytische Gao-Lösung fehlt, da sich diese schon vom theoretischen Ansatz her nicht an die Beschreibung der Härte eines Werkstoffs anlehnt. Ein prinzipieller Unterschied im Grenzverlauf bei Vertauschung der E-Moduln fällt für keine der numerisch bestimmten Härteverläufe auf. Die hohe Streuung ist auf die großen Deformationen der Elemente aufgrund der niedrigen Fließgrenze und Verfestigung zurückzuführen, die schon im Fall stark duktiler Eigenschaften in den Belastungskurven der Abbildung 2.4.2 zu dem nichtkontinuierlichen Anstieg führt. Zudem ist die Höhe des Überganges sehr gering, denn die Grenzwerte der Härte unterscheiden sich um maximal 10 %.

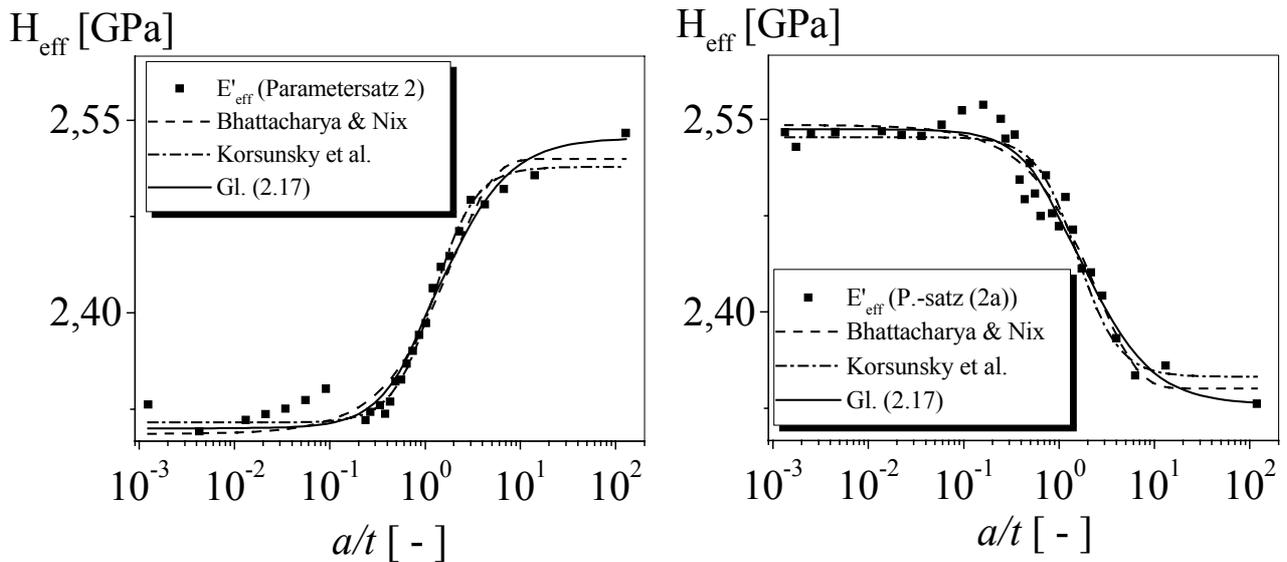


Abbildung 2.4.10: Extrapolationen der Härte, hierbei ohne die analytische Gao-Lösung.

Das lokale Maximum bei $a/t \cong 2 \cdot 10^{-1}$, zu erkennen im rechten Diagramm der Abbildung 2.4.10, tritt nur bei stark duktilen Materialien auf in der Kombination einer steifen Schicht auf einem nachgiebigeren Substrat. Experimentelle Hinweise für solch eine Anomalie sind schon in der Arbeit von Korsunsky et al. [9] zu finden am Beispiel einer Niobnitridschicht (NbN) auf Stahl. Dort liegen die Unterschiede der Härten von Schicht und Substrat außerdem erheblich höher.

Im nächsten Abschnitt wird sich herausstellen, dass die Qualität der Härteanpassung mit Gleichung (2.17), im Gegensatz zu derjenigen der bekannten Lösungen, von den Verhältnissen der elastischen Materialparameter quasi unbeeinflusst bleibt.

2.4.2.3 Bewertung der Extrapolationen

Die oben vorgestellten Diagramme lassen schon rein optisch eine gute Anpassung der Daten durch die neue Extrapolationsformel erkennen. Die folgende Fehlerbetrachtung, in der die Abweichungen der Ergebnisse von den Simulationsparametern und die Höhe der mittleren Fehlerquadrate unter dem Einfluss der Fließgrenze zusammenfasst sind, erweist sich als deutlich aussagekräftiger. Das Verhältnis der vorgegebenen Schicht- und Substratmoduln wird abermals getrennt betrachtet. In den Diagrammen (a)-(d) der Abbildung 2.4.11 ist das Verhältnis der nach Oliver und Pharr bestimmten und anschließend extrapolierten Parametern zu den FE-Eingabewerten dargestellt, wobei die Werte über der variierten Fließspannung aufgetragen sind.

Betrachtet sei zunächst die Wiedergabe der Schichtparameter in Abbildung 2.4.11(a), die als prinzipielles Ergebnis die signifikante Abhängigkeit der Fitkonstanten vom Simulationswert der Fließgrenze offen legt. Die Zuverlässigkeit nimmt mit steigender Fließgrenze eher ab und der Eindruckversuch mit spitzem Prüfkörper und anschließender Auswertung nach Oliver und Pharr ist zumindest für stark duktile Materialien eine geeignete Methode zur Ermittlung der elastischen Eigenschaften. Die angepassten Daten sind unabhängig von der vorgegebenen Fließgrenze vorab mit dem Korrekturfaktor β skaliert worden, um den Einfluss der plastischen Eigenschaften direkt vergleichen zu können.

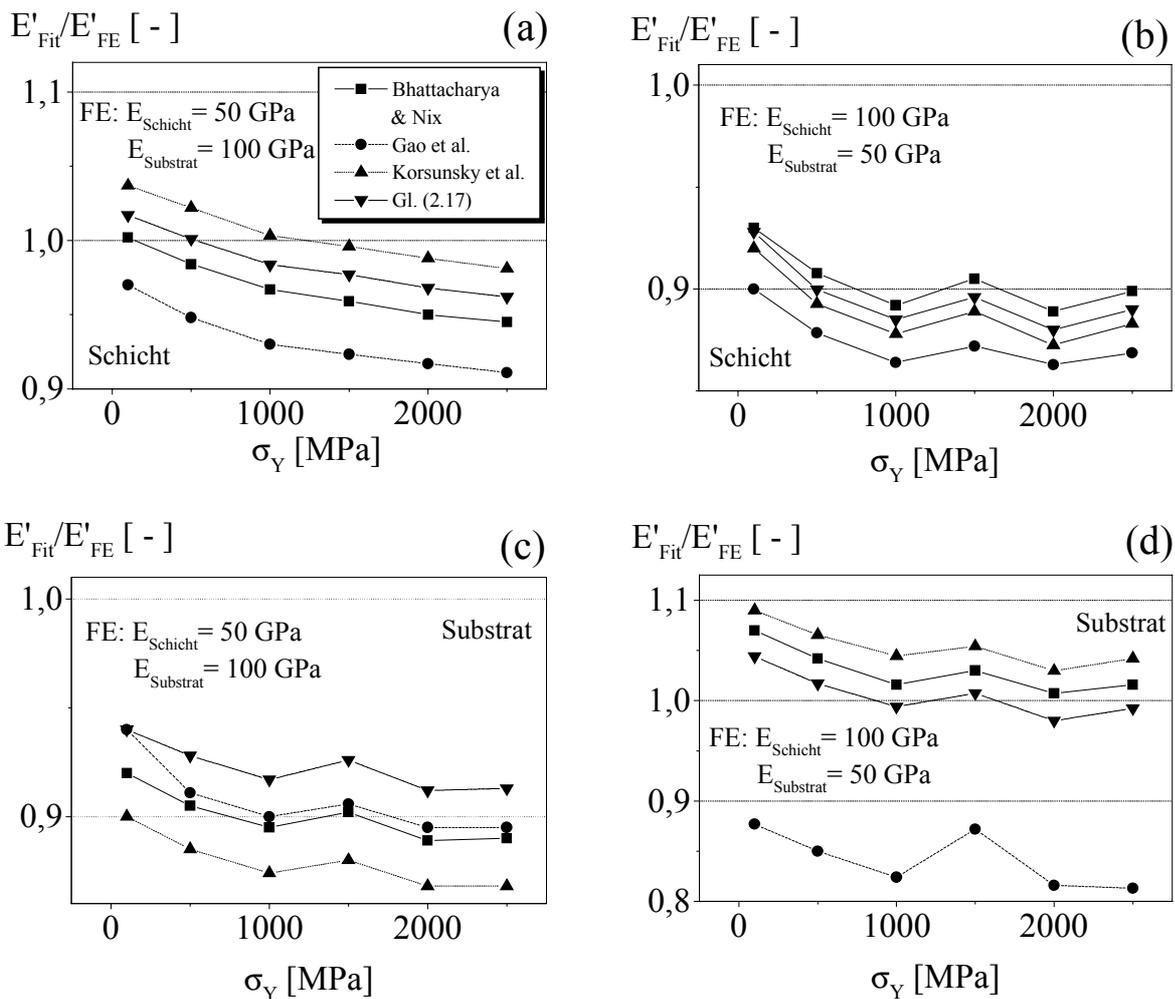


Abbildung 2.4.11: Verhältnis des nach Oliver und Pharr ermittelten und extrapolierten E-Moduls zum jeweiligen Simulationswert der Schicht ((a), (b)) und des Substrates ((c), (d)).

Vorausgesetzt, eine nachgiebige Schicht sei auf einem steifen Substrat aufgebracht, so eignen sich alle Extrapolationsformeln mit Ergebnissen innerhalb eines Fehlers von $\pm 5\%$. Die Ausnahme bleibt die Lösung von Gao et al. Dies liegt offensichtlich an dem fehlenden freien Parameter in Gleichung (2.13), ohne den sich für nahezu elastisches Material noch zufriedenstellende Resultate erzielen lassen, jedoch nicht für Materialien mit duktilen Eigenschaften.

Geht man, wie in Abbildung 2.4.11(b) vorgestellt, vom umgekehrten Steifigkeitsverhältnis von Schicht zu Substrat aus, so lässt sich feststellen, dass der Schichtmodul bis über 12 %, jedoch mit mindestens 7 % unterbewertet ist. An dieser Stelle sei nochmals daran erinnert, dass innerhalb der verwendeten Auswerteprozedur schon die wahre Kontaktfläche einfließt, um etwaige Fehlerquellen im Vorfeld zu minimieren. Der flache Abfall des Schichtmoduls mit zunehmender Fließspannung deutet darauf hin, dass ein konstanter Korrekturfaktor β nicht ausreicht, die Phänomene der parameterabhängigen Fehlbewertung zu korrigieren. Der nichtlineare Verlauf lässt sich infolgedessen zu einer möglichen Neudefinition einer Korrekturfunktion $\beta(\sigma_Y)$ heranziehen.

Sind hingegen die Substratparameter von Interesse, zeigt sich eine Schwachstelle aller Extrapolationen, nämlich die Eigenschaft, dass diese die Höhe des Überganges nicht vollständig nachvollziehen und gleichzeitig eine gute Datenanpassung gewährleisten können. Bei Vertauschung von $E_{Schicht}$ und $E_{Substrat}$ fällt die Unter- beziehungsweise Überbewertung des Substratmoduls antizyklisch zu derjenigen der Schicht aus (Abbildung 2.4.11(c) und (d)). Die Lösung von Gao et al. erweist sich in der Gesamtbewertung als die schlechteste Variante, die vorgeschlagene Extrapolationsformel (2.17) hingegen für alle vier aufgeführten Fälle als die zuverlässigste Methode. Eine weitere Bestätigung dieser Aussage findet sich in der Abbildung 2.4.12, in der die jeweiligen Werte von der Fehlerquadratsumme ϕ für die in Abbildung 2.4.11 präsentierten Fitparameter zusammengefasst sind. Die Abweichungen der neuen Funktion sind am geringsten, wenn der Schichtmodul kleiner ist als der des vorgegebenen Substratwertes. Ist dieser jedoch größer, so stellt sich die Datenanpassung durch einen Fit nach Bhattacharya und Nix als etwas günstiger heraus. Im Gesamtvergleich lassen sich nach Anwendung aller genannten Bewertungskriterien mit Gleichung (2.17) die genauesten Resultate erzielen.

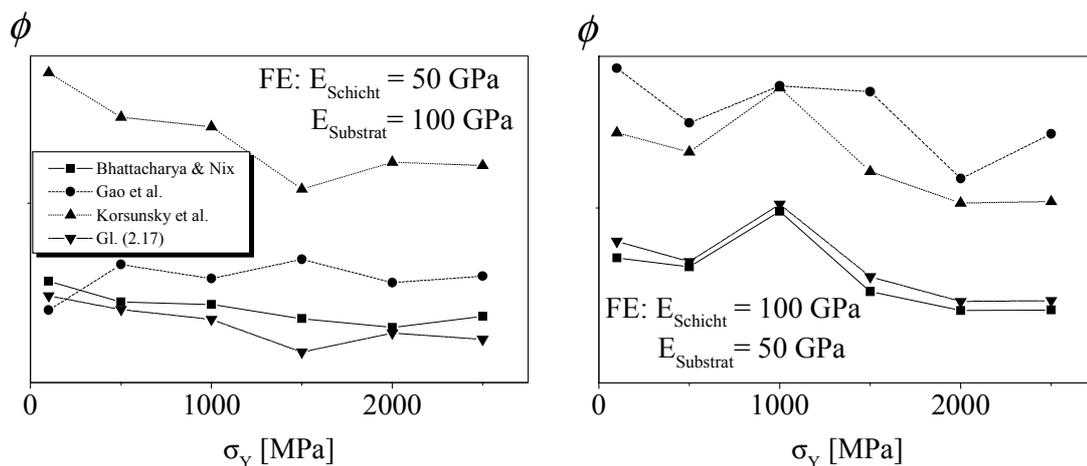


Abbildung 2.4.12: Vergleich der Fehlerquadratsummen ϕ aller E-Modulextrapolationen für nachgiebige Schicht auf steifem Substrat (links) und umgekehrt (rechts).

Der Einfluss der Fließgrenze auf die Summe der Fehlerquadrate ϕ ist im Allgemeinen nicht stark ausgeprägt. Die relativ gute Anpassung an die Ergebnisse der FE-Simulationen ist unter

anderem darauf zurückzuführen, dass weder große Verschiebungen noch Verbreiterungen des Übergangsbereiches in Erscheinung treten im Gegensatz zu den experimentellen Daten, die im nachfolgenden Unterkapitel diskutiert werden. Dort spielen dann Effekte wie Rissbildung, Haftversagen, Porosität und Eigenspannungen im Schicht-Substratverbund eine maßgebliche Rolle, sind jedoch in keiner der Simulationen berücksichtigt. Die bisherigen Ergebnisse motivieren dazu, die Extrapolation der elastischen Eigenschaften mit den bisher vorgestellten Formeln an experimentellen Daten zu praktizieren und die vergleichende Bewertung daran fortzuführen.

Die Extrapolationen an Härtewerte der FE-Simulationen lassen sich quantitativ nur an der Größe ϕ messen und vergleichen, da nur die Fließspannung und das Verfestigungsverhalten direkte Eingabeparameter der FE-Software ABAQUS sind. Die Ergebnisse der Studien zum Härteverlauf sind in den Diagrammen (a) und (b) der Abbildung 2.4.13 zusammengefasst, in denen für jede Fließgrenze eine Vergleichskurve steht. Die ϕ -Achse bleibt wiederum unbeschriftet, da die Absolutwerte um Größenordnungen differieren können und ein anschaulicher Vergleich in der demonstrierten Form nicht möglich wäre.

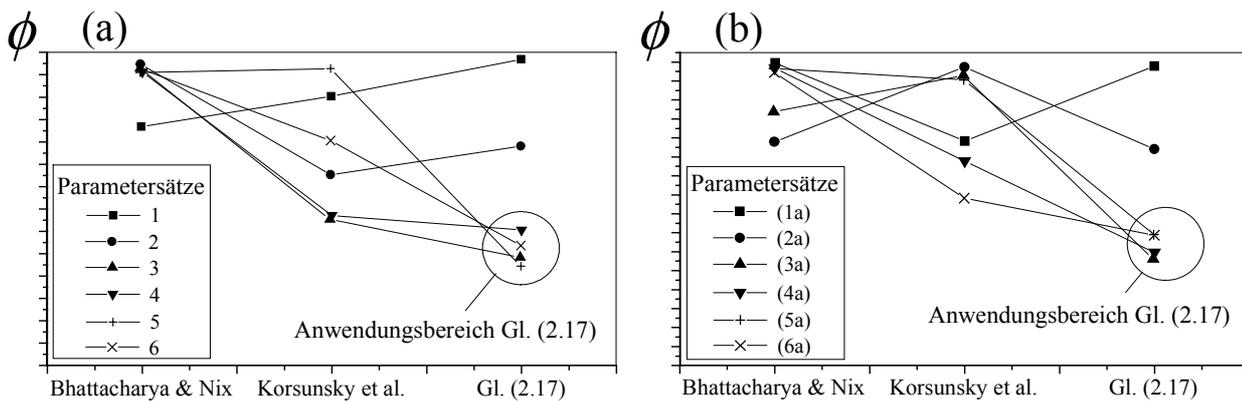


Abbildung 2.4.13: Vergleich der Fehlerquadratsummen der Härteanpassungen mit den drei Extrapolationsformeln von Bhattacharya & Nix, Korsunsky et al. und Gleichung (2.17). (a): Schicht mit einem E-Modul von 50 GPa auf einem steiferen Substrat ($E = 100 \text{ GPa}$), (b): vertauschte E-Moduln.

Auch bei der absoluten Härte sind die Höhen der jeweiligen Fehlerquadrate von der vordefinierten Fließspannung beeinflusst. Dominieren im stark duktilen Bereich ($\sigma_y = 100 \text{ MPa}$) noch der einfache Ansatz von Bhattacharya & Nix und die Formel von Korsunsky et al. ($\sigma_y = 500 \text{ MPa}$), so ist eine deutliche Verringerung der Fehlerquadrate mit Gleichung (2.17) unter Zunahme der Fließgrenze und Verfestigung zu beobachten. Der für die neue Formel als sinnvoll zu erachtende Anwendungsbereich beginnt bei einer Fließgrenze von etwa 1000 MPa, in den Abbildungen jeweils durch einen Kreis markiert. Dies gilt unabhängig von dem definierten Verhältnis der elastischen Eigenschaften von Schicht und Substrat. Diese

Zur Vorbereitung einer Messung muss der gewählte Prüfkörper in den Messschaft eingeschraubt werden. Die Software des UMIS-2000 lässt bei der späteren Auswertung die Wahl von sphärischen und spitzen Eindrückkörpern zu. Die Probe wird zunächst mit Hilfe von Hartwachs auf einen Probenhalter fixiert, der magnetisch ist und in Verbindung mit einer Halteklammer eine gute Ankopplung an den Messtisch ermöglicht. Der komplette Messtisch ist, wie in der Abbildung angedeutet, in der x-y-Ebene verfahrbar. Eine seitlich angebrachte Videokamera mit mehreren Objektiven für eine bis zu 1500-fache Vergrößerung ermöglicht die optische Charakterisierung der Probenoberfläche oder der bereits gesetzten Eindrücke. Die komplette Messeinheit ist federnd gelagert, um Schwingungen von außen möglichst zu dämpfen. Nach Positionierung der Probe unter dem Prüfkörper wird dieser zunächst manuell an die Probe herangefahren und anschließend mit einer Feststellschraube fixiert. Den weiteren Verlauf der Messung regelt die interne Software.

Bei dieser Mikroeindruckanlage handelt es sich um ein kraftgesteuertes, statisches Messsystem, mit dem sich die mechanischen Eigenschaften der oberflächennahen Region eines Materials ermitteln lassen. Das Gerät eignet sich deshalb besonders zur Charakterisierung von dünnen Schichten. Die computergesteuerte Kontrolleinheit erlaubt es, komplette Last-Eindringzyklen aufzunehmen, d.h. eine Belastung mit unmittelbarer, vollständiger Entlastung oder zyklischen Teilentlastungen- und Wiederbelastungen. Der verwendete Prüfkörper wird mit Hilfe eines Piezoelements kraftgesteuert gegen die Probe bewegt. Ein induktives Wegmesssystem (LVDT1), in Abbildung 2.5.1 als LVDT1-(Kraft) bezeichnet, ermittelt die Auslenkung der Federelemente und liefert somit indirekt die tatsächlich aufgebrachte Last. Die Steuerungseinheit kann die Piezospaltung entsprechend nachregeln. Ein weiterer induktiver Wegaufnehmer (LVDT2) ermittelt die Eindringtiefe aus der Vertikalverschiebung des Messschaftes. Dies geschieht jedoch nicht kontinuierlich, sondern schrittweise, wobei die Inkrementweite der Messpunkte variabel ist, hier jeweils fünfzig Schritte für den Be- und Entlastungszyklus. Die Daten werden über einen Digital/Analog-Wandler an den Messrechner weitergeleitet. Die Kraftauflösung beträgt $1\mu N$ und die Wegmessung arbeitet laut Herstellerangaben mit einer Zuverlässigkeit von $\pm 5\text{ nm}$. Die Obergrenzen der Messbereiche von Kraft- und Wegaufnehmer lassen sich um den Faktor 10 erweitern von 100 mN auf 1000 mN und von $2\mu\text{m}$ auf $20\mu\text{m}$. Die Anzahl und die Position der Eindrücke einer Messreihe lassen sich in Form von *Layout-Dateien* vorprogrammieren. Für die in diesem Kapitel vorgestellten Messungen wurden Felder definiert, in denen 18 Lastschritte zwischen $0,5\text{ mN}$ bis 100 mN und 10 Schritte innerhalb der Lasten 100 mN und 1000 mN vorgegeben sind. Zu jedem einzelnen Lastschritt sind fünf Eindrücke vorgesehen, wobei die gemessenen Last-Eindringkurven anschließend noch eine Einzelkontrolle des Experimentators durchlaufen müssen. Dies hat den Zweck, so genannte „Ausreißer“ im Vorfeld zu erkennen und gegebenenfalls herauszunehmen, so dass die anschließende Mittelung der Kurven nicht verfälscht wird.

Die Auswertung der Messungen lässt sich danach vollständig mit der internen Software ausführen, die jedoch zur Skalierung der Eindringtiefen noch eine individuell für den gebrauchten Prüfkörper bestimmte Kalibrierungskurve benötigt. Wie bei der Beschreibung der Methode von Oliver und Pharr schon erwähnt, liegt dies darin begründet, dass ein realer,

selbstähnlicher Prüfkörper keine ideale Spitze aufweist. Diese ist herstellungs- und abnutzungsbedingt immer *verrundet*, so dass insbesondere bei sehr geringen Eindrücktiefen immer von einer systematischen Fehlinterpretation der Daten auszugehen ist. Mittels Kalibrierungsmessungen an Glas, dessen Eigenschaften sehr genau bekannt sind und dessen Härte lastunabhängig ist, lässt sich eine Flächenfunktion des Prüfkörpers experimentell bestimmen. Für alle in dieser Arbeit präsentierten Ergebnisse kam ein Berkovichdiamant (dreiseitige Pyramide; Bezeichnung: BSYN1) zum Einsatz.

2.5.2 Die PVD-Proben

Bei den zur Verfügung stehenden Proben handelt es sich um PVD-Hartstoffschichten aus Titanitrid und Titan-Aluminiumnitrid. Das PVD-Verfahren (**Physical Vapour Deposition**) ist eines der am häufigsten verwendeten Beschichtungsverfahren, bei dem durch Ionenbeschuss das Beschichtungsmaterial, welches in fester Form vorliegen muss, herausgeschlagen, innerhalb einer Vakuumkammer auf das gewünschte Substratmaterial hin beschleunigt und anschließend kondensiert wird. Die entscheidenden Parameter bei der Schichtherstellung sind die Beschleunigungsspannung, der Partialdruck einer Schutzgasatmosphäre (z. B.: Argon) und die Beschichtungsdauer. Die in dieser Arbeit vorgestellten Proben wurden im Institut für Materialforschung I im Forschungszentrum Karlsruhe hergestellt. Die Oberflächenbeschaffenheit der Schichtsysteme lässt eine präzise, streuungsarme Auswertung für kleinere Eindrucklasten als $0,5\text{ mN}$ nicht zu. Die drei ersten der in Tabelle 2.3 vorgestellten Proben sind im Rahmen einer Diplomarbeit von Gebhardt [23] bereits teilcharakterisiert worden, jedoch hier erneut unter modifizierten Messparametern und einem neuem Prüfkörper untersucht worden. Bei den drei verbleibenden Proben handelt es sich um Titan-Aluminiumnitridschichten auf VA-Stahl-Substrat mit unterschiedlichen Schichtdicken. Die Tabelle 2.3 enthält die Proben- und Materialbezeichnungen sowie die jeweilige Schichtdicke.

Zur Wahl der Messparameter bedarf es zunächst einer Vorbemerkung. In den vorangehenden Finite Elemente Simulationen war es möglich, die relative Eindringtiefe über fünf Größenordnungen hinweg zu variieren. Dies ist im Experiment aufgrund von messtechnischen Beschränkungen nicht möglich. Dennoch wurde versucht, auch für sehr kleine relative Eindringtiefen noch Eindrücke zu setzen ($a/t < 0,1$). Der Fehler kann hierbei erheblich sein, einhergehend mit einer systematischen Zunahme des ermittelten E-Moduls und der Härte. Dieser Effekt ist bereits bekannt. Er wurde jedoch bisher nicht vollständig verstanden und lässt sich auch nicht durch die stets vorhandene Spitzenverrundung des Prüfkörpers begründen.

Der von der UMIS-Software berechnete effektive, reduzierte E-Modul sowie die absolute Härte erreichen dabei teilweise überhöhte Werte, die trotzdem in die Auswertung mit aufgenommen wurden, um einen möglichst weiten Bereich relativer Eindrücktiefen abdecken zu können. Ziel ist nach wie vor eine möglichst präzise Kurvenanpassung an die experimentellen Daten und die Extrapolation der reinen Schicht- und Substratparameter. In

der Anwendung muss zuvor allerdings eine Abschätzung erfolgen, um die Schranken eines vernünftigen Messbereiches festzulegen, vor allem dann, wenn die Parameter von Dünnschichten gesucht sind.

Probenbezeichnung	Schicht	Substrat	Schichtdicke
(1) BCNS	Ti(B,C,N)	Stahl	5,0 μm
(2) N83H	TiN	Hartmetall	8,3 μm
(3) N83S	TiN	Stahl	8,3 μm
(4) VA814NO	Ti _{0,5} Al _{0,5} N	Stahl (VA)	2,4 μm
(5) VA820	Ti _{0,5} Al _{0,5} N	Stahl (VA)	2,4 μm
(6) VA929C	Ti _{0,5} Al _{0,5} N	Stahl (VA)	0,5 μm

Tabelle 2.3: Die zum Eindruckversuch mit dem UMIS-2000 verwendeten Proben.

2.5.3 Experimentelle Last-Eindruckkurven und eine Fehlerabschätzung der abgeleiteten Größen

Je nach untersuchtem Werkstoff treten beim Eindruckversuch verschiedene Effekte auf, die teilweise entscheidenden Einfluss auf die abgeleiteten Materialparameter ausüben können. Ursächlich sind hierbei die bereits angesprochene Aufwölbung oder das Einsinken von Material am Kontaktrand, Rissentstehung in der Schicht oder Delamination in der Grenzfläche zum Substrat. Die Porosität sowie die Rauigkeit der Oberfläche spielen häufig eine große Rolle und bedeuten bei kleinen Lasten eine teils erhebliche Fehlerquelle.

Die Oberflächenbeschaffenheit spiegelt sich direkt in den gemessenen Kurven wieder. Die vergrößerten Ausschnitte in den Diagrammen der Abbildung 2.5.2 sind Beispiele dafür, dass sich mit dem UMIS-2000, hier für Lasten von 0,5 mN , noch nahezu elastische Eindrücke mit geringen plastischen Verformungen setzen lassen. Die Diagramme enthalten eine Auswahl der experimentellen Daten einer Messreihe mit den Proben BCNS und VA820. Die gemessenen Eindrucktiefen bei der kleinsten Last von 0,5 mN liegen im Nanometerbereich und somit weit unterhalb einem Prozent der Schichtdicke. Man kann also davon ausgehen, die reinen Schichtparameter zu bestimmen, doch es fällt auf, dass die Daten streuen und der Beginn der jeweiligen Entlastung nicht vollkommen linear verläuft. Im Hinblick auf die experimentell bedingten Messungenauigkeiten, die zu einer hohen Standardabweichung des abgeleiteten E-Moduls und der Härte führen, ist trotz der offenbar gelungenen Messung Vorsicht bei der Interpretation der Endresultate angebracht.

Die Kurvenschar im oberen Diagramm der Abbildung 2.5.2 zur Probe BCNS deutet auf gleichmäßige Schichtbeschaffenheit aufgrund der nahezu deckungsgleichen Belastungskurven hin. Trotz der maximalen Tiefe von etwa 1,9 μm , die einem a/t -Verhältnis von ungefähr 1,06 entspricht, ist die vorhandene plastische Deformation des Substrats vor allem bei den

oberen Kurven dominant im Gegensatz zu den Ergebnissen der Messreihe zur Probe VA820. Dort ist in allen Kurven bei etwa 400 nm ein leichter Knick und somit ein Versagen der Schicht festzustellen.

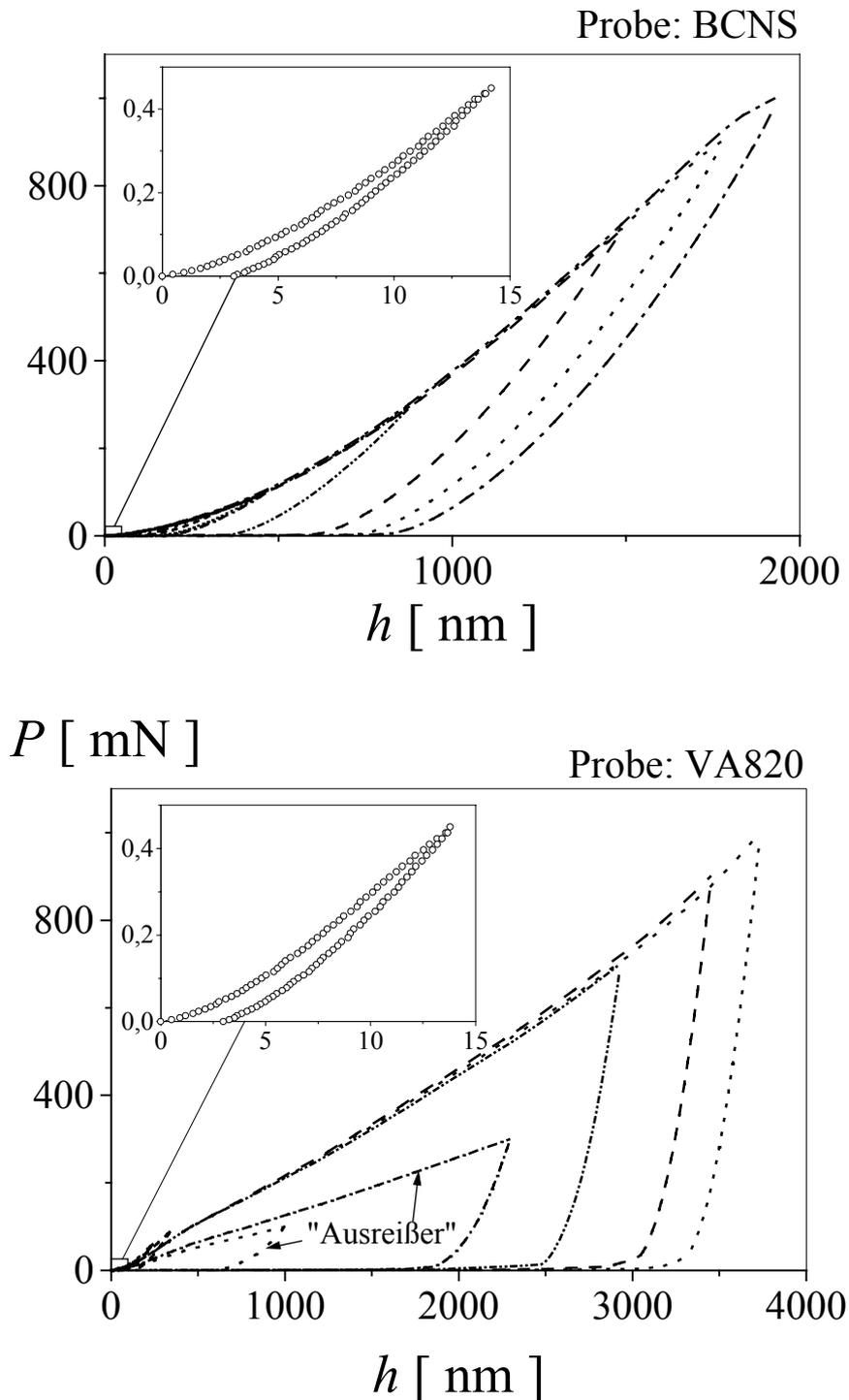


Abbildung 2.5.2: Auswahl der mit dem UMIS-2000 im Rahmen einer Messreihe bestimmten Last-Eindruckkurven am Beispiel der Proben BCNS (oben) und VA820 (unten).

Grund ist vor allem die geringe Schichtdicke der Probe VA820 von $2,4 \mu\text{m}$, die bei der erreichten relativen Eindringtiefe von $a/t = 0,46$ bereits versagt im Gegensatz zur Schicht der Probe BCNS. Aus den vorherigen FE-Simulationen geht hervor, dass das Substrat ab einer solchen relativen Eindringtiefe durchaus entscheidenden Einfluss nehmen kann. Die beiden im unteren Diagramm als „Ausreißer“ bezeichneten Kurven sind Hinweise auf eine Unregelmäßigkeit der Probenoberfläche. Eine Kontrolle unter dem Mikroskop mit Videoanschluss zeigte eine Beschädigung und Verunreinigung der Schicht an der betroffenen Stelle. Somit empfiehlt sich auch nach vorheriger Einzelkontrolle immer eine Auftragung aller Daten einer Messreihe wie in Abbildung 2.5.2.

Ein Indiz für abruptes Schichtversagen, etwa durch Rissbildung in der Schicht oder Delamination, ist an den bisher vorliegenden experimentellen Daten nicht festzustellen im Gegensatz zu Beobachtungen an der Titan-Aluminiumnitridschicht der Probe VA814NO. In Abbildung 2.5.3 ist eine aus der Messreihe zu dieser Probe herausgegriffene Last-Eindruckkurve ($P_{\text{max}} = 300 \text{ mN}$) zu sehen, die an drei Stellen deutliche Sprünge und somit spontanes Versagen anzeigt. Diese Schicht scheint im Vergleich zu Probe VA820 trotz gleicher Zusammensetzung deutlich spröder zu sein, wie die Sprünge in der Belastungskurve zeigen. Hier ist kein Abknicken der Kurve durch Einsetzen plastischer Deformation im Substrat erkennbar.

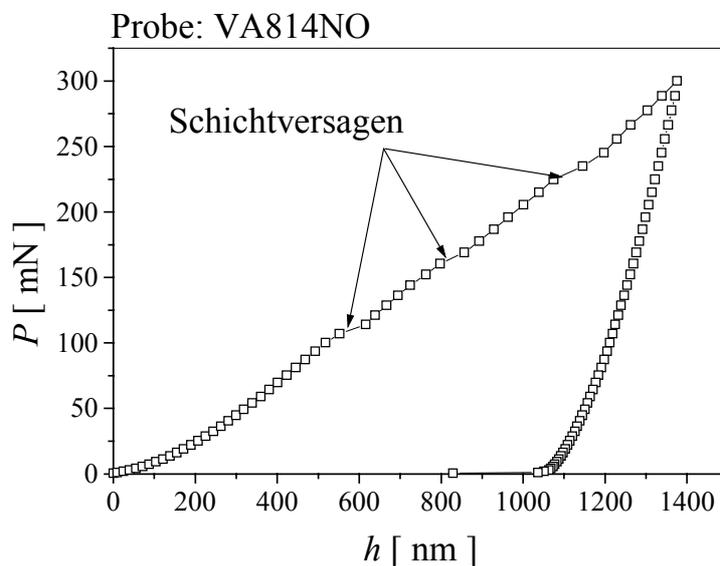


Abbildung 2.5.3: Einzelne Eindruckkurve, gemessen an der Titan-Aluminiumnitridschicht der Probe VA814NO zur Demonstration der typischen Anzeichen spröden Schichtversagens.

Der kurze Einblick in die Charakteristik der experimentell bestimmten Last-Eindruckkurven vermittelt einen Eindruck über die erkennbaren Einflussgrößen bei der Untersuchung von Dünnschichtsystemen. Trotz der Tatsache, dass jede Eindruckkurve einzeln begutachtet wird,

ist also mit lastabhängigen Fehlern zu rechnen, die ebenso proben- wie maschinenabhängig sind und mit einkalkuliert werden müssen.

Fehlerbetrachtung

Bei der Durchführung des Eindruckversuchs kommt es bei der Ermittlung der Kraft- und der Eindrucktiefe stets zu messtechnisch bedingten Fehlern. Die Bestimmung der Entlastungssteifigkeit unterliegt zudem numerischen Fehlern und die Ermittlung der Kontaktfläche unterliegt Abweichungen durch eine nicht exakte Spitzenkorrekturfunktion. In der von der UMIS-Software übernommenen Auswertung pflanzt sich dieser Fehler weiter fort. Als mögliches Maß für die Abschätzung des Gesamtfehlers bietet sich die von der UMIS-Software berechnete Standardabweichung für alle abgeleiteten Größen an. Diese Standardabweichung wird prinzipiell mit zunehmender Last und Eindrucktiefe abnehmen, weil die Kraft-Wegmessung dadurch zuverlässiger wird und die Spitzenkorrektur kaum noch eine Rolle spielt.

Die probenbedingte Streuung der Messwerte, etwa aufgrund der Oberflächenrauigkeit, wird vorab schon dadurch minimiert, dass mehrere Eindrücke bei gleicher Last durchgeführt werden und man so einen Mittelwert erhält.

Es wurden nun Proben mit unterschiedlicher Schichtdicke untersucht und die ermittelten Standardabweichungen verglichen. Trägt man die Werte gegen die jeweilige relative Eindrucktiefe a/t auf, streuen die Daten, da sich die jeweils zugrundeliegenden absoluten Eindrucktiefen unterscheiden. Die Datenpunkte lassen sich durch eine passende Ausgleichskurve erfassen, die hier als mittlere Standardabweichung $\bar{\sigma}(a/t)$ bezeichnet wird und nicht zu verwechseln ist mit dem Symbol für die Spannung σ . Für die in Tabelle 2.3 aufgelisteten Proben ergibt sich ein Fehler bei der E - und H -Bestimmung, wie er in beiden Diagrammen der Abbildung 2.5.4 durch die schwarzen Quadrate dargestellt ist. Die durchgezogene Linie ist ein nichtlinearer Fit nach Gleichung (2.18), die empirisch bestimmt wurde und sich aus der Summe zweier einfacher Exponentialfunktionen und einem Grenzwert für große Eindringtiefen A_0 zusammensetzt

$$\bar{\sigma}(a/t) = A_0 + A_1 \cdot e^{-\frac{a/t}{B_1}} + A_2 \cdot e^{-\frac{a/t}{B_2}} \quad (2.18)$$

Diese Art der Fehlerabschätzung erübrigt die Bestimmung der Standardabweichung jedes einzelnen Datenpunktes. Sie gibt den realen Sachverhalt der starken Fehlerhaftigkeit mit abnehmender relativer Eindrucktiefe repräsentativ wieder.

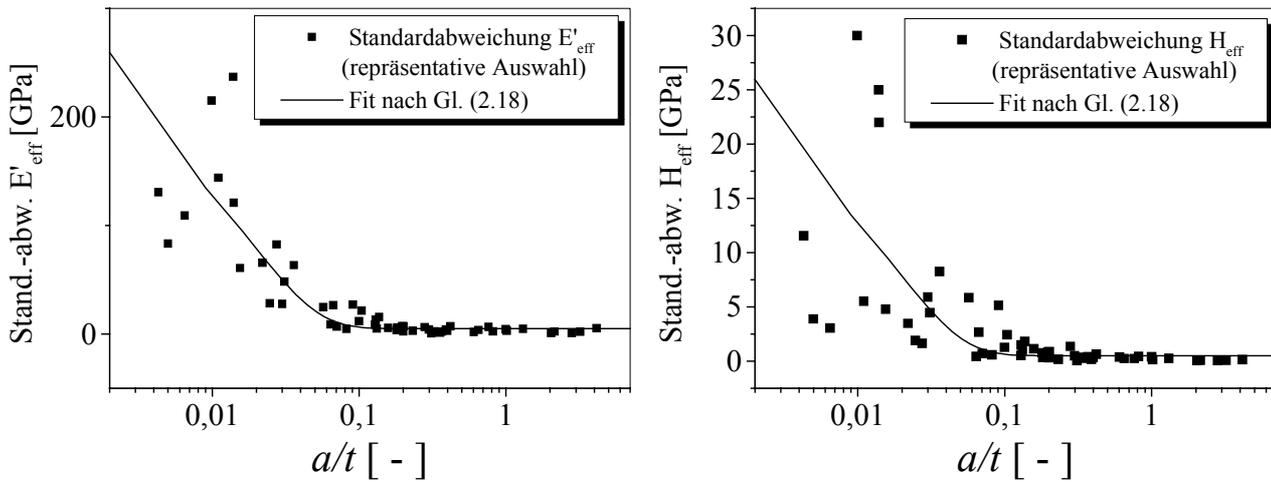


Abbildung 2.5.4: Von der UMIS-Software berechnete Standardabweichungen einer Auswahl von E - (links) und H -Messungen (rechts) an den Proben aus Tabelle 2.3 mit Ausgleichskurven nach Gleichung (2.18).

Die Parameter der Ausgleichskurven sind in der Tabelle 2.4 zusammengefasst. In den Diagrammen der nachfolgend gezeigten experimentellen Daten sind die Höhen der angegebenen Fehlerbalken für die ermittelten Materialparameter E und H nach Gleichung (2.18) berechnet.

FITPARAMETER	FÜR E-MODUL	FÜR HÄRTE
A_0 [GPa];	5,1	0,5
A_1 [GPa];	203	21
A_2 [GPa];	203	21
B_1	0,03	0,02
B_2	0,002	0,002

Tabelle 2.4: Fitparameter der nach Gleichung (2.18) ermittelten Ausgleichskurven in Abbildung 2.5.4.

2.5.4 Extrapolation der experimentellen Daten

Die vier Diagramme der Abbildung 2.5.5 beinhalten als Beispiele die Messdaten des effektiven E-Moduls und der Härte der Probe BCNS als Funktion der relativen Eindringtiefe a/t . Bemerkenswert ist, dass die Daten mit abnehmender Eindringtiefe einem großen Fehler unterliegen. Die Extrapolationen nach Bhattacharya und Nix, Korsunsky et al. und Gleichung (2.17) liegen bis auf geringe Abweichungen nahe beieinander. Auffallend schlecht werden die Ergebnisse durch die Formel von Gao et al. beschrieben. Der zugehörige Fit sagt sogar einen negativen Substratmodul voraus. Der Ansatz kann somit keine Übergangskurven beschreiben, deren Werte auf halber Höhe des Übergangs deutlich entfernt von $a/t \approx 1$ liegen.

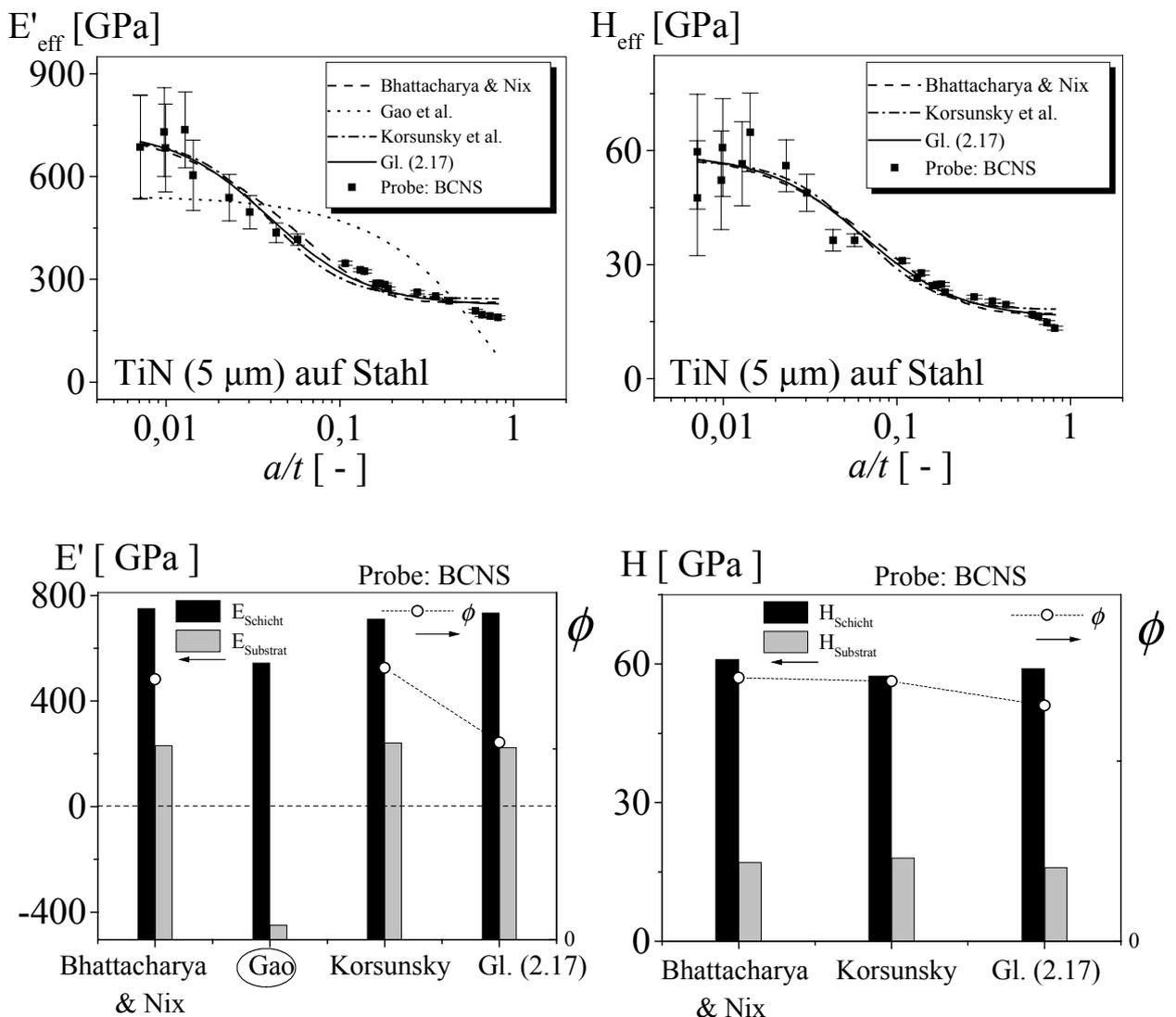


Abbildung 2.5.5: Oben: effektiver E-Modul und Härte der Probe BCNS mit den abgeschätzten Fehlerbalken nach Gleichung (2.18). Unten: Histogramme mit den zugehörigen Fitparametern und der Fehlerquadratsumme ϕ zur Bewertung der Extrapolationen.

Die Summe der Fehlerquadrate ϕ , zusammengefasst in den Histogrammen der Abbildung 2.5.5, ist dementsprechend hoch und nicht in der Grafik abgebildet, um die verbleibenden Werte noch vergleichen zu können. Die extrapolierten Schicht- und Substratmodul unterscheiden sich für die übrigen drei Funktionen nur geringfügig, die Summe der Fehlerquadrate ϕ hingegen fällt mit Gleichung (2.17) für E-Modul und Härte am niedrigsten aus. Die Resultate zu den fünf verbleibenden Proben, die das Anwendungspotential der neuen Formel ebenso bestätigen, sind im Anhang aufgeführt (Abbildung A 4 bis Abbildung A 8). Zum Vergleich der ermittelten Fitparameter sind die Daten zur Probe BCNS nochmals tabellarisch aufgeführt. Die Werte zu den übrigen Proben sind im Anhang zusammengefasst.

	BHATTACHARYA & NIX	GAO	KORSUNSKY	GL. (2.17)
$E'_{Schicht} [GPa]$	750	544	710	734
$E'_{Substrat} [GPa]$	232	-449!	242	224
$\phi [GPa^2]$	1501	14168	1567	1137
$H_{Schicht} [GPa]$	61	-	57,4	62,5
$H_{Substrat} [GPa]$	17,1	-	18	13,3
$\phi [GPa^2]$	19	-	18,75	17,2

Tabelle 2.5: Ermittelte Fitparameter zur Probe BCNS.

Das Kapitel über die Bestimmung der mechanischen Eigenschaften von Schichtsystemen hat das Ziel der verbesserten Beschreibung der Härte und des E-Moduls als Funktion der relativen Eindringtiefe und die Extrapolation der reinen Schicht- und Substratparameter. Die beschriebene Vorgehensweise mit der FE-Simulation des Eindruckversuchs ermöglicht die Berechnung des E-Modul- und Härteverlaufs über fünf Größenordnungen des a/t -Verhältnisses hinweg, einem Bereich, der in diesem Umfang experimentell nicht erfasst werden kann. Die im Rahmen der Parameterstudie gewonnenen Daten dienen der Bewertung bereits bekannter Extrapolationsformeln und der Ableitung einer neuen Relation (Gl. (2.17)). Vergleichsdiagramme belegen die mit Gleichung (2.17) verbesserte, in der Fehlerquadratsumme ϕ erfasste Kurvenanpassung und die präzisere Wiedergabe vorgegebener Werkstoffparameter. Ein zusätzlicher und mit Hilfe der Parameterstudie gefundener Effekt ist die Asymmetrie des E-Modulverlaufs bei Umkehrung der elastischen Konstanten von Schicht und Substrat. Ein weiterer Aspekt ist der Korrekturfaktor β (Gl. (2.7)), der für stark duktile Materialien gute Resultate liefert, für harte Oberflächen hingegen nicht geeignet ist. Die Parameterstudie berücksichtigt auch lediglich ein bilineares, elastisch-plastisches Materialmodell, das nicht alle die in Experimenten zu erwartenden Effekte erfassen kann. Die in Messreihen an Titanitrid- und Titan-Aluminiumnitridschichten ermittelten Daten ermöglichen die praktische Anwendung der gewonnenen Erkenntnisse. Mit Ausnahme der Probe N83H (siehe Abbildung A 4) lassen sich die experimentellen E - und H -Werte mit der neuen Extrapolationsformel stets am besten anpassen.

3 Grenzflächenversagen optisch transparenter Schichten

Dieses Kapitel stellt einen neuen bruchmechanischen Test vor, mit dem es möglich ist, die Bruchfestigkeit einer Grenzfläche zwischen zwei unterschiedlichen elastischen Materialien zu charakterisieren. Der experimentelle Teil und die Auswerteprozedur, in Verbindung mit einer Finite Elemente Analyse, werden detailliert beschrieben. Mit Hilfe eines substratseitig eingeschliffenen Stempels lässt sich ein kreisförmiger Grenzflächenriss auslösen. Die Simulation des Experiments mit der FE-Methode liefert die notwendigen Parameter zur Berechnung des komplexen Spannungsintensitätsfaktors \tilde{K} . Hierzu wird das Konzept der Spannungsintensitätsfaktoren zur Beschreibung von Grenzflächenrissen erläutert und ein neuer Vorschlag zur Definition einer häufig verwandten charakteristischen Länge unterbreitet. Die Analyse liefert K_1 - K_2 -Phasendiagramme am Beispiel von Metall-Epoxid-Verbunden zur Charakterisierung des Haftversagens, woraus sich nachfolgend ein Bruchkriterium ableiten lässt.

3.1 Motivation und Stand der Literatur

Das Versagen von Mehrstoffverbunden, verursacht durch Grenzflächenrisse, ist ein seit langem bekanntes Problem. Die bruchmechanische Erfassung der Grenzflächenrisszähigkeit ist darüber hinaus von allgemeinem Interesse in den Ingenieurwissenschaften. Das Problem liegt hierbei in den singulären Normal- und Scherspannungen, die bei Zwei- oder Mehrstoffverbunden aufgrund unterschiedlicher elastischer Materialkonstanten stets gekoppelt sind und in einem bestimmten Verhältnis vorliegen. Das Anwendungspotential einer bruchmechanischen Beschreibung ist sehr groß und reicht von der Herstellung von Mikrokomponenten wie Computerchips bis hin zu beschichteten makroskopischen Maschinenbauteilen.

Einige Lösungsansätze zur Berechnung der Spannungen und Verschiebungen an Grenzflächenrissen gehen auf frühe Arbeiten von Williams [7], Erdogan [24], [25], England [26] und Rice et al. [27] zurück, die alle von einem rein elastischen Material ausgehen. Die Lösung von Williams sagt Spannungsoszillationen nahe der Risspitze voraus, deren Stärke sich durch den so genannten komplexen Spannungsintensitätsfaktor \tilde{K} beschreiben lässt. Das Hauptproblem dieses Formalismus ist eine vorausgesagte Durchdringung der Rissflächen nahe der Spitze, doch durch die Annahme einer kleinen und reibungsfreien Kontaktzone hinter der Risspitze konnte Comninou ([28], [29]) diese Durchdringung eliminieren. Auch Shih und Asaro [30] konnten aufzeigen, dass der formal korrekte, aber physikalisch unsinnige Effekt im elastisch-plastischen Nahfeld ohnehin verschwindet. Zum Kleinbereichsfließen in der plastischen Zone ist noch die Arbeit von Zywicz und Parks [31] zu nennen. Eine

Zusammenfassung der wichtigsten Untersuchungen zur Grenzflächenproblematik ist in einem weit reichenden Übersichtsartikel von Hutchinson und Suo [32] zu finden.

Seit Beginn der Untersuchungen von Mehrstoffverbunden sind beachtliche Anstrengungen unternommen worden, die bruchmechanischen Materialparameter experimentell zu erfassen. Viele Testmethoden und Probengeometrien sind bekannt wie beispielsweise der häufig verwandte Biegetest von Charalambides et al. [33]. Ikeda et al. [34] gelang es, den Real- und Imaginärteil von \tilde{K} mit Hilfe der Randelement-Methode aus Daten von Zugversuchen zu berechnen. Sie stellten ein Versagenskriterium zur Beschreibung des Grenzflächenversagens auf für überlagerte Normal- und Scherbeanspruchungen (englisch: *mixed-mode loads*). Hierzu definierten sie eine erstmals von Erdogan [24] eingeführte, zur Risslänge proportionalen, charakteristische Länge l um und gingen fortan von einer materialabhängigen und konstanten Größe aus ($l \approx 10 - 1000 \mu\text{m}$).

Die meisten der bekannten Prüftests operieren unter Bedingungen mit einem bestimmten, jedoch konstant bleibenden Verhältnis von Normal- zu Schubspannungskomponente nahe der Risspitze. Zur Aufstellung eines Versagenskriteriums muss dieses Verhältnis sukzessive variiert werden, so dass es einer hohen Anzahl von Experimenten bedarf mit dem Nachteil einer hohen Streuung der Messdaten.

Die charakteristischste Eigenschaft einer Grenzfläche ist die starke Abhängigkeit der Energiefreisetzungsrates vom Verhältnis der beteiligten Belastungsmoden [35], ausgedrückt durch den Winkel $\Psi = \arctan(K_1 / K_2)$ mit K_1 und K_2 , dem Real- und Imaginärteil des komplexen K -Faktors.

Zur Durchführung eines bruchmechanischen Tests wird in dieser Arbeit eine neue Probe präsentiert, die es erlaubt, die Spannungsverhältnisse während der Rissausbreitung kontinuierlich zu variieren. Die Messergebnisse gehen direkt in eine Finite-Elemente-Analyse ein, die wiederum in eine Auswerteprozedur eingebunden ist, deren Ablauf in den folgenden Abschnitten noch ausführlich beschrieben wird.

Im Anschluss an die theoretische Beschreibung von Grenzflächenrissen, in der die Grundgleichungen der Analyse abgehandelt werden, schließen sich die Proben- und Versuchsbeschreibung an. Ziel der Arbeit ist die Bestimmung der bruchmechanischen Parameter und die darauf folgende Ableitung eines Versagenskriteriums.

3.2 Zur Theorie der komplexen Spannungsintensitätsfaktoren

Im Vergleich zur Bruchmechanik von homogenen Materialien treten an der Grenzfläche zweier unterschiedlicher Werkstoffe kompliziertere Spannungsverhältnisse auf. Die hier vorgestellte Analyse beschränkt sich auf Grenzflächen zwischen zwei isotropen und rein elastischen Materialien mit unterschiedlichen E-Moduln, wobei die Poissonzahlen als identisch betrachtet werden. Die verwendeten Risskoordinaten sind in der Abbildung 3.2.1 skizziert.

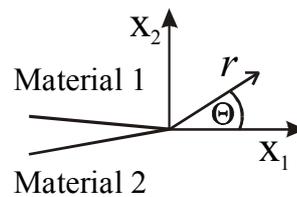


Abbildung 3.2.1: Koordinaten an der Spitze eines Grenzflächenrisses.

Bei einem reinen Grenzflächenriss liegt nahe der Riss Spitze ein intrinsisch gekoppelter Zustand der Belastungsmoden vor. Zur Berücksichtigung der unterschiedlichen elastischen Materialeigenschaften wird der so genannte Fehlanpassungs-Parameter

$$\varepsilon = \frac{1}{2\pi} \ln \left(\frac{\mu_1 + \mu_2 \kappa_1}{\mu_2 + \mu_1 \kappa_2} \right) \quad (3.1)$$

definiert, mit den Schubmoduln μ_i ($i=1,2$) und den aus den Poissonzahlen ν_i ($i=1,2$) gebildeten Beziehungen $\kappa_i = 3 - 4\nu_i$ im Falle ebener Dehnung und $\kappa_i = (3 - \nu_i)/(1 + \nu_i)$, falls ein ebener Spannungszustand vorliegt. Ob der Riss nun perfekt entlang der Trennflächen verläuft oder abknickt, hängt von der relativen Festigkeit der Grenzfläche zu derjenigen des angrenzenden Materials ab. Die von Williams [7] eingeführte oszillierende Spannungssingularität lässt sich durch den komplexen Spannungsintensitätsfaktor $\tilde{K} = K_1 + iK_2$ beschreiben. In der vorliegenden Studie wird der Ansatz von Sun und Jih [36] zugrunde gelegt, der die Spannungen im Nahfeld einer Riss Spitze entlang der Grenzfläche zweier Halbebenen beschreibt.

$$(\sigma_{22} + i\sigma_{12})_{\Theta=0} = \frac{\tilde{K}}{\sqrt{2\pi r \cosh(\pi \varepsilon)}} \left(\frac{r}{l} \right)^{i\varepsilon} \quad (3.2)$$

Hier bedeuten σ_{22} und σ_{12} die Normal- und Scherspannung im Abstand r vor der Riss Spitze. In Gleichung (3.2) treten noch Terme höherer Ordnung hinzu, die jedoch hier nicht näher spezifiziert sind. Der K -Faktorbestimmung muss dann im konkreten Fall eine Grenzwertbetrachtung im Nahfeld für $r \rightarrow 0$ vorausgehen, die in der noch zu erläuternden Auswertung in Form einer asymptotischen Näherung aus den numerischen Daten erfolgt. Die Länge l wurde aus Dimensionsgründen eingeführt. Ohne diese Länge wären die Einheiten des Real- und Imaginärteils von \tilde{K} nicht konsistent mit denen der Spannungsintensitätsfaktoren homogener Materialien ($MPa\sqrt{m}$) und hätten die wenig aussagekräftige Einheit $MPa\sqrt{m} \cdot m^{i\varepsilon}$. Die Frage nach einer sinnvollen Festlegung dieser charakteristischen Länge l ist eines der Hauptthemen dieses Kapitels. In [24] und [36] wurde $l=2a$ gewählt (a : Risslänge). Ikeda et al. [34] schlugen vor, l mit einer konstanten Länge zu identifizieren, die

in der Größenordnung der Prozesszone liegt und im konkreten Fall ihrer untersuchten Materialien einen Wert von etwa $10\mu m$ annimmt.

Dadurch, dass die folgende Analyse und Auswerteprozedur auf den Rissuferverschiebungen aufbaut, ist es notwendig, die Relation zwischen den Rissöffnungen und dem komplexen Spannungsintensitätsfaktor zu betrachten, die für die Nahfeldlösung wie folgt angegeben werden kann [36]:

$$\delta_2 + i\delta_1 = \frac{8}{(1+2i\varepsilon)\cosh(\pi\varepsilon)} \cdot \frac{\tilde{K}}{E_*} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \left(\frac{r}{l}\right)^{i\varepsilon} \quad (3.3)$$

Die Rissöffnungen berechnen sich nach $\delta_i = u_i(r, \Theta = \pi) - u_i(r, \Theta = -\pi)$ und der effektive E-Modul aus der Beziehung $\frac{1}{E_*} = \frac{1}{2} \left(\frac{1}{E'_1} + \frac{1}{E'_2} \right)$ mit $E'_i = \frac{E_i}{1-\nu^2}$. Die Variablen $u_i (i=1,2)$ stehen für die jeweiligen Rissuferverschiebungen. Sind die Rissöffnungen δ_i nun für eine bestimmte Risslänge bekannt, sind die Spannungsintensitätsfaktoren K_1 und K_2 durch Lösen der beiden linearen Gleichungen

$$\begin{aligned} \delta_1 &= A(r, l, \varepsilon) \cdot (K_2 - 2\varepsilon K_1) + B(r, l, \varepsilon) \cdot (K_1 + 2\varepsilon K_2) \\ \delta_2 &= A(r, l, \varepsilon) \cdot (K_1 + 2\varepsilon K_2) - B(r, l, \varepsilon) \cdot (K_2 - 2\varepsilon K_1) \end{aligned} \quad (3.4)$$

eindeutig bestimmt. Eine etwas ausführlichere Ableitung der Gleichungen (3.4) und (3.5) aus der Relation (3.3) ist im Anhang zu Kapitel 3 zu finden. Die Abkürzungen $A(r, l, \varepsilon)$ und $B(r, l, \varepsilon)$ bedeuten hierbei im Einzelnen

$$\begin{aligned} A(r, l, \varepsilon) &= \frac{8\sqrt{r}}{(1+4\varepsilon^2)\cosh(\pi\varepsilon)E_*\sqrt{2\pi}} \cdot \cos\left(\varepsilon \ln\left(\frac{r}{l}\right)\right) \\ B(r, l, \varepsilon) &= \frac{8\sqrt{r}}{(1+4\varepsilon^2)\cosh(\pi\varepsilon)E_*\sqrt{2\pi}} \cdot \sin\left(\varepsilon \ln\left(\frac{r}{l}\right)\right) \end{aligned} \quad (3.5)$$

Durch Lösen des linearen Gleichungssystems (3.4) erhält man für die einzelnen Komponenten des komplexen K -Faktors die folgende Beziehung

$$K_{1,2} = \frac{(A + 2\varepsilon B)\delta_{2,1} \pm (B - 2\varepsilon A)\delta_{1,2}}{(A^2 + B^2)(1 + 4\varepsilon^2)} \quad (3.6)$$

Das im Zähler stehende \pm -Zeichen steht für Addition oder Subtraktion bezüglich der Indizes 1 und 2. Folglich liefert Gleichung (3.6) die entkoppelten Real- und Imaginärteile.

Die K -Faktoren sollen nachfolgend in einer FE-Simulation berechnet werden, wobei sich die Rissuferverschiebungen prinzipiell nur in einem endlichen Abstand hinter der Riss Spitze bestimmen lassen. Demnach liefern die Rissöffnungen $\delta_{1,2}(|r| > 0)$ nach Beziehung (3.6) nur Konstanten, die nicht den gesuchten K -Faktoren entsprechen und deshalb die Bezeichnung $k_{1,2}^{FE}$ tragen. Zur Ermittlung der Spannungsintensitätsfaktoren $K_{1,2}$ muss eine Grenzwertbetrachtung für r gegen null erfolgen. Daraus folgt, dass der jeweilige Spannungsintensitätsfaktor gegeben ist durch

$$K_{1,2} = \lim_{r \rightarrow 0} (k_{1,2}^{FE}) . \quad (3.7)$$

Mit der konkreten Vorgehensweise hierzu befasst sich das Kapitel 3.4.3 ‚Grenzwertbetrachtung der numerisch bestimmten K -Faktoren‘.

Die charakteristische Länge l und deren Einfluss auf den komplexen K -Faktor sind hier bisher nicht weiter spezifiziert worden. Ikeda et al. [34] wiesen bereits darauf hin, dass eine Variation von l am Absolutbetrag von \tilde{K} nichts ändert. Dies geht aus der folgenden Relation hervor, in der l durch die Betragsbildung von \tilde{K} herausfällt

$$|\tilde{K}| = \sqrt{K_1^2 + K_2^2} = \cosh(\pi \varepsilon) \sqrt{2\pi r \cdot (\sigma_{22}^2 + \sigma_{12}^2)} . \quad (3.8)$$

Beziehung (3.8) folgt einfach durch Multiplikation der Gleichung (3.2) mit ihrem Konjugiert Komplexen. Im Gegensatz dazu ergibt sich für den Winkel Ψ , den der Vektor \tilde{K} in der komplexen $K_1 - K_2$ -Ebene einnimmt, eine l -Abhängigkeit durch einen logarithmischen Term in der Form

$$\overset{def}{\Psi} = \arctan\left(\frac{K_1}{K_2}\right) \stackrel{(s. \text{Anhang})}{=} \arctan\left(\frac{\sigma_{22}}{\sigma_{12}}\right) + \varepsilon \ln\left(\frac{r}{l}\right) \Rightarrow \Psi = \Psi(l) . \quad (3.9)$$

Aus dieser Beziehung lässt sich direkt ablesen, dass die Verhältnisse der K -Faktoren genau dann demjenigen von Normal- und Schubspannung entsprechen, wenn $r = l$ gilt oder allgemein $\varepsilon \ln(r/l)$ ein ganzzahliges Vielfaches von 2π annimmt. Eine einfache Herleitung der Gleichung (3.9) findet sich im Anhang zu diesem Kapitel.

Anschaulich beschreibt die Beziehung (3.9) eine Drehung von \tilde{K} im komplexen Zeigerdiagramm. Diese Drehung lässt sich beim Übergang von l nach l' durch eine einfache Transformation wie folgt ausdrücken [34]

$$\begin{Bmatrix} K'_1 \\ K'_2 \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos Q & -\sin Q \\ \sin Q & \cos Q \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} K_1 \\ K_2 \end{Bmatrix} \quad \text{mit : } Q = \varepsilon \ln\left(\frac{l'}{l}\right) . \quad (3.10)$$

Die Energiefreisetzungsrates berechnet sich nach der in [37] angegebenen Relation

$$G = \frac{1}{\cosh^2(\pi \varepsilon) E_*} (K_1^2 + K_2^2) \quad (3.11)$$

und lässt sich in die energetischen Anteile der Rissöffnungsmoden aufspalten, sofern die Spannungsintensitätsfaktoren K_1 und K_2 bekannt sind.

3.3 Experimente an Metall-Epoxid-Verbunden

Dieser Abschnitt befasst sich mit dem experimentellen Teil, insbesondere mit dem Messprinzip und dem Versuchsaufbau. Die Transparenz der verwendeten Epoxidschichten ermöglicht eine optische Messmethode zur Risslängenbestimmung. Nach einer Beschreibung der Materialien und der Probenpräparation schließen sich die experimentellen Ergebnisse an, die als Grundlage für die weitere numerische Auswertung dienen.

3.3.1 Experimenteller Aufbau des Stempeltests mit optischer Risslängenmessung

Die neue Bruchtestgeometrie ist in dem Vergrößerungsausschnitt der Abbildung 3.3.1(b) dargestellt. Das Substrat besteht aus einer kreisrunden Messingscheibe mit einer mittigen Bohrung, in die der eingeschliffene Stempel positioniert wird. Die Schicht deckt das Substrat und vor allem auch den Stempel ab, der während des Versuchs, wie in Abbildung 3.3.1 dargestellt, belastet wird und dadurch einen zirkularen Grenzflächenriss mit dem Radius a auslöst.

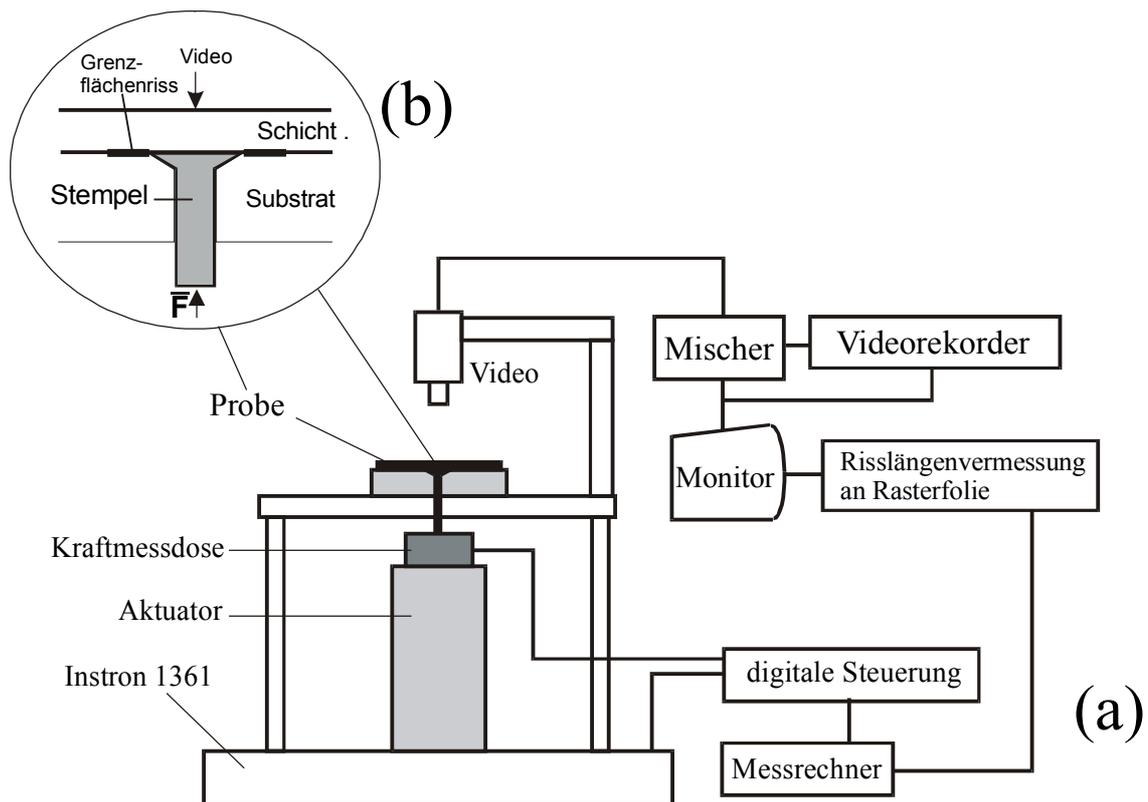


Abbildung 3.3.1: (a): Versuchsaufbau, integriert in eine handelsübliche Instron Prüfmaschine, Modell 1361. (b): vergrößerter Ausschnitt zeigt den Stempeltest im Längsschnitt (b).

Der spindelgetriebene Aktuator der Prüfmaschine wird weggesteuert mit einer Geschwindigkeit von $v_{\text{Aktuator}} = 5 \cdot 10^{-3} \text{ mm/s}$ von unten gegen den Stempel bewegt. Die digitale Steuerungseinheit leitet die von der zwischen Probe und Aktuator montierten Kraftmessdose gemessene Last, die Wegverschiebung des Stempels und die laufende Versuchszeit direkt an den Messrechner weiter. Das Substrat ist mit einem Haltering auf einer Stahlkonstruktion so befestigt, dass es in vertikaler und horizontaler Richtung fixiert bleibt. Das Bild der Oberseite der Probe wird mit Hilfe einer Videokamera aufgezeichnet. Ein zwischengeschalteter Mischer speist die Kameralaufzeit zusätzlich in das aufgezeichnete Bild mit ein. Bei dem auf das Messingsubstrat aufgebrachte Schichtmaterial handelt es sich um transparentes Epoxid. Die Risslängenbestimmung erfolgt mit Hilfe einer auf den Monitor angebrachten und kalibrierten Rasterfolie, gemittelt über zehn Messpunkte pro Zeitinkrement. Der Fehler in der bestimmten Risslänge liegt in etwa bei 0,5 mm. Die Systemzeit dieser Kraft-Risslängenmessung und die auf dem Videoband aufgezeichnete Bandlaufzeit ermöglichen nun eine genaue Zuordnung von kritischer Kraft und momentaner Risslänge.

3.3.2 Material und Probenpräparation

Das Substrat und der Stempel sind aus Messing gefertigt. Die Substratscheiben haben einen Durchmesser von 40 mm und eine Dicke von 5 mm. Als Schichtmaterial dient ein Zweikomponenten-Epoxidharz, das direkt auf das Substrat gegossen wird. Die in flüssiger Form vorliegenden Rohmaterialien des Epoxids, *Araldit D* und *Härter (HY 951)*, sind in der genannten Reihenfolge im Mischungsverhältnis 10:1 zu vermengen. Die mittige Bohrung mit dem zuvor eingesetzten Stempel ist (siehe Abbildung 3.3.2) mit einem Stück aufgeklebter Aluminiumfolie versiegelt, so dass kein flüssiges Harz eindringen kann. Alle Proben wurden nach einer Aushärtungsdauer von 24 Stunden auf die einheitliche Schichtdicke von 1,5 mm abgeschliffen und poliert. Die Ermittlung der jeweiligen E-Moduln von Messing und Epoxid (Araldit) erfolgt durch Mikroindruckversuche mit dem UMIS-2000. Die Materialparameter aller im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Proben sind in einer Tabelle im Anhang zusammengefasst. Insgesamt wurden Versuche an zwanzig Proben durchgeführt, wobei eine Auswahl der Messungen im folgenden Abschnitt aufgeführt ist.

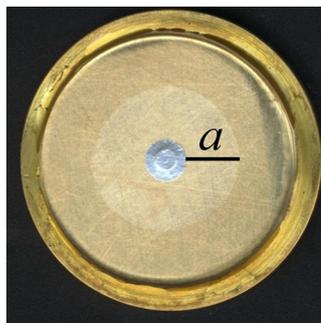


Abbildung 3.3.2: Bild der Probenoberseite mit zirkularem Grenzflächenriss; Balken markiert Risslänge vom Anfangs- bis zum Endpunkt.

3.3.3 Typische Messkurven

Die Vertikalverschiebung des Stempels und die gemessene Reaktionskraft stehen unmittelbar nach dem Experiment zur Verfügung. Die drei Beispielmessungen in Abbildung 3.3.3 zeigen typische Kraft-Verschiebungskurven. Die sich dabei abzeichnenden Kurvenverläufe vermitteln einen ersten Eindruck über die Charakteristik des Grenzflächenversagens bei Anwendung des Stempeltests. Zu Beginn ist anhand des linearen Anstiegs in der Kraft nur das elastische Schichtverhalten festzustellen, wobei das Epoxid über dem Stempel lediglich hochgedrückt wird. Erst durch die Videoanalyse ist es möglich, den Beginn der eigentlichen Rissausbreitung und die zugehörige kritische Last zuzuordnen. Es kann vorkommen, dass anfänglich noch keine perfekt kreisförmige Rissfront vorliegt. Zu jeder in Abbildung 3.3.3 dargestellten Messkurve sind die Stellen des Rissstarts durch die offenen Quadrate markiert. Erst nach Erreichen einer kritischen Last, bei der Probe 3 in Form eines lokalen Maximums (siehe Pfeil in Abbildung 3.3.3), lösen sich lokal verbleibende Stellen des Epoxids vom

Metall ab und die Rissfront verläuft fortan kreisförmig. Anschließend wird bis zu einer bestimmten Stempelverschiebung beziehungsweise Risslänge stabiles Risswachstum beobachtet. Der Beginn dieser experimentellen Phase ist in der Abbildung 3.3.3 durch die offenen Kreise gekennzeichnet. An diesen Stellen stoppt der Riss, wonach sich die Aralditschicht unter weiterer Belastung nur noch wie eine Blase aufwölbt. Das Experiment wurde in der Regel nach der Phase des stabilen Risswachstums abgebrochen, denn weiteres Belasten der Probe führte lediglich noch zu Rissbildung im Schichtmaterial. Der Grenzflächenriss knickt entweder in das Epoxid ab³ oder es breiten sich von der Mitte der Probe her radial verlaufende *Sternrisse* aus.

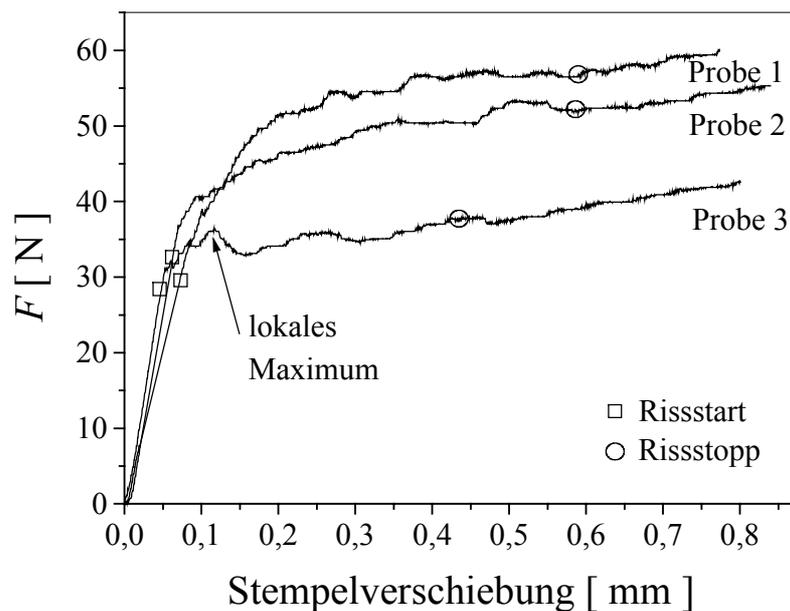


Abbildung 3.3.3: Kritische Last F für die Proben 1 bis 3, aufgetragen über der Stempelverschiebung.

Bemerkenswert ist die hohe Streuung der Messdaten mit Unterschieden in den kritischen Lasten bis zu 60 Prozent. Das Phänomen, dass bei einigen Versuchen anfänglich nicht die ideal kreisförmige Rissfront vorlag, soll nochmals anhand der Skizze in Abbildung 3.3.4 verdeutlicht werden. Zu Versuchsbeginn sollte die Kerbfront am Stempelrand kreisrund sein. Herstellungsbedingt ist diese Voraussetzung oft nicht zu erfüllen. Es liegt eine eher unregelmäßige Kerbfront vor, wie sie in Abbildung 3.3.4 stark überhöht dargestellt ist. Der Anfangsradius der über dem Stempelkopf liegenden und anzuhebenden Epoxidschicht wird somit von Probe zu Probe etwas variieren. Kommen noch geringfügige Abweichungen in der Schichtdicke ($\pm 0,1\text{mm}$) hinzu, führt dies mitunter zu den unterschiedlichen Anfangssteigungen der Belastungskurven. Läuft der Grenzflächenriss von seiner Anfangskonfiguration aus los, so bildet sich die Rissfront innerhalb einer geringen Rissverlängerung

³ Im Englischen spricht man in diesem Fall von einem *kinked crack*, der sich nicht mit dem komplexen K -Faktor beschreiben lässt, sondern mit Hilfe der klassischen Spannungsintensitätsfaktoren homogener Materialien. Der Riss läuft dann üblicherweise in Richtung reiner K_I -Belastung weiter.

zu der angestrebten kreisrunden Gestalt aus. Diese Zone, die sich im Fall der gezeigten Experimente von 0,3 mm (Probe 1) bis zu 2,3 mm (Probe 4) erstrecken kann, ist in jedem Versuch individuell zu bestimmen. In der später noch zu beschreibenden FE-Simulation wird nur noch von einem ideal zirkularen Grenzflächenriss ausgegangen.

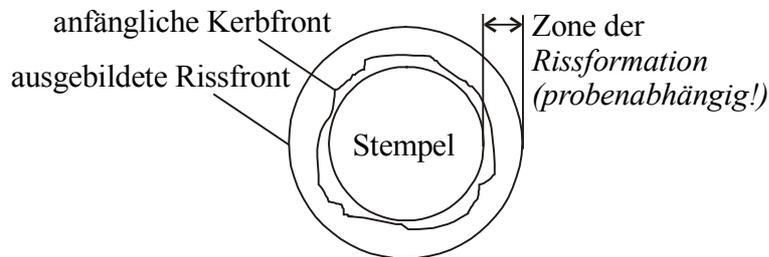


Abbildung 3.3.4: Schematische Darstellung zur *Rissformation* (nicht maßstabsgetreu).

Im Experiment löst sich die Epoxidschicht kurz nach Versuchsbeginn vom Stempel ab, doch in einigen Ausnahmefällen erst nach einer wesentlich höheren kritischen Last und mit direkten Auswirkungen auf den linearen Anstieg der Kraft-Verschiebungskurve des Stempels. Die Messung an Probe 4 in Abbildung 3.3.5 zeigt, wie sich der Effekt in Form eines leichten Knicks in der Kurve äußert und diese anschließend mit einer etwas geringeren Steigung weiterläuft. Das eigentliche Experiment bleibt davon unbeeinflusst, denn für die spätere Auswertung ist die kritische Last als Funktion der momentanen Risslänge von Bedeutung und nicht die kritische Stempelverschiebung.

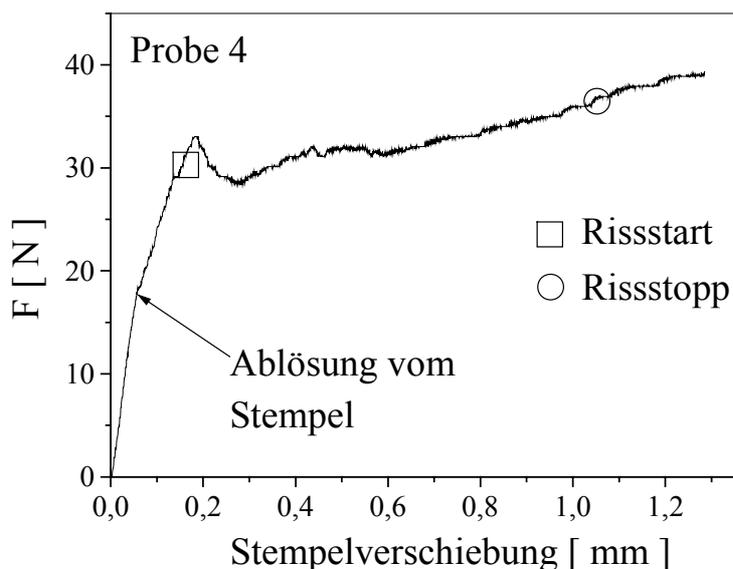


Abbildung 3.3.5: Messung der kritischen Last F an Probe 4 mit Knick in der Belastungskurve aufgrund der verzögerten Ablösung der Schicht vom Stempel.

Alle nachfolgenden Darstellungen und abgeleiteten Größen beziehen sich auf die hier präsentierten Experimente an den Proben 1 bis 4.

Nach sukzessiver Zuordnung der kritischen Kräfte zur jeweiligen Risslänge lässt sich ein Diagramm erstellen wie jenes in Abbildung 3.3.6, in dem die kritische Last über der momentanen Risslänge a aufgetragen ist. Hier steigt die Kraft während des stabilen Rissfortschritts kaum an. In den anderen Experimenten sind jedoch Anzeichen für einen deutlichen Anstieg der kritischen Lasten mit zunehmender Risslänge zu erkennen (siehe Abbildung 3.3.3). Die unterscheidbaren Zonen von der Kerbfront bis zum Rissstopp sind im Diagramm nochmals speziell gekennzeichnet. Für Probe 4 fällt der Bereich der Rissformation von allen durchgeführten Versuchen am größten aus und die Bildung der kreisförmigen Rissfront schließt erst bei einer Risslänge von 2,3 mm ab, wonach das für die Auswertung relevante stabile Risswachstum bis zum endgültigen Rissstopp erst beginnt.

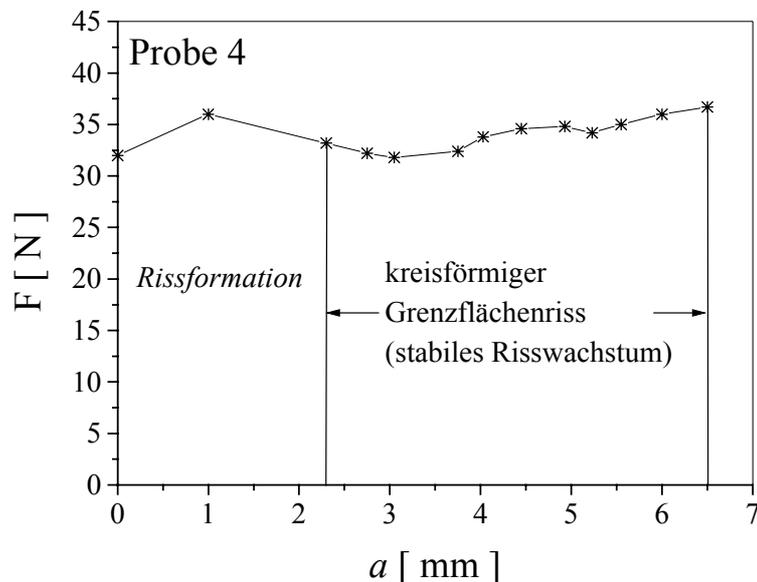


Abbildung 3.3.6: Reaktionskraft über der aktuellen Risslänge aus dem Experiment an Probe 4 mit einer Einteilung der verschiedenen Versuchsphasen.

Entscheidender Vorteil der vorgestellten Probengeometrie gegenüber anderen ist die bereits angesprochene, aus FE-Simulationen folgernde kontinuierliche Variation des Verhältnisses der Belastungsmoden in einem einzigen Versuch. Aus der vorher zitierten Literatur ist bekannt, dass die Streuungen der Grenzflächenrisszähigkeit von Probe zu Probe oft sehr groß ausfallen und deshalb nur die Angabe einer mittleren Festigkeit unter einem bestimmten Phasenwinkel möglich ist. Die Ableitung einer K_1 - K_2 -Versagenskennlinie ist daher für solche Versuche stark fehlerbehaftet.

Häufig werden vom Phasenwinkel abhängige Festigkeitsbestimmungen auch so durchgeführt, dass die kritischen Werte den Beginn des instabilen Risswachstums kennzeichnen [34]. Hier

sind hingegen die kritischen Lasten, die einen Riss über einen ausgedehnten Bereich hinweg stabil vorantreiben, von Interesse.

Bei der Präsentation der Kraft-Verschiebungskurven des Stempels fiel schon die sehr hohe Streuung zwischen den einzelnen Versuchen auf (bis zu 60 % in den kritischen Lasten). Die nach der Auswertung vorliegenden Kraft-Risslängenkurven zu den Proben 1 bis 4, zusammengefasst in Abbildung 3.3.7, spiegeln die Streuungen im gleichen Maße wider. Hier sind nur diejenigen Datenpunkte aufgenommen, die im Bereich des stabilen Risswachstums gemessen wurden. Die Verläufe deuten tendenziell auf einen Anstieg der Kraft nach einem Potenzgesetz hin, der je nach Probe mehr oder weniger steil ausfällt. Aus diesem Grunde wurde jede einzelne Kurve mit der empirischen Beziehung

$$F(a) = c_1 + c_2 \cdot c_3^{a/a_0} \quad , \quad (3.12)$$

mit den Parametern c_1 , c_2 , c_3 und einer Normierungskonstanten a_0 angepasst. Es wird sich herausstellen, dass der aus experimentellen Daten und FE-Simulationen berechnete K -Faktor im komplexen Zeigerdiagramm nur einen gewissen Abschnitt einer Versagenskennlinie beschreibt. In Unterkapitel 3.5.2 ‚ K_1 - K_2 -Phasendiagramme‘ lässt sich sodann unter Zuhilfenahme der angepassten $F(a)$ -Verläufe die Gestalt der Kennlinie besser aufzeigen, um anschließend ein Versagenskriterium angeben zu können.

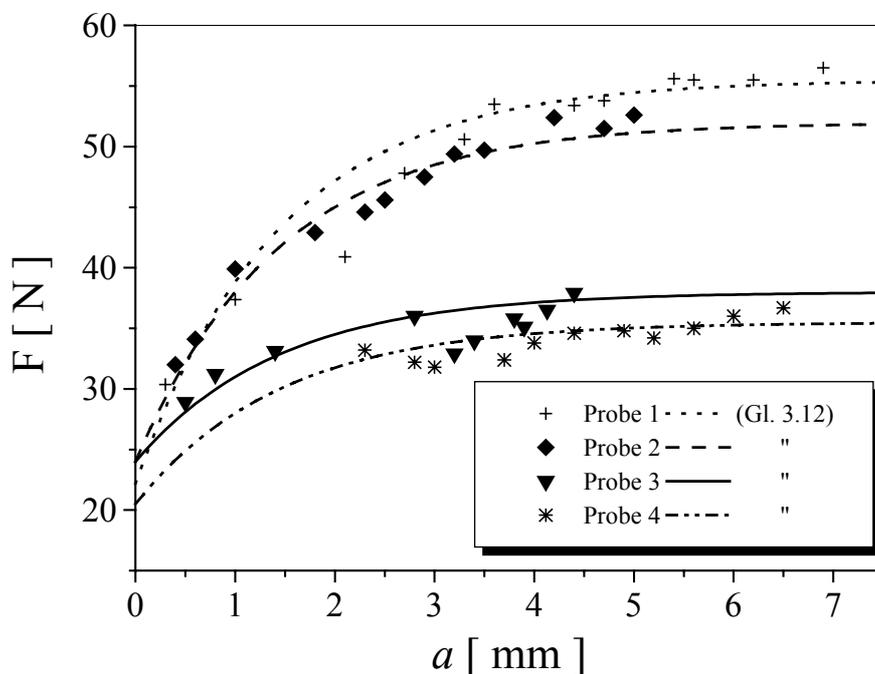


Abbildung 3.3.7: Zusammenstellung der Kraft-Risslängenkurven zu den Proben 1 bis 4. Daten durch empirisches Potenzgesetz nach Gleichung (3.12) angepasst.

Nach Ermittlung der Kraft-Risslängenkurven sind die experimentellen Voraussetzungen zur Berechnung des komplexen Spannungsintensitätsfaktors und Charakterisierung des Grenzflächenversagens erfüllt. Die erforderlichen Rissuferverschiebungen sollen nun mit Hilfe einer Finite-Elemente-Simulation berechnet werden.

3.4 Analyse mit der Methode der Finiten Elemente

Die Rissuferverschiebungen sind experimentell nur schwierig zu bestimmen, insbesondere die Mode-2-Komponente. Als Alternative bietet sich dazu die Methode der Finiten Elemente an. Wie schon andere in dieser Arbeit aufgeführten Resultate wurden auch die folgenden mit dem FE-Programm ABAQUS berechnet, in dem die Möglichkeit einer direkten K -Faktorberechnung noch nicht implementiert ist. In der Regel ist dazu ein aufwendiger Postprozess notwendig. In einer Arbeit von Mattheck und Moldenhauer [38] wird eine einfache Filtermethode vorgestellt, mit der die Extrahierung der Rissöffnungsmoden unter Verwendung geeigneter Zwangsbedingungen gelingt. Das mit der FE-Methode berechnete J -Integral kann dann nach den Verhältnissen der Belastungsmoden zerlegt werden.

Diese Methode ist jedoch für die Berechnung komplexer K -Faktoren der hier betrachteten Grenzflächenrisse ungeeignet, da die erforderlichen Zwangsbedingungen der Methode von Mattheck und Moldenhauer es nicht erlauben, die experimentell bestimmten kritischen Belastungsgrößen in die Simulation einfließen zu lassen. Daraufhin wurde eine Auswerteprozedur entwickelt, die es ermöglicht, die gesuchten Rissöffnungen aus den experimentellen Daten abzuleiten. Die Vorgehensweise hierzu wird in den folgenden Unterkapiteln abgehandelt.

3.4.1 Das Finite Elemente Modell

Bei der Modellierung des Versuchs genügt es, sich auf den Stempel sowie den eigentlichen Schicht-Substratverbund zu beschränken und die Halterung in Form geeigneter Zwangsbedingungen einzubringen. Aus der Abbildung 3.4.1 geht hervor, dass unter Ausnutzung der Axialsymmetrie die Modellierung nur einer Hälfte des Längsschnittes durch die Probe erforderlich ist.

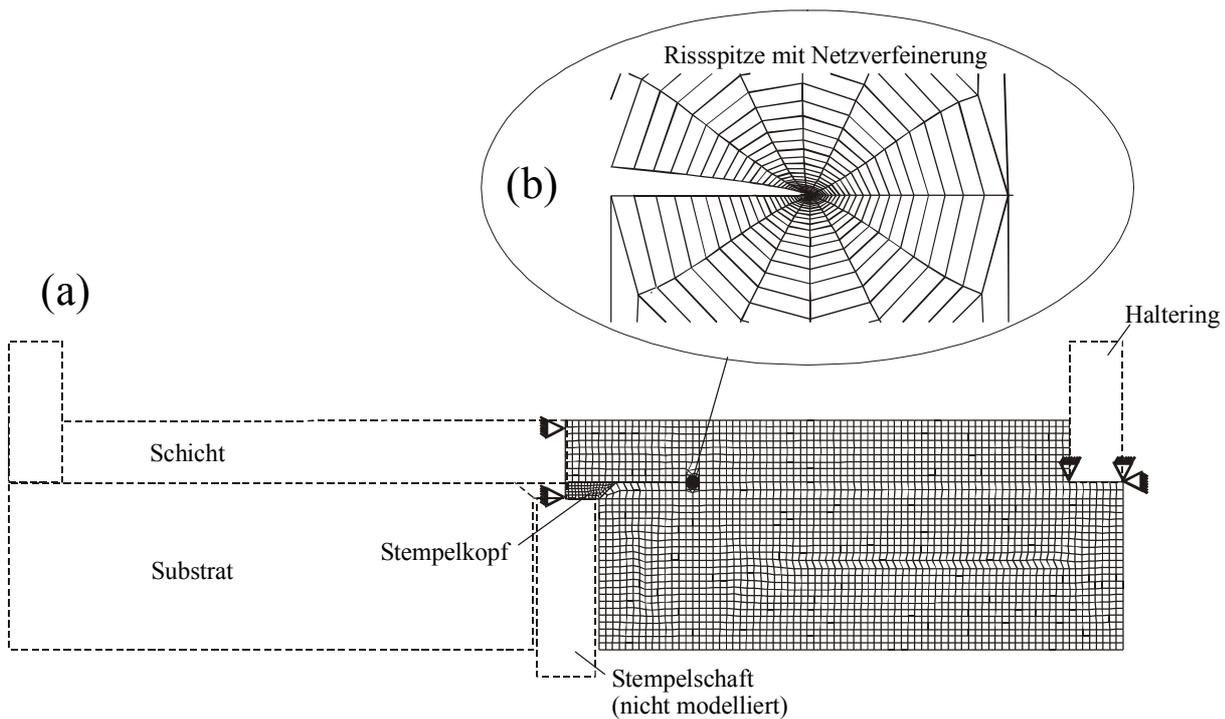


Abbildung 3.4.1: (a): Zweidimensionales FE-Netz der halben modellierten Schnitt Ebene; (b): vergrößerter Ausschnitt der Rissspitzenumgebung mit Konturen zur Berechnung des J -Integrals.

Auf die Einbeziehung des Stempelkopfs konnte nicht verzichtet werden, denn vorangehende Berechnungen, in denen dieser als vollkommen starr modelliert wurde, lieferten unrealistisch hohe Reaktionskräfte an der Kontaktfläche zur Schicht. Der konische Teil des Stempels, der hier von einer so genannten *rigid surface* weggesteuert in vertikaler Richtung verschoben wird, stellt ein zusätzliches Kontaktpaar dar. Im vorliegenden Modell existieren vier solcher Kontaktpaare, die alle nach dem *master-slave*-Prinzip konzipiert sind, wie es im Kapitel zum Eindruckversuch schon Verwendung fand. Der eingesetzte Elementtyp ist ein axialsymmetrisches Vier-Knoten-Element (Bezeichnung: CAX4), deren mittlere Anzahl bei etwa 4000 liegt. Die Reibung wird im Folgenden vernachlässigt.

Der vergrößerte Bildausschnitt in Abbildung 3.4.1(b) zeigt die Netzverfeinerung in der Rissspitzenumgebung zur Berücksichtigung der zu erwartenden hohen Spannungsgradienten nahe der Spitze. Die spezielle Geometrie in Form ringförmiger Konturen wird bevorzugt zur Berechnung des J -Integrals eingesetzt. Der Verlauf dieser Konturen über die Grenzfläche hinweg verstößt scheinbar gegen die Voraussetzung, dass die Pfadunabhängigkeit nur dann gewährleistet ist, falls das Material innerhalb der eingeschlossenen Fläche homogen ist. Eine Vorgehensweise, nach der die korrekte Integralberechnung mit Hilfe einer geeigneten Normalendefinition trotzdem erfolgen kann, ist in einem Bruchmechanik-Kurshandbuch zu ABAQUS [40] angegeben. Die Vorgehensweise wird an dieser Stelle kurz zusammengefasst.

Die Energiefreisetzungsrate kann dem J -Integral gleichgesetzt werden und genügt der folgenden Gleichung, in der Beiträge kinetischer Energien bereits vernachlässigt sind.

$$G = J = \lim_{\Gamma \rightarrow 0} \int_{\Gamma} \left[W n_s - n_i \sigma_{ij} \frac{\partial u_j}{\partial x_s} \right] v_s ds \quad (3.13)$$

Dabei ist Γ eine beliebige Kontur um die Rissspitze mit der Normalen \tilde{n} (siehe Abbildung 3.4.2(a)). Der Vektor \tilde{v} zeigt in Ausbreitungsrichtung des Risses und W steht für die Verzerrungsenergiedichte.

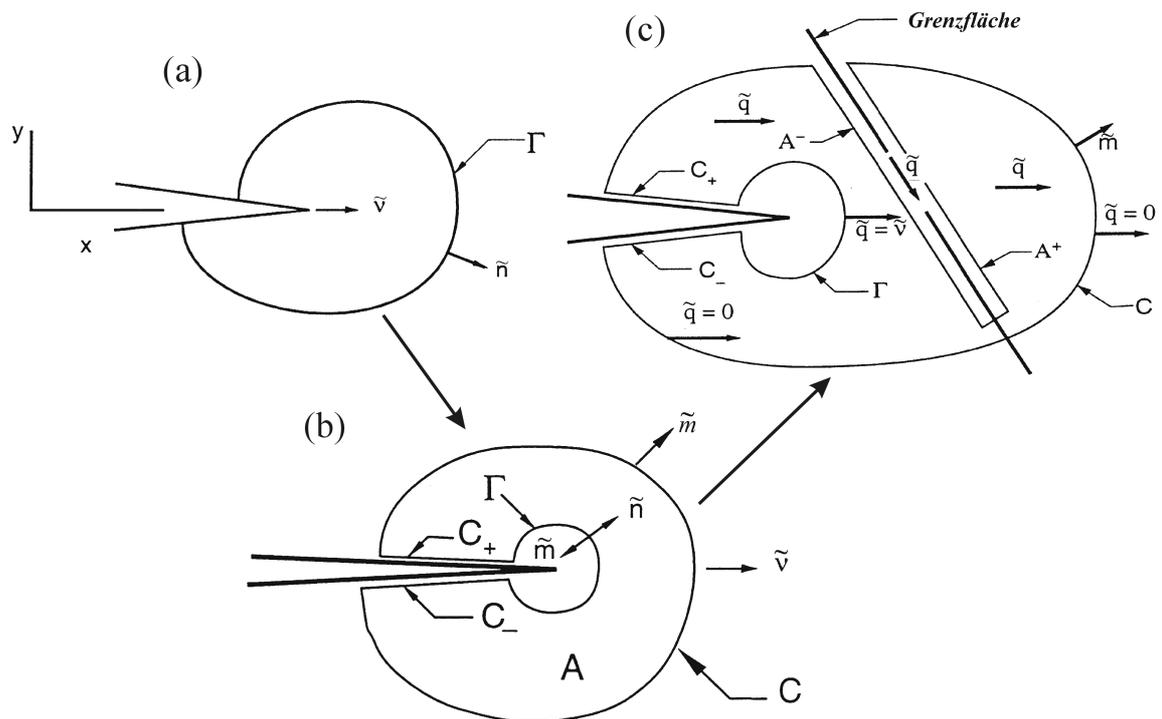


Abbildung 3.4.2: (a) Kontur des J -Integrals; (b) Erweiterung zur geschlossenen Kontur um die Rissspitze; (c) Teilstück des Pfades verläuft durch die Grenzfläche.

Die Kontur soll nun derart erweitert werden, dass sie um die Rissspitze herumführt und sich wieder schließt, wie es in Abbildung 3.4.2(b) angedeutet ist. Der Pfad umfasst die Fläche A und ist dann durch $\Gamma + C_+ + C + C_-$ gegeben mit der zusätzlichen Normalen \tilde{m} , die von A aus gesehen nach außen zeigt. Entlang von Γ gilt stets $m_i = -n_i$.

Nun wird ein Vektor \tilde{q} eingeführt (Abbildung 3.4.2(c)), der kontinuierlich in A verläuft mit den Werten $q_i = v_i$ auf Γ , dessen Betrag auf der äußeren Kontur C verschwindet und auf den Rissoberflächen von null bis eins variiert. Nach Ersetzen von \tilde{v} durch \tilde{q} berechnet sich die Energiefreisetzungsrate G folgendermaßen:

$$G = \int_{\Gamma+C_++C_-} m_i \left(\sigma_{ij} \frac{\partial u_j}{\partial x_s} - W \delta_{is} \right) q_s ds - \int_{C_++C_-} t_i \frac{\partial u_i}{\partial x_s} q_s ds . \quad (3.14)$$

Im ersten Integral bedeutet δ_{ij} das Kroneckersymbol und im zweiten werden die Zugspannungsanteile $t_i = m_i \sigma_{ij}$ entlang der Rissflächen berücksichtigt.

Durchläuft die geschlossene Kontur teilweise die Grenzfläche zweier verschiedener Materialien, wie es die Skizze der Abbildung 3.4.2(c) vorgibt, so lassen sich die zusätzlichen Pfadstücke A^- und A^+ festlegen. Zu klären bleibt die Frage, ob sich die neuen Beiträge gerade eliminieren oder etwa die Wegunabhängigkeit des gesamten Integrals aufgehoben ist. Der Anteil des Teilstücks $A^- + A^+$ vom gesamten Pfadintegral ist gegeben durch

$$G_A \stackrel{def}{=} \int_{A^-+A^+} m_i \left(\sigma_{ij} \frac{\partial u_j}{\partial x_k} - W \delta_{ik} \right) q_k ds . \quad (3.15)$$

Aus der Lage der Abschnitte A^- und A^+ folgt direkt, dass $m_i^{A^-} = -m_i^{A^+}$ stets erfüllt ist. Vorausgesetzt, der Vektor \tilde{q} liegt genau so, dass er keine Komponenten normal zur Grenzfläche besitzt, so gilt $m_i q_i = 0$ auf $A^- + A^+$. Die Kompatibilitätsbedingung durch die Trennfläche hindurch verlangt, dass:

$$\left(\frac{\partial u_i}{\partial x_j} \right)^- q_j = \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_j} \right)^+ q_j , \quad (3.16)$$

wenn q_i entlang der Grenzfläche orientiert ist. Mit Hilfe dieser Überlegungen reduziert sich der Energieanteil G_A aus Gleichung (3.15) zu

$$G_A = \int_{A^-} m_i (\sigma_{ij}^- - \sigma_{ij}^+) \frac{\partial u_i}{\partial x_k} q_k ds . \quad (3.17)$$

Das Gleichgewicht über die Grenzfläche hinweg erfordert, dass für die Spannungs-komponenten gilt

$$m_i (\sigma_{ij}^- - \sigma_{ij}^+) = 0 . \quad (3.18)$$

Folglich verschwindet das aus den Teilstücken A^- und A^+ hervorgegangene Integral durch die spezielle Wahl des Vektors \tilde{q} . In der FE-Simulation lässt sich das J -Integral also über die Materialtrennlinie hinweg bilden, vorausgesetzt die Orientierung der Grenzfläche, also \tilde{q} , ist im Voraus definiert.

3.4.2 Die Auswerteprozedur

Die bruchmechanische Analyse besteht aus mehreren Schritten und ist in dem Ablaufdiagramm der Abbildung 3.4.3 zusammengefasst. Sie beginnt mit dem Experiment, dem in Abschnitt 3.3.1 beschriebenen Stempeltest, dessen Anwendung mit Hilfe der Videoanalyse die kritische Kraft als Funktion der momentanen Risslänge liefert. Ziel der Methode ist letztendlich die Berechnung des komplexen Spannungsintensitätsfaktors \tilde{K} und der Energiefreisetzungsrates G sowie des J -Integrals als Kontrollgröße.

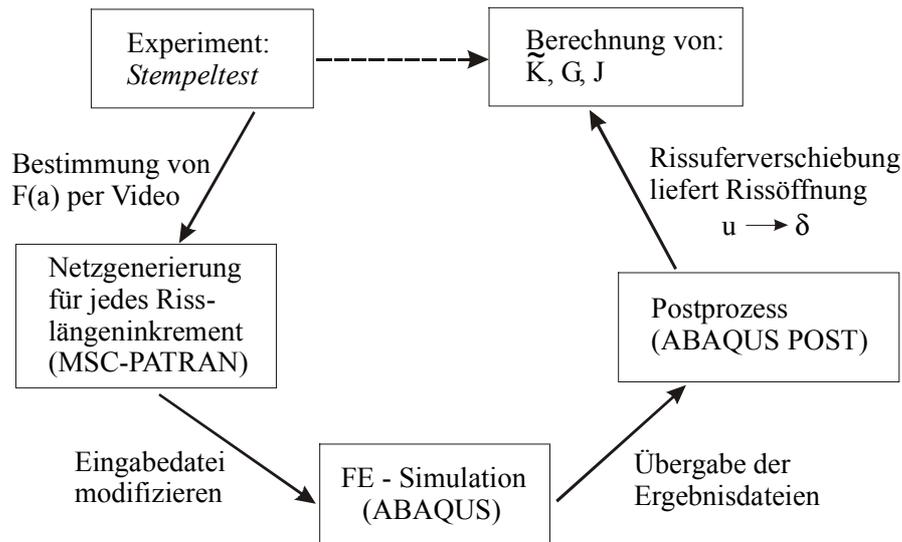


Abbildung 3.4.3: Ablaufdiagramm der Auswerteprozedur.

Die Kraft-Risslängenkurve enthält Wertepaare aus mehr oder weniger äquidistanten Rissfortschrittsinkrementen, die als Eingabe für ein C-Programm zur Erstellung von Ablaufskripten für den Preprozessor PATRAN dienen. Die Schleife der Prozedur beginnt mit der Netzgenerierung für jede gemessene Risslänge. Bei der automatisierten Netzerzeugung mit PATRAN wurde eine Kerbgeometrie bevorzugt. Dadurch kann man einer unbeabsichtigten Aufhebung der Doppelbelegung von Knoten entlang der Rissufer vorbeugen. Die von PATRAN erzeugten ABAQUS-Eingabedateien durchlaufen ein weiteres Programm, das die Knotenpositionen der Rissspitzenelemente derart modifiziert, dass eine echte Spitze vorliegt. Der Abstand r des zur Auswertung herangezogenen Knotenpaares ist zunächst noch nicht festgelegt. Die Wahl des Abstandes zur Bestimmung der Rissuferverschiebungen muss nach der im Theoriekapitel angesprochenen Grenzwertbetrachtung der K -Faktoren erfolgen. Des Weiteren sind noch energetische Kriterien zu beachten, denn wie sich noch zeigen wird, führt die Festlegung auf zu geringe oder zu große Abstände von der Risspitze zur Diskrepanz zwischen der nach Gleichung (3.11) berechneten Grenzflächenenergie und dem in der FE-Simulation bestimmten J -Integral.

Im nächsten Schritt soll ABAQUS die Rechnungen sukzessive abarbeiten. ABAQUS POST analysiert die Ergebnisdateien, wonach die Knotenverschiebungen und das J -Integral der

Auswertung zur Verfügung stehen. Mit Eingabe der experimentellen Kraft-Risslängenkurve sollte die Simulation an und für sich lastgesteuert bis zur kritischen Kraft vonstatten gehen, doch lässt sich dies angesichts systematisch auftretender Konvergenzprobleme nicht zuverlässig realisieren. Infolgedessen ist ein weiterer Zwischenschritt erforderlich, in dem der modellierte Stempel proportional zur zugehörigen Risslänge verschoben wird. Eine dritte Routine interpoliert die experimentell ermittelte Last zur gesuchten kritischen Rissöffnung. Anschaulich ist dieser Vorgang in Abbildung 3.4.4 dargestellt, in der die Rissöffnung, hier δ_2 , über der Last so aufgetragen ist, wie sie sich aus der Simulation des Versuchs mit einer bestimmten Risslänge ergibt. Das FE-Programm berechnet für jedes Netz konstanter Risslänge die Rissöffnung über der Gegenkraft des Stempels. Die Steigung der Geraden, hier exemplarisch an der Mode-1-Öffnung δ_2 demonstriert, nimmt mit zunehmender Risslänge erwartungsgemäß ab. Die kritische Kraft ist aus dem Experiment bekannt und durch lineare Interpolation, in der Abbildung durch Kreuze angedeutet, lässt sich die tatsächliche Rissöffnung zwischen zwei benachbarten Wertepaaren ermitteln.

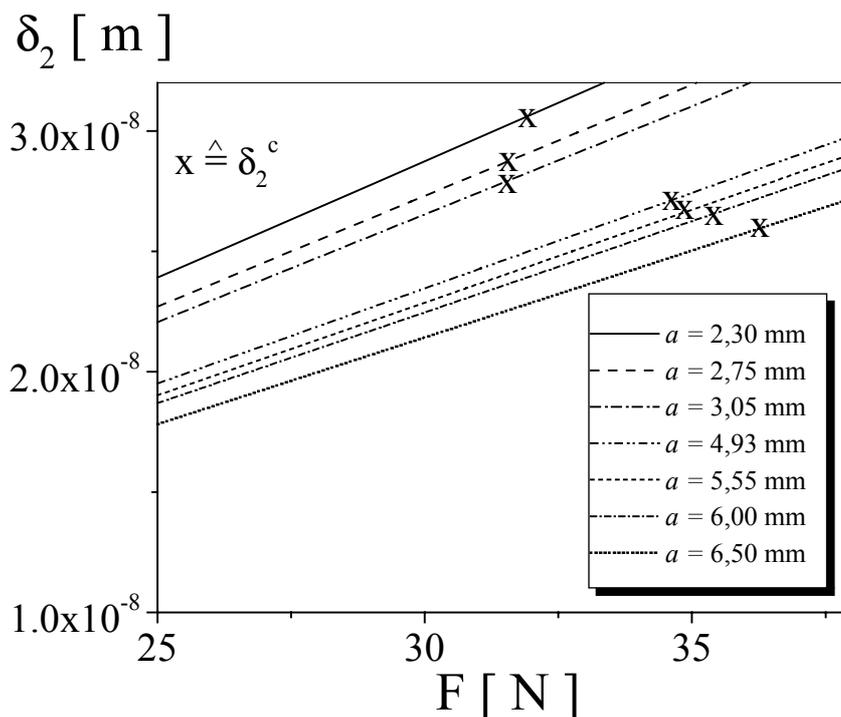


Abbildung 3.4.4: Grafische Darstellung der Interpolation am Beispiel der kritischen Rissöffnung δ_2^c .

Nachdem die Festlegung des zur Auswertung als sinnvoll zu erachtenden Knotenabstandes erfolgt ist, worin die Thematik des nächsten Abschnitts bestehen wird, berechnet die letzte Stufe der Schleife den komplexen K -Faktor und die Energiefreisetzungsrates G .

3.4.3 Grenzwertbetrachtung der numerisch bestimmten K -Faktoren

In den Ausführungen zu den theoretischen Grundlagen am Anfang dieses Kapitels wird bereits angemerkt, dass die vorgestellten Lösungen zur Berechnung der K -Faktoren nur für das Nahfeld um die Rissspitze gelten. Zur Bestimmung der K -Faktoren ist der in Gleichung (3.7) angegebene Grenzwert für r gegen null zu bilden. Schon bei der Simulation von Rissspitzenfeldern in homogenen Materialien werden die unmittelbar um die Spitze herumliegenden Elemente nie zur Auswertung, etwa der Spannungsverläufe, herangezogen, da bekannt ist, dass durch die hohen Spannungsgradienten numerische Fehler entstehen und die Spannungswerte im Abstand $r=0$ immer endlich sind. An der Grenzfläche zweier verbundener Werkstoffe mit unterschiedlichen elastischen Eigenschaften tritt dieses Problem ebenfalls auf, wie sich im Folgenden noch bestätigen wird. Es ist außerdem nicht möglich, die theoretisch vorausgesagten Oszillationen im Rahmen einer FE-Simulation zu berechnen, da die Periodizität der Spannungsänderungen weit unterhalb der kleinsten Elementgröße liegen kann, die Spannungen aber innerhalb eines Elements immer gemittelt werden.

Die nun folgenden Ergebnisse belegen jedoch, dass es möglich ist, die K -Faktoren innerhalb eines tolerierten Fehlers abzuschätzen. Eine vorangehende Betrachtung der Normal- und Scherspannungen ergab, dass diese in einem Abstand von etwa $50\ \mu\text{m}$ vor der Rissspitze auf weniger als ein Drittel ihres jeweiligen Maximalwertes, welcher, numerisch bedingt, stets endlich ist, abgefallen sind. Eine Erweiterung der analysierten Rissspitzenumgebung auf $r > 50\ \mu\text{m}$ erscheint daher nicht angebracht. Die Berechnung der bruchmechanischen Größen basiert auf den kritischen Rissuferverschiebungen. Diese werden bis zu einem Abstand $-r \approx 50\ \mu\text{m}$ hinter der Rissspitze betrachtet. Für jedes auf den Rissufer und gegenüberliegende sowie anfänglich gleichpositionierte Knotenpaar berechnet die Prozedur den Real- und Imaginärteil des komplexen K -Faktors, die Energiefreisetzungsrate G nach Gleichung (3.11) und das J -Integral. Die Abbildung 3.4.5 enthält als Beispiele die Berechnungen von k_1^{FE} (linkes Diagramm) und k_2^{FE} (rechts) für eine bestimmte kritische Kraft ($33,2\ \text{N}$) und Risslänge ($2,3\ \text{mm}$), wie sie an der Probe 4 tatsächlich gemessen wurden. Dabei sind zwei Annahmen für die charakteristische Länge l zugrunde gelegt, $l = 2a$ ([24], [36]) und $l = 10\ \mu\text{m}$ ([34]).

Für die ersten Knoten in unmittelbarer Nähe der Spitze ergeben sich angesichts der angesprochenen numerischen Ungenauigkeiten deutliche Schwankungen der Faktoren. Die Unterschiede sind dabei beträchtlich und reichen bis zu 17 % für k_1^{FE} und sogar 50 % für die Werte von k_2^{FE} . Bis auf die Höhe der Abweichungen beeinflusst die Wahl der charakteristischen Länge l das prinzipielle Konvergenzverhalten nicht, das mit den durchgezogenen Linien nur angedeutet werden soll und nicht auf einer analytischen Beschreibung beruht. Die starken Streuungen für r gegen null bestätigen also auch die Voraussage anderer Autoren, nach denen die ersten Knoten für die Auswertung nicht in Betracht kommen sollten. Der angenommene asymptotische Verlauf zu den jeweiligen Grenzwerten K_1 und K_2 im Abstand null ist somit nur näherungsweise zu bestimmen. Zur Optimierung des Abstandes erweist sich die Einbeziehung energetischer Größen als nützlich.

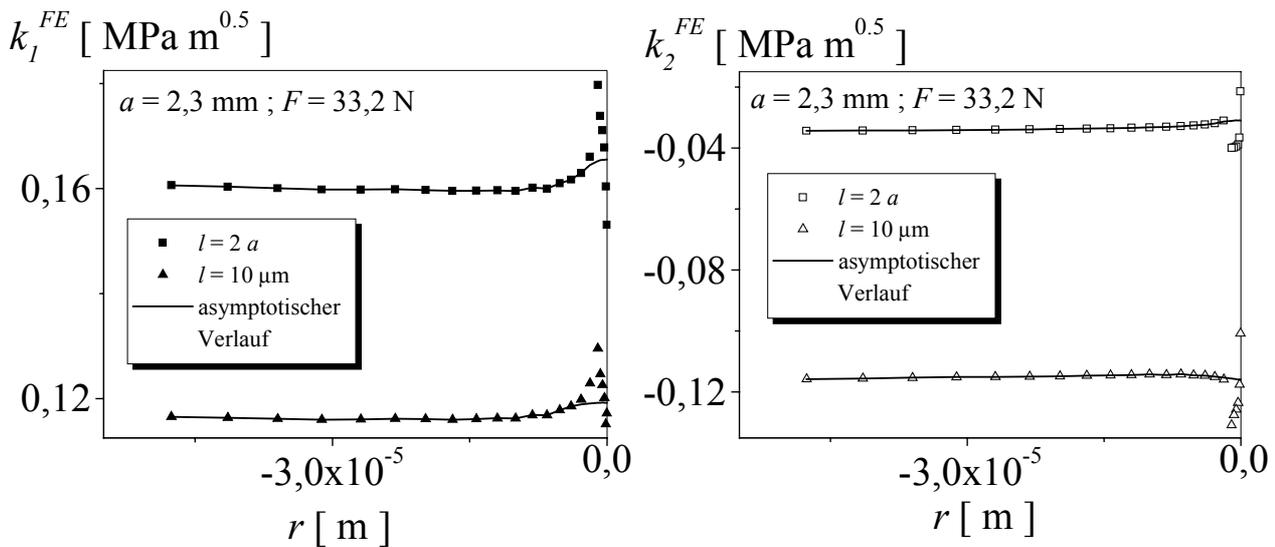


Abbildung 3.4.5: Numerisch bestimmte Faktoren k_1^{FE} (links) und k_2^{FE} (rechts) als Funktion des Abstandes hinter der Rissspitze für zwei verschiedene Längen l zur Abschätzung der Nahfeldlösung (hier: $\varepsilon = 0,089$). Durchgezogene Linien dienen der Anschaulichkeit und basieren auf keiner analytischen Beschreibung.

Die numerisch erhaltenen Konstanten k_1^{FE} und k_2^{FE} liefern nach Beziehung (3.11) eine Energie, die hier mit g_{FE}^c bezeichnet ist und die genau dann der Grenzflächenenergie G entspricht, wenn sie mit dem J -Integral übereinstimmt. Das J -Integral kann für jede beliebige Kontur, wie sie bei der Vorstellung des FE-Modells in Abbildung 3.4.1 schon zu erkennen war, berechnet werden. Je nach Wahl der Kontur weichen die Werte um weniger als zwei Prozent voneinander ab, so dass J durchaus als zuverlässige und von numerischen Ungenauigkeiten an der Rissspitze nahezu unbeeinflusste Größe anzusehen ist.

Führt man die gleiche Abstandsbetrachtung durch wie zuvor und vergleicht g_{FE}^c mit J , so fällt in der sich ergebenden Abbildung 3.4.6 auf, dass die Werte nur innerhalb eines kleinen Bereichs, angedeutet durch den Kreis, in guter Näherung übereinstimmen ($g_{FE}^c \approx G^c$). Ist in größerem Abstand noch von einer nahezu konstanten Unterbewertung von J auszugehen, so kommt es an den ersten sechs Knoten zu erheblichen Abweichungen. Der aus dieser Grafik heraus bestimmte Abstand, in dem es zur größten Übereinstimmung von g_{FE}^c und J kommt, liegt bei $r \approx -1,8 \mu\text{m}$ hinter der Rissspitze. Die bisherige Betrachtung bezieht sich lediglich auf eine bestimmte Risslänge a und es bleibt noch zu klären, ob das gleiche Konvergenzverhalten von k_1^{FE} und k_2^{FE} auch für alle vorkommenden Werte von a zu erwarten ist.

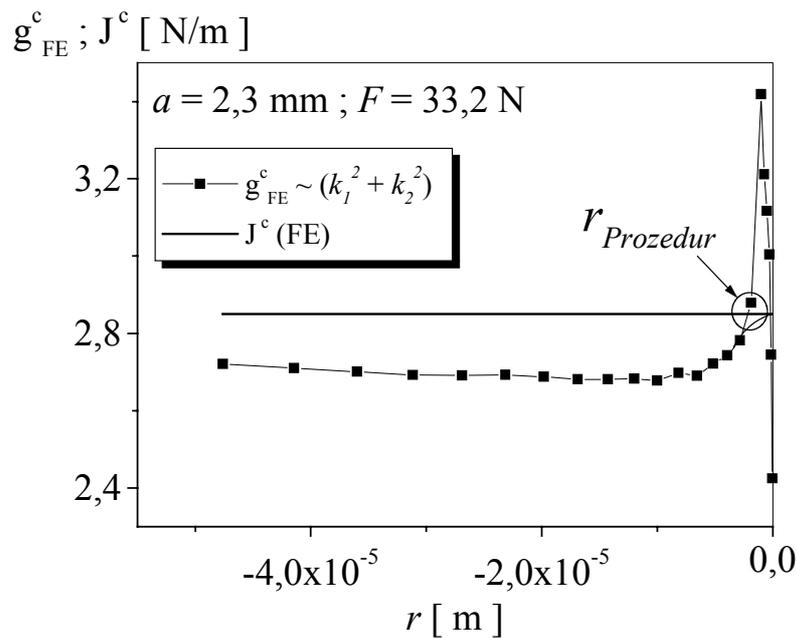


Abbildung 3.4.6: Vergleich des J -Integrals mit der Energie g_{FE}^c , berechnet aus k_1^{FE} und k_2^{FE} zur Abschätzung des optimierten Auswertabstandes $r_{Prozedur}$ (Kreis), in dem $g_{FE}^c \approx G^c$ ausreichend erfüllt ist.

Dazu sind die Verläufe der Konstanten k_1^{FE} und k_2^{FE} (hier mit $l = 2a$ skaliert) für weitere Wertepaare der Kraft-Risslängenkurve von Probe 4 berechnet worden und in den Diagrammen der Abbildung 3.4.7 zusammengefasst. Zumindest anhand dieser Kurven lässt sich ein Einfluss der momentanen Risslänge auf das bereits festgestellte Konvergenzverhalten ausschließen. Beide Kurvenscharen spiegeln für sich jeweils das gleiche Konvergenzverhalten für r gegen null mit den numerisch verursachten Schwankungen entlang der ersten sechs bis sieben Knoten wider.

Die Ausführungen konnten belegen, dass die Betrachtung der bruchmechanischen Kenngrößen entlang der Rissufer und eine Energiebilanz ausreichen, einen zur Auswertung geeigneten Abstand zu finden. Dieser für das vorliegende FE-Modell optimierte Abstand $r = -1,8 \mu\text{m}$ behält für alle nachfolgenden Berechnungen im Rahmen dieser Arbeit seine Gültigkeit.

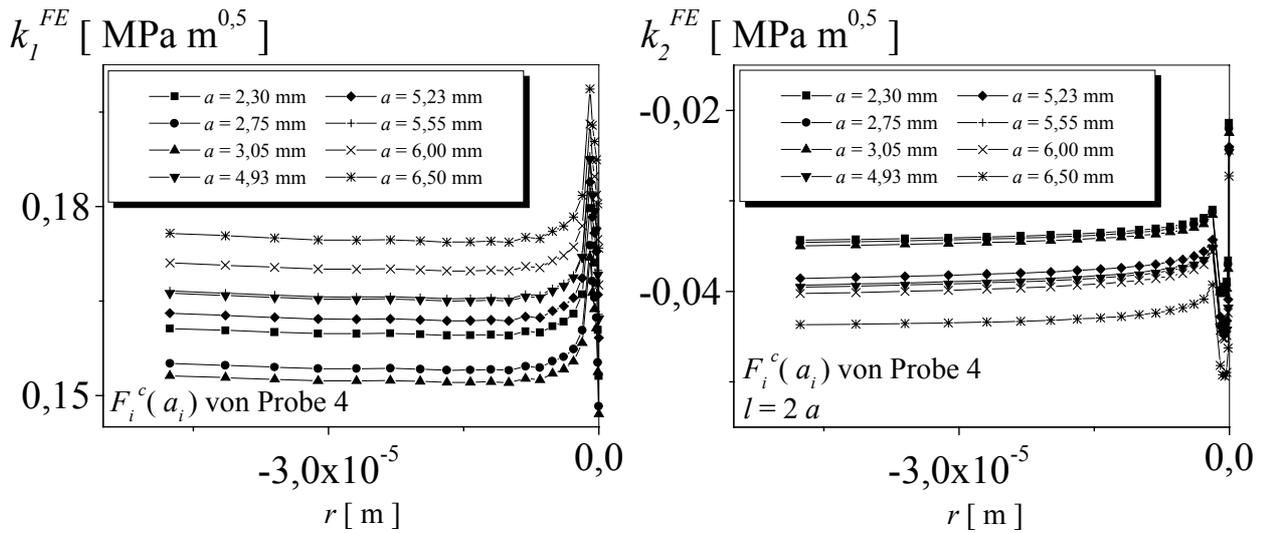


Abbildung 3.4.7: Links: Mit $l = 2a$ skaliertes Faktor k_1^{FE} in Abhängigkeit des Abstandes r für unterschiedliche Wertepaare der an Probe 4 gemessenen Kraft-Risslängenkurve. Rechts: analoge Berechnungen für k_2^{FE} (hier: $\varepsilon = 0,089$).

3.5 Resultate der numerischen Verarbeitung experimenteller Daten

3.5.1 Der Rissöffnungsparameter δ_{MM}

In der Prozedur zur Bestimmung der Bruchparameter ist die Größe der charakteristischen Länge l , die in Gleichung (3.2) eingeführt wurde, noch nicht festgelegt. Wie bereits erwähnt, identifizieren sie einige Autoren mit dem Doppelten der momentanen Risslänge oder als eine mikromechanische Konstante von der Größe der Prozesszone, beispielsweise $10 \mu m$ [34]. Die Änderung der Länge l bewirkt eine Drehung des \tilde{K} -Vektors in der komplexen K_1 - K_2 -Ebene. Zum Verständnis des sich während der Rissausbreitung kontinuierlich ändernden Verhältnisses von K_1 zu K_2 sollen die kritischen Rissöffnungen gesondert untersucht werden. Um dabei mit einer, die beiden Verschiebungsparameter charakterisierenden Größe arbeiten zu können, wird ein Wert für die relative Gesamtverschiebung der Rissufer wie folgt definiert:

$$\delta_{MM} = \sqrt{\delta_1^2 + \delta_2^2} \quad (3.19)$$

Der Index *MM* steht dabei für *Mixed-Mode* und der kritische Wert dieser Größe, δ_{MM}^c , ist als Resultat der FE-Simulation für das in der Auswertung betrachtete Knotenpaar, welches im Abstand von $1,8\ \mu\text{m}$ hinter der Risspitze liegt, bekannt. In Kapitel 3.3.3 ‚Typische Messkurven‘ finden sich Beispiele für die Kraft-Risslängenkurven von vier Versuchsproben. Die zugehörigen, berechneten kritischen Rissöffnungen δ_{MM}^c zeigen als Funktion der Risslänge (siehe Abbildung 3.5.1) die ähnliche Charakteristik wie diejenige der kritischen Lasten.

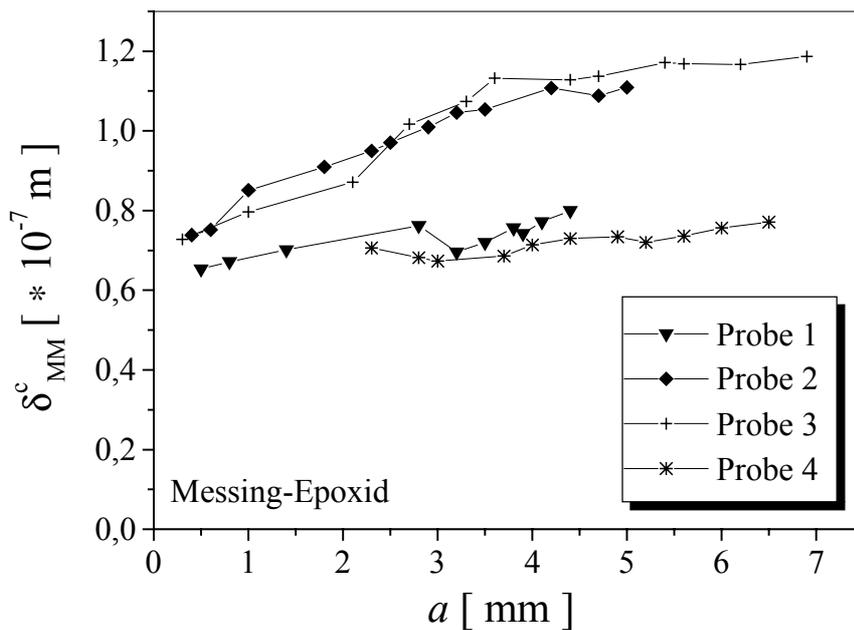


Abbildung 3.5.1: Kritischer Rissöffnungsparameter δ_{MM}^c im Abstand $1,8\ \mu\text{m}$ hinter der Risspitze am Beispiel von vier Versuchsproben.

Die Streuung der experimentellen Daten überträgt sich verständlicherweise auch auf die numerisch bestimmten Kurven. Der neu definierte Parameter δ_{MM}^c steigt im gleichen Maße an wie die kritischen Lasten, wobei der Anstieg für die Proben 1 und 4 äußerst gering ausfällt. In Analogie zum COD-Kriterium (**C**rack-**O**pening-**D**isplacement) für homogene Werkstoffe mit der Mode-I-Rissöffnung als Bruchparameter scheint auch hier δ_{MM}^c die versagensrelevante Größe zu sein. Ikeda et al. [34] schlugen vor, l mit der Größe der Prozesszone zu identifizieren. Sie schätzten die Länge dieser versagensrelevanten Zone für eine ihrer untersuchten Materialkombinationen auf $10\ \mu\text{m}$ ab. Die kritische Rissöffnung δ_{MM}^c eignet sich als Parameter zur Beschreibung der Versagenseigenschaften offensichtlich ebenso wie die Ausdehnung der Prozesszone. Der Betrag von δ_{MM}^c hängt noch vom Abstand r ab, weshalb ein Mittelwert der kritischen Rissöffnung über den betrachteten Abstand bestimmt

wird. Es wird sich herausstellen, dass vor allem die Größenordnung des r/l -Verhältnisses maßgeblich ist für die abgeleiteten Versagenskennlinien. Mit der Wahl von

$$l = \delta_{MM}^c \tag{3.20}$$

bleibt dieses Verhältnis im Nahfeld innerhalb einer Größenordnung konstant. Zudem lässt sich mit der vorliegenden rein elastischen Modellierung nicht ohne weiteres auf die Ausdehnung der Prozesszone schließen. Für Metalle, die sich duktil verhalten, könnte dies mit Hilfe eines Vergleichsspannungskriteriums gelingen, für Keramiken hingegen müssten bereits lokale Schädigungen betrachtet werden. Eine Prozesszone, in der plastische Verformungen oder Schädigungen auftreten, wird hier als klein im Vergleich zum Nahfeld angenommen. Mit Hilfe der einfachen Relation (3.20) lässt sich, ähnlich der Motivation von Ikeda et al., die charakteristische Länge l mit einer bruchrelevanten Größe korrelieren.

In der praktischen Anwendung wird später der Mittelwert über die jeweilige $\delta_{MM}^c(a)$ -Kurve hinweg gebildet und in die Prozedur eingegeben. Bevor der neu definierte Parameter $l = \delta_{MM}^c$ jedoch in die Auswertung einfließt, sollte vorab nochmals eine Betrachtung des Konvergenzverhaltens von k_1^{FE} und k_2^{FE} für $r \rightarrow 0$ erfolgen. Die in Abbildung 3.5.2 illustrierten r -Abhängigkeiten von k_1^{FE} (links) und k_2^{FE} (rechts) unterscheiden sich prinzipiell nicht von denen aus Abbildung 3.4.5. Darin wurden noch die Literaturwerte der Längen $l = 2a$ und $l = 10 \mu m$ angenommen. Der hier verwendete Mittelwert der kritischen Rissöffnung beträgt $1,5 \cdot 10^{-7} m$.

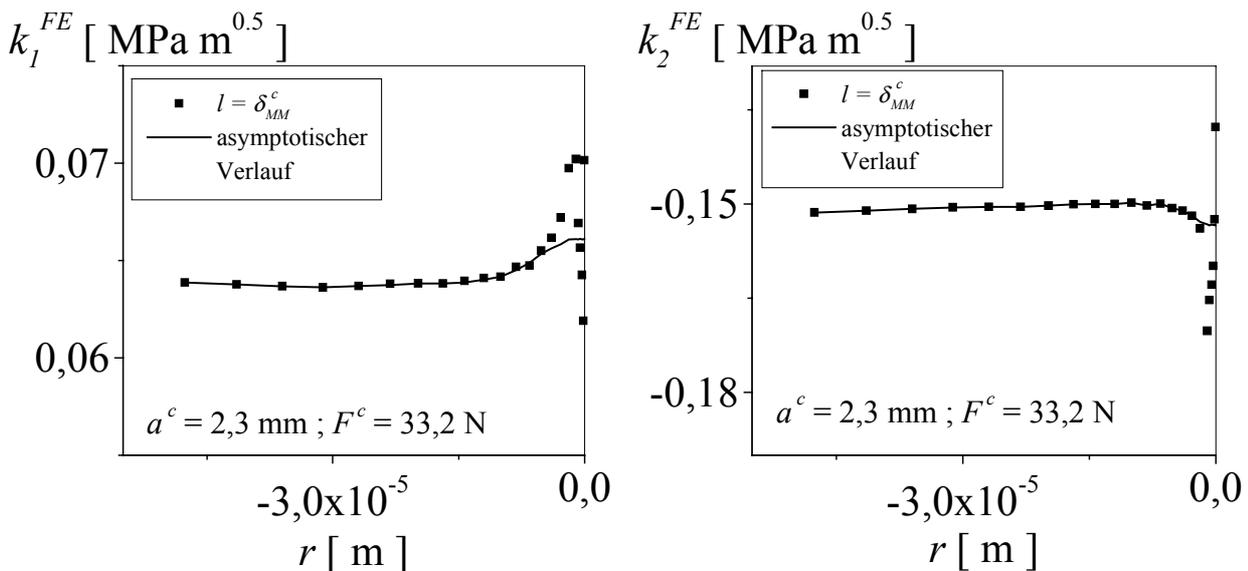


Abbildung 3.5.2: r -Abhängigkeiten für k_1^{FE} (links) und k_2^{FE} (rechts) mit der Skalierungslänge $l = \delta_{MM}^c = 1,5 \cdot 10^{-7} m$. Durchgezogene Kurve deutet den asymptotischen Verlauf für $r \rightarrow 0$ an.

An der optimierten Lage des Auswerteknotenpaares $r_{\text{Prozedur}} = 1,8 \mu\text{m}$ ändert sich indessen nichts, denn der Vergleich der kritischen Energiefreisetzungsrate G mit dem J -Integral (siehe vorher Abbildung 3.4.6) ist uneingeschränkt für jede Wahl von l gültig.

Die auf der Basis der neu definierten Länge $l = \delta_{MM}^c$ berechneten Ergebnisse sollen anschließend in einem K_1 - K_2 -Phasendiagramm mit denen verglichen werden, die auf den bereits mehrfach genannten Literaturvorgaben von l ($l = 2a$ und $l = 10 \mu\text{m}$) beruhen.

3.5.2 K_1 - K_2 -Phasendiagramme

Die Präsentation von Mixed-Mode-Ergebnissen erfolgt gewöhnlich in Form so genannter K_1 - K_2 -Phasendiagramme, in denen K_1 gegen K_2 aufgetragen wird. Diese Darstellungsweise ist auch bei der Interpretation des Versagensverhaltens homogener Materialien üblich. Ziel ist es, anhand des Verlaufs der kritischen K -Faktoren ein Versagenskriterium aufzustellen, um anschließend in der Lage zu sein, Voraussagen auch für jene Belastungsfälle treffen zu können, die nicht durch das Experiment abgedeckt sind.

In der Auswertung ist die Materialreihenfolge prinzipiell frei wählbar. Sie muss jedoch nach einmaliger Festlegung während der kompletten Analyse bestehen bleiben. Im konkreten Fall eines einfachen Zweistoffverbundes ist die Situation einfach, da nur eine einzige Grenzfläche existiert. In einem Materialverbund mit mehr als zwei Komponenten ist die Reihenfolge genau dann zu unterscheiden, wenn Versagen in mehreren Grenzflächen auftritt. Im hier untersuchten Metall-Epoxid-Verbund ist die Anordnung so gewählt, dass die zur Beschreibung der elastischen Fehlanpassung definierte Bimaterialkonstante ε positiv ist. Für den in Abbildung 3.2.1 skizzierten Grenzflächenriss bedeutet dies, dass die Materialien 1 und 2 für die Epoxidschicht und das Messingsubstrat stehen. Die drei Kurven in Abbildung 3.5.3 vermitteln einen Eindruck über die Auswirkungen, die unterschiedliche Definitionen der charakteristischen Länge l auf den komplexen \tilde{K} -Faktor und dessen Phasenwinkel Ψ haben. Die Lage der Datenpunkte im Bereich negativer K_2 -Faktoren ergibt sich durch die Wahl der Materialreihenfolge und das damit verbundene positive Vorzeichen von ε .

Der durchgezogene Pfeil in Abbildung 3.5.3 deutet an, dass der \tilde{K} -Vektor mit abnehmendem Betrag der Länge l entgegen dem Uhrzeigersinn rotiert, angefangen von $l = 2a$ über $l = 10 \mu\text{m}$ zu $l = \delta_{MM}^c$. Wenn l wie im ersten Fall funktional von der Risslänge abhängt, beeinflusst dies sogar die Krümmung des gezeigten Kurvenabschnitts. Die gepunkteten Pfeile geben die Richtung des Rissfortschritts an und die äußeren Datenpunkte mit dem jeweils größten Wert für $|\tilde{K}|$ markieren den Risstopp.

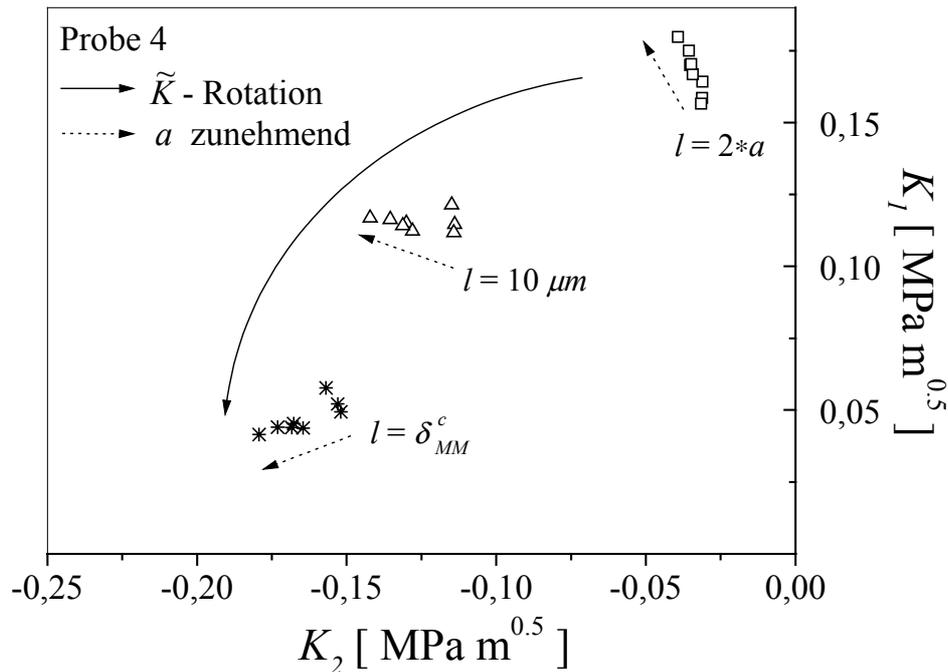


Abbildung 3.5.3: Phasendiagramm, bestimmt durch eine einzige Messung (Probe 4). Daten mit drei verschiedenen Längen l skaliert.

Nachdem der komplexe K -Faktor bestimmt ist, folgt die Aufgabe, ein Bruchkriterium zur Beschreibung des Versagens der untersuchten Grenzflächen zu finden. Für homogene Materialien ist das Mixed-Mode-Versagen schon mehrfach untersucht worden und ließ sich durch ein Kriterium, ähnlich oder gleich einer Ellipse, beschreiben ([41], [42], [43]). Die K -Faktoren für homogene Materialien sind deterministische Größen im Gegensatz zum Real- und Imaginärteil des komplexen Spannungsintensitätsfaktors, die von der Skalierungslänge l abhängen. Schon Ikeda et al. [34] versuchten, ihre gemessenen K -Faktoren nach geeigneter Wahl von l durch ein Ellipsenkriterium nach

$$\left(\frac{K_1}{K_1^c}\right)^2 + \left(\frac{K_2}{K_2^c}\right)^2 = 1 \quad (3.21)$$

anzupassen. Die durch einen Fit zu bestimmenden Werte K_1^c und K_2^c , den Grenzwerten für reine Mode-1- und Mode-2-Belastung, sind die Schnittpunkte der Ellipse mit den Achsen des Phasendiagramms. In den Experimenten von Ikeda et al. lieferte jeder einzelne Versuch genau einen Datenpunkt zu deren Phasendiagrammen. Die Resultate mehrerer Experimente wurden in einem Diagramm zusammengefasst und für jede Probe sind darin Teilabschnitte einzelner Versagenskennlinien zu erkennen, ähnlich denen in Abbildung 3.5.3.

An dieser Stelle sei nochmals an die empirisch angepassten Kraft-Risslängenkurven in Abbildung 3.3.7 erinnert. Die darin enthaltenen und durch ein einfaches Potenzgesetz

beschriebenen Kurven erweisen sich nun als äußerst hilfreich bei der Abschätzung des Verlaufs der Versagenskennlinien zu den Proben 1 bis 4, und zwar über einen größeren Risslängenbereich hinweg, als es die experimentellen Daten zulassen. Die Teilabschnitte der experimentell bestimmten Versagenskennlinien lassen noch keine eindeutige Aussage darüber zu, wie der tatsächliche Kurvenverlauf aussieht. Deshalb wurden die Fitkurven der Kraft-Risslängenkurven von Abbildung 3.3.7, beginnend bei der Risslänge null, punktweise ausgewertet. Mit Hilfe dieser Wertepaare wurden nun die gleichen FE-Simulationen durchgeführt wie zuvor mit den rein experimentellen Daten. In Abbildung 3.5.4 ist anhand der Kurvenverläufe der so gewonnenen und mit $l = \delta_{MM}^c$ skalierten K -Faktoren ersichtlich, dass die Versagenskennlinien tatsächlich einer Ellipse folgen.

Die hier nicht gezeigten Kurven, die sich nach einer Skalierung mit $l = 2a$ und $l = 10 \mu m$ ergeben, sind punktweise um einen bestimmten Phasenwinkel Ψ gedreht.

Es fällt auf, dass die gefundenen Verläufe wiederum nur einen Teil einer resultierenden Kennlinie beschreiben. Die jeweils linken Kurvenenden markieren den Rissstopp, woran erkennbar ist, dass zumindest im Experiment der Grenzfall $K_1 = 0; K_2 = K_2^c$ nicht erreicht wurde, denn die Risszähigkeit der Grenzfläche ist unter einer solchen Beanspruchung offensichtlich größer als die des Epoxids. Die Folge davon ist das bereits diskutierte Abknicken des Risses in die Schicht. Das rechte Ende der Kennlinien mit dem betragsmäßig kleinsten K_2 -Wert ist nicht weiter in Richtung zur K_1 -Achse zu verfolgen. Grund dafür ist die nicht auswertbare Zone der Rissformation, die herstellungsbedingt ist und für Probe 1 mit einem Radius von $a = 0,3 mm$ am kleinsten ausfiel. Festzustellen bleibt, dass dieses *numerische Experiment* durchaus aussagekräftig genug ist, das prinzipielle Krümmungsverhalten der K_1 - K_2 -Linie offen zu legen.

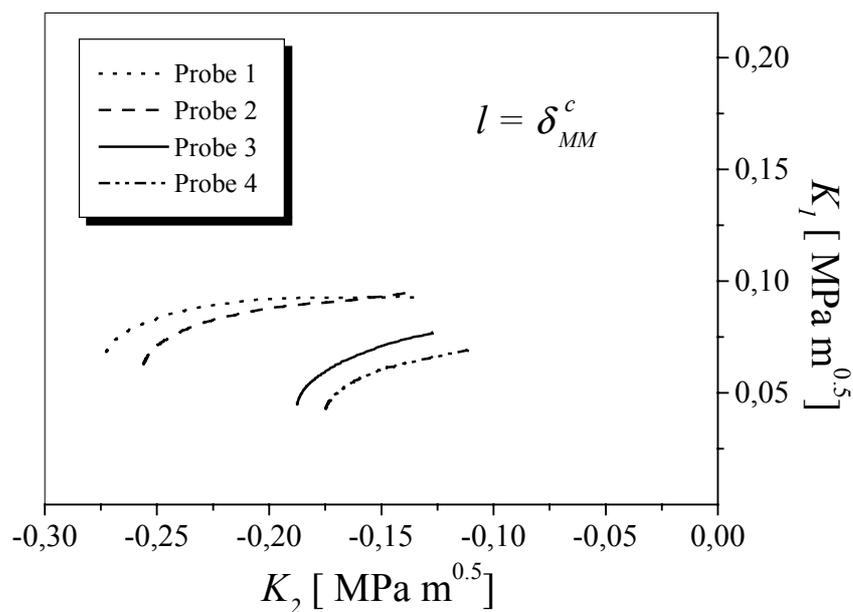


Abbildung 3.5.4: Versagenskennlinien, denen die angepassten Kraft-Risslängenkurven der Proben 1 bis 4 in Abbildung 3.3.7 zugrunde liegen.

Nach dieser Feststellung ist es sicherlich legitim, die aus den experimentellen Daten berechneten K -Faktoren nach dem vorgestellten Ellipsenkriterium anzupassen. Die Ergebnisse einer solchen Analyse sind in Abbildung 3.5.5 zu finden, wobei aus Gründen der Übersichtlichkeit für jede Probe ein eigenes Diagramm angegeben ist. Die durchgezogenen Linien sind Anpassungen nach Gleichung (3.21); die extrapolierten kritischen K -Faktoren für reine K_1 - beziehungsweise K_2 -Belastung sind jeweils mit angegeben. Die gute Anpassung an die Daten unterstützt den vorangegangenen Vorschlag, die charakteristische Länge l mit der kritischen Rissöffnung nach Definition (3.19) gleichzusetzen und zudem die Motivation, dem ursprünglich aus Normierungsgründen eingeführten Faktor eine versagensrelevante und materialabhängige Größe zuzuordnen. Es gelingt nicht, die mit $l = 2a$ oder $l = 10 \mu\text{m}$ skalierten K -Faktoren in Form einer einfachen Ellipse anzupassen, deren Mittelpunkt mit dem Koordinatenursprung zusammenfällt.

Mit Hilfe der ermittelten probenabhängigen Parameter K_1^c und K_2^c ist man in der Lage, die Streuung von Probe zu Probe abzuschätzen. Dazu werden die kleinsten und die größten der gefundenen Grenzwerte in Gleichung (3.21) eingesetzt. Die daraus berechneten und in den Diagrammen gestrichelt gezeichneten Ellipsen liefern einen Wahrscheinlichkeitsbereich für das Versagen innerhalb der Grenzfläche. Auffallend ist die Verbreiterung dieses Gebietes, in dem die kritischen Werte für K_2 liegen können. Insbesondere für die Messung an Probe 4 ist der experimentell bestimmte Versagensbereich äußerst klein. Grund dafür ist die groß ausgefallene Zone, in der sich die kreisrunde Rissfront zunächst ausbilden musste, so dass nur Werte ab einer Risslänge von $2,3 \text{ mm}$ in die Auswertung einfließen konnten. Im Diagramm von Probe 3 hingegen weicht das Verhältnis von K_1^c zu K_2^c deutlich von dem der drei übrigen Messungen ab. Dies liegt vor allem daran, dass der Riss hier schon bei etwa $4,5 \text{ mm}$ stoppte, wohingegen er sich bei Probe 1 bis zu einer Länge von $6,8 \text{ mm}$ verfolgen ließ.

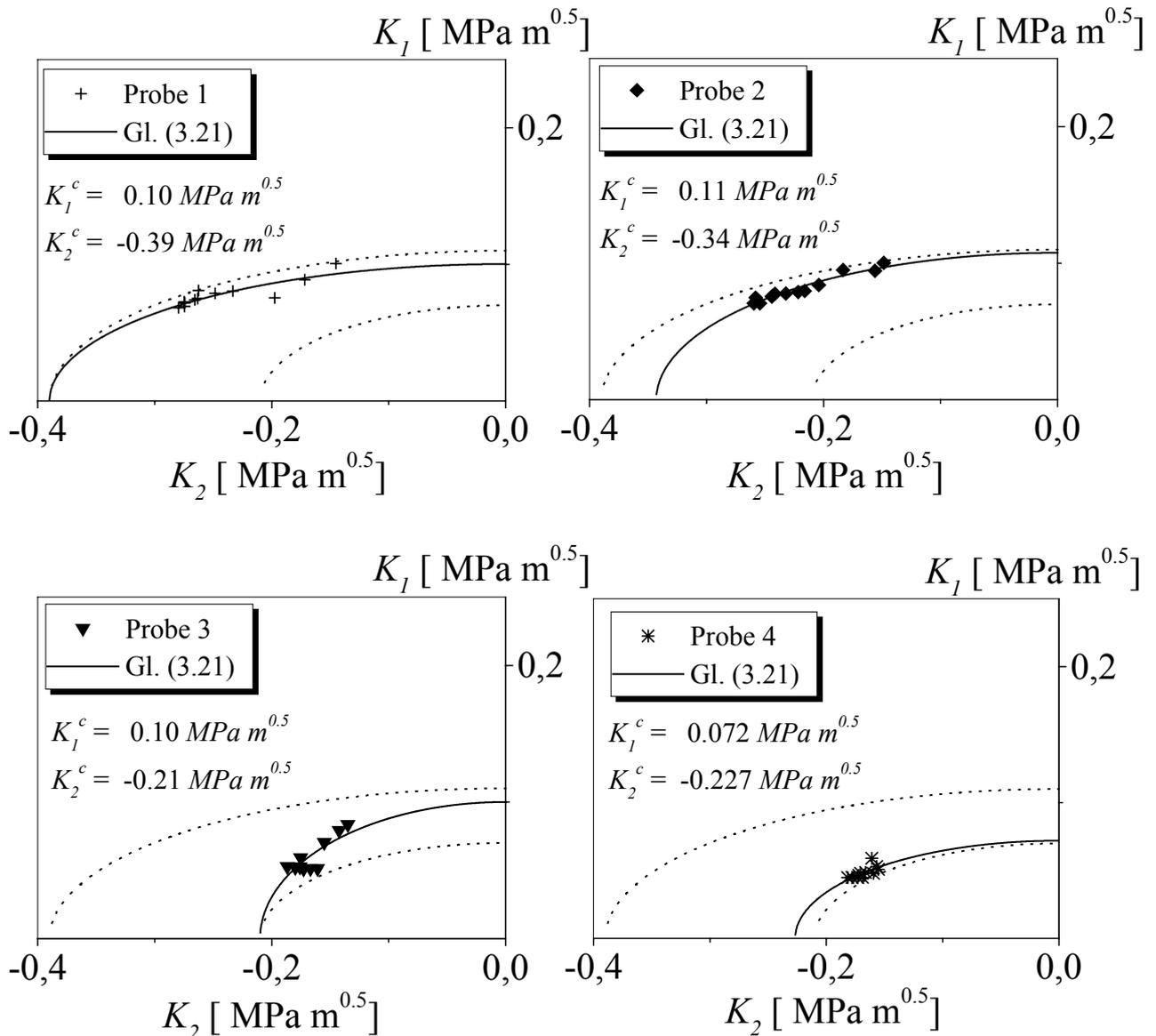


Abbildung 3.5.5: Diagramme mit den charakteristischen Versagenskennlinien der Proben 1 bis 4, jeweils mit einem Fit nach Gleichung (3.21) (durchgezogene Linie). Wahrscheinlichkeitsbereich für Versagen durch die einzelnen Fitparameter abgeschätzt (gepunktete Linien).

Die bisherigen Ergebnisse konnten zeigen, dass es mit Hilfe des beschriebenen Verfahrens möglich ist, die Daten zur Beschreibung des Mixed-Mode-Bruchverhaltens zu bestimmen. Mit der Wahl von $l = \delta_{MM}^c$ ist es darüber hinaus möglich, das Versagen von Metall-Epoxid-Verbunden durch ein einfaches Ellipsenkriterium nach Gleichung (3.21) zu beschreiben. Die mit anderen charakteristischen Längen skalierten K -Faktoren behalten dabei weiterhin ihre Gültigkeit. Unter der Annahme, dass die Datenpunkte für $l = \delta_{MM}^c$ tatsächlich auf einer Ellipse liegen, lässt sich eine dazu äquivalente Versagenskennlinie für jede Wahl von l mit

Hilfe der einfachen Transformationsmatrix von Gleichung (3.10) berechnen. Einsetzen der transformierten K -Faktoren nach Übergang von $l \rightarrow l'$ in Gleichung (3.21) ergibt

$$\left(\frac{K'_1 \cos Q + K'_2 \sin Q}{K_1^c} \right)^2 + \left(\frac{-K'_1 \sin Q + K'_2 \cos Q}{K_2^c} \right)^2 = 1 \quad \text{mit} \quad Q = \varepsilon \ln \left(\frac{l'}{l} \right) . \quad (3.22)$$

Nach einigen Umformungen von Relation (3.22) ist K'_1 schließlich bestimmt zu

$$K'_1 = \sqrt{\frac{1}{\Omega_1}} \cdot \sqrt{1 - \left(\Omega_3 - \frac{\Omega_2^2}{\Omega_1} \right) \cdot K_2'^2 - \frac{\Omega_2}{\Omega_1} \cdot K_2'} \quad (3.23)$$

mit den Konstanten

$$\Omega_1 = \frac{\cos^2 Q}{K_1^{c^2}} + \frac{\sin^2 Q}{K_2^{c^2}} \quad (3.24)$$

$$\Omega_2 = \sin Q \cdot \cos Q \cdot \left(\frac{1}{K_1^{c^2}} - \frac{1}{K_2^{c^2}} \right) \quad (3.25)$$

$$\Omega_3 = \frac{\sin^2 Q}{K_1^{c^2}} + \frac{\cos^2 Q}{K_2^{c^2}} . \quad (3.26)$$

Aus Beziehung (3.23) lässt sich die zur elliptischen Versagenskennlinie äquivalente Kurve für jede beliebige Länge $l' = \text{const.}$ berechnen. Ist die charakteristische Länge nicht konstant und für etwa $l = 2a$ von der Risslänge abhängig, lässt sich die Transformation nach Gleichung (3.23) nicht kontinuierlich durchführen. Jeder K -Faktor ist mit einer bestimmten Risslänge korreliert, die jedoch nur für die diskreten Versuchsdaten bekannt sind. Für eine kontinuierliche Transformation sind hingegen die exakten Werte für l erforderlich. Aus einer Versagenskennlinie lässt sich auch nicht über eine analytische Beziehung auf die Risslänge schließen. Auf die abschnittsweise Berechnung der Ellipse für $l = 2a$ wurde aus den genannten Gründen verzichtet.

Die Skalierung mit der von Ikeda et al. vorgeschlagenen Konstanten $l = 10 \mu\text{m}$ gilt hingegen für jede Risslänge und kann direkt in Gleichung (3.23) einfließen.

Die Gegenüberstellung der l -abhängigen, jedoch äquivalenten Versagenslinien in Abbildung 3.5.6 zeigt sehr anschaulich, welchen Einfluss eine neue Wahl von l auf die ursprünglich elliptische Form hat. Der neue Verlauf entspricht dem einer gedrehten und verzerrten Ellipse, wofür vor allem der rechte Term in der transformierten Gleichung (3.23) ausschlaggebend ist. Außerdem fällt auf, dass zumindest rein numerisch auch negative Werte für K_1 vorkommen

können. Die Grenzwerte K_1^c und K_2^c sind zusätzlich durch die ausgefüllten Quadrate und die dazugehörigen transformierten Werte durch die offenen Quadrate angedeutet. Die eingezeichneten Vektoren \tilde{K}' verdeutlichen die Abhängigkeit des Phasenwinkels Ψ von l und \tilde{K} . Jeder Punkt auf einer Versagenskennlinie entspricht im Experiment einer bestimmten Risslänge und Belastung. Die Rissausbreitung verläuft zu betragsmäßig höheren K_2 -Werten ansteigend. Inwiefern der Winkel Ψ konkret von der Risslänge abhängt, zeigt eine spätere Betrachtung expliziter.

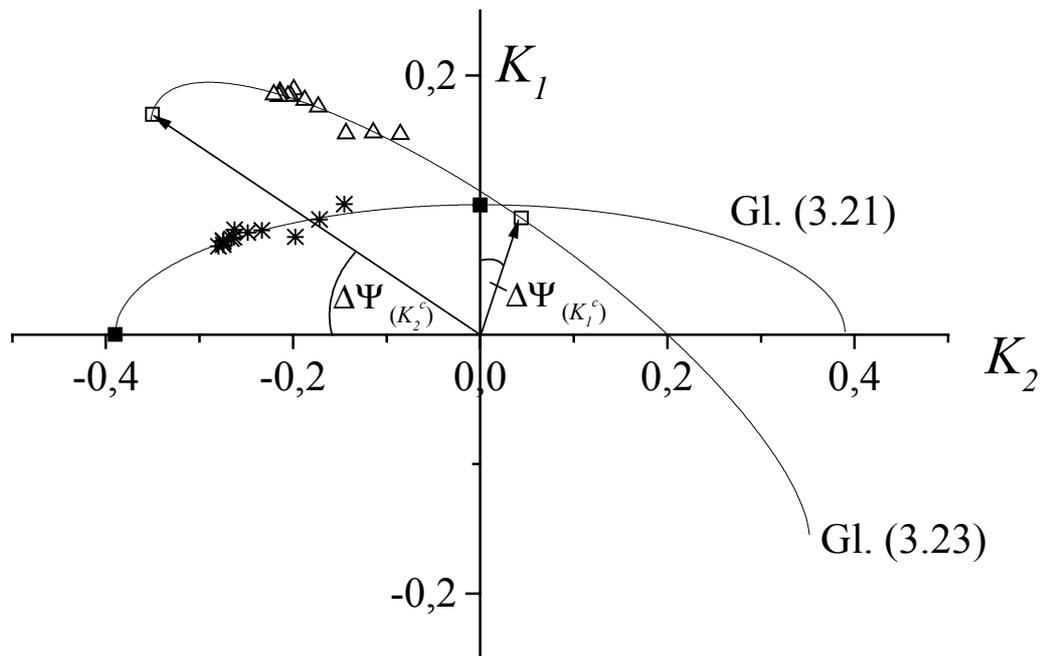


Abbildung 3.5.6: Vergleich der in Form einer Ellipse (Gleichung (3.21)) angepassten Daten mit einem Fit (Gleichung (3.23)) nach Übergang von l nach l' .

Als theoretische Grundlage zu der hier diskutierten bruchmechanischen Beschreibung dienen die von Williams [7] eingeführten oszillierenden Spannungssingularitäten an der Spitze eines Grenzflächenrisses. In der weiteren Betrachtung ist nun von Interesse, wie die Spannungen, die sich aus den bekannten K -Faktoren berechnen lassen, konkret verlaufen und welche Aussagen sich bezüglich der vorausgesagten Durchdringung von Rissflanken treffen lassen.

3.5.3 Analytisch bestimmte Spannungsverläufe im Vergleich mit den FE-Simulationen

Die Bestimmung von K -Faktoren ist für homogene Materialien durch die Spannungsanalyse einer FE-Simulation einfach durchzuführen. Die an der Rissspitze auftretende $r^{-1/2}$ -Singularität der Spannungen lässt sich als Funktion des Abstandes r anpassen und daraus K_I und K_{II} berechnen. Aus den vorangehenden Untersuchungen des Verschiebungsfeldes ging schon hervor, dass die unmittelbar hinter der Rissspitze liegenden Knoten prinzipiell unberücksichtigt bleiben müssen. Bei Betrachtung der Spannungen gilt dies für die Knoten vor der Rissspitze entsprechend ebenso, denn aus numerischen Gründen sind die Ergebnisse dort immer stark fehlerbehaftet. Die im Theoriekapitel 3.2 diskutierten Spannungsozillationen entlang der Grenzfläche eines Materialverbundes sind mit der FE-Methode prinzipiell nicht auffindbar, da sie durch die Mittelung über die Integrationspunkte der Elemente herausfallen. Die in den Diagrammen der Abbildung 3.5.7 präsentierten Normal- und Schubspannungsverläufe $\sigma_{22}(r)$ und $\sigma_{12}(r)$ zeigen den erwarteten betragsmäßigen Anstieg für r gegen null. Es können auch plötzliche Spannungsabfälle auftreten, die analog zu den Schwankungen in den Verschiebungen numerisch bedingt sind und folglich nicht als Teil der genannten Oszillationen interpretiert werden dürfen. Die vorgenommene Berechnung des komplexen K -Faktors basiert auf der Auswertung der Rissuferverschiebungen im optimierten Abstand $r_{\text{Prozedur}} = 1,8 \mu\text{m}$ hinter der Rissspitze. In diesem Fall befindet man sich im K -dominierten Nahfeld und gleichwohl außerhalb der nicht auswertbaren Zone, deren Ausmaß bei der berechneten r -Abhängigkeit der Faktoren k_1^{FE} und k_2^{FE} bereits abgeschätzt werden konnte.

Mit den nun bekannten Real- und Imaginärteilen des komplexen Spannungsintensitätsfaktors sind die Spannungen durch die analytische Nahfeldlösung aus Gleichung (3.2) eindeutig bestimmt. Nach einigen Umformungen kann man die einzelnen Spannungskomponenten angeben in der Form

$$\sigma_{22} = \frac{1}{\sqrt{2\pi r} \cosh(\pi \varepsilon)} [K_1 \cos(\varepsilon \ln(r/l)) - K_2 \sin(\varepsilon \ln(r/l))] \quad (3.27)$$

und

$$\sigma_{12} = \frac{1}{\sqrt{2\pi r} \cosh(\pi \varepsilon)} [K_1 \sin(\varepsilon \ln(r/l)) + K_2 \cos(\varepsilon \ln(r/l))] \quad (3.28)$$

Abbildung 3.5.7 enthält ein konkretes Beispiel für die Spannungsverläufe unter Belastungen, die durch das Experiment an Probe 1 bekannt sind ($a^c = 2,3 \text{ mm}$; $F^c = 33,2 \text{ N}$). Die durchgezogenen Linien ergeben sich aus den analytischen Beziehungen (3.27) und (3.28) durch Einsetzen der numerisch bestimmten K -Faktoren. Die gute Übereinstimmung spricht zunächst lediglich für die konsistente Abstimmung der Auswertprozedur und ebenso für die Zuverlässigkeit der Spannungsberechnung aus dem Verschiebungsfeld mit ABAQUS. Mit

Hilfe der analytischen Lösung ist es nun möglich, die Spannungsozillationen direkt anzugeben.

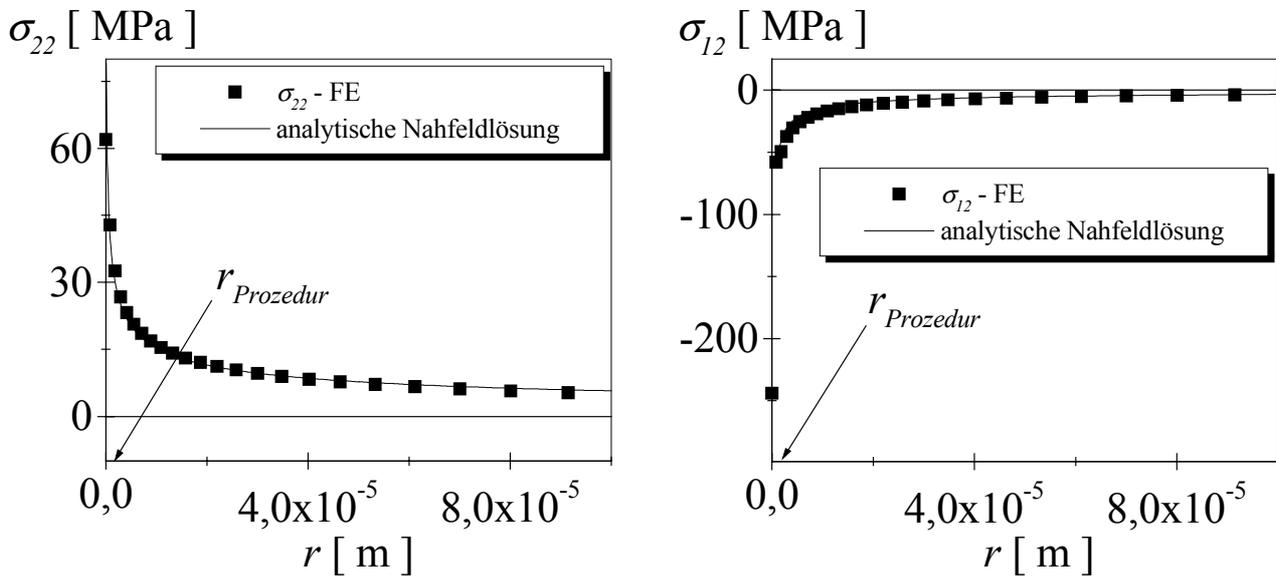


Abbildung 3.5.7: Normal- und Schubspannungskomponente $\sigma_{22}(r)$ (links) und $\sigma_{12}(r)$ (rechts) vor der Risspitze entlang der Grenzfläche zwischen Messing und Epoxid. Abstand r_{Prozedur} zum Vergleich nochmals markiert.

In den beiden Diagrammen der Abbildung 3.5.8 sind die jeweils ersten lokalen Extremwerte von σ_{22} und σ_{12} für $r < r_{\text{Prozedur}}$ hervorgehoben. Die Position des Maximums in σ_{22} bei $r_{\sigma_{22}^{\text{max}}} \approx 10^{-8} \text{ m}$ und die des Minimums der Scherspannung im Abstand $r_{\sigma_{12}^{\text{min}}} \approx 5 \cdot 10^{-15} \text{ m}$ befinden sich in Größenordnungen, die innerhalb der kleinsten Elementbreite des FE-Netzes liegen. In der realen Probe fallen die lokalen Extrema sicherlich in den Bereich der Prozesszone.

Während der dargestellte Extremwert der Normalspannung gerade noch in einem messtechnisch erfassbaren Bereich liegt, fällt eine für die Schubspannungskomponente gefundene Größenordnung von 10^{-15} m aus jeder kontinuumsmechanischen und auch mikroskopischen Betrachtung heraus. Eine weitere Eigenschaft der berechneten oszillierenden Spannungen ist deren Wellenlänge, die aufgrund des logarithmischen Argumentes in den trigonometrischen Funktionen nichtlinear zunimmt (siehe dazu die Gleichungen (3.27) und (3.28)).

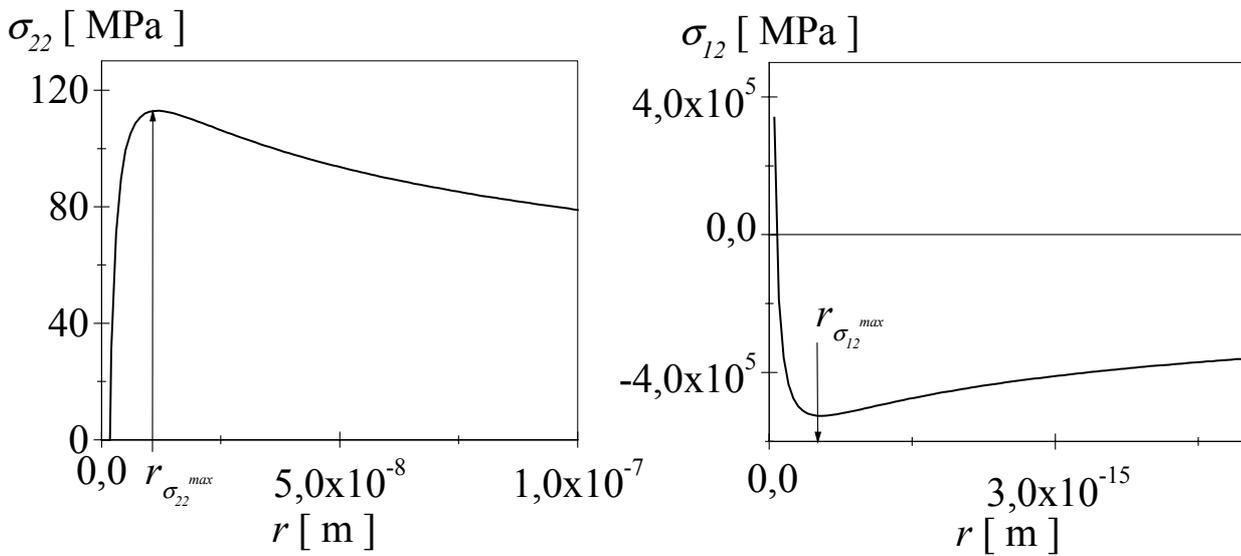


Abbildung 3.5.8: Aus den numerisch bestimmten K -Faktoren berechnete r -Abhängigkeiten der Normalspannung σ_{22} (links) und der Schubspannung σ_{12} (rechts).

Entscheidend dafür, in welchem Ausmaß diese Spannungsanomalie zu dem physikalisch unsinnigen Effekt der schon häufig zitierten Durchdringung der Rissflächen nahe der Spitze führt, ist die zugehörige r -Abhängigkeit der Rissöffnung δ_2 . Betrachtet seien die Rissuferverschiebungen im gleichen Abstand hinter der Risspitze wie vorangehend die Spannungen vor der Spitze. Die Beispielwerte für die kritische Risslänge und Last wurden beibehalten. Die reinen Mode-1-Rissöffnungen δ_2 entlang der Rissufer sind durch die FE-Simulation bekannt und im linken Diagramm der Abbildung 3.5.9 durch die ausgefüllten Quadrate gekennzeichnet. Einsetzen der K -Faktoren in die Bestimmungsgleichung für die Rissöffnungen liefert den analytischen Verlauf von $\delta_2(r)$, der in guter Näherung mit den FE-Daten übereinstimmt. Die Abweichungen von r sind vornehmlich durch die stets vorhandene Fehlerfortpflanzung in den Schritten zwischen Experiment und numerischer Auswertung von \tilde{K} verursacht. Der Vergleich im linken Diagramm ist vornehmlich als weitere Überprüfung der angewandten Methode gedacht.

Im Gegensatz zur FE-Analyse erlaubt es die analytische Lösung von $\delta_2(r)$, die Lage und die Größenordnung der Durchdringung der Rissufer vorauszusagen. Das rechte Diagramm in Abbildung 3.5.9, in dem der Bereich hinter dem Koordinatenursprung stark vergrößert wurde, stellt den vorausgesagten *Durchdringungsbereich* gesondert dar. Daraus folgt offensichtlich, dass die von Williams vorausgesagten Oszillationen nicht zwangsweise zu unsinnigen Aussagen führen. Der Abstand, innerhalb dessen sich die Rissufer durchdringen sollen, reicht laut der Berechnung nur bis zu einem Abstand von etwa 16 nm und die Überlappung beträgt

dabei etwas mehr als $0,4\text{ nm}$. Die Rissuferverschiebungen δ_1 , welche den Mode-2-Anteil betreffen, sind hierbei nicht berücksichtigt worden. Sie führen dazu, dass die Rissufer unter Last noch zusätzlich in x_1 -Richtung gedehnt werden. Doch selbst wenn diese zusätzlichen Verschiebungen noch aufaddiert würden, so läge die Ausdehnung des Durchdringungsbereiches bei der vorliegenden Belastung trotz allem nur bei etwa 20 nm .

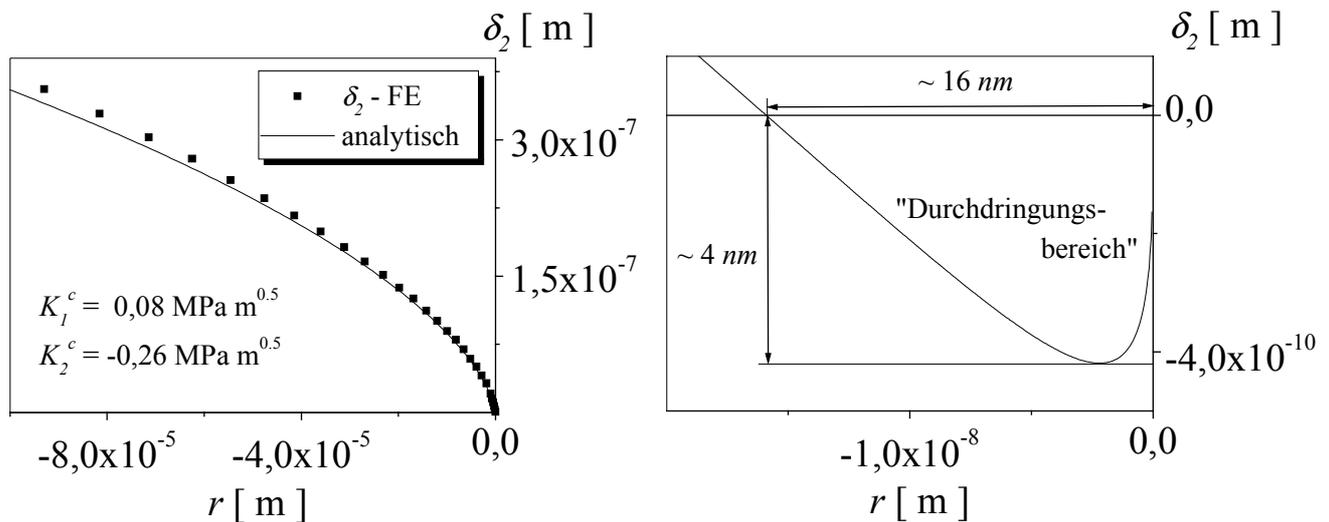


Abbildung 3.5.9: Links: analytisch berechnete Mode-1-Rissöffnung $\delta_2(r)$ im Vergleich mit FE-Simulation. Rechts: Vergrößerter Ausschnitt zur Darstellung des vorausgesagten *Durchdringungsbereichs*.

Zur Interpretation der Ergebnisse dieser Studie sei nochmals daran erinnert, dass die zugrunde gelegte Theorie aus einem kontinuumsmechanischen Ansatz hervorgeht. Effekte in mikroskopischer Größenordnung bleiben dabei a priori unberücksichtigt. So ist bekannt, dass im Bereich mikroskopischer Längenskalen häufig Abweichungen von einer klassischen, makroskopischen Theorie auftreten.

In der Einleitung zu diesem Kapitel sind bereits Arbeiten zitiert worden, die sich mit der Problematik der Oszillationen im Nahfeld der Risspitze auseinandersetzen. Sei es durch die Implementierung gewisser Randbedingungen, mit denen sich die Spannungsoszillationen eliminieren lassen ([28], [29]) oder die Argumentation mit der plastischen Zone, innerhalb derer ebenfalls keine Durchdringung der Rissufer vorausgesagt wird ([31]), so stellen die genannten Autoren gleichermaßen fest, dass der Formalismus der komplexen Spannungsintensitätsfaktoren ein hohes Anwendungspotential in sich birgt. Die hier vorgestellten Ergebnisse tragen des Weiteren dazu bei, zu zeigen, dass die vorausgesagte Durchdringung der Rissflanken nicht im unmittelbaren Widerspruch zur Festkörperphysik steht, da die gefundenen Anomalien um Größenordnungen außerhalb des Geltungsbereiches der Kontinuumsmechanik liegen. Quantitativ beläuft sich die Tiefe der maximalen Durchdringung bei Belastung laut Abbildung 3.5.9 auf etwa $0,4\text{ nm}$.

3.5.4 Die Energiefreisetzungsrate G

Nach der Bestimmung der kritischen K -Faktoren am Beispiel der Metall-Epoxid-Verbunde soll nun eine energetische Betrachtung erfolgen. Dem schließt sich ein Vergleich des Stempeltests mit einer früheren Version mit abgerundetem Stempel an. Dabei wird verdeutlicht, dass sich die Energiefreisetzungsrate für den speziellen Fall einer nachgiebigen Schicht auf einem steifen Substrat auch mit einer analytischen Näherung aus reinen Geometriedaten, Materialparametern und kritischen Belastungsgrößen berechnen lässt. In allen FE-Simulationen berechnet ABAQUS das J -Integral automatisch mit. Schon bei der Optimierung des zur Auswertung geeigneten Abstandes hinter der Risspitze (r_{Prozedur}) erwies sich das J -Integral als nützliche Vergleichsgröße. Die Abweichungen von der hier berechneten Energiefreisetzungsrate G sind in geringem Maße noch von der Risslänge abhängig, liegen jedoch stets unterhalb von 4 %. Nach der Auswerteprozedur liegen Real- und Imaginärteil von \tilde{K} vor, und die Zerlegung der Energiefreisetzungsrate G ergibt sich einfach durch (s. Gl. (3.11))

$$G_i = \frac{1}{\cosh^2(\pi \varepsilon) E_*} \cdot K_i^2 \quad i = 1, 2 \quad . \quad (3.29)$$

Im gleichen Sinne, wie die K -Faktoren von der charakteristischen Länge abhängen, trifft dies auch für die Anteile der Energiefreisetzungsrate zu, nicht jedoch für deren Summe. In Abbildung 3.5.10 sind G_1 und G_2 über der Risslänge (für $l = \delta_{MM}^c$) aufgetragen.

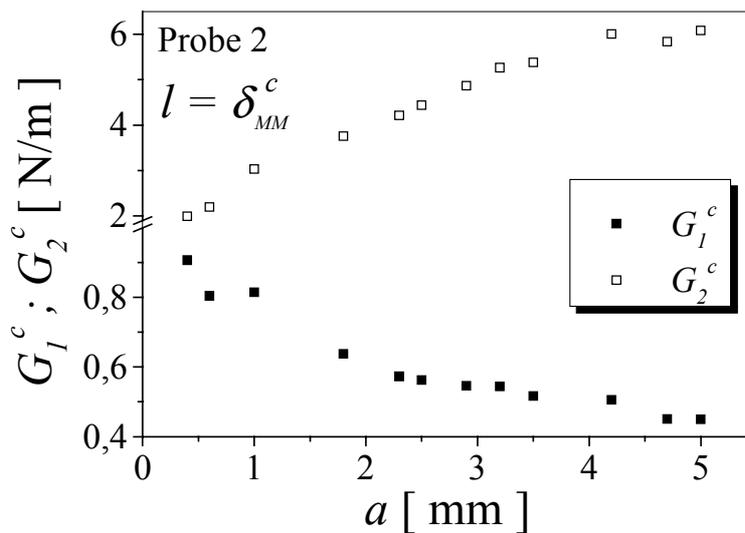


Abbildung 3.5.10: $G_{1,2}^c$ über der Risslänge a , berechnet aus Versuchsdaten der Probe 2.

Die Mode-1-Komponente nimmt entsprechend den Erkenntnissen aus dem zugehörigen K_1 - K_2 -Phasendiagramm ab und der Mode-2-Anteil stetig zu. Die Kurven verlaufen nichtlinear und scheinen asymptotisch gegen einen bestimmten Wert zu konvergieren. Dies entspricht der Beobachtung, dass es experimentell nicht möglich war, die Versagenskennlinie bis zu dem Wert $K_1 = 0$ zu vermessen, weil die Risszähigkeit der Schicht geringer ausfällt als die der Grenzfläche. Die Energiebeträge unterscheiden sich um etwa eine Größenordnung, zu erkennen an der geteilten $G_{1,2}^c$ -Achse, wofür die Wahl der Länge l verantwortlich ist. Hier nicht extra aufgeführt sind die Risslängenabhängigkeiten von $G_{1,2}^c$ für eine Skalierung mit $l = 10 \mu\text{m}$ beziehungsweise $l = 2a$. Im ersten Fall bleibt G_1^c nahezu konstant, während G_2^c wiederum ansteigt und sich die Kurven sogar überschneiden. Bei einer charakteristischen Länge $l = 2a$ überwiegt der Mode-1-Anteil schließlich vollständig.

In der Literatur wird die Energiefreisetzungsrates oft als Funktion des Phasenwinkels $\Psi = \arctan(K_1 / K_2)$ angegeben. Für die gezeigten Beispiele ergibt sich dann ein Diagramm wie jenes in der Abbildung 3.5.11.

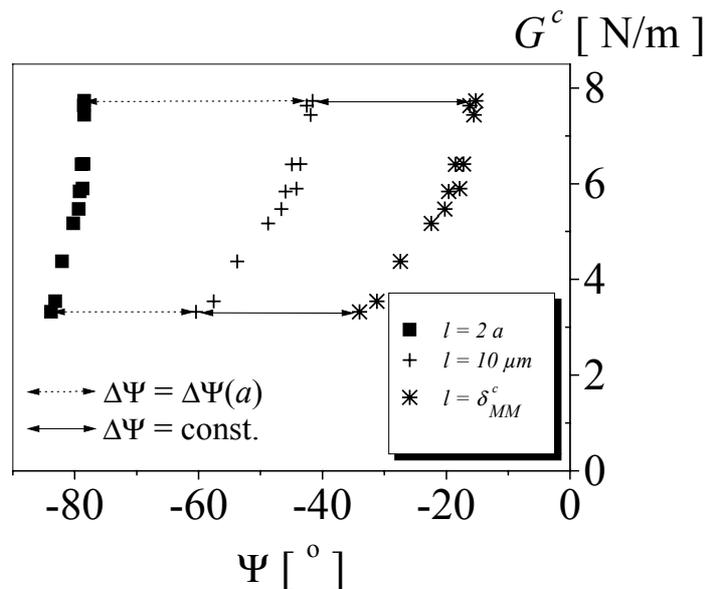


Abbildung 3.5.11: Energiefreisetzungsrates als Funktion des Winkels $\Psi = \arctan(K_1 / K_2)$ für drei verschiedene Skalierungslängen l , Phasenverschiebung durch Pfeile markiert.

Darin sind gleich zwei signifikante Effekte zu beobachten, nämlich der steile, parabelförmige Anstieg der Grenzflächenenergie bei Variation des Mixed-Mode-Verhältnisses einerseits und der schon festgestellte Einfluss der Skalierungslänge auf den Winkel Ψ andererseits. Der Übergang $l = \delta_{MM}^c \rightarrow l' = 10 \mu\text{m}$ bewirkt lediglich eine konstante Phasenverschiebung, wie es anhand der durchgezogenen Pfeile in Abbildung 3.5.11 anschaulich hervorgehoben ist. Bleibt l hingegen nicht konstant, so führt dies zur Konsequenz, dass die Winkelabhängigkeit von G in dem gezeigten Beispiel massiv zunimmt. Die Datenpunkte mit gleichem Betrag von G

entsprechen auch der gleichen Risslänge, zumal die Länge l keinen Einfluss auf den Betrag der Grenzflächenenergie hat.

Den Phasendiagrammen weiter oben in Abbildung 3.5.5 ist zu entnehmen, dass der im Versuch durchlaufene Mixed-Mode-Bereich nur einen Teil einer möglichen ellipsenförmigen Versagenskennlinie abdeckt. Innerhalb dieses experimentell bestimmten Gebietes steigt die Energiefreisetzungsrate um einen Faktor von etwa 2,3 an wie aus Abbildung 3.5.11 hervorgeht.

In einer Arbeit von Swadener und Liechti [44] finden sich Resultate, nach denen die Energiefreisetzungsrate über einen größeren Winkelbereich bestimmt wurde als den oben abgebildeten. Die Tendenz zur starken Winkelabhängigkeit von G ist auch bei den von Swadener und Lietchi untersuchten Glas-Epoxid-Grenzflächen gefunden worden, wenngleich auch durch viele Experimente und nicht wie hier in einem einzigen Versuch.

Die vorgestellte bruchmechanische Analyse stützt sich auf die numerische Auswertung experimenteller Daten zur Bestimmung des Mixed-Mode-Bruchverhaltens entlang der Grenzfläche zweier unterschiedlicher Materialien. Für viele Anwendungen ist es von entscheidender Bedeutung, die Festigkeit in Abhängigkeit von unterschiedlichen Belastungszuständen zu kennen. Ist hingegen ausschließlich die gesamte Energiefreisetzungsrate von Interesse, wäre sicherlich eine analytische Beziehung von Nutzen, nach der sich G aus Materialdaten und experimentell bestimmbar kritischen Belastungsgrößen berechnen ließe. Der Stempelttest ist eine Modifikation eines bereits bekannten Verfahrens. Die Kerbe zwischen Schicht und Substrat bewirkt eine zuverlässigere Rissinitiierung entlang der zu untersuchenden Grenzfläche. Zu dem älteren Test leiteten Malyshev und Salganik [37] für den Spezialfall einer dünnen und rein elastischen Schicht auf einem vollkommen starren Substrat bereits eine analytische Beziehung für die Bruchenergie her. Sie lautet

$$G = \frac{3}{8\pi E' t^3} \cdot F^2 \quad . \quad (3.30)$$

Die Größe t steht hier für die Schichtdicke und für $E' = \frac{E}{1-\nu^2}$ ist nach Angaben von Malyshev und Salganik der reduzierte E-Modul der Schicht einzusetzen. Die Grenzflächenenergie hängt also allein von der kritischen Last, den elastischen Eigenschaften und der Schichtdicke ab. Die momentane Risslänge fällt bei dieser Lösung heraus.

Aufgrund des großen Unterschiedes in den E-Moduln erfüllt der untersuchte Metall-Epoxid-Verbund in guter Näherung die Voraussetzung für die Beziehung (3.30). Demnach sollte es möglich sein, einen Vergleich zwischen den numerisch berechneten Daten und der analytischen Lösung anstellen zu können. Zur Prüfung der Aussagekraft eines solchen Vergleichs soll ein numerisches Experiment dienen, in dem drei Spezialfälle betrachtet werden. Im ersten Fall wird ein extrem steifes Substrat angenommen, dessen E-Modul um den Faktor 10^3 höher liegen soll als der von Messing. Die numerisch verarbeiteten

experimentellen Daten zu den Proben 1 bis 4 finden sich in Abbildung 3.5.12, wobei noch zwei weitere analytische Verläufe eingetragen sind.

Die beiden Kurven, berechnet nach Gleichung (3.30), unterscheiden sich durch die Wahl des reduzierten E-Moduls E' . In der Arbeit von Malyshev und Salganik wird von einem vollkommen starren Substrat ausgegangen und mit E' ist der reduzierte Schichtmodul gemeint. Die analytische Lösung (obere Kurve) weicht stark von den Daten der FE-Simulation ab. Der auf die gleichen Autoren zurückgehende Ausdruck zur Berechnung der Grenzflächenenergie enthält einen Wert

$$E' = \cosh^2(\pi \varepsilon) E_* \quad (3.31)$$

Geht man nun nach den Ausführungen auf Seite 46 davon aus, dass dieser Ausdruck in der obigen Beziehung (3.30) einzusetzen ist, so folgt für den Grenzfall $E'_{Substrat} \rightarrow \infty$

$$E' = 2 \cdot E'_{Schicht} \quad (3.32)$$

Die nach dieser Überlegung berechnete analytische Lösung stimmt mit den FE-Daten gut überein (siehe Abbildung 3.5.12). Für die Zuverlässigkeit der numerisch berechneten Energiefreisetzungsrate spricht die weiter oben diskutierte gute Übereinstimmung mit dem J -Integral, das sich bei FE-Simulationen als globale Größe äußerst exakt berechnen lässt. Für den in der analytischen Vorgehensweise betrachteten Grenzfall $E_{Substrat} \rightarrow \infty$ herrscht also eine Diskrepanz zu den FE-Daten um den Faktor 2.

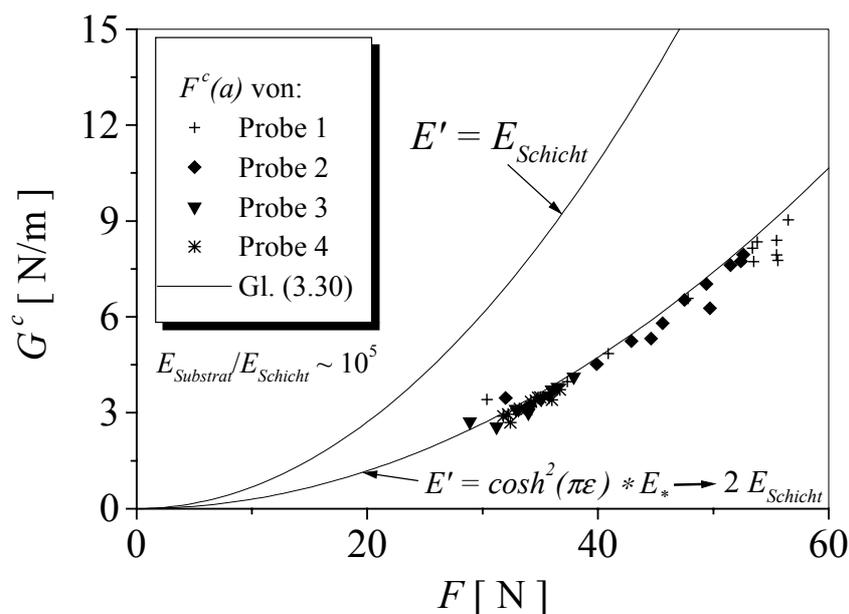


Abbildung 3.5.12: Vergleich von FE-Daten mit Gleichung (3.30), einmal für reinen Schichtmodul (obere Kurve) und Übergang zum effektiven E-Modul (untere Kurve).

Daraus ist zu schließen, dass die von Malyshev und Salganik hergeleitete Gleichung (3.30) um diesen Faktor 2 korrigiert werden muss, falls E' tatsächlich für den reinen Schichtmodul stehen muss. Eine Alternative wäre es, E' von vorne herein durch einen effektiven Wert nach Gleichung (3.31) zu ersetzen.

Inwiefern dann von einer allgemeinen Lösung gesprochen werden kann, muss ein weiteres numerisches Experiment erbringen. Dazu kommen nun zwei weitere Fälle in Betracht, in denen zunächst die realen elastischen Eigenschaften von Messing und Epoxid in die FE-Analyse eingehen und im darauf folgenden Schritt die Schicht und das Substrat den gleichen E-Modul besitzen sollen. In der erstgenannten Kombination ist mit $E_{Schicht} \ll E_{Substrat}$ die Voraussetzung eines starren Substrates noch näherungsweise erfüllt, im zweiten Fall eines homogenen Materials gilt diese Bedingung nicht mehr. Als Beispiele für die kritischen Lasten gelten weiterhin die Daten aus den Experimenten an den Proben 1 bis 4. Das Ergebnis einer solchen Simulation in Abbildung 3.5.13 beweist eindeutig, dass Gleichung (3.30) mit einem effektiven E-Modul nach Beziehung (3.31) für den untersuchten Messing-Araldit-Verbund zumindest noch zu befriedigenden Resultaten führt. Ist die Bedingung $E_{Schicht} \ll E_{Substrat}$ nicht mehr erfüllt, so ist die Lösung von Malyshev und Salganik nicht weiter anwendbar.

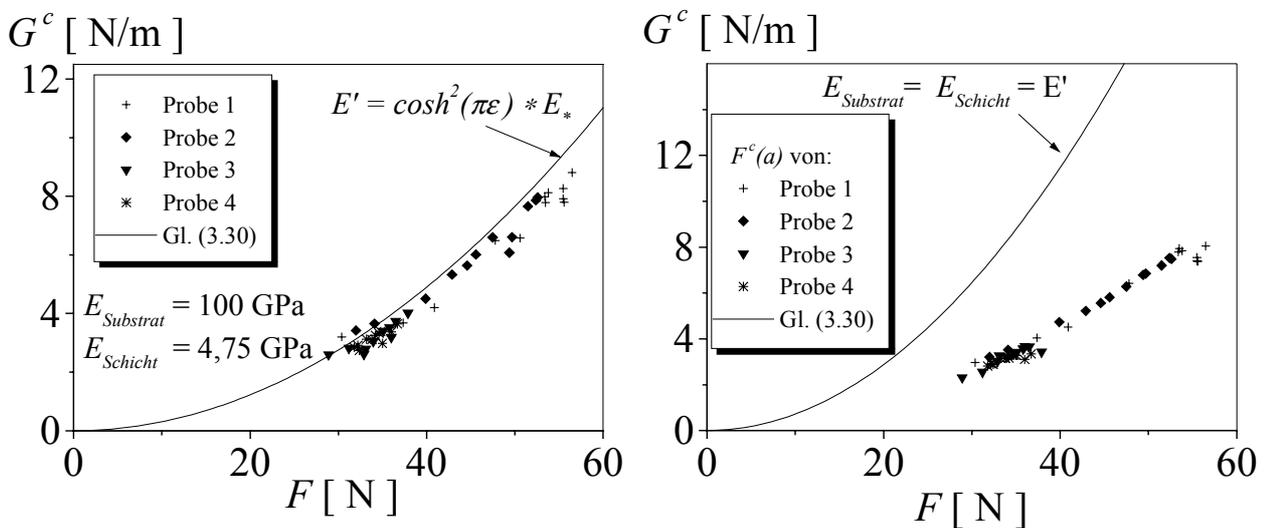


Abbildung 3.5.13: Links: FE-Simulation mit realen E-Moduln von Messing und Epoxid und dazugehörige Lösung nach Gleichungen (3.30) und (3.31). Rechts: gleiche E-Moduln beider Komponenten.

3.5.5 Variation des Winkels $\Psi(a)$ im Stempeltest

Die kontinuierliche Variation des Phasenwinkels Ψ hat sich qualitativ schon in den Phasendiagrammen und der sich daran anschließenden Diskussion der Risslängenabhängigkeit der Grenzflächenenergie abgezeichnet. Es stellt sich nunmehr die Frage, wie sich Ψ als Funktion der Risslänge quantitativ erfassen lässt. Der Absolutbetrag des Winkels ist prinzipiell durch die Wahl der Skalierungslänge l beeinflusst. Ist l eine Konstante, so ist die Änderung von Ψ mit zunehmendem Rissfortschritt für jeden beliebigen konstanten Wert von l bis auf eine konstante Phasenverschiebung gleich. Die Risslängenabhängigkeiten des Winkels Ψ sind anhand der Skalierung mit den drei bekannten Längen unterscheidbar. Die Verläufe sind in Abbildung 3.5.14 eingetragen und mit einem Fit als Exponentialfunktion

$$\Psi(a) = \Psi_0 + \Delta\Psi \cdot e^{-\frac{a-\zeta_1}{\zeta_2}} \quad \zeta_1, \zeta_2: \text{Fitkonstanten} \quad (3.33)$$

angepasst. Geht man von einer nichtkonstanten charakteristischen Länge aus ($l = 2a$), so steigt die Kurve für das gewählte Beispiel nicht mehr im gleichen Maße an wie für $l = \text{const.}$ Die Grenzwerte für $a = 0$ und diejenigen für große Risslängen sind sicherlich noch vom Verhältnis der Schicht- zur Substratdicke abhängig.

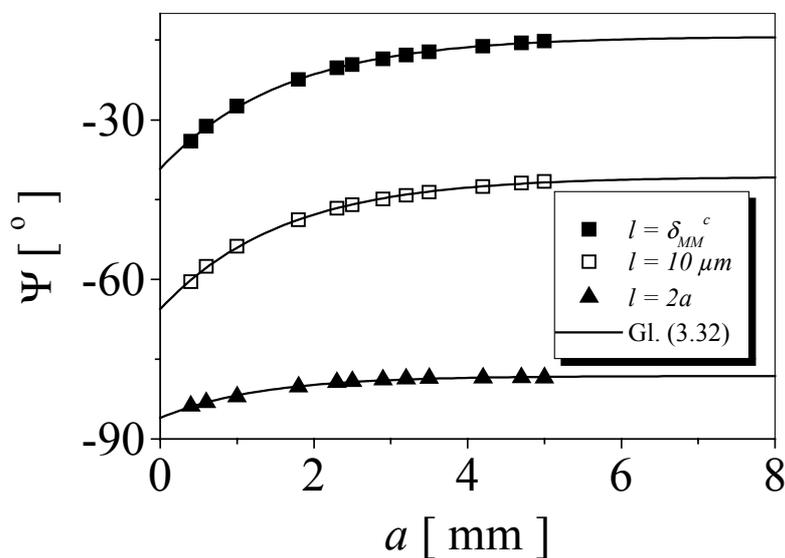


Abbildung 3.5.14: Risslängenabhängigkeit des Winkels $\Psi(a,l)$ nach Skalierung mit den drei bekannten charakteristischen Längen. Durchgezogene Linien sind Fits nach Gleichung (3.33).

Hier zeigt sich, dass sich das Mixed-Mode-Verhältnis vor allem zu Beginn des Experiments maßgeblich ändert. Bei einem großen Bereich der Rissformation gehen erhebliche Daten-

mengen verloren. Die Ergebnisse nach Abbildung 3.5.14 geben Anlass dazu, die charakteristische Länge l eher einer Konstanten gleichzusetzen, so dass die Resultate bezüglich der Änderung des Mixed-Mode-Verhältnisses vergleichbar bleiben.

Die experimentellen Kraft-Risslängenkurven suggerieren zudem, die Probenpräparation zu optimieren, so dass die Zone der Rissformation kleiner ausfällt als bisher. Eine Beeinflussung des Winkelbereichs durch eine Schichtdickenvariation ist je nach Beschichtungsverfahren nicht in jedem Fall realisierbar. Für optisch transparente Materialien bietet sich das vorgestellte Verfahren als geeignete Methode zur Bestimmung der Haftfestigkeit an.

Der überwiegende Teil der industriell hergestellten Schicht-Substratsysteme besteht jedoch aus optisch nichttransparenten Komponenten. Hierzu muss eine Alternative zur Risslängenbestimmung gefunden werden. In diesem Kapitel wurden diesbezüglich die wesentlichsten theoretischen Grundlagen und Eigenschaften der neuen Methode am Beispiel des Modellsystems Messing-Araldit abgehandelt. Im nächsten Kapitel steht die experimentelle Vorgehensweise unter Verwendung eines akustischen Verfahrens zur Untersuchung nicht-transparenter Metall-Dentalkeramiken im Vordergrund.

4 Versagen optisch nichttransparenter Metall-Dentalkeramik-Verbunde

Das im Kapitel 3 vorgestellte Verfahren zur Bestimmung der Grenzflächenfestigkeit soll im Folgenden auf die Untersuchung von Metall-Dentalkeramik-Verbunde erweitert werden. Die optische Methode versagt bei den kaum oder gar nicht transparenten Dentalkeramiken. Der Radius des kreisförmigen Grenzflächenrisses zwischen Dentalkeramik und Titan wird deshalb mit einer akustischen Methode bestimmt. Es folgt eine detaillierte Beschreibung zur Technik der Risslängenmessung und ein Vergleich mit Ergebnissen optischer Messungen zum Nachweis der Zuverlässigkeit der erhaltenen Daten. Der neue Stempeltest, einer Kombination von Probe und Ultraschallprüfkopf, lässt sich in seinen geometrischen Abmessungen so variieren, dass sich der bisher abgedeckte Bereich des Phasenwinkels Ψ erweitern lässt. Das Phasendiagramm des komplexen Spannungsintensitätsfaktors, das mit einer modifizierten Version der im vorangehenden Kapitel beschriebenen Prozedur berechnet wird, offenbart, wie sich zeigen wird, ein asymmetrisches Versagensverhalten bezüglich der positiven und negativen K_2 -Achse.

4.1 Untersuchte Materialien und Problemstellung

Die theoretischen Grundlagen des hier verwendeten Formalismus sind durch die Ausführungen am Anfang des zweiten Kapitels bereits abgehandelt worden. Dieses Kapitel ist als Erweiterung der experimentellen Anwendungsbereiche bei der Bestimmung von Versagenskriterien zu verstehen. Die bisher gezeigten Experimente und Anwendungsbereiche beschränkten sich auf Bimaterialien mit mindestens einer optisch transparenten Komponente, wonach sich die Rissausbreitung mit Hilfe eines Videoaufbaus quantitativ erfassen ließ. In der praktischen Anwendung liegen häufig lichtundurchlässige Stoffe vor, die in Zwei- oder Mehrstoffverbunden verarbeitet sind wie etwa Mikrobauteile, Klebungen und auch Metall-Dentalkeramikverbunde aus dem Gebiet der Zahntechnik. Dieses Kapitel bezieht sich auf die experimentelle Untersuchung der Grenzflächenhaftung bei der letztgenannten Materialgruppe. Ein typisches Zahnimplantat setzt sich aus einem gegossenen Metallstumpf, der üblicherweise aus Titan oder speziellen Legierungen besteht, und mehreren aufgebrannten Dentalkeramikschichten zusammen. Es existieren viele Untersuchungen zu den Materialeigenschaften der Dentalkeramiken, wobei sich einige Autoren mit der Haftung solcher Werkstoffe auf Metallen ([45], [46]) befassen. Häufig wird von Bruchtests mit der Vier-Punkt-Biegeprobe von Charalambides [33] berichtet, die den bekannten Nachteil in sich bergen, dass das Verhältnis von K_1 zu K_2 stets konstant bleibt und zur Untersuchung jedes weiteren Verhältnisses ein zusätzliches Experiment erforderlich wird.

Die hier versagende optische Methode soll durch eine akustische Methode ersetzt werden. Die Anwendung der Ultraschalltechnik zur Risslängenmessung ist ein seit vielen Jahren erprobtes Verfahren. Die Neuerung daran ist hier die Integration des Prüfkopfs als Teil der Probe.

4.2 Theoretische Grundlagen der Ultraschall-Messmethode

Nach wie vor ist das Ziel der Untersuchungen die Ermittlung des komplexen Spannungsintensitätsfaktors \tilde{K} , zu dessen Berechnung die Rissuferverschiebungen in Normal- und Scherrichtung bekannt sein müssen. Nach der experimentellen Bestimmung der kritischen Stempellast und der momentanen Risslänge sollen sich auch hier wiederum FE-Simulationen anschließen. Das Hauptaugenmerk in den folgenden Ausführungen liegt vornehmlich in der akustischen Risslängenmessung und den daraus ableitbaren charakteristischen Versagenseigenschaften der Metall-Dentalkeramik-Grenzflächen.

Ohne die technischen Details der neuen Ultraschall-Probe vorwegzunehmen, dient es der Anschaulichkeit, das Prinzip der Messung kurz zu skizzieren. Bei akustischen Messungen bieten sich prinzipiell zwei Varianten an, nämlich eine Dämpfungsmethode, die hier auch zur Anwendung kommt, oder eine reine Laufzeitmessung. Bei der Letzteren wäre die aktuelle Risslänge in Form einer Puls-Echomessung durch Laufzeiterfassung zu bestimmen. Das experimentelle Problem ist in einem solchen Verfahren die notwendigerweise seitliche Schalleinstrahlung vom Probenrand her mit einer ganzen Reihe (*Array*) von Schallwandlern. In einer derartigen Anordnung erschwert sich die Auswertung zusätzlich durch die starke Schallschwächung entlang einer Grenzfläche. Ferner ist diese Art der Messung richtungsabhängig, weil der Schallkegel jedes einzelnen Strahlers nur einen bestimmten Teil der Grenzfläche erfassen kann.

Eine Dämpfungsmessung hat demgegenüber den entscheidenden Vorteil, dass ein geeigneter Schallwandler bei Einstrahlung senkrecht zur Grenzfläche diese komplett erfassen kann. Dabei lässt sich der Schallwandler sehr einfach in den bereits vorhandenen Versuchsaufbau integrieren (siehe auch Kapitel 4.3.2 ‚Experimenteller Aufbau mit modifizierter Stempeltestprobe und Ultraschall-Prüfgerät‘).

Das Prinzip (siehe Abbildung 4.2.1) besteht in der Aussendung eines Ultraschallpulses mit Hilfe eines PZT-Schallwandlers (Blei-Zirkon-Titanat) durch eine Schicht (Material 1) und ein Substrat (Material 2) hindurch und dem Empfang des Signals mit einem zweiten Schallwandler auf der Gegenseite. Der Versuch, mit nur einem Schallwandler zu arbeiten, der gleichzeitig als Sender und Empfänger operiert, schlug aufgrund der schwachen Reflexion an der Grenzfläche fehl. Schallwandler werden nach dem englischen Begriff auch als *Transducer* bezeichnet.

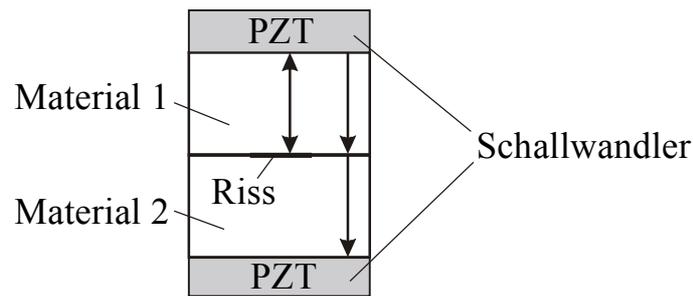


Abbildung 4.2.1: Prinzip der akustischen Risslängenmessung.

Zum Verständnis der akustischen Risslängenmessungen müssen zunächst einige Erläuterungen zu den allgemeinen Grundlagen der Schallerzeugung und -ausbreitung in Festkörpern erfolgen. Diese Überlegungen bilden die Basis für die Proben- und Schallwandlerdimensionierung zur Erzeugung eines bestimmten Schallfeldes.

4.2.1 Grundlagen der Schallerzeugung und Risslängenmessung mit zirkularen PZT-Schallwandlern

Schallwellen sind mechanische Schwingungen ausgedehnter Körper. Betrachtet man den Körper als Kontinuum, so werden zeitliche Schwingungen eines Volumenelements weiter übertragen und es entsteht eine räumliche und zeitliche Schwingung des Körpers. Die Amplitude der Auslenkung ist abhängig von der Wellenform und Prozessen wie innerer Reibung, Wärmeleitung oder molekularer Schallabsorption. Mit wachsender Distanz tritt eine Dämpfung der Welle ein. Eine sinnvolle akustische Messung erfordert ein bestimmtes Schallfeld, dessen Erzeugung und Ausbreitung nun beschrieben wird.

Die periodische Auslenkung einzelner Atome oder Moleküle eines Festkörpers, die in der Zeit τ mit der Geschwindigkeit c übertragen wird, führt zu einer periodischen Änderung anderer physikalischer Größen, den so genannten Schallfeldgrößen. Als die wichtigsten seien hier die Teilchengeschwindigkeit v' , die Massendichte ρ' und der Schalldruck p' genannt. Da sich diese periodisch um die Ruhewerte v_0 und ρ_0 beziehungsweise p_0 bewegen, ist es üblich, nur die Änderung um den jeweiligen Nullpunktswert zu betrachten. So spricht man von der Schallschnelle $v = v' - v_0$ und der Wechseldichte $\rho = \rho' - \rho_0$ sowie dem Schalldruck $p = p' - p_0$. Diese Größen sind über die beiden *hydrodynamischen Grundgleichungen* (4.1) und (4.2) sowie die Gleichung (4.3) miteinander verknüpft, die wie folgt lauten [47]:

$$\rho_0 \cdot \left(\frac{\partial v}{\partial \tau} \right) = -grad p \quad , \quad (4.1)$$

$$div(\rho_0 \cdot v) = -\frac{\partial \rho}{\partial \tau} \quad (4.2)$$

und

$$p = c^2 \cdot \rho \quad . \quad (4.3)$$

Mit diesen Gleichungen ist man in der Lage, die Wellenausbreitung zu beschreiben. Im Gegensatz zu Flüssigkeiten oder Gasen treten im Festkörper durch die Kopplung quer zur Schwingungsrichtung auch Transversalwellen auf, doch beschränken sich die nachstehenden Betrachtungen auf reine Longitudinalwellen.

Durch Deformation eines dielektrischen Materials kommt es bei geeigneter Kristallstruktur zu einer Symmetriebrechung der elektrischen Dipole, was in einem makroskopisch messbaren Dipolmoment resultiert. Dieser so genannte *Piezoeffekt* ist umkehrbar und wird in der Ultraschalltechnik häufig zur Erzeugung und Detektierung von Schallwellen ausgenutzt. Der Begriff *Ultraschall* charakterisiert einen Frequenzbereich von etwa 20 kHz (Obergrenze des Hörbereichs) bis zu 1 GHz. Schallerzeuger sind hier kreisrunde Scheiben aus piezoelektrischer PZT-Keramik.

Für die Berechnung des Schallfeldes der PZT-Wandler werden zunächst zwei einfache, idealisierte Formen der Wellenausbreitung betrachtet, die *Ebene Welle* und die *Kugelwelle* (siehe Abbildung 4.2.2 [48]).

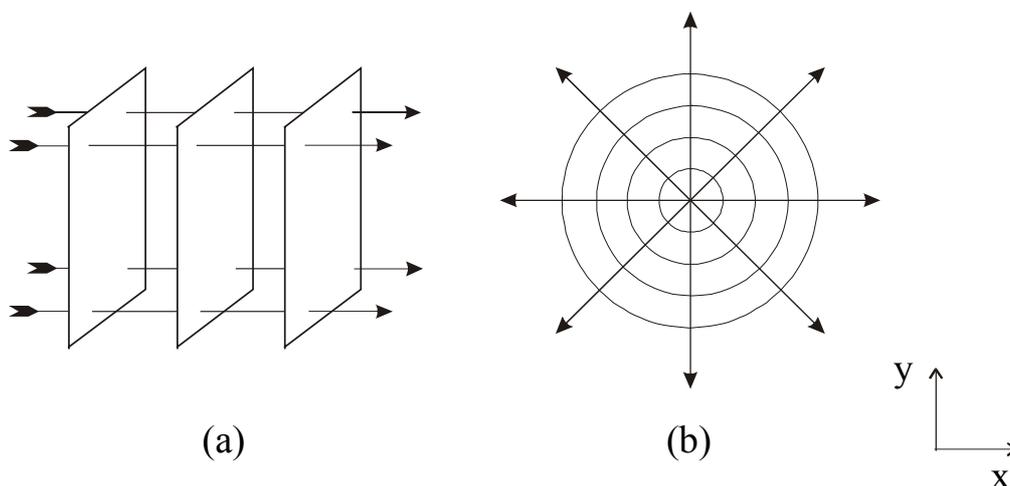


Abbildung 4.2.2: Einfache Wellenformen: (a) Ebene Welle, (b) Kugelwelle.

Betrachtet man einen halbumendlichen Raum, an dessen Grenzfläche Schwingungen in x-Richtung vorliegen, dann erhält man aus (4.1) bis (4.3)

$$\rho_0 \cdot \frac{\partial v}{\partial \tau} = -\frac{\partial p}{\partial x} \quad (4.4)$$

$$\rho_0 \cdot \frac{\partial v}{\partial x} = -\frac{\partial \rho}{\partial \tau} = -\frac{1}{c^2} \cdot \frac{\partial p}{\partial \tau} \quad (4.5)$$

Aus diesen gekoppelten Differentialgleichungen erhält man die Wellengleichung

$$\frac{\partial^2 p}{\partial x^2} = \frac{1}{c^2} \cdot \frac{\partial^2 p}{\partial \tau^2} \quad (4.6)$$

mit der Lösung

$$p_k(x, \tau) = p_0 \cdot e^{i(\omega\tau - kx)} \quad (4.7)$$

Die auch als Gruppengeschwindigkeit der Schallwelle bezeichnete Ausbreitungsgeschwindigkeit ist hier durch den Quotienten aus Kreisfrequenz ω und Wellenzahl k ersetzt ($c = \omega/k$) worden.

Ein einzelner Punkt, dessen Schallfeldgrößen sich periodisch ändern, verursacht die Ausbreitung einer Kugelwelle. Durch Lösung der Grundgleichungen (4.1) und (4.2), der Zustandsgleichung (4.3) und nach Transformation von kartesischen zu Kugelkoordinaten mit der Radialkomponenten R ergibt sich als räumliche und zeitliche Abhängigkeit für den Schalldruck einer Kugelwelle

$$p_k(R, \tau) = \frac{p_0}{R} \cdot e^{i(\omega\tau - kR)} \quad (4.8)$$

Mit den gewonnenen Beziehungen ist es möglich, das Schallfeld der kreisförmigen PZT-Scheiben zu berechnen. In der Literatur ist dieser Spezialfall auch unter dem Begriff *kreisförmiger Kolbenstrahler* oder *Dickenschwinger* zu finden ([47], [48]).

Für die kreisförmigen piezokeramischen Scheiben müssen gewisse Voraussetzungen erfüllt sein, die im Normalfall nur näherungsweise realisierbar sind:

- Die Transducerscheibe sollte die Form eines idealen Kreiszylinders mit einem äußeren Radius r_a besitzen.

Die in den Versuchen verwendeten Scheiben sind Spezialanfertigungen der Firma *PI-Ceramics* mit einer Dicke von 0,4 mm und einem Durchmesser von 20 mm. Daraus ergibt sich eine Resonanzfrequenz von 5 MHz. Die Oberflächen sind auf beiden Seiten vollständig mit einer dünnen Schicht aus lötbarem Leitsilber überzogen. Aus Gründen der Versuchsanordnung besitzen die Schallwandler eine mittige Bohrung mit einem inneren

Radius von $r_i = 2\text{ mm}$ zur Durchführung für den im Versuch zu belastenden Stempel (siehe auch Kapitel 4.3.2 ‚Experimenteller Aufbau mit modifizierter Stempeltestprobe‘).

- *Die Auslenkung erfolgt senkrecht zur Oberfläche und hat keine Verformung in Querrichtung zur Folge (reine Änderung der Dicke). Eine solche Schwingungsrichtung erreicht man durch Polarisierung der Piezokeramik bei der Herstellung senkrecht zu ihren Oberflächen.*

Eine Schwingung senkrecht zur Oberfläche hat bei Festkörpern auch immer eine Auslenkung in Querrichtung zur Folge. Sie beträgt typischerweise, je nach Querkontraktionszahl 20 – 30 % der senkrechten Auslenkung. Als Folge breiten sich an der Probe Oberflächenwellen aus, die sich störend auf das Messsignal auswirken und die weitestgehend wegzudämpfen sind. Später wird nochmals angegeben, wie sich diese Wellen mit Hilfe eines einfachen Tricks praktisch vollständig eliminieren lassen.

- *Die Auslenkung und die damit verbundenen Schallfeldgrößen besitzen für alle Punkte der Oberfläche die gleiche Amplitude und Phase.*

Durch die gleichmäßig aufgebrauchte Leitsilberelektrode und das vorgegebene Verhältnis der Größe der Oberflächen zu deren Abstand ist der Feldbereich nahezu homogen über die Schallwandlerfläche hinweg. Wegen der geringen Dicke von 0,4 mm wird das elektrische Feld durch die mittige Bohrung nicht wesentlich gestört.

Der Dickenschwinger ändert in Abhängigkeit von der angelegten Wechselspannung periodisch seine Dicke. Der Schalldruck unmittelbar auf der Oberfläche lässt sich durch eine ebene Welle am Ort $x = 0$ beschreiben:

$$p(r, \tau) = \begin{cases} p_0 \cdot e^{i\omega\tau} & \text{für } -r_a \leq r \leq r_a \\ 0 & \text{sonst} \end{cases} \quad (4.9)$$

Die gewählte Anordnung ist symmetrisch bezüglich der Zylinderachse der PZT-Scheiben. In Analogie zur Optik bezeichnet man sie als *akustische Achse* des Schallstrahlers. Aus Symmetriegründen ist es möglich, sich bei der Berechnung des Schallfeldes auf zwei Raumkoordinaten r und z zu beschränken. Die axiale Koordinate z gibt den Abstand eines Punktes P von der Strahlerebene an, die radiale Koordinate r den Abstand von P zur akustischen Achse (siehe dazu Abbildung 4.2.3). Der Schalldruck für einen beliebigen Punkt P soll nun nach dem *Huygens'schen Prinzip* berechnet werden. Dieses besagt, dass von jedem Punkt der Strahleroberfläche S eine Kugelwelle nach Gleichung (4.8) ausgeht. Der Schalldruck am Ort P entsteht durch Überlagerung aller Kugelwellen, die mit unterschiedlicher Amplitude und Phase in P eintreffen. Man erhält so:

$$p(r, z, \tau) = \iint_S p_k dS = \iint_S \frac{p_0}{R} \cdot e^{i(\omega\tau - kR)} dS \quad (4.10)$$

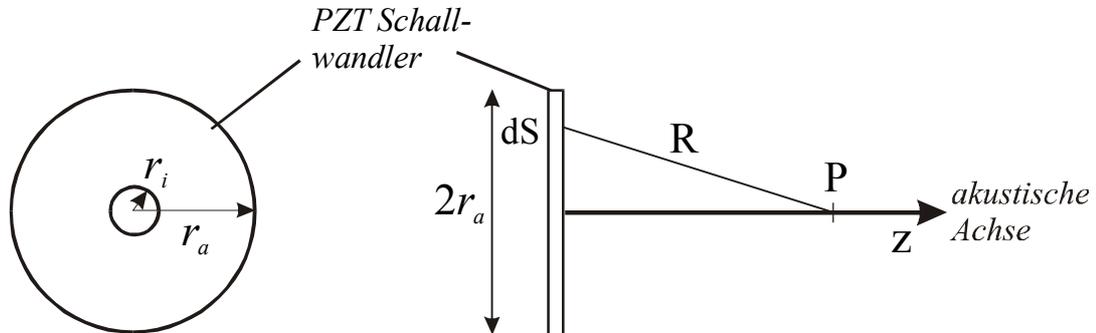


Abbildung 4.2.3: Skizze von piezoelektrischem Schallwandler und Definition der akustischen Achse; Radien: $r_i = 2\text{ mm}$ und $r_a = 10\text{ mm}$.

Es ergibt sich ein kompliziertes Oberflächenintegral, das sich im Allgemeinen nur numerisch lösen lässt. Für den Spezialfall der akustischen Achse existiert jedoch eine analytische Lösung [47]. Diese Lösung besagt, dass sich der ortsabhängige Schalldruck auf der akustischen Achse berechnet nach

$$p(z) = p_0 \cdot \left(e^{-ikz} - e^{-ik\sqrt{z^2 + r_a^2}} \right), \quad (4.11)$$

mit einer Anfangsamplitude p_0 . Der Schalldruck ergibt sich also aus der Interferenz zweier ebener Wellen mit der gleichen Amplitude, die von der Mitte ($r_i = 0$) und vom Rand her ($r = r_a$) in P eintreffen. Befinden sich beide in Phase, so löschen sie sich aus und in Gegenphase wird die Schalldruckamplitude maximal. Es existieren somit Punkte auf der akustischen Achse, an denen der Schalldruck vollständig verschwindet. Wie diese Druckschwankungen entlang der akustischen Achse verlaufen, folgt direkt aus der Betragsbildung des Schalldrucks aus Gleichung (4.11).

$$\begin{aligned} |p(z)| &= \sqrt{p_0 \cdot \left(e^{-ikz} - e^{-ik\sqrt{z^2 + r_a^2}} \right) \cdot \left(e^{-ikz} - e^{ik\sqrt{z^2 + r_a^2}} \right)} \\ &= \sqrt{2} \cdot p_0 \cdot \sqrt{1 - \cos(k(z^2 + r_a^2))} \end{aligned} \quad (4.12)$$

In Abbildung 4.2.4 ist der nach Gleichung (4.12) berechnete Schalldruck entlang der akustischen Achse für die im Experiment vorkommenden Frequenzen und geometrischen Abmessungen dargestellt. Die Oszillationen verdeutlichen, wie stark der Druck in

Abhängigkeit vom betrachteten Ort anfänglich schwankt. Die Wellenlänge dieser Oszillationen nimmt mit dem Abstand z kontinuierlich zu, bis in einem Abstand

$$z_{\max} = \frac{r_a^2 - \lambda^2}{4\lambda} \quad (4.13)$$

schließlich ein letztes Maximum erreicht wird. Hier steht $\lambda = \frac{2\pi}{k}$ für die Wellenlänge der Schallwelle. Nach dem letzten Maximum fällt der Schalldruck mit $|p| \sim \frac{1}{z}$ ab. Man kann somit zwei Bereiche unterscheiden und spricht für $0 \leq z \leq z_{\max}$ vom *Nahfeld* (nicht zu verwechseln mit dem Nahfeld um die Rissspitze) und nennt die Zone des asymptotisch abfallenden Schalldrucks entsprechend *Fernfeld*. Üblicherweise wird versucht, Ultraschallmessungen im Fernfeld vorzunehmen und den Nahfeldbereich mit einem zwischen Schallwandler und Probe geschalteten Festkörper, dem so genannten *Vorlaufkörper*, zu überbrücken. Auf diese Weise lässt sich vermeiden, dass ein zu detektierendes Objekt in einem Schalldruckminimum liegt und übersehen wird. Trotz des für die PZT-Scheiben recht groß ausfallenden Nahfeldbereichs von nahezu 50 mm musste noch im Nahfeld gemessen werden, und zwar bei 40 mm innerhalb der letzten jedoch recht breiten Oszillation. Mit der Länge des Vorlaufkörpers musste ein Kompromiss zwischen Nahfeldüberbrückung und Dämpfung in Kauf genommen werden. Das Schallsignal im Fernfeld ab ca. 50 mm ist in der Regel materialbedingt zu schwach.

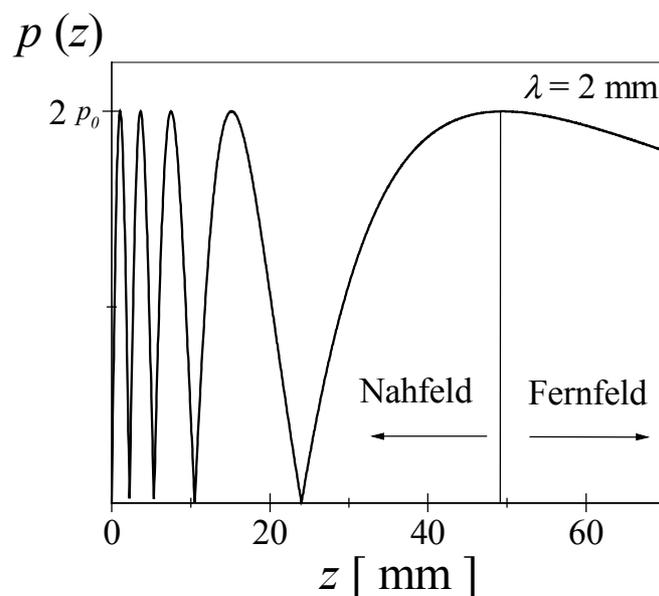


Abbildung 4.2.4: Von einem idealen Dickenschwinger ohne mittige Bohrung erzeugter Schalldruck entlang der akustischen Achse, berechnet für die im Experiment verwendete Ultraschallfrequenz.

Das in Abbildung 4.2.4 dargestellte Nahfeld enthält auch nicht die Einschränkung, dass die Transducer eine mittige Bohrung besitzen und dies sicherlich auch einen Einfluss auf Gestalt und Größe des Nahfeldes hat. Die Abbildung 4.2.4 ist allerdings sehr hilfreich bei der Dimensionierung der Ultraschallprobe.

Die Idee der Rissgrößenmessung ist nun, die Proportionalität der Schallintensität zur verbleibenden Grenzfläche auszunutzen. Mit fortschreitender Risslänge nimmt die gemessene Intensität mehr und mehr ab. Unter Berücksichtigung der inneren Bohrung der PZT-Transducer und aller geometrisch relevanter Abmessungen kann man im Anschluss an die folgenden Ausführungen die Risslänge direkt aus der gemessenen Schallintensität berechnen. In der stark vereinfacht gezeichneten Probe in Abbildung 4.2.1 vermindert sich bei Rissausbreitung die effektiv wirksame Schallwandlerfläche A_{eff} um die innere Kreisfläche der Bohrung einfach wie folgt:

$$A_{eff} = \pi(r_a^2 - r_i^2) \quad r_a : \text{Außenradius}; \quad r_i : \text{Innenradius} \quad . \quad (4.14)$$

Die in Abbildung 4.2.1 als Material 1 bezeichnete Komponente steht in der realen Probe sowohl für den Vorlaufkörper als auch für die darunter liegende Dentalkeramikschiicht. Der Vorlaufkörper ist analog zum Rest der Probe in Zylindersymmetrie gefertigt. Falls dessen Radius $r_{Zylinder}$ kleiner ausfällt als derjenige der PZT-Scheiben, muss in Gleichung (4.14) r_a entsprechend durch den Radius $r_{Zylinder}$ ersetzt werden.

Aus der Wellenoptik ist bekannt, dass ein Impedanzsprung zur Teilreflexion und Dämpfung einer Welle führt. Eine Grenzfläche zwischen zwei Materialien oder gar ein Grenzflächenriss verursachen eine abrupte Änderung der Impedanz. Ein handelsübliches Ultraschallprüfgerät ist in der Lage, die Intensität einer detektierten Schallwelle in Form eines analogen Spannungssignals auszugeben. Der Radius eines kreisförmigen Risses sei wie bisher mit a bezeichnet (a gemessen vom Stempelrand bis zur Risspitze). Nach den Gesetzen der Wellenoptik muss sich das Spannungssignal proportional zur verbleibenden Grenzfläche verändern. Die gesamte Zylinderfläche vermindert sich während der Rissausbreitung um eine Fläche mit Radius $r_i + a$. Man kann demnach folgende Relation zwischen der Intensität I und der Risslänge angeben

$$I(a) \sim \pi(r_a^2 - (r_i + a)^2) \Rightarrow I(a) = const. \cdot \pi(r_a^2 - (r_i + a)^2) \quad . \quad (4.15)$$

Zu Versuchsbeginn liegt noch kein Riss vor ($a = 0$) und die Intensität des empfangenen Signals hat dann ihren höchsten Wert I_0 , der von der eingestrahnten Schallleistung und letztendlich vom untersuchten Material abhängt. Die Konstante ist dementsprechend bestimmt zu

$$const. = \frac{I_0}{\pi(r_a^2 - r_i^2)} \quad . \quad (4.16)$$

Durch Einsetzen dieser für jede Messung einzeln zu bestimmenden Konstanten in Gleichung (4.15) erhält man die vollständige Beziehung

$$I(a) = \frac{I_0}{(r_a^2 - r_i^2)} \cdot (r_a^2 - (r_i + a)^2) . \quad (4.17)$$

Danach ist die Risslänge durch die gemessene Schallintensität direkt gegeben als

$$a = \sqrt{r_a^2 - \frac{I(a)}{I_0} \cdot (r_a^2 - r_i^2)} - r_i . \quad (4.18)$$

An dieser Stelle sei noch angemerkt, dass die akustische Risslängenmessung, wie schon die optische Methode, unabhängig von der jeweiligen Proben- und Maschinensteifigkeit ist. Eine experimentelle Überprüfung der Beziehung (4.18) findet sich in dem nachfolgenden Abschnitt 4.3.2.1 ‚Zuverlässigkeit der Schallmessung‘, doch soll dem zunächst eine Beschreibung der verwendeten Materialien und des Versuchsaufbaus vorangehen.

4.3 Experimente an Metall-Dentalkeramik-Verbunden

Es folgen nun Ausführungen zu den experimentellen Details, beginnend mit der Vorbehandlung der Materialien, der Probenherstellung, dem Design des modifizierten Stempeltests bis hin zum eigentlichen Versuchsaufbau. Nach einem Einschub über die Zuverlässigkeit der akustischen Risslängenmessung werden experimentelle Ergebnisse von Messreihen an Titan-Dentalkeramik-Verbunden und deren numerische Weiterverarbeitung vorgestellt.

4.3.1 Dentalkeramiken und Probenherstellung

Bei den früher noch häufig verwendeten Zahnprothesen aus Gold musste man gewisse Nachteile in Kauf nehmen. Einerseits besitzt Gold eine hohe Materialdichte, einen kleinen E-Modul und zum anderen einen hohen materiellen Wert, den Patient und Versicherer gleichermaßen zu tragen haben. In der Zwischenzeit etablierten sich auf dem einschlägigen Markt jedoch einige Alternativen, die oftmals zuverlässiger und vor allem billiger in der Herstellung sind. Die aufgekommenen metallischen Implantate aus Kobalt-Chrom- und Nickel-Chrom-Legierungen sind anschließend um Titan und Titanlegierungen erweitert worden. Die Vorteile des Titans liegen vor allem in der höheren Korrosionsbeständigkeit und ausgezeichneten Biokompatibilität [46]. Bei der Herstellung von Zahnersatz sind seit Jahren

spezielle keramikartige Werkstoffe im Einsatz, die auf die angesprochenen Reinmetalle oder Legierungen aufgebracht werden.

Bei der eigenen Herstellung der im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Proben wurden als Rohmaterialien ausschließlich Dentalkeramikprodukte der Firma *VITA-Zahnfabrik* verarbeitet. Im Einzelnen sind dies der spezielle *Bonder*, die Grundmasse mit der Bezeichnung *Opaque* und die Verblendmassen *Enamel EN4* sowie *Translucent T4*. Diese Dentalkeramiken liegen in Pulverform vor und müssen mit einer speziellen Modellierungsflüssigkeit angerührt und verarbeitet werden. Die genannten Produkte sind in zwei Varianten erhältlich, entweder zur speziellen Verwendung auf Titan oder für alle übrigen kommerziell erhältlichen Legierungen. Der Unterschied liegt dabei in dem speziell für Titan angepassten Wärmeausdehnungskoeffizienten (WAK) von $9,6 \cdot 10^{-6} K^{-1}$. Das Titan soll als Substrat die gleiche zylindrische Symmetrie aufweisen wie das im vorangehenden Kapitel beschriebene Messingsubstrat. Die einzelnen Abmessungen sind hier jedoch modifiziert worden. So beträgt die Substratdicke nun 8 mm, der Durchmesser 20 mm und die mittige Bohrung hat einen Radius r_i von 2 mm.

Zur Präparation bedarf es einiger Vorbereitungen, um eine gute Haftung der Zahnkeramik auf dem Titan zu gewährleisten. Aus metallurgischer Sicht besteht bei der Herstellung von Titan mit einem Reinheitsgrad von 99,5 – 99,8 % das Problem der Oxidation. Diese wird durch Verwendung von Argon als Schutzgas weitestgehend verhindert. Durch Diffusion von Elementen, hauptsächlich von Sauerstoff und Kohlenstoff, kommt es zu einer ausgehärteten Oberfläche des Titans. Diese Schicht entsteht auch durch die Reaktion der Titanschmelze mit Bestandteilen der Einbettmasse, aus der die Schmelztiegel oder Gussformen bestehen. Die Randschicht ist deshalb stark versprödet und verunreinigt. Diese sogenannte α -case-Schicht muss zuvor entfernt werden [49]. Anschließend bildet Titan eine Passivierungsschicht, die zur Gewährleistung einer guten Haftung stets vorhanden sein muss, denn jede dentalkeramische Masse haftet nur durch den Einbau von Metalloxiden in deren Matrix.

Zu jeder kommerziell erhältlichen Dentalkeramik können auch vom Hersteller empfohlene Brenntabellen bezogen werden. Deren Angaben sind jedoch stets nur als Richtwerte anzusehen und für jedes zu bearbeitende Objekt entsprechend individuell abzustimmen. In einer Vielzahl von Vorversuchen hat sich die im Folgenden beschriebene Vorgehensweise bewährt.

Nachdem der zylinderförmige Substrathalter mit der mittigen Bohrung versehen ist, wird die zu bearbeitende Titanoberfläche mit feinkörnigem Schleifpapier poliert. Nach Entfernung der α -case-Schicht wird der mit der Modellierungsflüssigkeit angemischte Bonder auf die nach kurzer Zeit passivierte Oberfläche aufgebracht und anschließend getrocknet. Es ist darauf zu achten, dass alle Bereiche gut konditioniert sind. Nichtbenetzte Bereiche müssen entsprechend korrigiert werden. Das pulverbeschichtete Titansubstrat ist anschließend bereit für den ersten Brennvorgang. Dieser Prozess verlangt genau einzuhaltende Parameter, die in einem speziellen Dentalofen der Firma *VITA-Zahnfabrik*, Bezeichnung „*VITA-Vacumat-40*“, vorprogrammiert werden können. Der eigentliche Brand des Bonders findet bei einer Temperatur von $800^{\circ}C$ statt. Das tabellarisch dargestellte Ablaufdiagramm beschreibt die

durchlaufenen Temperaturrampen, symbolisiert durch die Pfeile, und die Haltezeit des Vakuums der Brennkammer, wobei hier schon die optimierten Parameter aufgeführt sind.

$T_{\text{vorheiz}} [^{\circ}\text{C}]$	→	↗	$T_{\text{max}} [^{\circ}\text{C}]$	→	Vakuum
400	2,0 min	6,0 min	800	1,0 min	7,0 min

Der Dentalofen ist so konzipiert, dass der Boden der Brennkammer wie eine Hebebühne herabgelassen werden kann, auf den die Probe genau in der Mitte zu positionieren ist, um Temperaturgradienten möglichst zu vermeiden. Für den Brand ist eine Vorheiztemperatur von 400°C vorgesehen. Die Brenntabelle ist so zu verstehen, dass die Ausgangstemperatur zunächst für zwei Minuten konstant bleibt bis zur vollständigen Trocknung der Probe, da aufgrund der Luftfeuchtigkeit stets ein Restbestand an Wasser an dem Objekt anhaftet. Der Probensteller fährt anschließend nach oben, verschließt die Brennkammer und eine Membranpumpe erzeugt ein Vakuum. Die Maximaltemperatur von 800°C ist nach sechs Minuten erreicht, wobei die Steuerungseinheit des Ofens automatisch eine lineare Temperaturrampe berechnet. Die Höchsttemperatur bleibt nun für eine weitere Minute konstant, bevor das Vakuum geflutet und der Probensteller langsam abgesenkt wird.

Ein optisches Merkmal für einen gelungenen Brennvorgang ist das Aussehen der Oberfläche des Bonders nach der Abkühlung. Sie muss glänzend und homogen erscheinen. Zu dick und unregelmäßig aufgetragener Bonder erscheint milchig und führt zu einer wesentlichen Schwächung des späteren Materialverbundes.

Nach dem ersten Brand kann in unmittelbarem Anschluss die Auftragung der eigentlichen Dentalkeramik erfolgen, hier mit der Grundmasse *Opaque* oder den Verblendmassen *EN4* und *T4*. Ein tatsächliches Zahnimplantat, wie es auch Patienten erhalten, besteht aus mehreren verschiedenen Dentalkeramiksichten, die in einer bestimmten Reihenfolge auf den Metallstumpf aufgebracht sind. Die Verblendmassen stellen dabei die äußerste Schicht dar und stehen folglich nicht in unmittelbarem Kontakt zur metallischen Komponente. Dies soll rein zu Versuchszwecken dennoch geschehen, um dadurch eine zusätzliche Materialkombination auf ihre Hafteigenschaften hin charakterisieren zu können.

Die in Pulverform vorliegenden Grund- und Verblendmassen sind vorab mit einem speziellen Fluid anzumischen. Eine einfache Auftragung der Suspension auf die Probe reicht nicht aus, da das Gemisch noch erheblich zu verdichten ist. Dies geschieht durch vorsichtiges Rütteln oder Klopfen mit einem festen Gegenstand. Durch das Absinken des Pulvers sammelt sich an der Oberfläche immer wieder das reine Fluid an und lässt sich einfach abtupfen. Dieser in der Fachsprache auch als *Kondensation* bezeichnete Vorgang ist so lange zu wiederholen, bis das Dentalkeramik-Fluid-Gemisch weitestgehend vorgetrocknet ist. Nur durch diese Verdichtung lässt sich ein einheitlicher und blasenfreier Brand garantieren. Die folgenden Brenndaten gelten für *Opaque* und die Verblendmassen gleichermaßen.

$T_{\text{vorheiz}} [^{\circ}\text{C}]$	\longrightarrow	\longrightarrow	$T_{\text{max}} [^{\circ}\text{C}]$	\longrightarrow	Vakuum
400	6,0 min	6,0 min	790	10,0 min	16,0 min

Der Bonder verbindet sich laut Herstellerangaben vollständig und homogen mit der eigentlichen Dentalkeramik und ist demnach nicht als eine weitere Schicht mit einer definierten Grenzfläche anzusehen.

4.3.2 Experimenteller Aufbau mit modifizierter Stempeltestprobe und Ultraschall-Prüfgerät

Nach der Probenherstellung in der zuvor beschriebenen Weise könnte das Experiment prinzipiell beginnen. Zur Überbrückung des vorab bestimmten Nahfeldbereichs der Schallausbreitung wäre ein zylinderförmiger Aufsatz, idealerweise ebenfalls aus Titan gefertigt, mit Hilfe eines geeigneten Koppelmittels mit der Dentalkeramik zu kontaktieren. In den Vorversuchen hat sich nun gezeigt, dass der vom Stempel ausgelöste Riss stets in die Dentalkeramik abknickt und nicht wie beabsichtigt, entlang der Grenzfläche verläuft. Die Risszähigkeit der Grenzfläche übersteigt bei dem vorliegenden Mixed-Mode-Verhältnis offensichtlich die Festigkeit der Dentalkeramik, und zwar sowohl die des Opaque's als auch die der Verblendmassen. Dem kann man durch Erhöhung der Steifigkeit der Schicht entgegenwirken. Deshalb wurde versucht, den Ultraschallvorlaufkörper auszunutzen und den Zylinder im gleichen Brennvorgang wie das Substrat mit der Dentalkeramik zu verbinden. Der Vorlaufkörper erfährt die gleiche Vorbehandlung und Beschichtung mit dem Bonder wie das Substratmaterial. Abbildung 4.3.1 zeigt die Einheit aus Probe und Ultraschallprüfkopf in der Form, wie sie in die Prüfmaschine einzusetzen ist. Die Dicke der Dentalkeramiksicht liegt bei 0,5 mm ($\pm 0,1$ mm). Der Titan-Vorlaufkörper ist an den kammartigen Vertiefungen zu erkennen. Mit einer solchen mechanischen Bearbeitung ist es auf einfache Weise möglich, die in den theoretischen Überlegungen angesprochenen Oberflächenwellen weitestgehend zu dämpfen.

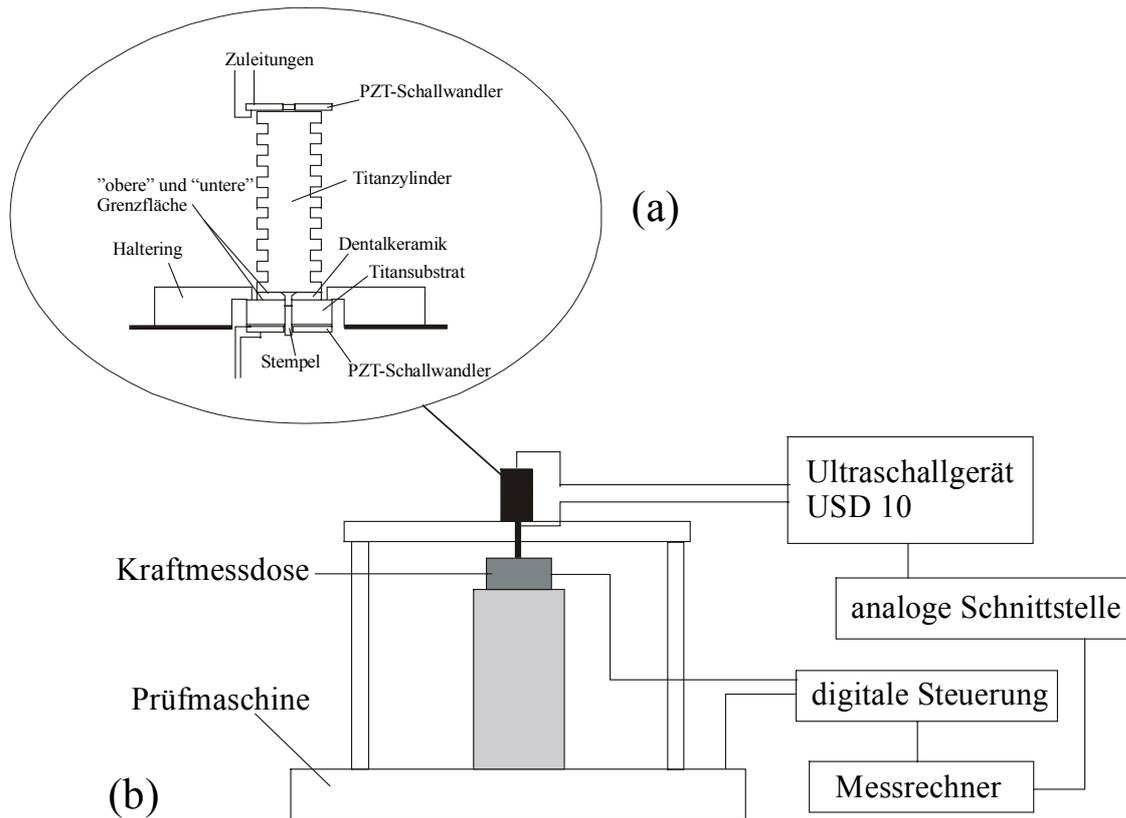


Abbildung 4.3.1: (a) Ultraschallprobe mit der Einheit aus Titansubstrat-Dentalkeramik-Titanvorlaufkörper und angebrachten PZT-Schallwandlern. (b) handelsübliche Prüfmaschine mit eingebauter Probe und angeschlossenem Ultraschallprüfgerät.

Der Stempelkopf ist aus gehärtetem Stahl gefertigt, um plastische Deformation aufgrund der zu erwartenden hohen Lasten zu verhindern.

Die Schallwandler selbst sind zum Schutz der spröden PZT-Keramik in Epoxidharz eingegossen und mit Zuleitungen versehen. Durch Anregung mit einer Frequenz von 5 MHz wird eine longitudinale Schallwelle erzeugt, die in der Regel über ein zähflüssiges Medium auf die Probe übertragen wird. Ein kommerzielles Koppelmittel hat sich hierbei nicht bewährt, da es zu dünnflüssig war, so dass die PZT-Scheiben abglitten. Eine konstant bleibende Schallankopplung während der gesamten Versuchszeit ist auf diese Weise nicht zu gewährleisten, doch absolut notwendig für eine korrekte Risslängenmessung. Als geeignetes Medium bietet sich stattdessen einfaches Vaselinefett an, das gute Übertragungseigenschaften für Schall besitzt und die Schallwandler gleichzeitig wie ein Kleber an der Probe haften lässt. Die Prüfkopf-Probeneinheit wird von unten durch den belasteten Stempel gegen einen Haltering gedrückt, der auf der frei stehenden Schulter des Substrates aufliegt. Der Einbau der Probe in die Prüfmaschine entspricht im Wesentlichen dem im vorangehenden Kapitel beschriebenen Versuch, wobei die Videovorrichtung hier durch die Ultraschallmesseinheit ersetzt wurde. Die digitale Steuerungseinheit regelt nach wie vor den spindelbetriebenen Aktuator zur Belastung des Stempels und die Kraftmessung erfolgt durch die unter der Probe eingebaute Kraftmessdose.

Das Ultraschallgerät, ein Krautkrämer USD 10, regt den oberen PZT-Wandler an und kann das Empfangssignal unmittelbar auswerten. Das Messsignal, das so genannte *Echo-Pattern*, erscheint auf einem eingebauten Monitor und kann auch direkt auf einen Drucker geleitet werden (siehe Abbildung 4.3.2).

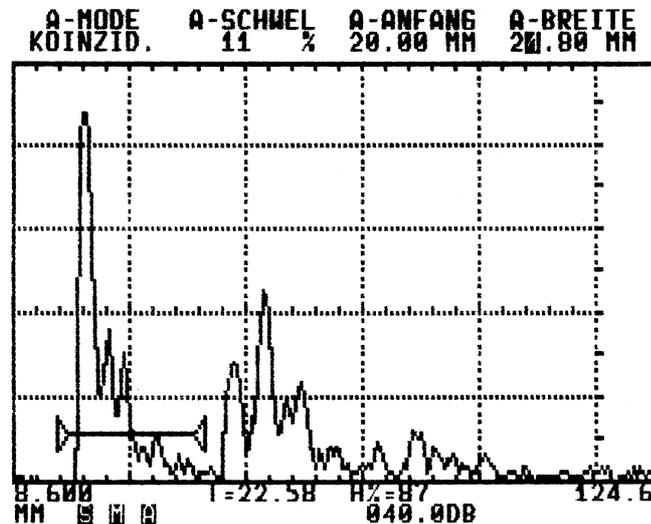


Abbildung 4.3.2: Typisches *Echo-Pattern*, gemessen an einer Titan-Opaque-Probe; Gate zur Amplitudenauswertung über dem ersten Echo positioniert.

Mit Hilfe des USD 10 kann man jeden beliebigen Bereich der Bildschirmskala durch ein so genanntes *Gate* erfassen. In Abbildung 4.3.2 ist dieses *Gate* (siehe Balken) so eingestellt, dass es den ersten empfangenen Schallpuls eingrenzt. Innerhalb dieser Begrenzung wird die Signalhöhe gemessen und im unteren Bildschirmteil prozentual zur Bildschirmhöhe angezeigt (hier: 87 %). Dieses Signal entspricht einer Spannung zwischen 0 und 2,5 Volt, die an einem Analogausgang abgegriffen werden kann. Ein Messrechner erfasst die Daten über eine Analogbox und mit Hilfe der kommerziellen Software *DasyLab*. Das zu Beginn des Experiments vorliegende Referenzsignal entspricht somit der in Gleichung (4.16) als I_0 bezeichneten Anfangsintensität. Gemeinsam mit dem Signal der Kraftmessdose lässt sich so die kritische Last über der momentanen Risslänge aufzeichnen.

Bisher wurden die theoretischen und experimentellen Details zur Ermittlung der Kraft-Risslängenkurve abgehandelt. Bevor jedoch Experimente an den Titan-Dentalkeramik-Verbunden vonstatten gehen können, muss noch eine experimentelle Überprüfung der Methode vorangehen, womit sich der nächste Abschnitt befasst.

4.3.2.1 Zuverlässigkeit der Schallmessung

Zur Durchführung der akustischen Risslängenmessung müssen zwei Bedingungen erfüllt sein. Die Ankopplung zwischen Schallwandler und Probe muss zeitlich konstant bleiben und innere belastungsabhängige Spannungen dürfen keinen Einfluss auf das Messsignal ausüben. Messungen über mehrere Stunden hinweg, die hier nicht graphisch dargestellt sind, ergaben, dass sich keine Veränderung der Schallintensität abzeichnet. Die Kopplung mit einfachem Vaseline erweist sich als stabil genug, so dass keine Drift oder Schwankungen des Empfangsignals auftreten.

Zur Abschätzung eines Einflusses der inneren Spannungen, die durch die Belastung des Stempels bedingt sind, wurden Messungen an einer zusätzlich hergestellten, massiven Titanprobe durchgeführt. Sie besitzt exakt die gleichen geometrischen Abmessungen wie die in Abbildung 4.3.1(a) dargestellte Titan-Dentalkeramikprobe. Diese Probe wurde genau wie im späteren Experiment über den Stempel bis an die Grenzlast der verwendeten Kraftmessdose belastet (2 kN). Die Kräfte, die in den eigentlichen Experimenten auftreten, erreichen in der Regel Höchstwerte von nicht mehr als 1,3 kN. Nach den beiden in Abbildung 4.3.3 aufgeführten Kontrollmessungen sind keine Anzeichen für einen Einfluss innerer Spannungen auf das Schallsignal zu finden. Die maximalen Schwankungen liegen innerhalb des Signalrauschens und werden im Folgenden vernachlässigt.

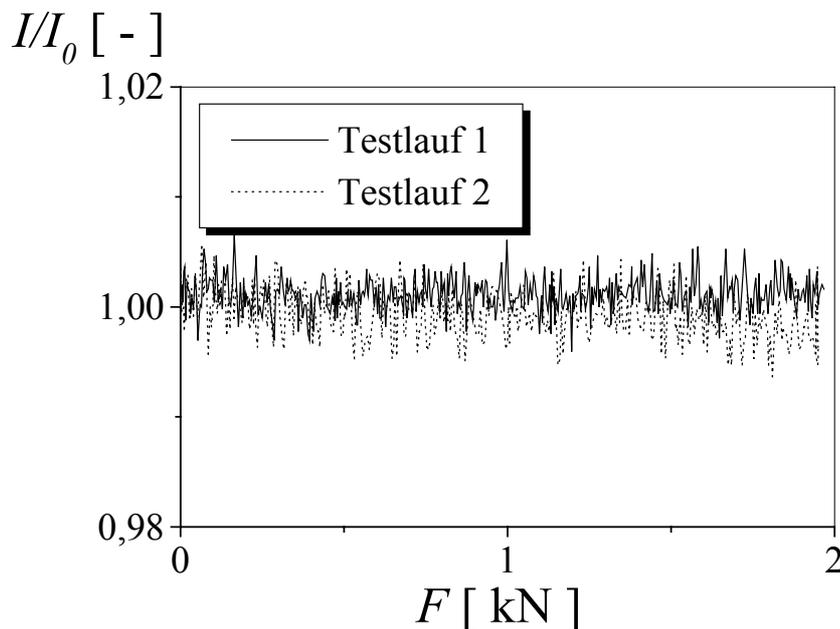


Abbildung 4.3.3: Gemessene Schallintensität an der Massivprobe zur Überprüfung der Lastunabhängigkeit des empfangenen Schallsignals.

In einem weiteren Experiment wurde Gleichung (4.18), nach der sich die momentane Risslänge aus dem Schallsignal berechnet, überprüft. Hierzu wurde eine weitere Probengeometrie entworfen, mit deren Hilfe es möglich ist, eine optische und akustische Risslängen-

messung gleichzeitig durchzuführen. Der neue Probenkörper ist in Abbildung 4.3.4 skizziert. Auf ein Messingsubstrat, welches schon als Bestandteil der Metall-Epoxidproben diente, wird ein axialsymmetrischer Plexiglaskörper aufgeklebt, dessen unterer Teil den gleichen Durchmesser hat wie die Messingscheibe. An einer Seite ist das Plexiglas mit einem schrägen Anschliff versehen, so dass die Grenzfläche auch mit einer optischen Vorrichtung, in diesem Fall wiederum mit einer Videokamera, eingesehen werden kann. In die Messingoberfläche ist eine Millimeterskala eingraviert. Aufgrund der geringen Dicke der Klebeschicht ist der Parallaxenfehler vernachlässigbar. Der Plexiglasaufsatz besitzt eine Verlängerung mit dem gleichen Durchmesser wie die PZT-Schallwandler. Mit Hilfe einer solchen Vorrichtung ist es möglich, einen direkten Vergleich zwischen optischer und akustischer Methode durchzuführen. Als Klebemittel hat sich einfacher Sekundenkleber bewährt, der neben seiner kurzen Aushärtezeit noch den Vorteil besitzt, spröde zu versagen, so dass hier auch ähnliche Bedingungen vorherrschen wie im nachfolgenden Experiment.

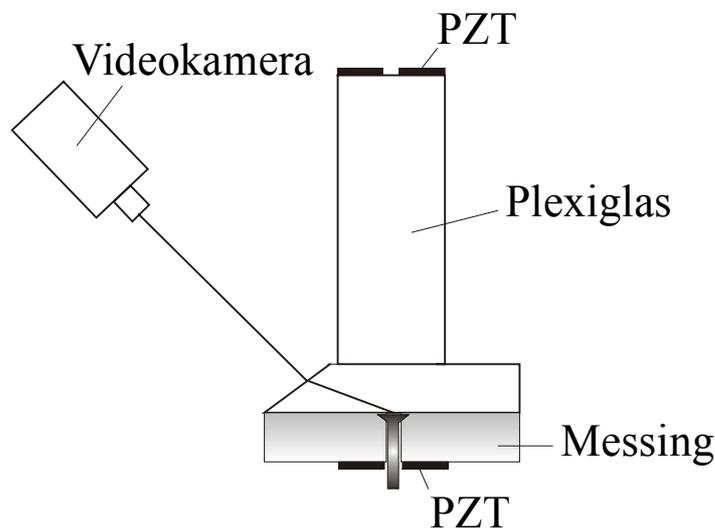


Abbildung 4.3.4: Probe zur gleichzeitigen optischen und akustischen Risslängenmessung, bestehend aus Messingsubstrat und aufgeklebtem Plexiglaskörper.

Zum Vergleich der beiden unabhängigen Messmethoden sind in Abbildung 4.3.5 die Ergebnisse einer Risslängenmessung über der Stempelverschiebung aufgetragen. Es handelt sich sowohl bei den optisch als auch akustisch bestimmten Daten um den mittleren Radius des Grenzflächenrisses. Die gute Übereinstimmung der Resultate ist ein Indiz für die Gültigkeit der Gleichung (4.18) und damit die Zuverlässigkeit der Ultraschallmethode, die fortan in allen Experimenten Verwendung finden soll.

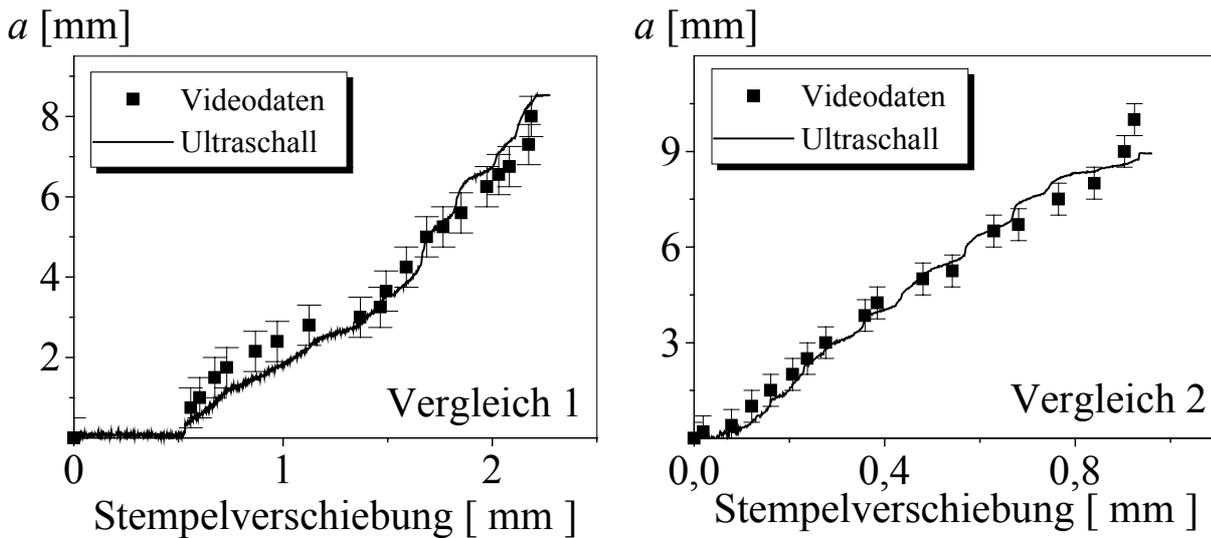


Abbildung 4.3.5: Vergleich zweier optischer und akustischer Risslängenmessungen zur Überprüfung der Anwendbarkeit der Ultraschallmethode und quantitativen Bestimmung nach Gleichung (4.18).

4.3.3 Experimente an Titan-Dentalkeramiken

Untersucht wurden die drei Materialgruppen Titan-Opaque, Titan-T4 und Titan-EN4. Die beiden Verblendmassen T4 und EN4 setzen sich laut Herstellerangaben aus den gleichen Grundmaterialien zusammen. Der einzige Unterschied besteht in der Beimengung bestimmter Metalloxide zum EN4-Rohmaterial, um die Farbgebung der gebrannten Keramik durch die zusätzliche Pigmentierung zu beeinflussen. Detailliertere Angaben zur Rezeptur der Rohmaterialien konnten trotz persönlicher Nachfrage nicht in Erfahrung gebracht werden. Die Verblendmassen sollen vorab separat voneinander untersucht werden im Hinblick darauf, ob sich aufgrund der Additive geänderte Hafteigenschaften ergeben und sich diese mit der neuen Methode auch quantitativ erfassen lassen.

Die Limitierung des Stempeltests auf einen bestimmten Mixed-Mode-Bereich hat sich schon anhand der Experimente an Messing-Araldit herauskristallisiert. Dort erfolgte auch der Vorschlag, die Verhältnisse der Belastungsmoden durch geeignete Variation der Schichtdicke zu beeinflussen. Eine einfache Möglichkeit dazu bietet sich durch eine Längenänderung des aufgebrannten Titan-Vorlaufkörpers an. Das akustische Nahfeld ist durch die Oszillationen des Schalldrucks bestimmt und so kommen von Anfang an nur bestimmte Längen für den Vorlaufkörper in Frage. Der in Abbildung 4.2.4 dargestellte Schalldruck entlang der akustischen Achse ist für die reale Probe nur näherungsweise gültig, denn bedingt durch die innere Bohrung der PZT-Scheiben weicht der Nahfeldbereich sicherlich geringfügig vom berechneten Verlauf ab. Die in Frage kommenden Längen der Vorlaufkörper müssen demnach auf experimentellem Wege bestimmt werden. Die stärkste Schallintensität ergibt

sich mit Zylinderaufsätzen der Längen 3,8 / 4,2 / 5,8 / 9 und 40 mm. Kürzere als 3,8 mm lange Vorlaufkörper haben sich nicht bewährt.

4.3.3.1 Bruchverhalten der Metall-Dentalkeramiken

In den hergestellten Proben stehen potentiell zwei Grenzflächen zur Verfügung, die versagen können. Die Betrachtung der Bruchflächen im Anschluss an jedes Experiment hat offenbart, dass sich, zumindest im Fall des Grundmaterials Opaque, Grenzflächenrisse sowohl im Übergang von Schicht zum Substrat als auch zwischen Schicht und Vorlaufkörper ausbilden können. Im Folgenden sollen sie zur einfachen Unterscheidung die Bezeichnungen „untere“ und „obere“ Grenzflächenrisse tragen. Die beiden Lichtbildaufnahmen der Bruchflächen in Abbildung 4.3.6 sind anschauliche Beispiele für dieses Phänomen. Der jeweils links im Bild stehende zylindrische Vorlaufkörper ist an seinem kleineren Außenradius zu erkennen. Der nicht beschichtete Rand des Substrates dient in der Versuchseinrichtung als Auflagefläche für die Halterung.

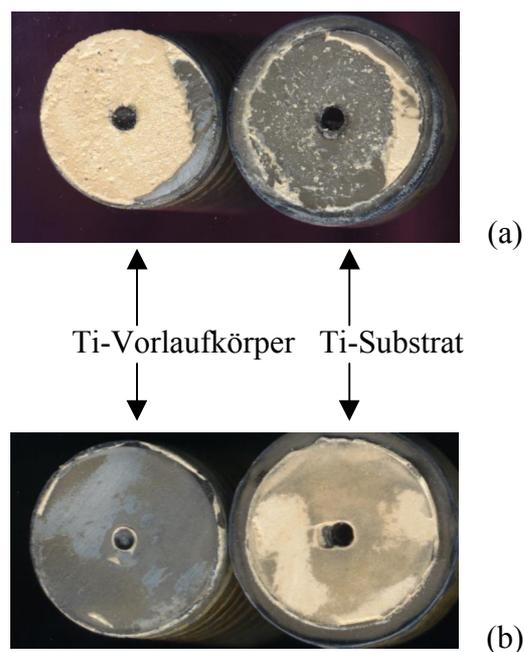


Abbildung 4.3.6: Bruchflächen nach Versagen der „unteren“ (a) und „oberen“ Grenzfläche (b). Dentalkeramik Opaque hebt sich durch die helle Farbe deutlich vom dunkleren Titan ab.

Für jede Materialkombination und Größe des Vorlaufkörpers wurden zwanzig Versuche durchgeführt. Die Bruchflächen lassen noch erkennen, dass sich ein idealer Grenzflächenriss, wie er in der FE-Simulation angenommen wird, in dieser perfekten Form nicht ausbildet. Das obere Bild in Abbildung 4.3.6 zeigt, dass immer wieder Ausbrüche von Keramikmaterial zu beobachten sind. Dieser Effekt tritt jedoch nur im Fall des Grundmaterials Opaque auf. Die Abbildung zeigt jedoch nur ein Extrembeispiel, denn die Ausbrüche fallen meist weniger gehäuft und zudem kleiner aus. Als Ursache kommen vermutlich herstellungsbedingte

Mikrorisse in Frage. Diese Risse können etwa dadurch entstehen, dass infolge inhomogener Verdichtung der Dentalkeramik nach dem Brennvorgang innere Spannungen und durch Lufteinschlüsse sogar Gasblasen entstehen können. Während der Abkühlung nach dem Brennvorgang treten an diesen Stellen bevorzugt lokale Schädigungen auf. Ein ebenfalls sichtbarer Effekt ist die fleckenartige Struktur der Bruchflächen, am deutlichsten im unteren Bild der Abbildung 4.3.6 zu erkennen, die auf Einlagerungen von Titanoxid in der Dentalmasse zurückzuführen ist.

Im Randbereich der Probe knickt der Riss vermehrt in die Keramik ab. Die zugehörigen Abschnitte in den Kraft-Risslängenkurven dürfen in die spätere Auswertung nicht aufgenommen werden.

In den Experimenten an Titan-T4- und Titan-EN4-Proben trat zu keiner Zeit die vollständige Ablösung der Dentalkeramik entlang der *unteren* Grenzfläche auf, was schon ein deutliches Indiz für Unterschiede in der Eigenfestigkeit der Verblendmassen und der Grundmasse Opaque darstellt. Für alle Materialien tritt hingegen sogar mehrheitlich eine Art *Mischform* des Versagens auf mit einem Anteil von etwa 55 % für Titan-Opaque-Verbunde und ungefähr 65 % für die Kombinationen Titan-T4 und Titan-EN4. Damit ist das gleichzeitige Versagen in beiden Grenzflächen und der Dentalkeramik selbst gemeint. Die Gründe für dieses Verhalten sind vielschichtig und betreffen teilweise den Herstellungsprozess. Einen Eindruck für solch unterschiedliche Versagensformen vermittelt die Aufnahme in Abbildung 4.3.7 am Beispiel einer weiteren Titan-Opaque-Probe. An den Verblendkeramiken lassen sich ähnliche Beobachtungen machen, deren photographische Abbildung fällt jedoch aufgrund der gräulichen Farben der Verblendmassen nicht derart kontrastreich aus wie im Falle des Opaques.

Es sei hier noch angemerkt, dass sich solche *Mischformen* des Grenzflächenversagens nicht zwangsläufig anhand der gemessenen Kraft-Risslängenkurven identifizieren und vom Bruch entlang einer einzigen Grenzfläche unterscheiden lassen.



Abbildung 4.3.7: Beispiel für typische *Mischform* des Versagens; Zahnkeramik teilweise ausgebrochen und stellenweise Ablösung in der oberen und unteren Grenzfläche.

Welche Grenzfläche letztendlich versagt, sollte durch entsprechende Positionierung des Stempelkopfs und die damit verbundene Kerbwirkung zu beeinflussen sein. Bei der Darstellung der Ultraschallprobe in Abbildung 4.3.1 ist der Stempelkopf bereits an den Vorlaufkörper angrenzend eingezeichnet, so dass bevorzugt *obere* Grenzflächenrisse entstehen sollten. Diese Variationsmöglichkeit gestaltet sich in der Praxis jedoch als äußerst

problematisch, da es in einer solchen Anordnung leicht zu Gaseinschlüssen am Stempel kommen kann im Gegensatz zur Präparation mit einem eben eingepassten Stempel an der unteren Trennfläche. Die unvermeidbare Sinterschrumpfung spielt eine weitere wichtige Rolle und eine Beeinflussung allein durch die Präparation ist bei diesen Materialien somit nur bedingt realisierbar.

Die typische Eigenschaft von Keramiken, unter Last spontan an Fehlstellen oder Mikrorissen zu versagen, scheint hier die treibende Kraft dafür zu sein, welche Grenzfläche letztendlich versagt.

4.3.3.2 Kraft-Risslängenkurven

Im Folgenden steht eine Auswahl experimenteller Daten zur Diskussion, beginnend mit der Materialkombination Titan-Opaque. In der ersten Zusammenstellung in Abbildung 4.3.8 sind vier typische Beispiele akustisch ermittelter Kraft-Risslängenkurven von Proben unter Verwendung der 40-mm-Vorlaufkörper mit der Bezeichnung Ti-Opaque-1 bis 4 aufgeführt.

Bei allen Kurven zeigt sich ein reproduzierbarer Verlauf mit einem steilen Anstieg in der Kraft und einem deutlich sichtbaren Übergang zu einem flacheren Verlauf. Der Versuch, die Kraft über der Risslänge analog zu den an Messing-Araldit gemessenen Kurven mit der empirischen Beziehung (3.12) anzupassen, schlug weitestgehend fehl, doch mit Hilfe der einfachen Potenzfunktion

$$F(a) = c_4 \cdot a^{c_5} \quad c_4; c_5: \text{Fitkonstanten} \quad a: \text{Risslänge} \quad (4.19)$$

lassen sich die gemessenen Verläufe bis auf einige Ausnahmen (siehe beispielsweise untere Kurven in Abbildung 4.3.8) in guter Näherung beschreiben. Diese funktionale Erfassung wird auch hier hilfreich sein, den Verlauf einer Versagenskennlinie im K_1 - K_2 -Phasendiagramm abschätzen zu können. Auffallend ist die Streuung in den kritischen Lasten, die von Probe zu Probe um bis zu 100 % voneinander abweichen können. Insbesondere in der Messkurve zur Probe Ti-Opaque-1 sticht die Streuung der akustisch bestimmten Risslänge im Anfangsbereich deutlich hervor. Im weiteren Versuchsablauf nimmt die Streubreite jedoch deutlich ab und die Längenmessung wird offensichtlich zuverlässiger. Die Begründung zu diesem Effekt ist in dem erzeugten Schallfeld zu suchen, das durch die innere Bohrung im Substrat durch Reflexionen sicherlich gestört ist und dadurch nicht ideal homogen verläuft. Durch Reflexionen an der Innenseite der Bohrung werden minimale Risslängenänderungen auch von einem Teil der Schallwandlerfläche, die nicht lotgerecht zur Rissfront liegt, detektiert und dem Empfangssignal überlagert. Mit fortschreitendem Riss schwindet diese störanfällige Fläche, in der das Schallfeld von Reflexionen überlagert ist, mehr und mehr und somit auch die Streuung in der Risslänge. Zudem ergibt sich auch aus Beziehung (4.18), dass die Streuung der Risslänge aufgrund des messtechnisch bedingten Rauschens der

Schallintensität für $I(a)/I_0 \approx 1$ am größten ausfällt und für $I(a)/I_0 \rightarrow 0$ gegen einen konstanten Wert konvergiert.

Anhand der Kurven nicht unmittelbar ersichtlich ist die Tatsache, dass es während des jeweiligen Versuchs durchaus zu sprunghaften Rissverlängerungen kommen kann, die Grenzfläche also über gewisse Bereiche hinweg instabil versagt und der Riss anschließend wieder stabil fortschreitet. Die Kraft-Risslängenkurve verläuft über solche Gebiete in der Regel nahezu linear, da die zeitliche Änderung der Last derart groß sein kann, dass dies mit der gewählten Abtastrate nicht detektierbar ist und auch die Ansprechzeit der Kraftmessdose unterschritten wird.

Allen durchgeführten Versuchen ist gemein, dass die detektierten Risslängen kurz vor dem Totalversagen der Probe mit den Vorlaufkörpern der Länge 40 mm stets am größten ausfallen.

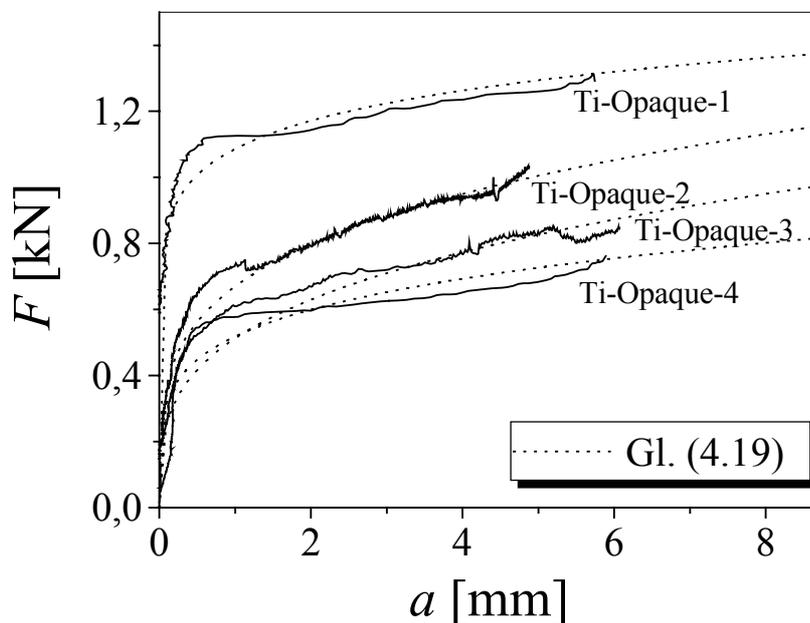


Abbildung 4.3.8: Vier akustisch bestimmte Kraft-Risslängenkurven (*obere* Grenzfläche) am Beispiele von Titan-Opaque-Verbunden mit 40-mm-Vorlaufkörper. Gestrichelte Kurven sind Fits nach Gleichung (4.19).

Diese Feststellung lässt sich durch die Beispiele mit kleineren Titanaufsätzen in Abbildung 4.3.9 noch untermauern. Nicht eindeutig nachweisbar, jedoch tendenziell erkennbar ist die Tatsache, dass die kritische Risslänge, ab der ein Komplettversagen eintritt, in Korrelation zur Größe des Vorlaufkörpers steht.

Die Höhe der kritischen Lasten steht in keiner direkten Verbindung zum verwendeten Titanaufsatz, was die Beispielkurve der Probe Ti-Opaque-7 auch schon vermuten lässt. Für diese Behauptung sprechen weitere Experimente, die aus Gründen der Übersichtlichkeit hier nicht erscheinen. Der allgemein nichtlineare Kurvenverlauf lässt sich nach wie vor gut mit Hilfe der Relation (4.19) beschreiben.

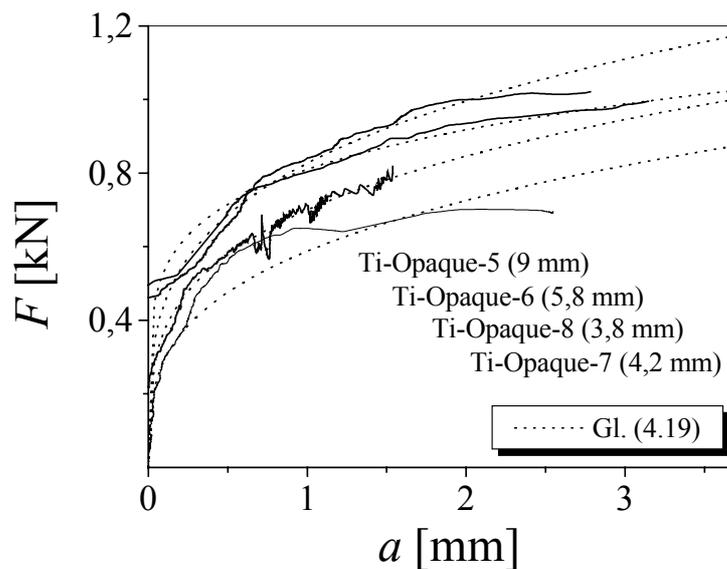


Abbildung 4.3.9: Weitere Beispiele für Kraft-Risslängenkurven (*obere* Grenzfläche), ermittelt an Titan-Opaque-Proben mit unterschiedlich großen Titanaufsätzen. Nach Gleichung (4.19) angepasste Kurvenverläufe gestrichelt eingezeichnet; Beschriftungen von oben nach unten zuzuordnen.

Die häufig beobachteten abrupten Schwankungen in der Last deuten auf mikroskopische Effekte beim Versagen hin, zu denen sicherlich auch die in der Diskussion zum Bruchverhalten angesprochenen lokalen Ausbrüche aus der Dentalkeramik beitragen. In der nachfolgenden FE-Modellierung bleiben diese Effekte weiterhin unberücksichtigt. Es wurde bereits die Tatsache erwähnt, dass die *untere* Grenzfläche ausschließlich im Titan-Opaque-Verbund und dort auch nur unter Verwendung des 40-mm-Titanaufsatzes versagt. Die Resultate solcher Experimente (siehe Abbildung 4.3.10) sind zumindest anhand der Kurvenverläufe nicht von den bisher vorgestellten Ergebnissen zu unterscheiden, wengleich auch die maximal erreichten Risslängen mit 4,3 mm etwas niedriger ausfallen als sonst. Die Anpassung der Kraft-Risslängenkurven mit dem empirischen Potenzansatz nach Gleichung (4.19) fällt dementsprechend in der gleichen Güte aus wie in den beiden vorangehenden Abbildungen (siehe gestrichelte Kurven).

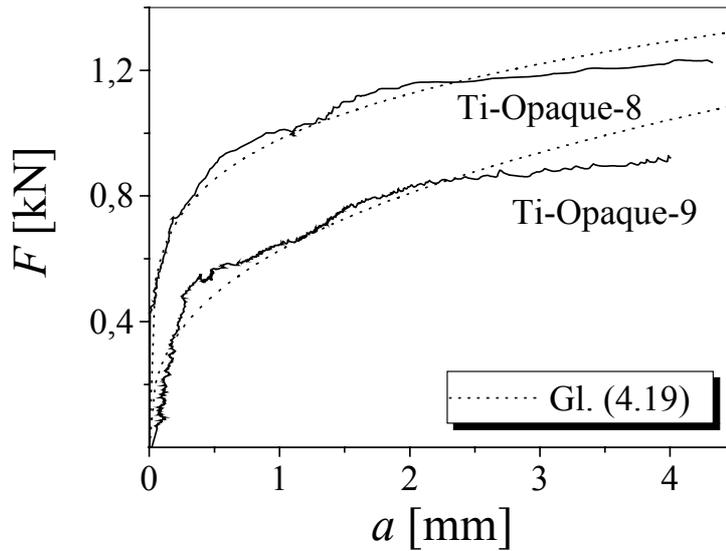


Abbildung 4.3.10: $F(a)$ -Kurven für Bruch in der unteren Grenzfläche der Titan-Opaque-Proben mit 40-mm-Aufsatz. Verlauf nach Beziehung (4.19) durch gestrichelte Kurven angedeutet.

Im nächsten Vergleich sind die Versuche an den Verblendmassen Translucent T4 und Enamel EN4 einander gegenübergestellt, um herauszufinden, ob sich die beiden Keramiken hinsichtlich ihrer Hafteigenschaften unterscheiden lassen. Auch das Versagen dieser Metall-Dentalkeramik-Verbunde unterliegt einer enormen Streuung, zu erkennen an den vier Beispielkurven der Abbildung 4.3.11.

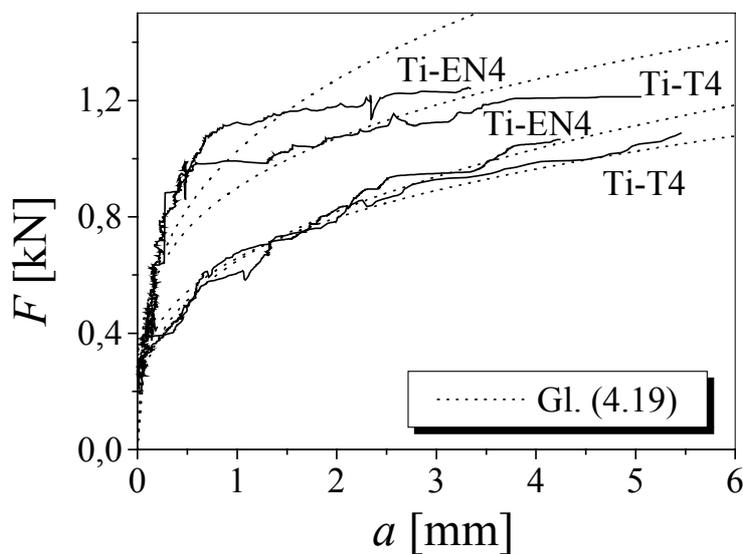


Abbildung 4.3.11: Jeweils zwei Beispiele für Kraft-Risslängenkurven (obere Grenzfläche; 40-mm-Vorlaufkörper), gemessen an Titan-T4 und Titan-EN4, angepasst nach Gleichung (4.19).

Der Verlauf der Kraft-Risslängenkurven ist in entscheidendem Maße von deren Anfangsbereich geprägt. So steigt in den beiden oberen Beispielen die Kraft bis etwa 1 kN an, bevor der Riss anschließend mit nur geringem Anstieg der Kraft weiter fortschreitet. In den unteren Kurven ist eine etwas geringere Anfangssteigung festzustellen. Die Anpassung nach der Beziehung (4.19) fällt entsprechend besser aus, je stärker die Rissausbreitung von Beginn an zunimmt.

In allen Fällen sind die Kurven deutlich weniger glatt als die aus den Versuchen an Titan-Opaque. Das Diagramm oben kann als stellvertretend für alle weiteren Experimente an den Verblendmassen angesehen werden. Daraus lässt sich ableiten, dass es kein signifikantes Unterscheidungsmerkmal in den Haften Eigenschaften der beiden Verblendmassen gibt, außer der Tendenz, dass der Riss an Titan-EN4-Grenzflächen etwas früher instabil wird. Daraus folgt lediglich, dass die Eigenfestigkeit der EN4-Verblendmasse etwas niedriger ausfällt als die des T4. Die numerisch bestimmten K -Faktoren für beide Verblendmassen ergeben somit auch keine unterscheidbaren Phasendiagramme. Nach dieser Feststellung sollen stellvertretend nur noch die Versuche an Titan-T4 in Betracht kommen. Somit schließt die Diskussion der Kraft-Risslängenkurven auch mit der Variation der Vorlaufkörperlänge am Titan-T4-Verbund ab (siehe Abbildung 4.3.12).

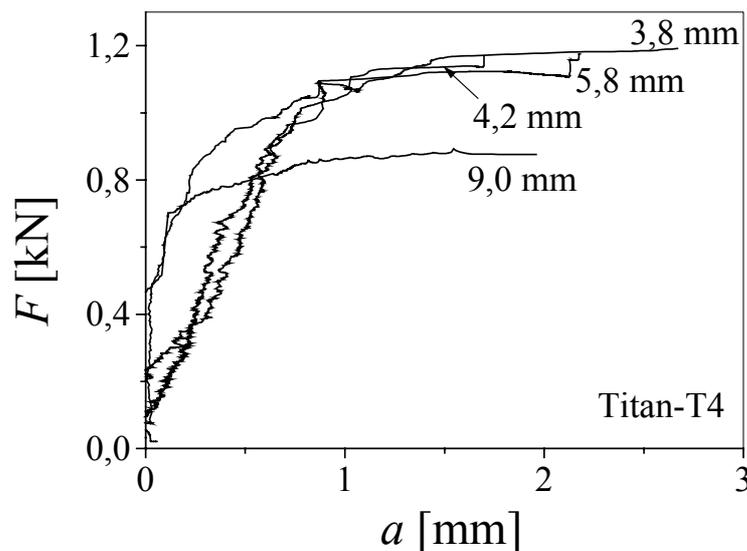


Abbildung 4.3.12: Kraft-Risslängenkurven für verschieden lange Vorlaufkörper der Titan-T4-Proben bei Versagen in der *oberen* Grenzfläche.

Dabei führt die Verwendung von Titanaufsätzen, die kleiner sind als 40 mm, zum vorzeitigen Totalversagen der Proben. In den vorgestellten Beispielen ist jedoch die Tendenz festzustellen, dass mit dem 9-mm-Aufsatz der Bereich des unterkritischen Risswachstums am geringsten ausfällt. Eine zufriedenstellende Anpassung der Daten nach Beziehung (4.19) gelingt hier nicht mehr. Grund dafür ist der anfängliche Kurvenverlauf, wobei die Lage des Übergangs zu dem deutlich flacheren Verlauf in stärkerem Maße streut als in den

vorangehend aufgeführten Messungen. In dem Beispiel mit einem 5,8-mm-Vorlaufkörper ändert die Kurve sogar ihre Krümmung.

Die Ausbreitung eines instabilen Risses geht fast ausschließlich mit einem Abknicken in die Dentalkeramik einher. Die Rissverlängerung innerhalb der Grenzfläche erfordert somit mehr Energie als diejenige, die zum Bruch der Keramik aufzubringen ist. Ohne detailliertere Informationen zur stofflichen Zusammensetzung der Rohmaterialien ist keine verlässliche Aussage über die inneren Bindungsmechanismen möglich. Eine rein empirische Klassifizierung der optischen und mechanischen Eigenschaften entstand bei der Bestimmung der elastischen Eigenschaften in der Mikroindruckanlage UMIS-2000. Die Begutachtung der mit einem Berkovich-Prüfkörper gesetzten Mikroindrücke ergibt, dass die Dentalgrundmasse Opaque aufgrund der höheren Streuung der Messdaten eine gröbere Mikrostruktur besitzen muss. Die Verblendmassen Translucent T4 und Enamel EN4 hingegen erinnern bezüglich ihres Aussehens und der geringen Streuung der Eindruckkurven an die Materialeigenschaften von Glas. Die ermittelten elastischen Konstanten aller untersuchten Materialien finden sich im Anhang.

Im Rahmen der ersten Anwendung der akustischen Risslängenbestimmung zur Untersuchung optisch nichttransparenter Materialien konnte das Bruchverhalten entlang der Titan-Dentalkeramikgrenzflächen unmittelbar aufgezeichnet und bereits qualitativ charakterisiert werden. Die Variation der Belastungsmoden an der Rissspitze durch die Verwendung unterschiedlich langer Vorlaufkörper ist experimentell realisierbar. Die kritischen Lasten lassen sich über einen kontinuierlichen Risslängenbereich hinweg bestimmen, so dass die notwendigen Daten für eine numerische Auswertung zur Verfügung stehen. Im Gegensatz zu den Versuchen unter Zuhilfenahme einer optischen Methode ist es hier nicht möglich, den exakten Verlauf der Rissfront anzugeben, da man mit der verwendeten akustischen Methode prinzipiell nur in der Lage ist, einen mittleren Radius anzugeben. Ob der Effekt einer anfänglich nichtzirkularen Rissfront in den Titan-Dentalkeramikgrenzflächen in Erscheinung tritt, kann lediglich vermutet werden. Für die sich anschließende FE-Simulation sollen aus diesem Grunde nur $F(a)$ -Wertepaare ab einer Risslänge von 0,3 mm in Betracht kommen.

4.4 Numerische Ergebnisse zu den Versuchen an Metall-Dentalkeramiken

Die Dateigröße der experimentellen Kraft-Risslängenkurven ist mit der eingestellten Abtastrate des Datenerfassungssystems korreliert und letztendlich durch die Versuchsdauer bestimmt. Die Punktdichte pro Risslängeninkrement schwankt zusätzlich infolge der teilweise nichtkonstanten Rissausbreitungsgeschwindigkeit. Fließen die Ergebnisse unbearbeitet in die Auswerteprozedur ein und wird pro vorkommendem $F(a)$ -Wertepaar ein FE-Modell erzeugt, so liegt die mittlere Anzahl der anfallenden FE-Eingabedateien etwa in der Größenordnung

10^3 . Dies übersteigt die vorliegende Rechnerkapazität bei weitem, weshalb die Datenmenge noch erheblich zu reduzieren ist. In der Praxis geschieht dies durch Selektierung von Datenpunkten mit Hilfe eines einfachen Unterprogramms, nach dessen Ausführung $F(a)$ -Wertepaare in äquidistanten Rissfortschrittsinkrementen von 0,1 mm vorliegen.

4.4.1 Erweiterungen der FE-Analyse

Das an den Titan-Opaque-Proben festgestellte Versagen in der *unteren* Grenzfläche ist in der numerischen Auswertung von den *oberen* Grenzflächenrissen zu unterscheiden. Es wird sich herausstellen, dass dadurch die Möglichkeit besteht, die Bruchfestigkeit über einen zusätzlichen Bereich in der K_1 - K_2 -Ebene charakterisieren zu können. Anhand der Bimaterialkonstanten ε zur Beschreibung der elastischen Fehlanpassung wird die Notwendigkeit, den Fall der *unteren Grenzflächenrisse* gesondert zu betrachten, leicht verständlich. Das Vorzeichen von ε ist durch den Schubmodul sowie das Poissonverhältnis der beteiligten Materialien und letztendlich durch die Wahl der Reihenfolge der Komponenten bestimmt. Werden nun *obere* und *untere* Grenzflächenrisse unterschieden, so soll hier die Konvention gelten, dass die positive x_2 -Achse der Rissspitzenkoordinaten generell von der Grenzfläche aus in Material 1 zeigt. Die Rotationsrichtung des Winkels Θ ändert sich demzufolge mit der Position des Materials 1, welches hier für die Dentalkeramik steht. Folglich ist das bekannte Koordinatensystem durch Definition eines zweiten, skizziert in Abbildung 4.4.1 (rechts), zu ergänzen.

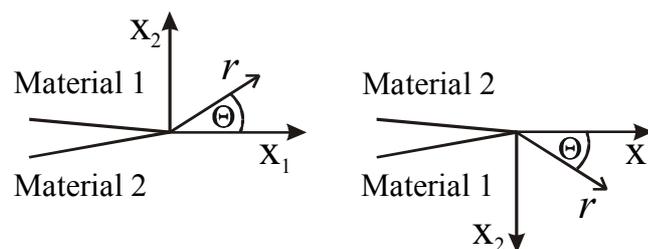


Abbildung 4.4.1: Zwei Koordinatensysteme zur Unterscheidung von „unteren“ (links) und „oberen“ Grenzflächenrissen (rechts).

Das hier verwendete FE-Modell ist eine Erweiterung des zweidimensionalen Netzes, das im zweiten Kapitel beschrieben wurde. Der zylinderförmige Vorlaufkörper ist als zweite Schicht über der Dentalkeramik modelliert. Der Schaft des Stempels kann aufgrund der hohen Lasten und der dadurch auftretenden großen elastischen Deformationen nicht vernachlässigt werden. Auf eine zusätzliche Abbildung der genannten Erweiterungen wurde verzichtet, da die Rissspitzenregion, welche für die Auswertung eigentlich relevant ist, unverändert bleibt.

Das Ablaufdiagramm zur Auswerteprozedur gilt weiterhin bis auf eine zusätzliche Aufspaltung, an der zwischen „unteren“ und „oberen“ Rissen zu unterscheiden und die Lage des simulierten Risses festzulegen ist.

4.4.2 Die kritische Rissöffnung δ_{MM}^c

Im Kapitel 3 stand die Suche nach einer sinnvollen Größenordnung für die Skalierungslänge l im Vordergrund. Hier soll die charakteristische Länge in allen Berechnungen mit dem Rissöffnungsparameter δ_{MM}^c gleichgesetzt werden, wobei der Abstand zur Bestimmung der Rissuferverschiebungen nach wie vor auf $r_{\text{Prozedur}} = 1,8 \mu\text{m}$ hinter der Rissspitze festgelegt ist.

Zur Interpretation der nachfolgenden Ergebnisse ist es dienlich, zunächst die aus den experimentellen Daten berechneten Rissöffnungen δ_{MM}^c für die Materialgruppen Titan-Opaque und Titan-T4 zu betrachten. In den beiden Diagrammen der Abbildung 4.4.2 sind die zu den angegebenen Kraft-Risslängenkurven korrelierten kritischen Werte von δ_{MM}^c eingetragen und nach der Größe des verwendeten Vorlaufkörpers unterschieden. Erkennbar ist die äquidistante Zerlegung durch den eingefügten Zwischenschritt in der Auswerteprozedur zur Begrenzung der Datenmenge. Vor allem für kleine Risslängen ist die Streuung am größten. Hier nicht explizit aufgeführt ist die Tatsache, dass die reine Mode-1-Rissöffnung δ_2^c um eine Größenordnung über der von δ_1^c liegt und deshalb auch den dominierenden Einfluss auf δ_{MM}^c ausübt. Tendenziell nimmt δ_{MM}^c mit zunehmender Risslänge stetig ab und die absoluten Beträge liegen umso höher, je kürzer der Titanaufsatz ist. Dies entspricht auch den Erwartungen, denn die Größe des Vorlaufkörpers bestimmt die zusätzliche Steifigkeit der Komponente *Dentalkeramik-Titanaufsatz* und bei kritischen Lasten gleichbleibender Größenordnung müssen die absoluten Rissöffnungen entsprechend unterschiedlich sein. Das obere Diagramm beinhaltet die Ergebnisse der Untersuchungen des Titan-Opaque-Verbundes und es ist deutlich der Trend zu erkennen, dass die Rissausbreitung umso früher instabil verläuft, je kürzer der aufgebrannte Vorlaufkörper ausfällt. Für die Verblendmasse T4 ist dieser Effekt durch die Streuung der Messdaten nicht eindeutig nachzuweisen, jedoch zu vermuten. Die Absolutwerte liegen für Titan-T4 insgesamt etwas höher und erreichen im Abstand $r_{\text{Prozedur}} = 1,8 \mu\text{m}$ maximal $7 \mu\text{m}$, während für Titan-Opaque keine größeren Rissöffnungen als etwa $5 \mu\text{m}$ auftreten.

Es bleibt zu klären, welcher spezifische Wert von δ_{MM}^c in die Auswertung einfließen soll. Dazu ergingen entsprechende Vorversuche, in denen die maximal und die minimal vorkommenden kritischen Rissöffnungen als auch die tatsächliche Risslängenabhängigkeit der δ_{MM}^c -Werte verwendet wurden. Die Abweichungen in den so berechneten K -Faktoren fallen dabei derart gering aus, dass weiterhin der Mittelwert von $\bar{\delta}_{MM}^c$ gebildet werden kann. Entscheidend ist die Größenordnung von $\bar{\delta}_{MM}^c$ im Bereich weniger Mikrometer im Abstand

$r_{\text{Prozedur}} = 1,8 \mu\text{m}$ hinter der Risspitze. Variieren die Werte von δ_{MM}^c zwischen 10^{-7}m und 10^{-8}m , so führt dies für die vorliegenden Daten zu einer Drehung des resultierenden \tilde{K} -Vektors um maximal drei Grad und somit nicht zu einer wesentlichen Veränderung der Daten.

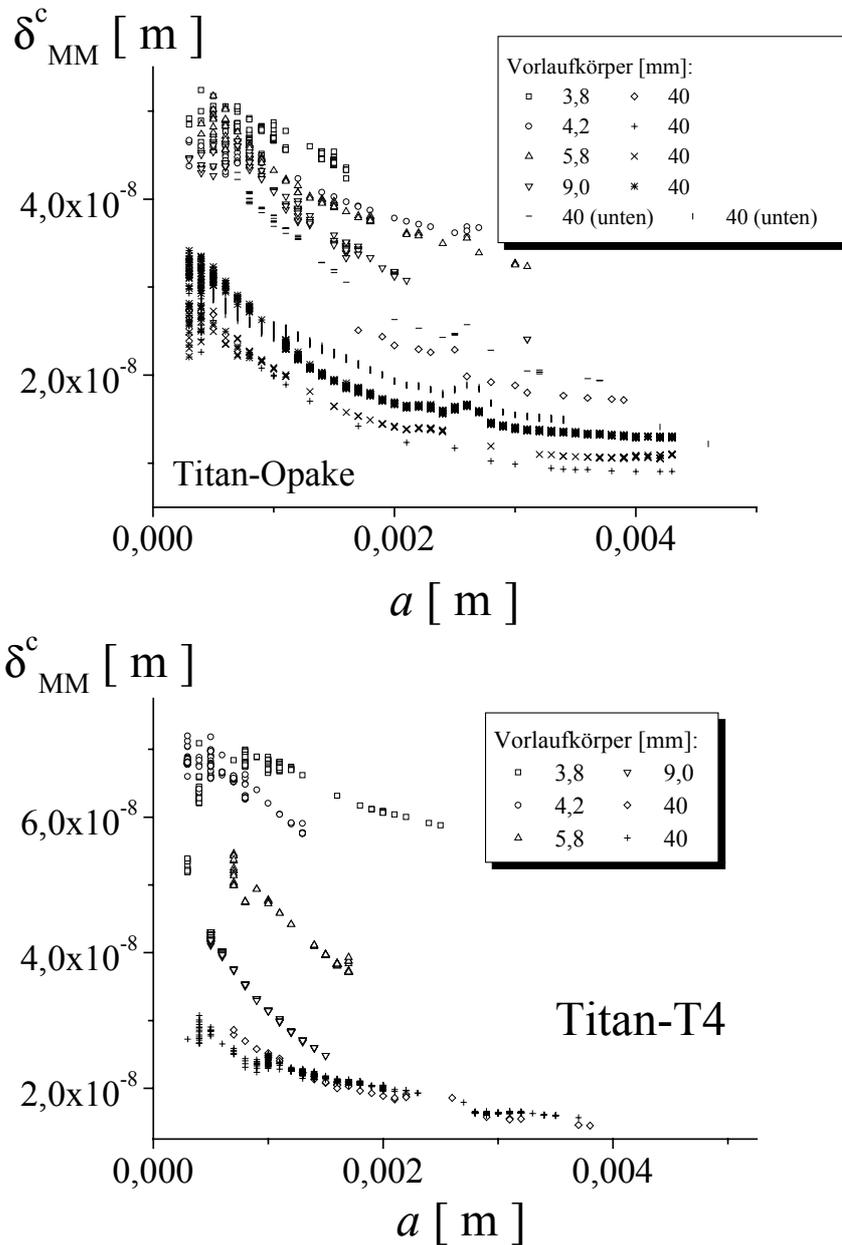


Abbildung 4.4.2: Risslängenabhängigkeit von δ_{MM}^c für die Materialverbunde Titan-Opaque (oben) und Titan-T4 (unten). Höhe des Vorlaufkörpers ist dem verwendeten Symbol zu entnehmen.

Die numerisch verarbeiteten Daten aus den Versuchen mit verschiedenen Schall-Vorlaufkörpern lassen sich in einem gemeinsamen Phasendiagramm zusammenfassen. Zur Erleichterung der Interpretation einer resultierenden Versagenskennlinie hat sich ein vorab durchgeführtes numerisches Experiment bereits bei der Untersuchung der Metall-Epoxid-Verbunde bewährt. Darin fand eine Berechnung der K -Faktoren anhand der angepassten Kraft-Risslängenkurven statt. Zur Eliminierung der Streuung, die zum einen von Probe zu Probe auftritt und nunmehr auch durch die Verwendung verschieden großer Vorlaufkörper beeinflusst sein kann, wird eine mittlere Kraft-Risslängenkurve bestimmt, die repräsentativ für alle durchgeführten Experimente ist. Dies ist legitim, da eine mögliche Abhängigkeit der kritischen Lasten von der Größe des Titanaufsatzes, wenn vorhanden, innerhalb der allgemeinen Streuung der Messdaten liegt. Eine mittlere $F(a)$ -Kurve, angepasst nach dem Potenzgesetz von Gleichung (4.19), wird für alle verwendeten Titanaufsätze angenommen. Die daraus berechneten Rissöffnungen sind in Abbildung 4.4.3 zusammengefasst.

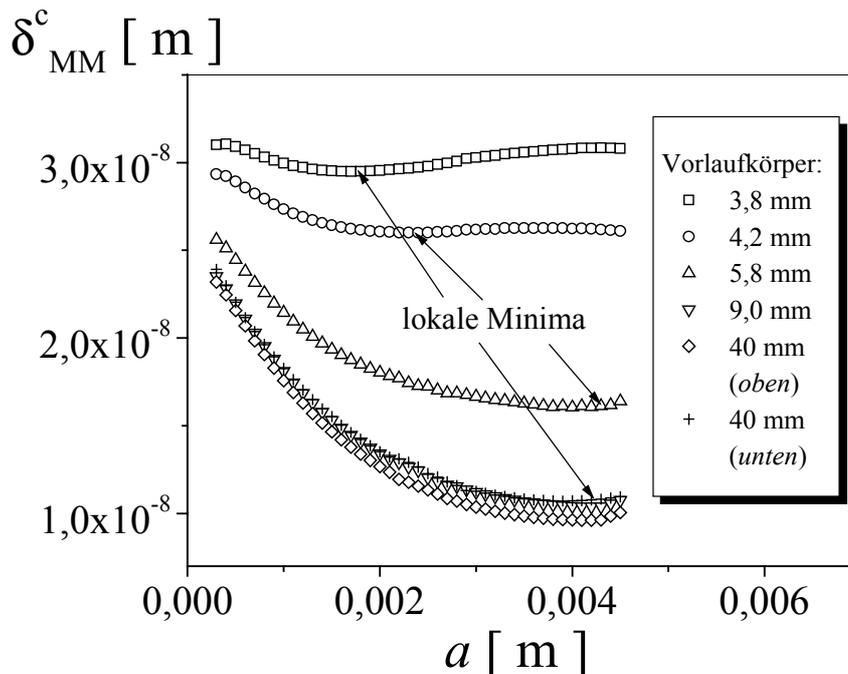


Abbildung 4.4.3: „Numerisches Experiment“ zur Untersuchung der Risslängenabhängigkeit von δ_{MM}^c , mittlere Kraft-Risslängenkurve zugrunde gelegt und zu unterscheiden an der Höhe des simulierten Vorlaufkörpers.

Ein bedeutsames Ergebnis dieser Untersuchung ist die Tatsache, dass der simulierte Rissöffnungsparameter mit zunehmender Risslänge ein lokales Minimum durchläuft. Die zu diesen lokalen Extremwerten gehörige Risslänge entspricht in sehr guter Übereinstimmung derjenigen, an der im Experiment der Riss sich instabil auszubreiten beginnt. Ein Wiederanstieg von δ_{MM}^c nach diesem Übergang kommt somit für die Auswertung nicht in Betracht. Nach dieser Einschränkung für die Simulationsdaten lässt sich das folgende

Phasendiagramm angeben, das sich aus den Beiträgen der unterschiedlichen Vorlaufkörper zusammensetzt (siehe Abbildung 4.4.4).

Auffallendstes Merkmal ist die Asymmetrie der resultierenden Versagenskennlinie bezüglich der positiven und negativen K_2 -Achse. Dies ist nur anhand der Experimente an Titan-Opaque-Verbunden feststellbar, weil nur dort Risse in der unteren Grenzfläche verlaufen. Die gestrichelt eingezeichnete resultierende Versagenskennlinie dient nur der Anschaulichkeit und stellt keine analytische Beschreibung dar. Anhand der Simulationen der kleineren Vorlaufkörper (3,8 und 4,2 mm) deutet sich eine Trendwende an, nach denen mit der Rissausbreitung auch der K_2 -Faktor wieder zunimmt (siehe Pfeile).

In der gewählten Materialreihenfolge bedeutet dies konkret, dass die Dentalkeramik für positive K_2 -Werte unter Druckbelastung steht.

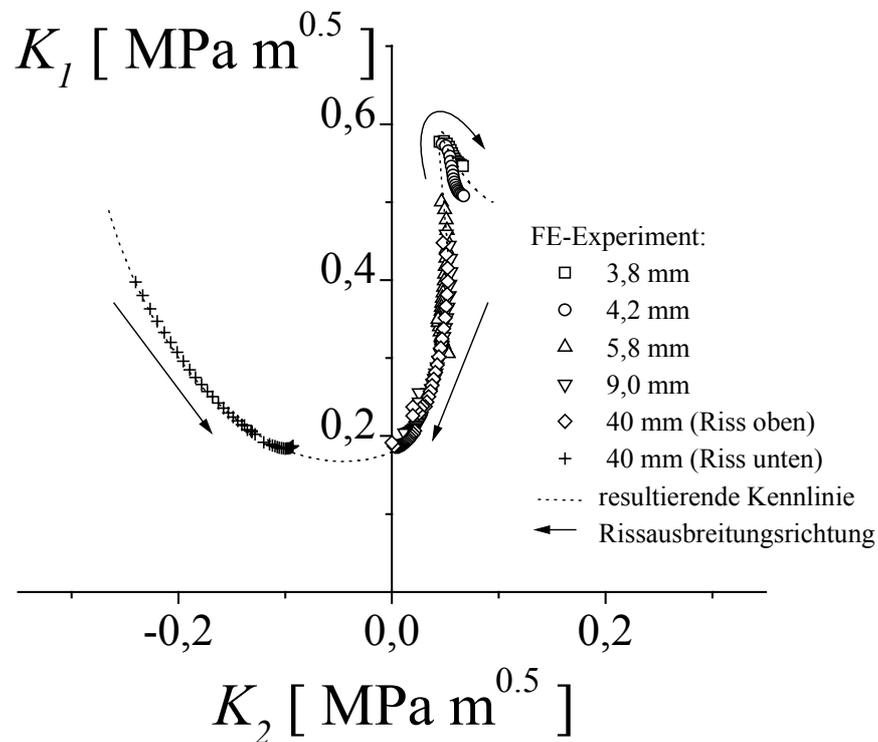


Abbildung 4.4.4: In einem „numerischen Experiment“ berechnetes Phasendiagramm, zusammengesetzt aus den Beiträgen der angegebenen Vorlaufkörper.

Der steile und zudem noch leicht gekrümmte Kurvenabschnitt für positive K_2 -Werte steht für eine massive Änderung der Grenzflächenenergie ohne wesentliche Variation des Mixed-Mode-Verhältnisses. Die Beiträge zur resultierenden Versagenskennlinie nehmen entsprechend der Größe des simulierten Titanaufsatzes ab.

Ein solcher Verlauf, wie er sich als Resultat dieser numerischen Studie abzeichnet, trägt unterstützend dazu bei, die experimentell bestimmten Daten, die zusätzlichen Streuungen von Probe zu Probe unterliegen, interpretieren zu können.

4.4.3 Phasendiagramme und Grenzflächenenergien der Titan-Dentalkeramiken

4.4.3.1 Titan-Opaque

Alle vorangehend dargestellten Kraft-Risslängenkurven dienen als Eingabewerte für die K -Faktorberechnung, wobei der jeweilige Mittelwert des Rissöffnungsparameters für die Länge l eingesetzt wurde. Das K_1 - K_2 -Phasendiagramm in der unten aufgeführten Abbildung 4.4.5 vereinigt die Experimente mit verschiedenen Vorlaufkörpern. Die gestrichelt gezeichneten Linien grenzen den Streubereich der resultierenden Versagenskennlinie ein. Die Einhüllende gibt also eine Art Wahrscheinlichkeitsbereich für das Grenzflächenversagen an, wobei sich die Breite dieses Bandes in der K_1 - K_2 -Ebene aus der Streuung zwischen den Experimenten ergibt, die wiederum noch von dem Winkel Ψ abzuhängen scheint. Jede $F(a)$ -Kurve mit diskreten Höhen der Vorlaufkörper liefert einen kurzen, jedoch nahezu kontinuierlichen Abschnitt zur Versagenskennlinie. Die starke Asymmetrie bezüglich der positiven und negativen Achse, die sich in den numerischen Voruntersuchungen bereits angedeutet hat, ist durch das experimentell bestimmte Versagen in der unteren Grenzfläche zwischen Titan und Opaque überhaupt erst feststellbar gewesen. Mit Hilfe eines einfachen Versagenskriteriums, etwa einer Ellipse, ist das gefundene Phänomen nicht zu beschreiben.

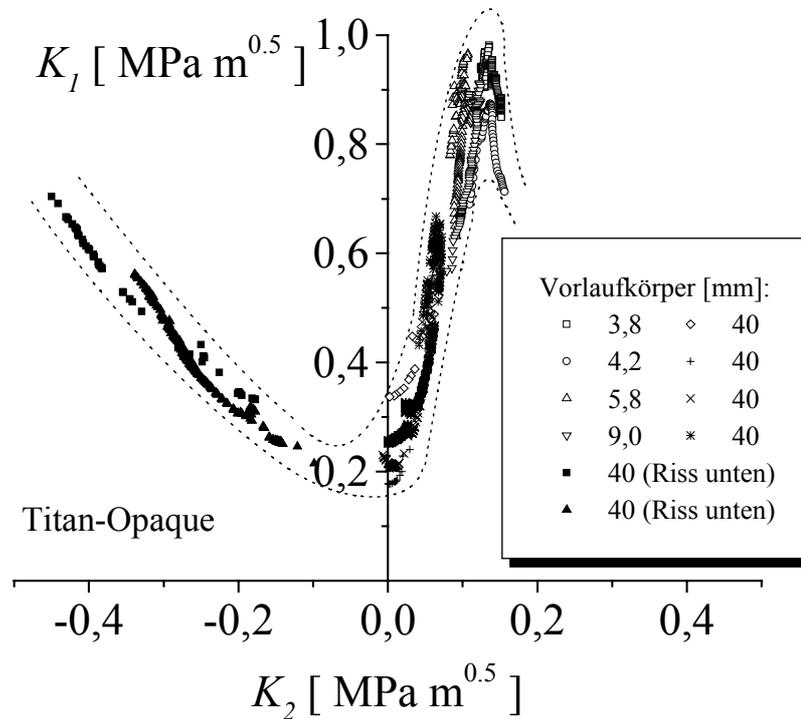


Abbildung 4.4.5: K_1 - K_2 -Phasendiagramm des Titan-Opaque-Verbundes. Gestrichelte Linien grenzen Versagensbereich ein.

Die Verwendung einer anderen charakteristischen Länge als die Größe δ_{MM}^c führt bekanntlich lediglich zur Drehung der \tilde{K} -Vektoren, wodurch die Problematik der Beschreibung der vorliegenden Kennlinien nicht zu lösen ist.

Es ist anzunehmen, dass sich die Versagenskennlinie nicht weiter bestimmen lässt, denn eine weitere Verringerung der Höhe des Vorlaufkörpers führt zwar zu Belastungen mit größerem Mode-2-Anteil, doch knickt der Grenzflächenriss aufgrund der geringen Risszähigkeit der Dentalkeramik unmittelbar nach Erreichen einer kritischen Last in die Schicht ab.

Hinsichtlich der gewählten Materialreihenfolge bedeuten negative K_2 -Faktoren hier, dass die Dentalkeramik im Experiment unter Zugbelastung steht. Für Keramiken typisch ist deren geringe Zugfestigkeit, wodurch auch verständlich wird, dass sich keine unteren Grenzflächenrisse ausbilden, falls kleinere als 40-mm-Vorlaufkörper eingesetzt werden. Die Zugbelastung wird dadurch nämlich erhöht und die Keramik versagt, bevor sie sich vom Metall ablösen kann.

4.4.3.2 Titan-T4

Das Phasendiagramm des Titan-T4-Verbundes zeigt ein sehr ähnliches Versagensverhalten wie jenes der Titan-Opaque-Verbunde, das bereits diskutiert wurde. Auch hier sind die einzelnen Teilstücke, die aus einem einzigen Experiment hervorgehen, deutlich voneinander zu unterscheiden. Zur besseren Darstellung ist die K_2 -Achse höher aufgelöst.

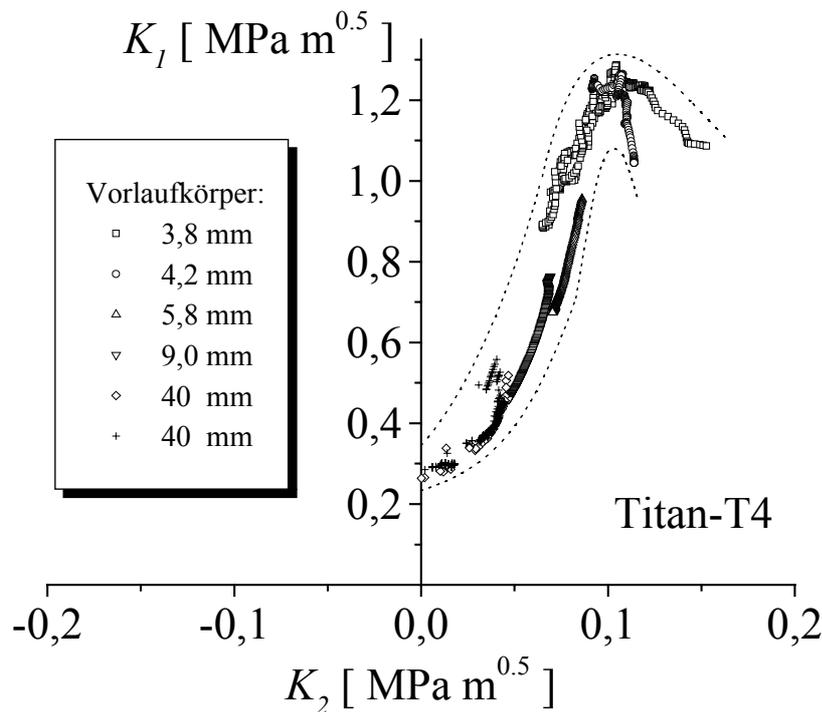


Abbildung 4.4.6: K_1 - K_2 -Phasendiagramm des Titan-T4-Verbundes mit gestrichelt angedeutetem Streubereich der Versagenkennlinie.

Aussagen über einen eventuell asymmetrischen Verlauf hinsichtlich der positiven und negativen K_2 -Achse sind für Titan-T4-Verbunde aufgrund fehlender Daten für $K_2 < 0$ nicht zu machen. Der etwas abweichende Bereich im oberen Umkehrpunkt (3,8-mm- und 4,2-mm-Vorlaufkörper) hat sich schon in den Kraft-Risslängenkurven abgezeichnet, die sich nicht in der gleichen Güte haben anpassen lassen wie jene der Titan-Opaque-Verbunde (siehe weiter oben Abbildung 4.3.12). Für alle untersuchten Metall-Dentalkeramiken gilt gleichermaßen, dass die kleinste Grenzflächenenergie unter reiner Mode-1-Belastung auftritt. Die Mindesthaftfestigkeit der Dentalmasse Opaque ($K_1^c \approx 0,2 \text{ MPa}\sqrt{m}$) liegt dabei etwas unterhalb derjenigen von T4 ($K_1^c \approx 0,27 \text{ MPa}\sqrt{m}$).

Es wird angenommen, dass sich die Versagenskennlinie experimentell nicht bis zu einem Schnittpunkt mit der K_2 -Achse verfolgen lässt, denn hierzu ist die Risszähigkeit der Dentalkeramik offensichtlich zu gering.

Der steile Verlauf der Grenzflächenenergie bei fast konstantem K_1 - K_2 -Verhältnis wird noch einmal bei der Auftragung von G^c über dem Winkel Ψ verdeutlicht. Erwartungsgemäß ist für einen nahezu konstant bleibenden Winkel Ψ mit einer enormen Änderung der Grenzflächenenergie zu rechnen, verdeutlicht anhand der beiden Diagramme in Abbildung 4.4.7, in denen die Resultate der Versuche mit unterschiedlichen Vorlaufkörpern zusammengestellt sind. Hier fällt besonders die starke Krümmung der unteren Kurvenabschnitte auf und infolgedessen die Energiefreisetzungsrate ab einem bestimmten Winkel Ψ nahezu unbegrenzt zunimmt.

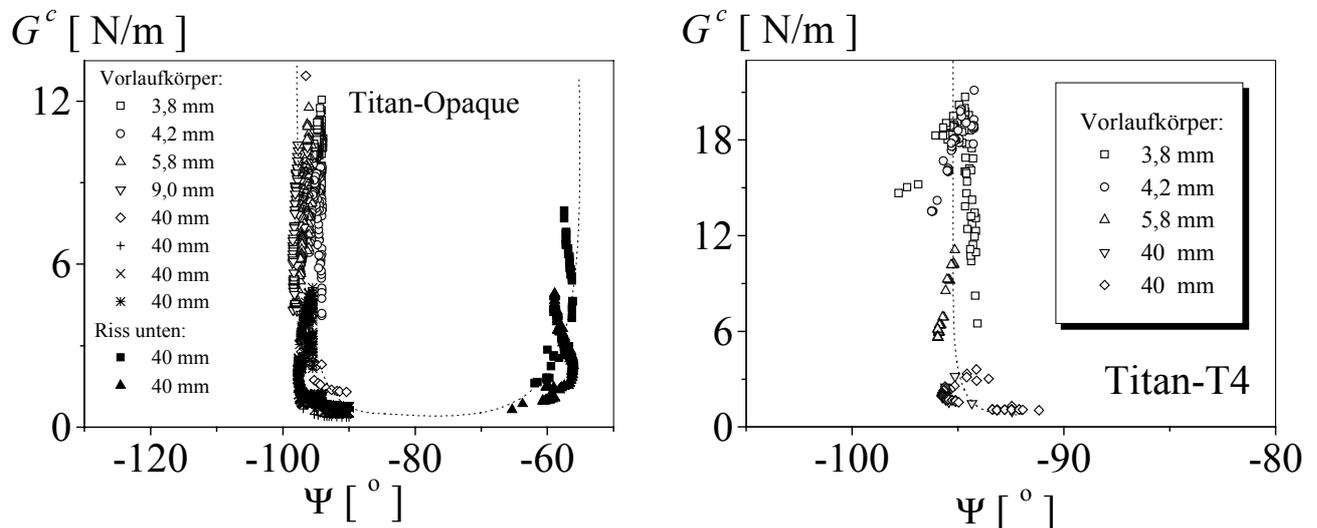


Abbildung 4.4.7: Grenzflächenenergien der Materialverbunde Titan-Opaque (links) und Titan-T4 (rechts) als Funktion des Phasenwinkels Ψ .

Die gestrichelten Linien deuten die Winkelabhängigkeit der Grenzflächenenergie an. Aus dem Phasendiagramm für die Titan-Opaque-Verbunde lässt sich ein Wiederanstieg der Kennlinie nach Durchlaufen eines Minimums für reine K_1 -Belastung ablesen. Da sich in dem Zwischenbereich kein weiterer lokaler Extremwert der K -Faktoren andeutet, wurden die beiden Kurvenäste der Grenzflächenenergie in Abbildung 4.4.7 (links) in Form eines Plateaus miteinander verbunden.

Die Variationsmöglichkeit des K_1 - K_2 -Verhältnisses ist für die verwendeten Materialien offensichtlich sehr beschränkt, vor allem bedingt durch die hohe Steifigkeit des aufgebrannten Titanaufsatzes. Ohne diese Erweiterung ist es jedoch bekanntlich kaum durchführbar, die Grenzflächenhaftung über einen kontinuierlichen Mixed-Mode-Bereich hinweg in einem einzigen bruchmechanischen Experiment zu bestimmen. Das Verhältnis von Eigenfestigkeit und Grenzflächenhaftung ist also entscheidend dafür, wie weit sich die K_1 - K_2 -Ebene

experimentell untersuchen lässt. Die im Vergleich zum Opaque offenkundig geringere Eigenfestigkeit der Verblendkeramik T4 ist die Ursache dafür, dass die Bestimmung nur von Teilen des positiven K_2 -Quadranten im K_1 - K_2 -Diagramm gelingt.

Experimente an Metall-Dentalkeramiken erweisen sich aufgrund der aufwendigen Präparation prinzipiell als schwierig.

Innere Spannungen sind experimentell nicht bestimmt und auch nicht in die Modellierung eingebracht worden. Sie bleiben somit seitens der simulierten kritischen Belastungsgrößen unberücksichtigt.

Die nach der FE-Simulation vorliegenden Parameter sind folglich als ein Maß für den Widerstand der Grenzfläche gegen Rissausbreitung zu verstehen. Im Idealfall eines vollkommen eigenspannungsfreien Schicht-Substratverbundes entsprechen die ermittelten Spannungsintensitätsfaktoren den tatsächlichen Materialparametern zur Beschreibung der Grenzflächenrisszähigkeit.

Die vorgestellten Phasendiagramme konnten die Anwendbarkeit der Kombination des Stempeltests und einer numerischen Auswertung bestätigen und die Vorteile gegenüber anderen Testmethoden aufzeigen.

5 Zusammenfassung

Das Thema der vorliegenden Arbeit war die Bestimmung der mechanischen Eigenschaften von Schichtsystemen. Dies betraf die Charakterisierung des Substrateinflusses bei der E-Modul- und Härtebestimmung mit dem Eindruckversuch und die Ermittlung des Grenzflächenversagens zwischen Schicht und Substrat.

Im zweiten Kapitel erfolgte eine Parameterstudie zur Bestimmung des von der relativen Eindrucktiefe abhängigen Substrateinflusses auf die im Eindruckversuch ermittelten Materialparameter.

Das prinzipielle Problem, die relative Eindrucktiefe a/t im Experiment in nicht ausreichendem Maße variieren zu können, wurde mit Hilfe einer numerischen Studie (FEM) umgangen. Durch eine geeignete Material- und Schichtdickendefinition gelang es, das a/t -Verhältnis bei gleichbleibender Netzqualität über fünf Größenordnungen hinweg zu variieren. Die Auswertung der simulierten Last-Eindringkurven erfolgte nach der Methode von Oliver und Pharr, wobei als Neuerung die von ABAQUS berechnete wahre Kontaktfläche in die Auswertung einfluss anstatt der konventionell aus der Entlastungskurve berechneten Kontaktfläche.

Ein Vergleich der Vorgabewerte mit den aus FE-Simulationen abgeleiteten Materialparametern ergibt, dass es ratsam ist, nur die oberen zwanzig Prozent der Entlastungskurve zur Auswertung heranzuziehen. Eine Parameterstudie, basierend auf einem bilinearen elastoplastischen Materialmodell, zeigte, inwiefern sich die duktilen Eigenschaften auf die nach Oliver und Pharr bestimmten Materialparameter auswirken.

Die Untersuchungsergebnisse legen nahe, dass Reibungseinflüsse zwischen dem als starr modellierten Eindruckkörper und der Schicht weitgehend vernachlässigt werden können. Insbesondere im Bereich kleiner relativer Eindrucktiefen hat sich erwiesen, dass der abgeleitete effektive E-Modul vom Steifigkeitsverhältnis der Schicht und dem Substrat abhängt. Für den Fall einer steifen Schicht auf einem nachgiebigerem Substrat deutete sich für den effektiven E-Modul als Funktion der relativen Eindrucktiefe ein zweiter Wendepunkt an. Die Härte bleibt vom Steifigkeitsverhältnis der Komponenten unbeeinflusst.

Eine von Bolshakov und Pharr eingeführte Korrektur des effektiven Öffnungswinkels des Prüfkörpers (β -Faktor) eignet sich vornehmlich für stark duktile Materialien, während sie für harte Schichten eher ungeeignet ist.

Anhand der numerisch gewonnenen Daten wurde eine Auswahl bekannter Extrapolationsformeln getroffen und die nach einer numerischen Anpassung sich ergebende Fehlerquadratsumme ϕ zusätzlich zur Bewertung herangezogen. Nach Aufzeigen der Schwachstellen aller Formeln folgte der Vorschlag zu einer neuen Beziehung, mit der es gelang, den Übergangsbereich von reinen Schicht- zu reinen Substrateigenschaften besser zu interpolieren und die spezifischen Materialkonstanten zugleich genauer zu extrapolieren. Aus der Zusammenstellung aller Resultate wurde deutlich, dass sich die neue Beziehung, unabhängig vom Steifigkeitsverhältnis von Schicht und Substrat, zur E-Modulbestimmung am besten

eignet und auch zur Ermittlung der Härte vornehmlich für besonders harte Werkstoffe ($\sigma_y > 1\text{GPa}$) anwendbar ist.

Experimente an der Mikroindruckanlage UMIS-2000 ermöglichten die unmittelbare Anwendung der gewonnenen Erkenntnisse. Zur Minimierung experimenteller Fehler wurde die Anlage neu justiert und mit Hilfe von Glasproben eine Kalibrierkurve (Spitzenkorrektur) für einen neuen Berkovich-Prüfkörper bestimmt. Bei den untersuchten Proben handelte es sich um TiN- und $\text{Ti}_{0,5}\text{Al}_{0,5}\text{N}$ -Schichten auf Stahl beziehungsweise auf Hartmetall. Das gemessene Last-Eindringverhalten deutet hauptsächlich auf duktilen Schichtversagen hin, wobei auch Anzeichen spröden Versagens gefunden wurden. Nach einer eingehenden Fehlerbetrachtung erfolgte die Extrapolation der Schicht- und Substratmoduln, wobei auch hier die neu vorgeschlagene Beziehung die zufriedenstellendsten Anpassungen liefert.

Die weitergehenden Untersuchungen im dritten Kapitel widmeten sich der quantitativen Erfassung der Haftfestigkeit eines Schicht-Substrat-Verbundes. Die bruchmechanische Beschreibung erfolgte nach dem Formalismus der komplexen Spannungsintensitätsfaktoren. Es gelang, die bruchmechanischen Parameter zur Charakterisierung der Haftfestigkeit mit Hilfe einer numerischen Verarbeitung von experimentell einfach zu bestimmenden Messgrößen zu ermitteln. Mit dem verwendeten Stempeltest lässt sich die Mixed-Mode-Belastung über einen bestimmten Bereich des Phasenwinkels kontinuierlich variieren und die Streuung von Probe zu Probe eliminieren.

In Experimenten an optisch transparenten Schichten (Epoxid auf Messing) wurde der vom Stempel ausgelöste zirkuläre Grenzflächenriss mit einer Videovorrichtung erfasst und so die kritische Risslänge bestimmt. Die optische Methode erlaubt die Unterscheidung einer Zone der Rissformation und den Bereich der stabilen Rissausbreitung. Die vorgestellten Kraft-Risslängenkurven ließen sich mit Hilfe einer Potenzfunktion beschreiben.

Zur Verarbeitung der experimentellen Daten diente eine numerische Auswerteprozedur mit einer FE-Simulation des Stempeltests als Hauptkomponente. Die Modellierung beschränkt sich entsprechend der zugrunde gelegten linear-elastischen Bruchmechanik auf rein elastisches Material. Die K -Faktoren ergeben sich aus dem Verschiebungsnahfeld nach einer Grenzwertbetrachtung für den Abstand r gegen null. Aus dem Vergleich der Grenzflächenenergie mit dem numerisch bestimmten J -Integral ergibt sich hier ein optimierter Auswertebereich von $r_{\text{Prozedur}} = 1,8\ \mu\text{m}$ hinter der Risspitze.

Mit Hilfe der Definition des kritischen Rissöffnungsparameters δ_{MM}^c ist es möglich, auch mit einer rein elastischen FE-Modellierung eine versagensrelevante Größe angeben zu können.

Die von Erdogan [24] aus Dimensionsgründen eingeführte charakteristische Länge l wurde mit der neu definierten Größe identifiziert, was den Vorteil hat, dass es keiner Abschätzung der Prozesszone bedarf, deren Ausdehnung laut Ikeda et al. [34] der Länge l entsprechen sollte.

Die aus den experimentellen Daten bestimmten K -Faktoren, zusammengefasst in so genannten K_1 - K_2 -Phasendiagrammen, konnten den Einfluss von l auf den \tilde{K} -Vektor verdeutlichen. Bedingt durch die spezielle Wahl der Materialreihenfolge ergeben sich hier

negative K_2 -Werte. Die Resultate eines numerischen Experiments motivierten zur Anwendung eines Ellipsenkriteriums, mit Hilfe dessen sich das Versagen von Messing-Araldit-Grenzflächen beschreiben lässt.

Die analytischen Nahfeldlösungen für die Normal- und Schubspannungen sowie der Rissöffnungen stimmen in sehr guter Näherung mit den numerisch bestimmten Daten überein, wodurch sich die Anwendbarkeit des vorgestellten Verfahrens bestätigt. Die berechnete Durchdringung der Rissflächen erstreckt sich auf einen Bereich von etwa 16 nm hinter der Risspitze. Ein Gebiet von solcher Größenordnung fällt aus jeder kontinuumsmechanischen Betrachtung heraus. Somit bedarf es offensichtlich nicht zwangsläufig spezieller Randbedingungen ([28], [29]) oder der Argumentation mit der Ausbildung einer plastischen Zone ([31]), um physikalisch sinnvolle Aussagen machen zu können. Die starke Abhängigkeit der Grenzflächenenergie von der Mixed-Mode-Beanspruchung konnte explizit angegeben werden, wobei die Aufspaltung in die Anteile G_1 und G_2 unmittelbar von der Wahl der charakteristischen Länge l abhängt.

Für den Fall, dass der Elastizitätsmodul der Schicht um etwa zwei Größenordnungen niedriger ist als derjenige des Substrats, zeigten Simulationsrechnungen, dass sich die Grenzflächenenergie in guter Näherung nach einer analytischen Beziehung von Malyshev und Salganik [37] berechnen lässt, welche sich ursprünglich auf einen Test mit einem abgerundeten Stempel bezieht.

Nach erfolgreicher Charakterisierung des Grenzflächenversagens optisch transparenter Schichten folgte die Erweiterung des Verfahrens auf nichttransparente Schichtsysteme am Beispiel von Metall-Dentalkeramiken. Hierzu kam eine akustische Methode zur Risslängenbestimmung, bei der ein Ultraschallprüfkopf in die Probe integriert wurde, zum Einsatz. Das Verfahren nach dem Sender-Empfängerprinzip verwendet speziell angefertigte 5-MHz-PZT-Schallwandler. Eine Herleitung des Schallfeldes half bei der Dimensionierung der neuen Probe. Zur Berechnung der momentanen Risslänge aus dem Empfangssignal ließ sich eine einfache Beziehung ableiten, die an einer speziellen Modellprobe durch optische Vergleichsmessungen auch experimentell überprüft wurde.

Die verwendeten Dentalkeramiken Opaque, T4 und EN4 der Firma VITA-Zahnfabrik wurden in einem an die neue Probengeometrie angepassten Brennvorgang mit einem Titansubstrat und einem Schallvorlaufkörper, ebenfalls aus Titan bestehend, verbunden.

In den Experimenten an Titan-Opaque-Verbunden zur Bestimmung der Kraft-Risslängenkurven unter Verwendung unterschiedlich großer Vorlaufkörper zeigte sich ein Bruchverhalten, das sich durch Rissausbreitung in beiden existierenden Grenzflächen auszeichnet.

Die Phasendiagramme der Verbunde zeigen ein stark asymmetrisches Versagensverhalten bezüglich positiver und negativer K_2 -Werte, wobei jedes Experiment mit unterschiedlichen Vorlaufkörpern ein Teilstück zur resultierenden Kennlinie lieferte. Es gelang nicht, das Versagen durch ein einfaches Kriterium, etwa mittels einer Ellipse, zu beschreiben. Die geringste Festigkeit ergibt sich für alle Titan-Dentalkeramik-Verbunde für den Fall reiner Mode-1-Beanspruchung (für $l = \delta_{MM}^c$) und demnach gelingt es, eine minimale Festigkeit anzugeben, die wiederum unabhängig von l ist. Bei Verwendung kleinerer als 40-mm-

Vorlaufkörper gelingt die Rissinitiierung in der *unteren* Grenzfläche nicht aufgrund der zu geringen Zugfestigkeit des Grundmaterials Opaque.

Das für die Verblendkeramiken T4 und EN4 typische Versagen ausschließlich in der oberen Grenzfläche ist ein Indiz dafür, dass die Risszähigkeit K_{IC} dieser Materialien noch unterhalb derjenigen des Opaques liegt.

Das vorgestellte Verfahren des Stempeltests in Kombination mit einer numerischen Auswertung ist prinzipiell auf kein spezielles Material beschränkt und eignet sich somit ebenso zur Haftuntersuchung elasto-plastischer Materialien. In einem solchen Fall ließe sich jedoch die Anwendung des Formalismus komplexer K -Faktoren nicht weiter aufrechterhalten, sehr wohl hingegen die Angabe des J -Integrals als Maß für die aufzuwendende Bruchenergie.

Anhang zu Kapitel 2

Last-Eindruckkurven für elastisch, ideal-plastisches Material

In Kapitel 2.4.1.1, in dem der Einfluss der Materialparameter auf die simulierten Last-Eindruckkurven zur Diskussion steht, sind Beispielkurven zum Materialmodell mit linearer, isotroper Verfestigung aufgeführt. Zur Vervollständigung ist der Spezialfall des elastisch, ideal-plastischen Werkstoffs hier in den Abbildungen A1 und A2 zusammengefasst für die Grenzfälle des stark duktilen und des äußerst harten Materials, kategorisiert in den Parametersätzen {1} und {(1a)} respektive {6} und {(6a)}.

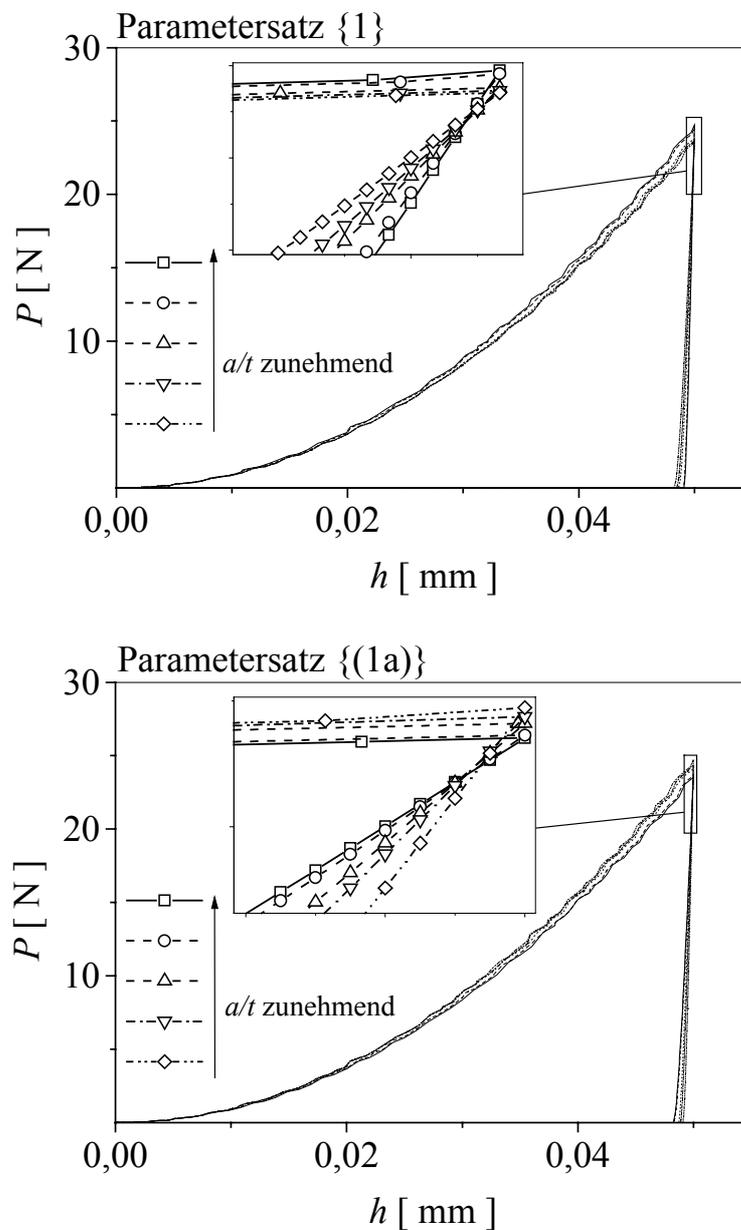


Abbildung A 1: Auswahl von Last-Eindruckkurven für elastisch, ideal-plastisches Material (Parametersätze {1} und {(1a)}).

Die Symbole und Linientypen sind exakt die gleichen wie die in Kapitel 2.4.1.1 verwendeten und durch eine definierte Schichtdicke charakterisiert. Die relativen Eindringtiefen a/t sind bis auf geringe materialbedingte Abweichungen des Kontaktradius somit unmittelbar vergleichbar.

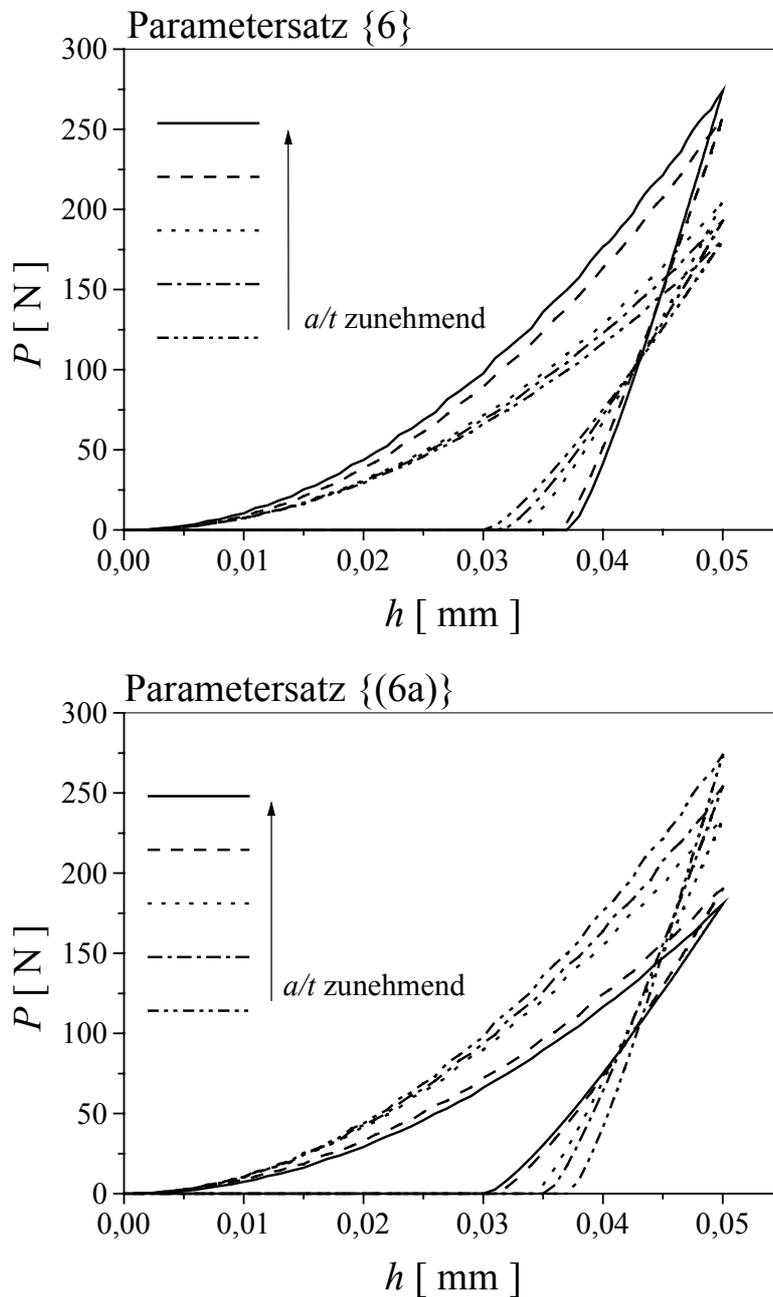


Abbildung A 2: Nach den Parametersätzen {6} und {(6a)} berechnete Last-Eindringkurven mit variiertem a/t -Verhältnis.

Die erreichten Maximallasten liegen entsprechend dem Materialgesetz etwas niedriger als im Fall isotroper Verfestigung und die numerisch bedingten Unregelmäßigkeiten in den Belastungskurven wirken sich hier auch noch bei einem harten Werkstoff aus.

Ergänzungen zu Kapitel 2.4.1.3

In Kapitel 2.4.1.3, Abbildung 2.4.7 wird als Beispiel die Härte in Abhängigkeit von der vorgegebenen Fließgrenze unter Annahme einer linearen, isotropen Verfestigung gezeigt. Hier sind nun weitere Ergebnisse des Härteverlaufs für elastisch, ideal-plastisches Material zusammengefasst. Die absoluten Werte liegen erwartungsgemäß niedriger aufgrund der fehlenden Verfestigung, der charakteristische Übergang bleibt jedoch unverändert.

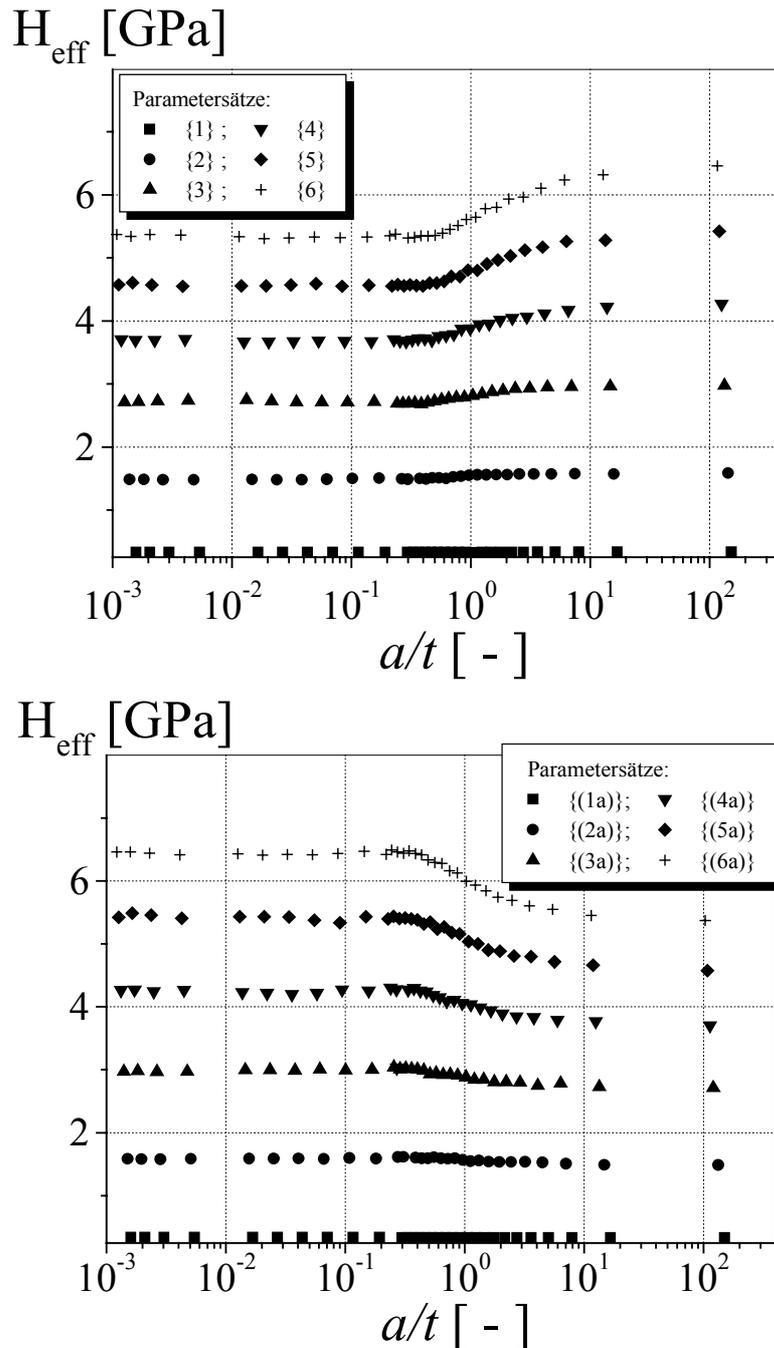


Abbildung A 3: Härte in Abhängigkeit von der relativen Eindringtiefe, bestimmt für Rechnungen mit den Parametersätzen {1}–{6} und {(1a)}–{(6a)}.

Ergänzungen zu Kapitel 2.5.4

Die Ergebnisse der Experimente an den Proben (2) bis (5) aus Tabelle 2.3 und die zugehörigen Extrapolationen sind in den folgenden Abbildungen angefügt. Sie stellen in den jeweils oberen Diagrammen den mit dem UMIS-2000 gemessenen E-Modul und die Härte dar, aufgetragen über der relativen Eindringtiefe a/t . Die Höhe der Fehlerbalken ergibt sich aus der in Kapitel 2.5.3 diskutierten Fehlerabschätzung. Die unteren Histogramme verdeutlichen die teilweise starken Abweichungen der extrapolierten Schicht- und Substratmoduln. Die Summe der Fehlerquadrate ϕ der Anpassungen als Maß für deren Qualität ist zusätzlich eingetragen.

Probe N83H

Auffallend sind die unterschiedlichen und sehr hohen extrapolierten Schichtmoduln trotz der optisch einheitlich guten Datenanpassung. Der Gao-Fit ist kein geeigneter Vorschlag, da die Anpassung sehr schlecht ist und er sogar einen negativen Substratmodul voraussagt. Die effektiven Werte für $a/t < 0,02$ deuten aufgrund ihrer Höhe darauf hin, dass sie für noch kleinere relative Eindringtiefen systematisch überhöht sind. Diese Probe ist das einzige Beispiel, in dem die Anpassung der Härte mit Gleichung (2.17) am schwächsten ausfällt.

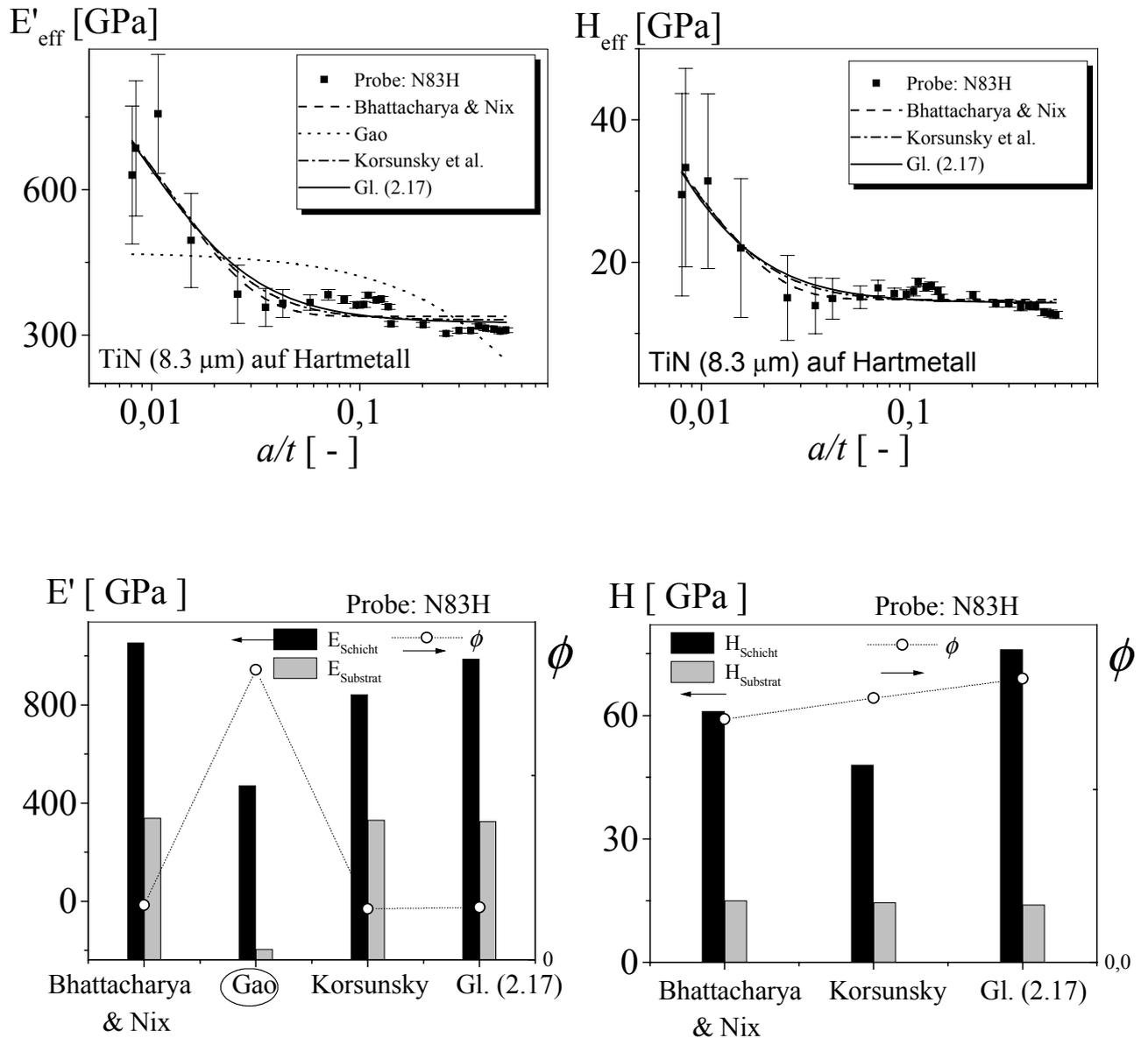


Abbildung A 4: Oben: effektiver E-Modul und die Härte der Probe N83H. Unten: extrapolierte Parameter und die Fehlerquadratsummen ϕ .

Probe N83S

Bei der Probe N83S liegt eine ähnliche Situation vor wie für die vorangehende Probe N83H. Die Gao-Lösung fällt wiederum negativ durch unrealistische Extrapolation des jeweiligen effektiven E-Moduls auf. Die Anpassung der Härte ist diesmal für Gleichung (2.17) durch die niedrigste Fehlerquadratsumme gekennzeichnet.

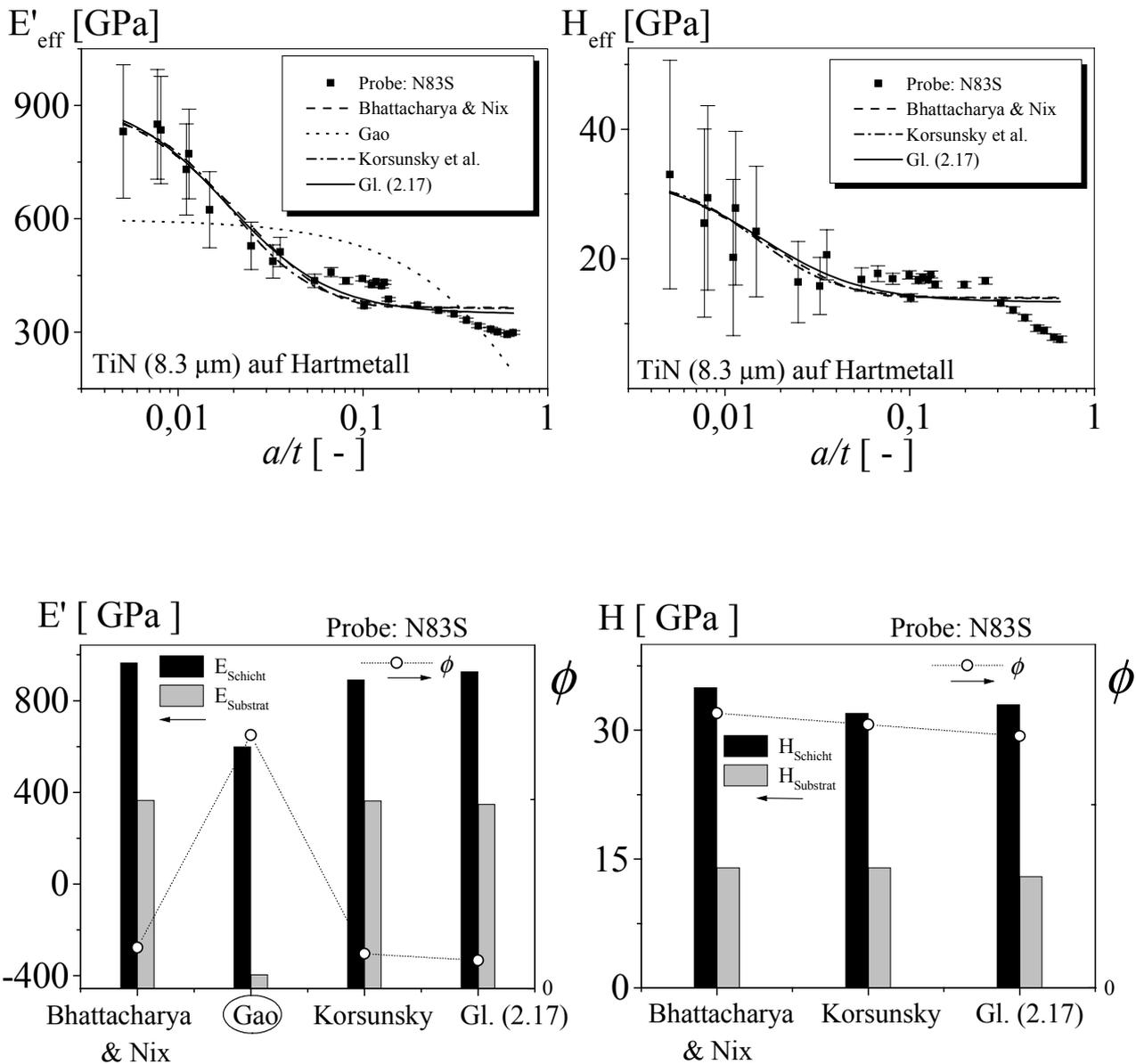


Abbildung A 5: Oben: effektiver E-Modul und die Härte der Probe N83S. Unten: Parameter der Extrapolationen und die zugehörigen Fehlerquadratsummen ϕ .

Probe VA814NO

In der Studie zur Probe VA814NO fällt auf, dass sich die Qualität der Fits gleichermaßen verbessert, wenn die halbe Höhe des Überganges nahe der relativen Eindringtiefe $a/t = 1$ liegt. Für eine zufriedenstellende Anwendung der analytischen Gao-Lösung reicht dies jedoch bei weitem noch nicht aus.

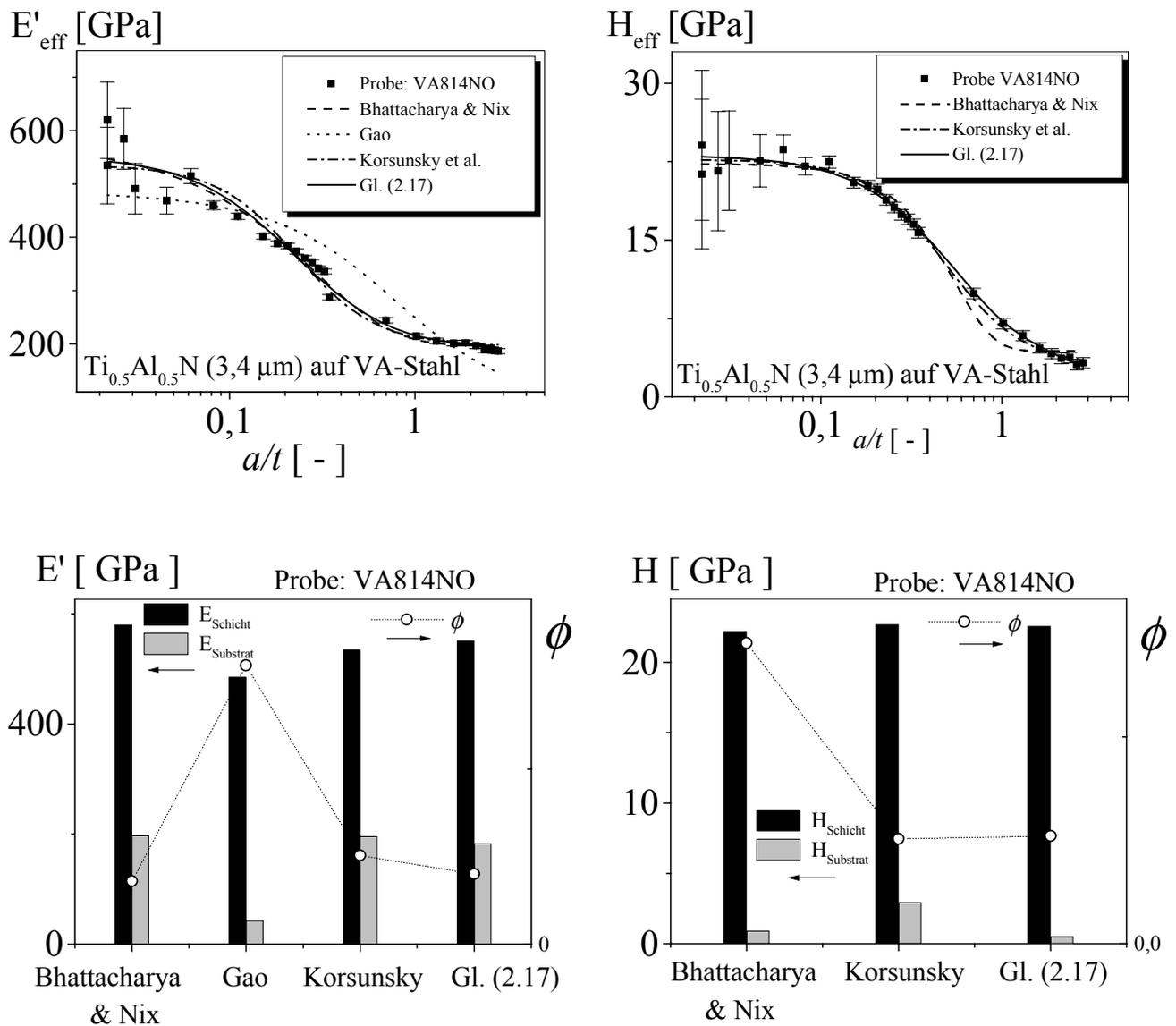


Abbildung A 6: Oben: experimentelle Daten des effektiven E-Moduls und der Härte der Probe VA814NO. Unten: vorausgesagte Werkstoffparameter und Fehlerquadratsummen ϕ der Extrapolationen von E und H.

Probe VA820

Auch hier lassen sich die annähernd deckungsgleichen Kurvenverläufe am besten anhand der jeweiligen Fitparameter differenzieren mit Ausnahme des Gao-Ansatzes, dessen Verlauf stark von den übrigen abweicht. Die experimentellen Härtewerte sind, verglichen mit den drei anderen Ansätzen, durch einen Fit nach Gleichung (2.17) am genauesten beschrieben.

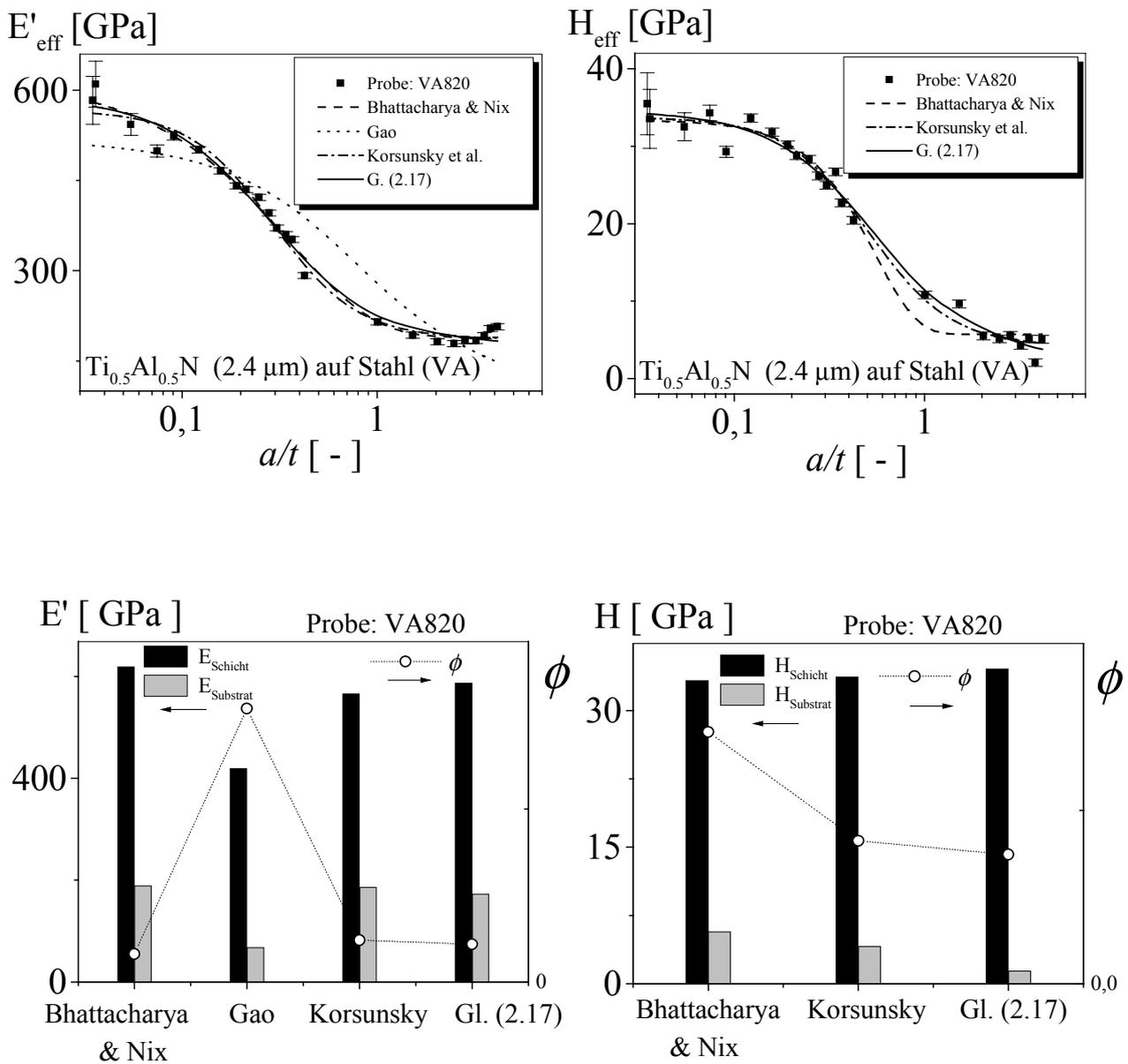


Abbildung A 7: Oben: effektiver E-Modul und Härte der Probe VA820. Unten: extrapolierte Parameter und Fehlerquadratsummen ϕ im Vergleich.

Probe VA929C

Für die hier abgebildeten Resultate liegt der signifikante Übergangsbereich vom reinen Schicht- zum Substratmodul unterhalb der relativen Eindringtiefe $a/t = 1$, der Sprung in der Härte darüber. Die E-Modulanpassung ist vom gemessenen steilen Anstieg bei $a/t \cong 0,2$ beeinflusst, der nur mit der Formel von Korsunsky et al. und der Beziehung (2.17) erfasst werden kann. Mit den Formeln nach Bhattacharya und Nix sowie Gao et al. ist dieser Übergang nicht nachvollziehbar. Die Unterschiede in den Kurvenverläufen und den extrapolierten Parametern ist entsprechend groß.

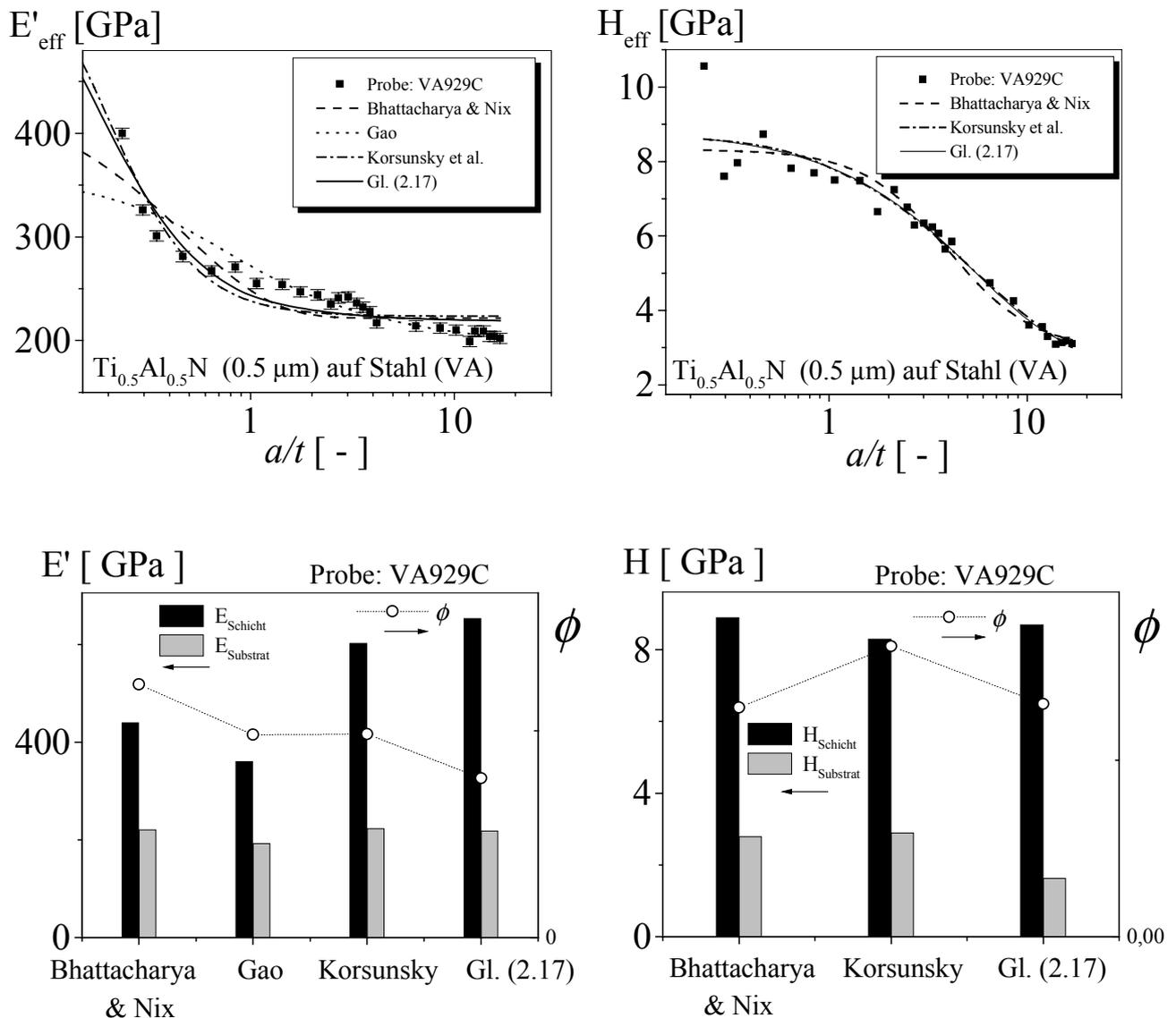


Abbildung A 8: Oben: effektiver E-Modul und Härte der Probe VA929C inklusive Fitkurven. Unten: Histogramme mit den Extrapolationsparametern und Summen der Fehlerquadrate ϕ .

Anhang zu Kapitel 3

Erläuterungen zu den Gleichungen (3.4) bis (3.6)

Ausgehend von Gleichung (3.3), hier nochmals angeführt

$$\delta_2 + i\delta_1 = \frac{8}{(1+2i\varepsilon)\cosh(\pi\varepsilon)} \cdot \frac{\tilde{K}}{E_*} \sqrt{\frac{r}{l}} \left(\frac{r}{l}\right)^{i\varepsilon}$$

lässt diese sich mit Hilfe der Relation ([39])

$$\left(\frac{r}{l}\right)^{i\varepsilon} = e^{i\varepsilon \ln\left(\frac{r}{l}\right)} = \cos\left(\varepsilon \ln\left(\frac{r}{l}\right)\right) + i \sin\left(\varepsilon \ln\left(\frac{r}{l}\right)\right) \quad (\text{A 2.1})$$

und

$$\tilde{K} = K_1 + iK_2$$

schreiben zu

$$\delta_2 + i\delta_1 = \frac{8\sqrt{r}(1-2i\varepsilon)}{(1+4\varepsilon^2)\cosh(\pi\varepsilon)E_*\sqrt{2\pi}} \cdot (K_1 + iK_2) \cdot \left[\cos\left(\varepsilon \ln\left(\frac{r}{l}\right)\right) + i \sin\left(\varepsilon \ln\left(\frac{r}{l}\right)\right) \right] \quad (\text{A 2.2})$$

Weiteres Umformen und anschließende Separation in Real- und Imaginärteil führt direkt zu den Ausdrücken in Gleichung (3.4) mit den Abkürzungen $A(r, l, \varepsilon)$ und $B(r, l, \varepsilon)$ in Beziehung (3.5).

Bemerkung:

Für den Fall eines homogenen Werkstoffs gibt es keine elastische Fehlanpassung und es gilt $\varepsilon = 0$, wonach sich die Abkürzungen $A(r, l, \varepsilon)$ und $B(r, l, \varepsilon)$ in Beziehung (3.5) reduzieren zu

$$A = \frac{8\sqrt{r}}{E\sqrt{2\pi}} \quad \text{und} \quad B = 0 \quad . \quad (\text{A 2.3})$$

Es folgen dann unmittelbar die bekannten Lösungen für homogene Materialien

$$\delta_{1,2} = \frac{8\sqrt{r}}{E\sqrt{2\pi}} \cdot K_{2,1} \quad . \quad (\text{A 2.4})$$

Bei der Schreibweise für K -Faktoren homogener Materialien wird in der Regel die Nummerierung mit römischen Ziffern (I und II) gewählt.

In der weiteren Berechnung lassen sich die Beziehungen (3.4) nach K_1 und K_2 auflösen und sich die endgültigen Lösungen für die K -Faktoren hinschreiben

$$K_1 = \frac{(A + 2\varepsilon B)\delta_2 + (B - 2\varepsilon A)\delta_1}{(A^2 + B^2)(1 + 4\varepsilon^2)} \quad (\text{A 2.5})$$

$$K_2 = \frac{(A + 2\varepsilon B)\delta_1 - (B - 2\varepsilon A)\delta_2}{(A^2 + B^2)(1 + 4\varepsilon^2)} \quad (\text{A 2.6})$$

Die Gleichungen (A 2.5) und (A 2.6) können durch Vertauschung der Indizes und den Wechsel von Addition zu Subtraktion zwischen den in Klammern stehenden Summanden im Zähler ineinander übergeführt und deshalb wie in Gleichung (3.6) im zweiten Kapitel zusammengefasst werden.

Herleitung der Gleichung (3.9):

Zur Herleitung bedarf es nochmals der Beziehung (A 2.1) und diese eingesetzt in (3.2) liefert

$$\sigma_{22} + i\sigma_{12} = \frac{K_1 + iK_2}{\sqrt{2\pi r} \cosh(\pi\varepsilon)} [\cos(\varepsilon \ln(r/l)) + i \sin(\varepsilon \ln(r/l))] \quad (\text{A 2.7})$$

Man erhält

$$\begin{aligned} \sigma_{22} + i\sigma_{12} &= \frac{1}{\sqrt{2\pi r} \cosh(\pi\varepsilon)} [K_1 \cos(\varepsilon \ln(r/l)) - K_2 \sin(\varepsilon \ln(r/l))] \\ &+ i \frac{1}{\sqrt{2\pi r} \cosh(\pi\varepsilon)} [K_1 \sin(\varepsilon \ln(r/l)) + K_2 \cos(\varepsilon \ln(r/l))] \quad (\text{A 2.8}) \end{aligned}$$

Real- und Imaginärteil lassen sich nun einfach ins Verhältnis setzen:

$$\frac{\sigma_{22}}{\sigma_{12}} = \frac{K_1 \cos(\varepsilon \ln(r/l)) - K_2 \sin(\varepsilon \ln(r/l))}{K_1 \sin(\varepsilon \ln(r/l)) + K_2 \cos(\varepsilon \ln(r/l))} = \frac{\frac{K_1}{K_2} - \tan(\varepsilon \ln(r/l))}{\frac{K_1}{K_2} \tan(\varepsilon \ln(r/l)) + 1} \quad (\text{A 2.9})$$

Mit $x = \tan \arctan x$ lässt sich Gleichung (A 2.9) umstellen zu:

$$\frac{\sigma_{22}}{\sigma_{12}} = \frac{\tan \arctan \frac{K_1}{K_2} - \tan(\varepsilon \ln(r/l))}{\tan \arctan \frac{K_1}{K_2} \cdot \tan(\varepsilon \ln(r/l)) + 1} . \quad (\text{A 2.10})$$

Es gilt nach [39]:

$$\tan(x \pm y) = \frac{\tan x \pm \tan y}{1 \mp \tan x \tan y} , \quad (\text{A 2.11})$$

und damit vereinfacht sich (A 2.10) zu

$$\frac{\sigma_{22}}{\sigma_{12}} = \tan \left(\arctan \frac{K_1}{K_2} - \varepsilon \ln(r/l) \right) . \quad (\text{A 2.12})$$

Anwendung der Umkehrfunktion $\arctan(x)$ führt zur gesuchten Gleichung (3.9)

$$\arctan \left(\frac{\sigma_{22}}{\sigma_{12}} \right) = \arctan \left(\frac{K_1}{K_2} \right) - \varepsilon \ln(r/l) . \quad (\text{A 2.13})$$

Materialparameter und technische Daten

zum Eindruckversuch

KRAFT-WEGMESSUNG UMIS-2000	MESSBEREICH A	MESSBEREICH B
maximale Last	100 mN \pm 1 μ N	1000 mN \pm 10 μ N
maximale Verschiebung	2 μ m \pm 5 nm	20 μ m \pm 50 nm

Extrapolationswerte E-Modul der Schicht [GPa], Fehlerquadratsumme ϕ [GPa²] in Klammern:

PROBE	BHATTACHARYA & NIX	GAO	KORSUNSKY ET AL.	GL. (2.17)
BCNS	750 (1501)	544 (14168)	710 (1567)	734 (1137)
N83H	1054 (1779)	471 (9444)	842 (1660)	988 (1704)
N83S	965 (2375)	599 (14758)	891 (2017)	926 (1636)
VA814NO	580 (648)	485 (2869)	535 (912)	551 (722)
VA820	619 (243)	419 (2369)	566 (362)	587 (327)
VA929C	440 (367)	361 (294)	603 (295)	654 (231)

Extrapolationswerte E-Modul des Substrats [GPa]:

PROBE	BHATTACHARYA & NIX	GAO	KORSUNSKY ET AL.	GL. (2.17)
BCNS	232	(-449!!!)	242	224
N83H	338	(-195!!!)	331	325
N83S	365	(-395!!!)	362	348
VA814NO	197	(42,7)	196	183
VA820	189	68	186	173
VA929C	221	193	223	218

Extrapolationswerte Härte der Schicht [GPa], Fehlerquadratsumme ϕ [GPa²] in Klammern:

PROBE	BHATTACHARYA & NIX	KORSUNSKY ET AL.	GL. (2.17)
BCNS	61 (19)	57,4 (18,75)	59 (17,2)
N83H	61 (2,88)	48 (3,13)	76 (3,36)
N83S	35 (12)	32 (11,5)	33 (11)
VA814NO	22,2 (3,33)	22,7 (1,75)	22,59 (2,68)
VA820	33,3 (12,5)	33,7 (7)	34,6 (12)
VA929C	8,9 (0,46)	8,3 (0,44)	8,7 (0,48)

Extrapolationswerte Härte des Substrats [GPa]:

PROBE	BHATTACHARYA & NIX	KORSUNSKY ET AL.	GL. (2.17)
BCNS	17,1	18	16
N83H	15	14,5	14
N83S	14	14	13
VA814NO	0,9	2,94	0,5
VA820	5,7	4,1	1,4
VA929C	2,79	2,9	1,63

zum Stempeltest an optisch transparenten Messing-Araldit-Proben

	E-MODUL [GPA]	PROBENABMESSUNG [MM]	POISSONZAHL ν
Messing	100	$r_i = 2$ $r_a = 20$ Dicke: 5	0,3
Araldit	4,75	Radius: 18 Dicke: $1,5 \pm 0,1$ mm	0,3

	ZONE DER RISSFORMATION [MM]	K_1^c [MPa \sqrt{m}]	K_2^c [MPa \sqrt{m}]
Probe 1	0,3	0,10	-0,38
Probe 2	0,4	0,11	-0,34
Probe 3	0,4	0,10	-0,21
Probe 4	2,3	0,072	-0,227

zum Stempeltest an optisch nichttransparenten Titan-Dentalkeramik-Proben

	E-MODUL [GPA]	PROBENABMESSUNG [MM]	WAK [$*10^{-6} K^{-1}$]	K_1^c ($K_2^c = 0$) [MPa \sqrt{m}] (GRENZFLÄCHE)
Titan	112 $\nu = 0,3$	$r_i = 1,5$ $r_a = 10$ Dicke: 8 $r_{Zylinder} = 8,4$ Höhe Vorlaufkörper: 3,8-40	9,6	
Opaque	61,2 $\nu = 0,3$	Dicke: $0,5 \pm 0,1$	9,6	$\geq 0,2$
T4	54,4 $\nu = 0,3$	Dicke: $0,5 \pm 0,1$	9,6	$\geq 0,27$
EN4	55,6 $\nu = 0,3$	Dicke: $0,5 \pm 0,1$	9,6	$\geq 0,27$

Literaturverzeichnis

- [1] Loubet, J.L., Georges, J.M., Marchesini, O., Meille, G., „Vickers indentation curves of magnesium oxide (MgO)“, *Journal of Tribology* 106, 43-48 (1984).
- [2] Doerner, M.F., Nix, W.D., „A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments“, *J. Mater. Res.* 1, 601 (1986).
- [3] Oliver, W.C., Pharr, G.M., „An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments“, *J. Mater. Res.* 7, 1564 (1992).
- [4] Menčík, J., „Determination of Elastic Modulus of Thin Layers Using Nanoindentation“, *Tech. Report, Institut für Materialforschung II, Forschungszentrum Karlsruhe*, (1995).
- [5] Menčík, J., „Mechanics of Components with Treated or Coated Surfaces“, *Luwer Academic Publishers, The Netherlands* (1996).
- [6] Mittal, K. L., „Adhesion measurement of films and coatings: a commentary“, *Adhesion measurement of films and coatings, VSP, Utrecht, The Netherlands Tokyo, Japan*, p. 1-13, (1995).
- [7] Williams, M.L., „The Stresses Around a Fault or Crack in Dissimilar Media“, *Bulletin of the Seismological Society of America*, Vol. 49, No. 2, 199-204, (1959).
- [8] Huber, N., „Zur Bestimmung von mechanischen Eigenschaften mit dem Eindruckversuch“, *Dissertation Universität Karlsruhe (TH)*, (1996).
- [9] Korsunsky, A.M., McGurk, M.R., Bull, S.J., Page, T.F., „On the hardness of coated systems“, *Surface and Coatings Technology* 99, 171-183, (1988).
- [10] Tuck, J. R., Korsunsky, A. M., Davidson, R. I., Bull, S. J., Elliott, D. M., „Modelling of the hardness of electroplated nickel coatings on copper substrates“, *Surface and Coatings Technology* 127, 1-8, (2000).
- [11] Sneddon, I. N., „The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile“, *Int. J. Engng. Sci.* 3, 47-51 (1965).
- [12] Bolshakov, A., Pharr, G.M., „Influences of pileup on the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques“, *J. Mater. Res.*, Vol. 13, 4, , 1049-1058, (1998).
- [13] Bolshakov, A., Pharr, G.M., in *Thin Films: „Stresses and Mechanical Properties VI*, edited by W.W. Gerberich, H. Gao, J-E. Sundgren, and S.P. Baker (*Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* 436, Pittsburgh, PA, p. 189, (1997).
- [14] Bhattacharya, A.K., Nix, W.D., „Analysis of elastic and plastic deformation associated with indentation testing of thin films on substrates“, *Int. J. Solids Structures*, 24, No. 12, 1287-1298, (1988).

- [15] Racké, H.H., Fett, T., „Ermittlung der Härteverteilung unterhalb von Kunststoffoberflächen durch Vickers-Härtemessungen mit mehreren Laststufen“, *Materialprüfung*, 17, No.12, 426-430, (1975).
- [16] Jönsson, B., Hogmark, S., „Hardness measurement of thin films“, *Thin Solid Films*, 114, 257-269, (1984).
- [17] Poisl, W.H., Fabes, B. D., Oliver, W. C., „A quantitative model for interpreting nanometer scale hardness measurements of thin films“, in: P. H. Townsend, T. P. Weihs, J. E. Sanchez, Jr. and P. Børgesen (editors), *Thin Films: Stresses and Mechanical Properties IV. Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, Vol. 308, MRS; 201-208, (1993).
- [18] Gao, H., Chiu, C.H., Lee, J., „Elastic contact versus indentation modelling of multi-layered materials“, *Int. J. Solids Structures*, 29, No. 20, 2471-2492 (1992).
- [19] Hibbit, Karlsson & Sorensen, *ABAQUS User's Manual Version 5.8* (1998).
- [20] *Microcal Origin User's Manual Version 5*, Microcal Software Inc., (1997).
- [21] *UMIS-2000 Operation Manual*, CSIRO, Div. of Appl. Phys., Sydney, Australia, July (1993).
- [22] Weppelmann, E., „Experimentelle Untersuchungen zum Verhalten von Randschichten keramischer Werkstoffe und Schichtsystemen unter mechanischer Beanspruchung durch Eindruckversuche“, *Dissertation Universität Karlsruhe (TH)*, (1996).
- [23] Gebhardt, M., „Prüfung ein- und mehrlagiger Dünnschichten mit dem Mikroindruckversuch“, *Diplomarbeit Universität Karlsruhe (TH)*, (1996).
- [24] Erdogan, F., „Stress Distribution in a Nonhomogeneous elastic Plane With Cracks“, *J. Appl. Mech.*, Vol. 30, 232-236, (1963).
- [25] Erdogan, F., „Stress distribution in bonded dissimilar materials with cracks“, *Transactions of the ASME Series E, Journal of Applied Mechanics*, 32, 403-410, (1965).
- [26] England, A.H., „A crack between dissimilar media“, *Transactions of the ASME Series E, Journal of Applied Mechanics*, 32, 400-402, (1965).
- [27] Rice, J.R., Sih, G.C., „Plane problems of cracks in dissimilar media“, *Transactions of the ASME Series E, Journal of Applied Mechanics*, 32, 418-423, (1965).
- [28] Comninou, M., „The Interface Crack“, *ASME Journal of Applied Mechanics*, Vol. 44, 631-636, (1977).
- [29] Comninou, M., „The Interface Crack in a Shear Field“, *ASME Journal of Applied Mechanics*, Vol. 45, 287-290, (1978).
- [30] Shih, C.F., Asaro, R.J., „Elastic-plastic and asymptotic fields of interface cracks“, *International Journal of Fracture*, 42, 101-116, (1990).

- [31] Zywickz, E., Parks, D.M., "Elastic yield zone around an interfacial crack tip", Transactions of the ASME Series E, Journal of Applied Mechanics, 56, 577-584, (1989).
- [32] Hutchinson, J.W., Suo, Z., "Mixed mode cracking in layered materials", Advances in Applied Mechanics, 29, 64-187, (1992).
- [33] Charalambides, P.G., Lund, J., Evans, A. G., McMeeking, R. M., "A test specimen for determining the fracture resistance of bimaterial interfaces", Transactions of the ASME Series E, Journal of Applied Mechanics 56, 77-82, (1989).
- [34] Ikeda, T., Miyazaki, N., Soda, T., "Mixed Mode Fracture Criterion of Interface Crack Between Dissimilar Materials", Engineering Fracture Mechanics Vol. 59, No. 6,, 725-735, (1998).
- [35] Liechti, K.M., and Chai, Y.-S., ASME Journal of Applied Mechanics, Vol 58, 680-687, (1991).
- [36] Sun, C.T., Jih, C.J., "On strain energy release rates for interfacial cracks in bi-material media", Engineering Fracture Mechanics, 28, 13-20, (1987).
- [37] Malyshev, B.M., Salganik, R.L., „The strength of adhesive joints using the theory of cracks“, Int. J. Frac. Mech., Vol.1, 114-128, (1965).
- [38] Mattheck C., Moldenhauer H., "Mode-extraction from mixed mode analysis of cracks by special filter technique", International Journal of fracture 34, 209-218, (1987).
- [39] Bronstein-Semendjajew, „Taschenbuch der Mathematik“, Verlag Harri Deutsch Thun, Frankfurt/Main, 24. Auflage, S. 181, (1989).
- [40] Hibbit, Karlsson & Sorensen Inc., „Fracture Mechanics“, Kurshandbuch Spezialseminar (1996).
- [41] Petrovic, J. J., "Mixed-Mode Fracture of Hot-Pressed Si_3N_4 " J. Am. Ceram. Soc. 68, 348-355, (1985).
- [42] Suresh, S., Shih, C.F., Morrone A., O'Dowd, J. Am. Ceram. Soc. 73, 1257-1267, (1990).
- [43] Margevicius, R.W., Riedle, J., Gumbsch, P., „Fracture toughness of polycrystalline tungsten under mode I and mixed mode I/II loading“, Materials Science and Engineering A270, 197-209, (1999).
- [44] Swadener, J. G., Liechti, K. M., "Asymmetric Shielding Mechanisms in the Mixed-Mode Fracture of a Glass/Epoxy Interface", Journal of Applied Mechanics, Vol. 65, 25-29, (1998).
- [45] Chung, H.G.P., Swain, M.V., Mori, T., „Evaluation of the strain energy release rate for the fracture of titanium-porcelain interfacial bonding“, Biomaterials 18, 1553-1557, (1997).
- [46] Suansuwan, N., Swain, M.V., „New approach for Evaluating Metal-Porcelain Interfacial Bonding“, International Journal of Prosthodontics, 12 (6), 547-552, (1999).

- [47] Meyer, E., Neumann, E.G., „Physikalische und Technische Akustik“, Friedrich Vieweg & Sohn GmbH, Verlag, Braunschweig, (1967).
- [48] Kuttruff, H., „Physik und Technik des Ultraschalls“, Hirzel Verlag Stuttgart (1988).
- [49] VITA-Zahnfabrik H. Rauter GmbH & Co. KG, „VITA-TITANKERAMIK Verarbeitungsanleitung“, 2-43, (1998).