

Vergleichende Festigkeitsuntersuchungen an Mg-PSZ und Aluminiumoxid

Th. Frey, A. Haubenreich

Fachhochschule Nürnberg, FB Werkstofftechnik,
Wassertorstr. 10, 90489 Nürnberg

R. Girmscheid, P. E. Metzler

Rauschert GmbH & Co. KG, Bahnhofstr. 1,
96332 Pressig

Abstract

Ziel der vorliegenden Arbeit war es, am Beispiel dreier verschiedener keramischer Werkstoffe (Aluminiumoxid und zwei Zirkonoxid-Qualitäten), die Werte der mechanischen Festigkeit mit Hilfe der „Brittle-Ring-Methode“ sowie mit den genormten Verfahren der „Drei- und Vier-Punkt-Biegung“ zu ermitteln und zu vergleichen. Das Hauptinteresse galt dabei einer mit Magnesiumoxid stabilisierten Zirkonoxid-Keramik, die im Rahmen eines FORKERAM-Projektes (gefördert durch die Bayerische Forschungstiftung) im so genannten „Mixed-Oxide-Verfahren“ selbst entwickelt wurde.

Die verschiedenen Proben wurden durch Axialpressen zu entsprechenden Stäben bzw. Ringen geformt, verglüh, durch Sintern verfestigt und teilweise mittels Schleifen und Polieren nachgearbeitet.

Die damit erhaltenen Festigkeitswerte zeigen, dass entsprechend der Theorie der Bruchmechanik die Werte des Brittle-Ring-Tests bei allen drei untersuchten, nicht nachbearbeiteten Werkstoffen im Rahmen der Standardabweichung so groß sind wie die der Drei-Punkt-Biegung. Voraussetzung dafür ist, dass die Höhe h der Ringe so groß wie die Dicke s der Biegestäbchen eingestellt wird.

Damit konnte nachgewiesen werden, dass der Brittle-Ring-Test eine einfache und kostengünstige Alternative zu den vergleichsweise aufwendigen genormten Prüfverfahren ist.

Vergleichende Festigkeitsuntersuchungen an Mg-PSZ und Al_2O_3 *

1. Einleitung

Als genormte Methoden zur Festigkeitsbestimmung bei keramischen Werkstoffen dienen die 3-Punkt-Biegung sowie die 4-Punkt-Biegung [1-4]. Eine Alternative dazu ist der Brittle-Ring-Test [5], bei dem Rohrsegmente, Ringe, C-Ringe oder Ähnliches in radialer Richtung bis zum Bruch mechanisch belastet werden. Für dieses Prüfverfahren spricht vor allem eine einfachere Herstellung und Handhabung der Prüfkörper. Auf eine aufwendige Bearbeitung der gesinterten Probekörper kann in der Regel verzichtet werden. Der apparative Aufwand sowohl zur Formgebung als auch zur Festigkeitsbestimmung ist sehr viel geringer als bei den anderen Methoden. Der Brittle-Ring-Test ist damit besonders geeignet, um die mechanische Festigkeit als „Relativwert“ z.B. im laufenden Betrieb zur Qualitätskontrolle und –sicherung, aber auch in der Entwicklung keramischer Werkstoffe – z.B. bei der Suche nach neuen Versätzen – zu ermitteln.

Frühere Untersuchungen der Brittle-Ring-Methode an Aluminiumoxidprüflingen [5] ergaben Werte, die in etwa denen der 3-Punkt-Methode entsprachen. Um den Brittle-Ring-Test auch bei anderen Materialien hinsichtlich der erzielten Werte einordnen zu können, wurden im Rahmen der vorliegenden Arbeit die mit dem Brittle-Ring-Verfahren erzielten Festigkeitswerte von verschiedenen Oxidkeramiken mit denen der 3- und 4-Punkt-Methode verglichen. Zur Erfassung des Einflusses der Oberflächenbeschaffenheit der Prüflinge wurden sowohl unbearbeitete als auch geschliffene bzw. polierte Probekörper untersucht. Im Mittelpunkt der Arbeit standen verschiedene MgO-stabilisierte Zirkonoxide (vorstabilisierte und im „Mixed-Oxide-Verfahren“ hergestellte Qualitäten). Sie wurde im Rahmen des Bayerischen Forschungsverbundes für keramische Materialentwicklung und Prozeßtechnik (FORKERAM I, Teilprojekt III-4) durchgeführt und diente der Entwicklung eines speziellen Zirkonoxids für den Einsatz in der Textilmaschinenindustrie. Zum Vergleich wurden auch Prüflinge aus Aluminiumoxid in die Arbeit mit einbezogen.

2. Experimentelles

2.1 Rohstoffe

Für die Probekörperherstellung wurden folgende Rohstoffe verwendet:

- kommerzielles MgO-teilstabilisiertes Zirkonoxid (3,5% MgO)
- MgO-teilstabilisiertes Zirkonoxid (Eigenentwicklung, sprühgetrocknet bei Fa. Rauschert GmbH & Co. KG)
- Aluminiumoxid (99,6%, sprühgetrocknet bei Fa. Rauschert GmbH & Co. KG)

2.2 Vorgehensweise

2.2.1 Prüfkörperherstellung

Je Charge wurden 20 Stäbe bzw. 12 Ringe durch axiales Trockenpressen mittels einer elektro-hydraulischen Zweisäulen-Presse (Fa. Weber, Typ PW 10) so hergestellt, daß die Stäbe für die Drei- und Vierpunktprüfung nach DIN VDE 0335 [1] folgende Sintermaße aufwiesen: $l \approx 38$ mm, $b \approx 4,3$ mm, $h \approx 4,3$ mm

Die Abmessungen der Ringe betragen $\approx 14,0$ mm Außendurchmesser, $\approx 10,0$ mm Innendurchmesser und $\approx 3,5 \dots 9,0$ mm Höhe. Die Ringe wurden durch zweifaches Pressen (von oben und nach Herausziehen eines Zwischenstücks von unten) symmetrisch verdichtet (Pressneutrale bei halber Ringhöhe; siehe Bild 1).

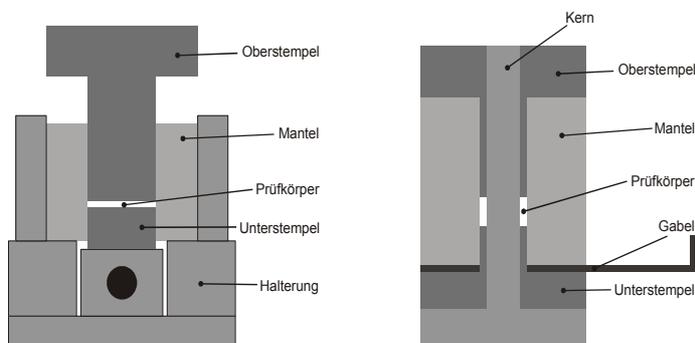


Bild 1: Schematische Darstellung der Preßmatrizen für Stabform (links) und Brittle-Ring (rechts)

2.2.2 Glühen und Sintern der Prüfkörper

Die organischen Bestandteile wurden in einem separaten Entbinderungsbrand ausgetrieben. Zum Sintern wurden die Stäbchen so auf die Brennhilfsmittel gelegt, daß die Preßneutrale senkrecht dazu orientiert war. Eine Beschwerung mit einer Aluminiumoxidplatte diente zur Unterdrückung von Verkrümmungen während des Sinterns. Die Ringe wurden auf ihre Stirnseiten gelegt. Die Sintertertemperatur lag je nach Qualität im Temperaturbereich zwischen 1640 ... 1680 °C bei einer Haltezeit von 1 ... 4 h.

2.2.3. Schleifen und Polieren der Prüfkörper

Eine Hartbearbeitung erfolgte nur bei den Biegestäbchen. Diese wurden mit einer Schleifscheibe, Körnung D91 auf Maß geschliffen. Anschließend wurde mit Diamant der Körnung 2-4 µm poliert. Zum Abschluß wurden die Kanten gefast.

2.2.4 Prüfkörperuntersuchungen

Rauheit

Der Rauheitswert R_a wurde mit einem Laserprofilier der Firma Rodenstock, Typ RM 600 LS, erfaßt. Zur Berechnung wurde dazu ein Wellenfilter von 100 µm und ein Nadelfilter von 20 µm gewählt.

Phasenanalyse

Zur Bestimmung der Phasenzusammensetzung mit einem Röntgendiffraktometer der Firma Philips X'Pert Typ PW 3710 eingesetzt.

Dichte

Die Dichte wurde mit Hilfe der Auftriebsmethode nach Archimedes ermittelt.

Festigkeit

Die 3-Punkt- und die 4-Punkt-Biegung wurde nach DIN VDE 0335 [1] je Charge an 20 Stäben durchgeführt und die jeweiligen Mittelwerte der mechanischen Festigkeit σ_{bB} bestimmt. Mit der zur Verfügung stehenden Frank-Universalprüfmaschine wurde die Kraft weggesteuert [1] mit der geringstmögliche Traversengeschwindigkeit von 0,6 mm/min gesteigert. Die Biegefestigkeit σ wurde mit Hilfe der Gleichungen

$$\sigma_{3P} = \frac{1,5 \cdot F \cdot l}{b \cdot s^2}$$

$$\sigma_{4P} = \frac{F \cdot l}{b \cdot s^2}$$

$$M_{bmax} = \frac{F \cdot l}{4}$$

$$M_{bmax} = \frac{F \cdot l}{6}$$

ermittelt und die jeweiligen Mittelwerte bestimmt.

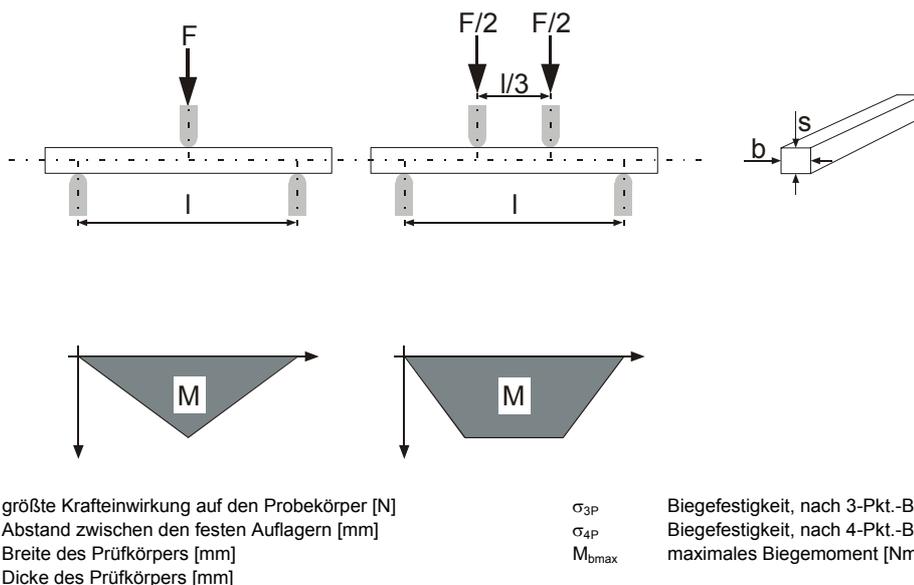


Bild 2: Aufbau und Momentenverlauf von 3- und 4-Punkt-Biegung [1-4]

Beim Brittle-Ring-Test wurden die Ringe hochkant, also senkrecht zur Preßrichtung, zwischen zwei planparallele Platten mittig eingespannt. Zur besseren Kräfteinleitung und auch zur Schonung der Platten wurde zwischen Keramikring und Platte jeweils ein ca. 1,5 mm starkes Kupferblech (Bild 4) eingelegt. Folgende Gleichungen dienen zur Festigkeitsbestimmung.

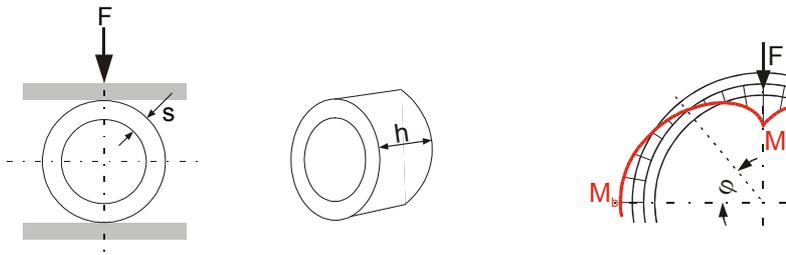
$$\sigma_{BR} = \frac{F \cdot (3d_i + 5s)}{h \cdot \pi \cdot s^2}$$

$$M = \frac{F \cdot r}{4} \cdot \left(\cos \varphi - \frac{2}{\pi}\right)$$

mit

$$M_a = -\frac{F \cdot r}{\pi} = -0,318 \cdot F \cdot r$$

$$M_b = \frac{F \cdot r}{2} \cdot \left(1 - \frac{2}{\pi}\right) = 0,182 \cdot F \cdot r$$



| | |
|----------------|--|
| F | größte Kräfteinwirkung auf den Probekörper [N] |
| d _i | Innendurchmesser [mm] |
| d _a | Außendurchmesser [mm] |
| s | (d _a -d _i)/2 (= Wanddicke) [mm] |
| h | Ringhöhe [mm] |

| | |
|-----------------|--|
| σ _{BR} | Biegefestigkeit, nach Brittle-Ring-Test [N/mm ²] |
| M | Biegemoment [Nmm] |
| M _a | maximales Biegemoment in Preßrichtung [Nmm] |
| M _b | max. Biegemoment senkrecht zur Preßrichtung [Nmm] |
| r | (d _a -d _i)/4 [mm] |

Bild 3: Aufbau und Momentverlauf (2. Quadrant) von Brittle-Ring-Test [1-4]

Bei spröden Körpern wird die mechanische Festigkeit vor allem durch zugbelastete Fehler bestimmt [3]. Daher ist die Größe des Bereiches maximaler Zugbelastung für das Niveau der mechanischen Festigkeit entscheidend. In Abhängigkeit von der Methode, mit der die bruchmechanischen Kennwerte ermittelt werden, kann der Bereich der maximalen Zugbelastung sehr unterschiedlich sein.

Entsprechend dem Momentenverlauf ist dies:

- bei der 3-Punkt-Biegung eine Linie der Länge b
- bei der 4-Punkt-Biegung eine Fläche der Größe $\frac{b \cdot l}{3}$
- beim Brittle-Ring-Test eine Linie der Länge 2 · h .

Hierbei ist zu beachten, daß das maximale Biegemoment entlang den beiden Scheitellinien auf der inneren Radialfläche ca. 43 % über den Maximalwerten auf den Äquatoriallinien der äußeren Radialfläche liegt, d.h. die Ringe üblicherweise vertikal brechen.

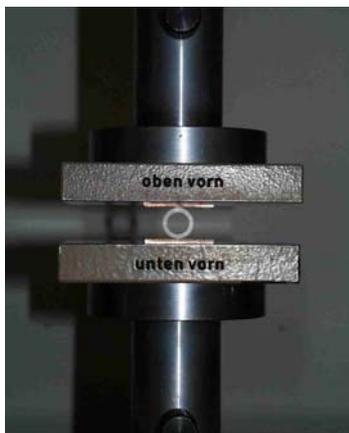


Bild 4: Brittle-Ring-Test in der Frank-Universalprüfmaschine

3. Ergebnisse

3.1 Mechanische Festigkeit

Die mit den drei verschiedenen Meßmethoden ermittelten Festigkeitsmittelwerte sind in Bild 5 dargestellt. Die aufgezeigten Fehlerbalken entsprechen den jeweiligen Standardabweichungen.

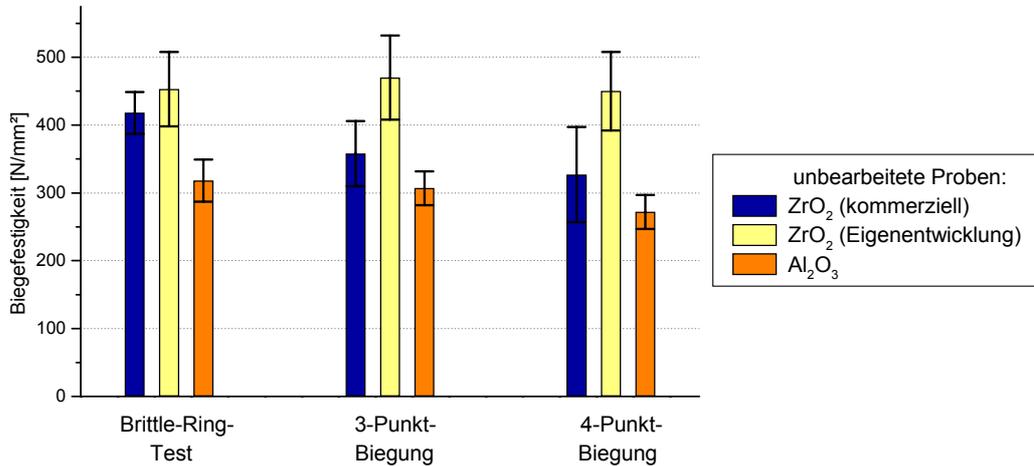


Bild 5: Mechanische Festigkeit von MgO-stabilisiertem Zirkonoxid und Aluminium-oxid; ermittelt mit Brittle-Ring-Test, 3-Punkt- und 4-Punkt-Biegung

3.2 Einfluß der Oberflächenbearbeitung

Die Nachbearbeitung der Oberfläche von Keramikringen ist sehr aufwendig. Daher wurde der Festigkeitsvergleich von unbearbeiteten, geschliffenen und polierten Probekörpern nur mit der 3-Punkt- und 4-Punkt-Biegung durchgeführt.

Die Ergebnisse sind in den Bildern 6-8 dargestellt.

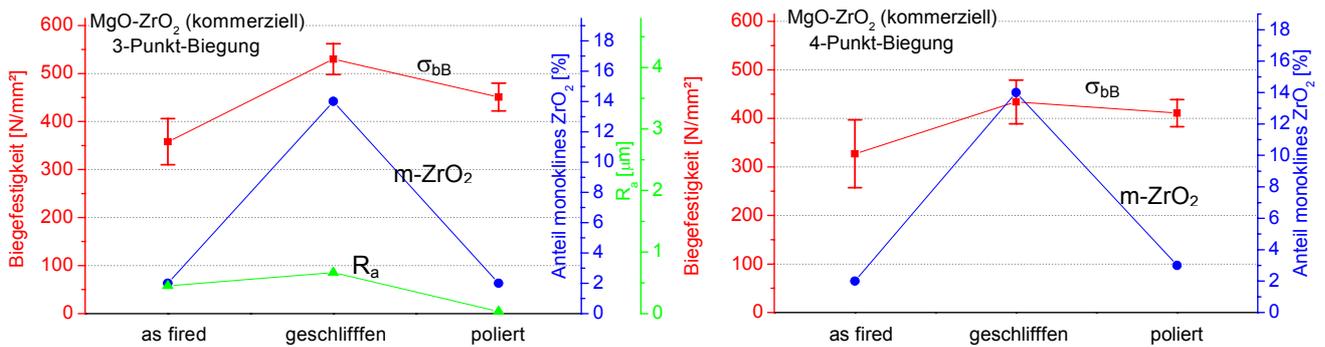


Bild 6: Festigkeit (σ_{bB}), Anteil monoklines Zirkonoxid (m-ZrO₂) und Rauheitswert (R_a) von ZrO₂ (kommerziell); Dichte: 5,69 ± 0,05 g/cm³

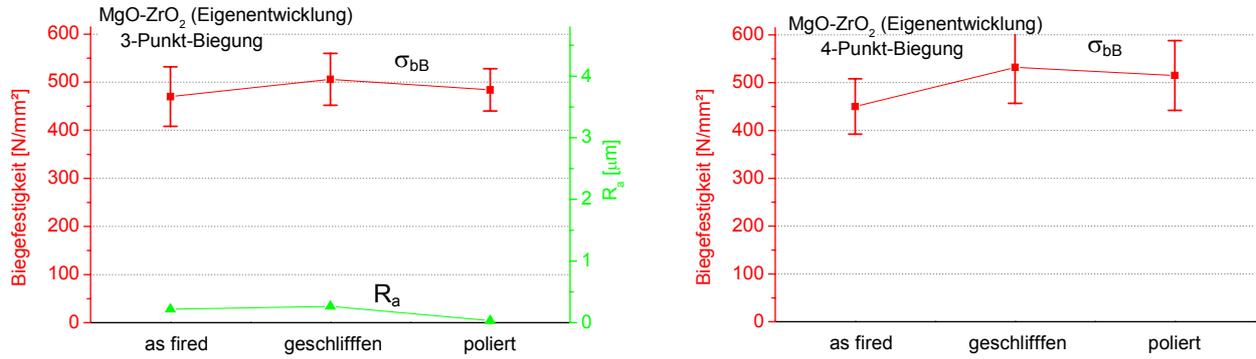


Bild 7: Festigkeit (σ_{bB}) und Rauheitswert (R_a) von ZrO₂ (Eigenentwicklung); Dichte: $5,56 \pm 0,05 \text{ g/cm}^3$

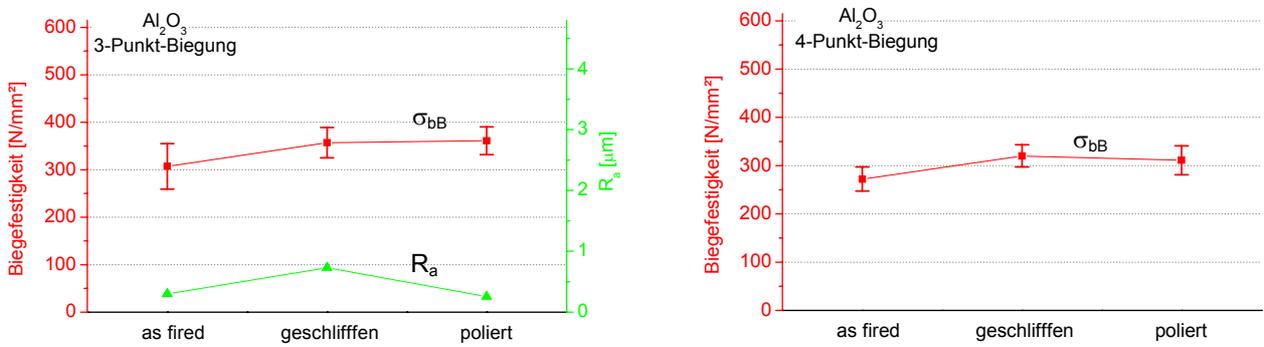


Bild 8: Festigkeit (σ_{bB}) und Rauheitswert (R_a) von Al₂O₃; Dichte: $3,91 \pm 0,005 \text{ g/cm}^3$

3.3 Einfluß der Ring-Höhe auf die Biegefestigkeit beim Brittle-Ring-Test

Mit Hilfe verschiedener Preßformen wurden Brittle-Ringe mit Grünhöhen von ca. 4 bis 10 mm hergestellt. Die entsprechenden Werte der Biegefestigkeit der gesinterten Proben sind in Bild 9 dargestellt.

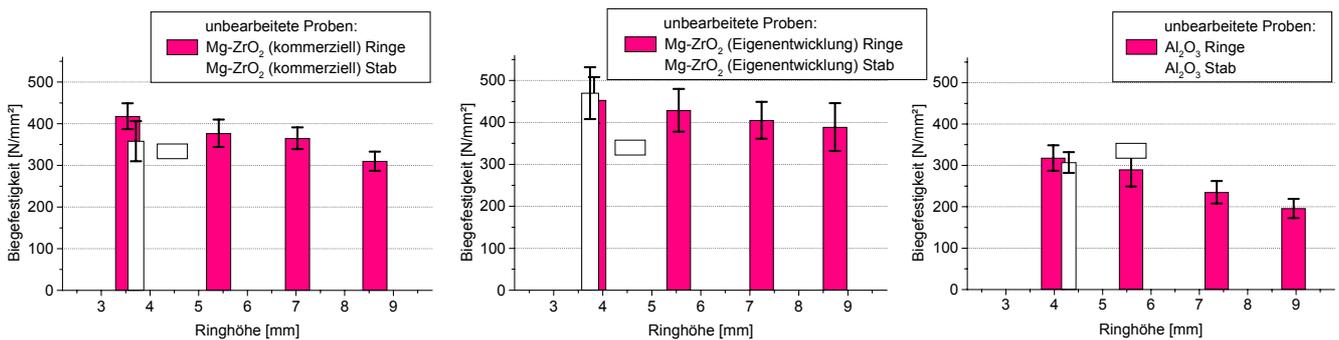


Bild 9: Einfluß der Ringhöhe auf die Biegefestigkeit von unbearbeiteten Brittle-Ringen, und Vergleich mit 3-Punkt-Festigkeit (weiß)

4. Diskussion

Auf Grund des kleineren maximal belasteten Bereichs fielen erwartungsgemäß die Festigkeitswerte der 3-Punkt-Biegung im Vergleich zu denen der 4-Punkt-Biegung höher aus [5]. Die mit dem Brittle-Ring-Test und der 3-Punkt-Biegung erhaltenen Werte liegen bei allen Werkstoff-Qualitäten im Bereich der Standardabweichung dicht beieinander (Bild 10). Dieses Ergebnis deckt sich mit der Theorie der Bruchmechanik, wonach sowohl bei der 3-Punkt-Biegung als auch beim Brittle-Ring-Test die maximale Zugbelastung nur entlang einer Linie senkrecht zur Kraftereinwirkung liegt. Dagegen ist bei der 4-Punkt-Biegung das maximale Biegemoment flächenförmig ausgedehnt (vgl. Bild 2). Dabei spielt es offenbar keine große Rolle, daß die Linie maximaler Zugbelastung bei den Ringen ungefähr doppelt so lang ist wie bei den Stäben.

Voraussetzung für näherungsweise gleiche Festigkeitswerte bei Brittle-Ring-Test und 3-Punkt-Biegung ist, daß die Ringhöhe ungefähr so groß ist wie die Höhe der Biegebruchstäbchen (vgl. Bild 9). Mit steigender Ringhöhe nimmt bei allen drei Werkstoffqualitäten (trotz einer entsprechenden Berücksichtigung im Formalismus) der mit dem Brittle-Ring-Test ermittelte Festigkeitswert ab.

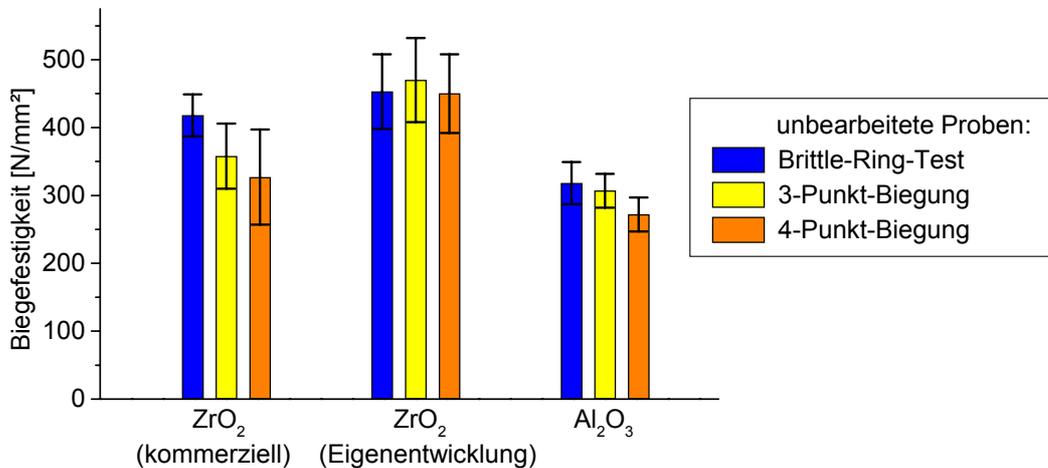


Bild 10: Vergleich der mechanischen Festigkeit von Brittle-Ring-Test, 3-Punkt- und 4-Punkt-Biegung

Die mechanische Festigkeit von teilstabilisierter Zirkonoxidkeramik wird erheblich durch die Phasenzusammensetzung beeinflusst.

Bild 6 zeigt, daß durch Schleifen nicht nur die Rauheit der Oberfläche geändert wird, sondern auch der monokline Phasenanteil gesteigert wird. Die dadurch entstehenden Verspannungen in der Oberfläche wirken sich festigkeitssteigernd aus. Dagegen ist das in Eigenentwicklung entstandene Zirkonoxid in seiner mechanischen Festigkeit nahezu unabhängig vom Bearbeitungsgrad.

Polieren der geschliffenen Zirkonoxidproben senkt den monoklinen Phasenanteil im Oberflächenbereich wieder mit der Folge eines leichten Festigkeitsverlusts. Jedoch weisen polierte Proben gegenüber „as fired“-Proben - trotz bis zu 2 % niedrigerem monoklinen Phasenanteil - eine höhere Festigkeit auf. Die Ursache hierfür liegt wahrscheinlich in der geringeren Oberflächenrauheit.

Wie auch beim Aluminiumoxid spielt der R_a -Wert in Bezug auf die Festigkeit eine eher untergeordnete Rolle. Bei allen drei Werkstoff-Qualitäten steigt die Festigkeit durch Schleifen der Oberfläche trotz größerem R_a -Wert an. Offensichtlich werden dadurch die größten (bruchauslösenden) Fehler eliminiert. Polieren wirkt sich auf Grund konstanter Phasenzusammensetzung nur beim Aluminiumoxid festigkeitssteigernd aus.

5. Zusammenfassung

Die mit dem Brittle-Ring-Test erzielten Festigkeitswerte entsprechen in etwa denen der Dreipunktmethode. Damit ist der Brittle-Ring-Test eine einfache und kostengünstige Alternative zu den genormten Prüfverfahren. Dabei ist zu beachten, daß die Höhe h der Ringe so groß eingestellt werden sollte wie die Dicke s der Biegestäbe.

Der Vergleich der durch die verschiedenen Methoden gewonnenen Festigkeitswerte von Zirkonoxidkeramik muß differenzierter betrachtet werden, da der Anteil der monoklinen Phase und damit verbundenen inneren Spannungen das Festigkeitsniveau wesentlich stärker beeinflussen als z.B. die Rauheit der Oberfläche.

6. Literatur

- [1] DIN VDE 03 35: Bestimmung für Keramik- und Glas-Isolierstoffe, Teil 2 Prüfverfahren; Beuth Verlag 1988
- [2] Ayal De S. Jayatilaha: Fracture of Engineering Brittle Materials, Applied Science Publisher Ltd. London
- [3] Munz, D.; Fett, T.: Mechanisches Verhalten keramischer Werkstoffe, Springer Verlag, Berlin 1989
- [4] Nadler, P.: Festigkeitsprüfung und Auswertung an keramischen Körpern beliebigem Querschnitts mit Umrechnung auf Standardbedingungen der keramischen Werkstoffprüfung, VE Wissenschaftlich-technischer Betrieb Keramik Meißen
- [5] Frey, Th.; Groz, K.; Holler, J.; Zehm, K.: Brittle Ring Test – Ein Vergleich mit der 3- und 4-Punkt-Biegung, cfi/Ber. DKG, **72** (1995), Nr. 6, 333-337

- * Die Messungen dieser Arbeit wurden durchgeführt im Rahmen des Projektes „Konstruktionsteile aus Zirkonoxid für die Textilmaschinenindustrie“. Es wurde gefördert durch den Bayerischen Forschungsverbund für keramische Materialentwicklung und Prozesstechnik FORKERAM der Bayerischen Forschungstiftung (BFS).
Dieser Artikel ist die Fortsetzung der Arbeiten zur Veröffentlichung [5].