

---

## 2. Literaturübersicht

Die Dentalkeramik ist ein anorganischer, nichtmetallischer [104] und schwer wasserlöslicher Werkstoff, der sowohl kristalline als auch nichtkristalline Anteile aufweist. Das Material besteht aus einem Gemisch von Feldspat, Siliziumdioxid und Alumosilikat. Der Mindestgehalt an kristallinen Strukturen, die in eine amorphe Glasmatrix eingelagert sind, beträgt 30% [46]. Bezüglich der Zusammensetzung, Struktur und Verarbeitung besitzt die Dentalkeramik eine Stellung zwischen Keramik und Glas [44, 99], wobei sie entsprechend ihrer physikalischen Eigenschaften den Gläsern näher steht als der industriellen Keramik. Die Keramik entwickelte sich aus dem Porzellan.

### 2.1. Historischer Abriss

Die Entwicklung des Porzellans nahm einige tausend Jahre vor Christus ihren Anfang. Um 4000 Jahre v. Chr. entwickelten die Sumerer die ägyptische blaue Fayence, die der frühesten Glasiertechnik entspricht [42, 87, 106].

Kera ist das altgriechische Wort für Erdwachs. Die Erzeugnisse und auch die Rohstoffe der Kerameos, der früheren Töpfer eines Stadtteils Athens, wurden als Keramos bezeichnet, von dem sich das Wort Keramik ableitet [33, 42, 104].

Das eigentliche Porzellan wurde erstmals 700 n. Chr. in China hergestellt [21]. Es wird vermutet, dass das Porzellan zu Beginn des 16. Jahrhunderts von dem portugiesischen Konsul PORCELLA nach Europa gebracht wurde, von dem das Porzellan möglicherweise seinen Namen erhielt. Andere Quellen berichten davon, dass MARCO POLO bereits 1295 das Porzellan bei seiner Rückkehr nach Florenz in Europa einführte. In diesem Fall soll der Name Porzellan auf die Seemuschel „Porcellana Cypraea“ zurückgehen [42, 87].

Erst im Jahr 1709 gelang BÖTTCHER am Sächsischen Königshof die Anfertigung des ersten weißen, europäischen Porzellans [106]. Schon ein Jahr später wurde die Meißner Porzellanmanufaktur eröffnet. Das ursprüngliche Porzellan wurde aus weißem Ton (Kaolin), der den Hauptanteil bildete, und den Mineralien Feldspat und Quarz gefertigt. Der resultierende Porzellanscherben war weiß-durchscheinend, kristallin und gering porös [21].

Bis zur Mitte des 18. Jahrhunderts wurde künstlicher Zahnersatz vorwiegend aus Zähnen von Rindern und Pferden, Rinderknochen oder aus Elfenbein gefertigt. Für besonders wertvollen Zahnersatz griff man auf menschliche Zähne zurück, die man auf Friedhöfen entwendete oder die von ärmeren Personen stammten [16, 57].

FAUCHARD beschrieb 1733 in seinem Buch „Tractat von den Zähnen“ erstmals das Aufbrennen von Keramiken auf Brückenprothesen aus Gold [33, 87]. Allerdings setzte sich diese Technik aufgrund der unzureichenden Festigkeit der Verblendung nicht durch. Etwa zeitgleich entwickelten REAUMUR und MORIN das Frittenporzellan. Der Pariser Apotheker ALEXIS DUCHATEAU fertigte 1774 die erste aus Porzellan bestehende Prothese [57, 136]. Als Wegbereiter für die Herstellung von Porzellanzähnen gilt der Zahnarzt DUBOIS DE CHEMANT [21, 98, 123], der die Vorarbeit für die Fabrikation von Porzellanzähnen leistete und auch das Patent darauf erhielt. 1780 stellte man in Frankreich erstmals künstliche, porzellanähnliche Zähne her. In England begann 1838 und in Nordamerika 1844 die Produktion von fabrikgefertigten Porzellanzähnen. Mit der Gründung der Zahnfabrik Wieland im Jahr 1893 wurde in Deutschland die Produktion künstlicher Zähne aufgenommen. Es folgten 1910 die Zahnfabrik Hoddes, 1921 Hutschenreuther und 1922 die Dr. Hildebrandt Zahnfabrik, die heute den Namen Vita Zahnfabrik trägt [106].

1857 stellte MAYNARD die erste Porzellanschliiffüllung her, die durch Beschleifen eines größeren Porzellanstücks entstand [42]. Um das Jahr 1882 fertigte man erstmals Glasinlays. Dafür verwendeten ROLLINS und wenig später auch HERBST selbstgebrannte Gläser verschiedener Mischung [57]. CHARLES LAND gelang im Jahr 1903 die Anfertigung der Porzellanjacketkrone. Er führte die Platinfolientechnik ein [104, 106, 136, 95]. Am Ende des 19. Jahrhunderts stellte PARMELY-BROWN (USA) die ersten Vollporzellanbrücken mit bis zu acht Gliedern her [98]. Da diese Vollporzellanbrücken aufgrund der ungenügenden Bruchfestigkeit keine Etablierung fanden, fertigte PARMELY-BROWN porzellanverblendeten Brücken mit Hilfe eines Platin-Iridium-Gerüsts an. Diese Innovation wurde 1934 von SWANN und HILTEBRANDT sowie HOVESTAD aufgegriffen und weiterentwickelt [87]. Nach dem 2. Weltkrieg gelang der Metallkeramik mit dem in den USA entwickelten Permadent-Verfahren der Durchbruch, das sich durch die Verwendung von Metalllegierungen mit niedrigerem Schmelzpunkt und größerer Härte auszeichnete [16].

---

Auch in der Keramikherstellung konnten Fortschritte erzielt werden. 1949 führte GATZKA das Vakuumbrennverfahren ein [21, 98]. Die Vita-Zahnfabrik und Degussa stellten 1962 die erste keramische Verblendungstechnik in Europa vor, die heute weltweit als VMK<sup>®</sup>-Technik Verwendung findet [16, 123]. Seit 1966 existiert das Biodent-Herador-Verfahren [16, 87, 123]. Die erste Aluminiumoxidkeramik entwickelten MCLEAN und HUGHES im Jahr 1967 [85, 99, 102, 104, 140]. Die Weiterentwicklung der Formel erfolgte durch die Vita Zahnfabrik, die 1986 Hi-Ceram vorstellte. 1968 fanden durch MACCULLOCH Glaskeramikkronen in der Zahnmedizin Einzug. Die Entwicklung der Glaskeramik Dicor [84, 85] geht auf GROSSMAN und ADAIR zurück. GELLER und KWIASOWSKI stellten 1987 ein keramisches Verbundsystem vor, welches unter dem Namen „Willi's Glas“ bekannt wurde. Hierfür wurde die Keramik Dicor mit Vitadur N kombiniert [1, 123]. Neben den laborgefertigten Keramikrestorationen entwickelten sich Chairside-Verfahren, die in der Zahnmedizin neue Möglichkeiten eröffneten. Die Idee der Nutzung von CAD/CAM-Systemen für die Herstellung von Zahnersatz stammte 1971 von DURET [12] und wurde mit der Entwicklung des Cerec-Systems von MÖRMANN und BRANDESTINI [7, 89, 90] umgesetzt. Im Jahr 1987 wurde von der Firma Siemens das Cerec-System, 1991 das Celay-System von Mikrona vorgestellt [23, 89, 90]. Dem Cerec-System folgten verschiedene andere CAD/CAM-Systeme. Ein weiteres neues vollkeramisches System stellte das In-Ceram-Material dar, das von TYSBLAT entwickelt und von der Vita Zahnfabrik vermarktet wurde [140].

## 2.2. Abgrenzung der Keramik vom Porzellan

Feldspat, Kaolin und Quarz sind die gemeinsamen Bestandteile des echten Porzellans und des dentalkeramischen Werkstoffs [104]. Da jedoch an Dentalkeramiken andere Anforderungen gestellt werden als an Gebrauchskeramiken, unterscheiden sie sich in der prozentualen Zusammensetzung [21, 98]. Diese Differenzierung ist durch eine Erhöhung des Gewichtsanteiles von Feldspat charakterisiert, der den Hauptanteil der Dentalkeramik bildet. Die Steigerung des Feldspatanteils ist verbunden mit einer Reduktion des Kaolinanteils. Das Ausmaß dieser Abweichungen ist aus der unterschiedlichen Lage von Keramik und Porzellan im Dreistoffsystem Kaolin-Feldspat-Quarz erkennbar [6, 16, 107].

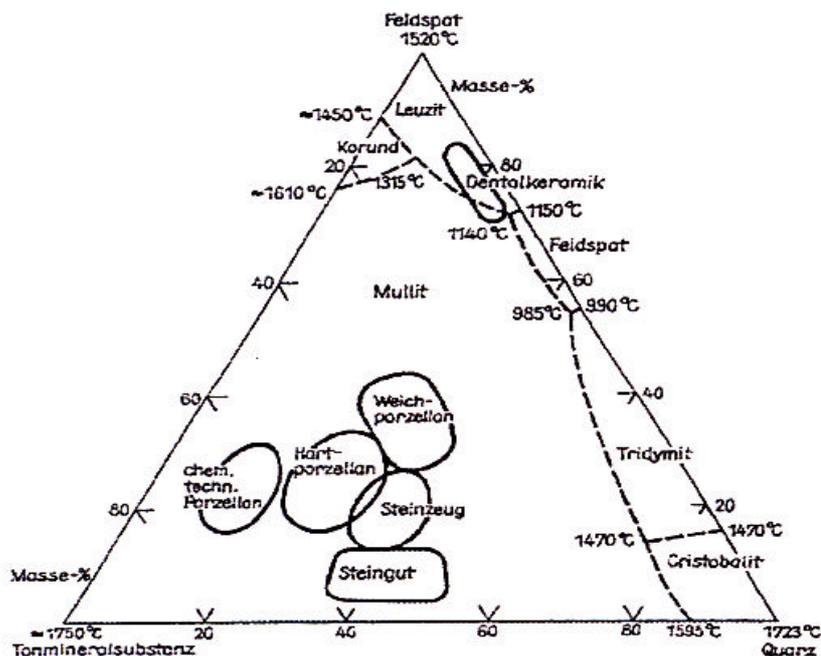


Abb. 2.1.: Phasendiagramm für Feldspat-Quarz-Kaolin [16, 107]

In dem Ausmaß, mit dem der Kaolinanteil gesenkt und der Feldspatanteil gesteigert wird, erhält die Dentalkeramik einen glasähnlichen Charakter und differenziert sich dementsprechend vom Porzellan, was die Tab. 2.1. verdeutlicht. Ein Unterscheidungsmerkmal bietet das Ausscheidungsprodukt, das in der Dentalkeramik in Form von Leuzitkristallen ( $K_2O \text{ Al}_2O_3 \cdot 4SiO_2$ ) auftritt [88, 98], während das echte Porzellan im Ausscheidungsbereich der Mullitkristalle ( $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ ) liegt [6, 16, 33, 42,107].

Tab. 2.1.: Gegenüberstellung der abweichenden Zusammensetzung von Porzellan und Dentalkeramik [16]

	Porzellan (Massen-%)	Dentalkeramik (Massen-%)
Feldspat	10-30	70-80
Quarz	15-35	10-30
Kaolin	40-70	0-3

### 2.3. Die Bestandteile der Keramik

**Feldspat** ist ein gesteinsbildendes Mineral. Chemisch entspricht er einem Silikat. Die Verbindungen von Kieselsäure (Quarz) mit bestimmten Basenbildnern wie Kalium, Natrium, Eisen

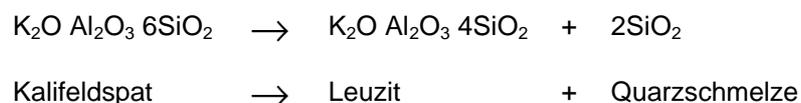
und Aluminiumoxid werden als Silikate bezeichnet [21, 42]. Diese Verbindung ist sowohl mit nur einer Base als auch mit mehreren Basen möglich.

Um den Feldspat für dentalkeramische Massen nutzen zu können, ist eine sehr hohe Reinheit des Materials notwendig, weshalb hauptsächlich Feldspat aus Norwegen und Kanada bzw. synthetisch hergestellter Feldspat zur Anwendung kommt. Feldspat bildet die Glasphase, in die der Bestandteil Quarz eingelagert ist [21].

Der Feldspat teilt sich in 4 Hauptgruppen auf [13]:

- Kalifeldspat (Orthoklas genannt) mit der Formel  $[K_2O Al_2O_3 6SiO_2]$
- Natronfeldspat (Albit genannt) mit der Formel  $[Na_2O Al_2O_3 6SiO_2]$
- Kalkfeldspat (Anorthit genannt) mit der Formel  $[CaO Al_2O_3 6SiO_2]$
- Lithiumfeldspat (Spodumen genannt) mit der Formel  $[Li_2O Al_2O_3 6SiO_2]$ .

Für die Dentalkeramik besitzt Kalifeldspat die größte Bedeutung [33]. Orthoklas schmilzt inkongruent, d.h. er zerfällt in der schmelzflüssigen Phase in Schmelze und Leuzit [16, 61, 72, 112].



Nachdem bei der Kristallisation von Orthoklas-Gläsern Leuzit gebildet wurde, erfolgt bei der Abkühlung auf Raumtemperatur keine Rekristallisation in Kalifeldspat. Leuzit bleibt metastabil im Glas erhalten. Der Leuzitgehalt wird durch den Gehalt an Kalifeldspat, durch die Temperaturführung und die Dauer der Wärmebehandlung bestimmt. Er beeinflusst den Wärmeausdehnungskoeffizienten und die mechanische Festigkeit [16, 57, 61, 72, 77]. Eine Festigkeitssteigerung resultiert aus der Schrumpfung der Leuzitkristalle während der Abkühlphase. Durch die eingetretene Kontraktion wird die Glasmatrix unter Druckspannung gesetzt. Entstehende oder vorhandene Risse werden an Leuzitkristallen aufgefangen oder reflektiert; eine Risswegverlängerung resultiert [48]. Als Nebeneffekt verursachen Leuzitkristalle eine Opazitätssteigerung der Glasphase, die in gewissen Grenzen auch angestrebt wird [42, 74]. Gleichzeitig verleihen die Leuzitkristalle der Schmelze eine hohe Viskosität und Standfestigkeit, wodurch der Kalifeldspat fast ohne Formveränderung erweicht. Er sichert die Formstabilität und Kantenfestigkeit der Restauration [16, 113].

---

Von den Rohstoffkomponenten der Keramik weist Feldspat das niedrigste Schmelzintervall auf, das je nach Feldspattyp von 1150°C bis 1500°C reicht. Bei hoher Wärme können große Mengen an Quarz und Kaolin von Feldspat gelöst werden. Dementsprechend wirkt der Feldspat als Flussmittel. Wird ein bereits geschmolzener und wiedererkalteter Feldspat nochmals erhitzt, so erweicht er bereits bei einer geringeren Temperatur als beim ersten Schmelzvorgang. Aus diesem Grund schmilzt eine vorgefrittete und feldspatreiche Dentalkeramik schneller als eine unbehandelte Keramik [33].

**Quarz (Kieselsäure)** ist ein Siliziumdioxid ( $\text{SiO}_2$ ), das in zahlreichen Modifikationen vorliegen kann. Er ist das auf der Erde am meisten vorkommende Material. Die  $\text{SiO}_2$ -Moleküle bilden ein dreidimensionales Netzwerk aus, in dem ein Siliziumatom tetraedrisch von vier Sauerstoffatomen umgeben wird [72].

Quarz kommt in Granit, Quarzporphyr, Gneis, Glimmerschiefer und vielen anderen Gesteinen vor. Als keramische Rohstoffe dienen vor allem Stückquarz, Rosenquarz, Quarzsande und Quarziten. Auch hier ist ein sehr hoher Reinheitsgrad erforderlich, da Verunreinigungen die Farbe der Keramik beeinflussen können [13, 21, 72].

Die Funktion des Quarzes besteht in einer Festigkeitssteigerung und Transparenzerhöhung. Durch die Beimischung von Metalloxiden kann die Farbe der Keramiken variiert werden.

Das thermovolumetrische Verhalten des Quarzes ermöglicht eine Verringerung der thermischen Schwindung der Dentalkeramik, weshalb es auch als „Magerungsmittel“ bezeichnet wird. Der Schmelzpunkt liegt zwischen 1400°C und 1600°C [42, 113].

**Kaolin (Tonerde)** wird auch Porzellanton oder Chinaclay genannt. In der Dentalkeramik ist es nur in Spuren enthalten. Es ist ein Gestein sekundärer Bildung, das durch Verwitterung aus den primären Erstarrungsgesteinen entsteht, insbesondere aus Granit, Quarzporphyr und Gneis. Chemisch gesehen entspricht Kaolin einem Alumosilikat ( $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) [21, 33, 72]. Das Wasser ist in Form von Hydroxylgruppen gebunden. Kaolin ist fast unschmelzbar. Die Schmelztemperatur liegt bei 1780°C, während die Sinterung ab einer Temperatur von 1600°C eintritt. Wird Kaolin Wasser zugegeben, entsteht eine plastische Masse, die beliebig verformbar ist und der Masse beim Brand eine gewisse Formbeständigkeit gibt [113]. Auch Kaolin verleiht dem keramischen Material eine gewisse Opazität [33].

#### 2.4. Einteilung der Keramiken nach ihrer Zusammensetzung und Verarbeitung

Dentalkeramiken werden entsprechend ihrer Zusammensetzung in zwei Hauptgruppen unterteilt. Die erste Gruppe beinhaltet die Feldspatkeramiken (Silikatkeramiken). Die Oxidkeramiken bilden die zweite Gruppe der Keramiken.

Hauptbestandteil der Feldspat- bzw. Silikatkeramiken ist eine amorphe Glasphase, die Oxidzusätze aufweist. Sie besitzt eine ausgeprägte Porenstruktur. Die Kristallphase verstärkter Glaskeramiken kann durch Leuzit oder Glimmer gebildet werden, durch deren gezielte Einlagerung die Bruchanfälligkeit der Silikatkeramiken gesenkt wird [31, 44, 72, 99].

Oxidkeramiken basieren auf einfachen Oxiden der Metalle, wie z.B.  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$  oder  $\text{TiO}_2$ , oder auf komplexen Oxiden wie Spinellen. Sie weisen eine Dominanz der kristallinen Phase auf oder sind rein kristallin. Der amorphe Glasphasenanteil ist vernachlässigbar gering [44, 72, 85, 99, 131].

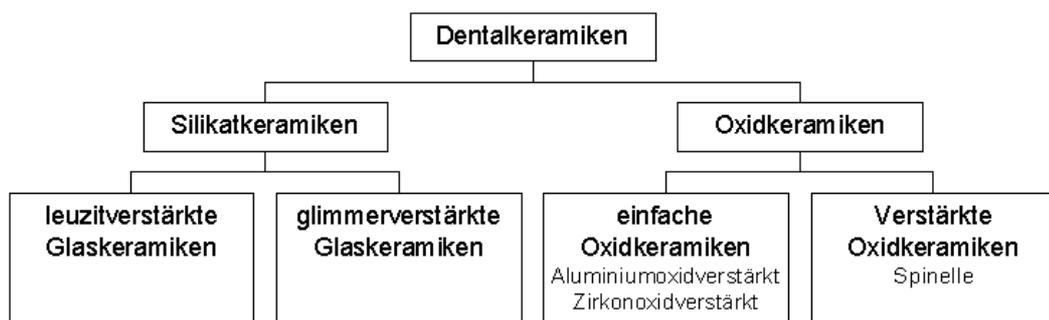


Abb. 2.2.: Einteilung der Dentalkeramiken entsprechend ihrer Zusammensetzung [72]

In Hinblick auf die Verarbeitung der Dentalkeramiken existieren verschiedene Vollkeramiksyste-me. Man unterscheidet die additive und die subtraktive Formgebung [46, 104]. Die addi-tiven Keramiksyste-me beinhalten die konventionelle Sinter-technologie, Gusskeramik sowie die Press- und Infiltrationskeramiken. Das Fräsverfahren ist eine subtraktive Bearbeitungsform. Die Formgebung erfolgt hierbei durch Maschinenfräsung, durch das Kopierschleifverfahren oder durch die Sonoerosionstechnologie [10, 34, 45, 76, 99, 123].

### 2.5. Die strukturbedingte Rissanfälligkeit keramischer Materialien

BROSTOW definierte keramische Werkstoffe als „Phasen, die Verbindungen metallischer und nichtmetallischer Elemente enthalten“ [13]. Dementsprechend fasst der Begriff Keramik alle anorganischen, nichtmetallischen Stoffe zusammen, die im pulverförmigen Zustand verformt und durch Sinterungsprozesse verfestigt werden [16, 42, 44].

Keramiken setzen sich aus Metalloxiden zusammen, die sich in einem abgesättigten Oxidationszustand befinden [81] und somit chemisch inert vorliegen [43]. Sie besitzen Atombindungen mit partiellem Ionencharakter. Die gerichteten kovalenten Bindungen rufen in der Keramik aufgrund der Fixierung von Atomgruppen auf Gitterplätzen eine Gitterstruktur hervor. Dieser Aufbau bedingt das spröde Verhalten keramischer Werkstoffe, da kein Spannungsabbau durch Gitterabgleitung möglich ist [26]. Bei Überschreiten der maximal zulässigen Kraft bricht die Keramik spontan aufgrund des schlagartigen Nachgebens der Bindungen, d.h. ohne vorausgehende mikro- oder makroskopische plastische Verformungen. Der Bindungsbruch ist das Resultat einer Ladungstrennung beim Einwirken einer bestimmten Beanspruchung [32, 33, 81, 82].

Mit der Sprödigkeit geht eine starke Rissanfälligkeit einher, da anders als bei Metallen durch die fehlende plastische Verformbarkeit keine Entschärfung von Defekten durch eine Abrundung des Defektgrundes erreicht werden kann [35, 91, 130]. Eine derartige „Selbstheilung von initialen Fehlstellen“ basierend auf Versetzungswanderungen wird durch die hohe Gitterenergie verhindert [44]. Aus dem Spröbruchverhalten keramischer Materialien resultiert eine starke Streuung der Festigkeitswerte sowie ein zeitabhängiges Verhalten der Festigkeit, das auch als statische Ermüdung bezeichnet wird [37, 44, 117].

Entstehende Risse finden in winzigen Defekten ihren Ursprung (siehe Abb. 2.3.), die während der Herstellung in Form von Poren, Rissen (z.B. an Kristallgrenzen, durch Korngrenzenverschiebungen), Verunreinigungen und Einschlüssen (Inhomogenitäten, Entmischungsbezirken) erzeugt oder durch die nachfolgende Oberflächenbearbeitung verursacht werden [3, 15, 46, 50, 55, 81, 111, 113, 130]. Porositäten, die während der Herstellung entstehen, können durch das Verdampfen von Flüssigkeiten, durch das Ausbrennen von Plastifizierungszusätzen, durch eine ungenügende Verdichtung und durch die Abgabe von Gasen oder Wasserdampf in schmelzenden Silikaten verursacht werden. Auch die Korngrößen im verwendeten Pulver haben einen

Einfluss auf die entstehende Porengröße, da sie das Hohlräumvolumen zwischen den Partikeln bestimmen [55, 56]. Das Zwischenraumvolumen kann durch die Verwendung verschiedener Korngrößen in der dentalkeramischen Masse reduziert werden. Bei der Bearbeitung der dentalkeramischen Restauration ist insbesondere der Schleifgrad für die oberflächliche Defektbildung von Einfluss, d.h. die Korngröße des Schleifkörpers beeinflusst die Risstiefe an der Keramikoberfläche [44].

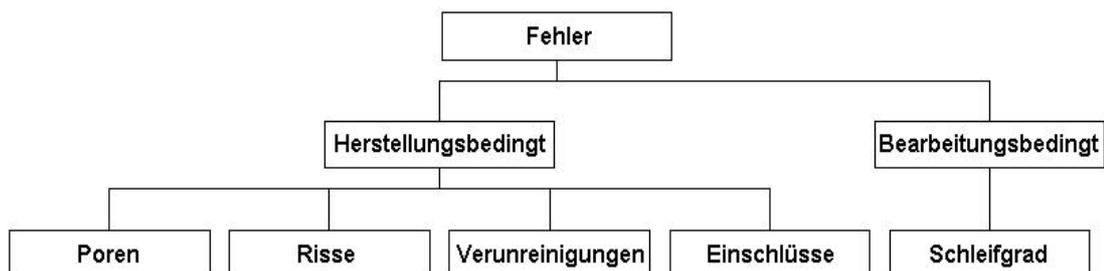


Abb. 2.3.: Einteilung der rissverursachenden Defekte keramischer Materialien

IRWIN entwickelte in den 50er Jahren das Konzept der **Linearelastischen Bruchmechanik** (LEBM), das auf Untersuchungen von GRIFFITH (1920) und OROWAN (1944) aufbaut. Grundlage des Konzeptes ist, dass die Festigkeit eines Materials theoretisch aus den atomaren Bindungskräften berechnet werden kann. Jedoch ist die ermittelte technische Festigkeit um Größenordnungen kleiner als die theoretisch berechnete Festigkeit [32, 41, 56, 58, 86]. Die Berücksichtigung inhärenter, statistisch homogen im Material vorkommender Defekte wird gefordert, da sie eine gewisse Keilwirkung besitzen. Das Konzept der LEBM unterscheidet die außen auf einen Werkstoff auftreffenden makroskopischen Spannungen von den unmittelbar an der Risspitze wirkenden lokalen Spannungen [60, 86].

In der Bruchmechanik entspricht die Idealvorstellung eines Risses einem flächenhaften Fehler mit unendlich scharfer Spitze [9]. Von außen auftreffende Spannungen konzentrieren sich an derartigen Fehlstellen, so dass an der Risspitze ein Vielfaches der Außenspannung wirkt [9, 67]. Dieser überproportionale Anstieg der Spannung resultiert aus einer ungleichen Lastverteilung, da an der Risspitze die gleiche Last von einem verringerten Querschnitt des Materials getragen werden muss [60]. Somit steigt die am Rissgrund auftretende Spannung um so mehr, je tiefer der Riss ist. Das Wachstum des größten Risses führt zum Bruch (überkritisches Riss-

wachstum). Auch unter normaler, nicht kritischer Belastung kann eine Vergrößerung von Mikrorissen bis zu einer kritischen Größe eintreten (unterkritisches Risswachstum) [17, 67, 116]. Folglich bricht die Probe erst nach einer gewissen Verzögerung, so dass die Festigkeit keramischer Materialien nicht konstant ist [8, 23, 81]. Gleichzeitig ist das Ausmaß des Risswachstums von der Belastungsart abhängig. Keramische Materialien besitzen eine um den Faktor zwanzig höhere Druckfestigkeit als Zug- oder Scherfestigkeit [26, 74, 113]. Die Ursache liegt in einer Öffnung der Rissflanken unter Zug- und Scherbelastung, was das Risswachstum vorantreibt, während beginnende Risse durch Druckspannungen komprimiert werden, wodurch die Rissausbreitung stagniert [81, 113].

Wenn die in der Glasmatrix voranschreitenden Risse auf kristalline Partikel treffen, können diese das Wachstum der Risse verhindern (Rissstoppeffekt) [21]. Der Umfang des Rissstoppeffektes ist abhängig von der Größe und Dichte der kristallinen Partikel sowie vom Verbund zwischen Glas- und Kristallphase. Kann das Risswachstum auf diese Weise nicht beendet werden, findet eine Rissablenkung an den eingelagerten Kristallen statt [23, 81, 111], wodurch sich der Rissweg verlängert (siehe Abb. 2.4.). Das Fortschreiten des Risses wird erschwert. Es resultiert eine Erhöhung der statischen Festigkeit [117].

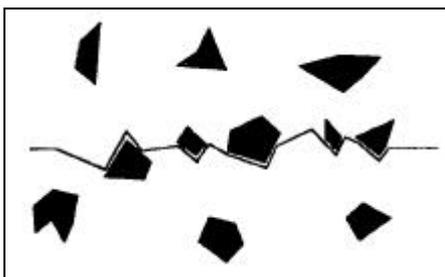


Abb. 2.4.: Schematische Darstellung der Rissablenkung an Kristallen [81, 111]

Aus diesen Keramikeigenschaften leitet sich die Frage ab, ob eine thermische Nachbehandlung nach durchgeführtem CAD/CAM-Schleifvorgang eine Festigkeitssteigerung der bearbeiteten Keramikrestauration aufgrund der eventuell erzielten Defektminimierung bewirkt. Außerdem sollte hinterfragt werden, in welchem Ausmaß ein okklusales Einschleifen sowie die Bearbeitung der Passgenauigkeit eine Schwächung der Keramik verursacht.

### 2.6. Möglichkeiten der Festigkeitssteigerung

Um eine Erhöhung der Bruchfestigkeit keramischer Materialien zu erreichen, sind zwei Ansatzpunkte möglich. Eine Möglichkeit der Festigkeitssteigerung besteht in der Verringerung von Poren sowie in der Minimierung von Inhomogenitäten und Defekten des keramischen Materials. Auf dieses Problem wird vor allem bei den fräsbaeren Keramiken für die CAD/CAM-Technologie eingegangen, in dem industriell unter standardisierten Bedingungen hergestellte und vorgesinterte Rohlinge, auch Preforms genannt, Verwendung finden. Die Preforms bieten den Vorteil, dass Keramiken mit definierten physikalischen Eigenschaften zum Einsatz kommen. Eine Minimierung der kritischen Fehler soll durch eine Verbesserung der synthetischen Rohstoffe, durch eine möglichst hohe Primärverdichtung vor dem Sintern sowie durch eine heißisostatische Nachverdichtung (HIP = high isostatic pressure) nach dem Vorsintern erreicht werden. Ziel ist die Steigerung der Gesamtfestigkeit, verbunden mit einer verringerten Streuung der Belastbarkeitswerte sowie einer verbesserten Fehlertoleranz. Eine gleichbleibende Qualität wird durch die Herstellung größerer Chargen gewährleistet [23, 44, 57, 99, 128].

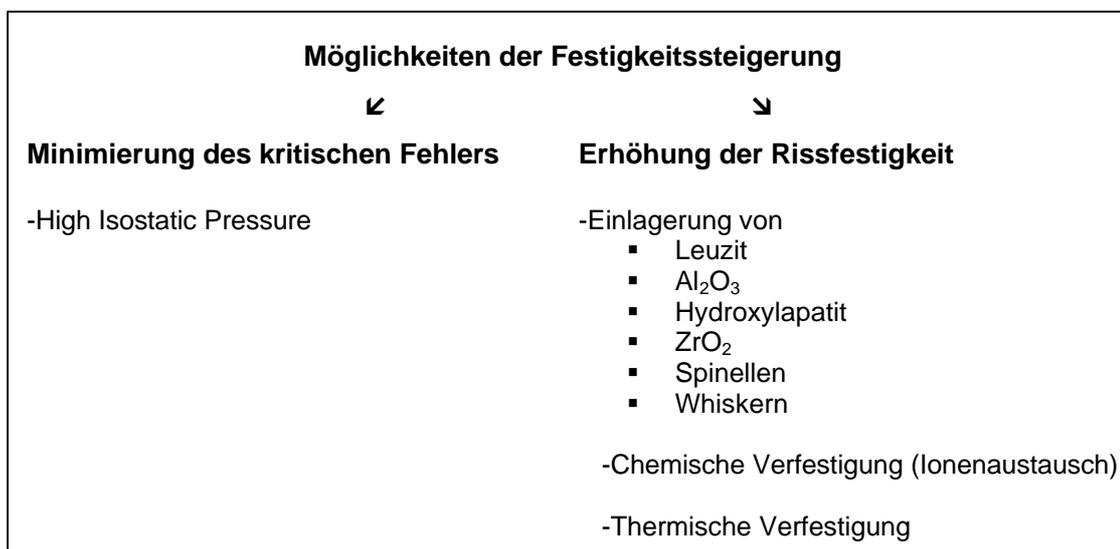


Abb. 2.5.: Wege zur Festigkeitssteigerung

Der zweite Ansatzpunkt liegt in der Erhöhung der Risszähigkeit, die durch verschiedene Methoden erzeugt werden kann. Die Einlagerung von Partikeln wie Leuzit, Aluminiumoxid, Hydroxylapatit, Zirkonoxid und Doppeloxydkristallen (Spinellen) sowie der Einsatz von keramischen Kurzfasern (Whisker) dient der Festigkeitssteigerung [44, 49, 81, 111, 120].

---

Die Verstärkungselemente werden in die amorphe Grundsubstanz eingeschlossen. Trifft ein Sprung bei seiner Ausbreitung auf diese festeren Partikel, muss er entweder deren Widerstand überwinden oder er wird an ihnen abgelenkt. Auch eine Verzweigung des Risses kann eintreten. Durch eine elastische Dämpfung an den eingelagerten Kristallen wird die eigentlich zum Bruch führende Energie reduziert oder aufgebraucht, weshalb sie, wie schon erwähnt, als Rissstopper bezeichnet werden [14, 20, 44, 81].

Die gezielte Einlagerung von Teilchen, die ein anderes Ausdehnungsverhalten als die amorphe Grundsubstanz aufweisen sowie eine höhere Festigkeit als die Matrix besitzen, ermöglicht eine Senkung der Bruchanfälligkeit keramischer Materialien. Bei der Abkühlung treten im umgebenden Glas Spannungen (Misfit-Spannungen) auf [23, 81], aus denen eine Orientierung der Moleküle resultiert. Die gesteigerte Bruchfestigkeit entsteht aus einer Ablenkung des Rissverlaufs an den vorliegenden Spannungshöfen.

Die Verwendung keramischer Kurzfasern (Whisker) verhindert eine Rissverlängerung aufgrund ihrer Verankerung in den Rissflanken. Sie überbrücken den Riss, so dass das Risswachstum bis zum Herausziehen der Kurzfasern aus den Rissflanken stagniert. Das Ziel der Whiskereinlagerung liegt in einer Umlenkung der an der Rissspitze wirkenden Zugspannungen in den Bereich der Rissflanken [19, 23, 49, 81].

Eine weitere Möglichkeit der Festigkeitssteigerung stellt der Ionenaustausch dar [14, 25, 31, 49, 118, 119]. FISCHER und KELLY bezeichnen diese Methode als chemisches Härten [28, 57]. Unterhalb der Transformationstemperatur wird infolge eines diffusen Austauschs kleinerer Ionen des Feldspatglases gegen größere Ionen aus der umgebenden Schmelze die Oberfläche der Keramik verfestigt. Durch den Austausch von beispielsweise Kalium-Ionen gegen Natrium-Ionen entsteht ein Platzmangel, der einen Druck auf die Umgebung ausübt. Je mehr kleine Ionen durch größere ersetzt werden, desto höher ist die induzierte Druckspannung, wodurch die Festigkeit um so mehr steigt [47, 113].

Um eine thermische Verfestigung zu erreichen, wird die Keramik von einer Temperatur, an der sie bleibend verformbar ist, rasch abgekühlt. Da die Temperatur der äußeren Schicht schneller abfällt als die der Innenschicht, wird die innere Schicht unter Zugspannung und die Oberfläche unter Druckspannung versetzt, wodurch die Rissflanken der oberflächlichen Defekte zusammengepresst werden [28, 49, 57].

### 2.7. Die Bestimmung der Biegefestigkeit

Die Biegefestigkeit bezeichnet den Widerstand eines Werkstoffes gegen Kräfte, die senkrecht zur Längsachse eines frei aufgelagerten Prüfkörpers einwirken und diesen auf Durchbiegung beanspruchen. Die Ermittlung der Biegefestigkeit spröder Werkstoffe erfolgt mit Hilfe des Biegeversuches [30].

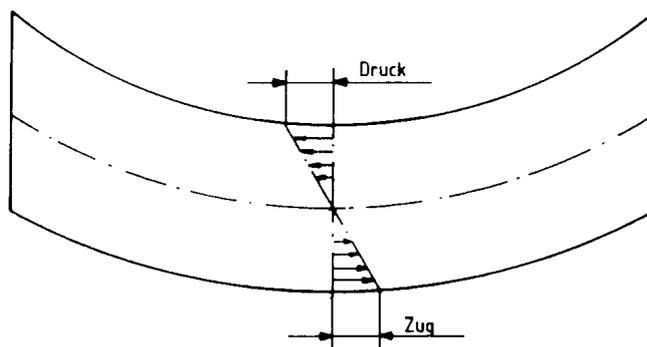


Abb. 2.6.: Spannungsverteilung innerhalb eines Probenquerschnitts bei Beanspruchung auf Biegung [126]

Wird ein symmetrischer Prüfkörper auf Biegung beansprucht, tritt auf der einen Seite des Prüfkörpers eine Druckspannung, auf der gegenüberliegenden Seite eine Zugspannung auf. In der Probenquerschnittsmitte liegt die neutrale (spannungsfreie) Faser, die sich durch einen unveränderten Abstand zwischen den Atomen auszeichnet. Die Spannung wächst mit zunehmendem Abstand von der neutralen Faser und erreicht an der Randfaser das Maximum [33, 36, 87, 97, 100, 113, 126].

Um die Berechnung zu vereinfachen, wird ein einachsiger Spannungszustand angenommen, wobei die Spannung von der Oberfläche zur Mitte linear abnimmt. Auf der konvexen, unter Zugspannung stehenden Prüfkörperseite wird der Bruch durch Rissflankenöffnung bei Überschreiten eines bestimmten Grenzwertes erzeugt. Dieser kritische Defekt muss nicht im Bereich der maximalen Zugspannung liegen. Die Kombination von der Lage der Defekte und der Spannungsverteilung entscheidet über die Festigkeit. Enthält ein Prüfkörper, der unter Biegebeanspruchung steht, zwei in der Größe verschiedene Defekte, die auf einem unterschiedlich hohen Zugspannungsniveau liegen, wirkt wahrscheinlich der Defekt als kritischer Defekt, auf den trotz geringerer Größe die höhere Zugspannung einwirkt [60].

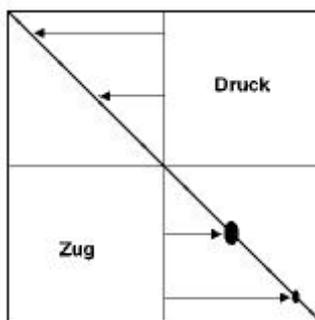


Abb. 2.7.: Abhängigkeit des kritischen Defektes von der Defektgröße und der wirkenden Zugspannung [60]

Die Biegefestigkeit kann durch den Dreipunkt-Biegeversuch, den Vierpunkt-Biegeversuch oder durch den Spaltzugversuch ermittelt werden [140].

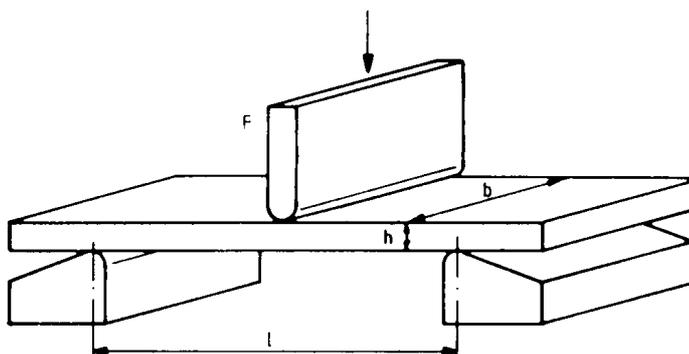


Abb. 2.8.: Schematische Darstellung des Dreipunkt-Biegeversuches [33, 97]

Im Dreipunkt-Biegeversuch wird der Prüfkörper auf zwei Stützen gelagert. Die Last wird über einen Stempel in der Mitte des Prüfkörpers aufgebracht. Der Prüfkörper wird bis zum Bruch einer konstant ansteigenden Belastung ausgesetzt [59, 87, 120, 140]. Die Biegespannung  $\sigma$  errechnet sich bei einem linearen Spannungsverlauf nach folgender Formel:

(1)	$\sigma = \frac{M}{W}$	$\sigma$ = Biegefestigkeit	[N/mm <sup>2</sup> = MPa]
		$M$ = Biegemoment	[N mm]
		$W$ = Widerstandsmoment	[mm <sup>3</sup> ].

Da eine Einzelkraft auf die Mitte des Prüfkörpers einwirkt, befindet sich das größte Biegemoment unter dem Angriffspunkt der Last [26]. Das Biegemoment ergibt sich aus folgendem Zusammenhang:

$$(2) \quad M = \frac{l \cdot F}{4}$$

M	=	Biegemoment	[N mm]
l	=	Stützabstand	[mm]
F	=	Bruchlast	[N].

Das Widerstandsmoment hängt von der Breite und der Höhe sowie von der Querschnittsform des Prüfkörpers ab. Liegt ein rechteckiger Querschnitt vor, ergibt sich das Widerstandsmoment aus der nachstehenden Gleichung:

$$(3) \quad W = \frac{b \cdot h^2}{6}$$

W	=	Widerstandsmoment	[mm <sup>3</sup> ]
b	=	Breite	[mm]
h	=	Höhe	[mm].

Werden die verschiedenen Gleichungen zusammengefasst, so ergibt sich für die Berechnung der Biegefestigkeit folgende Formel [140]:

$$(4) \quad s = \frac{3 \cdot l \cdot F}{2 \cdot b \cdot h^2}$$

$\sigma$	=	Biegefestigkeit	[N/mm <sup>2</sup> = MPa]
l	=	Stützabstand	[mm]
F	=	Bruchlast	[N]
B	=	Breite	[mm]
h	=	Höhe	[mm].

Im Vierpunkt-Biegeversuch wird über zwei Stempel die Kraft auf den Prüfkörper aufgebracht. Es treten keine Querkräfte zwischen den Angriffsstellen auf, und es resultiert ein konstantes Biegemoment (M) zwischen den Kraftangriffsstellen, weshalb die Bruchstelle auch bei inhomogenen Werkstoffen zwischen den Kraftangriffsstellen liegt [26].

$$(5) \quad s = \frac{3F(l-c)}{2 \cdot b \cdot h^2}$$

$\sigma$	=	Biegefestigkeit	[N/mm <sup>2</sup> = MPa]
l	=	Stützabstand	[mm]
c	=	Druckfinnenabstand	[mm]
F	=	Bruchlast	[N]
B	=	Breite	[mm]
h	=	Höhe	[mm].

Aus diesem Grund gewährleistet die Vierpunkt-Biegung durch die Prüfung eines größeren Volumens die Ermittlung werkstofftypischer Kennwerte, während die Werte der Dreipunkt-Biegung durch Inhomogenitäten eines Werkstoffs verfälscht sein können. Im Dreipunkt-Biegeversuch stimmt die Bruchstelle nicht in jedem Fall mit der Kraftangriffsstelle überein, woraus ein erhöhter Biegefestigkeitswert resultieren kann [82]. Je inhomogener das keramische Material ist,

desto größer fällt der Fehler bei der Dreipunkt-Biegung aus [36, 113, 134]. Die Höhe des Biegefestigkeitswertes wird bei Nutzung des Dreipunkt-Biegeversuchs im Vergleich zum Vierpunkt-Biegeversuch stärker durch die Prüfkörpervorbereitung (Politur, Brennvorgang) beeinflusst [120]. Nach MUNZ/ FETT liegt jedoch bei der Vierpunkt-Biegung eine der Dreipunkt-Biegung vergleichbare Streuung der Messwerte vor [93, 113].

Im Spaltzugversuch werden zylindrische Prüfkörper diametral unter Druck belastet. Im Zentrum der Proben wird dadurch eine Zugspannung erzeugt, die senkrecht zur außen aufgetragenen Druckkraft und senkrecht zur Zylinderachse wirkt. Der Spaltzugversuch ermittelt vor allem die Festigkeit im Probeninneren, während die Biegefestigkeit Fehler und Veränderungen an der Probenoberfläche erfasst [115, 134, 140].

### **2.7.1. Allgemeine Bedingungen für Biegefestigkeitsuntersuchungen**

NEWHAM definierte die Bedingungen, die bei der Messung der Biegefestigkeit berücksichtigt werden müssen [33, 113]:

1. Bis zum Bruch des keramischen Materials soll eine lineare Abhängigkeit der elastischen Deformation bei Zug- und Druckbelastung bestehen.
2. Die bei Belastung des Prüfkörpers auftretende Scherspannungen müssen vernachlässigbar gering sein.
3. Der Prüfkörper sollte nicht eingespannt werden, um eine Spannungsbildung zu verhindern.
4. Eine reibungsfreie Kraftentfaltung und Abstützung durch die tragenden Elemente wird gefordert.
5. Es darf sowohl keine punktuelle Krafteinleitung als auch keine punktuelle Abstützung vorliegen, um das Auftreten lokaler Belastungen zu umgehen.

### **2.7.2. Literaturübersicht der Biegefestigkeitswerte von Cerec Vita Mark II**

Am Beispiel der Keramik Cerec Vita Mark II kann verdeutlicht werden, wie stark die in der Literatur veröffentlichten Biegefestigkeitswerte differieren. Im Diagramm der Abbildung 2.9. wurden die publizierten Werte von SCHWICKERATH [114], ROSENBLUM [104], LAWN [69], SEGHI [120],

BIENIEK [9], KÜMIN [64], MARX [82], TINSCHERT [132] und THOMPSON [128] verglichen. Die veröffentlichten Biegefestigkeitswerte reichen für Cerec Vita Mark II von 84 MPa bis 154 MPa.

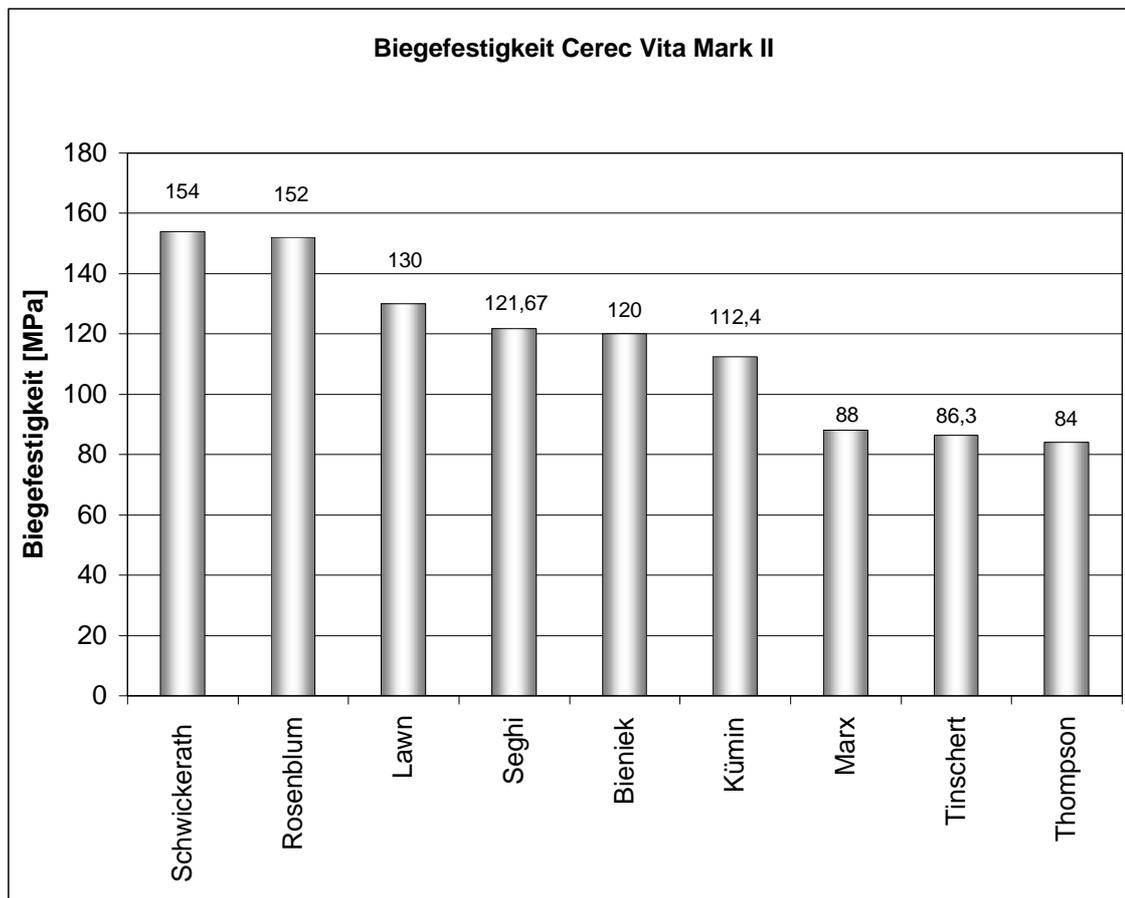


Abb. 2.9.: Gegenüberstellung der veröffentlichten Biegefestigkeitswerte der Keramik Cerec Vita Mark II

### 2.7.3. Die Weibull-Analyse

Der Bruch keramischer Werkstoffe geht, wie bereits erwähnt, von Defekten aus. Aufgrund der unterschiedlichen Verteilungsdichte von Fehlstellen streuen die Festigkeitswerte der Keramiken stark. Standardabweichungen bis 25% werden als normal angesehen [46]. Durch die große Streuung der Festigkeit muss, wie MUNZ/ FETT [94] feststellten, „mit dem Versagen einer Komponente auch bei geringerer Belastung gerechnet werden“. Die Messwerte keramischer Materialien sind nicht nach Gauß normalverteilt, sondern besitzen eine asymmetrische Anordnung (Weibull-Verteilung). Daher ist die Festigkeitsangabe keramischer Werkstoffe über den Mittel-

wert und die Standardabweichung nur als unzureichend anzusehen [111]. Aus diesem Grund wird die Weibull-Analyse zur Berechnung der Überlebenswahrscheinlichkeit herangezogen [26]. Der Weibullsche Ansatz berücksichtigt den sogenannten Volumen- bzw. Größeneffekt, der eine Absenkung der Festigkeit bzw. Lebensdauer spröder Werkstoffe mit steigendem Volumen des Prüfkörpers beinhaltet. Es wird angenommen, dass die Ursache für den Volumeneffekt in einer wachsenden Fehlstellenpopulation bei Volumenzunahme des Prüfkörpers liegt [60, 82, 101].

Um die Zuverlässigkeit keramischer Werkstoffe zu analysieren, wird häufig die nach WEIBULL benannte Bruchwahrscheinlichkeitsanalyse verwendet [29].

Mit Hilfe der „Weakest Link“-Hypothese, die besagt, dass die schwächste Stelle den Bruchwiderstand bestimmt, kann die Streuung der Festigkeitswerte und die Übertragung der an den Prüfkörpern gewonnenen Werte auf den Werkstoff analysiert werden [60]. Das „Weakest Link“-Modell basiert auf der Annahme, dass ein Material aus Volumeneinheiten besteht, die jeweils einen kritischen Defekt beinhalten, der die Festigkeit der Volumeneinheit begrenzt. Überschreitet die während der Belastung eines Werkstoffs auftretende Spannung die Festigkeit von nur einer Volumeneinheit, kommt es zum Bruch. Das instabile Wachstum eines einzigen Defektes bzw. Risses führt zum katastrophalen Bruch der gesamten Restauration. Unberücksichtigt bleibt das unterkritische Wachstum und das zeitabhängige Versagen. Die Bruchwahrscheinlichkeit eines Werkstoffs ergibt sich somit aus [60, 94]:

1. dem Volumen (Anzahl der Volumeneinheiten)
2. der Höhe der lokal wirkenden Spannung
3. der Streuung in der Festigkeit der einzelnen Glieder.

Die Weibull-Statistik beschreibt die Streuung der Festigkeitswerte. Man unterscheidet die „zweiparametrische“ Weibullverteilung [63, 65, 92, 101, 103]:

$$(6) \quad P(\sigma_c) = 1 - \exp \left[ - \left( \frac{\sigma_c}{\sigma_0} \right)^m \right]$$

$P(\sigma_c)$  = Wahrscheinlichkeit, dass eine Probe vor Erreichen von  $\sigma_c$  bricht

$\sigma_c$  = Biegefestigkeit

$\sigma_0$  = Weibullfestigkeit

$m$  = Weibull-Modul

von der „dreiparametrischen Weibullverteilung:

$$(7) \quad P(\sigma_c) = 1 - \exp \left[ - \left( \frac{\sigma_c - \sigma_U}{\sigma_0} \right)^m \right]$$

$P(\sigma_c)$  = Bruchwahrscheinlichkeit  
 $\sigma_c$  = Biegefestigkeit  
 $\sigma_0$  = Weibullfestigkeit  
 $\sigma_U$  = unterer Grenzwert, bei dem mit 100%-iger Sicherheit kein Bruch auftritt  
 $m$  = Weibull-Modul.

Die Schwellspannung  $\sigma_U$  wird normalerweise gleich null gesetzt, wodurch aus der dreiparametrischen Weibullverteilung die zweiparametrische Verteilung hervorgeht [15, 140]. Die Ergebnisse werden im Weibull-Diagramm dargestellt.

Für die graphische Darstellung im Weibull-Diagramm erfolgt eine aufsteigende Anordnung der Festigkeitswerte und die Nummerierung der Werte von 1 bis  $n$  [25, 94, 111, 137]. Anschließend werden den einzelnen Festigkeitswerten nach folgender Beziehung Versagenswahrscheinlichkeiten  $P_i$  zugeordnet:

$$(8) \quad P_i = \frac{i - 0,5}{n}$$

$P_i$  = Versagenswahrscheinlichkeit  
 $i$  = Prüfkörpernummer  
 $n$  = Prüfkörperanzahl.

Zuletzt wird  $\ln \ln 1 / (1-P)$  gegen  $\ln \sigma_c$  aufgetragen. Aus der Gleichung (6) resultiert nach zweimaligem Logarithmieren die Formel:

$$(9) \quad \ln \ln \frac{1}{1-P} = m \ln \sigma_c - m \ln \sigma_0.$$

Beim Auftragen von  $\ln \ln 1 / (1-P)$  gegen  $\ln \sigma_c$  entsteht eine Gerade, deren Anstieg  $m$  dem Weibull-Modul entspricht und die Fehlerpopulation charakterisiert. Eine große Streuung der Festigkeitswerte wird durch einen kleinen Weibull-Modul gekennzeichnet. Die Lage der Verteilungsfunktion auf der Spannungsskala wird durch den Spannungsnormierungsfaktor  $\sigma_0$  bestimmt [92, 140]. Der Parameter  $\sigma_0$  ergibt sich aus der Festigkeit bei

$$(10) \quad \ln \ln \frac{1}{1-P} = 0 \quad \text{bzw.} \quad P = 0,632.$$

### 2.8. Bestimmung der kritischen Risszähigkeit

Das Ausmaß der Rissanfälligkeit wird durch die Bestimmung der kritischen Risszähigkeit  $K_{Ic}$  ermittelt. Sie stellt ein Maß für die Widerstandsfähigkeit gegen Sprödbrüche dar. Die kritische Risszähigkeit, auch Bruchzähigkeit oder Bruchwiderstand genannt, gibt Auskunft über die Fähigkeit spröder Materialien, Verformungsenergien zu absorbieren [5, 37, 105]. Sie reflektiert den Widerstand gegen das schnelle Ausbreiten von Rissen [26, 86, 129, 135].

In der Bruchmechanik werden Defekte, die eine scharfe Spitze aufweisen, oder Fehler, von denen leicht Risse ausgehen, als Riss bezeichnet. Der Spannungszustand an der Rissspitze wird durch den Spannungsintensitätsfaktor  $K_I$  beschrieben,

$$(11) \quad K_I = \sigma a^{1/2} Y \quad [\text{MPa m}^{1/2}]$$

der von der Biegespannung  $\sigma$  [N/mm<sup>2</sup>], von der Risstiefe  $a$  [m] und von dem Geometrie-Faktor  $Y$  abhängt, dessen Größe durch die Riss- und Objektgeometrie bestimmt wird. Der Geometriefaktor besitzt ungefähr die Größe eins [9, 32, 58, 67, 88, 110, 124, 130].

Ein Risswachstum tritt ein, wenn die an der Rissspitze wirkende Spannung und dementsprechend der Spannungsintensitätsfaktor  $K_I$  einen kritischen Wert erreicht. Dieser Wert wird als kritische Risszähigkeit  $K_{Ic}$  bezeichnet [32, 66, 86, 125, 129].

Die Bestimmung der kritischen Risszähigkeit bietet gegenüber herkömmlichen Festigkeitsmessungen den Vorteil, dass sie weniger empfindlich auf Abweichungen der Probenform reagiert. Sie stellt eine „unbestechlichere“ Größe dar [37].

Die Risszähigkeit kann durch verschiedene Methoden ermittelt werden, die entweder Biegebruchbeanspruchungen zu Hilfe nehmen, natürliche Risse oder Härteeindrücke nutzen. Die prinzipielle Vorgehensweise beinhaltet folgende Schritte:

Der erste Schritt besteht in der Einbringung eines Defektes oder Risses bekannter Geometrie in einen Prüfkörper. Als Zweites wird die aufgebrachte Bruchspannung gemessen. Anschließend erfolgt die Berechnung der Risszähigkeit aus der Bruchspannung  $\sigma_c$ , der Risslänge  $a$  und dem Geometriefaktor  $Y$  [11].

Da sich die Risserzeugung und die Bestimmung der Risslänge bei keramischen Werkstoffen als problematisch erwies, wurden in der Vergangenheit verschiedene Risserzeugungsmethoden

an unterschiedlichen Probenformen entwickelt. Die gebräuchlichsten Methoden werden im Folgenden kurz skizziert.

### 2.8.1. Prüfmethode für die Bestimmung der Risszähigkeit

#### 2.8.1.1. Biegeproben mit einheitlich tiefem Riss (SENB-Methode = single-edge notched-beam method)

Bei dieser Methode erfolgt die Belastung im Vierpunkt-Biegeversuch [9, 32, 66, 82, 94, 108, 111, 125] oder im Dreipunkt-Biegeversuch [9, 78]. Der Vorteil der Methode liegt in der einfachen Einbringung des Anrisses. In den Prüfkörper wird ein feiner Riss eingesägt.

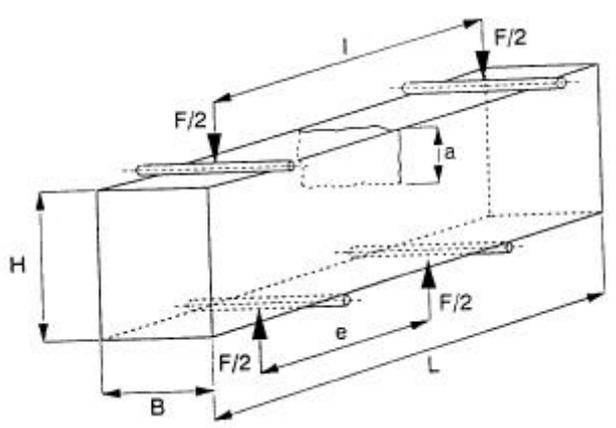


Abb. 2.10.: Bestimmung der  $K_{Ic}$ -Wertes bei Durchführung eines Vierpunkt-Biegeversuches an Prüfkörpern, auf denen ein durchgehender Riss erzeugt wurde [32]

Es konnte ein Zusammenhang zwischen der gemessenen Risszähigkeit und dem Kerbradius festgestellt werden. Nach MUNZ kann ein „korrekter  $K_{Ic}$ -Wert nur bestimmt werden, wenn ein Minimalwert der Schlitzbreite unterschritten wird“ [91]. Dieser Minimalwert ist materialspezifisch. Übersteigt der gesägte Riss diese Größe oder ist der erzeugte Anriss nicht scharf genug, kommt es zu einer Überschätzung der kritischen Risszähigkeit [94, 108].

#### 2.8.1.2. Proben mit Spitzkerben (Chevronkerben)

Zwei Sägeschnitte erzeugen auf der Bruchfläche eine dreieckförmige Kerbe (Chevronkerbe). Bei Auftreffen der Belastung z.B. im Vierpunkt-Biegeversuch entsteht ein Riss an der Spitze der Kerbe, dessen Rissfront sich stetig vergrößert.

Vorteilhaft ist, dass kein scharfer Anriss von Außen eingebracht werden muss, da sich ein scharfer Anriss während der Krafteinwirkung in dem Prüfkörper bildet [86, 91, 94, 108, 137].

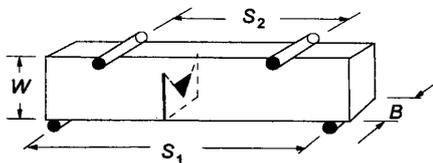


Abb. 2.11.: Bestimmung der Risszähigkeit an Prüfkörpern, auf denen Chevronkerben eingebracht wurden [91, 94]

Auch die Bestimmung der Risslänge entfällt, da die  $K_{Ic}$ -Wert-Berechnung bei dieser Methode lediglich die maximale Kraft und eine Geometriefunktion beinhaltet. Ein Nachteil dieser Methode liegt in dem Einfluss der Probengröße auf die gemessene Risszähigkeit.

### 2.8.1.3. Doppeltorsionsproben

In dieser Methode findet eine rechteckige Platte Verwendung. An einem Ende wird der Prüfkörper durch Vierpunkt-Biegung belastet. Es kommt zur Ausbreitung des Risses in Längsrichtung der Platte, wobei eine Seitenkerbe die mittige Lage des Risses sichert. Die Rissgeschwindigkeit wird an makroskopischen Rissen gemessen. Der Nachteil bei der Verwendung von Doppeltorsionsproben besteht in der Erzeugung einer gekrümmten Rissfront. Außerdem können nur Rissgeschwindigkeiten über  $10^{-9}$  m/s korrekt gemessen werden [86, 91, 94].

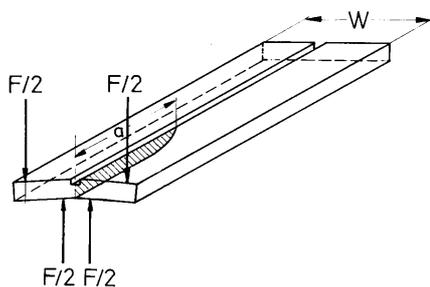


Abb. 2.12.: Risszähigkeitsmessung an Doppeltorsionsproben [91, 94]

### 2.8.1.4. Dynamischer Biegeversuch

Diese Methode basiert auf der Messung der Festigkeit in Abhängigkeit von der Belastungsgeschwindigkeit, die indirekt auf das unterkritische Risswachstum schließen lässt. Im Vierpunkt-

Biegeversuch wachsen die natürlichen Risse während der auftreffenden Belastung unterkritisch [86, 92]. Erreicht der Riss eine kritische Größe, kommt es zum katastrophalen Bruch. Die Berechnung erfolgt mit dem Potenzgesetz der unterkritischen Rissausbreitung [91].

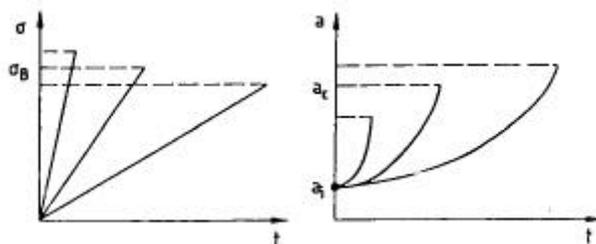


Abb. 2.13.: Bestimmung des  $K_{IC}$ -Wertes mit Hilfe des dynamischen Biegeversuches [92]

### 2.8.1.5. Indentermethode

In der Indentermethode erfolgt die Erzeugung des scharfen Anrisses mit Hilfe von Härteeindrücken. Es existieren verschiedene Möglichkeiten, die sich in der Härteeindrucksform unterscheiden. COOK und PHARR [18] teilten die verschiedenen Rissmuster in fünf Gruppen auf. Der Hertz'sche Riss (Cone) wird durch die Belastung mit einer Brinell-Kugel erzeugt [51, 69]. Die anderen vier Risstypen entstehen nach einer Belastung mit spitzen Härteeindruckskörpern.

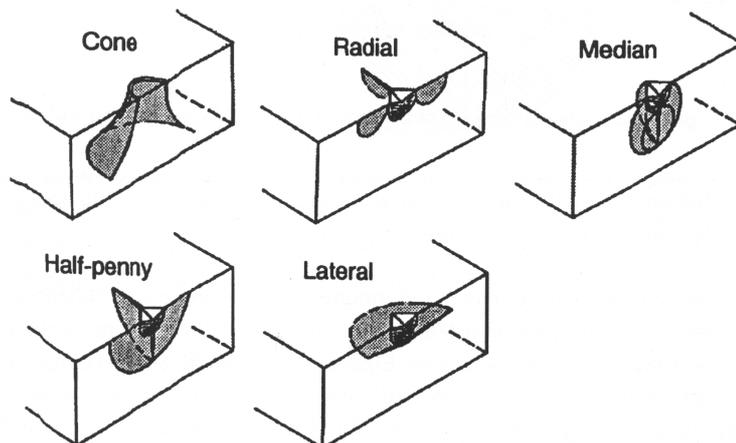


Abb. 2.14.: Rissmustereinteilung nach COOK und PHARR [18]

Eine Möglichkeit besteht in der Nutzung von Knoop-Härteeindrücken (siehe Abb. 2.15.). Bei dieser Methode werden Vierpunkt-Biegeproben verwendet, die vorher mit einem Knoop-Diamanten belastet werden [71, 79, 110, 122]. Es entsteht ein halb elliptischer Oberflächenriss, von dem bei Belastung der Bruch ausgeht. Ein Nachteil der Methode liegt in der Überlagerung der

an der Rissspitze auftretenden Zugeigenspannungen mit der angewandten Lastspannung. Die daraus resultierende Senkung der Bruchspannung kann zu einer Unterschätzung der Risszähigkeit führen. Die Zugeigenspannungen können durch geringes Abtragen der oberflächlichen Schicht oder durch Glühen verhindert werden.

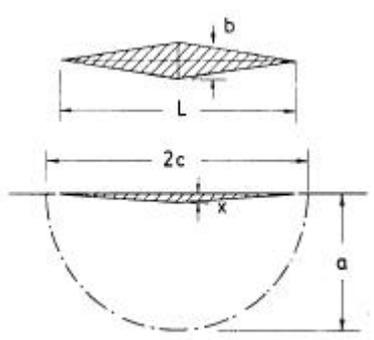


Abb. 2.15.: Ermittlung der kritischen Risszähigkeit mit Hilfe von Knoop-Härteeindrücken [92, 94]

Bei der zweiten möglichen Indentermethode erfolgt die Erzeugung eines scharfen Anrisses mit Hilfe eines Vickers-Härteeindrucks [22, 79, 121]. Die Bruchzähigkeit kann dabei auf zwei Wegen bestimmt werden (siehe Abb. 2.16.).

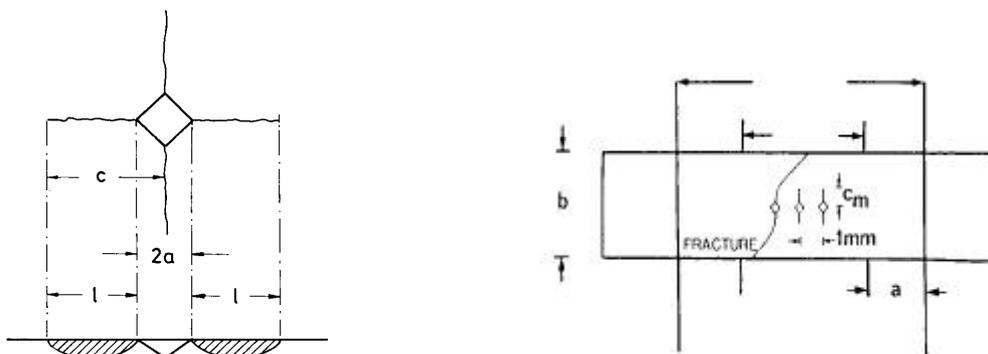


Abb. 2.16.: Risszähigkeitsbestimmung mit Hilfe der Indentermethode (links: Bestimmung des  $K_{Ic}$ -Wertes anhand des Rissmusters (radialer Riss) [94], rechts: Bestimmung durch den Vierpunkt-Biegeversuch nach Setzen der Härteeindrücke [67])

Zum Einen kann der  $K_{Ic}$ -Wert aus der Belastung des Indenters und aus der Dimension des hervorgerufenen Rissmusters ermittelt werden [5, 39, 67, 108, 109, 110, 119, 122]. Die zweite Möglichkeit besteht in der Erzeugung einer bestimmten Anzahl an Vickers-Härteeindrücken entlang der Mittellinie parallel zur Prüfkörperlängsachse. Anschließend werden die Prüfkörper

im Vierpunkt-Biegeversuch gebrochen [66, 67, 108, 109, 110, 128, 129]. Der  $K_{Ic}$ -Wert wird bei dieser Vorgehensweise aus der Indenterbelastung und der Biegefestigkeit berechnet.

Das Hauptproblem der verschiedenen Rissbildungsmethoden besteht in der Erzeugung von messbaren Rissen [86]. Die Defekte müssen eine nachvollziehbare Rissgeometrie besitzen [11] und auf relativ kleinen Prüfkörpern gesetzt werden können. Die Fraktographie bietet die Möglichkeit, die Lage, die Größe sowie die Geometrie des versagensauslösenden Risses bestimmen zu können [110]. Der Nachteil der Versagensanalyse und Bruchzähigkeitsbestimmung mit Hilfe der Fraktographie liegt in der technisch aufwendigeren Handhabung, da für die fraktographische Analyse ein SEM benötigt wird. Auf der Suche nach einer einfach anwendbaren Methode, die in jedem Labor durchführbar ist und kleine Prüfkörperabmessungen erfordert, soll die Indentermethode näher betrachtet werden.

SCHERRER stellte keine signifikanten Unterschiede bei der Gegenüberstellung der aus drei Untersuchungsmethoden (Indentermethode, Biegeversuch mit einheitlich tiefem Riss (SENB) sowie Indentermethode mit anschließendem Dreipunkt-Biegeversuch) resultierenden  $K_{Ic}$ -werte fest [108]. Zwischen den Methoden auftretende Abweichungen lagen unterhalb von 10%.

Dagegen erhielt TAIRA et al aus der Gegenüberstellung der Indentermethode zur SENB-Methode signifikant niedrigere  $K_{Ic}$ -Werte bei Anwendung der SENB-Methode [125]. TAIRA kritisierte in Bezug auf die SENB-Methode die Schwierigkeit der Erzeugung einheitlich tiefer Risse.

FISCHER/ MARX [27] vertreten die Meinung, dass die Indentermethode nur für eine grobe Ersteinschätzung der kritischen Risszähigkeit geeignet ist. Für die exakte Bestimmung der Risszähigkeit unbekannter Keramiken sollte auf andere Bestimmungsmethoden zurückgegriffen werden.

### **2.8.2. Bestimmung der Risszähigkeit mit Hilfe von Vickershärteeindrücken**

Die Indentermethode wurde erstmalig 1957 von PALMQVIST beschrieben [18, 37, 96, 105]. PALMQVIST verwendete die Indentermethode für die Bestimmung der Zähigkeit von Hartmetallen. Diese Methode nutzt die „Zusammenhänge zwischen Sprödigkeit eines Werkstoffes und der Länge und Zahl der Risse“ [2, 96].

Bei der Härteermittlung nach Vickers [2, 19, 30, 73] kommt eine vierseitige Diamantpyramide zur Anwendung. Die Pyramide besitzt einen Flächenöffnungswinkel von  $136^\circ$ . Die Vickershärte lässt sich aus dem Quotienten der aufgebrauchten Kraft und der Diagonale des Eindrucks berechnen.

Die Indentermethode basiert auf der Annahme, dass in spröden Materialien die Länge der von einem Härteeindruck ausgehenden Rissen den Gleichgewichtszustand zwischen Rissantriebskraft und Risszähigkeit widerspiegelt [66]. Das eigenspannungsfreie Vorliegen des Werkstoffs wird vorausgesetzt [96]. Um die Ausbildung von Eigenspannungen während des Setzens des Härteeindrucks zu verhindern, die nach der Entlastung zu einer unterkritischen Ausbreitung der Risse führen würden, sollten die erzeugten Rissmuster sofort nach dem Einbringen ausgemessen werden. Jede Prüfkörperoberfläche sollte poliert werden, um die vom Herstellungsprozess stammenden Restspannungen in der Oberfläche zu minimieren. MUNZ/ FETT empfehlen, das Setzen der Härteeindrücke in Öl vorzunehmen und die Festigkeit in einem inerten Medium zu ermitteln, da die umgebende Luft ein unterkritisches Risswachstum hervorrufen könnte [94].

Die Rissentstehung bei der Indentermethode durchläuft die in der Abb. 2.17. dargestellten Phasen [37, 66, 70, 94].

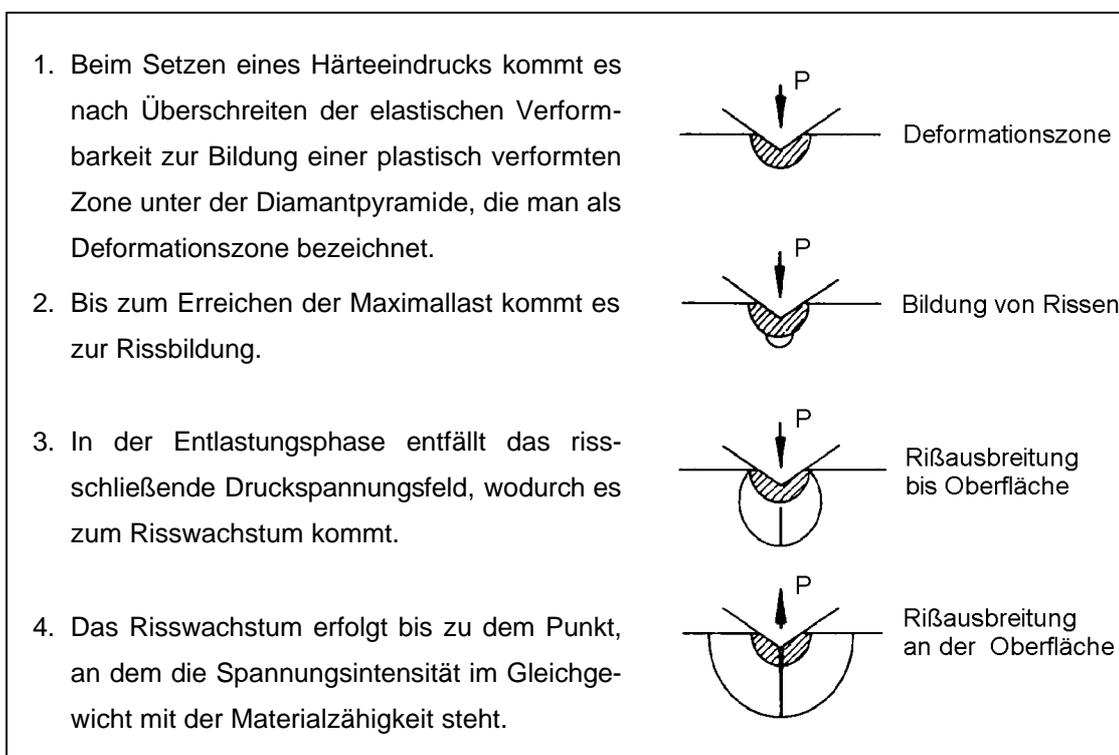


Abb. 2.17.: Phasen der Rissentstehung [94]

Beim Setzen von Vickershärteeindrücken werden vor allem radiale als auch mediane Rissmuster erzeugt [2, 68, 109]. Daneben können auch laterale Risse parallel zur Probenoberfläche auftreten [11, 18, 80, 122, 125].

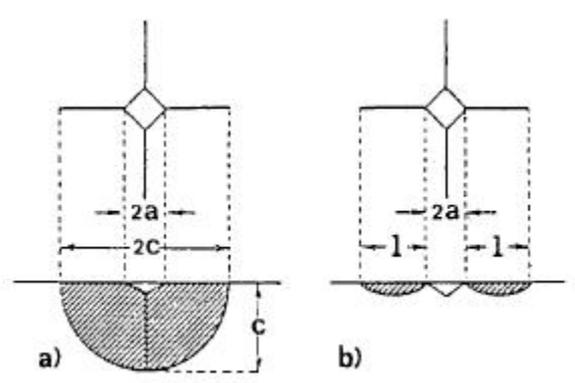


Abb. 2.18.: Schematische Darstellung des Rissverlaufs bei Vorliegen a) eines medianen Risses und b) eines radialen Risses (Palmqvistrisses) [67]

Der radiale Risstyp wird auch als Palmqvist-Riss bezeichnet. Radiale Risse gehen von den Eckpunkten des Härteeindrucks aus; dagegen verläuft ein medianer Riss kontinuierlich halbkreisförmig unter dem Härteeindruck (siehe Abb. 2.18.) [67, 70, 122, 125]. Palmqvistrisse entstehen bei geringer Lasteinwirkung, während der mediane Risstyp bei hoher Belastung auftritt [11]. Der vorliegende Rissmustertyp kann aus dem Verhältnis der Risslänge ( $c = l+a$ ) zur halben Eindrucksdiagonale ( $c/a$ ) bestimmt werden. In der Literatur weichen die Angaben ab, welches Verhältnis einem medianen oder radialen Rissmustertyp entspricht.

Palmqvist-Risse treten nach NIIHARA et al. auf, wenn das Verhältnis von  $3 < c/a < 3,5$  ist. Der mediane Risstyp liegt bei einem Verhältnis von  $2,5 < c/a < 3$  vor. In dem Bereich von  $c/a = 3$  ist nicht eindeutig, welches Rissmuster erzeugt wird [94].

Radiale Rissmustertypen entsprechen laut SCHERRER einem  $c/a$ -Verhältnis von  $>2$  bzw.  $>2,3$  [108].

KVAM dagegen nimmt bei einem  $c/a$ -Verhältnisses  $>3,5$  mediane Risse an, während bei einem  $c/a$ -Verhältnis  $<2,5$  Palmqvistrisse ausgebildet sind. Für den Bereich  $2,5 < c/a < 3,5$  ist der Rissmustertyp nicht eindeutig vorhersehbar [67].

Neben der Schwierigkeit der Einordnung der vorliegenden Rissmuster in Palmqvist- und mediane Risse, besteht ein weiteres Problem der Indentermethode in der Vielzahl der publizierten Rechenansätze [2, 3, 5, 11, 22, 37, 39, 63, 68, 71, 91, 92, 93, 94, 105, 108, 109, 119, 121, 125, 134].

*Rissmusterübergreifender Rechenansatz zur Bestimmung der Risszähigkeit*

(12) Nach ANSTIS  $K_{Ic} = 0,016 (E/H)^{1/2} Fc^{-3/2}$  H(20)

*Gleichungen zur Berechnung der Risszähigkeit für mediane, halbkreisförmige Rissmuster:*

(13) Nach LAWN / EVANS / MARSHALL  $K_{Ic} = 0,028 Ha^{1/2} (E/H)^{1/2} (c/a)^{-3/2}$  H(22)

(14) Nach NIIHARA  $K_{Ic} = 0,067 Ha^{1/2} (E/H)^{0,4} (c/a)^{-3/2}$  H(22)

*Gleichungen für die Risszähigkeitsbestimmung bei Vorliegen von Palmqvistrissen (radiale Risse):*

(15) Nach ANSTIS<sub>Munz/ Fett</sub>  $K_{Ic} = 0,032 Ha^{1/2} (E/H)^{1/2} (c/a)^{-3/2}$  H(20)

(16) Nach ANSTIS<sub>Munz</sub>  $K_{Ic} = 0,057 Ha^{1/2} (E/H)^{2,4} (c/a)^{-3/2}$  H(22)

(17) Nach NIIHARA  $K_{Ic} = 0,018 Ha^{1/2} (E/H)^{0,4} ((c/a) - 1)^{-1/2}$  H(20)

(18) Nach EVANS / CHARLES  $K_{Ic} = 0,16 Ha^{1/2} (c/a)^{-3/2}$  H(21)

(19) Nach LAWN / FULLER  $K_{Ic} = 0,0726 F/c^{3/2}$

Bei der Durchsicht der Literatur stellte sich heraus, dass für die beschriebenen Rechenansätze verschiedene Härtewerte genutzt werden.

$$H(20) = F/2a^2$$

$$H(21) = 0,47F/a^2$$

$$H(22) = 0,463F/a^2$$

Auch die Einteilung der Gleichungen in die beiden zu erwartenden Rissmustertypen erfolgt zum Teil gegensätzlich. Einen Überblick über die unterschiedliche Anwendung der Rechenansätze bietet die Tabelle 2.2..

Tab. 2.2.: Unterschiede in der Anwendung der Rechenansätze für die Bestimmung des  $K_{Ic}$ -Wertes

Gleichung	Medianes Rissmuster	Rissmusterübergreifend	Palmqvistrisse
(12)	H(20) [108, 109] H(22) [11, 68, 71]	H(20) [2, 39, 125, 134] H(22) [63, 105]	H(21) [3, 37, 119, 121]
(13)	H(22) [11, 71]		
(14)	H(20) [94] H(22) [11]		
(15)			H(20) [94]
(16)			H(22) [93]
(17)			H(20) [94] H(22) [71]
(18)	H(22) [71]		H(21) [22]
(19)	[71]		[5]