

Mechanische Eigenschaften urgeformter Mikroproben aus CuAl10Ni5Fe4, ZrO₂ und Si₃N₄

Zur Erlangung des akademischen Grades eines

Doktors der Ingenieurwissenschaften

von der Fakultät für Maschinenbau des
Karlsruher Instituts für Technologie (KIT)
genehmigte

Dissertation

von

Dipl.-Ing. Joachim Rögner

aus Crailsheim

Tag der mündlichen Prüfung: 29.10.2010
Hauptreferent: Prof. Dr.-Ing. habil. V. Schulze
Korreferent: Prof. Dr.-Ing. E. Kerscher

**So eine Arbeit wird eigentlich nie fertig,
man muss sie für fertig erklären,
wenn man nach Zeit und Umständen
das möglichste getan hat.**

Johann Wolfgang von Goethe, 16. März 1787
aus „Italienische Reise“, zweiter Teil

Vorwort

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Werkstoffkunde I des Karlsruher Instituts für Technologie (KIT) im Rahmen des Sonderforschungsbereichs (SFB) 499 „Entwicklung, Produktion und Qualitätssicherung urgeformter Mikrobauteile aus metallischen und keramischen Werkstoffen“ im Teilprojekt D2 „Mikromechanische Kennwerte“. Für die Finanzierung meiner Forschungsarbeiten danke ich der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG).

Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. Volker Schulze danke ich für die Ermöglichung der Durchführung sowie für die Mitbetreuung der Arbeit, die kritische Durchsicht des Manuskripts und die Übernahme des Hauptreferats. Gerne werde ich an die konstruktiven Diskussionen zurückdenken.

Herrn Prof. Dr.-Ing. Eberhard Kerscher danke ich die Betreuung der Arbeit, die zahlreichen Anregungen und Diskussionen sowie für die Durchsicht des Manuskripts und nicht zuletzt für die Übernahme des Korreferats.

Herrn Prof. Dr.-Ing. Tilmann Beck danke ich für die Betreuung der Arbeit und die vielfältigen Anregungen und Diskussionen.

Herrn Prof. Dr. Oliver Kraft danke ich für die Anregungen und Diskussionen im Rahmen der Projekttreffen sowie für sein Interesse an meiner Arbeit.

Herrn Prof. Dr.-Ing. Detlef Löhe danke ich für das mir entgegengebrachte Vertrauen und die Diskussionen im Rahmen der Arbeit.

Ein großer Dank gilt Herrn Dr.-Ing. Karl-Heinz Lang für freundliche Aufnahme in die Abteilung Schwingfestigkeit und für die ununterbrochene Diskussionsbereitschaft. Auch ein Dank für das Vertrauen und die Möglichkeit, Vorlesungen abhalten zu dürfen.

Den Herren Dr. Brando Okolo und Jens Maisenbacher danke ich für die zahlreiche Unterstützung sowie für die gute Zusammenarbeit, das Beisteuern von Mikrostrukturbildern und der zugehörigen Daten. Nicht unerwähnt lassen möchte ich auch die Herren aus der Werkstatt und der Technik, die maßgeblich am Auf- und Umbau sowie der Instandhaltung der Mikroprüfmaschinen beteiligt waren: Arndt Hermeneit, Sebastian Höhne, Ralf Rößler, Tobias Unger und Robert Welker. Dank schulde ich auch den Mitarbeiterinnen der Materialographie, die die diffizile Mikroprobenpräparation durchgeführt und die Schliffbilder sowie Bilder am Rasterelektronenmikroskop angefertigt haben: Adelheid Ohl, Alexandra Reif und Claudia Renschler. Ferner danke ich Patrice Brenner und Volker Zibat vom Laboratorium für Elektronenmikroskopie (LEM) für die Unterstützung am REM und FIB sowie die Einweisungen der bei mir tätigen Studenten. Ein Dank geht auch an Dr. Theo Fett und Dr.-Ing. Stefan Fünfschilling vom Institut für Keramik im Maschinenbau (IKM) für die Diskussionen rund um Fragestellungen keramischer Werkstoffe sowie für das Plasmaätzen der Proben.

Ein großer Dank geht auch an alle SFB-Kollegen. Für die Probenherstellung am Institut für Materialforschung III (IMF III) danke ich besonders Prof. Dr.-Ing. Gundi Baumeister und Dr. Marcus Müller. Am Institut für Produktionstechnik (wbk) gilt mein Dank Dr.-Ing. Matthias Schlipf für die Durchführung der effizienten Qualitätsregelkreise. Am Institut für Produkt-

entwicklung (IPEK) danke ich Peter Börsting und Dr.-Ing. Hans-Georg Enkler für die gemeinsamen Diskussionen im Rahmen der Dimensionierung von Mikrobauteilen.

Großen Dank schulde ich auch den Studenten, die im Rahmen von Studien-, Diplomarbeiten und/oder einer Tätigkeit als wissenschaftliche Hilfskraft in dem von mir bearbeiteten Projekt mitgewirkt haben. Im Einzelnen sind das: Steffen Becker, Tobias Brack, Matthias Bürckert, Daniel Davalos, Sebastian Friedl, Raphael Gukelberger, Martin Hammer, Heiner Hoffmann, Ilona Hoffmann, Andreas Löhlein, Tatjana Malischew, Philipp Miltner, Ann-Katrin Wimmer, Tillmann Zawirucha und Ran Zhou.

Außerdem danke ich allen meinen Kollegen am Institut für Werkstoffkunde I für die gute Zusammenarbeit, insbesondere danke ich Tobias Egly, Dr.-Ing. Andreas Kienzler, Dr.-Ing. Arne Klaska, Dr.-Ing. Thomas Schwind und Dr.-Ing. Kay Weidenmann für die zahlreichen Hilfestellungen, Anregungen und Diskussionen. Jörg-Martin Gebert danke ich für die Ultraschall-Phasen-Spektroskopiemessungen.

Ein Dank gilt auch Dr.-Ing. Markus Auhorn, der über seine Zeit im SFB hinaus meine Arbeit mit besonderem Interesse verfolgt hat.

Zum Schluss ein ganz besonderer Dank an meine Eltern Margit und Thomas für den stetigen Zuspruch, das Vertrauen, die Geduld und vor allem das Zuhören während meines Studiums und meiner Zeit am IWK I. Auch meinem Bruder Andreas mit Familie und meinen Freunden sei herzlich gedankt.

Kirchberg an der Jagst, im Oktober 2010
Joachim Rögner

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Kenntnisstand	5
2.1	Mechanische Prüfmethode in der Mikrotechnik	5
2.2	Größeneffekte der mechanischen Eigenschaften	8
2.3	Mikrourformen	12
2.3.1	Mikroguss metallischer Werkstoffe	12
2.3.2	Mikropulverspritzgießen keramischer Werkstoffe	14
2.4	Metallische Werkstoffe	18
2.4.1	Gefüge und Einflussfaktoren auf die Festigkeit beim Gussprozess	18
2.4.2	Aluminiumbronze – Gefüge und Aufbau	21
2.4.3	Aluminiumbronze – Eigenschaften	25
2.5	Keramische Werkstoffe	27
2.5.1	Festigkeit keramischer Werkstoffe	27
2.5.2	Statistische Bewertung und Weibulltheorie	31
2.5.3	Zirkoniumdioxid	34
2.5.4	Siliziumnitrid	38
3	Versuchswerkstoffe, Probenherstellung und Probenzustände	41
3.1	Probengeometrien	41
3.2	Aluminiumbronze	42
3.3	Zirkoniumdioxid	46
3.4	Siliziumnitrid	52
4	Versuchseinrichtungen und Versuchsdurchführungen	59
4.1	Probenvermessung	59
4.2	Mikroprüfmaschinen	62
4.2.1	Mikrouniversalprüfmaschine für Zug- und Biegeversuche	62
4.2.2	Mikrotorsionsprüfmaschine	65
4.2.3	Versuchsführung	67
4.3	Optische Dehnungsmessung	68
4.4	Ermittlung der mechanischen Kenngrößen	70

4.5	Fehlerrechnung.....	72
4.6	Charakterisierung des Gefüges.....	74
4.7	Fraktografie.....	74
4.8	Präparation mittels Focused Ion Beam.....	76
5	Untersuchungen an Aluminiumbronze.....	79
5.1	Quasistatische Zugbeanspruchung.....	79
5.2	Zyklische Zugbeanspruchung.....	90
5.3	Quasistatische Kerbzugbeanspruchung.....	94
5.4	Zyklische Kerbzugbeanspruchung.....	102
5.5	Quasistatische Torsionsbeanspruchung.....	106
5.6	Diskussion.....	110
6	Untersuchungen an Zirkoniumdioxid.....	125
6.1	Festigkeitsabschätzung.....	125
6.2	Biegeversuche.....	126
6.2.1	Charge A (HM / 1400 °C / 1 h).....	127
6.2.2	Charge B (HM / 1450 °C / 1 h).....	129
6.2.3	Charge C (HM / 1300 °C / 10 h).....	131
6.2.4	Charge D (HM / 1450 °C / 1 h).....	134
6.2.5	Charge E (HM / 1500 °C / 1 h).....	136
6.2.6	Charge F (HM / 1400 °C / 1 h).....	139
6.2.7	Charge G (LPIM / 1500 °C / 1 h).....	141
6.2.8	Charge H (LPIM / 1400 °C / 1 h).....	143
6.2.9	Chargen I (HM nano / 1450 °C / 1 h) und J (HM nano / 1300 °C / 10 h).....	146
6.2.10	Chargen K (HM nano / 1450 °C / 1 h) und L (HM nano / 1250 °C / 10 h)...	148
6.3	Risszähigkeitsversuche.....	150
6.4	Diskussion.....	151
7	Untersuchungen an Siliziumnitrid.....	165
7.1	Festigkeitsabschätzung.....	165
7.2	Biegeversuche.....	165
7.2.1	Charge 1 (HM / 1800 °C / 1 h).....	165
7.2.2	Charge 2 (HM / 1750 °C / 1 h).....	168

7.2.3	Charge 3 (HM / 1750 °C / 2 h).....	169
7.2.4	Charge 4 (HM / 1800 °C / 1 h).....	171
7.2.5	Charge 5 (HM / 1750 °C / 1 h).....	173
7.2.6	Charge 6 (HM / 1800 °C / 1 h).....	175
7.2.7	Charge 7 (HM / 1750 °C / 2 h).....	177
7.2.8	Charge 8 (HM / 1700 °C / 1 h).....	179
7.3	Risszähigkeitsversuche.....	181
7.4	Diskussion.....	182
8	Zusammenfassung.....	199
8.1	Aluminiumbronze.....	199
8.2	Zirkoniumdioxid.....	200
8.3	Siliziumnitrid.....	201
8.4	Bewertung der Werkstoffe.....	202
9	Verzeichnisse.....	205
9.1	Literatur.....	205
9.2	Veröffentlichungen im Rahmen dieser Arbeit.....	226
9.3	Zuordnung der Chargennamen.....	228
9.4	Anhang.....	229

Symbolverzeichnis

Formelzeichen	Einheit	Bedeutung
Lateinische Symbole		
a	mm bzw. μm	Risslänge
a	μm	Kerbtiefe
A	%	Bruchdehnung
a_0, b_0, c_0	μm	Gitterparameter
b	mm bzw. μm	Probenbreite
d	mm bzw. μm	Durchmesser
E	MPa	Elastizitätsmodul
f	Hz	Frequenz
G	MPa	Schubmodul
h	mm bzw. μm	Probenhöhe
i	-	Laufvariable
K	$\text{MPam}^{0,5}$	Spannungsintensitätsfaktor
K_{app}	$\text{MPam}^{0,5}$	aufgebrachter Spannungsintensitätsfaktor
K_c	$\text{MPam}^{0,5}$	kritischer Spannungsintensitätsfaktor
K_{Ic}	$\text{MPam}^{0,5}$	Risszähigkeit
K_{th}	$\text{MPam}^{0,5}$	Schwellenwert des Spannungsintensitätsfaktors
l	mm bzw. μm	Länge
m	-	Weibullmodul
m_{kor}	-	korrigierter Weibullmodul
n	-	Umfang der Stichprobe
N	-	Lastspielzahl
N_B	-	Bruchlastspielzahl
O	mm^2	Oberfläche
p	bar	Druck
r	mm bzw. μm	Radius
$R_{b,m}$	MPa	Biegefestigkeit
$R_{b,W}$	MPa	Biegewechselfestigkeit
R_D	MPa	Dauerfestigkeit
R_{KD}	MPa	Kerbdauerfestigkeit
R_{eS}	MPa	Streckgrenze
R_m	MPa	Zugfestigkeit
$R_{p0,2}$	MPa	0,2 %-Dehngrenze
R_t	μm	Rautiefe
R_{teS}	MPa	Schergrenze
$R_{tp0,2}$	MPa	0,2 %-Schergrenze
R_{tm}	MPa	Torsionsfestigkeit
R_W	MPa	Wechselfestigkeit
R_{KW}	MPa	Kerbwechselfestigkeit
R^2	-	Korrelationskoeffizient
s_a	μm	Wegamplitude
s_m	μm	Mittelwert des Maschinenwegs
T	$^{\circ}\text{C}$	Temperatur
t	h bzw. s	Zeit

t	μm	Probendicke
t_h	h	Haltezeit
T_m	$^{\circ}\text{C}$	Muffeltemperatur
T_S	$^{\circ}\text{C}$	Sintertemperatur
t_S	h	Sinterdauer
V	mm^3	Volumen
W	mm^3	Widerstandsmoment
x	-	freie Variable
x, y, z	-	kartesische Koordinaten
Y	-	Geometriefaktor
Y	-	Funktion

Griechische Symbole

Δ	-	Differenz
Δ	-	Standardabweichung
α, β, γ	$^{\circ}$	Winkel
$\alpha, \beta, \gamma, \kappa$	-	Gefügebezeichnung
α_K	-	Kerbformzahl
β_K	-	Kerbwirkungszahl
ε_{el}	%	elastische Dehnung
ε_{pl}	%	plastische Dehnung
ε_t	%	Totaldehnung
ε_x	%	Querdehnung
ε_y	%	Längsdehnung
γ	J/mm^2	spezifische Oberflächenenergie
γ_{el}	%	elastische Scherung
γ_{pl}	%	plastische Scherung
γ_t	%	Totalscherung
γ_B	%	Bruchschерung
φ	$^{\circ}$	Verdrehwinkel
v	-	Querkontraktionszahl
ρ	g/cm^3	Dichte
σ_a	MPa	Spannungsamplitude
σ_m	MPa	Mittelspannung
σ_n	MPa	Nennspannung
$\sigma_v^{(v.M.)}$	MPa	von Mises-Vergleichsspannung
σ_0	MPa	Charakteristische Festigkeit nach Weibull
τ	MPa	Schubspannung
ω	s^{-1}	Winkelgeschwindigkeit

Indizes

0	Ausgangsgröße
3PB	Dreipunktbiegung
4PB	Vierpunktbiegung
a	außen

a	Amplitude
app	applied = aufgebracht
b	Biegung
B	Bruch
c	kritisch
eff	effektiv
el	elastisch
eS	elastisch
h	halten
i	innen
I, II, III, IV, V	Nummerierung
K	Kerbe
m	mittel
max	maximal
min	minimal
mittel	arithmetisches Mittel
N	Nitridieren
P	Pore
pl	plastisch
t	Torsion
t	total
S	Sintern
u	untere

Abkürzungen

CVD	chemical vapour deposition
FIB	focused ion beam = fokussierter Ionenstrahl
HM	hot moulding = druckloses Heißgießen
LIGA	Lithographie, Galvanik, Abformung
LPIM	low pressure injection moulding = Niederdruckspritzgießen
MEMS	Mikro-Elektro-Mechanische-Systeme
PZT	partially stabilized zirconia
REM	Rasterelektronenmikroskop
SG	Schleuderguss
Stabw.	Standardabweichung
TZP	tetragonal zirconia polycrystals
UHCF	Ultra high cycle fatigue
UV	ultra violett
VBK	Verbindungskupplung
VDG	Vakuumdruckguss
ZTU	Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubild
µPIM	Mikro-Hochdruckspritzgießen

1 Einleitung

Seit vielen Jahren gibt es in weiten Bereichen der Forschung und Technik die Tendenz Bauteile, Komponenten und komplette Systeme zu miniaturisieren. Die Ziele sind dabei Rohstoffe, Kosten und Bauraum einzusparen sowie die Effektivität zu steigern. Vor allem in den Bereichen der Luft- und Raumfahrt und der Medizin existiert ein großes Interesse daran, technische Bauteile so klein und leistungsfähig wie möglich realisieren zu können. Diese Forschungsarbeiten ermöglichen die Entwicklung von Bauteilen und Systemen, die bisher nicht realisierbar waren. Gerade im medizinischen Bereich werden miniaturisierte Produkte genutzt: chirurgische Werkzeuge, intravaskuläre Stents und künftig evtl. Mikropumpen zur zielgenauen Dosierung von Medikamenten. Aber auch in Bereichen des alltäglichen Lebens begegnet man ständig mechanischen und elektronischen Mikrosystemen wie z. B. Sensoren im Automobil- und Flugzeugbau, Schreib- und Leseköpfen in optischen Laufwerken für CDs und DVDs sowie in den Köpfen von Tintenstrahldruckern.

Aus drei Gründen ist eine mechanisch optimierte Konstruktion für ein Makrobauteil anders als für ein Mikrobauteil: Größeneffekte, eine in der Mikrotechnik begrenzte Anzahl an geeigneten Werkstoffen und eine dort begrenzte Anzahl an Produktionsprozessen [Bur97].

In der Literatur zur technischen Forschung wird immer mehr von der Entwicklung, Produktion und Charakterisierung Mikro-Mechanischer- und Mikro-Elektro-Mechanischer-Systeme (MEMS) berichtet [Lee02, Gie02, Zha03a, Gie04, Hua05, Ish05, Bau07a, b, Ken07, Li07, Tan07, Wu07, Zha07]. Hierdurch lassen sich u.a. Sensoren entwickeln, die Daten mit einer deutlich höheren räumlichen Auflösung und Genauigkeit ermitteln als mit herkömmlichen Methoden und Sensoren. Beispielsweise haben bei der Untersuchung von lamellaren und turbulenten Grenzschichten in strömungstechnischen Komponenten (Tragflügel, Brennkammer etc.) mechanische Schubspannungswaagen Messflächen mit Durchmessern von 30 bis 420 μm [Zur84, Nit94]. Durch die Miniaturisierung lassen sich Sensoren herstellen, die eine örtliche Auflösung von nur einigen $100 \mu\text{m}^2$ bzw. die Strukturen im Mikrometerbereich aufweisen [Käl96, Pad97a, b, Bre99, Löf99, Hor04, Ete08].

Die heute am häufigsten genutzten Verfahren zur Herstellung von Mikrobauteilen arbeiten mit dem Prinzip der Lithographie oder der Ätztechnik. Hieraus ergeben sich aber bedeutende Einschränkungen. Die Verfahren sind meist erst ab einer großen Stückzahl wirtschaftlich und die Herstellprozesse schränken die Palette der möglichen Werkstoffe stark ein. Auch bei den Bauteilgeometrien existieren Einschränkungen. So können mit den üblichen Prozessen nur zwei- bis zweieinhalb-dimensionale Strukturen erzeugt werden. Um die Effektivität von mik-

omechanischen Komponenten auch in Zukunft weiter steigern zu können, muss die Werkstoffpalette um hochbelastbare Werkstoffe wie z. B. Metalle und Keramiken erweitert werden. Um insbesondere die Vielzahl von Mikrokomponenten und deren Anwendungsmöglichkeiten voranzutreiben, müssen Mikrokomponenten als echte dreidimensionale Strukturen hergestellt werden können [Zha03a, Chu05, Che08]. Hierbei bedarf es neuer Fertigungsstrategien und -techniken. Diese neuen Verfahren sollten sowohl für Klein-, Mittel- und Großserien wirtschaftlich genutzt werden können.

Aus diesem Grunde wurde von der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) der Sonderforschungsbereich (SFB) 499 eingerichtet [Spa03, Löh05]. In diesem SFB werden die „Entwicklung, Produktion und Qualitätssicherung urgeformter Mikrobauteile aus metallischen und keramischen Werkstoffen“ erforscht. Ein Ziel im SFB ist es, das erforderliche Wissen zu schaffen, um wirtschaftlich hochbelastbare, echte 3D-Mikrobauteile zu produzieren. Die für die Produktion benötigten Urformen werden mittels Mikrofräsen, Mikroerodieren und Mikrolaserablation erzeugt [Fle07]. Diese Verfahren werden in Konkurrenz zum LIGA-Verfahren (Lithographie, Galvanik, Abformung [Gut05]) entwickelt, das zurzeit das am häufigsten angewandte Verfahren zur Herstellung von Formwerkzeugen ist. Das LIGA-Verfahren ist sehr kostenintensiv und daher nur für die Großserienproduktion wirtschaftlich zu nutzen.

Für die Produktion werden die urformenden Verfahren Vakuumdruckguss (VDG) und Schleuderguss (SG) als Mikrogießverfahren (sehr gut geeignet für die Abformung von LIGA-Strukturen [Bau04b]) für metallische Werkstoffe und druckloses Heißgießen (HM = hot moulding), Niederdruck-Spritzgießen (LPIM = low pressure injection moulding) und Mikro-Hochdruck-Spritzgießen (μ PIM = micro powder injection moulding) für keramische Werkstoffe eingesetzt. Als Werkstoffe wurden in den bisherigen Phasen des SFB 499 der aus der Dentalmedizin bekannte Werkstoff Au58Ag23Cu12Pd5 (Handelsname: Stabilor[®] G) für den Mikroguss und die technische Keramik ZrO₂ für die pulvertechnischen Formgebungsverfahren genutzt. Die Goldbasislegierung, deren Festigkeit und Härte sich auf die Aushärtbarkeit, also die Bildung von intermetallischen Phasen, zurückführen lässt, erwies sich als empfindlich gegenüber Schwankungen der thermischen Randbedingungen beim Mikrogießen. Zur Ermittlung von mikrospezifischen Einflüssen von Kerben und mehrachsigen Beanspruchungen ist dieser Werkstoff daher weniger geeignet. Auf Grund der wie bei Stabilor[®] G guten Fließfähigkeits-, Formfüllungs- und mechanischen Eigenschaften wurde zusätzlich die eutektische Aluminiumbronze CuAl10Ni5Fe4 eingesetzt. Die Werkstoffpalette seitens der Keramiken wurde auf Grund der guten Pulververfügbarkeit sowie der mechanischen und tribologischen Eigenschaften um die Si₃N₄-Keramik erweitert. Da auf Grund von Größeneffekten, wie

z. B. dem Verhältnis von der Größe der plastischen Zone vor der Risspitze zur Bauteilgröße oder dem bei Mikrobau teilen stark geänderte Verhältnis von Oberfläche zu Volumen, die makroskopisch bekannten Werkstoffkennwerte nicht direkt auf den Dimensionierungsprozess in der Mikrotechnik übertragen werden können, wurden Zug-, Biege- und Torsionsversuche an Mikroproben mit mikrobauteilähnlichen Abmessungen (typischerweise 100 bis 300 μm), wie sie in Abbildung 1.1 dargestellt sind, durchgeführt. Da Bauteile auch im Mikrobereich Formübergänge aufweisen, die mit einer Kerbwirkung einhergehen und in den meisten Fällen zyklisch beansprucht werden, wurden im Rahmen dieser Arbeit verstärkt die Auswirkungen dieser Beanspruchungen ermittelt.

Im Rahmen des Teilprojekts D2 „Mikromechanische Kennwerte“ wurden Untersuchungen zum mechanischen Verhalten von urgeformten Mikrobau teilen aus keramischen und metallischen Werkstoffen unter ein- und mehrachsigen quasistatischen und zyklischen Beanspruchungen durchgeführt. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen werden in dieser Arbeit vorgestellt und die z. T. mikrospezifischen Effekte mit Hinblick auf die jeweiligen Herstellungsprozesse und die damit verbundenen Einflüsse auf die Mikrostruktur diskutiert. Die im Rahmen der herstellenden und charakterisierenden Teilprojekte ermittelten Prozess-Gefüge-Eigenschaft-Beziehungen dienen der Optimierung der im SFB 499 entwickelten und genutzten Prozesse und somit der Qualitätssicherung sowie der mikrogerechten Dimensionierung von Bauteilen.



Abbildung 1.1: Mikroproben (v. l.): Torsionsprobe, Zugprobe, Zahnrad, Biegeprobe.

2 Kenntnisstand

2.1 Mechanische Prüfmethode in der Mikrotechnik

Im Bereich der mechanischen Charakterisierung von Mikroproben und -bauteilen aus keramischen und metallischen Werkstoffen werden überwiegend Zug-, Biege- und Bruchversuche an massiven Probekörpern, dünnen Schichten oder Drähten durchgeführt. Weitere Testmethoden basieren üblicherweise auf Mikro-Indenterversuchen wie z. B. Härtemessung, Druck- und Ausdrückversuchen. Versuche zum Ermüdungsverhalten werden nur in geringer Zahl durchgeführt. Die Versuchseinrichtungen basieren meist auf on-chip-Prüfeinheiten, bei denen die Probe zusammen mit der Testeinheit hergestellt wird. Einen Überblick hierzu geben [Rut97, Obe00, Spe00, Sha02a, b, Wei02, All03, Haq03, Jad03, Sha03a, b, Vol08, Haz09].

Ferner sind auch die Methoden und Prozesse der Probenherstellung von großer Bedeutung, da diese sich auf die mechanischen Eigenschaften der Mikroproben auswirken (Prozess-Gefüge-Eigenschaft-Beziehungen, PGEB). Die Proben werden für die Anwendung in Mikro-Elektro-Mechanischen-Systemen (MEMS) überwiegend durch Ätzen [Con93], Mikro-Stereolithographie auf Dünnschichtbasis [Ber04] oder mittels fokussiertem Ionenstrahl (focussed ion beam = FIB) [Vol06] hergestellt. Diese Technik wird überwiegend zur Herstellung metallischer Proben für die Nanoindentation genutzt. Eine Übersicht über ausgewählte Untersuchungen der letzten Jahre an Mikroproben liefert Tabelle 2.1. Darin sind neben der Versuchsart, der Probengeometrie und -herstellung auch der untersuchte Werkstoff sowie die Ergebnisse der Versuche zusammengefasst.

Auf zwei weitere Literaturstellen wird hier etwas ausführlicher eingegangen, um den Effekt veränderter Größenverhältnisse zu verdeutlichen. Bei den Untersuchungen des Dehnungsverhaltens von Kupfer- und Aluminiumschichten mit Dicken zwischen 10 und 250 μm wird eine starke Größenabhängigkeit festgestellt [Kle01]. Diese wird mit einer reduzierten Anzahl aktiver Gleitsysteme auf Grund des Verhältnisses Körngrößen-zu-Filmdicke (d/t) erklärt. Für das Bruch- und Ermüdungsbruchverhalten wurde ebenfalls eine Abhängigkeit bzgl. des d/t -Verhältnisses gefunden, da mit zunehmendem t ein Wechsel vom ebenen Spannungs- hin zum ebenen Dehnungszustand stattfindet.

Anhand von FIB-präparierten Mikroproben ($50 \times 10 \times 10 \mu\text{m}^3$) im Vergleich mit makroskopischen Proben ($11,4 \times 2 \times 1,6 \text{ mm}^3$) aus Fe-3 % Silizium fand [Tak07] eine klare Größenabhängigkeit des Bruchverhaltens. Die mehrere Millimeter großen Proben versagen spröde, während die Mikroproben duktilen Bruch aufweisen. Dies wird auf die unterschiedlichen Ver-

Tabelle 2.1: Übersicht über die in den vergangenen Jahren durchgeführten Untersuchungen an Mikroproben.

Versuchsart	Probenform und -abmessung	Werkstoff	Probenherstellung	Ergebnis bzw. untersuchte Eigenschaft	Quelle
Biegung qst.	Membran 0,1 - 0,5 μm dick	Au	-	Mechanischen Eigenschaften abhängig von der Membrandicke	[Esp03]
Zug qst./zykl.	Dünnschicht; Messstrecke 400 x 200 μm^2	Ni	LIGA	höhere Festigkeiten und Ermüdungswiderstand als makroskopische Schichten	[Yan07]
Biegung qst./zykl.	Kerbbalken 2 x 20 x 500 μm^3	polykristallines Si	CVD	erwarteter Dickenzuwachs der Oxidschicht im Kerbgrund nicht beobachtet	[Kah08]
Biegung zykl.	Balken	austenitischer Stahl	walzen	Dauerfestigkeit höher als bei Makroproben	[Zha03b, Zha06a]
Risszähigkeit	Kerbbalken 400 x 1000 x 1010 μm^3 400 μm tiefe Kerbe	Ni	UV-LIGA	$K_{Ic} = 53,4 \text{ MPam}^{0,5}$	[Dai06]
Risszähigkeit	Dünnschicht 25 und 175 μm dick	Ni	LIGA	plastische Eigenschaften	[Shr03]
Biegung	Balken 5 x 1 mm^2 48 bis 200 μm dick	Si	-	Abhängigkeit der Bruchfestigkeit von der Probendicke	[Sch07]
Druck	Ringstruktur 230 – 500 μm dick	Si	Ätzen	starker Einfluss der Herstellung; Festigkeiten von 1200 bis 4600 MPa	[Che00]
Risszähigkeit	Dünnschicht 5 bis 10 μm dick	metallische Gläser	Sputtern	Risszähigkeit nimmt mit steigender Glühzeit nahe der Glasübergangstemperatur ab	[Zha06b]
Zug qst.	gekerbter Dünnschicht 0,25 μm dick	Al	-	Festigkeit steigt bei dünneren Schichten im Vergleich zu makroskopischen Proben	[And07]
Zug qst.	Kerbradien 1 bis 8 μm	polykristallines Si	-	ab Kerbradien < 3 μm beginnt Versagen nicht mehr durch die kritische Spannung an der Kerbe	[Kna03]

hältnisse zwischen Probenquerschnitt und der Größe der plastischen Zone vor der Risspitze zurückgeführt, die bei den Mikroproben kleiner 1 sind, während sie bei den Makroproben deutlich größer 1 sind [Tak07].

Für die Untersuchungen von mikromechanischen Eigenschaften werden fortlaufend neue Versuchseinrichtungen entwickelt oder bestehende erweitert. [Buc03] entwickelte eine neue, zylindrische Nanoindenterspitze. In [Lan06] wird eine Zugprüfmaschine für Submikroproben aus Polymeren mit nur einigen 100 nm Dicke vorgestellt. [Bam06] beschreibt eine neu entwickelte Zugprüfeinheit für in situ-Messungen mittels Rasterkraftmikroskopie für Probengeometrien zwischen $0,01 \times 1 \times 20$ und $2 \times 8 \times 100 \text{ mm}^3$.

Bezüglich einer Torsionsbeanspruchung in Mikrostrukturen gibt es nur eine geringe Anzahl an Veröffentlichungen. Es wird von einer Torsionsprüfmaschine zur Schubmodulbestimmung an Proben aus Silizium und LIGA-Metallen mit rechteckigen Querschnittsabmessungen von einigen 10 μm berichtet [Sch98]. Entsprechende Versuche werden auch an Einzelfasern mit Durchmessern zwischen 5,5 und 18,1 μm aus Carbon, Siliziumkarbid, K- und G-Glas sowie Kevlar 49 durchgeführt [Tsa99]. Auch werden Hohlzylinder aus nanokristallinen Werkstoffverbunden aus WC-Co (300 μm dick) und Aluminium (250 μm) unter Torsion getestet [Bar03]. Von Torsions- und Zugversuchen an Mikroproben aus Siliziumeinkristallen mit Abmessungen von 40 bis 60 μm Dicke, 50 bis 90 μm Breite und 200 bis 340 μm Länge berichtet [Fav04]. Die Bruchlast bei der Torsionsbeanspruchung ist 6 % höher als bei der Zugbeanspruchung. Ein Vergleich der experimentellen Ergebnisse mit den aus energetischen Rechnungen zu erwartenden Bruchlasten ergibt im Versuch eine um 29 % höhere Last bei Bruch für die Torsionsbeanspruchung.

Zusammenfassend kann gesagt werden, dass zu den heute „üblichen“ Prüfmethode in der Mikrotechnik Zug- und Biegeversuche sowie in geringerem Maße Torsions- und Risszähigkeitsversuche durchgeführt werden. Die am häufigsten verwendeten Werkstoffe für Mikroproben sind Silizium und Nickel. Meist werden Mikroproben über Abscheideverfahren direkt mit der endgültigen Probengeometrie oder durch Präparation z. B. mittels FIB-Technik aus Dünnschichten hergestellt. Urformende Herstellverfahren wie der Mikroguss oder μPIM für metallische und keramische Werkstoffe werden nicht verwendet. Daher werden die Einflüsse herstellbedingter Guss- bzw. Sinterhäute nicht betrachtet. Die Untersuchungen, über die in der Literatur berichtet werden, haben meist ausschließlich die Analyse des Materialverhaltens zum Ziel (z. B. die Mechanismen der Versetzungsbewegung). Von Untersuchungen im Hinblick auf die Ingenieurwissenschaften mit Bezug auf die Dimensionierung und Herstellung von Mikrokomponenten wird nicht berichtet.

2.2 Größeneffekte der mechanischen Eigenschaften

Die mechanischen, physikalischen und thermischen Eigenschaften von Bauteilen ändern sich mit ihrer Größe. Zum Teil ist bei Größenänderungen über weite Bereiche der Längenskala keine Veränderung der Eigenschaften zu messen. Sobald aber für eine bestimmte Eigenschaft eine charakteristische Länge (für die Funktionalität eines physikalischen Mechanismus) einer geometrischen Größe gleich kommt, ändert sich diese Eigenschaft erheblich [Arz98]. Problematisch wird es auch, wenn verschiedene Eigenschaften unterschiedlich mit der Größe skalieren. Wird z. B. der Durchmesser eines Zylinders halbiert, kann nur noch ein Achtel des Drehmoments übertragen werden.

Grundlegende Untersuchungen zu den Größeneffekten erfolgten bereits durch da Vinci (1442-1519), Galilei (1564-1642) und Mariotte (um 1620-1684). Aber erst im frühen 20. Jahrhundert gibt es auf diesem Gebiet nennenswerte Fortschritte. Griffith (1893-1963) untersuchte Glasfasern unterschiedlicher Dicke aber gleicher Länge. Dabei stellte er fest, dass die Festigkeit mit kleiner werdendem Durchmesser um das zehnfache bis zwanzigfache ansteigt. Die Diskussionen und die experimentellen Ergebnisse führten zur Theorie des schwächsten Kettenringes (weakest-link-Konzept), auf der die statistische Festigkeitsbewertung von Weibull (1887-1979) basiert [Wei39, Wei51].

Die sich aus der Weibulltheorie (siehe auch Kapitel 2.5.2) ergebenden Parameter σ_0 und m sind werkstoff- und zustandsabhängige Größen. Hierbei ist σ_0 die charakteristische Festigkeit von identischen Probekörpern und m ein Maß für die Streuung der Festigkeit. Je größer m ist, desto kleiner ist die Streuung. Entsprechend des weakest-link-Konzepts ist σ_0 zusätzlich vom belasteten Volumen abhängig. Bei ansonsten identischen Ausgangsbedingungen steigt bei abnehmender Proben- bzw. Bauteilgröße die Festigkeit an, da die Wahrscheinlichkeit für das Vorhandensein eines kritischen (versagensauslösenden) Fehlers bei kleinerem Volumen abnimmt. Dieser Effekt hängt ferner auch von m ab: Je kleiner m ist, desto stärker ist seine Auswirkung [Qui91]. Unter der Voraussetzung, dass zwei Bauteile mit unterschiedlichen Volumina V_1 und V_2 vorliegen, die bzgl. Material, Gefügestruktur und Defektverteilung identisch sind und gleich belastet werden, verhalten sich die Festigkeiten $\sigma_{c,1}$ und $\sigma_{c,2}$ gemäß Gleichung (2.1):

$$\frac{\sigma_{c,1}}{\sigma_{c,2}} = \left(\frac{V_2}{V_1} \right)^{\frac{1}{m}} \quad (2.1)$$

Hierbei ist postuliert, dass die Versagensursache ein Volumenfehler ist. Ist die Versagensursache ein Oberflächendefekt, so kann Gleichung (2.2) verwendet werden. S_1 und S_2 sind hierbei die Oberflächen der beiden Bauteile.

$$\frac{\sigma_{c,1}}{\sigma_{c,2}} = \left(\frac{S_2}{S_1} \right)^{\frac{1}{m}} \quad (2.2)$$

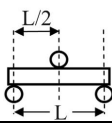
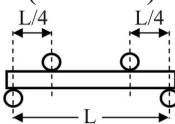
In den meisten Fällen liegt in Bauteilen eine inhomogene Spannungsverteilung vor. Dann müssen die Volumina und Oberflächen in den Gleichungen (2.1) und (2.2) durch effektive Volumina bzw. effektive Oberflächen ersetzt werden. Diese ergeben sich nach den Gleichungen (2.3) und (2.4) durch Integration der Funktion g über das Volumen bzw. die Oberfläche. Dabei beschreibt die Funktion g das Verhältnis der räumlichen Spannungsverteilung $\sigma(x,y,z)$ zur versagensauslösenden Maximalspannung σ_{\max} .

$$V_{\text{eff}} = \int g(x, y, z)^m dV \quad (2.3)$$

$$S_{\text{eff}} = \int g(x, y, z)^m dS \quad (2.4)$$

Quinn hat in seinen Arbeiten die effektiven Volumina und die effektiven Oberflächen für rechteckige und zylindrische Geometrien unter Biegebeanspruchungen berechnet [Qui03a, b]. In Tabelle 2.2 sind die für diese Arbeit relevanten Gleichungen zusammengefasst.

Tabelle 2.2: Effektive Volumina V_{eff} und effektive Oberflächen S_{eff} für rechteckige und quadratische Geometrien unter 3-Punktbiegung und 4-Punktbiegung [Qui03b].

	V_{eff} (Quadrat/Rechteck)	S_{eff} (Quadrat)	S_{eff} (Rechteck)
3-Punktbiegung 	$\frac{V}{2} \cdot \frac{1}{(m+1)^2}$	$\frac{S}{4} \cdot \frac{m+2}{(m+1)^2}$	$L \cdot \frac{h+b(m+1)}{(m+1)^2}$
4-Punktbiegung (1/4-Punkt) 	$\frac{V}{4} \cdot \frac{m+2}{(m+1)^2}$	$\frac{S}{8} \cdot \frac{(m+2)^2}{(m+1)^2}$	$L \cdot \frac{[h+b(m+1)](m+2)}{2(m+1)^2}$
Mit: Gesamtvolumen $V = bhL$, Gesamtoberfläche $S = 2L(b+h)$ Abstand L zwischen äußeren Auflagerpunkten, Höhe h und Breite b der Probe			

Nach [Sal07] lassen sich mit diesen Gleichungen die aus Zug-, 3- und 4-Punktbiegeversuchen ermittelten Festigkeitswerte über V_{eff} ineinander umrechnen. Somit gilt für die Festigkeiten einer Probe im 3- und 4-Punktbiegeversuch der Zusammenhang:

$$\frac{\sigma_{3PB}}{\sigma_{4PB}} = \left[\frac{1}{2}(m+2) \right]^{\frac{1}{m}} \quad (2.5)$$

Der bisher beschriebene Größeneinfluss beruht auf der Wahrscheinlichkeit für das Vorhandensein eines versagensauslösenden Fehlers. Daher wird er auch als statistischer Größeneffekt bezeichnet. In der Literatur wird auch von einem spannungsmechanischen Größeneffekt berichtet. Dieser beruht auf unterschiedlichen Auswirkungen von Spannungsgradienten und der Stützwirkung des umgebenden Materials. So treten bei einer uniaxialen Beanspruchung an glatten, zylindrischen Proben aus 30 CrNiMo 8 bei Durchmessern zwischen 23 und 181 mm keine nennenswert unterschiedlichen Festigkeiten auf, sodass kein Größeneffekt zu erkennen ist [Klo79, Mag81]. Bei uni- und biaxialen Beanspruchung mit Spannungsgradienten (Biegung bzw. Torsion) ist die Stützwirkung des Materials entsprechend des Spannungsgradienten ausgeprägt. So misst [Klo79] bei Biegeversuchen an Rundproben aus 30 CrNiMo 8 und 37 Cr 4 mit Durchmessern von 10 bis 100 mm bei sinkenden Durchmessern höhere Biege-wechselfestigkeiten. Bei Zugversuchen an Kupferdrähten mit Durchmessern zwischen 12 und 170 μm ist nach [Fle94] kein Größeneffekt zu erkennen. Bei Torsionsversuchen an diesen Drähten sind mit zunehmendem Durchmesser sinkende Torsionsfestigkeiten und eine steigende Duktilität festzustellen. Die Ursache liegt laut [Fle94] in einer geometrisch notwendigen, höheren Versetzungsdichte auf Grund der torsionsbedingten Spannungsgradienten.

Zudem ist auch das Verformungsverhalten der Körner an der Oberfläche von Bedeutung. Körner an einer freien Oberfläche verhalten sich anders als Körner im Volumen. Dies gilt insbesondere, wenn die Oberfläche eine Passivierungsschicht bildet. Die Wechselwirkung von Versetzungen und Oberfläche ist hier entscheidend. Nach Hall-Petch können Versetzungen die Korngrenze nicht überwinden, während sie an einer freien Oberfläche austreten können. Demnach ist die Korngröße ein entscheidender Parameter. [Miy79a] untersucht die Fließspannung von polykristallinem Al, Cu und Cu mit 13 Ma-% Al und Fe in Abhängigkeit von der Korngröße und der Probendicke. Das Verhältnis Probendicke (t) zu Korngröße (d) wird je nach Werkstoff zwischen 1 und 10 bzw. 1 und 50 variiert. Dabei nimmt die Fließspannung mit abnehmender Probendicke ab, wenn ein kritisches Verhältnis von t/d unterschritten wird. Dieses kritische Verhältnis nimmt mit der Korngröße und der Stapelfehlerenergie zu. In [Miy79b] wird festgestellt, dass die Fließspannung und das kritische Verhältnis auch von der Probengeometrie (Flach- oder Rundprobe) abhängig sind.

In der Literatur ist auch ein deterministischer (oder auch energetischer) Größeneffekt beschrieben, der dem spannungsmechanischen Größeneffekt zuzuordnen ist [Baž99]. Dieser beschreibt einen energetischen Ansatz für spröde und quasispröde Werkstoffe. Hier wird be-

schrieben, dass die für den Rissausbreitungsprozess wirksame mechanische Spannung von der Stützwirkung des Materials und den Spannungsgradienten anhängig ist. Für unterschiedliche Probengrößen ist die Prozesszone größenunabhängig, jedoch sind die Größen der stützenden bzw. entlastenden Bereiche sowie die Energiefreisetzung bei Rissfortschritt von der Probengröße abhängig. Nach Bažant existieren für die Größeneffekte bei quasipröden Werkstoffen sechs Grenzfälle [Baž09]: kleine und große Strukturen, Bruchausgang an einer glatten Oberfläche oder ausgehend von einer scharfen Kerbe und die Grenzfälle des rein statistischen und energetischen Verhaltens. Bažant versucht ein universelles Gesetz herzuleiten, das die Größeneffekte für alle Mischformen innerhalb der oben genannten Grenzen beschreibt [Baž00, Baž09].

Ein weiterer größenbedingter Einfluss auf das mechanische Verhalten wird als technologischer Größeneffekt bezeichnet. Hierunter werden alle Faktoren verstanden, die technologiebedingt von der Bauteilgröße abhängen: Die Mikrostruktur und der Oberflächenzustand. Die Mikrostruktur wird durch unterschiedliche mechanische und thermische Randbedingungen bei der Herstellung beeinflusst und hängt somit von der Bauteilgröße ab. Ebenso verhält es sich beim Oberflächenzustand: So ist z. B. die Rauheit bezogen auf die absoluten Abmessungen bei Mikrobauteilen größer und der Eigenspannungszustand einer verfestigten Randschicht (aus einer thermischen oder mechanischen Oberflächenbehandlung) ist bei variierten Bauteilgrößen unterschiedlich. In diese Kategorie zählt auch der metallurgische Größeneinfluss [Ber79]. Bei der Herstellung von Gussteilen werden die Erstarrungs- und Abkühlungsbedingungen stark von der Bauteilgröße beeinflusst. Diese haben einen ausgeprägten Einfluss auf die Gefügeentwicklung und damit auf die mechanischen Eigenschaften [Ber79]. Unter dem Begriff des technologischen Größeneffekts werden auch größenabhängige Parameter bei der mechanischen Bearbeitung und Herstellung z. B. mittels Dreh-, Fräs- und Schleifprozessen von Mikrobauteilen und -strukturen verstanden [Vol09].

In der aktuellen Literatur werden Simulationen zur Modellbildung genutzt, um die Auswirkungen der unterschiedlichen Größeneffekte zu beschreiben. [Hen08] entwickelt ein Modell zur Berechnung der Fließspannung unter der Berücksichtigung der plastischen Anisotropie als Funktion des Korngrößen-zu-Probengrößen-Verhältnisses, relativer Probenlänge, Anzahl der Körner im Probenquerschnitt, Textur sowie der aktiven Gleitsysteme. Die Ergebnisse des Modells liefern eine gute Übereinstimmung mit experimentellen Ergebnissen.

Einen umfassenden Überblick über die unterschiedlichen Größeneffekte und deren Einteilung bieten [Arz98, Baž99, Sao06, Vol08, Baž09, Vol09].

2.3 Mikrounformen

2.3.1 Mikroguss metallischer Werkstoffe

Zur Herstellung von Gussformen werden über Massenproduktionsverfahren, wie z. B. das Hochdruckspritzgießen, Modelle aus Kunststoff oder Wachs hergestellt. Wie in Abbildung 2.1 dargestellt ist, werden diese Modelle auf einem Gussbaum montiert und in keramischen Schlicker eingegossen. Die dadurch entstandene Form wird erhitzt, wobei die Kunststoff- bzw. Wachsmodelle ausschmelzen und die Keramik gebrannt wird. In die so entstandene Gussmuffel wird in unterschiedlichen Gussverfahren die metallische Schmelze eingebracht. Nach der Erstarrung wird die keramische Form zerstört und das Gussstück gereinigt. In einem letzten Schritt werden die Angussteile entfernt. Im Rahmen des SFB 499 werden die Gussverfahren Vakuumdruckguss und Schleuderguss angewendet. Diese werden im Folgenden beschrieben.

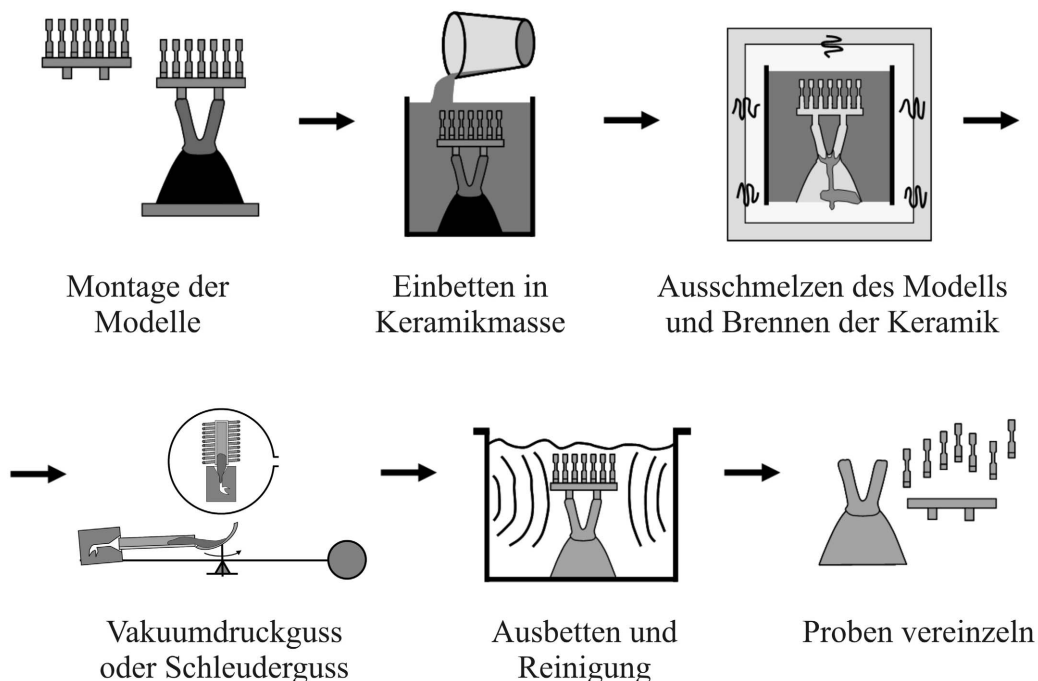


Abbildung 2.1: Ablaufschema für den Mikroguss metallischer Werkstoffe [nach Wöl100].

Vakuumdruckguss (VDG)

Abbildung 2.2 zeigt schematisch den Vakuumdruckgussvorgang. Zur Vermeidung des Eindringens von Luft und der Oxidation der Metallschmelze befindet sich der gesamte Schmelzofen in einer evakuierbaren Kammer. Der Tiegel wird mit der erforderlichen Menge an Metall befüllt und bis zur Gießtemperatur aufgeheizt. In der Zwischenzeit wird die Abgussmuffel in einem Vorwärmofen auf eine definierte Temperatur erwärmt und anschließend in der Kam-

mer über dem Schmelztiegel positioniert. Die Kammer wird geschlossen und auf etwa 0,1 bar evakuiert. Der Kessel wird um 180° gedreht, sodass die Schmelze durch ihr Eigengewicht in die Gussform fließt. Wenn die Schmelze die Kavitäten in der Gussform vollständig abschließt, wird der Kessel mit Luft bei einem Druck von 3 bis 4 bar beaufschlagt. Auf Grund der Druckdifferenz zwischen Kavität und Kammer wird die Schmelze in die Formen der Mikrobauteile gedrückt. Anschließend erstarrt die Schmelze und die Gussform kann nach dem Zurückschwenken der Kammer in die Ausgangslage entnommen werden [Wöl00, Bau05b].

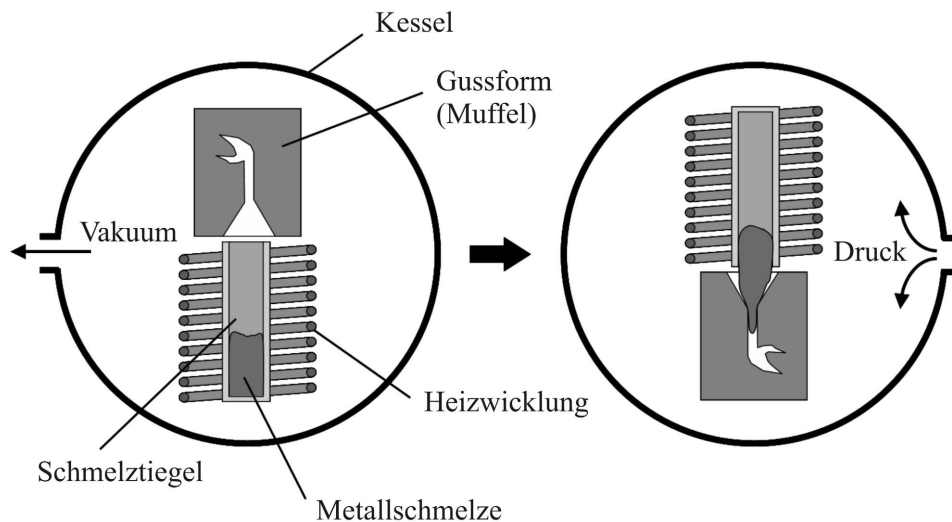


Abbildung 2.2: Schema des Vakuumpressguss [nach Wöl00].

Schleuderguss (SG)

Das Schema des Schleudergusses ist in Abbildung 2.3 dargestellt. Beim Schleuderguss befindet sich die gesamte Apparatur in einem Behälter, der evakuiert und mit einem Schutzgas befüllt werden kann. Die für den Abguss erforderliche Menge an Metall wird hier mittels eines Lichtbogens in einer Schutzatmosphäre aus Argon geschmolzen. Die Gussvorrichtung rotiert während des Gussvorgangs mit 150 bis 3000 min^{-1} [Bau05b]. Durch die Zentrifugalkraft wird die Schmelze aus dem Tiegel über den Angusskanal in die Gussform gedrückt. Das Gegengewicht ist erforderlich, um eine unzulässige Unwucht bei der Rotation zu vermeiden. Der bei der Rotation erzielte Druck auf die Schmelze in der Gussform hängt, wie in Abbildung 2.4 dargestellt, von den Radien r_i (Abstand Drehmittelpunkt zur Angussoberfläche) und r_a (Abstand Drehmittelpunkt zum Boden der Gussform), von der Winkelgeschwindigkeit ω und von der Dichte ρ der Schmelze ab. h ist die Höhe der Schmelze in der Gussform. Eine Schmelze erfährt somit einen Fülldruck p von [Wöl00, Tsa04]:

$$p = \frac{1}{2} \rho \omega^2 (r_a^2 - r_i^2) \quad (2.6)$$

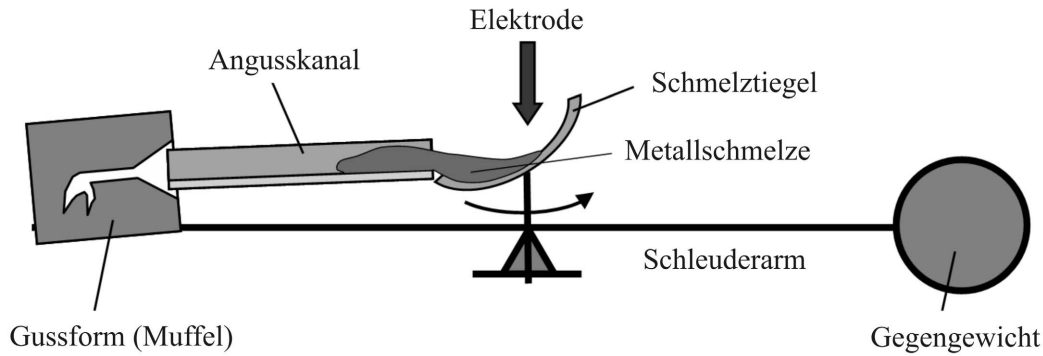


Abbildung 2.3: Schema des Schleudergussverfahrens [nach Wöl00].

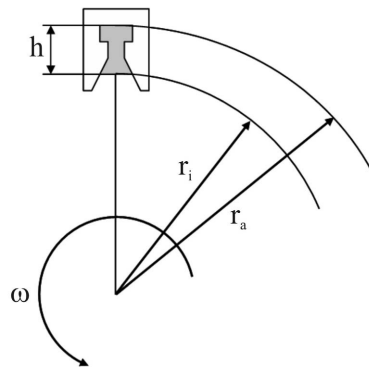


Abbildung 2.4: Geometrische Größen beim Schleudergussverfahren [Wöl00].

Nach [Fac03] ist die Gefahr von Gasporosität beim Schleuderguss verglichen mit Vakuumdruckguss auf Grund der größeren Turbulenz beim Füllen der Gussform höher. Weiterhin können beim Schleuderguss zu niedrige Drehzahlen ebenfalls zu einer höheren Porosität als beim Vakuumdruckguss führen [Ott92a]. Der Vorteil dieses Verfahrens liegt u.a. in der höheren Abblende Genauigkeit auf Grund des höheren Fülldrucks während des Gussprozesses.

2.3.2 Mikropulverspritzgießen keramischer Werkstoffe

Bei der Abformung keramischer Werkstoffe in der Mikrotechnik eignet sich besonders das Verfahren des Pulverspritzgießens, das aus der Makrowelt für Großserienproduktionen bekannt ist. Dieses Herstellungsverfahren wird für Anwendung in der Mikrotechnik weiterentwickelt. Auf Grund der kostenintensiven Entwicklung geeigneter keramischen Formmassen für miniaturisierte Bauteile sowie teure Formeinsätze und Standzeiten für einen Formeinsatzwechsel ist dieses Verfahren ungeeignet, um Machbarkeitsstudien mit neuen Werkstoffen und zahlreichen Formmassenvariationen durchzuführen. Hierfür sind Techniken für die Kleinserienherstellung wie z. B. das Niederdruckspritzgießen (low pressure injection moulding = LPIM) geeignet [Bau02b, Kni03]. Eine spezielle Variante des Niederdruckspritzgießens ist

das drucklose Heißgießen (hot moulding = HM). Dieses Verfahren ist als rapid-prototyping-Verfahren prädestiniert für die Untersuchung der Eignung von keramischen Formmassen für miniaturisierte Bauteile. Mit diesem Verfahren wurden die meisten in dieser Arbeit untersuchten keramischen Proben hergestellt.

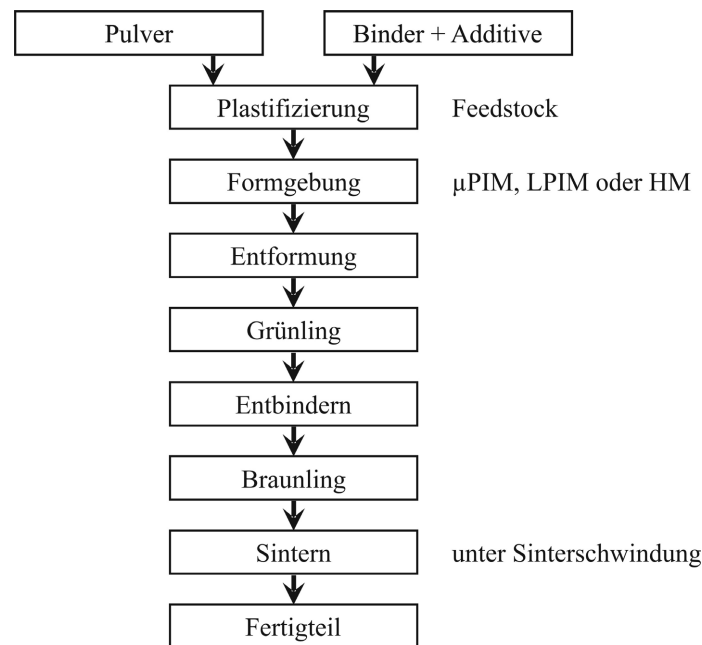


Abbildung 2.5: Ablauf der pulvertechnologischen Gießverfahren für keramische Werkstoffe.

Der allgemeine Ablauf pulvertechnologischer Gießverfahren für keramische Werkstoffe ist in Abbildung 2.5 dargestellt. Das keramische Pulver wird zunächst mit einem Bindemittel und Additiven vermischt. Die dabei entstehende Formmasse wird Feedstock genannt. Als Bindemittel werden beim LPIM und HM niedrigschmelzende Paraffine und Wachse verwendet, während beim μ PIM (micro powder injection moulding) thermo- und duroplatische Polymere eingesetzt werden. Die Bindemittel erhöhen die Festigkeit und Zähigkeit des Presskörpers. Über die Zugabe von Additiven wird die für das Herstellungsverfahren erforderliche Viskosität eingestellt. Diese ist maßgeblich für die vollständige Füllung der Strukturdetails der Gießform. Die Viskosität des Feedstocks liegt für das drucklose Heißgießen zwischen 1 und 20 Pas bzw. 100 bis 1000 Pas beim Hochdruckspritzgießen. Zur Formfüllung sind daher für das μ PIM höhere Feedstocktemperaturen und ein höherer Fülldruck als beim HM erforderlich. Die wesentlichen Unterschiede der Gießverfahren sind in Tabelle 2.3 zusammengefasst. Nach der Formgebung erstarrt der Feedstock im Formeinsatz. Der entstandene Grünling muss ohne Beschädigung aus der Form entfernt werden. Besondere Bedeutung kommt hierbei der Grünfestigkeit zu, die auf Grund der verwendeten Binder beim HM niedriger als beim μ PIM ist. Bei der anschließenden Entbinderung werden die Bindemittel aus dem Presskörper mittels

Tabelle 2.3: Wichtige Unterschiede zwischen den Gießverfahren [Bau05a].

	druckloses Heißgießen (HM)	Niederdruck- Spritzgießen (LPIM)	Hochdruck- Spritzgießen (μ PIM)
Bindemittel	Paraffine, Wachse	Paraffine, Wachse	Thermo-, Duroplaste
Feedstock	Niedrigviskoser Schlicker	Niedrigviskoser Schlicker	Hochviskose Form- masse
Verarbeitungstemperatur	90 - 120 °C	60 - 100 °C	120 - 220 °C
Spritzdruck	drucklos	0,1 - 5 MPa	> 50 MPa
Grünkörperfestigkeit	niedrig	niedrig	mittel
Werkzeugkosten	niedrig	niedrig	hoch
Werkzeugverschleiß	abhängig von Grö- ße der abzuformen- den Strukturdetails	gering	hoch
Produktionsumfang	Prototypenferti- gung, Kleinserien	kleine bis mittlere Stückzahlen	Großserienproduktion

Pyrolyse oder durch entsprechende Lösungsmittel (je nach verwendetem Bindemittel) entfernt. Dieser Prozessschritt muss entsprechend langsam verlaufen, da der sich verflüssigende oder verdampfende Binder zu Riss- oder Porenbildung führen kann. Der hierbei entstehende so genannte Braunling enthält noch ca. 3 % Bindemittel, um dem Pulver noch eine für die weitere Handhabung erforderliche Restfestigkeit zu geben. Im letzten Verfahrensschritt, dem Sintern, wird der Braunling bei ca. $0,7 \cdot T_{S, \text{Pulver}}$ [K] dicht gesintert. Während des Sinterns schwindet der Braunling in Abhängigkeit vom Pulverfüllgrad (typische Werte z. B. für ZrO_2 sind ein Füllgrad von 50 Vol-% und eine Sinterschwindung von 20 Vol-%). Allgemein werden ein hoher Füllgrad des Feedstocks mit Keramikpulver, eine homogene Partikelverteilung sowie eine niedrige Viskosität angestrebt. Dadurch ist die Sinterschwindung gering und isotrop. Dies ermöglicht die Einhaltung der Sollabmessungen und verringert die Gefahr schwindungsbedingter Rissbildung.

Druckloses Heißgießen (HM)

Für die Herstellung der drucklos heißgegossenen Proben wird ein niedrigviskoser Feedstock bestehend aus ZrO_2 - bzw. Si-Pulver, Paraffin oder Wachs und Additiven angesetzt und bei Temperaturen von 60 bis 100 °C bei Atmosphärendruck in eine Silikonkautschukform abgegossen. Die Silikonform, ein Negativabdruck eines mikrogefrästen Urmodells, eignet sich auf Grund der geringen Grünfestigkeit heißgegossener Mikroteile, da er eine defektfreie Entformung der Mikroteile auch bei großen Aspektverhältnissen ermöglicht. Beim Befüllen der Silikonform gerät Luft in den Feedstock bzw. verbleibt in der Gussform. Da diese Lufteinschlüsse im Fertigteil an der Oberfläche oder im Volumen als Defekte zum vorzeitigen Ver-

sagen führen würden, wird die befüllte Form nachträglich unter Vibration evakuiert. Der niedrigviskose Feedstock lässt die Luftblasen leicht entweichen. Die Entformung des Grünlings aus der Silikonform nach Erstarrung des Feedstocks erfolgt manuell. Der Binder wird durch langsames Aufschmelzen und Verdampfen entfernt. Beim Erreichen des Schmelzpunktes des Binders erweicht der Grünling. Dadurch kann es durch die Oberflächenspannung des flüssigen auf der Bauteiloberfläche befindlichen Binders zu Formänderungen kommen. Hierbei kann die Bauteiloberfläche eingeebnet sowie die Kanten des Bauteiles verrundet werden. Dieser Effekt hat, wie in Abbildung 2.6 verdeutlicht wird, eine ausheilende Wirkung auf oberflächennahe Defekte wie z. B. Unebenheiten und Poren [Kas08]. Im letzten Schritt wird der Braunling zum Fertigteil gesintert. In Abbildung 2.7 sind das Urmodell, ein Grünling und ein dicht gesintertes Fertigteil dargestellt.

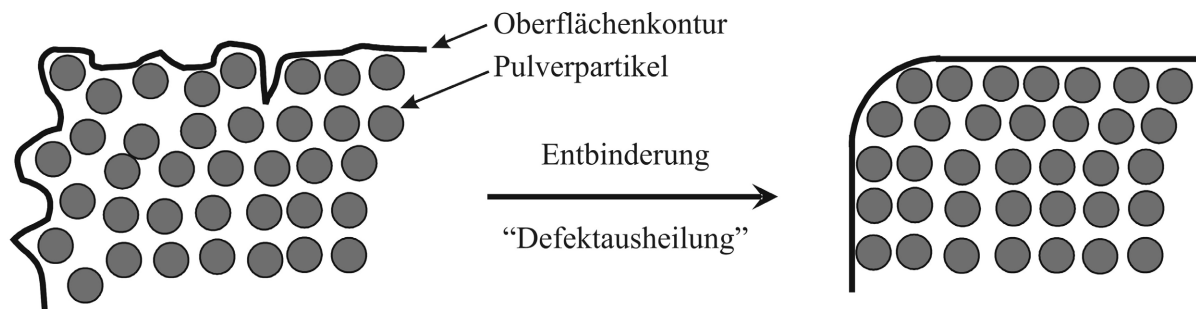


Abbildung 2.6: Defektausheilung auf Grund der Oberflächenspannung des flüssigen Binders.



Abbildung 2.7: Von links: Mikrogefrästes Urmodell des Probenarrays aus Messing, entformter Grünling und gesintertes Fertigteil aus ZrO_2 nach [Mül07].

Niederdruckspritzgießen (LPIM)

Beim Niederdruckspritzgießen handelt es sich um eine Variante des Pulverspritzgießens, bei der grundsätzlich der gleiche Feedstock wie für das HM verwendet werden kann. Der fließfähige Feedstock wird nach Erreichen des Binderschmelzpunktes unter niedrigem Druck über eine beheizte Zylinderschnecke in eine Form gespritzt (siehe Abbildung 2.8). Als Formmaterial eignen sich hier ebenfalls weiche Materialien wie Silikonkautschuk. Alle Verfahrens-

schritte ab dem Entformen des Grünlings sind analog zu den Prozessschritten beim drucklosen Heißgießen.

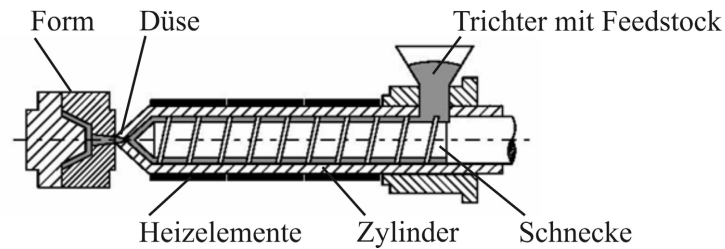


Abbildung 2.8: Schematische Darstellung des Formfüllungsprozesses beim LIPM [Lüp74].

2.4 Metallische Werkstoffe

Bauteile aus Metallen werden zum größten Teil durch Guss- und Knettechniken aber auch pulvermetallurgisch und durch Sprühkompaktieren hergestellt [Ohl01]. Im Folgenden wird der grundsätzliche Aufbau des Gussgefüges und speziell das Gefüge und die Eigenschaften der Aluminiumbronze vom Typ CuAl10Ni5Fe4 vorgestellt [Ben00, Mei00, Ben01a].

2.4.1 Gefüge und Einflussfaktoren auf die Festigkeit beim Gussprozess

In Abbildung 2.9 ist ein Schema eines typischen Gussgefüges für makroskopische Teile gezeigt. Es besteht aus drei Zonen. Am Rand (I) entsteht ein feinkörniges globular-dendritisches Gefüge, das keine Orientierung aufweist. Zone II besteht aus nadelförmigen Dendriten mit einer starken Vorzugsrichtung zur Bauteilmitte hin. Im Kern (III) ist das Gefüge grobkörnig globular-dendritisch und regellos orientiert. Die Erstarrung erfolgt durch die heterogene Keimbildung von der Randzone her, wo sich Keime an der Wand der Gussform bilden. Die Keimbildung erfolgt hier regellos. Bei der weiteren Erstarrung ergeben sich aus der freiwerdenden Erstarrungsenergie und der konstitutionellen Unterkühlung die Randbedingungen für dendritisches Wachstum. Hierbei tritt eine Auslese der Richtung ein. Es wachsen nur die Dendriten, die in Erstarrungsrichtung, also zum Kern hin, die größte Wachstumsgeschwindigkeit aufweisen. Als letztes erstarrt die Kernzone. Zur Ausbildung der globulitischen Struktur führt die Keimbildung an Verunreinigungen, die meist einen hohen Schmelzpunkt haben und sich in der Restschmelze ansammeln. Die Größe der einzelnen Zonen hängt stark von den thermischen Randbedingungen ab. Sind die Temperaturen der Schmelze und der Gussform hoch, werden die Verunreinigungen gelöst und die langsame Abkühlung führt zu einer ausge-

prägten, nadelförmigen Gussstruktur. Sind hingegen die Temperaturen niedrig, führt die hierbei hohe Keimbildungsrate zu einer großen globulitischen Zone [Sch05, Got07].

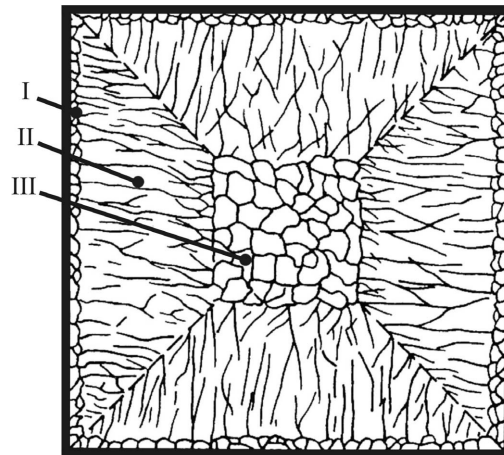


Abbildung 2.9: Schematischer Aufbau des Gussgefüges bei makroskopischen Bauteilen nach [Sch05].

Das Gussgefüge beinhaltet meist Fehler, die die mechanischen Eigenschaften des Bauteils herabsetzen können. Häufige Fehler sind hierbei Lunker, Poren und Seigerungen. Als Lunker werden Hohlräume im Gefüge bezeichnet, die auf Grund der Volumenkontraktion bei der Erstarrung auftreten. Die Lunkerneigung nimmt mit den Abmessungen der Gussstücke zu [Ber79]. Neben diesen Makrolunkern kann es auch zu kleinen Hohlräumen, so genannten Mikrolunkern, kommen. Diese bilden sich zwischen den einzelnen Kristalliten. Lunker weisen eine regellose Form mit rauen Wänden auf. Die Entstehung von Poren ist eine Folge der höheren Gaslöslichkeit in der Schmelze als im festen Zustand. Bei der Erstarrung bilden die Gasmoleküle Blasen. Können diese nicht aus der Restschmelze austreten, verbleiben sie als Gasporen im Gefüge. Daher sind Poren meist kugelförmig und haben im Gegensatz zu Lunkern einen glatten Rand. Zu Seigerungen, also Entmischungserscheinungen, kommt es auf Grund großer Dichteunterschiede der Legierungselemente (Schwere-seigerungen), der Ansammlung von Verunreinigungen an bestimmten Stellen im Bauteil (Blockseigerungen) oder durch Konzentrationsunterschiede, die bei der Erstarrung nicht ausgeglichen werden können [Sch05, Got07]. Die Neigung zu Entmischungen und Ausscheidungen nimmt auf Grund wachsender Abkühlauern mit der Größe des Gussteils zu [Ber79].

Der Gefügebau, wie er für Makrobauteile beschrieben wurde, wird bei der Herstellung von Mikrobauteilen mittels Mikroguss üblicherweise nicht beobachtet. Die Gussmenge ist im Mikrobereich deutlich geringer als im Makrobereich, besonders im Hinblick auf das Masseverhältnis von Schmelze zu Gussform. Zudem sind die Bauteilgeometrien im Mikrobereich meist deutlich komplexer. Diese Unterschiede verhindern die Entstehung des typischen drei-

zonigen Gussgefüges. Mit abnehmendem Querschnitt der Bauteile wird das Gefüge im Allgemeinen gleichmäßiger [Ber79]. Das Erstarrungsverhalten von Gussteilen mit unterschiedlichen Oberflächen-zu-Volumen-Verhältnissen kann zu großen Unterschieden im Erstarrungsverhalten und entsprechend zu unterschiedlichen mechanischen Eigenschaften führen [Rau92]. Nach [Ott01] bilden sich bei der Erstarrung im Mikrobereich die ersten Keime überwiegend an der Wand der Gussform. Die Dendriten wachsen in ihrer bevorzugten kristallographischen Orientierung, bis die Erstarrung durch das Aufeinandertreffen der entstandenen Dendriten beendet ist. Im Hinblick auf gute mechanische Eigenschaften der gegossenen Mikrobauteile ist eine feine Mikrostruktur anzustreben. Hier sind vor allem zwei Parameter von Bedeutung: Die Überhitzungsdauer der Schmelze und die Vorwärmtemperatur der Abgussform [Wag80]. Bei Untersuchungen an zwei Goldbasislegierungen wurde festgestellt, dass mit steigender Überhitzungsdauer der Schmelze das Gefüge zunehmend grober wird. Bzgl. der Vorwärmtemperatur der Abgussform gilt, dass eine niedrigere Temperatur auf Grund der höheren Temperaturdifferenz zwischen Form und Schmelze zu einer höheren Keimzahl und somit zu einem feineren Gefüge führt [Wag80, Kas05]. Es ist zu beachten, dass dünnwandige Bereiche schneller abkühlen. Zusätzlich kommt es auf Grund der größeren Oberfläche zu stärkeren Wechselwirkungen mit dem Formmaterial als bei dickwandigen Bereichen. Diese Effekte führen bzgl. der Gefügeausbildung zu Seigerungen und zu lokal unterschiedlichen Korngrößen. Im Randbereich führen Oxidationsprozesse oder chemische Wechselwirkungen von Schmelze und Gussform zur Verarmung oder Anreicherung der Schmelze mit Legierungselementen. Folge dieser Effekte ist die Bildung einer Randschicht, die bei dünnwandigen Mikrobauteilen einen Großteil der Struktur ausmachen kann [Wöl99].

Wie im Makroguss sind auch im Mikroguss Lunker und Poren die häufigsten Fehler. Lunker können entweder mikroskopisch und fein verteilt sein oder makroskopisch und lokal gehäuft. Mikrolunker entstehen z. B. beim Giessen in kleinen Dimensionen oder durch eine auf zu niedrige Temperatur vorgewärmte Gussform [Ott92a]. Zur Vermeidung von Porenbildung durch das Austreten von Gas bei der Abkühlung und Erstarrung ist eine Überhitzung der Schmelze zu vermeiden [Sch05]. Bei den Untersuchungen von [Ott92a, Ott95] zeigte sich, dass es durch die Verwendung eines zu hohen Anteils an bereits in vorherigen Gussprozessen verwendetem Material aus dem Anguss zu einer erhöhten Porosität kommt. Ein weiterer wichtiger Faktor im Bereich des Mikrogusses stellt die Oberflächenqualität des Gussteils dar. Ursachen für eine erhöhte Rauheit sind insbesondere Reaktionen der Schmelze mit dem Material der Gussform. Hierbei kommt es auf die Porosität des Formmaterials an, da hier die Schmelze eindringen kann und somit die Rauheit der Gussoberfläche beeinflusst wird

[Ott92b]. Auch die Position der Gießform ist von Bedeutung. So berichtet [Fus73] von einer höheren Rauheit von Gussteilen aus dem Schleudergussprozess, wenn die Gussform horizontal anstatt vertikal montiert ist. Beim Schleuderguss führt auch ein höherer Prozessdruck zu einer steigenden Gefahr von Defekten an der Oberfläche [Ott95]. Ein häufiger Oberflächen-gussfehler ist die so genannte Schwimmhaut. Ursachen für diesen Defekt sind eine schlechte Qualität der Einbettmasse, ein zu schnelles Sintern der Form sowie fehlerhaftes Einbetten des Modells.

Die aus dem Gussprozess resultierenden Defekte stellen einen wichtigen Faktor dar, der insbesondere die zyklischen Eigenschaften von metallischen Werkstoffen beeinflusst. So zeigte sich bei den Untersuchungen von [Gao04] an gegossenem Aluminium, dass der gefährlichste Defekt eine Pore nahe der Oberfläche ist (auf Grund der Kerbwirkung). Diese reduziert die Dauerfestigkeit R_D um ca. 40 %. Plattenförmige intermetallische Ausscheidungen reduzieren R_D um ca. 20 %.

2.4.2 Aluminiumbronze – Gefüge und Aufbau

Unter Aluminiumbronzen werden mit Aluminium legierte Kupferbasiswerkstoffe verstanden, die je nach Anforderung weitere Legierungselemente wie Eisen, Nickel und Mangan enthalten. Sie werden als Knet- und Gusslegierungen hergestellt [DKI59, Ben05]. Je nach ihrem Aluminiumgehalt wird zwischen homogenen (4 bis 7,5 Ma-% Al) und heterogenen (8 bis 14 Ma-% Al) Aluminiumbronzen unterschieden [DKI59]. Abbildung 2.10 zeigt die kupferreiche Seite des Zustandsdiagramms des Cu-Al-Systems.

Legierungen mit bis zu 7,5 Ma-% Al bestehen nur aus der kubisch flächenzentrierten α -Phase. Zwischen 7,5 und 9,5 Ma-% Al liegt ein eutektisches System vor. Hier existiert die kubisch raumzentrierte β -Phase. Auf Grund der geringen Diffusionsgeschwindigkeit der Cu- und Al-Atome bei niedrigeren Temperaturen findet die Umwandlung von β in α nur bis 8,5 Ma-% Al vollständig statt. Darüber liegen auch bei Raumtemperatur heterogene Gefüge vor. Die β -Phase zerfällt bei langsamer Abkühlung bei 565 °C eutektoid in α und γ_2 (Cu₉Al₄). In Legierungen mit mehr als 13,6 Ma-% Al scheidet sich aus β zuerst die monokline Phase γ_1 aus. Diese wandelt sich bei 780 °C in γ_2 um. Die γ_2 -Phase weist eine hohe Härte und Sprödigkeit auf [Ben03]. Zudem erhöht sie die Gefahr der Korrosion durch Entaluminierung, weshalb üblicherweise versucht wird, diese Phase zu vermeiden. Werden dem binären System weitere Elemente hinzulegiert, wird von Mehrstoffaluminiumbronzen gesprochen.

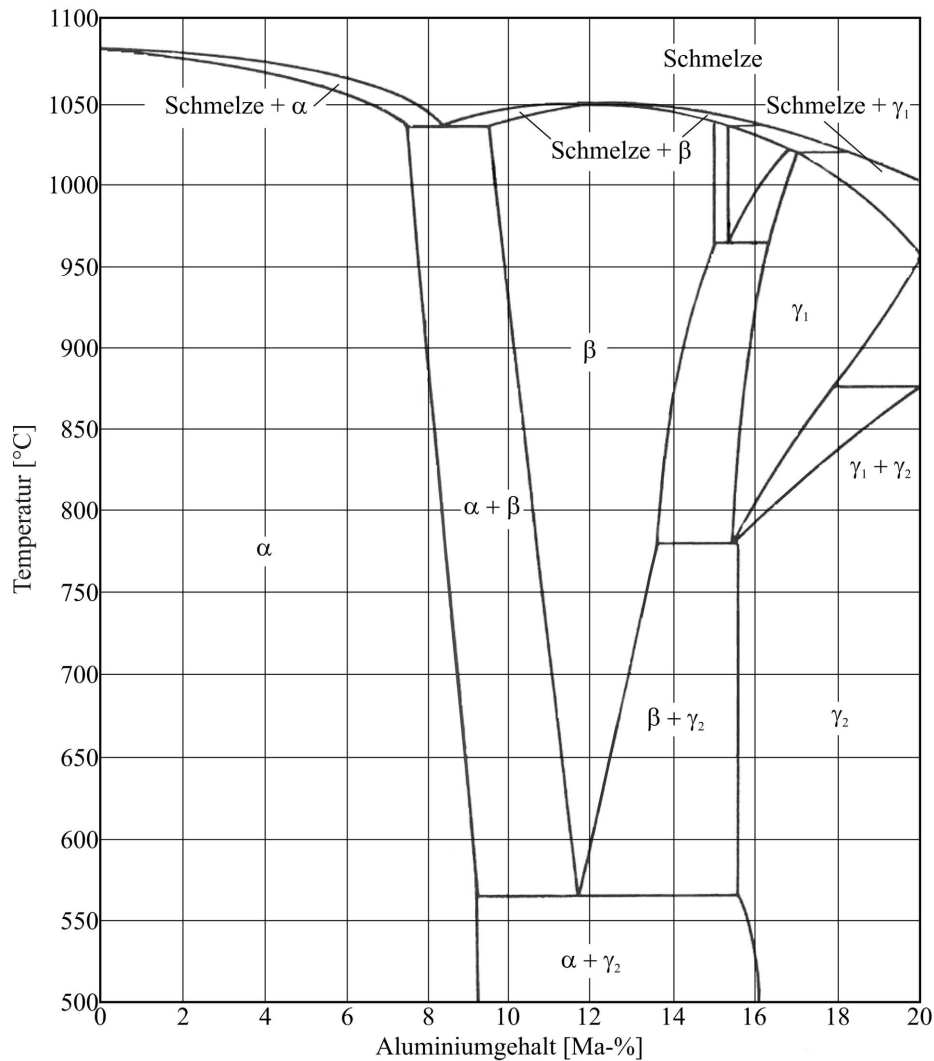


Abbildung 2.10: Zustandsdiagramm des binären Systems Kupfer-Aluminium [DKI59].

Tabelle 2.4: Zusammensetzung von CuAl10Ni5Fe4 nach DIN EN 1982 [DIN08] und DIN 17665 [DIN83].

Legierungsbestandteile [Ma-%]					
	Cu	Al	Fe	Ni	Mn
[DIN08]	76,0 – 83,0	8,5 – 10,5	4,0 – 5,5	4,0 – 6,0	0,0 – 3,0
[DIN83]	Rest	8,5 – 11,0	2,0 – 5,0	4,0 – 6,0	0,0 – 1,5

Zulässige Beimengungen [Ma-%] nach [DIN08]						
Bi	Cr	Mg	Pb	Si	Sn	Zn
0,01	0,05	0,05	0,03	0,10	0,10	0,50

In Tabelle 2.4 ist die chemische Zusammensetzung der Aluminiumbronze CuAl10Ni5Fe4 nach DIN EN 1982 [DIN08] und DIN 17665 [DIN83] zusammengefasst.

Eisen wirkt stark kornfeinend und wird in größeren Mengen nur in Verbindung mit Nickel zulegiert. Nach [Kan60] nimmt die Korngröße um den Faktor 40 ab, wenn der Eisengehalt von 1 auf 6 Ma-% erhöht wird. Nickel wirkt sich positiv bzgl. der bei geringen Schwankungen des Al-Gehaltes stark schwankenden Zähigkeit aus [DKI59]. Wie aus Abbildung 2.11

ersichtlich ist, verschiebt das Zulegieren von Eisen und Nickel die Grenzlinien der Phasen und den eutektoiden Punkt zu höheren Aluminiumgehalten. Weiterhin ist ersichtlich, dass das System empfindlich auf Konzentrationsänderungen reagiert.

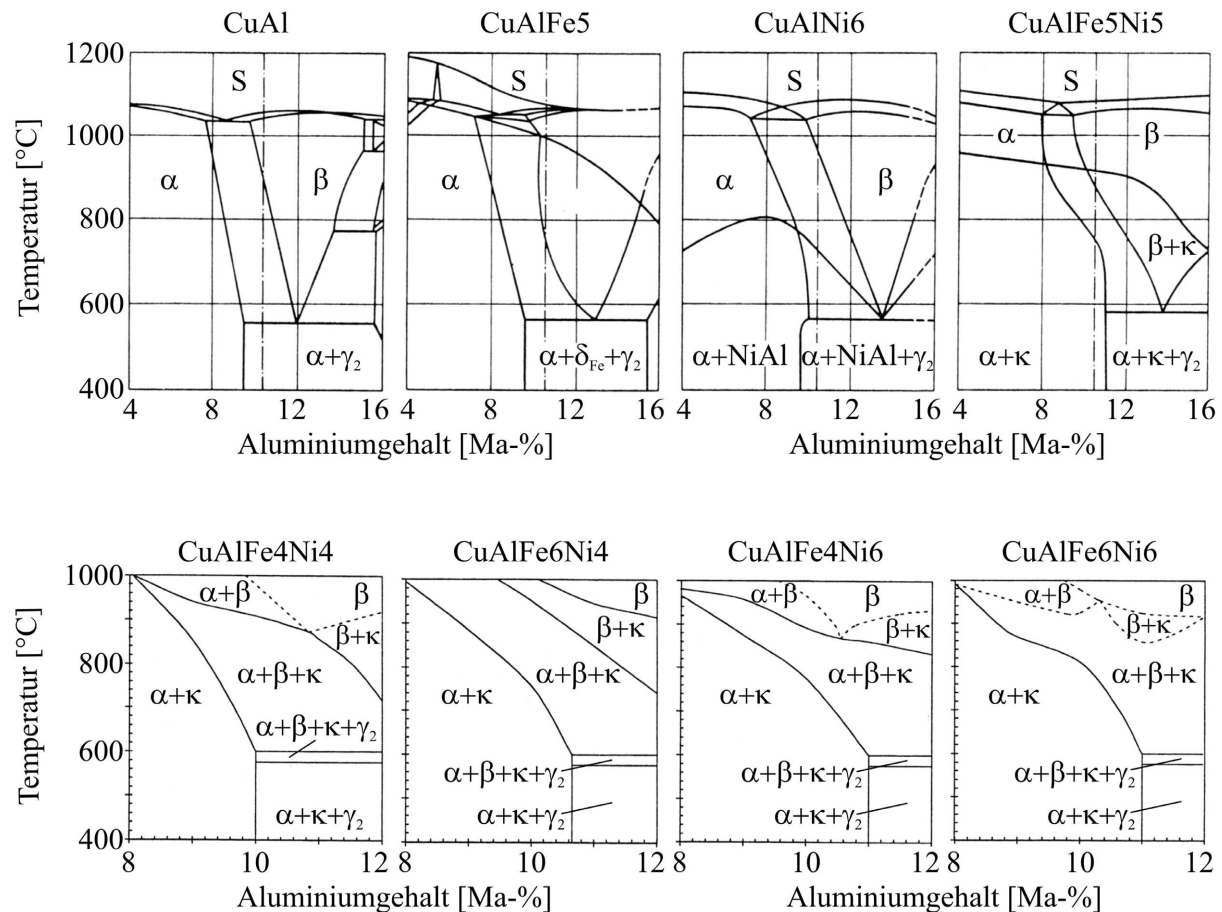


Abbildung 2.11: Zustandsdiagramme für Aluminiumbronzen mit unterschiedlichen Nickel- und Eisengehalten nach [Ale38, Yut41, Co052, Han58].

Eisen und Nickel bilden mit Aluminium intermetallische Phasen, die im Allgemeinen als κ -Phasen bezeichnet werden. Dies führt in den quasibinären Schnitten in den Zustandsdiagrammen zu neuen Phasengrenzlinien. Mangan wird häufig in Verbindung mit Eisen und Nickel zulegiert. Es ist ein gutes Desoxidationsmittel. Zur Bildung einer neuen Phase kommt es erst ab 5 Ma-% Mn [DK159].

In der Literatur wird zwischen fünf in ihrer Zusammensetzung und Morphologie unterschiedlichen κ -Phasen differenziert [Bre73b, Cul78b, Bre82, Jah83, Win00]. Eine Übersicht über die Phasen κ_I bis κ_V ist in Abbildung 2.12 dargestellt. Die exakte chemische Zusammensetzung der κ -Phasen hängt von der Wärmebehandlung der Al-Bronze ab [Has82, Ben95]. Die nickelreichen κ_{III} - und κ_V -Phasen kristallisieren kubisch zu NiAl während die eisenreichen

(κ_I , κ_{II} und κ_{IV}) eine komplizierte kubische Struktur mit der Basiszusammensetzung Fe_3Al aufweisen. κ_I bildet sich direkt aus der Schmelze und wirkt kornfeinend. κ_{II} wird bei der Abkühlung aus der β -Phase ausgeschieden. κ_{III} bildet mit der α -Phase ein lamellares Quasieutektoid und die κ_{IV} - und κ_V -Teilchen werden aus der α -Phase ausgeschieden. Manche Autoren unterscheiden nicht zwischen den κ_{IV} - und κ_V -Ausscheidungen [Bre73a, Has82]. Die Morphologie der κ -Phasen sowie das Ausscheidungsverhalten werden unter anderem vom Masseverhältnis Fe/Ni bestimmt [Kan60]. Die κ -Phasen wirken festigkeitssteigernd. Sie beeinflussen die Korrosionsbeständigkeit nicht nachteilig (im Gegensatz zur γ_2 -Phase), da sie einen Passivierungseffekt zeigen.

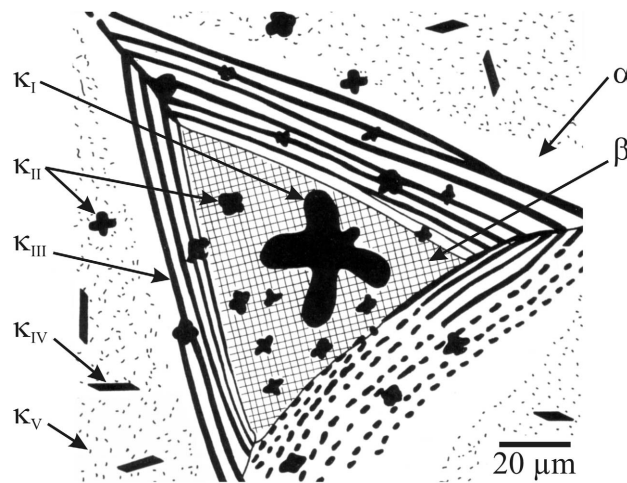


Abbildung 2.12: Schematische Darstellung der κ -Phasen-Morphologien nach [Bre82].

Wird eine Aluminiumbronzeprobe aus dem β -Gebiet abgeschreckt, treten Gefügeumwandlungen im Ungleichgewicht auf, da die diffusionsgesteuerten Ausscheidungs- und Umwandlungsvorgänge unterdrückt werden. Die bei höheren Temperaturen stabile β -Phase existiert dann auch bei niedrigeren Temperaturen und wandelt bei ca. 400 °C in die geordnete, kubisch raumzentrierte martensitähnliche β_1 -Phase um. Bei Unterschreiten der Martensitstarttemperatur M_S (die Terminologie wurde aus dem Bereich der Stähle übernommen) bildet sich aus β_1 der Martensit β_1' . Dieser Martensit hat eine geordnete, hexagonale Struktur. Durch Vergütungsbehandlungen können das Gefüge und damit auch die mechanischen Eigenschaften stark beeinflusst werden [Dum75, Bre82, Hor96, Mei00, Ben01b, Ben02]. Abbildung 2.13 zeigt ZTU-Diagramme mit unterschiedlichen Mengen der zulegierten Elemente Al, Fe, Ni und Mn. Der starke Einfluss der Legierungszusätze auf das Umwandlungsverhalten ist deutlich zu erkennen. Nach [Ben00] können, je nach der chemischen Zusammensetzung und den jeweiligen Abkühlbedingungen, verschiedene Martensit- und Quasimartensitphasen auftreten. Grund-

sätzlich führt eine martensitische Wärmebehandlung zu einem feineren Gefüge mit erhöhter Härte. Bei den Untersuchungen von [Hor96] wurde eine gesteigerte Härte nach dem Abschrecken festgestellt. Beim anschließenden Anlassen konnte keine weitere Härteänderung festgestellt werden. Ein weiterer Effekt der Wärmebehandlung ist die Steigerung des κ -Phasengehaltes: [Win00] registriert eine Zunahme um bis zu 50 %.

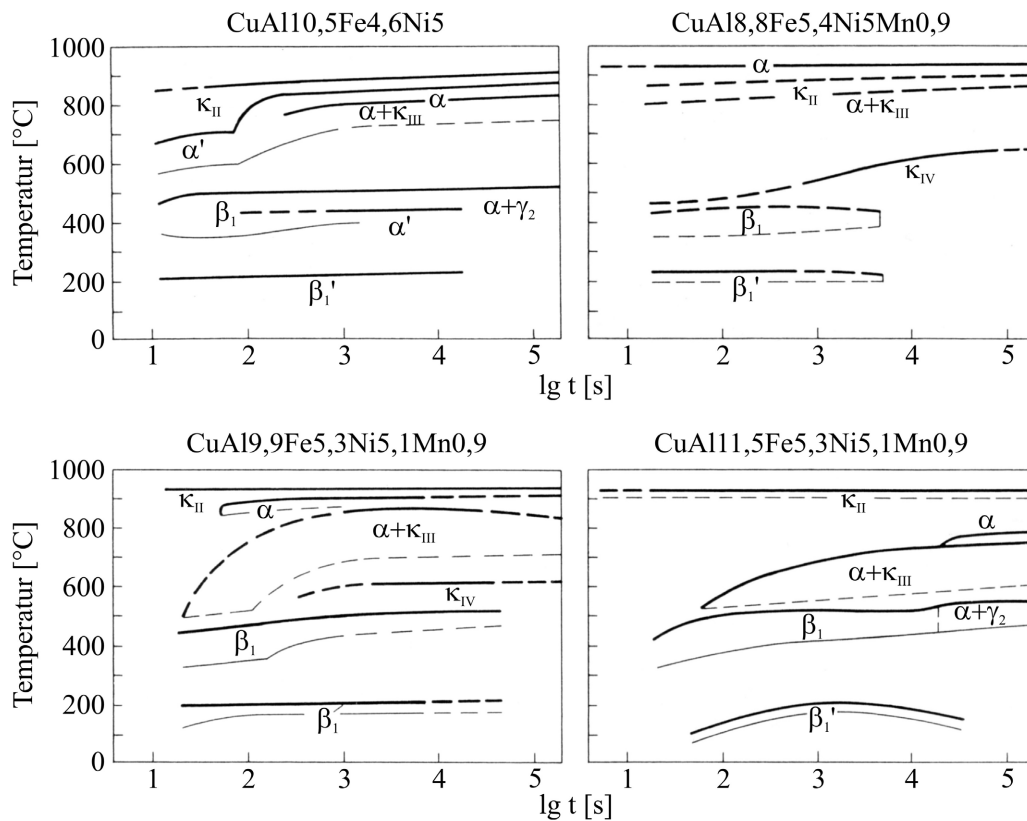


Abbildung 2.13: Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubilder für Aluminiumbronzen [Bre82].

2.4.3 Aluminiumbronze – Eigenschaften

Legierungen des Kupfers mit 9 bis 15 Ma-% Aluminium, 0 bis 5 Ma-% Eisen und Nickel sowie 0,5 bis 2 Ma-% Magnesium besitzen eine hervorragende Korrosionsbeständigkeit gegen Meerwasser, organische und anorganische Säuren mit geringer Oxidationswirkung sowie gegen viele Salze und Laugen. Auch die Kavitationsbeständigkeit ist sehr gut. Ferner besitzen sie eine hohe Verschleißfestigkeit vor allem in Paarungen mit Stahl. Die Al-Bronzen weisen hohe Festigkeiten auf, die wie die Zähigkeiten nahezu temperaturunabhängig sind [Bre70]. Diese Eigenschaften weisen das Material für einen Einsatz in der Mikrotechnik aus. Im Makrobereich werden Aluminiumbronzen unter anderem für Schiffspropeller, Gleitlager, Pumpen- und Getriebeteile für den Einsatz mit korrosiven Medien und/oder hohen Temperaturen ver-

wendet [DKI59, Bre70]. In Tabelle 2.5 sind einige relevante mechanische und physikalische Eigenschaften von CuAl10Ni5Fe4 und ähnlichen Legierungen zusammengestellt.

Tabelle 2.5: Physikalische und mechanische Eigenschaften von Aluminiumbronzen.

Mechanische Eigenschaften bei statischer Beanspruchung [DIN08]			
Gießverfahren bzw. Zusammensetzung	$R_{p0,2}$ [MPa]	R_m [MPa]	A [%]
Sandguss	250	600	13
Kokillenguss	280	650	7
Schleuderguss	280	650	13
Strangguss	280	650	13
CuAl10Fe4Ni4,5	200 - 350	500 - 700	10 - 25
CuAl10Fe5Ni5	250 - 320 ($R_{p0,1}$)	440 - 550	25 - 32

Mechanische Eigenschaften bei zyklischer Beanspruchung			
Zusammensetzung	R_w bzw. $R_{b,w}$ [MPa]	bei N_B [-]	Quelle
CuAl10Fe5Ni5	190 - 220	10^8	[Mei00]
CuAl9,7Fe5,4Ni4,8	358	$5 \cdot 10^7$	[DKI59]
Nicht spezifiziert	230	10^8	[DKI59]
Nicht spezifiziert	265 ($R_{b,w}$)	-	[Col78]

Physikalische Eigenschaften [DIN08]		
Zusammensetzung	E-Modul [GPa]	Dichte [g/cm^3]
Nicht spezifiziert	116 - 124	7,6

Die Aluminiumbronze weist an der Oberfläche eine passivierende Schicht aus Al_2O_3 und Cu_2O auf [Mei00]. Daher muss beim Abguss darauf geachtet werden, dass es zu keinen Verwirbelungen im Gussprozess kommt, da sonst Oxidhäute eingeschwemmt werden können, welche die mechanischen Eigenschaften negativ beeinflussen [Die67].

Die mechanischen Eigenschaften schwanken auch auf Grund der zulässigen Toleranz der chemischen Zusammensetzung (vgl. Tabelle 2.4 und Tabelle 2.5). Diese Toleranz ist so groß, dass sich die zulässigen Zusammensetzungen der unterschiedlichen Al-Bronzen z. T. überschneiden. Somit ist die Bandbreite der mechanischen Eigenschaften ebenfalls groß: Für Halbzeuge aus Kokillenguss liegen die angegebenen 0,2 %-Dehngrenzen der beiden Al-Bronzen CuAl10Fe5Ni5 und CuAl11Fe6Ni6 bei 280 bzw. 380 MPa, die Zugfestigkeiten bei 650 bzw. 750 MPa und die Bruchdehnungen bei 13 bzw. 5 % [DIN08]. Bei der Beurteilung der mechanischen Eigenschaften ist es erforderlich, die chemische Zusammensetzung und das Gefüge (bedingt durch die thermische Vergangenheit des Materials) zu berücksichtigen.

2.5 Keramische Werkstoffe

2.5.1 Festigkeit keramischer Werkstoffe

Die Festigkeit von keramischen Werkstoffen hängt von einer Reihe unterschiedlicher Faktoren ab, wie z. B. der Anzahl und Verteilung von Defekten und dem Rissausbreitungsverhalten. Der relativ geringe Rissausbreitungsgegenstand bewirkt das spröde mechanische Verhalten von keramischen Werkstoffen. Auf Grund der überwiegend ionischen und/oder kovalenten Bindungen (bei ZrO_2 sind 67 % ionische [Mic94], bei Si_3N_4 sind mehr als 70 % kovalente Bindungen [Sal07] vorhanden) und der hohen Bindungsenergien sind die Bildungs- und Bewegungsmöglichkeiten von Versetzungen stark erschwert. Die theoretisch erreichbare Festigkeit einer fehlerfreien Keramik wird demnach durch die zum Trennen der ionisch oder kovalent gebundenen Atome erforderlichen Spannung bestimmt. Die theoretische Festigkeit liegt zwischen 10 und 30 % des Elastizitätsmoduls [Law93, Gro01, Sal07]. Sie kann über die Gleichung (2.7) abgeschätzt werden:

$$\sigma_{th} = \sqrt{E\gamma/r_0} \quad (2.7)$$

Somit ist die theoretische Festigkeit umso größer, je größer der Elastizitätsmodul E und die Oberflächenenergie γ und je kleiner der Ionenabstand r_0 ist. Für ZrO_2 ergibt sich die theoretische Festigkeit zu 21 GPa [Eic04]. Sie liegt um eine Größenordnung höher, als die an realen Bauteilen ermittelten Festigkeiten. Die Ursache hierfür liegt in den Fehlstellen (Leerstellen, Fremdatome, Versetzungen, Korn- und Phasengrenzen) im Gitter. Keramische Werkstoffe weisen wie die Metalle im Allgemeinen eine mit steigender Korngröße abnehmende Festigkeit auf.

Eine andere Abschätzung der Festigkeit basiert auf den Vorgängen an einer Rissspitze. Eine energetische Betrachtung führt letztlich zur Griffith-Gleichung [Gri24]:

$$\sigma = \sqrt{2E\gamma/\pi \cdot a} \quad (2.8)$$

Hierbei ist a eine Risslänge, der eine Spannung σ zugeordnet wird, bei der das Versagen eintritt. Das Versagen durch Rissausbreitung startet bei Keramiken üblicherweise an dreidimensionalen Gitterstörungen, wie z. B. Poren, Lunker, Einschlüssen, Agglomerationen und Rissen. Auf Grund der starken kovalenten und ionischen Bindungen kommt es bei Spannungsüberhöhungen in der Umgebung derartiger Defekte nicht wie in Metallen zur Versetzungsbeziehung und dem damit verbundenen Spannungsabbau. Deshalb tritt bei Überschreiten einer kritischen Belastung spontanes, sprödes Versagen der Struktur auf. Typische Größen dieser versagensauslösenden Fehler sind für makroskopische Bauteile in einem Bereich zwischen 5

und 200 μm . Diese Fehler werden meist bei der Herstellung und Bearbeitung eingebracht [Hes98, Qui05, Dan08].

Eine Möglichkeit zur Beurteilung von Defekten inklusive deren Größe, Form und Lage sowie der mechanischen Beanspruchungen liefert die Berechnung der Risszähigkeit K_{Ic} , also des Werkstoffwiderstands gegen einsetzende instabile Rissausbreitung. Diese wird mittels folgender Gleichung berechnet:

$$K_{Ic} = \sigma \sqrt{\pi a} Y \text{ mit } Y = f\left(\frac{a}{W}\right) \quad (2.9)$$

wobei σ die Spannung und a die Risslänge beim Einsetzen der instabilen Rissausbreitung sind. Y ist ein Geometriefaktor, der vom Verhältnis der Risslänge a zur Größe des Bauteils in Rissausbreitungsrichtung W abhängt. Diese Gleichung gilt für den Fall, dass die plastische Zone vor der Rissspitze klein gegenüber der Bauteilgröße ist und vor der Rissspitze ein ebener Dehnungszustand vorliegt [Mun01].

Bedingt durch die große Streuung der im keramischen Gefüge vorliegenden Fehlstellen hängen die ermittelten Festigkeitswerte stark von der Fehlerart, -größe und -form ab. Im Falle von gradientenbehafteter Beanspruchung, wie z. B. im Biegeversuch, kommt auch der Position der Fehler eine große Bedeutung zu. Für eine Bewertung der Festigkeiten und der versagensauslösenden Fehler wird für Keramiken üblicherweise die statistische Auswertung nach Weibull angewendet.

Für ein ideal sprödes Material nimmt der Spannungsintensitätsfaktor K vor der Rissspitze unter einer mechanischen Last so lange zu, bis die Risszähigkeit erreicht wird. Bei einer Verlängerung des Risses um Δa bleibt der Wert der Risszähigkeit konstant. Bei einigen Keramiken (u.a. bei Si_3N_4 und ZrO_2) steigt allerdings der Risswiderstand gegen eine weitere Verlängerung mit steigendem Δa an. In der Literatur wird dieser Effekt als R-Kurven-Verhalten bezeichnet [Mun07]. Bei metallischen Werkstoffen wird ein derartiges Verhalten auf die Unterschiede der Abmessung der plastischen Zone vor der Rissspitze im ebenen Dehnungs- bzw. Spannungszustand (und damit auch in Abhängigkeit von der Probendicke) zurückgeführt [Aur78].

Die Ursache für das R-Kurven-Verhalten bei keramischen Werkstoffen sind intrinsische und extrinsische Verstärkungsmechanismen. Diese entlasten jeweils die Rissspitze, da durch die Verstärkung der effektive Spannungsintensitätsfaktor an der Rissspitze abnimmt. Zu den intrinsischen (also vor der Rissspitze befindlichen) Mechanismen zählen Rissverzweigung, Mikrorissbildung und Phasenumwandlung. Extrinsische, hinter der Rissspitze wirksame Mechanismen, sind Überbrückungen (von Fasern oder Körnern; engl.: bridging) oder die Bildung

von Oxiden mit größerem Volumen [Rit00]. Für die beiden Keramiken Si_3N_4 und ZrO_2 sind diese Mechanismen schematisch in Abbildung 2.14 dargestellt. Abbildung 2.15 zeigt ein Schema der R-Kurve. Bei kleinen Rissverlängerungen ist der Widerstand gering (K_{th}). Für große Rissverlängerungen Δa nähert sich der Risswiderstand K_R einem Plateauwert (K_{Ic}) an. Je nach Länge des Anfangsrisses kommt es zur stabilen Rissausbreitung, wenn die anliegende Beanspruchung $K_{\text{app}} > K_R$ ist. Der Riss verlängert sich, bis $K_{\text{app}} = K_R$ gilt.

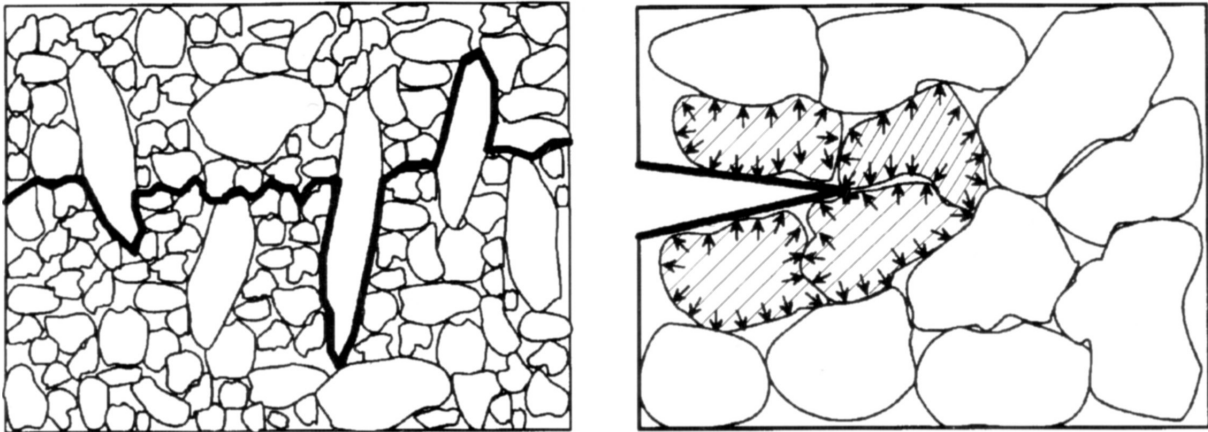


Abbildung 2.14: Schematische Darstellung der Mechanismen zur Risspitzenabschirmung [Kun04]. In Si_3N_4 (links) wird der Riss von Nadeln überbrückt, die bei weiterer Rissöffnung aus dem umgebenden Material gezogen werden müssen. In ZrO_2 (rechts) wandelt sich das tetragonale Gitter unter Volumenzunahme in ein monoklines Gitter um.

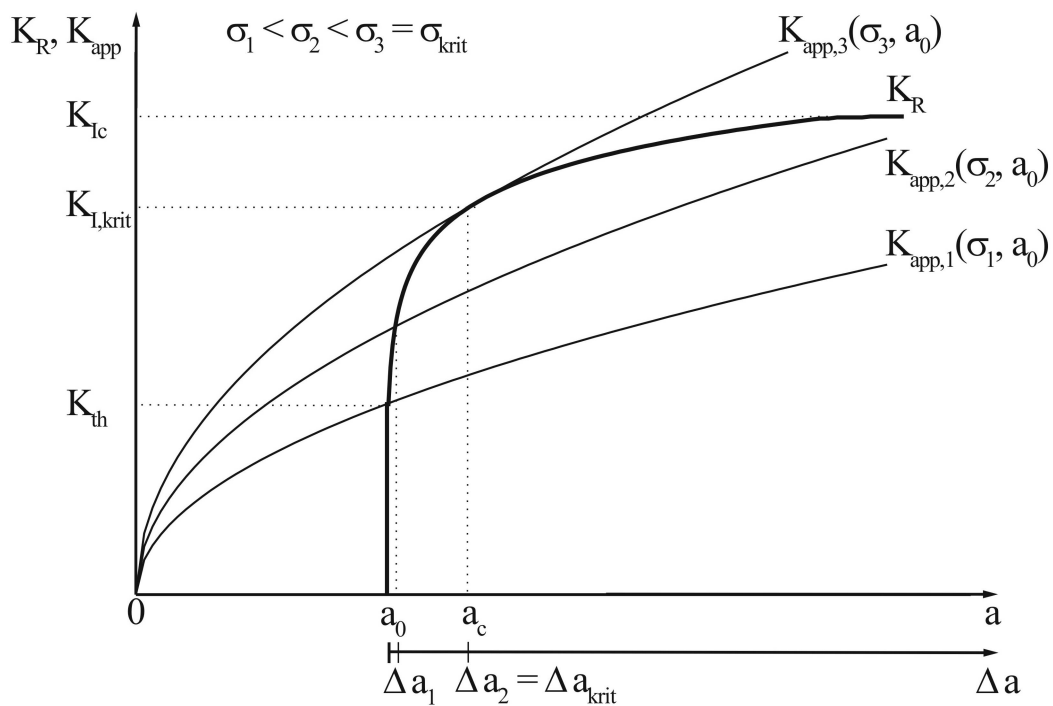


Abbildung 2.15: Risswiderstand bei wachsenden Rissen und unterschiedlich großen Beanspruchungen.

Für eine weitere Rissausbreitung muss demnach eine höhere Belastung angelegt werden. Zur instabilen Rissausbreitung kommt es dann, wenn die Kurve für K_{app} die R-Kurve tangiert, d.h. K_R nicht mehr größer als K_{app} werden kann. Dies hat zur Folge, dass zur Ermittlung von K_{Ic} der ursprüngliche Riss eine ausreichend große Länge haben muss. Weiterhin bedeutet dies, dass sich ein Riss über eine größere Strecke stabil verlängert, wenn der Anfangsriss lang ist. Je kürzer der Anriss, desto weniger wächst der Riss stabil bis das Tangentenkriterium erfüllt ist. Wie weit der Riss stabil wächst, hängt auch von der Steilheit der R-Kurve ab. Ausgehend von einem kurzen Anriss wird die R-Kurve vorne, kurz hinter K_{th} geschnitten, während im Fall des längeren Anrisses die Tangentenbedingung im hinteren Teil der R-Kurve erfüllt ist.

Das R-Kurven-Verhalten beeinflusst das Festigkeitsverhalten bzw. die Fehlertoleranz [Ken86, Coo88, She89, Tan93, Rea93, Rea95, Fet95]. Je steiler die R-Kurve verläuft, desto geringer ist die Streuung der Festigkeitswerte, was mit einem höheren Weibullmodul m korreliert. Steigt die Ausgangsfehlergröße in einem R-Kurven-Material an, führt das auf Grund des steigenden Widerstands zu höheren kritischen Spannungsintensitätsfaktoren, aber insgesamt natürlich zu geringeren Festigkeiten. Das R-Kurven-Verhalten führt zu einer nichtlinearen Verteilung der Festigkeitswerte in der Weibullauftragung (siehe Kapitel 2.5.2) [Fet95, Dan07a], vor allem wenn die Ausgangsfehlergröße stark streut [Fet95].

Bei der Ausbreitung von Rissen in ZrO_2 kommt es bei PSZ- und TZP-Keramiken (PSZ: Partially Stabilized Zirconia, TZP: Tetragonal Zirconia Polycrystals) auf Grund von mechanischen Spannungen vor der Rissspitze (intrinsisch) zu einer spannungsinduzierten Umwandlung des tetragonalen Gitters in das monokline Gitter. Damit verbunden ist eine Volumenvergrößerung, die zu einem Druckspannungsfeld vor der Rissspitze führt und somit die weitere Rissausbreitung erschwert. Diese Rissschliessspannungen liegen z. B. für (Mg, Y)-PSZ zwischen -400 und -40 MPa [Mes00]. Als Folge dieses Verstärkungsmechanismus kann ein Riss in mehrere Risse aufgespaltet oder abgelenkt werden. Dieser Mechanismus erhöht den Risswiderstand der ZrO_2 -Keramiken. Mit zunehmender Risslänge führt er zu einem steigenden Rissausbreitungswiderstand. Erst für größere Risslängen wird ein Plateauwert erreicht. Untersuchungen von [Alc98] zeigen eine Abhängigkeit des R-Kurvenverlaufs von der Belastungsgeschwindigkeit. Je schneller die Belastung erfolgt, desto höher liegt die R-Kurve ($dK/dt = 0,1 \text{ MPam}^{0,5}\text{s}^{-1}$: $K_{th} = 3,0 \text{ MPam}^{0,5}$, $K_{Ic} = 5,0 \text{ MPam}^{0,5}$ und für die zehnfache Belastungsgeschwindigkeit: $K_{th} = 3,8 \text{ MPam}^{0,5}$, $K_{Ic} = 5,3 \text{ MPam}^{0,5}$). [Cas01] steigert den Risswiderstand von $K_{Ic} = 4 \text{ MPam}^{0,5}$ für Y-TZP durch Wärmebehandlungen auf fast $9 \text{ MPam}^{0,5}$, wobei durch die Wärmebehandlung Y-TZP/PSZ entsteht und die Korngröße steigt. Diese Steigerung wird darauf zurückgeführt, dass beim Y-TZP die Korngröße mit $4 \mu\text{m}$ zu gering ist für

die Umwandlung der tetragonalen in die monokline Phase (siehe 2.5.3). Auch [Eic06] berichtet von einem Anstieg des Risswiderstands von 3,1 auf 5,1 MPam^{0,5} für 2Y-TZP bei Erhöhung der Korngröße von 150 auf 500 nm. Als Ursache wird eine verstärkte Umwandlung der tetragonalen in die monokline Gitterstruktur ($t \rightarrow m$) genannt. Allerdings führt eine höhere Korngröße zu einer Absenkung von K_{th} [Kne88]. Bei 9Ce-TZP mit einem ausgeprägten R-Kurven-Verhalten wird kein Einfluss einer Korngrößenvariation (0,9 bis 2,5 μm) festgestellt [Rau02]. Am gleichen Material stellt [Liu94] fest, dass die Größe der Umwandlungszone mit steigender Korngröße (1,6 bis 3,0 μm) zunimmt. Die Auswirkung auf die R-Kurve ist aber nur gering. Ferner wird ein Einfluss der Probengeometrie festgestellt, der auf unterschiedliche Spannungszustände zurückführt wird.

Im Falle von Si_3N_4 ist ein extrinsischer Mechanismus für die Rissausbreitungsbehinderung verantwortlich. Hierbei kommt es auf Grund der nadeligen Struktur z. T. zur Rissüberbrückung, Rissverzweigung und Rissumlenkung um eine Nadel. Das weitere Risswachstum und die damit verbundene Rissöffnung wird so lange gehemmt, bis das überbrückende Korn bricht oder herausgezogen wird. Das R-Kurven-Verhalten von Si_3N_4 wurde u.a. in [Kim95a, b, Kou04, Fet08a, Fün09] untersucht.

2.5.2 Statistische Bewertung und Weibulltheorie

Wie bereits beschrieben, liegt die Versagensursache von keramischen Werkstoffen in Fehlstellen im Volumen oder an der Oberfläche der Bauteile. Die Streuung bzgl. Art, Größe, Form und Lage der versagensauslösenden Fehler führt somit zu einer starken Streuung der Festigkeitswerte. Die Festigkeit unterliegt meist keiner Normalverteilung, sodass eine Festigkeitsangabe mittels arithmetischem Mittelwert und zugehöriger Standardabweichung nicht angewendet werden kann. Allerdings wird dies in der Literatur auch noch diskutiert [Lu02].

Eine gute Beschreibung der defektbezogenen Festigkeitsverteilung liefert die so genannte Weibull-Statistik, die nach dem „weakest-Link“-Konzept, also dem Prinzip des schwächsten Gliedes arbeitet [Wei39, Wei51]. Für eine Bewertung wird den Proben gemäß der folgenden Gleichung eine der Belastung σ_c entsprechende Versagenswahrscheinlichkeit $F(\sigma_c)$ zugeordnet:

$$F(\sigma_c) = 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma_c - \sigma_u}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (2.10)$$

σ_u ist hierbei ein Schwellenwert, unterhalb dessen es zu keinem Versagen kommt, σ_0 stellt die charakteristische Festigkeit dar. Ihr entspricht eine Versagenswahrscheinlichkeit von 63,2 %

(= $1-1/e$). Der Parameter m wird als Weibullmodul bezeichnet. Er stellt ein Maß für die Streuung einer Versuchsreihe dar, wobei ein hoher Weibullmodul einer geringen Streuung zukommt. Typische Werte für m bei Keramiken liegen in einem Bereich von 5 bis 20 [Sal07]. In Sonderfällen (bei einem Material mit R-Kurven-Verhalten und großen Körnern) kann m Werte von 46 [Hof93] und 53 [Hir93] erreichen. Nach [Mil00] ist m desto kleiner, je kleiner die Prozesszone ist, in der das Versagen stattfindet. D.h. je kleiner die Prozesszone ist, desto eher sind einzelne Defekte von Bedeutung. Demnach sind die lokalen mechanischen Eigenschaften eines Werkstoffes wichtig. Ist die Prozesszone dagegen groß, werden mehrere Fehlstellen aktiviert und das Verhalten wird gleichmäßiger, also zuverlässiger, was zu einem hohen Wert für m führt.

Zur Vereinfachung der Gleichung (2.10) wird der Schwellenwert σ_u üblicherweise zu Null gesetzt, womit sich folgende zweiparametrische Gleichung ergibt:

$$F(\sigma_c) = 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma_c}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (2.11)$$

Hieraus folgt nach zweimaligem Logarithmieren:

$$\ln \ln \frac{1}{1-F} = m \ln \sigma_c - m \ln \sigma_0 \quad (2.12)$$

Der linke Ausdruck dieser Geradengleichung wird als Ordinate im so genannten Weibull-Diagramm über $\ln \sigma_c$ als Abszisse aufgetragen. Die charakteristische Festigkeit σ_0 bestimmt die Lage der Geraden und der Weibullmodul m deren Steigung.

Für die Auswertung nach Weibull werden gemäß DIN EN 843-5 [DIN07a] die ermittelten n Festigkeitswerte $\sigma_{c,i}$ der Größe nach sortiert und eine Versagenswahrscheinlichkeit nach folgender Gleichung zugeordnet:

$$F_i(\sigma_{c,i}) = \frac{i-0,5}{n} \quad (2.13)$$

Weibull empfiehlt in [Wei54] hingegen die Berechnung der Versagenswahrscheinlichkeit mit:

$$F_i(\sigma_{c,i}) = \frac{i}{n+1} \quad (2.14)$$

In der Literatur werden noch weitere Schätzfunktionen diskutiert, auf die hier nicht näher eingegangen wird [Ber84, Kha91, Abe06]. Die Festigkeiten der Proben werden mit ihrer Versagenswahrscheinlichkeit in das Weibull-Diagramm eingetragen. Zur Berechnung eines Schätzwertes für den Weibullmodul m ist nach [DIN07a] die Maximum-Likelihood-Methode zu verwenden. Hierfür muss die folgende nichtlineare Gleichung numerisch gelöst werden (weitere Methoden zur Ermittlung von Schätzwerten bieten [Kha91, Mey03]):

$$\frac{1}{m} + \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \ln \sigma_{c,i} - \frac{\sum_{i=1}^n \sigma_{c,i}^m \ln \sigma_{c,i}}{\sum_{i=1}^n \sigma_{c,i}^m} = 0 \quad (2.15)$$

Hierbei ist zu beachten, dass nur eine Art von versagensauslösenden Fehlern vorliegt. Ansonsten kann die Fehlerart auch ignoriert werden, wobei folglich die Verteilung der Festigkeit nicht exakt mit dem Weibullmodul beschrieben werden kann. Unter Verwendung der folgenden Gleichung kann bei bekanntem Weibullmodul die charakteristische Festigkeit berechnet werden:

$$\sigma_0 = \left(\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \sigma_{c,i}^m \right)^{\frac{1}{m}} \quad (2.16)$$

Da in der Praxis nur eine meist geringe Anzahl an Proben zur Verfügung steht, liegt der berechnete Weibullmodul über dem wahren m . Diese Abweichung nimmt mit größerer Probenanzahl ab. Die Korrektur des Weibull-Moduls erfolgt in Abhängigkeit eines probenanzahlabhängigen Korrekturfaktors b gemäß folgender Beziehung (die Werte für b sind in [DIN07a] aufgelistet):

$$m_{\text{korr}} = mb \quad (2.17)$$

Der Vollständigkeit halber sei hier noch darauf hingewiesen, dass nach [DIN07a] zu den berechneten Weibull-Parametern σ_0 und m zugehörige Vertrauensbereiche angegeben werden. Diese zeigen an, wie wahrscheinlich es ist, dass bei einer Wiederholung der Messungen die Parameter wieder im Vertrauensbereich liegen. Diese Bereiche sind ebenfalls eine Funktion der Anzahl der untersuchten Proben. Üblich sind Vertrauensniveaus von 90 oder 95 %.

Nach [DIN07a] ist eine Auswertung gemäß der Weibullstatistik nur zulässig, wenn die Versuchsergebnisse im Weibulldiagramm eine lineare Verteilung aufweisen. Es gibt einige Faktoren, die zu Abweichungen führen können. Wenn die getesteten Proben unterschiedliche Defektarten aufweisen, führt dies zu einem ein- oder auch mehrfachen Abknicken im Diagramm. In diesem Fall muss die Ursache fraktografisch belegt werden [DIN07a]. Das bereits beschriebene R-Kurvenverhalten führt ebenfalls zu einem nichtlinearen Verlauf, auch wenn nur eine einzige Defektart vorliegt [Fet93]. Eine weitere Ursache kann in der mit 30 Proben streng genommen nicht ausreichenden Statistik gegeben sein (eine Mindestanzahl von 30 Proben wird in [DIN07a] empfohlen). [Dan07a] entnimmt einer gedachten Weibullgeraden 150 „Probendaten“ und nimmt davon Stichproben zu jeweils 30 Stück. Diese werden wiederum nach der Weibulltheorie ausgewertet. In Abbildung 2.16 sind Beispiele für Ergebnisse dieser Auswertungen dargestellt. Die Stichprobe kann die ursprüngliche Verteilung abbilden,

zu einem linearen Verlauf mit anderen Weibullparametern führen oder diverse Abweichungen von der ursprünglichen Geraden aufweisen. Folglich ist eine Anzahl von 30 Proben nicht ausreichend, um zu entscheiden, ob eine Weibull-Verteilung vorliegt oder nicht [Dan01, Dan07a].

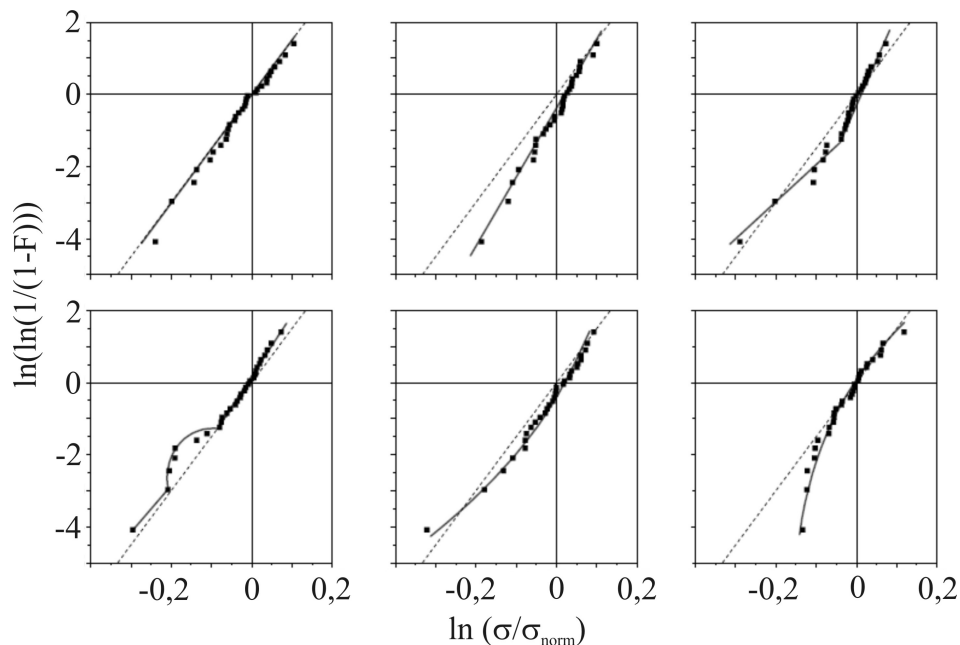


Abbildung 2.16: Ergebnisse der Auswertungen nach der Weibulltheorie mit Abweichungen von der linearen Verteilung nach [Dan07a].

2.5.3 Zirkoniumdioxid

Bei Umgebungsdruck liegt reines Zirkoniumdioxid in Abhängigkeit der Temperatur in unterschiedlichen Kristallmodifikationen vor. Eine Übersicht über die entsprechenden Strukturen und Gitterkonstanten ist Abbildung 2.17 zu entnehmen. Das kubisch flächenzentrierte Gitter (k) kristallisiert aus der Schmelze bei 2680 °C. Das kubische Gitter wandelt bei 2370 °C in eine tetragonal verzerrte Struktur (t) um. Die Umwandlung zum monoklinen Gitter (m) erfolgt ähnlich der martensitischen Umwandlung in einem diffusionslosen Scherprozess in einem Temperaturbereich zwischen 1050 und 690 °C. Beim Erwärmen ist dieses Intervall auf Temperaturen zwischen 980 und 1170 °C verschoben. Die Umwandlung $t \rightarrow m$ erfolgt unter einer Volumenzunahme von ca. 3 – 5 % sowie unter einer weiteren Verzerrung des Gitters [Dev03]. Dies führt bei der Herstellung größerer Bauteile oft zur Bildung von Rissen. Die Umwandlungstemperatur sinkt mit abnehmender Korngröße [Mai72].

Um die ZrO_2 -Keramik technisch zu nutzen, wird durch die Zugabe von Stabilisatoren (z. B. Y_2O_3 , MgO , CaO oder CeO_2) die tetragonale oder kubische Gitterstruktur bis zu Temperatu-

ren von 20 °C stabilisiert. Die Ionen der Elemente Y, Mg, Ca und Ce werden substitutionell in das Zirkoniumdioxidgitter eingebaut und führen auf Grund der größeren Ionenradien zu Verspannungen des Gitters. Dies bewirkt eine Verzögerung bzw. Vermeidung der Phasenumwandlung. Je nach Menge der zugegebenen Stabilisatoren erhält man vollstabilisiertes ZrO_2 (FSZ oder CSZ: Fully bzw. Cubic Stabilized Zirconia) oder bei entsprechend geringeren

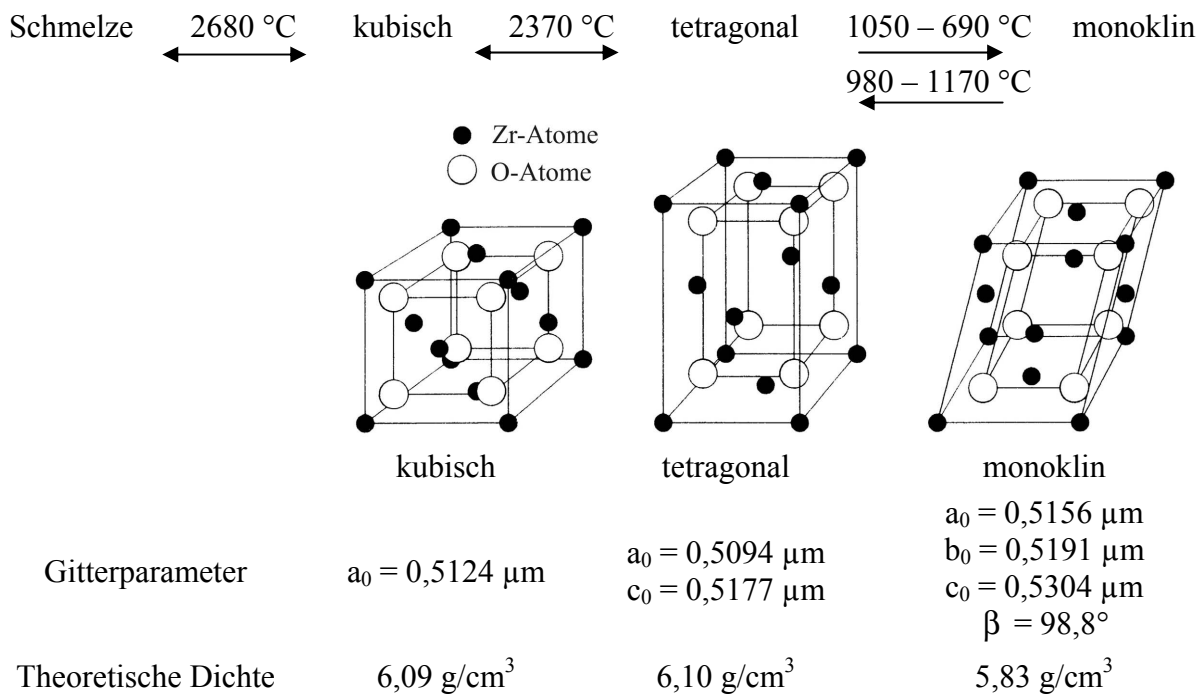


Abbildung 2.17: Gitterstrukturen, Gitterkonstanten und theoretische Dichten von reinem ZrO_2 [Ste87].

Mengen teilstabilisiertes ZrO_2 (PSZ: Partially Stabilized Zirconia). Die in der technischen Praxis größte Bedeutung haben die mit Y_2O_3 stabilisierten Varianten, wozu auch die 3Y-TZP-Keramik (TZP: Tetragonal Zirconia Polycrystals) gehört. Daher wird auf diese im Folgenden näher eingegangen.

In Abbildung 2.18 ist das Phasendiagramm von ZrO_2 mit Y_2O_3 -Gehalten bis 10 Mol-% dargestellt. Die sich unter Nichtgleichgewichtsbedingungen einstellenden metastabilen Phasen sind ebenfalls angedeutet. Zur Stabilisierung der tetragonalen Phase bis hin zur Raumtemperatur sind Y_2O_3 -Gehalte zwischen 2 und 3 Mol-% erforderlich. Für die Stabilität der TZP-Keramik ist neben dem Gehalt an Stabilisatoren auch die Korngröße wichtig. Die tetragonale Phase wird mit abnehmender Korngröße und steigendem Stabilisatorgehalt stabilisiert. In der Literatur wird im Zusammenhang mit der $t \rightarrow m$ -Umwandlung von einer kritischen Korngröße als Funktion des Stabilisatorgehaltes gesprochen [Sur03]. Unterhalb dieser kritischen Korngröße findet keine spontane Umwandlung in die monokline Phase statt, da es an Umwandlungskeimen fehlt [Rau02]. Oberhalb der kritischen Korngröße kann die tetragonale Phase nicht mehr

stabilisiert werden. Bei Y_2O_3 -Gehalten zwischen 2 und 3 Mol-% liegt die kritische Korngröße zwischen 0,2 und 1 μm . [Rui96] berichtet hingegen von tetragonalen Körnern mit 5 bis 6 μm Durchmesser bei einer 3 Mol-% Y-TZP-Keramik nach einer Wärmebehandlung.

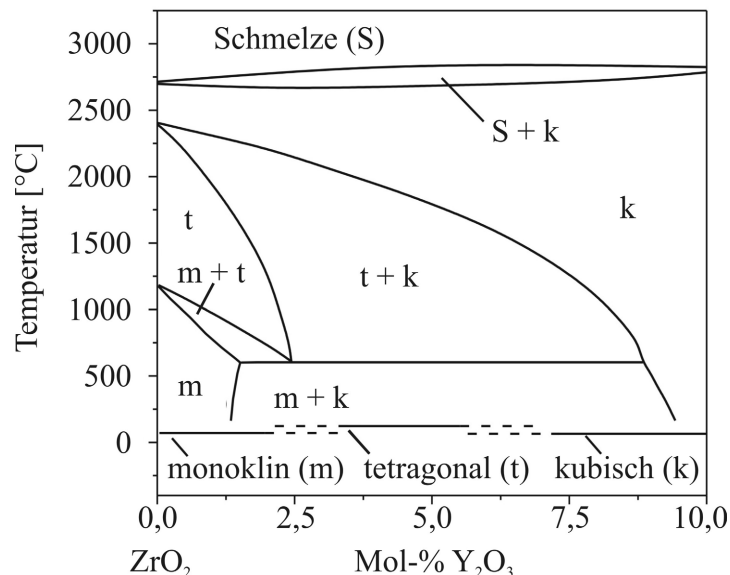


Abbildung 2.18: Phasendiagramm von ZrO_2 mit Y_2O_3 -Gehalten bis 10 Mol-% nach [Sco75].

Auf Grund der ionischen Bindungen weisen 3Y-TZP-Einkristalle stark richtungsabhängige Eigenschaften auf. Da in der technischen Praxis meist polykristalline Körper verwendet werden und auch die hier untersuchten Mikroproben eine ausreichend große Anzahl an Körnern je Richtung ausweisen, wird hier nur auf die mechanischen Eigenschaften des auf Grund der statistisch regellosen Kornorientierungsverteilung quasiisotropen Materialverhaltens eingegangen. Die Festigkeit von Keramiken wird überwiegend mittels Drei- und Vier-Punkt-Biegeversuchen nach DIN EN 843-1 [DIN95] an Proben mit Querschnitten von $3 \times 4 \text{ mm}^2$ bei Auflagerabständen von 20 mm und 40 mm durchgeführt. In aktuellen Forschungsvorhaben wurden Biegeversuche an mikroskopischen Probekörpern mit Querschnittsabmessungen von $200 \times 200 \mu m^2$ [Auh05a, b, Auh06] und $20 \times 30 \mu m^2$ [Ant09a, b] durchgeführt. Für die Makroproben steht die ermittelte Festigkeit in direktem Zusammenhang mit dem Herstellverfahren. Für mikroskopische Proben sind dagegen die Auswirkungen der Prozessparameter bei der Herstellung auf die Gefügeentwicklung und die damit ermittelten Festigkeiten weniger eindeutig. In Tabelle 2.6 sind mechanische Eigenschaften der 3Y-TZP-Keramiken mit Hinblick auf Probengröße und Herstellungsverfahren zusammengefasst. Für detaillierte Informationen siehe [Auh06, Kas08].

Tabelle 2.6: Mechanische Eigenschaften von 3Y-TZP-Keramiken.

Biegefestigkeit σ_0 [MPa]	Herstellung – Probengeometrie – Bemerkung	Quelle
Makroproben	1,5 mm x 2 mm bzw. 3 mm x 4 mm mit 20 bzw. 40 mm Auflagerabstand	
1200	kaltisostatisch verdichtet; 3-Punktbiegung	[TOS09]
< 1800	heissisostatisch nachverdichtet; 4-Punktbiegung	[Hes98]
Mikroproben	200 μm x 200 μm 3-Punktbiegung	
1417 – 3181	drucklos heissgegossen	[Auh06]
1789	Mikro-Pulverspritzguss	[Auh06]
Mikroproben	20 μm x 30 μm 3-Punktbiegung	
888 – 978	infiltrierte Form aus Photoresist trapezförmiger Querschnitt	[Ant09a]
1191 – 2236	infiltrierte Form aus Photoresist optimierte Herstellung	[Ant09b]

Um die Festigkeit von Mikroproben abschätzen zu können, wurde von [Kas06, Kas08] ein Modell entwickelt. Dieses Modell berücksichtigt mikrostrukturelle und dimensionelle Größen, um hieraus eine Aussage über die charakteristische Festigkeit entsprechend einem 3-Punktbiegeversuch zu treffen:

$$\sigma_{0,3PB} = a + b \cdot \text{Porosität} + c \cdot \text{Kantenradius} + d \cdot \text{Rauheit} \quad (2.18)$$

Die Parameter a bis d werden mittels einer multiplen Regression auf Basis von sieben untersuchten Chargen ermittelt. Die gefundenen Parameter sind in Tabelle 2.7 wiedergegeben. Dabei gehen auch Proben ein, bei deren Herstellung es zum Teil zu einer Verrundung der Kanten und somit zu einer Defektausheilung kam (siehe Kapitel 2.3.2) [Auh06].

Tabelle 2.7: Parameter aus der multiplen Regression [Kas06].

a [MPa]	b [MPa/%]	c [MPa/ μm]	d [MPa/ μm]
1711	-160	92	-154

Diese Funktion liefert sehr genaue Abschätzungen für die charakteristische Festigkeit der Proben. Bei einem Vergleich der gemessenen und berechneten Festigkeit tritt ein maximaler Fehler von 5 % auf [Kas06]. Bei den in den Untersuchungen gemessenen Größen von Porosität (0 bis 3 %), Kantenradius (3 bis 12 μm) und Rauheit R_t (1,0 bis 2,5 μm) zeigt sich, dass auf Grund der großen Varianz der Kantenradius den größten Einfluss auf die berechnete Festigkeit hat. Bei der Anwendung von Gleichung (2.18) auf Proben aus dem Mikro-Pulverspritzgussprozess kommt [Kas08] zu einer guten Übereinstimmung und zu dem

Schluss, dass mit dieser Gleichung gute Abschätzungen für die charakteristische Festigkeit von Proben auch aus deutlich unterschiedlichen Herstellungsprozessen möglich sind.

2.5.4 Siliziumnitrid

Siliziumnitrid-Keramiken zeichnen sich durch eine Kombination aus guten Eigenschaften sowohl bei Raumtemperatur, als auch bei hohen Temperaturen aus. Durch die Wahl der Sinteradditive, des Herstellungsverfahrens und durch die Qualität der Rohstoffe lassen sich die Eigenschaften über einen großen Bereich für die entsprechenden Beanspruchungen einstellen, weshalb heute auch des Öfteren von Siliziumnitridlegierungen gesprochen wird. Einen umfassenden Überblick über die Siliziumnitridkeramik geben [Zie87, Ril00, Pet02, Sal07]. Im Folgenden wird nur auf einzelne Aspekte eingegangen, die für das spätere Verständnis der Ergebnisse von Bedeutung sind.

Wie bereits erwähnt, überwiegt bei Siliziumnitrid der Anteil an kovalenten Bindungen. Siliziumnitrid besitzt eine Struktur, die sich aus leicht verzerrten SiN_4 -Tetraedern aufbaut. Es existieren zwei kristallographische Modifikationen von Si_3N_4 : α - Si_3N_4 mit einer Stapelfolge ABCDABCD und β - Si_3N_4 mit einer ABAB-Folge. In Abbildung 2.19 sind die Strukturen der beiden Modifikationen wiedergegeben. Für die beiden Modifikationen sind die Gitterkonstanten a_0 in etwa gleich groß ($a_{0\alpha} = 781,1 \text{ pm}$, $a_{0\beta} = 759,5 \text{ pm}$), aber c_0 ist bei α rund doppelt so groß wie bei β ($c_{0\alpha} = 580,3 \text{ pm}$, $c_{0\beta} = 290,2 \text{ pm}$) [Grü79]. Auf Grund der unterschiedlichen Stapelfolgen ergeben sich bei der α -Modifikation Gitterhohlräume, während bei β - Si_3N_4 Kanäle entlang der c-Achse mit Durchmessern von 90 und 150 pm existieren.

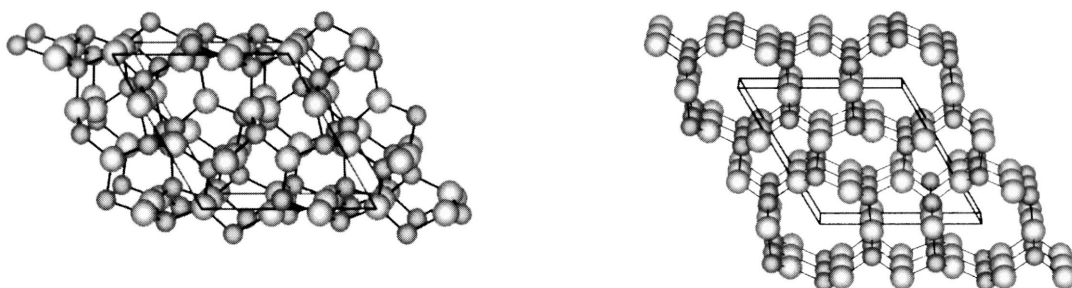


Abbildung 2.19: Strukturen von α - Si_3N_4 (links) und β - Si_3N_4 (rechts) [Sal07].

Bei der Herstellung von Siliziumnitrid-Pulver entsteht überwiegend die α -Modifikation. Diese ist möglicherweise metastabil und wandelt bei höheren Temperaturen langsam in die β -Modifikation um. Die genaue Umwandlungstemperatur ist nicht bekannt. Laut [Sue97] findet

die Umwandlung von hochreinem α erst bei 2150 °C statt (bei Zugabe von Y_2O_3 , ansonsten ist α - Si_3N_4 stabil bis 2200 °C). Siliziumnitrid weist bei Umgebungsdruck keinen Schmelzpunkt auf, sondern zersetzt sich bei 1877 °C. Diese Zersetzung kann durch eine Erhöhung des N_2 -Partialdruckes zu höheren Temperaturen verschoben werden.

Auf Grund des hohen Anteils an kovalenten Bindungen ist der Selbstdiffusionskoeffizient der Stickstoffatome im Si_3N_4 sehr gering, sodass es über eine reine Festkörperreaktion zu praktisch keiner Verdichtung kommt. Dichte Bauteile lassen sich daher nur durch Flüssigphasensintern unter Zugabe von Sinteradditiven wie Al_2O_3 , MgO oder Y_2O_3 herstellen, die mit der passivierenden SiO_2 -Schicht an der Oberfläche der Si_3N_4 -Körner bei Prozesstemperaturen von über 1700 °C schmelzflüssige Eutektika bilden [Kin59a, b]. Dabei lösen sich α -Körner auf, das Material diffundiert durch die Flüssigphase zu β -Körnern, an denen es sich abscheidet. Ohne diese Flüssigphase ist die $\alpha \rightarrow \beta$ -Umwandlung nicht möglich [Sue97]. Die Flüssigphase liegt nach dem Sintern in amorpher oder teilkristalliner Form entlang der Korngrenzen und an den Tripelpunkten vor. Die Menge und die Eigenschaften der Korngrenzen- bzw. Sekundärphase sind neben der Sinterdichte und der Kornstruktur maßgebend für die Werkstoffeigenschaften [Wöt85]. Die Korngrenzenphase ist 1,0 bis 1,5 nm dick [Kle92].

Auf Grund der oben beschriebenen Kanäle im β - Si_3N_4 erhöht sich der Selbstdiffusionskoeffizient in die c-Richtung [Lan91], sodass das Wachstum in diese Richtung schneller abläuft. Zusammen mit dem langsameren, grenzflächenkontrollierten Wachstum in die a-Richtung führt das zur nadeligen Struktur der β -Körner (einen Überblick über die Theorien zum Wachstum von Si_3N_4 -Körnern bietet [Sat03]). Je höher der Anteil an nadelförmigem β im Gefüge ist, desto höher ist der Effekt der Faserverstärkung durch Rissablenkung, -überbrückung und Faserpullout [Bec91].

Bei der Herstellung von Si_3N_4 werden grundsätzlich zwei Verfahren unterschieden: Reaktionsbinden und Sintern. Beim reaktionsgebundenen Si_3N_4 (RBSN) wird ein Formkörper aus elementarem Silizium nitridiert (diese Reaktion ist stark exotherm). Der Vorteil hierbei ist die geringe Sinterschwindung von unter 1 Vol-%. Nachteilig ist aber die hohe Restporosität von 10 bis 30 %, was zu niedrigen Festigkeiten von unter 400 MPa führt. Für das Sintern wird feinkörniges Si_3N_4 -Pulver mit Additiven gemischt, in Form gebracht und gesintert. Hierbei wird je nach Druck beim Sinterprozess zwischen drucklosem Sintern (SSN), Gasdrucksintern (GPSN) und heißisostatischem Pressen (HIPSN) unterschieden. Auch Sintern unter einem uniaxialen mechanischen Druck (HPSN) wird angewendet.

Zur Kombination der Vorteile beider Verfahren (also geringer Sinterschwindung des RBSN und die hohe Dichte und Festigkeit des gesinterten Si_3N_4) können diese auch kombiniert wer-

den. Hierzu wird elementares Silizium mit Additiven gemischt, nitridiert und anschließend gesintert (SRBSN). Die Eigenschaften von SRBSN sind grundsätzlich sehr ähnlich zu SSN [Pet02]. Für die Mikrotechnik sind die genannten Vorteile des SRBSN von besonderem Interesse. Tabelle 2.8 fasst die aus dem Makrobereich bekannten Werte für eine Auswahl an physikalischen und mechanischen Eigenschaften zusammen.

Tabelle 2.8: Makromechanische Eigenschaften von Si_3N_4 -Keramiken [Zie87, Tie93, Mic94, Her04, Sal07].

Eigenschaft	Material	Wert
Theoretische Dichte [g/cm^3]	α - Si_3N_4	3,168 – 3,188
	β - Si_3N_4	3,19 – 3,202
Dichte [% der theo. Dichte]	SSN	90 – 100
	RBSN	68 – 88
Elastizitätsmodul [MPa]	SSN	280 – 330
	RBSN	80 – 220
Biegefestigkeit [MPa]	SSN	300 – 1000
	RBSN	100 – 400
	SRBSN	500 – 1000; 480 – 785
	HPSN	1000 – 1700
Risszähigkeit [$\text{MPam}^{0,5}$]	SSN	3,4 – 8,2
	RBSN	1,5 – 4,0
	SRBSN	5 – 11

Untersuchungen an Si_3N_4 in der Mikroskala sind in der Literatur kaum zu finden. [Zha00] testet Dünnschichten mit einer Dicke von $0,76 \mu\text{m}$ und einer Breite von $16 \mu\text{m}$ aus wärmebehandeltem Si_3N_4 ($1100 \text{ }^\circ\text{C}$ für 2 h), die mittels Niederdruck-CVD hergestellt werden. Es ergibt sich eine charakteristische Festigkeit von $12,26 \text{ GPa}$. Einzelne Proben erzielen Festigkeiten um 15 GPa . An $0,5 \mu\text{m}$ dicken und $600 \mu\text{m}$ breiten Si_3N_4 -Schichten, die mittels CVD hergestellt werden, ermittelt [Edw04] Zugfestigkeiten von $5,87 \text{ GPa}$.

Die Mikrostruktur von Siliziumnitrid wird beeinflusst von dem Zustand des Ausgangspulvers (α/β -Verhältnis und Feinheit), der Sinteradditive (Art und Menge), der Flüssigphase (Menge und Viskosität) und den Sinterbedingungen (Temperatur, Dauer, Atmosphäre und Druck) [Wöt85, Zie87, Pet02]. Letztlich existiert eine sehr große Anzahl an Faktoren, die die Mikrostruktur beeinflussen, sodass hier nur ein paar grundlegende Beispiele angegeben werden. Eine detaillierte Zusammenstellung der Einflussfaktoren bietet [Pet02]. Grundsätzlich gilt: Je höher der α -Anteil, desto besser ist die Verdichtung und desto stärker ausgeprägt ist die Nadelstruktur; je feiner das Ausgangspulver, desto höher ist die Dichte nach dem Sintern; ein $\text{Y}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ -Zusatz führt zu einem feinen aber weniger nadelförmigen Gefüge, ein MgO -Zusatz beschleunigt das Kornwachstum und führt zu langen β -Körnern.

3 Versuchswerkstoffe, Probenherstellung und Probenzustände

Im folgenden Kapitel werden die verwendeten Probengeometrien dargestellt. Des Weiteren werden die untersuchten Werkstoffzustände der Proben aus Aluminiumbronze, Zirkoniumdioxid und Siliziumnitrid bezüglich der Herstellung und des Gefüges beschrieben. Die metallischen Proben wurden mit den Verfahren Vakuumdruck- (VDG) und Schleuderguss (SG), die keramischen Proben mittels drucklosen Heißgießens (HM) und Niederdruckspritzgießens (LPIM) hergestellt. Für alle Verfahren erfolgte dies am Institut für Materialforschung III (IMF III) des Forschungszentrums Karlsruhe (FZK) bzw. des Karlsruher Instituts für Technologie (KIT).

3.1 Probengeometrien

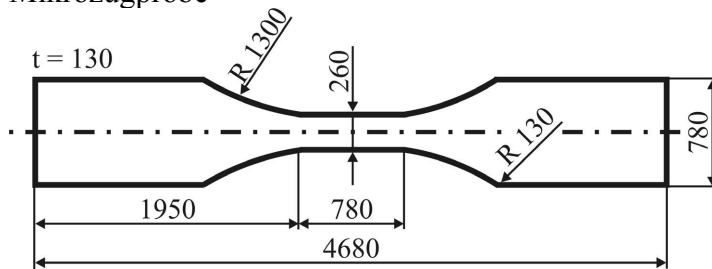
Zur Herstellung aller Probengeometrien wurden entsprechende Urformen gefertigt. Die Urformen für die Mikrobiegeproben wurden am Institut für Produktionstechnik (wbk) mittels Mikrozerspanen aus Messing (CuZn30Pb3) hergestellt. Die Urmodelle zur Herstellung der Kunststoffmodelle zum Gießen der Mikrozug- und -kerbzugproben wurden aus dem Warmarbeitsstahl X 37CrMoV5-1 (1.2343 VMR) bei der österreichischen Fa. Zumtobel Staff GmbH Werkzeugbau mittels Mikroerodieren gefertigt. Das zweiteilige Urmodell für die Mikrotorsionsproben wurde von der Fa. Junghans microtec GmbH aus dem Kaltarbeitsstahl X 150CrMoV12-1-1 (1.2379) angefertigt. Bedingt durch die zweiteilige Form und die toleranzbehafte Montage entstehen an den Mikrotorsionsproben Gussnähte.

Für die Untersuchung der mechanischen Eigenschaften der Aluminiumbronze wurden Versuche an glatten und gekerbten Flachzugproben sowie an glatten zylindrischen Torsionsproben durchgeführt. Die keramischen Werkstoffe wurden ausschließlich mittels Biegeproben charakterisiert. Die Geometrien der für die Versuche verwendeten Mikroproben sind in Abbildung 3.1 dargestellt.

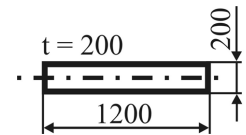
Die Zugproben weisen einen Messquerschnitt von ca. 130 auf 260 μm^2 auf. Die Länge der Messstrecke beträgt 780 μm . Die Kerbzugproben weisen im Kerbquerschnitt die gleiche Geometrie auf, wie die ungekerbten Zugproben. Die Kerbradien betragen im Mittel ca. 20 μm , wobei die Radien, bedingt durch das Herstellverfahren, deutliche Schwankungen aufweisen. Die Torsionsproben sind als abgesetzte Zylinder ausgeführt, die in der Messstrecke einen Durchmesser von ca. 230 μm haben. Die Länge der Messstrecke beträgt ca. 1000 μm . Die Mikrobiegeproben wurden alle mittels des gleichen Urmodells hergestellt. Die Abmes-

sungen der Säulen betragen hierbei ca. 250 auf 250 μm^2 . Auf Grund der unterschiedlichen Schwindung beim Sinterprozess weisen die Proben aus ZrO_2 einen Querschnitt von 200 auf 200 μm^2 und eine Gesamtlänge von 1200 μm auf, während die Si_3N_4 -Proben Abmessungen von ca. 230 auf 230 μm^2 bei einer Gesamtlänge von ca. 1380 μm aufweisen.

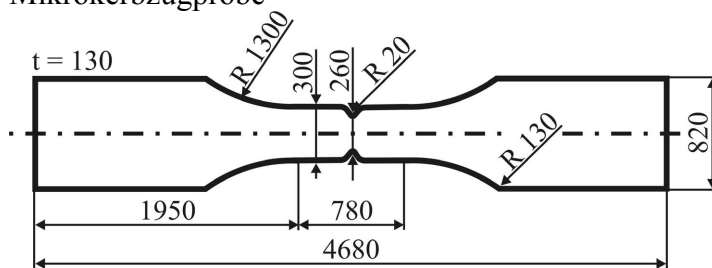
Mikrozugprobe



Mikrobiegeprobe (gesintert)



Mikrokerbzugprobe



Mikrotorsionsprobe

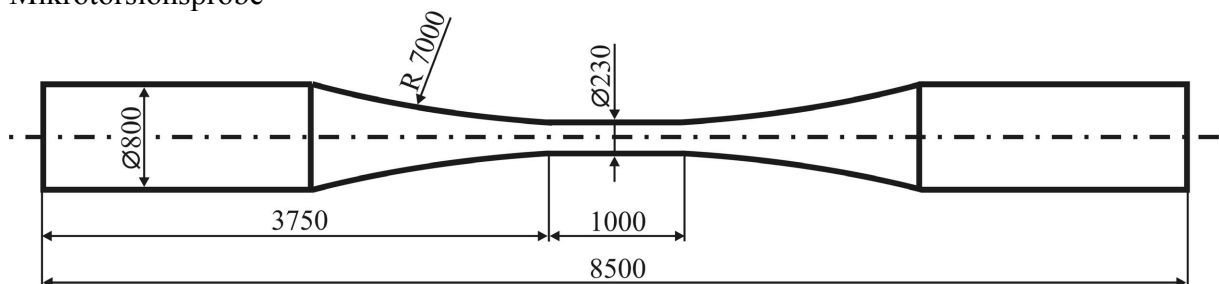


Abbildung 3.1: Schematische Darstellung der Mikroproben in gleichem Maßstab. Abmessungen in μm .

3.2 Aluminiumbronze

Die im Rahmen dieser Arbeit untersuchte Aluminiumbronze CuAl10Ni5Fe4 (Werkstoffnummer 2.0966) nach DIN 17665 wurde von der Fa. Schreier-Metall als Knetlegierung in Form von Rundmaterial mit 14 mm Durchmesser bezogen. Die chemische Zusammensetzung wurde an ausgewählten Mikrozugproben einzelner Chargen mittels einer Spektralanalyse bei der Fa. Spektralanalytisches Labor Werner Haag bestimmt. Die Zusammensetzung gemäß dieser Analysen und den Spezifikationen nach DIN 17665 [DIN83] und DIN EN 1982 [DIN08] sind in Tabelle 3.1 zusammengefasst. Die Standardabweichung der Messergebnisse aus der Spektralanalyse beträgt 15 %. Die Chargennummern werden von Teilprojekt C2 „Mikroguss“ des SFB 499 als Laufzahl zur eindeutigen Identifizierung der Mikroproben und

-bauteile vergeben. Das Schmelzintervall liegt im Bereich zwischen 1020 und 1040 °C. Die Dichte beträgt 7,5 g/cm³ [DIN83].

Tabelle 3.1: Zusammensetzung der Aluminiumbronze in Ma-%.

Quelle/ Probe	Chemisches Element						
	Cu	Al	Ni	Fe	Mn	Zn	Si
[DIN08]	76,0-83,0	8,5-10,5	4,0-6,0	4,0-5,5	0,0-3,0	0,0-0,5	0,0-0,1
[DIN83]	Rest	8,5-11,0	4,0-6,0	2,0-5,0	0,0-1,5	0,0-0,5	-
1241-05	Rest	9,82	5,10	4,50	0,80	0,07	0,08
1305-05	Rest	10,34	5,30	5,80	0,50	0,08	0,11
1698-12	Rest	9,65	5,55	4,91	0,18	0,04	0,03
1699-09	Rest	9,43	4,89	4,34	0,30	0,03	0,04
1702-02	Rest	10,08	4,73	6,86	0,68	0,00	0,04
1704-12	Rest	9,66	5,15	7,53	0,76	0,04	0,05
1708-06	Rest	9,46	4,60	4,87	0,28	0,02	0,04
1816-12	Rest	9,95	4,70	5,20	0,80	0,10	0,08
1931-08	Rest	8,34	4,90	4,78	0,29	0,12	0,09

Die mechanischen Eigenschaften für makroskopische Bauteile aus CuAl10Ni5Fe4 sind in Tabelle 3.2 zusammengefasst. Bei der Herstellung mittels Sandguss werden geringfügig niedrigere Festigkeiten erreicht als mit den übrigen Verfahren. Die Bruchdehnung ist bei Kokillenguss-Proben deutlich niedriger, als bei der Herstellung mittels Sand-, Schleuder- oder Strangguss. Die Härtewerte sind entsprechend beim Sandguss geringfügig niedriger.

Tabelle 3.2: Mechanische Eigenschaften von CuAl10Ni5Fe4.

Quelle	Herstell- verfahren	R _{p0,2} [MPa]	R _m [MPa]	A [%]	Brinellhärte [HBW]
[DIN08]	Sandguss	250	600	13	140
	Kokillenguss	280	650	7	150
	Schleuderguss	280	650	13	150
	Strangguss	280	650	13	150

Für die Produktion von Mikroproben wurden zunächst Modelle aus Polymethylmethacrylat (PMMA) mikrospritzgegossen. Gemäß Tabelle 3.3 wurden die Proben aus Aluminiumbronze mittels Vakuumdruckguss und Schleuderguss hergestellt. Für die Herstellung glatter Mikrozugproben wurden beide Verfahren, zur Herstellung der gekerbten Mikrozugproben und der Mikrotorsionsproben ausschließlich die Methode Vakuumdruckguss eingesetzt. Als Standardmaterial für die Gussmuffel wurde eine Mischung aus 80 % Feinsand und 20 % Gips verwendet [Bau06]. Für den Abguss einer Charge wurde jeweils ein 35 bis 40 g schweres

Stück des Rundmaterials abgesägt und eingeschmolzen. Die Temperatur der Schmelze beim Abguss betrug 1300 °C [Bau08a].

Zur Probenherstellung gemäß des in Kapitel 2.3.1 beschriebenen Vakuumdruckgussverfahrens diente ein Gussgerät „Prestomat Compact“ der Fa. DeguDent GmbH. Die Gussmuffel kann mittels einer elektrischen Widerstandsheizung vorgewärmt werden. Es wurden Muffelvorwärmtemperaturen T_m von 700, 850 und 1000 °C eingesetzt. Der Fülldruck betrug 4 bar. Nach dem Gussprozess wurde die gefüllte Muffel der Gussmaschine entnommen und an Luft bei Raumtemperatur abgekühlt. Am Gussrohling anhaftendes Muffelmaterial wurde anschließend mit Flusssäure entfernt und die Proben mittels eines Seitenschneiders vom Anguss entfernt.

Für die Herstellung der Proben mittels Schleuderguss (siehe Kapitel 2.3.1) wurde ein Gerät „Ticast“ der Fa. Selec Ltd. verwendet. Das Metall wird hierbei mittels eines Lichtbogens in Argonatmosphäre geschmolzen. Die Gussmuffel kann in dieser Anlage nicht geheizt werden, weshalb sie in einem separaten Ofen auf Temperaturen T_m von 700 und 1000 °C vorgeheizt wurde. Der gesamte Gussprozess, bestehend aus den Einzelschritten Einsetzen der vorgewärmten Muffel, Evakuieren und Spülen des Gussapparats mit Argon, dauerte ca. 300 Sekunden. Dies ist deutlich länger als die benötigten 40 Sekunden beim VDG. Dadurch kam es zu einer Abkühlung der Gussmuffel beim SG, sodass bei einer Vorwärmtemperatur von 1000 °C die Muffeltemperatur zum Zeitpunkt der Befüllung mit Schmelze nur 680 bis 720 °C betrug. Entsprechend liegt die reale Muffeltemperatur bei der Befüllung ausgehend von $T_m = 700$ °C bei lediglich 440 bis 470 °C [Kas08].

Tabelle 3.3: Herstellparameter der untersuchten Proben aus CuAl10Ni5Fe4.

Chargen	Probenart	Gussverfahren	Muffelvorwärmtemperatur T_m [°C]	Rautiefe R_t [µm]
1929-1932	Zug	VDG	700	$1,88 \pm 0,61$
1240-1245	Zug	VDG	850	$0,55 \pm 0,23$
1305-1307, 1401, 1698-1699, 1700-1710	je Charge: 1/3 Zug 2/3 Kerbzug	VDG	1000	$2,37 \pm 1,16$
1814-1815, 1818	Torsion	VDG	1000	-
1712-1713	Zug	SG	700	$4,35 \pm 2,29$
1720-1721	Zug	SG	1000	$3,29 \pm 1,34$

Da die Entwicklung des Gefüges stark von der jeweiligen Legierungszusammensetzung und den thermischen Randbedingungen im jeweiligen Herstellungsprozess abhängt, ist in

Abbildung 3.2 lediglich ein Beispiel für eine typische Mikrostruktur dargestellt. Die weiß erscheinenden Bereiche bestehen aus der α -Phase, die dunklen aus der metastabil umgewandelten β -Phase (mit β wird üblicherweise die Hochtemperaturphase bezeichnet, im Folgenden werden aber auch die unterschiedlichen Nichtgleichgewichtsphasen β genannt). Die grauen Punkte bzw. Lamellen bestehen aus den unterschiedlichen κ -Phasen. Bedingt durch die oben genannten Abhängigkeiten sind die realen Mikrostrukturen der verschiedenen Chargen grober oder feiner entwickelt, als die in Abbildung 3.2 dargestellte. Auch die Menge und Art der auftretenden κ -Phasen ist je nach den Randbedingungen unterschiedlich. Die Mikrostrukturen der untersuchten CuAl10Ni5Fe4-Proben sind jeweils in den zugehörigen Abschnitten des Kapitels 5 dargestellt. Die dargestellten Gefüge wurden jeweils in der Mitte der Messstrecke einer Probe ermittelt, die jeweils aus der Mitte des Gussbaumes entnommen wurde, um ein repräsentatives Gefüge für den Vergleich der verschiedenen Chargen sicher zu stellen, da sich das Gefüge der Proben am Rand des Gussbaumes leicht von dem der Proben in der Mitte des Gussbaumes unterscheidet [Bau08b].

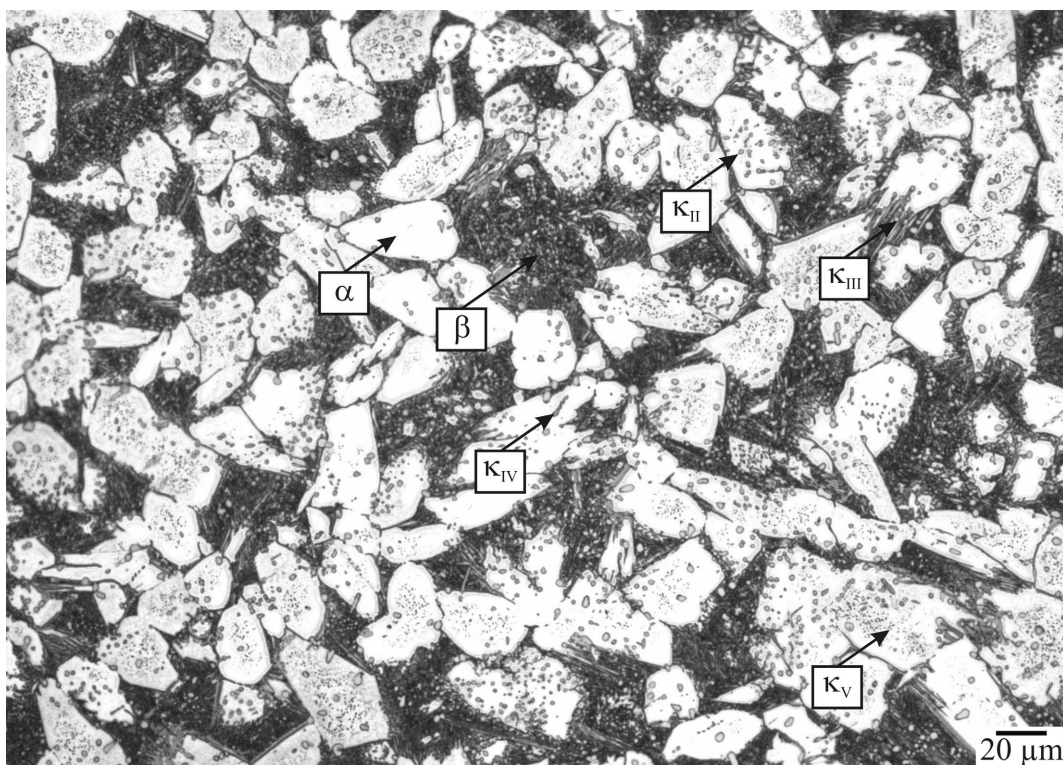


Abbildung 3.2: Mikrostruktur der Aluminiumbronze mit Phasenbezeichnungen.

Die Korngröße war auf Grund der Gefügestruktur nicht exakt zu bestimmen. Lediglich die Korngröße der Hochtemperaturphase β konnte bestimmt werden. Die Porosität lag meist in einem Bereich nahe 0 %. Nur wenige Proben wiesen einzelne Poren mit Durchmessern zwischen 2 und 4 μm auf, deren Ursache sich auf Probleme beim Herstellungsprozess zurückfüh-

ren lassen. Dagegen enthalten die Proben deutlich mehr Lunker. Besonders ausgeprägt zeigte sich dies bei den Proben der Chargen, die mittels SG hergestellt wurden. Hier wiesen die Proben z. T. Lunker auf, deren Größe bis zu 25 % der Querschnittsfläche einnahmen. Diese Lunker befanden sich sowohl in der Messstrecke, als auch in den Probenköpfen. Derartig fehlerbehaftete Proben wurden nicht für die Bestimmung der mechanischen Eigenschaften der jeweiligen Charge herangezogen. Bei den VDG-Chargen mit $T_m = 850\text{ °C}$ wurden nur einzelne kleinere Lunker gefunden. Diese Proben wurden für die Auswertung verwendet.

Für die Herstellung der Mikrotorsionsproben wurde eine Muffelvorwärmtemperatur von $T_m = 1000\text{ °C}$ verwendet. Dadurch wurde sichergestellt, dass die Probe trotz des starken Querschnittsübergangs (Kopf-/Messdurchmesser = $800\text{ }\mu\text{m}$ / $200\text{ }\mu\text{m}$) mittels Vakuumdruckguss hergestellt werden konnte (beim Abguss muss die Metallschmelze zur Erzeugung des zweiten Probenkopfes durch den engen Messquerschnitt fließen). Bei kleinerem T_m wäre es zu keiner zufrieden stellenden Formfüllung gekommen. Bedingt durch das geteilte Spritzgusswerkzeug entsteht entlang der Probe ein Grat von ca. $4\text{ }\mu\text{m}$ Höhe und $4\text{ }\mu\text{m}$ Breite.

Die Herstellung der Proben mittels VDG und SG führt auf der Probenoberfläche zur Ausbildung einer typischen Gussstruktur. In Abbildung 3.3 sind REM-Aufnahmen einer Mikrokerbzugprobe der Charge 1705 dargestellt. Die Oberfläche weist Schwimmhäute, Poren und Risse auf. Wie Tabelle 3.3 zu entnehmen ist, liegen die Rautiefen der Oberflächen von SG-Chargen deutlich höher, als die der VDG-Chargen. Ein direkter Zusammenhang zwischen der Rautiefe und den Prozessparametern ist nicht zu erkennen.

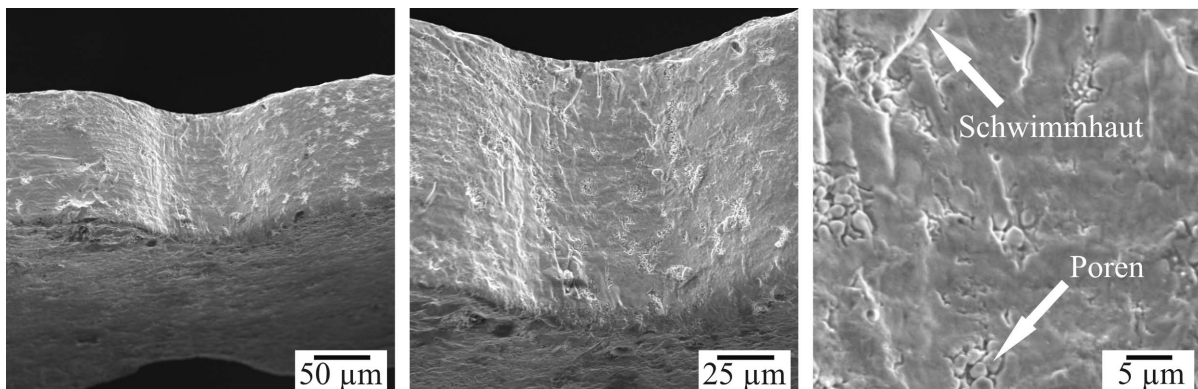


Abbildung 3.3: Oberflächenstruktur der Mikrokerbzugprobe 1705-03.

3.3 Zirkoniumdioxid

Die untersuchten Mikroproben aus tetragonal stabilisiertem Zirkoniumdioxid wurden mittels der in Kapitel 2.3.2 beschriebenen Verfahren druckloses Heißgießen (hot moulding = HM)

und Niederdruckpulverspritzgießen (low pressure injection moulding = LPIM) hergestellt. Als Ausgangsmaterial diente handelsübliches ZrO_2 -Pulver mit 3 Mol-% Y_2O_3 zur Stabilisierung der tetragonalen Phase und 0,25 Ma-% Al_2O_3 als Sinterhilfsmittel (TZ-3YS-E, Fa. Tosoh). Mit diesem Pulver hergestellte Dreipunktbiegeproben mit Abmessungen von $3 \times 4 \times 40 \text{ mm}^3$ und einem Auflagerabstand von 30 mm weisen laut Hersteller eine Biegefestigkeit $R_{b,m}$ von 1200 MPa, eine Risszähigkeit K_{Ic} von $5 \text{ MPam}^{0,5}$ und eine Härte von 1250 HV10 auf. In den Arbeiten von Auhorn und Kasanická [Auh06, Kas06, Kas08], mit deren Ergebnissen die hier ermittelten Eigenschaften in der Diskussion verglichen werden, wurde ein kommerziell erhältliches Bindersystem (Siliplast LP65, Fa. Zschimmer & Schwarz) verwendet, das im Folgenden mit F1 bezeichnet wird. Die in dieser Arbeit untersuchten ZrO_2 -Proben wurden mit einem im SFB 499 entwickelten Bindersystem hergestellt, das aus mikrokristallinem Paraffin (Terhel 6403, Fa. Schümann Sasol) und einem Dispergiermittel (Hypermer KD4, Fa. Uniquema) besteht, die in flüssiger Phase unter Vakuum in einer Rührmaschine für 1 h gemischt wurden. Durch das Vakuum wurde eine Anreicherung des Feedstocks mit Luftblasen vermieden. Der Feedstock, der mit diesem Bindersystem hergestellt wurde, wird im Weiteren mit F2 bezeichnet. Die Pulver-Füllgrade betragen 52 % bei F1 und 50 % bei F2 [Mül07]. Beide Feedstockvarianten wurden bei 95 °C homogenisiert. In Tabelle 3.4 sind die Kennwerte der Feedstocks und Chargen zusammengefasst, die in Kapitel 6 besprochen werden.

Tabelle 3.4: Zusammensetzung und Charakteristik der Feedstocks für die Herstellung der ZrO_2 -Keramiken.

Charge	Feedstock	Füllgrad [%]	Viskosität* [Pas]	Herstellung	Entbindern**	Sintertemp. [°C]	Sinterdauer [h]	Dichte*** [g/cm ³]
A	F2	50	14,9	HM	E1	1400	1	6,04
B	F2	50	14,9	HM	E1	1450	1	6,07
C	F2	50	14,9	HM	E2	1300	10	6,04
D	F2	50	15,5	HM	E2	1450	1	6,06
E	F2	50	15,5	HM	E2	1500	1	6,05
F	F2	50	15,5	HM	E2	1400	1	6,06
G	F2	50	15,5	LPIM	E2	1500	1	6,05
H	F2	50	15,5	LPIM	E2	1400	1	6,05
I	F1.1	45	21,3	HM	E3	1450	1	6,03
J	F1.1	45	21,3	HM	E1	1300	10	6,03
K	F1.2	44	8,0	HM	E3	1450	1	5,83
L	F1.2	44	8,0	HM	E4	1250	1	5,92

* bei 85 °C und einer Scherrate von 100 s^{-1} , ** Einzelheiten sind Tabelle 3.5 zu entnehmen, *** theoretische Dichte: $6,09 \text{ g/cm}^3$

Tabelle 3.5: Entbinderungsverläufe der ZrO₂-Chargen.

Variante	Entbinderungsverlauf
E1	1 K/min 70 °C, 0,25 K/min 220 °C, 0,1 K/min 270 °C, 0,5 K/min 500 °C 10 min
E2	1 K/min 150 °C, 0,25 K/min 240 °C, 0,5 K/min 500 °C 10 min
E3	1 K/min 75 °C 150 min, 0,25 K/min 240 °C, 0,5 K/min 500 °C 10 min
E4	1 K/min 64 °C 180 min, 0,25 K/min 240 °C, 0,5 K/min 500 °C 10 min

Die Chargen A bis H wurden aus Feedstock F2 hergestellt, wobei die Viskosität zwischen 14,9 und 15,5 Pas lag. Für die Chargen I bis L wurde nanoskaliges Pulver der Fa. Tosoh verwendet. Das Pulver wurde mittels Laser verdampft. Die mittlere Partikelgröße beträgt 50 bis 100 nm und die spezifische Oberfläche 17,4 m²/g (die spezifische Oberfläche wurde am Institut für Materialforschung III nach dem BET-Verfahren ermittelt [Bru38, DIN03]). Als Binder wurde Siliplast LP65 mit zusätzlichen Dispergatoren eingesetzt (Chargen I und J: Brij72, Feedstock F1.1; K und L: Octyltrimethoxysilan, F1.2). Der Pulverfüllgrad betrug zwischen 44 und 45 %, die Viskosität lag zwischen 8,0 und 21,3 Pas.

Als Gießform wurde ein Negativabdruck des Urmodells aus Silikon (Wacker M4600) hergestellt. In diese wurde der Feedstock von Hand eingegossen und für 3 bis 5 Minuten unter Vibration in einer Vakuumkammer bei ca. 100 °C entgast. Nach der Abkühlung auf Raumtemperatur wurde der Grünling manuell der Silikonform entnommen. Im Anschluss wurden die Säulenarrays thermisch an Luft entbindert. Die vier unterschiedlichen Entbinderungsverläufe sind in Tabelle 3.5 zusammengefasst. Mit Heizraten zwischen 0,25 und 1,0 K/min wurden die Grünlinge auf ca. 500 °C erhitzt. Nach der Haltezeit von 10 Minuten bei Maximaltemperatur wurden die Arrays anschließend im Ofen auf Raumtemperatur abgekühlt. Die Chargen I und K wurden zusätzlich bei 75 °C für 150 Minuten und Charge L bei 64 °C für 180 Minuten gehalten. Das Sintern erfolgte für alle Chargen mit einer Heizrate von 3 K/min bis auf Sintertemperaturen, die zwischen 1250 und 1500 °C lagen. Lediglich bei Charge J betrug die Heizrate 5 K/min. Die Sinterdauer der Chargen C und J betrug 10 h. Die übrigen Chargen wurden 1 h gesintert. In Tabelle 3.6 sind Korngröße, Porosität und Rautiefe Rt sowie deren Standardabweichung für die Chargen A bis L aufgezeigt.

Die Korngrößen- und Porositätswerte wurden im Teilprojekt D1 „Mikrobauteilzustand“ des SFB 499 bestimmt. Die Korngrößen aller Chargen liegen im Bereich von 0,11 und 0,44 µm. Damit liegen bei einer Kantenlänge von 200 µm zwischen 450 und 1800 Körnern an der höchstbeanspruchten Stelle vor. Unter der Voraussetzung, dass die Körner statistisch regellos orientiert sind, kann von quasiisotropem Materialverhalten ausgegangen werden.

Tabelle 3.6: Gefügecharakteristik der ZrO₂-Chargen: Korngröße, Porosität und Rautiefe.

Merkmal	Charge											
	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L
Korngröße [μm]	0,25	0,33	0,22	0,33	0,44	0,27	0,43	0,27	0,30	0,22	0,36	0,11
Porosität [%]	0,3	0,1	0,1	0,1	0,2	0,2	0,1	0,1	6,6	7,0	4,6	3,1
Rautiefe Rt Stabw. [μm]	1,53 0,41	1,22 0,19	1,11 0,24	1,05 0,23	1,36 0,34	1,20 0,30	1,19 0,29	0,92 0,65	3,26 1,35	2,37 0,73	2,68 0,80	3,11 0,95

Die Mikrostrukturen der untersuchten ZrO₂-Chargen sind in Abbildung 3.4 dargestellt. Ergänzend sind repräsentative Oberflächenstrukturen von ausgesuchten Zugseiten einzelner Proben der untersuchten Chargen in Abbildung 3.5 gezeigt. Dargestellt sind jeweils Ausschnitte der Oberfläche in der Mitte der Zugseite mit 180 auf 180 μm². Auch hier zeigt sich, dass die Chargen D und H mit Rt = 1,05 bzw. 0,92 μm die glättesten Oberflächen besitzt. Die Chargen I bis L aus nanoskaligem ZrO₂ weisen mit Werten von 2,37 bis 3,26 μm Rt eine deutlich höhere Rauheit auf. Die Strukturen der Oberflächen der Proben aus ZrO₂ sind in etwa identisch mit den in Abbildung 3.4 dargestellten thermisch geätzten Schlifflinien.

Die Porositäten der Chargen A – H aus Standardpulver liegen zwischen 0,1 und 0,3 % und weisen somit unabhängig vom Entbinderungsverlauf und der Herstellung über HM oder LPIM ähnlich niedrige Werte auf. Die Porositäten der Chargen I – L aus nanoskaligem Pulver liegen mit Werten von 3,1 bis 7,0 % auf einem deutlich höheren Niveau. Im Vergleich mit den Viskositäten der entsprechenden Feedstocks ist insbesondere bei den Chargen I – L festzustellen, dass eine geringere Viskosität zu einer geringeren Porosität führt. Dies ist verständlich, da in einem dünnflüssigeren Medium Gasblasen leichter aufsteigen, als in einem zähflüssigeren. Allerdings widerspricht das zunächst den Dichtewerten aus Tabelle 3.4. Hierbei ist anzumerken, dass die Dichte mittels des kompletten Säulenarrays bestimmt wurde, während die Porosität an einzelnen Mikrobiegeproben gemessen wurde.

Bei den Chargen A – F, die mittels HM hergestellt wurden, liegt die Rautiefe Rt mit Werten zwischen 1,05 und 1,53 μm ebenfalls in einem engen Bereich. Die Rautiefe der beiden LPIM-Chargen liegt mit 1,19 μm (G) und 0,92 μm (H) geringfügig darunter. Entsprechend der höheren Porosität der Chargen I – L, liegt auch die Rautiefe mit 2,37 bis 3,26 μm deutlich höher, wie Abbildung 3.5 verdeutlicht.

Generell ist bei den Chargen A – F die Tendenz zu erkennen, dass mit abnehmender Porosität auch die Rautiefe abnimmt. Dies lässt auf den Prozess der Defektausheilung schließen, wie er in Kapitel 2.3.2 beschrieben wurde.

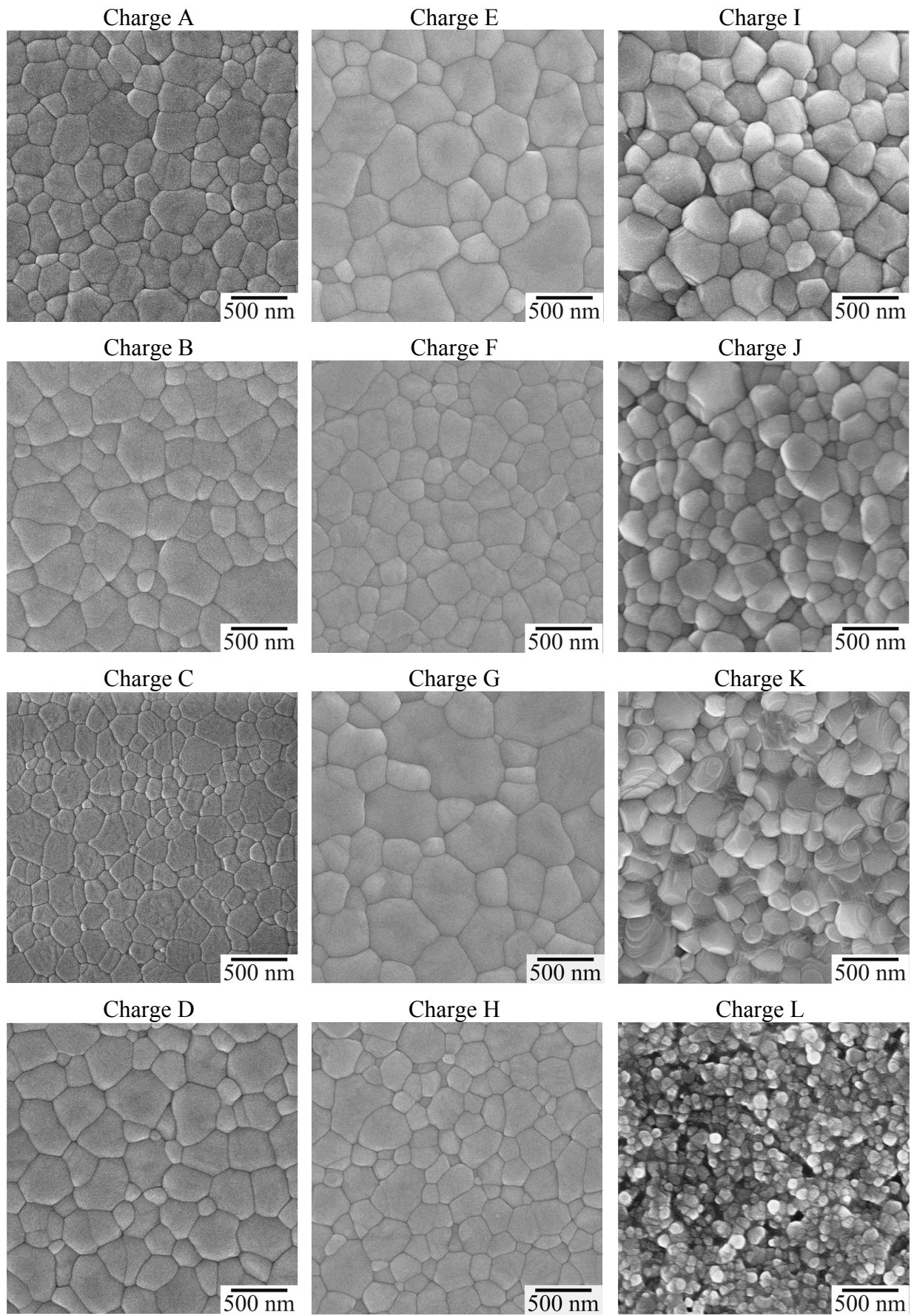


Abbildung 3.4: Mikrostrukturen der ZrO₂-Chargen A-F (HM), G und H (LPIM) sowie der nanoskaligen Chargen I-L (HM).

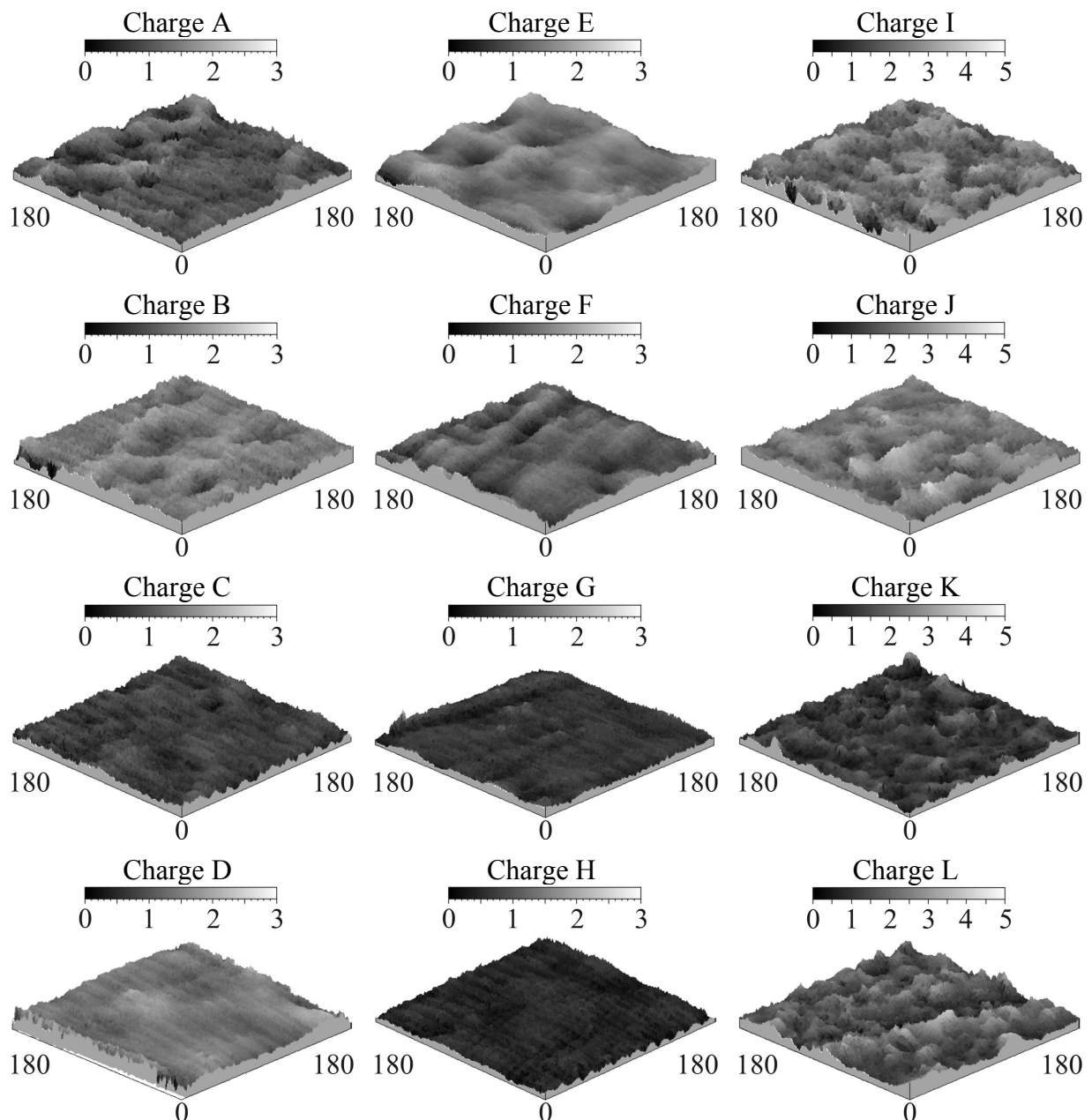


Abbildung 3.5: Oberflächenstrukturen der ZrO_2 -Chargen A-F (HM), G und H (LPIM) sowie der nanoskaligen Chargen I-L (HM). Alle Maßangaben in μm .

In Abbildung 3.6 sind die Formen der Oberflächen von Proben aus den Chargen D, F und G dargestellt. Diese Flächen sind um die in Abbildung 3.5 dargestellten Rauheiten bereinigt. Gut zu erkennen ist, dass die Kanten bei Charge D stark verrundet sind, sodass hier die Oberfläche nicht komplett dargestellt werden kann (vgl. Kapitel 4.1). Die Fläche ist in der Mitte leicht eingefallen. Ebenso erscheint die dargestellte Fläche einer Probe der Charge F, jedoch sind hier die Kanten nicht so stark verrundet. Auch Charge F zeichnet sich durch einen leichten Einfall der Oberfläche aus. Die Proben der Charge G weisen, wie die der übrigen Chargen, keine nennenswerte Abweichung von der Idealform auf. Die leichte Neigung der ebenen Fläche ist auf die Lage der Probe auf der Unterlage bei der Vermessung zurückzuführen.

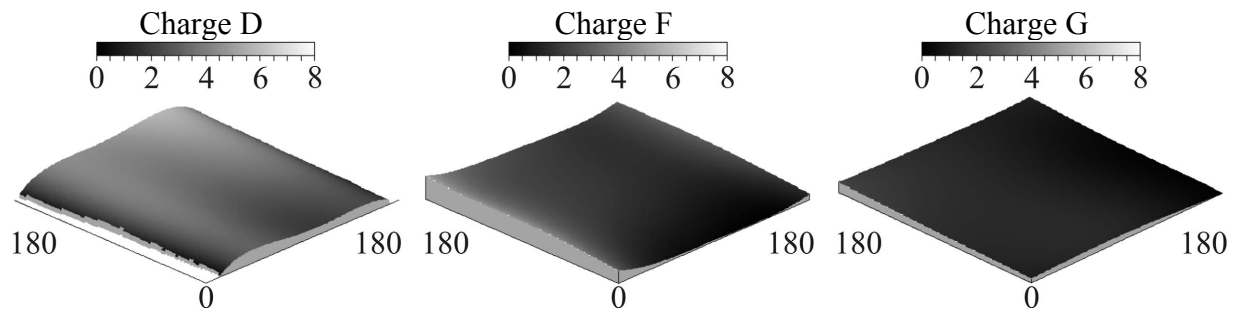


Abbildung 3.6: Oberflächenform der ZrO_2 -Chargen D und F (HM) sowie G (LPIM). Alle Maßangaben in μm .

3.4 Siliziumnitrid

Die Herstellung der Mikrobiegeproben aus Siliziumnitrid erfolgt im Allgemeinen analog dem zuvor beschriebenen Prozess zur Herstellung der ZrO_2 -Mikrobiegeproben und ist ausführlich in [Mül09, Mül10] beschrieben. Insgesamt wurden vier Feedstockvarianten (F4, F5, F8 und F9) hergestellt, mit denen jeweils zwei Säulenarrays produziert und untersucht wurden. Die wichtigsten Parameter des Herstellprozesses der Siliziumnitridchargen sind in Tabelle 3.7 zusammengefasst. Als Ausgangsmaterial wurde Siliziumpulver (SiMP grade AX05) der Fa. Starck (Deutschland) mit einer durchschnittlichen Partikelgröße von $3,9 \mu\text{m}$ verwendet. Dem Si-Pulver wurden 12,3 bis 12,4 Ma-% Y_2O_3 , 0,0 bis 3,0 Ma-% Al_2O_3 und 0,0 bis 0,7 Ma-% MgO als Sinterhilfsmittel beigemischt (bezogen auf die Masse von Si_3N_4 betragen die Additivmengen 63 % der angegebenen Werte). Dieses Gemisch wurde in einer Kugelmühle homogenisiert und feingemahlen. Die durchschnittliche Partikelgröße lag zwischen $0,7$ und $1,8 \mu\text{m}$. Entsprechend lag die spezifische Oberfläche zwischen $6,3$ und $10,5 \text{ m}^2/\text{g}$ (bestimmt nach dem BET-Verfahren [Bru38, DIN03]). Zum Binden wurde mikrokristallines Paraffin (Terhel 6403, Schumann Sasol) eingesetzt. Als Dispergiermittel wurde eine Mischung aus ODTMS (Octadecyltetramethoxysilan, Fa. Aldrich), Hypermer LP1 (Fa. Uniquema) und ein N-Alkylsuccinimid (OLOA 1200, Fa. Chevron) verwendet. Der Feedstock mit einem Pulverfüllgrad zwischen 56,2 und 57,1 % wurde ebenfalls unter Vakuum bei $95 \text{ }^\circ\text{C}$ 1 h gemischt.

Die Viskosität der Feedstocks betrug zwischen $6,4$ und $17,6 \text{ Pas}$. Dieser wurde in die auf 90 bis $100 \text{ }^\circ\text{C}$ vorgewärmte Silikonform (Negativ des Säulenarrays) gegossen und unter Vakuum und Vibration entgast. Nach der Abkühlung auf Raumtemperatur wurde das Säulenarray manuell der Form entnommen und zum Entbindern gemäß den Angaben in Tabelle 3.8 bis zur Maximaltemperatur von $500 \text{ }^\circ\text{C}$ erhitzt, sodass 95 % des Binders entwichen waren. Der restliche Binder ist für Weiterverarbeitung des Grünlings erforderlich, da er die notwendige Festigkeit für die Handhabung gewährleistet.

Tabelle 3.7: Zusammensetzung und Charakteristik der Feedstocks für die Herstellung der Si₃N₄-Keramiken.

Merkmal	Charge							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Feedstock	F4	F4	F5	F5	F8	F8	F9	F9
Y ₂ O ₃ -Gehalt [Ma-%]	12,3	12,3	12,4	12,4	12,3	12,3	12,3	12,3
Al ₂ O ₃ -Gehalt [Ma-%]	1,7	1,7	0,0	0,0	3,0	3,0	3,0	3,0
MgO-Gehalt [Ma-%]	0,0	0,0	0,7	0,7	0,0	0,0	0,0	0,0
Spezifische Oberfläche nach BET [m ² /g]	7,8	7,8	10,5	10,5	9,1	9,1	6,3	6,3
Partikelgröße [µm]	1,2	1,2	0,7	0,7	1,2	1,2	1,8	1,8
Füllgrad [Vol-%]	56,6	56,6	57,1	57,1	56,2	56,2	56,4	56,4
Viskosität* [Pas]	17,6	17,6	15,1	15,1	12,7	12,7	6,4	6,4
Fließgrenze [Pa]	273	273	350	350	170	170	72	72
Feedstocktemp. [°C]	85	85	85	85	85	85	90	90
Herstellung	HM	HM	HM	HM	HM	HM	HM	HM
Entbindern**	E1	E1	E1	E1	E2	E2	E3	E3
Nitridieren**	N1	N1	N1	N1	N2	N1	N1	N3
Sintertemp. [°C]	1800	1750	1750	1800	1750	1800	1750	1700
Sinterdauer [h]	1	1	2	1	1	1	2	1

* bei 85 °C und einer Scherrate von 100 s⁻¹, ** Einzelheiten sind Tabelle 3.8 zu entnehmen

Tabelle 3.8: Entbinderungsverläufe (E) und Nitridierverläufe (N) der Si₃N₄-Chargen.

Variante	Entbinderungs- bzw. Nitridierverlauf
E1	1 K/min 70 °C 60 min, 0,25 K/min 240 °C, 0,5 K/min 500 °C
E2	1 K/min 64 °C 60 min, 0,25 K/min 240 °C, 0,5 K/min 500 °C
E3	1 K/min 66 °C 60 min, 0,5 K/min 150 °C, 0,25 K/min 240 °C, 0,5 K/min 500 °C
N1	10 K/min 1390 °C 240 min
N2	10 K/min 1390 °C 120 min
N3	10 K/min 1390 °C 480 min

Für den Reaktionsbindeprozess wurden die Säulenarrays in einem Ofen mit 10 K/min auf 1390 °C in einer Atmosphäre aus 95 % N₂ und 5 % H₂ mit einem Druck von 1,6 bar erhitzt. Die Haltezeit bei dieser Temperatur betrug zwischen 120 und 480 min (vgl. Tabelle 3.7 und Tabelle 3.8). Während dieser Zeit erfolgt die Reaktion von Silizium und Stickstoff zu Siliziumnitrid, wodurch der Druck im Ofen abnimmt. Bei einem Druck unter 1,5 bar wurde erneut N₂-H₂-Gemisch zugeführt, bis der Ausgangsdruck von 1,6 bar wieder erreicht war. Die Abkühlung auf Raumtemperatur erfolgte mit 20 K/min.

Gesintert wurden die Säulenarrays in einem Ofen bei Temperaturen von 1700 °C (Charge 8), 1750 °C (2, 3, 5 und 7) und 1800 °C (1, 4 und 6) wobei die Heizrate immer 10 K/min und die Abkühlrate 20 K/min betragen. Die Haltezeit bei Sintertemperatur betrug 2 h bei den Chargen 3 und 7, bei den übrigen 1 h. Die Sinteratmosphäre bestand üblicherweise aus hochreinem Stickstoff (99,99990 % N₂), außer bei den Chargen 1 und 4. Hier wurde wie beim Nitridieren ein Gemisch aus N₂ mit 5 % H₂ verwendet. Bei den Chargen 1, 2 und 5 bis 8 wurden die Ar-

rays zusätzlich in ein Bett aus Siliziumnitrid- und Bornitridpulver gelegt. Dadurch sollten chemische Reaktionen an der Oberfläche der Arrays vermieden werden, die zu einem Si_3N_4 -Verlust führen würden. Wie in [Mül09] berichtet wird, traten dennoch chemische Reaktionen auf, deren Einfluss in der Diskussion zu den Ergebnissen der mechanischen Untersuchungen beschrieben wird.

Die charakteristischen Kennwerte der Mikrostrukturen sowie die Rautiefe R_t und deren Standardabweichung sind für die untersuchten Mikrobiegeproben aus Siliziumnitrid in Tabelle 3.9 zusammengefasst. Anhand von Schlifflen war eine Bestimmung der Porosität schwierig, da einerseits die Ränder der Poren überstrahlt wurden und so die exakte Porenkontur nicht zu bestimmen war und andererseits die Auswertesoftware nicht eindeutig zwischen Poren und Sekundärphasenbereichen unterscheiden konnte. Daher wurde von [Mül10] auf Basis der Grünlingsdichte, der Volumenzunahme während der Nitridierung und dem Maß der Sinterschwindung eine Porosität berechnet. Diese liegt deutlich über der gemessenen Porosität, liefert aber dennoch eine aussagekräftige Tendenz zur Bewertung der Chargen.

Tabelle 3.9: Gefügecharakteristik der Si_3N_4 -Chargen: Korngröße und Streckungsgrad, Porosität, Anteil und Verteilung der Sekundärphase sowie Rautiefe.

Merkmal	Charge							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Korngröße [μm]	0,1-0,5	-	0,05-0,5	-	0,40	0,33	0,33	0,33
Kornlänge [μm]	0,35	0,35	0,50	0,71	0,71	0,26	-	-
Streckungsgrad	2,15	2,96	3,91	3,55	2,00	1,86	-	-
Porosität [%]	2,4	-	4,1	1,4	1,3	1,4	4,2	7,5
berechnete Porosität* [%]	11	10	8	10	“-2“	5	17	21
Anteil Sekundärphase [%]	-	8,9	-	16,4	16,9	20,8	37,6	36,1
Verteilung der Sekundärphase	Homogen				Inhomogen			
Rautiefe R_t	5,91	6,99	4,67	4,04	2,86	2,78	4,81	3,94
Stabw. [μm]	1,25	1,46	1,47	1,68	0,75	0,55	2,02	1,51
- keine Daten vorhanden, * berechnet unter Berücksichtigung der Dichte des Grünlings, der Volumenzunahme bei der Nitridierung und der Sinterschwindung [Mül10]								

Die Korngröße und der Streckungsgrad wurden mittels Stereologie ermittelt. Hieraus folgt die Häufigkeitsverteilung von Kornlängen und Streckungsgraden [Müc99]. Beispielhaft ist die Häufigkeitsverteilung für Charge 5 in Abbildung 3.7 dargestellt. Die meisten Körner weisen eine Länge von $0,35 \mu\text{m}$ bei einem Streckungsgrad von 2,00 auf. Bei $0,71 \mu\text{m}$ Kornlänge und einem Streckungsgrad von 3,23 ist ein Nebenmaximum zu erkennen. Es liegt demnach eine

leicht bimodale Korngrößenverteilung vor. In Tabelle 3.9 sind als Kennwerte des jeweiligen Gefüges der Chargen 1 bis 8 die Häufigkeitsmaxima angegeben.

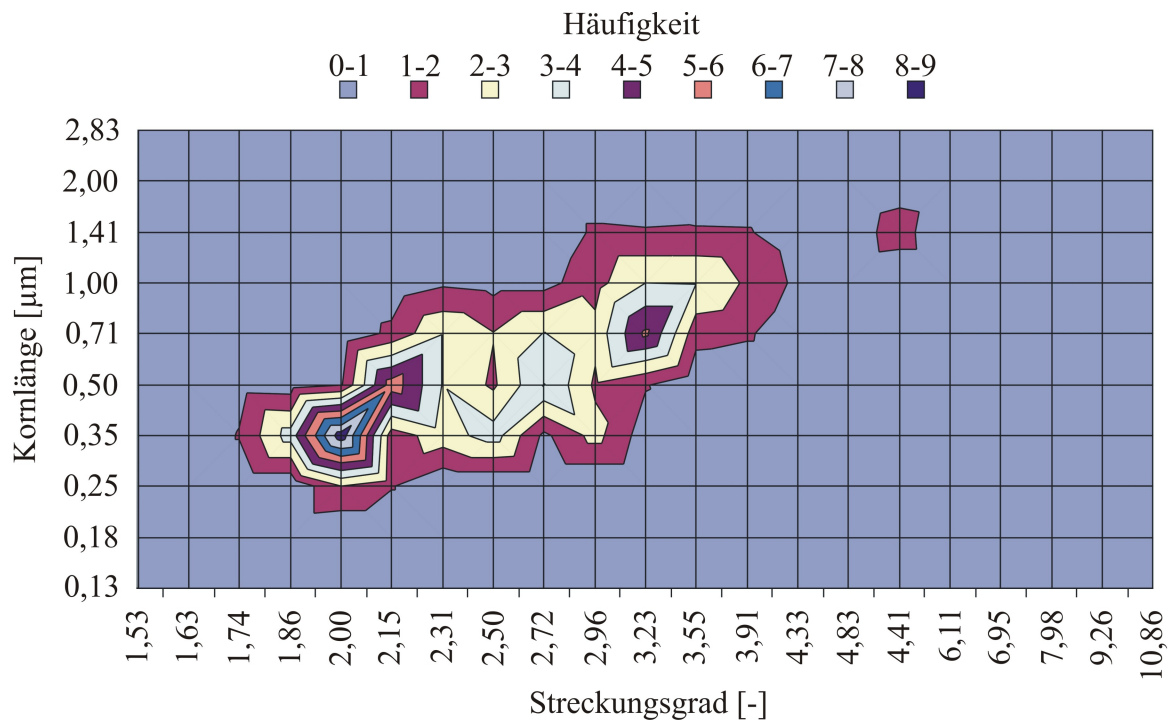


Abbildung 3.7: Ergebnis der Stereologie für Charge 5: Häufigkeitsverteilung von Kornlänge und Streckungsgrad. Das Maximum liegt bei 0,35 μm Kornlänge und einem Streckungsgrad von 2,00.

In Abbildung 3.8 sind oben rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Oberfläche einer Probe der Charge 1 gezeigt, die die höchste Rautiefe der untersuchten Siliziumnitridproben aufweist. Die nadelige Struktur der Keramik ist deutlich zu erkennen. Auf Grund dieser Oberflächenstruktur ist die Rautiefe R_t bei diesem Material deutlich höher als bei den ZrO_2 -Proben. Die mechanische Prüfung erfolgte ohne eine Nachbehandlung der Oberfläche, sodass ein entsprechender Einfluss der Oberflächenstruktur auf die Festigkeit der Proben zu erwarten ist. Im unteren Teil der Abbildung 3.8 ist die Oberfläche einer Probe der Charge 7 dargestellt. Hier ist die Struktur der Si_3N_4 -Körner deutlich weniger gestreckt. An der Oberfläche ist eine offene Porosität zu erkennen. Die Struktur wirkt verwaschen.

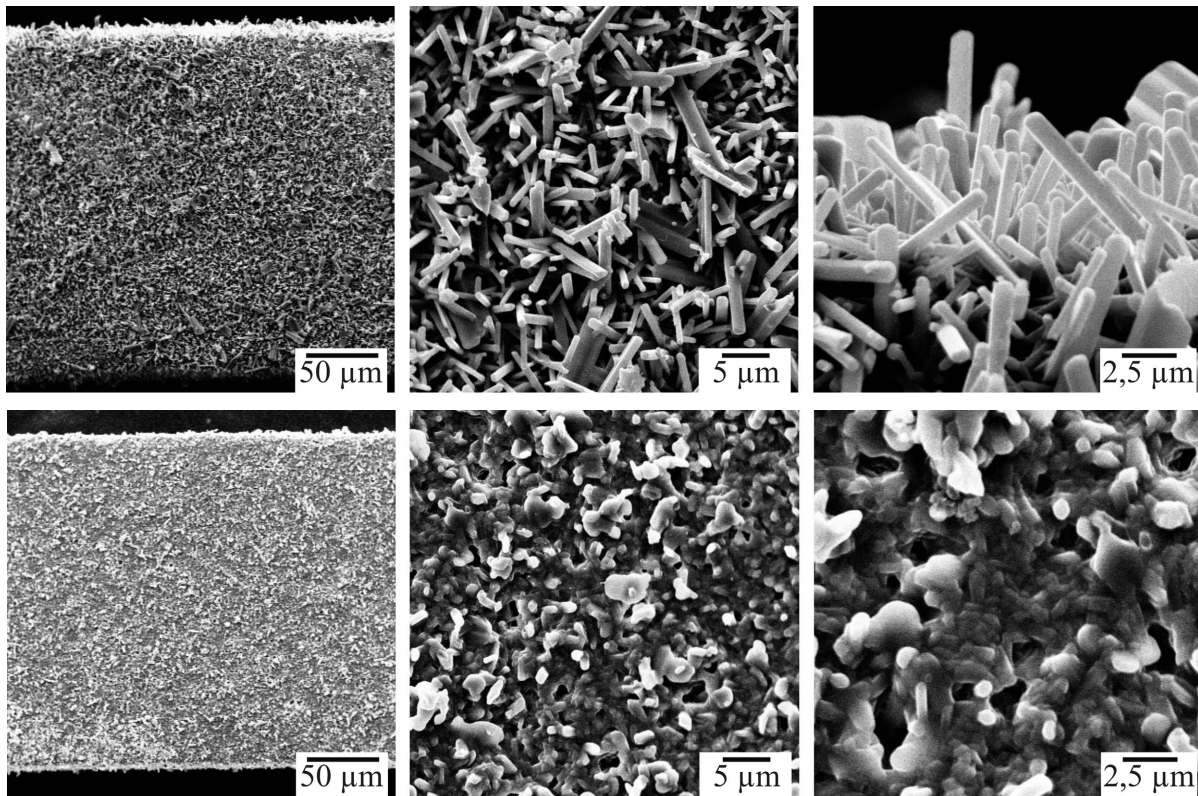


Abbildung 3.8: Oberflächenstruktur von Si_3N_4 -Proben: Oben Charge 1, unten Charge 7.

Die Mikrostrukturen der untersuchten Si_3N_4 -Chargen sind in Abbildung 3.9 dargestellt. Hierbei ist gut zu erkennen, dass die Chargen 1 bis 4 deutlich gestreckte Körner aufweisen. Die Körner der Chargen 5 und 6 sind weniger gestreckt. Wie anhand der beiden Ausschnitte der Mikrostruktur von Charge 6 zu erkennen, ist die Sekundärphase z.T. inhomogen verteilt (ebenso bei Charge 8). Die Körner der Charge 7 und 8 lassen keine Streckung erkennen. Wie an deren Mikrostrukturen zu erkennen ist, weisen diese beiden Chargen den höchsten Anteil an Sekundärphase auf. Diese ist zudem inhomogen verteilt. Die hellen Bereiche in den dargestellten Mikrostrukturen bestehen jeweils aus Korngrenzen- bzw. Sekundärphase.

Ergänzend sind repräsentative Oberflächenstrukturen von ausgesuchten Zugseiten der Chargen 1 bis 8 in Abbildung 3.10 gezeigt. Die Oberflächen der Chargen 1 bis 4 weisen zahlreiche Spitzen auf, was mit der in Abbildung 3.8 dargestellten Oberfläche korreliert, die bei diesen vier Chargen vergleichbar sind. Die Oberflächenstruktur der Chargen 5 und 6 erscheint hier deutlich glatter und weist offene Poren an der Oberfläche auf. Die Chargen 7 und 8 hingegen sind etwas stärker strukturiert, eine offene Porosität ist dagegen nicht zu erkennen.

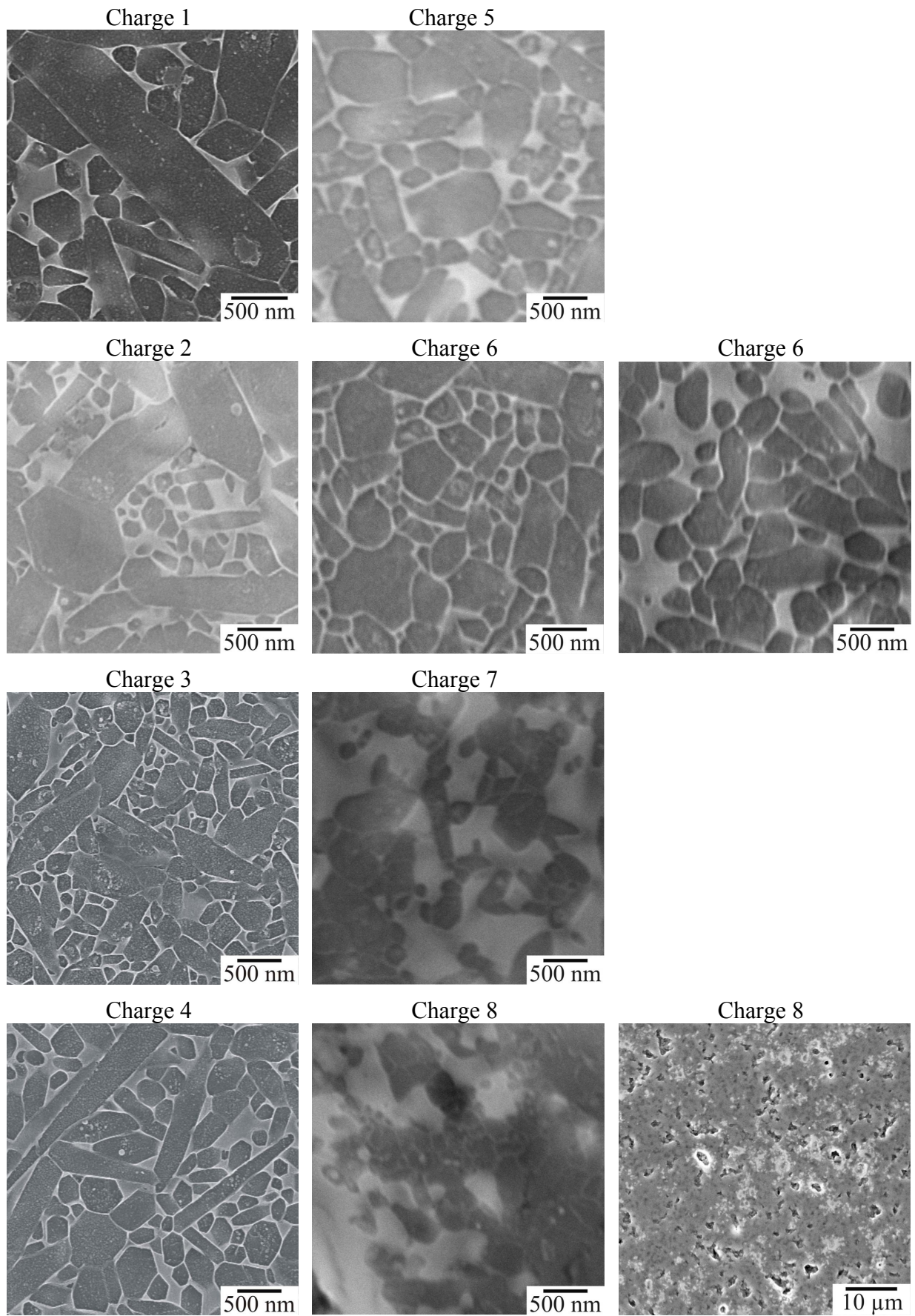


Abbildung 3.9: Mikrostrukturen der Si_3N_4 -Chargen 1-8 (HM).

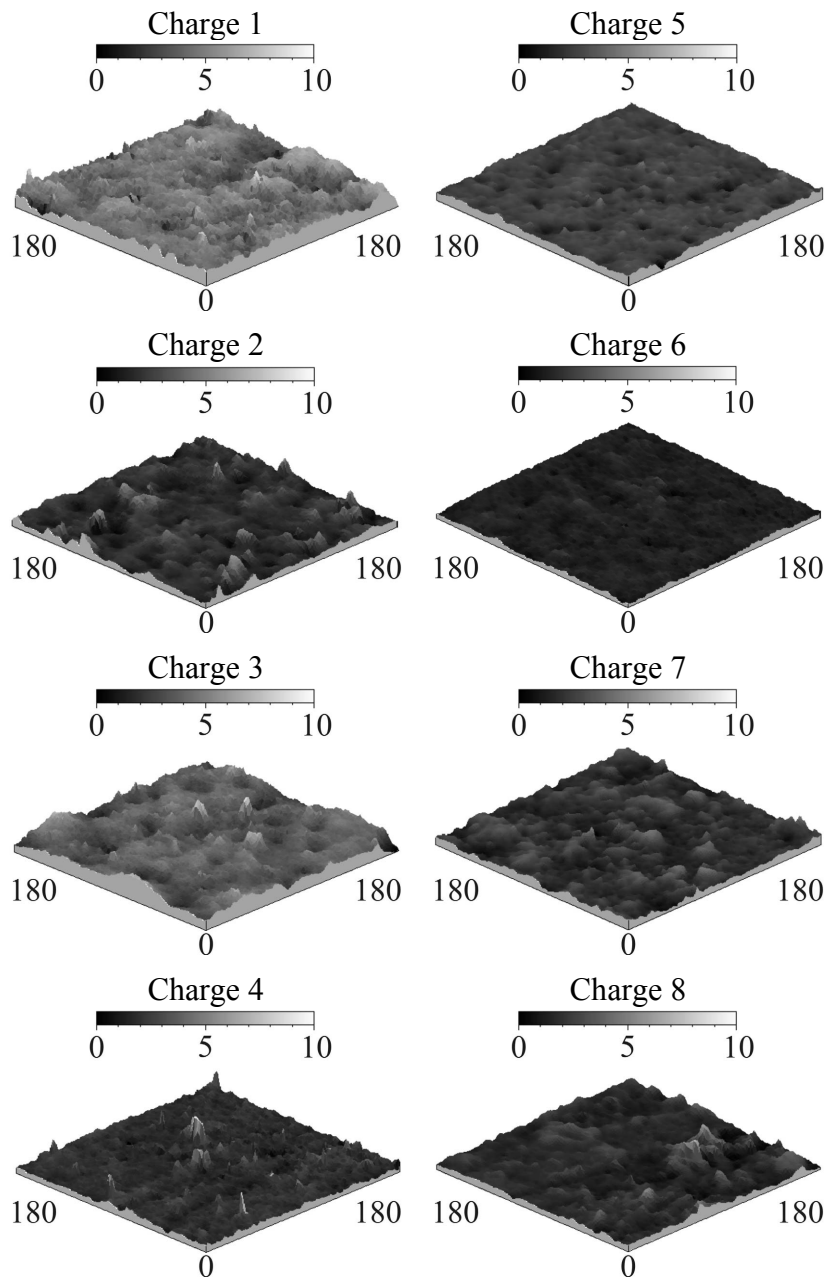


Abbildung 3.10: Oberflächenstrukturen der Si_3N_4 -Chargen 1-8 (HM). Alle Maßangaben in μm .

4 Versuchseinrichtungen und Versuchsdurchführungen

4.1 Probenvermessung

Für die Ermittlung der mechanischen Eigenschaften der Mikroproben kommt der genauen Vermessung der Probengeometrien eine wichtige Bedeutung zu, da Fehler in den Abmessungen deutlich stärker in die Festigkeitswerte eingehen als bei Makroproben (vgl. Kapitel 4.5). Für die Vermessung von Mikroproben gibt es zahlreiche Verfahren, die auf optischen, taktilen oder taktil-hybriden Methoden beruhen [Sch09]. Zur Vermeidung von Beschädigungen und Deformationen der Mikroproben bei der Vermessung sind die optischen Verfahren besonders geeignet. Daher wurden die Mikroproben mit einem konfokalen Weißlichtmikroskop des Typs NanoFocus der Fa. µSurf vermessen, das nach dem Prinzip von [Pet68] arbeitet (Details zur Konfokalmikroskopie sind in [Udu00a, b] beschrieben). Hierbei wird die Probe durch das Mikroskop beleuchtet. Die Probenoberfläche reflektiert das Licht in das Mikroskop zurück, wobei defokussierte Strahlen ausgefiltert werden. Über eine Verschiebung des Fokusabstands werden von der Oberfläche Höhenbilder aufgenommen, die anschließend zu einem dreidimensionalen Bild zusammengefügt werden. Die Messgenauigkeit bei einer 20fachen Vergrößerung beträgt $0,03\ \mu\text{m}$ vertikal und $1,5\ \mu\text{m}$ lateral [Hor02]. Bei der Vermessung geneigter Oberflächen haben Konfokallichtmikroskope Schwierigkeiten. Ab einem Winkel von 15° zwischen dem Lichteinfall und der Oberflächennormalen sinkt die Intensität des reflektierten Lichts bereits stark ab [Agu95]. Anhand der Oberflächentopographie wurden die Rautiefe R_t und die Querschnittsabmessungen (Dicke und Breite) der Mikroproben bestimmt. Die bei makroskopischen Bauteilen üblicherweise verwendeten Werte R_a und R_z sind für Mikroproben nicht geeignet, da sie als gemittelte Größen keine Aussage über einen einzelnen Defekt wiedergeben, der bei den Mikroproben versagenskritisch sein kann.

In Abbildung 4.1 wird das Vorgehen zur Bestimmung der Rauheits- und Geometrie Kennwerte für die Mikroproben anhand einiger Beispiele verdeutlicht. Im Falle der Mikrobiegeproben wurden alle vier Längsseiten optisch begutachtet und die Zug- bzw. Druckseite im späteren Biegeversuch bestimmt. Probenseiten mit herstellungsbedingten Fehlern (offene Poren oder Fräsriefen) wurden als Druck- oder Seitenflächen klassifiziert. Auf diese Weise wurde gewissermaßen eine Vorauswahl getroffen, was die in den späteren Kapiteln angegebenen charakteristischen Festigkeiten erhöht. Die bei Makroproben angewendete Präparation (Schleifen der Oberflächen und der Kanten) ist bei den urgeformten Mikroproben weder möglich noch gewünscht.

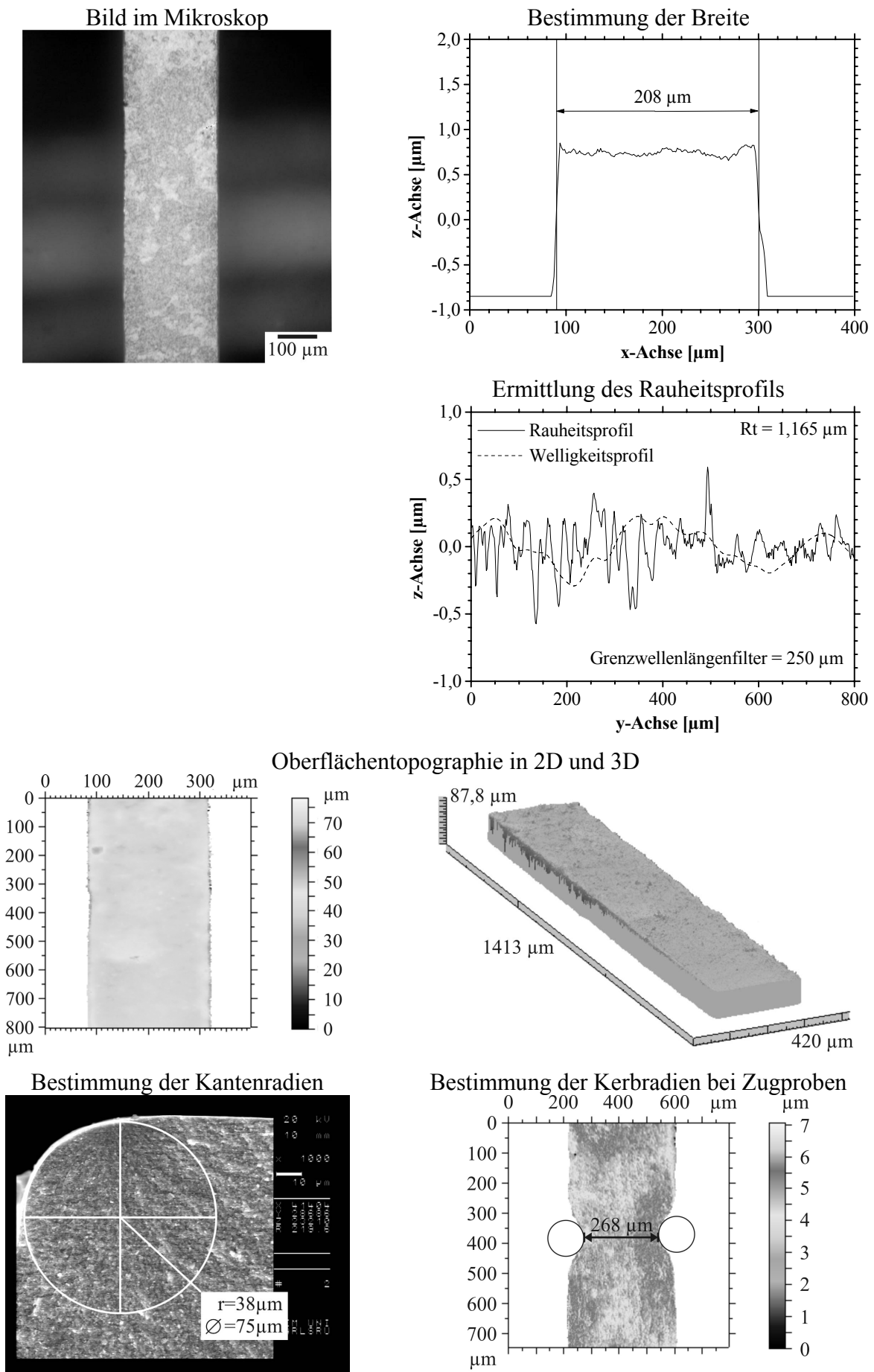


Abbildung 4.1: Bestimmung der Rauheits- und Geometrie Kennwerte für die Mikroproben.

Die Rauheit wurde an allen vier Seiten gemessen. In den folgenden Kapiteln werden die Rauheiten der jeweiligen Zugseiten angegeben, da nur diese für das Versagen relevant ist. In Bezug auf die bestimmten Rauheitswerte ist zu bemerken, dass bei kleinen Messlängen die Profilwerte zur Beschreibung der Topographie besser geeignet sind als die Rauheitswerte [Mat08]. Um die Rauheiten von Oberflächen miteinander zu vergleichen, müssen alle Teile mit demselben Messsystem untersucht werden. Bei der Rauheitsmessung mit unterschiedlichen Systemen können Abweichungen von bis zu 400 % auftreten, sodass die Topographiewerte nicht miteinander verglichen werden können [Mat08]. Um die Oberflächeneigenschaften der hier untersuchten Proben mit vorangegangenen Arbeiten [Auh05a, b, Kas05, Auh06, Kas06, Kas08, Kas09] vergleichen zu können, wurden die gleichen Rauheitskennwerte bestimmt. Auf Grund der in DIN EN ISO 4287 und 4288 [DIN98a, b] festgelegten Mindestlängen zur Bestimmung der Rauheitswerte wurde die Rauheit bei zwanzigfacher Vergrößerung in Längsrichtung der Proben vermessen. Für die Aufspaltung in Welligkeit und Rauheit wurde eine Grenzwellenlänge von 250 μm verwendet.

Für die Bestimmung der Abmessungen wurden die Breiten aller vier Seiten ermittelt, indem mindestens 30 Profillinien senkrecht zur Probenlängsachse gemessen und der gemittelte laterale Abstand der Probenflanken bestimmt wurde. Der arithmetische Mittelwert der Breiten der Zug- und Druckseite ergab somit die Breite der Probe, der arithmetische Mittelwert der Breiten der beiden Seitenflächen ergab die Höhe der Biegeprobe. Bzgl. der Abmessungen der Zugproben wurde gleichermaßen verfahren. Zur Vermessung der Breite der Zugproben wurden diese mittels einer geringen Klemmkraft fixiert. Prinzipiell kann in der gleichen Probenposition die Höhe und die Breite vermessen werden. Allerdings würde eine Schiefelage längs der Probe bei der Bestimmung der Höhe einen Fehler erster Ordnung bewirken, während bei der Breite lediglich ein Fehler zweiter Ordnung auftritt. Daher wurden die Proben um jeweils 90° um ihre Längsachse gedreht und jeweils nur die Breite bestimmt.

Zur Vermessung der Kerbradien wurden die Mikrokerbzugproben mit fünfzigfacher Vergrößerung aufgenommen. Die Radienbestimmung erfolgte über die Annäherung der Kerbform mittels einer Kreisgeometrie.

Die Kantenradien der keramischen Mikrobiegeproben wurden anhand von REM-Bildern der Bruchflächen vermessen, indem die Form der Kanten mit einer Kreisgeometrie angeglichen wurde. Für die Beurteilung der Geometrietreue wurden alle vier Kantenradien der Biegeproben vermessen. In die Diskussion gehen ausschließlich die Kantenradien der Zugseite ein. Um Messfehler durch ein Verkippen der Probenachse zur optischen Achse des Rasterelektronenmikroskops zu minimieren, wurde die Probe zur optischen Achse ausgerichtet.

4.2 Mikroprüfmaschinen

4.2.1 Mikrouniversalprüfmaschine für Zug- und Biegeversuche

Die Zug- und Biegeversuche erfolgten an einer Weiterentwicklung der Mikrouniversalprüfmaschine, die am Institut für Werkstoffkunde I der Universität Karlsruhe (TH) entwickelt wurde [Obe99, Obe00]. Mit dieser Prüfmaschine können quasistatische und zyklische Versuche weg- oder kraftgeregelt durchgeführt werden. Der modulare Aufbau der Mikrouniversalprüfmaschine ermöglicht die Durchführung diverser Proben- und Bauteilprüfungen wie zum Beispiel Zug-, Drei- oder Vierpunktbiege- sowie Pushoutversuche. Auch die Prüfung von Mikrobauteilen, wie z. B. die Bestimmung der Zahnfußfestigkeit von Mikrozahnradern, ist möglich.

Wie aus Abbildung 4.2 bzw. Abbildung 4.3 ersichtlich ist, verfügt die Mikrouniversalprüfmaschine über einen elektrodynamischen Schwingerreger, der das untere Auflager der Zug- bzw. Biegevorrichtung trägt. Der verwendete Schwingerreger der Fa. Tira (Model S511) hat einen maximalen Verfahrweg von 10 mm und kann kurzzeitig eine Maximalkraft von 75 N aufbringen. Zur Messung der Kräfte wurde ein kommerzieller Kraftaufnehmer (Fa. dysinet) auf Basis von Siliziumdehnmessstreifen in Vollbrückenschaltung verwendet, der eine Maximalkraft von 100 N bei einer Auflösung von 0,1 N erfassen kann. Der Kraftaufnehmer besitzt eine hohe Steifigkeit von $7,9 \cdot 10^7$ N/m. Der Verfahrweg des Schwingerregers wurde mittels kapazitiver Sensoren aufgenommen, die über einen Nennweg von 200 μm mit 0,1 μm Auflösung bzw. 1000 μm mit 0,5 μm Auflösung verfügen.

Die Regelung der Mikrouniversalprüfmaschine, die Sollwertvorgabe und die Messwerterfassung, erfolgten auf PC-Basis mit am Institut für Werkstoffkunde I entwickelten Programmen. Zur orts aufgelösten Erfassung der Dehnung der Mikroproben kam ein optisches Dehnungsmesssystem der Fa. gom (Gesellschaft für optische Messtechnik, Braunschweig) Modell Aramis zum Einsatz. Das Funktionsprinzip wird in Kapitel 4.3 beschrieben. Dieses System arbeitet außerhalb des Regelkreises der Mikrouniversalprüfmaschine. Um die ermittelten Dehnungen mit der zugehörigen mechanischen Spannungen in den Mikroproben zu verknüpfen, wurde das Signal des Kraftaufnehmers in die Dehnungsmessung eingespeist und von der Software Aramis v6.0.1 verarbeitet.

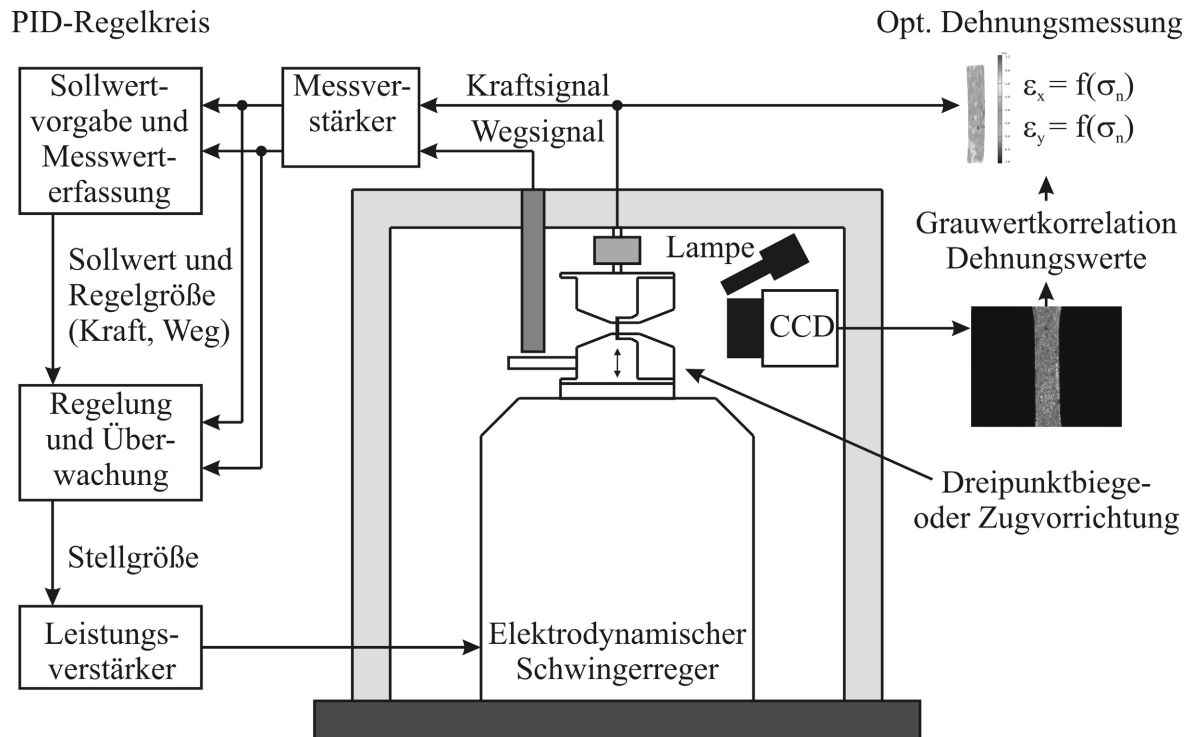


Abbildung 4.2: Schema der Mikrouniversalprüfmaschine.

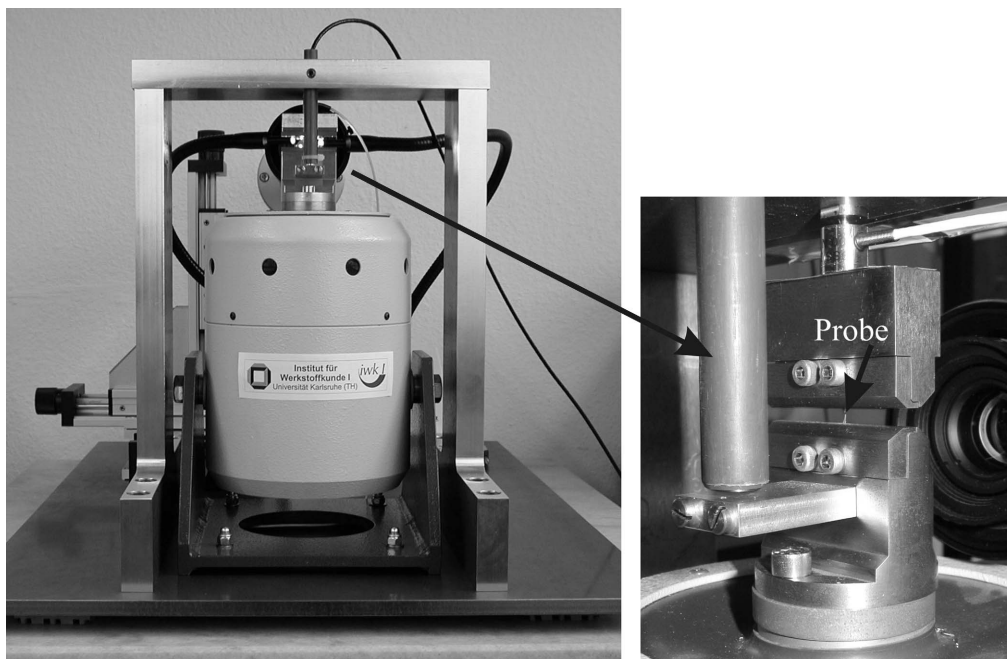


Abbildung 4.3: Mikrouniversalprüfmaschine.

Abbildung 4.4 zeigt die Vorrichtung für die Dreipunktbiegeversuche. Die Auflager aus Hartmetall wurden mittels Drahterosion hergestellt. Der Abstand der unteren Auflagepunkte beträgt $800 \mu\text{m}$, die Radien sind $50 \mu\text{m}$ groß. Der Radius am oberen Auflager beträgt $100 \mu\text{m}$. Bedingt durch die geringe Größe der Auflager war die Biegevorrichtung starr und nicht wie in der DIN EN 843-1 [DIN95] und [Qui91] vorgesehen, mit beweglichen Rollen als Auflager

ausgeführt. Dadurch tritt bei den Versuchen Reibung an den Auflagerkanten auf, die bei der Vierpunktbiegung zu einer Überschätzung der Biegespannung in Höhe von 5 bis 11 % führt [Mun01]. Bei der Dreipunktbiegung tritt am oberen Druckpunkt keine Reibung auf, sodass bei diesem Lastfall die Reibung insgesamt geringer ist. Die Reibungseffekte wurden daher nicht näher betrachtet und blieben bei den Ergebnissen in den Kapiteln 6 und 7

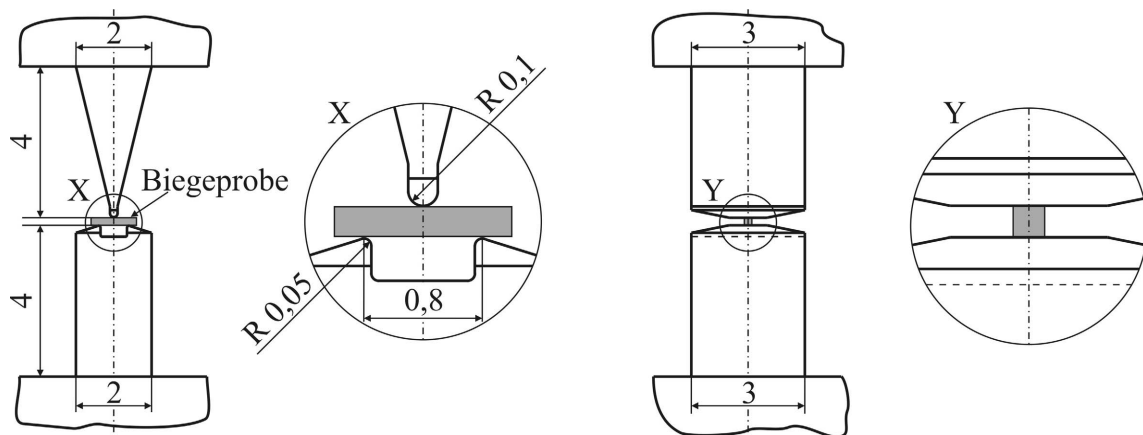


Abbildung 4.4: Geometrie der Vorrichtung für die Mikrodreipunktbiegeversuche. Alle Abmessungen in mm.

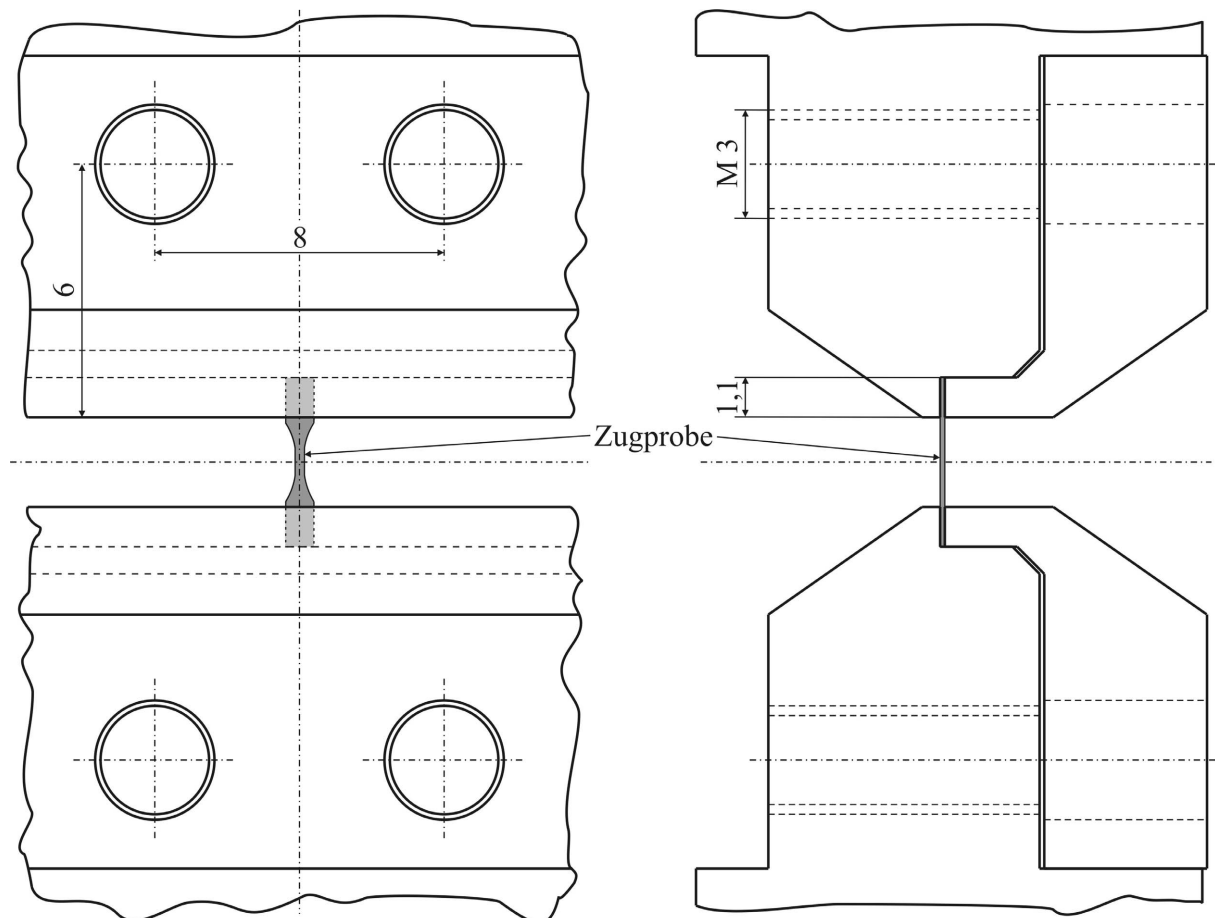


Abbildung 4.5: Geometrie der Vorrichtung für die Mikrozugversuche. Alle Abmessungen in mm.

unberücksichtigt. Um eine Positionierung der Probe parallel und mittig bzgl. der Auflager zu gewährleisten, wurde ein Probenanschlag verwendet und die Position optisch mittels einer Kamera (Vergrößerungsfaktor 250) überprüft.

Für die Mikrozugversuche wurde die in Abbildung 4.5 dargestellte Klemmvorrichtung verwendet. Diese Vorrichtung wurde zerspanend und drahterosiv hergestellt. Zur Ausrichtung der Klemmvorrichtung und der Mikroproben wurden entsprechende Anschläge verwendet. Weiterhin wurde die exakte Ausrichtung der Proben mittels der Kamera der optischen Dehnungsmesseinheit überprüft.

4.2.2 Mikrotorsionsprüfmaschine

Ein Schema der Mikrotorsionsprüfmaschine ist in Abbildung 4.6 dargestellt. Abbildung 4.7 zeigt die am Institut für Werkstoffkunde I aufgebaute Mikrotorsionsprüfmaschine. Die Prüfmaschine ist nach demselben Prinzip aufgebaut, wie es [Bec01] für eine Makrotorsionsprüfmaschine beschreibt. Die Hauptkomponenten sind die Momentenmessdose, der Antriebsmotor und der Mikropräzisionsdrehtisch. Um zu gewährleisten, dass die Mikroproben eine reine Torsionsbeanspruchung erfahren und nicht mit einer zusätzlichen Biegekomponente beansprucht werden, können die Antriebs- und die Messeinheit zueinander ausgerichtet werden.

Mittels des Koordinatentisches (Modell M-562-XYZ, Fa. Newport) können mit einer Genauigkeit von $1\ \mu\text{m}$ die x-, y- und z-Achse der Momentenmessdose und des Motors zueinander ausgerichtet werden. Über die Schrauben im Messschlitten kann eine entsprechende Winkeljustierung für die Winkel α , β und γ der beiden Wellen in die drei Richtungen zueinander durchgeführt werden. Der Torsionsmomentensensor der Fa. Lorenz Messtechnik (Modell DH15) ist geeignet für Torsionsmomente bis $10\ \text{Nmm}$ mit einer Auflösung von $0,01\ \text{Nmm}$. Die Messwelle dreht sich bei Belastung maximal um $0,02\ ^\circ/\text{Nmm}$.

Die Steuerung des Antriebsmotors ist LabView-basiert und ermöglicht quasistatische und zyklische Versuchsführungen mit sinus- oder dreieckförmigen Beanspruchungen. Die Versuche können momenten- oder winkelgeregelt durchgeführt werden. Der Antriebsmotor der Fa. Maxxon verfügt über einen Drehgeber mit 1024 Impulsen pro Umdrehung. Um bei der Torsionsbeanspruchung dem Zugversuch entsprechende Beanspruchungsgeschwindigkeiten zu erreichen (entsprechend Dehnraten von $d\varepsilon/dt = 10^{-4}\ \text{s}^{-1}$ bis $10^{-3}\ \text{s}^{-1}$) wurde ein Mikro-Harmonicdrive-Getriebe der Fa. Micromotion (Modell MHM-10-500-P-S-SPM0013) mit einer Untersetzung von 500:1 auf den Motor aufgesetzt.

PID-Regelkreis

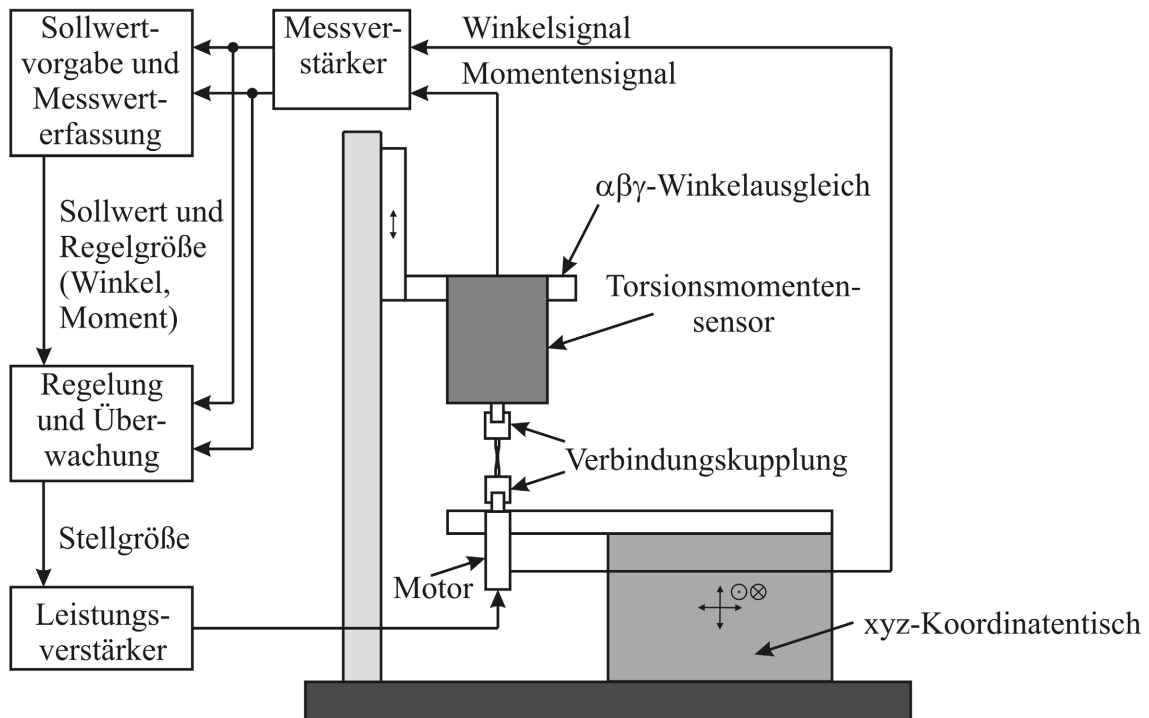


Abbildung 4.6: Schema der Mikrotorsionsprüfmaschine.

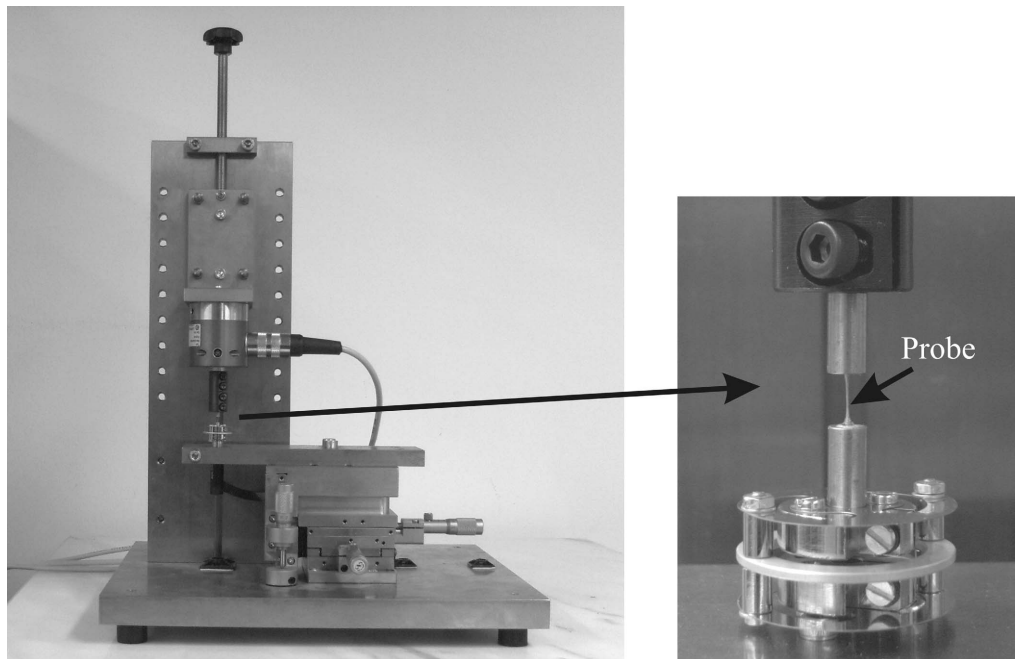


Abbildung 4.7: Mikrotorsionsprüfmaschine.

Die Torsionsproben wurden mit Epoxidharz in Stahlhülsen eingeklebt. Zur Vermeidung von Winkelfehlern oder einem Achsversatz wurden die vorbereiteten Torsionsproben mit den Hülsen in eine Winkelmanschette eingelegt und 24 Stunden bei Raumtemperatur ausgelagert. Die Hülsen der Torsionsproben wurden von Verbindungskupplungen (VBK) aufgenommen. Die

VBK auf der Motorseite ist eine torsionssteife, biegeeweiche Federscheibenkupplung (Model FSXK 2213, Fa. ABP Antriebstechnik). Im Fall von axialem Versatz resultiert aus dieser VBK eine sehr geringe Rückstellkraft, die eine Biegung der Mikrotorsionsprobe hervorruft. Diese Kupplung ermöglicht ferner einen axialen Ausgleich der Probenverkürzung während des Versuches ohne eine bemerkenswerte Zugkraft auf die Probe auszuüben. Die VBK am Drehmomentensensor ist eine hochsteife, geschlitzte Schalenkupplung (Model MAS, Fa. Mädler).

4.2.3 Versuchsführung

Die quasistatischen Dreipunktbiegeversuche an Zirkoniumdioxid und Siliziumnitrid zur Bestimmung der Biegefestigkeit und Risszähigkeit erfolgten weggeregelt mit einer Verfahrgeschwindigkeit von $2 \mu\text{m/s}$. Hierdurch ergaben sich Belastungsgeschwindigkeiten von mindestens 400 MPa/s , sodass Effekte auf Grund unterkritischen Risswachstums vermieden wurden. Zur Vermeidung von Setzeffekten bei einsetzender Belastung wurden die Proben mit einer Vorkraft von 1 bis 2 N eingespannt. Gemäß [DIN95] darf zur korrekten Bestimmung der Biegefestigkeit von Keramik die Korngröße maximal 5 % der Probenhöhe betragen. Andernfalls kann nicht von quasiisotropem Materialverhalten ausgegangen werden. Diese Bedingung ist für alle untersuchten Chargen erfüllt (bei größtem Korndurchmesser $d_{\text{max}} = 0,44 \mu\text{m}$ und kleinster Probenhöhe $h = 190 \mu\text{m}$ ist $d_{\text{max}}/h = 0,23 \%$). Auf die Anwendung der optischen Dehnungsmessung bei den Biegeversuchen an Keramik wurde verzichtet.

Die quasistatischen Zugversuche an CuAl10Ni5Fe4 erfolgten ebenfalls weggeregelt mit einer Verfahrgeschwindigkeit von $2 \mu\text{m/s}$. Bei einer Messstrecke von $780 \mu\text{m}$ ergibt das eine Dehnrates im Bereich von $2,56 \cdot 10^{-3} \text{ 1/s}$. Die Dehnung wurde hierbei mittels optischer Dehnungsmessung bestimmt.

Die zyklischen Versuche an CuAl10Ni5Fe4 wurden kraftgeregelt mit einer Frequenz f von 25 Hz durchgeführt. Bei den Ermüdungsversuchen wurden die Lastverhältnisse $R = 0,1$ bzw. $R = 0,5$ konstant gehalten.

Die quasistatischen Torsionsversuche wurden winkeligeregelt durchgeführt. Die Winkelgeschwindigkeit betrug $1,275 \text{ }^\circ/\text{s}$. Dadurch ergab sich bei einer Messstreckenlänge von $1000 \mu\text{m}$ und einem Durchmesser von $230 \mu\text{m}$ eine Scherrate von $2,56 \cdot 10^{-3} \text{ 1/s}$ (analog zur Dehnrates der quasistatischen Zugversuche).

4.3 Optische Dehnungsmessung

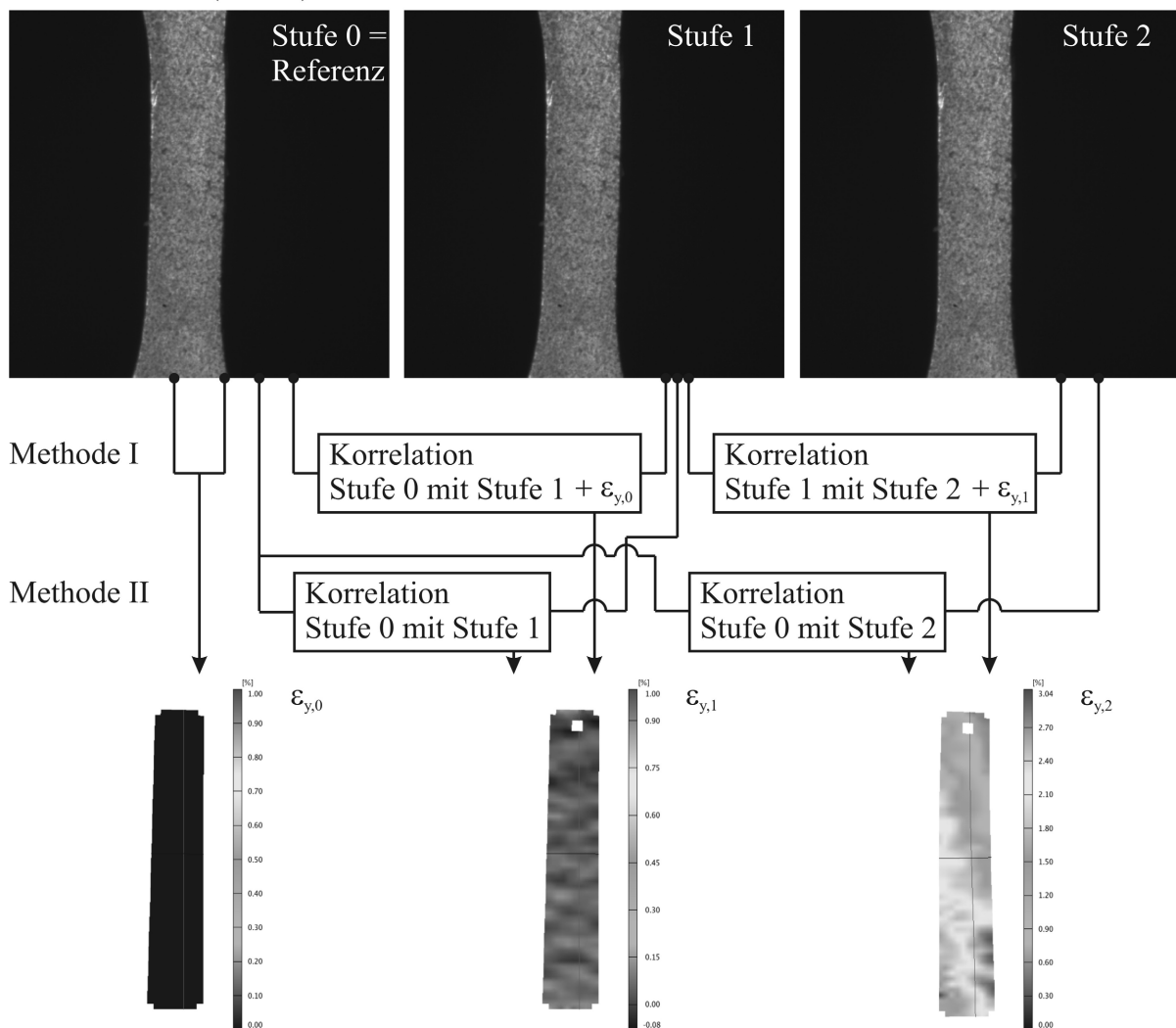
Zur Bestimmung der Dehnung und Verformung von Mikroproben sind konventionelle Methoden wie z. B. Ansatzdehnungsaufnehmer oder Dehnmessstreifen nicht geeignet, da sie die Probe beschädigen bzw. mit ihren elastischen Eigenschaften die Messwerte der Proben verfälschen würden. Daher sind optische Methoden wie die Moiré-Technik, Interferometrie und Grauwertkorrelationsanalyse [Keh00] am besten geeignet. Die im Rahmen dieser und früherer Arbeiten [Auh06] verwendete zweidimensionale Grauwertkorrelation weist gegenüber anderen optischen Methoden zahlreiche Vorteile auf: Der Messgeräteaufwand und die Empfindlichkeit gegen störende Umwelteinflüsse sind gering und die Auflösung bei der Dehnungsmessung hängt nur von der Vergrößerung und der Qualität des vorliegenden Grauwertmusters ab. Bei dem verwendeten 2D-Messsystem Aramis v6.0.1 (Fa. gom mbH) ergab sich bei einer 350fachen Vergrößerung eine Auflösung von $1,3 \mu\text{m}/\text{Pixel}$. Bedingt durch die verwendeten Algorithmen zur Berechnung mit Subpixelgenauigkeit lag die Messgenauigkeit der Verschiebung im Bereich von $0,3 \mu\text{m}$. Bei einem optimalen Grauwertmuster ermöglicht das System die Bestimmung der lokalen Dehnung in einem Bereich zwischen $0,05$ und ca. 200% . Als Grauwertmuster können sowohl künstliche als auch natürliche Muster verwendet werden. Für die Untersuchungen der Mikroproben aus CuAl10Ni5Fe4 wurde das natürliche stochastische Grauwertmuster ihrer Probenoberfläche genutzt. Ein Beispiel ist in Abbildung 4.8 zu sehen. Die Aluminiumbronze wies für die Grauwertbilder einen zu geringen Kontrast auf, was zu Fehlern in der Dehnungsberechnung führt. Die Ursache hierfür liegt in der passivierenden Schicht auf der Oberfläche. Daher wurden die Proben vor dem Versuch 5 Sekunden mit Ferrinitrat angeätzt. Für ein optimales Grauwertmuster wurden die Proben indirekt mit Kaltlicht beleuchtet.

Die optische Dehnungsmessung wurde bei den quasistatischen Zugversuchen eingesetzt. Hierzu wurde ein Referenzbild der eingebauten Probe vor dem Aufbringen der eigentlichen Belastung aufgezeichnet. Die durchschnittliche Nennspannung vor Versuchsbeginn lag bei 20 MPa . Während der Verformung wurden Bilder der Probe mit einer Frequenz von 4 Hz aufgenommen. Da die Gesamtzahl der Bilder, die gespeichert werden können, systembedingt begrenzt ist, ist eine Reduzierung der Frequenz bei stark plastisch verformbaren Materialien erforderlich. Allerdings können bei der anschließenden Auswertung Probleme auftreten, wenn die Dehnungsänderung zwischen zwei Bildern zu groß ist. Bei der Aufzeichnung erfolgte automatisch eine eindeutige Zuordnung von Kraft- und Verfahrwegsignal. Die Bestimmung der lokalen Dehnung der Probe erfolgte stufenweise mittels Grauwertkorrelationsanalyse anhand

digitaler Bilder, also sinngemäß durch einen Vergleich der Grauwertbilder, wie in Abbildung 4.8 schematisch dargestellt.

Für das Referenzbild ergibt sich naturgemäß eine Dehnung von Null, da es mit sich selbst verglichen wird. Im weiteren Verlauf wird ein Bild „x“ mit dem vorherigen („x-1“) verglichen und hieraus die lokale Verschiebung ermittelt und durch Ortsableitung die lokalen Dehnungen dieser Stufe berechnet. Hierzu wird die Dehnung der Stufe „x-1“ addiert, sodass damit die absolute Dehnung der Stufe x bekannt ist. Hieraus ergibt sich die lokale Entwicklung der Dehnung. Alternativ kann Bild x auch direkt mit dem Referenzbild verglichen werden. Diese Methode arbeitet deutlich schneller, führt aber zu einer etwas größeren Streuung der Dehnungswerte.

Grauwertbilder (Stufen)



Dehnungsverteilung (hier Auswertung in Probenlängsachse)

Abbildung 4.8: Methodik bei der Grauwertkorrelationsanalyse am Beispiel einer Mikrozugprobe.

Wenn bei der Grauwertkorrelationsanalyse die Verschiebung einzelner Bereiche (auch Facetten; ein Feld mit einer definierten Anzahl Pixel) nicht ausgewertet werden konnte, wurde dieses Feld aus dieser und allen folgenden Stufen gelöscht. Mögliche Ursachen hierfür sind z. B. lokal zu große Dehnungsgradienten, wie es im Bereich der Probeneinschnürung der Fall ist oder zu grobe Grauwertmuster. Zudem kann sich während des Versuchs die Oberflächenstruktur oder -ausrichtung stark ändern, was eine Änderung des Reflektionsverhaltens zur Folge hat, wodurch Bereiche zu dunkel oder zu hell werden. Auch kleine Verschmutzungen der Objektivlinse oder des CCD-Chips führen zum Ausfall von Facetten. Durch den Wegfall von Bereichen mit hohen lokalen Dehnungen ergibt der integrale Dehnungswert tendenziell zu niedrige Werte. Da die integrale Dehnung demzufolge Sprünge aufweist, konnte dieser Fehler unter der Voraussetzung der Stetigkeit der Verfestigungskurve größtenteils korrigiert werden.

Für die Bewertung des Dehnungsverhaltens wurden die Dehnungen entlang von definierten Schnitten durch den bis zum Bruch tragenden Restquerschnitt sowie als integrale Dehnungswerte einzelner Stufen in Probenlängs- und -querrichtung ausgewertet und damit die Nennspannungs-Totaldehnungskurven sowie die mechanischen Kennwerte ermittelt.

4.4 Ermittlung der mechanischen Kenngrößen

Die mechanischen Kennwerte der Mikrozug-, Mikrotorsions- und Mikrobiegeproben wurden analog zum Vorgehen bei makroskopischen Standardproben ermittelt [DIN95, DIN01]. Bei der Bestimmung der Streckgrenze R_{eS} , der 0,2 %-Dehngrenze $R_{p0,2}$ und der Zugfestigkeit R_m an Aluminiumbronze mittels quasistatischer Zugversuche wurden die folgenden Gleichungen verwendet. Die jeweils an der Probe anliegende Kraft F wurde auf den Ausgangsquerschnitt A_0 , bei den Mikrokerbzugproben entsprechend auf den Ausgangskerbquerschnitt A_K bezogen:

$$R_{eS} = \frac{F(\epsilon_{eS})}{A_0} \quad (4.1)$$

$$R_{p0,2} = \frac{F(\epsilon_p = 0,2\%) }{A_0} \quad (4.2)$$

$$R_m = \frac{F_{\max}}{A_0} \quad (4.3)$$

Die mit der Dehnung verbundenen Kennwerte, Elastizitätsmodul E und Bruchdehnung A , wurden mittels der integralen Dehnungswerte aus der optischen Dehnungsmessung bestimmt.

Die Bestimmung des Elastizitätsmoduls erfolgte durch Mittelwertbildung von $n = 20$ bis 40 Datenpunkten im Bereich der Hookschen Geraden entsprechend der Gleichung:

$$E = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \frac{\sigma_{el,i}}{\varepsilon_{el,längs,i}} \quad (4.4)$$

Die Bruchdehnung A wurde als Differenz der Totaldehnung bei Bruch und der elastischen Dehnung bei Bruch gemäß folgender Gleichung bestimmt:

$$A = \varepsilon_{t,B} - \frac{\sigma_B}{E} \quad (4.5)$$

Für die Auswertung der zyklischen Versuche wurde die Dauerfestigkeit R_D mit dem Treppenstufenverfahren [Büh57] nach der modifizierten IABG-Methode [Hüc83] mit einer Grenzlastspielzahl von 10^7 ermittelt.

Die Berechnung der Schubspannung τ für die Torsionsversuche erfolgte mit dem Durchmesser d der Messstrecke und dem gemessenen Torsionsmoment M_T gemäß:

$$\tau = \frac{M_T}{W_p} = \frac{16M_T}{\pi d^3} \quad (4.6)$$

Die Totalscherung γ_t am Rand der Probe berechnet sich über den Schubmodul G , die Länge l der Messstrecke und den Winkel φ zwischen der Probenlängsachse und dem Grat auf der Probenoberfläche zu:

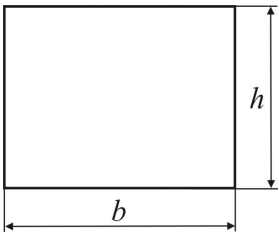
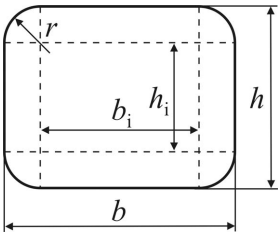
$$\gamma_t = \gamma_{el} + \gamma_{pl} = \frac{\tau}{G} + \frac{l}{d} \cdot \frac{\tan \varphi}{\pi} \quad (4.7)$$

Zur Bestimmung der Biegefestigkeit $R_{b,m}$ der keramischen Biegeproben wurde folgende Gleichung unter Berücksichtigung der maximalen Kraft F_{max} , der Breite b und Höhe h des Probenquerschnitts und des Auflagerabstands l verwendet:

$$R_{b,m} = \frac{3}{2} \cdot \frac{F_{max} \cdot l}{bh^2} \quad (4.8)$$

Nach dieser Gleichung wird zur Bestimmung der Biegefestigkeit der ideal rechteckige Probenquerschnitt verwendet. Sind die Kanten der Probe, wie in Kapitel 2.3.2 beschrieben, verrundet, ergibt sich dadurch ein geringeres Widerstandsmoment gegen Biegung. Die Verwendung der Gleichung (4.8) stellt demnach eine konservative Bestimmung der Biegefestigkeit dar. Zur Berücksichtigung der Kantenverrundung in der Querschnittsgeometrie ist das Widerstandsmoment nach der Gleichung in Tabelle 4.1 zu berechnen. Auch hierin ist eine Idealisierung vorgenommen, da als Kantenradius ein gemittelter, jeweils gleicher Wert angesetzt wird.

Tabelle 4.1: Berechnung des Widerstandsmomentes gegen Biegung bei idealem Querschnitt und unter Berücksichtigung verrundeter Kanten.

Querschnittsgeometrie	Widerstandsmoment
	$W_{y,\text{ideal}} = \frac{bh^2}{6}$
	$W_{y,\text{real}} = \left[\frac{1}{12} b_i r^3 + \frac{1}{4} (h_i + r)^2 b_i r + \frac{1}{12} r h_i^3 + \frac{1}{12} b_i h_i^3 \right] \left/ \left(\frac{h_i}{2} + r \right) \right. + 4 \left(\frac{1}{16} \pi r^4 + \frac{1}{3} r^3 h_i + \frac{1}{16} \pi h_i^2 r^2 \right)$

Sofern in den folgenden Kapiteln nicht explizit auf die Berücksichtigung des wahren Querschnitts hingewiesen wird, wurde Gleichung (4.8) verwendet. Die statistische Bewertung der Biegefestigkeiten erfolgte nach der in Kapitel 2.5.2 erläuterten Weibulltheorie.

Für die Berechnung des kritischen Spannungsintensitätsfaktors K_c der keramischen Proben wurde Gleichung (2.9) mit einem Geometriefaktor $Y = f(a/h)$ für lange Querrisse verwendet (siehe Kapitel 4.8). Damit ergibt sich:

$$K_c = \frac{F_{\max} l}{bh^{\frac{3}{2}}} \left[2,9 \left(\frac{a}{h} \right)^{\frac{1}{2}} - 4,6 \left(\frac{a}{h} \right)^{\frac{3}{2}} + 21,8 \left(\frac{a}{h} \right)^{\frac{5}{2}} - 37,6 \left(\frac{a}{h} \right)^{\frac{7}{2}} + 38,7 \left(\frac{a}{h} \right)^{\frac{9}{2}} \right] \quad (4.9)$$

$$\text{für } 0 \leq \frac{a}{h} \leq 0,6$$

mit der Maximalkraft F_{\max} , der Breite b und Höhe h des Probenquerschnitts, dem Auflagerabstand l sowie der Kerbtiefe a [Nic93]. Eine detaillierte Beschreibung zum Einbringen der Kerbe sowie deren Geometrie ist in Kapitel 4.8 aufgeführt.

4.5 Fehlerrechnung

Zur Bewertung der in den Kapiteln 5 bis 7 gezeigten Ergebnisse wurde eine Berechnung der Fehler der Festigkeitswerte durchgeführt, die durch Fehler bei der Probenvermessung und -prüfung bedingt sind. Hierzu wurden Wiederholungsmessungen von Probenabmessungen und der Wiederholgenauigkeit des Signals der Kraft- und Momentenmessdosen durchgeführt und die Standardabweichungen der jeweiligen Prozessschritte nach dem Fehlerfortpflanzungsgesetz zur Standardabweichung ΔY des mechanischen Kennwertes Y verrechnet:

$$\Delta Y(x_1, x_2, \dots, x_n) = \sqrt{\left(\frac{\delta Y}{\delta x_1}\right)^2 (\Delta x_1)^2 + \left(\frac{\delta Y}{\delta x_2}\right)^2 (\Delta x_2)^2 + \dots + \left(\frac{\delta Y}{\delta x_n}\right)^2 (\Delta x_n)^2} \quad (4.10)$$

Die Standardabweichung der Probenbreite Δb bei der Vermessung mittels des konfokalen Weißlichtmikroskops beträgt $1 \mu\text{m}$. Diese Abweichung ist unabhängig vom Absolutbetrag der Abmessung. Bei der Kraftmessdose ist die Standardabweichung ΔF abhängig vom Betrag der zu messenden Kraft. ΔF liegt für $F = 10 \text{ N}$ bei $0,028 \text{ N}$ und für $F = 20 \text{ N}$ bei $0,037 \text{ N}$. Die Standardabweichung des Durchmessers Δd der Torsionsproben bei der Vermessung mittels Lichtmikroskop beträgt $1,6 \mu\text{m}$. Bei der Drehmomentenmessdose ergibt sich ΔM zu $0,01 \text{ Nmm}$. Die sich hieraus ergebenden Standardabweichungen für übliche Beträge der ermittelten mechanischen Kennwerte sind in Tabelle 4.2 zusammengefasst.

Für die keramischen Versuche führen diese Standardabweichungen zu einem maximal erreichbaren Weibullmodul m , da systembedingt eine Streuung der ermittelten Biegebruchspannungen vorliegt. Dem Zusammenhang zwischen Standardabweichung und Weibullmodul entsprechend ergibt sich für die hier vorliegenden Randbedingungen ein Modul von mindestens $m = 35$ [Rie02]. Das bedeutet, dass für die ermittelten Moduln von 3 bis 20 der Werkstoff die Ursache der Streuung ist. Zwar ist auch hierin die Streuung durch die Messsysteme enthalten, es kann aber davon ausgegangen werden, dass diese zu keiner signifikanten Änderung des Moduls führen.

Tabelle 4.2: Standardabweichungen der mechanischen Kennwerte bedingt durch Fehler der Mess- und Prüfmaschinen.

Versuch	Abmessung [μm^2 bzw. μm]	Soll-Kennwert [MPa] Standardabweichung [MPa]			
Dreipunktbiegung	200 x 200 (ZrO ₂)	R _{b,m}	500 1000 2000	ΔR _{b,m}	6,6 11,8 22,9
		R _{b,m}	500 1000 2000	ΔR _{b,m}	5,1 9,7 19,0
Zug	130 x 260 (CuAl10Ni5Fe4)	σ	400 600 800 1000	Δσ	3,6 5,3 7,0 8,8
Torsion	Ø 230 (CuAl10Ni5Fe4)	τ	200 400 600	Δτ	5,9 9,3 13,2

4.6 Charakterisierung des Gefüges

Die Charakterisierung des Gefüges fand z. T. im Rahmen des Teilprojektes D1 des SFB 499 statt. Die Dokumentation erfolgte an Auflichtmikroskopen der Bauart Zeiss Axiovert 200 MAT mit einer Kamera Model AxioCam und der Software A4iDocu. Hierfür wurden Proben aus metallischen und keramischen Werkstoffen längs und quer zur Probenachse kalt eingebettet, geschliffen und poliert. Zur Bestimmung der Korngröße der ZrO_2 -Proben wurden diese bei mindestens 1300 °C 60 Minuten thermisch geätzt und die lichtmikroskopischen Bilder mittels Linienschnittverfahren ausgewertet. Die Si_3N_4 -Proben wurden in einem CF_4 - O_2 -Plasma mit einem Verhältnis von 2:1 30 bis 120 Sekunden geätzt. Hierbei werden die Si_3N_4 -Körner angegriffen und abgetragen, während die Sekundärphasenanteile bestehen bleiben. Auf Grund der nadelförmigen Struktur der Siliziumnitridkörner können bei einer Gefügecharakterisierung mittels Linienschnittverfahren nicht alle erforderlichen Daten ermittelt werden. Daher wurden diese mittels Stereologie am Institut für Keramik im Maschinenbau (IKM) bestimmt. Die Berechnung der Kornlänge und des Streckungsgrads aus den Schlifffildern erfolgte auf Basis der mathematischen Grundlagen nach [Müc99].

Der komplexe Gefügebau der Aluminiumbronze ließ eine klare Bestimmung der Korngrößen nicht zu. Hier wurden daher Phasengrößen bestimmt bzw. eine Klassifizierung des Gefüges gemäß grob, mittel und fein verwendet.

4.7 Fraktografie

Für die Bruchflächenuntersuchungen standen Geräte der Bauart Cambridge Stereoscan S4-10 und Zeiss DSM 960 zur Verfügung. Für die Untersuchung wurden die keramischen Proben mit einer Gold-Platinschicht besputtert. Die Bruchflächen wurden bezüglich der Versagensursache (z. B. Lunker, Pore, Segregate), deren Größe und Position (unter oder an der Oberfläche bzw. Kante) sowie der Art des Bruches (trans- oder interkristallin, Ermüdungs- oder Gewaltbruch) untersucht.

Eine Übersicht über die Klassifizierung der versagensauslösenden Defekte bei keramischen Mikrobiegeproben gibt Tabelle 4.3 wieder. Die Fehlerarten Pore (P) und Unebenheit (U) traten jeweils einzeln oder in Anhäufungen sowie in Kombination auf. Des Weiteren wurden Grate (G) an den Kanten, Agglomerate (A), Ausbrüche (B) und herstellungsbedingte Risse (R) als Fehlerarten beobachtet. Ein Ausbruch ist nicht zwangsläufig Ursache für das Versagen, es kann sich hierbei auch um einen sekundären Fehler handeln. In diesem Fall ist aber der primäre Defekt nicht mehr zu identifizieren und wird als Ausbruch klassifiziert. Als Krite-

rium für die Einteilung als offene Oberflächenpore oder Unebenheit wurde die Kontur beim Übergang des Defekts zur Oberfläche verwendet. Eine Pore zeigt einen scharfen Übergang, eine Unebenheit einen sanfteren. Ein Formfehler sieht z. T. einem Ausbruch sehr ähnlich. Formfehler weisen aber eine normale Oberfläche auf, während bei Ausbrüchen eine Bruchoberfläche vorliegt. Die Einteilung der Fehlerorte erfolgte nach Oberfläche, Kante und Volumen. Zur Kante zählt der gesamte verrundete Bereich. Ein Fehler wurde als Oberflächenfehler klassifiziert, wenn er maximal 5 µm unter der Oberfläche lag. Für die Fehlergrößen sind bei Poren und Agglomeraten die Durchmesser, bei Unebenheiten die Tiefen und bei Graten die Höhen angegeben. Bei Formfehlern und Ausbrüchen werden Breite und Tiefe genannt. Die Einteilung der Probengeometrie in die definierten Fehlerorte sowie der Fehlerarten ist schematisch in Abbildung 4.9 dargestellt. Grundsätzlich können alle Fehlerarten auch in Kombinationen auftreten, wie z. B. für Unebenheit und Pore (UP) dargestellt. Ein Grat (G) kann auch in Richtung der Seitenfläche vorliegen und wird dann als „G OKS“ aufgeführt.

Tabelle 4.3: Einteilung von Fehlerart, -ort und -größe für die Bruchflächenanalyse.

Fehlerart	Fehlerort	Fehlergröße
P Pore	OZ Oberfläche Zugseite	P/Px Durchmesser oder Abmessung der Pore bzw. des Porengiets
Px Porensammlung	OS Oberfläche Probenseite	
U Unebenheit	OK Oberfläche Kante	U Tiefe
Ux mehrere Unebenheiten	V Volumen	G Grathöhe
UP Unebenheit und Pore	OZV Übergang Oberfläche Zugseite zu Volumen	F/B Breite x Tiefe
UPx Unebenheit mit Porensammlung	OKV Übergang Kante zu Volumen	A Durchmesser
G Grat	OKS Kante der seitlichen Oberfläche	
A Agglomerat		
B Ausbruch		
R Riss		
F Formfehler		

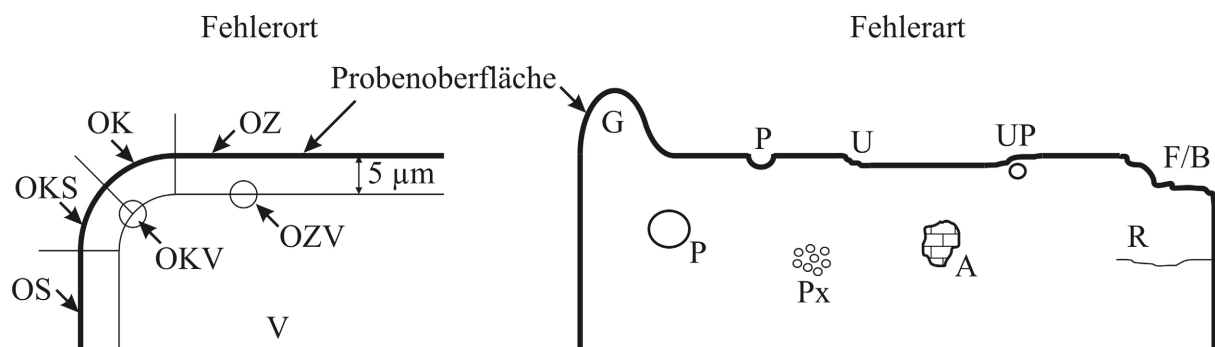


Abbildung 4.9: Schema der Fehlerorte und Fehlerarten zur Charakterisierung der versagensauslösenden Defekte keramischer Mikrobiegeproben.

4.8 Präparation mittels Focused Ion Beam

Das Funktionsprinzip des Focused Ion Beam (FIB; fokussierter Ionenstrahl) ist ähnlich dem eines Rasterelektronenmikroskops. Hierbei werden statt der Elektronen Galliumatome ionisiert und mittels einer Hochspannung in Richtung des Arbeitsraums beschleunigt. Auf Grund der hohen Masse und der entsprechend hohen Energie wird das zu untersuchende Material lokal verdampft. Eine ausführliche Beschreibung des Arbeitsprinzips sowie möglicher Anwendungen sind in [Orl03, Gia05] angegeben.

Mittels der FIB-Technik lassen sich nahezu alle gewünschten Riss- bzw. Kerbgeometrien in die Oberfläche fast aller Materialien einbringen [Mar06]. [Fet08b] stellt fest, dass mittels FIB-Technik rissgleiche Kerben erzeugt werden können, die einen Rissspitzenradius von unter 25 nm aufweisen. Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein FIB-System der Bauart Zeiss Modell 1540 ESB verwendet, um in keramische Mikroproben sehr scharfe Kerben einzubringen.

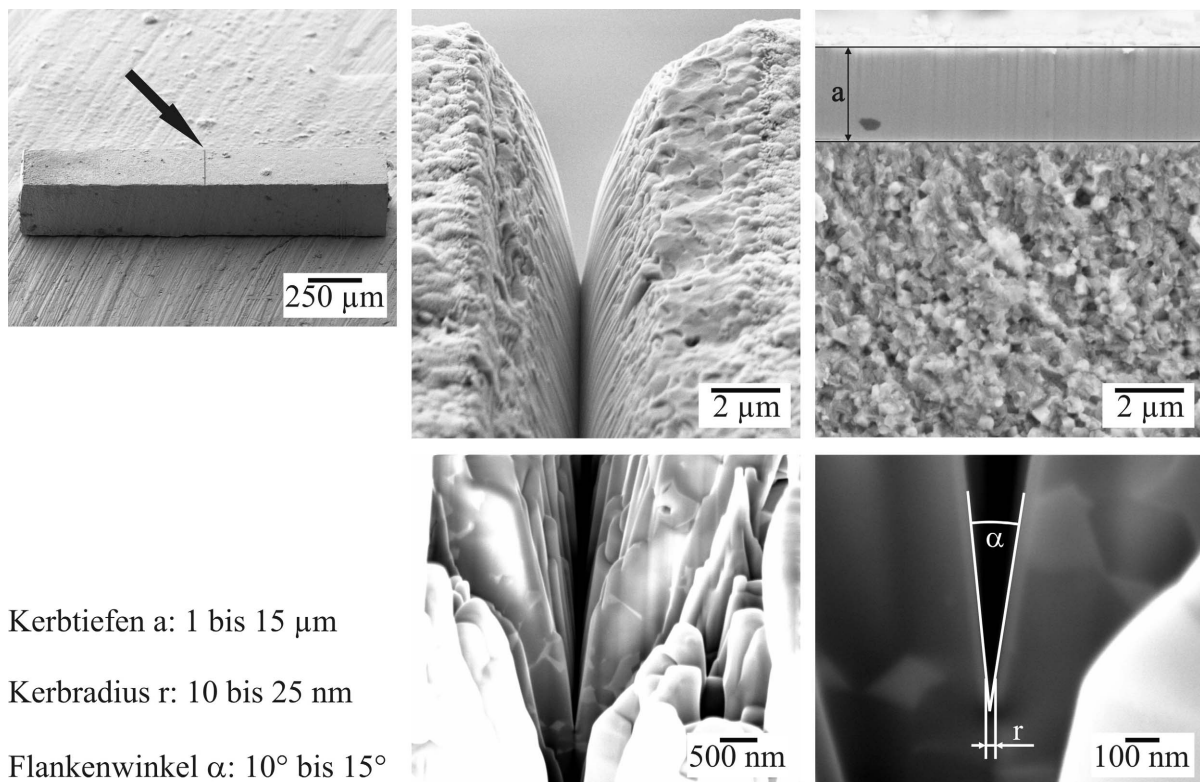


Abbildung 4.10: Geometrie der mittels FIB-Technik eingebrachten Kerben.

Ein Beispiel ist in Abbildung 4.10 dargestellt. Durch die Anzahl der FIB-Schritte je Probe und die Variation der Strahlintensität und -geschwindigkeit wurden Kerben unterschiedlicher Tiefe (1 bis 15 μm) erzeugt. Dadurch konnte das R-Kurvenverhalten der Materialien untersucht werden. Die besten Ergebnisse bzgl. der Kerbqualität wurden mit einer Strahlstromstärke von 10 nA und einer Sollschnitttiefe von 50 μm erzielt. Die hierbei erzeugten Kerbradien liegen in

einem Bereich von 10 bis 25 nm. Die Flankenwinkel der Kerbe betragen zwischen 10° und 15° . Damit ergibt sich in ausreichender Näherung eine Kerbgeometrie bzw. -größe wie bei natürlichen Fehlern. In Abbildung 4.10 ist eine Mikrobiegeprobe mit scharfer Kerbe im REM dargestellt. Für die unteren Bilder wurde mittels FIB das Material an der Probenseite abgetragen, um die genannten geometrischen Größen der Kerbe zu bestimmen. Für eine statistische Absicherung des Kerbradius r und des Flankenwinkels α wurden für jeden untersuchten Werkstoff fünf Kerben vermessen.

5 Untersuchungen an Aluminiumbronze

Die DIN 17665 [DIN83] lässt für die Aluminiumbronze CuAl10Ni5Fe4 eine große Streuung der Legierungszusammensetzung zu. In Verbindung mit der raschen Abkühlung der Schmelze im Mikroguss und möglicher Schwankungen der Prozessparameter ist eine starke Abhängigkeit der Gefügeentwicklung und der mechanischen Eigenschaften je nach Werkstoffzusammensetzung bei den einzelnen Chargen zu erwarten. Aus diesem Grund werden die mechanischen Eigenschaften in diesem Kapitel nach dem jeweiligen Gefüge der Proben sortiert und beschrieben.

5.1 Quasistatische Zugbeanspruchung

Jeweils zwei Proben der sechs vakuumdruckgegossenen Chargen 1240 bis 1245 ($T_m = 850\text{ °C}$) wurden quasistatisch geprüft. In Abbildung 5.1 ist die Mikrostruktur einer Probe der Charge 1240 dargestellt. Die Mikrostruktur zeigt eine homogene Verteilung der Phasen im Bereich der Messstrecke. Die α -Phasengebiete weisen überwiegend eine globulare, zu einem geringen Teil eine gestreckte Form auf. Die Mikrostruktur ist fein gegenüber den geometrischen Abmessungen der Mikrozugproben, so dass keine Effekte auf Grund von Anisotropie zu erwarten sind. An den Rändern der Probe erscheint das Gefüge geringfügig feiner und mit einem leicht höheren α -Anteil, als in der Mitte der Proben. Diese Mikrostruktur zeigt sich gut reproduzierbar auch bei den Chargen 1241 bis 1245.

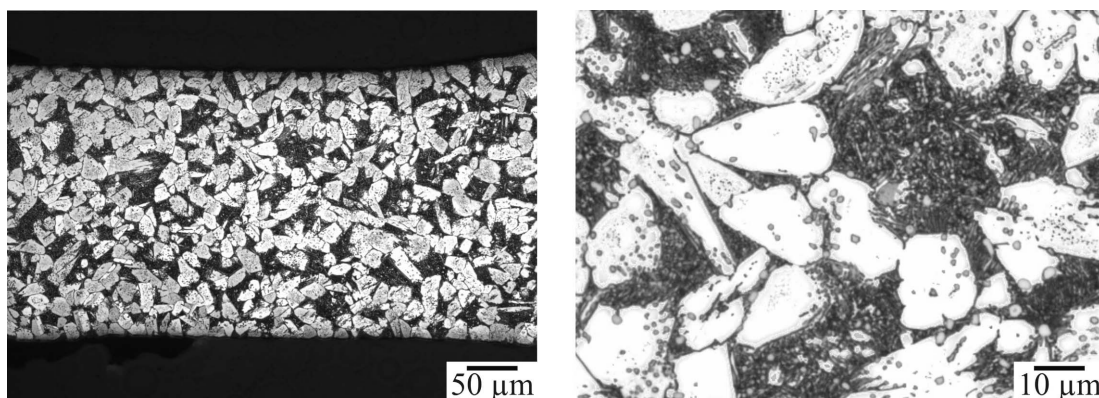


Abbildung 5.1: Gefüge der Probe 1240-16 (VDG, $T_m = 850\text{ °C}$).

Die ermittelten Zugverfestigungskurven sind in Abbildung 5.2 dargestellt. Analog zu der guten Übereinstimmung der Mikrostrukturen dieser Chargen weisen die mechanischen Eigenschaften ebenfalls eine gute Reproduzierbarkeit auf. Die Streuung des Elastizitätsmoduls ist

mit 22 % relativ groß. Er beträgt im Mittel 113 GPa. Für die Güte des Messwertes des E-Moduls ist die Genauigkeit der Dehnungsbestimmung maßgeblich. Da die Bestimmung der Dehnung bei Mikroproben aus Aluminiumbronze auf Grund der optischen Oberflächeneigenschaften schwierig ist, wurden zur Absicherung der Ergebnisse Messungen der elastischen Eigenschaften mittels Ultraschall-Phasen-Spektroskopie¹ durchgeführt. Hierzu wurden acht ebenfalls mittels VDG hergestellte Proben mit Abmessungen von $10 \times 10 \times 0,1 \text{ mm}^3$ verwendet. Diese Untersuchungen ergaben einen Elastizitätsmodul von $E = 137,4 \pm 11,6 \text{ GPa}$, einen Schubmodul von $G = 50,9 \pm 4,6 \text{ GPa}$ sowie eine Querkontraktionszahl von $\nu = 0,35 \pm 0,02$. Die Abweichung des Elastizitätsmoduls aus der optischen Dehnungsmessung im Vergleich zur Ultraschall-Phasen-Spektroskopie ist zum einen auf eine leichte Porosität der Mikrozugproben und zum anderen auf die generell stärkeren Streuungen der optischen Dehnungsmessung bei Mikroproben zurückzuführen.

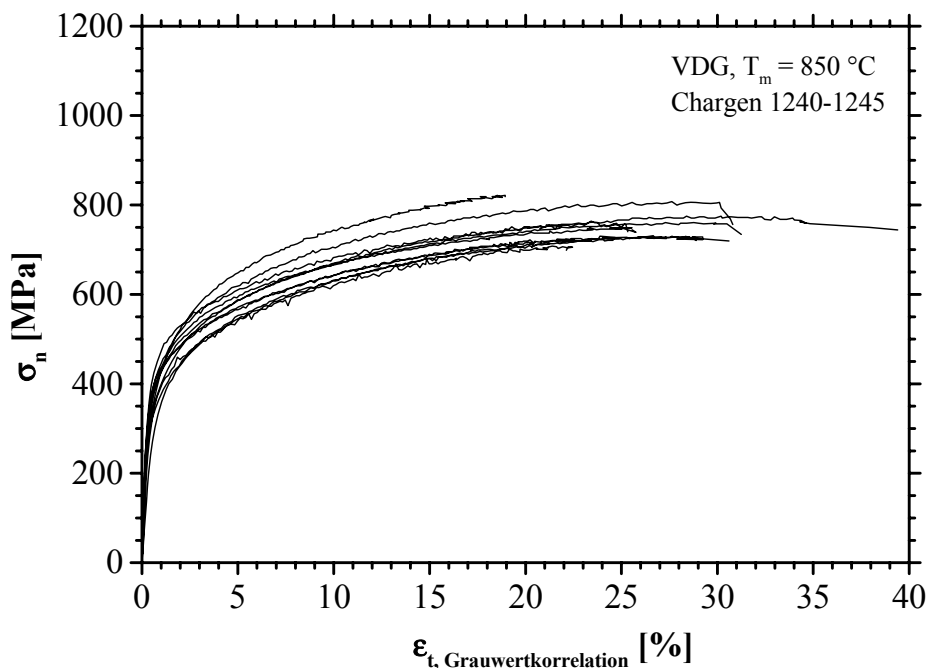


Abbildung 5.2: Zugverfestigungskurven von sechs Chargen (VDG, $T_m = 850 \text{ °C}$), von denen jeweils zwei Proben quasistatisch getestet wurden.

Die 0,2 %-Dehngrenze beträgt $349 \pm 35 \text{ MPa}$, die Zugfestigkeit $758 \pm 36 \text{ MPa}$. Streuungen der Festigkeitskennwerte $R_{p0,2}$ und R_m betragen ca. 10 und 5 % des Mittelwertes und sind als gering zu betrachten. Die stärkere relative Standardabweichung der Dehngrenze kann auf die Auswirkung der Mikrostruktur und die eventuelle Existenz von Lunkern zurückgeführt wer-

¹ Die Messungen wurden von J.-M. Gebert am Institut für Werkstoffkunde I des KIT durchgeführt.

den. Diese Effekte wirken sich auf das Bruchverhalten weniger stark aus, als auf das Materialverhalten bei einsetzender plastischer Verformung. Dies ist darauf zurückzuführen, dass die Dehnung als integraler Wert über die gesamte Messstrecke ermittelt wird. Da das Grauwertmuster der Probenoberfläche nur schwach ausgeprägt war, fiel z. T. eine große Anzahl an Facetten zur Dehnungsauswertung aus. Das Material verfestigt stark während des Zugversuchs. Die Bruchdehnung beträgt $25,3 \pm 6,8$ %. Ermittelte mechanische Kennwerte und deren Standardabweichungen sowie die maximalen und minimalen Ergebnisse sind in Tabelle 5.1 zusammengefasst.

Tabelle 5.1: Mechanische Kennwerte der Chargen 1240 – 1245 (VDG, $T_m = 850$ °C).

	E [GPa]	$R_{p0,2}$ [MPa]	R_m [MPa]	A [%]	Rt [μm]
Minimum	61	310	708	13,1	0,28
Maximum	149	400	822	38,8	1,86
Mittelwert	113	349	758	25,3	0,55
Stabw.	25	35	36	6,8	0,23

In Abbildung 5.3 sind rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Bruchflächen von Mikrozugproben dargestellt. Bei der Probe 1241-15 ($R_{p0,2} = 310$ MPa, $R_m = 719$ MPa) sind zwei Lunker auf der Bruchfläche zu erkennen. Der größere erstreckt sich von der Oberfläche aus ca. $50 \mu\text{m}$ ins Probeninnere. Der zweite, mit Abmessungen von ca. $20 \times 6 \mu\text{m}^2$, befindet sich im Volumen der Probe. Gut zu erkennen ist, dass das Material stark plastisch verformt ist und die Bruchflächen typische Bruchwaben aufweisen. Anhand der Ausschnitte der Proben 1245-08 ($R_{p0,2} = 310$ MPa, $R_m = 730$ MPa) und 1242-02 ($R_{p0,2} = 367$ MPa, $R_m = 761$ MPa) ist die Auswirkung der Mikrostruktur auf das Erscheinungsbild der Bruchfläche zu erkennen. Da die α -Phase als kubisch-flächenzentriertes Gitter auf Grund der leichter zu aktivierenden Gleitsysteme stark plastiziert, während die β -Phase bzgl. der Möglichkeit zur Plastizierung eingeschränkt ist, ist zu vermuten, dass die Bereiche mit plastisch verformten Waben aus der α -Phase bestehen. Glatt und spröde erscheinende Bereiche sind daher der β -Phase zuzuordnen. Die Größenverhältnisse dieser Bereiche korrelieren mit der Mikrostruktur in Abbildung 5.1. Bei der Probe 1243-09 ($R_{p0,2} = 400$ MPa, $R_m = 765$ MPa) verläuft der Bruch z. T. entlang der Phasengrenze zu einer (vermutlich) κ_{IV} -Ausscheidung, die transkristallin versagt. Generell ist der Bruchverlauf bei der quasistatischen einachsigen Belastung transkristallin. Die Bruchflächen sind stark zerklüftet. Dadurch wird während der Rissausbreitung eine größere Oberfläche gebildet und entsprechend wird mehr freiwerdende, ehemals elastisch gespeicherte Energie verbraucht, was letztlich der Rissausbreitung entgegenwirkt.

Zur Untersuchung eventuell auftretender Anisotropieeffekte wurde die Entwicklung der lokalen Dehnung mittels Schnitten in Probenlängsachse (y-Richtung) und in Querrichtung (x-Richtung) anhand der Daten der Grauwertkorrelationsanalyse durchgeführt.

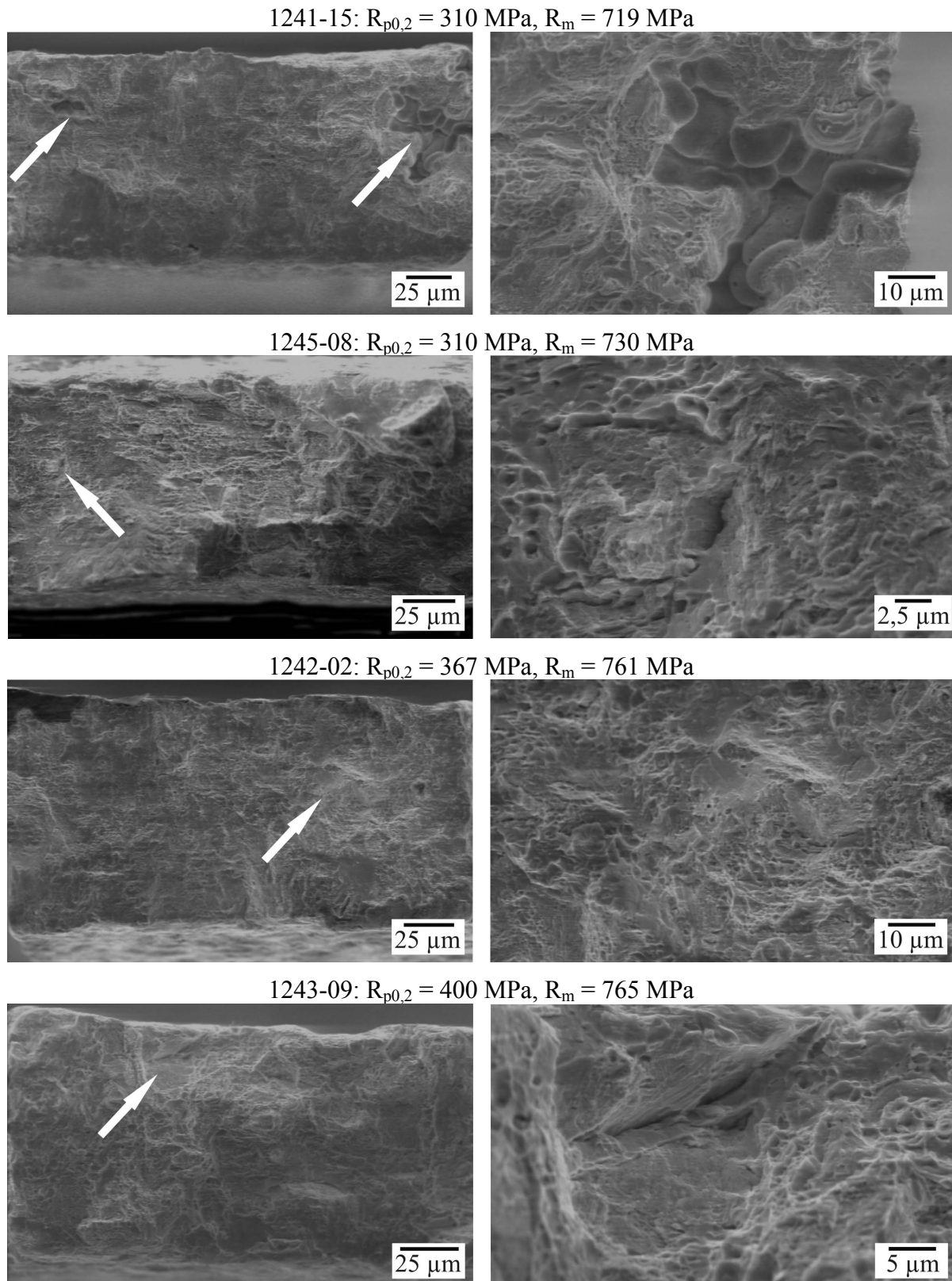


Abbildung 5.3: REM-Bilder der Bruchflächen von Mikrozugproben (VDG, $T_m = 850 \text{ °C}$).

Die Schnitte wurden so positioniert, dass sie bis zum Bruch der Probe durch den letzten tragenden Querschnitt verlaufen. Für jeden der beiden Schnitte wurde die Längsdehnung ε_y und die Querdehnung ε_x ermittelt. Die Entwicklung dieser Dehnungen ist in Abbildung 5.4 für die Probe 1241-15 dargestellt. Aufgetragen sind die Dehnungen für drei Nennspannungen σ_n im elastischen Bereich $\sigma_n = 103$ (Linie a), 168 (b) und 239 MPa (c) und für fünf Nennspannungen im elastisch-plastischen Bereich $\sigma_n = R_{p0,2} = 295$ MPa (d) sowie $\sigma_n = 400$ (e), 502 (f), 600 (g) und 702 MPa (h).

Anhand des y-Schnittes ist zu erkennen, dass die Längsdehnung ε_y bei den Schnittlinien a – c, also im makroskopisch für die ganze Probe betrachtet elastischen Bereich, jeweils mit nur geringen Schwankungen um einen ansonsten über die gesamte Länge der Messstrecke gleichmäßigen Mittelwert mit der Nennspannung ansteigt. Die leichten Schwankungen lassen sich auf die lokal unterschiedlichen Steifigkeiten der Probe zurückführen. Diese sind grundsätzlich typisch für ein mehrkristallines Material. Erst ab $\sigma_n = 502$ MPa lässt sich ein globales Maximum der Längsdehnung bei $y = 560 \mu\text{m}$ erkennen. Der Abfall der Längsdehnung bei $y = 0$ und $800 \mu\text{m}$ lässt sich auf den Übergang der Messstrecke in die Probenköpfe zurückführen. Im weiteren Verlauf der Belastung nimmt die lokale Dehnungsüberhöhung zu, bis letztlich bei $R_m = 730$ MPa die Probe einzuschnüren beginnt. Ein ähnliches Bild ergibt sich für die Querdehnung ε_x . Auch hier treten leichte Schwankungen der Dehnung um einen entlang der Probe konstanten Mittelwert auf. An der Stelle, an der später die Einschnürung einsetzt, ist ab Schnittlinie e eine lokale Überhöhung der Querdehnung zu erkennen, die im weiteren Verlauf (f und g) zunimmt. Korrespondierend mit der entsprechend der Nennspannung steigenden Längsdehnung nimmt die Querdehnung ab.

Anhand der horizontalen Verläufe der Längsdehnung der Schnittlinien a und b (Schnitt in x-Richtung) ist zu erkennen, dass die Belastung der Probe ohne zusätzliche Biegekomponente erfolgte. Über den Querschnitt der Probe fallen die Schwankungen der Dehnung nochmals geringer aus. Sowohl im elastischen, als auch im elastisch-plastischen Bereich steigt lediglich das Dehnungsniveau entsprechend der Beanspruchung von Linie a bis g an. Erst nahe der Zugfestigkeit ist ein starker Anstieg der Längsdehnung zu erkennen. Dass Linie h hier nicht mehr über die komplette Breite der Probe dargestellt ist, ist auf den Ausfall einiger Facetten bei der Auswertung der Grauwertbilder zurückzuführen. Entsprechendes ist bei der Entwicklung der Querdehnung über den Querschnitt der Probe zu beobachten. Korrespondierend mit der Schnittlinie a im Längsschnitt zeigen sich hier positive und negative Werte der Querdehnung. Mit steigender Belastung sind wiederum sinkende mittlere Querdehnungen zu beobachten. Anisotropieeffekte sind auf Basis dieser Dehnungsentwicklungen nicht erkennbar.

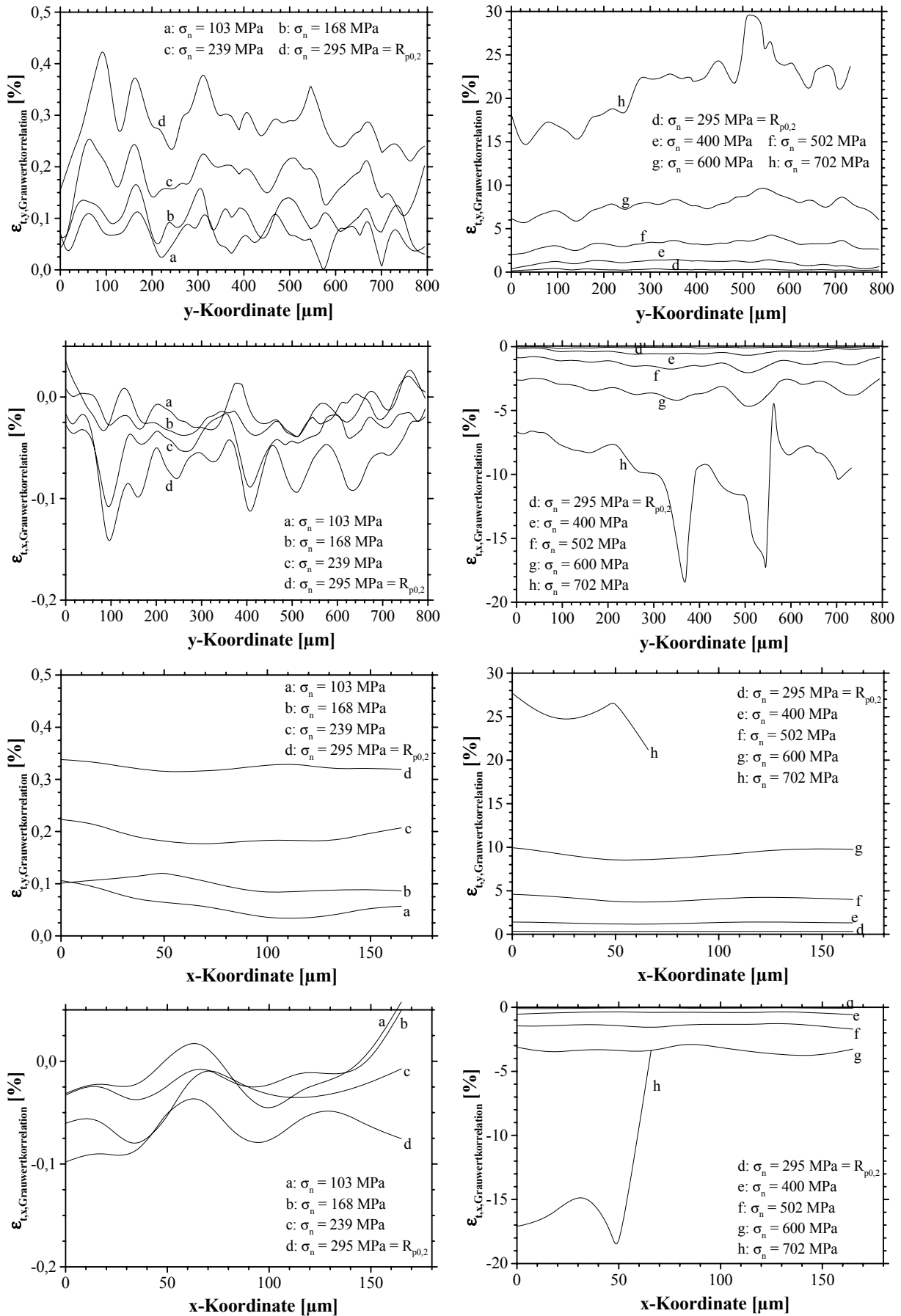


Abbildung 5.4: Dehnungsentwicklung der Probe 1241-15 (VDG, $T_m = 850 \text{ }^\circ\text{C}$).

Die beiden Chargen 1305 und 1306 wurden mittels VDG bei einer Muffelvorwärmtemperatur von $T_m = 1000 \text{ °C}$ hergestellt. Die Mikrostrukturen dieser Chargen sind in Abbildung 5.5 dargestellt. Generell sind die beiden Mikrostrukturen einander ähnlich. Bei Charge 1305 ist der Saum, bestehend aus κ_{III} -Phase, etwas stärker ausgeprägt als bei Charge 1306. Dafür sind in den α -Körnern der Charge 1306 deutlich mehr Ausscheidungen vom Typ κ_{IV} und κ_V enthalten. Die Mikrostrukturen sind im Vergleich zu denen der Chargen 1240 – 1245 ebenfalls ähnlich, außer dass dort kein Saum aus κ_{III} -Phase ausgebildet war. Die Abmessungen der Phasengebiete sind bedingt durch die langsamere Abkühlung geringfügig größer als bei der Mikrostruktur der Chargen 1240 – 1245.

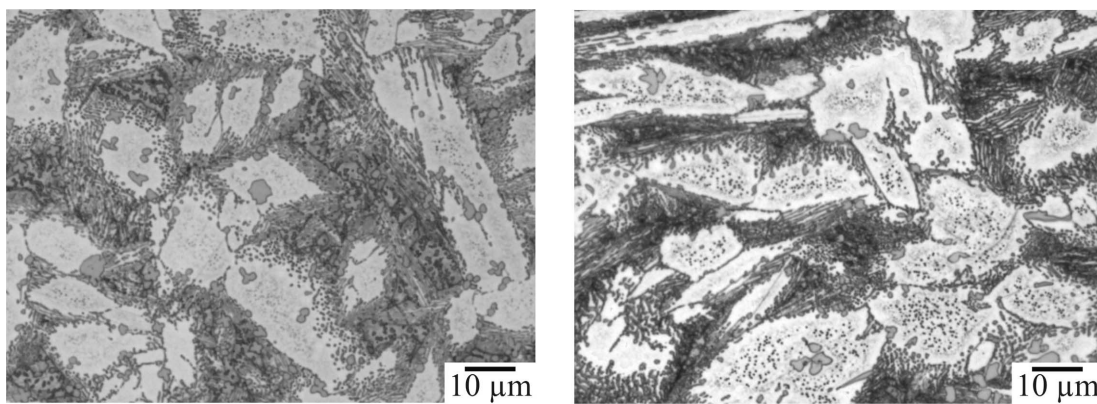


Abbildung 5.5: Gefüge der Chargen 1305 (links) und 1306 (rechts) (VDG, $T_m = 1000 \text{ °C}$).

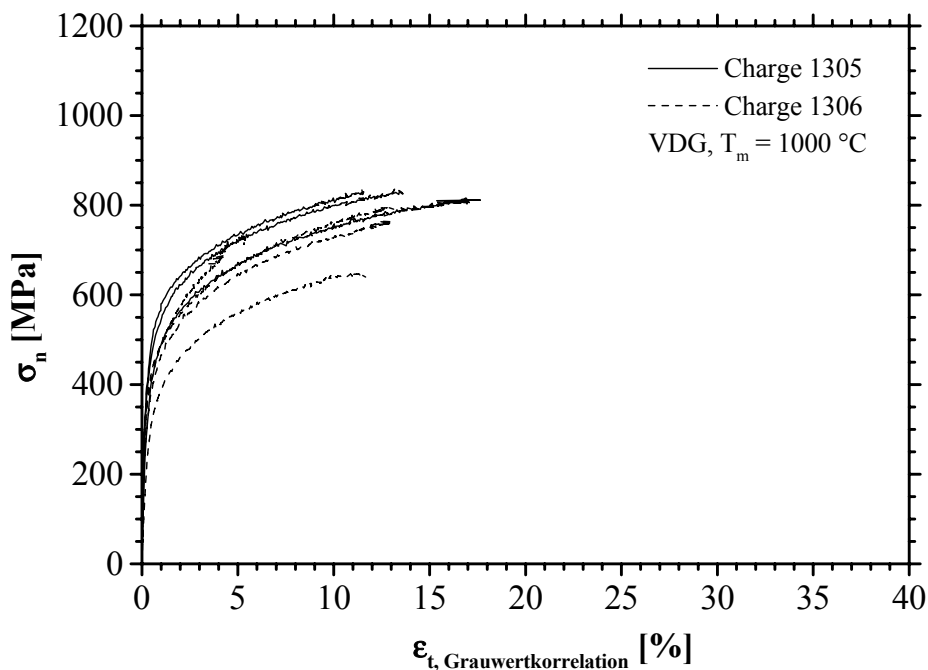


Abbildung 5.6: Zugverfestigungskurven der Chargen 1305 und 1306 (VDG, $T_m = 1000 \text{ °C}$).

Der erhöhte Anteil an Ausscheidungen führt zu höheren Festigkeiten. Dieser Effekt ist auch im Vergleich der Chargen 1305 und 1306 zu erkennen (vgl. unten). In Abbildung 5.6 sind die Zugverfestigungskurven von drei Proben der Charge 1305 und von vier Proben der Charge 1306 dargestellt. Hier ist bereits zu erkennen dass die Streuung in der Festigkeit der Proben innerhalb einer Charge größer ist, als bei den Chargen 1240 – 1245.

Die mechanischen Kennwerte beider Chargen sind in Tabelle 5.2 zusammengefasst. Die mittleren Elastizitätsmoduln liegen mit 196 ± 42 GPa für Charge 1305 und 207 ± 76 GPa für Charge 1306 eng beieinander. Bei der Festigkeit zeigen sich größere Unterschiede zwischen den Chargen. Bei Charge 1305 ergeben sich $R_{p0,2}$ zu 430 ± 59 MPa und R_m zu 791 ± 34 MPa, während für Charge 1306 $R_{p0,2} = 356 \pm 33$ MPa und $R_m = 692 \pm 45$ MPa betragen. Die höhere Festigkeit der Charge 1305 im Vergleich zu Charge 1306 ist auf den höheren Anteil von κ_{III} -Ausscheidungen zurückzuführen. Die κ_{IV} - und κ_V -Partikel in den α -Körnern tragen dagegen in geringerem Maß zur Festigkeit bei. Die Bruchdehnungen betragen $A = 14,0 \pm 2,9$ % bei 1305 und $A = 10,4 \pm 3,6$ % bei 1306. Die Chargen 1240 bis 1245 weisen erheblich höhere Bruchdehnungen auf. Dies resultiert aus der deutlich geringeren Anzahl von Ausscheidungen im Gefüge. Dadurch wird bei den Chargen 1240 bis 1245 die Versetzungsbewegung weniger stark behindert.

Tabelle 5.2: Mechanische Kennwerte der Chargen 1305 und 1306 (VDG, $T_m = 1000$ °C) [Rög08a].

Charge		E [GPa]	$R_{p0,2}$ [MPa]	R_m [MPa]	A [%]
1305	Minimum	167	372	758	11,6
	Maximum	244	490	826	17,3
	Mittelwert	196	430	791	14,0
	Stabw.	42	59	34	2,9
1306	Minimum	106	313	643	5,1
	Maximum	270	389	747	12,8
	Mittelwert	207	356	692	10,4
	Stabw.	76	33	45	3,6

1306-12: $R_{p0,2} = 373$ MPa, $R_m = 669$ MPa

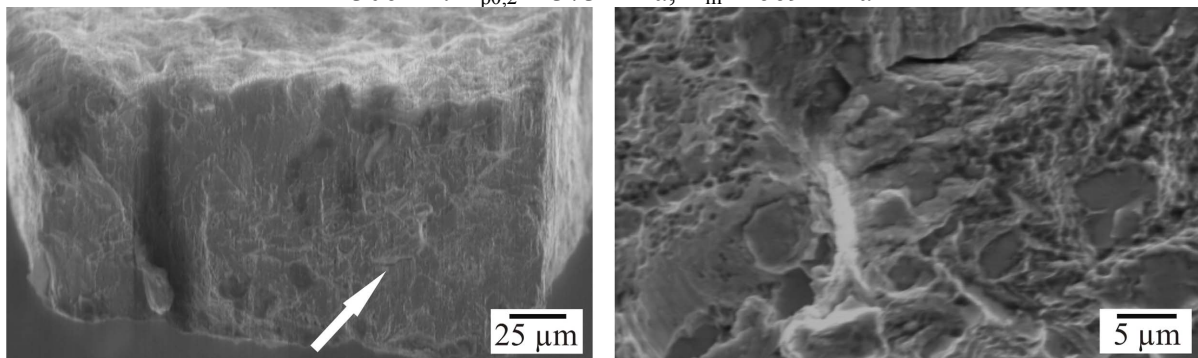


Abbildung 5.7: REM-Bilder der Bruchflächen der Mikrozugprobe 1306-12 (VDG, $T_m = 1000$ °C).

Abbildung 5.7 zeigt die Bruchfläche einer Probe der Charge 1306 mit $R_{p0,2} = 373$ MPa und $R_m = 669$ MPa. Im Detail sind stark plastisch verformte Bereiche zu erkennen, die die spröde gebrochenen Ausscheidungen umschließen. Ein Sekundärriss verläuft in Probenlängsachse entlang von lamellaren Ausscheidungen.

Anhand der bisher betrachteten Ergebnisse ist kein klarer Zusammenhang zwischen den Parametern der Probenherstellung und deren Eigenschaften zu erkennen. Die jeweiligen Festigkeitskennwerte der Chargen liegen in einer ähnlichen Größenordnung. Die Ergebnisse der Untersuchungen (die chemische Zusammensetzung, die Mikrostrukturen sowie die mechanischen Festigkeiten und Bruchdehnungen) an verschiedenen Chargen, die alle mittels identischer Prozessparameter (VDG und $T_m = 1000$ °C) hergestellt wurden, sind in Abbildung 5.8 zusammengestellt. Die Mikrostrukturen weisen deutliche Unterschiede untereinander auf. Hierin sind die Chargen nach dem Erscheinungsbild der Mikrostruktur sortiert. Sind mehrere Chargen zu einer Mikrostruktur genannt, weisen diese Chargen untereinander sehr ähnliche Mikrostrukturen auf.

Die Charge 1401 weist eine grobe und uneinheitliche Struktur auf. Die Größen und Formen der α -Phasengebiete sind hier stark unterschiedlich. Zudem sind im Gefüge κ_1 -Ausscheidungen zu erkennen. Die Mikrostruktur der Chargen 1704 bis 1706 ist deutlich feiner als die der Charge 1401. Sie ähnelt dem Gefüge der Chargen 1240 – 1245 mit dem Unterschied, dass das Verhältnis β -zu- α -Phase größer ist. Der Reihe der Chargen nach (1700, 1708 – 1709, 1689 – 1699 und 1701 – 1703) werden die Mikrostrukturen feiner. Die 0,2 %-Dehngrenze liegt über alle Ausprägungen der Mikrostrukturen in einem Bereich von 335 bis 488 MPa. Eine eindeutige Korrelation zur Mikrostruktur ist nicht festzustellen.

Die Tendenz zeigt, dass die Festigkeit mit feiner werdendem Gefüge ansteigt. Allerdings sind die höchsten Festigkeiten (Chargen 1708 – 1709) nicht bei der feinsten Mikrostruktur zu finden, sondern bei einer, die sich durch nadelförmige Phasen und einen größeren Anteil an Ausscheidungen auszeichnet. Zudem ist eine höhere Festigkeit zu erkennen, wenn der Anteil an β -Phase gegenüber α zunimmt. Dies ist verständlich, da α , wie in Kapitel 2.4.2 beschrieben, kubisch flächenzentriert ist, während β mit einem martensitischen Gefüge höhere Festigkeiten aufweist.

In Abbildung 5.9 sind die Mikrostrukturen, die mechanischen Eigenschaften sowie die Bruchdehnungen von schleudergegossenen Mikrozugproben dargestellt. Die Muffelvorwärmtemperatur der Chargen 1712 und 1713 betrug 700 °C, für die Chargen 1720 und 1721 1000 °C (die realen Muffeltemperaturen beim Abguss lagen prozessbedingt bei 450 bzw. 700 °C, vgl. Ka-

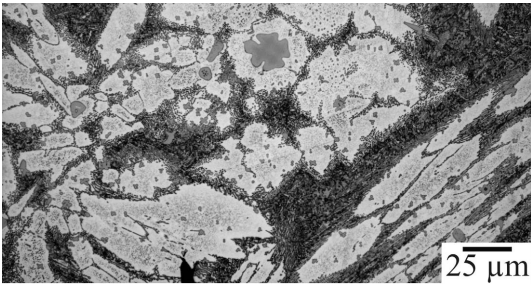
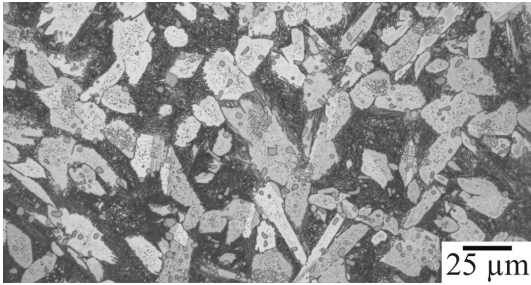
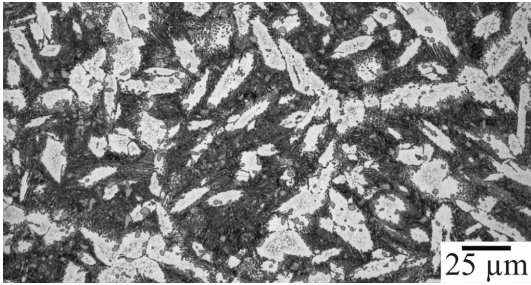
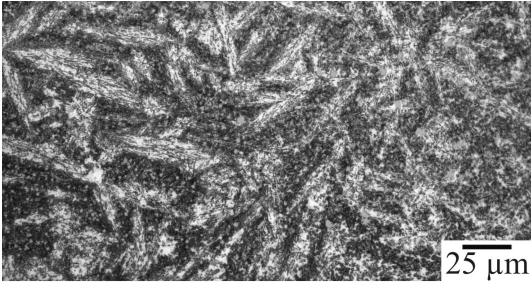
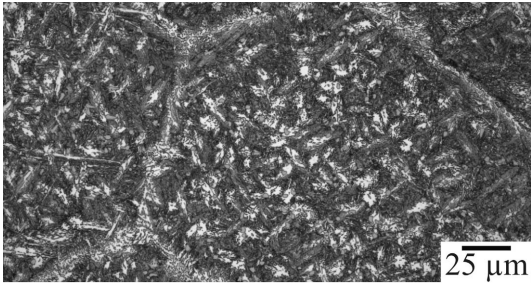
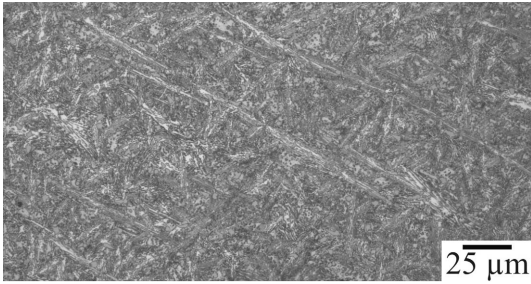
Charge	Mikrostruktur	Eigenschaften
1401 (Zusammensetzung nicht bestimmt)		$R_{p0,2} = 422 \pm 68 \text{ MPa}$ $R_m = 776 \pm 76 \text{ MPa}$ $A = 10,2 \pm 1,6 \%$
1704 – 1706 9,66 Ma-% Al 5,15 Ma-% Ni 7,53 Ma-% Fe (1704-12)		$R_{p0,2} = 335 \pm 45 \text{ MPa}$ $R_m = 774 \pm 49 \text{ MPa}$ $A = 10,1 \pm 2,2 \%$
1700 10,18 Ma-% Al 5,02 Ma-% Ni 4,98 Ma-% Fe (1700-10)		$R_{p0,2} = 413 \pm 64 \text{ MPa}$ $R_m = 847 \pm 63 \text{ MPa}$ $A = 10,9 \pm 1,9 \%$
1708 – 1709 9,46 Ma-% Al 4,60 Ma-% Ni 4,87 Ma-% Fe (1708-06)		$R_{p0,2} = 488 \pm 85 \text{ MPa}$ $R_m = 925 \pm 83 \text{ MPa}$ $A = 10,0 \pm 2,8 \%$
1698 – 1699 9,43 Ma-% Al 4,89 Ma-% Ni 4,34 Ma-% Fe (1699-09)		$R_{p0,2} = 432 \pm 39 \text{ MPa}$ $R_m = 874 \pm 75 \text{ MPa}$ $A = 8,9 \pm 1,3 \%$
1701 – 1703 10,08 Ma-% Al 4,73 Ma-% Ni 6,86 Ma-% Fe (1702-02)		$R_{p0,2} = 462 \pm 96 \text{ MPa}$ $R_m = 872 \pm 51 \text{ MPa}$ $A = 9,6 \pm 3,4 \%$

Abbildung 5.8: Mikrostrukturen und Eigenschaften von Mikrozugproben: VDg, $T_m = 1000 \text{ }^\circ\text{C}$.

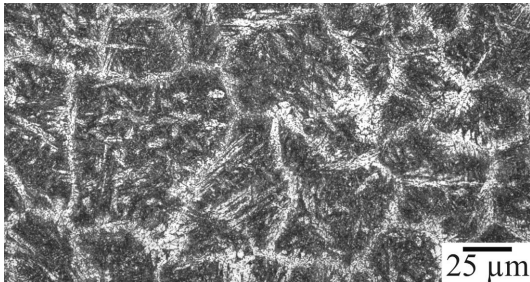
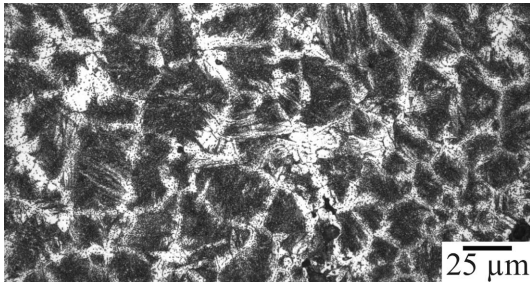
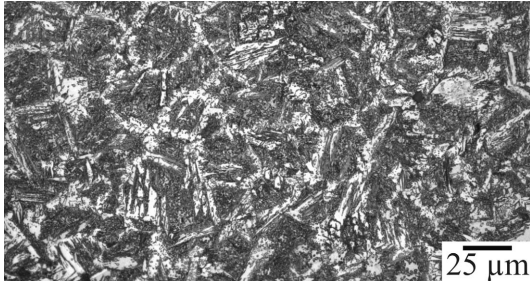
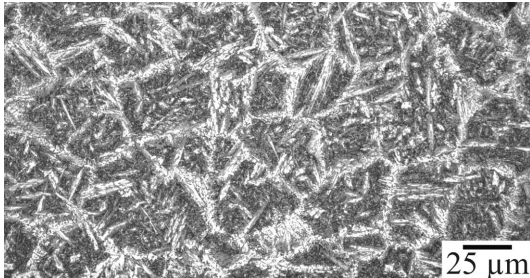
Charge	Mikrostruktur	Eigenschaften
1712 ($T_m = 700 \text{ }^\circ\text{C}$)		$R_{p0,2} = 457 \pm 67 \text{ MPa}$ $R_m = 731 \pm 33 \text{ MPa}$ $A = 7,7 \pm 0,5 \%$
1713 ($T_m = 700 \text{ }^\circ\text{C}$)		$R_{p0,2} = 404 \pm 25 \text{ MPa}$ $R_m = 635 \pm 44 \text{ MPa}$ $A = 6,7 \pm 0,6 \%$
1720 ($T_m = 1000 \text{ }^\circ\text{C}$)		$R_{p0,2} = 407 \pm 79 \text{ MPa}$ $R_m = 708 \pm 109 \text{ MPa}$ $A = 9,1 \pm 2,0 \%$
1721 ($T_m = 1000 \text{ }^\circ\text{C}$)		$R_{p0,2} = 466 \pm 155 \text{ MPa}$ $R_m = 750 \pm 101 \text{ MPa}$ $A = 10,0 \pm 3,5 \%$

Abbildung 5.9: Mikrostrukturen und Eigenschaften von Mikrozugproben: SG, $T_m = 700$ und $1000 \text{ }^\circ\text{C}$.

pitel 3.2). Die Mikrostruktur unterscheidet sich von der der VDG-Chargen durch die deutlich kleineren Körner der Hochtemperaturphase β , an deren Korngrenzen sich bei der Abkühlung α ausgeschieden hat. Die restliche β -Phase hat sich metastabil umgewandelt. Die 0,2 %-Dehngrenze der vier Chargen liegt zwischen 404 und 466 MPa, die Zugfestigkeit zwischen 635 und 750 MPa. Auch hier ist kein eindeutiger Zusammenhang zwischen der Mikrostruktur und der Festigkeit zu erkennen. Ebenso ist kein Unterschied der Mikrostruktur oder der mechanischen Eigenschaften bzgl. der Muffeltemperatur abzuleiten. Bei der Bruchdehnung zeigt sich, dass die SG-Chargen mit $T_m = 700 \text{ }^\circ\text{C}$ geringere Werte von $A = 6,7$ bis $7,7 \%$ aufweisen, als die SG-Chargen mit $T_m = 1000 \text{ }^\circ\text{C}$, die eine Bruchdehnung von $9,1$ bis $10,0 \%$ erreichen. Zugverfestigungskurven von Proben der Chargen 1712 und 1721 sind in Abbildung 5.10 dar-

gestellt. Die größere Streuung der mechanischen Eigenschaften bei den Chargen mit $T_m = 1000\text{ °C}$ ist auf eine größere Streuung der Lunkergröße und -anzahl zurückzuführen.

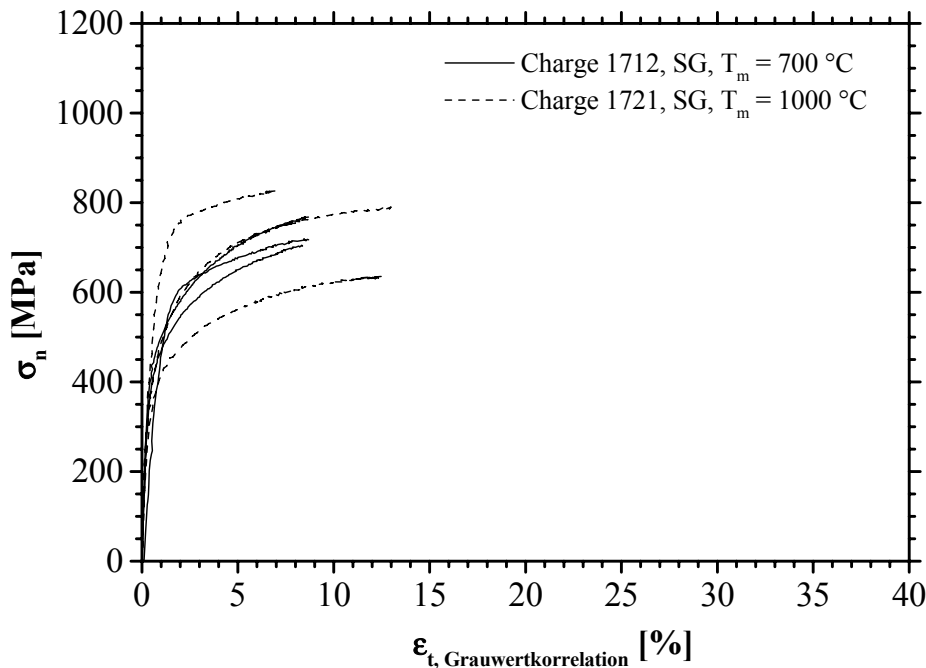


Abbildung 5.10: Zugverfestigungskurven der SG-Chargen 1712 ($T_m = 700\text{ °C}$) und 1721 ($T_m = 1000\text{ °C}$).

5.2 Zyklische Zugbeanspruchung

Das Wöhlerdiagramm kraftkontrollierter Ermüdungsversuche an Proben der Chargen 1240 – 1245 (VDG, $T_m = 850\text{ °C}$) bei einem Lastverhältnis von $R = 0,1$ ist in Abbildung 5.11 dargestellt. Je Lasthorizont wurden drei Proben geprüft. Die Streuung der Lebensdauern ist, ähnlich zu den Streuungen der quasistatischen Eigenschaften dieser Chargen, relativ gering. Die Streuung bei gleicher Spannungsamplitude σ_a liegt im Zeitfestigkeitsbereich, also bei Spannungsamplituden zwischen 200 und 360 MPa, bei einem Faktor 3. Für kleinere Werte von σ_a nehmen die Streuungen zu. Bei Spannungsamplituden von 150 und 160 MPa ergaben sich sowohl Brüche bei Lastspielzahlen von $N \approx 10^5$ bis 10^6 als auch Durchläufer. In diesem Bereich der Lebensdauer zeigt sich eine Lücke, die ca. eine Größenordnung der Lastspielzahl umfasst. Dies deutet darauf hin, dass es eine Schwellspannung gibt, unterhalb derer es zu keinem Versagen kommt. Oberhalb dieser Schwelle tritt der Bruch unterhalb von 10^6 Lastwechseln ein. Letztlich wird diese Schwelle beeinflusst von Defekten in der Messstrecke der Probe, wie z. B. Poren, Lunker oder Defekte in der Oberfläche der Probe. Es ergibt sich ein Bereich der Spannungsamplitude zwischen 140 und 180 MPa, in dem es Brüche und Durchläufer gibt. Als Dauerfestigkeit wurde ein Wert von $R_D = 155,0 \pm 16,7\text{ MPa}$ ermittelt.

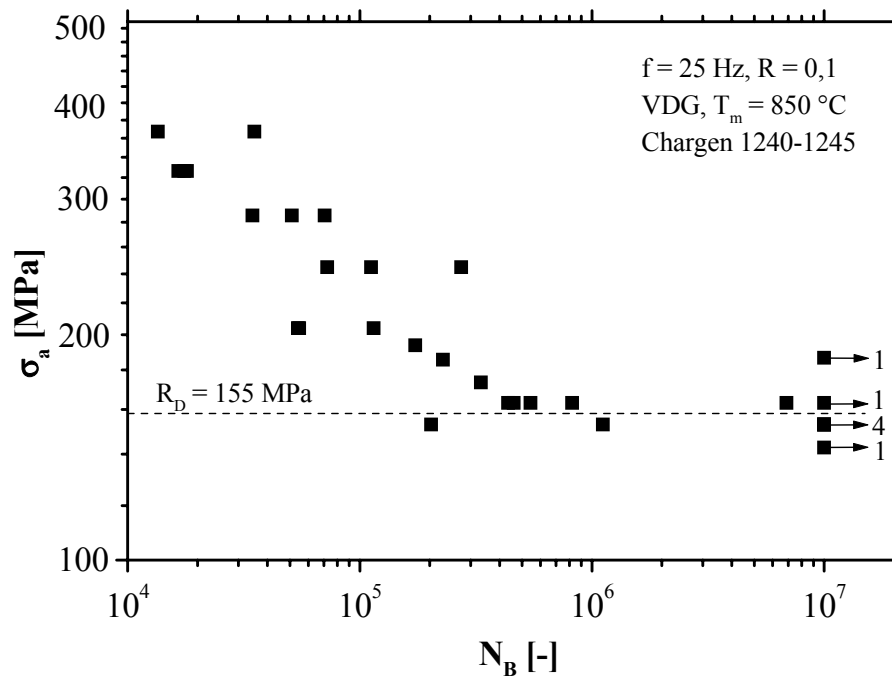


Abbildung 5.11: Wöhlerdiagramm für zyklische Versuche an CuAl10Ni5Fe4 (VDG, $T_m = 850$ °C) [Bau08a].

Für Spannungsamplituden σ_a von 150, 240 und 280 MPa sind die Wechselverformungskurven, also die Entwicklung der Wegamplitude s_a und des mittleren Verfahrs s_m des Maschinenquerhauptes in Abhängigkeit der Lastspielzahl N , in Abbildung 5.12 dargestellt.

Da für eine Spannungsamplitude von 150 MPa bei $R = 0,1$ die Oberspannung 330 MPa beträgt, wird der Werkstoff an der Grenze zur einsetzenden plastischen Verformung beansprucht. Bei einer höheren Spannungsamplitude von 240 MPa treten bereits beim ersten Zyklus plastische Verformungen von bis zu 4,7 % auf. Die Streuung im mittleren Verfahrs korrespondiert mit den Streuungen der Streckgrenze bzw. dem plastischen Verhalten in Abbildung 5.2. Im weiteren Verlauf nimmt die Wegamplitude bis zum Versagen bzw. bis zum Erreichen der Grenzlastspielzahl geringfügig ab. Demnach zeigt der Werkstoff ein leicht verfestigendes Wechselverformungsverhalten, welches vermutlich auf die parallele Aktivität von entfestigenden und verfestigenden Vorgängen zurückgeführt werden kann. Der Verlauf des mittleren Verfahrs über der Lastspielzahl zeigt ein zyklisches Kriechen des Werkstoffs zu positiven Werten, dessen Intensität mit zunehmender Spannungsamplitude erwartungsgemäß ansteigt. Dies kann direkt auf das Lastverhältnis $R = 0,1$, also auf die Beanspruchung im Zug-Schwell-Bereich, zurückgeführt werden. Die Schwankungen des mittleren Verfahrs der Probe mit $\sigma_a = 150$ MPa ab etwa $5 \cdot 10^5$ Lastspielen um ca. 5 μm sind vermutlich auf äußere thermische Effekte zurückzuführen.

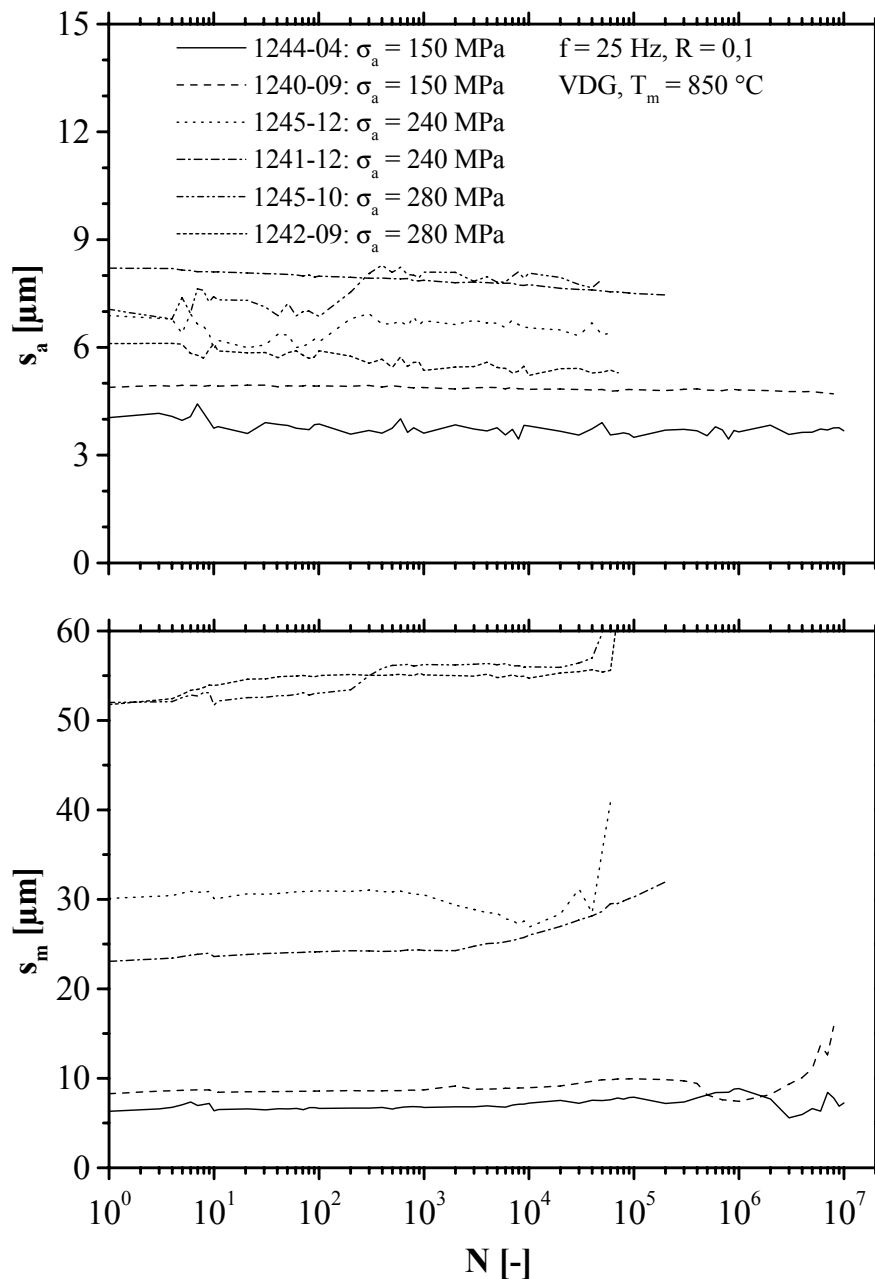
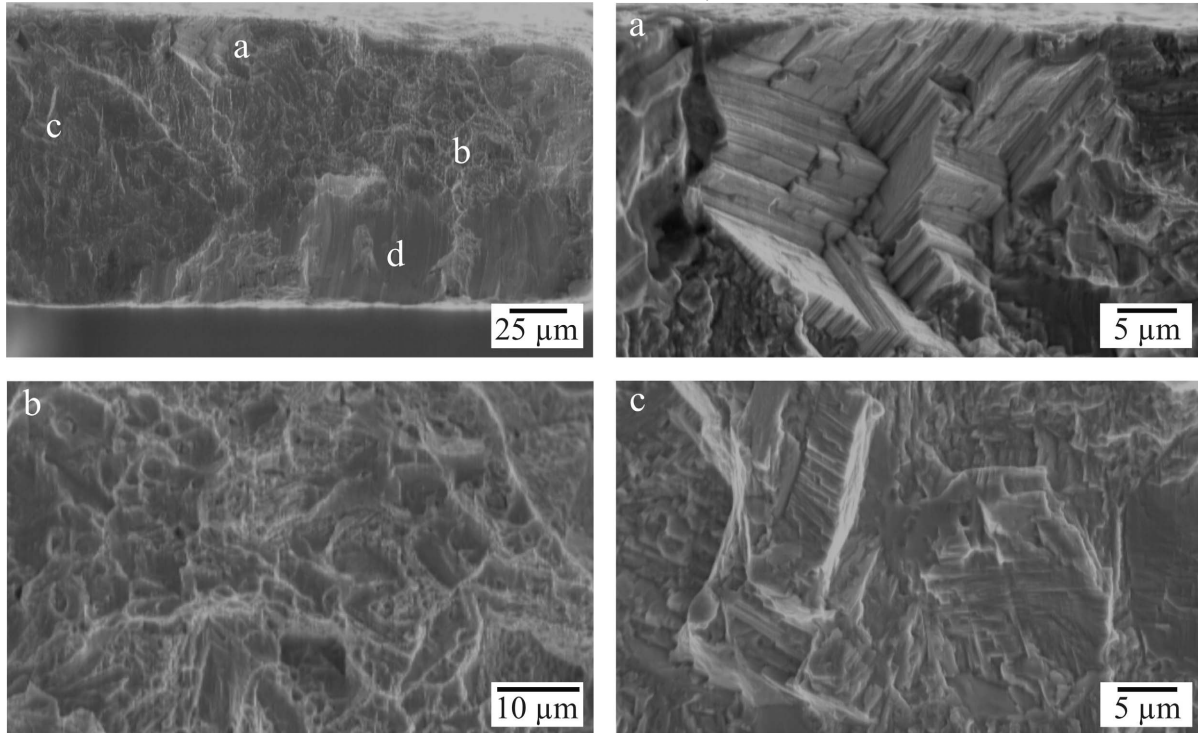
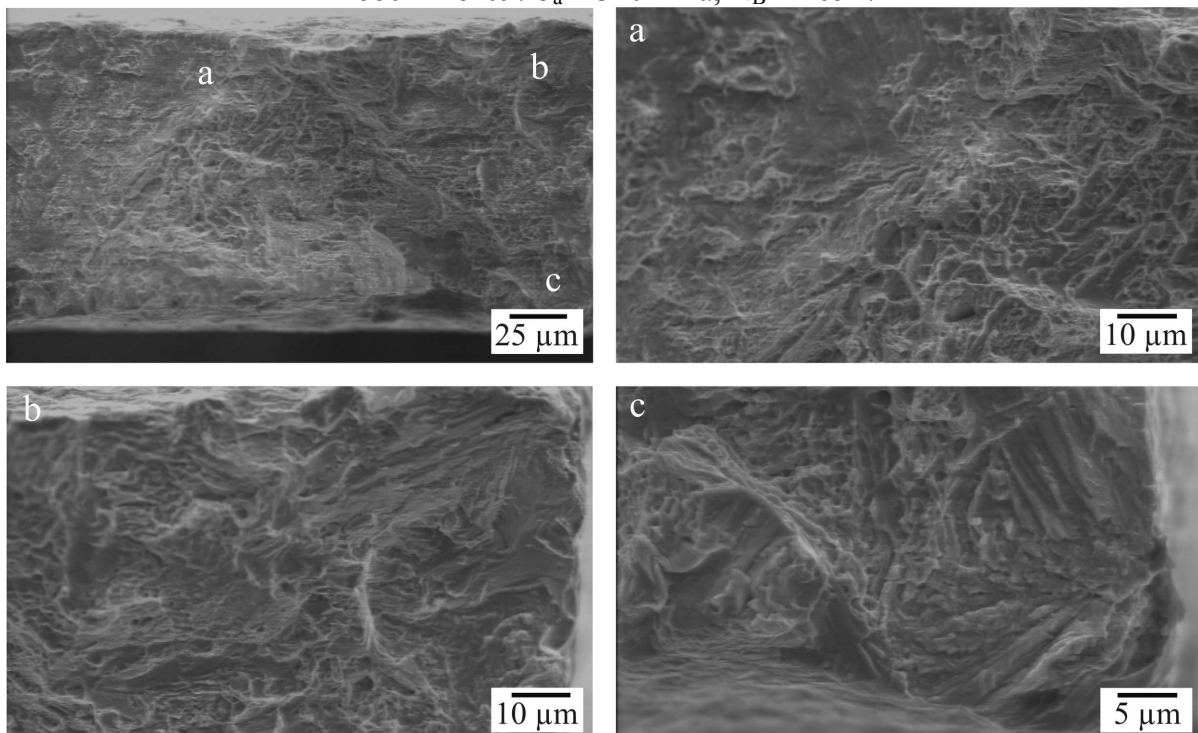


Abbildung 5.12: Wechselverformungskurven von jeweils zwei Mikrozugproben aus CuAl10Ni5Fe4 (VDG, $T_m = 850 \text{ °C}$) bei Spannungsamplituden von 150, 240 und 280 MPa.

In Abbildung 5.13 sind REM-Aufnahmen der Bruchflächen von zwei Proben dargestellt, die bei Spannungsamplituden von 180 MPa (Probe 1240-11) bzw. 320 MPa (Probe 1245-09) beansprucht wurden. Diese Bruchflächen sind charakteristisch für alle Bruchflächen dieser Versuchsreihe. Zu erkennen ist, dass sich der Ermüdungsriß, der sich etwa über 33 % der Gesamtbruchfläche erstreckt, senkrecht zur Beanspruchungsrichtung transkristallin ausbreitet. Ausschnitt a der Probe mit $\sigma_a = 180 \text{ MPa}$ zeigt ein Anrissgebiet, in dem vermutlich in einem Korn Vielfachgleitung auf benachbarten Gleitebenen zu der Struktur geführt hat. Diese

Probe 1240-11: $\sigma_a = 180 \text{ MPa}$, $N_B = 227926$ Probe 1245-09: $\sigma_a = 320 \text{ MPa}$, $N_B = 16547$ **Abbildung 5.13:** Bruchflächen von zwei CuAl10Ni5Fe4-Mikrozugproben (VDG, $T_m = 850 \text{ °C}$).

Erscheinung tritt bei den zyklisch beanspruchten Proben auf. Einen Teil der Gewaltbruchfläche mit den typischen duktilen Bruchwaben zeigt Ausschnitt b. In Ausschnitt c ist eine typische Ermüdungsbruchfläche zu erkennen. Der Bereich d ist maschinenbedingt durch ein Zusammenfahren der beiden Bruchstücke der Probe nach Bruch entstanden. An den Bildern der

Bruchfläche der Probe mit $\sigma_a = 320$ MPa sind ebenfalls Gewaltbruchbereiche (a) und Ermüdungsrissausbreitung entlang kristallographisch definierter Ebenen (Ausschnitte b und c) erkennbar. Erwartungsgemäß ist der Anteil der Gewaltbruchfläche erheblich größer als bei der Probe mit $\sigma_a = 180$ MPa. Lediglich ca. 8 % der Gesamtbruchfläche weist Ermüdungsbruchstrukturen auf.

5.3 Quasistatische Kerbzugbeanspruchung

Die Kerbgeometrie war bereits in den Formeinsätzen enthalten, sodass die Kerben auch eine Gusshaut aufweisen. Die Formeinsätze wurden mit Kerbradien von 12 bzw. 50 μm gefertigt. Gemäß der Probengeometrie ergab dies Kerbformzahlen $\alpha_{K,\text{theoretisch}}$ von 3,5 bzw. 2,0. Die realen Proben wiesen meist Kerbradien in einem Bereich von 5 bis 65 μm auf.

In Abbildung 5.14 sind die Zugverfestigungskurven von 15 gekerbten Proben der Chargen 1305 und 1306 dargestellt. Es ist zu erkennen, dass die Proben der Charge 1305 etwas höhere Festigkeiten aufweisen als die Proben der Charge 1306. Dies korrespondiert mit den Ergebnissen der Zugversuche an den glatten Proben derselben Chargen.

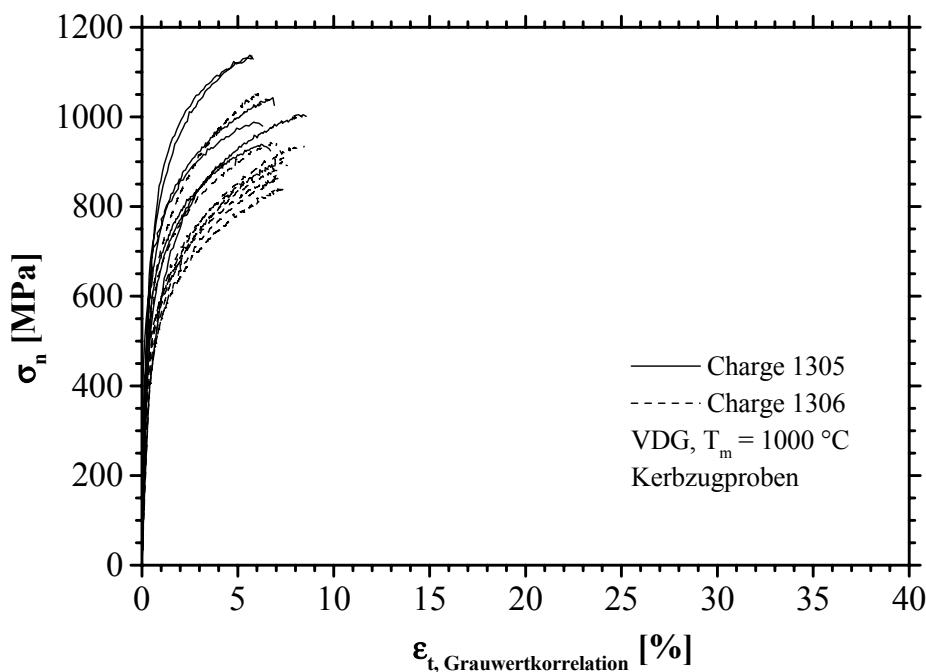


Abbildung 5.14: Nennspannung als Funktion der Totaldehnung für gekerbte Proben der Chargen 1305 und 1306 (VDG, $T_m = 1000$ °C) [Rög08a].

Zudem zeigen die Ergebnisse der Kerbzugversuche für die Charge 1305 eine größere Streuung der Werte innerhalb der Charge als dies bei Charge 1306 der Fall ist. Dies korrespondiert zum einen mit den größeren Streuungen bei den Versuchen an ungekerbten Proben, zum anderen ist die Ursache in der Formtreue der Kerben zu suchen. Dies zeigte sich vor allem in den Kerbradien r_K , die bei Charge 1305 zwischen 5 und 43 μm schwanken. Charge 1306 hingegen zeigt nicht nur bzgl. der Festigkeiten ein gleichmäßigeres Verhalten sondern auch in Bezug auf die Kerbgeometrie. Hier liegen die Kerbradien in einem Bereich von 20 bis 28 μm . Dementsprechend unterliegen die Proben der Charge 1305 größeren Streuungen durch die Effekte der Kerbe, wie z. B. die Spannungsüberhöhung und die Mehrachsige Versprödung. Die ermittelten Werte der 0,2 %-Kerbdehngrenze $R_{kp0,2}$ betragen 596 ± 107 MPa für Charge 1305 und 479 ± 40 MPa für Charge 1306. Für die Kerbzugfestigkeit R_{km} ergeben sich 989 ± 132 MPa (1305) und 873 ± 107 MPa (1306). Die Werte für die Kerbzugfestigkeit streuen stärker als die der Kerbdehngrenze. Auf Grund der durchschnittlich höheren Kerbschärfe der Charge 1305 fällt die Bruchdehnung mit $A = 5,4 \pm 1,8$ % erwartungsgemäß geringer aus, als für Charge 1306 mit $A = 6,2 \pm 1,9$ %. Die Kennwerte der Kerbproben dieser Chargen sind in Tabelle 5.3 zusammengefasst. Wie erwartet liegt die Kerbzugfestigkeit auf Grund des mehrachsigen Spannungszustandes im Kerbgrund und der damit verbundenen Dehnungsbehinderung höher als bei den ungekerbten Proben. Die 0,2 %-Kerbdehngrenzen sind um ca. 30 % höher, die Kerbzugfestigkeiten um ca. 25 %. Auch die kleineren Bruchdehnungen der Kerbproben lassen sich durch die Mehrachsige Versprödung erklären. Die Bruchdehnung ist bei den gekerbten Proben zwischen 40 und 60 % kleiner als bei den ungekerbten.

Tabelle 5.3: Mechanische Kennwerte von Mikrokerbzugproben der Chargen 1305 und 1306 (VDG, $T_m = 1000$ °C) [Rög08a].

Charge		E [GPa]	$R_{kp0,2}$ [MPa]	R_{km} [MPa]	A [%]
1305	Minimum	115	470	709	2,1
	Maximum	455	772	1137	7,9
	Mittelwert	226	596	989	5,4
	Stabw.	103	107	132	1,8
1306	Minimum	85	440	635	1,3
	Maximum	527	582	1053	7,9
	Mittelwert	264	479	873	6,2
	Stabw.	148	40	107	1,9

Die Entwicklung der Dehnungen in Probenlängs- und -querrichtung ist für je einen Schnitt in y- und x-Richtung einer Mikrokerbzugprobe mit einem Kerbradius r_K von 30 μm in Abbildung 5.15 dargestellt. Dabei stellen die Linien a bis c den global betrachtet elastischen

Lastbereich bei Nennspannungen von $\sigma_n = 117, 253$ und 389 MPa dar. Die Linien d bis h stehen für Beanspruchungen im elastisch-plastischen Bereich ($\sigma_n = 554 = R_{kp0,2}, 653, 749, 847$ und 949 MPa).

Für den Schnitt in Probenlängsachse (y-Richtung) ergeben sich für die Längsdehnung ϵ_y ähnliche Verhältnisse wie in Kapitel 5.1 für eine ungekerbte Probe. Im elastischen Bereich sind entlang der Messstrecke leichte Dehnungsschwankungen um einen homogenen Mittelwert zu erkennen. Erst bei Schnittlinie e ist bei $y = 405 \mu\text{m}$ eine Dehnungskonzentration zu verzeichnen. An dieser Stelle befindet sich der Kerbhorizont der Probe. Mit ansteigender Nennspannung nimmt die Längsdehnung zu. Die Querdehnung ϵ_x liegt zunächst im elastischen Bereich bei Schnittlinie a bei positiven und negativen Werten und nimmt mit steigender Last ab. Auch die Querdehnung entwickelt sich mit leichten Schwankungen um einen über die Probenlängsachse konstanten Mittelwert. Bei Schnittlinie d zeigt sich eine deutliche Überhöhung der Querdehnung bei $y = 400 \mu\text{m}$, was eine Folge der Spannungsüberhöhung im Kerbquerschnitt ist. Bei steigender Belastung nimmt die Querdehnung weiter ab.

Im Schnitt quer zur Probenlängsachse (x-Richtung) durch den Kerbrund ist bei der Längsdehnung ϵ_y bereits ab Schnittlinie a deutlich die Dehnungsüberhöhung in Richtung der beiden Kerbgründe bei $x = 0$ und $200 \mu\text{m}$ zu erkennen (der Kerbgrund liegt jeweils außerhalb des Diagramms, da mit Aramis systembedingt keine Dehnungsberechnung direkt bis zum Rand der Probe möglich ist). Mit ansteigender Belastung nimmt die Längsdehnung im Kerbquerschnitt zu. Die Dehnungsüberhöhung und damit auch die Spannungsüberhöhung sind von den Rändern der Probe jeweils ca. $50 \mu\text{m}$ in die Probe hinein wirksam. Im Bereich der Probenmitte ist die Längsdehnung über ca. $100 \mu\text{m}$ nahezu konstant. Das Verhältnis der Längsdehnung im Kerbgrund zur Längsdehnung in der Probenmitte liegt zwischen 3 und 5. Im elastisch-plastischen Bereich nimmt das Dehnungsniveau zu. Auf Grund der nahezu gleichen Radien der beiden Kerben sind die Längsdehnungen ebenfalls nahezu identisch. Erst ab einer hohen Nennspannung bei Linie h ist eine höhere Dehnung bei $x = 0 \mu\text{m}$ zu erkennen. An dieser Stelle setzt später das Versagen der Probe ein.

Analog zur Entwicklung von ϵ_x im Längsschnitt zeigt sie im Querschnitt zu Beginn positive und negative Werte. Die Schwankungen liegen wieder um einen zunächst konstanten Mittelwert. Mit ansteigender Last (Linien d bis h) führt die Überhöhung der Längsdehnung im Kerbgrund zu einer Überhöhung der Querdehnung ϵ_x .

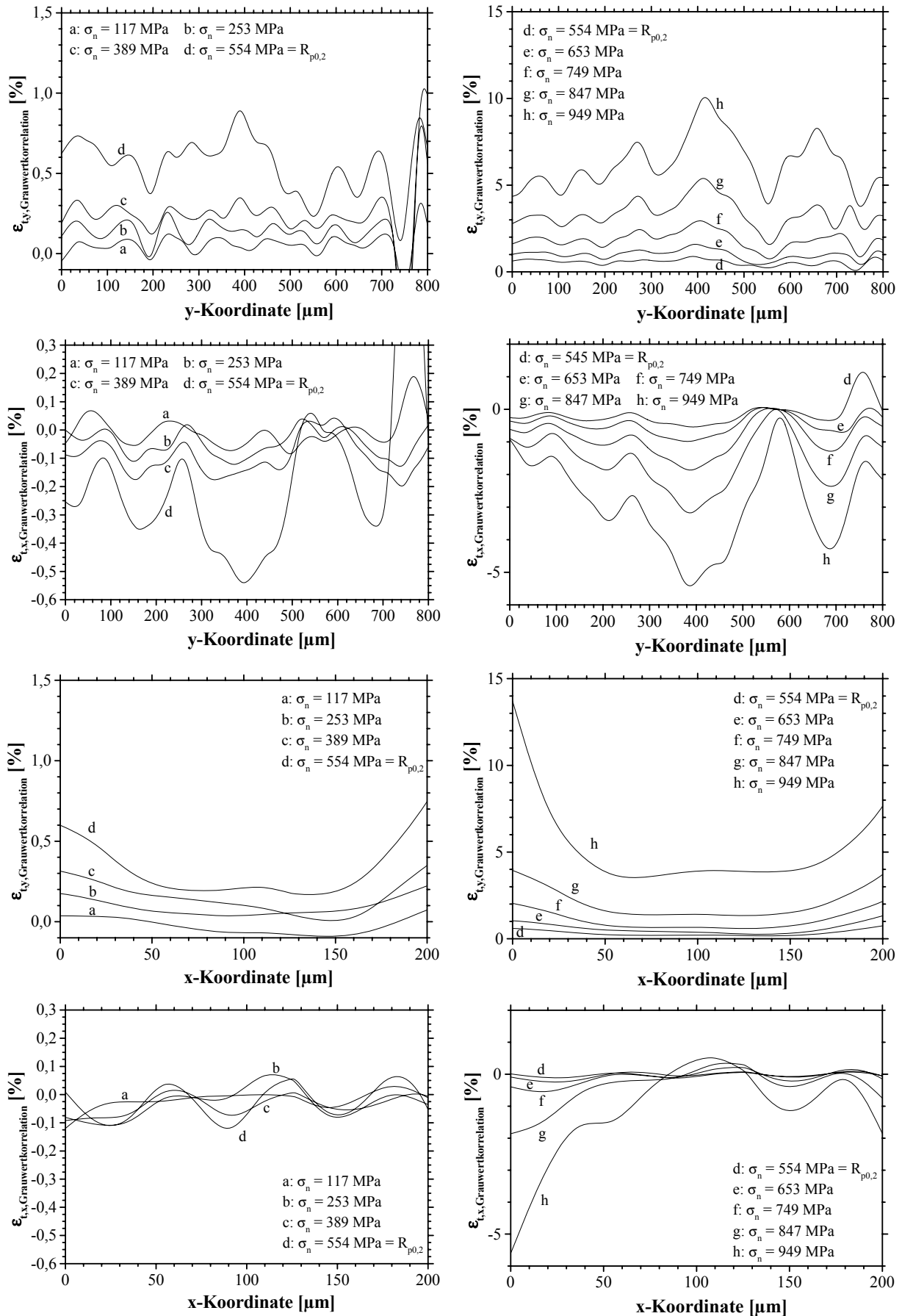


Abbildung 5.15: Dehnungsentwicklung der Probe 1305-11 (VDG, $T_m = 1000$ °C).

In Abbildung 5.16 sind die Bruchflächen von jeweils einer Kerbzugprobe der Chargen 1305 mit $r_K = 33 \mu\text{m}$ ($R_{kp0,2} = 471 \text{ MPa}$, $R_{km} = 896 \text{ MPa}$) und 1306 mit $r_K = 29 \mu\text{m}$ ($R_{kp0,2} = 450 \text{ MPa}$, $R_{km} = 812 \text{ MPa}$) dargestellt. Die Bruchflächen sind relativ wenig plastisch verformt. In den Ausschnitten sind die Bruchwaben des Gewaltbruches gut zu erkennen. Die glatten Anteile der Bruchfläche sind spröd brechende κ -Ausscheidungen.

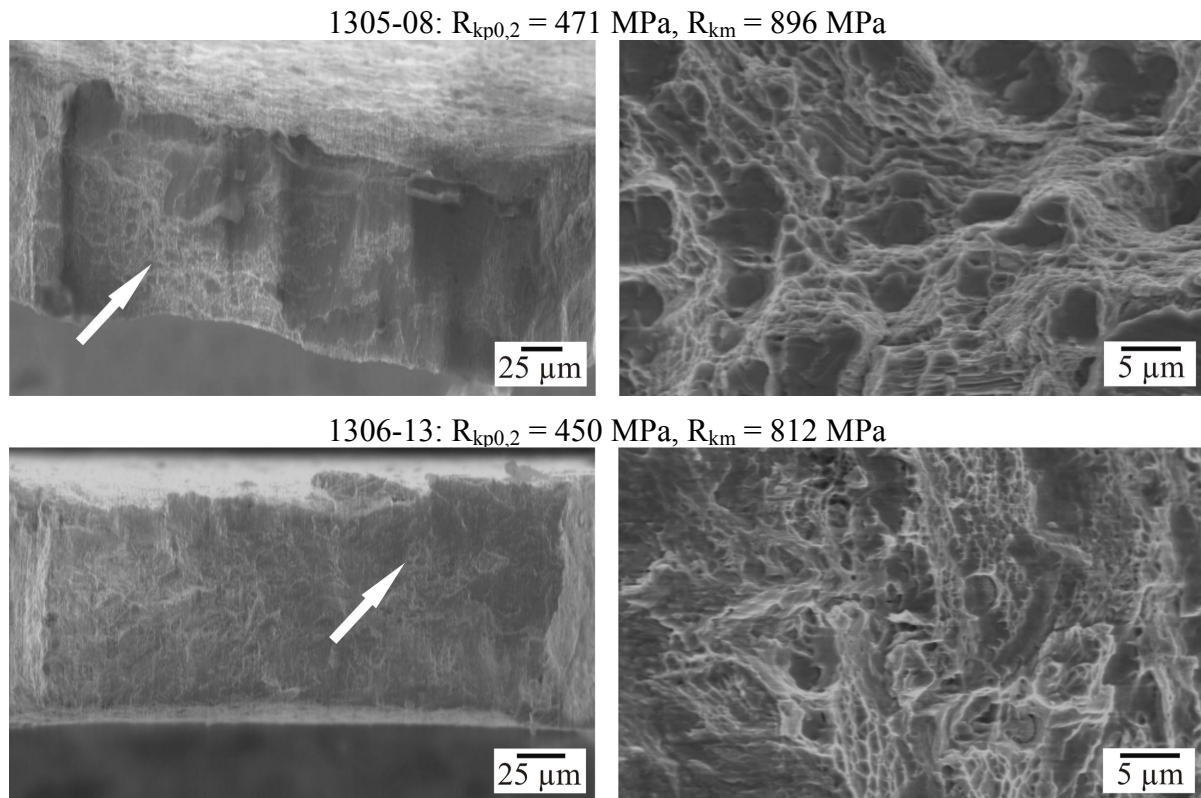


Abbildung 5.16: REM-Bilder der Bruchflächen von Mikrozugproben von 1305 und 1306 (VDG, $T_m = 1000 \text{ °C}$).

In Abbildung 5.17 sind die 0,2 %-Kerbdehngrenze und die Kerbzugfestigkeit für die Chargen 1305 und 1306 über dem Kerbradius der Mikroproben dargestellt. Die Kerbdehngrenze und die Kerbzugfestigkeit nehmen mit steigendem Kerbradius und damit abnehmender Spannungsüberhöhung im Kerbgrund und abnehmendem Einfluss der Mehrachsigsversprödung ab. Die Kennwerte nähern sich für größere Kerbradien denen der ungekerbten Proben an. Die Dehngrenze zeigt hier eine deutlichere Korrelation mit dem Kerbradius, da sie auf Grund der geringen plastischen Verformung empfindlicher auf die Kerbwirkung reagiert.

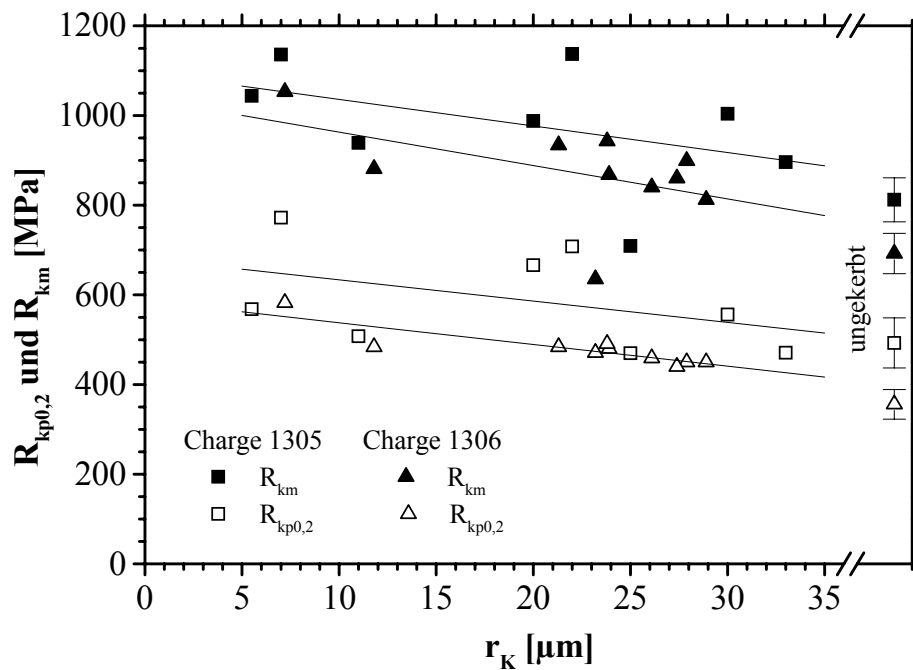


Abbildung 5.17: $R_{kp0,2}$ und R_{km} der Chargen 1305 und 1306 (VDG, $T_m = 1000\text{ °C}$) als Funktion des Kerbradius r_k der Mikrokerbzugproben.

Abschätzung der Kerbformzahl

Für die Dimensionierung von Mikrobauteilen ist es wichtig zu wissen, ob die für makroskopische Bauteile verifizierten Kerbformzahldiagramme auch hier Gültigkeit besitzen. Daher wurden die Spannungs- bzw. die im elastischen Bereich äquivalente Dehnungsüberhöhung in der Kerbe gemessen. Auf Grund des Aufbaus der Versuchseinrichtung und der Abmessung der Kerbe war es nicht möglich, die Dehnung direkt im Kerbgrund zu messen. Ferner ist, bedingt durch die erforderliche Vergrößerung bei der verwendeten Kamera, die Tiefenschärfe zu gering, als dass gleichzeitig der Kerbgrund und die restliche Seite der Probe scharf abgebildet werden konnte. Daher wurde die Dehnung im Wirkungsbereich der Kerbe (siehe Bereich B in Abbildung 5.18) mittels Grauwertkorrelation analysiert. Allerdings liefert diese Methode einen systematisch zu geringen Wert für die Dehnung, da immer ein integraler Wert bestimmt wird und der Bereich für die Auswertung nicht beliebig klein gewählt werden kann. Der kleinste auswertbare Bereich ist bestimmt durch die Feinheit des Grauwertmusters, welches die Probenoberfläche aufweist. Um die Dehnung nahe der Kerbspitze zu bestimmen, wurde die Breite b des Bereiches B (in Richtung der Probenmitte) variiert. Die Längsdehnungen ϵ_y , die sich für unterschiedliche Breiten b des Auswertebereiches ergeben, sind für drei Nennspannungen im elastischen Bereich ($\sigma_n = 37, 124$ und 296 MPa) für die Probe 1306-08 mit einem Kerbradius von $r_k = 24\text{ }\mu\text{m}$ in Abbildung 5.19 dargestellt. Für eine konstante Spannung

steigt die ermittelte Dehnung als integraler Mittelwert mit abnehmender Breite b des Auswertebereiches an.

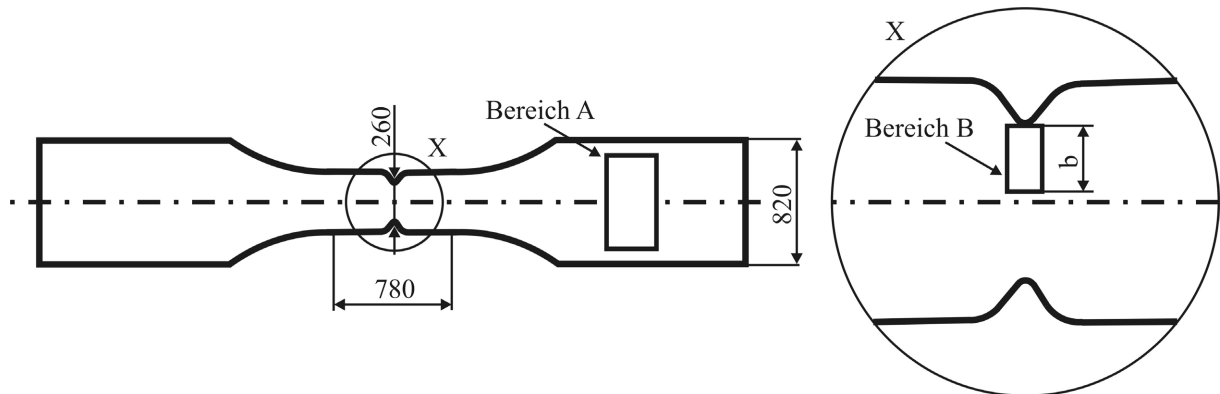


Abbildung 5.18: Bereiche der Probe, die für die Dehnungsbestimmung der Mikrokerbzugproben verwendet wurden [Rög08a].

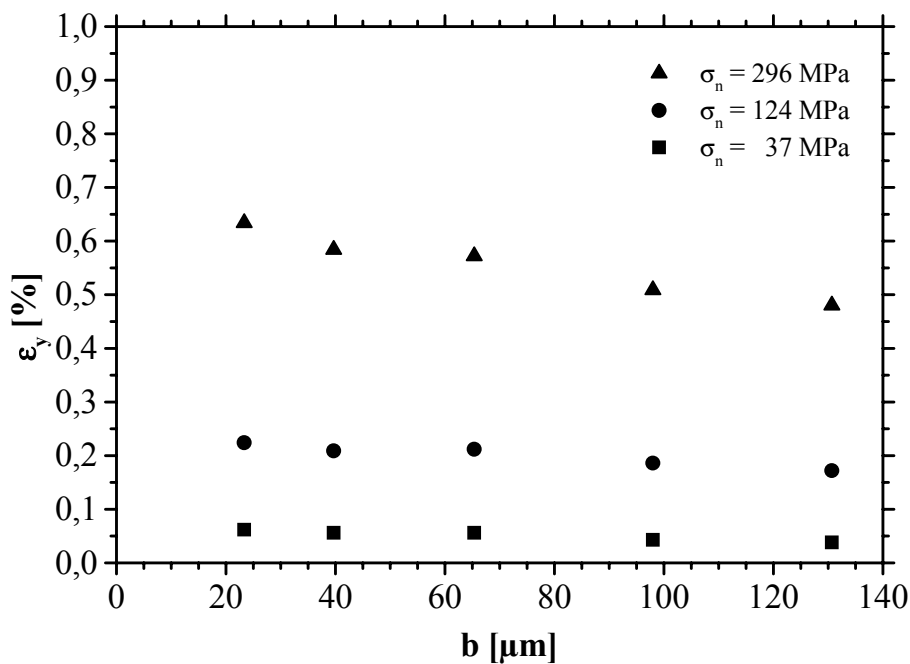


Abbildung 5.19: Dehnung in Probenlängsachse als integraler Wert als Funktion der Breite b des Auswertefeldes für unterschiedliche Nennspannungen innerhalb des elastischen Bereiches.

Die Dehnungen aus Abbildung 5.19 werden auf die Dehnung außerhalb des Wirkungsbereiches der Kerbe bezogen (bestimmt im Gebiet A in Abbildung 5.18), wobei die Änderung der Nennspannung auf Grund der unterschiedlichen Querschnittsflächen zu berücksichtigen ist. Daraus ergibt sich für jeden Datenpunkt die Kerbformzahl α_K , die in Abbildung 5.20 für zwei Proben der Charge 1306 als Funktion der Breite b des Auswertefeldes B dargestellt ist.

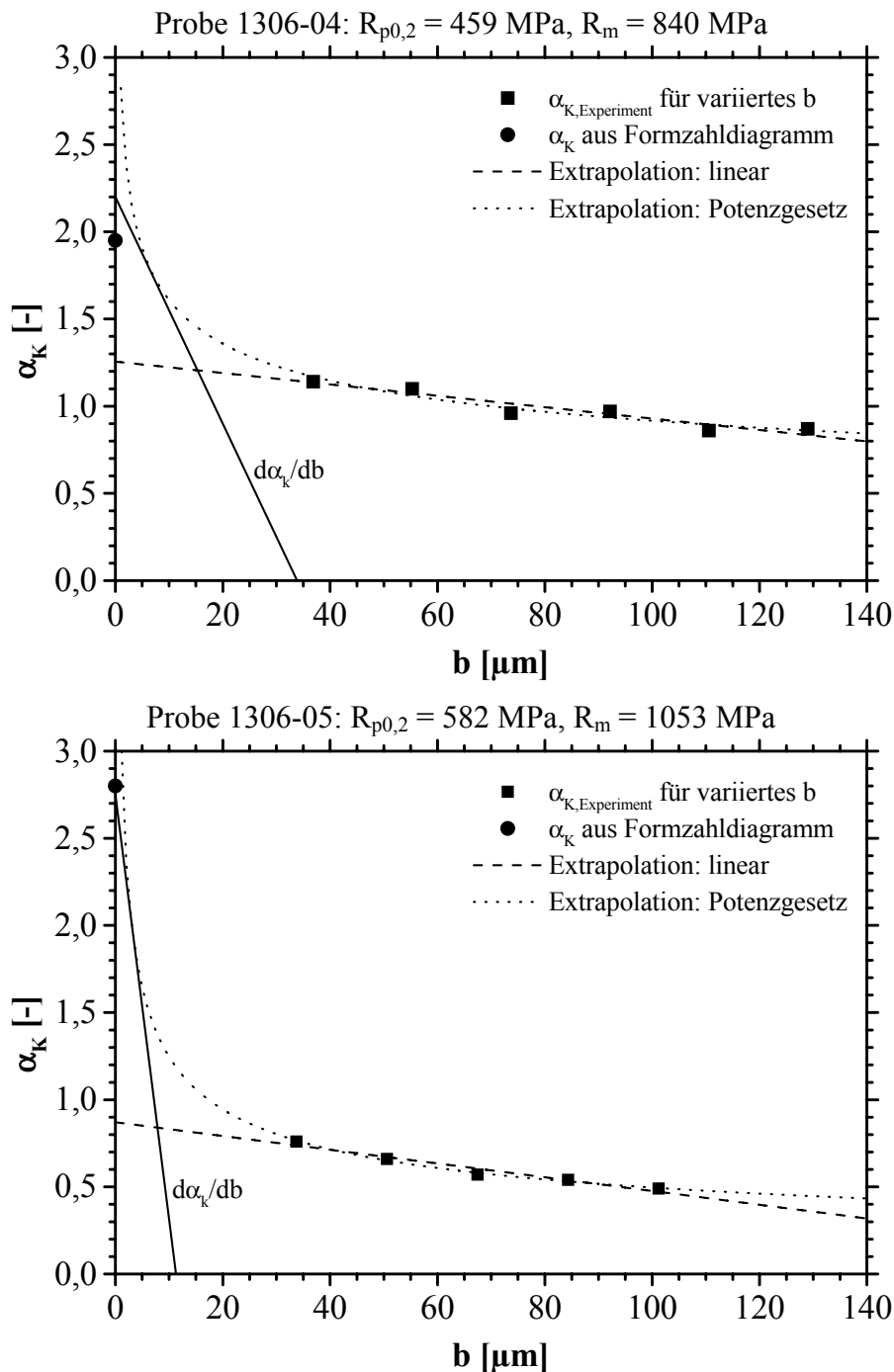


Abbildung 5.20: Kerbfaktoren als Funktion der Breite des Auswertefeldes (bei unterschiedlichen elastischen Spannungen gemittelt) für Proben aus VDG mit $T_m = 1000 \text{ °C}$ nach [Rög08a].

Die Extrapolation erfolgt mit einem Potenzgesetz der Form $y = c \cdot x^m$ (die physikalisch sinnvolle Näherung mittels Potenzfunktion liefert auch einen höheren Korrelationskoeffizienten als eine lineare Näherung; z. B. für Probe 1306-05: $R_{\text{Potenz}}^2 = 0,99$ und $R_{\text{linear}}^2 = 0,95$). Für $b \rightarrow 0$ liefert die Extrapolationsfunktion rein mathematisch eine unendlich hohe Kerbfachzahl, was spannungsmechanisch nicht zutreffend ist. Nach [Rad02] kann der Spannungsgradient $d\sigma_k/dx$ im Kerbrund nach folgender Gleichung beschrieben werden:

$$\frac{d\sigma_k}{dx} = \chi \cdot \sigma_{\max} \quad (5.1)$$

wobei x als Laufkoordinate den Abstand zum Kerbgrund darstellt und χ als bezogener Spannungsgradient über den Kerbradius r_K mit $\chi = -2/r_K$ abgeschätzt werden kann. Nach einer Umformung und der Voraussetzung $x = b$ folgt:

$$\frac{d\alpha_k}{db} = -\frac{2\alpha_k}{r_K} \quad (5.2)$$

Für α_k wird der Literaturwert aus dem Formzahldiagramm entsprechend der Probengeometrie verwendet und eine Gerade mit der Steigung $d\alpha_k/db$ als Tangente an die Extrapolation angelegt. Für Probe 1306-04 liefert die Abschätzung einen 13 % höheren Wert für α_k als nach dem Formzahldiagramm. Für die schärfere Kerbe bei Probe 1306-05 beträgt die Abweichung der Abschätzung vom Literaturwert nur 7 %. Da die Abschätzung auf einem über eine bestimmte Länge konstanten Spannungsgradienten beruht, ist sie umso genauer, je schärfer die Kerbe ist. Die abgeschätzten Kerbformzahlen stimmen gut mit den erwarteten Werten für α_k überein. Die Auswirkung einer Kerbe ist somit bei Mikroproben nicht grundsätzlich verschieden von der Kerbwirkung für makroskopische Proben. Ansonsten müssten die Abschätzungen deutliche Abweichungen zeigen.

5.4 Zyklische Kerbzugbeanspruchung

Die Ergebnisse der kraftkontrollierten Ermüdungsversuche bei einem Lastverhältnis von $R = 0,1$ an Proben der Chargen 1307, 1401 und 1707 – 1710 (VDG, $T_m = 1000 \text{ °C}$) sind in Abbildung 5.21 dargestellt. Die verwendeten Chargen weisen sehr stark unterschiedliche Mikrostrukturen auf (vgl. Abbildung 5.8, wobei die Mikrostruktur der Charge 1307 denen von 1306 gleicht und sich die der Charge 1707 bis 1710 gleichen). Die Proben mit den jeweiligen Mikrostrukturen sind gleichmäßig über den gesamten Bereich der Spannungsamplitude σ_a von 140 bis 360 MPa verteilt. Die Proben dieser Chargen weisen durchschnittlich einen Kerbradius von ca. 50 μm auf. Dieser deutlich höhere Wert als bei den quasistatisch untersuchten Kerbzugproben ist vermutlich auf einen Verschleiß des Formeinsatzes zurückzuführen. Zudem unterscheiden sich die quasistatischen Eigenschaften der Chargen stark. Trotz dieser deutlichen Unterschiede zwischen den Chargen weisen die Lebensdauern bei gleicher Spannungsamplitude nur eine sehr geringe Streuung auf. Die beiden Ausreißer sind jeweils durch Lunker im Kerbquerschnitt verursacht. Die sich ergebende Lücke der Lebensdauern im

Bereich der Spannungsamplituden, bei denen sowohl Brüche als auch Durchläufer auftreten, ist größer als bei der Wöhlerkurve an ungekerbten Proben.

Die Spannbreite des Niveaus der Spannungsamplituden, bei denen es zu Brüchen und Durchläufern kommt, ist für die gekerbten Proben deutlich geringer als für die ungekerbten Proben. Dies ist auf das Vorhandensein der Kerbe als konstruktivem Defekt zurückzuführen, durch den die Streuung auf Grund der herstellungsbedingten Effekte, wie z. B. Poren, überlagert wird. Als Kerbdauerfestigkeit $R_{K,D}$ ergibt sich für $R = 0,1$ ein Wert von 145 MPa. Dieser liegt nur um 10 MPa niedriger als die Dauerfestigkeit der ungekerbten Proben.

Im Zeitfestigkeitsbereich zeigen die Ergebnisse für die Kerbzugproben ein ähnliches Verhalten wie glatte Proben. Die Bruchlastspielzahlen glatter und gekerbter Proben liegen in einem ähnlichen Bereich. Dieses Ergebnis lässt sich durch den Einsatz der Proben im gegossenen Zustand erklären. Wie bei den glatten Proben führen die zahlreichen Defekte in der Gushaut der Kerbproben zu einer kurzen Rissinitiationsphase mit multipler Anrissbildung. Durch diese Effekte wird die Auswirkung der geometrischen Kerbe überlagert bzw. überdeckt, so dass diese zu keiner erkennbaren Veränderung der Lebensdauer führt.

Die Anrissbildung beginnt üblicherweise im Kerbgrund. Entsprechend ist die Gewaltbruchfläche meist in der Mitte der Bruchfläche zu finden. In Abbildung 5.22 sind Bruchflächen von Mikrokerbzugproben bei $R = 0,1$ dargestellt. Die Probe 1307-01 wurde mit einer Spannungsamplitude von 160 MPa beansprucht. Der Ermüdungsbruch setzt im Kerbgrund und an der

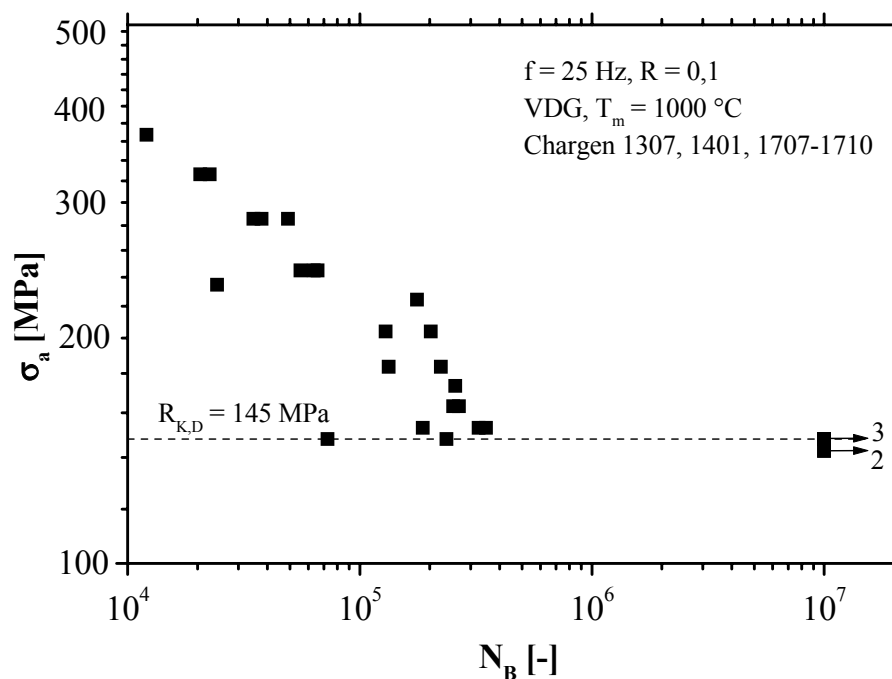


Abbildung 5.21: Wöhlerdiagramm mit $R = 0,1$ an Mikrokerbzugproben (VDG, $T_m = 1000 \text{ °C}$).

Oberfläche ein (siehe Ausschnitt a). Im Bereich b liegt der Übergang zwischen Ermüdungs- und Gewaltbruch, der sich bis in den Bereich c fortsetzt. Die Probe 1307-07 wurde mit $\sigma_a = 200$ MPa belastet. Der Ermüdungsbruch wurde an einer Unebenheit im Kerbgrund initiiert. Zu Beginn der Rissausbreitung ist die Bruchstruktur über einen Bereich 10 bis 15 μm ins Probeninnere gröber, bevor sie bei der weiteren Rissausbreitung feiner erscheint. Hier ist die Rissausbreitung von häufigem Richtungswechsel und somit von einer feineren Struktur der Bruchfläche gekennzeichnet.

Die Wöhlerkurve der kraftkontrollierten Ermüdungsversuche für Mikrokerbproben der Chargen 1701 – 1706 (VDG, $T_m = 1000$ °C) bei einem Lastverhältnis von $R = 0,5$ ist in Abbildung 5.23 dargestellt. Die Chargen 1701 bis 1703 haben eine sehr feine, die Chargen 1704 bis 1706

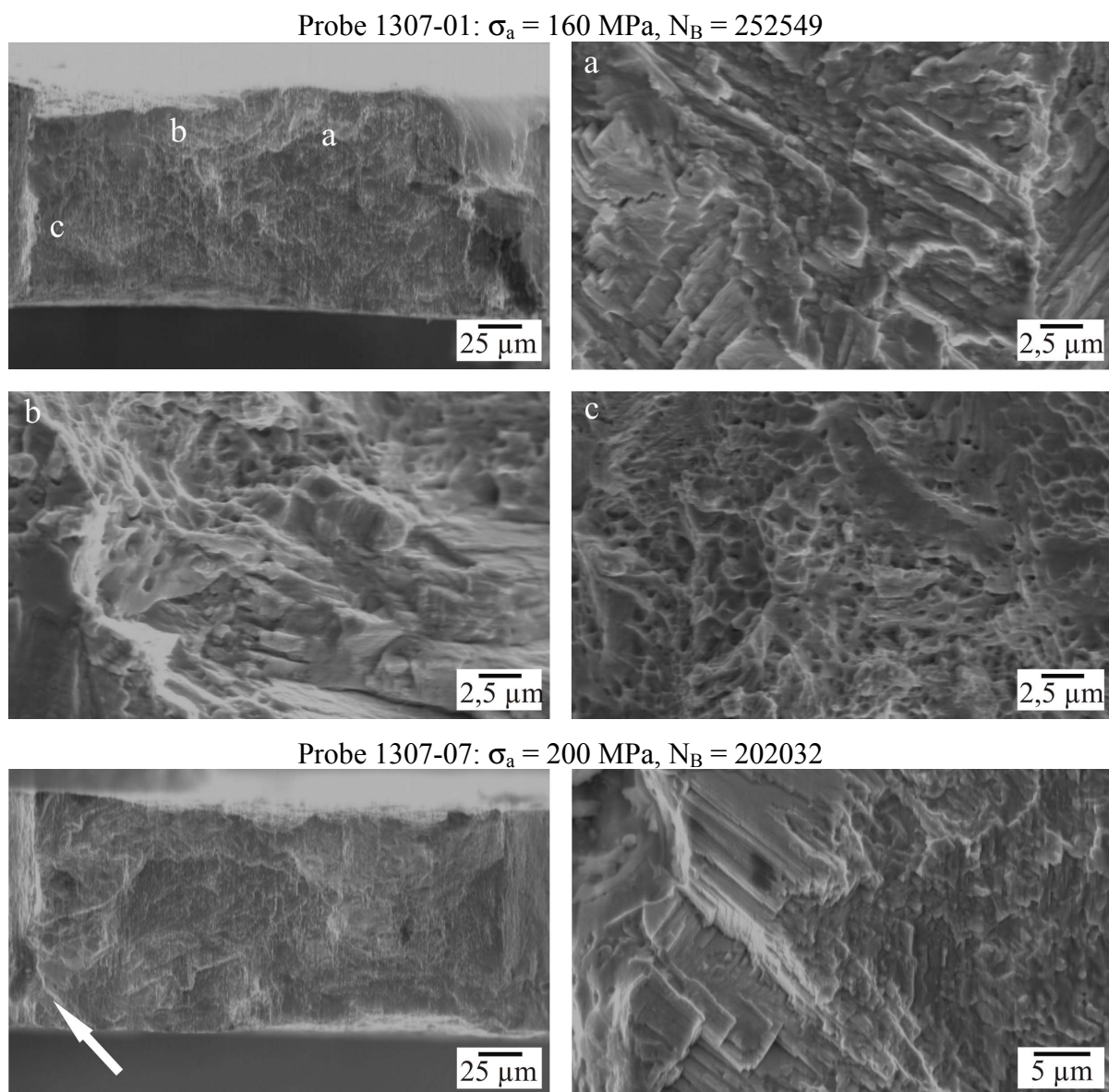


Abbildung 5.22: Bruchflächen von Mikrokerbzugproben, $R = 0,1$ (VDG, $T_m = 1000$ °C).

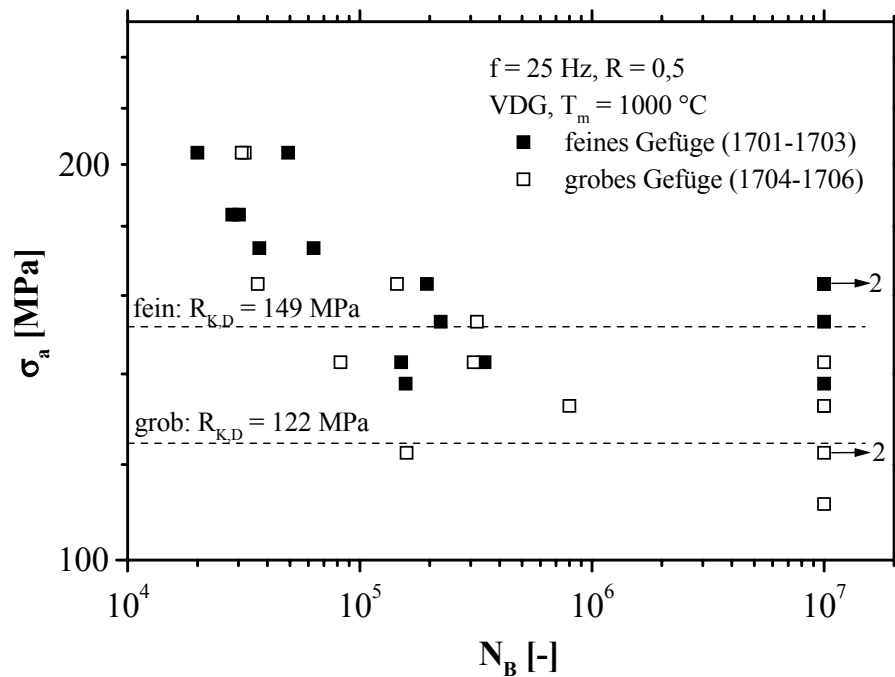
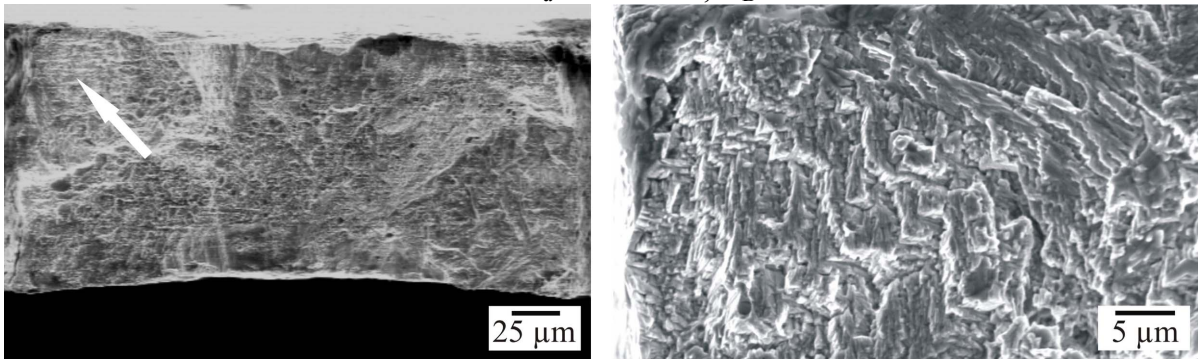


Abbildung 5.23: Wöhlerdiagramm mit $R = 0,5$ an Mikrokerbzugproben (VDG, $T_m = 1000 \text{ °C}$).

eine deutlich gröbere Mikrostruktur (siehe Abbildung 5.8). Die Proben mit den jeweiligen Mikrostrukturen sind gleichmäßig über den gesamten Bereich der Spannungsamplitude σ_a von 110 bis 200 MPa verteilt. Die Kerbradien dieser Chargen betragen ca. $65 \mu\text{m}$.

Probe 1701-12: $\sigma_a = 140 \text{ MPa}$, $N_B = 150714$



Probe 1705-02: $\sigma_a = 140 \text{ MPa}$, $N_B = 82523$

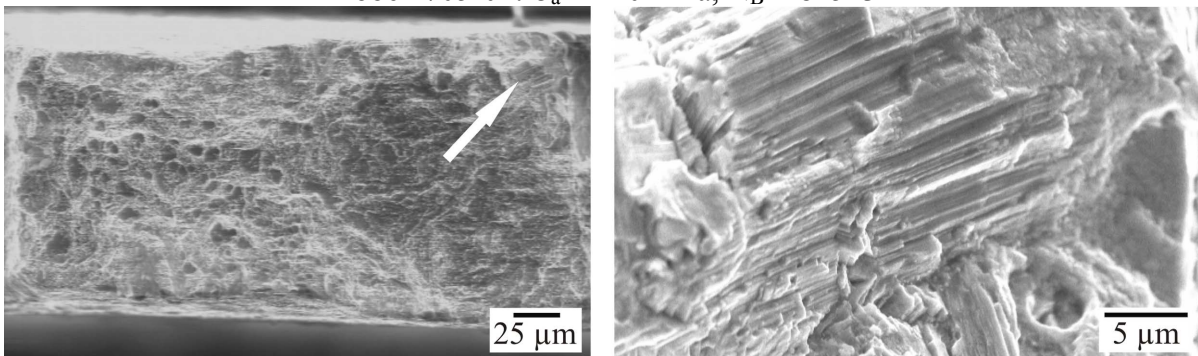


Abbildung 5.24: Bruchflächen von Mikrokerbzugproben, $R = 0,5$ (VDG, $T_m = 1000 \text{ °C}$).

Im Zeitfestigkeitsbereich sind die Lebensdauern für beide Gefüge-Kategorien nahezu identisch. Die Lücke der Lebensdauern im Bereich der Spannungsamplituden, bei denen sowohl Brüche als auch Durchläufer auftreten, ist ähnlich groß wie bei der Kerbwöhlerkurve mit $R = 0,1$. Ein deutlicher Unterschied ergibt sich bzgl. der Kerbdauerfestigkeit. Hierbei führt das feinere Gefüge zu $R_{K,D} = 149$ MPa, während sich für die Chargen mit dem gröberen Gefüge $R_{K,D} = 122$ MPa ergibt.

In Abbildung 5.24 sind die Bruchflächen von zwei Mikrokerbzugproben dargestellt, die bei $R = 0,5$ mit einer Nennspannungsamplitude von 140 MPa belastet wurden. Der Ermüdungsbruch setzt jeweils im Kerbgrund ein. Die Struktur des Ermüdungsbruchs spiegelt die Eigenschaften der Mikrostruktur wieder. Die Bruchfläche der Probe 1701-12 ist wesentlich feiner strukturiert als die der Probe 1705-02.

5.5 Quasistatische Torsionsbeanspruchung

Zur Untersuchung des Einflusses einer mehrachsigen Beanspruchung wurden neben Mikrokerbzugversuchen auch Mikrotorsionsversuche durchgeführt. Die Gefüge der drei untersuchten Chargen 1814, 1815 und 1818 sind in Abbildung 5.25 dargestellt. Sie weisen eine feinnadelige Struktur der α -Körner und fein verteilte κ -Partikel auf. Die Gefüge der drei Chargen sind ähnlich. Im Gefügebild der Charge 1818 ist ein Luncker im Bereich einer α -Nadel zu erkennen. Generell weisen die Proben dieser Charge eine hohe Anzahl Luncker auf.

Die ermittelten Nennschubspannungs-Totalscherungskurven von fünf Proben der Charge 1815 sind in Abbildung 5.26 dargestellt. Von den untersuchten Chargen weist diese die größte Streuung der mechanischen Eigenschaften auf. Die Streuungen sind ähnlich groß wie die der Kennwerte aus den Mikrozugversuchen. Die Schergrenze R_{teS} beträgt 298 ± 39 MPa und die 0,2 %-Schergrenze $R_{tp0,2}$ liegt bei 397 ± 52 MPa. Bis auf eine Probe versagen die Proben bei 922 bis 970 MPa. Die torsionsstabilste Probe erreicht 1184 MPa. Als Mittelwert ergibt sich für die Torsionsfestigkeit R_{tm} ein Wert von 997 ± 104 MPa. Die Bruchschерung γ_B der Charge 1815 beträgt $34,2 \pm 10,6$ %.

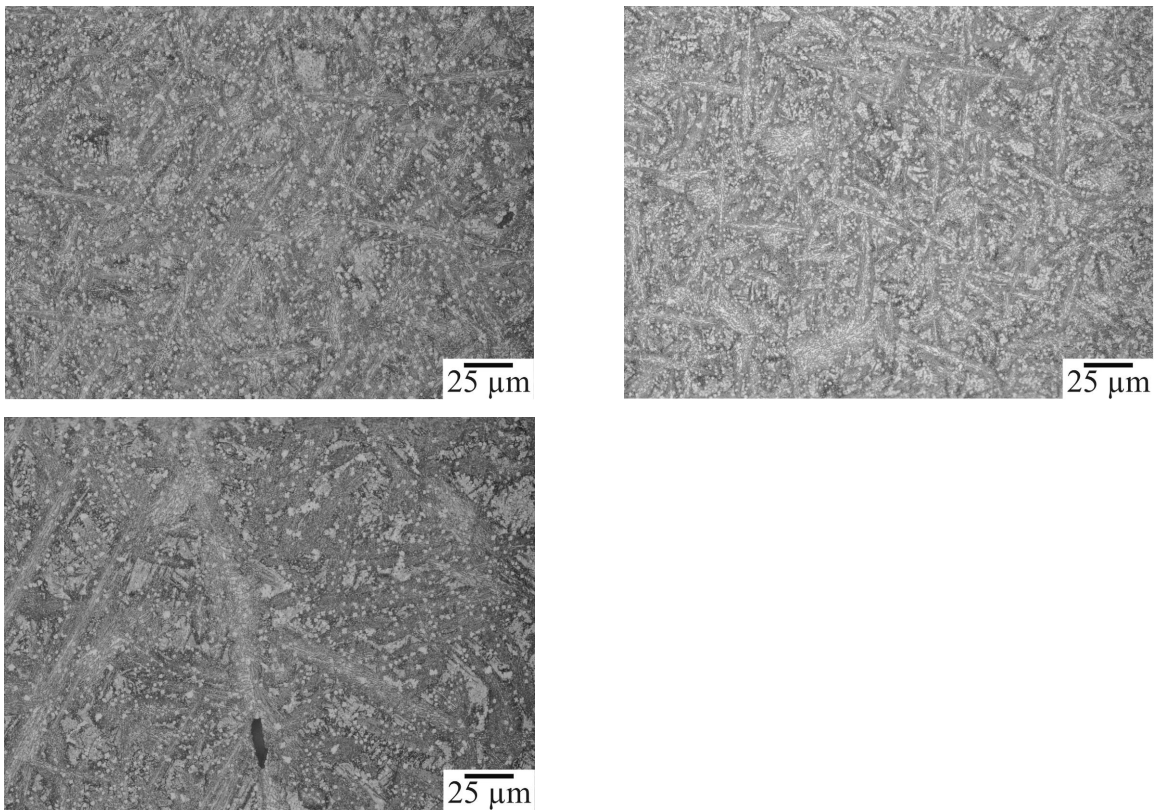


Abbildung 5.25: Gefüge der Chargen 1814 (oben links), 1815 (oben rechts) und 1818 (unten), die mittels VDG mit $T_m = 1000\text{ °C}$ hergestellt wurden.

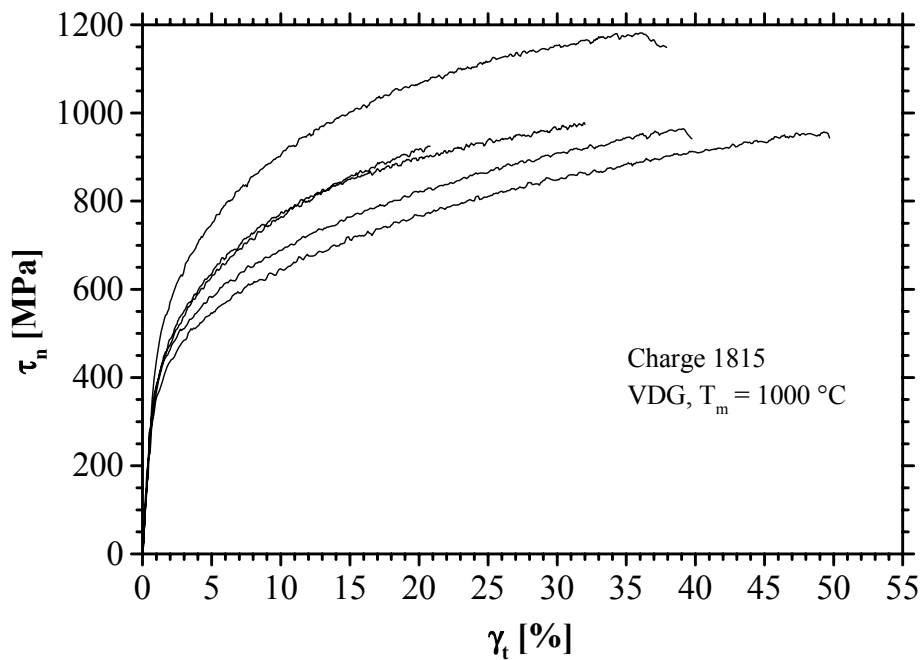


Abbildung 5.26: Nennschubspannung in Abhängigkeit der Totalscherung für Mikrotorsionsproben der Charge 1815 (VDG, $T_m = 1000\text{ °C}$).

Die ermittelten Kennwerte der untersuchten Torsionsproben sind in Tabelle 5.4 zusammengefasst. Die Schergrenzen liegen, wie auch die 0,2 %-Schergrenzen, jeweils in einem engen

Wertebereich. Die Streuung der Kennwerte je Charge beträgt 3 bis 13 %. Die Chargen 1814 und 1815 weisen mit 977 und 997 MPa ähnliche Torsionsfestigkeiten auf. Hier fällt die Charge 1818 mit $R_{tm} = 910 \pm 16$ MPa deutlich ab. Dies kann auf die bei dieser Charge auftretenden Lunker zurückgeführt werden (vgl. Abbildung 5.28 Probe 1818-05). Die Torsionsbeanspruchung führt zu einer inhomogenen Spannungsverteilung mit der höchsten Beanspruchung an der Oberfläche der Probe. Da die Lunker nur zum Teil an der Probenoberfläche und überwiegend im Inneren des Probenquerschnitts liegen, ist die Auswirkung der Lunker erst bei höheren Belastungen (also bei R_{tm}) zu erkennen. Die im Vergleich mit den beiden anderen Chargen deutlich geringere Streuung der Schubfestigkeit der Charge 1818 ist somit ebenfalls eine Folge der bei allen Proben dieser Charge auftretenden Lunker. Die mittleren Bruchscherungen aller Chargen liegen in einem engen Bereich zwischen 31,4 und 35,5 %. Auch hier zeigt sich bei Charge 1818 die Auswirkung der Lunker entsprechend in einer geringeren Bruchschere. Generell ist die Streuung der Bruchschere hoch.

Tabelle 5.4: Mechanische Kennwerte der Mikrotorsionsproben (VDG, $T_m = 1000$ °C).

Charge		R_{teS} [MPa]	$R_{tp0,2}$ [MPa]	R_{tm} [MPa]	γ_B [%]
1814	Minimum	249	334	898	17,1
	Maximum	305	411	1022	54,3
	Mittelwert	276	379	977	35,5
	Stabw.	22	35	49	15,7
1815	Minimum	263	350	922	19,0
	Maximum	359	485	1184	48,0
	Mittelwert	298	397	997	34,2
	Stabw.	39	52	104	10,6
1818	Minimum	251	349	894	24,0
	Maximum	310	374	930	38,6
	Mittelwert	280	362	910	31,4
	Stabw.	29	10	16	6,0

Wie in Kapitel 4.4 beschrieben, wurde zur Ermittlung der plastischen Scherung der Winkel vermessen, den der Grat auf der Probenoberfläche nach dem Versuch zur Probenlängsachse aufwies. Zur Verdeutlichung ist in Abbildung 5.27 die Probe 1814-02 in der Seitenansicht dargestellt. Der Grat, der sich nach der plastischen Verformung unter einem Winkel von $20,4^\circ$ spiralförmig um die Probe windet, ist deutlich zu erkennen. Diese Winkel liegen in einem Bereich zwischen 8° und 22° . Am Übergang von der Messstrecke zum Probenkopf nimmt dieser Winkel über einen kurzen Bereich ab, bis der Grat wieder parallel zur Probenlängsachse verläuft.

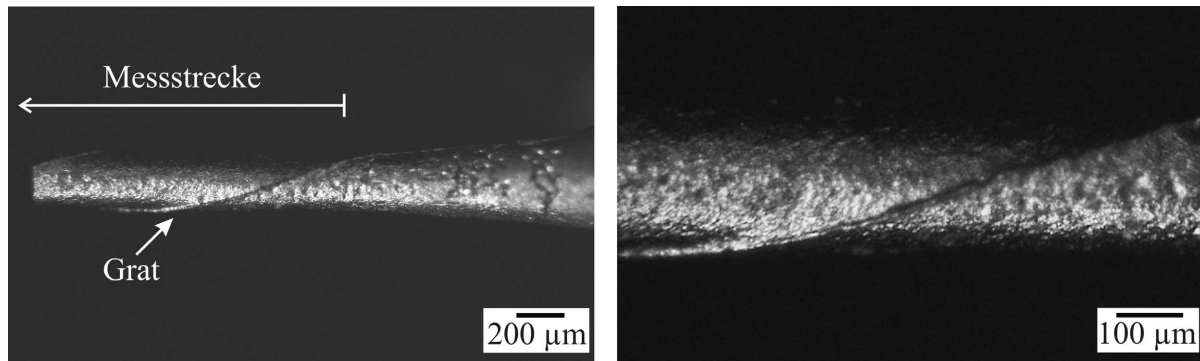


Abbildung 5.27: Seitliche Ansicht auf die Mikrotorsionsprobe 1814-02 nach dem Versuch.

In Abbildung 5.28 sind Bruchflächen von Mikrotorsionsproben dargestellt. Auf den Bruchflächen der Proben 1814-04 ($R_{tp0,2} = 351$ MPa, $R_{tm} = 1022$ MPa) und 1815-03 ($R_{tp0,2} = 350$ MPa, $R_{tm} = 955$ MPa) sind vereinzelt kleine Poren und Mikrolunker mit Durchmessern von 2 bis 6 μm zu erkennen. Die Bruchflächen sind stark plastisch verformt. Dies resultiert aus einer Relativbewegung der Bruchflächen während der Rissausbreitung. Der als Gewaltbruch zu erkennende Bereich, der auch die Position der Drehachse der Probe darstellt, befindet sich meist nahe der Probenmitte. Dieser Bereich weist üblicherweise Durchmesser um 50 μm auf. Im Ausschnitt der Probe 1814-04 sind Sekundärrisse zu erkennen, die sich entsprechend der Mikrostruktur orientieren. Dieser Bereich besteht demnach aus der β - oder κ_{III} -Phase. Beide besitzen eine lamellare Struktur aus weichen, duktilen und festeren, spröderen Bereichen. Die Sekundärrisse verlaufen dabei entlang der Lamellen.

Auf der Bruchfläche der Probe 1818-05 ($R_{tp0,2} = 356$ MPa, $R_{tm} = 930$ MPa) sind deutlich große Lunker sowohl an der Probenoberfläche als auch im Volumen der Probe zu erkennen. Diese Lunker mit Abmessungen von 40 bis 60 μm an der Oberfläche führen auf Grund ihrer Kerbwirkung zu einem Absinken der Schergrenze um ca. 20 % im Vergleich mit Proben, bei denen sich die Lunker nicht an der Oberfläche befinden. Im Ausschnitt links sind die durch die Torsionsbeanspruchung entstandenen Wabenstrukturen einer typischen Gewaltbruchfläche gut zu erkennen. Ferner sind die Spuren eines harten Partikels (vermutlich κ_{II}) zu sehen, der aus dem umgebenden Gefüge herausgebrochen ist und über die Bruchfläche geschoben wurde. Wie bereits erwähnt, weisen die Proben der Charge 1818 deutliche Lunker und Poren auf. In den offenen Defekten an der Oberfläche sind z. T. Reste der Gussform (bestehend aus Feinsand und Gips) zu erkennen. Dies lässt darauf schließen, dass die Defekte bereits auf den spritzgegossenen Modellen vorhanden waren und sich in die Gussform übertragen haben. Bei Poren im Volumen der Proben sind teilweise beim Gussprozess eingeschwemmte Oxidhäute der Schmelze zu erkennen. Dies ist im rechten Ausschnitt anhand der Probe 1818-06 gezeigt.

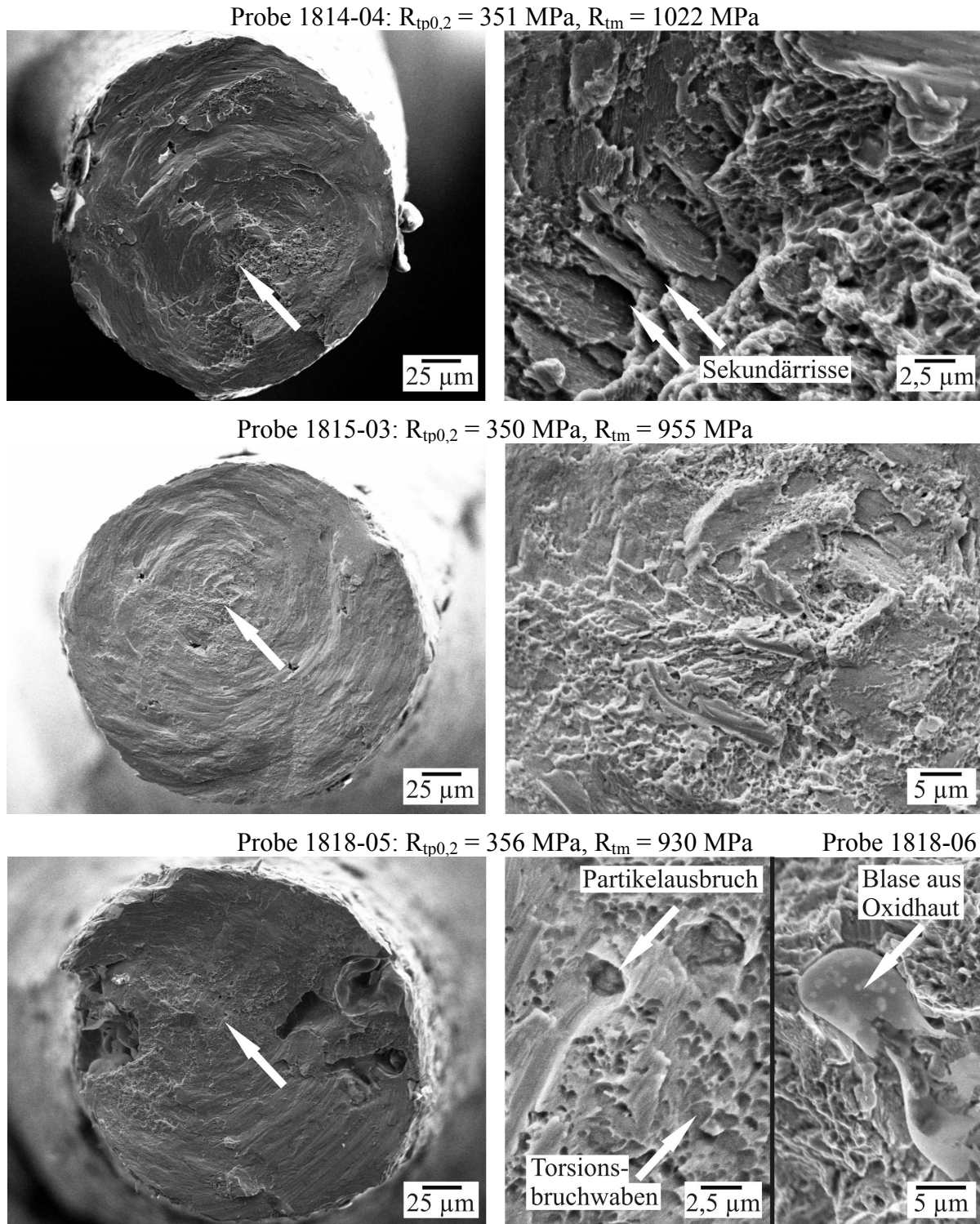


Abbildung 5.28: REM-Bilder der Bruchflächen von Mikrotorsionsproben (VDG, $T_m = 1000 \text{ °C}$).

5.6 Diskussion

Einleitend werden die derzeit im SFB 499 angewendeten Herstellverfahren Vakuumdruckguss (VDG) und Schleuderguss (SG) in Verbindung mit der Aluminiumbronzelegierung CuAl10Ni5Fe4 diskutiert. Die untersuchte Legierung besitzt eine sehr komplexe Mikrostruktur

tur. Diese variiert bzgl. der Größe der Körner bzw. Phasengebiete der α - und β -Phase, im Volumenverhältnis α/β , in der Form der α -Körner und in der Art und Menge der fünf unterschiedlichen κ -Phasen. Hinzu kommt, dass die jeweiligen Massenanteile der einzelnen Legierungselemente gemäß DIN 17665 [DIN83] in weiten Bereichen toleriert werden. Wie anhand der in Kapitel 2.4.2 dargestellten Zustandsdiagramme und Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubilder zu erkennen ist, entwickelt sich das Gefüge bei Schwankungen der Legierungszusammensetzung und der thermischen Randbedingungen beim Abguss deutlich unterschiedlich. Dass die chemische Zusammensetzung der Legierung schwankt, wurde durch die spektralanalytischen Messungen an Proben unterschiedlicher Chargen nachgewiesen (vgl. Kapitel 3.2). Eine Erklärung für diese Streuung ist, dass innerhalb einer produzierten Stange des Ausgangsmaterials Konzentrationsunterschiede vorliegen können. Da zur Herstellung der Mikroproben für einen Abguss nur eine geringe Menge des Ausgangsmaterials verwendet wird, kann es zu den beobachteten Schwankungen der Legierungszusammensetzung kommen. Um diesen Effekt zu vermeiden, müsste die Zusammensetzung der Legierung enger toleriert werden. Zum Teil lag bei den spektralanalytischen Messungen der Anteil einzelner Legierungselemente auch außerhalb der Toleranz der DIN 17665. Dies ist wahrscheinlich auf Seigerungen im Herstellungsprozess zurückzuführen. Bei Messungen der Temperatur entlang des Gussbaums mittels Thermoelementen ergab sich ein Temperaturunterschied von der Mitte zum Rand von bis zu 100 K [Kas08]. Hieraus resultieren leicht unterschiedliche Mikrostrukturen der Proben entlang des Gussbaums [Bau08b].

Die Untersuchungen an den Chargen 1240 bis 1245 haben gezeigt, dass der VDG-Prozess sehr reproduzierbar geführt werden kann. Die Proben dieser sechs Chargen weisen nahezu identische Mikrostrukturen und mechanische Eigenschaften auf. Dagegen zeigen die restlichen VDG-Chargen deutlich unterschiedliche Mikrostrukturen. Die mechanischen Eigenschaften sind dementsprechend unterschiedlich. Gussdefekte, wie z. B. Gasporosität und Lunken, treten beim VDG nur selten auf. Die Mikrostruktur der Proben aus dem SG weist deutliche Unterschiede zu den Mikrostrukturen aus dem VDG auf. Die Körner der Hochtemperaturphase β sind deutlich kleiner, was zu einer feineren Mikrostruktur führt. Die α -Phase wird fast vollständig an den ehemaligen β -Korngrenzen ausgeschieden. Weiterhin ist bei der Charakterisierung der SG-Proben zu erkennen, dass sie deutlich größere Oberflächenrauheiten aufweisen als die VDG-Proben (vgl. Kapitel 3.2). Dies ist mit dem höheren Fülldruck beim SG-Prozess im Vergleich zum VDG zu erklären. Dadurch dringt die Schmelze stärker in die Oberfläche der Gussmuffel ein. Die bei der Herstellung der Modelle mittels Spritzgießen entstehenden Grate an den Kanten der Proben werden beim SG ebenfalls abgebildet. Die Grate

haben eine Höhe von bis zu 100 μm . Dieser Effekt ist bei VDG-Proben nicht aufgetreten. Ferner weisen die schleudergegossenen Proben wesentlich häufiger Lunker auf, die im Vergleich zu den Lunkern in VDG-Proben auch deutlich größer ausfallen. Wie rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen zeigen, erstrecken sich die Lunker zum Teil über 25 % der Querschnittsfläche der Mikrozugproben.

Letztlich arbeitet der VDG-Prozess derzeit zuverlässiger in Bezug auf die Probenqualität. Dagegen weist der SG-Prozess ein besseres Abbildungsvermögen für kleinste Strukturen auf. Der höhere Fülldruck ermöglicht zudem höhere Aspektverhältnisse der Mikrobauteile [Bau02a, Bau04a].

Für einen Vergleich der mechanischen Eigenschaften der Mikrozugproben bei quasistatischer Beanspruchung wird Bezug auf Abbildung 5.8 genommen. Auf Grund der nur schwer zu bestimmenden Korngröße erfolgt die Klassifizierung generell nach der Erscheinungsform der Gefüge. Ein gleichmäßig grobes Gefüge weisen die Chargen 1240 bis 1245 (VDG 850) auf. Als mittlere Korngröße der α -Phase ergibt sich ein Wert von 15 bis 18 μm . Die Abmessungen der β -Bereiche sind ähnlich groß. Damit ergibt sich für die Querschnittsabmessungen der Messstrecke eine Kornanzahl von 110 bis 150. Daher ist bei den lokal auflösenden Dehnungsmessungen im Rahmen der Messgenauigkeit kein anisotropes Verhalten festzustellen (im Gegensatz zu Stabilor[®] G: bei Korngrößen von 35 bis 64 μm wurden deutliche Anisotropieeffekte ermittelt [Auh06]). Die Mikrostruktur der Charge 1401 weist auch einzelne größere α -Körner mit Durchmessern von ca. 30 μm auf. Die meisten sind aber deutlich kleiner und z. T. langgestreckt.

Das Gefüge mit den höchsten Festigkeiten (Chargen 1708 und 1709) von $R_{p0,2} = 488 \text{ MPa}$ und $R_m = 925 \text{ MPa}$ weist nadelige α -Körner umgeben von einem Saum aus κ_{III} -Phasen auf. Der α -Anteil ist relativ gering, die Anteile von β und κ_{III} sind hoch. Auch sind viele κ_{II} -, κ_{IV} - und κ_V -Ausscheidungen zu erkennen. Das nochmals feinere Gefüge der Chargen 1698 und 1699 weist sowohl an den Korngrenzen als auch im Inneren der ehemaligen β -Körner feine α -Nadeln auf, die ebenfalls von κ_{III} umgeben sind. Der Anteil an β -Phase ist hier deutlich größer als der an α und κ_{III} . Die Festigkeit ist mit $R_{p0,2} = 432 \text{ MPa}$ und $R_m = 874 \text{ MPa}$ etwas geringer. Größere Gefüge, wie z. B. bei den Chargen 1704 bis 1706, die sich durch einen in etwa gleich großen Anteil von α und β auszeichnen und mehr größere globulare κ_{II} -Ausscheidungen aufweisen als feine lamellare κ_{III} -Ausscheidungen, liefern entsprechend geringere Festigkeiten von $R_{p0,2} = 335 \text{ MPa}$ und $R_m = 774 \text{ MPa}$. Diese Chargen wurden mittels VDG und $T_m = 1000 \text{ }^\circ\text{C}$ hergestellt. Das Gefüge der VDG-Chargen 1240 bis 1245 mit

$T_m = 850 \text{ °C}$ ist nahezu identisch ausgebildet und weist auch in etwa gleiche Festigkeiten auf: $R_{p0,2} = 349 \text{ MPa}$ und $R_m = 758 \text{ MPa}$.

Um die Einflüsse der einzelnen Phasenanteile genauer zu beschreiben, wurden die Eigenschaften der α -, β - und größerer κ_{II} -Phasen mittels Nanoindentation² untersucht. Die Ergebnisse zeigen, dass die Härten der Phasen $\alpha : \beta : \kappa_{II}$ in einem Verhältnis von 1 : 1,27 : 1,39 stehen (die Härte der κ_{II} -Phase beruht dabei nur auf zwei Messpunkten). Die κ_{II} -Partikel wurden bei der Indentation in die umgebende α -Phase eingedrückt, wodurch ihre tatsächliche Härte höher liegen wird. Die Tendenz dieser Ergebnisse entspricht den Erwartungen beim Vergleich von einphasigen kubisch flächenzentrierten, feinen martensitischen und intermetallischen Phasen. Dieses Ergebnis korreliert mit den beobachteten Zusammenhängen zwischen den Mikrostrukturen und den mechanischen Eigenschaften.

Neben dem Einfluss der Legierungszusammensetzung müssen auch Schwankungen im Herstellprozess betrachtet werden. Untersuchungen zum Gefügebau in Abhängigkeit von den Abkühlbedingungen haben gezeigt, dass sich die α -Phase bei hohen und niedrigen Abkühlgeschwindigkeiten nadelförmig entwickelt (Umwandlung von β zu α über Keimbildungsprozesse), während sie bei mittleren Abkühlgeschwindigkeiten globular ausgeformt ist (Umwandlung über den Prozess einer Massivumwandlung) [Goz88]. Die Vielzahl von Einflüssen auf die Morphologie der Mikrostruktur zeigt, dass die Herstellung der Proben über VDG hinsichtlich der Prozesssicherheit weiter optimiert werden muss. Dies geschieht bereits in einem ersten Ansatz mit dem Wechsel des Gussbaums, wie er in Kapitel 2.3.1 vorgestellt wurde, hin zu einer ringförmigen Struktur, sodass Temperaturgradienten entlang des Gussbaumes minimiert werden. Eine weitere Möglichkeit besteht darin, anstatt verlorener Formen Dauerformen zu verwenden, um zunächst einen Einfluss von Schwankungen des Muffelmaterials auszuschließen. Zudem wäre dann die Entwicklung eines speziellen Heiz- und Kühlsystems für diese Dauerform wirtschaftlich rentabel, sodass die thermischen Randbedingungen deutlich reproduzierbarer gehalten werden können.

Einen Überblick über die Festigkeiten der Mikrozugproben aus CuAl10Ni5Fe4 unter Vernachlässigung der jeweiligen Mikrostrukturen gibt Abbildung 5.29. Hierin sind die 0,2 %-Dehngrenzen $R_{p0,2}$ und die Zugfestigkeiten R_m für alle untersuchten vakuumdruck- und schleudergegossenen Mikrozugproben über der tatsächlichen Muffeltemperatur T_m beim Ab-

² Die Nanoindentationsmessungen wurden von Dr. C. Eberl und T. Kennerknecht am Institut für Materialforschung II des KIT durchgeführt und ausgewertet. Die Ergebnisse sind bislang nicht veröffentlicht.

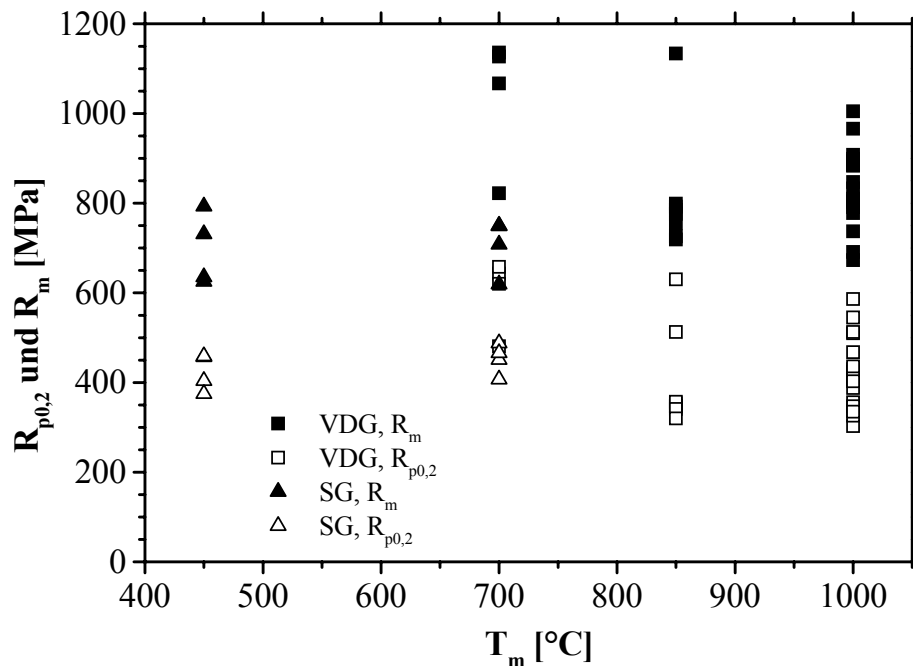


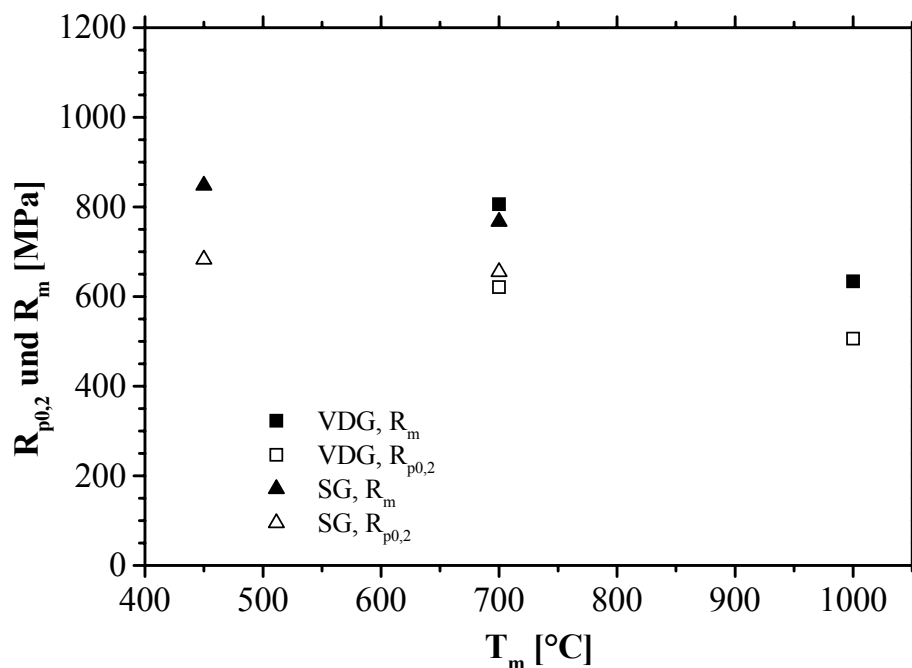
Abbildung 5.29: Mechanische Eigenschaften von CuAl10Ni5Fe4 aus VDG und SG mit realer T_m .

guss aufgetragen (in Kapitel 5 sind nicht alle untersuchten, aber die repräsentativen Chargen detailliert vorgestellt). Die Streubreite der dargestellten mechanischen Kennwerte der VDG-Proben ist für alle verwendeten Muffeltemperaturen (700, 850 und 1000 $^{\circ}\text{C}$) nahezu gleich groß. Es ist trotz der Streuung eine leichte Tendenz zu erkennen, dass mit abnehmender Muffeltemperatur höhere Festigkeiten erreicht werden (ausgenommen die 0,2 %-Dehngrenzen bei SG). Die höchsten 0,2 %-Dehngrenzen liegen bei 620 bis 660 MPa, die höchsten Zugfestigkeiten bei 1100 bis 1140 MPa. Die unteren Grenzen der Festigkeitskennwerte betragen $R_{p0,2,\min} = 300$ MPa und $R_{m,\min} = 670$ MPa. Diese traten bei $T_m = 1000$ $^{\circ}\text{C}$ auf. Die SG-Chargen weisen keine derart großen Streuungen auf, allerdings wurden hier in Summe weniger Chargen geprüft. Die kleineren Streuungen sowie die niedrigeren Festigkeiten ($R_{p0,2,\max} = 490$ MPa, $R_{m,\max} = 790$ MPa) sind auf eine größere Anzahl von Poren und Lunkern zurückzuführen. Letztlich liegen die ermittelten Festigkeiten z. T. deutlich über den Werten, die für makroskopische Bauteile angegeben werden (vgl. Tabelle 2.5). Dies wird auf eine im Vergleich zu Makroproben feinere Mikrostruktur der Mikroproben zurückgeführt. Die minimalen, maximalen und mittleren Festigkeiten in Abhängigkeit der Prozessparameter Gussverfahren und Muffeltemperatur sind in Tabelle 5.5 zusammengefasst.

Tabelle 5.5: Minimale, maximale und mittlere Festigkeiten der Mikroproben in Abhängigkeit der Herstellung.

Kennwert [MPa]	Herstellverfahren und reale Muffeltemperaturen [°C]				
	SG 450	SG 700	VDG 700	VDG 850	VDG 1000
$R_{p0,2,min}$	375	407	481	320	303
$R_{p0,2,max}$	459	488	658	630	586
$R_{p0,2,mittel}$	424 ± 41	453 ± 34	601 ± 81	401 ± 110	423 ± 78
$R_{m,min}$	625	619	822	719	673
$R_{m,max}$	793	750	1136	1134	1005
$R_{m,mittel}$	696 ± 80	707 ± 62	1038 ± 147	811 ± 134	841 ± 86
Anzahl Chargen	4	4	4	8	19

Wie bereits erwähnt, wurde in früheren Arbeiten eine Goldbasislegierung (Handelsname Stabilor[®] G) untersucht. Diese Legierung ist wie folgt zusammengesetzt (Angaben in Ma-%): Au 58,0; Ag 23,3; Cu 12,0; Pd 5,5; Zn 1,0; Pt 0,1; Ir 0,1 [DEG04]. Das Gefüge dieses Materials ist einphasig. Die Legierung erwies sich als empfindlich bzgl. der thermischen Randbedingungen im Herstellprozess auf Grund der sehr komplexen Ausscheidungsstrukturen [Kas05, Auh06]. In Abbildung 5.30 sind die 0,2 %-Dehngrenze $R_{p0,2}$ und die Zugfestigkeit R_m für VDG- und SG-Mikrozugproben über der tatsächlichen Muffeltemperatur T_m beim Abguss aufgetragen. Mit sinkender Muffeltemperatur und somit beschleunigter Erstarrung ergeben sich höhere Festigkeiten. Ein direkter Unterschied zwischen den Herstellprozessen ist nicht zu erkennen.

**Abbildung 5.30:** Mechanische Eigenschaften von Stabilor[®] G aus VDG und SG mit realer T_m nach [Auh06].

Ein Vergleich der Festigkeiten der Chargen aus Stabilor[®] G liefert einen deutlich schmaleren Bereich als bei CuAl10Ni5Fe4. Dies ist auf die wesentlich enger tolerierte Zusammensetzung von Stabilor[®] G zurückzuführen. Nach DIN EN ISO 22674 [DIN07b] darf bei Stabilor[®] G der Anteil jedes Legierungselements mit einem Anteil von über 1 Ma-% um maximal 0,5 Ma-% abweichen. Daher tritt bei diesem Material der Einfluss der Herstellung deutlicher hervor, während dieser bei der Aluminiumbronze vom Einfluss der schwankenden Legierungszusammensetzung überlagert wird. Eine eindeutige Korrelation zwischen der chemischen Zusammensetzung der einzelnen Chargen, der Mikrostruktur und den mechanischen Eigenschaften kann nicht abgeleitet werden. Allerdings lassen sich für die 0,2 %-Dehngrenze und die Zugfestigkeit mit den Ergebnissen der chemischen Analysen multiple Regressionen erstellen, mit denen $R_{p0,2}$ und R_m vorhergesagt werden können:

$$R_{p0,2} \text{ bzw. } R_m = a + b \cdot \text{Al} + c \cdot \text{Ni} + d \cdot \text{Fe} + e \cdot \text{Mn} + f \cdot \text{Zn} + g \cdot \text{Si} \quad (5.3)$$

Werden mit den Daten der Chargen 1241, 1305, 1698, 1699, 1700, 1702, 1704, 1708 und 1709 (vgl. Kapitel 9.4) die Regressionen erstellt, ergeben sich die in Tabelle 5.6 zusammengefassten Parameter.

Tabelle 5.6: Parameter der multiplen Regressionen für CuAl10Ni5Fe4.

	a [MPa]	b	c	d [MPa/Ma-%]	e	f	g
$R_{p0,2}$	105	119	-186	35	-288	578	433
R_m	491	90	-128	39	-305	1056	382

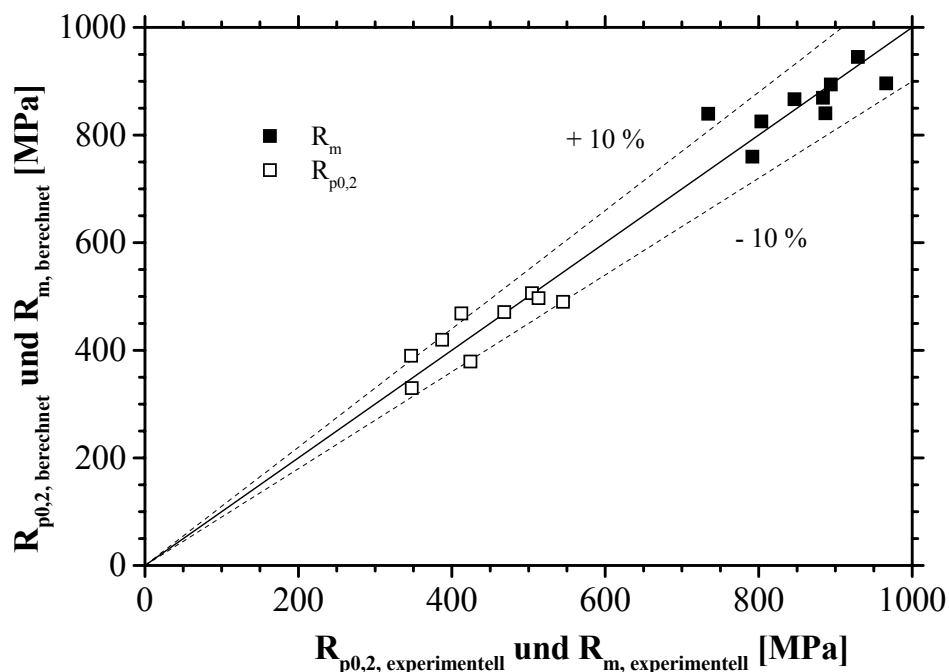


Abbildung 5.31: Vergleich der experimentell ermittelten und der berechneten Festigkeiten.

Ein Vergleich der experimentell ermittelten und berechneten Festigkeiten ist in Abbildung 5.31 dargestellt. Die Vorhersage nach Gleichung (5.3) liefert für die 0,2 %-Dehngrenze eine Abweichung der berechneten von den experimentell ermittelten Werten von durchschnittlich 7 % (Korrelationskoeffizient $R^2 = 0,72$). Die maximale Abweichung beträgt 14 %. Für die Zugfestigkeiten liegt die Abweichung im Mittel bei 4 %, die maximale Abweichung beträgt 14 % ($R^2 = 0,52$; ohne die Charge mit 14 % Abweichung beträgt $R^2 = 0,92$). Bei diesen multiplen Regressionen mit den entsprechenden Parametern für eine Vorhersage von $R_{p0,2}$ und R_m wird die Entwicklung der Mikrostruktur oder eventueller Störungen im Herstellprozess der Mikrozugproben nicht berücksichtigt. Letztlich stellen sie empirische Arbeitsformeln dar.

Für die Untersuchung der Kerbwirkung wurden auf den Gussbäumen abwechselnd zwei gekerbte und ein ungekerbtes Mikroprobenmodell befestigt und die Proben mittels VDG bei $T_m = 1000 \text{ °C}$ abgeformt. Für eine Bewertung der Auswirkung der Kerben sind in Tabelle 5.7 die Kennwerte der Zugversuche an gekerbten und ungekerbten Proben der Chargen 1305 und 1306 zusammengefasst.

Tabelle 5.7: Eigenschaften gekerbter und ungekerbter Mikrozugproben.

Kennwert	1305 ungekerbt	1305 gekerbt	1306 ungekerbt	1306 gekerbt
$R_{(k)p0,2}$ [MPa]	430 ± 59	596 ± 107	356 ± 33	479 ± 40
$R_{(k)m}$ [MPa]	791 ± 34	989 ± 132	692 ± 45	873 ± 107
A [%]	$14,0 \pm 2,9$	$5,4 \pm 1,8$	$10,4 \pm 3,6$	$6,2 \pm 1,9$

Die Kerben führen auf Grund des mehrachsigen Spannungszustandes mit der gekoppelten Dehnungsbehinderung erwartungsgemäß zu einer deutlichen Erhöhung der 0,2 %-Dehngrenze und der Zugfestigkeit. Auch wenn die Dehngrenzen der beiden Chargen unterschiedlich hoch sind, führen die Kerben in beiden Fällen zu einem gleichmäßigen Anstieg um 35 bzw. 39 %. Die Zugfestigkeiten der gekerbten Proben liegen um 25 bzw. 26 % höher. Die größeren Streuungen der Festigkeitswerte der Kerbproben sind auf die Streuung der Kerbradien zurückzuführen. Die Bruchdehnungen werden durch die Kerbwirkung stark reduziert. Sie nimmt im Mittel um 61 bzw. 40 % ab. Auf Grund der Dehnungsbehinderung fällt auch die Streuung der Bruchdehnung der gekerbten Proben geringer aus. Die Kerbradien der Mikroproben liegen in einem Bereich von 5 bis 65 μm . Mit abnehmendem Kerbradius steigt die Kerbformzahl an und die Dehnungsbehinderung ist stärker ausgeprägt, was zu einem Anstieg der Kerbdehngrenze und der Kerbzugfestigkeit führt. Dabei wurden bzgl. der Kerbzugfestigkeit größere Streuungen beobachtet. Zwischen der Kerbdehngrenze und dem Kerbradius kann in guter Näherung ein linearer Zusammenhang definiert werden (vgl. Abbildung 5.17). Dass die Kerb-

radien an den Proben nicht die Werte der Radien entsprechend der mikrogefrästen Formeinsätze aufweisen, ist auf die etwas schlechtere Abformgenauigkeit des VDG zurückzuführen. Die Ursache für die geringere Abformgenauigkeit könnte in unterschiedlichen Temperaturdifferenzen zwischen der metallischen Schmelze und der Abgussmuffel liegen. Bei einer höheren Temperaturdifferenz würde die Erstarrung schneller und unkontrollierter erfolgen. Hierdurch wäre die Formfüllung der Kavitäten beeinflusst: Die Form würde nicht optimal gefüllt und entsprechende Geometrieabweichungen würden größer. Zusätzlich ist ein leichter Verschleiß der Formeinsätze beim Spritzgießprozess möglich.

Da die Tiefenschärfe der vorhandenen Optik zur optischen Dehnungsmessung nicht ausreichend war, um sowohl die Oberfläche der Mikrokerbzugproben im Kerbgrund und in ausreichender Entfernung zur Kerbe aufzunehmen, wurden die Proben frontal betrachtet. Die Software Aramis kann systembedingt keine Dehnungsberechnung direkt bis zum Rand der Probe ausführen. Wenn doch so verfahren wird, unterliegen diese Dehnungswerte am Rand großen Berechnungsfehlern, wenn direkt neben der Probe ein Bereich mit konstantem Bild vorliegt. Daher wurde die in Kapitel 5.3 beschriebene Methode zur Abschätzung der Kerbfaktoren entwickelt. Die Extrapolation der mittels integraler Dehnungswerte über einen Bereich definierter Breite bestimmte Kerbformzahl α_K ist mit gewissen Unsicherheiten verbunden. Die mittels Abschätzung des Spannungsgradienten im Kerbgrund ermittelten Kerbformzahlen zeigen jedoch klar, dass sich keine wesentlich andere Auswirkung der Kerben als bei Makroproben ergibt. Die abgeschätzten Kerbformzahlen stimmen mit den theoretischen umso besser überein, je schärfer die Kerbe ist. Ein Unterschied zu Kerben in makroskopischen Bauteilen liegt bzgl. der Größenverhältnisse der plastischen Zone vor der Kerbe und der Probenabmessung vor. Nach [Ost01] liefern verschiedene Abschätzungen und Messungen der Größe der plastischen Zone an Kerbproben aus Aluminiumlegierungen, Stählen und Gusseisen Zonendurchmesser von 80 bis 180 μm . Bei Querschnittsabmessungen von 130 auf 260 μm^2 erstrecken sich die plastischen Zonen der beiden Kerben bei Mikrokerbproben demnach fast über den gesamten Querschnitt, sodass das Versagen nicht mehr mit der linearelastischen Bruchmechanik beschrieben werden kann.

Die Wechselverformungskurven der Wöhlerkurve mit $R = 0,1$ an ungekerbten Proben ergeben für fast alle Spannungsamplituden ein ähnliches Materialverhalten (vgl. Abbildung 5.12). Wie am Verlauf des mittleren Verfahrenswegs s_m zu erkennen ist, tritt über die Lebensdauer ein leichtes zyklisches Kriechen der Proben auf, das bei größeren Beanspruchungen entsprechend ausgeprägter ist. Ansonsten weist die Aluminiumbronze ein leicht zyklisch verfestigendes Ver-

halten auf. Folglich werden sich die Wirkungen von verfestigenden und entfestigenden Effekten überwiegend ausgleichen. Die Streuungen der Lebensdauern nimmt mit sinkender Spannungsamplitude zu (vgl. Abbildung 5.11), was darauf zurückzuführen ist, dass es für die vorhandenen Effekte eine Art Schwellspannung gibt, ab der von diesen Defekten ein Ermüdungsrisso initiiert wird. Für eine derartige Schwellspannung spricht auch die große Lücke der Lebensdauern zwischen 10^6 und 10^7 Lastspielen. Der Effekt zunehmender Streuung der Lebensdauer mit sinkender Spannungsamplitude wurde auch bei Untersuchungen von [Boy04] an $800 \times 250 \times 26 \mu\text{m}^3$ großen Nickelproben festgestellt. Auch hier traten Streuungen der Lebensdauern bis zu einer Größenordnung, tendenziell bei niedrigeren Spannungsamplituden auf. Die Wöhlerkurve gekerbter Mikroproben bei $R = 0,1$ ist im Zeitfestigkeitsbereich deckungsgleich mit den Ergebnissen ungekerbter Proben. Die Kerben wirken sich erst bei niedrigen Spannungsamplituden und entsprechend hohen Lastspielzahlen aus. Die Kerbdauerfestigkeit $R_{K,D}$ liegt folglich mit 145 MPa leicht unter der Dauerfestigkeit R_D mit 155 MPa. Erwartungsgemäß liegt die Wöhlerkurve an gekerbten Mikroproben bei einem höheren Lastverhältnis von $R = 0,5$ darunter. Die wesentlich höheren Mittelspannungen führen zu einem schnelleren Risswachstum und zu stark verkürzten Lebensdauern. Die großen Streuungen der Lebensdauern dieser Wöhlerkurve sind auf die stark unterschiedlichen Mikrostrukturen der verwendeten Proben zurückzuführen. Daher wird zwischen den groben und feinen Mikrostrukturen unterschieden. Die Kerbdauerfestigkeit der Proben mit feinem Gefüge liegt mit $R_{K,D,fein} = 149 \text{ MPa}$ deutlich über der Kerbdauerfestigkeit mit grobem Gefüge von $R_{K,D,grob} = 122 \text{ MPa}$. Die geringere Kerbdauerfestigkeit ist plausibel, da die ungekerbten Proben dieser Chargen in den quasistatischen Zugversuchen ebenfalls niedrigere Festigkeiten auf Grund ihrer gröberen Mikrostruktur gezeigt haben.

Für eine Abschätzung der Wechsel- und Kerbwechselfestigkeiten sind in Abbildung 5.32 und Abbildung 5.33 die Dauer- und Kerbdauerfestigkeiten in Haighdiagrammen dargestellt. Dabei wurden die Abschätzungen nach Goodman und Gerber so angesetzt, dass sie auf der Geraden für das jeweilige Lastverhältnis äquidistant zu den gemessenen Werten $R_{(K)D}$ sind. Da jede dritte Probe einer Charge mit Kerbproben ungekerbt war, wurde an diesen R_m bestimmt und die gekerbten Proben zyklisch getestet. Da für die Abschätzung von $R_{(K)W}$ nach Goodman und Gerber aber R_{km} benötigt wird, wird diese entsprechend dem Vergleich der quasistatischen Eigenschaften gekerbter und ungekerbter Proben mit $R_{km} = 1,25 \cdot R_m$ berechnet (vgl. Tabelle 5.7). Die entsprechenden Daten sind in Tabelle 5.8 zusammengestellt.

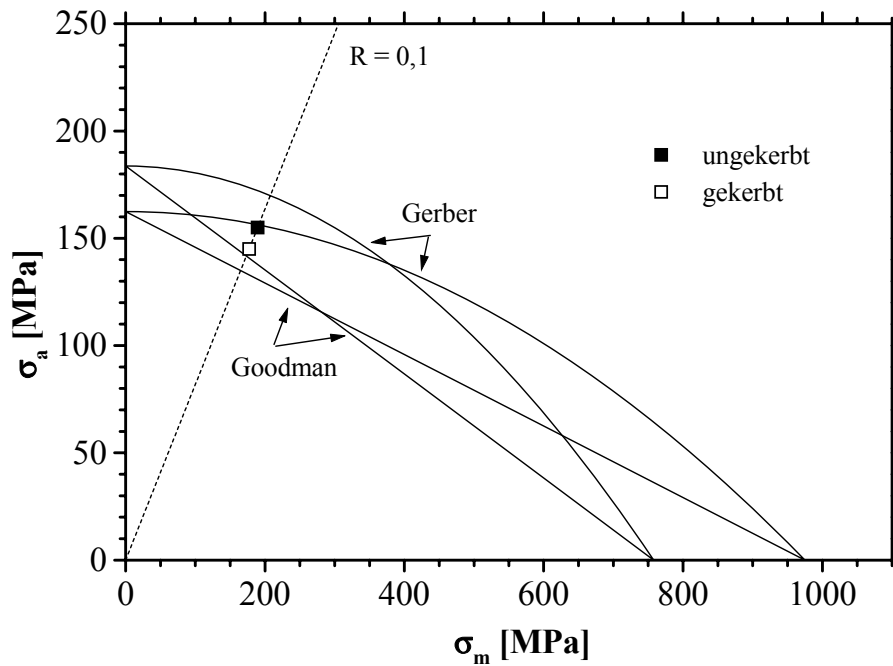


Abbildung 5.32: Haighdiagramm für ungekerbte und gekerbte Mikrozugproben bei $R = 0,1$.

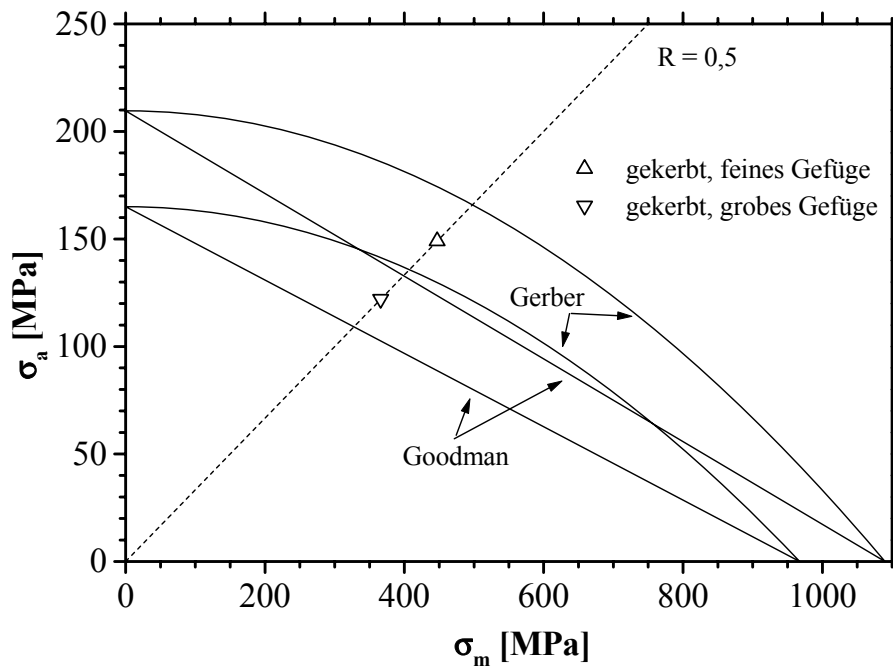


Abbildung 5.33: Haighdiagramm für gekerbte Mikrozugproben mit feiner und grober Mikrostruktur bei $R = 0,5$.

Tabelle 5.8: Abschätzung der Wechselfestigkeiten gekerbter und ungekerbter Mikrozugproben.

Probenform	ungekerbt	gekerbt	gekerbt	gekerbt
Gefüge	grob	gemischt	fein	grob
Lastverhältnis R	0,1	0,1	0,5	0,5
R_m^* [MPa]	758	780	872	774
R_{km}^{**} [MPa]	-	975	1090	967,5
$R_{(K)D}$ [MPa]	155	145	149	122
$R_{(K)W}$ [MPa]	184	162	210	165

* ermittelt an den ungekerbten Proben der Chargen, ** Abschätzung

In Abbildung 5.32 ist zu erkennen, dass ausgehend von den Versuchen bei $R = 0,1$ die Abschätzung der Wechselfestigkeit R_W 184 MPa ergibt³. Die Kerbwechselfestigkeit R_{KW} liegt mit 162 MPa erwartungsgemäß niedriger. Da die Kerbwirkungszahl β_K mit 1,13 deutlich unter α_K mit ca. 2,0 liegt, ist nur von einer geringen Kerbempfindlichkeit der Mikroproben aus CuAl10Ni5Fe4 auszugehen. Dies ist darauf zurückzuführen, dass hier Mikroproben mit Gussfehlern (Gusshaut, Poren und Lunkern) untersucht werden und so die geometrischen Kerben keine starke zusätzliche Schädigung bewirken. Basierend auf den Versuchen bei $R = 0,5$ ergibt sich entsprechend Abbildung 5.33 für Proben mit einer feinen Mikrostruktur eine mit 210 MPa höhere Kerbwechselfestigkeit als für Proben mit einer groben Mikrostruktur mit $R_{KW} = 165$ MPa.

Dies zeigt, dass die Mikrostruktur, verglichen mit der Kerbe, den dominierenden Faktor bzgl. des zyklischen Verhaltens der Mikroproben aus CuAl10Ni5Fe4 darstellt. Die durch die Kerbwirkung im Kerbgrund induzierten Maximalspannungen relaxieren bei einem duktilen Material innerhalb weniger Zyklen. Dieser Effekt ist umso ausgeprägter, je größer der Bereich ist, der plastisch verformt wird. Dadurch sind die Wöhlerkurven ungekerbter und gekerbter Proben im Zeitfestigkeitsbereich nahezu deckungsgleich. Zudem erklärt dieser Effekt auch die Unempfindlichkeit des Materials auf die bei $R = 0,5$ im Vergleich zu $R = 0,1$ deutlich höhere Mittelspannung. Folglich ist R_{KW} mit 210 MPa (abgeschätzt aus den Versuchen mit $R = 0,5$) trotz der Kerben, aber mit einer deutlich feineren Mikrostruktur, höher als R_W (abgeschätzt aus den Versuchen mit $R = 0,1$).

Die ermittelte Dauerfestigkeit von $R_D = 155$ MPa für Aluminiumbronze im Mikrobereich liegt im Gegensatz zu den Festigkeitskennwerten für quasistatische Beanspruchungen niedriger als der Wert für makroskopische Proben. Bei einem Lastverhältnis von $R = 0,1$ beträgt $R_{D,makro}$ zwischen 170 und 185 MPa. Die Ursache für den geringeren Wert für die Mikrozugproben lässt sich durch die erhöhte Defektdichte der Gusshaut erklären, welche bei Makroproben in der Regel vor der Beanspruchung entfernt wird. Diese Defekte führen zu einem geringeren Widerstand gegen die Entstehung von Mikrorissen und somit zu einer kürzeren Rissinitiierungsphase. Die Rissinitiierung an Defekten in der Gusshaut kann sehr gut in den rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen beobachtet werden (siehe Abbildung 5.13 unten: Ermüdungsriss beginnt an der Oberflächenpore). Im Vergleich hierzu berichtet [Zha06a] von höherer Dauerfestigkeit bei Mikroproben aus rostfreiem Stahl (Typ 304) als im

³ Untersuchungen von T. Kennerknecht am Institut für Materialforschung II des KIT an gleichen Mikroproben bei $R = -1$ ergeben eine Wechselfestigkeit von 180 MPa. Die Ergebnisse sind bislang unveröffentlicht.

Makroskopischen. Dies wird auf die geringe Probengröße zurückgeführt. Die Proben wurden mittels FIB aus Dünnschichtmaterial hergestellt, wodurch die Oberfläche nicht, wie im Fall der Aluminiumbronze-Gussproben, mit einer defektbehafteten Gusshaut versehen war. Auch [Fur08] findet bei Ermüdungsversuchen im UHCF-Bereich an hochfestem Stahl einen Anstieg der zulässigen Beanspruchungsamplitude mit abnehmendem beanspruchtem Probenvolumen. Die Probenoberflächen waren poliert. Bei Biegeversuchen an Rundproben aus 30 CrNiMo 8 und 37 Cr 4 mit Durchmessern von 10 bis 100 mm misst [Klo79] bei sinkenden Durchmessern höhere Biegezugfestigkeiten. Auch hier haben die Proben alle eine identische Oberflächentopographie.

Der Anteil der Ermüdungsbruchfläche an der Gesamtbruchfläche für die aufgetragenen Spannungsamplituden bei ungekerbten Mikrozugproben ist in Abbildung 5.34 dargestellt. Erwartungsgemäß nimmt der Anteil an Ermüdungsbruch mit steigender Beanspruchung ab. Die Ausgangsstellen dieser Ermüdungsrisse sind in der Regel Unebenheiten oder Poren in der Gussfläche oder Mikrolunker im Volumen. Letztlich sind das alles Defektstellen, wie sie für gegossene Bauteile typisch sind [Ott94, Ott01]. Die Ermüdungs- und Gewaltbruchflächen spiegeln die strukturellen Eigenschaften der Mikrostrukturen wider. Im Zentrum der Bruchwaben sind häufig kleine κ -Partikel zu finden (ähnlich Gusseisen mit Kugelgraphit). Beim Ermüdungsbruch werden diese spröden Partikel verformungsarm durchtrennt.

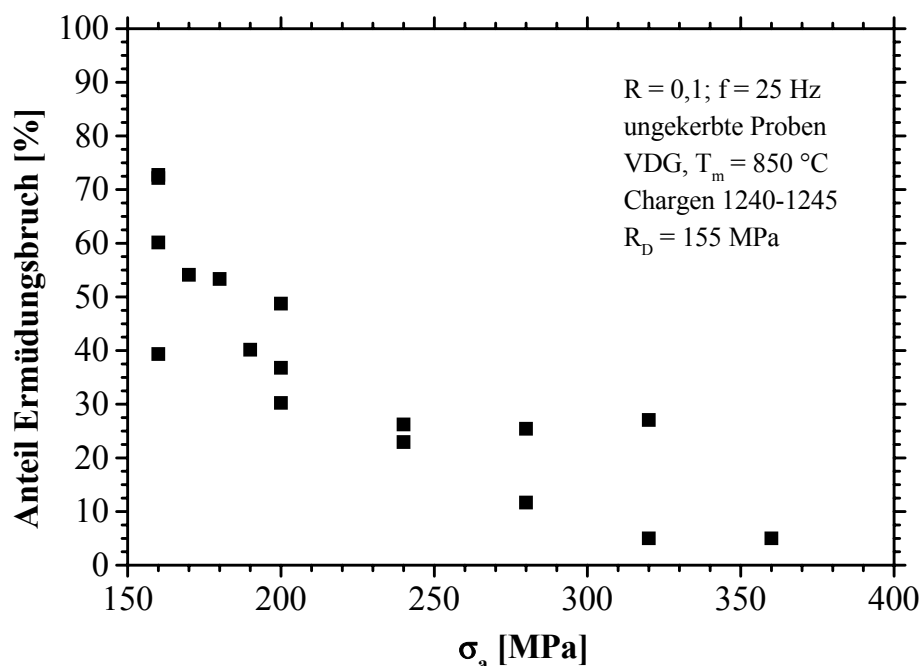


Abbildung 5.34: Anteil der Ermüdungsbruchfläche als Funktion der Spannungsamplitude für ungekerbte Mikrozugproben bei $R = 0,1$ und $f = 25$ Hz.

Die Ermüdungsbrüche verlaufen in der Regel transkristallin. Das erklärt, weshalb sich die Mikrostruktur bei den Ermüdungsversuchen im Zeitfestigkeitsbereich nicht stark auswirkt, da sich die Risse nicht entlang der Korngrenzen orientieren. Es kommt aber vor, dass sich die Ermüdungsriss entlang der Phasengrenzen orientieren. Die Bruchflächen der quasistatisch untersuchten Mikrozugproben zeigen eine deutlichere Wechselwirkung mit der Mikrostruktur. Übereinstimmend mit den Untersuchungen von [Cul78a] ist festzustellen, dass der Rissverlauf stark von den κ -Ausscheidungen beeinflusst wird.

Für die Untersuchung des Einflusses einer mehrachsigen Beanspruchung wurden eine Mikrotorsionsprüfmaschine entwickelt und quasistatische Versuche durchgeführt. Die untersuchten Mikrotorsionsproben wurden mittels VDG bei $T_m = 1000 \text{ °C}$ hergestellt. Diese weisen eine ähnliche Mikrostruktur wie die Chargen 1701 bis 1703 auf, sodass deren mechanische Eigenschaften für einen Vergleich verwendet werden können. Für die Umrechnung der Schubspannungen aus den Torsionsversuchen in schädigungsäquivalente Normalspannungen wird die Vergleichsspannungshypothese nach von Mises verwendet:

$$\sigma_v^{(v.M.)} = \sqrt{\sigma^2 + 3\tau^2} \quad (5.4)$$

Hierbei entspricht σ einer Normalspannung auf Grund eines fehlerhaften Einbaus der Probe, sodass diese zusätzlich axial belastet würde. Bei den für den Vergleich anzusetzenden Schubspannungen ($\tau > 250 \text{ MPa}$) kann eine zusätzliche Nennspannung von maximal 25 MPa vernachlässigt werden (höhere Axialspannungen können auf Grund der Federscheibenkupplung ausgeschlossen werden). Die angesetzten Schubspannungen, die sich daraus ergebenden Vergleichsspannungen und die entsprechenden Festigkeitswerte der Chargen 1701 bis 1703 sind Tabelle 5.9 zu entnehmen.

Tabelle 5.9: Vergleich der Mikrotorsionsversuche mit Mikrozugversuchen.

	τ	$\sigma_v^{(v.M.)}$	σ	$\sigma_v^{(v.M.)} / \sigma$
einsetzende Plastizierung	285	494	317	1,56
0,2 % plastische Deformation	379	656	462	1,42

Bei Schubspannungen, bei denen eine plastische Verformung der Probe einsetzt bzw. bei der eine plastische Scherung von 0,2 % erreicht wird, liegen die Vergleichsspannungen um 56 bzw. 42 % höher als die entsprechenden Werte der Nennspannung der Mikrozugversuche. Da die Schubspannung bei der Torsion an der Oberfläche der Probe maximal ist und nach innen linear bis auf Null abfällt, treten bei dieser Belastung die Eigenschaften der Oberfläche deutlicher hervor. Auf Grund der Struktur der Gussoberfläche mit all ihren Unebenheiten und

Defekten ist zu vermuten, dass lokal bereits früh plastische Verformungen auftreten, sodass es hier zu einer Stützwirkung der umgebenden Bereiche kommt. Zum anderen führt die bei inhomogener Beanspruchungsverteilung auftretende Stützwirkung durch Spannungsumlagerung von hoch beanspruchten hin zu geringer belasteten Bereichen zu einer insgesamt höheren Belastbarkeit. Ein weiterer Punkt, der insbesondere für die Belastung bei einsetzender Plastizierung gilt, ist, dass im Zugversuch das gesamte Volumen gleichmäßig beansprucht wird und damit sämtliche Defekte (Poren, Lunker) wirksam sind. Defekte, die sich nicht an der Oberfläche der Torsionsproben befinden, tragen somit erst später zu einer Schädigung bei. Und zwar desto später, je weiter sie sich im Inneren der Probe befinden. Dies erklärt auch, weshalb die Festigkeiten der Charge 1818 trotz der großen Anzahl an Poren und Lunkern nur wenig niedriger ausfällt, als bei den Chargen 1814 und 1815.

Die Mikrotorsionsproben weisen auch sehr hohe Schubspannungen bei einsetzendem Bruch auf. Dies liegt an der starken plastischen Deformation der Bruchflächen, die in den raster-elektronenmikroskopischen Aufnahmen zu erkennen ist. Hierbei verhaken sich die unebenen Bruchflächen und werden bei der weiteren Verdrillung eingeebnet, wobei durch Form- und Reibschluss der bereits gebrochenen Bereiche auch weiterhin Schubspannungen übertragen werden.

Durch derartige Effekte, die ebenso bei zyklischen einachsigen Belastungen auftreten können, wird auch hier von einem R-Kurveneffekt bei metallischen Werkstoffen gesprochen. Gerade bei der Aluminiumbronze kann es bei den durchgeführten Ermüdungsversuchen zu einer Oxidation auf den neu gebildeten Oberflächen kommen, die auf Grund eines größeren Volumens zu Rissschließeffekten führen. Diese Effekte wurden im Rahmen dieser Arbeit nicht näher untersucht, seien aber kurz erwähnt.

6 Untersuchungen an Zirkoniumdioxid

6.1 Festigkeitsabschätzung

Auf Grund der Oberflächen- und Volumeneffekte können mit den in Kapitel 2.2 vorgestellten Formeln die Festigkeiten von Mikroproben auf Basis der Festigkeitswerte von makroskopischen Probekörpern abgeschätzt werden. Tabelle 6.1 gibt die Werte für die effektiven Oberflächen und Volumina sowie die Oberfläche-zu-Volumen-Verhältnisse für mikro- und makroskopische Dreipunktbiegeproben für typische Weibullexponenten $m = 8, 10$ und 12 wieder.

Tabelle 6.1: Verhältnis der effektiven Oberfläche zum effektiven Volumen bei Mikro- und Makroproben für die Drei-Punktbiegeprüfung für unterschiedliche (fiktive) Weibullexponenten m .

	Weibull- exponent m [-]	eff. Oberfläche S_{eff} [mm ²]	eff. Volumen V_{eff} [mm ³]	Verhältnis $S_{\text{eff}}/V_{\text{eff}}$ [mm ⁻¹]
Mikroprobe 0,2 x 0,2 x 1,2 μm ³ Auflagerabstand 0,8 mm	8	0,0198	0,000198	100
	10	0,0158	0,000132	120
	12	0,0133	0,000095	140
Makroprobe 3 x 4 x 40 mm ³ Auflagerabstand 30 mm	8	14,4444	2,2222	6,50
	10	11,6529	1,4876	7,83
	12	9,7633	1,0651	9,17

Hieraus lassen sich für bekannte Festigkeiten makroskopischer Dreipunktbiegeproben die Festigkeiten für Mikrodreipunktbiegeproben berechnen. Dies ist in Abbildung 6.1 für den Oberflächen- und Volumeneffekt für drei unterschiedliche Weibullmoduln dargestellt.

Der Hersteller des ZrO₂-Pulvers TOSOH gibt als Festigkeit für makroskopische Proben eine Biegebruchfestigkeit bis 1200 MPa für Dreipunktbiegeversuche mit 30 mm Auflagerabstand an [TOS09]. Die sich daraus ergebenden Abschätzungen der Festigkeit der verwendeten Mikroprobengeometrie sind in Tabelle 6.2 aufgeführt. Erwartungsgemäß liefert die Abschätzung deutlich höhere Festigkeiten für die Mikroproben. Ausgehend von einer Dreipunktbiegefestigkeit von 1200 MPa für Makrobiegeproben sind für Mikrobiegeproben nach dem Oberflächeneffekt Festigkeiten zwischen 2079 und 2735 MPa bzw. nach dem Volumeneffekt zwischen 2610 und 3849 MPa zu erwarten.

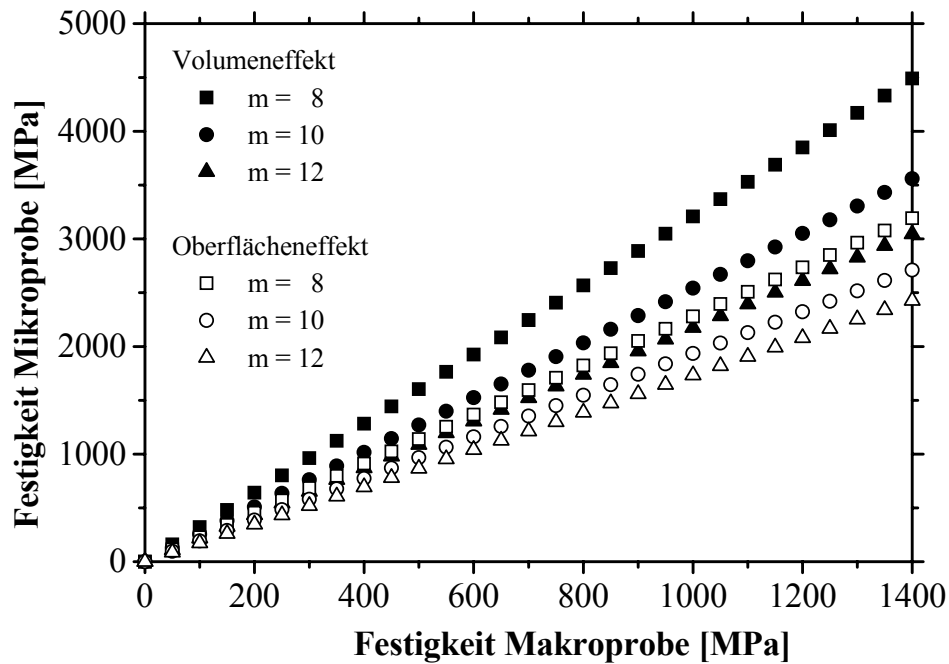


Abbildung 6.1: Zusammenhang zwischen den Festigkeiten von Mikro- und Makroproben für $m = 8, 10$ und 12 .

Tabelle 6.2: Abschätzung der Festigkeit für Mikroproben aus ZrO_2 basierend auf Festigkeitswerten für Makroproben. Festigkeitsangaben in MPa.

	Weibullmodul	ZrO_2	ZrO_2
$\sigma_{0, \text{makro}}$		1000	1200
Oberflächeneffekt	8	2279	2735
	10	1935	2322
	12	1733	2079
Volumeneffekt	8	3208	3849
	10	2542	3050
	12	2175	2610

6.2 Biegeversuche

Die vorgestellten Chargen wurden mittels drucklosem Heißgießen (HM) und Niederdruck-spritzgießen (LPIM) hergestellt. Für die Ermittlung der Biegebruchfestigkeit $R_{b,m}$ der keramischen Mikrobiegeproben wurden die Versuche gemäß den Beschreibungen in den Kapiteln 4.2.3 und 4.4 durchgeführt und ausgewertet. Die Auswertung der gesamten Charge erfolgte nach der Weibullstatistik (siehe Kapitel 2.5.2). Bei der anschließenden fraktografischen Untersuchung wurden die versagensauslösenden Defekte wie bei [Auh06] nach Fehlerart, -ort und -größe eingeteilt (siehe Kapitel 4.7). Im Folgenden werden für die beschriebenen Chargen das Herstellungsverfahren sowie die Prozessparameter Sintertemperatur T_S und -dauer t_S genannt.

6.2.1 Charge A (HM / 1400 °C / 1 h)

Von dieser drucklos heißgegossenen Charge wurden insgesamt 31 Proben untersucht. Die ermittelten Bruchfestigkeiten sind in Abbildung 6.2 in einem Weibulldiagramm dargestellt. Die Wahrscheinlichkeitsverteilung lässt sich sehr gut durch die Weibullgerade annähern. Die charakteristische Festigkeit σ_0 beträgt 1960 MPa und der korrigierte Weibullmodul m_{korr} , der die endliche Anzahl an Proben berücksichtigt, beträgt 13,8.

Die charakteristische Festigkeit und der Modul wurden ohne Berücksichtigung der Versagensart berechnet. Ferner sind in Abbildung 6.2 die 90 %-Vertrauensbereiche der Charge eingezeichnet sowie die dazugehörigen Vertrauensintervalle für die charakteristische Festigkeit (1915 und 2005 MPa) und den Modul (10,8 und 17,5) angegeben.

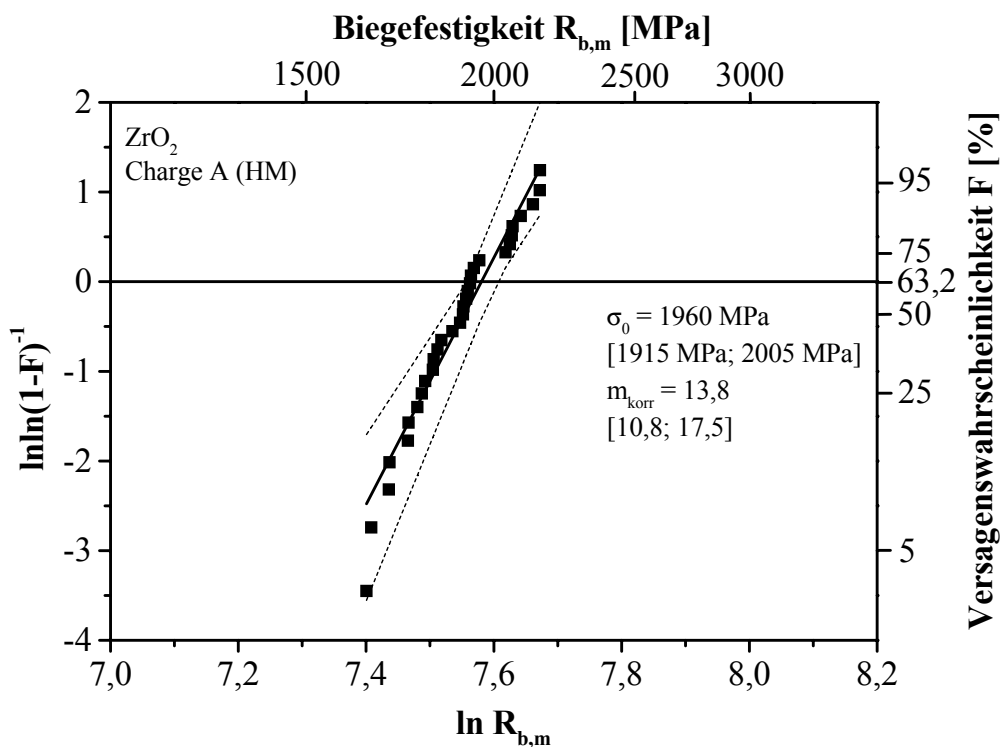


Abbildung 6.2: Weibulldiagramm der drucklos heißgegossenen Charge A.

Die Ergebnisse der fraktografischen Analyse der Bruchflächen sind in Tabelle 6.3 wiedergegeben. Für drei Proben konnte keine Ursache für das Versagen bestimmt werden. Bei sechs Proben ging der Bruch von Poren bzw. Porenansammlungen an der Oberfläche und im oberflächennahen Bereich aus, dabei lagen die Poren viermal an der Kante und zweimal an der Zugseite. Üblicherweise ging das Versagen von Unebenheiten aus, die sich sowohl auf den Zugseiten als auch auf den Kanten befanden. In fünf Fällen war eine Kombination aus Unebenheit und Pore versagensrelevant. In Übereinstimmung mit dem annähernd linearen Ver-

lauf der Weibullauftragung war kein Zusammenhang zwischen der erreichten Bruchspannung und der Fehlerart festzustellen. Insgesamt steigt die Festigkeit der Proben mit abnehmender Fehlergröße an. Die geringe Porengröße und -anzahl stimmt gut mit der niedrigen Porosität von 0,3 % überein.

Tabelle 6.3: Ergebnisse der Bruchflächenanalyse der Charge A.

R_{b,m} [MPa]	Fehler			R_{b,m} [MPa]	Fehler		
	-art	-ort	-größe		-art	-ort	-größe
1637	P	OK	Ø 1 µm	1906	UP	OZ	1 µm, Ø 2 µm
1649	UP	OZ	3 µm, Ø 0,5 µm	1914	-	OK	-
1696	U	OK	3 µm	1919	P	OK	Ø 1 µm
1697	P	OZ	Ø 4 µm	1925	U	OK	1 µm
1747	U	OK	2 µm	1928	U	OZ	1 µm
1749	U	OK	3 µm	1937	UP	OZ	1 µm, Ø 0,5 µm
1773	U	OK	2 µm	1953	Px	OZ	Ø 3 µm
1785	Px	V	Ø 7µm, 13 µm	2035	U	OZ	1,5 µm
1795	-	OK	-	2049	-	-	-
1816	U	OK	2 µm	2056	U	OZ	1 µm
1819	Px	OK	Ø 3µm	2058	U	OZ	0,5 µm
1830	UP	OZ	1 µm, Ø 0,5 µm	2084	U	OK	1 µm
1841	U	OK	1 µm	2124	P	OK	Ø 0,5 µm
1873	U	OK	1 µm	2147	UPx	OZ	0,5 µm, Ø 0,5 µm
1895	U	OZ	2 µm	2148	U	OZ	1,5 µm
1904	U	OZ	0,5 µm				

In Abbildung 6.3 sind für drei Proben mit Festigkeiten $R_{b,m} = 1649, 1906$ und 2147 MPa die Bruchflächen dargestellt (die auf Zug beanspruchten Seiten sind in dieser und allen folgenden Abbildungen oben). Versagensursache war bei allen eine Unebenheit in Kombination mit einer Pore bzw. für die festeste Probe mit einer Porenansammlung. Es ist deutlich zu erkennen, dass mit abnehmender Defektgröße die Festigkeit steigt. Die seitlichen Oberflächen weisen eine geringe Rauheit und die Kanten einen kleinen Radius auf. Die Rautiefe als gemittelter Wert aller Zugseiten der 31 Proben beträgt $1,53$ µm mit einer Standardabweichung von $0,41$ µm. Der durchschnittliche Kantenradius, ermittelt als arithmetischer Mittelwert der Radien an der Zugseite von sechs Proben aus dem gesamten Festigkeitsbereich der Charge ($R_{b,m} = 1747, 1753, 1914, 1919, 2124$ und 2148 MPa), beträgt $3,7$ µm bei einer Standardabweichung von $1,5$ µm.

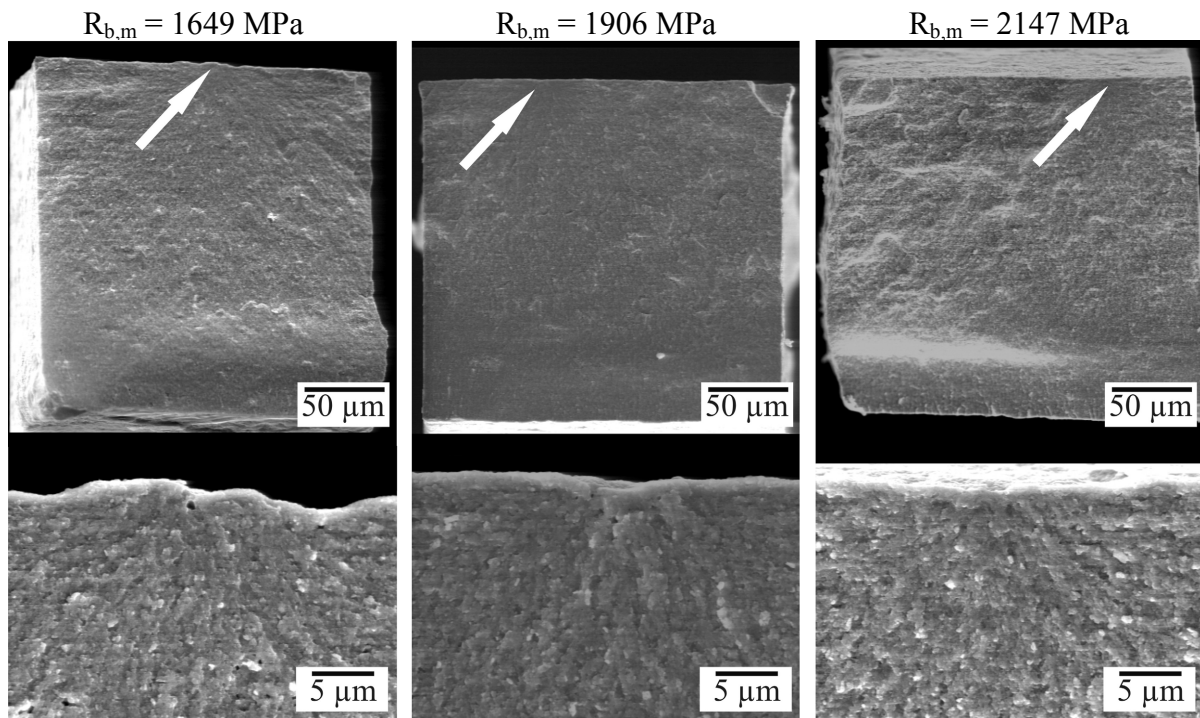


Abbildung 6.3: REM-Bilder von Bruchflächen der Charge A.

6.2.2 Charge B (HM / 1450 °C / 1 h)

Analog zu Charge A ist in Abbildung 6.4 die Weibullverteilung von 33 Proben der drucklos heißgegossenen Charge B dargestellt. Die Festigkeitsverteilung dieser Charge lässt sich recht gut über eine Gerade annähern. Die charakteristische Festigkeit beträgt $\sigma_0 = 1819$ MPa bei einem korrigiertem Modul von $m_{\text{korr}} = 11,5$. Bei der fraktografischen Analyse der Bruchflächen war gemäß Tabelle 6.4 ersichtlich, dass Unebenheiten in 70 % der Fälle die Ursache des Versagens waren. Die Tiefe der Unebenheiten nimmt mit zunehmender Festigkeit von 7 bis auf ca. 1 μm ab. Nur fünf Proben versagten auf Grund von Poren, was sich mit der geringen Porosität von 0,05 % erklären lässt. Dabei trat das Versagen bei zwei Proben durch eine Ansammlung sehr kleiner Poren mit Durchmessern um 1 μm auf, die sich über 4 bzw. 5 μm direkt unter der Oberfläche erstreckte. Bei zwei Proben war das Versagen verursacht durch einen herstellungsbedingten Riss. Jeweils eine Probe versagte durch eine Formabweichung und einen Ausbruch. Wie bei Charge A lässt sich auch hier die Tendenz erkennen, dass die Proben mit größeren Defekten geringere Festigkeiten aufweisen. Als Ausgangsort für das Versagen wurde im niedrigsten Bereich vermehrt die Oberfläche der Kante erkannt, während im höherfesten Bereich das Versagen meist von der Oberfläche der Zugseite ausging. Bei zwei Proben lag die Versagensursache in Form von Unebenheiten auf der Oberfläche der Probenseite. Zur Ermittlung des mittleren Kantenradius wurden sechs Proben ausgewählt, die den gesamt-

ten Festigkeitsbereich der Charge repräsentieren ($R_{b,m} = 1523, 1593, 1820, 1848, 1968$ und 2126 MPa). Der ermittelte Kantenradius der Zugseitenkanten beträgt $2,9 \pm 1,1 \mu\text{m}$. Die Rau-
tiefe dieser Charge beträgt $R_t = 1,22 \mu\text{m}$ bei einer Standardabweichung von $0,19 \mu\text{m}$.

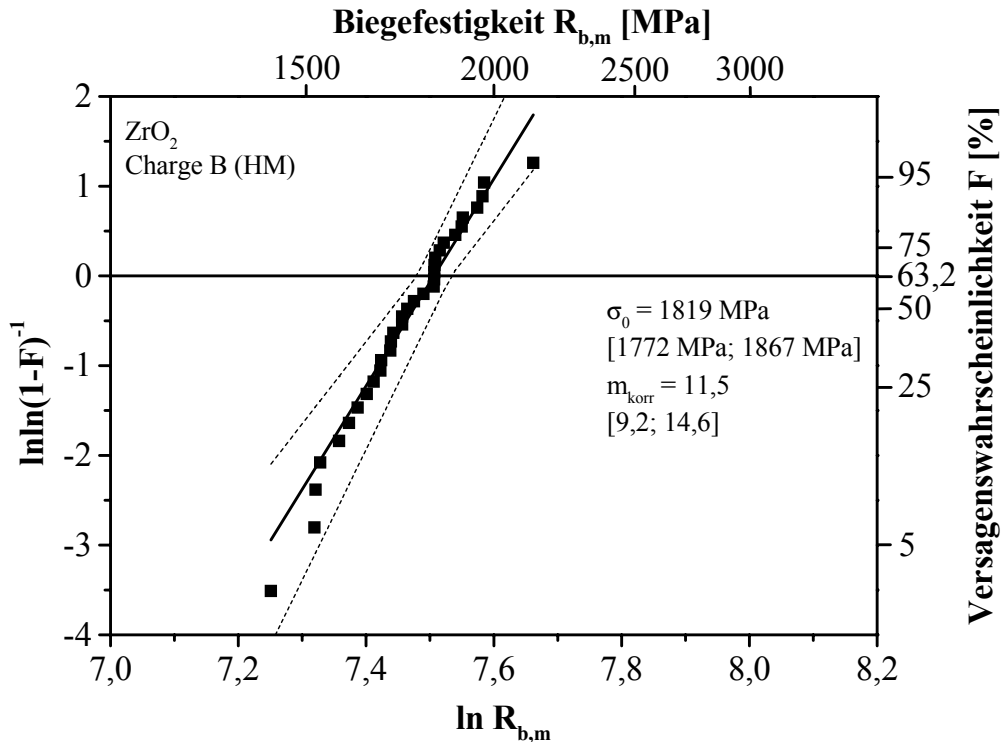


Abbildung 6.4: Weibulldiagramm der drucklos heißgegossenen Charge B.

Tabelle 6.4: Ergebnisse der Bruchflächenanalyse der Charge B.

$R_{b,m}$ [MPa]	Fehler			$R_{b,m}$ [MPa]	Fehler		
	-art	-ort	-größe		-art	-ort	-größe
1410	R	OK	10 μm	1764	U	OZ	1 μm
1509	UPx	OZ	2,5 μm , \emptyset 2 μm	1790	G+U	OKS	2,5 μm , 1,5 μm
1512	Px	OZ	5 μm , \emptyset 0,5 μm	1819	U	OZ	1 μm
1523	U	OK	6 μm	1820	G	OKS	4 μm
1568	R+G	OK	16 μm tief, 4 μm	1821	-	-	-
1593	F	OK	8 μm	1821	U	OK	0,5 μm
1615	A	OK	5 x 12 μm^2	1823	U	OZ	0,5 μm
1638	U	OK	-	1836	U	OZ	0,5 μm
1656	UPx	OZ	1 μm , \emptyset 1 μm	1848	-	-	-
1673	U	OK	5 μm	1881	G	OK	2 μm
1675	U	OZ	1,5 μm	1900	U	OZ	0,5 μm
1700	U	OZ	1 μm	1904	-	-	-
1701	G	OKS	3 μm	1947	U	OZ	\emptyset 0,5 μm
1708	U	OZ	1 μm	1963	Px	OZ	4 μm , \emptyset <0,5 μm
1731	UP	OZ	1 μm , \emptyset 1 μm	1968	U	OZ	1 μm
1731	P	OZ	\emptyset 1 μm	2126	U	OZ	1 μm
1745	U	OK	5 μm				

In Abbildung 6.5 sind die Bruchflächen von drei Proben gezeigt. Die Probe mit $R_{b,m} = 1568$ MPa versagte auf Grund eines ca. $16 \mu\text{m}$ tief gehenden Oberflächenanrisses an der Kante in Kombination mit einem Grat auf der Seitenfläche. Eine Unebenheit auf der seitlichen Oberfläche führte bei der Probe mit $R_{b,m} = 1790$ MPa zum Versagen. Bei der Probe mit $R_{b,m} = 1963$ MPa ist direkt unter der Oberfläche eine lang gestreckte Ansammlung kleiner Poren zu erkennen.

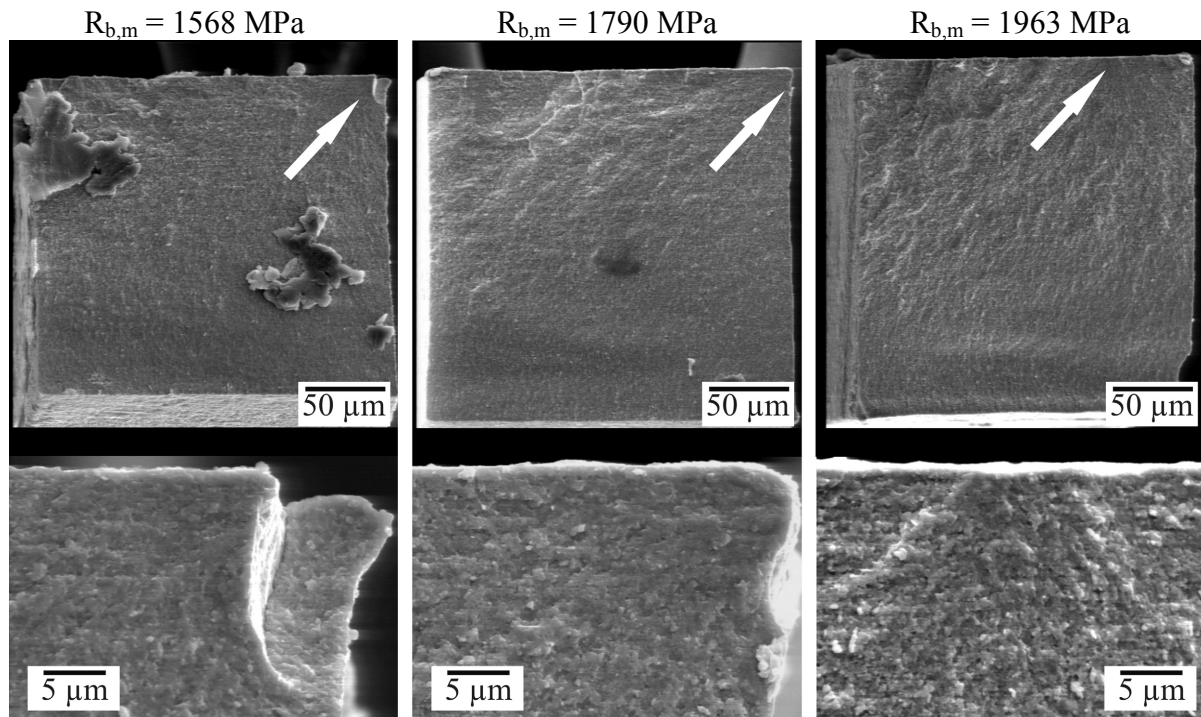


Abbildung 6.5: REM-Bilder von Bruchflächen der Charge B.

6.2.3 Charge C (HM / 1300 °C / 10 h)

Die drucklos heißgegossene Charge C, für die 33 Proben untersucht wurden, weist mit einer charakteristischen Festigkeit σ_0 von 1836 MPa ähnliche Eigenschaften wie Charge B auf. Allerdings ist die Streuung geringer, was zu einem höheren korrigierten Weibullmodul von 15,7 führt. Auch die Verteilung dieser Charge lässt sich gut mit einer Weibulllinie annähern. Die Fehlercharakterisierung in Tabelle 6.5 zeigt, dass 25 der 33 Proben (also ca. 75 %) an Poren und Porenansammlungen versagten, obwohl die Porosität der Charge C mit 0,13 % eigentlich gering ist. Die restlichen Proben versagten auf Grund von Rissen und Ausbrüchen (je eine Probe), Graten (drei Proben) und Unebenheiten (fünf Proben), die einzeln oder in Kombination auftraten. Der Versagensausgang war bei 21 Proben (64 %) auf der zugbeanspruchten Oberfläche zu finden, während Defekte an der Oberfläche der Kante nur achtmal

(24 %) zum Bruch führten. Lediglich drei Proben versagten durch einen Defekt im Volumen, wobei hier bei der schwächsten Probe der Charge mit einer Festigkeit von 1392 MPa ein Riss von der Seitenfläche in einem Abstand von 9 μm zu der auf Zug beanspruchten Oberfläche ca. 24 μm in die Probe hinein verlief. Aus diesem Grund weicht diese Probe auch im Weibulldiagramm (siehe Abbildung 6.6) am stärksten von der idealerweise linearen Verteilung ab. Die beiden anderen Proben mit Volumenversagen mit Festigkeiten von 1814 und 1901 MPa versagten an Porenansammlungen, die jeweils ca. 5 μm unter der Oberfläche lagen und Größen von 3 auf 6 μm^2 bzw. 10 auf 5 μm^2 (Breite und Tiefe der Ansammlung) aufwiesen. Für drei Proben konnte die Ursache nicht eindeutig identifiziert werden. Da sich aus Tabelle 6.5 keine Unterschiede in der Verteilung von Fehlerart und -ort ergeben, wird keine separate Auswertung nach Weibull für die unterschiedlichen Defekte durchgeführt.

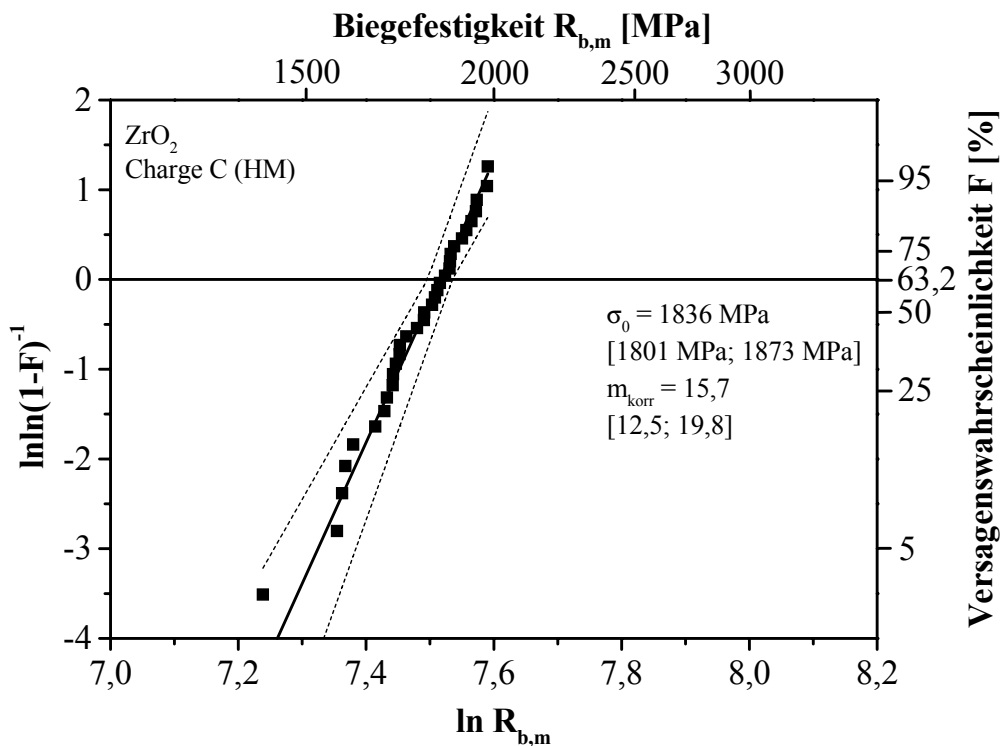


Abbildung 6.6: Weibulldiagramm der drucklos heißgegossenen Charge C.

In Abbildung 6.7 sind die Bruchflächen von drei Proben mit Festigkeiten $R_{b,m} = 1392$, 1725 und 1901 MPa dargestellt. Gut zu erkennen ist bei der Probe mit einer Bruchfestigkeit von 1392 MPa der herstellungsbedingte Anriss an der Seite. Bei der Probe, die bei einer Belastung von 1725 MPa versagte, war eine quasi linienförmige Porenansammlung direkt unter der Oberfläche verantwortlich, während bei der Probe mit $R_{b,m} = 1901$ MPa eine globulare Porenansammlung im Volumen zum Versagen geführt hat. Der Kantenradius der Zugseitenkanten wurde an sechs Proben aller Festigkeitsbereiche (mit $R_{b,m} = 1660$, 1714, 1792, 1814, 1852

und 1878 MPa) ermittelt und beträgt $4,2 \pm 2,8 \mu\text{m}$. Die Rautiefe dieser Charge war mit $R_t = 1,11 \mu\text{m}$ bei einer Standardabweichung von $0,24 \mu\text{m}$ ähnlich gering wie bei Charge B.

Tabelle 6.5: Ergebnisse der Bruchflächenanalyse der Charge C.

$R_{b,m}$ [MPa]	Fehler			$R_{b,m}$ [MPa]	Fehler		
	-art	-ort	-größe		-art	-ort	-größe
1392	R	V	9 μm , 24 μm	1814	Px	V	5 μm , 3x6 μm^2
1563	Px	OZ	\varnothing 4 μm	1822	A	OK	10x60 μm^2
1576	Px	OZ	\varnothing 3 μm	1829	-	OZ	-
1584	Px	OZ	\varnothing 5 μm	1837	UP	OZ	1 μm , 1 μm
1603	UPx	OZ	1 μm , 0,5x8 μm^2	1852	Px	OK	1x5 μm^2
1660	G	OKS	1,5 μm	1864	Px	OZ	\varnothing 5 μm
1674	-	OZ	-	1866	-	OK	-
1691	Px	OZ	\varnothing 5 μm	1868	P	OZ	\varnothing 1,5 μm
1706	Px	OZ	\varnothing max 10 μm	1878	Px	OK	\varnothing 1x5 μm^2
1706	UP	OZ	2 μm , \varnothing 0,5 μm	1901	Px	V	5 μm , 10x5 μm^2
1714	G+U	OK	2 μm , 2 μm	1914	-	OZ	-
1724	P+G	OK	0,5 μm , 4 μm	1929	P	OZ	7x2,5 μm^2
1725	UPx	OZ	1 μm , 0,5x10 μm^2	1943	Px	OZ	\varnothing 2 μm
1742	P	OZ	\varnothing 1 μm	1946	Px	OZ	\varnothing 5 μm
1772	P	OZ	\varnothing 1,5 μm	1977	P	OZ	\varnothing 1 μm
1791	Px	OK	\varnothing 1 μm	1979	P	OZ	\varnothing 1,5 μm
1792	P	OK	\varnothing 0,5 μm				

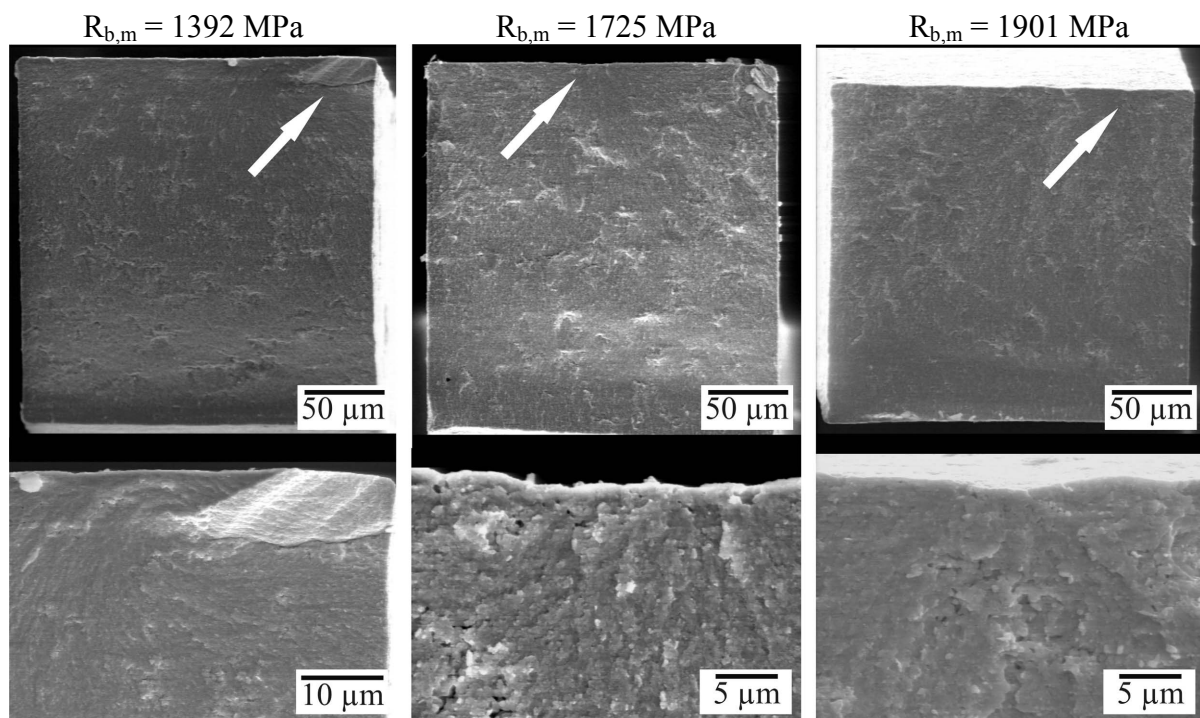


Abbildung 6.7: REM-Bilder von Bruchflächen der Charge C.

6.2.4 Charge D (HM / 1450 °C / 1 h)

In Abbildung 6.8 ist die Weibullverteilung der drucklos heißgegossenen Charge D dargestellt, für die 30 Proben getestet wurden. Mit einer charakteristischen Festigkeit von $\sigma_0 = 2821$ MPa weist sie den höchsten Wert der untersuchten Chargsen auf. Der korrigierte Weibullmodul beträgt $m_{\text{korrr}} = 11,6$. Die Proben dieser Charge weisen sehr stark verrundete Kanten auf. Daher wurden für alle 30 Proben die Kantenradien bestimmt. Die ermittelten Radien liegen zwischen 12 und 46 μm , als Mittelwert der Kantenradien der Zugseiten ergab sich ein Wert von 29,2 μm mit einer Standardabweichung von 5,0 μm . Wie bereits in Kapitel 4.1 beschrieben wurde, ist die Vermessung mittels konfokaler Weißlichtmikroskopie bei geneigten Oberflächen, wie es bei verrundeten Kanten auftritt, mit großen Messfehlern behaftet. Die Messungen ergeben eine durchschnittliche Probenquerschnittsabmessung von ca. 175 μm . Real liegt dieser Wert zwischen 190 und 210 μm , wie es auch Abbildung 6.9 zu entnehmen ist. Daher wurde für die Berechnung der Bruchfestigkeiten ein Mittelwert für die Höhe und Breite der Proben verwendet, der aus den Probenquerschnittsabmessungen von 15 Proben ermittelt wurde. Die durchschnittliche Probenabmessung betrug 202,9 μm bei einer Standardabweichung von 4,3 μm . Wie in Kapitel 6.4 noch gezeigt wird, ist der dadurch entstehende Fehler für den Wert der charakteristischen Festigkeit der Charge mit unter 1 % vernachlässigbar klein.

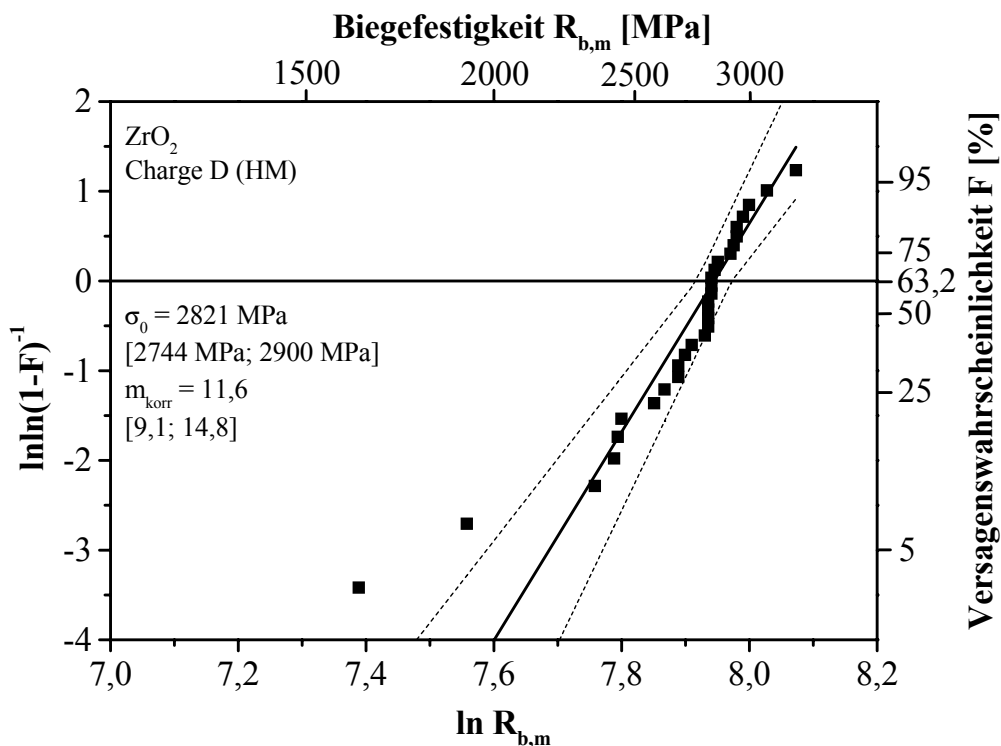


Abbildung 6.8: Weibulldiagramm der drucklos heißgegossenen Charge D.

Wie aus Tabelle 6.6 zu entnehmen ist, war bei 50 % der Proben eine Pore bzw. eine Porenanhäufung für das Versagen maßgeblich, 20 % der Brüche wurden durch Spannungsüberhöhungen auf Grund von Unebenheiten der Oberfläche verursacht. Bei 30 % konnte keine Ursache festgestellt werden. Die Größen der Poren bilden zwei Klassen. Entweder waren Durchmesser der Poren mit unter $0,5 \mu\text{m}$ sehr klein oder mit 10 bis $20 \mu\text{m}$ sehr groß. Beispiele sind in Abbildung 6.9 dargestellt.

Tabelle 6.6: Ergebnisse der Bruchflächenanalyse der Charge D.

$R_{b,m}$ [MPa]	Fehler			$R_{b,m}$ [MPa]	Fehler		
	-art	-ort	-größe		-art	-ort	-größe
1617	UPx	OZ	$5 \mu\text{m}, \varnothing 3,5 \mu\text{m}$	2795	P	OK	$\varnothing 0,5 \mu\text{m}$
1915	Px	OZ	$\varnothing 20 \mu\text{m}$	2795	-	OK	-
2341	UP	OK	$0,5 \mu\text{m}, \varnothing 1 \mu\text{m}$	2809	-	OZ	-
2412	U	OZ	$1 \mu\text{m}$	2809	P	V	$6 \mu\text{m}, 5 \times 10 \mu\text{m}^2$
2426	P	OZ	$\varnothing 1,5 \mu\text{m}$	2809	-	OZ	-
2440	P	OZ	$\varnothing 0,5 \mu\text{m}$	2823	U	OZ	$0,5 \mu\text{m}$
2568	P	OK	$\varnothing 0,5 \mu\text{m}$	2838	Px	OZ	$\varnothing 1 \mu\text{m}$
2611	-	OZ	-	2894	U	OZ	$0,5 \mu\text{m}$
2667	P	OZ	$\varnothing 1,5 \mu\text{m}$	2909	-	OZ	-
2667	P	OK	$\varnothing 0,5 \mu\text{m}$	2923	P	OK	$\varnothing 0,5 \mu\text{m}$
2696	U	OZ	$0,5 \mu\text{m}$	2923	-	OK	-
2724	P	V	$20 \mu\text{m}, \varnothing 16 \mu\text{m}$	2951	P	OZ	$0,5 \mu\text{m}$
2781	-	OZ	-	2979	-	OZ	-
2795	-	OZ	-	3065	U	OZ	$2 \mu\text{m}, \text{sanft}$
2795	-	OZ	-	3206	Px	OZ	$\varnothing 1 \mu\text{m}$

Derart große Poren wurden auf den Bruchflächen lediglich dreimal gefunden, wobei zwei im Volumen und eine dicht unter der Oberfläche lagen. Die durchschnittliche Porosität der Charge lag bei 0,05 %. In der Weibulldarstellung in Abbildung 6.8 sind die beiden schwächsten Proben mit $R_{b,m} = 1617$ und 1915 Pa nicht innerhalb des 90 %-Konfidenzintervalls. Diese Proben versagen auf Grund nicht repräsentativer Defekte. Eine Auswertung nach der Weibullstatistik ohne diese beiden Proben ergibt eine mit $\sigma_0 = 2855 \text{ MPa}$ geringfügig höhere charakteristische Festigkeit und einen erwartungsgemäß deutlich höheren Modul von $m_{\text{korrt}} = 14,8$.

Anhand der REM-Bilder in Abbildung 6.9 scheint es, als ob der äußerste Bereich der Probe aus einer dichteren Schicht besteht. Dies könnte auf den in Kapitel 2.3.2 beschriebenen Effekt der Defektausheilung hindeuten. Die Randschicht (ca. $1 \mu\text{m}$) erscheint verdichtet und geglättet. Der Prozess, der die oberflächennahen Defekte ausheilt und somit zu hohen Festigkeiten führt, verrundet als Nebeneffekt die Kanten. Entsprechend ist die über alle Zugoberflächen der Proben gemittelte Rautiefe mit $1,05 \pm 0,23 \mu\text{m}$ sehr gering.

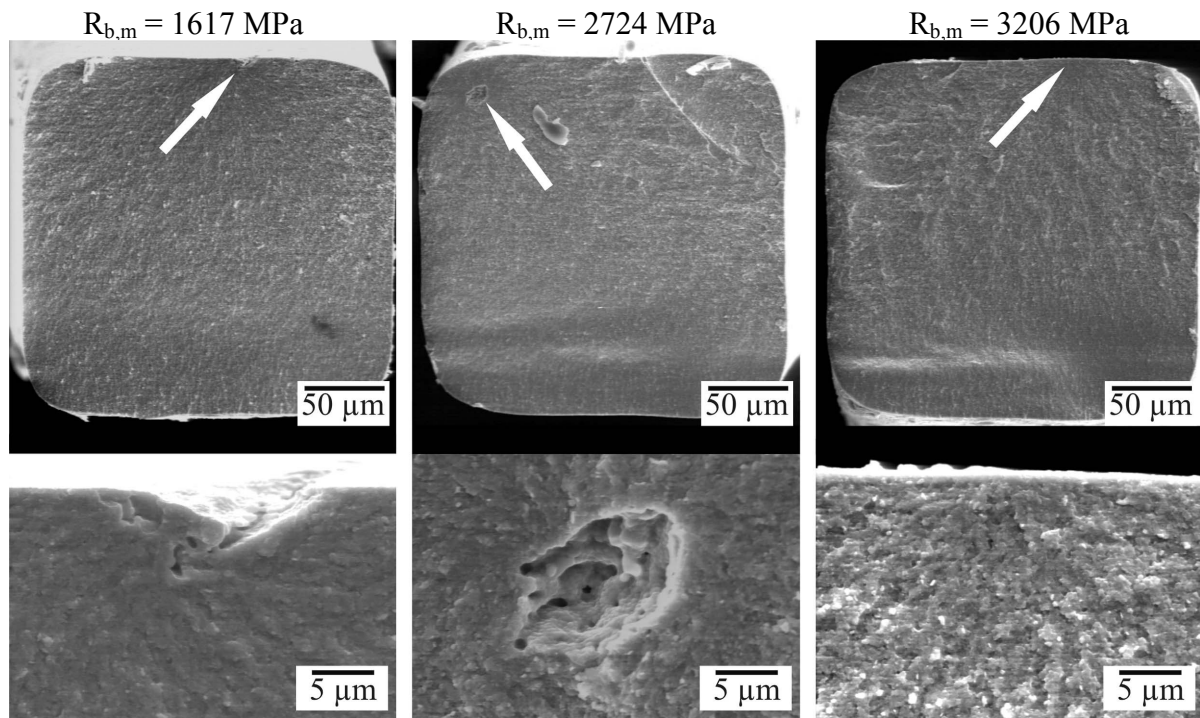


Abbildung 6.9: REM-Bilder von Bruchflächen der Charge D.

6.2.5 Charge E (HM / 1500 °C / 1 h)

Die Weibullverteilung der 32 untersuchten Proben der drucklos heißgegossenen Charge E ist in Abbildung 6.10 dargestellt. Die charakteristische Festigkeit σ_0 beträgt 2245 MPa und weist einen Weibullmodul von $m = 10,6$ auf. Es ist klar zu erkennen, dass für diese Charge die Wahrscheinlichkeits-Festigkeitsverteilung keinen linearen Zusammenhang aufweist. Die Verteilung lässt sich besser mit drei Geraden annähern. Wie aus Tabelle 6.7 hervorgeht, zeigen die fraktografischen Untersuchungen, dass die Proben mit niedrigen Festigkeiten von $R_{b,m} = 1891$ bis 2091 MPa überwiegend an Defekten an der Kante der Proben versagten, während bei den Proben mit mittleren Festigkeiten von $R_{b,m} = 2095$ bis 2270 MPa der Bruch meist von Fehlern auf der zugbeanspruchten Oberfläche ausging. Bei den höchstfesten Proben konnte keine Häufung des Fehlerortes erkannt werden. Sie versagten ausgehend von Defekten an der Kante, Zugoberfläche und im Übergangsbereich zum Volumen. Da sich die Proben bzgl. des Ortes des Fehlers relativ klar, aber nicht eindeutig untergliedern lassen, ist im Weibulldiagramm in Abbildung 6.11 die Charge für die drei Festigkeitsbereiche separat ausgewertet. Bei den höherfesten Proben lässt sich meist nur der Ort der Rissausbreitung erkennen. Die versagenskritischen Defekte sind nicht klar zu identifizieren.

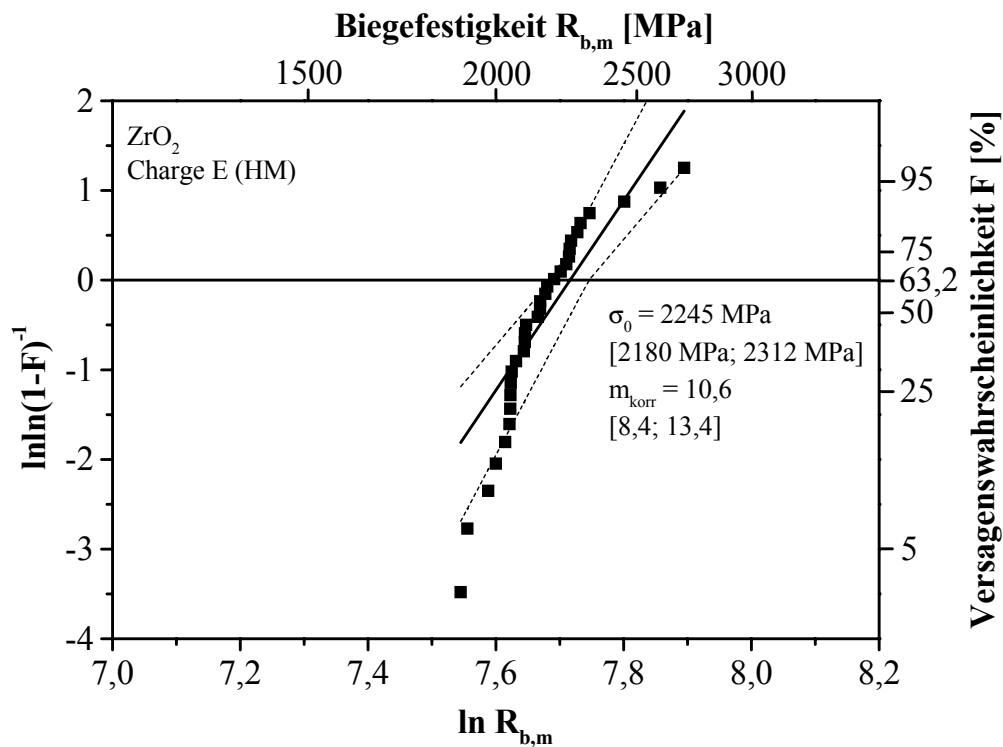


Abbildung 6.10: Weibulldiagramm der drucklos heißgossenen Charge E.

Tabelle 6.7: Ergebnisse der Bruchflächenanalyse der Charge E.

$R_{b,m}$ [MPa]	Fehler			$R_{b,m}$ [MPa]	Fehler		
	-art	-ort	-größe		-art	-ort	-größe
1891	P	OK	3x8 μm^2	2141	F	OK	-
1911	-	OK	-	2142	U	OZ	1 μm
1975	-	OK	-	2159	U	OZ	2 μm
1998	UP	OK	0,5 μm , \emptyset 0,5 μm	2166	Px	OZ	\emptyset 1 μm
2028	UPx	OZV	4 μm , \emptyset 50 μm	2189	U	OK	1 μm
2042	U	OZ	1 μm	2212	-	OK	-
2044	U	OK	1 μm	2232	U	OZ	1 μm
2045	-	OZ	-	2241	-	OK	-
2045	U	OZ	1 μm	2243	-	OZ	-
2048	U	OK	3 μm	2248	-	OZ	-
2062	U	OZ	1 μm	2270	-	OZ	-
2088	F	OZ	3 μm , sanft	2282	-	OK	-
2091	U	OZ	2 μm	2314	-	-	-
2092	P	OK	\emptyset 3 μm	2444	U	OZ	1 μm
2095	U	OZ	1 μm	2585	UPx	OZV	1 μm , \emptyset 3 μm
2134	U	OZ	1,5 μm	2683	-	OZV	-

Wie aus Abbildung 6.11 ersichtlich ist, können die drei Bereiche bei der getrennten Auswertung sehr gut mit jeweils einer Geraden angenähert werden. Die Stärke der Streuung hat bei der separaten Auswertung für den niedrig- und mittelfesten Bereich stark abgenommen, was durch die sehr großen Moduln von 43,4 bzw. 43,2 zum Ausdruck kommt. Für die höchstfes-

ten Proben bleibt sie mit $m_{\text{korr}} = 11,8$ auf einem normalen Niveau. Die charakteristischen Festigkeiten der drei Bereiche weichen mit Werten von 2052, 2216 und 2535 MPa deutlich voneinander ab und auch die 90 %-Vertrauensintervalle überschneiden sich nur geringfügig. Eine mögliche Erklärung hierfür wäre ein Unterschied im Versagensverhalten der Proben. Da der beobachtete Effekt „Ort des Bruchausgangs“ nicht eindeutig ist, sondern einen tendenziellen Charakter hat, ist auch ein möglicher Effekt der mit 32 Proben unzureichenden Statistik nicht auszuschließen.

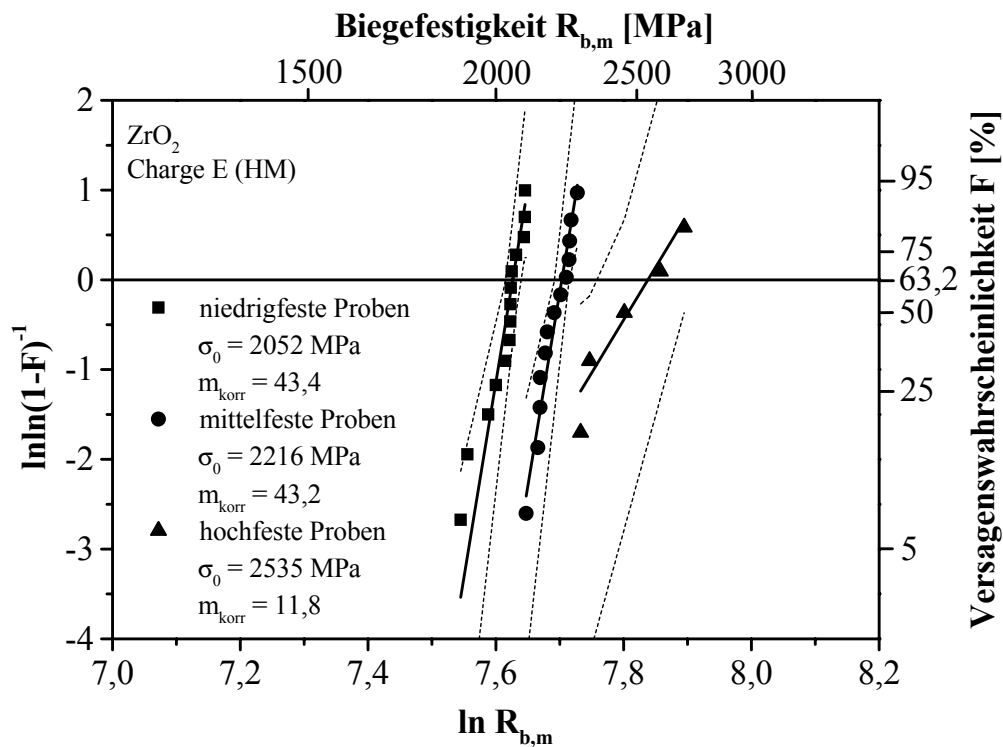


Abbildung 6.11: Weibulldiagramm der Charge E mit separaten Betrachtungen bzgl. der Probenfestigkeit.

In Abbildung 6.12 sind Bruchflächen von Proben aus den drei Festigkeitsbereichen dargestellt. Die schwächere Probe mit $R_{b,m} = 2048$ MPa weist einen Defekt an der Kante auf, die Probe mit $R_{b,m} = 2134$ MPa versagte an einer Unebenheit der Oberfläche und bei der mit 2585 MPa festesten Probe führte eine Porenansammlung im Volumen zum Bruch.

Die Gesamtporosität der Charge E betrug 0,15 %. Die über alle auf Zug beanspruchten Oberflächen gemittelte Rautiefe R_t beträgt $1,36 \pm 0,34$ μm . Der Kantenradius wurde an sechs Proben aller Festigkeitsbereiche ($R_{b,m} = 1891, 1911, 2159, 2166, 2585$ und 2683 MPa) zu $11,5$ μm bei einer Standardabweichung von $4,8$ μm ermittelt.

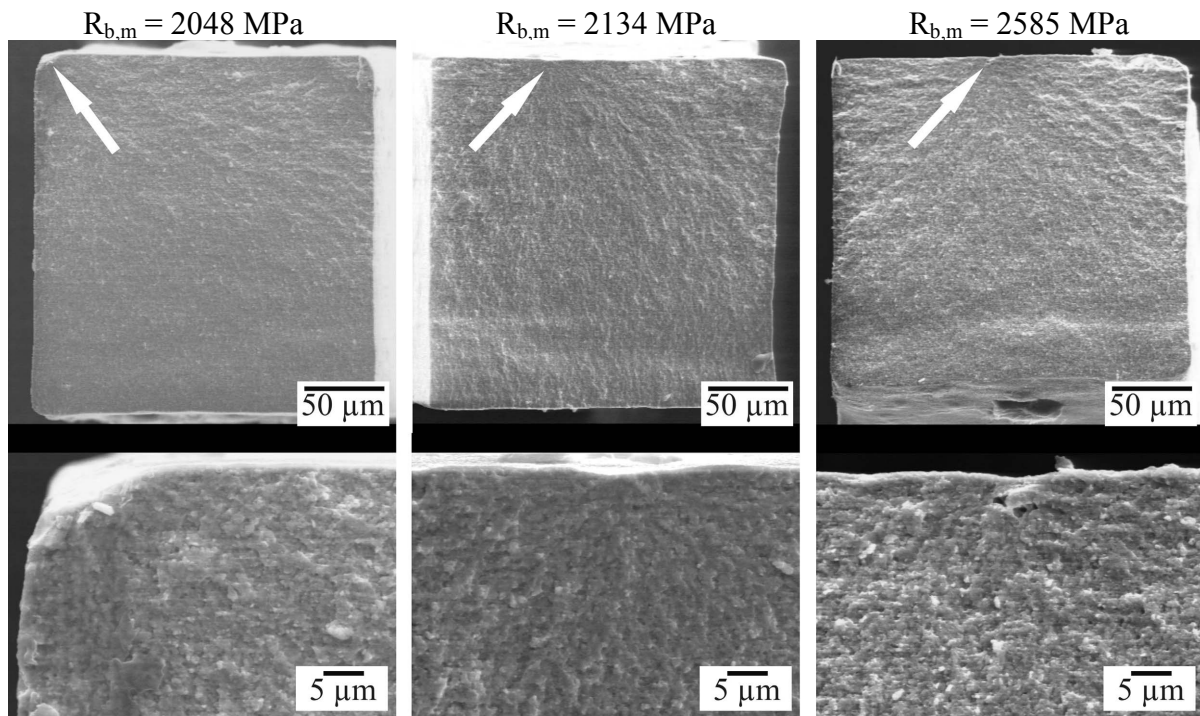


Abbildung 6.12: REM-Bilder von Bruchflächen der Charge E.

6.2.6 Charge F (HM / 1400 °C / 1 h)

Abbildung 6.13 zeigt das Weibulldiagramm mit den 28 untersuchten Proben der drucklos heißgegossenen Charge F. Die Verteilung lässt sich sehr gut mit einer Geraden annähern. Charge F weist eine charakteristische Festigkeit von 2214 MPa und einen Weibullmodul von 13,2 auf. Die Analyse der Bruchflächen bzgl. des Versagensursprungs ergibt, dass bei acht Proben eine Pore oder eine Porenansammlung mit Durchmessern zwischen 1 und 8 µm die Ursache des Versagens war. Diese Proben liegen überwiegend im Bereich der niedrigeren Festigkeiten von Charge F. 18 Proben versagten auf Grund von Unebenheiten, die zwischen 0,5 und 2 µm tief sind. Auffällig ist, dass diese Unebenheiten sich zum Teil über einen Bereich von bis zu 20 µm über die Breite der Probe hinziehen. Wie bereits in Kapitel 3.3 beschrieben wurde, weisen die meisten Proben dieser Charge eingefallene Oberflächen auf. Dies führt zu einer stärkeren Belastung der Kanten. Zwei Proben im unteren Festigkeitsbereich versagten ausgehend von einem Formfehler der Probe an der Kante.

Die Bruchausgänge liegen ungefähr zu gleichen Teilen an der Kante und an der Oberfläche der Zugseite (bei 12 bzw. 16 Proben). Die Probe mit $R_{b,m} = 2335$ MPa versagte auf Grund einer Porenansammlung mit ca. 3 µm Durchmesser dicht unter der Oberfläche einer seitlichen Probenoberfläche. Der Abstand zur zugbeanspruchten Oberfläche beträgt ca. 8 µm. In Tabelle

6.8 sind die Proben dieser Charge nach der Bruchspannung sortiert und die jeweilige Versagensursache aufgeführt.

Charge F weist mit $1,20 \pm 0,30 \mu\text{m}$ einen ähnlich niedrigen Mittelwert der Rautiefe R_t wie die bisherigen Chargen auf. Der Kantenradius ist mit $6,7 \pm 3,8 \mu\text{m}$ im mittleren Bereich (ermittelt als Mittelwert der Proben mit $R_{b,m} = 1782, 1836, 2118, 2130, 2407$ und 2476 MPa).

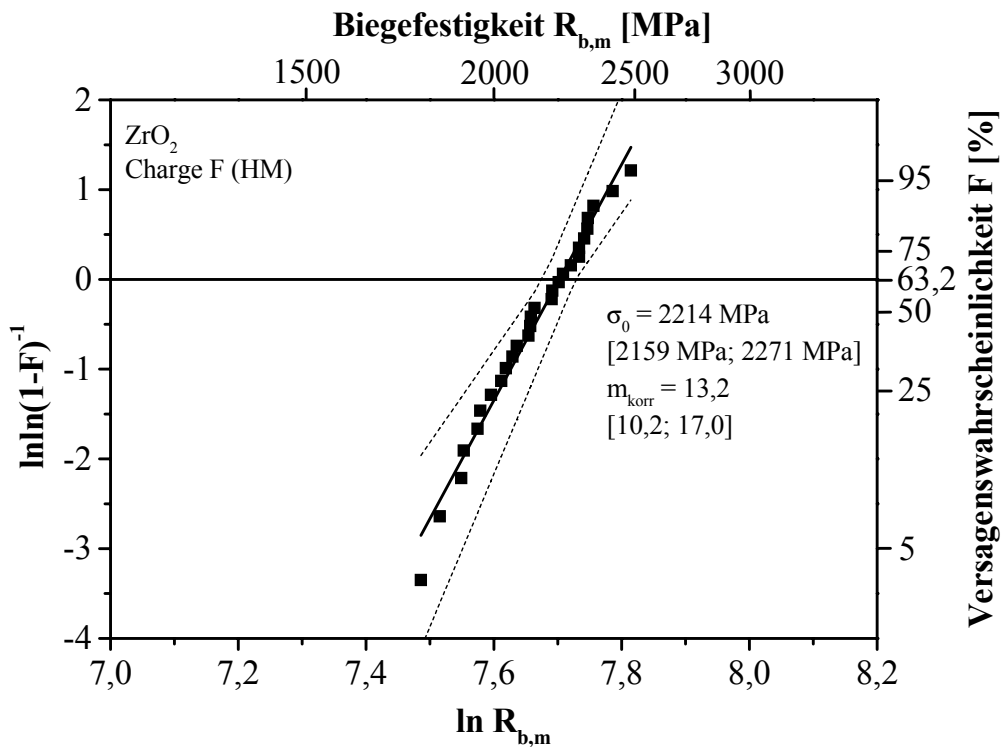


Abbildung 6.13: Weibulldiagramm der drucklos heißgegossenen Charge F.

Tabelle 6.8: Ergebnisse der Bruchflächenanalyse der Charge F.

$R_{b,m}$ [MPa]	Fehler			$R_{b,m}$ [MPa]	Fehler		
	-art	-ort	-größe		-art	-ort	-größe
1782	Px	OZ	$6 \times 2 \mu\text{m}^2$	2130	U	OZ	$1 \mu\text{m}$
1836	UP	OZ	$1,5 \mu\text{m}, \varnothing 0,5 \mu\text{m}$	2188	U	OZ	$0,5 \mu\text{m}$
1899	Ux	OK	$1 \mu\text{m}$	2190	U	OK	$2 \mu\text{m}$
1907	Px	OK	$10 \times 20 \mu\text{m}^2$	2212	B	OK	nicht eindeutig
1948	U	OK	$0,5 \mu\text{m}$	2227	U	OZ	$0,5 \mu\text{m}$
1957	F	OK	$20 \times 8 \mu\text{m}^2$	2254	U	OZ	$1 \mu\text{m}$ über $15 \mu\text{m}$
1990	U	OZ	$2 \mu\text{m}$	2284	U	OK	$1 \mu\text{m}$
2022	U	OK	$2 \mu\text{m}$	2284	U	OZ	$1 \mu\text{m}$
2036	P	OK	$0,5 \mu\text{m}$	2302	U	OK	$0,5 \mu\text{m}$
2058	U	OS	$1 \mu\text{m}$	2313	A	OK	$\varnothing 1 \mu\text{m}$
2071	UP	OZ	$0,5 \mu\text{m}, \varnothing 0,5 \mu\text{m}$	2315	U	OZ	$1,5 \mu\text{m}$
2109	Px	OZV	$\varnothing 9 \mu\text{m}$	2335	Px	OS	$\varnothing 3 \mu\text{m}$
2116	F	OK	$10 \times 10 \mu\text{m}^2$	2407	U	OZ	$1,5 \mu\text{m}$
2118	P	OZ	$\varnothing 0,5 \mu\text{m}$	2476	U	OZ	$1 \mu\text{m}$

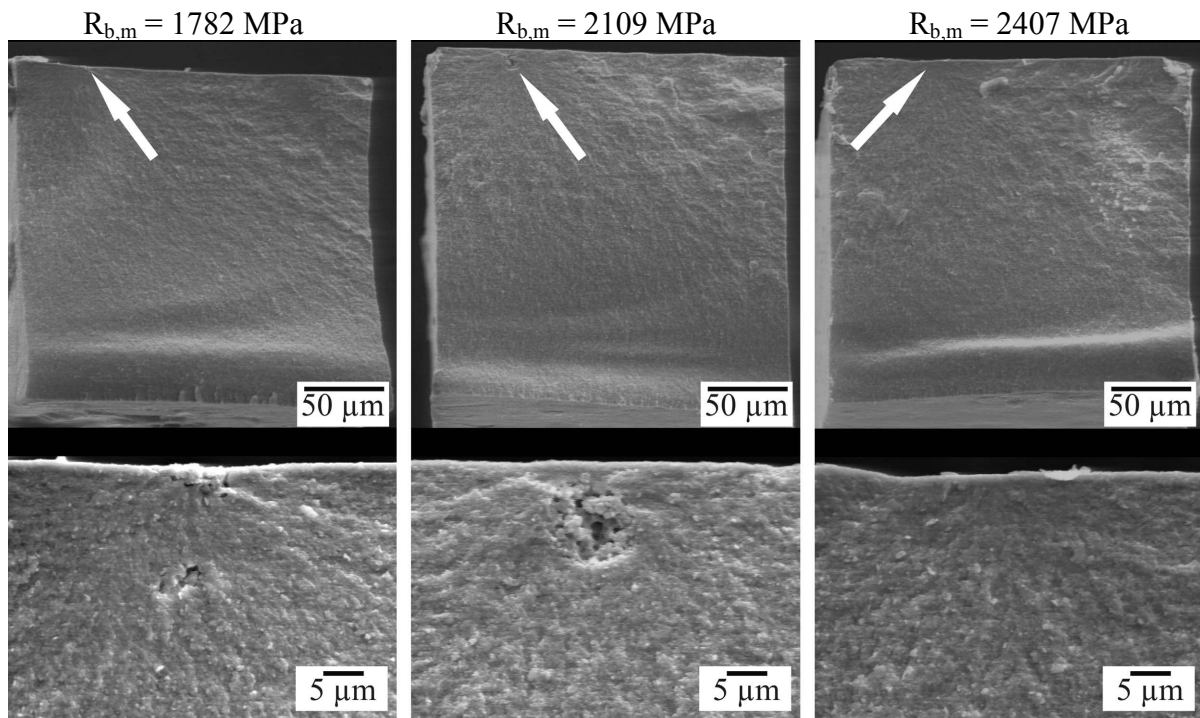


Abbildung 6.14: REM-Bilder von Bruchflächen der Charge F.

In Abbildung 6.14 sind Bruchflächen von drei Proben im Rasterelektronenmikroskop dargestellt. Bei der Probe mit $R_{b,m} = 1782$ MPa ist eine große Ansammlung kleiner Poren dicht unter der Oberfläche zu erkennen. Die Porenansammlung der Probe mit $R_{b,m} = 2109$ MPa ist im Durchmesser wesentlich größer, allerdings liegt sie deutlich tiefer im Übergangsbereich von Oberfläche zum Volumen. Die Bruchursache der Probe mit $R_{b,m} = 2407$ MPa konnte nicht eindeutig festgestellt werden. Zwar ist in der Nähe des Bruchausgangs eine sanfte Unebenheit, aber an der Stelle selbst ist kein Defekt zu erkennen.

6.2.7 Charge G (LPIM / 1500 °C / 1 h)

Charge G wurde mittels Niederdruckspritzgießen hergestellt. Abbildung 6.15 zeigt die Verteilung der 27 untersuchten Proben im Weibulldiagramm, die in guter Annäherung eine lineare Verteilung aufweist. Die charakteristische Festigkeit σ_0 ist mit 1961 MPa im unteren Festigkeitsbereich der bisher betrachteten drucklos heißgegossenen Chargen. Der Weibullmodul liegt mit 12,5 im üblichen Bereich für ZrO_2 .

Wie die Analyse der Bruchflächen in Tabelle 6.9 erkennen lässt, liegt die Ursache für das Versagen in 22 Fällen, also zu 81 %, an den Kanten der Proben. Nur vier Proben (15 %) versagten an der Oberfläche der Zugseite und fünf ausgehend von einem Grat an der Kante der seitlichen Oberfläche. Eine Zuordnung der Fehlerart war bei vier Proben nicht möglich.

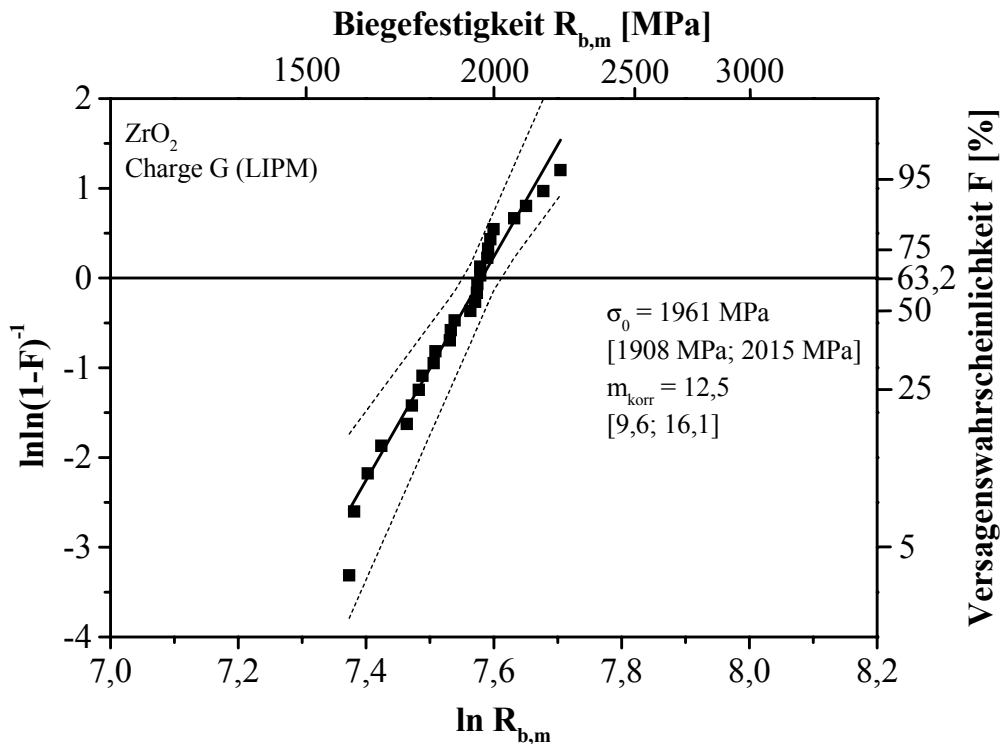


Abbildung 6.15: Weibulldiagramm der niederdruckspritzgegossenen Charge G.

Auffällig ist das häufige Auftreten von Ausbrüchen und Formfehlern, die insgesamt zehnmal festgestellt wurden. Bei der Betrachtung der Bruchflächen fällt weiterhin auf, dass 14 Proben (52 %) Grate an den Kanten aufweisen, wobei hier auch die Kanten beachtet wurden, die auf Druck beansprucht waren. Ferner weisen vier Proben eingefallene Seitenflächen auf, was bei der Biegebeanspruchung im Auflager zu einem Punkt- anstatt zu einem Linienkontakt führt und somit zu einer lokal hohen Last, die ein, global für die ganze Probe betrachtet, frühes Versagen zur Folge hat. Poren wurden bei vier Proben als wahrscheinlicher Versagensauslöser gefunden, was der geringen Porosität der Charge G von unter 0,1 % entspricht. Die Kanten weisen überwiegend sehr geringe Radien zwischen 2 und 5 μm auf. Bedingt durch Formfehler an den Kanten kommt es aber im Mittel zu einem Kantenradius von 4,2 μm mit einer relativ hohen Standardabweichung von 3,3 μm (ermittelt anhand der Proben mit $R_{b,m} = 1593$, 1606, 1879, 1956, 2159 und 2218 MPa), wie auch in Abbildung 6.16 zu erkennen ist. In Bezug auf die Oberflächenrauheit weist Charge F mit $1,19 \pm 0,29$ μm einen ähnlich niedrigen Mittelwert der Rautiefe R_t wie die bisherigen Chargen auf.

Beispiele für Bruchflächen von Proben der Charge G sind in Abbildung 6.16 zusammengestellt. Die Probe mit einer Biegebruchspannung $R_{b,m} = 1593$ MPa versagte am Übergang des Grades zur Fläche. Eine leichte Unebenheit war für den Bruch der Probe mit $R_{b,m} = 1744$ MPa verantwortlich und ein großer Formfehler an der Kante führte zum Versagen bei der Probe mit $R_{b,m} = 2102$ MPa.

Tabelle 6.9: Ergebnisse der Bruchflächenanalyse der Charge G.

$R_{b,m}$ [MPa]	Fehler			$R_{b,m}$ [MPa]	Fehler		
	-art	-ort	-größe		-art	-ort	-größe
1593	G+U	OK	5 μm	1941	B	OK	2x5 μm^2
1606	-	OK	-	1946	-	OK	-
1640	G	OK	1 μm	1948	B	OK	2x10 μm^2
1676	B	OK	5x15 μm^2	1956	F+P	OK	0,5 μm , \varnothing 0,5 μm
1744	U	OK	1 μm	1956	P	OZ	\varnothing 0,5 μm
1758	-	OK	-	1978	U	OK	1 μm
1777	U	OZ	1,5 μm	1981	G	OXS	0,5 μm
1787	B	OK	13x3 μm^2	1987	G	OXS	2 μm
1819	G	OXS	3 μm	1998	F	OK	6x4 μm^2
1824	G	OXS	2 μm	2063	Px	OZ	\varnothing 1 μm
1865	F	OK	6x15 μm^2	2102	F	OK	25x10 μm^2
1868	-	-	-	2159	F	OK	1x1 μm^2
1879	P	OZ	\varnothing 1 μm	2218	F	OK	20x5 μm^2
1926	G	OXS	3 μm				

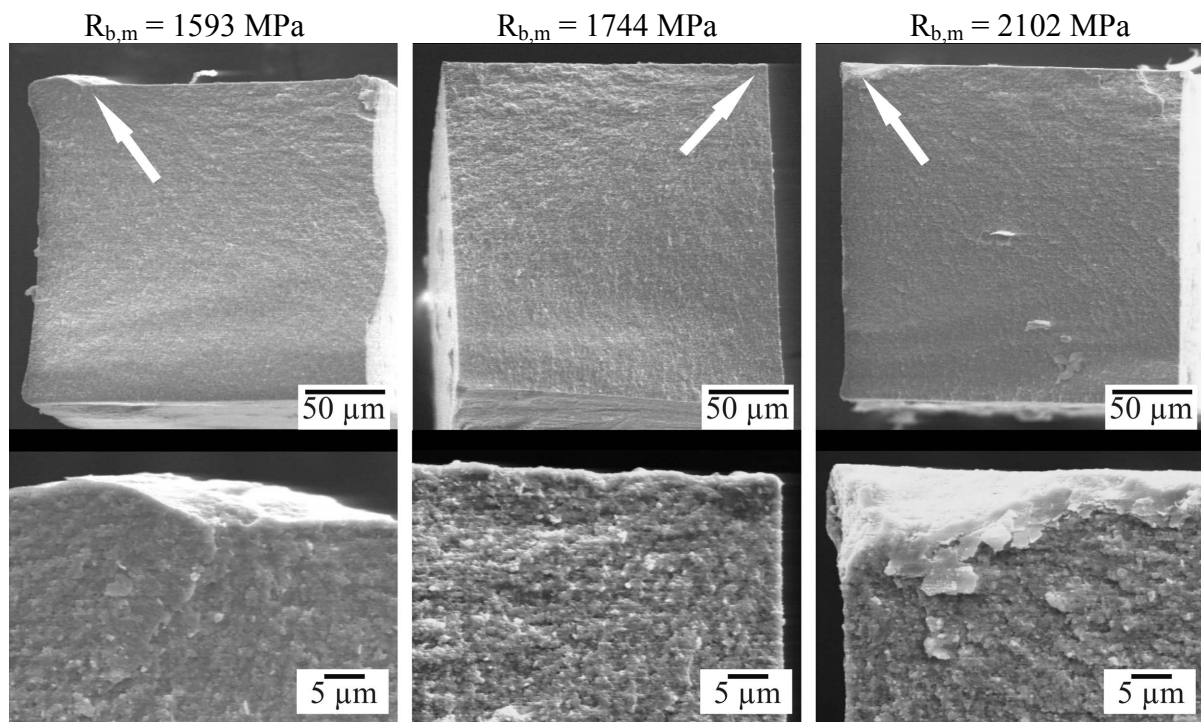


Abbildung 6.16: REM-Bilder von Bruchflächen der Charge G.

6.2.8 Charge H (LPIM / 1400 °C / 1 h)

Von der niederdruckspritzgegossenen Charge H wurden 32 Proben geprüft, deren Weibullverteilung in Abbildung 6.17 dargestellt ist. Die charakteristische Festigkeit liegt mit 1902 MPa unter der von Charge G. Der niedrige Weibullmodul m_{kor} von 8,7 folgt der großen Streuung der ermittelten Biegebruchspannungen.

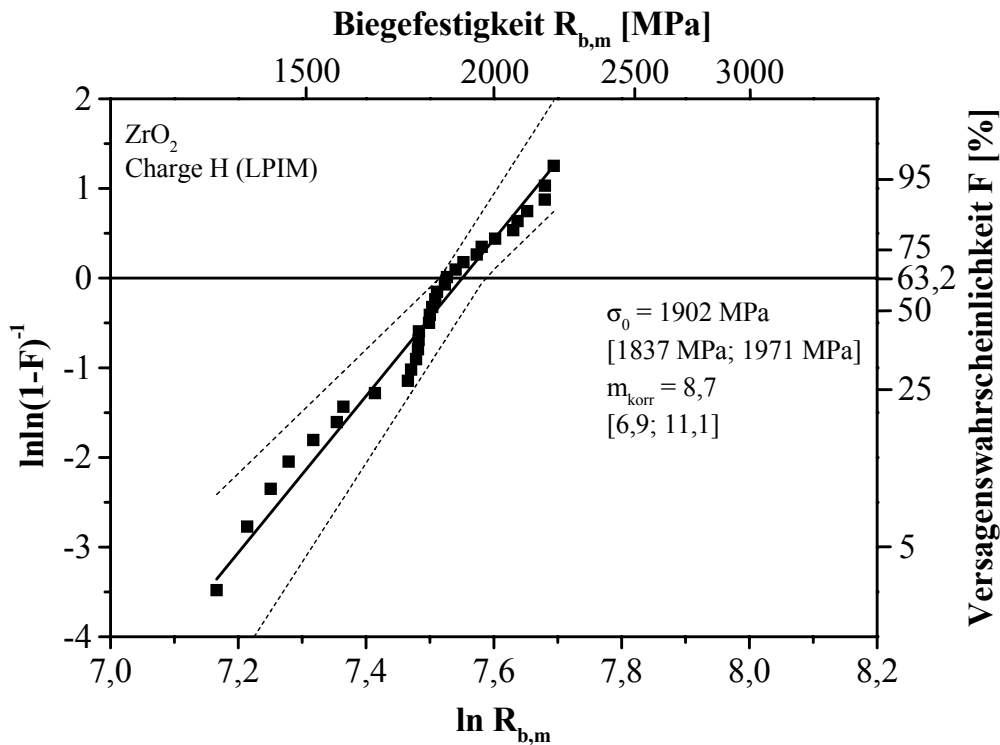


Abbildung 6.17: Weibulldiagramm der niederdruckspritzgegossenen Charge H.

Wie aus Tabelle 6.10 hervorgeht, versagten 17 Proben auf Grund von Poren und Porenansammlungen, einzeln oder in Verbindung mit anderen Fehlern, obwohl die Gesamtporosität der Charge H mit 0,1 % sehr gering ist. Die Poren, die meist Durchmesser von unter 0,5 μm aufweisen, traten bei dieser Charge überwiegend in Ansammlungen mit einigen Mikrometern Durchmesser auf. Diese Ansammlungen befanden sich meist innerhalb der eingangs definierten 5 μm -Oberflächenschicht und lediglich einmal tiefer im Übergangsbereich von Oberfläche zu Volumen. Eine Probe ($R_{b,m} = 1579$ MPa) weist eine sehr große Pore mit Abmessungen von ca. 40 auf 20 μm^2 dicht unter der Oberfläche auf. Die zweithäufigste Versagensursache waren Grate, die durch Fehler in der mikrogefrästen Urform hervorgerufen werden. Die Grate fanden sich zu gleichen Anteilen an der Kante der Zugseite und einer Seitenfläche. Ein Zusammenhang zwischen Fehlerart und erreichter Festigkeit ist nicht zu erkennen. Bei einer Probe konnte lediglich der Fehlerort anhand der Bruchlinien bestimmt werden, nicht aber die Art des Fehlers. Bei einer weiteren war der Bereich des Bruchausgangs herausgebrochen. Die Versagensursache war bei 13 Proben an der Oberfläche der Zugseite, zehnmal an der seitlichen Oberfläche und siebenmal an der Kante. Auch diese Charge weist häufig eingefallene Oberflächen auf. Auffällig ist die Häufigkeit von Grat an den Kanten.

Tabelle 6.10: Ergebnisse der Bruchflächenanalyse der Charge H.

$R_{b,m}$ [MPa]	Fehler			$R_{b,m}$ [MPa]	Fehler		
	-art	-ort	-größe		-art	-ort	-größe
1295	Px	OZ	16x10 μm^2	1815	P	OZ	\varnothing 2 μm
1358	B	OZ	6x28 μm^2	1823	Px	OS	15 μm , \varnothing 5 μm
1409	UPx	OK	1 μm , \varnothing 6 μm	1828	G	OXS	3 μm
1449	F	OK	2x10 μm^2	1851	Px	OZ	\varnothing 2 μm
1506	G	OXS	4 μm	1857	UP	OZ	2 μm , \varnothing 1 μm
1563	Px	OZ	\varnothing 2 μm	1882	Px	OZV	\varnothing 5 μm
1579	P	OZ	40x20 μm^2	1905	G	OK	2 μm über 15 μm
1659	Px	OS	20 μm , \varnothing 10 μm	1946	G	OXS	5 μm
1747	G	OXS	4 μm	1961	UP	OZ	0,5 μm , \varnothing 0,5 μm
1756	G	OXS	2,5 μm	2002	P	OZ	\varnothing 1,5 μm
1769	G	OXS	2 μm	2060	G	OK	1 μm
1775	Px	OS	20 μm , \varnothing 4 μm	2074	P	OZ	\varnothing 0,5 μm
1777	Px	OZ	\varnothing 2 μm	2105	F	OK	10x10 μm^2
1777	GPx	OK	5 μm , \varnothing 3 μm	2164	Px	OZ	\varnothing 2 μm
1806	Ux	OK	0,5 μm	2165	-	OK	-
1808	G	OK	1,5 μm	2195	G	OXS	3 μm

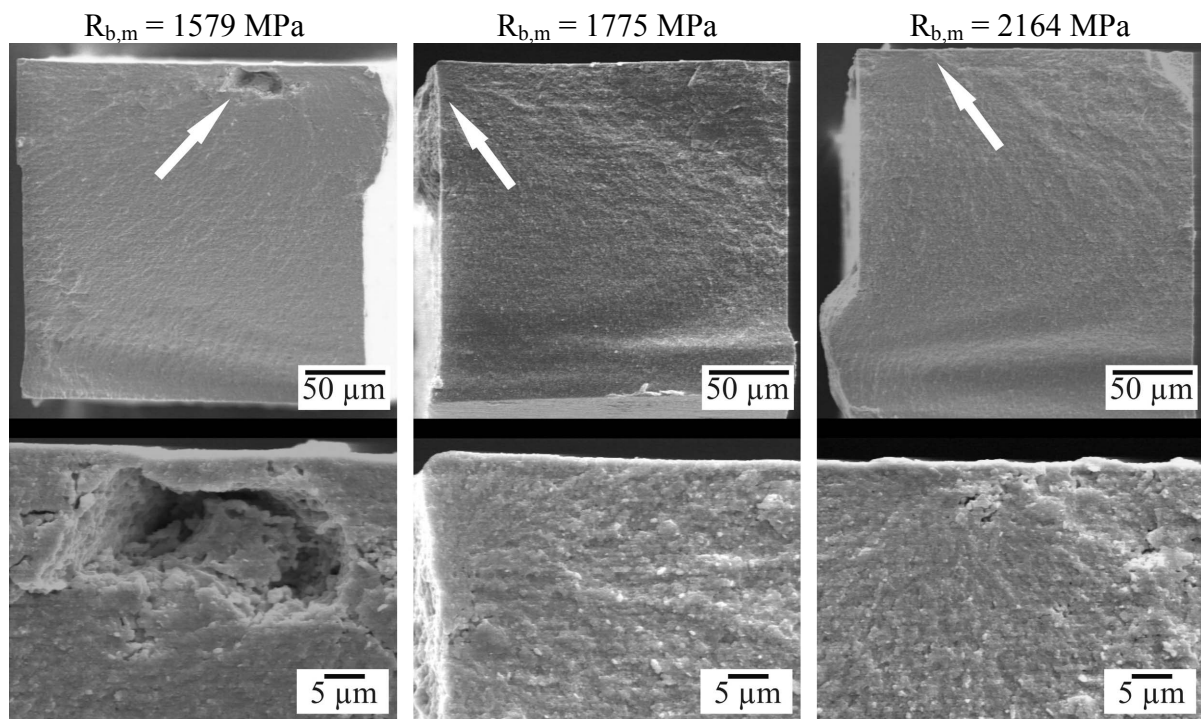


Abbildung 6.18: REM-Bilder von Bruchflächen der Charge H.

In Abbildung 6.18 sind rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Bruchflächen von drei Proben der Charge H dargestellt: Die zuvor beschriebene Probe mit $R_{b,m} = 1579$ MPa, die eine sehr große Pore aufweist sowie die Proben mit Biegebruchspannungen von 1775 und 2164 MPa, bei denen jeweils eine Ansammlung kleiner Poren zum Bruch geführt hat. Im Fall der Probe mit $R_{b,m} = 1775$ MPa war diese Porenansammlung direkt unter der seitlichen Ober-

fläche, während sie bei der Probe mit 2164 MPa Bruchfestigkeit unter der zugbeanspruchten Oberfläche lag.

Die Probenoberflächen weisen im Mittel eine geringe Rautiefe $R_t = 0,92 \mu\text{m}$ auf, wobei die Standardabweichung mit $0,65 \mu\text{m}$ relativ hoch ist. Wie bei Charge G ist der Kantenradius bedingt durch Formfehler mit Radien von bis zu $20 \mu\text{m}$ an den Kanten im Mittel $5,1 \pm 4,1 \mu\text{m}$ (vermessene Proben: $R_{b,m} = 1295, 1777, 1777, 2165$ und 2195 MPa). Kanten ohne derartige Formfehler weisen Radien zwischen 2 und $5 \mu\text{m}$ auf.

6.2.9 Chargen I (HM nano / 1450 °C / 1 h) und J (HM nano / 1300 °C / 10 h)

Da sich die Ergebnisse der beiden Chargen I und J nur geringfügig unterscheiden, werden diese gemeinsam vorgestellt. Beide Chargen wurden aus dem gleichen Feedstock mittels drucklosen Heißgießens aus nanoskaligem ZrO_2 -Pulver hergestellt. Die Weibullverteilungen der 34 Proben der Charge I und der 31 Proben der Charge J sind in Abbildung 6.19 dargestellt. Beide Chargen haben mit $\sigma_{0,I} = 657 \text{ MPa}$ und $\sigma_{0,J} = 752 \text{ MPa}$ deutlich geringere charakteristische Festigkeiten als die bisherigen Chargen. Auch die korrigierten Weibullmodul nehmen mit $m_{\text{korr},I} = 7,6$ und $m_{\text{korr},J} = 3,3$ deutlich schlechtere Werte an. Charge I lässt sich bis auf die Proben mit niedrigen Festigkeiten gut als Gerade darstellen, wobei im höherfesten Bereich ein Abknicken zu erkennen ist. Charge J weicht stärker von einer Geraden ab,

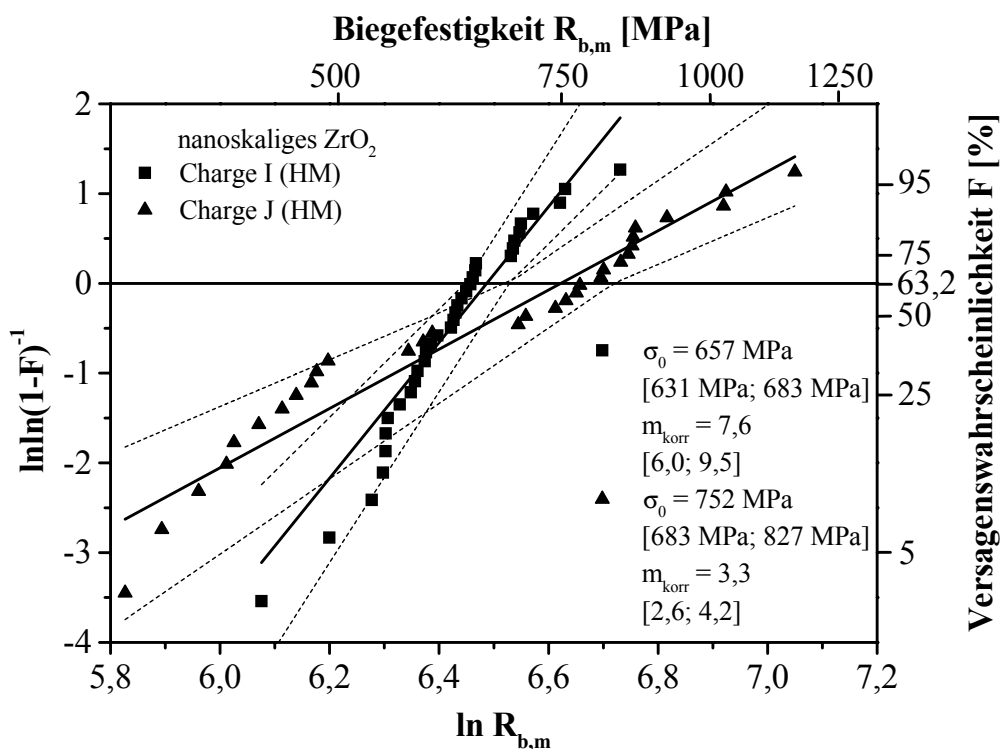


Abbildung 6.19: Weibulldiagramm der nanoskaligen, drucklos heißgegossenen Chargen I und J.

woraufhin eine separate Auswertung der einzelnen Festigkeitsbereiche denkbar wäre. Da aber anhand der Bruchflächen (vgl. Abbildung 6.20 unten) keine andere Defektart zu erkennen ist, ist eine getrennte Auswertung nicht sinnvoll. Die Porosität der beiden Chargen ist mit 6,63 % für I und 7,00 % für J deutlich höher, als bei den Chargen A bis H. Dies zeigt sich auch bei der Betrachtung der Bruchflächen. Hierzu sind in Abbildung 6.20 Beispiele gezeigt.

Der dunkle Kreis auf der Bruchfläche der Probe mit $R_{b,m} = 546$ MPa stellt eine große ZrO_2 -Kugel dar, die bei der Laserverdampfung des Ausgangspulvers nicht zerkleinert wurde (die Kugel selbst ist beim Bruch herausgefallen). Eine eindeutige Zuweisung der zum Versagen führenden Fehlerart ist kaum möglich. Es ist davon auszugehen, dass meist mehrere Defekte parallel zum Versagen führen. Als Fehlerarten treten daher vornehmlich Poren, Porenan-

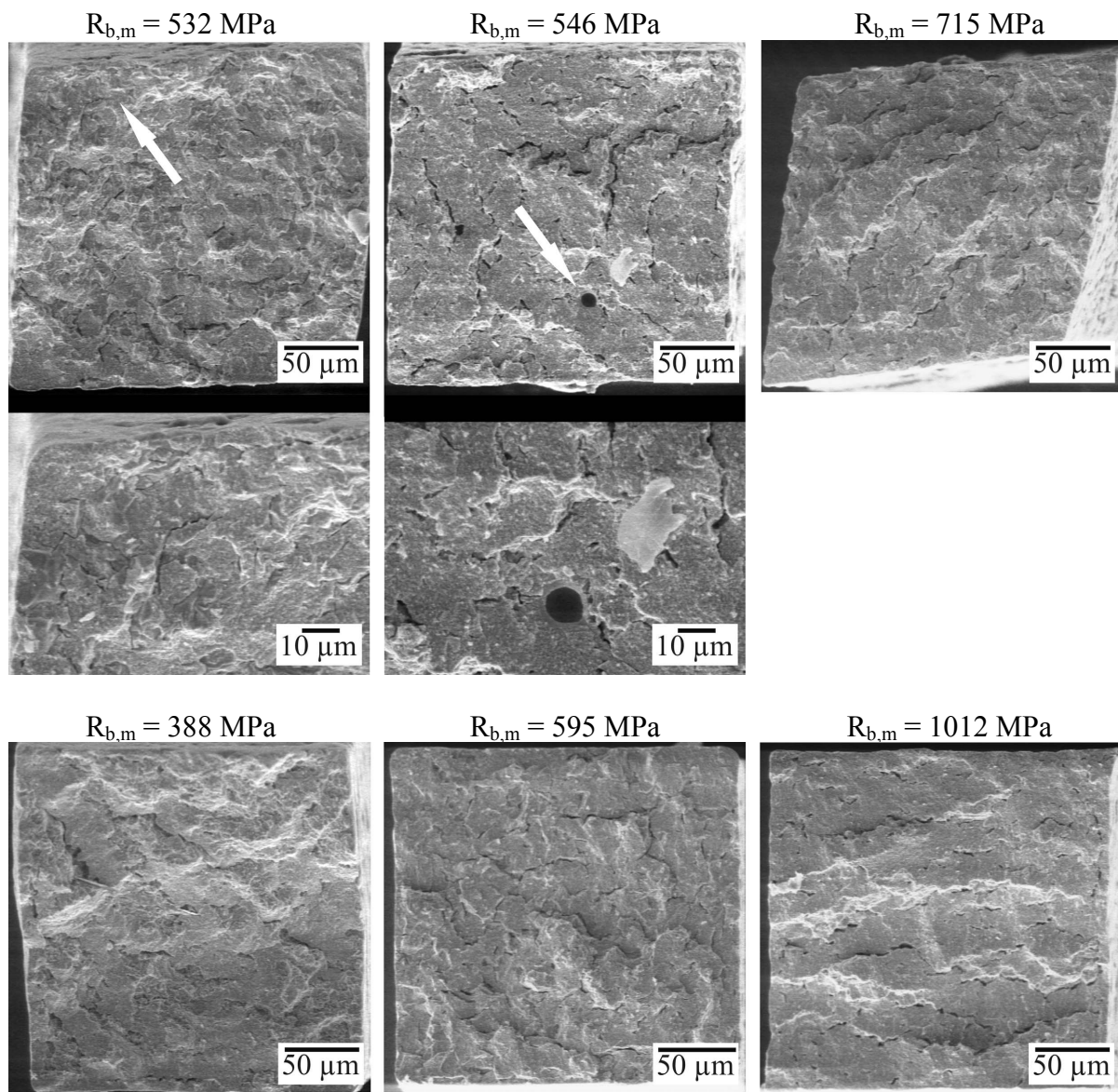


Abbildung 6.20: REM-Bilder von Bruchflächen der Chargen I (oben) und J (unten).

sammlungen und Unebenheiten auf. Das Versagen beginnt hierbei ausschließlich an der Oberfläche der Zugseite und den Kanten.

Auf Grund der Struktur der Poren, die globular und flächig ausgeformt sind und zum Teil eine Orientierung aufweisen (Abbildung 6.20, Proben mit $R_{b,m} = 595$ und 1012 MPa), kommt es während des Risswachstums nicht zur Bildung einer Bruchflächenstruktur, wie sie bei den Chargen A bis H zu erkennen war. Der Rissfortschritt ist hier durch die Porenstruktur beeinflusst. Daher wird hier auf eine Auflistung von Fehlerart, -ort und -größe verzichtet.

Anhand der Oberflächen in Abbildung 6.20 ist zu erkennen, dass auch die Rauheit größer ist, als bei den bisherigen Proben. Die Rautiefe R_t beträgt für Charge I $3,26 \pm 1,35$ μm und $2,37 \pm 0,73$ μm für Charge J. Ferner fällt auf, dass bei ca. 15 % der Proben die Querschnittsgeometrie trapezförmig deformiert ist (siehe Probe mit $R_{b,m} = 715$ MPa in Abbildung 6.20). Zur Ermittlung der Kantenverrundung wurden bei diesen Chargen die Kanten aller Proben vermessen. Die gemittelten Kantenradien der Zugseiten betragen $5,1 \pm 1,9$ μm für Charge I und $6,0 \pm 2,7$ μm für Charge K.

6.2.10 Chargen K (HM nano / 1450 °C / 1 h) und L (HM nano / 1250 °C / 10 h)

Wie an den Weibullverteilungen in Abbildung 6.21 zu sehen ist, haben die beiden drucklos heißgegossenen Chargen K (34 Proben) und L (30 Proben) aus nanoskaligem ZrO_2 -Pulver ähnliche mechanische Eigenschaften. Die charakteristische Festigkeit der Charge K liegt mit 1106 MPa etwas über der Charge L mit 972 MPa. Beide sind damit deutlich fester, als die ebenfalls nanoskaligen Chargen I und J. Ebenso verhält es sich mit den korrigierten Moduln. Mit $m_{\text{kor},K} = 11,4$ und $m_{\text{kor},L} = 9,8$ ist die Streuung der Festigkeitswerte deutlich geringer. Die Verteilungen beider Chargen lassen sich in guter Näherung als Geraden darstellen. Als Ursache für das Versagen sind offene und geschlossene Poren bzw. Porenansammlungen maßgeblich. Üblicherweise beträgt der Porendurchmesser 2 bis 5 μm . Die Poren sind meist gleichmäßig über den Probenquerschnitt verteilt. In einigen Proben ist eine Struktur der Porenanordnung zu erkennen (vergleiche die Proben in Abbildung 6.22 mit Bruchfestigkeiten von $R_{b,m} = 1094$ und 1118 MPa). Die Gesamtporosität beträgt 4,63 % für Charge K und 3,10 % für L und ist somit geringer als bei den Chargen I und J. Auf Grund der geringeren Porosität haben sich während der Rissausbreitung Bruchstrukturen gebildet, die auf den Ursprung der Bruches hinführen, allerdings sind diese nicht so deutlich ausgeprägt, wie bei den Chargen A bis H. Das Versagen geht bei beiden Chargen K und L jeweils bis auf einen Fall, bei dem Kantenversagen zu erkennen ist, von der zugbeanspruchten Oberfläche aus.

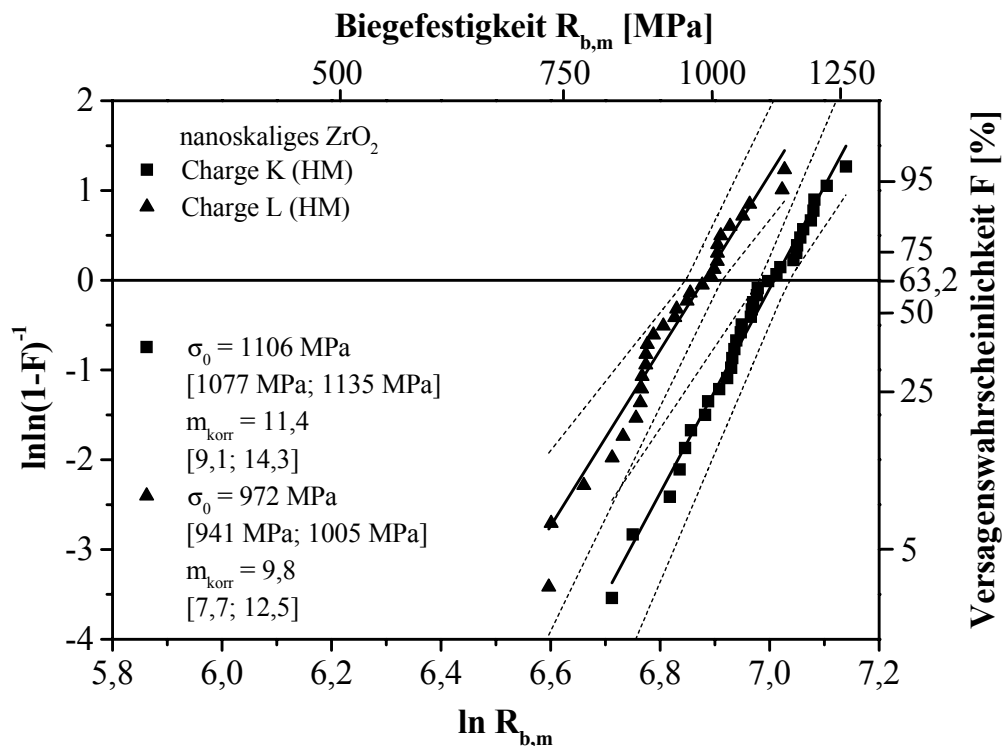


Abbildung 6.21: Weibulldiagramm der nanoskaligen, drucklos heißgegossenen Chargen K und L.

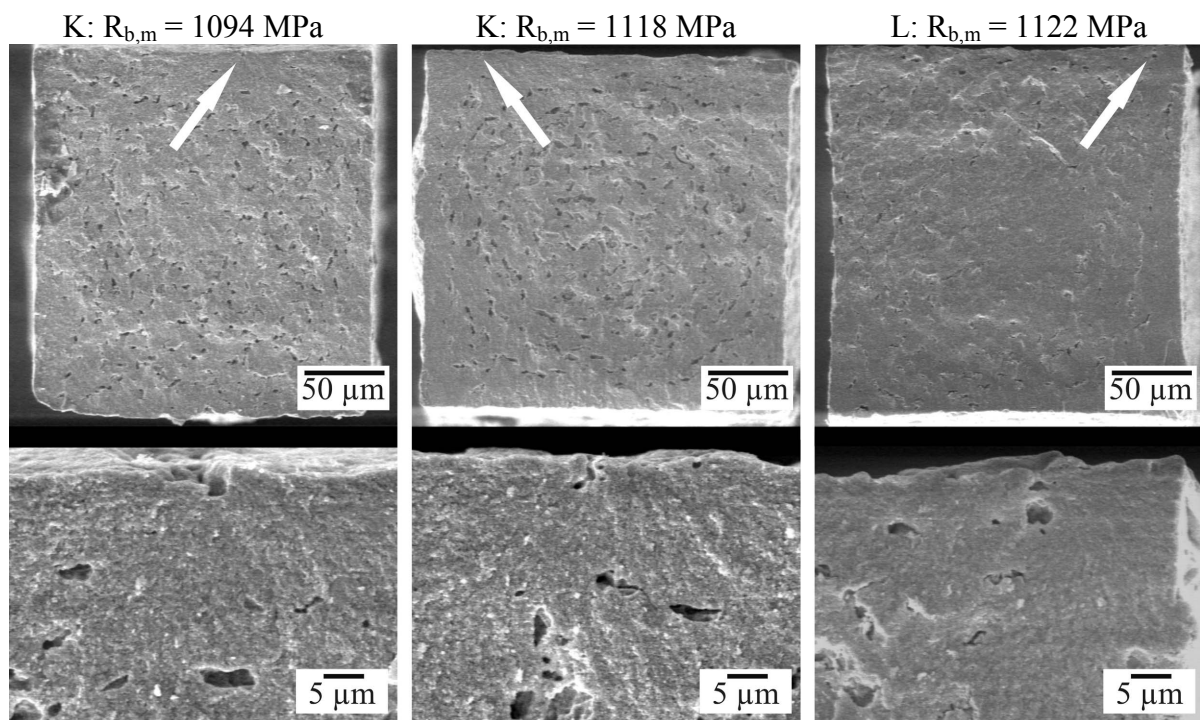


Abbildung 6.22: REM-Bilder von Bruchflächen der Chargen K und L.

In Abbildung 6.22 sind repräsentative Beispiele von Bruchflächen von Proben der Charge K mit $R_{b,m} = 1094$ und 1118 MPa sowie der Charge L mit $R_{b,m} = 1122$ MPa dargestellt. Alle drei Proben versagten auf Grund einer offenen Pore. Es ist auch gut zu erkennen, dass die Oberfläche rau ausgebildet ist. Die Rautiefe R_t ist mit $2,68 \pm 0,80$ μm für K und $3,11 \pm 0,95$ μm

für L vergleichbar zu den Werten von I und L. An den REM-Bildern ist auch die geringe Ver-
rundung der Kanten zu sehen. Die Kantenradien sind mit Werten von $3,3 \pm 1,1 \mu\text{m}$ (Charge
K) und $2,0 \pm 1,1 \mu\text{m}$ (Charge L) sehr klein (gemittelt über die Kantenradien der Zugseiten
aller Proben). Da bereits das mikrogefräste Urmodell Kantenradien in der Größe von ca. $2 \mu\text{m}$
aufweist, können die Kanten als nicht verrundet betrachtet werden.

6.3 Risszähigkeitsversuche

Zur Bestimmung des Risswiderstands von ZrO_2 -Mikrobiegeproben wurden in 16 Proben der
drucklos heißgegossenen Charge F mittels eines fokussierten Ionenstrahls (FIB) eine scharfe
Kerbe eingebracht (siehe Kapitel 4.8). Die Auswertung erfolgte gemäß der in Kapitel 4.4 vor-
gestellten Methode.

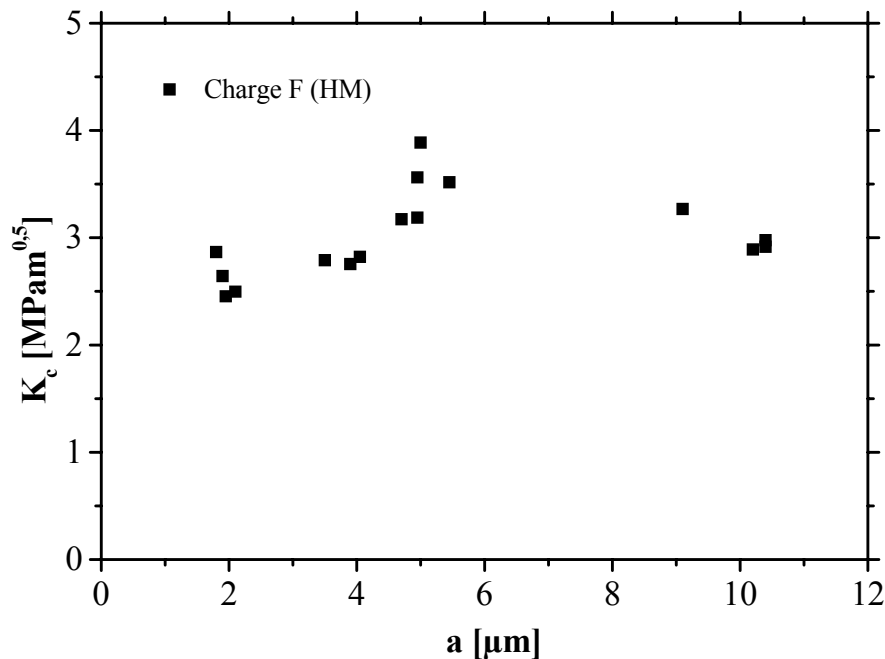


Abbildung 6.23: Kritischer Spannungsintensitätsfaktor in Abhängigkeit der Kerbtiefe für die Charge F.

Da der Risswiderstand bei einem Material mit R-Kurvenverhalten (siehe Kapitel 2.5.1) von
der Größe des versagensauslösenden Defekts abhängig ist, wurden bei den Proben die Tiefe a
der mittels FIB eingebrachten Kerbe zwischen $1,9$ und $10,4 \mu\text{m}$ variiert. Die Ergebnisse der
Dreipunktbiegeversuche sind in Abbildung 6.23 dargestellt. Bei Kerbtiefen in der Größenord-
nung natürlicher Defekte (z. B. Poren mit Durchmessern von 1 bis $2 \mu\text{m}$) beträgt der Span-
nungsintensitätsfaktor $2,4$ bis $2,9 \text{ MPam}^{0.5}$. Für tiefere Kerben bis $5,5 \mu\text{m}$ steigt der Span-
nungsintensitätsfaktor auf Werte bis $3,9 \text{ MPam}^{0.5}$ an. Die Proben mit $9,0$ bis $10,4 \mu\text{m}$ Kerbtie-

fe weisen Spannungsintensitätsfaktoren zwischen 2,9 und 3,3 MPam^{0,5} auf. Der Anstieg der kritischen Spannungsintensität mit größeren Anfangsdefekten im Bereich zwischen 2 und 5 µm ist nur gering. Bei noch größeren Anfangsdefekten ist keine weitere Steigerung von K_{Ic} zu erkennen.

6.4 Diskussion

Für einen Vergleich der untersuchten Chargen aus ZrO₂ sind in Tabelle 6.11 die wichtigsten Herstellparameter sowie die geometrischen, mikrostrukturellen und mechanischen Eigenschaften zusammengestellt. Die Chargen A – H sind aus Standardausgangspulver 3Y-TZP hergestellt, die Chargen I – L aus nanoskaligem Ausgangspulver. Die Chargen G und H wurden niederdruckspritzgegossen, die übrigen wurden drucklos heißgegossen. Die Weibullverteilungen aller Chargen lassen sich allgemein gut durch Geraden annähern. Eine Ausnahme bildet Charge E, bei der eine unterschiedliche Defektverteilung bzgl. der versagensauslösenden Orte zu erkennen war. Generell ist zu beobachten, dass größere Defekte und Defekte nahe an der Oberfläche der Zugseite limitierend auf die Biegefestigkeit wirken. Die Festigkeiten liegen zwischen 1819 und 2821 MPa für die Chargen aus Standardpulver und zwischen 657 und 1106 MPa für die Chargen aus Nanopulver. Die Weibullmoduln liegen mit Werten zwischen 8,7 und 15,7 in einem für keramische Werkstoffe typischen Bereich. Lediglich der Modul von 3,3 bei Charge J liegt deutlich niedriger, was auf die starke Inhomogenität der Mikrostruktur zurückzuführen ist, verbunden mit der Tatsache, dass es bzgl. der Defektverteilung stärkere Unterschiede zwischen den einzelnen Proben gegeben hat.

Im Vergleich zu den nach dem Größeneffekt von Weibull erwarteten Festigkeiten von ca. 2000 bis 2700 MPa werden diese von den untersuchten Chargen A – F erreicht bis übertroffen (siehe Kapitel 2.2 und 6.1; zu vergleichen sind die Festigkeiten nach der Abschätzung mittels Oberflächeneffekt, da das Versagen nahezu ausschließlich von der Oberfläche ausging). Die beiden LPIM-Chargen liegen hier unterhalb der erwarteten Festigkeiten. Dies lässt sich auf die hier häufig auftretenden Geometriefehler und -abweichungen zurückführen. Die Chargen I – L fallen auf Grund der hohen Porosität und der untypischen Defektcharakteristik deutlich ab.

Für die Chargen A – H sind die Anzahl der zwei häufigsten Defektarten und deren zwei häufigsten Positionen in Tabelle 6.12 zusammengefasst. Es ist deutlich zu erkennen, dass bei den HM-Chargen A – F Poren und Unebenheiten die zwei häufigsten Defektarten sind. Bei den

Tabelle 6.11: Herstellung, geometrische, mikrostrukturelle und mechanische Eigenschaften der Zirkoniumdioxidchargen. Die Daten in zweiter Reihe stellen die Standardabweichung dar.

Charge	Herstellung	Sintertemp. [°C]	Sinterdauer [h]	Dichte* [g/cm ³]	Korngröße [μm]	Porosität [%]	Rt [μm]	Kantenradius [μm]	Probenhöhe [μm]	Probenbreite [μm]	σ ₀ [MPa]	m [-]
A	HM	1400	1	6,04	0,25	0,3	1,53 0,41	3,7 1,5	203,6 4,2	206,6 4,5	1960	13,8
B	HM	1450	1	6,07	0,33	0,1	1,22 0,19	2,9 1,1	210,9 5,0	213,3 5,2	1819	11,5
C	HM	1300	10	6,04	0,22	0,1	1,11 0,24	4,2 2,8	207,1 2,9	213,3 3,7	1836	15,7
D	HM	1450	1	6,06	0,33	0,1	1,05 0,23	29,2 5,0	202,9 4,3	202,9 4,3	2821	11,6
E	HM	1500	1	6,05	0,44	0,2	1,36 0,34	11,5 4,8	201,9 5,4	203,7 5,6	2245	10,6
F	HM	1400	1	6,06	0,27	0,2	1,20 0,30	6,7 3,8	206,7 4,4	205,2 4,9	2214	13,2
G	LPIM	1500	1	6,05	0,43	0,1	1,19 0,29	4,2 3,3	201,2 5,5	203,0 4,8	1961	12,5
H	LPIM	1400	1	6,05	0,27	0,1	0,92 0,65	5,1 4,1	199,4 4,3	205,5 4,2	1902	8,7
I	HM	1450	1	6,03	0,30	6,6	3,26 1,35	5,1 1,9	215,7 7,7	215,8 5,8	657	7,6
J	HM	1300	10	6,03	0,22	7,0	2,37 0,73	6,0 2,7	207,2 11,0	208,4 8,5	752	3,3
K	HM	1450	1	5,83	0,36	4,6	2,68 0,80	3,3 1,1	210,4 4,4	211,8 5,2	1106	11,4
L	HM	1250	1	5,92	0,11	3,1	3,11 0,95	2,0 1,1	212,6 5,5	218,3 6,2	972	9,8

* theoretische Dichte: 6,09 g/cm³

Tabelle 6.12: Versagensursache sowie deren Position an den Proben für die Chargen A – H. Erläuterung der Abkürzungen sind Tabelle 4.3 zu entnehmen.

Charge	Anzahl Proben	Häufigste Defektart						Zweithäufigste Defektart					
		Art	Σ	Ort	Σ	Ort	Σ	Art	Σ	Ort	Σ	Ort	Σ
A	31	U	21	OZ	12	OK	9	P	12	OZ	7	OK	4
B	33	U	20	OZ	14	OK	5	P	6	OZ	6	-	-
C	33	P	25	OZ	18	OK	5	U	5	OZ	4	OK	1
D	30	P	15	OZ	8	OK	5	-	10	OZ	8	OK	2
E	32	U	16	OZ	12	OK	4	-	11	OK	6	OZ	5
F	28	U	18	OZ	11	OK	6	P	8	OZ	5	OK	2
G	27	G	7	OK	7	-	-	F	6	OK	6	-	-
H	32	P	17	OZ	11	OS	3	G	11	OK	11	-	-

Chargen A, B, E und F sind Unebenheiten bei 50 – 67 % der Proben die häufigste Ursache für das Versagen. Die Unebenheiten haben typische Tiefen von 1 bis 3 μm , in seltenen Fällen bis 5 μm . Dies korreliert mit den leicht höheren Rautiefen dieser Chargen. Bei den Chargen C und D sind bei 76 bzw. 50 % der Proben Poren und Porenansammlungen die Hauptursache für den Bruch. Die Poren weisen üblicherweise Durchmesser von 0,5 bis 2,0 μm auf. Die Porenansammlungen bestehen ebenfalls aus Poren mit jeweils 0,5 bis 2,0 μm , haben aber dadurch wirksame Durchmesser von 5 bis 10 μm . Die zweithäufigste Defektart bei den Chargen D und E sind „nicht erkennbare Defekte“. Dennoch kann bei diesen Proben der Ort des Versagensursprungs auf Grund der Bruchflächenstruktur erkannt werden. Bei den Chargen A bis F liegen die Defekte fast ausschließlich an der auf Zug beanspruchten Oberfläche der Proben. Ansonsten sind die Oberflächen der Probenkanten mit Defekten behaftet. Lediglich bei E sind die zweithäufigsten Defekte überwiegend an der Oberfläche der Kanten zu erkennen.

Dagegen ist bei den LPIM-Chargen G und H ein klarer Unterschied zu erkennen. Zunächst treten deutlich mehr Defektarten auf. Bei Charge G treten mit fast gleicher Häufigkeit Grate (in Summe siebenmal), Formfehler (fünfmal), Unebenheiten, Poren und Ausbrüche (jeweils viermal) auf. Am häufigsten sind diese Defekte an der Kante. Dagegen weist Charge H überwiegend Poren und Grate als Versagensursache auf. Die Poren befinden sich fast sämtlich auf der Zugseitenoberfläche, die Grate naturgemäß an der Kante. Diese beiden Chargen weisen zwar mit die geringsten Rautiefen und Porositäten auf, aber auf Grund der starken Formabweichungen (wozu auch die Grate zählen) sind hier starke Störungen der Spannungsverteilung und damit Spannungsüberhöhungen die Folge, was zu einer lokal hohen Spannung und zu einem global frühen Versagen führt. Die Ursache ist wohl in der Nachgiebigkeit der Silikonform zu sehen, wenn der Feedstock mit einem Druck von 1 bis 2 bar eingefüllt wird.

Die Porosität, die Oberflächenrauheit und der Kantenradius wurden in früheren Arbeiten als Faktoren identifiziert, die die Festigkeit von Mikroproben beeinflussen [Auh06, Kas06]. Im Folgenden werden diese Einflussgrößen auch für die beiden Feedstockvarianten betrachtet. Hierfür sind in Tabelle 6.13 die Herstellparameter sowie die mikrostrukturellen und mechanischen Eigenschaften der Chargen aus ZrO_2 aus Feedstockvariante F1 zusammengefasst, wobei die Chargen a – g mit dem Standardpulver 3Y-TZP und die Chargen h und i aus nanoskaligem Pulver hergestellt wurden (siehe Kapitel 3.3).

In Abbildung 6.24 ist die Korngröße als Funktion der Sintertemperatur T_S aufgetragen. Wie erwartet, ergibt sich ein klarer Zusammenhang zwischen den beiden Parametern. Die Korngröße steigt von 0,22 μm bei $T_S = 1300^\circ\text{C}$ auf 0,45 μm bei 1500°C . Der Einfluss des Feedstocks ist dagegen gering. Ein direkter Zusammenhang zwischen der Korngröße und der

charakteristischen Festigkeit σ_0 kann dagegen nicht abgeleitet werden, wie in Abbildung 6.25 zu sehen ist. Hier fallen besonders die Chargen I – L aus nanoskaligem Pulver auf. Diese Chargen weisen eine deutlich geringere Festigkeit auf als die übrigen Chargen. Da generell ein Zusammenhang zwischen der Korngröße und der Festigkeit zu erwarten ist, müssen demnach andere Faktoren diesen Zusammenhang überlagern, sodass dieser nicht zum Tragen kommt. Einer dieser Faktoren ist die Porosität.

Tabelle 6.13: Herstellung, mikrostrukturelle und mechanische Eigenschaften der Zirkoniumdioxidchargen aus Feedstock F1 [Auh05a, b, Auh06, Kas06, Kas08].

Charge	Füllgrad [Vol-%]	Viskosität* [Pas]	Herstellung	Sintertemp. [°C]	Sinterdauer [h]	Dichte** [g/cm ³]	Korngröße [μm]	Porosität [%]	Ra [μm]	Rt [μm]	Kantenradius [μm]	σ_0 [MPa]	m [-]
a	52	26	HM	1450	1	5,86	0,36	1,3	0,21	1,31	5,0	1805	12,0
b	52	26	HM	1450	2	5,91	0,38	1,6	0,24	1,64	4,9	1576	16,0
c	52	26	HM	1500	1	5,88	0,44	2,9	0,24	1,44	6,2	1568	9,6
d	52	26	HM	1500	1	5,87	0,46	0,6	0,19	1,23	9,4	2279	11,3
e	52	21	HM	1500	1	5,89	0,46	0,8	0,17	1,21	6,3	1967	9,8
f	52	21	HM	1500	1	5,90	0,47	1,6	0,35	2,67	3,7	1417	12,3
g	52	21	HM	1500	1	5,91	0,47	0,1	0,15	1,05	12,4	2690	9,2
h	45	16	HM	1400	1	-	0,28	0,1	-	0,95	5,3	1776	6,6
i	45	16	HM	1300	2	-	0,22	0,0	-	1,24	9,7	1766	4,5

* bei 85 °C und einer Scherrate von 100 s⁻¹, ** theoretische Dichte: 6,09 g/cm³

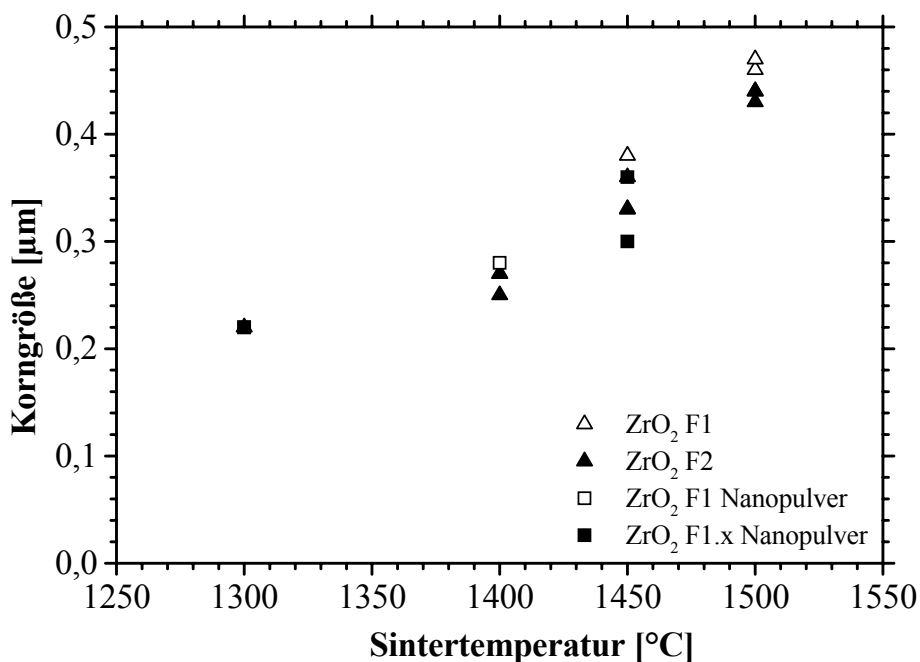


Abbildung 6.24: Zusammenhang von Korngröße und Sintertemperatur.

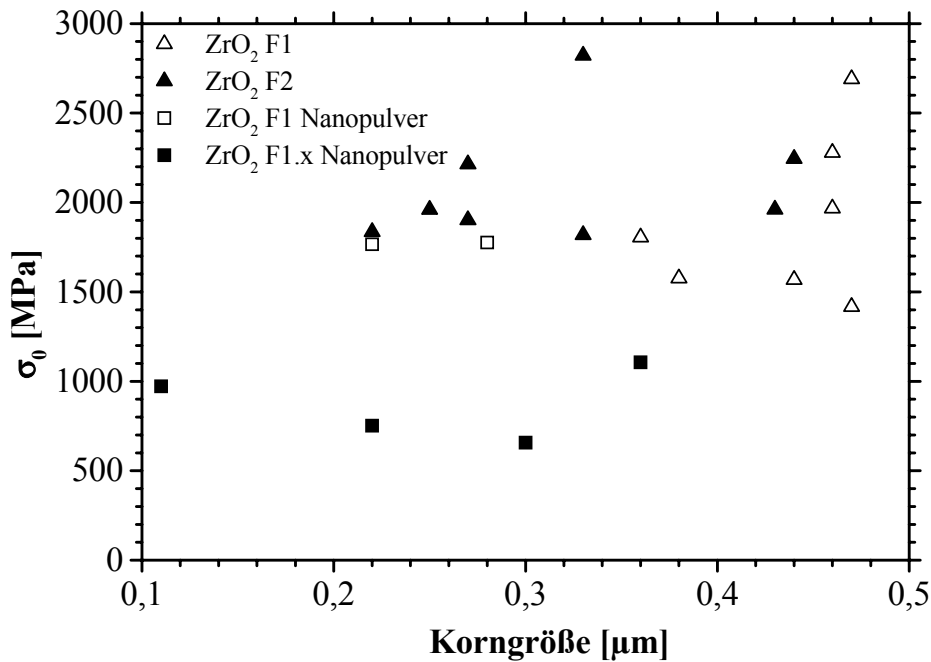


Abbildung 6.25: Zusammenhang von Festigkeit und Korngröße.

Wie Abbildung 6.26 zu entnehmen ist, besteht für die Chargen aus F1 ein eindeutiger Zusammenhang zwischen der Biegefestigkeit und der Porosität. Mit steigender Porosität sinkt σ_0 auf Grund der Kerbwirkung der Poren ab. Bei Porositäten kleiner 0,5 % liegen die Festigkeiten zwischen 2300 und 2700 MPa. Für Porositäten zwischen 1,5 und 3 % sinkt die Biegefestigkeit auf 1550 MPa. Dieses Verhalten zeigen auch die Chargen aus Nanopulver, die mit Porositäten zwischen 3,1 und 7,0 % Festigkeiten von 657 bis 1106 MPa aufweisen.

Für den im Rahmen des SFB 499 entwickelten Feedstock F2 ist keine eindeutige Abhängigkeit von σ_0 bzgl. der Porosität zu erkennen. Diese Chargen weisen eine Porosität von nur 0,1 bis 0,3 % auf. Die Festigkeiten liegen zwischen 1819 und 2821 MPa, der Weibullmodul m liegt für beide Feedstockvarianten mit Werten zwischen 8 und 16 in einem für das Material üblichen Bereich. Eine niedrige Porosität stellt demnach eine notwendige, aber keine hinreichende Bedingung für eine hohe Festigkeit dar.

Als weitere Einflussgrößen auf σ_0 wurden die Rauheit und der Kantenradius identifiziert [Auh06, Kas06]. Da die Rauheit bei Mikrobauteilen nur um zwei Größenordnungen kleiner ist, als die Abmessungen der Mikrobauteile selbst, ist ihr Einfluss auf die Festigkeit im Vergleich zu Makrobauteilen vergrößert. Die Beanspruchung der Probe nimmt zur Kante hin durch die freie Oberfläche am Rand ab. Dieser Effekt wird durch die Kantenverrundung verstärkt [Auh06].

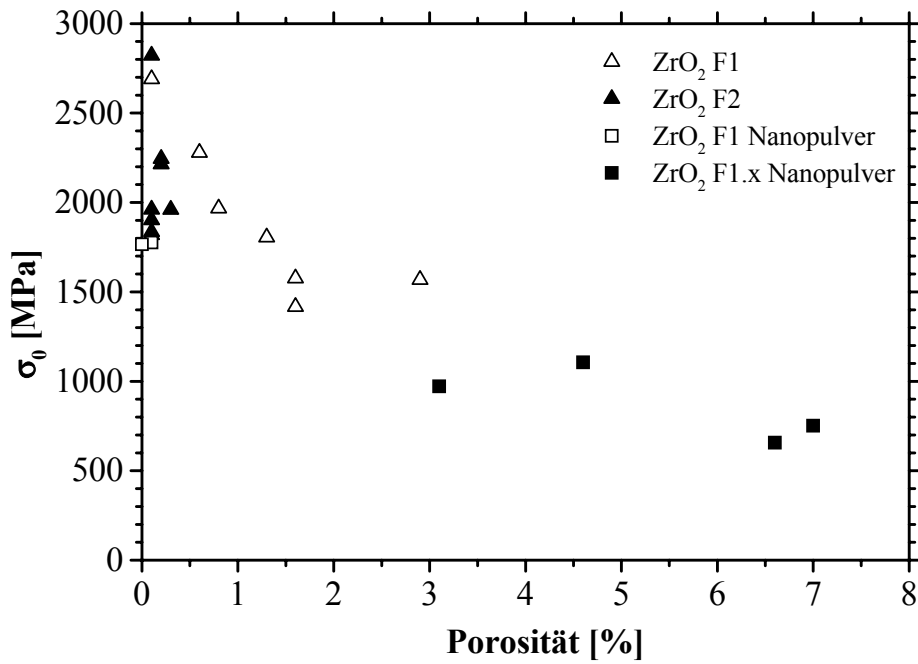


Abbildung 6.26: Zusammenhang von Festigkeit und Porosität.

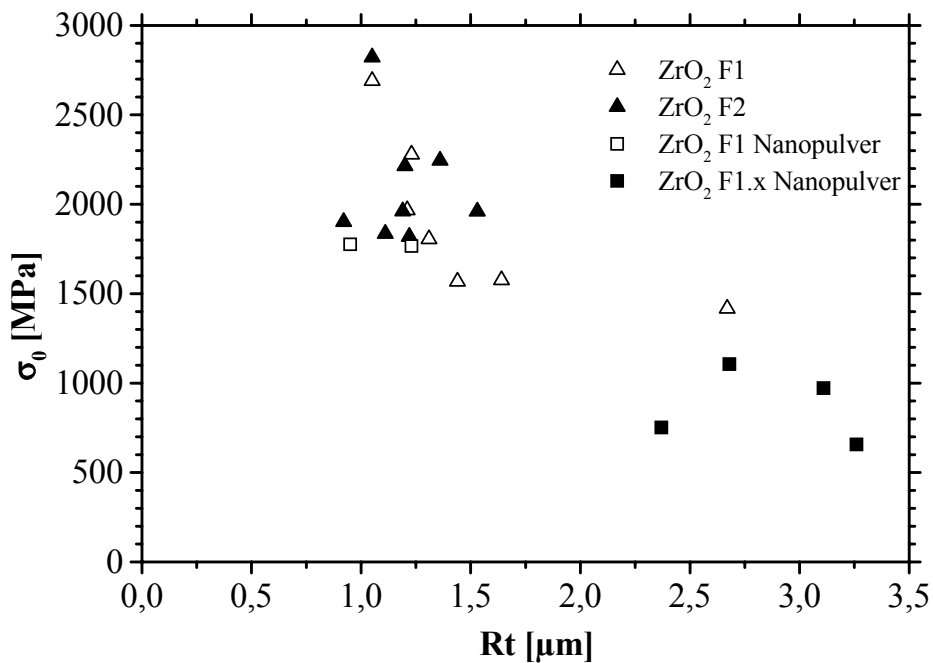


Abbildung 6.27: Zusammenhang von Festigkeit und Rautiefe.

In Abbildung 6.27 ist die charakteristische Festigkeit über der Rautiefe dargestellt. Für F1 korreliert σ_0 mit der Rautiefe. Die Festigkeit nimmt von 2690 auf 1400 MPa mit steigender Rautiefe von 1 auf 3 μm ab. Bei F2 hingegen streut die Rautiefe lediglich in einem Bereich zwischen 1,0 und 1,5 μm . Hier lässt sich kein eindeutiger Zusammenhang zwischen der Biegefestigkeit und der Rautiefe erkennen. Die Chargen I – L aus nanoskaligem Pulver weisen mit 2,4 bis 3,3 μm die höchsten Rautiefen auf.

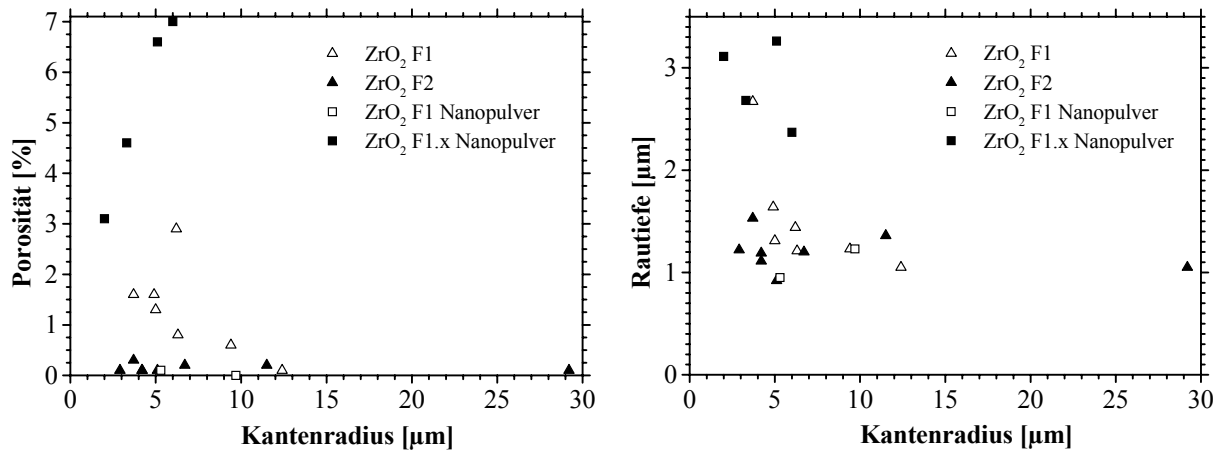


Abbildung 6.28: Porosität und Rautiefe als Funktion des Kantenradius.

Den stärksten Einfluss auf die Festigkeit der Mikrodreipunktbiegeproben besitzt ein Effekt, der die Kanten verrundet und gleichzeitig Oberflächendefekte ausheilt. Zur Verdeutlichung sind in Abbildung 6.28 die Porosität und die Rautiefe über dem Kantenradius aufgetragen. Hierin ist für die Chargen aus F1 und F2 die Tendenz zu erkennen, dass mit zunehmender Kantenverrundung die Porosität bzw. die Rautiefe abnehmen. Bei F1 ist dies stärker ausgeprägt als bei F2. Allerdings sind bei den Chargen aus F2 deutlich weniger Defekte vorhanden, die ausheilen können. Bei den nanoskaligen Chargen waren die Defekte derart groß (Porosität und Rautiefe), dass hier der Effekt der Defektausheilung nicht zu beobachten ist.

Der Kantenradius dient somit als Indikator für die Festigkeit. Wie aus Abbildung 6.29 hervorgeht, steigt die Festigkeit mit zunehmendem Kantenradius an. Der Kantenradius liegt

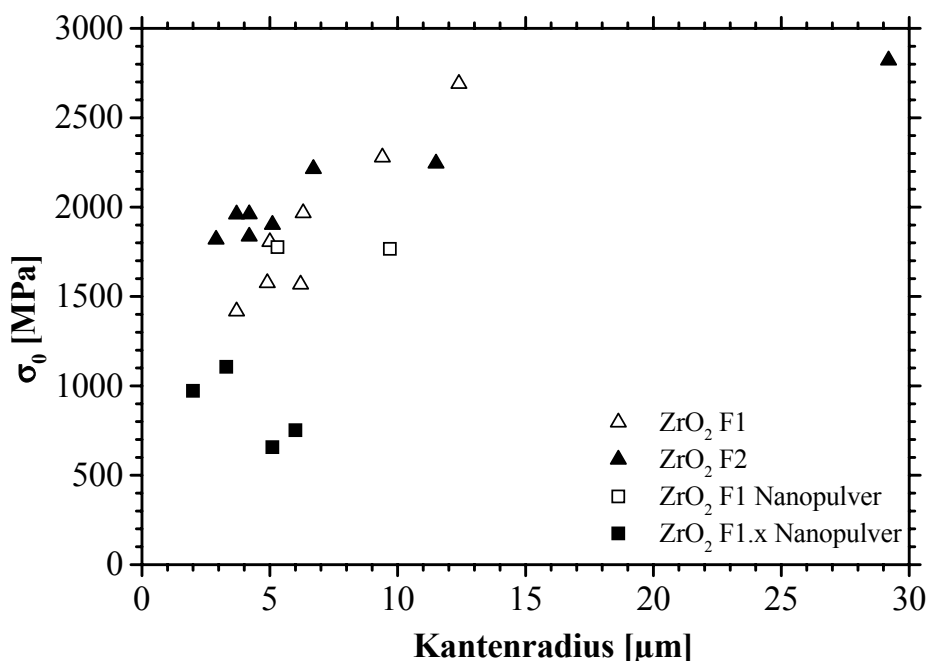


Abbildung 6.29: Zusammenhang von Festigkeit und Kantenradius.

meist zwischen 3 und 11 μm . Der extreme Wert der Charge L mit 29,2 μm ist nicht repräsentativ. Die kleinsten Radien liegen in einem Bereich um 2 μm . Diese entsprechen ungefähr den Kantenradien der Säulen des Urmodells, so dass diese Proben als nicht verrundet betrachtet werden können. Zur Kantenverrundung kommt es während des thermischen Entbinderns [Mül07]. Die Mechanismen, die hierzu geführt haben, sind noch nicht ausreichend verstanden. Der Effekt der Defektausheilung bei keramischen Mikroproben hat ein besonderes Potential die Festigkeit von Mikroproben zu steigern. Allerdings ist dies bislang mit einer schlechten Formtreue der Mikroproben verbunden. Da einzelne ZrO_2 -Mikroproben ohne Kantenverrundung Festigkeiten um 5000 MPa aufweisen, müssten der Verrundungs- und der Ausheilungseffekt durch eine gezielte Variationen der Feedstockzusammensetzung und der Herstellparameter zu trennen sein. Hieran wird aktuell am IMF III (KIT) gearbeitet.

Um die diskutierten Einflussfaktoren zu gewichten und eine Vorhersage über die Festigkeit zu ermöglichen, wurde auf Basis der Chargen A bis G eine multiple Regression entwickelt, wie sie in Kapitel 2.5.3 beschrieben wurde [Kas06]. Diese berücksichtigt die Einflüsse der Porosität, der Rautiefe und des Kantenradius auf die charakteristische Biegefestigkeit und gibt somit eine Abschätzung für die zu erwartende Festigkeit:

$$\sigma_{0,3PB,berechnet} = a + b \cdot \text{Porosität} + c \cdot \text{Kantenradius} + d \cdot \text{Rauheit} \quad (6.1)$$

Die Parameter a bis d sind in Tabelle 6.14 zusammengefasst. Der Parameter a stellt dabei keine Mindestfestigkeit sondern lediglich einen Bezugswert für den Wert Null von Porosität, Kantenradius und Rautiefe dar, da der Wert für c immer größer Null ist.

Tabelle 6.14: Parameter der Regressionen: F1 [Kas06, Kas08] und F2.

Feedstock	a [MPa]	b [MPa/%]	c [MPa/ μm]	d [MPa/ μm]
F1	1692	-176	92	-133
F2	1787	0	36	0

Abbildung 6.30 zeigt den Vergleich der mittels oben genannter Gleichung berechneten und der experimentell ermittelten Festigkeit für die Chargen aus den Feedstockvarianten F1 und F2. Für die Chargen a bis g zeigt die F1-Regression eine sehr gute Übereinstimmung der berechneten mit der experimentell ermittelten Festigkeit. Die Eignung zur Vorhersage wurde durch weitere Versuche an Chargen aus F1 bestätigt [Kas06]. Dagegen ergeben sich für die Chargen A – H zum Teil große Abweichungen von bis zu 11 % (Charge E). Für Charge D ergibt sich eine Abweichung von 33 %, die auf den sehr großen Wert des Kantenradius zurückzuführen ist, der nach der Regression von Kasanická mit 92 MPa pro Mikrometer Kantenradius gewichtet ist.

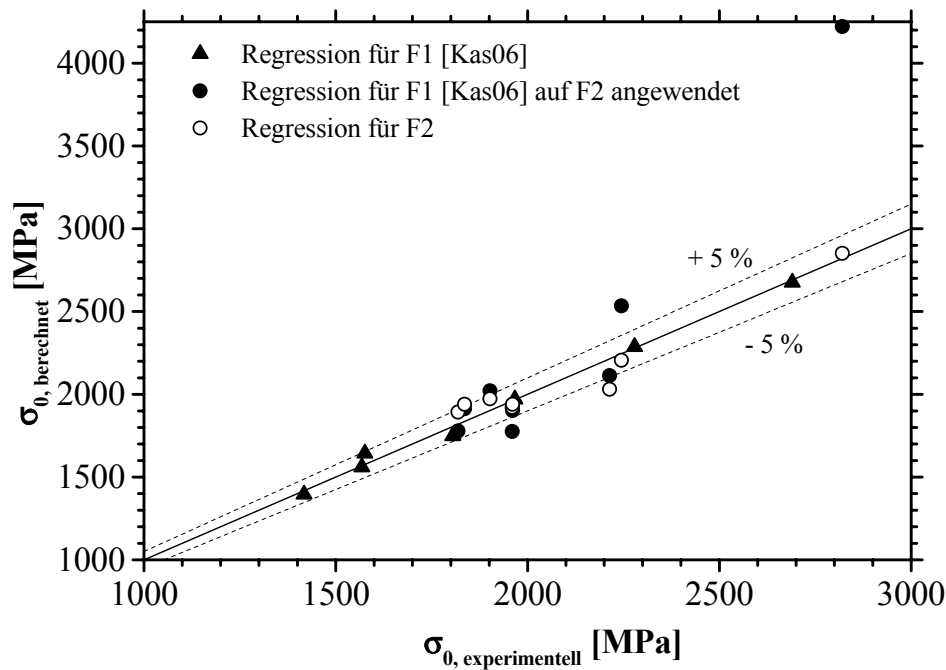


Abbildung 6.30: Vergleich der berechneten und experimentell ermittelten Festigkeiten für F1 und F2.

Diese Ergebnisse zeigen, dass für ein anderes Material bzw. bereits für einen anderen Feedstock eine neue Regression bzw. eine Anpassung der Parameter erforderlich ist. Die für F2 ermittelten Parameter können Tabelle 6.14 entnommen werden (bedingt durch eine einheitliche Neuauswertung der Chargen, zeigen die Parameter für F2 leicht andere Werte als in [Rög08b]). Auf Grund der geringen Werte und den geringen Variationsbereich der Porosität und der Rautiefe, werden die Parameter b und d zu Null gesetzt, d.h. der Einfluss der in sehr engen Grenzen liegenden Porosität und Rautiefe auf die vorhergesagte Festigkeit wird vernachlässigt. Wie aus Abbildung 6.30 hervorgeht, führt die speziell für die Chargen aus F2 erstellte Regression zu einer guten Übereinstimmung der berechneten und experimentellen Festigkeitswerte (der Korrelationskoeffizient R^2 beträgt 0,92). Der maximale Fehler beträgt 9 % für Charge F, wobei die experimentelle Festigkeit höher ist als die berechnete. Im Durchschnitt ist der Fehler kleiner als 4 %.

Als Richtwerte für σ_0 für Mikroproben bei mittleren Werten für die Porosität (F1: 1,3 %, F2: 0,15 %), die Rautiefe (F1: 1,5 μm , F2: 1,2 μm) und den Kantenradius (F1: 6 μm , F2: 5 μm) können 1700 MPa für Proben aus F1 und 2000 MPa für Proben aus F2 angegeben werden. Die Differenz lässt sich auf unterschiedliche Defektkonzentrationen (Porenagglomerationen) zurückführen. Als Richtwerte für die Fertigung von möglichst hochfesten urgeformten Mikrobauteilen aus F2 mit oben genannten Festigkeiten können Sintertemperaturen von 1400 bis 1500 °C, eine Sinterdauer von 1 Stunde, eine Feedstockviskosität von 16 Pas und der Herstellungsprozess „druckloses Heißgießen“ empfohlen werden.

Die Chargen aus nanoskaligem Ausgangspulver zeigen hier kein besonderes Potential für mikromechanische Bauteile. Jüngste Versuche mit feinen ZrO_2 -Pulvern (Partikelgröße 65 nm) zeigen dagegen, dass mit optimierten Prozessparametern dichte Keramiken mit Korngrößen um 100 nm dargestellt werden können [Suá09]. Auch mit nanoskaligem Y-TZP-Pulver (Partikelgröße um 9 nm, entsprechend einer spezifischen Oberfläche von $90 \text{ m}^2/\text{g}$) werden dichte Keramiken mit einer Korngröße von unter 100 nm und einer relativen Dichten von 99,9 % hergestellt [Dur96]. Durch die Verwendung dieser Materialien wären hohe Festigkeiten und eine weitere Miniaturisierung möglich, da feinere Strukturdetails angebildet werden könnten.

Anhand der in Kapitel 6.3 beschriebenen kritischen Spannungsintensitätsfaktoren (ermittelt für Charge F) kann eine R-Kurve für Mikroproben aus ZrO_2 abgeleitet werden. Ausgehend von der FIB-Kerbe wächst der Riss zunächst stabil, bis die Kurve, die die Belastung an der Risspitze repräsentiert, die R-Kurve tangiert. Die Kurven der Spannungsintensitätsfaktoren sind für verschiedene Kerbtiefen für ausgewählte Proben der Charge F in Abbildung 6.31 dargestellt. Die Kurven beginnen bei der Kerbtiefe, die mit $-a_0$ als x-Achsenabschnitt eingetragen ist. In positiver Achsrichtung ist die Rissverlängerung Δa aufgetragen.

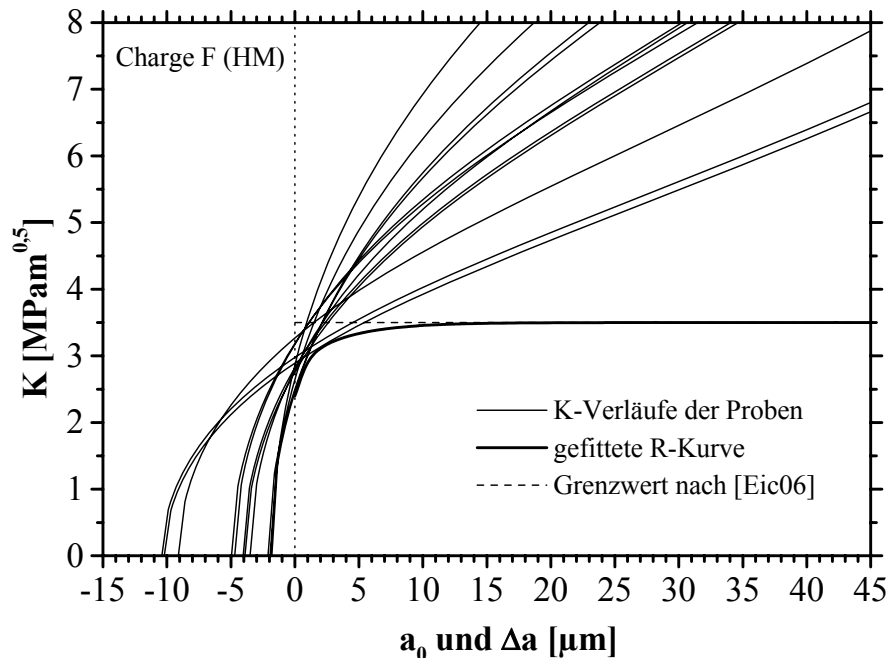


Abbildung 6.31: Auswertung der Risszähigkeitsversuche für Charge F.

Die R-Kurve wird in einem konservativen Verfahren als untere Grenzkurve an die ermittelten K - Δa -Verläufe angenähert. Als Näherungsfunktion wurde wie in [Fün09] Gleichung (6.2) verwendet:

$$K = K_{th} + C_1(1 - e^{-\Delta a/t_1}) + C_2(1 - e^{-\Delta a/t_2}) \quad (6.2)$$

K_{th} ist der Schwellenwert des Spannungsintensitätsfaktors. Der zweite Summand beschreibt die Stärke (C_1) und die Dauer (t_1) des Steilanstiegs der R-Kurve und der dritte Summand die Stärke (C_2) und die Dauer (t_2) der Annäherung an den Plateauwert. Die Parameter der ermittelten R-Kurve sind in Tabelle 6.15 zusammengefasst.

Tabelle 6.15: Parameter der R-Kurve für ZrO_2 .

K_{th} [MPam ^{0,5}]	C_1 [MPam ^{0,5}]	t_1 [μ m]	C_2 [MPam ^{0,5}]	t_2 [μ m]
2,4	0,62	3,75	0,48	0,59

Die R-Kurve beginnt bei K_{th} mit einem Wert von 2,4 MPam^{0,5}. Der Anstieg ist relativ steil. Als Plateauwert für lange Risse wurde nach [Eic06] ein Wert von 3,5 MPam^{0,5} angesetzt. Untersuchungen von [Eic07] an 3Y-TZP zeigen einen mit der Korngröße $d = 0,11 - 0,48 \mu$ m ansteigenden Plateauwert von 2,8 bis 3,9 MPam^{0,5}. Mit einer Korngröße von 0,27 μ m bei Charge F ergibt sich hiermit eine gute Übereinstimmung. Der flache Verlauf der R-Kurve ist dadurch zu erklären, dass bedingt durch die mit 0,27 μ m geringe Korngröße die Umwandlung des tetragonalen Gitters in ein monoklines keine deutliche Verstärkung bzw. Risspitzenabschirmung durch die resultierenden Druckspannungen hervorruft. Zusätzlich steigt der Risswiderstand durch extrinsische Effekte wie z. B. die Bildung elastischer Brücken und Rissverzweigung. Die Folge einer nicht stark ausgeprägten R-Kurve zeigt sich auch in den Weibulldiagrammen der Chargen A bis H. Durch das R-Kurvenverhalten würden Proben mit größeren Defekten und somit niedrigen Festigkeiten verstärkt und dadurch höhere Festigkeiten erzielen. Dieser Effekt ist umso ausgeprägter, je größer die Ausgangsdefekte sind. Dies würde in der Weibullverteilung zu einem steileren Verlauf der Verteilung im niedrig festen Bereich und einem anschließenden Abknicken bei höheren Festigkeiten führen. Ein derartiger Verlauf ist hier nicht zu beobachten.

Die Festigkeiten der Charge F liegen in einem Bereich von 1800 und 2500 MPa. Ausgehend von $K_c = 2,4 \text{ MPam}^{0,5}$ und einem Geometriefaktor $Y = 0,72$ für einen halbreisförmigen Oberflächendefekt, liegt die kritische Defektgröße a_c zwischen 0,57 und 1,09 μ m. Damit liegt sie im Bereich der charakteristischen Gefügeabmessungen. D. h. ein Defekt in der Größe von 2 bis 3 Körnern kann zum Versagen der Probe führen. Damit lässt sich auch verstehen, weshalb vor allem bei den hochfesten Chargen oftmals der versagensauslösende Defekt nicht identifiziert werden kann. Da die übrigen Chargen aus Standardpulver bzgl. Korngröße und Porosität eine sehr ähnliche Gefügecharakteristik aufweisen, wurde auf weitere R-Kurvenmessungen an

ZrO₂ verzichtet. Auf Grund der geringen mechanischen Festigkeiten der Chargen I bis L aus nanoskaligem Pulver wurden entsprechende Untersuchungen ebenfalls nicht durchgeführt.

Wie in Kapitel 4.1 beschrieben, wurden die Proben mit hoher Genauigkeit mittels eines konfokalen Weißlichtmikroskops vermessen. Bei einer absoluten Kantenlänge von 200 µm würde ein Fehler in der Vermessung von nur 10 µm zu einem Fehler in der berechneten Festigkeit von 13,6 % für 210 µm bzw. 16,6 % für 190 µm ergeben. Dies ist generell richtig. Für die Proben einer Charge insgesamt ist es allerdings weniger von Bedeutung, da hierbei statistische Effekte zum Tragen kommen. Als Beispiel sind in Abbildung 6.32 drei Verteilungen der Charge A gezeigt, für die jeweils die Abmessungen der einzelnen Proben unterschiedlich ermittelt wurden.

Für die erste Verteilung wurden die mittels Weißlichtmikroskopie ermittelten Höhen und Breiten je Probe für die Festigkeitsberechnung verwendet, für die zweite wurden als Werte der Höhe und Breite jeweils die arithmetischen Mittelwerte der Höhen und der Breiten aller Proben verwendet. Bei der dritten wurde über die Höhen und Breiten aller Proben gemittelt (als ideal quadratischer Querschnitt).

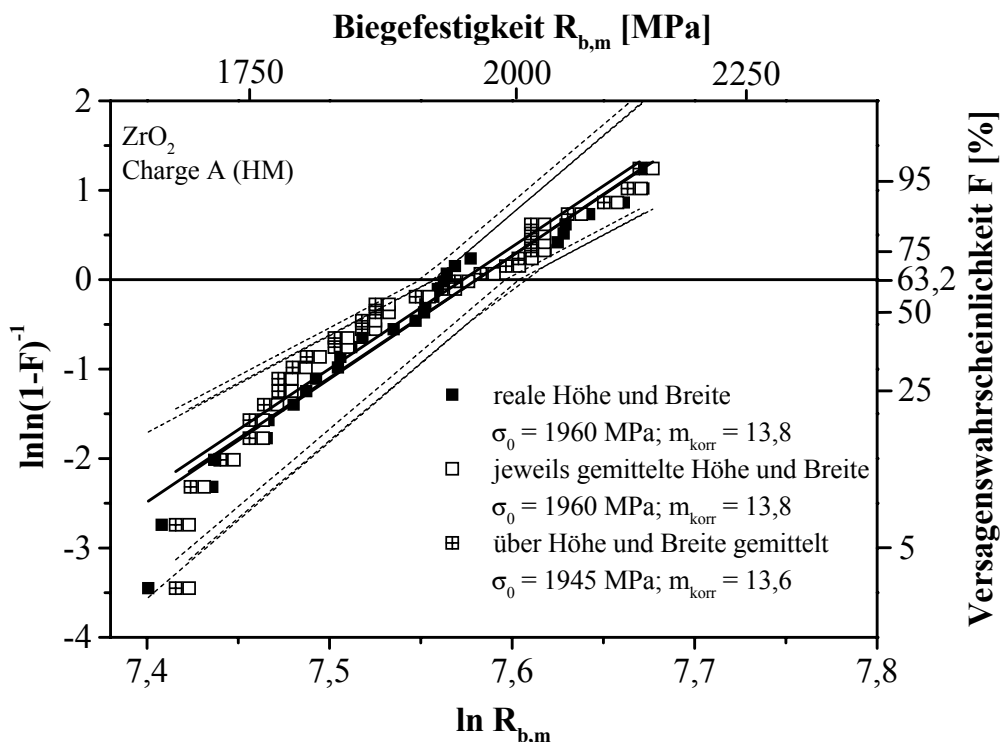


Abbildung 6.32: Weibullverteilung der ZrO₂-Charge A. Für die Berechnung der Festigkeit wurden die Abmessungen „Höhe“ und „Breite“ als Messwerte der Weißlichtmikroskopie, als jeweilige Mittelwerte der Höhe bzw. Breite und als Mittelwerte über alle Abmessungen ohne Berücksichtigung, ob es sich um Höhe oder Breite handelt, verwendet.

Für die einzelne Probe ändert sich naturgemäß die Festigkeit entsprechend stark (in diesem Fall bis maximal 5,7 %) für die gesamte Charge mit 31 Proben hingegen ändert sich die charakteristische Festigkeit um lediglich 0,8 % von 1960 auf 1945 MPa. Der korrigierte Weibullmodul sinkt um 1,4 % von 13,8 auf 13,6 ab. Die Konfidenzintervalle sind nahezu deckungsgleich. Das bedeutet, dass zwar die Abmessungen der Proben möglichst genau zu bestimmen sind, aber dass es für eine hinreichende Genauigkeit ausreicht, wenn die Abmessungen an einer bestimmten Anzahl von Proben bestimmt werden und dann als gemittelter Wert für die Abmessungen aller Proben einer Charge verwendet werden.

In Kapitel 4.4 wurde beschrieben, dass die Ermittlung der Biegefestigkeiten mit dem konservativen Ansatz erfolgte. Die Proben wurden mit einem rechteckigen Querschnitt ohne Kantenverrundung angenommen. Für eine Abschätzung der realen Festigkeiten der Chargen sind in Tabelle 6.16 die Festigkeiten unter Verwendung der Widerstandsmomente inkl. Kantenradien berechnet. Für die Berechnung wurden die gemittelten Werte der Höhe und Breite der untersuchten Proben je Charge verwendet. Die realen Festigkeiten liegen damit um 4 bis 12 % höher als die Festigkeiten unter Verwendung der idealen Querschnittsform. Bei den Chargen D und E mit der größten Kantenverrundung von 29,2 bzw. 11,5 μm liegt die reale Festigkeit 48 bzw. 22 % höher. Das bedeutet für Charge D eine reale charakteristische Festigkeit von 4187 MPa. Dieser Wert liegt weit über der Festigkeit, die nach dem Größeneffekt (selbst unter Anwendung des Volumeneffekts) zu erwarten ist.

Tabelle 6.16: Vergleich der Festigkeiten der Chargen A – L mit (real) und ohne (ideal) Berücksichtigung der Kantenverrundung.

Charge	Herstellung	$\sigma_{0,\text{ideal}}$ [MPa]	Kantenradius [μm]	$W_{\text{ideal}}/W_{\text{real}}$ [-]	$\sigma_{0,\text{real}}$ [MPa]
A	HM	1960	3,7	1,072	2102
B	HM	1819	2,9	1,055	1919
C	HM	1836	4,2	1,081	1984
D	HM	2821	29,2	1,484	4187
E	HM	2245	11,5	1,223	2745
F	HM	2214	6,7	1,129	2500
G	LPIM	1961	4,2	1,083	2124
H	LPIM	1902	5,1	1,101	2095
I	HM nano	657	5,1	1,094	719
J	HM nano	752	6,0	1,115	839
K	HM nano	1106	3,3	1,063	1175
L	HM nano	972	2,0	1,037	1008

An dieser Stelle sei erwähnt, dass die Anwendung der Weibulltheorie für Mikroproben nicht unumstritten ist. Nach [Dan06, Dan07b] ist die Defektdichte g über eine inverse Potenzfunktion von der Defektgröße a ($g(a) \sim a^{-8}$) abhängig. Für kleine Fehler kann der Anstieg der Defektdichte, die einem Weibullmaterial zugeschrieben wird, nicht stimmen, wenn die inverse Potenzfunktion unrealistisch hohe Defektdichten vorhersagt. Diese hohe Dichte kleiner Fehler würde zu einer starken Interaktion der Fehler untereinander führen. Das widerspricht der weakest-link-Theorie, die die grundlegende Voraussetzung in der statistischen Theorie zur Bruchmechanik spröder Werkstoffe und insbesondere der Weibulltheorie darstellt. Daher sollte die Weibulltheorie versagen, wenn sehr kleine Fehler die Versagensursache darstellen. Dies ist für sehr kleine Proben der Fall, die einen Weibullmodul m zwischen 10 und 20 sowie ein effektives Volumen V_{eff} von unter 10^{-4} mm^3 aufweisen. Für diese Proben sollte die Defektdichte kleiner sein als nach Weibull vorhergesagt. Die Wechselwirkungen zwischen den Defekten würden zu niedrigeren Festigkeiten führen, als nach Weibull zu erwarten wäre. Diese Überlegungen stellt Danzer für Volumenfehler an, der Effekt ist aber ebenso für Oberflächen- und Kantenfehler zu erwarten [Dan06]. Die in dieser Arbeit untersuchten Mikrobiegeproben haben ein effektives Volumen um 10^{-4} mm^3 , die gefundenen Defekte sind mit typischen Abmessungen von 1 bis $3 \mu\text{m}$ sehr klein und die ermittelten Weibullmoduln liegen überwiegend in dem von Danzer beschriebenen Bereich. Allerdings können mit den in Kapitel 6.2 vorgestellten Ergebnissen die Schlussfolgerungen bzgl. einer niedrigeren experimentellen Festigkeit als der nach der Weibulltheorie erwarteten nicht bestätigt werden. Möglicherweise sind die vorhandenen Defekte nicht ausreichend klein und somit die Defektdichte nicht ausreichend groß.

7 Untersuchungen an Siliziumnitrid

7.1 Festigkeitsabschätzung

Bei der Abschätzung der Festigkeit von Mikrobiegeproben aus Siliziumnitrid analog zu Kapitel 6.1 ist zu beachten, dass Si_3N_4 eine geringere Sinterschwindung zeigt als ZrO_2 . Die durchschnittliche Probenbreite liegt dadurch bei ca. 240 μm , was zu größeren effektiven Oberflächen und Volumen führt. Wie in Kapitel 2.5.4 beschrieben, sind für makroskopische Proben aus Si_3N_4 in der Form RBSN Festigkeiten von 400 MPa und für SRBSN 500 bis 1000 MPa zu erreichen. Die sich daraus ergebenden Abschätzungen der Festigkeit sind in Tabelle 7.1 ausgeführt.

Tabelle 7.1: Abschätzung der Festigkeit für Mikroproben aus Si_3N_4 basierend auf dem Festigkeitswert für Makroproben. Festigkeitsangaben in MPa.

	Weibullmodul	RBSN	SRBSN	SRBSN
$\sigma_{0,\text{makro}}$		400	700	1000
Oberflächen- effekt	10	760	1330	1900
	12	683	1195	1707
	14	633	1107	1582
Volumeneffekt	10	980	1715	2451
	12	844	1477	2111
	14	759	1328	1897

7.2 Biegeversuche

Zur Bestimmung der Biegebruchfestigkeit $R_{b,m}$ der Si_3N_4 -Mikrobiegeproben wurden die Versuche entsprechend den Beschreibungen in den Kapiteln 4.2.3 und 4.4 durchgeführt und ausgewertet. Die Auswertung der gesamten Charge erfolgte nach der Weibullstatistik (Kapitel 2.5.2). Die fraktografische Charakterisierung der versagensauslösenden Defekte erfolgte gemäß der in Kapitel 4.7 beschriebenen Kriterien.

7.2.1 Charge 1 (HM / 1800 °C / 1 h)

Die Ergebnisse der 32 untersuchten Proben der drucklos heißgegossenen Charge 1 sind in der Weibullauftragung in Abbildung 7.1 dargestellt. Die charakteristische Festigkeit beträgt 1035 MPa, der korrigierte Weibullmodul weist mit 11,5 einen normalen Wert auf. Die Vertei-

lung weist in Abschnitten ein lineares Verhalten auf, allerdings lässt sie sich im Ganzen nicht als Gerade darstellen.

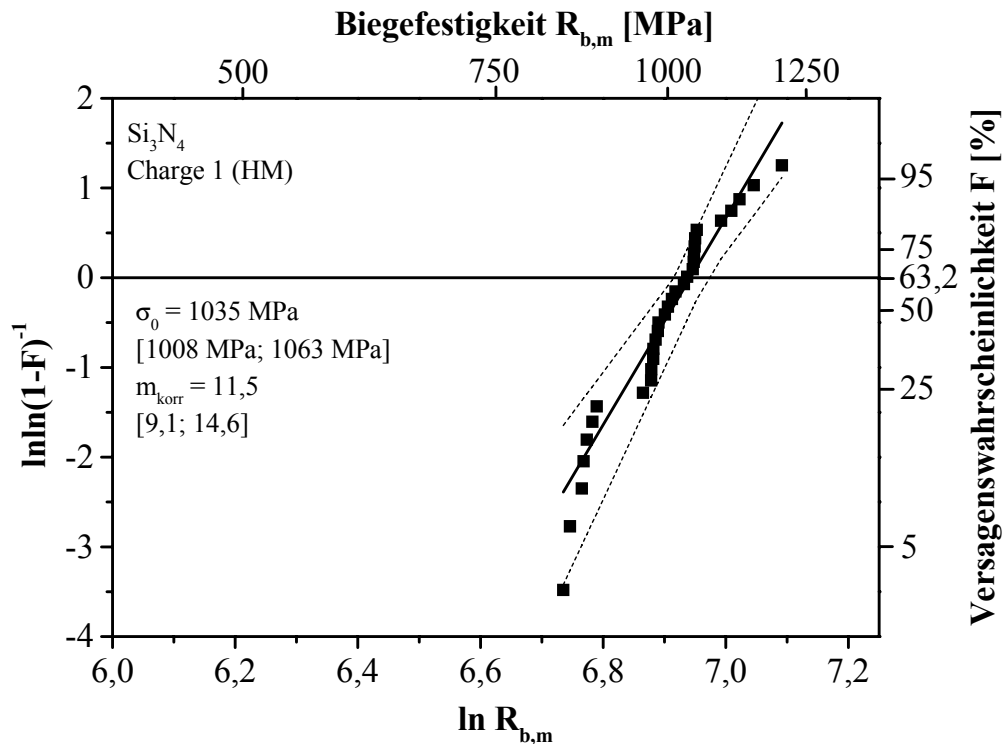


Abbildung 7.1: Weibulldiagramm der drucklos heißgegossenen Charge 1.

Ein Übergang, wie er bei den bisherigen Ergebnissen zu sehen war, existiert hier nur beim Übergang der Proben mit mittlerer Festigkeit hin zu den hochfesten Proben. Im Bereich der niedrigen Festigkeit lassen sich sieben Proben als Gerade auffassen. Im Übergang von einer Festigkeit von 888 MPa zur nächst festeren Probe mit 958 MPa tritt ein größerer Sprung der Festigkeit auf. Bei der fraktografischen Analyse der Bruchflächen dieser Charge ist eine Zuordnung der Versagensursache zur jeweiligen Probe sehr schwierig. Dies liegt zum einen daran, dass die Proben, wie in Kapitel 3.4 beschrieben, mit einer Rautiefe von $5,91 \pm 1,25 \mu\text{m}$ eine höhere Oberflächenrauigkeit besitzen und somit hier eine erhöhte Mikroerbwirkung vorliegt, und zum anderen, dass die Porosität von 2,4 % in Form von kleinen und in ihrer Größe gleichmäßigen Poren dicht unter und an der Oberfläche verteilt ist. Dadurch ist es auch möglich, dass es zu einem multiplen Versagen kommt. Ferner kommt es bei der Rissausbreitung zu keiner signifikanten Strukturierung der Bruchfläche. Dies lässt sich einerseits auf die Struktur der Siliziumnitridkeramik zurückführen, zum anderen ist die Ausbildung einer Struktur bei der Rissausbreitung von der Rissausbreitungsgeschwindigkeit abhängig. Auf Grund der geringen Dimensionen der Mikrobiegeproben kann der Riss keine so großen Geschwindigkeiten bzw. unterschiedliche Energiefreisetzungsraten erreichen (was zur Ausbildung einer

strukturierten Bruchfläche führen würde, vgl. Kapitel 7.4), da bis zu diesem Zeitpunkt der Riss die Probe bereits komplett durchlaufen hat.

In Abbildung 7.2 sind exemplarisch die Bruchflächen von drei Proben mit Biegebruchfestigkeiten von 975, 1024, und 1046 MPa dargestellt. Diese stehen bzgl. des Erscheinungsbildes der Bruchfläche exemplarisch für die ganze Charge. Es ist zu erkennen, dass Unebenheiten an der Oberfläche kombiniert mit einer Vielzahl von kleinen Poren direkt an und unter der Oberfläche vorliegen. Diese Defektansammlung war somit wahrscheinlich versagensauslösend. Die Oberflächen weisen viele leichte Unebenheiten auf. Diese haben durchschnittliche Tiefen zwischen 2,0 und 5,0 μm . Die Poren haben Durchmesser von 1,0 bis 1,5 μm . Grate oder Ausbrüche sind nicht zu beobachten. Wegen dieser Gleichmäßigkeit von Defektart, -größe und -ort sowie der Unsicherheit bzgl. der eindeutigen Zuweisung der Versagensursache wird auf eine tabellarische Auflistung verzichtet.

Die Verrundung der Kanten ist mit einem durchschnittlichen Kantenradius von 9,9 μm groß (ermittelt an den Kanten der Proben mit $R_{b,m} = 975, 1041, 1043, 1046$ und 1147 MPa). Die Standardabweichung ist mit 4,7 μm relativ hoch.

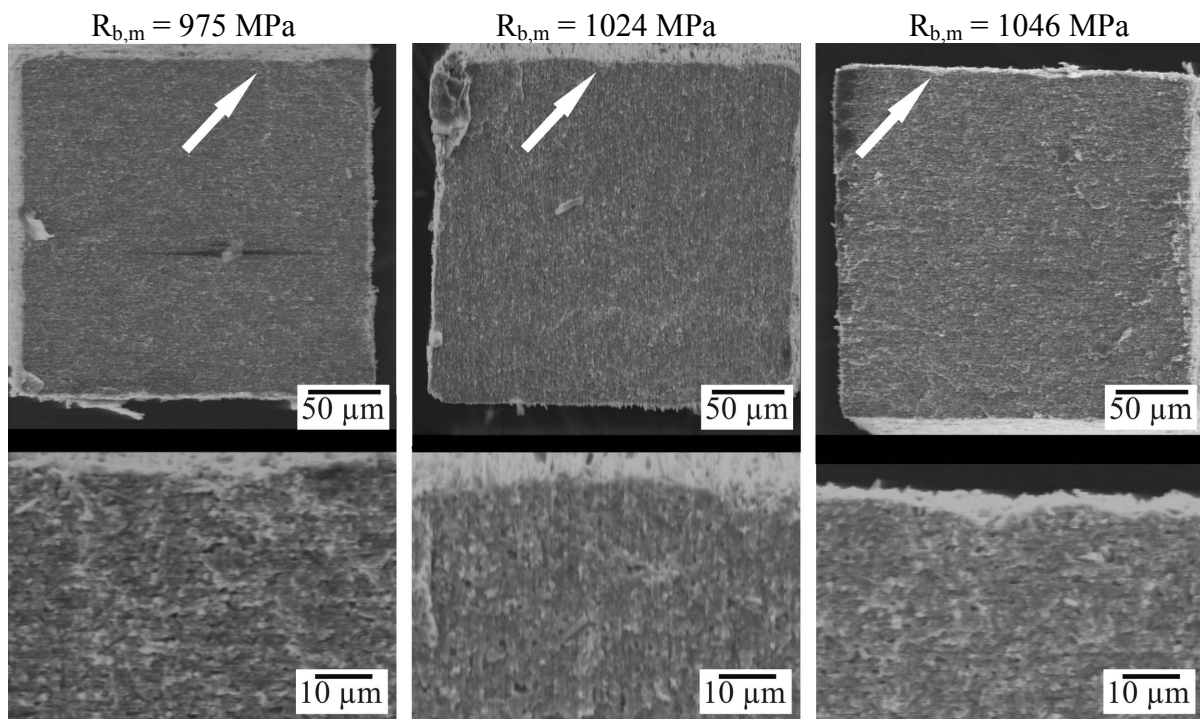


Abbildung 7.2: REM-Bilder von Bruchflächen der Charge 1.

7.2.2 Charge 2 (HM / 1750 °C / 1 h)

Bei der zweiten Si_3N_4 -Charge wurden 30 Proben auf ihre Festigkeit geprüft. Die charakteristische Festigkeit liegt mit 920 MPa unter dem Wert der ersten Charge, die aus dem gleichen Feedstock hergestellt wurde. Die Streuung der Festigkeitswerte ist gering, was zu einem relativ hohen Wert des korrigierten Weibullmoduls mit 13,2 führt. Der Kurvenverlauf im Weibulldiagramm in Abbildung 7.3 weist eine leichte Zweiteilung auf, die jeweils einen fast exakten linearen Zusammenhang zwischen Festigkeit und Versagenswahrscheinlichkeit zeigen. Insgesamt lässt sich diese Charge mäßig als Gerade darstellen. Wie auch bei der vorherigen Charge ist bei der Analyse der Bruchflächen eine eindeutige Bestimmung der Art und Position des Defektes, der jeweils zum Versagen führte, schwierig. Grundsätzlich besteht ein Unterschied zu Charge 1, bei der die Poren gleichmäßig über den Probenquerschnitt verteilt waren. Wie in Abbildung 7.4 zu erkennen ist, weisen die Proben der Charge 2 an den Rändern der Bruchflächen eine Vielzahl von kleinen Poren auf, während der innere Bereich nahezu porenfrei erscheint. Die Poren sind mit Durchmessern von 2,0 bis 3,5 μm etwas größer als bei Charge 1. Unebenheiten der Oberfläche sind nur bei drei Proben zu beobachten (verteilt über den ganzen Festigkeitsbereich). Die gemittelte Oberflächenrautiefe R_t der Zugseiten ist mit $6,99 \pm 1,46 \mu\text{m}$ ähnlich zu Charge 1, obwohl keine ausgeprägte Nadelstruktur zu erkennen ist (vgl. Abbildung 7.4).

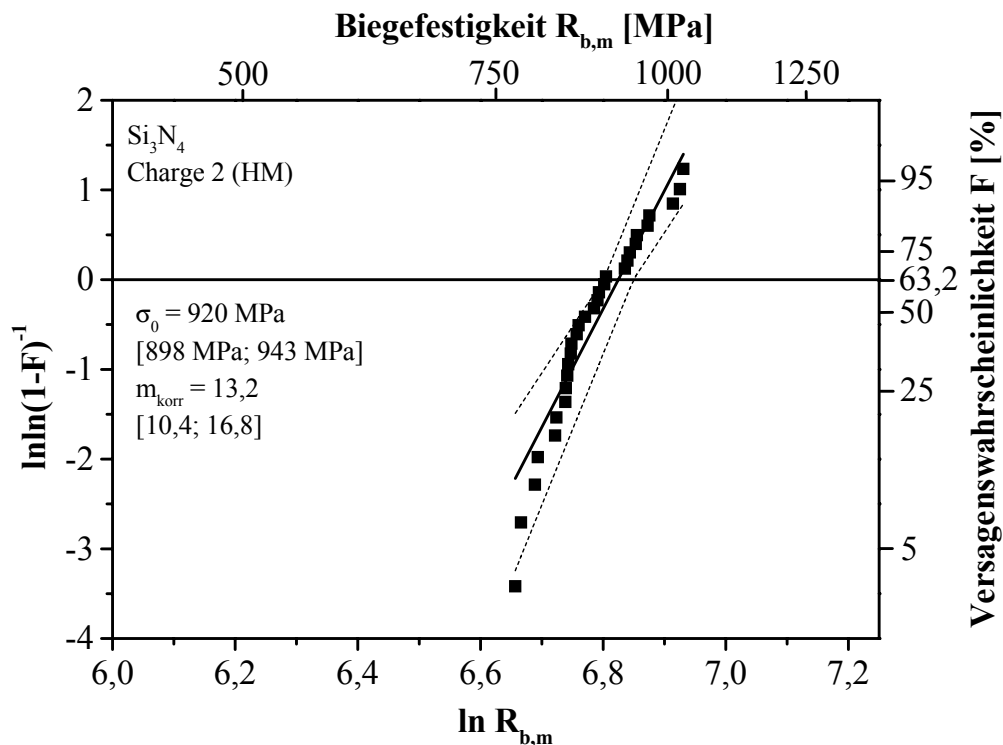


Abbildung 7.3: Weibulldiagramm der drucklos heißgegossenen Charge 2.

Die Kantenverrundung weist mit $8,0 \pm 5,1 \mu\text{m}$ einen leicht höheren Wert auf. Auffällig ist die relativ hohe Streuung der Kantenradien, die in Einzelfällen mit $3 \mu\text{m}$ sehr klein bzw. mit $25 \mu\text{m}$ sehr groß sind. Ermittelt wurden die Radien an sechs Proben ($R_{b,m} = 778, 803, 899, 902, 1006$ und 1023 MPa).

Die in Abbildung 7.4 dargestellten Bruchflächen der Proben mit Festigkeiten von 807, 892 und 1006 MPa decken das ganze Festigkeitsspektrum der Charge ab. Die Probe mit $R_{b,m} = 807 \text{ MPa}$ weist größere Ansammlung von Poren auf, die sich insgesamt über 18 auf $7 \mu\text{m}^2$ erstreckt. Die einzelnen Poren haben Durchmesser von ca. 2 bis $3 \mu\text{m}$. Bei den beiden anderen Proben sind die Poren fein verteilt und befinden sich überwiegend in einem schmalen Band unter der Oberfläche. Ferner ist zu erkennen, dass die Formhaltigkeit dieser Proben als gut bewertet werden kann.

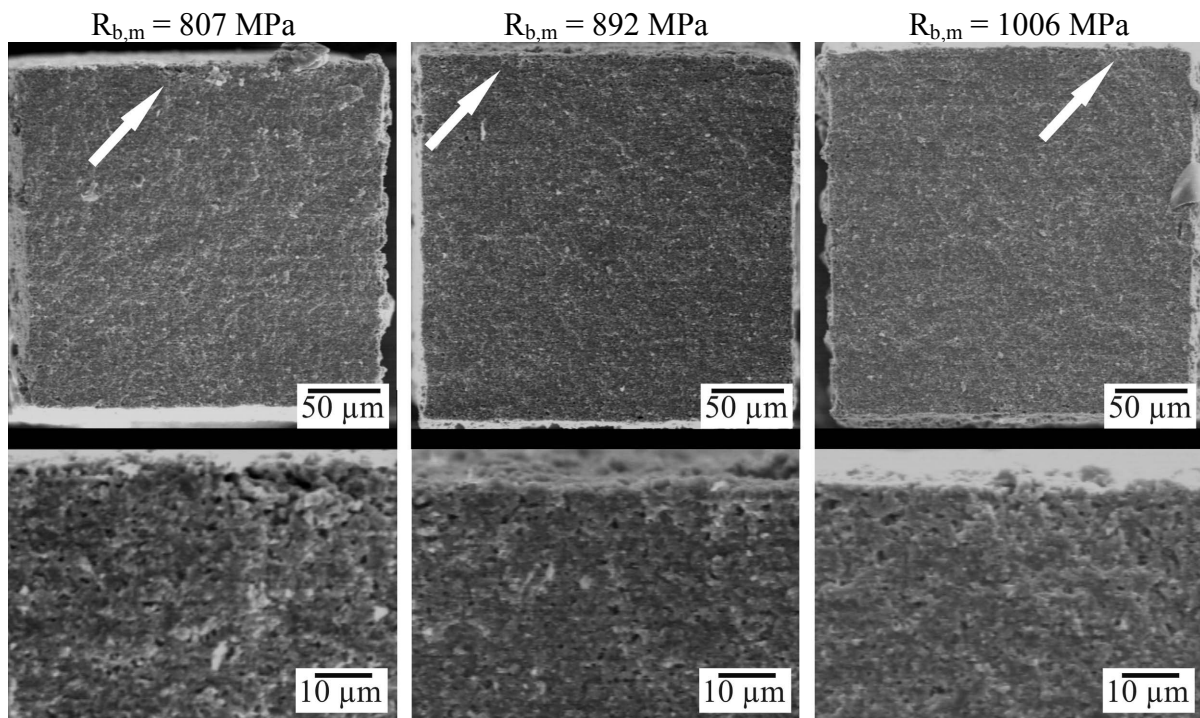


Abbildung 7.4: REM-Bilder von Bruchflächen der Charge 2.

7.2.3 Charge 3 (HM / 1750 °C / 2 h)

In Abbildung 7.5 sind die 33 untersuchten Proben der drucklos heißgegossenen Charge 3 im Weibulldiagramm aufgetragen. Auch die Festigkeitsverteilung dieser Charge weist in ihrem Verlauf einen Versatz auf, der aber deutlich geringer ist als bei Charge 1. Insgesamt lässt sich Charge 3 gut durch eine Gerade darstellen. Die charakteristische Festigkeit beträgt 1161 MPa . Die Streuung der Festigkeitswerte der Proben ist sehr gering. Die Probe mit der niedrigsten

Festigkeit versagte bei 1021 MPa, die höchste Festigkeit beträgt 1241 MPa. Dies führt zu dem hohen Wert des korrigierten Weibullmoduls von 19,2.

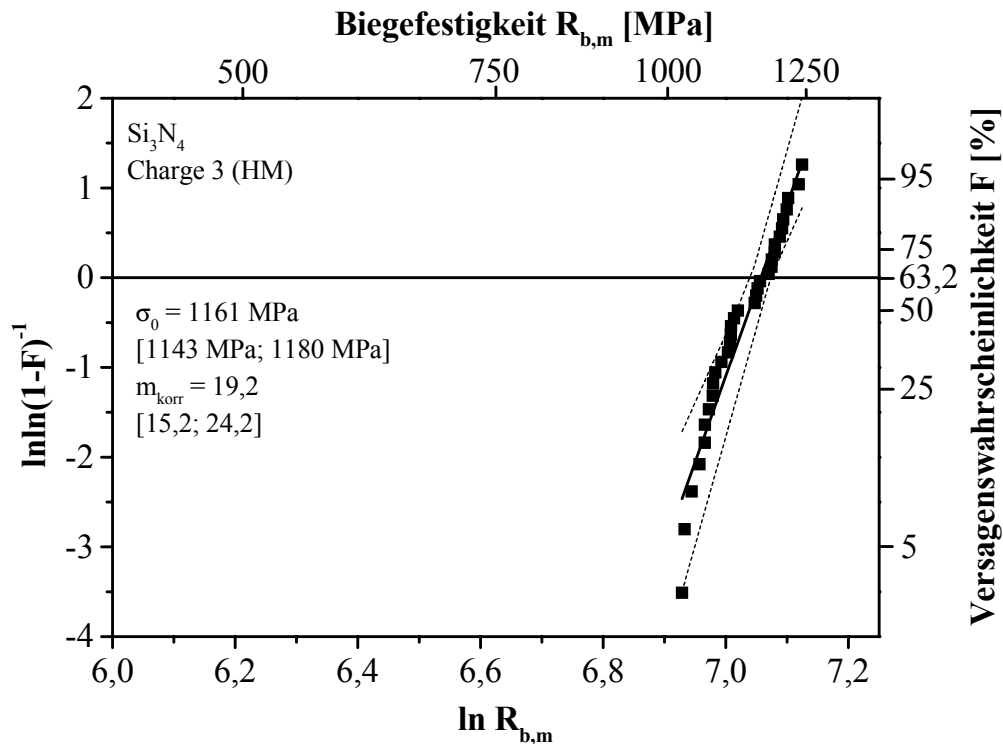


Abbildung 7.5: Weibulldiagramm der drucklos heißgegossenen Charge 3.

Beispiele der Bruchflächen sind anhand von drei Proben mit $R_{b,m} = 1051$, 1182 und 1202 MPa in Abbildung 7.6 dargestellt. Die Proben versagten jeweils auf Grund einer Unebenheit an der Oberfläche der Zugseite. Verglichen mit Charge 1 sind die Unebenheiten deutlich weniger tief. Auch hier finden sich viele kleine Poren mit Durchmessern unter $1 \mu\text{m}$ dicht unter der Oberfläche. Bei der Probe mit einer Festigkeit von 1182 MPa ist zu erkennen, dass die obersten 2 bis $3 \mu\text{m}$ der Randschicht verdichtet erscheinen. Dies ist eine Folge der Komprimierung der Oberfläche beim Prozess der Defektausheilung. Allerdings ist der Kantenradius mit $5,6 \mu\text{m}$ niedrig (Mittelwert der Kantenradien von sechs Proben aller Festigkeitsbereiche: $R_{b,m} = 1067$, 1074 , 1106 , 1176 , 1211 und 1235 MPa). Die Standardabweichung beträgt $2,5 \mu\text{m}$. Überwiegend versagen die Proben der Charge 3 an der Oberfläche der Zugseite. Da die Verteilung der Poren sehr gleichmäßig ist und die Poren sehr klein sind, ist das Versagen durch Unebenheiten an der Oberfläche begünstigt. Dafür spricht auch die relativ hohe gemittelte Rautiefe R_t der zugbeanspruchten Oberflächen mit $4,67 \mu\text{m}$. Die Standardabweichung beträgt $1,47 \mu\text{m}$.

Einige Proben weisen an den Kanten der Zugseite Grate von wenigen Mikrometern Höhe auf. Es kann aber mangels Struktur der Bruchfläche nicht festgestellt werden, ob diese bei der jeweiligen Probe versagensauslösend waren.

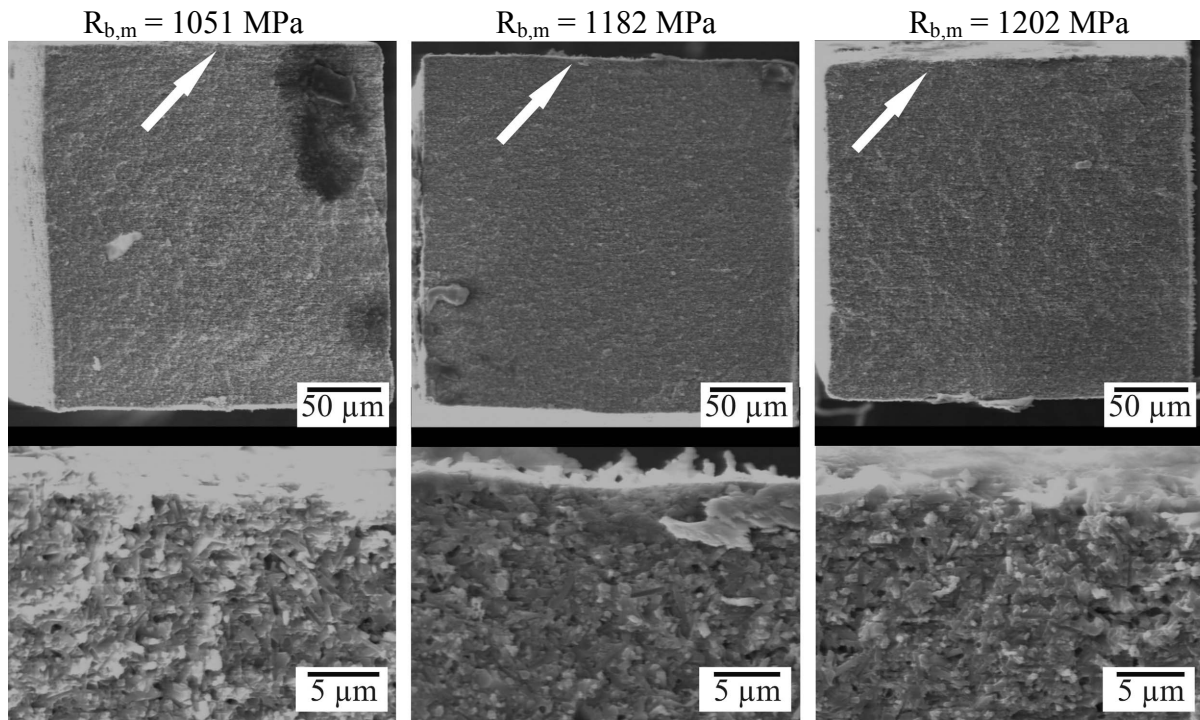


Abbildung 7.6: REM-Bilder von Bruchflächen der Charge 3.

7.2.4 Charge 4 (HM / 1800 °C / 1 h)

Charge 4 weist mit 1234 MPa die höchste gemessene charakteristische Festigkeit an Siliziumnitridmikroproben auf. Die Versagenswahrscheinlichkeiten der 27 Proben sind in Abbildung 7.7 als Funktion der Festigkeit aufgetragen. Die Verteilung zeigt allgemein ein lineares Verhalten. Lediglich die beiden schwächsten Proben weichen ab. Der korrigierte Weibullmodul beträgt 13,0 und zeigt die geringe Streuung der Festigkeitswerte. Insgesamt wurden 30 Proben getestet, von denen drei nicht repräsentative Defekte aufwiesen (Poren und Agglomerate mit Abmessungen von 10 bis 50 µm). Deren Festigkeiten lagen bei 716, 827 und 944 MPa. Diese Agglomerate lassen sich auf kompaktierte Pulverteilchen zurückführen, die bei der Homogenisierung des Feedstocks nicht zermahlen wurden. Eventuell war das Ausgangspulver nicht vollständig durchgetrocknet. Unter Einbeziehung dieser drei Proben fallen σ_0 auf 1212 MPa und m_{korr} auf 10,1 ab.

Die Analyse der Bruchflächen zeigt, dass es bei dieser Charge während der Rissausbreitung zu einer gewissen Strukturierung der Bruchflächen kam. So zeigen einige Proben einen leicht

gekrümmten Bruchverlauf und einen Bereich der auf der Druckseite der Proben einen Scherbereich andeutet. Eine Korrelation zwischen dem Vorhandensein einer derart geformten Bruchfläche und der Festigkeit konnte nicht gefunden werden. Bruchlinien, die eindeutig auf den versagenskritischen Defekt hindeuten, wurden nicht ausgebildet. Generell ist von einem Versagen auf Grund von Poren und Porenansammlungen auf oder dicht unter der Oberfläche der Zugseite auszugehen. Die Größen der Poren sind alle sehr ähnlich. Die Porenverteilung erscheint gleichmäßig über den gesamten Querschnitt.

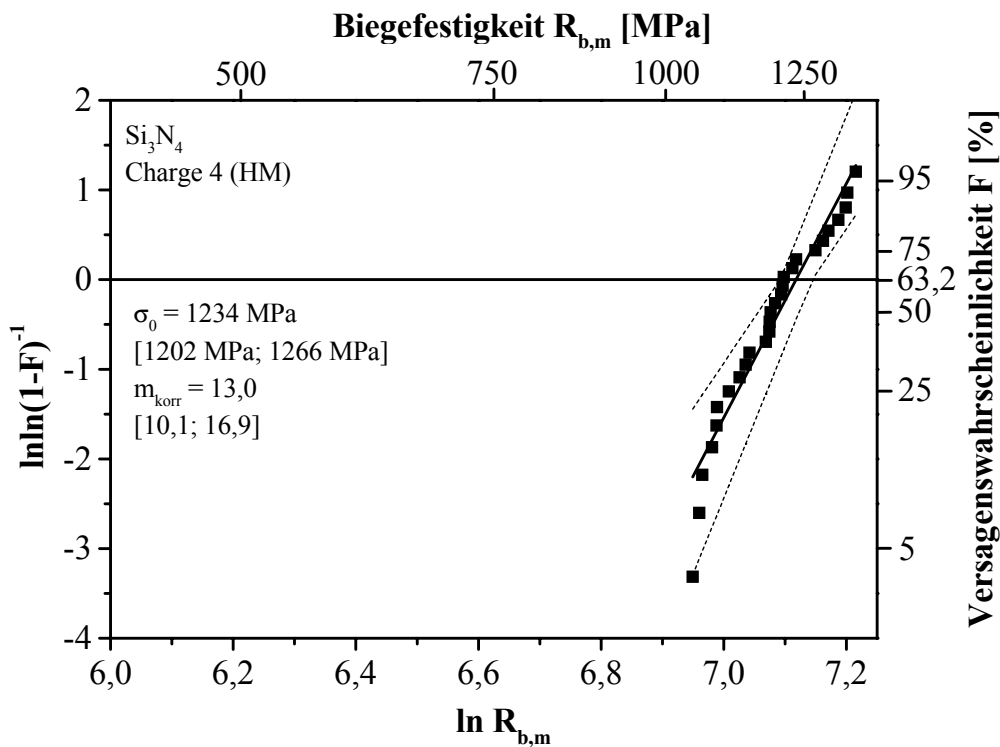


Abbildung 7.7: Weibulldiagramm der drucklos heißgegossenen Charge 4.

In Abbildung 7.8 sind die Bruchflächen von drei Proben der Charge 4 dargestellt. Die Probe mit einer Biegebruchspannung $R_{b,m} = 1085$ MPa versagte auf Grund eines Agglomerats mit einem Durchmesser $18 \mu\text{m}$ dicht unter der Oberfläche. Die Bruchfläche weist die oben beschriebene Struktur mit Scherbereich auf der Druckseite auf. Etwas schwächer ist diese Struktur auch bei der Probe mit $R_{b,m} = 1226$ MPa zu erkennen. Hier führte wahrscheinlich eine Ansammlung kleiner Poren (Durchmesser zwischen 1 und $2 \mu\text{m}$) in der oberflächennahen Randschicht zum Versagen. Bei der Probe mit der höchsten gemessenen Festigkeit von 1360 MPa ist als größter Defekt eine Porenansammlung im Bereich eines kleinen Grats an der Kante der Zugseite vorhanden.

Der Kantenradius beträgt im Durchschnitt $5,0 \pm 2,1 \mu\text{m}$ (bestimmt an sechs Proben aller Festigkeitsbereiche: $R_{b,m} = 1054, 1059, 1193, 1209, 1341, 1360$ MPa). Es liegt damit bei dieser

Charge eine nur geringe Kantenverrundung vor. Die gemittelte Rautiefe R_t der Zugseiten beträgt $4,04 \mu\text{m}$ bei einer Standardabweichung von $1,68 \mu\text{m}$. Die Chargen 1 bis 4 weisen somit ähnliche Rauheiten auf.

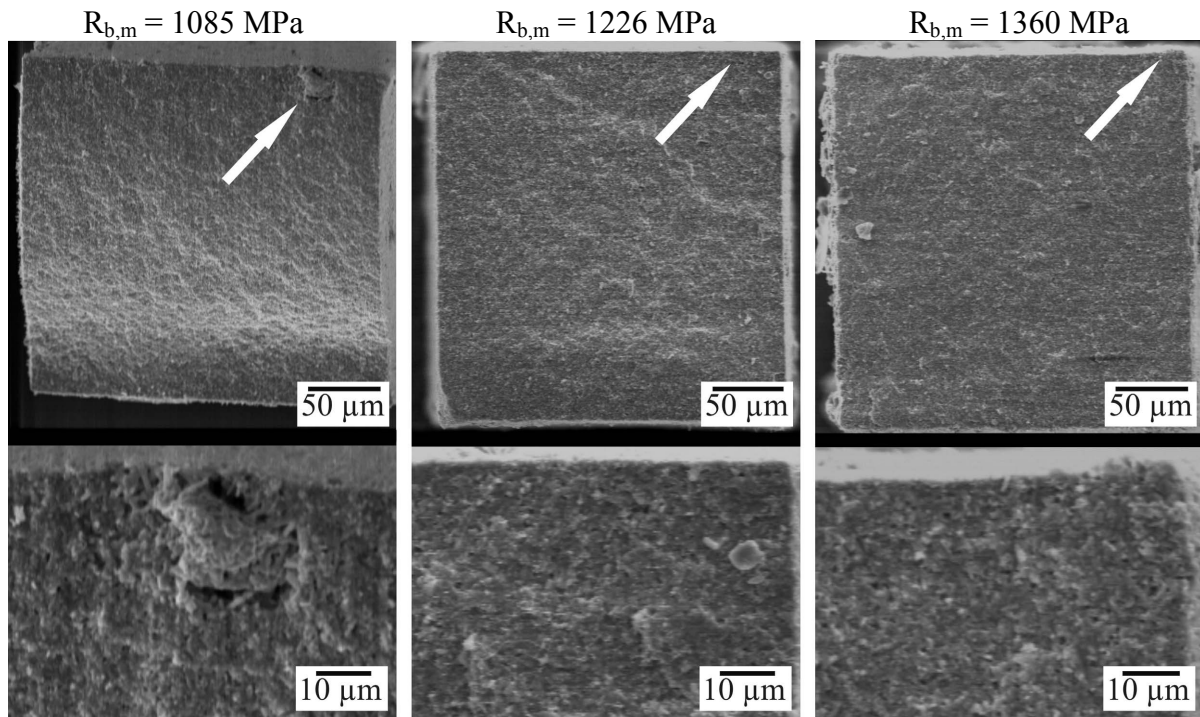


Abbildung 7.8: REM-Bilder von Bruchflächen der Charge 4.

7.2.5 Charge 5 (HM / 1750 °C / 1 h)

Abbildung 7.9 zeigt die Ergebnisse der 33 untersuchten Proben der drucklos heißgegossenen Charge 5. Die charakteristische Festigkeit beträgt 921 MPa bei einem korrigierten Weibullmodul von $12,4$. Die Verteilung lässt sich bis auf fünf Proben mit der niedrigsten Festigkeit gut als Gerade annähern. Die Untersuchung der Bruchflächen zeigt, dass diese Proben auf Grund großer Defekte auf der Oberfläche der Zugseite versagen, während bei den Proben mit höheren Bruchfestigkeiten die Defekte überwiegend an der Oberfläche der Zugseite aber auch an den Kanten und im Übergangsbereich zum Volumen liegen. Die Defekte sind meist Poren und Porenansammlungen mit Durchmessern von 8 bis $19 \mu\text{m}$. Die Proben mittlerer Festigkeit versagen durch Poren und Porenansammlungen, die meist Durchmesser von 4 bis $8 \mu\text{m}$ haben. Im hochfesten Bereich weisen die Poren Durchmesser von 2 bis $4 \mu\text{m}$ auf. Lediglich einmal tritt eine Defektkombination aus Pore und Unebenheit auf. Eine Übersicht gibt Tabelle 7.2.

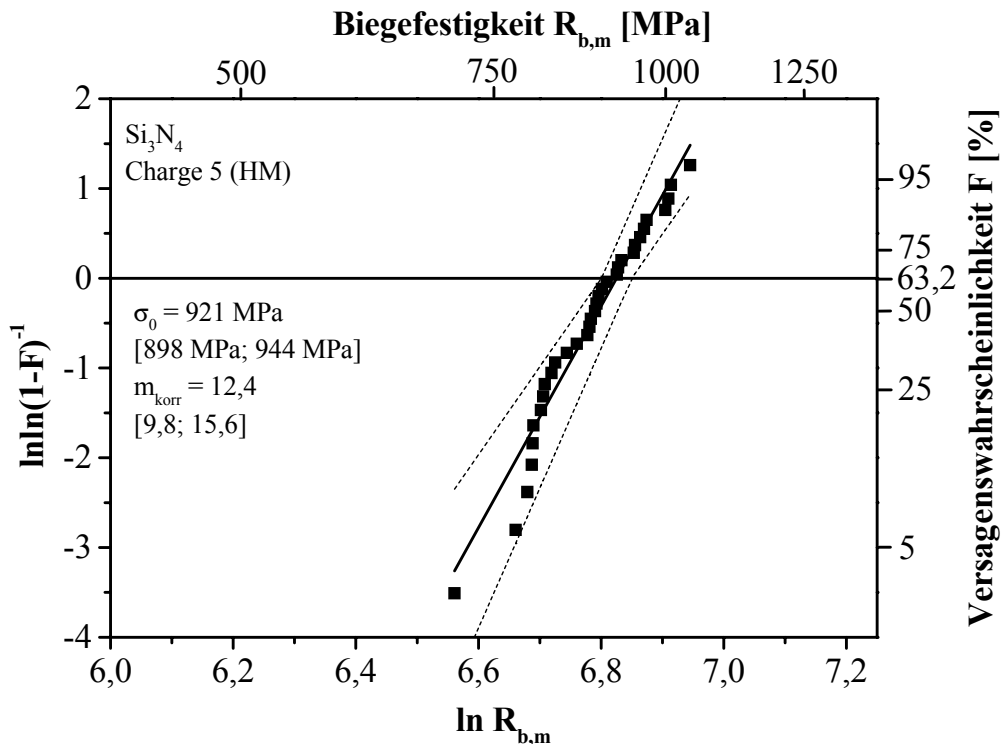


Abbildung 7.9: Weibulldiagramm der drucklos heißgegossenen Charge 5.

Tabelle 7.2: Ergebnisse der Bruchflächenanalyse der Charge 5.

$R_{b,m}$ [MPa]	Fehler			$R_{b,m}$ [MPa]	Fehler		
	-art	-ort	-größe		-art	-ort	-größe
707	P	OZ	Ø 19 µm	891	Px	OZ	Ø 4 µm
781	P	OZ	15x4 µm ²	894	P	OZ	Ø 4 µm
796	P	OZ	Ø 13 µm	899	P	OZ	Ø 3 µm
802	Px	OZ	Ø max 8 µm	906	P	OZV	Ø 9 µm
803	P	OZ	Ø 5 µm	921	P	OZ	Ø 3 µm
804	UPx		5 µm, Ø 4 µm	923	P	OZV	Ø 6 µm
814	-	OK	-	928	P	OZV	10x5 µm ²
817	P	OZ	15x3 µm ²	947	Px	OZV	Ø 2 µm
819	Px	OZ	8x4 µm ²	949	Px	OZ	Ø 2,5 µm
828	P	OZ	Ø 8 µm	957	P	OZ	Ø 2 µm
833	P	OZ	Ø 5 µm	963	Px	OZ	Ø 2 µm
849	Px	OZ	8x2 µm ²	967	P	OK	Ø 3 µm
863	P	OK	Ø 6 µm	997	Px	OZ	Ø 4 µm
878	Px	OZ	Ø 3 µm	1002	P	OZ	8x3 µm ²
881	P	OZ	6x15 µm ²	1006	P	OZ	Ø 9 µm
883	P	OZ	3x6 µm ²	1038	P	OZ	Ø 4 µm
889	P	OZ	10x3 µm ²				

Insgesamt ist die Formtreue, also die Exaktheit des quadratischen Querschnittsprofils höher als bei den Proben aus Zirkoniumdioxid. Dennoch ist der Grad der Kantenverrundung relativ hoch mit einem Kantenradius von $7,5 \pm 1,7 \mu\text{m}$ (Mittelwert über die Zugseitenkanten aller

Proben). Die gemittelte Rautiefe R_t der Zugseiten beträgt $2,86 \mu\text{m}$ bei einer Standardabweichung von $0,75 \mu\text{m}$.

Beispiele für Bruchflächen von Proben der Charge 5 mit Bruchfestigkeiten von $R_{b,m} = 781$, 889 und 1002 MPa sind in Abbildung 7.10 dargestellt. Es fällt auf, dass vor allem die Bruchflächen der Proben mit geringeren Festigkeiten keine Bruchflächenstruktur aufweisen, die direkt auf den Ausgangspunkt des Versagens hindeuten. Auch die ausgeprägte Scherkante auf der Druckseite der Probe ist nur bei der höherfesten Probe ($R_{b,m} = 1002 \text{ MPa}$) zu erkennen.

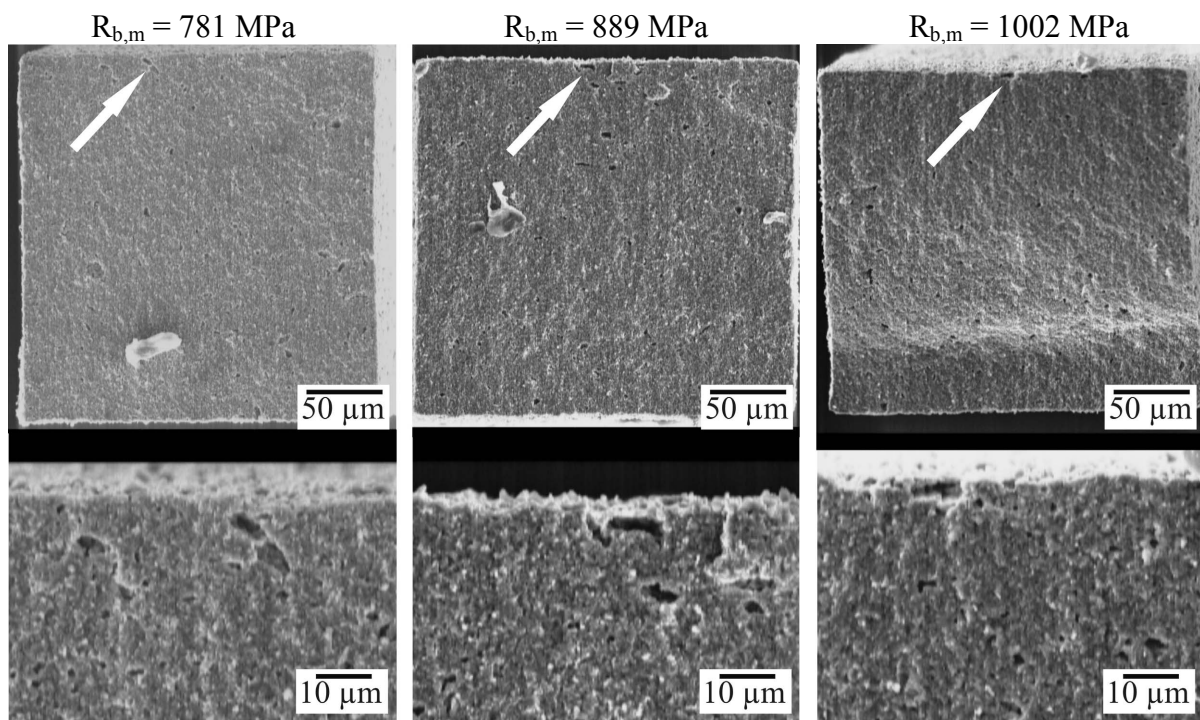


Abbildung 7.10: REM-Bilder von Bruchflächen der Charge 5.

7.2.6 Charge 6 (HM / 1800 °C / 1 h)

Insgesamt wurden für die drucklos heißgegossene Charge 6 38 Proben untersucht, aber da sieben gravierende Fehler (Ausbrüche mit bis zu 110 auf $20 \mu\text{m}^2$ sowie Poren mit 25 auf $15 \mu\text{m}^2$) aufweisen, werden sie nicht in die Auswertung genommen. In Abbildung 7.11 ist daher die Weibullverteilung für 31 Proben dargestellt. Die charakteristische Festigkeit σ_0 ist mit 873 MPa etwas geringer als bei Charge 5. Der Modul beträgt $11,8$. Unter Berücksichtigung der sieben Proben fällt σ_0 auf 842 MPa und m_{korrt} auf $8,3$ ab. Die Weibullverteilung weicht von einer Geraden ab. Es ergibt sich ein ähnliches Bild wie bei der ZrO_2 -Charge E. Die Ergebnisse der Bruchflächenanalyse sind in Tabelle 7.3 zusammengefasst.

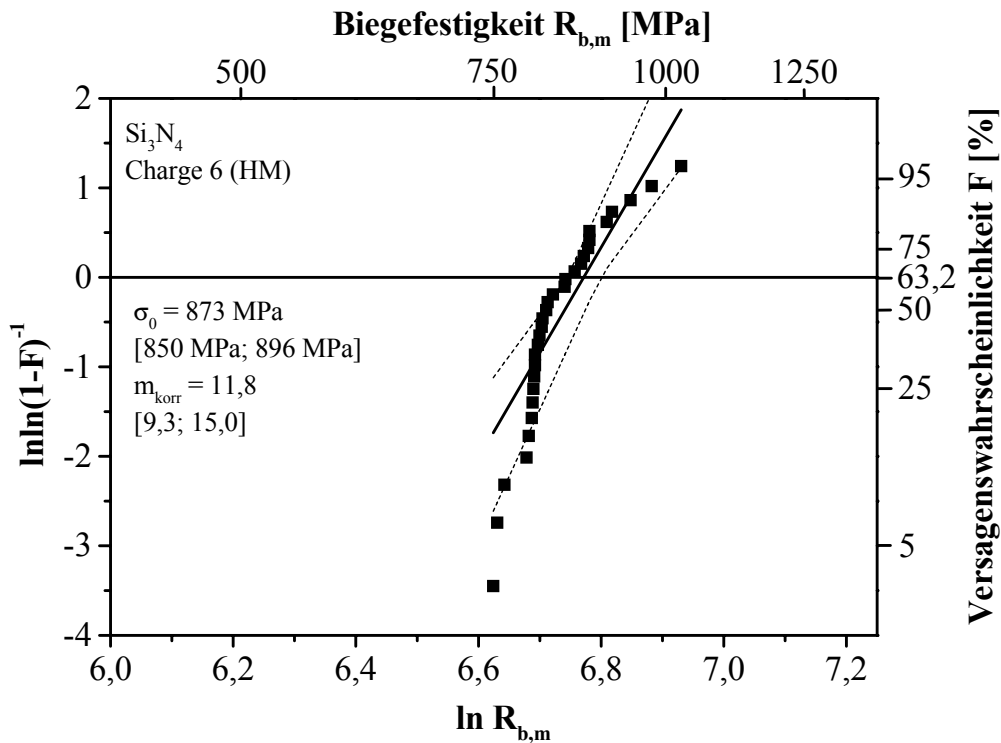


Abbildung 7.11: Weibulldiagramm der drucklos heißgegossenen Charge 6.

Tabelle 7.3: Ergebnisse der Bruchflächenanalyse der Charge 6.

$R_{b,m}$ [MPa]	Fehler			$R_{b,m}$ [MPa]	Fehler		
	-art	-ort	-größe		-art	-ort	-größe
753	-	OZ	-	823	UP	OZ	4 μm , 5x2 μm^2
758	A	OK	28x8 μm^2	830	P	-	-
767	P	OZ	10x5 μm^2	846	-	OZ	-
795	P	OK	15x3 μm^2	847	P	OZ	\varnothing 3 μm
798	P	OZ	\varnothing 9 μm	860	UPx	OZ	5 μm , \varnothing 2 μm
802	P	OZV	20x3 μm^2	869	U	OZ	5 μm
803	P	OZ	10x3 μm^2	873	UP	OKZ	4 μm , 5x2 μm^2
804	GP	OK	10 μm , \varnothing 10 μm	879	P	OZV	\varnothing 6 μm
805	P	OZ	\varnothing 6 μm	881	P	OZV	15x8 μm^2
806	GPx	OZ	7 μm , \varnothing 4 μm	881	P	OKZ	\varnothing 3 μm
806	GP	OK	5 μm , 8x4 μm^2	906	P	V	12 μm , \varnothing 10 μm
810	Px	OZ	\varnothing 5 μm	914	P	OZV	\varnothing 5 μm
812	P	OZ	\varnothing 5 μm	942	P	OZV	\varnothing 6 μm
815	Px	OZ	\varnothing 2 μm	975	P	OZV	10x5 μm^2
816	P	OZ	15x5 μm^2	1023	-	OZ	-
821	Px	OK	\varnothing 5 μm				

Hauptursache für das Versagen der Proben sind in 84 % (26-mal) Poren und Porenansammlungen, wobei diese je dreimal zusammen mit Graten und Unebenheiten aufgetreten sind. Je einmal ist ein Ausbruch und eine Unebenheit allein die Bruchursache. In der Hälfte der Fälle beginnt der Bruch an der Oberfläche, fünfmal (16 %) geht er vom Übergangsbereich

Oberfläche-Volumen aus und viermal (13 %) tritt der Bruch an der Kante ein. Nur einmal beginnt der Bruch von einer großen Pore im Volumen der Probe.

Die gemittelte Rautiefe R_t der Zugseiten beträgt $2,78 \mu\text{m}$ bei einer Standardabweichung von $0,55 \mu\text{m}$. Der gemittelte Kantenradius beträgt $6,4 \pm 2,1 \mu\text{m}$ (Mittelwert über die Zugseitenkanten aller Proben).

In Abbildung 7.12 sind REM-Bilder von Bruchflächen von Proben der Charge 7 dargestellt. Die Poren der Proben mit $R_{b,m} = 767$ und 975 MPa liegen beide mit Größen von 10 auf $5 \mu\text{m}^2$ direkt an der Oberfläche. Bei der schwächeren Probe ist wahrscheinlich der Einfluss des Grades maßgeblich, da auch hierdurch eine lokale Spannungsüberhöhung auftritt. Die Pore der Probe, die bei 906 MPa versagte, ist oberflächennah nur ca. $3 \mu\text{m}$ breit und erstreckt sich $20 \mu\text{m}$ in das Volumen hinein. Sie hat hier einen Durchmesser von $10 \mu\text{m}$.

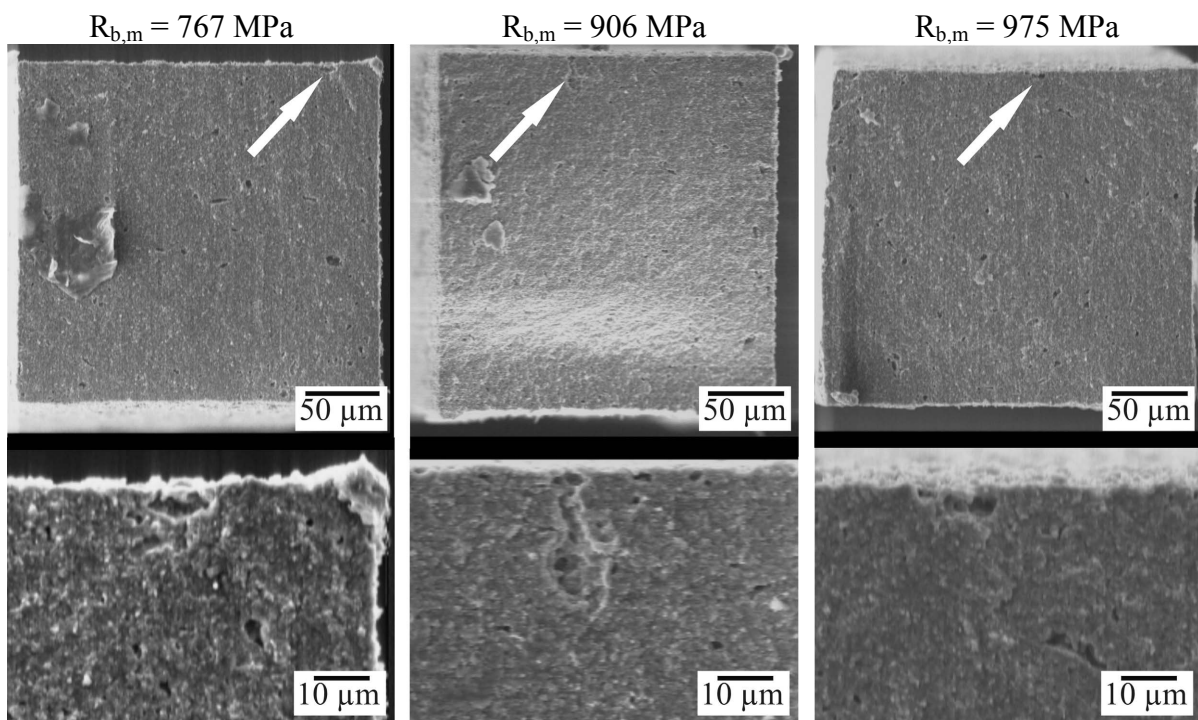


Abbildung 7.12: REM-Bilder von Bruchflächen der Charge 6.

7.2.7 Charge 7 (HM / 1750 °C / 2 h)

In Abbildung 7.13 ist die Weibullverteilung der Festigkeiten von 34 Proben der drucklos heißgegossenen Charge 7 dargestellt. Die charakteristische Festigkeit ist mit 544 MPa deutlich geringer als bei den vorherigen Chargen. Der korrigierte Weibullmodul beträgt $13,1$. Die Daten korrelieren gut mit der Weibullgeraden. Wie an den REM-Bildern in Abbildung 7.14 zu erkennen ist, ist die Identifikation des bruchauslösenden Defekts nur mit großer Unsicher-

heit möglich. Daher wird hier auf eine tabellarische Auflistung verzichtet. Das Versagen tritt mit hoher Sicherheit auf Grund von Poren und Porenansammlungen ein, die über die Oberfläche und den ganzen Querschnitt mit Poren verteilt sind und meist Durchmesser von 2 bis 5 μm aufweisen. Die Bruchflächen vermitteln den Eindruck einer schwammartigen Struktur des Gefüges (siehe Abbildung 7.14). Vier Proben weisen zudem Unebenheiten auf. Jeweils einmal wird ein Riss bzw. ein Grat als Bruchursache gefunden. Das Versagen setzt meist an der Oberfläche ein.

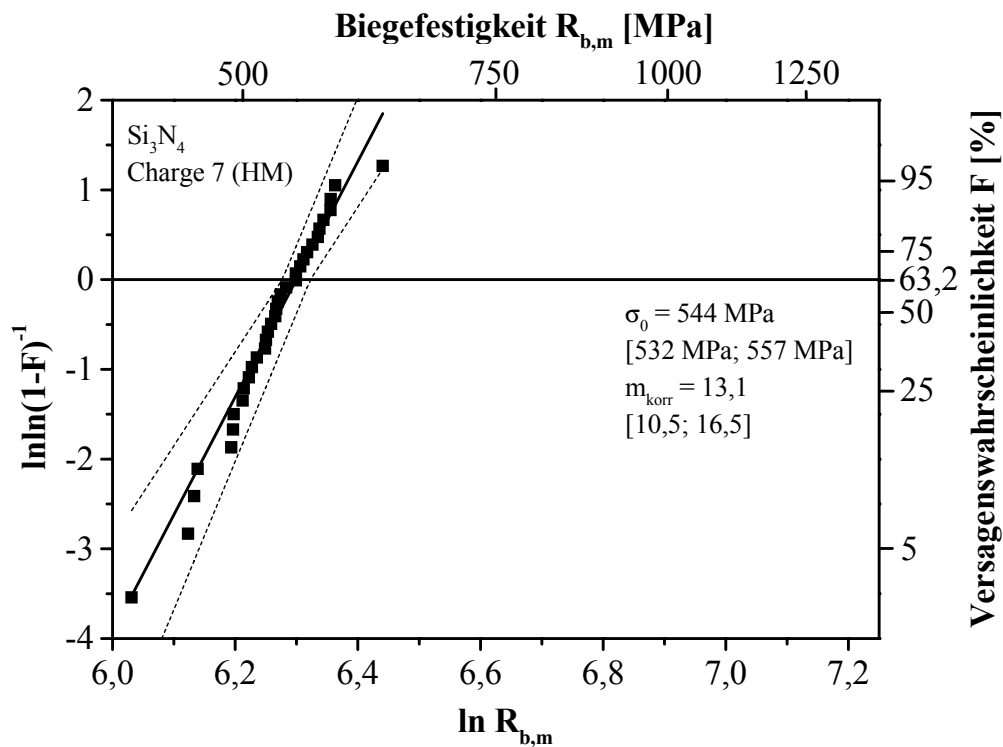


Abbildung 7.13: Weibulldiagramm der drucklos heißgegossenen Charge 7.

Abbildung 7.14 stellt in REM-Bildern typische Bruchflächen der Proben dieser Charge dar. Die Proben mit Bruchfestigkeiten von $R_{b,m} = 491$, 527 und 627 MPa weisen alle eine relativ große Pore dicht unter der Oberfläche der Zugseite auf. Zudem ist auf der Seitenfläche gut zu erkennen, dass die Oberfläche eine hohe Rauheit aufweist, die in der Struktur der Siliziumnitridkeramik und der offenen Poren begründet ist. Dies spiegelt sich im hohen Wert der Rautiefe R_t mit 4,81 μm bei einer Standardabweichung von 2,02 μm wider (nur über die Zugseiten gemittelt). Gemittelt über alle Oberflächen der 34 Proben ergibt sich ein Wert von $6,25 \pm 1,53 \mu\text{m}$. Wie die REM-Bilder zeigen, ist der Kantenradius der Zugseite relativ groß. Er ergibt sich als Mittelwert über alle Proben (nur für die Zugseiten) zu $8,0 \pm 1,9 \mu\text{m}$.

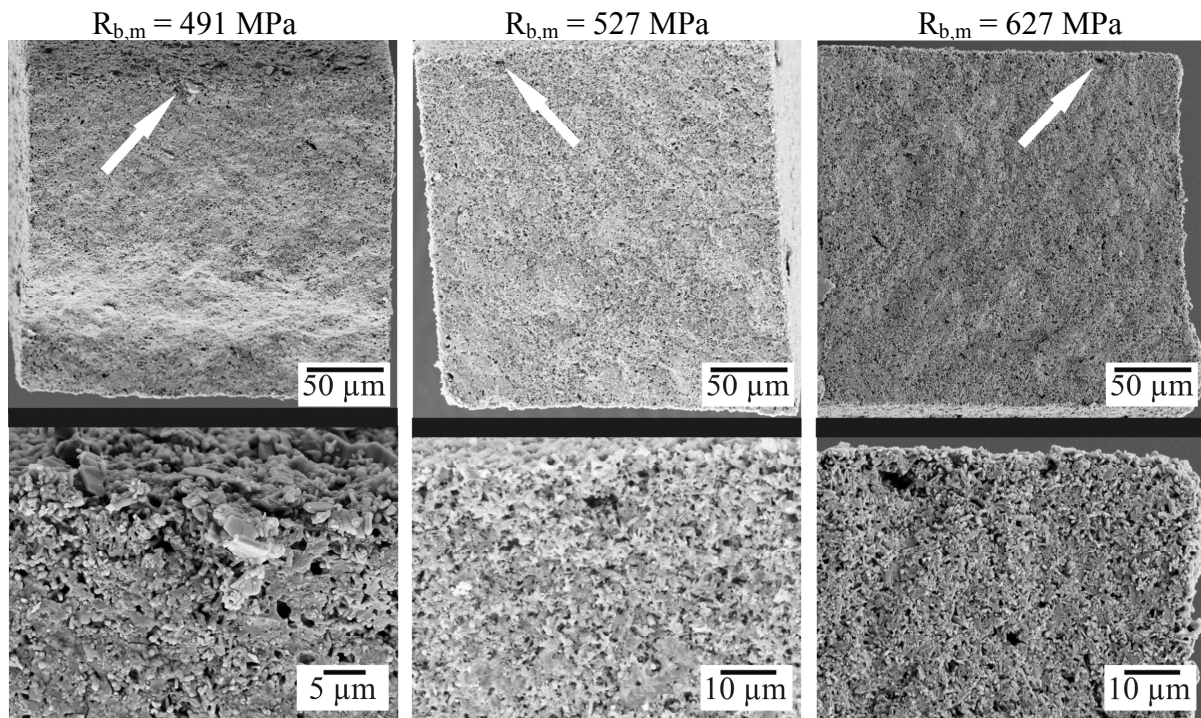


Abbildung 7.14: REM-Bilder von Bruchflächen der Charge 7.

7.2.8 Charge 8 (HM / 1700 °C / 1 h)

In Abbildung 7.15 ist die Weibullverteilung der drucklos heißgegossenen Charge 8 dargestellt. Mit Ausnahme der schwächsten folgen die 37 untersuchten Proben einer linearen Verteilung. Die charakteristische Festigkeit ist mit 540 MPa nahezu identisch zu Charge 7. Ebenso verhält es sich mit dem korrigierten Weibullmodul, der hier einen Wert von 13,7 aufweist. Die fraktografische Analyse der Bruchflächen ergibt ein ähnliches Bild wie bei Charge 7. Die Proben weisen eine hohe Porosität auf, die in Form von vielen kleinen Poren und Porensammlungen über den gesamten Querschnitt verteilt sind. Die Poren weisen meist Durchmesser von 1 bis 4 µm auf, in Einzelfällen sind auch Poren mit Durchmessern von bis zu 10 µm zu finden (vergleiche die REM-Bilder in Abbildung 7.16). Auf Grund dieser Defektverteilung ist eine klare Identifikation des versagensauslösenden Defektes schwierig. Grundsätzlich wird als Ausgangsort des Versagens der zugbeanspruchte oberflächennahe Bereich erkannt. Bei der schwächsten Probe dieser Charge mit $R_{b,m} = 432$ MPa ist ein 40 auf 15 µm² großer Ausbruch an der Kante zu erkennen. Auch die Probe mit $R_{b,m} = 505$ MPa weist einen Ausbruch an der Kante mit 30 auf 15 µm² auf. Bei sechs Proben, die über das ganze Festigkeitsfeld verteilt sind, werden Unebenheiten auf der Oberfläche beobachtet, die mit steigender Festigkeit ($R_{b,m} = 466, 489, 534, 544, 566$ und 599 MPa) von 7 auf 2 µm entsprechend flacher werden. Ein Grat an der Kante der Zugseite ist nur einmal zu finden ($R_{b,m} = 432$ MPa, Höhe des

Grats = 7 μm). Bei fünf Proben sind auf den Bruchflächen keine Auffälligkeiten oder Bruchmerkmale zu erkennen.

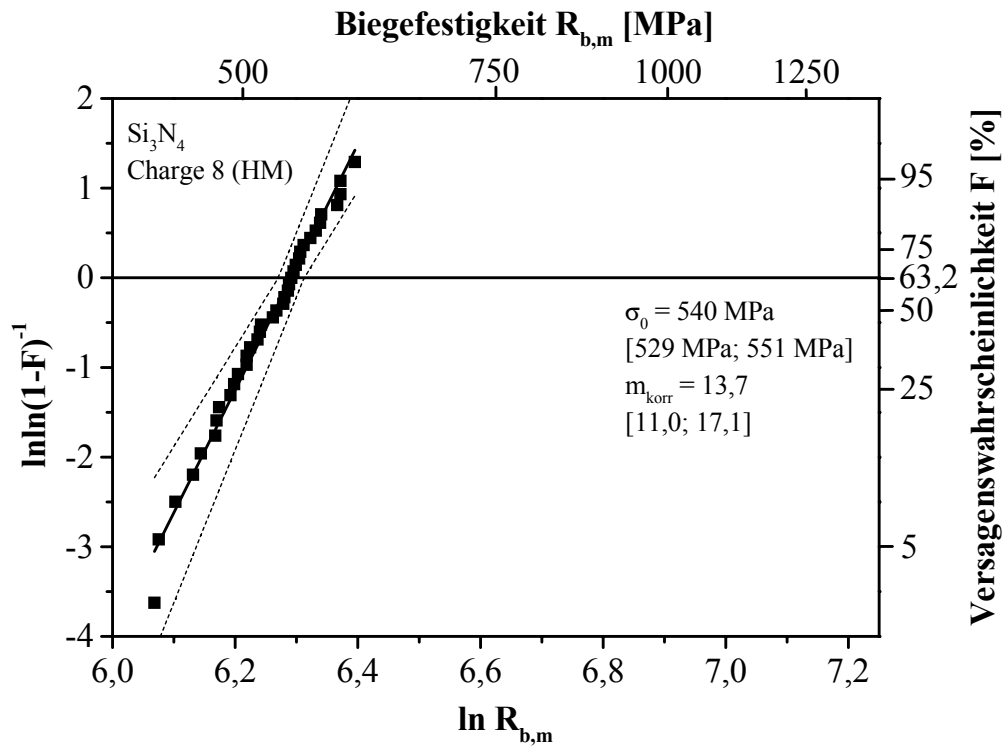


Abbildung 7.15: Weibulldiagramm der drucklos heißgegossenen Charge 8.

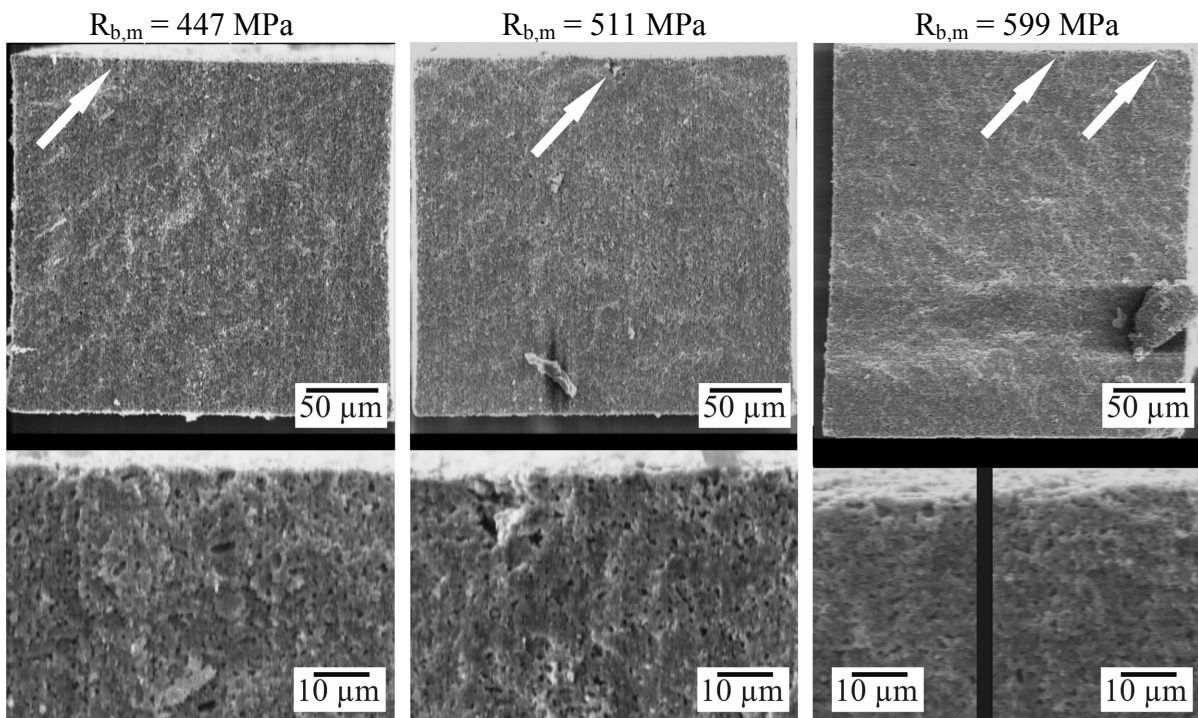


Abbildung 7.16: REM-Bilder von Bruchflächen der Charge 8.

In Abbildung 7.16 sind Bruchflächen von drei Proben mit Bruchfestigkeiten von 447, 511 und 599 MPa dargestellt. Die Probe mit $R_{b,m} = 447$ MPa weist mehrere Poren mit Durchmessern von 1 bis 4 μm direkt unter der Oberfläche auf. Auf der Bruchfläche ist keine ausgeprägte Struktur zu erkennen, die eindeutig auf den Ort des Bruchausgangs hindeutet. Gleiches gilt für die Probe mit $R_{b,m} = 511$ MPa. Hier ist eine Pore mit einem Durchmesser von ca. 10 μm zu erkennen, die sich damit vom Oberflächenbereich bis in den Volumenbereich erstreckt. An der Oberfläche der Probe mit der höchsten Festigkeit dieser Charge ($R_{b,m} = 599$ MPa) sind eine Unebenheit von 2 μm und im Abstand von 70 μm zwei Poren direkt unter der Oberfläche mit Durchmessern von 2 und 2,5 μm zu erkennen.

Die Oberflächenrauheit beträgt $R_t = 3,94$ μm mit einer Standardabweichung von 1,51 μm und ist somit etwas geringer als bei der korrespondierenden Charge 7. Der gemittelte Radius der Zugseitenkanten ergibt sich zu $7,4 \pm 1,3$ μm .

7.3 Risszähigkeitsversuche

Für die Untersuchung des Risswiderstands in Abhängigkeit der Größe des versagensauslösenden Defekts wurden bei den Proben der Chargen 5 bis 8 die jeweilige Tiefe a der mittels FIB eingebrachten Kerbe zwischen 1,5 und 11,5 μm variiert. Die Ergebnisse der Bruchversuche der Chargen 5 und 6 (beide Chargen sind aus demselben Feedstock hergestellt) sind in Abbildung 7.17 dargestellt.

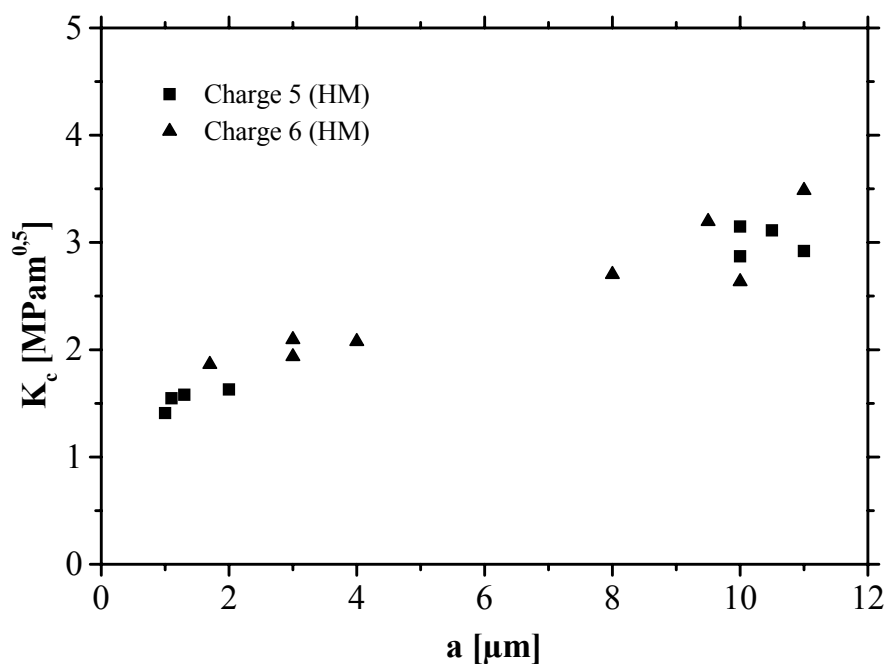


Abbildung 7.17: Kritischer Spannungsintensitätsfaktor in Abhängigkeit der Kerbtiefe für die Chargen 5 und 6.

Bei Kerbtiefen in der Größenordnung natürlicher Defekte (z. B. Poren mit Durchmessern von 1 bis 2 μm) beträgt der Spannungsintensitätsfaktor K für Charge 5 ca. $1,5 \text{ MPam}^{0,5}$, für Charge 6 ca. $1,9 \text{ MPam}^{0,5}$. Für tiefere Kerben bis $11,5 \mu\text{m}$ steigt der Spannungsintensitätsfaktor auf Werte zwischen $2,9$ und $3,1 \text{ MPam}^{0,5}$ bei Charge 5. Für Charge 6 werden Spannungsintensitätsfaktoren zwischen $2,9$ und $3,5 \text{ MPam}^{0,5}$ ermittelt.

Die Ergebnisse der Untersuchungen für die Chargen 7 und 8 sind in Abbildung 7.18 dargestellt. Die Werte der Spannungsintensitätsfaktoren liegen für alle Kerbtiefen unter den Werten der Chargen 5 und 6. Für Charge 7 lagen lediglich Proben mit Kerbtiefen zwischen 7 und $10 \mu\text{m}$ vor. Die Spannungsintensitätsfaktoren liegen mit $1,8$ bis $2,5 \text{ MPam}^{0,5}$ leicht über denen der Charge 8 mit $1,7$ bis $1,9 \text{ MPam}^{0,5}$. Für kleine Kerbtiefen ergibt sich K_c zu $1,1 \text{ MPam}^{0,5}$.

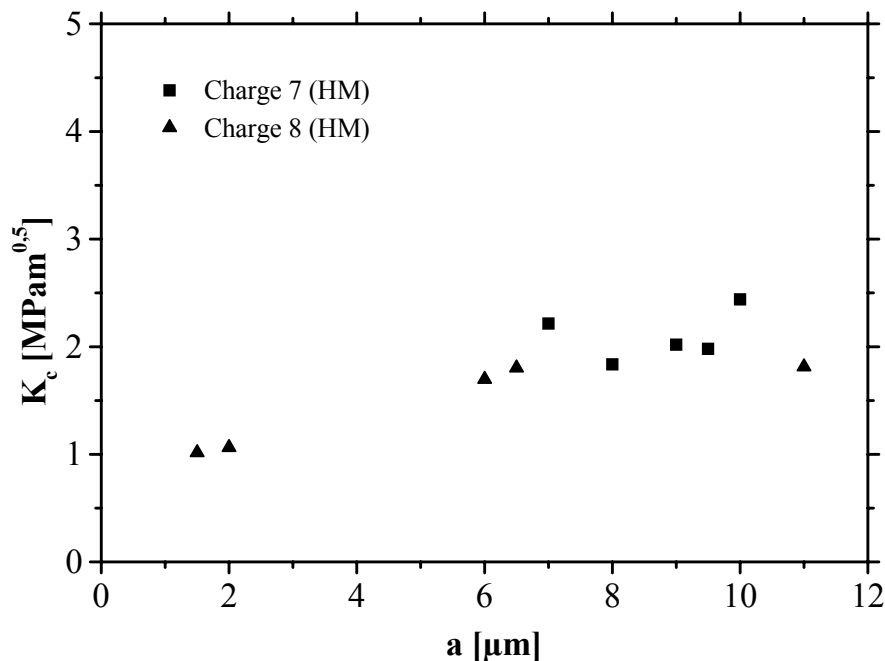


Abbildung 7.18: Kritische Spannungsintensitätsfaktoren in Abhängigkeit der Kerbtiefe für die Chargen 7 und 8.

7.4 Diskussion

In Tabelle 7.4 sind für einen Vergleich der untersuchten Si_3N_4 -Mikroproben die wichtigsten Parameter der Herstellung sowie die geometrischen, mikrostrukturellen und mechanischen Eigenschaften zusammengestellt. Alle Chargen wurden mittels drucklosen Heißgießens hergestellt. Jeweils für zwei Chargen wurde zur Herstellung derselbe Feedstock verwendet: 1 und 2, 3 und 4, 5 und 6 sowie 7 und 8. Die wichtigsten Merkmale der Feedstockvarianten sind in Tabelle 7.5 zusammengefasst. Die Feedstockvarianten unterscheiden sich vor allem in der

Art und Menge der Additivzusätze Al_2O_3 und MgO sowie in der spezifischen Oberfläche des Si-Pulvers und der Viskosität. Der Gehalt an Y_2O_3 war bei allen Feedstocks nahezu gleich.

Tabelle 7.4: Herstellung, geometrische, mikrostrukturelle und mechanische Eigenschaften der Siliziumnitridchargen. Die Daten in zweiter Reihe stellen die Standardabweichung dar. Für die Porosität sind oben die gemessenen und darunter die berechneten Werte aufgeführt [Mül10].

Charge	Sintertemperatur [°C]	Sinterdauer [h]	Kornlänge [μm]	Streckungsgrad [-]	Porosität [%]	Anteil Sekundärphase [%]	Rt [μm]	Kantenradius [μm]	Probenhöhe [μm]	Probenbreite [μm]	σ_0 [MPa]	m [-]
1	1800	1	0,35	2,15	2,4 11	-	5,91 1,25	9,9 4,7	242,2 2,2	249,2 3,0	1035	11,5
2	1750	1	0,35	2,96	- 10	8,9	6,99 1,46	8,0 5,1	233,3 5,1	242,5 4,9	920	13,2
3	1750	2	0,50	3,91	4,1 8	-	4,67 1,47	5,6 2,5	241,7 5,3	241,1 5,0	1161	19,2
4	1800	1	0,71	3,55	1,4 10	16,4	4,04 1,68	5,0 2,1	244,2 5,9	247,0 5,9	1234	13,0
5	1750	1	0,71	2,00	1,3 „-2“	16,9	2,86 0,75	7,5 1,7	229,7 4,8	234,0 4,5	921	12,4
6	1800	1	0,26	1,86	1,4 5	20,8	2,78 0,55	6,4 2,1	233,5 5,7	236,4 5,5	873	11,8
7	1750	2	-	-	4,2 17	37,6	4,81 2,02	8,0 1,9	247,6 5,2	249,6 6,2	544	13,1
8	1700	1	-	-	7,5 21	36,1	3,94 1,51	7,4 1,3	251,6 5,5	255,2 6,0	540	13,7

- keine Daten vorhanden

Tabelle 7.5: Charakteristik der Feedstocks für die Herstellung der Si_3N_4 -Keramik.

Feedstock	F4	F5	F8	F9
Chargen	1 und 2	3 und 4	5 und 6	7 und 8
Y_2O_3 -Gehalt* [Ma-%]	12,3	12,4	12,3	12,3
Al_2O_3 -Gehalt* [Ma-%]	1,7	0,0	3,0	3,0
MgO -Gehalt* [Ma-%]	0,0	0,7	0,0	0,0
Spez. Oberfläche nach BET [m^2/g]	7,8	10,5	9,1	6,3
Füllgrad [Vol-%]	56,6	57,1	56,2	56,4
Viskosität** [Pas]	17,6	15,1	12,7	6,4

* bezogen auf die Masse des Si-Pulvers ** bei 85 °C und einer Scherrate von 100 s^{-1}

Im Allgemeinen zeigen die Weibullverteilungen der Si_3N_4 -Chargen über den jeweils gesamten Festigkeitsbereich stärkere Abweichungen von einer Geraden als die ZrO_2 -Chargen. Bei den Chargen 1 bis 5 lässt sich der Bereich mit mittlerer und hoher Festigkeit sehr gut mit ei-

ner Geraden annähern. Im Bereich der niedrigen Festigkeiten knickt die Verteilung nach unten ab, was einem höheren Weibullmodul entspricht. Dieses Abknicken ist auf das ausgeprägte R-Kurvenverhalten des Materials zurückzuführen. Da dieses bei den Chargen 7 und 8 nicht so ausgeprägt ist, lassen sich diese beiden Chargen insgesamt gut über eine Gerade annähern. Auf die R-Kurven wird später genauer eingegangen. Charge 6 weist bei den höheren Festigkeiten ein weiteres Abknicken auf. Eine Ursache hierfür konnten auch die fraktografischen Untersuchungen nicht liefern. Daher handelt es sich wahrscheinlich um einen statistischen Effekt (vgl. Kapitel 2.5.2).

Die Weibullmoduln m liegen üblicherweise zwischen 11,5 und 13,7. Lediglich Charge 3 weist mit $m = 19,2$ einen deutlich höheren Wert auf. Insgesamt ist dies ein typischer Wertebereich für eine Siliziumnitridkeramik.

Eine eindeutige Zuordnung der versagensauslösenden Defekte ist für die meisten Proben nicht oder nur mit Unsicherheit möglich. Generell sind die versagensauslösenden Defekte an der auf Zug beanspruchten Oberfläche bzw. im oberflächennahen Bereich der Mikroproben zu finden. Die Proben der Chargen 1 bis 4 weisen eine mittlere Porosität auf, die bzgl. der Position und Größe der Poren gleichmäßig über den Probenquerschnitt verteilt ist. Die Porendurchmesser sind kleiner als $2\ \mu\text{m}$. An den Oberflächen sind Unebenheiten zu finden, die bis zu $6\ \mu\text{m}$ tief sind. Die Porosität der Chargen 5 und 6 ist in etwa nur halb so groß (sowohl nach der Messung als auch nach der Berechnung, siehe Tabelle 7.4) wie bei den Chargen 1 bis 4. Allerdings ist die Größenverteilung der Poren nicht gleichmäßig. Neben sehr kleinen Poren treten auch Poren mit Durchmessern bis $10\ \mu\text{m}$ auf. Im Mittel sind sie 3 bis $5\ \mu\text{m}$ groß. Unebenheiten sind bei diesen beiden Chargen kaum zu beobachten. Somit wurden bei Charge 5 ausschließlich Poren als Fehlerart gefunden, bei Charge 6 waren zu 68 % Poren versagensauslösend. Hier traten in geringem Maß Unebenheiten (11 %) und Grate (8 %) auf. Die Chargen 7 und 8 besitzen die höchsten Porositätswerte. Die Bruchflächen weisen eine schwammartige Struktur auf. Auch bei diesen Chargen ist die Größenverteilung der Poren uneinheitlich. Neben kleinen Poren sind größere Einzelporen oder Porenansammlungen mit Durchmessern bis zu $10\ \mu\text{m}$ zu erkennen. Unebenheiten und Grate sind selten. Das verstärkte Auftreten von Unebenheiten lässt sich auf die höhere Viskosität der Feedstocks der Chargen 1 – 4 zurückführen, wodurch eine schlechtere Formfüllung erfolgte. Bei den Proben aus Siliziumnitrid sind zwei weitere Fehlerursachen denkbar: Gefügeinhomogenitäten, bei denen sich die Sekundärphase nicht ausschließlich als Grenzflächenfilm um die Si_3N_4 -Körner verteilt hat, sondern als inselförmige Anhäufungen vorliegt. An diesen Stellen würden sich lokal stark unterschiedliche elastische Eigenschaften und somit deutliche Dehnungsunterschiede ergeben (ähnlich

dem Gusseisen mit Lamellengraphit). Die Sekundärphase wird bei hoher Temperatur im Sinterprozess gebildet. Da sie einen höheren Wärmeausdehnungskoeffizienten als Si_3N_4 aufweist, kann es bei der Abkühlung auf Raumtemperatur zur Rissbildung innerhalb einer Sekundärphasenansammlung oder zu einem Riss zwischen Sekundärphase und den Si_3N_4 -Körnern kommen. Dadurch wäre dieser Bereich vorgeschädigt.

Die Oberflächenrauheit ist bei den ersten beiden Chargen mit $R_t = 5,91$ und $6,99 \mu\text{m}$ sehr hoch. Ursache hierfür ist die ausgeprägte Nadelstruktur der $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ -Körner auf der Oberfläche. Die Streckung der Körner ist bei den Chargen 5 und 6 schwächer ausgeprägt, was zu deutlich geringeren Rautiefen von $2,86$ und $2,78 \mu\text{m}$ führt.

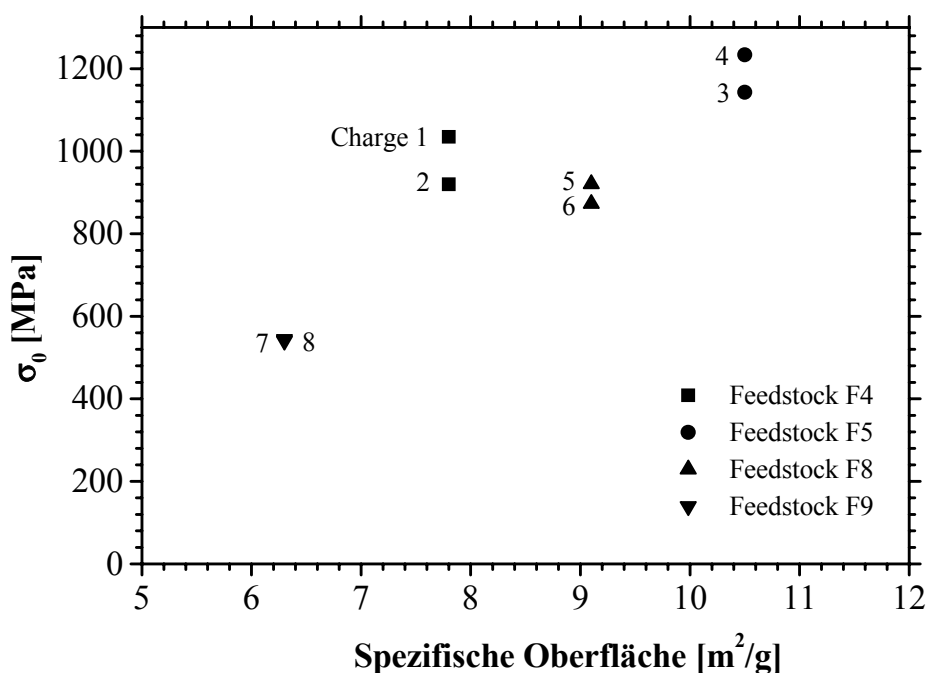


Abbildung 7.19: Festigkeiten der Chargen 1 bis 8 (HM) in Abhängigkeit der spezifischen Oberfläche des Si-Pulvers.

Die charakteristischen Festigkeiten decken einen Bereich von 540 (Charge 8) bis 1234 MPa (Charge 4) ab. Die höchsten Festigkeiten weisen die Chargen aus Feedstock F5 auf, gefolgt von den Chargen aus F4, F8 und F9. Die Festigkeiten beider Chargen aus jeweils dem gleichen Feedstock weichen nur geringfügig voneinander ab. Für die Festigkeit sind zum einen die Feedstockzusammensetzung und zum anderen die spezifische Oberfläche des Si-Pulvers bedeutsam. Eine entsprechende Auftragung ist in Abbildung 7.19 dargestellt. Tendenziell führt eine höhere spezifische Oberfläche (gleichbedeutend einem feineren Pulver) zu höheren charakteristischen Festigkeiten σ_0 . Die Ursache liegt darin, dass an der Oberfläche der Si-Pulverpartikel SiO_2 vorliegt, das zur Bildung der Flüssigphase im Sinterprozess beiträgt und

somit den Materialtransport fördert. Ein Zusammenhang mit der Art und Menge der Sinteradditive kann aus dieser Datenbasis noch nicht abgeleitet werden.

Die höchsten Festigkeiten zeigen sich nicht bei den Chargen mit der geringsten Porosität. Daher ist zu vermuten, dass möglicherweise eine gewisse Porosität im nitrierten Zustand erforderlich ist, sodass es beim Sintern zu einem stärkeren Kornwachstum und somit zu einem größeren Streckungsgrad der Körner kommt. Dies würde letztlich zu höheren Festigkeiten führen.

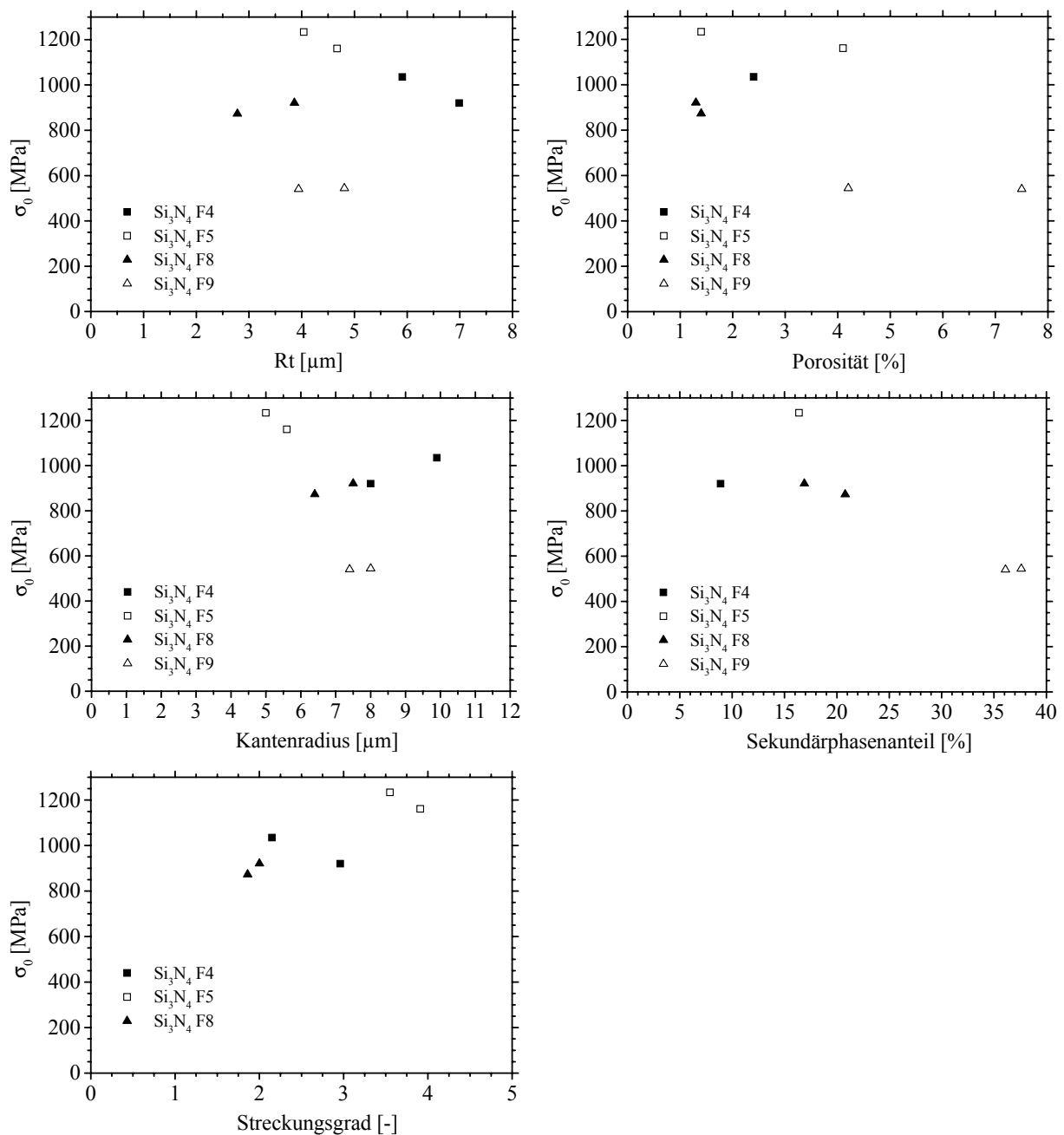


Abbildung 7.20: σ_0 der Chargen 1 bis 8 (HM) als Funktion von Rautiefe, Porosität, Kantenradius, Sekundärphasenanteil und Streckungsgrad.

Zur Identifikation der Einflussfaktoren auf die charakteristische Festigkeit ist σ_0 in Abbildung 7.20 als Funktion der Rautiefe R_t , der gemessenen Porosität, des Kantenradius, des Sekundärphasenanteils und des Streckungsgrads aufgetragen. Bzgl. der Rautiefe ist kein eindeutiger Zusammenhang zu σ_0 zu erkennen. Tendenziell nimmt die charakteristische Festigkeit mit steigender Porosität ab. Für den Kantenradius ergibt sich für die Feedstockvarianten F5, F8 und F9 ein Anstieg der Festigkeit mit steigender Kantenverrundung, aber diese Tendenz basiert auf einer zu geringen Datenbasis. Über alle Chargen betrachtet, ist keine eindeutige Tendenz zu erkennen. Mit zunehmendem Anteil an Sekundärphase fällt die charakteristische Festigkeit ab, da die amorphen oder teilkristallinen Bestandteile der Sekundärphase nicht die Festigkeit der Si_3N_4 -Körner haben. Die Werte des Sekundärphasenanteils sind nicht als absolut zu betrachten, sondern als Größenordnung, da die Bestimmung des Anteils nicht exakt ist. Bei den Chargen aus F8 und F9 wird der Abfall von σ_0 mit steigendem Sekundärphasenanteil noch durch dessen ungleichmäßige Verteilung verstärkt. Ein größerer Streckungsgrad der Si_3N_4 -Körner führt zu höheren Festigkeiten, da mit dem Streckungsgrad auch der Rissausbreitungswiderstand ansteigt. Für die Chargen aus F9 kann der Streckungsgrad nicht bestimmt werden, aber im Vergleich der Mikrostrukturen (vgl. Abbildung 3.9) ist zu erkennen, dass diese Chargen den niedrigsten Streckungsgrad aufweisen.

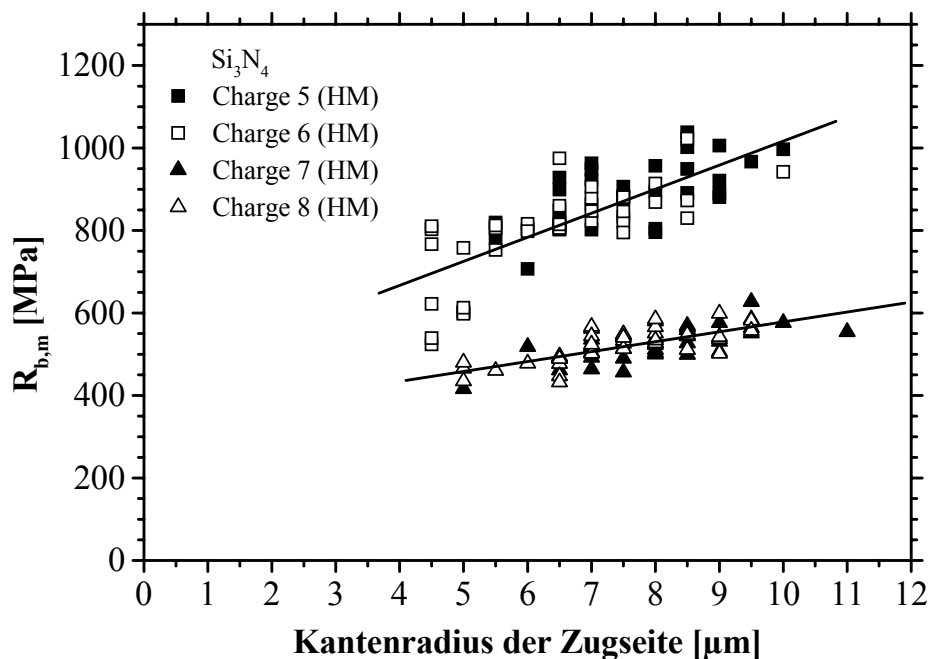


Abbildung 7.21: Zusammenhang zwischen der Biegebruchfestigkeit und dem gemittelten Kantenradius der Zugseite je Probe der Chargen 5 bis 8.

Um den Effekt der ansteigenden Festigkeit mit zunehmender Kantenverrundung auch für Si_3N_4 -Mikrobiegeproben nachzuweisen, sind in Abbildung 7.21 die Biegebruchfestigkeiten und die gemittelten Kantenradien der Zugseiten für die Proben der Chargen 5 bis 8 gegeneinander aufgetragen. Dieser Effekt ist bei den jeweils aus demselben Feedstock hergestellten Chargen 5/6 und 7/8 nahezu identisch. Im Vergleich ist der Effekt bei den Chargen 5 und 6 stärker als bei den Chargen 7 und 8. Die Größenordnung der Kantenradien ist mit Werten zwischen 4 und 10 μm gleich. Demnach wirkt sich der Defektausheilungsprozess bei den Proben der Chargen 5 und 6 stärker aus.

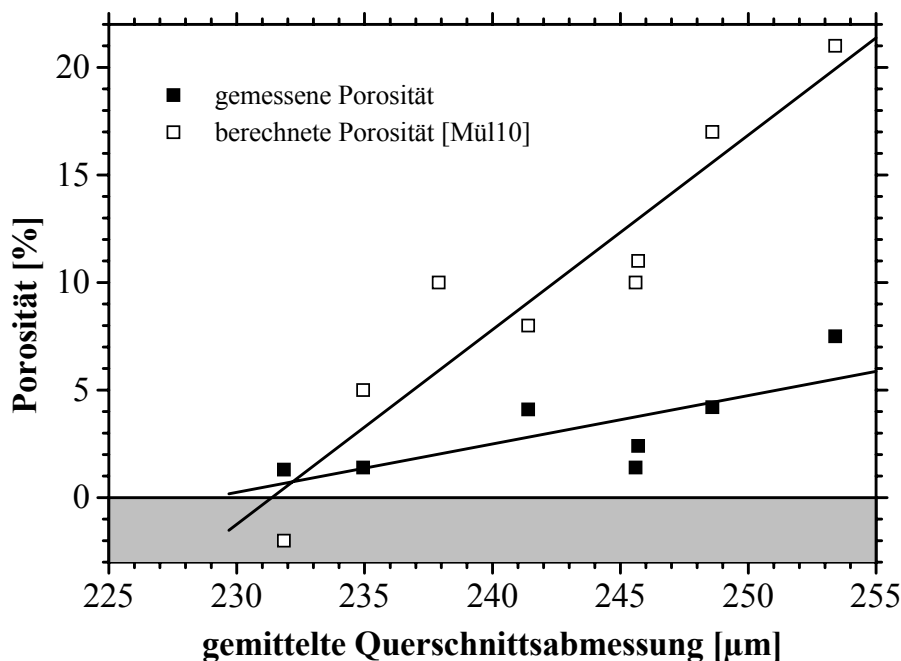


Abbildung 7.22: Gemessene und berechnete Porosität als Funktion der gemittelten Probenabmessung.

Wie bereits in Kapitel 3.4 beschrieben wurde, ist die exakte Messung der Porosität schwierig. Die Berechnung der Porosität von [Mül10] liefert ebenfalls keine exakten Werte. Ein relativ einfach zu bestimmender Kennwert, der als Hinweis auf die Porosität dienen kann, ist die durchschnittliche Querschnittsabmessung der Proben nach dem Sintern (als Mittelwert der Höhen und Breiten). Die Schwindung der Proben während des Sinterns hängt unter anderem vom Pulverfüllgrad des Feedstocks ab, da die Schwindung aus der Reduzierung der Poren zwischen den Pulverpartikeln des Grünteils resultiert. Daher kann die über die Breiten und Höhen der Mikroproben gemittelte Querschnittsabmessung einer Charge als Hinweis auf die Porosität dienen. Zur Verdeutlichung sind in Abbildung 7.22 die gemessene und die berechnete Porosität über der mittleren Querschnittsabmessung aufgetragen. Für beide Porositätswerte zeigt sich erwartungsgemäß die Tendenz, dass mit steigender Querschnittsabmessung

der Wert der Porosität zunimmt. Allerdings weisen beide Tendenzen unterschiedliche Steigungen auf. Die mittlere Querschnittsabmessung kann für eine Abschätzung der Porosität und somit für eine Abschätzung der Festigkeit einer Charge verwendet werden.

Für eine Bewertung der diskutierten festigkeitsbeeinflussenden Faktoren wird eine multiple Regression erstellt, mit der auch eine rechnerische Vorhersage der Festigkeit von Mikrobiegeproben aus Si_3N_4 möglich sein sollte (vgl. Kapitel 6.4). Zunächst werden, analog zu ZrO_2 , die Einflüsse der gemessenen Porosität, des Kantenradius und der Rautiefe berücksichtigt:

$$\sigma_{0,3PB,berechnet} = a + b \cdot \text{Porosität} + c \cdot \text{Kantenradius} + d \cdot \text{Rautiefe} \quad (7.1)$$

Diese multiple Regression I, deren Parameter a bis d in Tabelle 7.6 zusammengefasst sind, ergibt den in Abbildung 7.23 dargestellten Zusammenhang zwischen den berechneten und experimentell ermittelten charakteristischen Festigkeiten der Chargen.

Tabelle 7.6: Parameter der multiplen Regressionen I bis III für Si_3N_4 .

Regression	a [MPa]	b [MPa/%]	c [MPa/ μm]	d [MPa/ μm]	e [MPa]	f [MPa/%]
I	1302	-85	-103	145	-	-
II	1121	-32	-29	24	93	-12
III	844	-33	-	-	148	-9

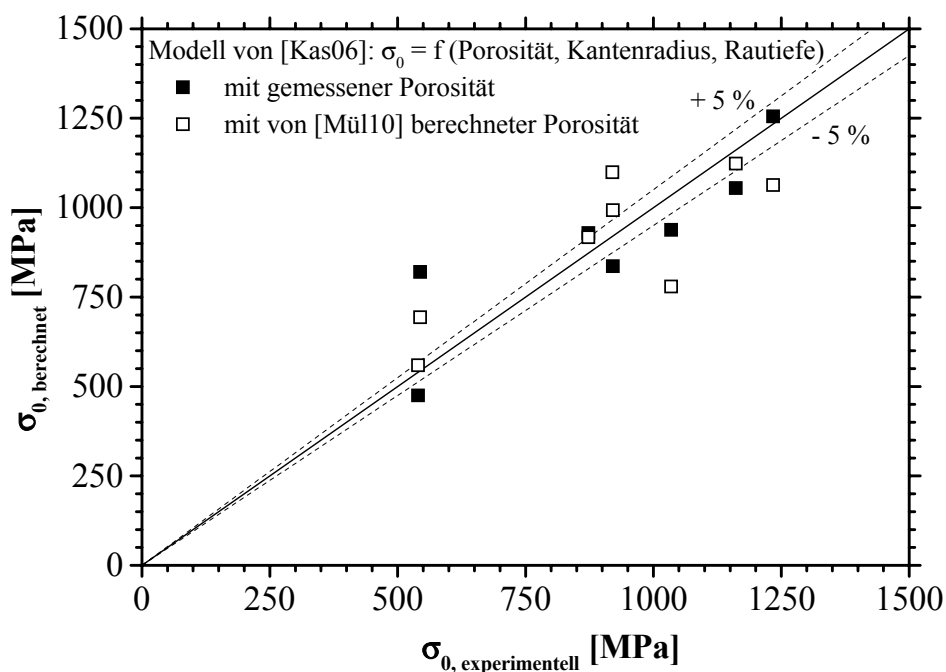


Abbildung 7.23: Vergleich der berechneten und experimentell ermittelten Festigkeiten für Si_3N_4 nach dem Modell von [Kas06].

Nur für eine Charge liegt die berechnete Festigkeit im Bereich einer maximalen Abweichung von 5 % zur experimentell ermittelten Festigkeit. Meist ergibt sich eine Abweichung von ca.

9 %, im Einzelfall bis zu 51 % (Korrelationskoeffizient $R^2 = 0,75$). Wie in Abbildung 7.23 zu erkennen ist, führt eine multiple Regression unter der Verwendung der nach [Mül10] berechneten Porosität mit einer durchschnittlichen Abweichung von 13 % zu einer ungenaueren Vorhersage, weshalb diese nicht weiter betrachtet wird ($R^2 = 0,65$). Die Regression nach der Methode von [Kas06] führt für Si_3N_4 zu einer ungenauen Vorhersage, da die mikrostrukturellen Parameter bei Si_3N_4 eine deutlich größere Varianz aufweisen als bei ZrO_2 . Auf die Festigkeit von Si_3N_4 haben insbesondere der Streckungsgrad der Körner und der Anteil an Sekundärphase einen deutlichen Einfluss. Daher wird die Gleichung der multiplen Regression um diese Parameter erweitert:

$$\begin{aligned} \sigma_{0,3\text{PB,berechnet}} = & a + b \cdot \text{Porosität} + c \cdot \text{Kantenradius} + d \cdot \text{Rauheit} \\ & + e \cdot \text{Streckungsgrad} + f \cdot \text{Sekundärphasenanteil} \end{aligned} \quad (7.2)$$

Die Anwendung auf die Chargen 1 und 3 – 8 ergibt die in Tabelle 7.6 zusammengefassten Parameter II, wobei eine deutlich genauere Vorhersage der Festigkeit erzielt wird ($R^2 = 0,97$; ohne Charge 2, da hier kein Wert der gemessenen Porosität vorliegt; für den Streckungsgrad wird der Wert des Häufigkeitsmaximums entsprechend Kapitel 3.4 verwendet). Bei den Regressionen I und II ist zu bemerken, dass der Parameter c für den Kantenradius jeweils negativ eingeht. Dies widerspricht sowohl den Erfahrungen mit ZrO_2 , als auch dem Zusammenhang von Festigkeit der einzelnen Proben einer Charge und deren Kantenradius in Abbildung 7.21. Allerdings ist im Chargenvergleich dieser Effekt von anderen Einflüssen überlagert (vgl. Abbildung 7.20). Der Parameter d für die Rautiefe ist jeweils positiv, d.h. mit steigender Rautiefe nimmt die Festigkeit zu. Dies ist physikalisch nicht korrekt, lässt sich aber mit der Auswirkung des Kornwachstums von Si_3N_4 erklären. Ein starkes Kornwachstum führt zu einem höheren Streckungsgrad der Körner. Dieses wiederum steigert die Festigkeit des Materials, bewirkt aber gleichzeitig eine höhere Rauheit der Oberfläche (vgl. die Oberflächentopographien in Abbildung 3.8). Daher werden die Einflüsse des Kantenradius und der Rautiefe nicht mehr berücksichtigt, was zu Gleichung (7.3) führt:

$$\sigma_{0,3\text{PB,berechnet}} = a + b \cdot \text{Porosität} + e \cdot \text{Streckungsgrad} + f \cdot \text{Sekundärphasenanteil} \quad (7.3)$$

Die entsprechenden Parameter der multiplen Regression III sind ebenfalls in Tabelle 7.6 zusammengefasst (für den Streckungsgrad der Chargen 7 und 8 wird ein Wert von 1,6 angesetzt). Der positive Wert des Parameters e sowie der negative Wert des Parameters f sind physikalisch sinnvoll: Ein größerer Streckungsgrad steigert die Festigkeit, ein höherer Anteil an Sekundärphase reduziert die Festigkeit. Wie in Abbildung 7.24 dargestellt ist, ergibt die multiple Regression III eine sehr gute Übereinstimmung der berechneten und der experimentell ermittelten Festigkeiten ($R^2 = 0,97$). Die durchschnittliche Abweichung beträgt 4,5 %, die

maximale Abweichung 8,9 %. Ein bedeutender Vorteil von Gleichung (7.3) ist auch, dass hier ausschließlich mikrostrukturelle Parameter einfließen. Damit ist mit dieser Gleichung auch ein Vergleich nicht nur von Mikrobiegeproben, sondern auch von Mikrobauteilen (z.B. Mikrozahnradern) möglich.

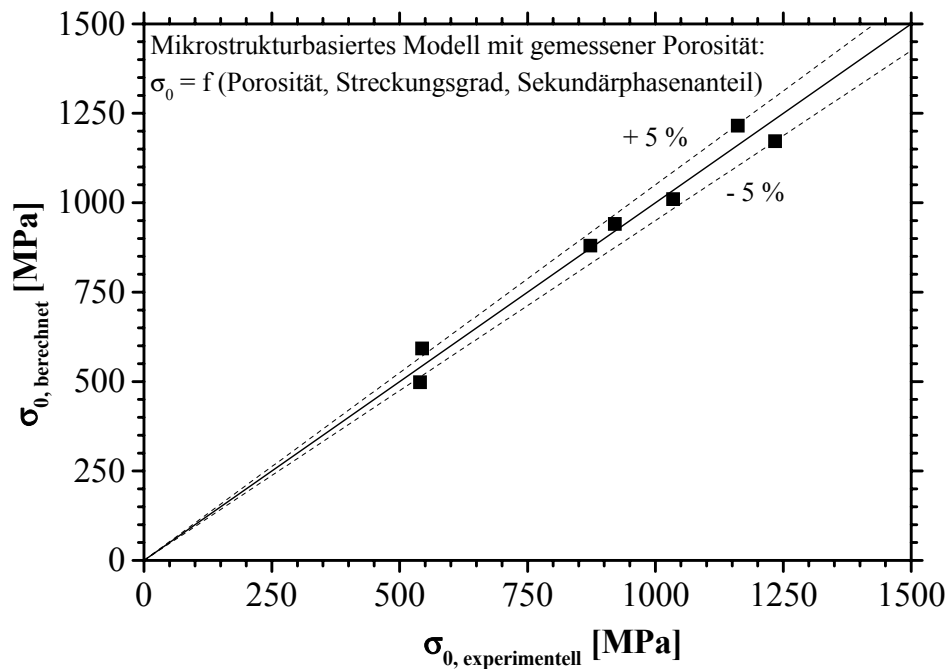


Abbildung 7.24: Vergleich der berechneten und experimentell ermittelten Festigkeiten für Si_3N_4 mit der multiplen Regression III unter der Berücksichtigung rein mikrostruktureller Parameter.

Ein weiterer Effekt, der die Festigkeit der Mikroproben aus Siliziumnitrid beeinflusst, sind auskristallisierte Bereiche der Sekundärphase. Wie in Kapitel 3.4 beschrieben, wurden die Säulenarrays während des Sinterns zum Schutz vor chemischen Reaktionen (z. B. Zersetzung von Si_3N_4) in ein Pulverbett aus BN und Si_3N_4 gelegt. Dieses Pulver wurde mehrfach verwendet. In Abbildung 7.25 ist die charakteristische Festigkeit σ_0 der Chargen 1, 2 und 5 bis 8 über der Anzahl der Verwendungen des Pulverbettes aufgetragen. Es zeigt sich, dass sich je Feedstock bei der jeweils ersten Charge höhere Festigkeiten ergeben als bei der Charge, die in ein öfter verwendetes Pulverbett kam. Hieraus ist zu folgern, dass sich das Pulverbett während der Sinterläufe verbraucht und somit Reaktionsprodukte auf der Oberfläche der Mikroproben zu finden sind.

Röntgenografische Messungen von [Mül10] haben ergeben, dass Teile der Sekundärphase auskristallisiert sind und in Form von Melilit ($\text{Y}_2\text{Si}_3\text{O}_3\text{N}_4$), Apatit ($\text{Y}_5\text{Si}_{12}\text{O}_3\text{N}$) und Wollastonit (YSiO_2N) vorliegen [Gau80]. Das Ergebnis dieser röntgenografischen Messung ist als Intensität in Abhängigkeit des Winkels 2Θ in Abbildung 7.26 dargestellt. Aufgetragen sind

hier insgesamt sechs Verläufe von der Oberfläche (a) über Schichten im Abstand von 10 μm (b) bis 60 μm (e) von der Oberfläche bis in den Kernbereich (f). Es ist deutlich zu erkennen, dass die Melilitphase vor allem an der Oberfläche zu finden ist und die Intensität bis in 40 μm Tiefe auf Null abfällt. Messungen an einer größeren Anzahl von Si_3N_4 -Chargen haben gezeigt, dass mit einem steigenden Anteil auskristallisierter Sekundärphase an der Oberfläche die charakteristische Festigkeit der Chargen abnimmt [Mül10].

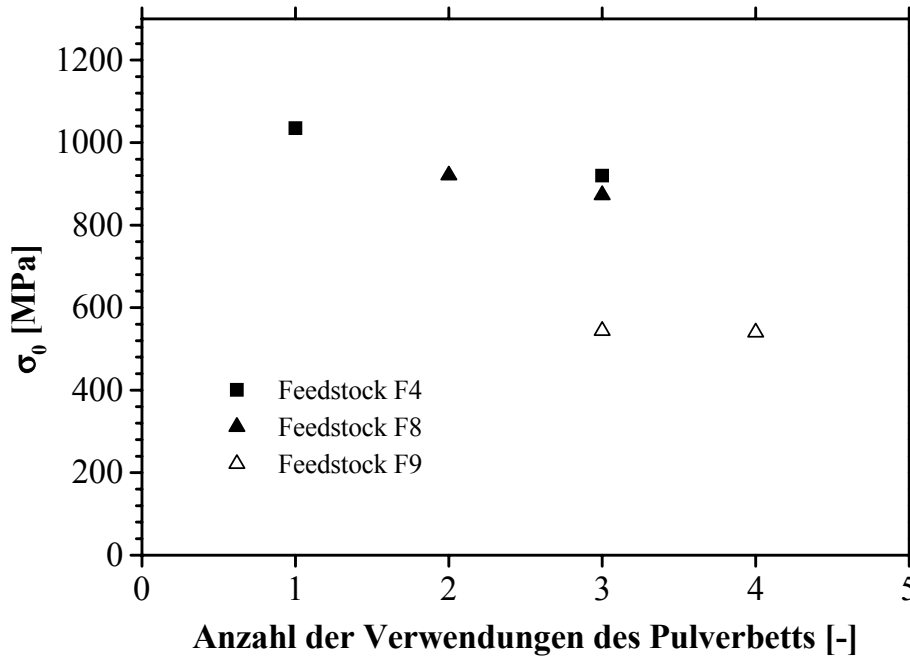


Abbildung 7.25: Festigkeit der Chargen 1 bis 8 als Funktion der Anzahl der Verwendungen des Pulverbetts.

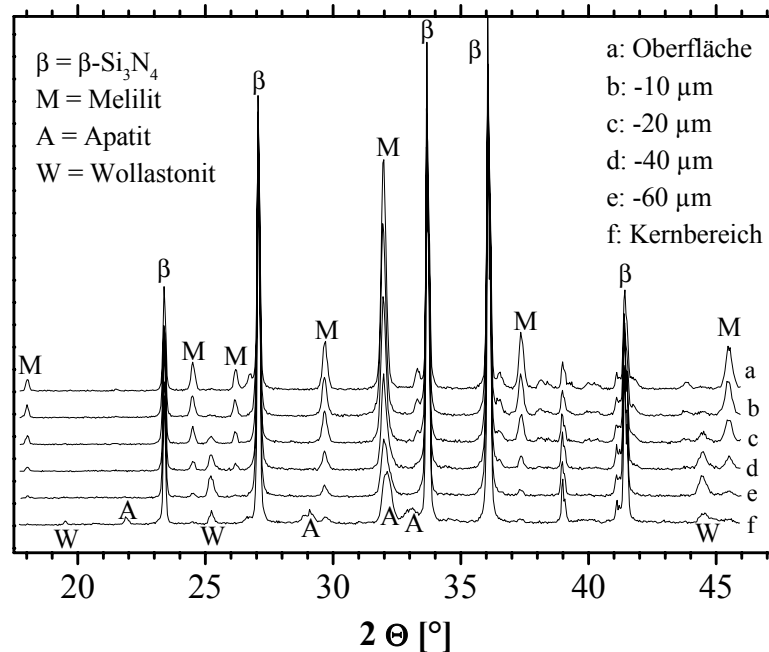


Abbildung 7.26: Anteil an Zersetzungsprodukten in Abhängigkeit des Oberflächenabstands nach [Mül10].

Grundsätzlich ist ein teilweises Auskristallisieren der Sekundärphase bzgl. der mechanischen Eigenschaften von Siliziumnitrid für den Einsatz bei erhöhten Temperaturen sinnvoll, da die Eigenschaften dort von den Eigenschaften der Sekundärphase bestimmt werden [Hof95, Gey98, Hof99, Lu01]. Die Auskristallisation kann auch nach dem Sintern über eine nachträgliche Wärmebehandlung erzielt werden. Bei entsprechenden Untersuchungen zeigen sich an Proben mit auskristallisierter Sekundärphase höhere mechanische Festigkeiten bei Versuchstemperaturen über 900 °C [Lu01]. Die Festigkeiten bei Raumtemperatur sind dagegen niedriger. Es ist daher anzustreben, ein Auskristallisieren der Sekundärphase zu vermeiden, solange die Mikrobauteile nicht bei erhöhten Temperaturen eingesetzt werden sollen. Dies kann z. B. durch eine schnellere Abkühlung von Sinter- auf Raumtemperatur erfolgen.

Die fraktografische Analyse der Bruchflächen von Mikroproben aus Siliziumnitrid ist schwierig, da sich auf Grund der Mikrostruktur keine deutlichen Bruchlinien ausbilden. Die in [Dan08] beschriebenen Erscheinungsformen auf der Bruchfläche, die rund um den Versagensursprung auftreten, konnten bei den Bruchflächen der Mikroproben nur an wenigen Proben beobachtet werden. Die Bruchstrukturen werden als „mirror“, „mist“ und „hackle“ bezeichnet, die sich durch eine gesonderte Struktur der Bruchfläche auszeichnen und in der genannten Reihenfolge mit größer werdendem Abstand zum Bruchausgang auftreten. Der „mirror“ zeichnet sich durch eine glatte Oberflächenstruktur aus, während bei „mist“ und „hackle“ die Oberfläche rauer erscheint. Die Größe dieser Bruchflächenerscheinungen ist proportional zu σ^2 , wobei σ die Spannung an der äquivalenten Position einer nicht gebrochenen Probe ist [Dan08]. Da das Versagen der Mikrobiegeproben überwiegend von Defekten an der Oberfläche der Zugseite ausgeht, sind die oben genannten Bruchflächenerscheinungen halbkreisförmig um den Ort des Bruchausgangs angeordnet. Der Übergang der glatten zur rauerer Oberflächenstruktur kann auch als Übergang von stabiler zu instabiler Rissausbreitung interpretiert werden. Folglich kann die Größe dieses Gebietes mit der Risszähigkeit korreliert werden. Dies wird bis heute in der Fachwelt diskutiert.

Die in Kapitel 7.3 vorgestellten Ergebnisse der Risszähigkeitsmessungen an FIB-gekerbten Mikroproben wurden gemäß der in Kapitel 6.4 beschriebenen Methode ausgewertet. In Abbildung 7.27 sind für die Proben der Charge 5 die Verläufe des Spannungsintensitätsfaktors K im Moment des Bruches über der Kerbtiefe a_0 und der Rissverlängerung Δa aufgetragen. Die konservativ angegliche R-Kurve ist ebenfalls eingetragen. Der Schwellenwert K_{th} der Risszähigkeit beträgt $1,45 \text{ MPam}^{0,5}$. Die R-Kurve steigt relativ flach über ca. 40 μm bis zum Plateauwert an, der hier nicht direkt bestimmt werden kann, da die FIB-Kerben nicht

ausreichend tief sind. Als Plateauwert wird daher der von [Fün09] an Siliziumnitrid mit den Additiven Y_2O_3 und Al_2O_3 bestimmte Plateauwert von $5,7 \text{ MPam}^{0,5}$ angesetzt. Auf Grund leicht anderer Additivmengen und einem anderen Streckungsgrad der Körner wird der Plateauwert nicht identisch sein, aber für eine Näherung ist die Annahme desselben Wertes dennoch gültig.

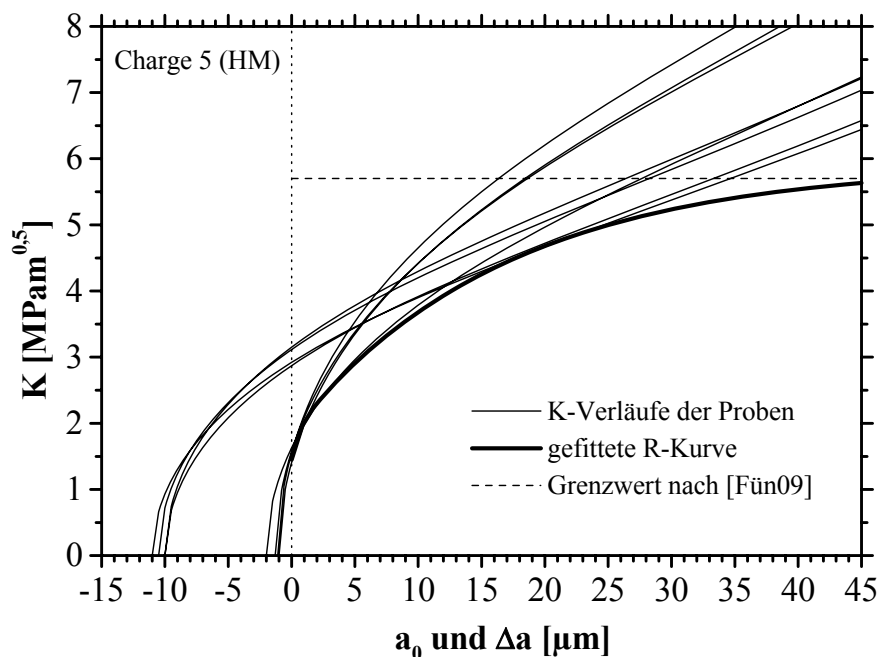


Abbildung 7.27: Auswertung der Risszähigkeitsversuche für Charge 5.

Der Anstieg der R-Kurve ist deutlich flacher als bei [Fün09]. Die Steilheit des Anstiegs hängt stark von der Zusammensetzung der Korngrenzenphase ab (Art, Menge und Mengenverhältnisse der Additive). Diese ist beim Feedstock der Charge 5 anders als in [Fün09] und die Gesamtmenge an Additiven ist höher, weshalb der flachere Verlauf plausibel ist.

Die Festigkeit von Charge 6 im Dreipunktbiegeversuch war der der Charge 5 sehr ähnlich. Dementsprechend ergibt sich auch bei der R-Kurve eine gute Übereinstimmung. Die ermittelte R-Kurve mit den zugehörigen Spannungsintensitätsfaktorverläufen der untersuchten Proben ist in Abbildung 7.28 dargestellt. Der Schwellenwert K_{th} liegt bei $1,90 \text{ MPam}^{0,5}$. Dieser Wert ist etwas höher als bei Charge 5 mit $1,45 \text{ MPam}^{0,5}$, da die Kerbe mit der kleinsten Tiefe bei Charge 6 mit $1,7 \mu\text{m}$ tiefer ist als bei Charge 5 mit $1,0 \mu\text{m}$. Damit ergibt sich ein nahezu identischer Verlauf der R-Kurven für die Chargen 5 und 6. Die ermittelten Werte für K_{th} stehen in sehr guter Übereinstimmung mit Literaturwerten. [Kou04] bestimmt für SRBSN den Schwellenwert K_{th} zu $1,46 \text{ MPam}^{0,5} < K_{th} < 1,95 \text{ MPam}^{0,5}$.

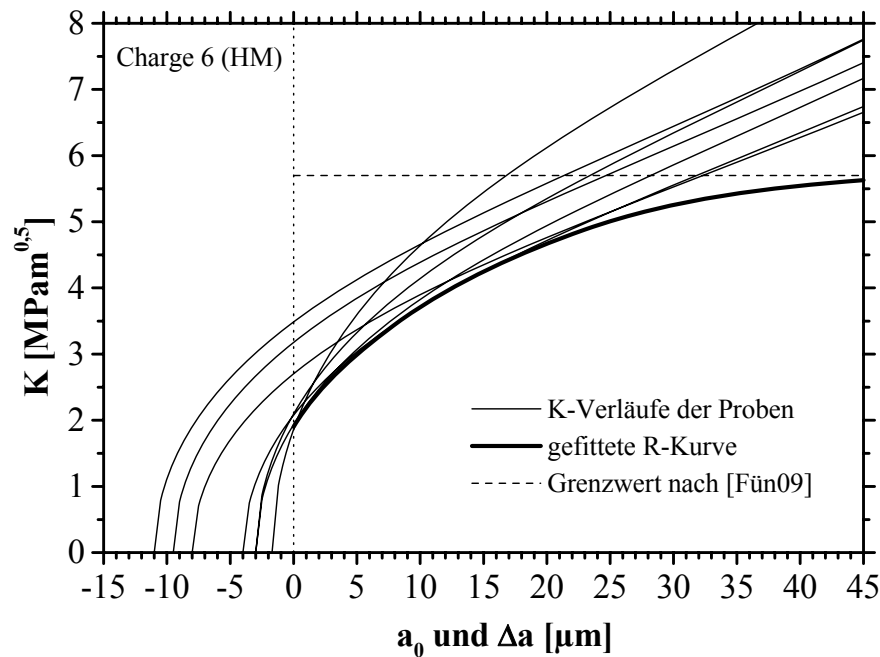


Abbildung 7.28: Auswertung der Risszähigkeitsversuche für Charge 6.

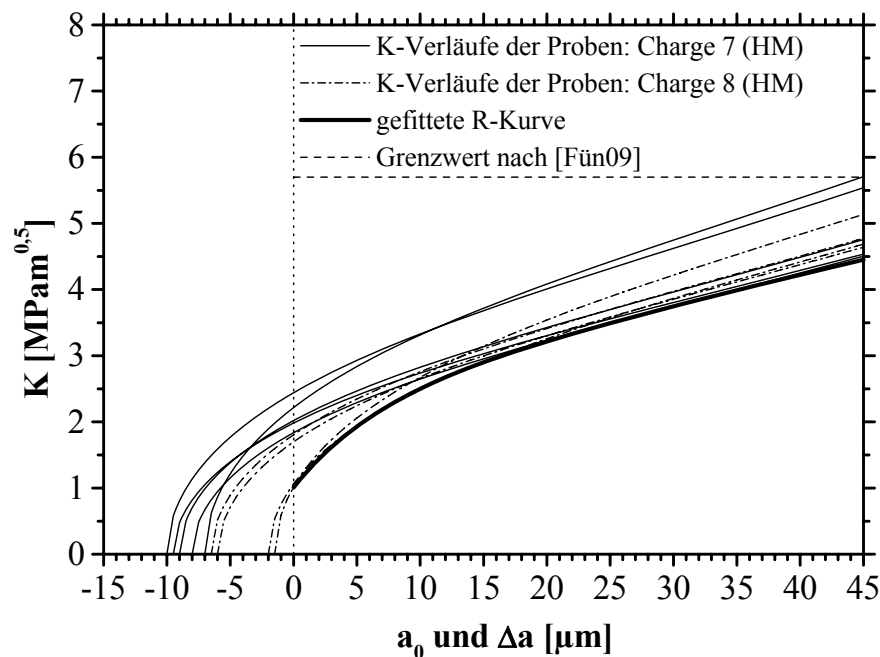


Abbildung 7.29: Auswertung der Risszähigkeitsversuche für die Chargen 7 und 8.

Die Ergebnisse äquivalenter Untersuchungen an Proben der Chargen 7 und 8 sind in Abbildung 7.29 dargestellt. Auch diese beiden Chargen weisen in den Biegeversuchen vergleichbare Festigkeiten auf. Daher werden sie hier zusammen betrachtet. Der Schwellenwert liegt mit $K_{th} = 1,01 \text{ MPam}^{0,5}$ niedriger. Der Anstieg fällt ebenfalls schwächer aus und auch der Plateauwert wird entsprechend kleiner sein. Die Ursache für die geringere Risszähigkeit sind der kleinere Kornstreckungsgrad, die höhere Porosität und der höhere Anteil an Sekun-

därphase. Die Parameter der ermittelten R-Kurven an Siliziumnitrid sind in Tabelle 7.7 zusammengefasst (vgl. Kapitel 6.4). Die Parameter verdeutlichen die Ähnlichkeit der R-Kurven der Chargen 5 und 6 sowie den Unterschied zur R-Kurve der Chargen 7 und 8.

Tabelle 7.7: Parameter der R-Kurven für Si_3N_4 .

Charge	K_{th} [MPam ^{0,5}]	C_1 [MPam ^{0,5}]	t_1 [μm]	C_2 [MPam ^{0,5}]	t_2 [μm]
5	1,45	0,41	0,59	4,05	16,77
6	1,90	0,11	$6 \cdot 10^{-7}$	4,09	17,98
7 und 8	1,01	1,28	6,80	18,59	363,68

Unter der Annahme, dass die versagensauslösenden Defekte an der Oberfläche halbkreisförmig sind bzw. sich der Riss zunächst stabil halbkreisförmig ausbreitet, ist als Geometriefaktor Y ein Wert von 0,72 zu verwenden. Die Proben mit niedrigen Festigkeiten der Charge 5 weisen eine Biegebruchspannung $R_{b,m} \approx 800$ MPa (vgl. Kapitel 7.2.5) und Porendurchmesser d_p von ca. 10 μm auf. Dies ergibt eine kritische Spannungsintensität von $K_c = 3,2$ MPam^{0,5}, was sehr gut mit den gemessenen K_c -Werten und der ermittelten R-Kurve übereinstimmt. Für Proben mit kleineren Defekten und höheren Festigkeiten ($R_{b,m} \approx 950$ MPa und $d_p = 2$ μm) ergibt sich $K_c = 1,7$ MPam^{0,5}. Auch dieser Wert stimmt sehr gut mit den entsprechenden FIB-gekerbten Proben und der R-Kurve überein. Für die Berechnung bei halbkreisförmigen Defekten wurde mit einem konstanten Geometriefaktor gerechnet.

Die ausgeprägte R-Kurve der Chargen 5 und 6 führt zu einem deutlichen Abknicken der Verteilung der Proben in den Weibullauftragungen in Abbildung 7.9 und Abbildung 7.11, da die schwächeren Proben entsprechend verstärkt werden. Da die R-Kurve bei den Chargen 7 und 8 nicht so stark ausgeprägt ist, ist das Abknicken in den Weibulldiagrammen in Abbildung 7.13 und Abbildung 7.15 deutlich geringer. Folglich ist auch bei den Chargen 1 bis 4 von einem ausgeprägtem R-Kurvenverhalten auszugehen. Zumal hier die Körner stärker gestreckt sind. Allerdings ist zu erwarten, dass der Plateauwert auf Grund der etwas höheren Porosität niedriger ist als bei den Chargen 5 und 6.

Der Einfluss der Porosität auf die Risszähigkeit von Si_3N_4 wurde für Porositäten von 0 bis 30 % untersucht [Yan02]. Dabei nimmt K_{Ic} mit steigender Porosität um bis zu 40 % gemäß der folgenden Gleichung ab:

$$K_{\text{Ic}}(P) = K_{\text{Ic}}(P=0) \cdot (1 - aP - bP^2) = K_{\text{Ic}}(P=0) \cdot (1 - 0,41P - 3,85P^2) \quad (7.4)$$

Ausgehend von einer Porosität entsprechend Abbildung 7.22 von 10 % würde der Plateauwert um bis zu 8 % absinken. Der von [Yan02] beschriebene Effekt der Porosität auf die Festigkeit ist stärker. Der Festigkeitsrückgang kann demnach mit Gleichung (7.5) beschrieben werden:

$$\sigma(P) = \sigma(P = 0) \cdot e^{-2,2P} \quad (7.5)$$

Demnach nimmt die Festigkeit bei einer Porosität von 10 % um 20 % ab. Diese Gleichungen können allerdings nur für Materialien angewendet werden, deren übrige Gefügecharakteristik (Kornlänge, Streckungsgrad, Sekundärphasenanteil, etc.) identisch ist. Die Effekte steigender Porosität auf die mechanischen Eigenschaften wurden auch von [Día05] und [Sha09] untersucht. Das von [Día05] hergestellte Si_3N_4 mit Porositäten zwischen 0 und 50 % weist ähnliche Mikrostrukturen wie die Chargen 5 bis 8 auf.

Zur Steigerung der K_c -Werte an gesintertem Siliziumnitrid, das eine ähnliche Mikrostruktur wie die untersuchten Chargen aufweist, schlägt [Oka90] eine längere Sinterdauer und einen größeren Anteil an $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ im Ausgangspulver vor. Beides beeinflusst das Kornwachstumsverhalten im Sinterprozess. Im Gegensatz zu der hier abgeleiteten Auswirkung eines größeren Anteils an Sekundärphase berichtet [Her04] von einem Anstieg der Risszähigkeit mit steigendem Sekundärphasenanteil. Wahrscheinlich liegt die Ursache in einem verstärkt intergranularen Bruch und einer Verzweigung der Risse.

Wie bereits für die ZrO_2 -Proben diskutiert wurde, erfolgte die Ermittlung der Biegefestigkeiten mit dem in Kapitel 4.4 beschriebenen konservativen Ansatz, dass die Proben einen rechteckigen Querschnitt ohne Kantenverrundung haben. Für eine Abschätzung der realen charakteristischen Festigkeiten der Chargen sind in Tabelle 7.8 die Festigkeiten unter Verwendung der Widerstandsmomente inkl. Kantenradien berechnet. Für die Berechnung wurden die gemittelten Werte der Höhe und Breite der untersuchten Proben je Charge verwendet. Die realen Festigkeiten liegen damit um 8 bis 16 % höher, als die Festigkeiten unter Verwendung der idealen Querschnittsform. Somit ergibt sich die höchste charakteristische Festigkeit für Charge 4 zu $\sigma_0 = 1335 \text{ MPa}$.

Tabelle 7.8: Vergleich der Festigkeiten der Chargen 1 – 8 mit (real) und ohne (ideal) Berücksichtigung der Kantenverrundung.

Charge	Herstellung	$\sigma_{0,\text{ideal}}$ [MPa]	Kantenradius [μm]	$W_{\text{ideal}}/W_{\text{real}}$ [-]	$\sigma_{0,\text{real}}$ [MPa]
1	HM	1035	9,9	1,161	1202
2	HM	920	8,0	1,135	1044
3	HM	1161	5,6	1,093	1269
4	HM	1234	5,0	1,082	1335
5	HM	921	7,5	1,129	1040
6	HM	873	6,4	1,109	968
7	HM	544	8,0	1,128	614
8	HM	540	7,4	1,117	603

Die mit den Mikrobiegeproben erzielten Festigkeiten bleiben zunächst hinter den Erwartungen gemäß dem Größeneffekt zurück. Ausgehend vom Ort der Bruchinitiierung der Proben ist der Oberflächeneffekt gültig. Wie bereits in Kapitel 7.1 beschrieben wurde, sind für SRBSN ($\sigma_{0,\text{makro}} = 1000$ MPa) bei Weibullmoduln zwischen 10 und 14 Festigkeiten zwischen 1900 und 1582 MPa zu erwarten. Der Wert $\sigma_{0,\text{makro}} = 1000$ MPa gilt für dichtes (porenfreies) SRBSN. Entsprechend der o.g. Untersuchungen von [Yan02] und den Festigkeitsangaben in Tabelle 2.8 kann auch von $\sigma_{0,\text{makro}} = 700$ MPa ausgegangen werden. Folglich müssten die Festigkeiten für Mikroproben zwischen 1330 und 1107 MPa liegen. Somit entsprechen die erzielten Festigkeiten der Chargen 1 bis 6 in etwa den berechneten Festigkeiten gemäß dem Oberflächengrößeneffekt. Deutlich darunter liegen die Chargen 7 und 8, was auf die hohe Porosität in Verbindung mit dem hohen Sekundärphasenanteil und den kleinen ungestreckten Körnern zurückzuführen ist.

Die Festigkeit der Mikroproben ist zudem durch den im Vergleich zu Makroproben höheren Anteil an Sekundärphase reduziert. Makroproben enthalten ca. 10 % Sekundärphase, die untersuchten Mikroproben bis ca. 35 %. Ferner wird auch die „as-fired“-Oberfläche die Festigkeit der Mikroproben herabsetzen. Ein Vergleich der Festigkeiten von Makroproben mit „as-fired“- und geschliffenen Oberflächen an drei verschiedenen Si_3N_4 -Materialien liefert im Mittel eine um 67 % höhere Festigkeit der Proben mit geschliffenen Oberflächen [Tse00]. Da die Mikroproben aber keine so stark ausgeprägte Sinterhaut aufweisen wie die Makroproben, wird dieser Effekt schwächer ausfallen.

Für die Auslegung von keramischen Mikrobauteilen sei hier noch erwähnt, dass die natürlichen Fehler, wie die höherfesten Chargen 1 bis 4 zeigen, kleiner sind als bei makroskopischen Proben. Es ist denkbar, dass auf Grund der kleinen Abmessungen thermische Gradienten beim Sinterprozess (und somit auch die auftretenden Spannungen) kleiner sind und dadurch keine großen Sinterdefekte entstehen. Ferner werden keramische Mikrobauteile nicht mechanisch nachgearbeitet, wobei größere Defekte entstehen können (z. B. auf Grund eines Schleifprozesses). Ausgehend von natürlichen Fehlern in der Größe von bis zu $2 \mu\text{m}$ wird eine flache R-Kurve nahe des Schwellenwertes K_{th} tangiert. In der Literatur werden meist die deutlich höheren Plateauwerte angegeben. Diese werden mit den Mikroproben nicht erreicht, da die Ausgangsdefekte zu klein sind.

8 Zusammenfassung

8.1 Aluminiumbronze

An vakuumdruckgegossenen (VDG) Mikrozugproben, Mikrokerbzugproben und Mikrotorsionsproben sowie an schleudergegossenen (SG) Mikrozugproben aus CuAl10Ni5Fe4 wurden die mechanischen Eigenschaften bei quasistatischer Belastung sowie an den VDG-Mikrozugproben und VDG-Mikrokerbzugproben auch unter zyklischer Belastung ermittelt. Allgemein weisen die Proben deutlich unterschiedliche Mikrostrukturen auf, was zum einen auf die unterschiedlichen thermischen Randbedingungen bei der Herstellung und zum anderen auf die schwankende Zusammensetzung der Legierung zurückzuführen ist. Die schleudergegossenen Proben zeigen dabei deutliche Unterschiede bzgl. der Feinheit und der Phasenordnung der Mikrostruktur. Beim SG führt der höhere Fülldruck zu einer besseren Abbildungsgenauigkeit der Gussmuffel, wodurch letztlich eine höhere Rauheit und die Abbildung von Graten aus der Modellherstellung verursacht werden. Zudem weisen die SG-Proben deutliche Lunker auf. Es konnte gezeigt werden, dass die VDG-Proben hinsichtlich ihrer Mikrostruktur und mechanischen Eigenschaften sehr gut reproduziert werden können. Allerdings darf hierbei die Legierungszusammensetzung nur in sehr engen Grenzen variieren.

Bei den quasistatischen Versuchen zeigt sich entsprechend der unterschiedlichen Mikrostrukturen eine große Streuung der Festigkeiten. Deutliche Unterschiede zwischen den verschiedenen Herstellparametern konnten dabei nicht identifiziert werden. Die Kerben (Radien zwischen 5 und 65 μm) führen auf Grund der Spannungsmehrachsigkeit zu einer Dehnungshinderung und dadurch im Vergleich zu den ungekerbten Proben zu höheren Dehngrenzen und Zugfestigkeiten sowie zu geringeren Bruchdehnungen. Dieser Effekt ist umso stärker, je kleiner der Kerbradius ist. Die mechanischen Eigenschaften der Torsionsproben weisen deutlich höhere Festigkeiten auf als mikrostrukturell vergleichbare Mikrozugproben. Dies wird einerseits auf eine Stützwirkung auf Grund der inhomogenen Spannungsverteilung sowie auf Form- und Reibschluss und starke plastische Verformung der Bruchflächen zurückgeführt. Dies führt gleichermaßen dazu, dass die bei einer Charge auftretenden Lunker die Festigkeit nur geringfügig reduzieren.

Die Ermüdungsversuche an ungekerbten Mikrozugproben ($R = 0,1$) zeigen eine mit sinkender Spannungsamplitude ansteigende Streuung der Lebensdauern. Die Wechselverformungskurven zeigen, dass es während der Versuche zu leichtem zyklischen Kriechen sowie zu einer leichten Verfestigung kommt. Obwohl die quasistatischen Festigkeiten der Mikroproben deut-

lich höher sind als bei makroskopischen, liegt die ermittelte Dauerfestigkeit unter dem Wert, der für makroskopische Proben zu erwarten wäre. Dies kann auf die Defekte in der Gusshaut der Mikroproben zurückgeführt werden. Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen der Bruchflächen zeigen den Ausgangspunkt der Ermüdungsrisse üblicherweise an der Probenoberfläche. Die gekerbten Proben zeigen bei gleichem Lastverhältnis nahezu identische Lebensdauern im Bereich der Zeitfestigkeit. Erst im Bereich niedriger Lasten wirkt sich die Kerbe aus und führt zu einer Absenkung der Dauerfestigkeit. Ermüdungsversuche an gekerbten Mikroproben bei $R = 0,5$ zeigen deutlich, dass auch die Mikrostruktur im Zeitfestigkeitsbereich keinen starken Einfluss auf die Lebensdauer hat. Allerdings liegt die Kerbdauerfestigkeit für Proben mit grobem Gefüge deutlich unter der Kerbdauerfestigkeit für Proben mit feinem Gefüge. Das Ermüdungsverhalten wird maßgeblich von der Mikrostruktur bestimmt und weniger von Kerben und Mittelspannungen.

8.2 Zirkoniumdioxid

An Mikrobiegeproben aus tetragonal stabilisiertem Zirkoniumdioxid wurde die Dreipunktbiegefestigkeit bestimmt. Das Material wurde aus Standardpulver und nanoskaligem Pulver in Verbindung mit einem im SFB 499 entwickelten Feedstock hergestellt. Die Proben wurden mittels drucklosen Heißgießens (HM) und Niederdruckspritzgießens (LPIM) abgeformt. Die statistische Auswertung der Versuche erfolgte nach der Weibulltheorie. Die versagensauslösenden Defekte wurden rasterelektronenmikroskopisch gemäß ihrer Art, Größe und Position untersucht.

Die charakteristischen Festigkeiten der Proben aus nanoskaligem Pulver liegen zwischen 657 und 1106 MPa. Diese geringe Festigkeit ist auf eine hohe Porosität von 3 bis 7 % und eine deutliche Netzwerkbildung der Poren zurückzuführen. Die charakteristischen Festigkeiten der Proben aus Standardpulver liefern Werte zwischen 1819 und 2821 MPa (HM und LPIM zusammengefasst). Die Porosität liegt bei diesen Proben zwischen 0,1 und 0,3 %. Die Oberfläche weist eine Rautiefe zwischen 0,9 und 1,5 μm auf. Als häufigste Versagensursache wurden Unebenheiten und Poren direkt an bzw. unter der auf Zug beanspruchten Probenoberfläche gefunden. Diese Defekte wiesen typischerweise Tiefen bzw. Durchmesser von 1 bis 3 μm auf. Nur in wenigen Fällen traten größere Defekte auf. Bei den LPIM-Chargen gingen die Brüche oft von Graten und Formfehlern an den Kanten der zugbeanspruchten Oberfläche aus. Wie erwartet, führen größere Defekte zu einem Versagen bei geringeren Biegespannungen. Die höchsten charakteristischen Festigkeiten wurden mit bis zu 2821 MPa an drucklos heißgegos-

senen Chargen ermittelt. Als versagensauslösende Defekte wurden je nach Charge Unebenheiten oder Poren mit Abmessungen von unter 1 μm identifiziert. Die Mikroproben wiesen zum Teil stark verrundete Kanten mit Radien von bis zu 29,2 μm auf. Der bereits in früheren Arbeiten beschriebene Effekt der Defektausheilung, der zusammen mit der Verrundung der Kanten auftritt, konnte auch für die Proben aus dem neu entwickelten Feedstock nachgewiesen werden. Die Defektausheilung reduziert die Oberflächenrauheit und die Porosität in der Randschicht der Proben. Allerdings ist dieser Effekt schwächer ausgeprägt als bei dem früher im SFB 499 verwendeten Material, da es von vornherein defektfreier ist. Die Parameter einer linearen Regression zur Vorhersage der Biegefestigkeit von ZrO_2 -Mikroproben in Abhängigkeit der Rautiefe, der Porosität und der Kantenverrundung konnten für die neue ZrO_2 -Variante angepasst werden. Diese liefert eine sehr gute Übereinstimmung der berechneten und experimentell ermittelten Festigkeiten.

Zur Bestimmung der Risszähigkeit K_{Ic} an ZrO_2 -Mikroproben wurden diese mittels fokussierten Ionenstrahls angekerbt und die Biegefestigkeit bestimmt. Mit Kerbtiefen zwischen 2 und 10 μm lagen die K_c -Werte zwischen 2,4 und 3,9 $\text{MPam}^{0,5}$. Aus diesen Daten konnte eine R-Kurve abgeleitet werden. Der Schwellenwert beträgt 2,4 $\text{MPam}^{0,5}$. Die R-Kurve weist nur einen geringen Anstieg auf und ist somit nicht stark ausgeprägt.

8.3 Siliziumnitrid

An Mikroproben aus drucklos heißgegossenem Siliziumnitrid wurde die Festigkeit mittels Dreipunktbiegung ermittelt. Bei der Herstellung über Reaktionsbinden und Sintern wurde auch die Art und Menge an Sinteradditiven sowie die Feinheit des Si-Ausgangspulvers variiert. Mit jeder der insgesamt vier Feedstockvarianten wurden jeweils zwei Chargen Mikroproben hergestellt. Die Auswertung erfolgte gemäß der Weibullstatistik. Die versagensauslösenden Defekte wurden mittels Rasterelektronenmikroskopie gemäß ihrer Art, Größe und Position charakterisiert.

Die Proben weisen charakteristische Festigkeiten zwischen 540 und 1234 MPa auf. Die starke Streuung der Festigkeitswerte lässt sich auf die deutlich unterschiedlichen Mikrostrukturen zurückführen. Die Festigkeit wird hierbei von einer Vielzahl von Parametern beeinflusst: Porosität, Länge und Streckungsgrad der Körner, Art, Menge und Verteilung der Sekundär- bzw. Korngrenzenphase, Oberflächenstruktur und Rauheit sowie der teilweisen Kristallisation der amorphen Sekundärphase. Aufgrund der Vielzahl der möglichen Ursachen für das Versagen der Proben in Kombination mit der meist kaum ausgeprägten Struktur der Bruchfläche ist eine

eindeutige Identifikation des versagensauslösenden Fehlers nur in einigen Fällen möglich. Die Chargen mit den höchsten charakteristischen Festigkeiten weisen im Vergleich zu den restlichen Chargen mittlere Porositäten auf. Allerdings haben ihre Körner ein höheres Aspektverhältnis. Die Chargen mit der geringsten Porosität haben charakteristische Festigkeiten von 921 und 873 MPa. Hier zeigen sich die Körner weniger stark gestreckt. Die Porosität ist je nach Charge in Form kleiner Poren mit Durchmessern von maximal 2 μm gleichmäßig oder in großen Poren mit Durchmessern von bis zu 10 μm ungleichmäßig verteilt. Dadurch konnten Poren und in geringerem Maß Unebenheiten an bzw. direkt unter der zugbeanspruchten Oberfläche als versagenskritische Defekte gefunden werden. Erwartungsgemäß sinkt die Festigkeit mit steigender Defektgröße ab. Erstmals konnte der Effekt, der zum einen die Kanten der Proben verrundet und zum anderen Defekte an der Oberfläche ausheilt und somit zu höheren Festigkeiten führt, auch für Siliziumnitrid nachgewiesen werden. Des Weiteren wurde ein Anstieg der charakteristischen Festigkeit mit dem feiner werdendem Ausgangspulver belegt. Mit steigendem Anteil an Sekundärphase sinkt die charakteristische Festigkeit ab. Die ermittelten charakteristischen Festigkeiten stimmen gut mit den gemäß dem Größeneffekt erwarteten Werten überein.

Für Siliziumnitrid konnte eine auf den mikrostrukturellen Parametern Porosität, Kornstreckungsgrad und Sekundärphasenanteil basierende multiple Regression erstellt werden. Diese liefert eine berechnete charakteristische Festigkeit der Si_3N_4 -Chargen, die sehr gut mit den experimentell ermittelten Festigkeiten übereinstimmt.

Zur Bestimmung der Risszähigkeit K_{Ic} an Si_3N_4 -Mikroproben wurden Mikroproben mittels fokussierten Ionenstrahls angekerbt und die Biegefestigkeit bestimmt. Mit Kerbtiefen zwischen 1 und 11 μm lagen die K_{Ic} -Werte zwischen 1,0 und 3,5 $\text{MPam}^{0,5}$. Aus diesen Daten konnten R-Kurven für einzelne Chargen abgeleitet werden. Der Schwellenwert beträgt je nach Porosität, Streckungsgrad der Körner und Sekundärphasenanteil zwischen 1,01 und 1,45 $\text{MPam}^{0,5}$. Die R-Kurve weist einen relativ langsamen aber deutlichen Anstieg auf. Mit den ermittelten R-Kurven können die zum Teil auftretenden Abweichungen von der linearen Verteilung der Festigkeiten in den Weibullauftragungen erklärt werden.

8.4 Bewertung der Werkstoffe

Um die Wahl eines potentiell geeigneten Werkstoffs für urgeformte Mikrobauteile zu erleichtern, werden im Folgenden Abschnitt die im SFB 499 untersuchten keramischen und metallischen Werkstoffe verglichen und bewertet.

ZrO₂ hat den Vorteil, dass es sich um ein einphasiges Material handelt. Zwar ist die Schwindung beim Sinterprozess hoch, kann aber beherrscht werden. Ein großer Vorteil des Materials ist die Defektausheilung, die in Ansätzen auch bei Si₃N₄ zu beobachten ist. Der Vorteil von Si₃N₄ ist die geringe Schwindung. Der große Nachteil des Materials ist die gegenüber ZrO₂ deutlich größere Anzahl an Parametern in der Herstellung (z. B. Art und Menge der Additivzusätze, Feinheit des Si-Pulvers, Nitridier- und Sinterbedingungen). Als Folge des mehrphasigen Gefüges steigt die Anzahl der Einflussfaktoren: Streckungsgrad und Größenverteilung der Körner, Menge und Verteilung der Sekundärphase und Porosität. Zudem weist die Si₃N₄-Oberfläche bei ausgeprägtem Kornwachstum eine hohe Rautiefe durch die Si₃N₄-Nadeln auf. Diese führen wiederum zu Kerbwirkungen im Bereich des Übergangs von der freien Oberfläche und der Anbindung der Körner in das Gefüge. Daher ist grundsätzlich ZrO₂ als keramischer Werkstoff für urgeformte Mikrobauteile zu empfehlen, vor allem da ZrO₂-Mikroproben deutlich höhere Festigkeiten als Si₃N₄-Mikroproben aufweisen.

Die früher untersuchte Goldbasislegierung Au58Ag23Cu12Pd5 (Handelsname: Stabilor[®] G) zeigte sich empfindlich gegenüber den thermischen Randbedingungen bei der Herstellung mittels Feinguss (VDG und SG). Dies ist bei der Aluminiumbronze vom Typ CuAl10Ni5Fe4 nicht der Fall. Hier können die mechanischen Eigenschaften sehr gut reproduziert werden. Allerdings gilt dies nur, solange die chemische Zusammensetzung der Legierung in engen Grenzen eingehalten wird. Die Zusammensetzung der Aluminiumbronze ist aber gemäß DIN 17665 in relativ weiten Grenzen toleriert, sodass es bei identischen Prozessbedingungen zu stark unterschiedlichen Gefügeausbildungen kommen kann. Die mechanischen Eigenschaften ändern sich entsprechend. Grundsätzlich sind die erreichten Festigkeiten bei der Aluminiumbronze höher als bei Stabilor[®] G. Zu empfehlen ist aber, dass für den Mikroguss möglichst einfache Legierungssysteme verwendet werden, die nicht auf Grund einer komplexen Zusammensetzung stark unterschiedliche Gefüge hervorbringen können. Das Gefüge sollte möglichst fein sein, sodass Effekte der Anisotropie vermieden werden. Ansonsten kann für eine gute Reproduzierbarkeit das Material veredelt werden (z. B. durch Umschmelzen) oder die Toleranzen der Zusammensetzung könnte deutlich enger festgelegt werden. Beides bedeutet aber eine deutlich kostenintensivere Produktion.

Für eine Erweiterung der Werkstoffpalette im Mikroguss wären einfache Systeme wie z.B. CuAlMg-Legierungen zu untersuchen. Versuche an einer Modellegierung Au62Ag25Cu13, die vom komplexen Mehrstoffsystem Stabilor[®] G abgeleitet wurde, zeigen gegenüber den Ergebnissen von [Auh06] eine deutliche Reduzierung der Streuungen der mechanischen Eigenschaften sowohl innerhalb einer Charge als auch im Vergleich verschiedener Chargen.

9 Verzeichnisse

9.1 Literatur

- [Abe06] Abernethy, R. B.; *The new Weibull Handbook*; Hrsg.: Abernethy, R. B.; 5. Auflage; North Palm Beach, Florida; (2006)
- [Agu95] Aguilar; J. F.; Méndez, E. R.: On the limitations of the confocal scanning optical microscope as a profilometer; *Journal of Modern Optics*; 42 9; (1995); S. 1785-1794
- [Alc98] Alcalá, J.; Anglada, M.: Indentation precracking of Y-TZP: implications to R-curves and strength; *Materials Science and Engineering A*; 245; (1998); S. 267-276
- [Ale38] Alexander, W. O.: Copper-rich Nickel-Aluminium-Copper Alloys II. The Constitution of the Copper-Nickel rich alloys; *Journal of the Institute of Metals*; 63; (1938); S. 163-189
- [All03] Allameh, S. M.: An introduction to mechanical-properties-related issues in MEMS structures; *Journal of Materials Science*; 38; (2003); S. 4115-4123
- [And07] André, N.; Coulombier, M.; De Longueville, V.; Fabrègue, D.; Gets, T.; Gravier, S.; Pardoën, T.; Raskin, J.-P.: Microfabrication-based nanomechanical laboratory for testing the ductility of submicron aluminium films; *Microelectronic Engineering*; 84; (2007); S. 2714-2718
- [Ant09a] Antolino, N.; Hayes, G.; Kirkpatrick, R.; Muhlstein, C.; Frecker, M.; Mockensturm, E.; Adair, J.: Lost Mold Rapid Infiltration Forming of Mesoscale Ceramics: Part 1, Fabrication; *Journal of the American Ceramic Society*; 92 [S1]; (2009); S. 63-69
- [Ant09b] Antolino, N.; Hayes, G.; Kirkpatrick, R.; Muhlstein, C.; Frecker, M.; Mockensturm, E.; Adair, J.: Lost Mold-Rapid Infiltration Forming of Mesoscale Ceramics: Part 2, Geometry and Strength Improvements; *Journal of the American Ceramic Society*; 92 [S1]; (2009); S. 70-78
- [Arz98] Arzt, E.: Size effects in materials due to microstructural and dimensional constraints: a comparative review; *Acta materialia*; 46 16; (1998); S. 5611-5626
- [Auh05a] Auhorn, M., Kasanická, B., Beck, T., Schulze, V., Löhe, D.: Chapter 20; *Microengineering in metals and ceramics, Part II*; Hrsg.: D. Löhe, J. Hauselt; Wiley-VCH, Weinheim; (2005); S. 555–578

- [Auh05b] Auhorn, M., Kasanická, B., Beck, T., Schulze, V., Löhe, D.: Charakterisierung und mechanische Prüfung von Mikroproben aus Au₅₈Ag₂₃Cu₁₂Pd₅ und ZrO₂; Kolloquium Mikroproduktion; Mainz Verlag, Aachen; (2005); S. 215–224
- [Auh06] Auhorn, M.: Mechanische Eigenschaften urgeformter Mikroproben aus Au₅₈Ag₂₃Cu₁₂Pd₅ und ZrO₂; Dissertation, Universität Karlsruhe (TH); Shaker Verlag GmbH, Aachen; (2006)
- [Aur78] Aurich, D.: Bruchvorgänge in metallischen Werkstoffen; Hrsg.: Macherauch, E.; Gerold, V.; Werkstofftechnische Verlagsgesellschaft m.b.H., Karlsruhe; (1978)
- [Bam06] Bamberg, E.; Grippo, C. P.; Wanakamol, P.; Slocum, A. H.; Boyce, M. C.; Thomas, E. L.: A tensile test device for in situ atomic force microscope mechanical testing; Precision engineering; 30; (2006); S. 71-84
- [Bar03] Barthelat, F.; Wu, Z.; Prorok, B. C.; Espinosa, H. D.: Dynamic Torsion Testing in Nanocrystalline Coatings Using High-Speed Photography and Digital Image Correlation; Society for Experimental Mechanics; 43 3; (2003); S. 331-340
- [Bau02a] Baumeister, G.; Mueller, K.; Ruprecht, R.; Hausselt, J.; Production of metallic high aspect ratio microstructures by microcasting; Microsystem Technologies; 8; (2002); S. 105-108
- [Bau02b] Bauer, W.; Knitter, R.: Development of a rapid prototyping process chain for the production of ceramic microcomponents; Journal of Materials Science; 37; (2002); S. 3127-3140
- [Bau04a] Baumeister, G.; Ruprecht, R.; Hausselt, J.; Microcasting of parts made of metal alloys; Microsystem Technologies; 10; (2004); S. 261-264
- [Bau04b] Baumeister, G.; Ruprecht, R.; Hausselt, J.: Replication of LIGA structures using microcasting; Microsystem Technologies; 10; (2004); S. 484-488
- [Bau05a] Bauer, W.; Haußelt, J.; Merz, L.; Müller, M.; Örylgsson, G.; Rath, S.: Micro Ceramic Injection Molding; Chapter 12; Microengineering in metals and ceramics, Part I; Hrsg.: D. Löhe, J. Hausselt; Wiley-VCH, Weinheim; (2005); S. 325–356
- [Bau05b] Baumeister, G.; Haußelt, J.; Rath, S.; Ruprecht, R.: Micro Casting; Chapter 13; Microengineering in metals and ceramics, Part II; Hrsg.: D. Löhe, J. Hausselt; Wiley-VCH, Weinheim; (2005); S. 357–393
- [Bau06] Baumeister, G.; Rath, S.; Hausselt, J.: Microcasting of Al bronze and a gold base alloy improved by plaster-bonded investment; Microsystem Technologies; 12; (2006); S. 773-777

- [Bau07a] Baumeister, G.; Okolo, B.; Rögner, J.: Microcasting of Al bronze – Influence of casting parameters on the microstructure and the mechanical properties; HARMST 2007, 07. - 09. June 2007, Besançon
- [Bau07b] Baumeister, G.; Finnah, G.: Mikrogegossene Kühlkörper aus Kupfer; Metall; 61 4; (2007); S. 215-218
- [Bau08a] Baumeister, G.; Okolo, B.; Rögner, J.: Microcasting of Al bronze: influence of casting parameters on the microstructure and the mechanical properties; Microsystem Technologies; 14; (2008); S. 1647-1655
- [Bau08b] Baumeister, G.; Okolo, B.; Rögner, J.; Ruprecht, R.; Kerscher, E.; Schulze, V.; Haußelt, J.; Löhe, D.: New results on microcasting of Al bronze; Microsystem Technologies; 14; (2008); S. 1813-1821
- [Baž99] Bažant, Z. P.: Size effect on structural strength: a review; Archive of Applied Mechanics; 69; (1999); S. 703-725
- [Baž00] Bažant, Z. P.; Novák, D.: Energetic-statistical size effect in quasi-brittle failure at crack initiation; ACI Materials Journal; 97 3; (2000); S. 381-392
- [Baž09] Bažant, Z. P.; Yu, Q.: Universal size effect law and effect of crack depth on quasi-brittle structure strength; Journal of engineering mechanics; February (2009); S. 78-84
- [Bec91] Becher, P. F.: Microstructural Design of Toughened Ceramics; Journal of the American Ceramic Society; 74 2; (1991); S. 255-269
- [Bec01] Beck, T.; Denne, B.; Lang, K.-H.; Löhe, D.: Torsionsermüdungsprüfmaschine mit AC-Servomotor; Materialprüfung; 43 7-8; (2001); S. 283-287
- [Ben95] Benkißer, G.; Winkel, G.; Horn-Samodelkin, G.: Elementverteilung in den Phasen der Mehrstoffaluminiumbronzen vom Typ G-CuAl10Ni und G-CuMn9Al6 nach einer Vergütungsbehandlung; Metall; 49 4; (1995); S. 264-273
- [Ben00] Benkißer, G.: Die Gefüge ausgewählter Guss- und Knetlegierungen des Kupfers; Sonderbände der Praktischen Metallographie; Hrsg.: Petzow, G.; 31; (2000); S. 35-46
- [Ben01a] Benkißer, G.; Eberlein, J.; Kaps, R.; Ohla, K.: Comparative Considerations on the Microstructure of Cast and Spray Formed complex Aluminium Bronzes; Sonderbände der Praktischen Metallographie; Hrsg.: Petzow, G.; 32; (2001); S. 39-48
- [Ben01b] Benkißer, G.; Rühl, I.; Ladewig, C.: Die Gefüge wärmebehandelter und laserumgeschmolzener, heterogener Mehrstoffaluminiumbronzen; Praktische Metallographie; 38 8; (2001); S. 425-441

- [Ben02] Benkißer, G.; Hornbogen, E.; Pohl, M.: Zum Einfluss von Ornungsumwandlungen der β -Phase auf die Gefüge von heterogenen Mehrstoffaluminiumbronzen; Sonderbände der Praktischen Metallographie; Hrsg.: Petzow, G.; 33; (2002); S. 163-169
- [Ben03] Benkißer, G.; Ladewig, C.; Rühl, I.: Die γ_2 -Phase und ihre Effekte auf die Eigenschaften heterogener Mehrstoffaluminiumbronzen; Materialwissenschaft und Werkstofftechnik; 34; (2003); S. 444-452
- [Ben05] Benkißer, G.: Aluminiumbronzen und Mehrstofflegierungen; In: Metallographie; Hrsg.: Schumann, H.; Oettel, H.; Wiley-VCH Verlag; (2005); Kap. 6.1.5; S. 799-809
- [Ber79] Berns, H.: Metallurgischer Größeneinfluß; VDI-Berichte Nr. 354; (1979); S. 27-38
- [Ber84] Bergman, B.: On the estimation of the Weibull modulus; Journal of materials science letters; 3; (1984); S. 689-692
- [Ber04] Bertsch, A.; Jiguet, S.; Renaud, P.: Microfabrication of ceramic components by microstereolithography; Journal of micromechanics and microengineering; 14 (2004); S. 197-203
- [Boy04] Boyce, B. L.; Michael, J. R.; Kotula, P. G.: Fatigue of metallic microdevices and the role of fatigue-induced surface oxides; acta materialia; 52 (2004); S. 1609-1619
- [Bre70] Brezina, P.: Zum Gefügebau der Kupfer-Aluminium-Legierungen; Giessereiforschung; 22 2; (1970); S. 81-88
- [Bre73a] Brezina, P.: Gefügebau und mechanische Eigenschaften der Mehrstoff-Aluminiumbronzen vom Typ CuAl 10 Fe5 Ni5; Giessereiforschung; 25 3; (1973); S. 125-134
- [Bre73b] Brezina, P.: Gefügebau und mechanische Eigenschaften der Mehrstoff-Aluminiumbronzen vom Typ CuAl 10 Fe5 Ni5 (Schluß); Giessereiforschung; 25 4; (1973); S. 135-144
- [Bre82] Brezina, P.: Heat treatment of complex aluminium bronzes; International Metals Reviews; 27 2; (1982); S. 77-120
- [Bre99] Breuer, K. S.; Bayt, R. L.; Nayaar, A.: Measurement of shear stress and temperature using MEMS fabricated sensors; ASME American Society of Mechanical Engineers; (1999)
- [Bru38] Brunauer, S.; Emmett, P. H.; Teller, E.: Adsorption of Gases in Multimolecular Layers; Journal of the American Chemical Society; 60 2; (1938); S. 309-319

- [Buc03] Buchheit, T. E.; Glass, S. J.; Sullivan, J. R.; Mani, S. S.; Lavan, D. A.; Friedmann, T. A.; Janek, R.: Micromechanical testing of MEMS materials; *Journal of Materials Science*; 38; (2003); S. 4081-4086
- [Büh57] Bühler, H.; Schreiber, W.: Lösung einiger Aufgaben der Dauerschwingfestigkeit mit dem Treppenstufen-Verfahren; *Archiv für das Eisenhüttenwesen*; 28 3; (1957); S. 153-156
- [Bur97] Burgess, S. C.; Moore, D. F.; Newland, D. E.; Klaubert, H. L.: A Study of Mechanical Configuration Optimisation in Micro-systems; *Research in Engineering Design*; 9; (1997); S. 46-60
- [Cas01] Casellas, D.; Alcalá, J.; Llanes, L.; Anglada, M.: Frature variability and R-curve behavior in yttria-stabilized zirconia ceramics; *Journal of Materials Science*; 36; (2001); S. 3011-3025
- [Che00] Cheng, K.-S.; Ayon, A.; Spearing, S. M.: Controlling and testing the Fracture Strength of Silicon on the Mesoscale; *Journal of the American Ceramic Society*; 83 6; (2000); S. 1476-1484
- [Che08] Cheng, W.; Kirihara, S.; Miyamoto, Y.: Fabrication and Characterization of Three-Dimensional ZrO₂-Toughened Al₂O₃ Ceramic Microdevices; *International Journal of Applied Ceramic Technology*; 5 4; (2008); S. 353-359
- [Chu05] Chung, S.; Park, S.; Lee, I.; Jeong, H.; Cho, D.: Replication techniques for a metal microcomponent having real 3D shape by microcasting process; *Microsystem Technologies*; 11; (2005); S. 424-428
- [Col78] Collins, P.; Duguet, D. J.: Corrosion Fatigue of a Duplex Aluminum Bronze Alloy; *Corrosion - National Association of Corrosion Engineers*; 34 4; (1978); S. 119-124
- [Con93] Connally, J.; Brown, S.: Micromechanical Fatigue testing; *Experimental Mechanics*; (1993); S. 81-90
- [Coo52] Cook, M.; Fentimen, W. P.; Davis, E.: Observations on the Structure and properties of Wrought Copper-Aluminium-Nickel-Iron Alloys; *Journal of the Institute of Metals*; 80; (1951-1952); S. 419-429
- [Coo88] Cook, R. F.; Clarke, D. R.: Fracture Stability, R-Curves and Strength Variability; *Acta metallurgica*; 36 3; (1988); S. 555-562
- [Cul78a] Culpan, E. A.; Barnby, J. T.: The metallography of fracture in cast nickel aluminium bronze; *Journal of Materials Science*; 13; (1978); S. 323-328

- [Cul78b] Culpan, E. A.; Rose, G.: Microstructural characterization of cast nickel aluminium bronze; *Journal of Materials Science*; 13; (1978); S. 1647-1657
- [Dai06] Dai, W.; Oropeza, C.; Lian, K.; Wang, W.: Experiment design and UV-LIGA microfabrication technology to study the fracture toughness of Ni microstructures; *Microsystem Technologies*; 12; (2006); S. 306-314
- [Dan01] Danzer, R.; Lube, T.; Supancic, P.: Monte Carlo Simulation of Strength Distributions of Brittle Materials – Type of Distribution, Specimen and Sample Size; *Zeitschrift für Metallkunde*; 92 7; (2001); S. 773-783
- [Dan06] Danzer, R.: Some notes on the correlation between fracture and defect statistics: Are Weibull statistics valid for very small specimens?; *Journal of the European Ceramic Society*; 26; (2006); S. 3043-3049
- [Dan07a] Danzer, R.; Supancic, P.; Pascual, J.; Lube, T.: Fracture statistics of ceramics – Weibull statistics and deviations from Weibull statistics; *Engineering Fracture Mechanics*; 74; (2007); S. 2919-2932
- [Dan07b] Danzer, R.; Supancic, P.; Lube, T.: Strength of Small Ceramic Specimens – A Limit to Weibull Statistics; *Proceedings 10th International Conference and Exhibition of the European Ceramic Society, 17.06 – 21.06.2007, Berlin*; Göller-Verlag; (2007); S. 1266-1270
- [Dan08] Danzer, R.; Lube, T.; Supancic, P.; Damani, R.: Fracture of Ceramics; *Advanced Engineering Materials*; 10 4; (2008); S. 275-298
- [DEG04] Sicherheitsdatenblatt (91/155/EWG) Stabilor[®] G; Fa. DeguDent; (2004)
- [Dev03] Deville, S.; Chevalier, J.: Martensitic relief observation by atomic force microscopy in yttria-stabilized zirconia; *Journal of the American Ceramic Society*; 86 12; (2003); S. 2225-2227
- [Día05] Díaz, A.; Hampshire, S.; Yang, J.-F.; Ohji, T.; Kanzaki, S.: Comparison of Mechanical Properties of Silicon Nitrides with Controlled Porosities Produced by Different Fabrication Routes; *Journal of the American Ceramic Society*; 88 3; (2005); S. 698-706
- [Die67] Dies, K.: *Kupfer und Kupferlegierungen in der Technik*; Springer-Verlag, Berlin - Heidelberg - New York; (1967)
- [DIN83] Norm DIN 17665 Dezember 1983. Kupfer-Knetlegierungen; Kupfer-Aluminium-Legierungen (Aluminiumbronze); Zusammensetzung.

- [DIN95] Norm DIN EN 843 Teil 1 April 1995. Hochleistungskeramik, Monolithische Keramik, Mechanische Eigenschaften bei Raumtemperatur, Bestimmung der Biegefestigkeit.
- [DIN98a] Norm DIN EN ISO 4287 1998. Oberflächenbeschaffenheit: Tastschnittverfahren - Benennungen, Definitionen und Kenngrößen der Oberflächenbeschaffenheit.
- [DIN98b] Norm DIN EN ISO 4288 1998. Oberflächenbeschaffenheit: Tastschnittverfahren - Regeln und Verfahren für die Beurteilung der Oberflächenbeschaffenheit.
- [DIN01] Norm DIN EN 10002 Teil 1 Dezember 2001. Zugversuch; Metallische Werkstoffe; Prüfverfahren bei Raumtemperatur.
- [DIN03] Norm DIN ISO 9277 Mai 2003. Bestimmung der spezifischen Oberfläche von Feststoffen durch Gasadsorption nach dem BET-Verfahren.
- [DIN07a] Norm DIN EN 843 Teil 5 März 2007. Hochleistungskeramik – Mechanische Eigenschaften monolithischer Keramik bei Raumtemperatur: Statistische Auswertung.
- [DIN07b] Norm DIN EN ISO 22674 Februar 2007. Zahnheilkunde – Metallische Werkstoffe für festsitzenden und herausnehmbaren Zahnersatz und Vorrichtungen.
- [DIN08] Norm DIN EN 1982 August 2008. Kupfer und Kupferlegierungen – Blockmetalle und Gussstücke.
- [DKI59] Die Aluminiumbronzen; Deutsches Kupfer-Institut e.V., Berlin-Charlottenburg; (1959)
- [Dum75] Duma, J. A.: Heat Treatments for Optimizing Mechanical and Corrosion Resisting Properties of Nickel-Aluminum Bronzes; Naval Engineers Journal; 87; (1975); S. 45-64
- [Dur96] Durán, P.; Villegas, M.; Capel, F.; Recio, P.; Moure, C.: Low-temperature Sintering and Microstructural Development of Nanocrystalline Y-TZP Powders; Journal of the European Ceramic Society; 16; (1996); S. 945-952
- [Edw04] Edwards, R. L.; Coles, G., Sharpe, W. N. Jr.: Comparison of Tensile and Bulge Tests for Thin-film Silicon Nitride; Experimental Mechanics; 44 1; (2004); S. 49-54
- [Eic04] Eichler, A.; Kresse, G.: First-principles calculations for the surface termination of pure and yttria-doped zirconia surfaces; Physical Review B; 69; 045402; (2004)
- [Eic06] Eichler, J.; Hoffman, M.; Eisele, U.; Rödel, J.: R-curve behaviour of 2Y-TZP with submicron Grain size; Journal of the European Ceramic Society; 26; (2006); S. 3575-3582

- [Eic07] Eichler, J.; Rödel, J.; Eisele, U.; Hoffman, M.: Effect of Grain Size on Mechanical Properties of Submicrometer 3Y-TZP: Fracture Strength and Hydrothermal Degradation; *Journal of the American Ceramic Society*; 90 9; (2007); S. 2830-2836
- [Esp03] Espinosa, H. D.; Prorok, B. C.: Size effects on the mechanical behaviour of gold thin films; *Journal of Materials Science*; 38; (2003); S. 4125-4128
- [Ete08] Etebari, A.: Recent Innovations in Wall Shear Stress Sensor Technologies; *Recent Patents on Mechanical Engineering*; 1; (2008); S. 22-28
- [Fac03] Faccenda, V.; Ott, D.: Handbook on investment casting – The lost wax casting process for carat gold jewellery manufacture; World gold council; London; (2003)
- [Fav04] Favalli Meroni, F.; Mazza, E.: Fracture behaviour of single crystal silicon Microstructures; *Microsystem Technologies*; 10; (2004); S. 412-418
- [Fet93] Fett, T.; Munz, D.; Thun, G.: Influence of frequency on cyclic fatigue of coarse grained Al₂O₃; *Journal of Materials Science Letters*; 12; (1993); S. 220-222
- [Fet95] Fett, T.; Munz, D.: Estimation of Bridging Interactions for Natural Cracks from Bending Strength of Coarse-Grained Al₂O₃; *Journal of the American Ceramic Society*; 78 1; (1995); S. 188-192
- [Fet08a] Fett, T.; Fünfschilling, S.; Hoffmann, M. J.; Oberacker, R.: R-Curve Determination for the Initial Stage of Crack Extension in Si₃N₄; *Journal of the American Ceramic Society*; 91 11; (2008); S. 3638-3642
- [Fet08b] Fett, T.; Creek, D.; Wagner, S.; Rizzi, G.; Volkert, C. A.: Fracture Toughness Test with a Sharp Notch Introduced by Focussed Ion Beam; *International Journal of Fracture*; 153; (2008); S. 85-93
- [Fle94] Fleck, N. A.; Muller, G. M.; Ashby, M. F.; Hutchinson, J. W.: Strain gradient plasticity: theory and experiment; *Acta metallurgica et materialia*; 42 2; (1994); S. 475-487
- [Fle07] Fleischer, J.; Kotschenreuther, J.: The manufacturing of micro molds by conventional and energy-assisted processes; *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*; 33; (2007); S. 75-85
- [Fün09] Fünfschilling, S.; Fett, T.; Hoffmann, M. J.; Oberacker, R.; Jelitto, H.; Schneider, G. A.; Härtelt, M.; Riesch-Oppermann, H.: Bridging stresses from R-curves of silicon nitrides; *Journal of Materials Science*; 44; (2009); S. 3900-3904
- [Fur08] Furuya, Y.: Specimen size effects on gigacyclic fatigue properties of high-strength steel under ultrasonic fatigue testing; *Scripta Materialia*; 58; (2008); S. 1014-1017

- [Fus73] Fusayama, T.; Yamane, M.: Surface roughness of castings made by various casting techniques; *Journal of prosthetic dentistry*; 29 5; (1973); S. 529-535
- [Gao04] Gao, Y. X.; Yi, J. Z.; Lee, P. D.; Lindley, T. C.: A micro-cell model of the effect of microstructure and defects on fatigue resistance in cast aluminium alloys; *Acta Materialia*; 52; (2004); S. 5435-5449
- [Gau80] Gauckler, L. J.; Hohnke, H.; Tien, T. Y.: The System $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$; *Journal of the American Ceramic Society*; 63 1-2; (1980); S. 35-37
- [Gey98] Geyer, A.: Potential des Sinter-HIP-Verfahrens in der Entwicklung von Siliziumnitridwerkstoffen für den Hochtemperaturbereich; Dissertation, Universität Karlsruhe (TH); Schriftenreihe des Instituts für Keramik im Maschinenbau; IKM025; (1998)
- [Gia05] Giannuzzi, L. A., Stevie, F. A.: Introduction to focused ion beams: instrumentation, theory, techniques and practice; Hrsg.: Giannuzzi, L. A., Stevie, F. A.; Springer-Verlag, New York; (2005)
- [Gie02] Gietzelt, T.; Piotter, V.; Ruprecht, R.; Hausselt, J.: Manufacturing of isolated ceramic microstructures; *Microsystem Technologies*; 9; (2002); S. 99-103
- [Gie04] Gietzelt, T.; Jacobi, O.; Piotter, V.; Ruprecht, R.; Hausselt, J.: Development of a micro annular gear pump by micro powder injection molding; *Journal of Materials Science*; 39; (2004); S. 2113-2119
- [Got07] Gottstein, G.: *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*; 3. Auflage; Springer-Verlag, Berlin Heidelberg; (2007)
- [Goz88] Gozlan, E.; Bamberger, M.: Phase transformations in permanent-mould-cast aluminium bronze; *Journal of Materials Science*; 23; (1988); S. 3558-3562
- [Gri24] Griffith, A. A.: The Theory of Rupture; In: *Proceedings of the First International Congress for Applied Mechanics, Delft, 1924*; Hrsg.: Biezeno, C. B.; (1924); S. 55-63
- [Gro01] Gross, D.; Seelig, T.; *Bruchmechanik*; Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York; 3. Auflage; (2001)
- [Grü79] Grün, R.: The crystal structure of $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$; Structural and stability considerations between $\alpha\text{-}$ and $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$; *Acta Crystallographica Section B*; 35; (1979); S. 800-804
- [Gut05] Guttmann, M.; Schulz, J.; Saile, V.: Lithographic Fabrication of Mold Inserts; In: *Advanced Micro and Nanosystems 3*; Kapitel 8; Hrsg.: D. Löhe, J. Hausselt; Wiley VCH, Weinheim; (2005); S. 187-219
- [Han58] Hansen, M.: *Constitutions of binary alloys*; New York; (1958)

- [Hag03] Haque, M. A.; Saif, M. T. A.: A Review of MEMS-Based Microscale and Nanoscale Tensile and Bending Testing; Society for Experimental Mechanics; 43 3; (2003), S. 248-255
- [Has82] Hasan, F.; Jahanafrooz, A.; Lorimer, G. W.; Ridley, N.: The Morphology, Crystallography, and Chemistry of Phases in As-Cast Nickel-Aluminium Bronze; Metallurgical Transactions A; 13A; August (1982); S. 1337-1345
- [Haz09] Hazra, S. S.; Baker, M. S.; Beuth, J. L.; Boer, M. P. de: Demonstration of an in situ on-chip tensile tester; Journal of Micromechanics and Microengineering; 19; (2009); S. 1-5
- [Hen08] Henning, M.: Größeneffekte auf die mechanischen Eigenschaften – Experiment und Simulation; Dissertation, Universität des Saarlandes; Shaker Verlag, Aachen; (2008)
- [Her04] Herrmann, M.: Siliciumnitridwerkstoffe; In: Technische Keramik; Hrsg.: Kollenberg, W.; Vulkan-Verlag, Essen; Kapitel 3.3.3; (2004)
- [Hes98] Hessert, R.: Bearbeitungseigenspannungen, Randschichtschädigungen und Festigkeiten geschliffener Al₂O₃- und ZrO₂-Keramiken; Dissertation, Universität Karlsruhe (TH); Schriftenreihe des Instituts für Keramik im Maschinenbau; IKM021; (1998)
- [Hir93] Hirosaki, N.; Akimune, Y.; Mitomo, M.: Microstructural Design by Selective Grain Growth of β -Si₃N₄; Materials Research Society Symposium Proceedings; 287; 30.11. – 3.12. 1992, Boston Massachusetts, USA; (1992); S. 405-410
- [Hof93] Hoffmann, M. J.; Petzow, G.: Microstructural Design of Si₃N₄ Based Ceramics; Materials Research Society Symposium Proceedings; 287; 30.11. – 3.12. 1992, Boston Massachusetts, USA; (1992); S. 3-14
- [Hof95] Hoffmann, M. J.; Relationship between microstructure and mechanical properties of silicon nitride ceramics; Pure and Applied Chemistry; 67 6; (1995); S. 939-946
- [Hof99] Hoffmann, M. J.; Geyer, A.; Oberacker, R.: Potential of the Sinter-HIP-technique for the Development of High-temperature Resistant Si₃N₄-ceramics; Journal of the European Ceramic Society; 19; (1999); S. 2359-2366
- [Hor96] Horn-Samodelkin, G.; Winkel, G.; Rühl, I.: Einfluß einer Vergütungsbehandlung auf Gefüge und Härte von heterogenen Mehrstoffaluminiumbronzen; Metall; 50 1; (1996); S. 44-49
- [Hor02] Horsch, C., Schulze, V., Löhe, D.: Konfokale Schneidkantenvermessung; Werkstattstechnik online; H. 11/12; (2002); S. 609-611

- [Hor04] Horowitz, S.; Chen, T.; Chandrasekaran, V.; Tedjojuwono, K.; Nishida, T.; Catafesta, L.; Sheplak, M.: A micromachined geometric Moiré interferometric Floating-Element shear stress sensor; 42nd AIAA Aerospace Meeting, Reno, NV; (2004)
- [Hua05] Huang, C. K.; Chen, S. W.; Yang, C. T.: Accuracy and Mechanical Properties of Multiparts Produced in One Mold in Microinjection Molding; Polymer Engineering and Science; (2005); S. 1471-1478
- [Hüc83] Hück, M.: Ein verbessertes Verfahren für die Auswertung von Treppenstufenversuchen; Zeitschrift für Werkstofftechnik; 14; (1983); S. 406-417
- [Ish05] Ishida, M.; Takeda, H.; Nishiyama, N.; Shimizu, Y.; Kita, K.; Saotoma, Y.; Inoue, A.: Characterization of super-precision microgear made of Ni-based metallic glass; Journal of Metastable and Nanocrystalline Materials; 24-25; (2005); S. 543-546
- [Jad03] Jadaan, O. M.; Nemeth, N. N.; Bagdahn, J.; Sharpe, W. N. Jr.: Probabilistic Weibull behavior and mechanical properties of MEMS brittle materials; Journal of Materials Science; 38; (2003); S. 4087-4113
- [Jah83] Jahanafrooz, A.; Hasan, F.; Lorimer, G. W.; Ridley, N.: Microstructural Development in Complex Nickel-Aluminium Bronzes; Metallurgical Transactions A; 14A; October (1983); S. 1951-1956
- [Kah08] Kahn, H.; Avishai, A.; Ballarini, R.; Heuer, A. H.: Surface oxide effects on failure of polysilicon MEMS after cyclic and monotonic loading; Scripta Materialia; 59 9; (2008); S. 912-915
- [Käl96] Kälvesten, E.: Pressure and Wall Shear Stress Sensors for Turbulence Measurements; Dissertation; Royal Institute of Technology, Stockholm; (1996)
- [Kan60] Kanamori, M.; Ueda, S.: The Structure of Copper-Aluminium-Nickel-Iron Quaternary Cast Alloys; Transactions of the Japan Institute of Metals; 1 2; (1960); S. 92-97
- [Kas05] Kasanická, B.; Auhorn, M.; Beck, T.; Schulze, V.; Löhe, D.: Structure and Properties of Metallic Materials; In: Advanced Micro and Nanosystems 3; Kapitel 19; Hrsg.: D. Löhe, J. Hausselt; Wiley VCH, Weinheim (2005); S. 523-553
- [Kas06] Kasanická, B.; Müller, M.; Auhorn, M.; Schulze, V.; Bauer, W.; Beck, T.; Ritzhaupt-Kleissel, H. J.; Löhe, D.: Correlations between production process, states and mechanical properties of microspecimens made of zirconia; Microsystem Technologies; 12; (2006); S. 1133-1141

- [Kas08] Kasanická, B.: Prozess-Gefüge-Eigenschafts-Beziehungen für das Urformen von Mikroproben; Dissertation, Universität Karlsruhe (TH); Shaker Verlag GmbH, Aachen; (2008)
- [Kas09] Kasanická, B.; Okolo B.; Baumeister, G.; Auhorn, M.; Beck, T.; Wanner, A.; Hausselt, J.; Löhe, D.; Schulze, V.: On the relationship between microcasting process, material states and mechanical properties in the gold alloy Stabilor G; *Materials Science and Engineering A*; 501; (2009); S. 70-80
- [Keh00] Kehl, G.: Verformung experimentell analysieren: Berührungslose Grenzfeldverfahren – Ein Überblick und Vergleich; *Materialprüfung*; 42 5; (2000); S. 166-171
- [Ken86] Kendall, K.; Alford, N. McN.; Tan, S. R.; Birchall, J. D.: Influence of toughness on Weibull modulus of ceramic bending strength; *Journal of Material Research*; 1 1; (1986); S. 120-123
- [Ken07] Kenis, C.; Kenis, P. J. A.: Fabrication of Ceramic Microscale Structures; *Journal of the American Ceramic Society*; 90 9; (2007); S. 2779-2783
- [Kha91] Khalili, A.; Kromp, K.: Statistical properties of Weibull estimators; *Journal of Materials Science*; 26; (1991); S. 6741-6752
- [Kim95a] Kim, Y. W.; Mitomo, M.; Hirosaki, N.: R-curve behaviour of sintered silicon nitride; *Journal of Materials Science*; 30; (1995); S. 4043-4048
- [Kim95b] Kim, Y. W.; Mitomo, M.; Hirosaki, N.: R-curve behaviour and microstructure of sintered silicon nitride; *Journal of Materials Science*; 30; (1995); S. 5178-5184
- [Kin59a] Kingery, W. D.: Sintering in the presence of a liquid Phase. I. Theory; *Journal of Applied Physics*; 30 3; (1959), S. 301-306
- [Kin59b] Kingery, W. D.; Narasimhan, M. D.: Sintering in the presence of a liquid Phase. II. Experimental; *Journal of Applied Physics*; 30 3; (1959), S. 307-310
- [Kle92] Kleebe, H.-J.; Hoffmann, M. J.; Rühle, M.: Influence of Secondary Phase Chemistry on Grain Boundary Film Thickness in Silicon Nitride; *Zeitschrift für Metallkunde*; 83 8; (1992); S. 610-617
- [Kle01] Klein, M.; Hadrboletz, A.; Weiss, B.; Khatibi, G.: The 'size effect' on the stress-strain, fatigue and fracture properties of thin metallic foils; *Materials Science and Engineering A*; 319-321; (2001); S. 924-928
- [Klo79] Kloos, K.-H.; Fuchsbaauer, B.; Magin, W.; Zankov, D.: Übertragbarkeit von Probestab-Schwingfestigkeiten auf Bauteile; *VDI-Berichte Nr. 354*; (1979); S. 59-72
- [Kna03] Knauss, W.; Chasiotis, I.; Huang, Y.: Mechanical measurements at the micron and nanometer scales; *Mechanics of Materials*; 35; (2003); S. 217-231

- [Kne88] Knehans, R.; Steinbrech, R. W.: Bruchverhalten keramischer Werkstoffe; Technische Keramik; Vulkan Verlag, Essen; (1988); S. 95-101
- [Kni03] Knitter, R.; Bauer, W.; Göhring, D.: Microfabrication of ceramics by rapid prototyping process chains; Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part C: Journal of Mechanical Engineering Science; 217; (2003); S. 41-51
- [Kou04] Kouna Njiwa, A. B.; Fett, T.; Rödel, J.; Quinn, G. D.: Crack-Tip Toughness Measurements on a Sintered Reaction-Bonded Si_3N_4 ; Journal of the American Ceramic Society; 87 8; (2004); S. 1502-1508
- [Kun04] Kuntz, M.; Grathwohl, G.: Bruchmechanik; In: Technische Keramik; Hrsg.: Kollenberg, W.; Vulkan-Verlag, Essen; Kapitel 2.2.2; (2004)
- [Lan91] Lange, H.; Wötting, G.; Winter, G.: Silicon Nitride – From Powder Synthesis to Ceramic Materials; Angewandte Chemie International Edition in Englisch; 30 12; (1991); S. 1579-1597
- [Lan06] Lang, U.; Reichen, M.; Dual, J.: Fabrication of a tensile test for polymer micromechanics; Microelectronic Engineering; 83; (2006); S. 1182-1184
- [Law93] Lawn, B. R.: Fracture of Brittle Solids; Cambridge University Press, Cambridge; 2. Auflage; (1993)
- [Lee02] Lee, D. H.; Park, D. E.; Yoon, J. B.; Kwon, S.; Yoon, E.: Fabrication and test of a MEMS combustor and reciprocating device; Journal of Micromechanics and Microengineering; 12; (2002); S. 26-34
- [Li07] Li, X.; Ding, G.; Ando, T.; Shikida, M.; Sato, K.; Micromechanical characterization of electroplated permalloy films for MEMS; Microsystem Technologies; 14; (2007); S. 131-134
- [Liu94] Liu, T.; Mai, Y.-W.; Swain, M. V.; Grathwohl, G.: Effects of grain size and specimen geometry on the transformation and R-curve behaviour of 9Ce-TZP ceramics; Journal of Materials Science; 29; (1994); S. 835-843
- [Löf99] Löfdahl, L.; Gad-el-Hak, M.: MEMS-based pressure and shear stress sensors for turbulent flows; Measurement Science and Technology; 10; (1999); S. 665-686
- [Löh05] Löhe, D.; Beck, T.: Mikro-Urformen: Der Sonderforschungsbereich 499; Industrie Management; 21 6; (2005); S. 21-24
- [Lu01] Lu, H.-H.; Huang, J.-L.: Effect of Y_2O_3 and Yb_2O_3 on the microstructure and mechanical properties of silicon nitride; Ceramics International; 27; (2001); S. 621-628

- [Lu02] Lu, C.; Danzer, R.; Fischer, F. D.: Fracture statistics of brittle materials: Weibull or normal distribution; *Physical Review E*; 65; (2002); S. 067102-1-4
- [Lüp74] Lüpke, G.: *Spritzgießen von Kunststoffen*; Vogel Verlag, Würzburg; (1974)
- [Mag81] Magin, W.: Untersuchung des geometrischen Größeneinflusses bei Umlaufbiegebeanspruchung unter besonderer Berücksichtigung technologischer Einflüsse; Dissertation, Technische Hochschule Darmstadt; (1981)
- [Mai72] Maiti, H. S.; Gokhale, K. V. G. K.; Subbarao, E. C.: Kinetics and burst phenomenon in ZrO_2 transformation; *Journal of the American Ceramic Society*; 69 8; (1972); S. 317-322
- [Mar06] Marx, M.; Schäf, W.; Vehoff, H.; Holzapfel, C.: Interaction of microcracks with selected interfaces: Focused ion beam for a systematic crack initiation; *Materials Science and Engineering A*; 435-436; (2006); S. 595-601
- [Mat08] Mattsson, L.; Bolt, P. J.; Azcarate, S.; Brousseau, E.; Fillon, B.; Fowler, C.; Gellink, E.; Griffith, C.; Khan Malek, C.; Marson, S.; Retolaza, A.; Schneider, A.; Schoth, A.; Temun, A.; Tiquet, P.; Tosello, G.: How reliable are surface measurements of micro-features? – Experiences of a Round Robin test within nine 4M laboratories; In: *Multi-Material Micro Manufacture*; Hrsg.: Dimov, S.; Menz, W.; Whittles Publishing Ltd.; (2008)
- [Mei00] Meigh, H.: *Cast and Wrought Aluminium Bronzes – Properties, Processes and Structure*; Copper Development Association, London; (2000); 10M Communications Ltd, London
- [Mes00] Meschke, F.; Raddatz, O.; Kolleck, A.; Schneider, G. A.: R-Curve Behavior and Crack-Closure Stresses in Barium Titanate and (Mg, Y)-PSZ Ceramics; *Journal of the American Ceramic Society*; 83 2; (2000); S. 353-361
- [Mey03] Meyna, A.; Pauli, B.: *Taschenbuch der Zuverlässigkeits- und Sicherheitstechnik*; Carl Hanser Verlag, München, Wien; (2003)
- [Mic94] Michalowsky, L.: *Neue keramische Werkstoffe*; Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie; 1. Auflage; (1994)
- [Mil00] Milella, P. P.; Bonora, N.: On the dependence of the Weibull exponent on geometry and loading conditions and its implications on the fracture toughness probability curve using a local approach criterion; *International Journal of Fracture*; 104; (2000); S. 71-87

- [Miy79a] Miyazaki, S.; Shibata, K.; Fujita, H.: Effect of specimen thickness on the mechanical properties of polycrystalline aggregates with various grain sizes; *Acta Metallurgica*; 27; (1979); S. 855-862
- [Miy79b] Miyazaki, S.; Fujita, H.; Hiraoka, H.: Effect of specimen size on the flow stress of rod specimens of polycrystalline Cu-Al alloy; *Scripta Metallurgica*; 13; (1979); S. 447-449
- [Müc99] Mücklich, F.; Ohser, J.; Blank, S.; Katrakova, D.; Petzow, G.: Stereological Analysis of Grain Size and Grain Shape Applied to Silicon Nitride Ceramics; *Zeitschrift für Metallkunde*; 90 8; (1999); S. 557-561
- [Mül07] Müller, M.; Rögner, J.; Okolo, B.: Factors Influencing the Mechanical Properties of Moulded Zirconia Micro Parts; *Proceedings 10th International Conference and Exhibition of the European Ceramic Society, 17.06 – 21.06.2007, Berlin*; Göller-Verlag; (2007); S. 1291-1296
- [Mül09] Müller, M.; Bauer, W.; Knitter, R.: Processing of micro-components made of sintered reaction-bonded silicon nitride SRBSN. Part 1: Factors influencing the reaction-bonding process; *Ceramics International*; 35; (2009); S. 2577-2585
- [Mül10] Müller, M.; Rögner, J.; Okolo, B.; Bauer, W.; Knitter, R.: Processing of micro-components made of sintered reaction-bonded silicon nitride SRBSN. Part 2: Sintering behaviour and Micro-mechanical properties; *Ceramics International*; 36; (2010); S. 707-717
- [Mun01] Munz, D.; Fett, T.: *Ceramics – Mechanical Properties, Failure Behaviour, Materials Selection*; 2. Auflage; Springer-Verlag; (2001)
- [Mun07] Munz, D.: What can we learn from R-Curve Measurements?; *Journal of the American Ceramic Society*; 90 1; (2007); S. 1-15
- [Nic93] Nickel, J.: Beanspruchungszustand; In: Sähn, S.; Göldner, H.; *Bruch- und Beurteilungskriterien in der Festigkeitslehre*; 2. verb. Auflage; Fachbuchverlag Leipzig; (1993)
- [Nit94] Nitsche, W.: *Strömungsmesstechnik*; Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York; (1994)
- [Obe99] Obergfell, K.; Schulze, V.; Lang, K.H.; Löhe, D.: *Aufbau, Regelung und Messwerterfassung einer Mikro-Universalprüfmaschine*; Werkstoffprüfung, Bad Nauheim, 03.12.1999; Deutscher Verband für Materialforschung und -prüfung; (1999); S. 331-339

- [Obe00] Obergfell, K.; Beck, T.; Schulze, V.; Löhe, D.: Mikroproben quasistatisch und zyklisch prüfen; MP Materialprüfung; 42; (2000); S. 391-395
- [Ohl01] Ohla, K.; Benkißer, G.: The Microstructures of Spray Formed complex Aluminium Bronzes; Sonderbände der Praktischen Metallographie; Hrsg.: Petzow, G.; 32; (2001); S. 259-270
- [Oka90] Okada, A.; Hirosaki, N.: Effects of microstructure on the R-curve behaviour of sintered silicon nitride; Journal of Materials Science; 25; (1990); S. 1656-1661
- [Orl03] Orloff, J.; Utlaut, M.; Swanson, L.: High Resolution Focused Ion Beams: FIB and its Applications; Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York; (2003)
- [Ost01] Ostash, O. P.; Panasyuk, V. V.: Fatigue process zone at notches; International Journal of Fatigue; 23; (2001); S. 627-636
- [Ott92a] Ott, D.; Raub, C., Rapson, W. S.: Casting – porosity, causes and prevention; Gold Technology; 7; (1992); S. 18-27
- [Ott92b] Ott, D.; Raub, C.: Casting – surface properties; Gold Technology; 7; (1992); S. 28-31
- [Ott94] Ott, D.: Analysis of Common Casting Defects; Gold Technology; 13; (1997); S. 2-15
- [Ott95] Ott, D.: Control of Defects in Casting; Gold Technology; 17; (1995); S. 26-35
- [Ott01] Ott, D.: Handbook on Casting and Other Defects in Gold Jewellery Manufacture; London: World Gold Council; Nachdruck; (2001)
- [Pad97a] Padmanabhan, A.; Sheplak, M.; Breuer, K.; Schmidt, M.: Micromachined Sensors for Static and Dynamic Shear-Stress Measurements in Aerodynamic Flows; International Conference on Solid State Sensors and Actuators; Chicago; (1997)
- [Pad97b] Padmanabhan, A.: Silicon Micromachined Sensors and Sensor Arrays for Shear-Stress Measurements in Aerodynamic Flows; Dissertation; Massachusetts Institute of Technology; (1997)
- [Pet68] Petràn, M.; Hadravaký, M.; Egger, M. D.; Galambos, R.: Tandem-Scanning Reflected-Light Microscope; Journal of the Optical Society of America; 58 5; (1968); S. 661-664
- [Pet02] Petzow, G.; Herrmann, M.: Silicon Nitride Ceramics; In: High Performance Non-Oxide Ceramics II, Structure and Bonding; Hrsg.: Jansen, M.; Springer-Verlag; 102; (2002); S. 47-167
- [Qui91] Quinn, G.; Morrell, R.: Design Data for Engineering Ceramics: A Review of the Flexure Test; Journal of the American Ceramic Society; 74; (1991); S. 2037-2066

- [Qui03a] Quinn, G.; Weibull Effective Volumes and Surfaces for Cylindrical Rods Loaded in Flexure; *Journal of the American Ceramic Society*; 86; (2003); S. 475-479
- [Qui03b] Quinn, G.; Weibull Strength Scaling for Standardized Rectangular Flexure Specimens; *Journal of the American Ceramic Society*; 86; (2003); S. 508-510
- [Qui05] Quinn, G.; Ives L.; Jahanmir S.: Machining Cracks in Finished Ceramics; *Key Engineering Materials*; 290; (2005); S. 1-13
- [Rad02] Radaj, D.: Ermüdungsfestigkeit; Springer-Verlag, Berlin - Heidelberg; 2. Auflage; (2002)
- [Rau92] Raub, C. J.: Casting – Introduction and Problem Areas; *Gold Technology*; 7; (1992); S. 8-9
- [Rau02] Rauchs, G.; Fett, T.; Munz, D.: R-curve behaviour of 9Ce-TZP zirconia ceramics; *Engineering Fracture Mechanics*; 69; (2002); S. 389-401
- [Rea93] Ready, M. L.; McCallen, C. L.; McNamara, P. D., Lawn, B. R.: Correlation between flaw tolerance and reliability in zirconia; *Journal of materials Science*; 28; (1993); S. 6748-6752
- [Rea95] Ready, M. L.; McCallen, C. L.: Microstructure, Flaw Tolerance, and Reliability of Ce-TZP and Y-TZP Ceramics; *Journal of the American Ceramic Society*; 78 10; (1995); S. 2769-2776
- [Rie02] Riesch-Oppermann, H.; Diegele, E.: Elements of a fracture mechanics concept for the cleavage fracture behaviour of RAFM steels using local fracture criteria; *Wissenschaftliche Berichte Forschungszentrum Karlsruhe (FZKA 6668)*; (2002)
- [Ril00] Riley, F. L.: Silicon Nitride and Related Materials; *Journal of the American Ceramic Society*; 83 2; (2000); S. 245-265
- [Rit00] Ritchie, R. O.; Gilbert, C. J.; McNaney, J. M.: Mechanics and mechanisms of the fatigue damage and crack growth in advanced materials; *International Journal of Solids and Structures*; 37; (2000); S. 311-329
- [Rög08a] Rögner, J.; Okolo, B.; Kurzenhäuser, S.; Müller, M.; Bauer, W.; Ritzhaupt-Kleissl, H.-J.; Kerscher, E.; Schulze, V.: Relationships between Process, Microstructure and Properties of Molded Zirconia Micro Specimens; *Microsystem Technologies*; 14; (2008); S. 1831-1837
- [Rög08b] Rögner, J.; Kerscher, E.; Schulze, V.; Löhe, D.: Mechanical Properties of Primary Shaped Notched Micro Specimens Made of Aluminum Bronze; *Advanced Engineering Materials*; 10 6; (2008); S. 529-533

- [Rui96] Ruiz, L.; Readey, M. J.: Effect of Heat Treatment on Grain Size, Phase Assemblage, and Mechanical Properties of 3 mol% Y-TZP; *Journal of the American Ceramic Society*; 79 9; (1996); S. 2331-2340
- [Rut97] Ruther, P.; Bacher, W.; Feit, K.: Entwicklung eines LIGA-Mikrosystems zur Messung mechanischer Eigenschaften von Mikroproben; *Wissenschaftliche Berichte Forschungszentrum Karlsruhe (FZKA 5986)*; (1997)
- [Sal07] Salmang, H.; Scholze, H.: *Keramik*; Hrsg.: Telle, R.; Springer-Verlag, Berlin Heidelberg; 7. Auflage; (2007)
- [Sao06] Saouma, V. E.; Fava, G.: On fractals and size effects; *International Journal of Fracture*; 137; (2006); S. 231-249
- [Sat03] Satet, R.: Einfluss der Grenzflächeneigenschaften auf die Gefügeausbildung und das mechanische Verhalten von Siliciumnitrid-Keramiken; *Dissertation; Universität Karlsruhe (TH); Schriftenreihe des Instituts für Keramik im Maschinenbau; IKM 038*; (2003)
- [Sch98] Schiltges, G.; Gsell, D.; Dual, J.: Torsional test on microstructures: two methods to determine shear-moduli; *Microsystem Technologies*; 5; (1998); S. 22-29
- [Sch05] Schumann, H.; Öttel, H. (Hrsg.): *Metallographie*; 14., verbesserte Auflage; Wiley-VCH Verlag Weinheim; (2005)
- [Sch07] Schoenfelder, S.; Ebert, M.; Landesberger, C.; Bock, K.; Bagdahn, J.: Investigations of the influence of dicing techniques on the strength properties of thin silicon; *Microelectronics Reliability*; 47; (2007); S. 168-178
- [Sch09] Schlipf, M.: Statistische Prozessregelung von Fertigungs- und Messprozess zur Erreichung einer variabilitätsarmen Produktion mikromechanischer Bauteile; *Dissertation, Universität Karlsruhe (TH), Shaker Verlag GmbH, Aachen*; (2009)
- [Sco75] Scott, H. G.: Phase relationships in the zirconia-yttria system; *Journal of Materials Science*; 10; (1975); S. 1527-1535
- [Sha02a] Sharpe, W. N. Jr.: Mechanical Properties of MEMS Materials; In: *The MEMS Handbook, Chapter 3*; Hrsg.: M. Gad-el-Hak; CRC Press; Boca Raton; (2002)
- [Sha02b] Sharpe, W. N. Jr.; Bagdahn, J.: Fatigue of materials used in microelectromechanical systems (MEMS); *Proc. 8th Int. Fatigue Cong.*; Stockholm; Schweden; Hrsg.: Blom, A. F. ; (2002); S. 2197-2212
- [Sha03a] Sharpe, W. N. Jr.: Murray Lecture, Tensile testing at the Micrometer Scale: Opportunities in Experimental Mechanics; *Experimental Mechanics*; 43 3; (2003); S. 228-237

- [Sha03b] Sharpe, W. N. Jr.; Bagdahn, J.; Jackson, K.; Coles, G.: Tensile testing of MEMS materials – recent progress; *Journal of Materials Science*; 38; (2003); S. 4075-4079
- [Sha09] Shao, Y.; Jia, D.; Liu, B.: Characterization of porous silicon nitride ceramics by pressureless sintering using fly ash cenosphere as a pore-forming agent; *Journal of the European Ceramic Society*; 29; (2009); S. 1529-1534
- [She89] Shetty, D. K.; Wang, Jr-S.: Crack Stability and Strength Distribution of Ceramics That Exhibit Rising Crack-Growth-Resistance (R-Curve) Behavior; *Journal of the American Ceramic Society*; 72 7; (1989); S. 1158-1162
- [Shr03] Shrotriya, P.; Allameh, S. M.; Lou, J.; Buchheit, T.; Soboyejo, W. O.: On the measurement of the plasticity length scale parameter in LIGA nickel foils; *Mechanics of Materials*; 35; (2003); S. 233-243
- [Spa03] Spath, D.; Barrho, T.; Knoll, M.; Löhe, D.; Schulze, V.: Mikrounformen – der SFB 499; *wt Werkstattstechnik online*; 93 3; (2003); S. 136-140
- [Spe00] Spearing, S. M.: Materials Issues in Microelectromechanical Systems (MEMS); *Acta Materialia*; 48; (2000); S. 179-196
- [Ste87] Stevens, R.: An introduction to zirconia; Magnesium Elektron Publication No. 113; 2. Auflage; (1987)
- [Suá09] Suárez, G.; Sakka, Y.; Suzuki, T. S.; Uchikoshi, T.; Zhu, X.; Aglietti, E. F.: Effect of starting powders on the sintering of nanostructured ZrO₂ ceramics by colloidal processing; *Science and Technology of Advanced Materials*; 10 2; (2009), S. 1-8
- [Sue97] Suematsu, H.; Mitomo, M.; Mitchell, T. E.; Petrovic J. J.; Fukunaga, O.; Ohashi, N.: The α - β Transformation in Silicon Nitride Single Crystals; *Journal of the American Ceramic Society*; 80 3; (1997); S. 615-620
- [Sur03] Suresh, S.; Mayo, M. J.: Crystallite and grain-size-dependent phase transformation in yttria-doped zirconia; *Journal of the American Ceramic Society*; 86 2; (2003); S. 360-362
- [Tak07] Taki, E.; Kawakami, Y.; Otsu, M.; Takashima, K.: Fracture Behaviour of Micro-Sized Fe-3 % Si Alloy Single Crystals; *Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering*; 1 6; (2007); S. 779-786
- [Tan93] Tandon, R.; Green, D. J.; Cook, R. F.: Strength Variability in Brittle Materials with Stabilizing and Destabilizing Resistance Fields; *Acta metallurgica et materialia*; 41 2; (1993); S. 399-408

- [Tan07] Tang, Y.; Tan, W. K.; Fuh, J. Y. H.; Loh, H. T.; Wong, Y. S.; Thian, S. C. H.; Lu, L.: Micro-mould fabrication for a micro-gear via vacuum casting; *Journal of Materials Processing Technology*; 192-193; (2007); S. 334-339
- [Tie93] Tiegs, T. N.; Kiggans, J. O. Jr.; Ploetz, K. L.: Sintered Reaction-Bonded Silicon Nitride by Microwave Heating; *Materials Research Society Symposium Proceedings*; 287; 30.11. – 3.12. 1992, Boston Massachusetts, USA; (1992); S. 283-288
- [TOS09] Tosoh Products: Zirconia Powders Easy Sintering Grades [online], erhältlich unter: http://www.tosoh.com/Products/e+basic2_grades.htm [Stand: 18.08.2009]
- [Tsa99] Tsai, C.-L.; Daniel, I. M.: Determination of Shear Modulus of Single Fibers; *Experimental Mechanics*; 39 4; (1999); S. 284-286
- [Tsa04] Tsai, T.-H.; Yang, H.; Chein, R.: High-aspect-ratio microstructure filling by centrifugal force field modelling; *Microsystem Technologies*; 10; (2004); S. 571-577
- [Tse00] Tseng, W. J.; Kita, H.: As-fired strength of silicon nitride ceramics; *Ceramics International*; 26; (2000); S. 197-202
- [Udu00a] Udupa, G.; Singaperumal, M.; Sirohi, R. S.; Kothiyal, M. P.: Characterization of surface topography by confocal microscopy: I. Principles and the measurement system; *Measurement Science and Technology*; 11; (2000); S. 305-314
- [Udu00b] Udupa, G.; Singaperumal, M.; Sirohi, R. S.; Kothiyal, M. P.: Characterization of surface topography by confocal microscopy: II. The micro and macro surface irregularities; *Measurement Science and Technology*; 11; (2000); S. 315-329
- [Vol06] Volkert, C. A.; Lilleodden, E. T.: Size effects in the deformation of sub-micron Au columns; *Philosophical Magazine*; 86 33-35; (2006); S. 5567-5579
- [Vol08] Vollertsen, F.: Categories of size effects; *Production Engineering*; 2; (2008); S. 377-383
- [Vol09] Vollertsen, F.; Biermann, D.; Hansen, H. N.; Jawahir, I. S.; Kuzman, K.: Size effects in manufacturing of metallic components; *Annals of the CIRP*; 58 2; (2009); S. 566-587
- [Wag80] Wagner, E.: *Werkstoffkunde der Dental-Edelmetall-Legierungen*; Verlag Neuer Merkur, München; 1. Auflage; (1980)
- [Wei39] Weibull, W.: A statistical theory of the strength of materials, *Proc. R. Swed. Inst. Eng. Res.*, 151; (1939); S. 1-45
- [Wei51] Weibull, W.: A statistical distribution function of wide applicability, *Journal of Applied Mechanics*; 18; (1951); S. 293-297

- [Wei54] Weibull, W.: A new method for the statistical treatment of fatigue data, SAAB Technical Notes, 30; (1954); S. 1-19
- [Wei02] Weiss, B.; Hadrboletz, A.: Fatigue of micromaterials; Proc. 8th Int. Fatigue Cong.; Stockholm; Schweden; Hrsg.: Blom, A. F.; (2002); S. 2233-2244
- [Win00] Winkel, G.; Benkißer, G.; Eberlein J.; Kaps, R.: Untersuchungen zum Ausscheidungs- und Auflösungsverhalten von intermetallischen κ -Phasen in den Gefügen von Schiffspropellerbronzen; Sonderbände der Praktischen Metallographie; Hrsg.: G. Petzow; 31; (2000); S. 113-118
- [Wöl99] Wöllmer, H.; Ruprecht, R.; Haußelt, J.: Präzisionsguß von Mikroteilen aus Metall; Galvanotechnik; 90 6; (1999); S. 1692-1698
- [Wöl00] Wöllmer, H.: Untersuchung zum Präzisionsgießen metallischer Mikroteile; Dissertation, Forschungszentrum Karlsruhe; Wissenschaftliche Berichte FZKA 6502; (2000)
- [Wöt85] Wötting, G.; Ziegler, G.: Einfluss der Ausgangszusammensetzung und der Herstellungsbedingungen auf die Gefügeausbildung und die mechanischen Eigenschaften von dichtem Siliciumnitrid; Fortschrittsberichte der Deutschen Keramischen Gesellschaft; 62; Band 1 Heft 1; (1985); S. 33-42
- [Wu07] Wu, W. G.; Chen, Q. H.; Yan, G. Z.; Yin, D. Q.; Chen, Z. Y.; Hao, Y. L.; Xu, A. S.; Wang, Y. Y.: Micro torsion mirror actuated by compound electrostatic driven structure; Sensors and Actuators A; 135; (2007); S. 758-764
- [Yan02] Yang, J.-F.; Ohji, T.; Kanzaki, S.; Díaz, A.; Hampshire, S.: Microstructure and Mechanical Properties of Silicon Nitride Ceramics with Controlled Porosity; Journal of the American Ceramic Society; 85 6; (2002), S. 1512-1516
- [Yan07] Yang, Y.; Imasogie, B. I.; Allameh, S. M.; Boyce, B.; Lian, K.; Lou, J.; Soboyejo, W. O.: Mechanisms of fatigue in LIGA Ni MEMS thin films; Materials Science and Engineering A; 444; (2007); S. 39-50
- [Yut41] Yutaka, A.: The Equilibrium Diagram of the Iron-Bearing Aluminium-Bronzes; Nippon Kinzoku Gakkai-Shi; 5; (1941); S. 136-157
- [Zha00] Zhang, T.-Y.; Su, Y.-J.; Qian, C.-F.; Zhao, M.-H.; Chen, L.-Q.: Microbridge Testing of Silicon Nitride Thin Films Deposit on Silicon Wafers; Acta materialia; 48; (2000); S. 2843-2857
- [Zha03a] Zhang, D.; Su, B.; Button, T. W.: Microfabrication of Three-Dimensional, Free-Standing Ceramic MEMS Components by Soft Moulding; Advanced Engineering Materials; 5 12; (2003); S. 924-927

- [Zha03b] Zhang, G. P.; Takashima, K.; Shimojo, M.; Higo, Y.: Fatigue behaviour of micro-sized austenitic stainless steel specimens; *Materials Letters*; 57; (2003); S. 1555-1560
- [Zha06a] Zhang, G. P.; Takashima, K.; Higo, Y.: Fatigue strength of small-scale type 304 stainless steel thin films; *Materials Science and Engineering A*; 426; (2006); S. 95-100
- [Zha06b] Zhang, G. P.; Liu, Y.; Zhang, B.: Effect of annealing close to T_g on notch fracture toughness of Pd-based thin-film metallic glass for MEMS applications; *Scripta Materialia*; 54; (2006); S. 897-901
- [Zha07] Zhang, D.; Su, B.; Button, T. W.: Improvements in the structural integrity of green ceramic microcomponents by a modified soft moulding process; *Journal of the European Ceramic Society*; 27; (2007); S. 645-650
- [Zie87] Ziegler, G.; Heinrich, J.; Wötting, G.: Relationships between processing, microstructure and properties of dense and reaction-bonded silicon nitride; *Journal of Material Science*; 22; (1987); S. 3041-3086
- [Zur84] Zurfluh, U. E.: Experimentelle Bestimmung der Wandschubspannung in turbulenten Grenzschichten; Dissertation; Eidgenössische Technische Hochschule Zürich; (1984)

9.2 Veröffentlichungen im Rahmen dieser Arbeit

- Müller, M.; Rögner, J.; Okolo, B.; Bauer, W.; Ritzhaupt-Kleissl, H.-J.; Factors Influencing the Mechanical Properties of Moulded Zirconia Micro Parts; Proceedings 10th International Conference and Exhibition of the European Ceramic Society; Göller Verlag, Baden-Baden; ISBN: 3-87264-022-4; (2007); S. 1291-1296
- Baumeister, G.; Okolo, B.; Rögner, J.; Haußelt, J.; Beck, T.; Löhe, D.; Ruprecht, R.; Schulze, V.; Prozess-Gefüge-Eigenschaftsbeziehungen beim Mikroguss von Al-Bronze; Kolloquium Mikroproduktion, 22.-23. Nov. 2007, Karlsruhe, Hrsg: Kraft, O.; Emmerich, B.; ISBN 978-3-923704-61-3; (2007); S. 115 - 120
- Rögner, J.; Okolo, B.; Kurzenhäuser, S.; Müller, M.; Bauer, W.; Ritzhaupt-Kleissl, H.-J.; Kerscher, E.; Beck, T.; Schulze, V.; Löhe, D.: Prozess-Gefüge-Eigenschaftsbeziehungen für urgeformte keramische Mikroteile; Kolloquium Mikroproduktion, 22.-23. Nov. 2007, Karlsruhe, Hrsg: Kraft, O.; Emmerich, B.; ISBN 978-3-923704-61-3; (2007); S. 135-141

- Baumeister, G.; Okolo, B.; Rögner, J.: Microcasting of Al bronze: influence of casting parameters on the microstructure and the mechanical properties; *Microsystem Technologies*; 14; (2008); S. 1647-1655
- Rögner, J.; Okolo, B.; Kurzenhäuser, S.; Müller, M.; Bauer, W.; Ritzhaupt-Kleissl, H.-J.; Kerscher, E.; Schulze, V.: Relationships between Process, Microstructure and Properties of Molded Zirconia Micro Specimens; *Microsystem Technologies*; 14; (2008); S. 1831-1837
- Baumeister, G.; Okolo, B.; Rögner, J.; Ruprecht, R.; Kerscher, E.; Schulze, V.; Haußelt, J.; Löhe, D.: New Results on Microcasting of Al Bronze; *Microsystem Technologies*; 14; (2008); S. 1813-1821
- Rögner, J.; Kerscher, E.; Schulze, V.; Löhe, D.: Mechanical Properties of Primary Shaped Notched Micro Specimens Made of Aluminum Bronze; *Advanced Engineering Materials*; 10 6; (2008); S. 529-533
- Munzinger, C.; Rögner, J.; Dieckmann, A.-M.: Sinterfügen von Micro-PIM-Bauteilen - Ein Montagekonzept in der Mikrotechnik; *wt Werkstattstechnik online*; 98 9; (2008); S. 701-705
- Rögner, J.; Okolo, B.; Schneider, J.; Lang, K.-H.; Wanner, A.; Schulze, V.: Charakterisierung und Prüfung von Mikrobauteilen; *Kolloquium Mikroproduktion*, 28.-29. Okt. 2009, Bremen; Hrsg.: Vollertsen, F.; Buttgenbach, S.; Kraft, O.; Michaeli, W.; BIAS-Verlag; ISBN 978-3-933762-32-0; (2009); S. 105-110
- Müller, M.; Rögner, J.; Okolo, B.; Bauer, W.; Knitter, R.: Processing of micro-components made of sintered reaction-bonded silicon nitride SRBSN. Part 2: Sintering behaviour and Micro-mechanical properties; *Ceramics International*; 36; (2010); S. 707-717
- Okolo, B.; Rögner, J.; Kerscher, E.; Beck, T.; Schulze, V.; Wanner, A.; Löhe, D.: Size Effects in Aluminium Bronze Cast Specimens; In: *Smart Systems Integration and Reliability*; Hrsg.: Michel, B.; Lang, K.-D.; goldbogen Verlag, Dresden; (2010); S. 740-749
- Rögner, J.; Müller, M.; Lang, K.-H.; Schulze, V.: Sintered Reaction Bonded Silicon Nitride for Micro Mechanical Components; *4M Conference*, Nov., France; doi:10.3850/978-981-08-6555-9_132; (2010)
- Müller, M.; Bauer, W.; Knitter, R.; Rögner, J.: Processing of complex-shaped micro parts by reaction-bonding and sintering of silicon nitride; *International Conference and Exposition on advanced Ceramics Composites*; Daytona, USA; (2010); in Druck

- Cetinel, F. A.; Müller, M.; Rögner, J.; Bauer, W.; Hausselt, J.: Influence of dispersant on rheology of zirconia-paraffin feedstocks and mechanical properties of micro parts fabricated via LPIM; International Conference and Exposition on advanced Ceramics Composites; Daytona, USA; (2010); in Druck
- Rögner, J.; Lang, K.-H.; Baumeister, G.; Schulze, V.: Microstructure and Mechanical Properties of Micro Tensile Specimens made of CuAl10Ni5Fe4 Produced by Micro Casting; Microsystem Technologies; (2010), eingereicht

9.3 Zuordnung der Chargennamen

Um den Mitarbeitern im Sonderforschungsbereich 499 die Zuordnung der im Rahmen dieser Arbeit vorgestellten und diskutierten Chargen zu ermöglichen, sind in Tabelle 9.1 die Chargen der keramischen Werkstoffe Zirkoniumdioxid und Siliziumnitrid mit den SFB-internen Bezeichnung versehen. Bei der Beschreibung der Aluminiumbronze wurde die SFB-interne Bezeichnung verwendet.

Tabelle 9.1: SFB-interne Bezeichnung der im Rahmen dieser Arbeit untersuchten ZrO_2 - und Si_3N_4 -Chargen.

Charge	Chargenbezeichnung intern
A	WYFB902-ZT012-P002-003-011
B	WYFB902-ZT012-P002-007-019
C	WYFB902-ZT012-P002-008-024
D	WYFB902-ZT014-PHG14-001
E	WYFB902-ZT014-PHG14-004
F	WYFB902-ZT014-PHG14-006
G	WYFB902-ZT014-PND14-002
H	WYFB902-ZT014-PND14-003
I	WYFB902-ZS006-03
J	WYFB902-ZS006-04
K	WYFB902-ZS008-02
L	WYFB902-ZS008-03
1	WYFB902-SN04-003
2	WYFB902-SN04-006
3	WYFB902-SN05-003
4	WYFB902-SN05-005
5	WYFB902-SN08-004
6	WYFB902-SN08-005
7	WYFB902-SN09-001
8	WYFB902-SN09-008

9.4 Anhang

Die Daten für die Erstellung der multiplen Regression zur Abschätzung von $R_{p0,2}$ und R_m für Mikrozugproben aus CuAl10Ni5Fe4 sind in Tabelle 9.2 zusammengefasst.

Tabelle 9.2: Daten für die multiple Regression für CuAl10Ni5Fe4.

Charge	$R_{p0,2}$ [MPa]	R_m [MPa]	Al [Ma-%]	Ni [Ma-%]	Fe [Ma-%]	Mn [Ma-%]	Zn [Ma-%]	Si [Ma-%]
1241	347,8	791,9	9,82	5,10	4,50	0,80	0,07	0,08
1305	504,5	929,4	10,34	5,30	5,80	0,50	0,08	0,11
1698	424,4	887,0	9,65	5,55	4,91	0,18	0,04	0,028
1699	387,6	734,1	9,43	4,89	4,34	0,30	0,03	0,038
1700	412,6	846,7	10,18	5,02	4,98	0,37	0,01	0,021
1702	545,0	883,9	10,08	4,73	6,86	0,68	0,00	0,04
1704	347,1	803,5	9,66	5,15	7,53	0,76	0,04	0,05
1708	513,1	966,3	9,46	4,60	4,87	0,28	0,02	0,04
1709	468,4	894,1	9,53	5,33	4,97	0,39	0,02	0,34